



(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)



1-0027164

(51)<sup>2020.01</sup> **G02B 1/04**; C08G 18/32; C08G 18/38; (13) **B**  
C08L 75/04; C08L 81/00; C08G 18/10;  
C08L 75/02

(21) 1-2016-02490

(22) 11/12/2013

(86) PCT/US2013/074262 11/12/2013

(87) WO2015/088502A1 18/06/2015

(30) 14/101,903 10/12/2013 US

(45) 25/01/2021 394

(43) 26/09/2016 342A

(73) PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (US)

3800 West 143rd Street Cleveland, Ohio 44111, United States of America

(72) BOJKOVA, Nina V. (US); GRAHAM, Marvin J. (US); KRYGER, Matthew J. (US);  
MENTA, Federico (US).

(74) Văn phòng Luật sư MINERVAS (MINERVAS)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT SẢN PHẨM QUANG HỌC TRONG SUỐT,  
KHÔNG ĐÀN HỒI

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất sản phẩm quang học trong suốt, không đàn hồi, phương pháp này bao gồm:

(1) hóa hợp để tạo thành hỗn hợp phản ứng:

(a) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và

(b) thành phần hydro hoạt tính bao gồm:

(b1) thành phần thứ nhất không có nhóm amino bao gồm ít nhất một rượu polyhydric thứ nhất; và

(b2) thành phần thứ hai bao gồm:

ít nhất một rượu polyhydric thứ hai và/hoặc ít nhất một polythiol, và

ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl và có

cấu trúc  $H_2N-L-OH$ , trong đó L là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân

nhánh hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại một cách tùy ý,

trong đó ít nhất một rượu polyhydric thứ hai có khối lượng phân tử trung bình số là 60 đến 450;

(2) cho hỗn hợp phản ứng vào khuôn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt; và

(3) tháo sản phẩm polyme hóa ra khỏi khuôn để tạo thành sản phẩm quang học trong suốt.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến hợp chất và sản phẩm quang học được lưu hóa, không đàn hồi chứa polyuretan ure và phương pháp sản xuất chúng.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Các nguyên liệu chứa polyuretan như các polyuretan-ure được phát triển thành các polyme hữu ích trong việc sản xuất các sản phẩm quang học nhờ các đặc tính tuyệt vời của chúng như lưỡng chiết thấp, đàn hồi và tính bền hóa chất và chịu va đập. Chúng được sử dụng trong quy trình đúc khuôn tạo thấu kính, kính cửa, và các sản phẩm tương tự. Các liên kết ure trong polyme chịu trách nhiệm đặc biệt cho các tính chất nhiệt và cơ học vượt trội như độ cứng và độ bền. Các polyamin thơm được sử dụng để tạo thành các polyme chức ure này. Tuy nhiên, mối quan tâm về chi phí đang thúc đẩy nghiên cứu và phát triển các nguyên liệu ban đầu thay thế. Polyamin béo có xu hướng phản ứng mạnh với isoxyanat, làm cho việc xử lý rất khó khăn. Phương pháp phản ứng mới là cần thiết để cho phép việc sử dụng các nguyên liệu sẵn có và rẻ tiền trong khi vẫn mang lại sản phẩm với những tính chất vượt trội.

Mong muốn mang lại phương pháp sản xuất hiệu quả kinh tế và đơn giản để tạo ra các sản phẩm quang học chứa polyuretan mà bộc lộ các tính chất nổi trội.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Theo sáng chế, hợp chất để sản xuất sản phẩm quang học trong suốt, không đàn hồi được đề xuất. Hợp chất này bao gồm:

(1) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và

(2) thành phần phản ứng với isoxyanat, bao gồm:

(a) tùy chọn, ít nhất một rượu polyhydric có khối lượng phân tử trung bình số lớn hơn 500;

(b) (i) ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol và (ii) ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl, trong đó hợp chất (ii) có khối lượng phân tử trung bình số nhỏ hơn 500; và tùy chọn

(3) chất xúc tác ure hóa.

Một hợp chất khác để sản xuất sản phẩm quang học trong suốt, không đàn hồi cũng được đề xuất trong một phương án riêng khác của sáng chế, hợp chất bao gồm:

(1) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat; và

(2) thành phần phản ứng với các isoxyanat bao gồm:

(a) tùy chọn ít nhất một rượu polyhydric có khối lượng phân tử trung bình số lớn hơn 500;

(b) (i) ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol và, tùy chọn (ii) ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl, trong đó hợp chất (ii) có khối lượng phân tử trung bình nhỏ hơn 500; và

(c) sản phẩm phản ứng diol chứa ure của hỗn hợp phản ứng về cơ bản không có chất xúc tác ure hóa, hỗn hợp phản ứng bao gồm diisoxyanat và ít nhất một hợp chất béo chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl, trong đó tỷ lệ đương lượng giữa các nhóm chức amin với các nhóm chức isoxyanat ít nhất là 1; và tùy chọn

(3) chất xúc tác ure hóa.

Phương pháp sản xuất sản phẩm quang học trong suốt, không đàn hồi cũng được đề xuất, bao gồm:

(1) hóa hợp để tạo thành hỗn hợp phản ứng mà về cơ bản không có chất xúc tác ure hóa:

(a) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và

(b) thành phần hydro hoạt tính bao gồm ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol và ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl, trong đó hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl có cấu trúc  $H_2N-L-OH$ , trong đó L là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc chuỗi alkaryl có thể chứa các nguyên tử khác loại;

(2) cho thành phần polyisoxyanat phản ứng với nhóm chức amin trong thành phần hydro hoạt tính ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo ra sản phẩm trung gian bao gồm chất tiền polyme polyure có nhóm chức hydroxyl trong hỗn hợp cùng với rượu polyhydric và/hoặc polythiol và, tùy chọn, hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl;

(3) trộn lẫn sản phẩm trung gian được tạo thành trong bước (2) với polyisoxyanat bổ sung và tùy chọn chất xúc tác ure hóa để tạo thành hỗn hợp phản ứng thứ hai;

(4) cho hỗn hợp phản ứng thứ 2 được tạo ra trong bước (3) vào khuôn có hình dạng mong muốn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt; và

(5) tháo sản phẩm polyme hóa ra khỏi khuôn để tạo thành sản phẩm quang học trong suốt.

Sáng chế cũng đề xuất trong một phương án riêng khác phương pháp “một mẻ” hoặc “một bình” sản xuất sản phẩm quang học trong suốt, không đàn hồi bao gồm:

(1) hóa hợp để tạo thành hỗn hợp phản ứng:

- (a) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và
- (b) thành phần hydro hoạt tính bao gồm:
  - (b1) thành phần đầu tiên không có nhóm amino gồm ít nhất một rượu polyhydric; và
  - (b2) thành phần thứ hai bao gồm ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol và ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl và có cấu trúc  $H_2N-L-OH$ , trong đó L là alkyl, aryl, arakyl mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại, trong đó ít nhất một rượu polyhydric có khối lượng phân tử trung bình số từ 60 đến 450;
- (2) cho hỗn hợp phản ứng vào khuôn có hình dạng mong muốn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt; và
- (3) tháo sản phẩm polyme hóa từ khuôn để tạo thành sản phẩm quang học trong suốt.

Trong một phương án khác của sáng chế, phương pháp sản xuất sản phẩm quang học được lưu hóa, không đàn hồi chứa polyuretan được đề xuất. Phương pháp này bao gồm:

- (1) hóa hợp để tạo thành hỗn hợp phản ứng về cơ bản không có chất xúc tác ure hóa:
  - (a) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và
  - (b) thành phần hydro hoạt tính bao gồm ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol và ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl trong đó hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl hiện diện với hệ số tỷ lượng dư đối với các nhóm amin tương đối so với isocyanat và có cấu trúc  $H_2N-L-OH$ , trong đó L là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại;
- (2) cho hợp phần polyisoxyanat phản ứng với ít nhất một phần nhóm chức amin trong thành phần hydro hoạt tính ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tiêu thụ về cơ bản tất cả nhóm chức isoxyanat và tạo thành sản phẩm trung gian bao gồm chất tiền polyme polyure có nhóm chức hydroxyl trong hỗn hợp cùng với rượu polyhydric và hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl;
- (3) trộn lẫn sản phẩm trung gian được tạo thành trong bước (2) với polyisoxyanat bổ sung và chất xúc tác ure hóa để tạo thành hỗn hợp phản ứng thứ hai;
- (4) cho hỗn hợp phản ứng thứ hai được tạo thành trong bước (3) vào khuôn có hình dạng mong muốn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt; và

(5) tháo sản phẩm polyme hóa ra khỏi khuôn để tạo thành sản phẩm quang học trong suốt.

Trong một phương án khác của sáng chế, phương pháp sản xuất sản phẩm quang học được lưu hóa, không đàn hồi chứa polyuretan được đề xuất. Phương pháp này bao gồm:

(1) hóa hợp để tạo thành hỗn hợp phản ứng:

(a) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và

(b) ít nhất một rượu polyhydric, trong đó thành phần polyisoxyanat hiện diện với hệ số tỷ lượng dư tương đối so với nhóm chức hydroxyl;

(2) cho các thành phần phản ứng ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tiêu thụ về cơ bản tất cả các nhóm chức hydroxyl và tạo thành sản phẩm trung gian bao gồm chất tiền polyme polyuretan có nhóm chức isoxyanat trong hỗn hợp cùng với polyisoxyanat dư;

(3) trộn lẫn sản phẩm trung gian được tạo thành trong bước (2) với tùy chọn thành phần hydro hoạt tính bao gồm ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol, và ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl trong đó hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl có cấu trúc  $H_2N-L-OH$ , trong đó L là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại để tạo thành hỗn hợp phản ứng thứ hai;

(4) cho hỗn hợp phản ứng thứ hai được tạo thành trong bước (3) bằng cách phun vào khuôn có hình dạng mong muốn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt; và

(5) tháo sản phẩm polyme hóa khỏi khuôn để tạo thành sản phẩm quang học trong suốt.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Lưu ý rằng, như được sử dụng trong bản mô tả này và yêu cầu bảo hộ đính kèm, dạng số ít bao gồm ám chỉ dạng số nhiều trừ khi được giới hạn một cách riêng và rõ ràng ở một đối tượng.

Cho mục đích của bản mô tả này, trừ khi được chỉ dẫn khác, tất cả con số biểu thị số lượng và thành phần, điều kiện phản ứng và các tham số khác được sử dụng trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ phải được hiểu là được thay đổi trong mọi trường hợp bằng thuật ngữ “khoảng”. Theo đó, trừ khi được chỉ dẫn ngược lại, các tham số dạng số được nêu trong bản mô tả sau và yêu cầu bảo hộ đính kèm là các con số xấp xỉ mà có thể thay đổi phụ thuộc vào các tính chất mong muốn thu được bằng sáng chế. Ít nhất, và không phải là việc cố gắng giới hạn việc áp dụng thuyết tương đối đối với

phạm vi yêu cầu bảo hộ, mỗi tham số dạng số ít nhất nên được hiểu cân nhắc đến số lượng con số quan trọng được báo cáo và bằng việc áp dụng các kỹ thuật làm tròn thông thường.

Tất cả các dãy số trong sáng chế này bao gồm tất cả các giá trị số và khoảng giá trị của tất cả các giá trị số trong phạm vi dãy số được liệt kê. Mặc dù dãy số và tham số xác định phạm vi bảo hộ rộng của sáng chế là xấp xỉ, các giá trị số liệt kê trong các ví dụ cụ thể được báo cáo chính xác nhất có thể. Bất kỳ giá trị số nào, tuy nhiên, vốn có sai sót nhất định nhất thiết là do độ lệch chuẩn tìm thấy trong các phép đo thử nghiệm riêng của chúng.

Các phương án và ví dụ của sáng chế như được thể hiện trong sáng chế, mỗi trường hợp được hiểu là không hạn chế đối với phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Như được sử dụng trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ, các thuật ngữ sau đây mang các nghĩa được chỉ định:

Các thuật ngữ “acrylic” và “acrylat” được sử dụng theo cách có thể hoán đổi cho nhau (trừ khi hoán đổi như vậy sẽ làm thay đổi nghĩa đã dự định) và bao gồm axit acrylic, anhydrit, và dẫn xuất của chúng, như các este alkyl  $C_1$ - $C_5$  của chúng, axit acrylic được thế alkyl bậc thấp, ví dụ, các axit acrylic thế, như axit metacrylic, axit etacrylic, v.v. và các este alkyl  $C_1$ - $C_5$  của chúng, trừ khi được chỉ định một cách rõ ràng khác. Thuật ngữ “(met)acrylic” hoặc “(met)acrylat” nhằm bao gồm cả acrylic/acrylat và dạng metacrylic/metacrylat của các nguyên liệu được chỉ định, ví dụ, monome (met)acrylat.

Thuật ngữ “lưu hóa”, “được lưu hóa” hoặc các thuật ngữ tương tự như được sử dụng liên quan đến các hợp phần được lưu hóa hoặc có thể lưu hóa, ví dụ, “hợp phần được lưu hóa” ở một vài mô tả cụ thể nghĩa là ít nhất một phần của hợp phần có thể polyme hóa và/hoặc có thể liên kết ngang mà tạo thành hợp phần có thể lưu hóa ít nhất được polyme hóa và/hoặc liên kết ngang một phần. Thuật ngữ “có thể lưu hóa” như được sử dụng trong ví dụ liên quan đến hợp phần dạng màng có thể lưu hóa được có nghĩa là hợp phần được chỉ định có thể polyme hóa hoặc có thể liên kết ngang, ví dụ, với nghĩa bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở nhiệt độ, xúc tác, tia điện tử, sự kích hoạt gốc hóa học tự do và/hoặc kích hoạt quang sinh như tiếp xúc với ánh sáng cực tím hoặc ánh sáng quang hóa khác. Trong ngữ cảnh của sáng chế, hợp phần “được lưu hóa” có thể tiếp tục lưu hóa thêm nữa phụ thuộc vào việc có sẵn thành phần có thể polyme hóa hoặc có thể liên kết ngang.

Thuật ngữ “chất rắn nhiệt” có nghĩa là polyme mà lưu hóa hoặc liên kết ngang không thể thay đổi được. Một khi đã được làm hóa rắn sau khi lưu hóa, polyme rắn nhiệt không thể được đun nóng lại và nấu chảy trở về dạng lỏng, ngược lại với polyme dẻo nhiệt.

Thuật ngữ “không đàn hồi” nghĩa là vật liệu mà không thể hiện trạng thái đàn hồi đặc trưng; cụ thể, chúng không thể dễ dàng trải qua sự biến dạng thuận nghịch hoặc kéo dài ra ít nhất gấp đôi chiều dài ban đầu.

Thuật ngữ “chất lượng quang học” như được sử dụng trong ví dụ liên quan đến vật liệu polyme, ví dụ “nhựa có chất lượng quang học” hoặc “vật liệu polyme hữu cơ có chất lượng quang học” có nghĩa rằng vật liệu được chỉ định, ví dụ, vật liệu polyme, nhựa, hoặc hợp phần nhựa là hoặc tạo thành chất nền, lớp, màng hoặc lớp phủ mà có thể được sử dụng như một sản phẩm quang học, như thấu kính đeo mắt hoặc kết hợp với sản phẩm quang học do các tính chất quang học thích hợp của nó.

Thuật ngữ “trong suốt” như được sử dụng trong ví dụ liên quan đến chất nền, màng, vật liệu và/hoặc lớp phủ có nghĩa là chất nền, lớp phủ, màng và/hoặc vật liệu được chỉ định đó có tính chất truyền ánh sáng mà không tán xạ thấy rõ được do đó các đối tượng nằm phía trên có thể nhìn thấy toàn bộ. Như được sử dụng trong sáng chế, vật liệu trong suốt bộc lộ hệ số truyền ánh sáng ít nhất là từ 80%.

Hợp chất của sáng chế là thích hợp để sản xuất sản phẩm quang học trong suốt, không đàn hồi và bao gồm:

(1) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và

(2) thành phần mà phản ứng với isoxyanat, bao gồm:

(a) tùy chọn ít nhất một rượu polyhydric có khối lượng phân tử trung bình số lớn hơn 500;

(b) (i) ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol và (ii) ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl, trong đó hợp chất (ii) có khối lượng phân tử trung bình số nhỏ hơn 500; và tùy chọn

(3) chất xúc tác ure hóa.

Lưu ý rằng mỗi thành phần (2)(a) và (2)(b) có thể hiện diện với lượng từ 20 đến 80% theo khối lượng, dựa trên khối lượng tổng của chất rắn nhựa trong thành phần (2).

Cũng được đề xuất trong một phương án khác của sáng chế là hợp phần riêng khác để sản xuất sản phẩm quang học trong suốt, không đàn hồi, hợp phần bao gồm:

(1) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và

(2) thành phần mà phản ứng với isoxyanat, bao gồm:

(a) tùy chọn ít nhất một rượu polyhydric có khối lượng phân tử trung bình số lớn hơn 500;

(b) (i) ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol và, tùy chọn (ii) ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl, trong đó hợp chất (ii) có khối lượng phân tử trung bình số nhỏ hơn 500; và

(c) sản phẩm phản ứng diol chứa ure của hỗn hợp phản ứng về cơ bản không có chất xúc tác ure hóa, hỗn hợp phản ứng này bao gồm diisoxyanat và ít nhất một hợp chất béo chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl, trong đó tỷ lệ đương lượng của nhóm chức amin với nhóm chức isoxyanat ít nhất là 1; và tùy chọn

(3) chất xúc tác ure hóa.

Một lần nữa, mỗi thành phần (2)(a) và (2)(b) có thể hiện diện với lượng từ 20 đến 80% theo khối lượng, dựa trên khối lượng tổng của chất rắn nhựa trong thành phần (2).

Mỗi thành phần của các hợp chất nói trên có thể được lựa chọn từ thành phần được mô tả chi tiết dưới đây đối với các quy trình của sáng chế.

Theo sáng chế, phương pháp sản xuất sản phẩm quang học được lưu hóa, không đàn hồi chứa polyuretan được đề xuất. Sản phẩm quang học được sản xuất bằng quy trình của sáng chế bao gồm, ví dụ, thấu kính máy ảnh, kính mắt như thấu kính phẳng (không có công suất quang) và thấu kính hiệu chỉnh tầm nhìn (kính thuốc) (thành phẩm và bán thành phẩm) bao gồm thấu kính đa tròng (hai tròng, ba tròng và tăng dần); và các thiết bị cho mắt khác như kính áp tròng và kính nội nhãn, kính râm, kính thời trang, mặt nạ dùng trong thể thao, tấm che mặt và kính bảo hộ. Sản phẩm quang học cũng có thể được chọn từ cửa kính như cửa sổ trong xây dựng và các sản phẩm trong suốt như màn hình chiếu, kính chắn gió của ô tô hoặc máy bay và cửa sổ bên của xe cộ.

Ở bước đầu tiên của phương pháp của sáng chế, hỗn hợp phản ứng được tạo thành mà về cơ bản không có chất xúc tác ure hóa. Hỗn hợp phản ứng được tạo thành bằng việc hóa hợp (a) thành phần polyisoxyanat và (b) thành phần hydro hoạt tính.

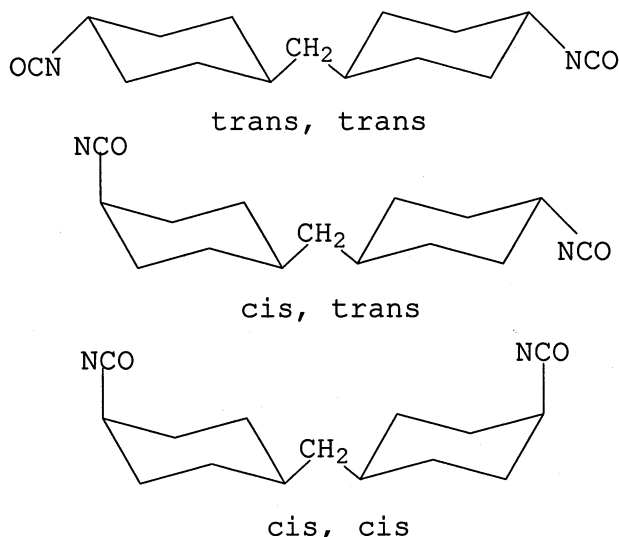
Thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau. Polyisoxyanat hữu ích trong thành phần đầu tiên là rất nhiều và đa dạng. Các ví dụ không làm hạn chế bao gồm polyisoxyanat béo, polyisoxyanat xycloaliphatic trong đó một hoặc nhiều nhóm isoxyanato được nối trực tiếp với vòng xycloaliphatic, polyisoxyanat xycloaliphatic trong đó một hoặc nhiều nhóm isoxyanato không được nối trực tiếp với vòng xycloaliphatic, polyisoxyanat thơm trong đó một hoặc nhiều nhóm isoxyanato được nối trực tiếp với vòng thơm, và polyisoxyanat thơm trong đó một hoặc nhiều nhóm isoxyanato không được nối trực tiếp với vòng thơm, và hỗn hợp của chúng. Khi polyisoxyanat thơm được sử dụng, cần cân trọng lựa chọn nguyên liệu mà không làm cho polyme chứa polyuretan có màu (ví dụ, màu vàng).

Polyisoxyanat có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở diisoxyanat béo hoặc diisoxyanat xycloaliphatic, diisoxyanat thơm, dime vòng và trime vòng của chúng, và hỗn hợp của chúng. Các ví dụ không làm giới hạn của polyisoxyanat thích hợp có thể bao gồm Desmodur N 3300 (trime hexametylen diisoxyanat) sẵn có trong thương mại



từ Bayer; Desmodur N 3400 (dime 60% hexametylen diisoxyanat và trime 40% hexametylen diisoxyanat). Trong một phương án không giới hạn, polyisoxyanat có thể bao gồm dixyclohexylmetan diisoxyanat và hỗn hợp đồng phân của chúng. Như được sử dụng trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ "hỗn hợp đồng phân" chỉ hỗn hợp của các đồng phân cis-cis, trans-trans, và/hoặc cis-trans của polyisoxyanat. Các ví dụ không giới hạn của hỗn hợp đồng phân để sử dụng trong sáng chế có thể bao gồm đồng phân trans-trans của 4,4'-metylenbis(xyclohexyl isoxyanat), sau đây gọi là "PICM" (paraisoxyanato xyclohexylmetan), đồng phân cis-trans của PICM, đồng phân cis-cis của PICM, và các hỗn hợp của chúng.

Các đồng phân thích hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm nhưng không giới hạn ở ba đồng phân sau đây của 4,4'-metylenbis(xyclohexyl isoxyanat), cũng được biết đến là dixyclohexylmetan diisoxyanat.



PICM có thể được điều chế bằng cách phosgen hóa 4,4'-metylenbis(amin xyclohexyl) (PACM) bằng phương pháp được biết đến rộng rãi trong kỹ thuật như phương pháp đã được bộc lộ trong Bằng sáng chế Hoa Kỳ số 2,644,007; 2,680,127 và 2,908,703; mà được đề cập thông qua việc tham khảo trong sáng chế này. Hỗn hợp đồng phân PACM, bằng sự phosgen hóa, có thể tạo thành PICM trong pha lỏng, pha bán lỏng, hoặc pha rắn tại nhiệt độ phòng. Ngoài ra, hỗn hợp đồng phân PACM có thể thu được bằng sự hydro hóa metylendianilin và/hoặc kết tinh phân đoạn hỗn hợp đồng phân PACM trong sự hiện diện của nước và rượu như metanol và etanol.

Diisoxyanat xycloaliphatic và diisoxyanat béo bổ sung mà có thể được sử dụng bao gồm hexametylen diisoxyanat, dixyclohexylmetan diisoxyanat, diphenylmetan-4,4'-diisoxyanat, 3-isoxyanato-metyl-3,5,5-trimetyl xyclohexyl-isoxyanat ("IPDI") mà

sẵn có về mặt thương mại từ Arco Chemical, m-xylylen diisoxyanat (“MXDI”) và meta-tetrametylxylylen diisoxyanat (1,3-bis(1-isoxyanato-1-metyletyl)-benzen) mà sẵn có về mặt thương mại từ Cytac Industries Inc. dưới tên thương mại TMXDI® (Meta) Aliphatic Isoxyanat.

Như được sử dụng trong sáng chế và yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ “diisoxyanat xycloaliphatic và diisoxyanat béo” chỉ 6 đến 100 nguyên tử cacbon được liên kết trong một chuỗi thẳng hoặc được nối vòng có hai nhóm cuối phản ứng isoxyanat. Trong một phương án không hạn chế của sáng chế, diisoxyanat xycloaliphatic và diisoxyanat béo để sử dụng trong sáng chế có thể bao gồm IPDI và các hợp chất có công thức  $R-(NCO)_2$  trong đó R biểu thị nhóm béo hoặc nhóm xycloaliphatic.

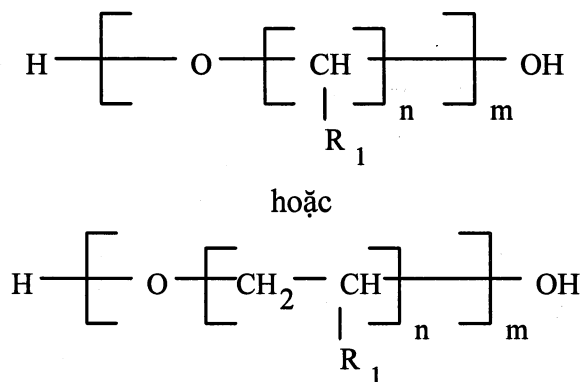
Trong một phương án đặc biệt của sáng chế, thành phần polyisoxyanat bao gồm isophoron diisoxyanat, dixyclohexylmetan diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, diphenylmetan-4,4'-diisoxyanat, meta-tetrametylxylylen diisoxyanat, (1,3-bis(1-isoxyanato-1-metyletyl)-benzen), và/hoặc meta-xylylen diisoxyanat.

Thành phần hydro hoạt tính (b) được sử dụng để tạo thành hỗn hợp phản ứng bao gồm ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol và ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và hydroxyl (cụ thể là rượu amino). Trong một số phương án thành phần hydro hoạt tính được sử dụng để tạo thành hỗn hợp phản ứng bao gồm ít nhất hai rượu polyhydric và ít nhất một rượu amino.

Trong các phương án đặc biệt của sáng chế, hỗn hợp phản ứng về cơ bản không có hợp chất chứa cả nhóm chức amino và nhóm chức thiom trong đó nhóm amino được nối trực tiếp vào vòng thiom. Hỗn hợp phản ứng cũng có thể về cơ bản không chứa polyamin. Thông thường, rượu amino là béo.

Rượu polyhydric thích hợp có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở rượu polyhydric polyete, rượu polyhydric polyeste, rượu polyhydric polycaprolacton, rượu polyhydric polycarbonat, và các hỗn hợp của chúng. Rượu polyhydric đơn như butandiol, 1,6-hexandiol, Bisphenol A và các chất tương tự, hoặc rượu polyhydric cao hơn như trimetylpropan, pentaerytritol, và các chất tương tự, và bất kỳ diol hoặc glycol có khối lượng phân tử thấp nào được liệt kê dưới đây cũng phù hợp. Ít nhất một rượu polyhydric trong thành phần hydro hoạt tính có thể chứa chức thiom. Người ta thích rằng việc sử dụng rượu polyhydric thiom làm tăng chỉ số khúc xạ (RI) của sản phẩm quang học đang được sản xuất. Tuy nhiên, được ưu tiên hơn là khi ít nhất một rượu polyhydric là rượu polyhydric chứa vòng thiom, nhóm hydroxyl trong rượu polyhydric không được liên kết trực tiếp với vòng thiom; cụ thể, rượu polyhydric thiom không phải là phenolic.

Ví dụ về rượu polyhydric polyete là rượu polyhydric polyalkylen ete mà bao gồm các rượu polyhydric polyalkylen ete có công thức hóa học sau:



trong đó phần tử thay thế R<sub>1</sub> là hydro hoặc alkyl thấp hơn chứa từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon bao gồm các phần tử thay thế được trộn lẫn, và n thông thường là từ 2 đến 6 và m là từ 8 đến 100 hoặc lớn hơn. Poly(oxytetrametylen) glycol, poly(oxytetraetylen) glycol, poly(oxy-1,2-propylen) glycol, và poly(oxy-1,2-butylen) glycol cũng được bao gồm. Các ví dụ không giới hạn về alkylen oxit có thể bao gồm etylen oxit, propylen oxit, butylen oxit, amylen oxit, aralkylen oxit, ví dụ như, nhưng không giới hạn ở styren oxit, hỗn hợp của etylen oxit và propylen oxit. Trong một phương án không giới hạn khác, rượu polyhydric polyoxyalkylen có thể được điều chế bằng hỗn hợp của alkylen oxit bằng việc sử dụng sự oxyalkyl hóa ngẫu nhiên hoặc theo từng bước.

Rượu polyhydric polyete được tạo thành từ sự oxyalkyl hóa nhiều rượu polyhydric, ví dụ, các diol như etylen glycol, 1,6-hexandiol, Bisphenol A và các chất tương tự, hoặc rượu polyhydric cao hơn khác như trimetylolpropan, pentaerytritol và các chất tương tự cũng hữu ích. Rượu polyhydric ở chức cao hơn mà có thể được sử dụng như được chỉ ra có thể được tạo thành, ví dụ như, bằng sự oxyalkyl hóa hợp chất như sucroza hoặc sorbitol. Một phương pháp oxyalkyl hóa được sử dụng phổ biến là cho rượu polyhydric phản ứng với alkylen oxit, ví dụ, propylen oxit hoặc etylen oxit trong sự hiện diện của chất xúc tác axit hoặc bazơ. Polyete đặc biệt bao gồm polyete được bán ra thị trường mang tên TERATHANE và TERACOL, sản có từ E. I. Du Pont de Nemours and Company, Inc., và POLYMEG, sản có từ Q O Chemicals, Inc., một công ty con của Great Lakes Chemical Corp.

Polyete glycol để sử dụng trong sáng chế có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở polytetrametylen ete glycol.

Rượu polyhydric chứa polyete có thể bao gồm copolyme khối bao gồm khối của etylen oxit-propylen oxit và/hoặc etylen oxit-butylen oxit. Pluronic R, Pluronic L62D, Tetronic R và Tetronic mà sản có về mặt thương mại từ BASF có thể được sử dụng làm nguyên liệu rượu polyhydric chứa polyete trong sáng chế.

Polyeste glycol thích hợp có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở sản phẩm este hóa của một hoặc nhiều axit dicarboxylic có từ 4 đến 10 nguyên tử cacbon như axit

adipic, axit succinic hoặc axit sebacic với một hoặc nhiều glycol có khối lượng phân tử thấp hoặc diol có từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon như etylen glycol, propylen glycol, dietylen glycol, 1,4-butandiol, neopentyl glycol, 1,6-hexandiol và 1,10-decandiol. Trong một phương án không giới hạn của sáng chế, polyeste glycol có thể là sản phẩm este hóa của axit adipic với diol có từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon.

Polycaprolacton glycol thích hợp để sử dụng trong sáng chế có thể bao gồm sản phẩm phản ứng của E-caprolacton với một hoặc nhiều glycol có khối lượng phân tử thấp được liệt kê ở trên. Polycaprolacton có thể được điều chế bằng việc ngưng tụ caprolacton trong sự hiện diện của hợp chất hydro hoạt tính hai chức như nước hoặc ít nhất một glycol có khối lượng phân tử thấp được liệt kê ở trên. Ví dụ cụ thể của polycaprolacton glycol bao gồm polycaprolacton polyestediol có sẵn là CAPA® 2047 và CAPA® 2077 từ Solvay Corp.

Các rượu polyhydric polycacbonat được biết đến trong kỹ thuật và sẵn có về mặt thương mại như Ravcarb™ 107 (Enichem S.p.A.). Trong một phương án không giới hạn, rượu polyhydric polycacbonat có thể được sản xuất bằng cách cho phản ứng glycol hữu cơ như diol và dialkyl cacbonat như được mô tả trong Bằng sáng chế Hoa Kỳ số 4,160,853. Trong một phương án không giới hạn, rượu polyhydric có thể bao gồm polyhexametyl cacbonat có mức độ polyme hóa khác nhau.

Nguyên liệu glycol có thể bao gồm rượu polyhydric có khối lượng phân tử thấp như rượu polyhydric có khối lượng phân tử nhỏ hơn 500, và hỗn hợp tương hợp của chúng. Như được sử dụng trong sáng chế, thuật ngữ “tương hợp” có nghĩa là các glycol có thể hòa tan lẫn nhau để hình thành pha đơn. Các ví dụ không giới hạn về các rượu polyhydric này có thể bao gồm các diol và triol có khối lượng phân tử thấp. Nếu được sử dụng, lượng triol được lựa chọn để tránh mức độ cao của liên kết ngang trong polyuretan. Mức độ cao của liên kết ngang có thể sinh ra polyuretan có thể lưu hóa mà không thể tạo hình được bằng nhiệt và áp suất vừa phải. Glycol hữu cơ thường chứa từ 2 đến 16 hoặc 2 đến 6 hoặc 2 đến 10 nguyên tử cacbon. Các ví dụ không giới hạn về các glycol đó và các rượu polyhydric khác có thể bao gồm etylen glycol, propylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, tetraetylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, 1,2-, 1,3- và 1,4-butandiol, 2,2,4-trimetyl-1,3-pentandiol, 2-metyl-1,3-pentandiol, 1,3-, 2,4- và 1,5-pentandiol, 2,5- và 1,6-hexandiol, 2,4-heptandiol, 2-etyl-1,3-hexandiol, 2,2-dimetyl-1,3-propandiol, 1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 1,10-decandiol, 1,4-xyclohexandiol, 1,4-xyclohexandimetanol, 1,2-bis(hydroxyetyl)-xyclohexan, glyxerin, tetrametylolmetan, như là, nhưng không giới hạn ở pentaerytritol, trimetyloletan và trimetylolpropan; và các đồng phân của chúng.

Rượu polyhydric có thể có khối lượng phân tử trung bình, ví dụ, ít nhất là 60, hoặc ít nhất là 90, hoặc ít nhất là 200. Ngoài ra, rượu polyhydric có thể có khối lượng

phân tử trung bình, ví dụ, nhỏ hơn 10.000, hoặc nhỏ hơn 7000, hoặc nhỏ hơn 5000, hoặc nhỏ hơn 2000.

Rượu polyhydric để sử dụng cho sáng chế có thể bao gồm các tereste được tạo ra từ ít nhất một axit dicarboxylic có khối lượng phân tử thấp, như axit adipic.

Polyeste glycol và polycaprolacton glycol để sử dụng trong sáng chế có thể được điều chế sử dụng quy trình este hóa hoặc phản ứng chuyển hóa este đã biết như được mô tả, ví dụ, trong bài viết của D. M. Young, F. Hostettler và các tác giả khác "Polyeste từ Lacton" Union Carbide F-40, trang 147.

Các polyeste glycol có thể cũng được điều chế từ phản ứng của 1,6-hexandiol và axit adipic; 10-decandiol và axit adipic; hoặc 1,10-decandiol và caprolacton.

Nguyên liệu chứa thiol có thể hiện diện trong thành phần hydro hoạt tính và có thể được sử dụng để sản xuất chất tiền polyme như polyuretan chức isoxyanat chứa lưu huỳnh để chuẩn bị màng chứa polyuretan có chỉ số cao; cụ thể là màng có chỉ số khúc xạ cao tương đối. Lưu ý rằng trong các phương án này chất tiền polyme polyuretan được sử dụng như thành phần đầu tiên có thể chứa liên kết disulfua mặc dù liên kết disulfua chứa trong polythiol và/hoặc polythiol oligome được sử dụng để điều chế chất tiền polyme polyuretan.

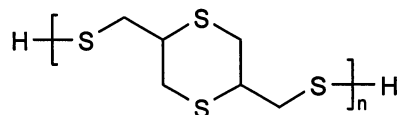
Nguyên liệu chứa thiol có thể có ít nhất hai nhóm chức thiol và có thể bao gồm dithiol hoặc hỗn hợp của dithiol và hợp chất có nhiều hơn hai nhóm chức thiol (polythiol cao hơn). Các hỗn hợp đó có thể bao gồm các hỗn hợp của các dithiol và/hoặc các hỗn hợp của các polythiol cao hơn. Các nhóm chức thiol thông thường là nhóm cuối, mặc dù một phần nhỏ (cụ thể là nhỏ hơn 50% của toàn bộ nhóm) có thể là phần phụ dọc theo chuỗi. Hợp chất (a) có thể chứa thêm một phần nhỏ chức hydro hoạt tính khác (cụ thể là khác với thiol), ví dụ, chức hydroxyl. Nguyên liệu chứa thiol có thể là mạch thẳng hoặc phân nhánh, và có thể chứa vòng, các nhóm alkyl, aryl, aralkyl hoặc alkaryl.

Nguyên liệu chứa thiol có thể được chọn để sản xuất polythiol oligome về cơ bản mạch thẳng. Do đó, nguyên liệu này bao gồm hỗn hợp của dithiol và hợp chất có nhiều hơn hai nhóm chức thiol, hợp chất có nhiều hơn hai nhóm chức thiol có thể hiện diện với lượng đến 10% tính theo khối lượng của hỗn hợp.

Các dithiol thích hợp có thể bao gồm các dithiol béo mạch thẳng hoặc phân nhánh, dithiol xycloaliphatic mạch thẳng hoặc phân nhánh, dithiol thơm mạch thẳng hoặc phân nhánh, dithiol dị vòng mạch thẳng hoặc phân nhánh, dithiol polyme mạch thẳng hoặc phân nhánh, dithiol oligome mạch thẳng hoặc phân nhánh và các hỗn hợp của chúng. Dithiol có thể bao gồm nhiều liên kết bao gồm nhưng không giới hạn ở liên kết ete (-O-), liên kết sulfua (-S-), liên kết polysulfua (-S<sub>x</sub>-, trong đó x ít nhất là 2, hoặc từ 2 đến 4) và kết hợp của các liên kết đó.

Các ví dụ không giới hạn về các dithiol thích hợp để sử dụng trong sáng chế có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở 2,5-dimercaptometyl-1,4-dithian, dimercaptodiethylsulfua (DMDS), etandithiol, 3,6-dioxa-1,8-octandithiol, etylen glycol di(2-mercaptoaxetat), etylen glycol di(3-mercaptopropionat), poly(etylen glycol) di(2-mercaptoaxetat) và poly(etylen glycol) di(3-mercaptopropionat), benzendithiol, 4-tert-butyl-1,2-benzendithiol, 4,4'-thiodibenzenthionol, và các hỗn hợp của chúng.

Dithiol có thể bao gồm dithiol oligome có liên kết disulfua như các nguyên liệu được biểu thị bằng công thức sau:



(I)

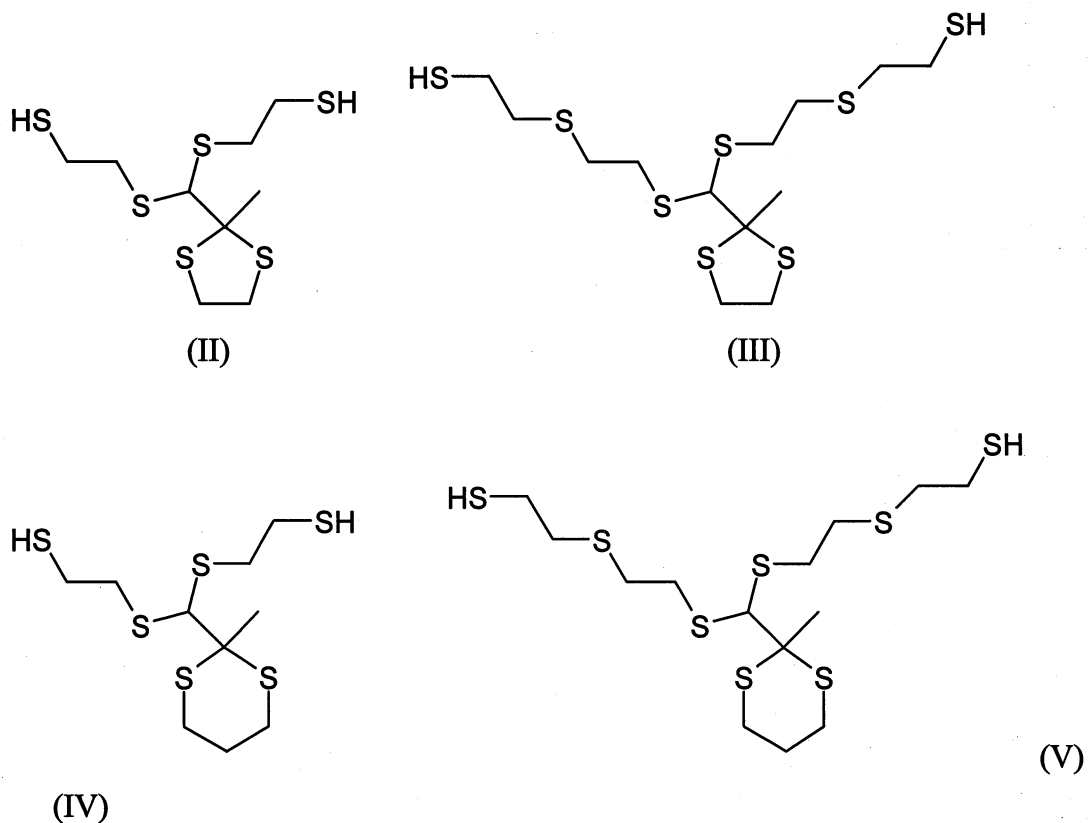
trong đó n có thể biểu thị số nguyên từ 1 đến 21.

Dithiol oligome được biểu thị bằng Công thức I có thể được điều chế, ví dụ, bằng phản ứng của 2,5-dimercaptometyl-1,4-dithian với lưu huỳnh trong sự hiện diện của chất xúc tác bazơ như đã biết đến trong tình trạng kỹ thuật.

Bản chất của nhóm SH trong các polythiol là phản ứng nối oxy hóa có thể dễ dàng diễn ra, dẫn đến việc hình thành liên kết disulfua. Nhiều tác nhân oxy hóa khác nhau có thể dẫn đến phản ứng nối oxy hóa. Oxy trong không khí trong một vài trường hợp có thể dẫn đến phản ứng nối oxy hóa trong quá trình lưu trữ polythiol. Người ta thắc rằng một cơ chế khả dĩ cho phản ứng nối oxy hóa của các nhóm thiol bao gồm sự hình thành các gốc thiyl, theo sau bằng phản ứng nối các gốc thiyl đó, để hình thành liên kết disulfua. Người ta còn thắc rằng sự hình thành liên kết disulfua có thể diễn ra dưới các điều kiện mà có thể dẫn đến sự hình thành gốc thiyl, bao gồm nhưng không giới hạn ở điều kiện phản ứng gồm sự khởi tạo gốc tự do. Các polythiol có thể bao gồm các loại chứa các liên kết disulfua được tạo thành trong quá trình lưu trữ.

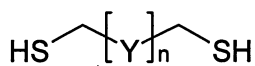
Các polythiol để sử dụng trong nguyên liệu (ii) trong việc điều chế nguyên liệu polyuretan trong thành phần đầu tiên có thể bao gồm các loại chứa liên kết disulfua được tạo thành trong quá trình tổng hợp polythiol.

Trong một số phương án, dithiol để sử dụng trong sáng chế có thể bao gồm ít nhất một dithiol được biểu thị bởi công thức cấu tạo sau:



Các dithiol chứa sulfua bao gồm 1,3-dithiolan (ví dụ, công thức II và III) hoặc 1,3-dithian (ví dụ, công thức IV và V) có thể được điều chế bằng cách cho phản ứng dicloaxeton bất đối xứng với dimercaptan và sau đó cho phản ứng sản phẩm phản ứng với dimercaptoalkylsulfua, dimercaptan hoặc các hỗn hợp của chúng như được mô tả trong Bằng sáng chế Hoa Kỳ số 7,009,032 B2.

Các ví dụ không giới hạn về các dimercaptan thích hợp để sử dụng trong phản ứng với dicloaxeton bất đối xứng có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở các chất được biểu thị bằng công thức sau:



VI

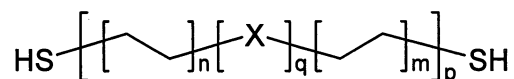
trong đó Y có thể biểu thị  $\text{CH}_2$  hoặc  $(\text{CH}_2-\text{S}-\text{CH}_2)$ , và n có thể là số nguyên từ 0 đến 5. Dimercaptan để phản ứng với dicloaxeton bất đối xứng trong sáng chế có thể được chọn từ, ví dụ, etandithiol, propandithiol, và các hỗn hợp của chúng.

Lượng dicloaxeton bất đối xứng và dimercaptan thích hợp để thực hiện phản ứng trên có thể thay đổi. Ví dụ, dicloaxeton bất đối xứng và dimercaptan có thể hiện diện trong hỗn hợp phản ứng với lượng sao cho tỷ lệ mol của dicloaxeton với dimercaptan có thể từ 1:1 đến 1:10.

Nhiệt độ thích hợp cho phản ứng của dicloaxeton bất đối xứng và dimercaptan có thể thay đổi, thường dao động từ 0 đến 100°C.

Các ví dụ không giới hạn về các dimercaptan thích hợp để sử dụng trong phản ứng với sản phẩm phản ứng của dicloaxeton bất đối xứng và dimercaptan có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở các nguyên liệu được biểu thị bằng công thức chung VI ở trên, các dimercaptan thơm, xycloalkyl dimercaptan, dimercaptan dị vòng, dimercaptan phân nhánh và các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ không giới hạn về dimercaptoalkylsulfua thích hợp để sử dụng trong phản ứng với sản phẩm phản ứng của dicloaxeton bất đối xứng và dimercaptan có thể bao gồm các nguyên liệu được biểu thị bởi công thức sau:



## VII

trong đó X có thể biểu thị O, S hoặc Se, n có thể là số nguyên từ 0 đến 10, m có thể là số nguyên từ 0 đến 10, p có thể là số nguyên từ 1 đến 10, q có thể là số nguyên từ 0 đến 2 và với điều kiện là (m + n) là số nguyên từ 1 đến 20.

Các ví dụ không giới hạn về dimercaptoalkylsulfua để sử dụng trong sáng chế có thể bao gồm dimercaptoalkylsulfua phân nhánh.

Lượng dimercaptan, dimercaptoalkylsulfua hoặc các hỗn hợp của chúng thích hợp để phản ứng với sản phẩm phản ứng của dicloaxeton bất đối xứng và dimercaptan có thể thay đổi. Thông thường, dimercaptan, dimercaptoalkylsulfua hoặc hỗn hợp của chúng có thể hiện diện trong hỗn hợp phản ứng với lượng sao cho tỷ lệ đương lượng của sản phẩm phản ứng với dimercaptan, dimercaptoalkylsulfua hoặc hỗn hợp của chúng có thể từ 1:1,01 đến 1:2. Hơn nữa, nhiệt độ thích hợp để thực hiện phản ứng này có thể thay đổi trong phạm vi từ 0 đến 100°C.

Phản ứng của dicloaxeton bất đối xứng với dimercaptan có thể được thực hiện với sự hiện diện của chất xúc tác axit. Chất xúc tác axit có thể được lựa chọn từ nhiều loại khác nhau đã biết trong tình trạng kỹ thuật, như nhưng không giới hạn ở các axit Lewis và các axit Bronsted. Các ví dụ không giới hạn về các chất xúc tác axit thích hợp có thể bao gồm các chất xúc tác axit được mô tả trong Bách khoa về Hóa học Công nghiệp của Ullmann, Ấn bản thứ 5, 1992, tập A21, trang 673 đến 674. Chất xúc tác axit thường được chọn từ bo triflorua etherat, hydro clorua, axit toluensulfonic và các hỗn hợp của chúng. Lượng chất xúc tác axit có thể thay đổi từ 0,01 đến 10% tính theo khối lượng của hỗn hợp phản ứng.

Sản phẩm phản ứng của dicloaxeton bất đối xứng với dimercaptan ngoài ra có thể được phản ứng với dimercaptoalkylsulfua, dimercaptan hoặc các hỗn hợp của chúng



trong sự hiện diện của bazơ. Bazơ có thể được lựa chọn từ nhiều loại khác nhau đã biết trong tình trạng kỹ thuật, như là nhưng không giới hạn ở bazơ Lewis và bazơ Bronsted. Các ví dụ không giới hạn về các bazơ thích hợp có thể bao gồm các bazơ được mô tả trong Bách khoa về Hóa học Công nghiệp của Ullmann, Ấn bản thứ 5, 1992, tập A21, trang 673 đến 674. Bazơ này thường là natri hydroxit. Lượng bazơ có thể thay đổi. Thông thường, tỷ lệ đương lượng thích hợp của bazơ với sản phẩm phản ứng của phản ứng đầu tiên có thể từ 1:1 đến 10:1.

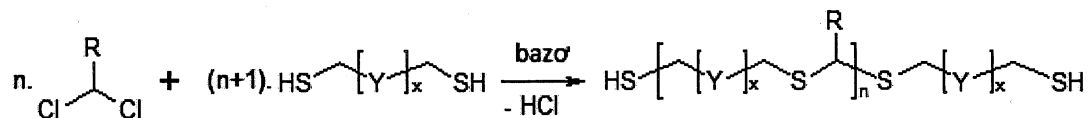
Phản ứng của dicloaxeton bất đối xứng với dimercaptan có thể được thực hiện trong sự hiện diện của dung môi. Dung môi có thể được lựa chọn từ nhưng không giới hạn ở các dung môi hữu cơ. Các ví dụ không giới hạn về các dung môi thích hợp có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở clorofom, diclormetan, 1,2-dicloetan, ete dietyl, benzen, toluen, axit axetic và các hỗn hợp của chúng.

Trong một phương án khác, sản phẩm phản ứng của dicloaxeton bất đối xứng với dimercaptan có thể được phản ứng với dimercaptoalkylsulfua, dimercaptan hoặc các hỗn hợp của chúng, có hoặc không có sự hiện diện của dung môi, trong đó dung môi có thể được chọn từ nhưng không giới hạn ở các dung môi hữu cơ. Các ví dụ không giới hạn về các dung môi hữu cơ thích hợp có thể bao gồm rượu như là, nhưng không giới hạn ở metanol, etanol và propanol; dung môi hydrocacbon béo như là, nhưng không giới hạn ở benzen, toluen, xylen; các keton như là, nhưng không giới hạn ở keton metyl etyl; nước; và các hỗn hợp của chúng.

Phản ứng của dicloaxeton bất đối xứng với dimercaptan có thể được thực hiện trong sự hiện diện của chất phản ứng khử nước. Chất phản ứng khử nước có thể được chọn từ nhiều loại chất phản ứng khác nhau đã biết trong tình trạng kỹ thuật. Chất phản ứng khử nước thích hợp để sử dụng trong phản ứng này có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở magie sulfat. Lượng chất phản ứng khử nước có thể thay đổi trong phạm vi rộng theo hệ số tỷ lệ của chất phản ứng khử nước.

Các polythiol để sử dụng trong nguyên liệu (ii) trong việc điều chế nguyên liệu polyuretan trong thành phần đầu tiên có thể được điều chế trong một số phương án không hạn chế nhất định bằng cách cho phản ứng 2-metyl-2-diclometyl-1,3-dithiolan với dimercaptodietyl-sulfua để tạo ra dẫn xuất dimercapto-1,3-dithiolan của công thức III. Ngoài ra, 2-metyl-2-diclometyl-1,3-dithiolan có thể được phản ứng với 1,2-etandithiol để tạo ra dẫn xuất dimercapto-1,3-dithiolan của công thức II. 2-metyl-2-diclometyl-1,3-dithian có thể được phản ứng với dimercaptodietyl-sulfua để tạo ra dẫn xuất dimercapto-1,3-dithian của công thức V. Cũng như vậy, 2-metyl-2-diclometyl-1,3-dithian có thể được phản ứng với 1,2-etandithiol để tạo ra dẫn xuất dimercapto-1,3-dithian của công thức IV.

Một ví dụ không hạn chế khác về dithiol thích hợp để sử dụng làm nguyên liệu (ii) có thể bao gồm ít nhất một dithiol oligome được điều chế bằng phản ứng giữa dẫn xuất diclo với dimercaptoalkylsulfua như sau:



trong đó R có thể biểu thị  $\text{CH}_3$ ,  $\text{CH}_3\text{CO}$ , alkyl  $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ , xycloalkyl, aryl alkyl, hoặc alkyl-CO; Y có thể biểu thị alkyl  $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ , xycloalkyl, aryl  $\text{C}_6\text{-C}_{14}$ ,  $(\text{CH}_2)_p(\text{S})_m(\text{CH}_2)_q$ ,  $(\text{CH}_2)_p(\text{Se})_m(\text{CH}_2)_q$ ,  $(\text{CH}_2)_p(\text{Te})_m(\text{CH}_2)_q$  trong đó m có thể là số nguyên từ 1 đến 5, p và q có thể là số nguyên từ 1 đến 10; n có thể là số nguyên từ 1 đến 20; và x có thể là số nguyên từ 0 đến 10.

Phản ứng của dẫn xuất diclo với dimercaptoalkylsulfua có thể được thực hiện trong sự hiện diện của bazơ. Các bazơ thích hợp có thể bao gồm bất kỳ bazơ nào đã biết bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật bên cạnh các bazơ đã bộc lộ ở trên.

Phản ứng của dẫn xuất diclo với dimercaptoalkylsulfua có thể được thực hiện trong sự hiện diện của chất xúc tác chuyển pha. Chất xúc tác chuyển pha thích hợp để sử dụng trong sáng chế đã được biết đến và là nhiều loại khác nhau. Các ví dụ không giới hạn có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở các muối tetraalkylamoni và các muối tetraalkylphosphoni. Phản ứng này thường được thực hiện trong sự có mặt của tetrabutylphosphoni bromua là chất xúc tác chuyển pha. Lượng chất xúc tác chuyển pha có thể thay đổi trong phạm vi rộng, từ 0 đến 50% đương lượng, hoặc từ 0 đến 10% đương lượng, hoặc từ 0 đến 5% đương lượng, tùy theo các chất phản ứng dimercaptosulfua.

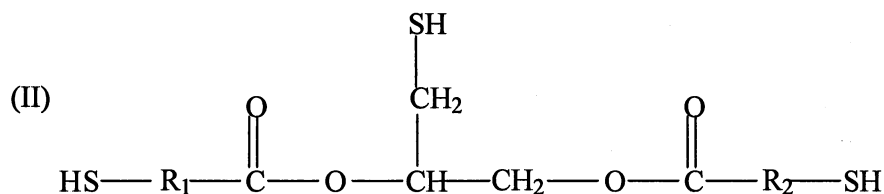
Các polythiol để sử dụng trong nguyên liệu (ii) có thể còn bao gồm chức hydroxyl. Các ví dụ không giới hạn của các nguyên liệu thích hợp có cả nhóm hydroxyl và nhóm đa (nhiều hơn một) thiol có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở glyxerin bis(2-mercaptoaxetat), glyxerin bis(3-mercaptopropionat), 1,3-dimercapto-2-propanol, 2,3-dimercapto-1-propanol, trimetylolpropan bis(2-mercaptoaxetat), trimetylolpropan bis(3-mercaptopropionat), pentaerytritol bis(2-mercaptoaxetat), pentaerytritol tris(2-mercaptoaxetat), pentaerytritol bis(3-mercaptopropionat), pentaerytritol tris(3-mercaptopropionat), và các hỗn hợp của chúng.

Ngoài các dithiol được bộc lộ ở trên, các ví dụ cụ thể về các dithiol thích hợp có thể bao gồm 1,2-etandithiol, 1,2-propandithiol, 1,3-propandithiol, 1,3-butandithiol, 1,4-butandithiol, 2,3-butandithiol, 1,3-pentandithiol, 1,5-pentandithiol, 1,6-hexandithiol, 1,3-dimercapto-3-metylbutan, dipentendimercaptan, etylxyclohexyldithiol (ECHDT), dimercaptodietyl sulfua (DMDS),

dimercaptodiethylsulfua được thế methyl, dimercaptodiethylsulfua được thế dimethyl, 3,6-dioxa-1,8-octandithiol, 1,5-dimercapto-3-oxapentan, 2,5-dimercaptomethyl-1,4-dithian (DMMD), etylen glycol di(2-mercaptoaxetat), etylen glycol di(3-mercaptopropionat), và các hỗn hợp của chúng.

Các polythiol ba chức hoặc có chức cao hơn thích hợp để sử dụng trong nguyên liệu (ii) có thể được chọn từ nhiều loại đã biết trong kỹ thuật. Các ví dụ không giới hạn có thể bao gồm pentaerytritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), pentaerytritol tetrakis(3-mercaptopropionat), trimetylolpropan tris(2-mercaptoaxetat), trimetylolpropan tris(3-mercaptopropionat), và/hoặc thioglycerol bis(2-mercaptoaxetat).

Ví dụ, polythiol có thể được chọn từ các nguyên liệu được biểu thị bằng công thức chung sau đây:



trong đó từng  $\text{R}_1$  và  $\text{R}_2$  có thể được chọn một cách độc lập từ chuỗi alkylen, alkylen vòng, phenylen mạch thẳng hoặc phân nhánh và phenylen được thế alkyl  $\text{C}_1$ - $\text{C}_9$ . Các ví dụ không giới hạn về chuỗi alkylen mạch thẳng hoặc phân nhánh có thể bao gồm metylen, etylen, 1,3-propylen, 1,2-propylen, 1,4-butylen, 1,2-butylen, pentylen, hexylen, heptylen, octylen, nonylen, dextylen, undextylen, octadextylen và icosylen. Các ví dụ không giới hạn về các alkylen vòng có thể bao gồm xyclopentylen, xyclohexylen, xycloheptylen, xyclooctylen, và các dẫn xuất được thế alkyl của chúng. Các nhóm liên kết hóa trị hai  $\text{R}_1$  và  $\text{R}_2$  có thể được chọn từ metylen, etylen, phenylen, và phenylen được thế alkyl, như methyl, etyl, propyl, isopropyl và phenylen được thế nonyl.

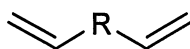
Trong các phương án đặc biệt, polythiol có thể được điều chế bằng cách phản ứng với nhau (1) bất kỳ các dithiol nào được đề cập ở trên và (2) hợp chất có ít nhất hai liên kết đôi (ví dụ, dien) hoặc hợp chất có liên kết ba như rượu propargyl.

Hợp chất (2) có ít nhất hai liên kết đôi có thể được chọn từ các dien không vòng, bao gồm các dien mạch thẳng và/hoặc phân nhánh béo không vòng, các dien chứa vòng không thơm, bao gồm các dien chứa vòng không thơm trong đó các liên kết đôi có thể được chứa trong vòng hoặc không được chứa trong vòng hoặc sự kết hợp bất kỳ nào của chúng, và trong đó các dien chứa vòng không thơm có thể chứa các nhóm monoxyclic không thơm hoặc các nhóm polyxyclic không thơm hoặc kết hợp của chúng; các dien chứa vòng thơm; hoặc các dien chứa vòng dị vòng; hoặc các dien chứa bất kỳ sự kết hợp nào của các nhóm có vòng và/hoặc không vòng đó. Các dien có thể tùy chọn chứa các liên kết thioete, disulfua, polysulfua, sulfon, este, thioeste, cacbonat,

thiocacbonat, uretan, thiouretan hoặc phần tử thay thế halogen, hoặc các sự kết hợp của chúng; với điều kiện là các dien chứa các liên kết đôi có thể trải qua phản ứng với các nhóm SH của polythiol và tạo thành các liên kết cộng hóa trị C-S. Hợp chất (2) thường có ít nhất hai liên kết đôi bao gồm hỗn hợp của các dien mà khác nhau.

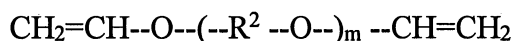
Hợp chất (2) có ít nhất hai liên kết đôi có thể bao gồm các dien liên hợp không vòng, các ete polyvinyl không vòng, các alyl-(met)acrylat vinyl-(met)acrylat, các este di(met)acrylat của các diol, este di(met)acrylat của các dithiol, este di(met)acrylat của các poly(alkylenglycol) diol, các dien đơn vòng không thơm, các dien đa vòng không thơm, các dien chứa vòng thơm, các este dialyl của axit dicarboxylic vòng thơm, các este divinyl của axit dicarboxylic vòng thơm, và/hoặc các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ không giới hạn về các dien liên hợp không vòng có thể bao gồm các dien được biểu thị bởi công thức chung sau:



trong đó R có thể biểu thị gốc alkylen C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub> bão hòa hóa trị hai mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc gốc hữu cơ hóa trị hai C<sub>2</sub>-C<sub>30</sub> bao gồm các nhóm như, nhưng không giới hạn ở các nhóm đó chứa ete, thioete, este, thioeste, keton, polysulfua, sulfon và các kết hợp của chúng. Các dien liên hợp không vòng có thể được chọn từ 1,5-hexadien, 1,6-heptadien, 1,7-octadien và các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ không giới hạn về các ete polyvinyl không vòng thích hợp có thể bao gồm các este được biểu thị bởi công thức cấu tạo sau:



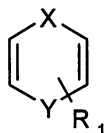
trong đó R<sup>2</sup> có thể là C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> n-alkylen, nhóm C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> alkylen phân nhánh, hoặc --[(CH<sub>2</sub> --)<sub>p</sub> --O--]<sub>q</sub> --(--CH<sub>2</sub> --)<sub>r</sub> --, m có thể là số hữu tỷ từ 0 đến 10, thường là 2; p có thể là số nguyên từ 2 đến 6, q có thể là số nguyên từ 1 đến 5 và r có thể là số nguyên từ 2 đến 10.

Các ví dụ không giới hạn về các monome ete polyvinyl thích hợp để sử dụng có thể bao gồm monome ete divinyl như ete etylen glycol divinyl, ete dietylen glycol divinyl, ete trietylenglycol divinyl và các hỗn hợp của chúng.

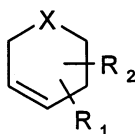
Các este di(met)acrylat của các diol mạch thẳng có thể bao gồm etandiol di(met)acrylat, 1,3-propandiol di(met)acrylat, 1,2-propandiol di(met)acrylat, 1,4-butandiol di(met)acrylat, 1,3-butandiol di(met)acrylat, 1,2-butandiol di(met)acrylat, và các hỗn hợp của chúng.

Các este di(met)acrylat của các dithiol có thể bao gồm, ví dụ, di(met)acrylat của 1,2-etandithiol bao gồm các oligome của chúng, di(met)acrylat của dimercaptodietyl sulfua (cụ thể là, 2,2'-thioetandithiol di(met)acrylat) bao gồm các oligome của chúng, di(met)acrylat của 3,6-dioxa-1,8-octandithiol bao gồm các oligome của chúng, di(met)acrylat của ete 2-mercaptoetyl bao gồm các oligome của chúng, di(met)acrylat của 4,4'-thiodibenzenthion và các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ không giới hạn tiếp theo về các dien thích hợp có thể bao gồm các dien đơn vòng béo như các dien được biểu thị bằng công thức cấu tạo sau:



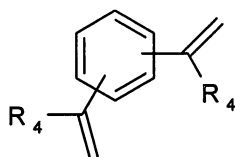
trong đó từng X và Y có thể biểu thị gốc alkylen  $C_{1-10}$  bão hòa hóa trị hai; hoặc gốc alkylen  $C_{1-5}$  bão hòa hóa trị hai chứa ít nhất một nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm lưu huỳnh, oxy và silic ngoài các nguyên tử cacbon và hydro; và  $R_1$  có thể biểu thị H hoặc alkyl  $C_1-C_{10}$ ; và



trong đó X và  $R_1$  có thể được định nghĩa như trên và  $R_2$  có thể biểu thị alkenyl  $C_2-C_{10}$ . Các dien đơn vòng béo có thể bao gồm 1,4-xyclohexadien, 4-vinyl-1-xyclohexen, dipenten và terpinen.

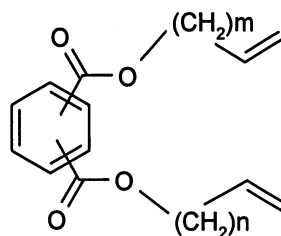
Các ví dụ không giới hạn về các dien đa vòng béo có thể bao gồm 5-vinyl-2-norbornen; 2,5-norbornadien; dicyclopentadien và các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ không giới hạn về các dien chứa vòng thơm có thể bao gồm các dien được biểu thị bởi công thức cấu tạo sau:



trong đó  $R_4$  có thể biểu thị hydro hoặc metyl. Các dien chứa vòng thơm có thể bao gồm các monome như diisopropenyl benzen, divinyl benzen và các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ về các este dialyl của các axit dicarboxylic vòng thơm có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở các chất được biểu thị bởi công thức sau:



trong đó từng  $m$  và  $n$  độc lập có thể là số nguyên từ 0 đến 5. Các este dialyl của các axit dicarboxylic vòng thơm có thể bao gồm o-dialyl phtalat, m-dialyl phtalat, p-dialyl phtalat và các hỗn hợp của chúng.

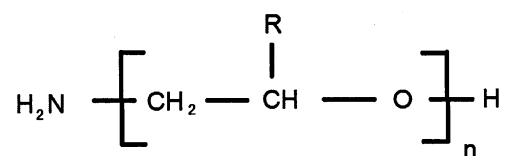
Hợp chất (2) thường có ít nhất hai liên kết đôi bao gồm 5-vinyl-2-norbornen, ete etylen glycol divinyl, ete dietylen glycol divinyl, ete trietylen glycol divinyl, ete butan diol divinyl, vinylxyclohexen, 4-vinyl-1-xyclohexen, dipenten, terpinen, dixyclopentadien, xyclododecadien, xyclooctadien, 2-xyclopenten-1-yl-ete, 2,5-norbornadien, divinylbenzen bao gồm 1,3-divinylbenzen, 1,2- divinylbenzen, và 1,4-divinylbenzen, diisopropenylbenzen bao gồm 1,3-diisopropenylbenzen, 1,2-diisopropenylbenzen, và 1,4- diisopropenylbenzen, alyl (met)acrylat, etandiol di(met)acrylat, 1,3-propandiol di(met)acrylat, 1,2-propandiol di(met)acrylat, 1,3-butandiol di(met)acrylat, 1,2-butandiol di(met)acrylat, etylen glycol di(met)acrylat, dietylen glycol di(meth)acrylat, dimercaptodietylsulfua di(met)acrylat, 1,2-etandithiol di(met)acrylat, và/hoặc các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ không giới hạn khác về các monome di(met)acrylat thích hợp có thể bao gồm etylen glycol di(met)acrylat, 1,3-butylen glycol di(met)acrylat, 1,4-butandiol di(met)acrylat, 2,3-dimetyl-1,3-propandiol di(met)acrylat, 1,6-hexandiol di(met)acrylat, propylen glycol di(met)acrylat, dipropylen glycol di(met)acrylat, tripropylen glycol di(met)acrylat, tetrapropylen glycol di(met)acrylat, hexandiol di(met)acrylat bị etoxy hóa, hexandiol di(met)acrylate bị propoxy hóa, neopentyl glycol di(met)acrylat, neopentyl glycol di(met)acrylate bị alkoxy hóa, hexylen glycol di(met)acrylat, dietylen glycol di(met)acrylat, polyetylen glycol di(met)acrylat, thiodietylen glycol di(met)acrylat, trimetylen glycol di(met)acrylat, trietylen glycol di(met)acrylat, hexandiol di(met)acrylate bị alkoxy hóa, neopentyl glycol di(met)acrylate bị alkoxy hóa, pentandiol di(met)acrylat, xyclohexan dimetanol di(met)acrylat, và bis-phenol A di(met)acrylat bị etoxy hóa.

Các polythiol thích hợp để sử dụng trong nguyên liệu (ii) trong việc điều chế nguyên liệu polyuretan trong thành phần đầu tiên, khi được phản ứng với polyisoxyanat (i) có thể tạo ra sản phẩm polyme hóa có độ cứng Marten ít nhất là 20 N/mm<sup>2</sup>, hoặc thường ít nhất là 50, hoặc thường xuyên hơn là giữa 70 và 200. Sản phẩm polyme hóa đó thông thường không đàn hồi; cụ thể, chúng không thể biến dạng

thuận nghịch đáng kể (ví dụ co giãn) do độ cứng của chúng và thường không thể hiện tính chất đặc trưng của cao su và các polyme đàn hồi khác.

Thành phần hydro hoạt tính (b) còn bao gồm ít nhất một rượu amino, hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl. Rượu amino có cấu trúc  $H_2N-L-OH$ , trong đó L là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại. Trong các phương án đặc biệt, rượu amino có cấu trúc  $H_2N-CH_2-L'-CH_2-OH$ , trong đó L' là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại. Các nguyên liệu này thường xuyên hơn có cấu trúc:



trong đó R là H hoặc nhóm alkyl  $C_1-C_4$  và n là số nguyên từ 1 đến 10.

Như đã lưu ý ở trên, rượu amino thường béo. Nguyên liệu béo thêm tính mềm dẻo tốt hơn vào sản phẩm cuối cùng, cung cấp độ bền va đập tốt hơn. Các sản phẩm quang học được tạo thành theo phương pháp của sáng chế bằng nguyên liệu béo cũng cho thấy độ ổn định ánh sáng tốt hơn và ít ngả vàng khi so với các sản phẩm quang học được tạo thành bằng các nguyên liệu thơm. Các nguyên liệu thơm ban đầu như các amin thơm cũng được biết đến là có tuổi thọ tương đối ngắn và bị oxy hóa và ngả vàng.

Điều này là hơi khác thường khi sử dụng các nguyên liệu béo bởi vì các polyamin béo phản ứng quá nhanh với các isoxyanat để kiểm soát sự hình thành của polyure, thường có thời gian gel hóa rất ngắn. Tuy nhiên, việc sử dụng hợp chất béo chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl như trong sáng chế làm chậm phản ứng với isoxyanat so với phản ứng của polyamin béo với isoxyanat. Đồng thời, việc sử dụng hợp chất béo chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl mang lại các tính chất vật lý mong muốn cho sản phẩm cuối cùng như độ bền nhiệt và độ cứng, cho phép quy trình xử lý sau thấu kính. Người ta thiếc rằng điều này là do các liên kết ure hiện diện trong sản phẩm polyme hóa. Các liên kết ure cũng làm cho sản phẩm cuối cùng không đàn hồi.

Hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl thường có khối lượng phân tử trung bình số từ 60 đến 450. Các nguyên liệu có khối lượng phân tử cao hơn có thể tạo nên tính chấn sáng. Thường thì nguyên liệu chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl bao gồm etanolamin, dietanolamin, amino-2-propanol, 2-amino-1-metyl-1-propanol, 2-amino-1-butanol và/hoặc 2-(2-aminoetoxy)etanol (dietylen

glycolamin, hoặc DGA). Thông thường nguyên liệu chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl hiện diện trong thành phần hydro hoạt tính (b) với lượng từ 5 đến 70% tính theo khối lượng, thường xuyên từ 10 đến 70% tính theo khối lượng và thường xuyên hơn từ 15 đến 50% tính theo khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của các chất rắn nhựa trong thành phần (b). Thông thường nguyên liệu chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl hiện diện trong hỗn hợp phản ứng với lượng từ 5 đến 25% tính theo khối lượng, dựa trên tổng khối lượng chất rắn nhựa trong hỗn hợp phản ứng.

Như đã lưu ý ở trên, trong các phương án nhất định của sáng chế, hỗn hợp phản ứng về cơ bản không có các polyamin. Cụ thể, thành phần hydro hoạt tính (b) thường về cơ bản không có 2,4-diamino-3,5-dietyl-toluen, 2,6-diamino-3,5-dietyl-toluen và các hỗn hợp của chúng (nói chung “dietyltoluendiamin” hoặc “DETDA”).

Hỗn hợp phản ứng có thể còn bao gồm dung môi, đặc biệt khi nó được sử dụng để sản xuất màng quang học. Các dung môi thích hợp có thể bao gồm bất kỳ dung môi hữu cơ nào mà những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật đã biết đến, với điều kiện là chúng không phản ứng với các nhóm chức isoxyanat. Ví dụ là các keton, furan, các dung môi thơm, và dung môi bị clo hóa. Các dung môi thích hợp có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở axeton, amyl propionat, anisol, benzen, butyl axetat, xyclohexan, các ete dialkyl của etylen glycol, ví dụ, ete dietylen glycol dimetyl và các dẫn xuất của chúng (được bán như là dung môi công nghiệp CELLOSOLVE®), dietylen glycol dibenzoat, dimetyl sulfoxit, dimetyl formamit, dimetoxibenzen, etyl axetat, metyl xyclohexanon, xyclopentanon, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, metyl propionat, propylen cacbonat, tetrahydrofuran, toluen, xylen, ete 2-metoxetyl, ete 3-propylen glycol metyl, metylen clorua, và các hỗn hợp của chúng. Dung môi có thể hiện diện trong thành phần đầu tiên với lượng từ 0 đến 95% tính theo khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của thành phần đầu tiên. Thông thường dung môi hiện diện với lượng sao cho độ nhớt của thành phần đầu tiên được giảm xuống đến độ nhớt khả thi, như đến độ nhớt từ 10 đến 100 cps, ví dụ, từ 15 đến 20 cps.

Trong bước (2) của phương pháp của sáng chế, các nhóm chức isoxyanat được cho phép phản ứng với các nhóm chức amin trong hỗn hợp phản ứng ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để hình thành sản phẩm trung gian. Sản phẩm trung gian này bao gồm chất tiền polyme chức polyure có các nhóm chức hydroxyl. Sản phẩm trung gian là hỗn hợp với polyol và/hoặc polythiol và, tùy chọn, rượu amino dư từ thành phần hydro hoạt tính (b).

Sau khi chuẩn bị sản phẩm trung gian như được mô tả ở trên, nó được trộn lẫn trong bước (3) với polyisoxyanat bổ sung và tùy chọn chất xúc tác để tạo thành hỗn hợp phản ứng thứ hai. Hỗn hợp này có thể được thực hiện trong máy trộn ure. Các polyisoxyanat có thể là bất kỳ polyisoxyanat được bộc lộ ở trên, và có thể tương tự



hoặc khác với các polyisoxyanat được sử dụng trong thành phần polyisoxyanat (a). Các chất xúc tác thích hợp có thể được chọn từ các chất xúc tác đã biết trong tình trạng kỹ thuật. Các ví dụ không giới hạn về các chất xúc tác thích hợp có thể được chọn từ nhóm các bazơ Lewis, các axit Lewis và các chất xúc tác cho vào như được mô tả trong Bách khoa về Hóa học Công nghiệp của Ullmann, Ấn bản lần thứ 5, 1992, Tập A21, trang 673 đến 674. Chất xúc tác có thể là muối thiếc của axit hữu cơ như, nhưng không giới hạn ở thiếc octoat, dibutyl thiếc dilaurat, dibutyl thiếc diacetat, dibutyl thiếc mercaptit, dibutyl thiếc dimaleat, dimetyl thiếc diacetat, dibutyl thiếc diclorua, 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octan, và các hỗn hợp của chúng. Chất xúc tác ngoài ra có thể là kẽm octoat, bismut, hoặc sắt axetylaxetonat.

Các ví dụ không giới hạn tiếp theo về các chất xúc tác thích hợp có thể bao gồm các hợp chất như dibutyl thiếc oxit, các phosphin, các muối amoni bậc ba và các amin bậc ba như, nhưng không giới hạn ở trietylamin, triisopropylamin, dimetyl xyclohexylamin, N,N-dimetylbenzylamin và các hỗn hợp của chúng. Các amin bậc ba thích hợp đó được bộc lộ trong Bằng sáng chế Hoa Kỳ số 5,693,738 tại cột 10, dòng 6-38, sự bộc lộ của sáng chế mà bằng việc tham khảo được nêu trong sáng chế này.

Khi được sử dụng, mức chất xúc tác có thể thay đổi và có thể phụ thuộc vào nhiều yếu tố như loại và lượng hợp chất phản ứng được sử dụng, cũng như các điều kiện phản ứng, tốc độ phản ứng và bậc phản ứng mong muốn. Thông thường, chất xúc tác hữu cơ-thiếc hiện diện trong thành phần B với lượng nhỏ hơn 300 ppm, thường nhỏ hơn 250 ppm, và chất xúc tác amin bậc ba hiện diện với lượng nhỏ hơn 1000 ppm, thường nhỏ hơn 800 ppm, thường xuyên vào khoảng 720 ppm, dựa trên tổng khối lượng của hỗn hợp phản ứng thứ hai.

Hỗn hợp phản ứng thứ hai có thể ngay lập tức tạo thành màng như bằng cách phân phối lên chất nền hỗ trợ như quy trình đúc dung môi tiêu chuẩn. Kỹ thuật tạo màng thích hợp bao gồm: tạo màng bằng việc đúc màng trên trục lăn đúc khuôn sau khi đùn qua khuôn tạo màng phẳng, tạo màng bằng kỹ thuật "màng thổi" trong đó hợp chất tạo màng bị buộc phải qua một khuôn tròn và biên dạng màng tròn thoát ra được mở rộng bằng khí nén, đúc hợp chất tạo màng thành phôi hoặc dạng chất rắn khác và sau đó nạo mỏng màng từ phôi, cũng như các kỹ thuật khác đã biết trong tình trạng kỹ thuật. Trong số các kỹ thuật này, các phương pháp được sử dụng phổ biến để sản xuất màng bao gồm kỹ thuật đúc màng và sản xuất màng bằng kỹ thuật màng thổi.

Cần phải được đề cập thêm rằng các chất phụ gia được sử dụng phổ biến có thể được bao gồm trong hỗn hợp phản ứng đầu tiên và/hoặc thứ hai. Các chất phụ gia có thể bao gồm nhưng không giới hạn ở chất ổn định ánh sáng, chất ổn định nhiệt độ, chất chống oxy hóa, chất hấp thụ ánh sáng cực tím, chất tách khuôn như ZELEC® UN có

sẵn từ Stepan Company, chất nhuộm không đổi (không đổi màu sắc theo ánh sáng), thuốc màu và các chất phụ gia làm dẻo.

Các chất nền hỗ trợ mà trên đó hỗn hợp phản ứng được đúc có bề mặt nhẵn và có thể bao gồm, ví dụ, kính, thép không gỉ và các loại tương tự, cũng như chất nền polyme, ví dụ, polyetylenterephtalat, polyimide, hoặc silicon miễn là nguyên liệu tạo thành chất nền có thể chịu được nhiệt độ khi lưu hóa tiếp theo.

Hỗn hợp phản ứng được phân phối lên trên chất nền hỗ trợ để tạo thành độ dày về cơ bản không đổi để mang lại độ dày màng khô từ 0,5 đến 20 mil (12,7 đến 508 micrômet), hoặc từ 1 đến 10 mil (25,4 đến 254 micrômet), hoặc từ 2 đến 4 mil (50,8 đến 101,6 micrômet) sau khi lưu hóa.

Sau khi cho hỗn hợp phản ứng lên chất nền, ít nhất một phần màng được hình thành trên bề mặt của chất nền bằng cách đẩy các dung môi ra khỏi màng bằng cách đun nóng nhẹ hoặc bằng giai đoạn làm khô không khí, thông thường bao gồm cho tiếp xúc với các điều kiện môi trường xung quanh trong khoảng từ 1 đến 20 phút. Màng trên chất nền sau đó được đun nóng đến nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành màng được lưu hóa. Trong công đoạn lưu hóa, các dung môi được đẩy ra và các nhóm chức phản ứng trong hỗn hợp phản ứng được phản ứng với nhau. Trong quá trình tạo màng polyuretan-ure, ví dụ, công đoạn đun nóng hoặc lưu hóa có thể được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng từ 100° đến 210°C trong khoảng thời gian từ 10 đến 100 phút. Ở khoảng nhiệt độ này, hỗn hợp phản ứng chứa các nguyên liệu polyuretan làm thành phần đầu tiên có khối lượng phân tử trung bình số lên đến 1500 có thể lưu hóa trong vòng 40 đến 70 phút. Trong các phương án khác, lưu hóa có thể được thực hiện ở khoảng nhiệt độ thấp hơn môi trường xung quanh (ví dụ 25°C) đến 100°C trong khoảng thời gian lâu hơn từ 100 phút đến 5 ngày. Nhiệt độ lưu hóa và thời gian ngâm sẽ phụ thuộc vào bản chất của các chất phản ứng, bao gồm loại nhóm phản ứng, sự hiện diện của các chất xúc tác, v.v..

Màng chứa polyuretan không đàn hồi, được lưu hóa được chuẩn bị theo phương pháp của sáng chế có thể được sử dụng, ví dụ, như một hoặc nhiều lớp màng bảo vệ và/hoặc hỗ trợ trong bộ phận quang học có tính phân cực để sử dụng trong sản phẩm quang học đa lớp như màn hình tinh thể lỏng (LCD).

Ngoài ra, hỗn hợp phản ứng thứ hai có thể được đưa vào khuôn có bất kỳ hình dạng nào ở nhiệt độ và trong thời gian để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt. Hỗn hợp phản ứng thứ hai thường trải qua phản ứng tỏa nhiệt và sau khi trộn lẫn, nó được đưa, thường bằng cách phun, vào khuôn. Nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng khi nó được đưa vào khuôn thường lên đến 130°C, thường xuyên lên đến 120°C. Hỗn hợp phản ứng được giữ trong khuôn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để lưu hóa một cách cơ bản hỗn hợp phản ứng và tạo thành sản phẩm quang học được đúc khuôn. Khuôn có

thể có bất kỳ hình dạng nào mong muốn cho sản phẩm cuối cùng. Thông thường là khuôn thấu kính, thường xuyên là khuôn cho kính đeo mắt. Sản phẩm được đúc khuôn có thể sau đó được tháo ra khỏi khuôn.

Trong một phương án của sáng chế trong đó sản phẩm quang học là thấu kính, hỗn hợp phản ứng thứ hai mà tùy chọn có thể được khử khí, có thể được đưa, thường bằng cách phun, vào khuôn và khuôn có thể được đun nóng (cụ thể là sử dụng chu trình lưu hóa bằng nhiệt) sử dụng nhiều kỹ thuật thông thường đã biết trong kỹ thuật. Chu trình lưu hóa bằng nhiệt có thể thay đổi tùy thuộc vào khả năng phản ứng và tỷ lệ mol của các chất phản ứng, và sự hiện diện của (các) chất xúc tác. Trong các phương án đặc biệt, chu trình lưu hóa bằng nhiệt có thể bao gồm đun nóng hỗn hợp từ nhiệt độ phòng lên đến 200°C trong hơn khoảng thời gian 0,5 giờ đến 120 giờ; hoặc từ 80 đến 150°C trong khoảng thời gian từ 5 giờ đến 72 giờ.

Các sản phẩm quang học được chuẩn bị bằng quy trình của sáng chế bộc lộ năng suất cao, độ trong suốt cao (truyền ánh sáng ít nhất 80%), độ mờ thấp, lưu tuyến thấp và tạp chất thấp. Hơn nữa, sản phẩm quang học được sản xuất bằng phương pháp của sáng chế cho thấy chỉ số khúc xạ ít nhất là 1,52, như ít nhất là 1,53.

Sáng chế tiếp theo đề xuất phương pháp sản xuất sản phẩm quang học trong suốt, không đàn hồi sử dụng kỹ thuật “một mẻ” hoặc “một bình”. Phương pháp này bao gồm các bước sau:

- (1) hóa hợp để tạo thành các hỗn hợp phản ứng:
  - (a) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và
  - (b) thành phần hydro hoạt tính bao gồm:
    - (b1) thành phần đầu tiên về cơ bản không có các nhóm amino bao gồm ít nhất một rượu polyhydric; và
    - (b2) thành phần thứ hai bao gồm ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol và ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl và có cấu trúc  $H_2N-L-OH$  trong đó L là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh, hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại, trong đó ít nhất một rượu polyhydric có khối lượng nguyên tử trung bình từ 60 đến 450;
- (2) cho hỗn hợp phản ứng vào khuôn có hình dạng mong muốn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt; và
- (3) tháo sản phẩm polyme hóa ra khỏi khuôn để tạo thành sản phẩm quang học trong suốt.

Polyisoxyanat có thể là polyisoxyanat bất kỳ đã bộc lộ ở trên. Thành phần polyisoxyanat thường bao gồm isophoron diisoxyanat, dicyclohexylmetan diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, diphenylmetan-4,4'-diisoxyanat, meta-tetrametylxylen

diisoxyanat (1,3-bis(1-isoxyanato-1-metyletyl)-benzen), và/hoặc meta-xylylen diisoxyanat.

Trong các phương án đặc biệt của sáng chế, hỗn hợp phản ứng, cụ thể là thành phần hydro hoạt tính (b) về cơ bản không có các polyamin và về cơ bản không có các hợp chất chứa cả chức amino và chức thiom trong đó các nhóm amino được nối trực tiếp với vòng thiom.

Trong thành phần hydro hoạt tính (b), rượu polyhydric trong thành phần đầu tiên (b1) có thể là rượu polyhydric bất kỳ đã được bộc lộ ở trên, miễn là nhỏ hơn 40% tính theo khối lượng, thường xuyên nhỏ hơn 35% tính theo khối lượng, thường xuyên hơn nhỏ hơn 30% tính theo khối lượng của các rượu polyhydric trong thành phần đầu tiên (b1) có khối lượng phân tử trung bình số lớn hơn 500.

Thành phần thứ hai (b2) bao gồm ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol mà có thể là rượu polyhydric và/hoặc polythiol đã được bộc lộ ở trên. Thành phần thứ hai (b2) tiếp theo bao gồm rượu amino như được mô tả ở trên mà thường xuyên có khối lượng phân tử trung bình số từ 60 đến 450. Rượu amino thường bao gồm etanolamin hoặc DGA.

Thành phần hydro hoạt tính (b) có thể tiếp theo bao gồm nhóm chức thiol như đã được mô tả ở trên.

Trong bước (2) của phương pháp của sáng chế, hỗn hợp phản ứng có thể ngay lập tức tạo thành màng như bằng cách phân phối lên chất nền hỗ trợ sử dụng quy trình đúc như đã được mô tả ở trên. Ngoài ra, hỗn hợp phản ứng có thể được trộn như trong máy trộn uretan và được đưa vào khuôn có hình dạng mong muốn bất kỳ ở nhiệt độ và trong thời gian để hình thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt, như bằng bước đúc phun phản ứng như được mô tả ở trên.

Sản phẩm được ép khuôn có thể sau đó được tháo ra khỏi khuôn hoặc chất nền hỗ trợ trong bước (3). Sản phẩm quang học được tạo ra bằng quy trình của sáng chế cho thấy hiệu suất cao, độ trong suốt cao, độ mờ thấp, lưu tuyến thấp và tạp chất thấp, và chỉ số khúc xạ ít nhất là 1,52.

Trong phương án khác của sáng chế, phương pháp sản xuất sản phẩm quang học được lưu hóa, không đàn hồi, chứa polyuretan, được đề xuất. Phương pháp bao gồm:

(1) hóa hợp để tạo thành hỗn hợp phản ứng mà về cơ bản không có các chất xúc tác ure hóa;

(a) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và

(b) thành phần hydro hoạt tính bao gồm ít nhất một rượu polyhydric và/hoặc polythiol và ít nhất một hợp chất béo chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl trong đó hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl

hiện diện với hệ số tỷ lượng dư đối với các nhóm amin và có cấu trúc  $H_2N-L-OH$ , trong đó L là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại;

(2) cho thành phần polyisoxyanat phản ứng với ít nhất một phần của các nhóm chức amin trong thành phần hydro hoạt tính ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để làm tiêu thụ về cơ bản tất cả các nhóm chức isoxyanat và tạo thành sản phẩm trung gian bao gồm chất tiền polyme polyure có nhóm chức hydroxyl trong hỗn hợp với rượu polyhydric và/hoặc polythiol và hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl;

(3) trộn lẫn sản phẩm trung gian được tạo thành trong bước (2) với các polyisoxyanat bổ sung và tùy chọn chất xúc tác ure hóa để tạo thành hỗn hợp phản ứng thứ hai;

(4) cho hỗn hợp phản ứng thứ hai được tạo thành trong bước (3) vào khuôn có hình dạng mong muốn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt; và

(5) tháo sản phẩm polyme hóa ra khỏi khuôn để tạo thành sản phẩm quang học trong suốt.

Trong bước (2) của phương pháp này, các nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat được cho phản ứng với các nhóm chức amin cho đến từ 1 đến 99% như từ 10 đến 90%, hoặc như ít nhất 20% và đến 90% đương lượng amin bị tiêu thụ, hoặc ít nhất từ 20 đến 80%, hoặc ít nhất từ 20 đến 70%. Trong bước (2) của phương pháp, phản ứng tiếp tục trong thời gian đủ để tiêu thụ về cơ bản tất cả các nhóm chức isoxyanat. Sản phẩm trung gian được tạo thành trong bước (2) bao gồm chất tiền polyme polyure có nhóm chức hydroxyl trong hỗn hợp cùng với rượu polyhydric và/hoặc polythiol và hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl.

Trong một phương án khác của sáng chế, phương pháp sản xuất sản phẩm quang học chứa polyuretan được lưu hóa, không đàn hồi được đề xuất. Phương pháp bao gồm:

(1) hóa hợp để tạo thành hỗn hợp phản ứng:

(a) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và

(b) ít nhất một rượu polyhydric, trong đó thành phần polyisoxyanat hiện diện với hệ số tỷ lượng dư tương đối so với nhóm chức hydroxyl;

(2) cho các thành phần phản ứng ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tiêu thụ về cơ bản tất cả các nhóm chức hydroxyl và tạo thành sản phẩm trung gian bao gồm chất tiền polyme polyuretan có nhóm chức isoxyanat trong hỗn hợp cùng với polyisoxyanat dư;

(3) trộn lẫn sản phẩm trung gian được tạo thành trong bước (2) với tùy chọn thành phần hydro hoạt tính bao gồm ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl trong đó hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl có cấu trúc  $H_2N-L-OH$ , trong đó L là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại, để tạo thành hỗn hợp phản ứng thứ hai;

(4) cho hỗn hợp phản ứng thứ hai được tạo thành trong bước (3) bằng cách phun vào khuôn có hình dạng mong muốn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt; và

(5) tháo sản phẩm polyme hóa ra khỏi khuôn để tạo thành sản phẩm quang học trong suốt.

Nhiều thành phần và bước quy trình có thể bao gồm bất kỳ thành phần và bước quy trình như được mô tả ở trên.

### Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây mô tả sự hình thành sản phẩm quang học theo sáng chế. Các sản phẩm quang học được mô tả đặc điểm bằng các tính chất vật lý. Trong các ví dụ trên, giá trị độ cứng tế vi Fisher ("FMH") được xác định theo ISO 14577 bằng việc sử dụng Hệ thống đo lường độ cứng tế vi H100C sẵn có từ Fischer Technologies. Các giá trị ABBE (e) và Chỉ số Khúc xạ (RI(e)) được xác định bằng việc sử dụng Hệ thống đo lường chỉ số khúc xạ/độ dày màng mỏng Metricon Model 2010 Prism Coupler sẵn có từ Metricon Corporation. Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh ( $T_g$ ) được đo bằng quét nhiệt vi sai hoặc phân tích cơ khí động lực như được chỉ ra cho từng ví dụ.

Các nguyên liệu được sử dụng trong các ví dụ thực hiện sáng chế dưới đây được viết tắt như sau:

| <u>Isoxyanat</u> | <u>Tên</u>                                                        |
|------------------|-------------------------------------------------------------------|
| I1               | isophoron diisoxyanat                                             |
| I2               | 4,4'-metylenbis(xyclohexyl isoxyanat)                             |
| I3               | VESTANAT® 1890 (isoxyanat béo đa chức từ Evonik Industries)       |
| I4               | DESMODUR® N3300A (isoxyanat béo đa chức từ Bayer MaterialScience) |
| I5               | DESMODUR® N3400 (isoxyanat béo đa chức từ Bayer MaterialScience)  |
| I6               | DESMODUR® N3600 (isoxyanat béo đa chức từ Bayer MaterialScience)  |

| <u>Amino</u>  | <u>Ruğu</u>                                                     |
|---------------|-----------------------------------------------------------------|
| A1            | Etanolamin                                                      |
| A2            | Dietanolamin                                                    |
| A3            | Dietylenglycolamin                                              |
| A4            | amino-2-propanol                                                |
| A5            | 2-amino-1-metyl-1-propanol                                      |
| A6            | 2-amino-1-butanol                                               |
| <u>Polyol</u> |                                                                 |
| P1            | 6-mol Bisphenol A bị etoxy hóa                                  |
| P2            | 15-mol Bisphenol A bị etoxy hóa                                 |
| P3            | 30-mol Bisphenol A bị etoxy hóa                                 |
| P4            | Etandiol                                                        |
| P5            | Propandiol                                                      |
| P6            | Butandiol                                                       |
| P7            | Pentandiol                                                      |
| P8            | dietylen glycol                                                 |
| P9            | Decandiol                                                       |
| P10           | polyetylen glycol 200 g/mol                                     |
| P11           | polyetylen glycol 400 g/mol                                     |
| P12           | polyetylen glycol 600 g/mol                                     |
| P13           | DIEXTER® G 1100-225 (polyeste diol béo từ COIM USA, Inc.)       |
| P14           | CAPA® 2047A (polyeste diol béo từ Perstorp)                     |
| P15           | STEPANOL® PD-200LV (polyeste diol thơm từ Stepan Company)       |
| P16           | Trimetylolpropan                                                |
| P17           | trimetylolpropan etoxylat, 170 g/mol                            |
| P18           | trimetylolpropan etoxylat, 450 g/mol                            |
| P19           | trimetylolpropan etoxylat, 1014 g/mol                           |
| P20           | 15-mol pentaerytritol bị etoxy hóa                              |
| P21           | trimetylolpropan propoxylat, 308 g/mol                          |
| P22           | 10-mol Bisphenol A bị etoxy hóa                                 |
| P23           | tetrabrom Bisphenol A etoxylat, 631 g/mol                       |
| P24           | SYN FAC® 8385 (Bisphenol A bị alkoxyl hóa từ Milliken Chemical) |
| P25           | polyetylen glycol, 1000 g/mol                                   |
| P26           | polypropylen glycol, 425 g/mol                                  |
| P27           | DIEXTER® G 1100-112 (polyeste diol béo từ COIM USA, Inc.)       |
| P28           | DIEXTER® G 5500-225 (polyeste diol béo từ COIM USA, Inc.)       |
| P29           | CAPA® 2077A (polyeste diol béo từ Perstorp)                     |

- P30 Bisphenol A  
 P31 Thiodiglycol  
 P32 xyclohexandimetanol

Các monome khác

- O1 Metylendianilin  
 O2 JEFFAMINE® D230 (polyete bị ngắt mạch amin từ Huntsman Corporation)  
 O3 JEFFAMINE® HK511 (polyete bị ngắt mạch amin từ Huntsman Corporation)  
 O4 JEFFAMINE® XTJ235 (Bisphenol A alkoxylat được kết thúc bằng amin từ Huntsman Corporation)  
 O5 2,2'-thiodietanthiol

Các ví dụ từ 1 đến 37 minh họa việc sản xuất các sản phẩm quang học trong đó các nguyên liệu được trộn lẫn với nhau và đúc khuôn. Các thành phần của Hợp phần A được trộn lẫn với nhau, khi sử dụng, với tỷ lệ được mô tả trong Bảng 1. Hỗn hợp này được khử khí ở nhiệt độ phòng trong chân không trong vòng 4 giờ. Trong một thùng riêng biệt, các thành phần của Hợp phần B được hóa hợp và trộn lẫn với tỷ lệ được mô tả trong Bảng 1, sau đó được khử khí trong chân không ở nhiệt độ phòng trong 4 giờ. Để đúc khuôn các hợp chất, Hợp phần A và Hợp phần B sau đó được trộn lẫn với nhau trong chân không trong khi đun nóng đến khoảng 80°C theo tỷ lệ được quy định trong Bảng 2. Khi đạt đến bề ngoài đồng nhất, hỗn hợp đó được nạp vào khuôn thủy tinh kích thước 15 cm x 15 cm x 0,3 cm đã được đun nóng lên đến 130°C từ trước. Nguyên liệu được lưu hóa trong lò ở nhiệt độ 130°C trong 18 giờ. Nguyên liệu thu được là trong và không màu, thể hiện các tính chất được liệt kê trong Bảng 2.



**Bảng 1**

| Ví dụ | Hợp phần A |                         | Hợp phần B    |                                |
|-------|------------|-------------------------|---------------|--------------------------------|
|       | Phần tử    | Tỷ lệ (theo khối lượng) | Phần tử       | Tỷ lệ (theo khối lượng)        |
| 1     | I1:I2      | 0,330 : 0,670           | A1:P1:P19     | 0,222 : 0,262 : 0,517          |
| 2     | I1:I2      | 0,291 : 0,709           | A1:P1:P17:O2  | 0,269 : 0,516 : 0,081 : 0,134  |
| 3     | I1:I2      | 0,290 : 0,710           | A1:P1:P17:O3  | 0,270 : 0,514 : 0,081 : 0,135  |
| 4     | I1:I2      | 0,311 : 0,689           | A1:P1:P15:P18 | 0,240 : 0,329 : 0,240 : 0,190  |
| 5     | I1:I2      | 0,284 : 0,716           | A1:P1:P10:P21 | 0,276 : 0,348 : 0,180 : 0,196  |
| 6     | I1:I2      | 0,325 : 0,675           | A1:P1:P10:P17 | 0,364 : 0,424 : 0,121 : 0,091  |
| 7     | I1:I2      | 0,236 : 0,764           | A1:P1:P5      | 0,348 : 0,326 : 0,326          |
| 8     | I1:I2      | 0,210 : 0,790           | A1:P1:P6:P17  | 0,261 : 0,353 : 0,252 : 0,134  |
| 9     | I2         | -                       | A1:P1:P11:P18 | 0,347 : 0,405 : 0,162 : 0,087  |
| 10    | I1:I2      | 0,315 : 0,685           | A1:P1:P17:P27 | 0,236 : 0,297 : 0,071 : 0,396  |
| 11    | I1:I2      | 0,310 : 0,690           | A1:P1:P17:P29 | 0,242 : 0,305 : 0,073 : 0,380  |
| 12    | I1:I2      | 0,299 : 0,701           | A1:P1:P17:P28 | 0,253 : 0,318 : 0,076 : 0,354  |
| 13    | I1:I2      | 0,295 : 0,705           | A4:P1:P14:P17 | 0,303 : 0,318 : 0,303 : 0,076  |
| 14    | I1:I2      | 0,295 : 0,705           | A1:P1:P17:P26 | 0,258 : 0,325 : 0,077 : 0,340  |
| 15    | I2:I3      | 0,088 : 0,912           | A1:P1:P10:P17 | 0,311 : 0,391 : 0,205 : 0,093  |
| 16    | I2:I4      | 0,800 : 0,200           | A1:P1:P10     | 0,307 : 0,387 : 0,307          |
| 17    | I2:I6      | 0,800 : 0,200           | A1:P1:P10     | 0,305 : 0,384 : 0,311          |
| 18    | I2:I5      | 0,800 : 0,200           | A1:P1:P10     | 0,307 : 0,387 : 0,307          |
| 19    | I2         | -                       | A1:P1:P18:O4  | 0,178 : 0,421 : 0,178 : 0,223  |
| 20    | I2         | -                       | A3:P1         | 0,595 : 0,405                  |
| 21    | I2         | -                       | A3:P1:P25     | 0,482 : 0,265 : 0,253          |
| 22    | I2         | -                       | A3:P1:P10:P11 | 0,475 : 0,317 : 0,096 : 0,061: |
| 23    | I2         | -                       | A3:P1:P16     | 0,538 : 0,419 : 0,043          |
| 24    | I2         | -                       | A3:P1:P17     | 0,463 : 0,463 : 0,075          |
| 25    | I2         | -                       | A3:P1:O5      | 0,521 : 0,190 : 0,289          |
| 26    | I2         | -                       | A3:P1:P17:P26 | 0,539 : 0,323 : 0,054 : 0,084  |
| 27    | I2         | -                       | A3:P1:P17     | 0,615 : 0,358 : 0,028          |
| 28    | I2         | -                       | A3:P11:P17:P2 | 0,457 : 0,145 : 0,074 : 0,325  |
| 29    | I2         | -                       | A3:P16:P24    | 0,461 : 0,078 : 0,461          |
| 30    | I2         | -                       | A3:P17:P22    | 0,524 : 0,025 : 0,450          |
| 31    | I2         | -                       | A3:P1:P9:P17  | 0,410 : 0,317 : 0,225 : 0,048  |
| 32    | I2         | -                       | A3:A4:P1:P17  | 0,176 : 0,248 : 0,496 : 0,080  |
| 33    | I2         | -                       | A3:A5:P1:P17  | 0,207 : 0,239 : 0,477 : 0,077  |
| 34    | I2         | -                       | A3:A6:P1:P17  | 0,121 : 0,322 : 0,483 : 0,078  |
| 35    | I2         | -                       | A3:P1:P17:P31 | 0,534 : 0,237 : 0,085 : 0,144  |
| 36    | I2         | -                       | A3:P1:P17:O1  | 0,361 : 0,378 : 0,72 : 0,189   |
| 37    | I2         | -                       | A3:P1:P17:P32 | 0,154 : 0,308 : 0,075 : 0,463  |

**Bảng 2**

| Ví dụ | A:B Tỷ lệ đúc | Tính chất vật lý                      |              |        |          |
|-------|---------------|---------------------------------------|--------------|--------|----------|
|       |               | FMH<br>(N/mm <sup>2</sup> )<br>(N/mm) | Tg, DSC (°C) | RI (e) | Abbe (e) |
| 1     | 0,549 : 0,451 | 91                                    | 97           | 1,5258 | 47       |
| 2     | 0,628 : 0,372 | 141                                   | 130          | 1,5298 | 47       |
| 3     | 0,630 : 0,370 | 141                                   | 130          | 1,5304 | 47       |
| 4     | 0,585 : 0,416 | 143                                   | 97           | 1,5311 | 47       |
| 5     | 0,638 : 0,362 | 143                                   | 117          | 1,5261 | 47       |
| 6     | 0,671 : 0,330 | 148                                   | 132          | 1,5292 | 48       |
| 7     | 0,728 : 0,272 | 150                                   | 129          | 1,528  | 47       |
| 8     | 0,790 : 0,210 | 143                                   | 120          | 1,5281 | 48       |
| 9     | 0,654 : 0,346 | 126                                   | 124          | 1,533  | 48       |
| 10    | 0,577 : 0,424 | 136                                   | 100          | 1,5279 | 49       |
| 11    | 0,588 : 0,413 | 127                                   | 106          | 1,5268 | 47       |
| 12    | 0,605 : 0,396 | 141                                   | 120          | 1,5256 | 48       |
| 13    | 0,604 : 0,396 | 132                                   | 108          | 1,5233 | 47       |
| 14    | 0,613 : 0,388 | 132                                   | 108          | 1,5232 | 47       |
| 15    | 0,679 : 0,322 | 133                                   | 125          | 1,5313 | 49       |
| 16    | 0,674 : 0,326 | 122                                   | 98           | 1,5315 | 48       |
| 17    | 0,671 : 0,328 | 120                                   | 105          | 1,5311 | 47       |
| 18    | 0,674 : 0,326 | 114                                   | 100          | 1,5302 | 49       |
| 19    | 0,551 : 0,449 | 114                                   | 98           | 1,5339 | 46       |
| 20    | 0,630 : 0,370 | 112                                   | 110          | 1,5321 | 48       |
| 21    | 0,585 : 0,415 | 91                                    | 89           | 1,5261 | 49       |
| 22    | 0,621 : 0,379 | 118                                   | 103          | 1,5294 | 49       |
| 23    | 0,628 : 0,372 | 118                                   | 116          | 1,5319 | 48       |
| 24    | 0,611 : 0,389 | 119                                   | 112          | 1,5327 | 48       |
| 25    | 0,654 : 0,346 | 117                                   | 122          | 1,545  | 46       |
| 26    | 0,629 : 0,371 | 116                                   | 115          | 1,5288 | 48       |
| 27    | 0,641 : 0,358 | 115                                   | 119          | 1,5309 | 48       |
| 28    | 0,606 : 0,394 | 117                                   | 122          | 1,5345 | 48       |
| 29    | 0,615 : 0,384 | 124                                   | 122          | 1,5316 | 46       |
| 30    | 0,607 : 0,393 | 109                                   | 101          | 1,5306 | 47       |
| 31    | 0,651 : 0,349 | 107                                   | 103          | 1,5274 | 48       |
| 32    | 0,637 : 0,363 | 129                                   | 128          | 1,5308 | 48       |
| 33    | 0,623 : 0,377 | 122                                   | 121          | 1,5297 | 48       |
| 34    | 0,627 : 0,373 | 117                                   | 119          | 1,5303 | 47       |
| 35    | 0,663 : 0,337 | 116                                   | 119          | 1,5312 | 48       |
| 36    | 0,603 : 0,397 | 119                                   | 132          | 1,5436 | 42       |
| 37    | 0,611 : 0,389 | 108                                   | 119          | 1,5269 | 48       |

Các ví dụ từ 36-68 minh họa việc sản xuất sản phẩm quang học bao gồm các diol chứa ure mà đã được tạo ra trước khi đúc khuôn bằng phản ứng giữa rượu amino và rượu polyhydric với isoxyanat.

Trước khi đúc, hỗn hợp rượu polyhydric chứa ure được tổng hợp làm Hợp phần B. Đối với mỗi Hợp phần B trình tự sau được theo sau: bình phản ứng được trang bị thiết bị khuấy và nhiệt kế được nạp thành phần rượu amino và rượu polyhydric của Hợp phần B theo lượng được liệt kê trong Bảng 3. Hỗn hợp rượu amino và rượu polyhydric được khuấy để tạo thành dung dịch đồng nhất. Thành phần isophoron diisoxyanat (I1) của Hợp phần B được thêm nhỏ giọt vào dung dịch kèm theo khuấy, với tốc độ đủ để duy trì nhiệt độ phản ứng dưới 60°C. Sau khi thêm vào, nhiệt độ phản ứng được duy trì giữa 55-80°C và việc khuấy được tiếp tục đến khi không có isoxyanat được phát hiện bằng cảm biến hồng ngoại (IR), mang lại chất lỏng nhớt trong.

Các nguyên liệu của Ví dụ 38-68 được đúc để tạo thành sản phẩm quang học bằng quy trình sau: một lượng Hợp phần B (rượu polyhydric chứa ure) được khuấy giữa nhiệt độ 60-80°C dưới điều kiện áp suất giảm trong 4 giờ. Trong một bình khác, Hợp phần A (4,4'-metylenbis(xyclohexyl isoxyanat), "I2") được giữ yên dưới điều kiện áp suất giảm đến khi được tách khí. Hợp phần A sau đó được thêm vào Hợp phần B với tỷ lệ được chỉ rõ trong Bảng 4 và hỗn hợp thu được được khuấy liên tục dưới điều kiện áp suất giảm. Khi đạt đến độ trong, hỗn hợp được rót vào khuôn bằng thủy tinh hai nửa có độ dày là 0,125 in-sơ. Khuôn được đặt vào lò đã đun nóng từ trước và được đưa vào chu trình lưu hóa theo Bảng 4. Khi dỡ khuôn, polyme cứng trong được thu lại, cho thấy các tính chất được liệt kê trong Bảng 4.

**Bảng 3**

| Ví dụ | Hợp phần A | Hợp phần B       |                         |
|-------|------------|------------------|-------------------------|
|       |            | Thành phần       | Tỷ lệ (theo khối lượng) |
| 38    | I2         | I1:A1:P1:P10     | 177:96:136:136          |
| 39    | I2         | I1:A1:P1:P6      | 159:86:163:81           |
| 40    | I2         | I1:A1:P1:P6:P17  | 145:78:108:74:40        |
| 41    | I2         | I1:A1:P1:P5      | 173:94:89:89            |
| 42    | I2         | I1:A1:P1:P5      | 153:83:156:78           |
| 43    | I2         | I1:A1: P1:P5:P13 | 153:82:78:78:78         |
| 44    | I2         | I1:A1: P5:P13    | 153:82:78:156           |
| 45    | I2         | I1:A1:P4:P15     | 124:67:64:224           |
| 46    | I2         | I1:A1:P1:P3:P4   | 149:81:37:117:77        |
| 47    | I2         | I1:A1:P1:P5      | 173:94:89:89            |
| 48    | I2         | I1:A1:P1:P16     | 104:57:314:60           |
| 49    | I2         | I1:A1:P1:P3:P10  | 157:86:173:110:81       |
| 50    | I2         | I1:A1:P3:P10:P20 | 157:86:164:81:118       |
| 51    | I2         | I1:A1:P1:P3:P10  | 140:76:202:129:72       |
| 52    | I2         | I1:A1:P1:P3:P10  | 123:67:231:148:63       |
| 53    | I2         | I1:A1:P1:P3:P4   | 130:71:56:179:67        |
| 54    | I2         | I1:A1:P2:P10     | 207:112:154:106         |
| 55    | I2         | I1:A1:P1:P19     | 124:67:356:89           |
| 56    | I2         | I1:A1:P1:P19     | 162:87:300:75           |
| 57    | I2         | I1:A1:P1:P17:P18 | 167:91:230:26:60        |
| 58    | I2         | I1:A1:P2:P17:P18 | 159:87:287:25:57        |
| 59    | I2         | I1:A1:P1:P17:P18 | 133:72:313:21:48        |
| 60    | I2         | I1:A1:P1:P17     | 125:68:294:64           |
| 61    | I2         | I1:A1:P1:P17     | 150:81:308:38           |
| 62    | I2         | I1:A1:P1:P17     | 154:84:336:20           |
| 63    | I2         | I1:A1:P1:P10     | 168:91:230:86           |
| 64    | I2         | I1:A1:P1:P2:P17  | 159:87:41:286:41        |
| 65    | I2         | I1:A1:P2:P17:P18 | 155:84:279:46:34        |
| 66    | I2         | I1:A1:P3:P17:P18 | 157:86:284:34:47        |
| 67    | I2         | I1:A1:P1:P8:P16  | 114:62:284:57:15        |
| 68    | I2         | I1:A1:P1:P13:P16 | 173:94:221:89:16        |

**Bảng 4.**

| Ví dụ | Tỷ lệ đúc<br>A:B | Chu trình lưu<br>hóa <sup>1,2</sup> | Tính chất vật lý                      |                                       |        |          |
|-------|------------------|-------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|--------|----------|
|       |                  |                                     | FMH<br>(N/mm <sup>2</sup> )<br>(N/mm) | T <sub>g</sub> <sup>3,4</sup><br>(°C) | RI (e) | Abbe (e) |
| 38    | 0,454:0,546      | 1                                   | 129                                   | 84 <sup>3</sup>                       | 1,5283 | 49       |
| 39    | 0,51:0,490       | 1                                   | 137                                   | 110 <sup>3</sup>                      | 1,522  | 47       |
| 40    | 0,555:0,455      | 1                                   | 133                                   | 115 <sup>3</sup>                      | 1,5275 | 48       |
| 41    | 0,555:0,455      | 1                                   | 139                                   | 124 <sup>3</sup>                      | 1,5271 | 49       |
| 42    | 0,53:0,47        | 1                                   | 137                                   | 113 <sup>3</sup>                      | 1,53   | 47       |
| 43    | 0,53:0,47        | 1                                   | 142                                   | 113 <sup>4</sup>                      | 1,5262 | 50       |
| 44    | 0,53:0,47        | 1                                   | 144                                   | 105 <sup>4</sup>                      | 1,5222 | 50       |
| 45    | 0,52:0,48        | 1                                   | 167                                   | 130 <sup>4</sup>                      | 1,5293 | 48       |
| 46    | 0,539:0,461      | 1                                   | 138                                   | 123 <sup>4</sup>                      | 1,5262 | 50       |
| 47    | 0,555:0,445      | 1                                   | 148                                   | 133 <sup>4</sup>                      |        |          |
| 48    | 0,465:0,535      | 1                                   | 138                                   | 92 <sup>4</sup>                       | 1,5375 | 45       |
| 49    | 0,393:0,607      | 1                                   | 119                                   | 77 <sup>3</sup>                       | 1,5316 | 48       |
| 50    | 0,395:0,605      | 1                                   | 80                                    | 73 <sup>3</sup>                       | 1,5212 | 49       |
| 51    | 0,381:0,619      | 1                                   | 108                                   |                                       | 1,5325 | 47       |
| 52    | 0,368:0,632      | 1                                   | 83                                    |                                       | 1,5336 | 48       |
| 53    | 0,496:0,504      | 1                                   | 125                                   | 102 <sup>4</sup>                      |        |          |
| 54    | 0,421:0,579      | 2                                   | 136                                   | 96 <sup>4</sup>                       |        |          |
| 55    | 0,364:0,636      | 2                                   | 118                                   | 67 <sup>4</sup>                       |        |          |
| 56    | 0,375:0,625      | 2                                   | 130                                   | 83 <sup>4</sup>                       |        |          |
| 57    | 0,425:0,575      | 2                                   | 135                                   | 109 <sup>4</sup>                      |        |          |
| 58    | 0,385:0,615      | 2                                   | 94                                    | 72 <sup>4</sup>                       | 1,5279 | 46       |
| 59    | 0,413:0,587      | 2                                   | 125                                   | 91 <sup>4</sup>                       |        |          |
| 60    | 0,449:0,551      | 2                                   | 133                                   | 109 <sup>4</sup>                      |        |          |
| 61    | 0,422:0,578      | 2                                   | 135                                   | 100 <sup>4</sup>                      |        |          |
| 62    | 0,406:0,594      | 2                                   | 133                                   | 100 <sup>4</sup>                      |        |          |
| 63    | 0,425:0,575      | 2                                   | 135                                   | 97 <sup>4</sup>                       |        |          |
| 64    | 0,386:0,614      | 2                                   | 111                                   | 83 <sup>4</sup>                       |        |          |
| 65    | 0,402:0,598      | 2                                   | 112                                   | 84 <sup>4</sup>                       |        |          |
| 66    | 0,392:0,608      | 2                                   | 100                                   | 69 <sup>4</sup>                       |        |          |
| 67    | 0,468:0,532      | 2                                   | 131                                   | 96 <sup>4</sup>                       | 1,5362 | 46       |
| 68    | 0,406:0,594      | 2                                   | 137                                   | 98 <sup>4</sup>                       | 1,5336 | 47       |

<sup>1</sup> Chu trình lưu hóa 1: Mặt nghiêng từ 50° đến 130°C trong hơn 2 giờ, sau đó giữ nguyên 8 giờ.

<sup>2</sup> Chu trình lưu hóa 2: Mặt nghiêng từ 70° đến 130°C trong hơn 8 giờ, sau đó giữ nguyên 16 giờ.

<sup>3</sup> T<sub>g</sub> được đo bằng DMA sử dụng Máy phân tích cơ động học Perkin Elmer Pyris Diamond.

<sup>4</sup> T<sub>g</sub> được đo bằng DSC sử dụng thiết bị TA phân tích nhiệt quét vi sai Q200.

Trong khi các phương án đặc biệt của sáng chế đã được mô tả ở trên cho mục đích minh họa, là hiển nhiên đối với những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật rằng nhiều biến thể của các chi tiết của sáng chế có thể được thực hiện mà không lệch ra khỏi sáng chế như đã được xác định trong các yêu cầu bảo hộ đính kèm.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất sản phẩm quang học trong suốt, không đàn hồi, phương pháp này bao gồm các bước:

(1) hóa hợp để tạo thành hỗn hợp phản ứng:

(a) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và

(b) thành phần hydro hoạt tính bao gồm:

(b1) thành phần thứ nhất không có nhóm amino bao gồm ít nhất một rượu polyhydric thứ nhất; và

(b2) thành phần thứ hai bao gồm:

ít nhất một rượu polyhydric thứ hai và/hoặc ít nhất một polythiol, và

ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl và có cấu trúc  $H_2N-L-OH$ , trong đó L là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại một cách tùy ý,

trong đó ít nhất một rượu polyhydric thứ hai có khối lượng phân tử trung bình số là 60 đến 450;

(2) cho hỗn hợp phản ứng vào khuôn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt; và

(3) tháo sản phẩm polyme hóa ra khỏi khuôn để tạo thành sản phẩm quang học trong suốt.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó ít hơn 40% tính theo khối lượng của rượu polyhydric thứ nhất, dựa trên tổng khối lượng của rượu polyhydric thứ nhất trong thành phần thứ nhất (b1), có khối lượng phân tử trung bình số lớn hơn 450.

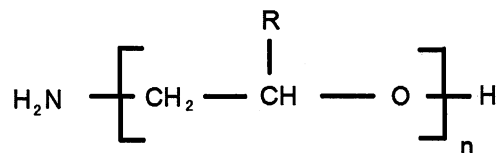
3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó ít hơn 35% tính theo khối lượng của rượu polyhydric thứ nhất, dựa trên tổng khối lượng của rượu polyhydric thứ nhất trong thành phần thứ nhất (b1), có khối lượng phân tử trung bình số lớn hơn 450.

4. Phương pháp theo điểm 3, trong đó ít hơn 30% tính theo khối lượng của rượu polyhydric thứ nhất, dựa trên tổng khối lượng của rượu polyhydric thứ nhất trong thành phần thứ nhất (b1) có khối lượng phân tử trung bình số lớn hơn 450.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thành phần polyisoxyanat bao gồm isophoron diisoxyanat, dicyclohexylmetan diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, diphenylmetan-4,4'-diisoxyanat, meta-tetrametylxylene diisoxyanat (1,3-bis(1-isoxyanato-1-metyletyl)-benzen), và/hoặc meta-xylylen diisoxyanat.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl có khối lượng phân tử trung bình số là 60 đến 450.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl có công thức:



trong đó R là H hoặc nhóm alkyl C<sub>1</sub> - C<sub>4</sub> và n là số nguyên từ 1 đến 10.

8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl bao gồm etanolamin, amino-2-propanol, 2-amino-1-metyl-1-propanol, 2-amino-1-butanol và/hoặc dietylen glycolamin.

9. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp phản ứng không có các polyamin.

10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp phản ứng không có các hợp chất mà chứa cả nhóm chức amino và nhóm chức thơm.

11. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp phản ứng không có các rượu polyhydric mà chứa các nhóm thơm.

12. Phương pháp theo điểm 1, trong đó (b2) của thành phần hydro hoạt tính (b) bao gồm ít nhất một polythiol.

13. Phương pháp theo điểm 1, trong đó sản phẩm quang học trong suốt có chỉ số khúc xạ ít nhất là 1,52.

14. Phương pháp sản xuất sản phẩm quang học trong suốt, không đàn hồi, phương pháp này bao gồm các bước:

(1) hóa hợp để tạo thành hỗn hợp phản ứng:

(a) thành phần polyisoxyanat bao gồm một hoặc nhiều polyisoxyanat khác nhau; và

(b) ít nhất một rượu polyhydric thứ nhất trong đó thành phần polyisoxyanat hiện diện với hệ số tỷ lượng dư tương đối so với nhóm chức hydroxyl;

(2) cho các thành phần phản ứng ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tiêu thụ tất cả các nhóm chức hydroxyl và tạo thành sản phẩm trung gian bao gồm chất tiền polyme polyuretan mà có các nhóm chức isoxyanat trong hỗn hợp với polyisoxyanat dư;

(3) trộn lẫn sản phẩm trung gian được tạo thành trong bước (2) với ít nhất một hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl, trong đó hợp chất chứa cả nhóm chức amin và nhóm chức hydroxyl này có cấu trúc H<sub>2</sub>N-L-OH, trong đó L là alkyl, aryl, aralkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh hoặc chuỗi alkaryl mà có thể chứa các nguyên tử khác loại một cách tùy ý, và

tùy chọn thành phần hydro hoạt tính chứa ít nhất một rượu polyhydric thứ hai và/hoặc ít nhất một polythiol, để tạo thành hỗn hợp phản ứng thứ hai;



- (4) cho hỗn hợp phản ứng thứ hai mà được tạo thành trong bước (3) bằng cách phun vào khuôn ở nhiệt độ và trong thời gian đủ để tạo thành sản phẩm polyme hóa rắn nhiệt; và
- (5) tháo sản phẩm polyme hóa ra khỏi khuôn để tạo thành sản phẩm quang học trong suốt.