



(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)



1-0029368

(51)⁷ **G02B 1/04**; C07D 409/12; C08G 18/16; (13) **B**
C08G 18/38; C08G 18/75; C08G 75/08;
C08L 81/02; C07D 331/02; C08G 18/58

(21) 1-2014-02524

(22) 21/01/2013

(86) PCT/KR2013/000483 21/01/2013

(87) WO2013/109118 25/07/2013

(30) 10-2012-0006919 20/01/2012 KR; 10-2012-0007521 26/01/2012 KR

(45) 25/09/2021 402

(43) 27/10/2014 319A

(73) KOC SOLUTION CO., LTD. (KR)

(Munji-dong)10-26 Expo-ro 339beon-gil, Yuseong-gu Daejeon 305-380, Republic of Korea

(72) JANG, Dong Gyu (KR); ROH, Soo Gyun (KR); KIM, Jong Hyo (KR).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) CHẾ PHẨM TRÙNG HỢP ĐƯỢC CHỨA HỢP CHẤT THIOEPOXY, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU QUANG THIOEPOXY BẰNG CÁCH TRÙNG HỢP CHẾ PHẨM NÀY, VẬT LIỆU QUANG THIOEPOXY VÀ THẤU KÍNH QUANG HỌC TỪ VẬT LIỆU NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất thioepoxy dùng cho vật liệu quang, chế phẩm trùng hợp được chứa hợp chất thioepoxy này, và phương pháp sản xuất vật liệu quang thioepoxy bằng cách trùng hợp chế phẩm trùng hợp được. Chế phẩm trùng hợp được còn chứa 4,1 đến 15% khối lượng 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua và/hoặc 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua. Vật liệu quang thioepoxy theo sáng chế không gặp phải những vấn đề mà các vật liệu quang thioepoxy nói chung mắc phải, đó là sự bất ổn định về màu sắc, sự mất cân bằng trong tháo khuôn, và trùng hợp.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề xuất vật liệu quang thioepoxy. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu quang thioepoxy trong suốt gần như không gặp phải các vấn đề như không ổn định về màu sắc, chế phẩm dễ sử dụng trong phương pháp này, và hợp chất thioepoxy dễ sử dụng trong chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thấu kính bằng chất dẻo nhẹ hơn, bền với va đập hơn, và dễ bắt màu hơn so với thấu kính bằng thủy tinh thông thường. Nhờ những ưu điểm này, thấu kính bằng chất dẻo đã được ứng dụng trong hầu hết các thấu kính đeo mắt. Đặc biệt, thấu kính bằng chất dẻo tiêu biểu là các thấu kính dietylen glycol bisalyl cacbonat (CR-39) đã được ứng dụng phổ biến làm thấu kính. Các thấu kính với độ quang sai màu sắc thấp này hữu dụng ở chỗ chúng tạo ra ảnh trường dễ chịu, nhưng đã được yêu cầu phải có chỉ số khúc xạ cao hơn. Công bố đơn sáng chế Hàn Quốc số 1993-0006918 và 1992-0005708 đề cập đến các thấu kính thiouretan được sản xuất bằng cách cho hợp chất polythiol phản ứng với hợp chất polyisoxyanat. Ngoài ra, patent Hàn Quốc số 10-0681218 còn đề cập đến thấu kính nhựa thioepoxy.

Thấu kính thiouretan có các ưu điểm về chỉ số khúc xạ và độ bền va đập cao nhưng có một số vấn đề như bề mặt yếu và tâm võng. Hệ số Abbe của các thấu kính thiouretan có xu hướng giảm đáng kể do tăng chỉ số khúc xạ. Thấu kính thioepoxy có các ưu điểm về chỉ số khúc xạ cao và hệ số Abbe nhưng dễ vỡ và không dễ nhuộm màu. Các nỗ lực để giải quyết vấn đề của thấu kính thiouretan và thấu kính thioepoxy đã được đề xuất. Ví dụ, patent Hàn Quốc số 10-0417985 và patent Nhật số Hei 11-352302 đề xuất phương pháp sản xuất thấu kính bằng cách đồng trùng hợp hai nhựa có đặc tính khác nhau, tức là bằng cách đồng trùng hợp các hợp chất thioepoxy, polythiol và polyisoxyanat.

Tuy nhiên, một số thấu kính thioepoxy chứa các hợp chất thioepoxy dưới dạng monome vẫn không có màu ổn định. Patent Hàn Quốc số 10-0681218 cho thấy rằng độ

tinh khiết của hợp chất thioepoxy được chuyển hóa từ hợp chất epoxy, tức là hàm lượng các sản phẩm phụ trong quá trình chuyển hóa hợp chất thioepoxy, là yếu tố ảnh hưởng đến màu sắc của thấu kính. Ngoài ra, patent này cũng bộc lộ chế phẩm trùng hợp được chứa lượng sản phẩm phụ giảm và phương pháp giảm hàm lượng các sản phẩm phụ.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

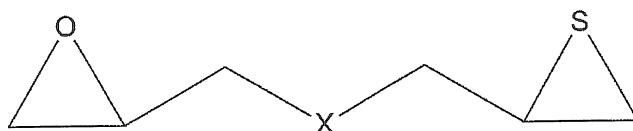
Sáng chế được tạo ra khi xem xét vấn đề bất ổn về màu sắc gặp phải ở các thấu kính thioepoxy nói chung chứa hợp chất thioepoxy làm monome chính, và mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất vật liệu quang thioepoxy trong suốt, chất lượng cao, không có các vấn đề về màu sắc, và sự mất cân bằng khi tháo khuôn và trùng hợp, chế phẩm trùng hợp được để sử dụng trong phương pháp này, và hợp chất thioepoxy để sử dụng trong chế phẩm trùng hợp được này.

Các tác giả của sáng chế đã bất ngờ phát hiện rằng hợp chất thioepoxy chứa từ 4,1 đến 15% khối lượng là 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua và/hoặc 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua, là các hợp chất trung gian có cả nhóm 2,3-epoxypropyl và nhóm 2,3-epithiopropyl có được do sự chuyển hóa không hoàn toàn nhóm epoxy thành nhóm thioepoxy khi điều chế hợp chất thioepoxy, sẽ có màu tốt hơn so với hợp chất thioepoxy chứa ít hơn 4% khối lượng hoặc nhiều hơn 15% khối lượng là 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua và/hoặc 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua. Các tác giả sáng chế cũng đã phát hiện rằng vật liệu quang được sản xuất bằng cách sử dụng hợp chất thioepoxy chứa từ 4,1 đến 15% khối lượng là 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua và/hoặc 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua không bị ố vàng, có màu sắc tốt, và không gặp phải các vấn đề liên quan đến sự mất cân bằng trong tháo khuôn và trùng hợp. Sáng chế được hoàn thành dựa trên những phát hiện này.

Giải pháp kỹ thuật

Sáng chế đề xuất chế phẩm trùng hợp được chứa hợp chất thioepoxy (A) và hợp chất (B) được tạo ra dưới dạng sản phẩm phụ của quá trình điều chế hợp chất thioepoxy (A) trong đó hợp chất (B) là ít nhất một trong số các hợp chất 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua và 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua có công thức 1 và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 4,1 đến 15% khối lượng.

[Công thức 1]



(X= S, S-S)

Sáng chế cũng đề xuất chế phẩm trùng hợp được chứa hợp chất thioepoxy. Chế phẩm trùng hợp được này có thể bao gồm thêm hợp chất polyisoxyanat và/hoặc hợp chất polythiol. Chế phẩm trùng hợp được này có thể bao gồm thêm hợp chất olefin làm chất cải biến nhựa phản ứng. Chế phẩm trùng hợp được này có thể bao gồm thêm chất trợ tháo khuôn bên trong.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất vật liệu quang thioepoxy, bao gồm bước trùng hợp chế phẩm trùng hợp được.

Sáng chế cũng đề xuất vật liệu quang thioepoxy thu được bằng cách trùng hợp chế phẩm trùng hợp được và thấu kính quang học làm từ vật liệu quang này.

Các tác dụng có lợi

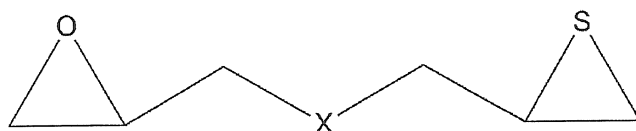
Chế phẩm trùng hợp được theo sáng chế bao gồm hợp chất thioepoxy chứa 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua và/hoặc 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua, là các hợp chất trung gian trong quá trình chuyển hóa nhóm epoxy thành nhóm thioepoxy. Bằng cách giới hạn hàm lượng (các) hợp chất trung gian trong hợp chất thioepoxy ở 4 đến 15% khối lượng, những vấn đề về sự bất ổn màu sắc, mất cân bằng trong tháo khuôn, và trùng hợp gặp phải ở các vật liệu quang thioepoxy nói chung có thể được giải quyết. Theo sáng chế, có thể dễ dàng sản xuất thấu kính trong suốt, chất lượng cao, với sản lượng lớn. Vật liệu quang thioepoxy thu được bằng phương pháp theo sáng chế thích hợp để sử dụng trong sản xuất các thấu kính hiệu chỉnh, kính chống nắng, kính thời trang, kính đổi màu, thấu kính máy ảnh, và các thấu kính dùng cho các dụng cụ quang học.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm trùng hợp được dùng cho vật liệu quang thioepoxy bao gồm hợp chất thioepoxy (A). Chế phẩm trùng hợp được này còn bao gồm từ 4,1 đến 15% khối lượng 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua và/hoặc 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua có công thức 1 sau, các hợp chất này được tạo

ra dưới dạng sản phẩm phụ trong điều chế hợp chất thioepoxy (A). 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua và 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua là các hợp chất trung gian được tạo ra khi nhóm epoxy được chuyển hóa thành nhóm thioepoxy khi điều chế hợp chất thioepoxy. Vật liệu quang được sản xuất bằng chế phẩm trùng hợp được chứa từ 4,1 đến 15% khối lượng của ít nhất một trong số các hợp chất trung gian có màu sắc tốt và không gặp phải các vấn đề liên quan đến sự mất cân bằng khi tháo khuôn và trùng hợp, so với vật liệu quang được sản xuất bằng chế phẩm trùng hợp được chứa ít hơn 4,1% khối lượng hoặc nhiều hơn 15% khối lượng của ít nhất một trong số các hợp chất trung gian.

[Công thức 1]



(X= S, S-S)

Ví dụ, hợp chất thioepoxy có thể được chọn từ: các hợp chất episulfua có khung vòng béo, như bis(2,3-epithiopropyl)sulfua, bis(2,3-epithiopropyl)disulfua, 2,3-epidithiopropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua, 2,3-epidithiopropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua, 1,3- và 1,4-bis(β-epithiopropylthio)xyclohexan, 1,3- và 1,4-bis(β-epithiopropylthiometyl)xyclohexan, bis[4-(β-epithiopropylthio)xyclohexyl]metan, 2,2-bis[4-(β-epithiopropylthio)xyclohexyl]propan, và bis[4-(β-epithiopropylthio)xyclohexyl]sulfua; các hợp chất episulfua có khung thơm, như 1,3- và 1,4-bis(β-epithiopropylthiometyl)benzen, bis[4-(β-epithiopropylthio)phenyl]metan, 2,2-bis[4-(β-epithiopropylthio)phenyl]propan, bis[4-(β-epithiopropylthio)phenyl]sulfua, bis[4-(β-epithiopropylthio)phenyl]sulfin, và 4,4-bis(β-epithiopropylthio)biphenyl; các hợp chất episulfua có khung mạch dithian, như 2,5-bis(β-epithiopropylthiometyl)-1,4-dithian, 2,5-bis(β-epithiopropylthioethyl)-1,4-dithian, 2,5-bis(β-epithiopropylthioethyl)-1,4-dithian, và 2,3,5-tri(β-epithiopropylthioethyl)-1,4-dithian; các hợp chất episulfua có khung béo, như 2-(2-β-epithiopropylthioethylthio)-1,3-bis(β-epithiopropylthio)propan, 1,2-bis[(2-β-epithiopropylthioethylthio)-3-(β-epithiopropylthio)propan, tetrakis(β-epithiopropylthiometyl)metan, 1,1,1-tris(β-epithiopropylthiometyl)propan, và bis(β-epithiopropyl)sulfua; và hỗn hợp của chúng. Cũng có thể sử dụng hợp chất thioepoxy, ví dụ, sản phẩm halogen hóa của hợp chất episulfua, như sản phẩm clo hóa hoặc brom

hóa của hợp chất có nhóm episulfua; sản phẩm alkyl hóa của hợp chất có nhóm episulfua; sản phẩm alkoxy hóa của hợp chất có nhóm episulfua; sản phẩm thế nitro của hợp chất có nhóm episulfua; sản phẩm cải biến tiền trùng hợp của hợp chất có nhóm episulfua bằng rượu polyhydric.

Tốt hơn nếu, hợp chất thioepoxy được chọn từ bis(2,3-epithiopropyl)sulfua, bis(2,3-epithiopropyl)disulfua, 2,3-epidithiopropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua, 2,3-epidithiopropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua, 1,3- và 1,4-bis(β-epithiopropylthio)xyclohexan, 1,3- và 1,4-bis(β-epithiopropylthiometyl)xyclohexan, 2,5-bis(β-epithiopropylthiometyl)-1,4-dithian, 2,5-bis(β-epithiopropylthioetylthiometyl)-1,4-dithian, 2-(2-β-epithiopropylthioetylthio)-1,3-bis(β-epithiopropylthio)propan, và hỗn hợp của chúng.

Sáng chế cũng đề xuất chế phẩm trùng hợp được bao gồm hợp chất thioepoxy. Chế phẩm trùng hợp được theo sáng chế có thể bao gồm thêm hợp chất polyisoxyanat. Hợp chất polyisoxyanat có thể là hợp chất bất kỳ có ít nhất một nhóm isoxyanat và/hoặc ít nhất một nhóm isothioxyanat. Ví dụ về các hợp chất polyisoxyanat bao gồm: các hợp chất isoxyanat béo, như 2,2-dimethylpentan diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, 2,2,4-trimethylhexan diisoxyanat, buten diisoxyanat, 1,3-butadien-1,4-diisoxyanat, 2,4,4-trimethylhexametylen diisoxyanat, 1,6,11-undecan triisoxyanat, 1,3,6-hexametylen triisoxyanat, 1,8-diisoxyanato-4-isoxyanatometyloctan, bis(isoxyanatoetyl)cacbonat, và bis(isoxyanatoetyl)ete; các hợp chất isoxyanat vòng béo, như isophoron diisoxyanat, 1,2-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, 1,3-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, dixyclohexylmetan diisoxyanat, xylohexan diisoxyanat, methylxylohexan diisoxyanat, dixyclohexyldimethylmetan isoxyanat, và 2,2-dimetyldixyclohexylmetan isoxyanat; các hợp chất isoxyanat thơm, như xylylen diisoxyanat (XDI), bis(isoxyanatoetyl)benzen, bis(isoxyanatopropyl)benzen, bis(isoxyanatobutyl)benzen, bis(isoxyanatometyl)naphtalen, bis(isoxyanatometyl)diphenyl ete, phenylen diisoxyanat, etylphenylen diisoxyanat, isopropylphenylen diisoxyanat, dimethylphenylen diisoxyanat, diethylphenylen diisoxyanat, diisopropylphenylen diisoxyanat, trimethylbenzen triisoxyanat, benzen triisoxyanat, biphenyl diisoxyanat, toluidin diisoxyanat, 4,4-diphenylmetan diisoxyanat, 3,3-dimetyldiphenylmetan-4,4-diisoxyanat, bibenzyl-4,4-diisoxyanat, bis(isoxyanatophenyl)etylen, 3,3-dimetoxybiphenyl-4,4-diisoxyanat, hexahydrobenzen diisoxyanat, và hexahydrodiphenylmetan-4,4-diisoxyanat; các hợp chất isoxyanat béo

chứa lưu huỳnh, như bis(isoxyanatoetyl)sulfua, bis(isoxyanatopropyl)sulfua, bis(isoxyanatohexyl) sulfua, bis(isoxyanatometyl)sulfon, bis(isoxyanatometyl)disulfua, bis(isoxyanatopropyl) disulfua, bis(isoxyanatometylthio)metan, bis(isoxyanatoetylthio) metan, bis(isoxyanatoetylthio)etan, bis(isoxyanatometylthio)etan, và 1,5-diisoxyanato-2-isoxyanatometyl-3-thiapentan; các hợp chất isoxyanat thơm chứa lưu huỳnh, như diphenylsulfua-2,4-diisoxyanat, diphenylsulfua-4,4-diisoxyanat, 3,3-dimetoxy-4,4-diisoxyanatodibenzyl thioete, bis(4-isoxyanatometylbenzen)sulfua, 4,4-metoxybenzenthioetylen glycol-3,3-diisoxyanat, diphenyldisulfua-4,4-diisoxyanat, 2,2-dimetyldiphenyldisulfua-5,5-diisoxyanat, 3,3-dimetyldiphenyldisulfua-5,5-diisoxyanat, 3,3-dimetyldiphenyldisulfua-6,6-diisoxyanat, 4,4-dimetyldiphenyldisulfua-5,5-diisoxyanat, 3,3-dimetoxydiphenyldisulfua-4,4-diisoxyanat, và 4,4-dimetoxydiphenyldisulfua-3,3-diisoxyanat; và các hợp chất isoxyanat dị vòng chứa lưu huỳnh, như 2,5-diisoxyanatothiophen, 2,5-bis(isoxyanatometyl)thiophen, 2,5-diisoxyanatotetrahydrothiophen, 2,5-bis(isoxyanatometyl)tetrahydrothiophen, 3,4-bis(isoxyanatometyl)tetrahydrothiophen, 2,5-diisoxyanato-1,4-dithian, 2,5-bis(isoxyanatometyl)-1,4-dithian, 4,5-diisoxyanato-1,3-dithiolan, 4,5-bis(isoxyanatometyl)-1,3-dithiolan, và 4,5-bis(isoxyanatometyl)-2-metyl-1,3-dithiolan. Các hợp chất polyisoxyanat có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất trong số chúng. Các hợp chất khác có ít nhất một nhóm isoxyanat và/hoặc ít nhất một nhóm isothioxyanat có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất trong số chúng. Các sản phẩm halogen hóa (ví dụ, các sản phẩm clo hóa và brom hóa) của hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm alkyl hóa, alkoxyl hóa và sản phẩm thế nitro của các hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm cải biến tiền trùng hợp của các hợp chất isoxyanat bằng rượu polyhydric hoặc thiol cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm cải biến carbodiimit-, urea- và biuret- của các hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm phản ứng dime hóa hoặc trime hóa của hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng.

Tốt hơn nếu, hợp chất polyisoxyanat được chọn từ isophoron diisoxyanat (IPDI), hexametylen diisoxyanat (HDI), dixyclohexyl metandiisoxyanat (H12MDI), xylylen diisoxyanat (XDI), 3,8-bis(isoxyanatometyl)trixyclo[5,2,1,0^{2,6}]decan, 3,9-bis(isoxyanatometyl)trixyclo[5,2,1,0^{2,6}]decan, 4,8-bis(isoxyanatometyl)trixyclo[5,2,1,0^{2,6}]decan, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2,2,1]heptan, 2,6-

bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2,2,1]heptan, và hỗn hợp của chúng.

Chế phẩm trùng hợp được theo sáng chế có thể bao gồm thêm hợp chất polythiol. Hợp chất polythiol không bị giới hạn cụ thể miễn là nó có ít nhất một nhóm thiol. Ví dụ về các hợp chất polythiol này bao gồm bis(2-mercaptoetyl)sulfua, 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan, 2,3-bis(2-mercaptoetylthio)propan-1-thiol, 2,2-bis(mercaptometyl)-1,3-propandithiol, tetrakis(mercaptometyl)metan, 2-(2-mercaptoetylthio)propan-1,3-dithiol, 2-(2,3-bis(2-mercaptoetylthio)propylthio)etanthiol, bis(2,3-dimercaptopropanyl)sulfua, bis(2,3-dimercaptopropanyl)disulfua, 1,2-bis(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropan, 1,2-bis(2-(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropylthio)etan, bis(2-(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropyl)sulfua, bis(2-(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropyl)disulfua, 2-(2-mercaptoetylthio)-3-2-mercapto-3-[3-mercapto-2-(2-mercaptoetylthio)-propylthio]propylthioprop-1-thiol, 2,2-bis(3-mercaptopropionyloxymetyl)-butyl este, 2-(2-mercaptoetylthio)-3-(2-(2-[3-mercapto-2-(2-mercaptoetylthio)-propylthio]etylthio)etylthio)propan-1-thiol, (4R,11S)-4,11-bis(mercaptometyl)-3,6,9,12-tetrathiatetradecan-1,14-dithiol, (S)-3-((R)-2,3-dimercaptopropyl)thio)propan-1,2-dithiol, (4R,14R)-4,14-bis(mercaptometyl)-3,6,9,12,15-pentathiaheptan-1,17-dithiol, 3-(3-mercapto-2-((2-mercaptoetyl)thio)propyl)thio)propyl)thio)-2-((2-mercaptoetyl)thio)propan-1-thiol, 3,3'-dithiobis(propan-1,2-dithiol), (7R,11S)-7,11-bis(mercaptometyl)-3,6,9,12,15-pentathiaheptan-1,17-dithiol, (7R,12S)-7,12-bis(mercaptometyl)-3,6,9,10,13,16-hexathiaoctadecan-1,18-dithiol, 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), trimetylolpropan tris(3-mercaptopropionat), pentaerythritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), bispentaerythritol-ete-hexakis(3-mercaptopropionat), 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)propan, 1,1,2,2-tetrakis(mercaptometylthio)etan, 4,6-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithian, và 2-(2,2-bis(mercaptodimetylthio)etyl)-1,3-dithietan. Các hợp chất polythiol này có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hay nhiều hợp chất trong số chúng. Cũng có thể sử dụng hợp chất polythiol, ví dụ, sản phẩm cải biến trùng hợp thu được bằng cách tiền trùng hợp với hợp chất isoxyanat, hợp chất thioepoxy, hợp chất thietan, hoặc hợp chất có liên kết không no dưới dạng chất cải biến nhựa.

Tốt hơn nếu, hợp chất polythiol là bis(2-mercaptoetyl)sulfua hoặc hỗn hợp của bis(2-mercaptoetyl)sulfua và một hoặc nhiều hợp chất polythiol khác.

Chế phẩm trùng hợp được theo sáng chế có thể bao gồm thêm chất trợ tháo khuôn bên trong. Tốt hơn nếu chất trợ tháo khuôn bên trong là hợp chất phosphat axit. Hợp chất phosphat axit được điều chế bằng cách bổ sung 2 đến 3 mol hợp chất rượu vào phospho pentoxit (P_2O_5). Hợp chất phosphat có thể có một số dạng tùy thuộc vào loại rượu được sử dụng. Các hợp chất phosphat đại diện là các hợp chất trong đó etylen oxit hoặc propylen oxit được bổ sung vào rượu béo hoặc nhóm nonylphenol. Khi chế phẩm trùng hợp được theo sáng chế bao gồm hợp chất phosphat cộng etylen oxit hoặc propylen oxit làm chất trợ tháo khuôn bên trong, có thể sản xuất được vật liệu quang với khả năng tháo khuôn tốt và chất lượng cao. Tốt hơn nếu chất trợ tháo khuôn bên trong được chọn từ nhóm gồm 4-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 5M, 80% sản phẩm cộng khối lượng etylen oxit 4M, 10% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 3M, và 5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 1M)], 8-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 9M, 80% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 8M, 5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 7M, 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 6M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 5M)], 12-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 13M, 80% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 12M, 8% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 11M, 3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 9M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 4M)], 16-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 17M, 79% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 16M, 10% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 15M, 4% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 14M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 13M)], 20-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 21M, 78% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 20M, 7% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 19M, 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 18M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 17M)], 4-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 5M, 80% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 4M, 10% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 3M, và 5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 1M)], 8-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 9M, 80% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 8M, 5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 7M, 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 6M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 5M)], 12-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete

phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 13M, 80% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 12M, 8% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 11M, 3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 9M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 4M)], 16-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 17M, 79% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 16M, 10% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 15M, 4% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 14M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 13M)], và 20-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 21M, 78% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 20M, 7% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 19M, 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 18M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 17M)], Zelec UNTM, và hỗn hợp của chúng. Các sản phẩm thể khác nhau của hợp chất phosphat, bao gồm sản phẩm halogen hóa của hợp chất phosphat cũng có thể được sử dụng với cùng mục đích.

Chế phẩm trùng hợp được theo sáng chế có thể bao gồm thêm hợp chất olefin làm chất cải biến nhựa phản ứng với mục đích kiểm soát độ bền va đập, tỷ trọng và độ nhớt của monome để cải thiện các đặc tính quang học của nhựa quang học copolyme (vật liệu quang). Các ví dụ về các hợp chất olefin bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở: các hợp chất (met)acrylat, như benzyl acrylat, benzyl metacrylat, butoxyetyl acrylat, butoxymetyl metacrylat, xyclohexyl acrylat, xyclohexyl metacrylat, 2-hydroxyetyl acrylat, 2-hydroxymetyl metacrylat, glyxidyl acrylat, glyxidyl metacrylat, phenoxyetyl acrylat, phenoxyetyl metacrylat, phenyl metacrylat, etylen glycol diacrylat, etylen glycol dimetacrylat, dietylen glycol diacrylat, dietylen glycol dimetacrylat, trietylen glycol diacrylat, trietylen glycol dimetacrylat, tetraetylen glycol diacrylat, tetraetylen glycol dimetacrylat, polyetylen glycol diacrylat, polyetylen glycol dimetacrylat, neopentyl glycol diacrylat, neopentyl glycol dimetacrylat, etylen glycol bisglyxidyl acrylat, etylen glycol bisglyxidyl metacrylat, bisphenol A diacrylat, bisphenol A dimetacrylat, 2,2-bis(4-acryloxyetoxyphenyl)propan, 2,2-bis(4-metacryloxyetoxyphenyl)propan, 2,2-bis(4-acryloxydietoxyphenyl)propan, 2,2-bis(4-metacryloxydietoxyphenyl)propan, bisphenol F diacrylat, bisphenol F dimetacrylat, 1,1-bis(4-acryloxyetoxyphenyl)metan, 1,1-bis(4-metacryloxyetoxyphenyl)metan, 1,1-bis(4-acryloxydietoxyphenyl)metan, 1,1-bis(4-metacryloxydietoxyphenyl)metan, dimetyloltrixyclodecan diacrylat, trimetylolpropan triacrylat, trimetylolpropan trimetacrylat, glyxerol diacrylat, glyxerol dimetacrylat, pentaerythritol triacrylat,

pentaerythritol tetraacrylat, pentaerythritol tetrametacrylat, methylthioacrylat, methylthiometacrylat, phenylthioacrylat, benzylthiometacrylat, xylylen dithiol diacrylat, xylylen dithiol dimetacrylat, mercaptoetyl sulfua diacrylat, và mercaptoetyl sulfua dimetacrylat; các hợp chất alyl, như alyl glycidyl ete, dialyl phtalat, dialyl terephtalat, dialyl isophtalat, dialyl cacbonat, và dietylen glycol bisalyl cacbonat; và các hợp chất vinyl, như styren, clorostyren, metylstyren, bromostyren, dibromostyren, divinylbenzen, và 3,9-divinyl spiro-bi(meta-dioxan). Các hợp chất olefin có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hay nhiều hợp chất trong số chúng.

Sáng chế cũng đề xuất vật liệu quang được sản xuất bằng cách trùng hợp tạo khuôn chế phẩm trùng hợp được. Cụ thể, vật liệu quang theo sáng chế được sản xuất bằng cách điền đầy và trùng hợp chế phẩm trùng hợp được trong khuôn giữ bằng đệm hoặc dây. Nếu cần thiết, chế phẩm trùng hợp được có thể được loại bỏ khí trong điều kiện áp suất giảm hoặc được lọc trong điều kiện áp suất dương hoặc âm tùy thuộc vào các đặc tính vật lý cần thiết của thấu kính nhựa cần sản xuất. Điều kiện trùng hợp phụ thuộc rất nhiều vào chế phẩm trùng hợp được, loại và lượng chất xúc tác được sử dụng và hình dạng của khuôn. Ví dụ, quá trình trùng hợp có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ -50 đến 150°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 đến 50 giờ, nhưng không bị giới hạn bởi các điều kiện này. Tốt hơn là hóa rắn chế phẩm trùng hợp được trong thời gian từ 1 đến 48 giờ trong khi duy trì hoặc gia tăng từ từ nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 150°C .

Sau khi hóa rắn, nếu cần thiết, copolyme của hợp chất thioepoxy, hợp chất isoxyanat và hợp chất thiol có thể được cho tiến hành xử lý nhiệt thích hợp như tôi chẳng hạn. Quá trình xử lý nhiệt thông thường được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 150°C , tốt hơn nằm trong khoảng từ 90 đến 140°C .

Tốt hơn, hợp chất phosphat axit làm chất trợ tháo khuôn bên trong được bổ sung vào chế phẩm theo sáng chế trước khi trùng hợp tạo khuôn. Hợp chất phosphat axit là cùng loại mô tả trên đây. Một hoặc nhiều chất phụ gia sử dụng trong các phương pháp đúc đã biết có thể được bổ sung trong quá trình trùng hợp tùy theo các mục đích dự định. Ví dụ về chất phụ gia như vậy bao gồm chất kéo dài mạch, chất liên kết ngang, chất ổn định ánh sáng, chất hấp thụ UV, chất chống oxy hóa, chất chống tạo màu, thuốc nhuộm hòa tan trong dầu, chất độn và chất tăng dính. Cụ thể, chất xúc tác đóng vai trò quan trọng trong việc hóa rắn chế phẩm trùng hợp được theo sáng chế. Chất xúc tác điển hình là các chất hóa rắn epoxy. Các hợp chất amin cũng có thể được sử dụng. Cần thận trọng

khi sử dụng các amin mạnh vì chúng phản ứng mãnh liệt với isoxyanat. Theo sáng chế, muối axit của các amin, muối phosphoni, phosphin và các amin bậc ba không có nhóm rút điện tử, axit Lewis và chất khơi mào gốc được sử dụng chủ yếu. Loại và lượng chất xúc tác có thể thay đổi tùy theo các ứng dụng dự định.

Nhựa copolyme theo sáng chế có thể được sản xuất thành các sản phẩm đúc khác nhau bằng cách thay đổi khuôn đúc trùng hợp. Nhựa copolyme có thể được sử dụng làm nguyên liệu cho các sản phẩm quang học khác nhau như thấu kính đeo mắt, thấu kính máy ảnh và điốt phát sáng (light emitting diode - LED). Nhựa copolyme đặc biệt thích hợp để sử dụng trong sản xuất các dụng cụ quang học cũng như các sản phẩm quang học như thấu kính đeo mắt, thấu kính máy ảnh và điốt phát sáng (LED).

Sáng chế cũng đề xuất thấu kính nhựa sử dụng nhựa copolyme. Thấu kính nhựa theo sáng chế có thể bao gồm các lớp phủ ở một mặt hoặc cả hai mặt của nó, nếu cần thiết. Ví dụ về các lớp phủ bao gồm lớp phủ lót, lớp phủ cứng, lớp phủ chống phản chiếu, lớp phủ chống mờ, lớp phủ chống gỉ bẩn và lớp phủ không thấm nước. Các lớp phủ này có thể được tạo ra riêng biệt hoặc có thể được kết hợp để tạo ra kết cấu nhiều lớp. Các lớp phủ tạo ra ở cả hai mặt của thấu kính nhựa có thể là giống nhau hoặc khác nhau.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây được đưa ra chỉ nhằm mục đích minh họa và không dự định để giới hạn phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Phương pháp thử nghiệm và đánh giá

Các giá trị YI của nhựa được đo bằng cách sử dụng quang phổ kế UV-Vis (Model UV-2450, SHIMADZU) được lắp tụ sáng IRS-2200. Để đo, YI của không khí được dùng làm đối chứng và mỗi nhựa được cố định vào một kẹp thấu kính. YI là trị số màu vàng và có thể đo được bằng sắc kế. YI thấp hơn cho thấy màu tốt hơn. Màu của nhựa được đánh giá là “kém (×)” khi giá trị YI của nhựa chênh lệch +1 hoặc lớn hơn so với giá trị này của nhựa thu được trong ví dụ 1, và là “tốt (○)” khi độ chênh lệch giá trị YI nhỏ hơn +1.

Chỉ số khúc xạ (nE) và hệ số Abbe được xác định nhờ sử dụng các mẫu khúc xạ kế Abbe IT và DR-M4 (Atago) ở nhiệt độ 20°C.

Ví dụ tổng hợp 1 - Tổng hợp bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCPS)

Epichlorhydrin (5563g, 60,12mol) và metanol (2500g) được đưa vào bình phản ứng thể tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được điều chỉnh đến 6°C. Khi nhiệt độ phản ứng đạt tới 6°C, natri hydroxit (dung dịch nước 50%, 5g) được bổ sung vào hỗn hợp. NaSH·xH₂O (NaSH 70%, 3660g, 45,75mol), metanol (1000g) và nước (500g) được hòa tan hoàn toàn bằng cách khuấy trong một bình phản ứng dung tích 10L khác, và axit clohydric được từ từ bổ sung nhỏ giọt vào bình phản ứng đó để tạo ra khí hydro sulfua. Khí sulfua hydro được bổ sung vào dung dịch epichlorhydrin để thu được bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua. Thời điểm phản ứng hoàn thành được xác định là thời điểm khi epichlorhydrin và 3-clo-2-hydroxy-propan-1-thiol biến mất hoàn toàn và bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua được tạo ra, quá trình này được xác nhận bằng GC. Khi có mặt 3-clo-2-hydroxy-propan-1-thiol, hàm lượng hợp chất thiol được tính toán từ tỷ lệ phần nguyên tương đối bằng GC và epichlorhydrin được bổ sung thêm với lượng tương ứng với hàm lượng đã tính toán. Phản ứng của epichlorhydrin và hợp chất thiol tạo ra bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCPS).

Ví dụ tổng hợp 2 - Tổng hợp bis(3-clo-2-hydroxypropyl)disulfua (BCPDS)

Epichlorhydrin (5563g, 60,12mol) và metanol (2500g) được đưa vào bình phản ứng dung tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được điều chỉnh đến 5°C. Khi nhiệt độ phản ứng đạt 5°C, natri hydroxit (dung dịch nước 50%, 5g) được bổ sung vào hỗn hợp. NaSH·xH₂O (NaSH 70%, 3660g, 45,75mol), metanol (1000g) và nước (500g) được hòa tan hoàn toàn bằng cách khuấy trong một bình phản ứng dung tích 10L khác, và axit clohydric được từ từ bổ sung nhỏ giọt vào bình phản ứng này để tạo ra khí hydro sulfua. Khí hydro sulfua được bổ sung vào dung dịch epichlorhydrin để thu được 3-clo-2-hydroxy-propan-1-thiol. Phản ứng được dừng khi epichlorhydrin biến mất hoàn toàn và 3-clo-2-hydroxy-propan-1-thiol được tạo ra, điều này được xác nhận bằng GC. Hỗn hợp phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm để thu được 6550g 3-clo-2-hydroxy-propan-1-thiol. 3-clo-2-hydroxy-propan-1-thiol (1500g, 11,85mol) và metanol (1500g) được đưa vào bình phản ứng. Hỗn hợp này được làm mát đến 10°C, và sau đó hydro peroxit 35% (575,61g, 5,92mol) được từ từ bổ sung nhỏ giọt vào đó, để tạo ra bis(3-clo-2-hydroxypropyl)disulfua (BCPDS).

Ví dụ tổng hợp 3 - Tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (BEPS-1)

1072,48g (8,47mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua, 1300g toluen, và 800g metanol được đưa vào bình phản ứng dung tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được điều chỉnh đến 30°C bằng cách khuấy. Khi nhiệt độ phản ứng đạt 25°C, NaOH (dung dịch nước 50%, 783,08g, 9,78mol) được bổ sung nhỏ giọt trong 1 giờ. Phản ứng được thực hiện khi duy trì nhiệt độ ở 35-37°C. Sau khi để yên ở 37°C trong khoảng 30 phút, 2000g toluen được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, tiếp theo là khuấy trong khoảng 10 phút. Hỗn hợp thu được được để yên để tách lớp. Lớp hữu cơ phía trên được rửa hai lần bằng nước, và sau đó nước được loại bỏ càng nhiều càng tốt. Bổ sung vào lớp hữu cơ này 400g metanol. Sau khi khuấy, thiourea (1117,65g, 14,30mol) và anhydrit axetic (70g) được bổ sung ở nhiệt độ 8°C. Phản ứng được tiếp tục ở 18°C trong 18 giờ. Phản ứng được dừng khi hầu hết các nguyên liệu ban đầu biến mất, điều này được xác nhận bằng HPLC, và hàm lượng 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua đạt đến 6%, điều này được xác nhận bằng phân tích GC. Sau khi phản ứng hoàn thành, dừng việc khuấy để tách lớp. Lớp hữu cơ thu được được rửa ba lần bằng nước và dung môi hữu cơ được loại bỏ, để tạo ra bis(2,3-epithiopropyl)sulfua. Sản phẩm có chỉ số khúc xạ (n_D , 20 °C) 1,618.

Ví dụ tổng hợp 4 - Tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (BEPS-2)

1072,48g (8,47mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua, 1300g toluen, và 800g metanol được đưa vào bình phản ứng dung tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được điều chỉnh đến 30 °C có khuấy. Khi nhiệt độ phản ứng đạt 25°C, NaOH (dung dịch nước 50%, 783,08g, 9,78mol) được bổ sung nhỏ giọt trong 1 giờ. Phản ứng được thực hiện khi duy trì nhiệt độ ở 35-37°C. Sau khi để yên ở 37 °C trong khoảng 30 phút, 2000g toluen được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, tiếp theo khuấy trong khoảng 10 phút. Hỗn hợp thu được được để yên để tách lớp. Lớp hữu cơ phía trên được rửa hai lần bằng nước, và sau đó nước được loại bỏ càng nhiều càng tốt. Bổ sung vào lớp hữu cơ này 400g metanol. Sau khi khuấy, thiourea (1117,65g, 14,30mol) và anhydrit axetic (70g) được bổ sung vào ở nhiệt độ 8°C. Phản ứng được tiếp tục ở 18°C trong 18 giờ. Phản ứng được dừng khi hầu hết các nguyên liệu ban đầu biến mất, điều này được xác nhận bằng HPLC, và hàm lượng 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua đạt đến 9%, điều này được xác nhận bằng phân tích GC. Sau khi phản ứng hoàn thành, dừng việc khuấy để tách lớp. Lớp hữu cơ thu được được rửa ba lần bằng nước và dung môi hữu cơ được loại bỏ, để tạo ra bis(2,3-epithiopropyl)sulfua. Sản phẩm có chỉ số khúc xạ (n_D , 20 °C) 1,614.

Ví dụ tổng hợp 5 Tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (BEPS-3)

1072,48g (8,47mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua, 1300g toluen, và 800g metanol được đưa vào bình phản ứng dung tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được điều chỉnh đến 30°C có khuấy. Khi nhiệt độ phản ứng đạt 25°C, NaOH (dung dịch nước 50%, 783,08g, 9,78mol) được bổ sung nhỏ giọt trong 1 giờ. Phản ứng được thực hiện khi duy trì nhiệt độ ở 35-37°C. Sau khi để yên ở 37°C trong khoảng 30 phút, 2000g toluen được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, tiếp theo khuấy trong khoảng 10 phút. Hỗn hợp thu được được để yên để tách lớp. Lớp hữu cơ phía trên được rửa hai lần bằng nước, và sau đó nước được loại bỏ càng nhiều càng tốt. Bổ sung vào lớp hữu cơ này 400g metanol. Sau khi khuấy, thiourea (1117,65g, 14,30mol) và anhydrit axetic (70g) được bổ sung vào ở nhiệt độ 8°C. Phản ứng được tiếp tục ở 18°C trong 18 giờ. Phản ứng được dừng khi hầu hết các nguyên liệu ban đầu biến mất, điều này được xác nhận bằng HPLC, và hàm lượng 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua đạt 14%, điều này được xác nhận bằng phân tích GC. Sau khi phản ứng hoàn thành, dừng việc khuấy để tách lớp. Lớp hữu cơ thu được được rửa ba lần bằng nước và dung môi hữu cơ được loại bỏ, để tạo ra bis(2,3-epithiopropyl)sulfua. Sản phẩm có chỉ số khúc xạ (nD, 20 °C) 1,611.

Ví dụ tổng hợp 6 - Tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl)disulfua (BEPDS)

1229,34g (4,89mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)disulfua, 1300g toluen, và 800g metanol được đưa vào bình phản ứng dung tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được điều chỉnh đến 30°C có khuấy. Khi nhiệt độ phản ứng đạt 25°C, NaOH (dung dịch nước 50%, 783,08g, 9,78mol) được bổ sung nhỏ giọt trong 1 giờ. Phản ứng được thực hiện khi duy trì nhiệt độ ở 35-37°C. Sau khi để yên ở 37°C trong khoảng 30 phút, 2000g toluen được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, tiếp theo khuấy trong khoảng 10 phút. Hỗn hợp thu được được để yên để tách lớp. Lớp hữu cơ phía trên được rửa hai lần bằng nước, và sau đó nước được loại bỏ càng nhiều càng tốt. Bổ sung vào lớp hữu cơ này 400g metanol. Sau khi khuấy, thiourea (1117,65g, 14,30mol) và anhydrit axetic (70g) được bổ sung vào ở nhiệt độ 8°C. Phản ứng được tiếp tục ở 18°C trong 18 giờ. Phản ứng được dừng khi hầu hết các nguyên liệu ban đầu biến mất, điều này được xác nhận bằng HPLC, và hàm lượng 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua đạt 10%, điều này được xác nhận bằng phân tích GC. Sau khi phản ứng hoàn thành, dừng việc khuấy để tách lớp. Lớp hữu cơ thu được được rửa ba lần bằng nước và dung môi hữu cơ được loại bỏ, để tạo ra bis(2,3-epithiopropyl)disulfua (BEPDS). Sản phẩm có chỉ số khúc xạ (nD, 20 °C) 1,631.

Ví dụ tổng hợp so sánh 1 - Tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (BEPS-4)

1072,48g (8,47mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua, 1300g toluen, và 800g metanol được đưa vào bình phản ứng dung tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được điều chỉnh đến 30°C có khuấy. Khi nhiệt độ phản ứng đạt 25°C, NaOH (dung dịch nước 50%, 783,08g, 9,78mol) được bổ sung nhỏ giọt trong 1 giờ. Phản ứng được thực hiện khi duy trì nhiệt độ ở 35-37°C. Sau khi để yên ở 37°C trong khoảng 30 phút, 2000g toluen được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, tiếp theo khuấy trong khoảng 10 phút. Hỗn hợp thu được được để yên để tách lớp. Lớp hữu cơ phía trên được rửa hai lần bằng nước, và sau đó nước được loại bỏ càng nhiều càng tốt. Bổ sung vào lớp hữu cơ này 400g metanol. Sau khi khuấy, thiourea (1117,65g, 14,30mol) và anhydrit axetic (70g) được bổ sung vào ở nhiệt độ 8°C. Phản ứng được tiếp tục ở 18°C trong 18 giờ. Phản ứng được dừng khi hầu hết các nguyên liệu ban đầu biến mất, điều này được xác nhận bằng HPLC, và hàm lượng 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua đạt 3,5%, điều này được xác nhận bằng phân tích GC. Sau khi phản ứng hoàn thành, dừng việc khuấy để tách lớp. Lớp hữu cơ thu được được rửa ba lần bằng nước và dung môi hữu cơ được loại bỏ, để tạo ra bis(2,3-epithiopropyl)sulfua. Sản phẩm có chỉ số khúc xạ (nD, 20 °C) 1,623.

Ví dụ tổng hợp so sánh 2 - Tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (BEPS-5)

1072,48g (8,47mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua, 1300g toluen, và 800g metanol được đưa vào bình phản ứng dung tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được điều chỉnh đến 30°C có khuấy. Khi nhiệt độ phản ứng đạt 25°C, NaOH (dung dịch nước 50%, 783,08g, 9,78mol) được bổ sung nhỏ giọt trong 1 giờ. Phản ứng được thực hiện khi duy trì nhiệt độ ở 35-37°C. Sau khi để yên ở 37°C trong khoảng 30 phút, 2000g toluen được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, tiếp theo khuấy trong khoảng 10 phút. Hỗn hợp thu được được để yên để tách lớp. Lớp hữu cơ phía trên được rửa hai lần bằng nước, và sau đó nước được loại bỏ càng nhiều càng tốt. Bổ sung vào lớp hữu cơ này 400g metanol. Sau khi khuấy, thiourea (1117,65g, 14,30mol) và anhydrit axetic (70g) được bổ sung vào ở nhiệt độ 8°C. Phản ứng được tiếp tục ở 18°C trong 18 giờ. Phản ứng được dừng khi hầu hết các nguyên liệu ban đầu biến mất, điều này được xác nhận bằng HPLC, và hàm lượng 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua reached 16%, điều này được xác nhận bằng phân tích GC. Sau khi phản ứng hoàn thành, dừng việc khuấy để tách lớp. Lớp hữu cơ thu được được rửa ba lần bằng nước và dung môi hữu cơ được loại bỏ, để tạo ra bis(2,3-epithiopropyl)sulfua. Sản phẩm có chỉ số khúc xạ (nD, 20 °C) 1,607.

Ví dụ 1

89g bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (BEPS-1) được điều chế trong Ví dụ tổng hợp 3 làm hợp chất thioepoxy, 5g isophoron diisoxyanat làm hợp chất isoxyanat, 6g bis(2-mercaptoethyl)sulfua làm hợp chất thiol, 0,15g 8-PENPP làm chất trợ tháo khuôn bên trong, 0,2g tetrabutylphosphoni bromua, 0,1g triphenylphosphin, HTAQ (20ppm) và PRD (10ppm) làm thuốc nhuộm hữu cơ, và 1,5g HOPBT là chất hấp thụ UV được trộn và hòa tan ở 20°C để tạo ra dung dịch đồng nhất. 8-PENPP chỉ polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 9M, 80% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 8M, 5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 7M, 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 6M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 5M) dưới dạng este của axit phosphoric. Dung dịch này được loại khí ở áp suất 400Pa trong 1 giờ, lọc qua bộ lọc PTFE 1 μ m, và nạp vào khuôn từ khuôn thủy tinh và dây. Sau khi khuôn được nạp vào lò trùng hợp, nhiệt độ được tăng chậm từ 25 đến 130°C trong thời gian 21 giờ. Sau khi hoàn thành việc trùng hợp, khuôn được lấy ra khỏi lò. Khả năng tháo sản phẩm đúc khỏi khuôn là tốt. Nhựa thu được được tôi ở 130°C trong 4 giờ. Nhựa được tôi được đo là có chỉ số khúc xạ (nE) 1,699 và hệ số Abbe 35. Trạng thái của dung dịch trước khi nạp vào khuôn được quan sát bằng mắt thường, và việc quan sát được thực hiện để xem những khiếm khuyết dạng vòng tròn có được tạo ra trên bề mặt sản phẩm đúc sau khi tháo khuôn hay không. Kết quả là, không quan sát được bất thường gì và không thấy có sự tẩy trắng. Nhựa này có giá trị YI là 1,61 và có chất lượng ổn định.

Các ví dụ 2-4

Các chế phẩm được điều chế và các thấu kính quang học được sản xuất theo cùng cách như trong ví dụ 1, trừ việc thay đổi các hợp chất và lượng của chúng như được thể hiện trong bảng 1. Các đặc tính vật lý của thấu kính được đánh giá, và kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Các ví dụ so sánh 1-2

Các chế phẩm được điều chế và các thấu kính quang học được sản xuất theo cùng cách như trong ví dụ 1, trừ việc thay đổi các hợp chất và lượng của chúng như được thể hiện trong bảng 1. Các đặc tính vật lý của thấu kính được đánh giá, và kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

Ví dụ số	Hợp chất thioepoxy	Hợp chất isoxyanat	Hợp chất thiol	Chỉ số khúc xạ (n _E)	Khả năng tháo khuôn	Màu
Ví dụ 1	BEPS-1 89g	IPDI 5g	BMES 6g	1,699	○	○
Ví dụ 2	BEPS-2 89g	IPDI 5g	BMES 6g	1,697	○	○
Ví dụ 3	BEPS-3 89g	IPDI 5g	BMES 6g	1,695	○	○
Ví dụ 4	BEPDS 91g	IPDI 4g	BMES 5g	1,738	○	○
Ví dụ so sánh 1	BEPS-4 89g	IPDI 5g	BMES 6g	1,702	○	×
Ví dụ so sánh 2	BEPS-5 89g	IPDI 5g	BMES 6g	1,687	×	○

Các chữ viết tắt

Monome

BEPS: Bis(2,3-epithiopropyl)sulfua

BEPDS: Bis(2,3-epithiopropyl)disulfua

BMES: Bis(2-mercaptoethyl)sulfua

IPDI: Isophoron diisoxyanat

HOPBT: 2-(2'-Hydroxy-5'-t-octylphenyl)-2H-benzotriazol

TBPB: Tetrabutylphosphoni bromua

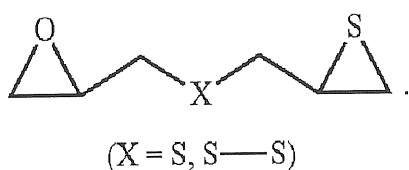
HTQA: 1-Hydroxy-4-(p-toluidin)antraquinon

PRD: thuốc nhuộm perinon

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm trùng hợp được chứa hợp chất thioepoxy (A) và hợp chất (B) được tạo ra dưới dạng sản phẩm phụ trong quá trình điều chế hợp chất thioepoxy (A) trong đó hợp chất (B) là ít nhất một trong số các hợp chất 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)sulfua và 2,3-epoxypropyl(2,3-epithiopropyl)disulfua có công thức 1 và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 4,5 đến 15% tổng khối lượng của hợp chất (A) và hợp chất (B):

Công thức 1



2. Chế phẩm trùng hợp được theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn chứa muối phosphoni làm chất xúc tác phản ứng trùng hợp.
3. Chế phẩm trùng hợp được theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn chứa hợp chất polyisoxyanat.
4. Chế phẩm trùng hợp được theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn chứa hợp chất polythiol.
5. Chế phẩm trùng hợp được theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn chứa hợp chất polyisoxyanat, hợp chất polythiol, và muối phosphoni làm chất xúc tác phản ứng trùng hợp.
6. Chế phẩm trùng hợp được theo điểm 1, trong đó hợp chất thioepoxy được chọn từ nhóm gồm bis(2,3-epithiopropyl)sulfua, bis(2,3-epithiopropyl)disulfua, 1,3-bis(β-epithiopropylthio)xyclohexan, 1,4-bis(β-epithiopropylthio)xyclohexan, 1,3-bis(β-epithiopropylthiometyl)xyclohexan, 1,4-bis(β-epithiopropylthiometyl)xyclohexan, 2,5-bis(β-epithiopropylthiometyl)-1,4-dithian, 2,5-bis(β-epithiopropylthioethylthiometyl)-1,4-dithian, 2-(2-β-epithiopropylthioethylthio)-1,3-

bis(β -epithiopropylthio)propan, và hỗn hợp của chúng.

7. Chế phẩm trùng hợp được theo điểm 3, trong đó hợp chất polyisoxyanat được chọn từ nhóm gồm isophoron diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, dixyclohexyl metandiisoxyanat, xylylen diisoxyanat, 3,8-bis(isoxyanatometyl)-trixyclo[5,2,1,0^{2,6}]decan, 3,9-bis(isoxyanatometyl)trixyclo[5,2,1,0^{2,6}]decan, 4,8-bis(isoxyanatometyl)trixyclo[5,2,1,0^{2,6}]decan, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2,2,1]heptan, và hỗn hợp của chúng.
8. Chế phẩm trùng hợp được theo điểm 4, trong đó hợp chất polythiol là bis(2-mercaptoetyl)sulfua.
9. Chế phẩm trùng hợp được theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn chứa hợp chất olefin làm chất cải biến nhựa phản ứng.
10. Chế phẩm trùng hợp được theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn chứa ít nhất một hợp chất phosphat được chọn từ nhóm gồm 4-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 5M, 80% sản phẩm cộng khối lượng etylen oxit 4M, 10% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 3M, và 5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 1M)], 8-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 9M, 80% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 8M, 5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 7M, 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 6M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 5M)], 12-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 13M, 80% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 12M, 8% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 11M, 3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 9M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 4M)], 16-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 17M, 79% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 16M, 10% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 15M, 4% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 14M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 13M)], 20-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 21M, 78% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 20M, 7% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 19M, 6% khối lượng

sản phẩm cộng etylen oxit 18M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 17M)], 4-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 5M, 80% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 4M, 10% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 3M, và 5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 1M)], 8-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 9M, 80% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 8M, 5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 7M, 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 6M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 5M)], 12-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 13M, 80% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 12M, 8% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 11M, 3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 9M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 4M)], 16-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 17M, 79% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 16M, 10% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 15M, 4% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 14M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 13M)], và 20-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 21M, 78% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 20M, 7% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 19M, 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 18M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 17M)] làm chất trợ tháo khuôn bên trong.

11. Phương pháp sản xuất vật liệu quang thioepoxy, bao gồm bước trùng hợp chế phẩm trùng hợp được theo điểm 1.
12. Phương pháp theo điểm 11, trong đó hợp chất thioepoxy (A) được chọn từ nhóm gồm bis(2,3-epithiopropyl)sulfua, bis(2,3-epithiopropyl)disulfua, 1,3-bis(β -epithiopropylthio)xyclohexan, 1,4-bis(β -epithiopropylthio)xyclohexan, 1,3-bis(β -epithiopropylthiometyl)xyclohexan, 1,4-bis(β -epithiopropylthiometyl)xyclohexan, 2,5-bis(β -epithiopropylthiometyl)-1,4-dithian, 2,5-bis(β -epithiopropylthioethylthiometyl)-1,4-dithian, 2-(2- β -epithiopropylthioethylthio)-1,3-bis(β -epithiopropylthio)propan, và hỗn hợp của chúng.

13. Phương pháp theo điểm 11, trong đó chế phẩm trùng hợp được còn chứa muối phosphoni làm chất xúc tác phản ứng trùng hợp.
14. Phương pháp theo điểm 11, trong đó chế phẩm trùng hợp được còn chứa bis(2-mercaptoethyl)sulfua làm hợp chất polythiol.
15. Phương pháp theo điểm 11, trong đó chế phẩm trùng hợp được còn chứa ít nhất một hợp chất phosphat được chọn từ nhóm gồm 4-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 5M, 80% sản phẩm cộng khối lượng etylen oxit 4M, 10% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 3M, và 5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 1M)], 8-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 9M, 80% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 8M, 5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 7M, 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 6M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 5M)], 12-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 13M, 80% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 12M, 8% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 11M, 3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 9M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 4M)], 16-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 17M, 79% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 16M, 10% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 15M, 4% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 14M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 13M)], 20-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 21M, 78% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 20M, 7% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 19M, 6% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 18M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 17M)], 4-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 5M, 80% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 4M, 10% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 3M, và 5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 1M)], 8-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 9M, 80% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 8M, 5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 7M, 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 6M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 5M)], 12-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng

propylen oxit 13M, 80% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 12M, 8% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 11M, 3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 9M, và 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 4M)], 16-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 17M, 79% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 16M, 10% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 15M, 4% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 14M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 13M)], và 20-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (5% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 21M, 78% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 20M, 7% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 19M, 6% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 18M, và 4% khối lượng sản phẩm cộng propylen oxit 17M)] làm chất trợ tháo khuôn bên trong.

16. Vật liệu quang thioepoxy thu được bằng cách trùng hợp chế phẩm trùng hợp được theo điểm 1.

17. Thấu kính quang học làm từ vật liệu quang theo điểm 16.