

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0805132-1 A2**

(22) Data de Depósito: 18/11/2008
(43) Data da Publicação: 17/08/2010
(RPI 2067)



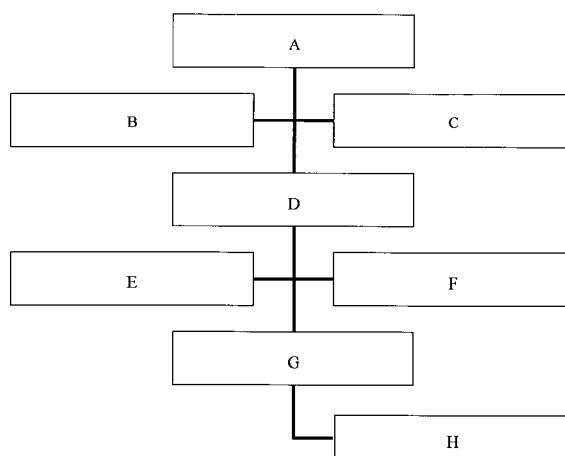
(51) *Int.Cl.:*
G02B 5/23

(54) Título: **FORMULAÇÃO FOTOCRÔMICA, ELEMENTOS ÓPTICOS FOTOCRÔMICOS E PROCESSO DE PREPARO DOS MESMOS**

(73) Titular(es): Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP, Universidade de São Paulo - USP

(72) Inventor(es): ADRIANO LOPES DE SOUZA, FLAVIO LUIZ SILVA DE CARVALHO, JOSÉ FABIAN SCHNEIDER, UBIRAJARA PEREIRA RODRIGUES FILHO

(57) Resumo: FORMULAÇÃO FOTOCRÔMICA, ELEMENTOS ÓPTICOS FOTOCRÔMICOS E PROCESSO DE PREPARO DOS MESMOS. A presente invenção descreve formulações e elementos ópticos fotocrômicos e o processo de preparo dos mesmos. Em especial, as formulações podem ser usadas como monólitos fotocrômicos, filmes e camadas de revestimento fotocrômicas híbridas inorgânicas e orgânicas e sensíveis à radiação UVA e UVB. Em especial, as soluções podem ser usadas em superfícies lisas ou rugosas de vidros do tipo silicatos, aluminossilicatos, borossilicatos, fibras de vidro, aços, alumínio, ligas leves, etiquetas adesivas, papéis e cimento, por exemplo, podem ser recobertas por aspersão, imersão ou dispersos sobre a superfície com pincéis ou pistolas de pintura, por exemplo, apresentando boa resistência a risco e impermeabilidade.





Relatório Descritivo de Patente de Invenção

FORMULAÇÃO FOTOCRÔMICA, ELEMENTOS ÓPTICOS FOTOCRÔMICOS E PROCESSO DE PREPARO DOS MESMOS.

Campo da Invenção

A presente invenção descreve formulações e elementos ópticos fotocromicos e o processo de preparo dos mesmos. Em especial, as formulações podem ser usadas como monólitos fotocromicos, filmes e camadas de revestimento fotocromicas híbridas inorgânicas e orgânicas e sensíveis à radiação UVA e UVB. Em especial, as soluções podem ser usadas em superfícies lisas ou rugosas de vidros do tipo silicatos, aluminossilicatos, borossilicatos, fibras de vidro, aços, alumínio, ligas leves, etiquetas adesivas, papéis e cimento, por exemplo, podem ser recobertas por aspersão, imersão ou dispersos sobre a superfície com pincéis ou pistolas de pintura, por exemplo, apresentando boa resistência a risco e impermeabilidade. A presente invenção se situa principalmente no campo da química.

Antecedentes da Invenção

Fotocromismo

O fotocromismo é uma propriedade que várias classes de materiais apresentam de mudar de coloração quando se irradia estes materiais com radiação eletromagnética. Dentre os materiais fotocromicos, aqueles que apresentam sensibilidade à radiação UV têm especial destaque por sua potencialidade e uso como lentes oftálmicas e janelas inteligentes, dispositivos holográficos, dosímetros pessoais integradores de dose de radiação UV, dispositivos de circuitos lógicos digitais e tintas artísticas. Usualmente, os materiais fotocromicos são classificados em reversíveis e irreversíveis, sendo que os primeiros podem ser espontaneamente reversíveis ou termicamente reversíveis. Dentre os materiais fotocromicos irreversíveis mais conhecidos temos as emulsões fotográficas de sais de prata e na categoria de compostos fotocromicos reversíveis temos os azocompostos e os derivados de espiropiranos. Na sua maioria estes materiais fotocromicos são baseados em

pigmentos ou corantes orgânicos dispersos ou covalentemente ligados nas matrizes orgânicas, ou seja, polímeros. Esta tecnologia permite uma grande versatilidade, pois uma combinação quase infinita de polímeros e compostos orgânicos fotocrômicos pode ser desenvolvida, entretanto, na sua maioria elas
5 levam a materiais termicamente limitados, menos resistentes a impacto e mais susceptíveis de sofrer fotodegradação UV.

Xerogéis

Xerogéis são materiais alternativos aos polímeros como matrizes para dispersão de substância ativas como pigmentos. Os xerogéis são obtidos a
10 partir da secagem do gel preparado a partir processo sol-gel onde as ligações se estendem pelo sólido formando uma rede de ligações siloxano covalentes tridimensionais. Os xerogéis mais conhecidos são os feitos a partir de alcóxidos de silício por hidrólise em meio alcalino ou ácido. Xerogéis de sílica contendo organossilanos dão origem a uma classe de materiais híbridos orgânico-
15 inorgânicos chamada de ormosils. Estes materiais são extremamente versáteis e estáveis cinética e termodinamicamente, podendo apresentar estabilidade frente a meios fortemente ácidos e relativamente básicos além de possuírem a porosidade necessária para oclusão de enzimas, catalisadores, sondas fluorescentes, fármacos, e compostos fotocrômicos.

20 Mills e colaboradores [Mills et al (2006)] descrevem um filme fotocrômico baseado em álcool poli(vinílico) e benzilviologênio sensível a radiação UVB (320-290nm), região do espectro ultra-violeta responsável pela maior parte dos eritemas (queimaduras solares). O filme apresenta uma resposta linear com doses na faixa de índice UV (UVI) entre 1 e 10 encapsulados em poli
25 (uretanas).

Raymo e colaboradores [Tomasulo et al (2007)] desenvolveram pigmentos fotocrômicos e fluorescentes baseados em espiropiranos adsorvidas em nanopartículas de CdS. A adsorção do espiropirano sobre a nanopartícula na presença de tri-n-octilfosfina levou a uma cinética de descoloração mais
30 rápida do que o pigmento não-adsorvido. Não há qualquer menção neste artigo sobre o uso do espiropirano adsorvido em nanopartícula de CdS em tintas ou

revestimentos fotocrômicos ou mesmo aumento de foto-estabilidade, ou seja, inibição da perda de estabilidade após vários ciclos de irradiação com UV.

Abordagem similar foi desenvolvida por Takagi e colaboradores [Shindachi et al (2007)] usando como pigmento fotocrômico os ariltenos intercalados em magadiitas, um exemplo de pigmento híbrido orgânico-inorgânico. Um pigmento fotocrômico estável foi obtido pela intercalação covalente dos ariltenos, este pigmento não apresenta perda de variação máxima de absorbância mesmo após 11 ciclos de irradiação com UV e luz visível. A desvantagem deste tipo de rota é a insolubilidade da magadiita modificada e a sua tendência a formarem aglomerados que funcionam como centros espalhadores de luz em matrizes poliméricas resultando em revestimentos ou filmes opacos.

Feng e colaboradores [Chen et al (2008)] desenvolveram um filme fotocrômico baseado no ácido fosfomolibdico disperso em poli(etilenoglicol) apresentando nanopartículas de 50nm altamente dispersas no interior do polímero. Estes filmes tornam-se azulados com variação de absorbância de 0,14 unidades após irradiação UV por 30 min com lâmpada de Hg e potência de 450W, e se descolorem quando deixados ao ar. Os mesmos autores relataram outro sistema polímero, poli(N-metilpirrolidona)-co-(N,N'-metilenobisacrilamida) –polioxoânion (ácido fosfomolibdico ou ácido fosfotungstico). O sistema contendo ácido fosfomolibdico apresentou uma variação de 0,24 contra 0,14 unidades de absorbância daquele contendo ácido fosfotungstico frente à irradiação com lâmpada de Hg, potência de 500W. O sistema baseado em ácido fosfotungstico sofreu descoloramento mais rápido que aquele contendo ácido fosfomolibdico.

Zhang e colaboradores [Zhang et al (2008)] preparam filmes eletrocromicos e fotocromicos de ácido fosfomolibdico incorporados de sílica mesoporosa nanoestruturada sobre vidro recoberto com óxido de estanho dopado com índio (ITO). O filme foi irradiado com uma lâmpada de Hg de potência de 500W e apresentou saturação após 12 min de irradiação com variação máxima de absorbância de 0,14. Estes filmes a base de sílica se mostraram mais reversíveis e resistentes a ciclos de irradiação com UV (30

ciclos sem perda de atividade fotocromica). Nenhum comentário é fornecido sobre a adesão deste filme a substratos metálicos ou poliméricos. Não há indícios de que haja linearidade do comportamento fotocromico com a dose de irradiação que permitiria o seu uso em dosimetria UVB ou UVA.

5 Huang e colaboradores [Huang et al (2006)] reportaram o primeiro Ormosil fotocromico usando metilmetacrilamida (MMA), viniltriethoxissilano (VTS) e tetraethoxissilano (TEOS) como reagentes. Os filmes foram preparados por *spin coating* sobre quartzo e apresentaram um tempo de 6 min para atingir a saturação por irradiação com lâmpada de Hg, potência de 18W, a dose ou
10 irradiância não foram informadas. Este filme apresentou menor tempo de resposta e maior sensibilidade que os materiais reportados acima, entretanto, nenhuma informação é dada sobre sua aderência sobre outros substratos.

No âmbito patentário, alguns documentos versam sobre compostos fotocromicos e seus processos de preparo.

15 No documento US 2006/0116442, Gallo e Gallo descrevem uma formulação de suspensão aquosa de termo- e fotocromicos dispersos sobre pós baseados em pigmentos do tipo leuco, portanto orgânico, para motores automotivos com finalidades decorativas ou funcionais. Os pigmentos estão micro-encapsulados em uma resina termorrígida do tipo melamina-formaldeído.
20 A presente invenção difere desse documento por não necessitar de uma camada superior protetora sobre a tinta termo ou fotocromica para preservar a atividade do material, uma vez que essa é uma característica intrínseca da formulação da presente invenção, conforme relatado pelos autores supracitados.

25 Na patente nacional PI 9710557-0 A (Transitions Optical Inc) são descritas diversas formulações de compostos fotocromicos do tipo espirooxazinas que podem estar dispersas em diversas matrizes poliméricas e em diversos sistemas solventes. Dentre as matrizes poliméricas utilizadas podemos citar os ésteres de celulose e o poli (carbonato de alila). A
30 solubilidade das espirooxazinas permite uma variação da concentração destes compostos entre 0,01% e 20% e assim uma ampla gama de matiz das cores amarelo e vermelha após a exposição à radiação UV retornando ao estado

incolor ou a cor original na ausência da mesma. A presente invenção difere desse documento por utilizar uma mistura de silanos e pigmentos fotocromicos, mistura essa não citada no referido documento.

No pedido de patente internacional WO 08/031879, a companhia SILOR
5 INTERNATIONAL descreve uma formulação fotocromica para lentes ópticas baseadas em poli(uretano) e pigmentos fotocromicos orgânicos da classe dos espirooxazinas, piranos, fulgidas, fulgimidas e derivados organometálicos de ditizonatos. Esta formulação utiliza a clássica reação entre polióis e isocianatos para a produção de poli(uretanos) dopadas com pigmentos fotocromicos. A
10 presente invenção difere desse documento por utilizar uma mistura de silanos e pigmentos fotocromicos, mistura essa não citada no referido documento.

No documento WO2008/020829, a companhia Soft Light Inc. relata um filme fotocromico baseado em polietileno, poli(uretanos) ou tereftalato de poli(etileno) para vidros contendo uma resina adesiva sensível a pressão. Os
15 pigmentos fotocromicos são orgânicos fornecidos pela James Robinson Ltd, ou seja, os pigmentos **Reversacol™**. O método relatado para incorporação do pigmento aos polímeros é da dispersão durante a etapa de extrusão das lâminas poliméricas. A presente invenção difere desse documento por utilizar uma mistura de silanos e pigmentos fotocromicos, mistura essa não citada no
20 referido documento, e pelo método de incorporação ser feito na etapa de formação da matriz e não durante o seu processamento. De fato, no método descrito no presente documento não há a necessidade de etapa de processamento, simplificando o processo.

O documento WO 07/027479 descreve um artigo compreendendo um
25 substrato rígido para acomodar uma cobertura fotocromica, uma cobertura fotocromica compreendendo acrilato polimérico dendrítico e materiais fotocromicos. Em especial, o substrato pode adicionalmente compreender uma cobertura resistente à abrasão feita de organossilanos. A presente invenção difere desse documento por ser somente composto pela mistura de silanos e
30 componentes fotocromicos, não utilizando acrilatos poliméricos para a composição, conforme citado no referido documento.

O documento WO 95/16731 descreve uma composição para obtenção de material híbrido inorgânico-orgânico e artigos compreendendo tal composição, formada por 5 a 35% de uma mistura de tetraalcóxissilanos e alquilssilanos de cadeia curta e longa, de 1 a 6% de álcool polivinílico (PVA), 0,1 a 1% de tensoativos a base de éteres de fenolatos ou álcoois, sendo que 40 a 50% em peso do solvente majoritário é usado, sendo estes álcoois parcialmente alcoxilados. Uma quantidade catalítica de ácidos inorgânicos solúveis é utilizada, em especial o ácido clorídrico. Em especial, os artigos adicionalmente compreendem compostos orgânicos fotocromicos. A presente invenção difere desse documento, pois:

a) os pigmentos fotocromicos são compostos do tipo polioxoânions e mais robustos do ponto de vista da sua reutilização;

b) o pigmento fotocromico pode ser utilizado como catalisador no processo de formação de sol e gelificação, evitando o uso de ácidos voláteis e minimizando desta forma o impacto ambiental;

c) utiliza organossilanos não apenas como componentes da matriz hospedeira dos pigmentos fotocromicos, mas também como reguladores da sua atividade fotocromica não descritos no referido documento.

Portanto, não foi encontrado nenhum documento antecipando e/ou sugerindo os objetos da presente invenção.

Sumário da Invenção

É um objeto da presente invenção formulações fotocromicas compreendendo uma mistura de silanos e pigmentos fotocromicos polioxoânions.

Em especial, a formulação da presente invenção compreende:

a) de 0,10 a 2,00% de mistura de silanos;

b) de 0,10 a 3,5% de pigmentos fotocromicos polioxoânions.

É objeto adicional da presente invenção o processo de obtenção de formulações fotocromicas compreendendo as etapas de:

a) preparar uma solução mista de silanos;

b) adicionar pigmento fotocromico polioxoânion à solução de a).

Em especial, o processo de obtenção da formulação da presente invenção compreende:

- a) de 0,10 a 2,0% de mistura de silanos;
- b) de 0,10 a 3,5% de pigmentos fotocromicos polioxoânions.

5 Em uma realização opcional, o processo de preparo compreende a adição de solventes e/ou aditivos, como tensoativos e/ou nanopartículas.

Em uma realização preferencial, as formulações fotocromicas universais da presente invenção podem ser aplicadas sobre diversos tipos de superfícies internas ou externas com estabilidade fotoquímica, boa transparência à luz e

10 hidrofóbicas.

É um outro objeto da presente invenção o processo de obtenção de elementos ópticos fotocromicos compreendendo as etapas de:

- a) preparar uma solução mista de silanos;
- b) adicionar pigmentos fotocromicos polioxoânion à solução de a).
- 15 c) adicionar uma solução aquosa à solução de b);

Em especial, o processo de obtenção dos elementos ópticos da presente invenção compreende:

- a) de 0,10 a 2,0% de mistura de silanos;
- b) de 1,0 a 3,0% de pigmentos fotocromicos polioxoânions;
- 20 c) de 0,066% a 1,53% de água.

Em uma realização opcional, a água é adicionada na forma de solução aquosa ácida.

É objeto adicional da presente invenção, os elementos ópticos obtidos nesse processo.

25 Em uma realização opcional, os filmes terão a etapa adicional de espalhamento da solução sobre uma superfície por gotejamento, imersão, pincéis, pistolas de pintura.

Em uma realização preferencial, o filme obtido na presente invenção é liso, translúcido e incolor.

30 Em uma realização preferencial, o filme se torna azulado ao ser exposto ao sol ou irradiado com lâmpada de Xe, apresentando três bandas largas no

seu espectro de absorção e refletância em 495, 711 e 974nm após irradiação com 36 MED.min⁻¹ (1 MED é definido como 21mJ.cm⁻² de UVB).

Em uma realização preferencial, o tempo de descoloramento do filme foi de 3,5 dias.

Em uma realização preferencial, o filme filtra parte da radiação térmica (infravermelho próximo, $\lambda > 740\text{nm}$) que passa através dele podendo ser utilizado para coberturas com controle solar, película sensível em dosímetros de radiação UVB, tintas especiais de exteriores e/ou tintas artísticas.

Em uma outra realização preferencial estas formulações podem ainda ser utilizadas para formar objetos e placas fotocromicas maciças.

Esses e outros objetos da invenção serão melhor valorizados após a descrição em detalhes suficientes para sua reprodução a seguir.

Breve Descrição das Figuras

A figura 1 mostra o fluxograma da presente invenção, compreendendo: (A) Solução de silanos; (B) Adição de catalisador fotocromico; (C) Adição de Nanopartículas (opcional); (D) Formação sol; (E) Filme Fotocromico; (F) Placas Fotocromicas; (G) Gel; (H) Placas ou Objetos Fotocromicos.

A figura 2 mostra os espectros obtidos por refletância especular das amostras depositadas por gotejamento e contendo apenas APTS (A), apenas BuTS (B) após a irradiação com lâmpada de Xe (UVA+UVB), dose UVB de 36 MED.min⁻¹, onde : (1) 0 min; (2) 30 min; (3) 60 min; (4) 90 min; (5) 120 min; (6) 150 min; (7) 180 min; (8) 210 min.

A figura 3 mostra as curvas médias de 3 medidas independentes do comportamento da absorbância em 632 nm dos filmes de Ormosil contendo: APTS (A); BuTS (B); e mistura APTS/BuTS (C), em função do tempo de irradiação com lâmpada de Hg, P=80W, irradiância = $(1,35 \pm 0,25) \text{ mW.cm}^{-2}$ UVA, T=(28±2)⁰C.

A figura 4 mostra em (A) e (B) o espectro eletrônico obtido em modo de transmissão da placa de 0,1 mm de espessura de Ormosil contendo BuTS antes da irradiação com UVB.

A figura 5 mostra em (A) e (B) o espectro eletrônico em modo de transmissão de uma placa de 0,1 mm de espessura de Ormosil contendo BuTS após irradiação com dose de UVB igual a 36 MED.min⁻¹.

A figura 6 mostra o estudo da re-utilização de dois filmes independentes, obtidos a partir de sol com as concentrações de BuTS, TEOS, Glymo, água dadas no exemplo 2 e a concentração final de ácido fosfotungstico igual a 1,24x10⁻⁴ mol.L⁻¹. Os gráficos mostram a intensidade da cor, dada pela função de refletância F(R), em função do número de ciclos de irradiação com lâmpada de Xe, dose UVB acumulada em cada irradiação igual a 19 (A) e 9 (B) MED.

A figura 7 mostra os espectros eletrônicos obtidos em modo de refletância dos filmes de Ormosil obtidos a partir de BuTS, TEOS, HPW com (A) e sem (B) nanopartículas de dióxido de titânio sobre vidro aluminossilicato. Os filmes foram depositados por imersão do vidro nas soluções.

Descrição Detalhada da Invenção

Os exemplos aqui mostrados têm o intuito somente de exemplificar uma das inúmeras maneiras de se realizar a invenção, contudo sem limitar, o escopo da mesma.

Silanos

Os silanos da presente invenção compreendem silanos formadores de rede de grupos funcionais orgânicos e/ou formadores de rede de silicatos.

Formadores de rede de grupos funcionais orgânicos

Os formadores de rede de grupos funcionais orgânicos compreendem, mas não se limitam ao grupo de organossilanos como 3-aminopropiltriethoxissilano (CAS 919-30-2), a 4-(Triethoxysilil)butironitrila (CAS 1067-47-6), o feniltriethoxissilano (CAS 780-69-8), o propiltriethoxissilano (CAS 2550-02-9), o aliltriethoxissilano (CAS , (3-glicidiloxipropil)triethoxissilano (CAS 2602-34-8), 3-(trimetoxisilil)propil metacrilato, isobutiltriethoxissilano, triethoxi(etil)silano, 1H,1H,2H,2H-Perfluoroalquiltriethoxissilano, ou silanos contendo haletos de alquila, por exemplo o 3-cloropropiltriethoxissilano (CAS 5089-70-3) e o (3-Cloropropil)tris(trimetilsiloxi)silane (CAS 18077-31-1), ou

contendo grupos N-heterociclos como imidazolila, pirrolila, biperidila, entre outros e/ou a combinação dos mesmos.

Formadores de rede de silicatos

Os formadores de rede de silicatos compreendem, mas não se limitam
5 aos tetra-alcóxissilanos e/ou ao grupo de silicatos como o tetraetilortossilicato (CAS 78-1-4) e o tetrapropilortossilicato (CAS 682-01-9), entre outros e/ou a combinação dos mesmos.

Pigmentos fotocromicos polioxoânions

Os pigmentos fotocromicos da presente invenção compreendem
10 quaisquer pigmentos fotocromicos polioxoânions conhecidos do estado da técnica. Em especial, podemos exemplificar os pigmentos fotocromicos polioxoânions pelos heteropolioxometalatos (HPOMs) ou polioxometalatos (POMs). Em especial, o fosfotungstato ($[PW_{12}O_{40}]^{3-}$) e seu lacunar com Mn $[PW_{11}O_{39}Mn(L)]^{5-}$, (onde L pode ser água, N-heterociclos como piridina e
15 derivados, pirazina e melamina) e o fosfomolibdato ($[PMo_{12}O_{40}]^{3-}$). Os compostos podem ser adicionados na forma ácida, sais de tetra(alquil)amônio, sais duplos de metais alcalinos e ácidos, ou sais de amônio de N-heterociclos – por exemplo o cátion piridínio e o N-metilpiridínio.

Aditivos

Os aditivos da presente invenção compreendem tensoativos,
20 nanopartículas, entre outros. Aditivos da categoria dos tensoativos podem ser adicionados sendo que dentre os possíveis tensoativos temos os poliéteres de polietilenoglicol (Brij® marca registrada da Croda International PLC) ou fluorsurfactantes do tipo Zonyl® (E.I. du Pont de Nemours & Co., Inc.) entre
25 outros e/ou a combinação dos mesmos. Outros aditivos que podem ser usados são nanopartículas de dióxido de titânio, nanopartículas de dióxido de titânio revestida com sílica, e nanopartículas de óxido de zinco entre outros e/ou a combinação dos mesmos.

Solventes

Os solventes da presente invenção compreendem solventes orgânicos
30 puros, misturas binárias ou ternárias destes e misturas dos solventes com água. Solventes que podem ser utilizados na preparação da formulação

compreendem, mas não se limitam a, acetona, metil(etil)cetona, n-propanol, isopropanol, álcool isoamílico, tetra-hidrofurano, 1,2-dimetóxietano entre outros e/ou a combinação dos mesmos. Solventes minoritários em misturas binárias ou ternárias podem ser escolhidos dentre acetato de etila, acetato de butila, butirato de etila, butirato de isoamila, acetonitrila, octanol, carbonato de propileno, oleato de metila, ácido acético entre outros e/ou a combinação dos mesmos. Em especial, nas misturas de solventes orgânicos com água, a água tem percentagem inferior a 30% (v/v).

Exemplo 1 – Formulação e processo de preparo da mesma

A formulação fotocrômica é baseada na tecnologia sol-gel usando-se para tanto uma mistura de organossilanos e um ou mais pigmentos fotocrômicos baseados em polioxometalatos do tipo Keggin.

Os filmes são obtidos a partir da dissolução do silanos nos solventes e em seguida a adição de uma solução do pigmento fotocrômico. Finalmente é adicionada água, no caso do uso de sais de potássio ou de tetraalquilamônio adiciona-se água na forma de uma solução de ácido clorídrico, acético ou sulfúrico. Toda adição de reagentes é feita lentamente e sob intensa agitação mecânica ou magnética. Usam-se recipientes plásticos ou em aço inox em todo o procedimento a não ser que seja especificado outro material.

Após a adição da água ou solução aquosa ácida a mistura permanece em agitação por 15 min ao ar e é utilizada para a formação dos filmes sobre os diversos substratos limpos. Os filmes podem ser formados por gotejamento, por imersão usando um aparelho de “*Dip Coating*”, ou por espalhamento usando o método de “*spin coating*”. Alternativamente, para superfícies maiores e filmes espessos e mais rugosos pode-se utilizar um pincel ou brocha de pintura, pistola de pintura do tipo *airless* com motocompressor.

Os ensaios de absorção na região do visível e infravermelho próximo foram feitos com filmes sobre vidro alcalino usando-se um espectrofotômetro USB4000-VIS-NIR (OceanOptics, EUA) equipado com feixe de fibras ópticas em modo de reflexão e transmissão. O feixe de fibras é composto de 1 fibra de coleta de sinal central e seis fibras dispostas ao redor da fibra central para

iluminar o material. A fibra é posicionada a 90° da superfície por um suporte universal e a mostra é colocada em um suporte que bloqueia a incidência de radiação ambiente.

Os ensaios de comportamento da intensidade da cor em função da dose UV foram realizados em laboratório com uma lâmpada de Xe (SolarSimulator, Solar Light Inc., EUA) e a dose foi controlada com um radiômetro PMA2100 (Solar Light Company, Inc, EUA) equipado com detector de UVB e UVA calibrados na fábrica.

Os ensaios de monitoramento em tempo real da evolução temporal da cor foram realizados com uma bancada óptica que possui um detector fotovoltaico, um laser de diodo (632nm), uma lâmpada de Hg de iluminação pública (P=80W), um polarizador, um espelho côncavo e uma lente. O detector está conectado a um amplificador e uma interface ADC (National Instruments®). Para coleta dos dados foi feito um programa com o software LabView®. Todas as peças e o software foram cedidos pelo Grupo de Fotônica do Instituto de Física de São Carlos da Universidade de São Paulo. A transmitância em 635nm é monitorada com um laser de diodo (P=5mW; $\lambda=635\text{nm}$, modelo HL6312G da Opnext Japan.Incorporation). A irradiância da lâmpada de Hg é medida pelo radiômetro *Personal Assistant Measurement*, modelo PMA2100 (Solar Light Company, Inc, EUA) com detector de radiação UVA, na posição da amostra. A seguir são listados alguns exemplos de formulações que podem ser utilizadas.

Exemplo 1.1 - Filmes com 3-Aminopropiltrietóxissilano e Ácido Fosfotungstico

Os filmes de ácido fosfotungstico e ormosil são depositados a partir de sol misto dos silanos e do ácido fosfotungstico sobre vidro alcalino. A uma solução diluída de tetratetilortossilicato (TEOS, 0,36mmolL) em acetona, 50mL, adicionamos 0,09mmolL de 3-aminopropiltrietóxissilano (3-APTS), 0,27mmolL de (3-glicidiloxipropil)trietoxissilano (GLYMO). Em seguida é adicionada 1,8mmolL de água ($y_{\text{água}}$). A incorporação do ácido fosfotungstico, HPW, far-se-á durante o processo de formação do sol a partir de uma solução em acetona

na concentração de $1 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ (a quantidade de HPW em número de moles adicionada será de 0,03mmolL). Uma vez que os materiais tenham atingido a fase sol, início da turvação, eles são espalhados sobre a superfície do substrato previamente limpo. O sol é espalhado sobre o substrato por *gotejamento*. O filme assim obtido é liso, translúcido e incolor. O material se torna levemente azulado ao ser exposto ao sol ou irradiado com lâmpada de Xe; ele apresenta três bandas largas no seu espectro de absorção e refletância em 495, 711 e 974nm após irradiação com 36 MED.min^{-1} (1 MED é definido como 21 mJ.cm^{-2} de UVB). O tempo de descoloramento do filme foi de 3,5 dias.

A variação máxima de absorbância em 632nm, com irradiação com lâmpada de Hg, Potência de 80W e irradiância de $(1,35 \pm 0,25) \text{ mW.cm}^{-2}$ de UVA, foi atingida apenas após 60min e com valor igual a 0,5 unidades de absorbância. Nesta mesma figura (2) é demonstrado a rapidez com que o filme responde à irradiação, sendo o tempo de resposta inferior a 1min para a formulação citada acima.

Exemplo 1.2 Filmes obtidos

Os filmes com ácido fosfotungstico são depositados a partir de sol misto dos silanos e do ácido fosfotungstico sobre vidro alcalino. Num recipiente plástico é feita uma solução diluída de tetratetilortossilicato (TEOS, 0,36mmolL) em acetona, 50mL, sob agitação magnética contínua. Em seguida adiciona-se 0,09mmolL de 4-(Trietoxisilil)butironitrila (BuTS) e 0,27mmolL de (3-glicidiloxipropil)tritoxissilano (GLYMO). Na seqüência é adicionada 1,8mmolL de água ($y_{\text{água}}$). Finalmente adiciona-se o ácido fosfotungstico, HPW, na forma de uma solução em acetona, recém-preparada, na concentração de $1 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ (a quantidade de HPW em número de moles adicionada é de 0,03 mmolL). Uma vez que os materiais tenham atingido a fase sol, cerca de 10 a 30min, eles são espalhados sobre a superfície do substrato previamente limpo. O sol é espalhado sobre o substrato por *dip-coating* usando-se um sistema de elevação para emulsificação de placas (Marconi, MA-765). O filme assim obtido é liso, translúcido e incolor. O material se torna azulado ao ser exposto ao sol apresentando três bandas largas no seu espectro eletrônico de absorção em

495, 711 e 974nm após irradiação com $36 \text{ MED} \cdot \text{min}^{-1}$ (1 MED para fins desta patente é definido como $21 \text{ mJ} \cdot \text{min}^{-1}$ que é a dose necessária para causar um eritema num indivíduo com pele de fototipo I, pele comum em pessoas de ascendência norte européia) de UVB usando-se a lâmpada de Xe. O tempo de
5 descoloração do filme é de 1,5dias.

O erro máximo nos valores de comprimento de onda são de $\pm 10 \text{ nm}$.

O tempo de descoloramento do filme e a variação máxima de absorção podem ser facilmente ajustados variando-se:

- a) a razão de número de moles do organossilanos e HPW;
- 10 b) a concentração dos reagentes;
- c) a espessura do filme.

Os filmes sobre vidros, aços, policarbonato imersos em água por tempos em torno de 1hora não sofreram nenhuma alteração de transparência ou adesão. Os filmes podem ser riscados com um objeto metálico pontiagudo
15 fazendo-se pressão, mas não são destacados usando-se uma fita adesiva Scotch 3M.

Os filmes sobre vidro imersos em água do mar (obtida na praia da Boa Viagem da Cidade de Recife, Pernambuco) ou potáveis (obtidas do Serviço Autônomo de Água e Esgoto da Cidade de São Carlos, S.A.A.E) por 24h não
20 destacaram e continuaram apresentando a mesma resposta fotocrômica que antes da imersão demonstrando sua resistência à umidade e salinidade.

Exemplo 1.3. Placas Fotocrômicas

A uma solução diluída de tetratetilortossilicato (TEOS, $0,36 \text{ mmol}$) em
25 metiletilcetona, 50 mL , adicionamos $0,80 \text{ mmol}$ de 4-(Trietoxissilil)butironitrila (BuTS), $1,6 \text{ mmol}$ de 3-aminopropiltritoxissilano, $6,7 \text{ mmol}$ de (3-gliciloxipropil)trimetoxissilano (GLYMO). Em seguida é adicionada 45 mmol de água ($y_{\text{água}}$). A incorporação do ácido fosfotungstico, HPW, far-se-á durante o processo de formação do sol a partir de uma solução em acetona na
30 concentração de $1 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ (a quantidade de HPW em número de moles adicionada será de $0,75 \text{ mmol}$). Após o início da formação do sol se transvasa o sol para uma forma em polipropileno ou polietileno e o deixamos gelificar

entre 10 e 25°C, preferencialmente entre 20 e 22°C, ao ar e secar, a umidade relativa do ar é mantida entre 50 e 70%, preferencialmente entre 60 e 65%. O material uma vez seco é retirado da forma com facilidade. Placas de 0,1 até 0,5mm de espessura podem ser obtidas desta forma. O material é hidrofóbico e responde instantaneamente a radiação solar, sendo a dose mínima para produzir uma cor detectável pela visão humana igual a $(0,05 \pm 0,0035)$ MED.min⁻¹.

Na Figura 3 é mostrado o espectro eletrônico em modo de transmissão de uma placa de 0,1mm de espessura de um filme de Ormosil com BuTS auto-suportado antes de ser irradiado. Este filme não mostra nenhuma banda de absorbância no visível, entretanto absorve toda radiação UVA e UVB demonstrando sua eficiência como filtro UV. O mesmo filme após ser irradiado com uma dose de UVB acumulada de 36 MED apresenta as mesmas bandas do filme suportado sobre vidro alcalino. A banda larga centrada em 730nm confere ao filme a cor azulada intensa assim como a forte absorção a partir de 750nm indicando a eficiência do filme em absorver a radiação térmica na região do infravermelho próximo. É possível se obter objetos na forma de cilindros, cubos, fios, e outras formas usando-se formas em cerâmica a base de aluminossilicatos recoberta com esmalte inorgânico, polietileno ou politetrafluoretileno adequadas. A elasticidade dos objetos dependerá em grande parte do teor de BuTS, quanto maior for o teor deste silano mais elástica será a peça.

Para aumentar a rigidez mecânica das peças a formulação a seguir é sugerida.

Exemplo 1.4. Filmes Transparentes com Maior Rigidez Fotocrômicos

Em um béquer de politetrafluoretileno contendo uma solução diluída de tetratetilortossilicato (TEOS, 0,36mmol) em etanol:acetona (10:1 volume a volume), 40mL, adicionamos 2,40mmol de 4-(Trietoxissilil)butironitrila (BuTS), 6,7mmol de (3-gliciloxipropil)trimetoxissilano (GLYMO). Em seguida é adicionada 45mmol de água (y_{água}). A incorporação do ácido fosfotungstico, HPW, far-se-á durante o processo de formação do sol a partir de uma solução

em etanol:água (1:1, volume a volume) na concentração de $1 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ (a quantidade de HPW em número de moles adicionada será entre 0,25 e 0,75mmol). Usando uma placa de aquecimento com termostato é aquecida a mistura entre 50 e 75°C, preferencialmente entre 68 e 73°C, após 5-15min de aquecimento adiciona-se gota-a-gota com uma pipeta de Pasteur entre 5 e 10 gotas de suspensão aquosa de nanopartículas de TiO_2 (10 % peso:volume), diâmetro de partícula entre 10 e 100nm. Para a formação dos filmes esta suspensão pode ser:

- a) gotejada sobre os substratos como policarbonato, vidros a base de silicatos, *pallet* de papelão ou madeira, papel *kraft*, papel off-set, metais ferruginosos e ligas de alumínio levando a filmes translúcidos,
- b) Espalhada com auxílio de pincel ou brocha de pintura formando filmes mais rugosos e opacos sobre os substratos citados no item a,
- c) Depositada por *dip-coating* sobre os substratos citados no item a para obtenção de filmes menos rugosos e translúcidos,
- d) Depositada por *spin-coating* sobre os substratos citados no item a para obtenção de filmes mais espessos que os do item c , opacos e de baixa rugosidade e translúcidos,

Após a deposição do filme deve-se deixar o material secar ao ar. Para acelerar o processo de secagem, alternativamente, pode-se utilizar sistema de soprador térmico para aquecer o filme entre 40 e 70°C por um período entre 3 e 20min desde que se deixe o filme aplicado secar ao ar por 2-10 min antes, o melhor tempo de secagem e espera depende da espessura do filme.

Para formação de filmes auto-suportados e placas o conteúdo desta solução deve ser deixado evaporar lentamente ao ar na forma em polietileno, polipropileno, politetrafluoretileno, cerâmica com camada vitrocerâmica, esta última não pode conter ranhuras.

Exemplo 1.5. Placas Fotocrômicas de Maior Rigidez

Estas placas podem ser formadas utilizando-se a formulação descrita acima, mas adicionando-se um teor maior de nanopartículas de TiO_2 , cerca de 2 a 5mL da suspensão citada no exemplo IV. Alternativamente, partículas de sílica obtidas a partir de palhas e cascas de cereais, obtidas segundo processo descrito por Zachy [21], na proporção de 0,5 a 1% (peso de sílica para volume total da suspensão) podem ser adicionadas com 0,5 a 1mL da suspensão de nanopartículas. A adição é feita lentamente após a solução inicial, descrita no exemplo IV, ter sido levada à ebulição por 5-15min sob intensa agitação mecânica ou magnética. Deixa-se a suspensão resultante em aquecimento por 10min e após o início da formação do sol se transvasa o sol obtido para uma forma em polipropileno ou polietileno para gelificar entre 10 e 25°C, preferencialmente entre 20 e 22°C, ao ar e secar. A umidade relativa do ar é mantida entre 50 e 70%, preferencialmente entre 60 e 65%. O material uma vez seco é retirado da forma com facilidade. Placas de 0,1 até 0,5mm de espessura podem ser obtidas desta forma. O material é hidrofóbico e responde instantaneamente a radiação solar, sendo a dose mínima para produzir uma cor detectável pela visão humana após 2min de irradiação igual a 0,05 a 0,1 MED se 0,75 mmol de ácido fosfotungstico são usados.

Um aumento de rigidez pode ser obtido por tratamento térmico entre 50 e 80°C em forno por 30min ou com soprador térmico por 20min.

Filmes sobre policarbonato são mais homogêneos usando-se soluções mistas de acetona e etanol, preferencialmente com menos de 10% de acetona (% volume a volume).

Exemplo 1.6. Formação de película sobre tecido de algodão

Tecidos de algodão podem ser revestidos pela imersão da peça em uma bacia plástica contendo a formulação dos exemplos 1 ou 2 por 5-20min (uma até 5 vezes sucessivas). Uma vez retirados das soluções eles são secos com soprador térmico por no mínimo 10min. Os tecidos não perdem mobilidade e apresentam comportamento fotocromico similar ao apresentado sobre outros substratos, mas a variação máxima de refletância é 10-30% inferior àquela apresentada sobre outros substratos.

Resposta à Irradiação Solar

Os filmes obtidos a partir dos exemplos I e II apresentam resposta instantânea se tornando azulados quando expostos por 10 min ao sol do meio dia na cidade de São Carlos no mês de junho, dose UVB de 0,177 MED.

5 A amostra contendo 4-(Trietoxissilil)butironitrila, BuTS, submetido à mesma dose de UVB resulta no filme mais intensamente colorido, sendo que o filme que contém a mistura deste organossilano e o 3-aminopropiltrietoxissilano, placa C, têm a intensidade de cor intermediária. Este exemplo demonstra como se pode ajustar a intensidade da cor ajustando a
10 formulação dos filmes, mais precisamente na natureza do grupo funcional nitrogenado do silano. A adição de 0,02 mmol de silanos contendo arila (feniltrietoxissilano) ou alquila (propiltrietoxissilano) torna os filmes menos sensíveis e menos translúcidos dando um aspecto acetinado aos mesmos. O uso de composição contendo alquil- ou aril-silanos com BuTS permite um
15 ajuste fino da reversibilidade do comportamento fotocromico permitindo o controle do tempo de retorno à cor original antes da irradiação com UV.

Reutilização dos Filmes Fotocromicos

Na Figura 6 são mostrados dois gráficos com os resultados de dois testes de re-utilização de um mesmo filme sobre vidro, as concentrações de
20 BuTS, TEOS, Glymo, água são dadas no exemplo 2 e a concentração final de ácido fosfotungstico igual a $1,24 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$. Um par de filmes independentes foi preparado e submetido a doses acumuladas de 9,3 e 19 MED dez vezes sucessivas. Os filmes após cada irradiação são deixados descolorir por cerca de 45min a 60min, após este tempo nenhuma coloração era notada, e os filmes
25 eram re-irradiados. Os dois gráficos apontam para a possibilidade de re-utilizar os filmes por pelo menos 10 vezes sem perda de atividade.

Efeito da Adição de Nanopartículas de Dióxido de Titânio sobre a Cor

Na Figura 7 se demonstra o efeito da adição de nanopartícula de dióxido de titânio sobre a variação de absorbância. Os espectros têm basicamente a
30 mesmo perfil espectral ou forma de linha, entretanto:

a) seus valores de função de refletância, $F(R)$, são nitidamente diferentes mostrando que a adição de nanopartículas à formulação aumenta a

intensidade da cor, diretamente proporcional ao aumento da função de refletância, em cinco vezes, $F(R)$ de 0,012 e 0,053 unidades medidos no máximo da banda.

- 5 b) há um deslocamento hipsocrômico do máximo de absorção e um estreitamento da banda, mas sem que haja mudança de cor observável.

Filmes para Dosimetria UV Pessoal

Em relação ao filme reportado por Mills a formulação reportada possuía tempo de descoloração de cerca de 24h. Este tempo lento de descoloração e o uso de uma matriz hidrofílica, poli(vinil)álcool permitem o uso deste filme como descrito apenas em ambientes secos e uma vez ao dia. Os filmes sobre vidro, poli(etileno)tereftalato, vidros a base de silicatos, ou auto-suportados não absorvem água e são insolúveis nela ou em solventes comuns. O tempo de descoloramento de nossos filmes é facilmente ajustado variando-se a formulação assim como a coloração. Isto os torna equiparáveis aos filmes desenvolvidos por Engelman com a vantagem de serem reversíveis, Figura 6, mono-componente, e mais estáveis térmica e quimicamente que os pigmentos orgânicos relatados. Outra vantagem importante é a formulação poder utilizar misturas solventes contendo alto teor de água (até 30%) o que diminui o teor de solventes orgânicos voláteis emitidos no processo. Do ponto de vista de sensibilidade e tempo de mudança de cor nossos filmes possuem a mesma versatilidade reportada por Engelman com a única desvantagem de apresentarem apenas duas combinações de cores.

Nos sistemas a base de fosfomolibdato ou fosfotungstato reportados por Feng e colaboradores nenhum dado é fornecido sobre a irradiância ou eficiência quântica do processo para que possamos comparar os sistema e discutir a sua eficiência frente aos nossos filmes. A julgar pelo tipo de polímero ou co-polímero usado os filmes são higroscópicos, portanto vão necessitar de uma camada protetora aplicada sobre os mesmos se qualquer aplicação prática for desejada.

30 Zhang e colaboradores preparam filmes eletrocromicos e fotocromicos de ácido fosfomolibdico incorporados de sílica mesoporosa nanoestruturada. Os filmes foto- e eletrocromicos foram preparados em duas etapas ao passo que

nossos filmes utilizam apenas uma única etapa simplificando o processo. Note-se que no processo descrito por Zhang foi utilizado apenas 3-aminopropiltrietóxisilano o que restringe a possibilidade de ajustar a fotossensibilidade através da formulação. A formulação de Zhang permite uma
5 variação máxima de absorbância de cerca de 0,20 unidades enquanto nossas formulações podem atingir até 0,4 unidades de absorbância.

Huang e colaboradores reportaram o primeiro Ormosil fotocrômico usando metilmetacrilamida (MMA), viniltrietoxissilano (VTS) e tetraetoxissilano (TEOS) como reagentes e silicotungstato como pigmento fotocrômico. Neste
10 material polimerizou-se o grupo acrilamida e acrilato via peróxido de benzoíla e, portanto sob atmosfera inerte e em solventes como clorofórmio e tolueno, portanto um processo menos amigável ao meio ambiente. Nosso método pode ser realizado em misturas água-etanol e água-cetonas reduzindo significativamente o impacto ambiental do processo. Após a formação do filme,
15 Zhang reporta a necessidade de cura do filme a 70°C por 48h, nossa formulação dispensa tratamento térmico se caracterizando por um sistema de menor impacto ambiental e mais versátil que a reportada pelos pesquisadores. Nossa formulação permite a obtenção de filmes auto-suportados de espessura entre 0,1mm e 0,5mm nada é reportado neste sentido por Wang. Nossos filmes
20 podem ser submetidos ao mesmo número de ciclos dos reportados por eles sem diferença significativa de variação percentual de absorbância. A formulação de Huang permite uma variação máxima de absorbância de 0,15 unidades enquanto nossas formulações podem atingir até 0,4 unidades de absorbância.

25 O técnico no assunto saberá avaliar que a presente invenção pode ser realizada de diferentes maneiras à luz das informações aqui descritas.

Reivindicações

FORMULAÇÃO FOTOCRÔMICA, ELEMENTOS ÓPTICOS FOTOCRÔMICOS E PROCESSO DE PREPARO DOS MESMOS.

5 1. Formulação fotocrômica caracterizada por compreender uma mistura de silanos e pigmentos fotocrômicos polioxoânions.

 2. Formulação, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por compreender:

 a) de 0,2 a 1,5% de mistura de silanos;

10 b) de 0,10 a 3,5% de pigmentos fotocrômicos polioxoânions.

 3. Formulação, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por ser aplicada a diversos tipos de superfícies internas ou externas, possuindo estabilidade fotoquímica, boa transparência à luz e hidrofobicidade.

 4. Formulação, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada por ser
15 aplicada a quaisquer superfícies lisas ou rugosas, como vidros do tipo silicatos, aluminossilicatos, borossilicatos, fibras de vidro, aços, alumínio, ligas leves, etiquetas adesivas, papéis, cimento, tecidos.

 5. Formulação, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por ser utilizada como monólitos fotocrômicos, filmes, camadas de revestimento
20 fotocrômicas híbridas inorgânicas e orgânicas sensíveis à radiação UVA e UVB.

 6. Elemento óptico fotocrômico caracterizado por compreender uma mistura de silanos e pigmentos fotocrômicos polioxoânions.

 7. Elemento óptico fotocrômico, de acordo com a reivindicação 6,
25 caracterizado por compreender:

 a) de 0,10 a 2,0% de mistura de silanos;

 b) de 1,0 a 3,0% de pigmentos fotocrômicos polioxoânions;

 8. Elemento óptico, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por permitir a obtenção de elementos como filmes, placas, películas.

30 9. Elemento óptico, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo filme obtido ser liso, translúcido e incolor.

10. Elemento óptico, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo filme se tornar azulado ao ser exposto ao sol ou irradiado com lâmpada de Xe.

5 11. Elemento óptico, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por apresentar três bandas largas no seu espectro de absorção e refletância em 495, 711 e 974nm após irradiação com 36 MED.min^{-1} .

12. Elemento óptico, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo tempo de descoloramento do filme ser de 3,5 dias.

10 13. Elemento óptico, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo filme filtrar parte da radiação térmica.

14. Elemento óptico, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por ser utilizado para coberturas com controle solar, película sensível em dosímetros de radiação UVB, tintas especiais de exteriores e/ou tintas artísticas.

15 15. Elemento óptico, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por ser de Ormosil com BuTS auto-suportado.

16. Processo de obtenção de formulações fotocromicas caracterizado por compreender as etapas de:

- 20 a) preparar uma solução mista de silanos;
b) adicionar pigmento fotocromico polioxoânion à solução de a).

17. Processo de obtenção de formulações fotocromicas, de acordo com a reivindicação 16, caracterizado por compreender:

- a) de 0,2 a 1,5% de mistura de silanos;
b) de 0,10 a 3,5% de pigmentos fotocromicos polioxoânions.

25 18. Processo de obtenção de formulações, de acordo com a reivindicação 16, caracterizado por opcionalmente compreender a adição de solventes e/ou aditivos, como tensoativos e/ou nanopartículas.

19. Processo de obtenção de elemento óptico fotocromico caracterizado por compreender as etapas de:

- 30 a) preparar uma solução mista de silanos;
b) adicionar pigmentos fotocromicos polioxoânion à solução de a).
c) adicionar uma solução aquosa à solução de b);

20. Processo de obtenção de elemento óptico fotocromico, de acordo com a reivindicação 19, caracterizado por compreender as etapas de:

- a) de 0,10 a 2,0% de mistura de silanos;
- b) de 1,0 a 3,0% de pigmentos fotocromicos polioxoânions;
- c) de 0,05% a 1,6% de água.

21. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado por opcionalmente compreender água na forma de solução aquosa ácida.

22. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado por compreender a obtenção de elementos ópticos como filmes, placas, películas.

23. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado por compreender opcionalmente a etapa de espalhamento da solução sobre uma superfície por gotejamento, imersão, pincéis, pistolas de pintura.

24. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pela adição de reagentes ocorrer lentamente e sob intensa agitação mecânica e/ou magnética.

25. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 24, caracterizado pela agitação ocorrer por 15 min ao ar.

26. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo elemento ser gelificado entre 10 e 25°C.

27. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 26, caracterizado pela umidade relativa do ar durante a gelificação ser de 50 a 70%.

28. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 26, caracterizado pelas placas obtidas terem entre 0,1 e 0,5 mm de espessura.

29. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado por utilizar uma placa de aquecimento com temperatura de 50 a 75° C.

30. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 29, caracterizado por adicionar gota-a-gota de uma solução aquosa de nanopartículas com diâmetro entre 10 e 100 nm.

5 31. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado por ser seco lentamente ao ar para formar filmes auto-suportados e/ou placas.

32. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado por aumentar a rigidez quando submetido a uma etapa tratamento térmico entre 50 a 80°C durante 30 minutos.

10 33. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado por ser aplicado a tecidos.

34. Processo de obtenção de elemento, de acordo com a reivindicação 33, caracterizado por imergir a peça por 5-20 minutos, de uma a cinco vezes.

FIGURAS

Figura 1

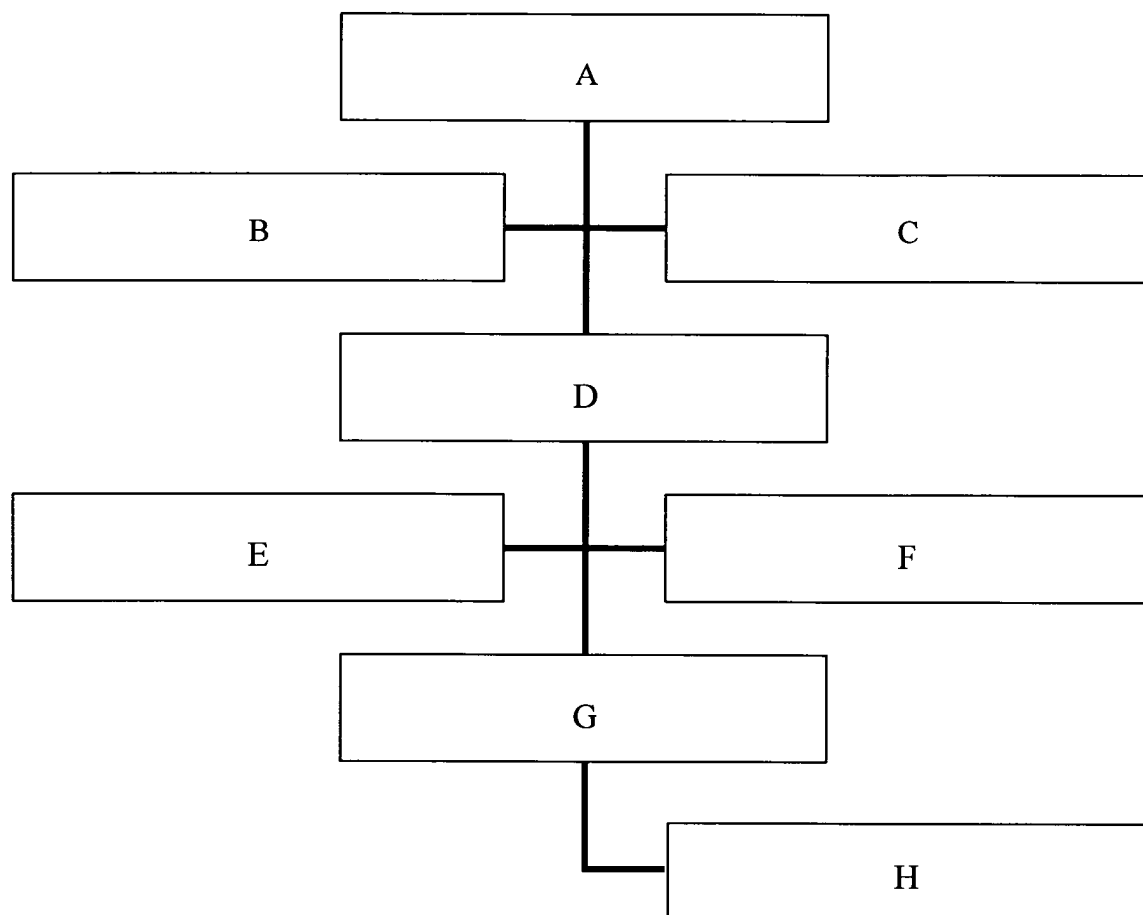


Figura 2

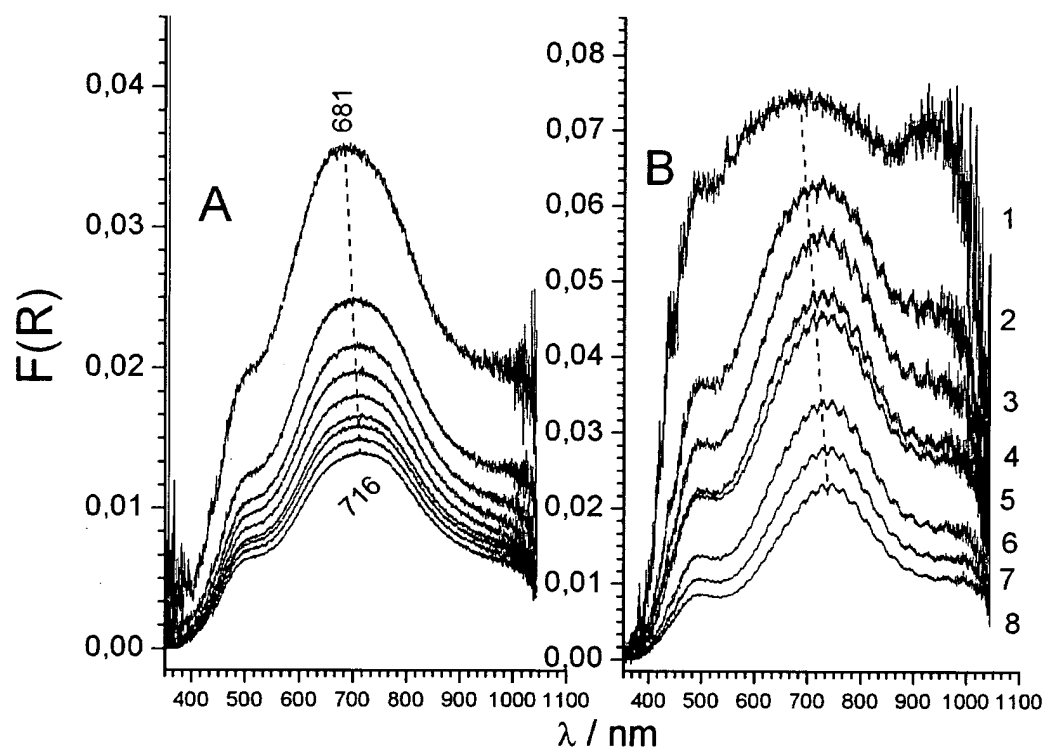


Figura 3

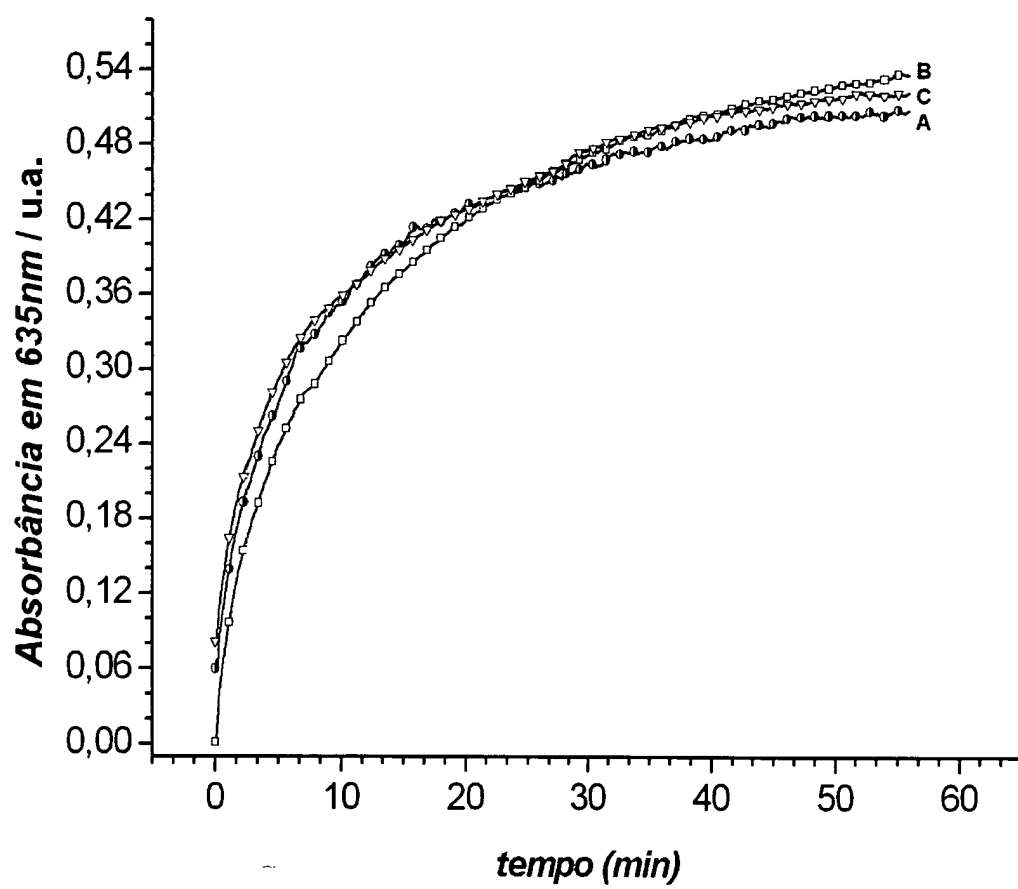


Figura 4

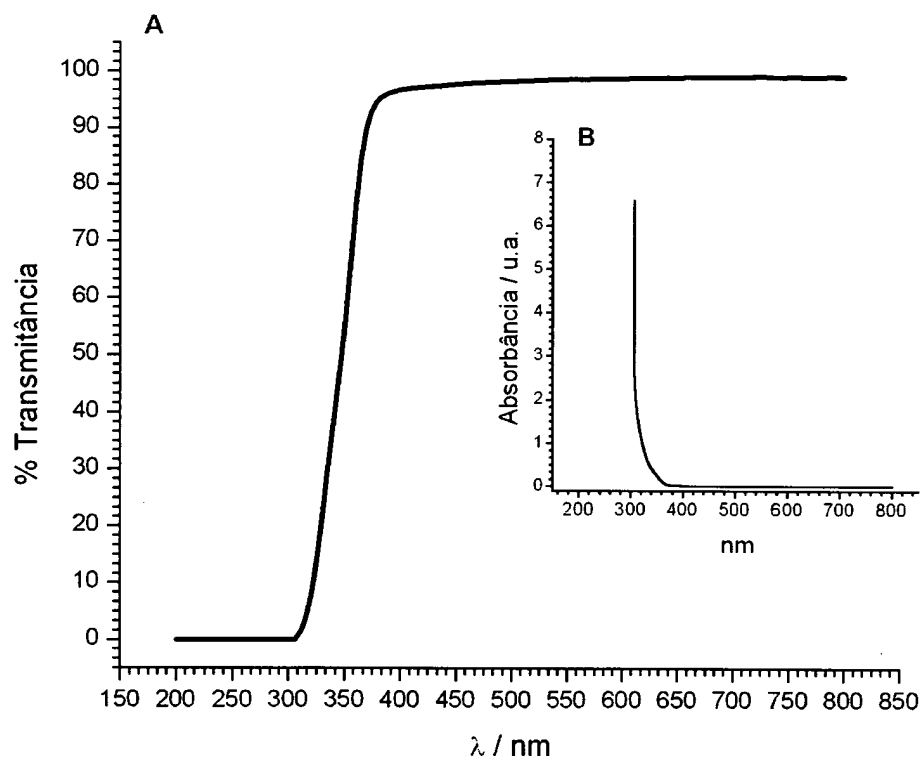


Figura 5

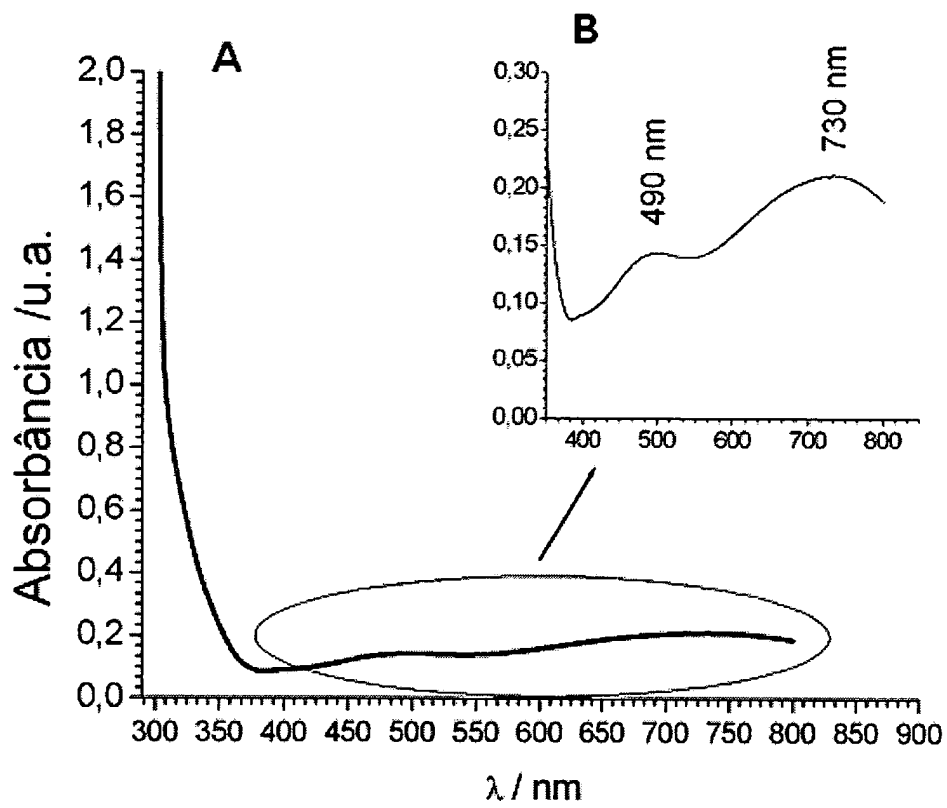


Figura 6

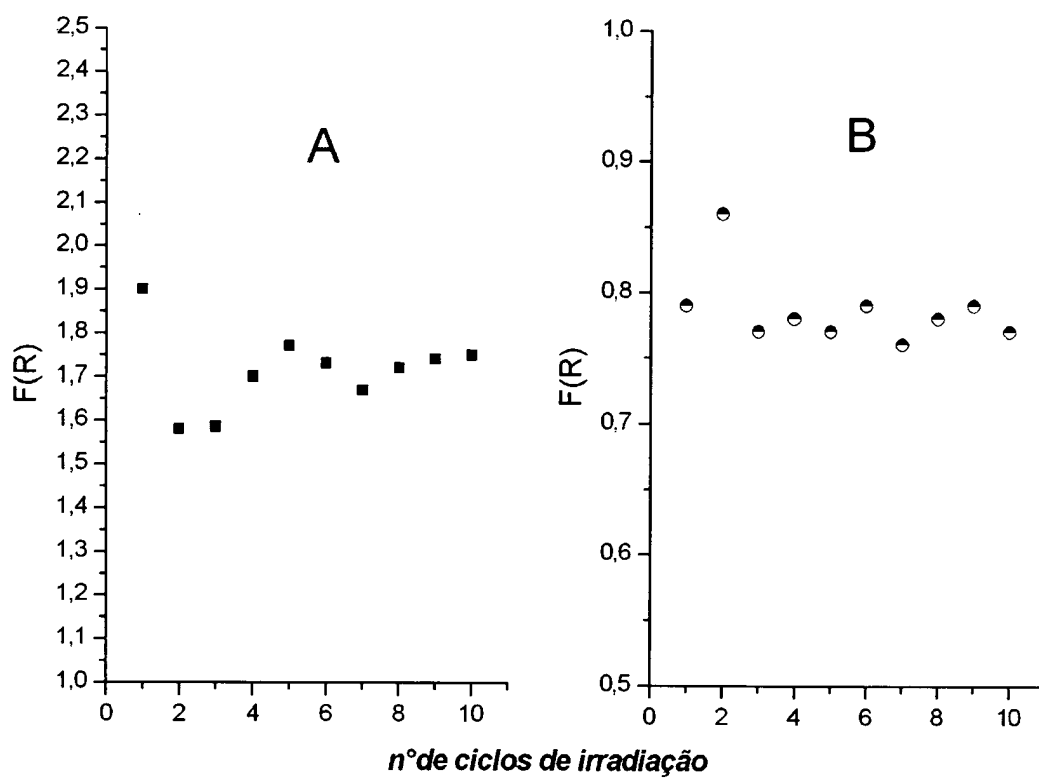
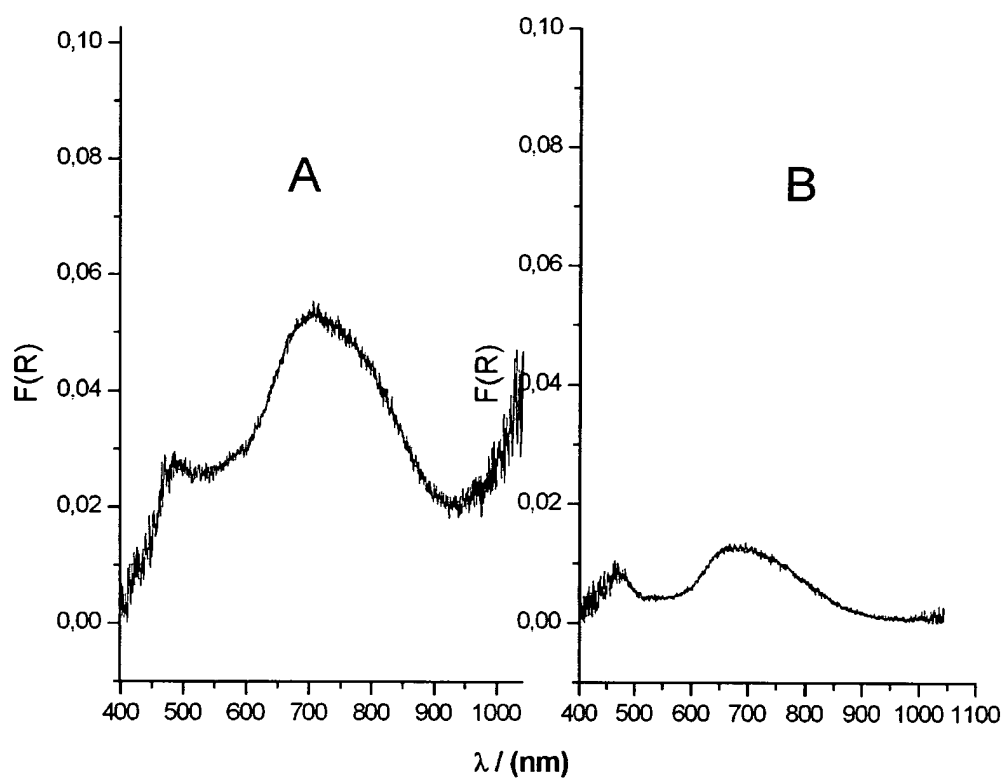


Figura7



Resumo

FORMULAÇÃO FOTOCRÔMICA, ELEMENTOS ÓPTICOS FOTOCRÔMICOS E PROCESSO DE PREPARO DOS MESMOS.

5 A presente invenção descreve formulações e elementos ópticos
fotocrômicos e o processo de preparo dos mesmos. Em especial, as
formulações podem ser usadas como monólitos fotocrômicos, filmes e
camadas de revestimento fotocrômicas híbridas inorgânicas e orgânicas e
sensíveis à radiação UVA e UVB. Em especial, as soluções podem ser usadas
10 em superfícies lisas ou rugosas de vidros do tipo silicatos, aluminossilicatos,
borossilicatos, fibras de vidro, aços, alumínio, ligas leves, etiquetas adesivas,
papéis e cimento, por exemplo, podem ser recobertas por aspersão, imersão
ou dispersos sobre a superfície com pincéis ou pistolas de pintura, por
exemplo, apresentando boa resistência a risco e impermeabilidade.