



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0029580

(51)⁷ C08K 5/00; C08L 75/04; G02B 1/04;
C08L 69/00

(13) B

-
- (21) 1-2013-01575 (22) 17/11/2011
(86) PCT/US2011/061122 17/11/2011 (87) WO/2012/071237 31/05/2012
(30) 61/416,340 23/11/2010 US; 13/293,255 10/11/2011 US
(45) 25/09/2021 402 (43) 26/08/2013 305A
(73) TRANSITIONS OPTICAL, INC. (US)
9251 Belcher Road, Pinellas Park, Florida 33782, US
(72) BOWLES, Steven E. (US); KUTCHKO, Cynthia (US); LAMERS, Paul H. (US);
LEWIS, Jason R. (US); SARTORI, Dave (US); WALTERS, Rob (US).
(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)
-

(54) CHẾ PHẨM ĐỔI MÀU THEO ÁNH SÁNG CÓ THỂ ĐÓNG RẮN ĐƯỢC VÀ
VẬT DỤNG QUANG HỌC ĐƯỢC SẢN XUẤT TỪ NÓ

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm đổi màu theo ánh sáng dạng polyme hữu cơ có thể đóng rắn được bao gồm: lượng chất đổi màu theo ánh sáng của ít nhất một vật liệu đổi màu theo ánh sáng; polyme polyol có nhóm cacbonat dọc theo trục chính của nó và có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn 5000 g/mol; và chế phẩm đóng rắn có nhóm chức dễ phản ứng có thể phản ứng với nhóm hydroxyl trên polyme polyol. Sau khi đóng rắn và sau thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng, chế phẩm này minh họa tốc độ phai màu $T_{1/2}$ nhỏ hơn 200 giây. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm nền cứng và lớp phủ polyme hữu cơ đổi màu theo ánh sáng được phủ lên bề mặt của nền.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm đổi màu theo ánh sáng dạng polyme hữu cơ có thể đóng rắn được và vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm nền cứng mà chế phẩm polyme đổi màu theo ánh sáng được phủ lên dưới dạng lớp phủ.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vật dụng quang học cho chất lượng hình ảnh tốt đồng thời giảm sự truyền ánh sáng tới vào mắt người dùng có nhiều ứng dụng như kính mắt, kính thuốc điều chỉnh thị lực, kính lôm, kính thời trang, ví dụ kính theo đơn hoặc không theo đơn, mặt nạ thể thao, tấm chắn mặt, kính lồi, kính máy ảnh, cửa sổ, kính chắn gió xe và máy bay và các vật dụng trong suốt của xe như tấm chắn chữ T, đèn xi nhan và đèn hậu. Để đáp ứng những nhu cầu đó, vật dụng bằng chất dẻo đổi màu theo ánh sáng được dùng cho các ứng dụng quang học đã được quan tâm đặc biệt. Đặc biệt là, kính mắt bằng chất dẻo đổi màu theo ánh sáng đã được quan tâm do ưu điểm về trọng lượng so với kính thủy tinh.

Vật dụng bằng chất dẻo đổi màu theo ánh sáng được sản xuất bằng cách kết hợp vật liệu đổi màu theo ánh sáng với nền chất dẻo nhờ kỹ thuật hấp thụ bề mặt. Trong phương pháp này, thuốc nhuộm đổi màu theo ánh sáng được đưa vào vùng dưới bề mặt của vật dụng bằng chất dẻo, như kính, bằng cách đầu tiên đưa một hoặc nhiều thuốc nhuộm/hợp chất đổi màu theo ánh sáng lên bề mặt của vật dụng bằng chất dẻo, hoặc ở dạng thuốc nhuộm/hợp chất đổi màu theo ánh sáng chưa pha chế hoặc đã hòa tan trong chất mang polyme hoặc chất mang dung môi hữu cơ, và sau đó cấp nhiệt lên bề mặt được phủ để thuốc nhuộm/hợp chất đổi màu theo ánh sáng khuếch tán vào vùng dưới bề mặt của vật dụng bằng chất dẻo (quy trình được đề cập đến như “hấp thụ”). Nền chất dẻo của vật dụng bằng chất dẻo đổi màu theo ánh sáng này được xem là có thể tích đủ tự do trong nền polyme để cho phép hợp chất đổi màu theo ánh sáng chuyển hóa từ dạng không màu sang dạng được nhuộm màu, và sau đó quay trở lại dạng không màu ban đầu của nó.

Tuy nhiên, có những nền polyme đặc trưng mà có thể không có đủ thể tích tự do để cho phép cơ chế quay vòng điện tích như nêu trên xuất hiện một cách đầy đủ để cho phép sử dụng chúng làm nền cho vật liệu đổi màu theo ánh sáng hấp thụ (hoặc hợp nhất bên trong) để ứng dụng đặc tính đổi màu theo ánh sáng cho các vật dụng thương mại. Các ví dụ không giới hạn của nền này bao gồm nền polyme rắn nhiệt, như những nền được sản xuất từ allyl diglycol cacbonat monome, ví dụ, dietylen glycol bis(allyl cacbonat), và copolyme của chúng; polycacbonat dựa trên bisphenol A dẻo nhiệt thông thường; và polyme quang liên kết ngang cao.

Để cho phép sử dụng polyme rắn nhiệt, vật liệu polycacbonat dẻo nhiệt, và polyme quang liên kết ngang cao dưới dạng nền dẻo cho vật dụng đổi màu theo ánh sáng, đã có đề xuất phủ lớp phủ đổi màu theo ánh sáng lên bề mặt của nền dẻo này. Hiện vẫn đang có những khó khăn để giảm thiểu thời gian để hoạt hóa và khử hoạt hóa vật liệu đổi màu theo ánh sáng chứa trong lớp phủ để đáp ứng nhu cầu khách hàng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến chế phẩm đổi màu theo ánh sáng dạng polyme hữu cơ có thể đóng rắn được bao gồm: lượng chất đổi màu theo ánh sáng của ít nhất một vật liệu đổi màu theo ánh sáng; polyme polyol có nhóm cacbonat dọc theo cấu trúc cơ sở của nó và có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn 5000 g/mol như được xác định bởi lớp phủ GPC như được mô tả dưới đây; và chế phẩm đóng rắn có nhóm chức dễ phản ứng có thể phản ứng với nhóm hydroxyl trên polyme polyol. Sau khi đóng rắn và sau thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng, chế phẩm này minh họa tốc độ phai màu $T_{1/2}$ nhỏ hơn 200 giây (được xác định như được mô tả chi tiết dưới đây).

Sáng chế cũng đề cập đến vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm nền cứng và lớp phủ polyme hữu cơ đổi màu theo ánh sáng được phủ lên bề mặt của nền. Lớp phủ polyme hữu cơ đổi màu theo ánh sáng bao gồm chế phẩm được mô tả trên đây.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong bản mô tả này (ngoại trừ trong phần các ví dụ), trừ khi được nêu khác đi, tất cả các số thể hiện số lượng và khoảng của thành phần, điều kiện phản ứng, v.v., như những giá trị thể hiện dải khúc xạ và bước sóng, được sử dụng trong phần mô tả và yêu cầu bảo hộ dưới đây được hiểu là được điều chỉnh trong mọi trường hợp bởi thuật ngữ “khoảng”. Do đó, trừ khi được nêu khác đi, thông số số học đưa ra trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ là những số xấp xỉ mà có thể biến đổi phụ thuộc vào các đặc tính mong muốn đối với vật dụng theo sáng chế. Không nhằm giới hạn sáng chế trong phạm vi yêu cầu bảo hộ, mỗi thông số số học nên được hiểu ít nhất là đến những chữ số có nghĩa và nhờ áp dụng kỹ thuật làm tròn thông thường. Ngoài ra, như được sử dụng trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ, dạng số ít được hiểu là bao gồm cả những giá trị số nhiều, trừ khi được giới hạn duy nhất và rõ ràng đến một đối tượng.

Tuy rằng dải số và thông số thiết lập phạm vi rộng của sáng chế ở dạng xấp xỉ, giá trị số học nêu trong các ví dụ cụ thể được đưa ra ở mức độ chính xác nhất có thể. Tuy nhiên, bất kỳ giá trị đều chứa sai số cần thiết do biến thiên tiêu chuẩn trong các phép đo thử nghiệm tương ứng. Ngoài ra, nên được hiểu rằng bất kỳ dải giá trị trích dẫn ở đây là nhằm bao hàm tất cả những dải phụ được gộp vào. Ví dụ, dải “1 đến 10” dự định bao hàm tất cả dải phụ giữa và bao gồm giá trị nhỏ nhất là 1 và giá trị lớn nhất là 10; nghĩa là, dải có giá trị nhỏ nhất bằng hoặc lớn hơn 1 và giá trị lớn nhất bằng hoặc nhỏ hơn 10. Bởi vì các dải được bộc lộ là liên tục, chúng bao gồm mọi giá trị giữa giá trị nhỏ nhất và lớn nhất. Trừ khi nêu khác đi, dải số khác nhau được nêu trong đơn này, như đã giải thích, là giá trị xấp xỉ.

Như được sử dụng trong phần mô tả và yêu cầu bảo hộ, các thuật ngữ sau có nghĩa như sau:

Thuật ngữ "acrylic" và "acrylat" được sử dụng có thể thay thế cho nhau (trừ khi việc này làm thay đổi ý nghĩa mong muốn thể hiện) và bao gồm axit acrylic, axit acrylic được thế alkyl thấp hơn, ví dụ, axit acrylic được thế C₁-C₅, như axit metacrylic, axit etacrylic, v.v., và dẫn xuất của axit acrylic này, như este C₁-C₅ alkyl của chúng, ví dụ, metyl acrylat, metyl metacrylat, v.v., trừ khi được nêu khác một cách rõ ràng. Thuật ngữ "(met)acrylic" hoặc "(met)acrylat" nhằm bao hàm cả

dạng acrylic/acrylat và dạng metacrylic/metacrylat của vật liệu được nêu, ví dụ, monome (met)acrylic.

Thuật ngữ “đóng rắn”, “được đóng rắn” hoặc thuật ngữ tương tự, được sử dụng liên quan đến chế phẩm được đóng rắn hoặc có thể đóng rắn, ví dụ, “chế phẩm được đóng rắn” của một số mô tả cụ thể có nghĩa rằng ít nhất phần của thành phần liên kết ngang và/hoặc có thể polyme hóa mà tạo thành chế phẩm có thể đóng rắn ít nhất được polyme hóa một phần và/hoặc được liên kết ngang. Trong phương án không giới hạn, mức độ liên kết ngang có thể nằm trong khoảng từ 5% đến 100% của liên kết ngang toàn phần. Trong phương án không giới hạn khác, mức độ liên kết ngang có thể nằm trong khoảng từ 30% đến 95%, như 35% đến 95%, hoặc 50 đến 95%, hoặc 50% đến 85% của liên kết ngang toàn phần. Mức độ liên kết ngang có thể nằm giữa kết hợp bất kỳ nào của giá trị được nêu trên đây, bao gồm cả giá trị trích dẫn.

Thuật ngữ “màng”, được sử dụng liên quan đến polyme polyhydroxy được liên kết ngang không được kéo dẫn, có nghĩa và bao gồm lớp mà có thể được mô tả hoặc như màng hoặc lớp phủ. Lớp phủ hoặc màng của polyme polyhydroxy được liên kết ngang không được kéo dẫn có chiều dày nằm trong khoảng của chiều dày được nêu ra trong bản mô tả. Lớp phủ hoặc màng cũng được đề cập đến ở đây như lớp phủ/màng.

Thuật ngữ “trên”, “gắn vào”, “nối vào”, “liên kết vào”, “dính vào” hoặc thuật ngữ tương tự có nghĩa rằng lớp phủ, màng hoặc lớp hoặc được kết nối trực tiếp (được chồng lên và tiếp xúc trực tiếp với) bề mặt đối tượng, hoặc kết nối gián tiếp với bề mặt đối tượng qua một hoặc nhiều lớp phủ, màng hoặc lớp khác (mà được chồng lên và tiếp xúc trực tiếp với bề mặt đối tượng).

Thuật ngữ “mắt” đề cập đến thành phần và vật dụng mà gắn với mắt và thị lực, nhưng không giới hạn ở kính đeo mắt, ví dụ, kính điều chỉnh và không điều chỉnh, và kính phóng đại.

Thuật ngữ “cứng”, như được sử dụng cho ví dụ liên quan đến nền cho vật dụng đổi màu theo ánh sáng, có nghĩa rằng đối tượng được mô tả là tự hỗ trợ.

Thuật ngữ "quang học", "trong suốt quang học", hoặc thuật ngữ tương tự có nghĩa rằng vật liệu được mô tả cụ thể, ví dụ, nền, màng, lớp phủ, v.v., thể hiện giá trị truyền ánh sáng (truyền ánh sáng tới) ít nhất là 4%, và thể hiện độ mờ đục nhỏ hơn 1%, ví dụ, độ mờ đục nhỏ hơn 0,5%, khi được đo tại 550 nm bằng, ví dụ, thiết bị đo kiểm soát độ mờ đục.

Thuật ngữ "vật liệu phân cực" có nghĩa vật liệu mà hấp thụ một trong hai thành phần phân cực trực giao của bức xạ được truyền mạnh hơn so với thành phần còn lại. Phương án không giới hạn của vật liệu phân cực bao gồm iốt, iodat, vật liệu lưỡng sắc như thuốc nhuộm indigoit, thioindigoit, meroxyanin, indan, azo và poly(azo), benzoquinon, naphthoquinon, antraquinon, (poly)antraquinon, và antrapyrimidinon.

Thuật ngữ "nền", như được sử dụng cho ví dụ liên quan đến thuật ngữ nền cứng, có nghĩa vật dụng có ít nhất một bề mặt mà có thể chứa lớp phủ đổi màu theo ánh sáng, ví dụ, lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng; cụ thể là, nền có bề mặt mà lớp phủ đổi màu theo ánh sáng có thể được phủ lên. Phương án không giới hạn hình dạng bề mặt của nền có thể bao gồm, tròn, phẳng, hình trụ, mặt cầu, có mặt phẳng, phẳng đáng kể, phẳng lõm và/hoặc phẳng lồi, cong, bao gồm nhưng không giới hạn ở, lồi và/hoặc lõm, như được minh họa bằng nhiều đường cong cơ bản được sử dụng cho mắt kính.

Thuật ngữ "trong suốt", như được sử dụng cho ví dụ liên quan đến nền, màng, vật liệu và/hoặc lớp phủ, có nghĩa rằng nền, lớp phủ, màng và/hoặc vật liệu được nêu có đặc tính truyền ánh sáng mà không phân tán để các đối tượng nằm phía trên được thấy rõ.

Chế phẩm có thể đóng rắn theo sáng chế bao gồm lượng chất đổi màu theo ánh sáng của ít nhất một vật liệu đổi màu theo ánh sáng. Vật liệu đổi màu theo ánh sáng, ví dụ, thuốc nhuộm/hợp chất hoặc chế phẩm chứa thuốc nhuộm/hợp chất này, mà có thể được dùng cho chế phẩm đổi màu theo ánh sáng là hợp chất đổi màu theo ánh sáng vô cơ và/hoặc hữu cơ và/hoặc nền chứa hợp chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ này mà đã được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này biết đến hoặc được khám phá sau này. Vật liệu đổi màu theo ánh sáng cụ thể, ví dụ, hợp chất, được chọn sẽ phụ thuộc vào ứng dụng cuối cùng của chế phẩm đổi màu.

theo ánh sáng và màu sắc hoặc sắc thái màu mong muốn cho ứng dụng đó. Khi hai hoặc nhiều hơn hợp chất đổi màu theo ánh sáng được sử dụng kết hợp, một hợp chất khác thường được chọn bổ sung để tạo ra màu sắc hoặc sắc thái màu mong muốn.

Vật liệu đổi màu theo ánh sáng vô cơ thường chứa tinh thể của halogen bạc, halogen cadimi và/hoặc halogen đồng. Thông thường, vật liệu halogen là clorua và bromua. Các vật liệu đổi màu theo ánh sáng vô cơ khác có thể được điều chế bằng việc bổ sung europi (II) và/hoặc xeri (III) vào thủy tinh vô cơ, như thủy tinh natri-silic.

Ví dụ không giới hạn của hợp chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ mà có thể được sử dụng trong chế phẩm polyme đổi màu theo ánh sáng bao gồm benzopyran, naphthopyran, ví dụ, naphtho[1,2-b]pyran, naphtho[2,1-b]pyran, spiro-9-floreno[1,2-b]pyran, phenantropyran, quinopyran, và naphthopyran ngưng tụ indeno, như những chất được bộc lộ trong patent Hoa Kỳ 5,645,767 tại cột 1, dòng 10 đến cột 12, dòng 57 và trong patent Hoa Kỳ 5,658,501 tại cột 1, dòng 64 đến cột 13, dòng 36, mà được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo. Ví dụ không giới hạn bổ sung của hợp chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ mà có thể được sử dụng bao gồm oxazin, như benzoxazin, naphtoxazin, và spiro(indolin)pyridobenzoxazin. Ví dụ không giới hạn khác của nền đổi màu theo ánh sáng mà có thể được sử dụng là dithizonat kim loại đổi màu theo ánh sáng, ví dụ, dithizonat thủy ngân; fulgít và fulgimit, ví dụ 3-furyl và 3-thienyl fulgít và fulgimit, mà được mô tả trong patent Hoa Kỳ 4,931,220 tại cột 20, dòng 5 đến cột 21, dòng 38, mà được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo; diaryleten, mà được mô tả trong đơn yêu cầu cấp patent Hoa Kỳ số 2003/0174560 từ đoạn [0025] đến [0086], mà được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo; và hỗn hợp của bất kỳ vật liệu/hợp chất đổi màu theo ánh sáng nêu trên đây.

Ví dụ không giới hạn khác của hợp chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ, hợp chất đổi màu theo ánh sáng có thể polyme hóa và hợp chất đổi màu theo ánh sáng bổ sung được mô tả trong patent Hoa Kỳ sau:

5,166,345 tại cột 3, dòng 36 đến cột 14, dòng 3;

5,236,958 tại cột 1, dòng 45 đến cột 6, dòng 65;
 5,252,742 tại cột 1, dòng 45 đến cột 6, dòng 65;
 5,359,085 tại cột 5, dòng 25 đến cột 19, dòng 55;
 5,488,119 tại cột 1, dòng 29 đến cột 7, dòng 65;
 5,821,287 tại cột 3, dòng 5 đến cột 11, dòng 39;
 6,113,814 tại cột 2, dòng 23 đến cột 23, dòng 29;
 6,153,126 tại cột 2, dòng 18 đến cột 8, dòng 60;
 6,296,785 tại cột 2 dòng 47 đến cột 31, dòng 5;
 6,348,604 tại cột 3, dòng 26 đến cột 17, dòng 15; và
 6,353,102 tại cột 1, dòng 62 đến cột 11, dòng 64,

mà được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo.

Chế phẩm đổi màu theo ánh sáng có thể chứa một hợp chất đổi màu theo ánh sáng hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều hơn hợp chất đổi màu theo ánh sáng như mong muốn. Hỗn hợp của hợp chất đổi màu theo ánh sáng có thể được sử dụng để giữ lại màu sắc được hoạt hóa cụ thể, như màu gần như xám hoặc màu gần như nâu. Ví dụ, xem patent Hoa Kỳ 5,645,767, cột 12, dòng 66 đến cột 13, dòng 19, mà mô tả thông số mà định nghĩa màu xám không rõ nét và màu nâu. Bộc lộ này được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo.

Vật liệu đổi màu theo ánh sáng được mô tả ở đây có thể được hợp nhất trong chế phẩm có thể đóng rắn bằng cách bổ sung vào chế phẩm này và/hoặc bằng cách hòa tan nó trong dung môi trước khi bổ sung nó vào chế phẩm có thể đóng rắn.

Lượng vật liệu đổi màu theo ánh sáng có mặt trong chế phẩm này là lượng đủ để thể hiện sự thay đổi mong muốn về mật độ quang học (ΔOD) khi chế phẩm được đóng rắn được rọi bức xạ cực tím, ví dụ, lượng chất đổi màu theo ánh sáng. Thông thường, lượng vừa đủ được sử dụng để tạo ra tác động đổi màu theo ánh sáng có thể thấy rõ bằng mắt thường dựa trên sự hoạt hóa. Thông thường, lượng này có thể được mô tả như lượng chất đổi màu theo ánh sáng. Lượng cụ thể được sử dụng thường phụ thuộc vào cường độ của màu sắc mong muốn dựa trên bức xạ

của chúng và dựa trên phương pháp được sử dụng để hợp nhất vật liệu đổi màu theo ánh sáng. Vật liệu đổi màu theo ánh sáng càng được hợp nhất, cường độ màu sắc càng tăng đến giá trị giới hạn.

Thông thường, lượng vật liệu đổi màu theo ánh sáng hoạt tính được sử dụng trong chế phẩm đổi màu theo ánh sáng có thể nằm trong khoảng từ 0,5 đến 40,0% theo trọng lượng, dựa trên trọng lượng tổng của nhựa được sử dụng để tạo ra chế phẩm này. Lượng tương đối của vật liệu đổi màu theo ánh sáng được sử dụng có thể biến đổi và sẽ phụ thuộc một phần dựa trên cường độ màu tương đối của dạng được hoạt hóa của hợp chất đổi màu theo ánh sáng, màu sắc mong muốn cuối cùng, và độ hòa tan hoặc phân tán của vật liệu đổi màu theo ánh sáng trong chế phẩm polyme. Trong phương án cụ thể, nồng độ của vật liệu đổi màu theo ánh sáng hoạt tính trong chế phẩm đổi màu theo ánh sáng có thể nằm trong khoảng từ 1,0 đến 30% theo trọng lượng, như từ 3 đến 20% theo trọng lượng, hoặc từ 3 đến 10% theo trọng lượng (dựa trên trọng lượng tổng của chất rắn nhựa trong chế phẩm này.) Lượng vật liệu đổi màu theo ánh sáng trong chế phẩm này có thể nằm giữa sự kết hợp bất kỳ của những giá trị này, bao gồm cả các giá trị đã nêu.

Chế phẩm có thể đóng rắn theo sáng chế còn bao gồm polyme polyol, thông thường là diol, có nhóm cacbonat dọc theo trục chính của nó. Chế phẩm này có thể chứa polyme polyol đơn hoặc hỗn hợp của các polyme polyol khác nhau có nhóm cacbonat dọc theo trục chính của nó. Các chất liên kết khác như este, amit, ete, uretan, và chất tương tự cũng có thể xuất hiện dọc theo trục chính polyme, ví dụ của những chất liên kết này được mô tả dưới đây. Polyme polyol thường có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn 5000 g/mol. Thông thường polyme polyol có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn 5000 g/mol, thường lớn hơn 6000 g/mol hoặc lớn hơn 8000 g/mol. Ngoài ra, polyme polyol thông thường có trọng lượng phân tử trung bình số là 20000 g/mol hoặc nhỏ hơn, như 10000 g/mol hoặc nhỏ hơn, 8000 g/mol hoặc nhỏ hơn, hoặc 7000 g/mol hoặc nhỏ hơn. Trọng lượng phân tử trung bình số của polyme polyol có thể có giá trị bất kỳ nằm giữa những khoảng được nêu này. Đối với mục đích của sáng chế, trong bản mô tả và trong yêu cầu bảo hộ, trọng lượng phân tử trung bình số của polyme polyol được xác định sử dụng phép sắc ký thẩm thấu gel ("gel permeation chromatography- GPS") sử dụng

tiêu chuẩn polystyren. Trong phương án cụ thể, polyme polyol cũng có trị số đa phân tán nhỏ hơn hoặc bằng 2,0, hoặc 1,50, thường nhỏ hơn hoặc bằng 1,40, hoặc nhỏ hơn hoặc bằng 1,30. Trị số đa phân tán nhỏ hơn 1,5 là đặc biệt có ích khi polyme polyol là diol polycacbonat mà không có liên kết chức khác dọc theo trục chính polyme.

Diol chức polycacbonat thích hợp có thể thu được, ví dụ, bằng cách tách diol chức polycacbonat có trọng lượng phân tử cao hơn từ hỗn hợp của diol chức polycacbonat có trị số đa phân tán cao. Trong phương án cụ thể theo sáng chế, diol chức polycacbonat thu được bằng cách tách diol chức polycacbonat có trọng lượng phân tử cao hơn từ hỗn hợp của diol polycacbonat béo có bán trên thị trường dưới tên PC-1122 của hãng Stahl USA, ETERACOLL™ PH-200D, PH-200 và UH-200 của hãng Ube Chemical, DURANOL™ T5652 của hãng AsahiKASEI, hoặc RAVECARB™ 107 của hãng Enichem. Diol chức polycacbonat được tinh chế bằng cách rửa hỗn hợp với metanol hoặc các dung môi thích hợp và loại bỏ phần có trọng lượng phân tử thấp cho đến khi trị số đa phân tán của mẫu còn lại nhỏ hơn hoặc bằng 1,50.

Như đã đề cập trên đây, polyme polyol có thể chứa liên kết uretan hoặc các khối liên kết uretan ngoài nhóm cacbonat. Những copolyme dạng khối này có thể được mô tả là polyol ABA mà A là khối polycacbonat và B là khối uretan. Để tạo ra polyol khối này, có thể cho diol (X) như 1,6-hexandiol hoặc TONE 0201 (polycaprolacton diol có bán tại công ty Union Carbide) phản ứng với lượng dư isoxyanat (Y) như 2,2,4-trimethylhexametylen diisoxyanat để tạo thành khối uretan là chức isoxyanat. Ví dụ, sản phẩm phản ứng của 2 mol diol (X) với 3 mol diisoxyanat (Y) có thể được mô tả là khối Y-X-Y-X-Y. Diol và diisoxyanat được phép phản ứng đến khi trọng lượng tương đương NCO là hằng số.

Polyol khối ABA cuối cùng sau đó được tạo thành bằng việc bổ sung vượt quá số mol (tương ứng với khối B) của diol polycacbonat (A). Ví dụ khi 2 mol diol polycacbonat được bổ sung vào 1 mol của khối uretan (B), cấu trúc thống kê trung bình có thể được mô tả như copolyme khối ABA. Nếu cho 3 mol diol polycacbonat (A) phản ứng với 2 mol uretan khối (B), cấu trúc thống kê trung bình có thể được mô tả như copolyme khối A-B-A-B-A. Đã thấy rằng sự hợp nhất của khối uretan

này vào polycarbonat chứa polyol cải thiện tính chất chắc chắn (làm giảm độ mờ) của lớp phủ quang học được đóng rắn mà không làm mất đi các đặc tính khác như tốc độ mờ đục.

Diol đặc trưng (X) bao gồm, nhưng không giới hạn ở, etylen glycol, propylen glycol, 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol, neopentyl glycol, dietylen glycol, glyxerol, 1,4-xyclohexandimetanol, 2-etyl-1,3-hexandiol, polytetrahydrofuran, bisphenol A etoxyl hóa, estediol 204, trimetylol propan, và pentaerytritol.

Diisoxyanat đặc trưng (Y) bao gồm, nhưng không giới hạn ở, hexametylendiisoxyanat (HDI), 2,2,4-trimetylhexametylendiisoxyanat (TMDI), isophorondiisoxyanat (IPDI), Desmodur W, tetrametylxylylendiisoxyanat (TMXDI), dimediisoxyanat (DDI).

Liên kết este có thể được bổ sung dọc theo trục chính của polyme polyol. Sự mở rộng của polycarbonat với chức polyeste có thể được thực hiện sử dụng chất xúc tác axit Lewis (như, nhưng không giới hạn ở, thiếc(II) etylhexanoat, trietyl nhôm, tri-isopropoxit nhôm, Borch Kat[®] 22, dibutyltin(IV) dilaurat, v.v..) hoặc xúc tác amin (như, nhưng không giới hạn ở, 1,3,4,6,7,8-hexahydro-2H-pyrimido[1,2-a]-pyrimidin) bằng cách mở vòng polyme hóa (ROP). Việc tăng trọng lượng phân tử của polycarbonat bao gồm việc sử dụng este và uretan bằng cách cho polycarbonat phản ứng đồng thời với lacton sử dụng ROP và isoxyanat tự do có mặt dibutyltin(IV) dilaurat.

Chế phẩm đổi màu theo ánh sáng dạng polyme hữu cơ có thể đóng rắn được theo sáng chế còn bao gồm chế phẩm đóng rắn, hoặc liên kết ngang có nhóm chức dễ phản ứng có thể phản ứng với nhóm hydroxyl trên polyme polyol. Ví dụ của chế phẩm đóng rắn thích hợp bao gồm chất dẻo amino, polyisoxyanat, polyaxit, anhydrit và hỗn hợp của chúng.

Chất dẻo amino hữu ích có thể thu được, ví dụ, từ phản ứng ngưng tụ của formandehyt với amin hoặc amit. Ví dụ của amin hoặc amit bao gồm nhưng không giới hạn ở melamin, ure và benzoguanamin.

Mặc dù sản phẩm ngưng tụ thu được từ phản ứng của rượu và formandehyt với melamin, ure hoặc benzoguanamin là phổ biến nhất, các chất ngưng tụ với amin

hoặc amit khác có thể được sử dụng. Formandehyt là aldehyt được sử dụng phổ biến nhất, nhưng các aldehyt khác như axetaldehyt, crotonaldehyt, và benzaldehyt cũng có thể được sử dụng.

Chất dẻo amino có thể chứa imino và nhóm metylol. Trong trường hợp cụ thể, ít nhất một phần của nhóm metylol có thể được ete hóa với rượu để điều chỉnh phản ứng đóng rắn. Bất kỳ rượu monohydric nào như metanol, etanol, rượu n-butyl, isobutanol, và hexanol có thể được dùng cho mục đích này. Ví dụ chất dẻo amino thích hợp có bán trên thị trường tại Công ty Cytec Industries, Inc. dưới tên thương mại CYMEL® và tại Solutia, Inc. dưới tên thương mại RESIMENE®. Chất dẻo amino đặc biệt hữu ích bao gồm CYMEL® 385 (thích hợp cho chế phẩm nền nước), các chất ngưng tụ melamin formandehyt imino-chức CYMEL® 1158, và CYMEL® 303.

Các chất liên kết ngang thích hợp khác để sử dụng bao gồm chất liên kết ngang polyisoxyanat. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "polyisoxyanat" nhằm bao gồm polyisoxyanat bị chặn (hoặc bị giữ lại) cũng như polyisoxyanat không bị chặn. Polyisoxyanat có thể ở dạng béo, thơm, hoặc hỗn hợp của chúng. Mặc dù polyisoxyanat cao hơn như isoxyanurat của diisoxyanat thường được sử dụng, diisoxyanat cũng có thể được sử dụng. Chất tiền trùng hợp isoxyanat, ví dụ sản phẩm phản ứng của polyisoxyanat với polyol cũng có thể được sử dụng. Hỗn hợp của chất liên kết ngang polyisoxyanat có thể được sử dụng.

Polyisoxyanat được dùng như chất liên kết ngang có thể được điều chế từ nhiều vật liệu chứa isoxyanat. Ví dụ của polyisoxyanat thích hợp bao gồm trime điều chế từ diisoxyanat sau: toluen diisoxyanat, 4,4'-metylen-bis(xyclohexyl isoxyanat), isophoron diisoxyanat, hỗn hợp isomeric của 2,2,4- và 2,4,4-trimetyl hexametylen diisoxyanat, 1,6-hexametylen diisoxyanat, tetrametyl xylylen diisoxyanat và 4,4'-diphenylmetylen diisoxyanat. Ngoài ra, chất tiền trùng hợp polyisoxyanat bị chặn của nhiều polyol như polyeste polyol cũng có thể được sử dụng.

Nhóm isoxyanat có thể được giữ lại hoặc không giữ lại như mong muốn. Nếu polyisoxyanat bị chặn hoặc giữ lại, bất kỳ rượu đơn béo, béo mạch vòng, hoặc

alkyl thơm hoặc hợp chất phenon được biết đến bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể được sử dụng như chất giữ cho polyisoxyanat. Ví dụ của chất chặn thích hợp bao gồm chất mà không chặn ở nhiệt độ cao như rượu béo thấp hơn bao gồm metanol, etanol, và n-butanol; rượu xyclo béo như xyclohexanol; rượu alkyl thơm như phenyl carbinol và metylphenyl carbinol; và hợp chất phenol như phenol và phenol được thế mà phần tử thế không tác động đến hoạt động lớp phủ, như cresol và nitophenol. Ete glycol cũng có thể được sử dụng làm chất giữ. Ete glycol thích hợp bao gồm etylen glycol butyl ete, dietylen glycol butyl ete, etylen glycol metyl ete và propylen glycol metyl ete. Các chất giữ thích hợp khác bao gồm oxim như metyl etyl ketoxim, axeton oxim và xyclohexanon oxim, lactam như epsilon-caprolactam, pyrazol như dimetyl pyrazol, và amin như dibutyl amin.

Ví dụ của axit polycarboxylic thích hợp bao gồm adipic, succinic, sebacic, azelaic, và axit dodecanedioic. Các chất liên kết ngang polyaxit thích hợp khác bao gồm polyme acrylic chứa chức axit điều chế từ monome không bão hòa etylen chứa ít nhất một nhóm axit carboxylic và ít nhất một monome không bão hòa etylen mà không có nhóm axit carboxylic. Polyme acrylic chứa chức axit này có thể có số axit nằm trong khoảng từ 30 đến 150. Polyeste chứa chức axit cũng có thể được sử dụng. Polyeste trọng lượng phân tử thấp và este nửa axit có thể được sử dụng mà dựa trên sự ngưng tụ của polyol béo với axit polycarboxylic béo và/hoặc thơm hoặc anhydrit. Ví dụ của polyol béo thích hợp bao gồm etylen glycol, propylen glycol, butylen glycol, 1,6-hexandiol, trimetylol propan, di-trimetylol propan, neopentyl glycol, 1,4-xyclohexandimetanol, pentaerytritol, và chất tương tự. Axit polycarboxylic và anhydrit có thể bao gồm, trong số những chất khác, axit terephthalic, axit isophthalic, axit phthalic, phthalic anhydrit, axit tetrahydrophthalic, tetrahydrophthalic anhydrit, hexahydrophthalic anhydrit, methylhexahydrophthalic anhydrit, clorendic anhydrit, và chất tương tự. Hỗn hợp của axit và/hoặc anhydrit cũng có thể được sử dụng. Chất liên kết ngang polyaxit được mô tả trên đây được mô tả chi tiết hơn trong patent Hoa Kỳ số 4,681,811 tại cột 6, dòng 45 đến cột 9, dòng 54, mà được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo.

Chế phẩm có thể đóng rắn theo sáng chế có thể chứa nhựa khác và ngoài polyme polyol được mô tả trên đây. Ví dụ của polyol hữu cơ mà có thể được sử dụng trong sáng chế ngoài polycarbonat polyol được mô tả trên đây bao gồm (a) polyeste polyol; (b) polyete polyol; (c) polyol chứa amit; (d) polyacrylic polyol; (e) epoxy polyol; (f) rượu polyhydric polyvinyl; (g) uretan polyol; và (h) hỗn hợp của những polyol này. Theo một phương án, polyol hữu cơ bổ sung được chọn từ nhóm chứa polyacrylic polyol, polyete polyol, polyeste polyol, uretan polyol và hỗn hợp của chúng. Trong một phương án khác, polyol hữu cơ bổ sung được chọn từ nhóm chứa polyacrylic polyol, polyete polyol, uretan polyol và hỗn hợp của chúng.

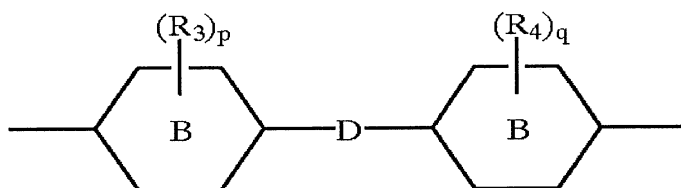
Polyeste polyol được biết đến phổ biến và có thể có trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 500 đến 10000. Chúng được điều chế bằng kỹ thuật thông thường sử dụng diol, triol và rượu polyhydric có trọng lượng phân tử thấp được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này, bao gồm nhưng không giới hạn polyol được mô tả trên đây được sử dụng trong điều chế polycarbonat polyol (tùy ý kết hợp với rượu monohydric) với axit polycarboxylic. Ví dụ của axit polycarboxylic thích hợp bao gồm: axit phthalic, axit isophthalic, axit terephthalic, trimellitic axit, axit tetrahydrophtalic, axit adipic, axit succinic, axit glutaric, axit fumaric, và hỗn hợp của chúng. Anhydrit của các axit trên, nơi chúng tồn tại, cũng có thể được dùng và bao hàm bởi thuật ngữ "axit polycarboxylic". Ngoài ra, vật liệu cụ thể mà phản ứng theo cách tương tự với axit để tạo thành polyeste polyol là cũng có ích. Vật liệu này bao gồm lacton, ví dụ, caprolacton, propiolacton và butyrolacton, và axit hydroxy như axit hydroxycaproic và axit dimetylol propionic. Nếu triol hoặc rượu polyhydric được sử dụng, monoaxit carboxylic, như axetic axit và/hoặc benzoic axit, có thể được sử dụng trong việc điều chế polyeste polyol, và đối với một số trường hợp, polyeste polyol này có thể được mong muốn. Tuy nhiên, polyeste polyol được hiểu ở đây bao gồm polyeste polyol được cải biến với axit béo hoặc dầu glyxerit của axit béo (tức là, alkyl polyol thông thường có sự cải biến này). Một polyeste polyol khác mà có thể được dùng là polyol được điều chế bằng phản ứng giữa alkylen oxit, ví dụ, etylen oxit, propylen oxit, v.v., và glycidyl este của axit versatic với axit metacrylic để tạo thành este tương ứng.

Polyete polyol được biết đến phổ biến và có thể có trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 500 đến 10000 g/mol. Ví dụ của polyete polyol bao gồm nhiều polyoxyalkylen polyol, polyol được polyalkoxyl hóa có trọng lượng phân tử lớn hơn 500 g/mol, ví dụ, poly(oxytetrametylen)diol, và hỗn hợp của chúng. Polyoxyalkylen polyol có thể được điều chế, theo phương pháp được biết đến rộng rãi, bằng cách ngưng tụ alkylen oxit, hoặc hỗn hợp của alkylen oxit sử dụng axit hoặc chất bổ sung xúc tác bazơ, với chất khơi mào polyhydric hoặc hỗn hợp của chất khơi mào polyhydric như etylen glycol, propylen glycol, glyxerol, sorbitol và chất tương tự. Alkylen oxit minh họa bao gồm etylen oxit, propylen oxit, butylen oxit, amylen oxit, aralkylen oxit, ví dụ, styren oxit, và alkylen oxit được halogen hóa như triclobutylen oxit, v.v... Alkylen oxit được ưu tiên hơn bao gồm propylen oxit và etylen oxit hoặc hỗn hợp của chúng sử dụng oxyalkyl hóa ngẫu nhiên hoặc từng bước. Ví dụ polyoxyalkylen polyol này bao gồm polyoxyetylen, tức là, polyetylen glycol, polyoxypropylen, tức là, polypropylen glycol. Tốt hơn là, trọng lượng phân tử của polyoxyalkylen polyol này được sử dụng như phân đoạn mềm bằng hoặc lớn hơn 600, tốt hơn nữa, bằng hoặc lớn hơn 725, và tốt nhất là bằng hoặc lớn hơn 1000 g/mol.

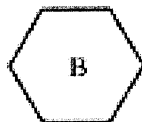
Polyol được polyalkoxyl hóa có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn 500 g/mol có thể được đặc trưng bởi công thức chung I sau:



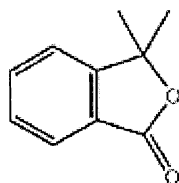
ở đây m và n mỗi giá trị là số dương, tổng của m và n nằm trong khoảng từ 5 đến 70, R₁ và R₂ mỗi nhóm là hydro, metyl hoặc etyl, ưu tiên nếu là hydro hoặc metyl và A là nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ nhóm chứa alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh (thường chứa từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon), phenylen, phenylen được thế C1-C9 alkyl và nhóm đặc trưng bởi công thức chung II sau:



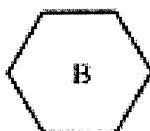
ở đây R_3 và R_4 mỗi nhóm là C_1 - C_4 alkyl, clo hoặc brom, p và q mỗi giá trị là số nguyên từ 0 đến 4,



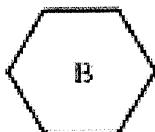
là nhóm benzen hóa trị hai hoặc nhóm xyclohexan hóa trị hai, và D là O, S, $--S(O_2)--$, $--C(O)--$, $--CH_2--$, $--CH=CH--$, $--C(CH_3)_2--$, $--C(CH_3)(C_6H_5)--$ hoặc



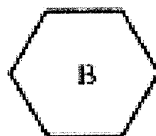
khi



là nhóm benzen hóa trị hai, và D là O, S, $--CH_2--$, hoặc $--C(CH_3)_2--$ khi



là nhóm xyclohexan hóa trị hai. Theo một phương án, polyol được polyalkoxyl hóa là chất mà tổng của m và n nằm trong khoảng từ 15 đến 40, ví dụ, 25 đến 35, R_1 và R_2 mỗi nhóm là hydro, và A là nhóm liên kết hóa trị hai theo công thức chung II trong đó



là nhóm benzen hóa trị hai, p và q mỗi giá trị là 0, và D là $--C(CH_3)_2--$. Trong một phương án khác, tổng của m và n nằm trong khoảng từ 25 đến 35, ví dụ, 30. Chất này có thể được điều chế bằng phương pháp được biết đến phổ biến trong lĩnh vực kỹ thuật này. Một phương pháp thường được sử dụng liên quan đến phản ứng giữa polyol, ví dụ, 4,4'-isopropylidendiphenol, với oxiran chứa nền, ví dụ etylen oxit, propylen oxit, .alpha.-butylen oxit hoặc .beta.-butylen oxit, để tạo thành chất thường được đề cập đến như polyol lattoxyl hóa, propoxyl hóa hoặc butoxyl hóa có chức hydroxy.

Ví dụ của polyol mà có thể được sử dụng trong điều chế polyol được polyalkoxyl hóa bao gồm polyol được sử dụng trong việc điều chế polycacbonat polyol được mô tả ở đây, ví dụ, trimetylolpropan và pentaerytritol; phenylen diol như ortho, meta và para dihydroxy benzen; phenylen diol được thế alkyl như 2,6-dihydroxytoluen, 3-metylcatechol, 4-metylcatechol, rượu 2-hydroxybenzyl, rượu 3-hydroxybenzyl, và rượu 4-hydroxybenzyl; dihydroxybiphenyl như 4,4'-dihydroxybiphenyl và 2,2'-dihydroxybiphenyl; bisphenol như 4,4'-isopropylidendiphenol; 4,4'-oxybisphenol; 4,4'-dihydroxybenzenphenon; 4,4'-thiobisphenol; phenolphthalein; bis(4-hydroxyphenyl)metan; 4,4'-(1,2-etylenidiyl)bisphenol; và 4,4'-sulfonylbisphenol; bisphenol được halogen hóa như 4,4'-isopropylidenbis(2,6-dibromphenol), 4,4'-isopropylidenbis(2,6-diclophenol) và 4,4'-isopropylidenbis(2,3,5,6-tetraclophenol); và bisxyclohexanol, mà có thể được điều chế bằng hydro hóa bisphenol tương ứng, như 4,4'-isopropylidenisxyclohexanol; 4,4'-oxybisxyclohexanol; 4,4'-thiobisxyclohexanol; và bis(4-hydroxyxyclohexanol)metan.

Polyete polyol cũng bao gồm poly(oxytetrametylen)diol được biết đến phổ biến được điều chế bằng việc polyme hóa tetrahydrofuran có mặt chất xúc tác axit Lewis như boron triflorua, thiếc (IV) clorua và sulfonyl clorua. Trọng lượng phân tử trung bình số của poly(oxytetrametylen)diol được sử dụng như phân đoạn mềm

nằm trong khoảng từ 500 đến 5000. Theo một phương án, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 650 đến 2900, theo một phương án khác nằm trong khoảng từ 1000 đến 2000, và theo một phương án khác nữa là 1000 g/mol.

Theo một phương án, polyete polyol được chọn từ nhóm chứa polyoxyalkylen polyol, polyol được polyalkoxyl hóa, poly(oxytetrametylen)diol và hỗn hợp của chúng. Theo một phương án khác, polyete polyol được chọn từ nhóm chứa polyoxyalkylen polyol có trọng lượng phân tử trung bình số bằng hoặc lớn hơn 1000 g/mol, Bisphenol A được etoxyl hóa có xấp xỉ 30 nhóm etoxy, poly(oxytetrametylen) diol có trọng lượng phân tử trung bình số là 1000 g/mol và hỗn hợp của chúng.

Polyol chứa amit được biết đến phổ biến và thông thường được điều chế từ phản ứng của diaxit hoặc lacton và polyol được sử dụng trong điều chế polycacbonat polyol được mô tả ở đây với diamin hoặc rượu amino như được mô tả sau đây. Ví dụ, polyol chứa amit có thể được điều chế bằng phản ứng của neopentyl glycol, axit adipic và hexametylendiamin. Polyol chứa amit có thể cũng được điều chế bằng phản ứng amin phân giữa, ví dụ, axit carboxylic, carboxyl hóa hoặc lacton với rượu amino. Ví dụ của diamin và rượu amino thích hợp bao gồm hexametylendiamin, etylendiamin, phenylendiamin, monoetanolamin, dietanolamin, isophoron diamin và chất tương tự.

Epoxy polyol được biết đến phổ biến và có thể được điều chế, ví dụ, bằng phản ứng của glycidyl ete của polyphenol như the diglycidyl ete của 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, với polyphenol như 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan. Epoxy polyol với trọng lượng phân tử biến đổi và chức hydroxyl trung bình có thể được điều chế dựa trên tỷ lệ của vật liệu khởi đầu được sử dụng.

Rượu polyhydric polyvinyl được biết đến phổ biến và có thể được điều chế, ví dụ, bằng cách polyme hóa vinyl axetat có mặt chất khơi mào thích hợp sau đó thủy phân ít nhất một phần của gốc axetat. Trong quy trình thủy phân, nhóm hydroxyl được tạo thành mà gắn trực tiếp tới cấu trúc khung polyme. Ngoài homopolyme, copolyme của vinyl axetat và monome như vinyl clorua có thể được điều chế và được thủy phân theo cách tương tự để tạo thành rượu polyhydric polyvinyl-polyvinyl clorua copolyme.

Uretan polyol được biết đến phổ biến và có thể được điều chế, ví dụ, bằng phản ứng của polyisoxyanat với polyol hữu cơ để tạo thành sản phẩm chức hydroxyl. Ví dụ của polyisoxyanat có ích trong điều chế uretan polyol bao gồm những chất được mô tả ở đây. Ví dụ của polyol hữu cơ có ích trong điều chế uretan polyol bao gồm các polyol khác được mô tả ở đây, ví dụ, polyol có trọng lượng phân tử thấp, polyeste polyol, polyete polyol, polyol chứa amit, polyacrylic polyol, epoxy polyol, rượu polyhydric polyvinyl và hỗn hợp của chúng.

Polyacrylic polyol được biết đến phổ biến và có thể được điều chế bằng kỹ thuật polyme hóa bổ sung gốc tự do của monome được mô tả sau đây. Theo một phương án, polyacrylic polyol có trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 500 đến 50000 và trị số hydroxyl nằm trong khoảng từ 20 đến 270. Trong một phương án khác, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 1000 đến 30000 và trị số hydroxyl là từ 80 đến 250. Trong một phương án khác nữa, trọng lượng phân tử trung bình số là từ 3000 đến 20000 và trị số hydroxyl là từ 100 đến 225.

Polyacrylic polyol bao gồm, nhưng không giới hạn ở, polyme bổ sung chức hydroxyl đã biết và copolyme của acrylic và axit metacrylic; dẫn xuất este của chúng bao gồm, nhưng không giới hạn ở, dẫn xuất este chức hydroxyl. Ví dụ của monome không bão hòa etylen chức hydroxy được sử dụng trong điều chế polyme bổ sung chức hydroxy bao gồm hydroxyetyl (met)acrylat, tức là, hydroxyetyl acrylat và hydroxyetyl metacrylat, hydroxypropyl (met)acrylat, hydroxybutyl (met)acrylat, hydroxymetyletyl acrylat, hydroxymetylpropyl acrylat và hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án, polyacrylic polyol là copolyme của monome (met)acrylic etylen chức hydroxy và monome bão hòa etylen khác được chọn từ nhóm chứa monome vinyl thơm, ví dụ, styren, .alpha.-metyl styren, t-butyl styren và vinyl toluen; monome vinyl béo như etylen, propylen và 1,3-butadien; (meth)acrylamit; (meth)acrylonitril; vinyl và vinyliden halit, ví dụ, vinyl clorua và vinyliden clorua; vinyl este, ví dụ, vinyl axetat; alkyl este của acrylic và axit metacrylic, tức là alkyl este của (meth)axit acrylic, có từ 1 đến 17 nguyên tử cacbon trong nhóm alkyl, bao gồm metyl (met)acrylat, etyl (met)acrylat, butyl (met)acrylat,

xyclohexyl (met)acrylat, 2-ethylhexyl (met)acrylat, isobornyl (met)acrylat và lauryl (met)acrylat; monome không bão hòa chức epoxy như glycidyl (met)acrylat; monome không bão hòa etylen chức carboxy như axit metacrylic và axit acrylic và hỗn hợp monome không bão hòa etylen này.

Monome (met)acrylic không bão hòa etylen chức hydroxy có thể chứa đến 95% theo trọng lượng của polyacrylic polyol copolyme. Theo một phương án, hợp chất này chiếm đến 70% theo trọng lượng, và một phương án khác, monome (met)acrylic không bão hòa etylen chức hydroxy chứa đến 45% theo trọng lượng tổng copolyme.

Polyacrylic polyol được mô tả ở đây có thể được điều chế bằng phản ứng polyme hóa bổ sung được khơi mào gốc tự do của monome, và bằng kỹ thuật polyme hóa dung dịch hữu cơ. Monome thông thường được hòa tan trong dung môi hữu cơ hoặc hỗn hợp của dung môi bao gồm keton như metyl etyl keton, este như butyl axetat, axetat of propylen glycol, và hexyl axetat, rượu như etanol và butanol, ete như propylen glycol monopropyl ete và etyl-3-etoxypionat, và dung môi thơm như xylen và SOLVESSO 100, hỗn hợp của dung môi hydrocacbon có nhiệt độ sôi cao có bán tại công ty Exxon Chemical Co. Dung môi đầu tiên được gia nhiệt đến hồi lưu, thường từ 70 đến 160°C, và monome hoặc hỗn hợp của monome và chất khơi mào gốc tự do được bổ sung chậm vào dung môi hồi lưu, trong khoảng thời gian từ 1 đến 7 giờ. Bổ sung monome nhanh có thể gây ra sự chuyển hóa chậm hoặc cao và nhanh của phản ứng tỏa nhiệt, mà gây nguy hiểm. Chất khơi mào gốc tự do thích hợp bao gồm t-amyl peroxyaxetat, di-t-amyl peroxyaxetat và 2,2'-azobis (2-metylbutannitril). Chất khơi mào gốc tự do thông thường có mặt trong hỗn hợp phản ứng từ 1 đến 10%, dựa trên trọng lượng tổng của monome. polyme được điều chế bằng quy trình được mô tả ở đây không có chất gel và ưu tiên, nếu trọng lượng phân tử nằm trong khoảng từ 500 đến 50000 g/mol.

Chế phẩm có thể đóng rắn theo sáng chế có thể chứa tá được bổ sung thông thường có đặc tính hoặc tính chất mong muốn đối với chế phẩm, hoặc được yêu cầu bởi quy trình sử dụng để đưa và đóng rắn chế phẩm polyme đổi màu theo ánh sáng dưới dạng lớp phủ lên bề mặt nền, hoặc tăng cường hình thức lớp phủ. Tá được này bao gồm, nhưng không giới hạn ở, chất hấp thụ ánh sáng cực tím, chất ổn định ánh

sáng, như chất ổn định ánh sáng amin được chặn (hindered amin light stabilizers-HALS), hợp chất diaryloxalamit không đối xứng (oxanilit), chất dừng oxy đơn, ví dụ, phức ion niken với phối tử hữu cơ, chất chống oxy hóa, ví dụ, chất chống oxy hóa polyphenolic, chất ổn định nhiệt, chất kiểm soát lưu biến, chất cân bằng, ví dụ, chất hoạt động bề mặt, tạp chất gốc tự do, chất nhuộm màu, ví dụ, thuốc nhuộm, và chất xúc tiến kết dính, như trialkoxysilan, ví dụ, silan có gốc alkoxy từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, bao gồm γ -glycidoxypopyl trimetoxysilan, γ -aminopropyl trimetoxysilan, 3,4-epoxy cyclohexyletyl trimetoxysilan, dimetyldietoxysilan, aminoetyl trimetoxysilan, và 3-(trimetoxysilyl)propyl metacrylat. Hỗn hợp của vật liệu tá được tăng cường thể hiện đổi màu theo ánh sáng/lớp phủ có thể được sử dụng. Chất xúc tác cũng có thể được đưa vào chế phẩm này nếu cần thiết để giúp phản ứng hóa học đóng rắn.

Sau khi đóng rắn chế phẩm theo sáng chế và thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng được mô tả ở đây, chế phẩm này minh họa tốc độ phai màu $T_{1/2}$ nhỏ hơn 200 giây, hoặc nhỏ hơn 100 giây, thường nhỏ hơn 90 giây, làm cho nó đặc biệt thích hợp làm lớp phủ đổi màu theo ánh sáng trong vật dụng đổi màu theo ánh sáng như vật dụng kính. Đối với mục đích của sáng chế, thử nghiệm phản hồi để xác định tốc độ phai màu $T_{1/2}$ được xác định sử dụng bàn quang học như được mô tả ngay dưới đây và chi tiết hơn trong các Ví dụ.

Thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng:

Thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng được thực hiện trên thanh đo đổi màu theo ánh sáng (“Thanh đo đổi màu theo ánh sáng-BMP”) chế tạo bởi Công ty Essilor, Ltd., ở Pháp. Bàn quang học được duy trì ở nhiệt độ không đổi ở 73,4°F (23°C) trong quá trình thử nghiệm.

Trước khi thử nghiệm trên bàn quang học, mỗi kính được rọi 365-ánh sáng cực tím nonomet trong vòng 10 phút ở khoảng cách khoảng 14 cm để hoạt hóa vật liệu đổi màu theo ánh sáng. Sự rọi UVA (315 đến 380 nm) tại kính được đo bằng máy quang phổ LICOR® Model Li-1800. Mức rọi phổ biến là khoảng 22,2 oat trên m². Kính được đặt dưới đèn halogen cường độ cao, 500 oat trong vòng 10 phút ở khoảng cách khoảng 36 cm để làm phai màu (không hoạt hóa) vật liệu đổi màu theo

ánh sáng. Độ rọi tại kính được đo bằng máy quang phổ LICOR®. Mức độ rọi đặc trưng là khoảng 21,9 Klux. Kính được giữ trong môi trường tối ở nhiệt độ phòng (từ 70 đến 75°F, hoặc từ 21 đến 24°C) trong vòng ít nhất 1 giờ trước khi thử nghiệm trên bàn quang học. Trước khi đo bàn quang học, kính được đo mức hấp thụ cực tím ở 390 nm.

Bàn quang học BMP được lắp với hai đèn ORIEL® 150-oat Loại 66057 Xenon ở góc phải của nhau. Đường ánh sáng từ đèn 1 chiếu trực tiếp qua màng lọc thông dải 3 mm SCHOTT® KG-2 và màng lọc mật độ trung tính tương ứng mà tạo ra tia cực tím yêu cầu và mức độ rọi ánh sáng nhìn thấy một phần. Đường ánh sáng từ đèn 2 chiếu trực tiếp qua màng lọc thông dải 3mm SCHOTT® KG-2 dải, màng lọc tách SCHOTT® dải ngắn 400 nm và màng lọc mật độ trung tính tương ứng để cung cấp độ rọi ánh sáng nhìn thấy bổ sung. Thiết bị tách chùm sáng chiasm bi 2 inso x 2 inso 50% , ở 45° vào mỗi đèn được sử dụng để trộn hai chùm sáng. Sự kết hợp của màng lọc mật độ trung tính và kiểm soát điện thế của đèn hồ quang Xenon được sử dụng điều chỉnh cường độ của sự rọi. Phần mềm độc quyền tức là, BMPSoft phiên bản 2,1e được sử dụng trên BMP để kiểm soát thời gian, sự rọi, ô không khí và nhiệt độ mẫu, sự đóng, chọn lọc và đo phản hồi. Máy quang phổ ZEISS®, Loại MCS 501, với cáp quang để truyền ánh sáng qua kính được sử dụng cho đo phản hồi và đo màu sắc. Phép đo phản hồi quang học được tập hợp trên mỗi kính.

Mức đầu ra của bàn quang học, tức là, cường độ ánh sáng mà kính thường tiếp xúc trong quá trình thử nghiệm, được điều chỉnh đến 6,7 Oat trên m² (W/m²) UVA, được kết hợp từ 315-380 nm và độ rọi 50 Klux, được kết hợp từ 380-780 nm. Phép đo của điểm đặt cường độ này được thực hiện sử dụng máy thăm dò sự rọi và máy quang phổ Zeiss điều chỉnh. Ô mẫu kính được lắp với cửa sổ thạch anh và thanh giữ mẫu tự điều chỉnh. Nhiệt độ trong ô mẫu thường được kiểm soát tại 23°C, qua phần mềm với giả lập môi trường Facis được điều chỉnh, Model FX-10. Phép đo phản hồi đổi màu theo ánh sáng động của mẫu và màu sắc phép đo được thực hiện sử dụng máy quang phổ Zeiss tương tự, với cáp quang để đưa ánh sáng từ đèn halogen wolfram và qua mẫu. Chùm sáng đo chuẩn trực từ cáp quang được duy trì vuông góc với mẫu thử nghiệm trong khi đưa qua mẫu và hướng vào cáp quang

nhận gắn với máy quang phổ. Điểm chính xác đặt mẫu trong ô mẫu là nơi chùm hồ quang xenon hoạt hóa và chùm sáng theo dõi cắt nhau để tạo thành hai vòng tròn đồng tâm của ánh sáng. Góc tới của chùm hồ quang xenon tại điểm đặt mẫu là khoảng 30° so với vị trí vuông góc.

Phép đo phản hồi, về sự thay đổi trong mật độ quang học (ΔOD) từ trạng thái không kích hoạt hoặc làm phai màu so với trạng thái kích hoạt hoặc nhuộm màu được xác định bằng cách thiết lập sự truyền không kích hoạt ban đầu, mở màn chắn đèn Xenon và đo sự truyền qua kích hoạt ở khoảng thời gian được chọn. Sự thay đổi về mật độ quang học được xác định theo công thức: $\Delta OD = \log(10)(\%T_b/\%T_a)$, trong đó $\%T_b$ là % sự truyền ở trạng thái làm phai màu, $\%T_a$ là % sự truyền ở trạng thái được kích hoạt. Mật độ quang học phép đo dựa trên mật độ quang học chói, trong đó ΔOD bão hòa sau 15 phút kích hoạt và giá trị nửa thời gian làm mất màu (" $T_{1/2}$ ") là khoảng thời gian tính bằng giây cho ΔOD của dạng được hoạt hóa của vật liệu đổi màu theo ánh sáng trong lớp phủ để đạt đến một nửa mười lăm phút ΔOD tại $73,4^\circ\text{F}$ (23°C), sau khi loại bỏ nguồn ánh sáng hoạt hóa.

Sáng chế còn đề cập đến vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm nền cứng và lớp phủ polyme hữu cơ đổi màu theo ánh sáng được phủ lên bề mặt của nền. Lớp phủ polyme hữu cơ đổi màu theo ánh sáng bao gồm chế phẩm được mô tả trên đây.

Nền cứng mà lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng được phủ lên có thể biến đổi và bao gồm bất kỳ nền cứng có ít nhất một bề mặt mà sẽ hỗ trợ lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng. Ví dụ của nền cứng này bao gồm: giấy, thủy tinh, gốm sứ, đồ gỗ, sợi vải, kim loại và vật liệu polyme hữu cơ. Nền đặc trưng được sử dụng sẽ phụ thuộc vào ứng dụng cụ thể mà bao gồm cả nền cứng và lớp phủ đổi màu theo ánh sáng, mà lớp phủ đổi màu theo ánh sáng còn yêu cầu sự bảo vệ của màng polyme polyhydroxy được liên kết ngang bên cạnh lớp phủ đổi màu theo ánh sáng. Nền cứng cũng có thể trong suốt.

Nền polyme mà có thể được sử dụng trong điều chế vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế bao gồm vật liệu polyme hữu cơ và vật liệu vô cơ, như thủy tinh. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "thủy tinh" được định nghĩa như là nền

polyme, ví dụ, silicat polyme. Nền thủy tinh có thể là loại bất kỳ thích hợp phù hợp với mục đích sử dụng. Trong phương án không giới hạn, nền thủy tinh trong suốt, ít bị nhuộm màu, thủy tinh trong suốt như thủy tinh silic được biết đến rộng rãi, đặc biệt là thủy tinh silic vôi soda. Tính tự nhiên và chế phẩm của nhiều thủy tinh silic đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này. Thủy tinh có thể được củng cố bằng nhiệt hoặc xử lý hóa học.

Nền polyme hữu cơ mà có thể được sử dụng trong sản xuất vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, là bất kỳ vật liệu dẻo nào đã được biết đến (hoặc được khám phá ra sau này) mà phù hợp về mặt hóa học với lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng đặt lên trên, ví dụ, được phủ lên, bề mặt của nền. Trong phương án không giới hạn, nền polyme hữu cơ có thể được điều chế từ polyme đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này mà có ích làm nền quang học, ví dụ, nhựa quang học hữu cơ mà được sử dụng để sản xuất khuôn quang học trong suốt cho ứng dụng quang học, như mắt kính.

Ví dụ của nền hữu cơ mà có thể được sử dụng như nền polyme hữu cơ là polyme, ví dụ, homopolyme, oligome và copolyme, bao gồm, nhưng không giới hạn ở, nền điều chế từ monome và hỗn hợp của monome như những chất được bộc lộ từ cột 15, dòng 28 đến cột 16, dòng 17 của patent Hoa Kỳ 5,658,501 mà được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo. Nền hữu cơ này có thể là nền polyme dẻo nhiệt hoặc rắn nhiệt, ví dụ, trong suốt, đặc biệt là, trong suốt quang học, nền có hệ số khúc xạ mà nằm trong khoảng mong muốn từ 1,48 đến 1,74, ví dụ, 1,50 đến 1,67.

Ví dụ không giới hạn của monome và polyme được bộc lộ bao gồm: polyol(allyl cacbonat) monome, ví dụ, allyl diglycol cacbonat như dietylen glycol bis(allyl cacbonat), mà monome được bán dưới tên thương mại CR-39 bởi PPG Industries, Inc; polyure-polyuretan (polyure uretan) polyme, như polyme được mô tả trong patent Hoa Kỳ 6,127,505 (cột 2, dòng 26 đến cột 6, dòng 5, mà được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo), polyure-uretan polyme này được điều chế, ví dụ, bằng cách cho phản ứng giữa chất tiền trùng hợp polyuretan và chế phẩm đóng rắn diamin, chế phẩm cho polyme này được bán dưới tên thương mại TRIVEX bởi PPG Industries, Inc; monome chức acrylic, nhưng không giới hạn ở,

polyol(meth)acryloyl monome ngắt mạch cacbonat; dietylen glycol dimetacrylat monome; monome phenol methacrylat etoxyl hóa; diisopropenyl benzen monome; monome trimetylol propan triacrylat etoxyl hóa; etylen glycol bismetacrylat monome; poly(etylen glycol) bismetacrylat monome; uretan acrylat monome; poly(bisphenol A dimetacrylat etoxyl hóa); poly(vinyl axetat); poly(rượu vinyl); poly(vinyl clorua); poly(vinyliden clorua); polyetylen; polypropylen; polyuretan; polythiouretan, mà bao gồm nhưng không giới hạn ở vật liệu như nhựa quang học MR-6, MR-7 và MR-8 của hãng Mitsui Chemicals; polycacbonat dẻo nhiệt, như nhựa liên kết cacbonat thu được từ bisphenol A và phosgen, vật liệu này được bán dưới tên thương mại LEXAN; polyeste, như vật liệu được bán dưới tên thương mại MYLAR; poly(etylen terephthalat); polyvinyl butyral; poly(metyl metacrylat), như vật liệu được bán dưới tên thương mại PLEXIGLAS; và polyme được điều chế bằng phản ứng giữa isoxyanat đa chức và/hoặc isothioxyanat với polythiol hoặc polyepisulfua monome, hoặc đồng polyme hoặc hai và/hoặc ba lần polyme với polythiol, polyisoxyanat, polyisothioxyanat và tùy ý với monome bão hòa etylen hoặc vinyl monome halogen thơm. Cũng được đề cập đến là copolyme của những monome này và hỗn hợp của polyme được mô tả và copolyme với các polyme khác, ví dụ, để tạo thành sản phẩm mạng liên kết. Nền polyme hữu cơ nên phù hợp về mặt hóa học với lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng đặt lên trên, ví dụ, được phủ lên bề mặt của nền. Đối với áp dụng quang học, nền nên trong suốt.

Thông thường, nền cứng là nền polyme hữu cơ được chọn từ vật liệu rắn nhiệt hoặc dẻo nhiệt có hệ số khúc xạ nằm trong khoảng từ 1,48 đến 1,74. Vật liệu minh họa đặc tính này bao gồm chế phẩm có thể polyme hóa bao gồm allyl diglycol cacbonat monome, polycacbonat dẻo nhiệt, polyure uretan hoặc chế phẩm bao gồm sản phẩm phản ứng của isoxyanat đa chức và/hoặc isothioxyanat với polythiol hoặc polyepisulfua monome.

Nền polyme hữu cơ được sử dụng để sản xuất vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể có lớp phủ bảo vệ, ví dụ, lớp phủ kháng mài mòn, trên bề mặt của nó. Ví dụ, kính quang học polycacbonat dẻo nhiệt có bán trên thị trường với lớp phủ kháng mài mòn, ví dụ, lớp phủ cứng, được phủ lên bề mặt của nó bởi vì bề mặt dễ bị xước, trầy hoặc mòn. Ví dụ không giới hạn của vật dụng này là kính

polycarbonat (có bán tại Gentex Optics) mà được bán với lớp phủ cứng được phủ lên bề mặt polycarbonat. Như được sử dụng trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ “nền polyme hữu cơ” (hoặc thuật ngữ tương tự) hoặc “bề mặt” nền này, nhằm chỉ và bao gồm hoặc nền polyme hữu cơ hoặc nền với lớp phủ, ví dụ, lớp phủ bảo vệ và/hoặc lớp lót, trên nền. Do đó, khi tham khảo được thực hiện trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ để phủ lớp lót hoặc lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng lên bề mặt của nền, tham khảo này bao gồm bước phủ lớp phủ này lên chính nền polyme hữu cơ hoặc lên lớp phủ, ví dụ, lớp phủ kháng mài mòn, trên bề mặt của nền. Do đó, thuật ngữ “nền” bao gồm nền có lớp phủ trên bề mặt của nó. Lớp phủ có thể là lớp phủ bất kỳ thích hợp (hơn là lớp phủ đổi màu theo ánh sáng) và không giới hạn lớp phủ kháng mài mòn (lớp phủ cứng), ví dụ, bất kỳ lớp phủ bảo vệ hoặc lớp phủ khác mà cho một hoặc nhiều đặc tính chức năng bổ sung cho vật dụng chứa nền.

Trước khi phủ lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng lên bề mặt của nền, thường cần làm sạch và xử lý bề mặt để tăng sự dính của lớp phủ đổi màu theo ánh sáng vào nền. Ví dụ của phương pháp làm sạch bao gồm rửa bằng sóng siêu âm, rửa bằng xà phòng/dung dịch chất tẩy rửa (hoặc rửa bằng xà phòng và nước) sau đó giũ, và làm sạch bằng hỗn hợp dung môi hữu cơ, ví dụ, hỗn hợp 50:50 của isopropanol/nước hoặc etanol/nước. Ví dụ của phương pháp xử lý khác nữa bao gồm xử lý bằng tia cực tím UV, xử lý khí được hoạt hóa, ví dụ, xử lý với nhiệt độ plasma thấp hoặc phóng điện (sử dụng khí trơ như argon hoặc khí dễ phản ứng như oxy), và xử lý hóa học mà gây ra sự hydroxyl hóa của bề mặt nền, ví dụ, khắc bề mặt bằng dung dịch hydroxit kim loại kiềm, ví dụ, natri hoặc kali hydroxit, mà dung dịch cũng có thể chứa chất hoạt động bề mặt flo. Dung dịch hydroxit kiềm có thể là dung dịch có nước pha loãng, ví dụ, từ 5 đến 40% theo trọng lượng hydroxit kim loại kiềm. Nồng độ của dung dịch hydroxit kim loại kiềm có thể nằm trong khoảng từ 10 đến 15% theo trọng lượng, ví dụ, 12% theo trọng lượng. Xem, ví dụ, patent Hoa Kỳ 3,971,872, cột 3, dòng 13 đến 25; patent Hoa Kỳ 4,904,525, cột 6, dòng 10 đến 48; và patent Hoa Kỳ 5,104,692, cột 13, dòng 10 đến 59, mà mô tả xử lý bề mặt của vật liệu hữu cơ polyme. Những bộc lộ này được đề cập nhằm mục đích tham khảo.

Trong phương án cụ thể, lớp lót được phủ lên bề mặt nền dẻo trước khi áp dụng lớp phủ đổi màu theo ánh sáng. Lớp lót có thể được phủ lên nền cứng bằng bất kỳ phương pháp được sử dụng để phủ lớp phủ đổi màu theo ánh sáng, ví dụ, phun, quay, phân tán, chấn, cuộn hoặc nhúng lớp phủ; và có thể được phủ lên bề mặt của nền sạch và chưa được xử lý hoặc sạch và đã xử lý, ví dụ, xử lý hóa học. Lớp lót được biết đến rộng rãi bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Chiều dày của lớp lót có thể biến đổi từ một đến một vài lớp phân tử đơn. Chiều dày của lớp lót có thể nằm trong khoảng từ 0,1 to 10 micromet, ví dụ, từ 0,1 đến 2 hoặc 3 micromet. Chiều dày của lớp lót có thể biến đổi giữa kết hợp bất kỳ nào của các giá trị nêu trên, bao gồm cả các giá trị đã nêu. Ví dụ của lớp lót bao gồm silan chức hữu cơ, như metacryloxypropyl trimetoxysilan, và lớp phủ bao gồm chế phẩm mà hầu như không có siloxane hữu cơ và bao gồm anhydrit hữu cơ có ít nhất một liên kết etylen và vật liệu chứa isoxyanat.

Thông thường, lớp phủ đổi màu theo ánh sáng được phủ lên bề mặt của nền cứng sẽ có chiều dày ít nhất là 3 micromet. Trong phương án không giới hạn khác, chiều dày của lớp phủ đổi màu theo ánh sáng ít nhất là 5 micromet, ví dụ ít nhất là 10 micromet, ví dụ, 20 hoặc 30 micromet. Thông thường, lớp phủ đổi màu theo ánh sáng được áp dụng sẽ có chiều dày không lớn hơn 200 micromet, hoặc không lớn hơn 100 micromet, như không lớn hơn 50 micromet, ví dụ, 40 micromet. Chiều dày của lớp phủ đổi màu theo ánh sáng có thể nằm giữa kết hợp bất kỳ của những giá trị này, bao gồm cả các giá trị đã nêu. Ví dụ, chiều dày của lớp phủ đổi màu theo ánh sáng có thể nằm trong khoảng từ 10 đến 50 micromet, ví dụ, 20 đến 40 micromet. Lớp phủ đổi màu theo ánh sáng được áp dụng tốt hơn là không có khuyết tật bề mặt, như vết xước, lỗ, chấm, vết nứt, v.v...

Trong việc mô tả lớp phủ, thuật ngữ "lớp phủ" được xem là lớp có chiều dày không lớn hơn 4 mil (khoảng 100 micromet). Tuy nhiên, như được sử dụng trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ liên quan đến lớp phủ đổi màu theo ánh sáng, thuật ngữ "lớp phủ" được sử dụng ở đây nghĩa là lớp phủ có chiều dày nằm trong khoảng chiều dày đã nêu trên.

Ngoài ra, như được sử dụng trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ, được dự định rằng thuật ngữ "bề mặt của nền polyme" hoặc thuật ngữ tương tự, ví dụ, bề

mặt mà lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng được phủ lên, bao gồm phương án trong đó chỉ một phần của bề mặt của nền được phủ. Do đó, lớp phủ đổi màu theo ánh sáng (và lớp polyme hữu cơ mà có thể được phủ lên lớp phủ đổi màu theo ánh sáng) có thể chỉ che ít nhất một phần bề mặt của nền.

Lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng được đóng rắn là đủ cứng để lắp đặt về mặt vật lý và hóa học mà không bị hỏng, ví dụ, vết xước, trên lớp phủ. Độ cứng của lớp phủ hoặc màng có thể được định lượng bằng thử nghiệm được biết đến bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ, độ cứng vi Fischer, độ cứng bút chì hoặc độ cứng Knoop.

Chế phẩm lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng được phủ lên bề mặt của nền cứng và sau đó đóng rắn bằng phương pháp đã được biết đến rộng rãi bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Phương pháp áp dụng này bao gồm phương pháp lớp phủ quay, lớp phủ màng chắn, lớp phủ nhúng, lớp phủ phun đã được biết đến rộng rãi trong lĩnh vực kỹ thuật hoặc bằng phương pháp được sử dụng trong sản xuất các vật phủ. Phương pháp này được mô tả trong patent Hoa Kỳ 4,873,029.

Sau khi chế phẩm lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng được phủ lên bề mặt của nền dẻo, nó được đóng rắn ở nhiệt độ phòng hoặc bằng cách áp dụng nhiệt. Điều kiện đóng rắn đặc trưng được sử dụng sẽ phụ thuộc vào nền dẻo, thành phần chức năng trong chế phẩm và loại chất xúc tác được sử dụng. Việc đóng rắn nhiệt có thể liên quan đến việc cấp nhiệt từ nhiệt độ phòng đến nhiệt độ dưới nhiệt độ mà nền dẻo hoặc vật liệu đổi màu theo ánh sáng không bị phá hủy do nhiệt. Nhiệt độ lên đến 200°C đã được ghi nhận. Điều kiện đóng rắn này được biết đến rộng rãi trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, chu kỳ đóng rắn nhiệt thông thường liên quan đến gia nhiệt chế phẩm từ nhiệt độ phòng (22°C) đến từ 85 đến 140°C trong khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 2 đến 90 phút. Khi điều kiện đóng rắn tạo ra lớp phủ mà có thể được thực hiện một cách vật lý nhưng không được đóng rắn hoàn toàn, bước đóng rắn sau nhiệt bổ sung cũng có thể được dùng để đóng rắn hoàn toàn lớp phủ đổi màu theo ánh sáng.

Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể có lớp bổ sung được phủ lên phía trên của lớp phủ polyme đổi màu theo ánh sáng. Lớp này bao gồm lớp

kết nối, lớp phủ cứng chống mài mòn, lớp phủ chống phản xạ, và lớp phủ tương tự. Ví dụ không giới hạn của lớp phủ chống phản xạ được mô tả trong patent Hoa Kỳ 6,175,450 và Công bố đơn quốc tế số 00/33111, mà những bậc lộ của lớp phủ chống phản xạ được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo.

Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể được sử dụng trong nhiều ứng dụng. Trong phương án không giới hạn khác, vật dụng đổi màu theo ánh sáng có thể được thiết kế sử dụng trong suốt, ví dụ, vật dụng quang học, nền dẻo dùng cho ứng dụng liên quan đến mắt, như kính điều chỉnh thị lực và phẳng, kính mát và kính lồi, cửa sổ thương mại và dân dụng, những vật dụng trong suốt trên ô tô và máy bay, mũ bảo hiểm, màng trong suốt, v.v. Ngoài ra, vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể được sử dụng phù hợp với màng và tấm nhựa dẻo, thiết bị quang học, ví dụ, đồng hồ quang học, thiết bị hiển thị và thiết bị lưu trữ bộ nhớ, như được mô tả trong patent Hoa Kỳ 6,589,452, và vật dụng an ninh, như môi trường dữ liệu có thể đọc quang học, ví dụ, vật dụng được mô tả trong đơn yêu cầu cấp patent Hoa Kỳ 2002/0142248, vật dụng an ninh ở dạng sợi mảnh hoặc dải, như được mô tả trong patent Hoa Kỳ 6,474,695, và vật dụng an ninh ở dạng dấu hiệu xác nhận mà có thể được đặt trên những tài liệu an ninh và vật dụng được sản xuất công nghiệp.

Trong phương án cụ thể theo sáng chế, lớp phủ kháng mài mòn được chồng lên, ví dụ, đặt lên trên cùng, trên lớp polyme hữu cơ trong suốt. Trong phương án này, đóng rắn sau nhiệt (nếu được sử dụng) có thể được trì hoãn cho đến sau khi áp dụng lớp phủ kháng mài mòn nếu không có xử lý vật lý đáng kể nào của sản phẩm sau khi áp dụng lớp phủ kháng mài mòn. Nếu việc xử lý mở rộng này được yêu cầu, đóng rắn sau nhiệt có thể được thực hiện trước khi áp dụng lớp phủ chịu mài mòn.

Sự kháng trầy xước của lớp polyme có thể được đo bằng thử nghiệm xước bằng sợi thép truyền thống được biết đến bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Thử nghiệm này đo mức độ mờ trung bình của bề mặt được đưa đi mài bằng sợi thép rất mảnh. Phù hợp với phương án không giới hạn theo sáng chế, độ mờ trung bình của lớp polyme cho biết độ kháng xước có thể nhỏ hơn 20. Trong phương án không giới hạn khác, độ mờ trung bình của polyme cho độ

kháng xước có thể nhỏ hơn 15, nhỏ hơn 10, ví dụ, nhỏ hơn 8. Thử nghiệm mài mòn sợi thép Eberbach có thể được sử dụng để xác định sự kháng xước bề mặt. Thử nghiệm mài mòn Bayer cũng có thể được sử dụng để xác định sự kháng xước bề mặt.

Lớp phủ kháng mài mòn (lớp phủ cứng) có thể được đặt lên trên, ví dụ, được phủ lên, lớp liên kết polyme trong suốt sử dụng kỹ thuật tương tự được mô tả đề cập đến lớp phủ đổi màu theo ánh sáng, ví dụ, phủ quay. Chiều dày của màng kháng mài mòn có thể nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 micromet.

Sáng chế được mô tả cụ thể hơn trong các ví dụ sau đây, chỉ nhằm mục đích minh họa, do nhiều biến đổi và thay đổi là rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Sáng chế được mô tả thêm liên quan đến ví dụ sau, mà được xem là có tính minh họa mà không giới hạn sáng chế, và trong đó tất cả thành phần là phần theo trọng lượng và tất cả % là % theo trọng lượng, dựa trên trọng lượng tổng của chế phẩm này, trừ khi nêu khác đi. Trong Phần 1, điều chế polycarbonat polyol A, B và C được mô tả. Trong Phần 2, điều chế chế phẩm và vật dụng theo sáng chế cũng như ví dụ so sánh được mô tả. Trong Phần 3, kết quả của vi độ cứng và thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng của Ví dụ 1-3 và Ví dụ so sánh 1 và 2 được mô tả.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phần 1 – Điều chế Polycarbonat Polyol

Polycarbonat Polyol A (PP-A) được điều chế như sau: bổ sung 1000 g RAVECARB® 107 polycarbonat polyol có bán tại Enichem và 2220 g metanol vào bình 5 lít và môi trường nitơ được dùng. Hỗn hợp thu được được khuấy và gia nhiệt đến khi đạt 61°C mà ở đó nhiệt độ được duy trì trong vòng 15 phút. Hỗn hợp thu được được chuyển vào phễu phân tách và giữ ở nhiệt độ phòng trong vòng 15 phút. Sau phân tách, lớp đáy được thu hồi trong bình 5 lít. Quy trình được lặp lại thêm ba lần sử dụng 1900 g metanol mỗi lần. Metanol từ lớp đáy cuối cùng được tách bằng chưng cất thu được 590 g chất lỏng có độ nhớt. Mức của metanol còn lại trong vật liệu thu hồi là 0,16% và trị số hydroxyl là 31,3 mg KOH/g. Trọng lượng phân tử trung bình số như được xác định bởi phép sắc ký thẩm thấu gel sử dụng

tiêu chuẩn polystyren là 6450 g/mol và trọng lượng phân tử trung bình số là 8590 g/mol. Trị số đa phân tán là 1,33.

Polycarbonat Polyol B (PP-B) được điều chế theo quy trình được sử dụng để điều chế PP-A ngoại trừ rằng bình 1 lít, 250 g ETERNACOLL® PH200D polycarbonat polyol có bán tại UBE Americas Inc. và 600 mL metanol được sử dụng; 600 mL metanol như được sử dụng cho mỗi trong ba phép tách bổ sung và lượng sản phẩm được thu hồi là 150 g. Sản phẩm có mức metanol nhỏ hơn 0,03% và trị số hydroxyl là 30,3 mg KOH/g. Trọng lượng phân tử trung bình số như được xác định bởi phép sắc ký thẩm thấu gel sử dụng tiêu chuẩn polystyren là 6560 g/mol và trọng lượng phân tử trung bình số là 9760 g/mol. Trị số đa phân tán là 1,49.

Polycarbonat Polyol C được điều chế theo quy trình được sử dụng để điều chế PP- A ngoại trừ rằng ETERNACOLL® PH200D polycarbonat polyol được sử dụng thay cho RAVECARB® 107 polycarbonat polyol và 605 g chất lỏng có độ nhớt thu được có mức metanol là 0,15% và trị số hydroxyl là 30,1 mg KOH/g. Trọng lượng phân tử trung bình số như được xác định bởi phép sắc ký thẩm thấu gel sử dụng tiêu chuẩn polystyren là 6610 g/mol và trọng lượng phân tử trung bình số là 8690 g/mol. Trị số đa phân tán là 1,32.

Polycarbonat Polyol D (PP-D) được điều chế như sau:

Bước 1 - Bổ sung ETERNACOLL® PH200D polycarbonat polyol (400 g) và axetonitril (400 mL) vào bình 2 lít và hỗn hợp thu được được khuấy đồng nhất; metanol (800 mL) được bổ sung chậm và hỗn hợp được khuấy trong vòng 30 phút; hỗn hợp được chuyển vào phễu phân tách và sau 30 phút lớp đáy khoảng 550 g được thu hồi.

Bước 2 – Vật liệu thu được từ Bước 1 được bổ sung vào bình 2 lít với axetonitril (350 mL) và metanol (600 mL) được bổ sung và hỗn hợp thu được được khuấy trong vòng 30 phút, được chuyển đến phễu phân tách và sau 30 phút lớp đáy được thu hồi.

Bước 3 – Quy trình của Bước 2 được lặp lại với vật liệu thu được từ Bước 2 ngoại trừ rằng 200 mL axetonitril và 400 mL metanol được sử dụng.

Bước 4 – Quy trình của Bước 3 được lặp lại với vật liệu thu được từ Bước 3 và sau khi tách dung môi, 65 g vật liệu có độ nhớt rõ ràng được thu hồi là sản phẩm mong muốn. Trọng lượng phân tử trung bình số như được xác định bởi phép sắc ký thẩm thấu gel sử dụng tiêu chuẩn polystyren là 10100 g/mol và trọng lượng phân tử trung bình số là 12600 g/mol. Trị số đa phân tán là 1,25.

Poly(cacbonat-*r*-uretan-*r*-este) Polyol E (PP-E) được điều chế như sau: bổ sung 101,5 g ETERNACOLL® PH200D 0,39 g thiếc (II) etylhexanoat, và 16g DOWANOL® DPMA vào bình 500 mL với phễu bổ sung, máy khuấy cơ học, và ống ngưng tụ. Môi trường nitơ được dùng, và hỗn hợp thu được được khuấy và gia nhiệt đến 117°C. Dung dịch của 40,4 g caprolacton, 13,5 g valerolacton, và 5,15 g trimetyl hexametylen diisoxyanat (TMDI) được bổ sung trong khoảng thời gian 20 phút bằng phễu bổ sung. Phản ứng được gia nhiệt trong vòng 8 giờ ở 117°C. Sản phẩm phản ứng được sử dụng mà không cần tinh chế thêm. Mức chất rắn trong vật liệu thu được được đo ở 89,2% trong DOWANOL® DPMA và trị số hydroxyl là 21,9 mg KOH/g. Mức chất rắn được ghi nhận ở đây như được xác định bởi phép cân mẫu, gia nhiệt đến 120°C trong vòng 1 giờ, cân lại và xác định % chất rắn còn lại sau bước gia nhiệt. Trọng lượng phân tử trung bình số được xác định bởi phép sắc ký thẩm thấu gel sử dụng tiêu chuẩn polystyren là 9010 g/mol và trọng lượng phân tử trung bình số là 14600 g/mol. Trị số đa phân tán là 1,62.

Poly(cacbonat-este) Polyol F (PP-F) được điều chế như sau: bổ sung 395 g ETERNACOLL® PH200D, 300,0 g caprolacton, và 100 g valerolacton vào bình 1 lít với máy khuấy cơ học và ống ngưng tụ. Môi trường nitơ được dùng. Hỗn hợp thu được được khuấy, gia nhiệt đến 117°C, và 0,4 g thiếc (II) etylhexanoat được bổ sung bằng bom. Phản ứng được gia nhiệt trong vòng 18 giờ tại 117°C. Sản phẩm phản ứng được sử dụng mà không cần tinh chế thêm. Mức chất rắn trong vật liệu thu được được đo ở 99,2% và trị số hydroxyl là 33,6 mg KOH/g. Trọng lượng phân tử trung bình số như được xác định bởi phép sắc ký thẩm thấu gel sử dụng tiêu chuẩn polystyren là 5430 g/mol và trọng lượng phân tử trung bình số là 9020 g/mol. Trị số đa phân tán là 1,66.

Copolymer uretan khối polycacbonat Polyol G (PP-G) được điều chế như sau: bổ sung 8,2 g 2,2,4-trimetylhexametylen diisoxyanat, 3,1 g 1,6-hexandiol, 0,08 g dibutyltindilaurat, 0,04 g triphenylphosphit và 21 g DOWANOL® DPMA vào

bình 100 mL. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C và giữ trong vòng 5 giờ. Hỗn hợp sau đó được làm nguội và hỗn hợp được bổ sung 52,3 g ETERNACOLL® PH200D và 21 g DOWANOL® DPMA. Nhiệt độ được nâng lên 80°C và được giữ đến khi isoxyanat không được quan sát thấy bằng phổ hồng ngoại. Hỗn hợp phản ứng được làm nguội để thu được chất lỏng có độ nhớt rõ ràng với hàm lượng chất rắn bằng 62%. Trị số hydroxyl dựa trên lượng chất rắn nhựa 100% là 28 mg KOH/g. Trọng lượng phân tử trung bình số như được xác định bởi phép sắc ký thẩm thấu gel sử dụng tiêu chuẩn polystyren là 7170 g/mol và trọng lượng phân tử trung bình số là 13930 g/mol. Trị số đa phân tán là 1,94. Uretan khối trong vật liệu này có Mn lý thuyết ~ 538.

Copolymer uretan khối polycarbonat Polyol H (PP-H) được điều chế như sau: bổ sung 25,2 g 2,2,4-trimethylhexametylen diisoxyanat, 31,8 g TONE 0201 polyol của Công ty Dow, 0,36 g dibutyltindilaurat, 0,18 g triphenylphosphit và 99,4 g DOWANOL® DPMA vào bình 500 mL. Hợp được gia nhiệt đến 80°C và giữ trong vòng 5 giờ. Hỗn hợp sau đó được làm nguội và được bổ sung 241,3 g ETERNACOLL® PH200D và 99 g DOWANOL® DPMA. Nhiệt độ được nâng lên 80°C và được giữ đến khi isoxyanat không được quan sát thấy bằng IR. Hỗn hợp phản ứng được làm nguội để thu được chất lỏng có độ nhớt rõ ràng với hàm lượng chất rắn bằng 60%. Trị số hydroxyl dựa trên lượng chất rắn nhựa 100% là 26 mg KOH/g. Trọng lượng phân tử trung bình số như được xác định bởi phép sắc ký thẩm thấu gel sử dụng tiêu chuẩn polystyren là 7470 g/mol và trọng lượng phân tử trung bình số là 14300 g/mol. Trị số đa phân tán là 1,91. Uretan khối trong vật liệu này có Mn lý thuyết ~ 950.

Copolymer uretan khối polycarbonat Polyol I (PP-I) được điều chế như sau: bổ sung 4,4 g 2,2,4-trimethylhexametylen diisoxyanat, 7,4 g TONE 0201 polyol, 0,06 g dibutyltindilaurat, 0,03 g triphenylphosphit và 18 g DOWANOL® DPMA vào bình 100 mL. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 80°C và giữ trong vòng 5 giờ. Hỗn hợp sau đó được làm nguội và được bổ sung 42 g ETERNACOLL® PH200D và 26 g DOWANOL® DPMA. Nhiệt độ được nâng lên 80°C và được giữ đến khi isoxyanat không được quan sát thấy bằng IR. Hỗn hợp phản ứng được làm nguội để thu được chất lỏng có độ nhớt rõ ràng với hàm lượng chất rắn bằng 50%. Trị số hydroxyl dựa trên lượng chất rắn nhựa 100% là 20 mg KOH/g. Trọng lượng phân

tử trung bình số như được xác định bởi phép sắc ký thẩm thấu gel sử dụng tiêu chuẩn polystyren là 10400 g/mol và trọng lượng phân tử trung bình số là 21300 g/mol. Trị số đa phân tán là 2,05. Uretan khối trong vật liệu này có Mn lý thuyết ~ 1690.

Phần 2 – Điều chế Ví dụ 1-3 và Ví dụ so sánh 1 và 2

Theo ví dụ này, vật liệu, như thuốc nhuộm, polyol, chất xúc tác, chất hoạt động bề mặt, v.v., được xác định trong một ví dụ bằng ký tự nhỏ trong dấu ngoặc đơn được sử dụng trong ví dụ so sánh tiếp sau với ký tự số nhỏ tương tự. Sự kết hợp PC-1, PC-2, PC-3 và PC-4 tạo ra màu xám được kích hoạt.

Phần 2-A Điều chế chế phẩm phủ

Vật liệu sau đây được bổ sung để mô tả bình thích hợp được lắp máy khuấy.

Nạp lần 1 –% theo trọng lượng mỗi thành phần được liệt kê

Vật liệu	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3
DPMA ⁽¹⁾	33,3636	34,1871	31,6369
PC-1 ⁽²⁾	0,7830	0,7809	0,7743
PC-2 ⁽³⁾	0,3601	0,3592	0,3561
PC-3 ⁽⁴⁾	0,6250	0,6234	0,6181
PC-4 ⁽⁵⁾	0,2888	0,2880	0,2855
IRGANOX [®] 245 ⁽⁶⁾	0,6856	0,6838	0,6780
TINUVIN [®] 144 ⁽⁷⁾	0,6856	0,6838	0,6780

(1) DOWANOL[®] DPMA được ghi nhận là dipropylen glycol metyl ete axetat có bán tại Dow.

(2) Indenonaphtopyran đổi màu theo ánh sáng nhuộm màu xanh lá cây.

(3) Indenonaphtopyran đổi màu theo ánh sáng nhuộm màu tím.

(4) Indenonaphtopyran đổi màu theo ánh sáng nhuộm màu xanh da trời.

(5) Indenonaphtopyran đổi màu theo ánh sáng nhuộm màu tím.

(6) IRGANOX[®] 245 - Chất chống ôxy hóa/chất ổn định có bán tại Ciba Specialty Chemicals Corp.

(7) TINUVIN[®]-144 là chất ổn định ánh sáng của lớp amin bị chặn được ghi nhận có CAS# 63843-89-0 và có bán tại Ciba Specialty Chemicals.

Nạp lần 2-% theo trọng lượng mỗi thành phần được liệt kê

<u>Vật liệu</u>	<u>Ví dụ 1</u>	<u>Ví dụ 2</u>	<u>Ví dụ 3</u>
A-187 ⁽⁸⁾	2,2853	2,2792	2,2597
K-KAT [®] 348 ⁽⁹⁾	2,2853	2,2792	2,2597
BYK [®] 333 ⁽¹⁰⁾	0,03428	0,03419	0,03390

(8) SILQUEST[®] A-187 là gamma-glycidoxypopyl trimetoxysilan, có bán tại Osi Specities of Paris, France.

(9) K-KAT[®]348 chất xúc tác uretan được ghi nhận là carboxylat bismut có bán tại King Industries Inc.

(10) BYK[®] 333 là copolyme của polyete được cải biến dimetylpolysiloxan, mà có bán tại BYK-Chemie của Wallingford, Connecticut.

Nạp lần 3 -% theo trọng lượng mỗi thành phần được liệt kê

<u>Vật liệu</u>	<u>Ví dụ 1</u>	<u>Ví dụ 2</u>	<u>Ví dụ 3</u>
PMAP ⁽¹¹⁾	10,1873	9,6362	12,0717
Polycacbonat	17,3491	18,7619	11,5882
Polyol ⁽¹²⁾	(PP-A)	(PP-B)	(PP-C)
HDI Biuret BI-7960 ⁽¹³⁾	30,7585	29,0955	36,4548

(11) PMAP - A poly(met)acrylic polyol được sản xuất theo quy trình của Chế phẩm D theo Ví dụ 1 trong patent Hoa Kỳ 6,187,444, mà quy trình được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo, ngoại trừ rằng trong Nạp lần 2, styren được thay bằng metyl metacrylat và 0,5 % theo trọng lượng, dựa trên trọng lượng monome tổng, của triphenyl phosphit được bổ sung.

(12) Polycacbonat polyol điều chế trong Phần 1 hoặc sản phẩm thương mại được sử dụng trong Ví dụ so sánh.

(13) Hexametylen diisoxyanat bị chặn có bán tại Baxenden Chemical Co. của Lancashire, Anh.

Nạp lần 1 được bổ sung vào bình đồng thời trộn và gia nhiệt đến 60°C trong vòng xấp xỉ 30 phút để hòa tan chất rắn. Nạp lần 2 được bổ sung vào dung dịch và

hỗn hợp thu được được khuấy trong xấp xỉ 5 phút. Vật liệu của Nạp lần 3 được bổ sung theo thứ tự được liệt kê vào thùng chứa riêng và được trộn trước khi bổ sung nó vào bình chứa Nạp lần 1 và 2. Hỗn hợp thu được được đặt trong thùng chứa 120 mL và đặt vào máy trộn Stoneware Roll của Mỹ ở đĩa cài đặt 40 trong vòng 2 giờ.

Ví dụ so sánh 1 và 2 được điều chế theo quy trình được liệt kê trên đây cho Ví dụ 1-3 ngoại trừ sử dụng vật liệu được liệt kê trong mỗi lần nạp 1, 2 và 3.

<u>Vật liệu</u>	<u>Ví dụ so sánh 1</u>	<u>Ví dụ so sánh 2</u>
<u>Nạp lần 1</u>		
DPMA ⁽¹⁾	31,5898	31,6369
PC-1 ⁽²⁾	0,7731	0,7743
PC-2 ⁽³⁾	0,3556	0,3561
PC-3 ⁽⁴⁾	0,6172	0,6181
PC-4 ⁽⁵⁾	0,2851	0,2855
IRGANOX® 245 ⁽⁶⁾	0,6770	0,6780
TINUVIN® 144 ⁽⁷⁾	0,6770	0,6780
<u>Nạp lần 2</u>		
A-187 ⁽⁸⁾	2,2563	2,2597
K-KAT® 348 ⁽⁹⁾	2,2563	2,2597
BYK® 333 ⁽¹⁰⁾	0,03384	0,03390
<u>Nạp lần 3</u>		
PMAP ⁽¹¹⁾	12,1756	12,0717
Polycarbonat Polyol ⁽¹²⁾	11,2324 (RAVECARB® 107 polycarbonat polyol)	11,5882 (ETERNACOLL® PH200D polycarbonat polyol)
HDI Biuret BI-7960 ⁽¹³⁾	36,7661	36,4548

Phần 2- B – Sản xuất vật dụng được phủ

Kính polycarbonat đơn trùng có đường kính 70 mm từ Công ty Gentex Optics được sử dụng. Kính thử nghiệm được thử với đèn tròn của Công ty Tantec EST-Electrical Service tại 500 Oat và 54 kVA trong vòng 45 giây. Lớp phủ theo Ví dụ 1-3 và Ví dụ so sánh 1 và 2 mỗi lớp được phủ lên kính được xử lý bằng đèn tròn bằng cách phủ quay riêng rẽ và đóng rắn tại 125°C trong vòng 60 phút. Lớp phủ đóng rắn thu được dày xấp xỉ 20 micromet. Một bộ kính được phủ được đưa đến thử vi độ cứng như được mô tả trong Phần 3-A.

Một bộ kính được phủ khác được thử bằng đèn tròn Tantec tại 20 Hertz và 0,70 kiloOat trong vòng 9 giây. Chế phẩm dựa trên acrylat của loại được mô tả trong Ví dụ 1 và 2 của patent Hoa Kỳ 7,410,691, mà đã được trích dẫn ở đây nhằm mục đích tham khảo, được phủ lên kính thử nghiệm bằng phép phủ quay và đóng rắn để tạo ra lớp phủ dày xấp xỉ 8 micromet. Kính có hai lớp phủ được thử nghiệm thể hiện đổi màu theo ánh sáng như được mô tả trong Phần 3-B.

Phần 3-A – Thử nghiệm vi độ cứng

Kính được phủ được sản xuất theo Phần 2-B được đưa đến thử vi độ cứng sử dụng thiết bị FISCHERSCOPE® HCV, Loại H-100 có bán tại Công ty Fischer Technology Inc. Vi độ cứng được đo bằng Newton/mm². Mỗi kính được đo từ 2 đến 5 lần và dữ liệu thu được được lấy trung bình. Phép đo độ cứng được thực hiện ở độ cứng mà chiều sâu đâm xuyên là 2 micromet dưới tải trọng 100 Newton trong vòng 15 giây. Sự tính toán trung bình của các kết quả của mỗi kính thử nghiệm được liệt kê trong Bảng 1.

Bảng 1 Kết quả vi độ cứng Fischer

Ví dụ số	Vi độ cứng (Newton/mm ²)
1	13
2	9
3	36
CE-1	33
CE-2	34

PHẦN 3-B – Thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng

Thực hiện đổi màu theo ánh sáng của mỗi chế phẩm phủ trên đây được thực hiện như sau. Kính được phủ được thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng trên thanh đo đổi màu theo ánh sáng (“BMP”) sản xuất bởi Essilor, Ltd., Pháp. Bàn quang học được duy trì ở nhiệt độ không đổi 73,4°F (23°C) trong quá trình thử nghiệm.

Trước khi thử nghiệm trên bàn quang học, mỗi kính được phủ được chiếu ánh sáng cực tím 365 nonomet trong vòng 10 phút ở khoảng cách khoảng 14 cm để hoạt hóa vật liệu đổi màu theo ánh sáng. Sự rọi UVA (315 đến 380 nm) ở kính được đo với máy quang phổ LICOR® Model Li-1800 và quan sát thấy 22,2 Oat trên m². Kính được đặt dưới đèn halogen tăng cường 500 oat trong vòng 10 phút ở khoảng cách khoảng 36 cm để làm phai màu (không hoạt hóa) vật liệu đổi màu theo ánh sáng. Độ rọi tại kính được đo bằng máy quang phổ LICOR® và đo được 21,9 Klux. Kính sau đó được giữ trong môi trường tối ở nhiệt độ phòng (từ 70 đến 75°F, hoặc 21 đến 24°C) trong ít nhất 1 giờ trước khi thử nghiệm trên bàn quang học. Trước khi thực hiện phép đo bàn quang học, kính này được đo mức hấp thụ tia cực tím tại 390 nm.

Bàn quang học BMP được lắp với hai đèn hồ quang Xenons 150-oat ORIEL® Loại số 66057 ở góc phải của nhau. Đường ánh sáng từ đèn 1 được chiếu trực tiếp qua màng thông dải 3 mm SCHOTT® KG-2 và màng lọc mật độ trung tính tương ứng mà tạo ra tia cực tím mong muốn và mức độ rọi ánh sáng nhìn thấy một phần. Đường ánh sáng từ đèn 2 được chiếu trực tiếp qua màng lọc thông dải 3 mm SCHOTT® KG-2, màng lọc tách dải ngắn 400 nm SCHOTT® và màng lọc mật độ trung tính tương ứng để cho biết độ rọi ánh sáng nhìn thấy bổ sung. Thiết bị tách chùm sáng 2 inso x 2 inso 50%, ở 45° đối với mỗi đèn được sử dụng để trộn hai chùm sáng. Sự kết hợp màng lọc mật độ trung tính và kiểm soát điện thế của đèn hồ quang Xenon được sử dụng để điều chỉnh cường độ của sự rọi. Phần mềm độc quyền tức là, BMPSoft phiên bản 2,1e được sử dụng trên BMP để kiểm soát thời gian, sự rọi, ô mạng không khí và nhiệt độ mẫu, sự đóng màng chắn, sự chọn lọc và đo phản hồi. Máy quang phổ ZEISS®, Loại MCS 501, với cáp quang để truyền ánh sáng qua kính như được sử dụng cho phép đo phản hồi và màu sắc. Phép đo ánh quang học phản hồi được tập hợp trên mỗi kính.

Mức đầu ra của bàn quang học, tức là, cường độ ánh sáng mà kính được tiếp xúc, được điều chỉnh về 6,7 Oat trên m^2 (W/m^2) UVA, được kết hợp từ 315-380 nm và độ rọi 50 Klux, được kết hợp từ 380-780 nm. Phép đo của điểm đặt cường độ này được thực hiện sử dụng máy thăm dò sự rọi và máy quang phổ Zeiss điều chỉnh. Ô mẫu kính được lắp với cửa sổ thạch anh và thanh giữ mẫu tự điều chỉnh. Nhiệt độ trong ô mẫu được kiểm soát ở $23^\circ C$ qua phần mềm Facis được điều chỉnh, Loại FX-10, giả lập môi trường. Phép đo phản hồi đổi màu theo ánh sáng động của mẫu và màu sắc phép đo được thực hiện sử dụng máy quang phổ Zeiss tương tự, với cáp quang để đưa ánh sáng từ đèn halogen wolfram và qua mẫu. Chùm sáng đo chuẩn trực từ cáp quang được duy trì vuông góc với mẫu thử nghiệm trong khi đưa qua mẫu và hướng vào cáp quang nhận gắn với máy quang phổ. Điểm chính xác đặt mẫu trong ô mẫu là nơi chùm hồ quang xenon hoạt hóa và chùm sáng theo dõi cắt nhau để tạo thành hai vòng tròn đồng tâm của ánh sáng. Góc tới của chùm hồ quang xenon tại điểm đặt mẫu $\approx 30^\circ$ so với phương vuông góc.

Phép đo phản hồi, về sự thay đổi trong mật độ quang học (ΔOD) so với trạng thái không kích hoạt hoặc làm phai màu so với trạng thái kích hoạt hoặc nhuộm màu được xác định bằng cách thiết lập sự truyền không kích hoạt ban đầu, mở màn chắn đèn Xenon và đo sự truyền qua kích hoạt ở khoảng thời gian được chọn. Sự thay đổi về mật độ quang học được xác định theo công thức: $\Delta OD = \log(10)(\%T_b/\%T_a)$, trong đó $\%T_b$ là % sự truyền ở trạng thái làm phai màu, $\%T_a$ là % sự truyền ở trạng thái được kích hoạt. Mật độ quang học phép đo dựa trên mật độ quang học của ảnh chụp quang.

Kết quả của thử nghiệm này được thể hiện dưới đây trong Bảng 2, ở đây ΔOD bão hòa sau 15 phút kích hoạt và nửa thời gian làm mất màu (" $T_{1/2}$ ") là khoảng thời gian tính bằng giây đối với ΔOD của dạng được hoạt hóa của vật liệu đổi màu theo ánh sáng trong lớp phủ để đạt đến một nửa mười lăm phút ΔOD tại $73,4^\circ F$ ($23^\circ C$), sau khi loại bỏ nguồn ánh sáng hoạt hóa.

Bảng 2 – Kết quả hiển thị đổi màu theo ánh sáng

Ví dụ số	ΔOD sau 15 phút	Nửa thời gian nhạt màu (giây)
1	0,93	82
2	0,92	79
3	0,86	96
CE-1	0,82	123
CE-2	0,82	125

Mặc dù sáng chế được mô tả có tham khảo chi tiết đến các phương án theo sáng chế, tác giả không có ý định cho những chi tiết này làm giới hạn phạm vi của sáng chế và yêu cầu bảo hộ.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm đổi màu theo ánh sáng dạng polyme hữu cơ có thể đóng rắn được bao gồm:

a) lượng chất đổi màu theo ánh sáng của ít nhất một vật liệu đổi màu theo ánh sáng;

b) polyme polyol có nhóm cacbonat dọc theo trục chính của nó và có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn 5000 g/mol; và

c) chế phẩm đóng rắn có nhóm chức dễ phản ứng có thể phản ứng với nhóm hydroxyl trên polyme polyol b); trong đó sau khi đóng rắn và thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng, chế phẩm này minh họa tốc độ phai màu $T_{1/2}$ nhỏ hơn 200 giây.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó polyme polyol có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn 6000 g/mol và nhỏ hơn hoặc bằng 20000 g/mol .

3. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó polyme polyol có trị số đa phân tán nhỏ hơn hoặc bằng 1,50.

4. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó sau khi đóng rắn và sau thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng, chế phẩm này minh họa tốc độ phai màu $T_{1/2}$ nhỏ hơn 90 giây.

5. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm:

(a) nền cứng,

(b) lớp phủ polyme hữu cơ đổi màu theo ánh sáng được phủ lên bề mặt của nền này, lớp phủ đổi màu theo ánh sáng này bao gồm:

i) lượng chất đổi màu theo ánh sáng của ít nhất một vật liệu đổi màu theo ánh sáng;

ii) polyme polyol có nhóm cacbonat dọc theo trục chính của nó và có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn 5000g/mol; và

iii) chế phẩm đóng rắn có nhóm chức dễ phản ứng có thể phản ứng với nhóm hydroxyl trên polyme polyol b); trong đó sau khi phủ lớp phủ lên nền, sau khi đóng rắn, và sau thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng, chế phẩm này cho thấy tốc độ phai màu $T_{1/2}$ nhỏ hơn 200 giây.

6. Vật dụng theo điểm 5, trong đó polyme polyol có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn 6000 g/mol và nhỏ hơn hoặc bằng 20000 g/mol.
7. Vật dụng theo điểm 5, trong đó polyme polyol có trị số đa phân tán nhỏ hơn hoặc bằng 1,50.
8. Vật dụng theo điểm 5, trong đó sau khi phủ lớp phủ lên nền, sau khi đóng rắn, và sau thử nghiệm thực hiện đổi màu theo ánh sáng, chế phẩm này minh họa tốc độ phai màu $T_{1/2}$ nhỏ hơn 90 giây.
9. Vật dụng theo điểm 5, trong đó nền cứng là nền polyme hữu cơ được chọn từ vật liệu rắn nhiệt hoặc dẻo nhiệt có hệ số khúc xạ ít nhất là 1,48.
10. Vật dụng theo điểm 9, trong đó nền polyme hữu cơ bao gồm nền rắn nhiệt được điều chế từ chế phẩm có thể polyme hóa bao gồm monome alyl diglycol cacbonat, nền điều chế từ polycacbonat dẻo nhiệt, nền điều chế từ polyure uretan hoặc nền điều chế từ chế phẩm bao gồm sản phẩm phản ứng của isoxyanat và/hoặc isothioxyanat đa chức với polythiol hoặc polyepisulfua monome.
11. Vật dụng theo điểm 10, trong đó nền rắn nhiệt là dietylen glycol bis(alyl cacbonat).
12. Vật dụng theo điểm 5, trong đó vật liệu đổi màu theo ánh sáng là vật liệu đổi màu theo ánh sáng hữu cơ bao gồm spirooxazin, benzopyran, naphtopyran, fulgit, dithizonat kim loại, diaryleten đổi màu theo ánh sáng hoặc hỗn hợp của các vật liệu đổi màu theo ánh sáng này.
13. Vật dụng theo điểm 12, trong đó vật liệu đổi màu theo ánh sáng là naphtopyran bao gồm naphto[1,2-b]pyran, naphto[2,1-b]pyran, spiro-9-floreno[1,2-b]pyran, phenantropyran, quinopyran và/hoặc naphtopyran ngưng tụ indeno.
14. Vật dụng theo điểm 12, trong đó vật liệu đổi màu theo ánh sáng là spirooxazin bao gồm naphtoxazin và/hoặc spiro (indolin)pyridobenzoxazin.
15. Vật dụng theo điểm 5, trong đó vật dụng này là thấu kính.