



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

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

(11)



1-0029377

(51)⁷ C07C 319/02; C08G 18/52; G02B 3/00; (13) B
C07C 321/04

(21) 1-2014-02624

(22) 25/01/2013

(86) PCT/KR2013/000626 25/01/2013

(87) WO2013/111999 01/08/2013

(30) 10-2012-0007441 25/01/2012 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) PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ HỢP CHẤT POLYTHIOL DÙNG CHO VẬT LIỆU QUANG HỌC VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU QUANG HỌC URETAN TỪ HỢP CHẤT POLYTHIOL

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất polythiol dùng cho vật liệu quang học thể hiện được các đặc tính mong muốn về màu sắc, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất này, và phương pháp sản xuất vật liệu quang học. Sáng chế cũng đề xuất phương pháp điều chế hợp chất polythiol dùng cho vật liệu quang học bằng cách cho hợp chất epichlorhydrin chứa 0,5% khối lượng tạp chất hoặc thấp hơn phản ứng với 2-mercaptoetanol. Sáng chế cho phép thu được hợp chất polythiol có màu tự nhiên giảm, và bằng cách sử dụng phương pháp theo sáng chế có thể thu được vật liệu quang học nhóm uretan có màu tự nhiên giảm, độ ô vàng thấp và độ bắt màu tốt. Hợp chất polythiol theo sáng chế có thể được sử dụng để sản xuất nhiều loại vật liệu quang học như vật liệu nhóm uretan, và thấu kính quang học có độ bắt màu tốt, có thể thay thế các thấu kính hiện có và được ứng dụng trong nhiều lĩnh vực, đặc biệt là thấu kính dùng cho kính đeo mắt, thấu kính phân cực và máy ảnh.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế hợp chất polythiol dùng cho vật liệu quang học và chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất polythiol được điều chế bằng phương pháp này. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến hợp chất polythiol dùng cho vật liệu quang học chất lượng cao mà có các đặc tính vật lý tuyệt vời về màu sắc, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất polythiol, và phương pháp sản xuất vật liệu quang học.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vật liệu quang học làm bằng chất dẻo được sử dụng cho các thấu kính quang học như thấu kính đeo mắt. Vật liệu quang học làm bằng chất dẻo này nhẹ hơn, ít dễ vỡ hơn và có thể nhuộm được một cách dễ dàng hơn so với vật liệu quang học chứa các vật liệu vô cơ. Trong những năm gần đây, nhiều vật liệu nhựa dẻo đã được sử dụng làm vật liệu quang học và được đòi hỏi ngày càng nhiều là phải có các đặc tính vật lý tuyệt vời.

Công bố patent Hàn Quốc số 1993-0006918 và 1992-0005708 đề xuất thấu kính thiouretan được sản xuất bằng cách cho hợp chất polythiol phản ứng với hợp chất polyisoxyanat. Vật liệu quang học polythiouretan được tạo ra bằng cách sử dụng các hợp chất polythiol và hợp chất isoxyanat được sử dụng một cách rộng rãi làm vật liệu thấu kính quang học do đặc tính quang học tuyệt vời của chúng khi xét đến độ trong, số Abbe và hệ số truyền qua và các đặc tính vật lý tuyệt vời khi xét đến độ bền kéo. Tuy nhiên, trong một số trường hợp, việc sử dụng các hợp chất polythiol được tạo màu cho việc polyme hóa có thể làm xấu màu sắc của nhựa được tạo ra. Khi dự định tạo ra nhựa có màu, trong suốt với các đặc điểm màu sắc tốt bằng cách polyme hóa hợp chất polythiol, sự tạo màu cho hợp chất polythiol cần được ngăn chặn càng nhiều càng tốt.

Công bố patent Hàn quốc số 10-2008-0090529 bộc lộ rằng các đặc điểm màu

sắc kém của nhựa polyuretan là do sự có mặt của bis(2-hydroxyetyl)disulfua dưới dạng tạp chất trong 2-mercaptoetanol, là vật liệu thô để tạo ra polythiol. Công bố patent này mô tả phương pháp điều chế hợp chất polythiol bằng cách cho 2-mercaptoetanol phản ứng với hợp chất epihalohydrin trong đó 2-mercaptoetanol chứa 0,5% khối lượng bis(2-hydroxyetyl)disulfua hoặc ít hơn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Đã biết rằng sự có mặt của bis(2-hydroxyetyl)disulfua dưới dạng tạp chất trong 2-mercaptoetanol là yếu tố tác động đến màu sắc của hợp chất polythiol. Tuy nhiên, thậm chí trong trường hợp mà yếu tố này được kiểm soát, thì một số hợp chất polythiol vẫn được tạo màu. Với tình hình này, các tác giả sáng chế đã thực hiện việc nghiên cứu về các yếu tố khác tác động đến sự tạo màu của hợp chất polythiol, và kết quả là, đã phát hiện ra rằng hàm lượng các tạp chất cụ thể trong hợp chất epiclohydrin dưới dạng vật liệu khởi đầu trong quy trình tổng hợp hợp chất polythiol có ảnh hưởng trực tiếp đến sự tạo màu của hợp chất polythiol.

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế hợp chất polythiol ít được tạo màu bằng cách kiểm soát hàm lượng các tạp chất cụ thể trong hợp chất epiclohydrin, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất polythiol được điều chế bằng phương pháp này, và phương pháp sản xuất vật liệu quang học.

Giải pháp kỹ thuật

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng khi tổng hàm lượng của các tạp chất cụ thể trong hợp chất epiclohydrin dưới dạng vật liệu khởi đầu trong quy trình tổng hợp hợp chất polythiol không lớn hơn giá trị định trước, sự tạo màu của hợp chất polythiol có thể được giảm thiểu và hợp chất polythiol có thể được polyme hóa để tạo ra nhựa uretan mà được ngăn ngừa khỏi bị tạo màu, có chỉ số màu vàng thấp và màu sắc tốt.

Sáng chế đề xuất phương pháp điều chế hợp chất polythiol, bao gồm việc cho hợp chất epiclohydrin phản ứng với 2-mercaptoetanol,

trong đó, hợp chất epiclohydrin chứa 0,5% khối lượng tạp chất hoặc ít hơn bao gồm acrolein, alyl clorua, 1,2-diclopropan, 2,3-diclopropen, 2-metyl-2-pentanol, rượu 2-cloalyl, cis-1,3-diclopropen, trans-1,3-diclopropen, 1,3-dicloisopropanol, 1,2,3-triclopropan và 2,3-diclopropanol.

Sáng chế cũng đề xuất chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất polythiol được điều chế bằng phương pháp này.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất vật liệu quang học uretan bằng cách polyme hóa chế phẩm này và thấu kính quang học làm từ vật liệu quang học này. Cụ thể, thấu kính quang học bao gồm thấu kính đeo mắt.

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Theo phương pháp của sáng chế, hàm lượng các tạp chất cụ thể trong hợp chất epiclohydrin dưới dạng vật liệu khởi đầu trong quy trình tổng hợp hợp chất polythiol được kiểm soát ở mức thấp hơn hàm lượng định trước, sao cho hợp chất polythiol có thể được ngăn ngừa khỏi bị tạo màu. Việc sử dụng hợp chất polythiol cho phép tạo ra vật liệu quang học uretan mà được ngăn ngừa khỏi bị tạo màu và có chỉ số màu vàng thấp và màu sắc tốt.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất phương pháp điều chế hợp chất polythiol, bao gồm bước cho hợp chất epiclohydrin phản ứng với 2-mercaptoetanol. Phương pháp theo sáng chế là đã biết trong lĩnh vực này. Cụ thể, phương pháp theo sáng chế bao gồm bước cho hợp chất epiclohydrin phản ứng với 2-mercaptoetanol để thu được hợp chất rượu đa chức, cho hợp chất rượu đa chức này phản ứng với thioure để thu được muối thiouron và thủy phân muối thiouron để thu được hợp chất polythiol mong muốn. Theo phương pháp theo sáng chế, hàm lượng của các tạp chất cụ thể trong hợp chất epiclohydrin dưới dạng vật liệu khởi đầu được kiểm soát thấp hơn hàm lượng định trước để thu được hợp chất polythiol mà được ngăn ngừa khỏi bị tạo màu. Các tạp chất trong hợp chất epiclohydrin bao gồm acrolein, alyl clorua, 1,2-diclopropan, 2,3-diclopropen, 2-metyl-2-pentanol, rượu 2-cloalyl, cis-1,3-diclopropen, trans-1,3-diclopropen, 1,3-

dicloisopropanol, 1,2,3-triclopropan và 2,3-diclopropanol. Khi tổng hàm lượng của tạp chất được giới hạn ở mức 0,5% khối lượng hoặc ít hơn, dựa trên khối lượng của hợp chất epiclohydrin, có thể thu được hợp chất polythiol mà được ngăn ngừa khỏi bị tạo màu và có màu sắc tốt.

Hợp chất polythiol có thể là hợp chất bất kỳ có hai hoặc nhiều nhóm thiol trong một phân tử.

Các ví dụ về hợp chất polythiol 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)propylthio)propylthio)-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(mercaptomethylthio)-1,3-dithian, và 2-(2,2-bis(mercaptodimethylthio)ethyl)-1,3-dithietan. Tốt hơn là, hợp chất polythiol được chọn từ 2-(2-mercaptoethylthio)propan-1,3-dithiol, 2,3-bis(2-mercaptoethylthio)propan-1-thiol, 2-(2,3-bis(2-mercaptoethylthio)propylthio)etanthiol, 1,2-bis(2-mercaptoethylthio)-3-mercaptopropan, 1,2-bis(2-(2-mercaptoethylthio)-3-mercaptopropylthio)-etan, bis(2-(2-mercaptoethylthio)-3-mercaptopropyl)sulfua, 2-(2-mercaptoethylthio)-3-2-mercapto-3-[3-mercapto-2-(2-mercaptoethylthio)-propylthio]propylthio-propan-1-thiol, 2,2'-thiodietanthiol, 4,14-bis(mercaptomethyl)-3,6,9,12,15-pentathiaheptadecan-1,17-dithiol, 2-(2-mercaptoethylthio)-3-[4-(1-{4-[3-mercapto-2-(2-mercaptoethylthio)-propoxy]-phenyl}-1-methylethyl)-phenoxy]-propan-1-thiol, pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), pentaerythritol mercaptoaxetat, trimetylolpropan trismercaptopropionat, glyxerol trimercaptopropionat, dipentaerythritol hexamercaptopropionat, và hỗn hợp của chúng. Các hợp chất polythiol này cũng có thể có các nhóm hydroxyl còn lại không phản ứng.

Sáng chế đề xuất chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất polythiol được điều chế bằng phương pháp này. Chế phẩm theo sáng chế có thể là chế phẩm dùng cho vật liệu quang học uretan bao gồm hợp chất polyisoxyanat cùng với hợp chất polythiol. Thuật ngữ “chế phẩm dùng cho vật liệu quang học” có nghĩa là chế phẩm polyme hóa được mà có thể được hóa rắn để tạo ra vật liệu quang học như thấu kính quang học.

Hợp chất polyisoxyanat được đưa vào chế phẩm theo sáng chế 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, xyclohexan diisoxyanat, metylxyclohexan diisoxyanat, dixyclohexyldimetylmetan 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, dimetylphenylen diisoxyanat, dietylphenylen diisoxyanat, diisopropylphenylen diisoxyanat, trimetylbenzen 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 đơn độc hoặc

dưới dạng hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều hợp chất này. Các hợp chất khác có ít nhất một nhóm isoxyanat và/hoặc ít nhất một nhóm isothioxyanat có thể được sử dụng đơn độc hoặc dưới dạng hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều hợp chất này. Các sản phẩm được halogen hóa (ví dụ, các sản phẩm được clo hóa và brom hóa) của các hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm được alkyl hóa, sản phẩm được alkoxy hóa và các sản phẩm được thế nitơ của các hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm được biến đổi tiền polyme của hợp chất isoxyanat với các rượu đa chức hoặc thiol cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm được biến đổi carbodiimide-, ure- và biuret của các hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm phản ứng dime hóa hoặc trime hóa của các hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng.

Tốt hơn là, hợp chất polyisoxyanat được chọn từ isophoron diisoxyanat (IPDI), hexametylen diisoxyanat (HDI), dicyclohexyl metandiisoxyanat (H12MDI), xylylen diisoxyanat (XDI), 3,8-bis(isoxyanatometyl)tricyclo[5,2,1,02,6]decan, 3,9-bis(isoxyanatometyl)tricyclo[5,2,1,02,6]decan, 4,8-bis(isoxyanatometyl)tricyclo[5,2,1,02,6]decan, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bicyclo[2,2,1]heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl) bicyclo[2,2,1]heptan, và hỗn hợp của chúng.

Nếu cần, chế phẩm theo sáng chế còn có thể bao gồm một hoặc nhiều thành phần được chọn từ chất xúc tác, chất tháo khuôn bên trong, chất hấp thụ tia cực tím, thuốc nhuộm, chất làm ổn định và các chất thổi. Chế phẩm theo sáng chế còn có thể bao gồm hợp chất đồng polyme hóa được với chế phẩm nhựa uretan. Ví dụ về các hợp chất đồng polyme hóa được bao gồm các hợp chất epoxy, hợp chất thioepoxy, hợp chất có nhóm vinyl hoặc nhóm không no và các hợp chất kim loại.

Sáng chế cũng đề xuất vật liệu quang học được tạo ra bằng cách polyme hóa chế phẩm bao gồm hợp chất polythiol, hợp chất polyisoxyanat, và tùy ý các thành phần bổ sung. Cụ thể, vật liệu quang học theo sáng chế có thể được tạo ra bằng cách polyme hóa đúc chế phẩm này. Cụ thể, vật liệu quang học theo sáng chế có thể được sử dụng để sản xuất kính quang học uretan. Cụ thể là, thấu kính uretan được sản xuất bằng quy trình sau đây. Thứ nhất, các chất phụ gia khác nhau và chất xúc tác được hòa

tan trong hợp chất isoxyanat. Bổ sung hợp chất polythiol vào dung dịch này. Hỗn hợp này được đuổi khí dưới áp suất giảm trong khi làm mát. Sau khi trải qua thời gian định trước, hỗn hợp đã đuổi khí được nạp vào khuôn thủy tinh được đúc bằng băng và sau đó được hóa rắn bằng cách gia nhiệt từ từ đến nhiệt độ cao hơn trong khoảng từ 24 đến 48 giờ.

Vật liệu quang học uretan có các ưu điểm về chỉ số khúc xạ ở mức cao, độ phân tán thấp, độ chịu nhiệt tốt, độ bền vượt trội, khối lượng nhẹ và độ bền va đập tốt. Cụ thể là, vật liệu quang học này trong và trong suốt do màu sắc tốt của nó. Nhờ các ưu điểm này, nhựa uretan theo sáng chế thích hợp để sử dụng trong các sản phẩm quang học như thấu kính và lăng kính, cụ thể là các thấu kính như thấu kính đeo mắt và thấu kính máy ảnh.

Sáng chế cũng đề xuất thấu kính quang học làm từ vật liệu quang học. Nếu cần, thấu kính quang học có thể được xử lý vật lý hoặc hóa học, ví dụ, đánh bóng bề mặt, hoàn thiện chống tĩnh điện, tạo lớp phủ cứng, tạo lớp phủ chống phản xạ, nhuộm hoặc tạo mờ, đối với mục đích cải thiện các đặc tính chống phản xạ, độ cứng, độ bền chịu mài mòn, độ bền chịu hóa chất, đặc tính chống sương mù hoặc tính hợp thời trang.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được giải thích chi tiết hơn bằng cách tham chiếu đến các ví dụ sau đây. Tuy nhiên, các ví dụ này được đưa ra chỉ nhằm mục đích minh họa và không được dự định để giới hạn phạm vi của sáng chế.

Phương pháp đánh giá

Các hợp chất được phân tích bằng các phương pháp sau đây. Màu sắc của hợp chất polythiol và nhựa được đánh giá dựa trên các trị số YI và APHA của nó, mà được đo bằng các phương pháp thử nghiệm sau đây.

Sắc ký khí, đo phổ khối-sắc ký khí (gas chromatography-mass spectrometry - GC-MS), và phổ học NMR được sử dụng để đo hàm lượng của epichlorhydrin và phân tích tạp chất trong epichlorhydrin.

Màu sắc (YI hoặc dYI) của hợp chất polythiol được đo bằng cách sử dụng quang phổ kế UV-Vis (Model UV-2450, SHIMADZU) được lắp với bình ngưng IRS-2200. Nước cất được đưa vào hai ngăn silic oxit có cùng chiều dài (1cm), và sau đó xác định đường cơ sở. Sau khi bổ sung từng hợp chất polythiol vào một trong số các ngăn silic oxit, trị số YI của hợp chất polythiol được đo. YI thể hiện chỉ số màu vàng và có thể được đo bằng cách sử dụng sắc kế. Trị số YI càng nhỏ cho thấy màu sắc càng tốt.

Màu sắc (YI hoặc dYI) của thấu kính bằng chất dẻo polythiouretan được đo bằng cách sử dụng quang phổ kế UV-Vis (Model UV-2450, SHIMADZU) được lắp với bình ngưng IRS-2200. Để xác định đo, YI của không khí được sử dụng làm tham chiếu và mỗi thấu kính được cố định vào bộ kẹp thấu kính. YI thể hiện chỉ số màu vàng và có thể được đo bằng cách sử dụng sắc kế. YI càng thấp cho thấy màu sắc càng tốt.

Trị số APHA của hợp chất polythiol được đo bằng cách sử dụng quang phổ kế (ColorQuest XE, Hunterlab). Sau khi đặt từng mẫu vào ngăn thạch anh có chiều dài đường đi bằng 1cm, trị số APHA của mẫu được đo bằng cách so sánh dữ liệu về nồng độ của các dung dịch tham chiếu chứa thuốc thử platin và coban chứa trong chương trình với dung dịch mẫu. Trị số đo được càng nhỏ, thì màu sắc càng tốt.

Trị số APHA của thấu kính bằng chất dẻo polythiouretan được đo bằng cách sử dụng quang phổ kế (ColorQuest XE, Hunterlab). Sau khi đặt từng thấu kính bằng chất dẻo vào thiết bị, trị số APHA của thấu kính được đo bằng cách so sánh dữ liệu về nồng độ của các dung dịch tham chiếu chứa thuốc thử platin và coban chứa trong chương trình với dung dịch mẫu. Trị số đo được càng nhỏ, thì màu sắc càng tốt.

Ví dụ 1

Tổng hợp 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan

Đặt 676g (8,65mol) 2-mercaptoetanol có độ tinh khiết $\geq 99,9\%$ và 340g nước được đưa vào bình phản ứng năm cổ dung tích 10-lít được trang bị với dụng cụ khuấy, bình ngưng hồi lưu, ống sục nitơ và nhiệt kế. Bổ sung nhỏ giọt 691,2g (1,08mol) dung

dịch nước natri hydroxit 25% khối lượng vào bình ở 30°C trong vòng 30 phút và sau đó, bổ sung nhỏ giọt 399,6g (4,32mol) epiclohydrin vào đó ở cùng nhiệt độ trong vòng 3 giờ. Hỗn hợp này được để yên trong 1 giờ. Tổng hàm lượng tạp chất bao gồm acrolein, allyl clorua, 1,2-diclopropan, 2,3-diclopropan, 2-metyl-2-pentanol, rượu 2-cloalyl, cis-1,3-diclopropan, trans-1,3-diclopropan, 1,3-dicloisopropanol, 1,2,3-triclopropan và 2,3-diclopropanol trong epiclohydrin là không lớn hơn 0,1%. Tức là, độ tinh khiết của epiclohydrin là $\geq 99,9\%$. Sau đó, bổ sung 1800g (17,28mol) axit clohydric 35% khối lượng và 987,6g (12,97mol) thioure vào và gia nhiệt hỗn hợp thu được đến hồi lưu ở 110°C trong 3 giờ để thu được muối thiuron. Sau khi làm mát đến 20°C, bổ sung 1880g toluen và 1324,4g (19,47mol) dung dịch nước amoniac 25% khối lượng vào để thủy phân muối thiuron. Các polythiol được tạo ra bằng cách thủy phân chứa 1,2-bis[(2-mercaptoetyl)thio]-3-mercaptopropan làm thành phần chính. Làm sạch dung dịch toluen chứa polythiol bằng axit, rửa bằng nước và gia nhiệt dưới áp suất giảm để loại bỏ toluen và lượng nhỏ nước. Gom 1074,8g polythiol bằng cách lọc. Các trị số APHA và YI của các polythiol lần lượt là 7 và 0,75.

Sản xuất thấu kính bằng chất dẻo

Trộn 52g m-xylylen diisoxyanat, 0,015g dibutyltin diclorua làm chất xúc tác hóa rắn, 0,10g Zelec UNTM (Stepan) làm phosphat axit và 0,05g Viosorb 583 làm chất hấp thụ UV và hòa tan ở 20°C. Trộn dung dịch này với 48g polythiol chứa 1,2-bis[(2-mercaptoetyl)thio]-3-mercaptopropan làm thành phần chính để tạo ra dung dịch đồng nhất. Đuổi khí dung dịch đồng nhất này ở 400Pa trong 1 giờ, lọc qua bộ lọc PTFE 1μm và lọc trong khuôn gồm có khuôn thủy tinh và băng. Sau khi khuôn này được nạp vào lò polyme hóa, nhiệt độ được từ từ tăng từ 10 đến 120°C trong 20 giờ. Sau khi hoàn thành việc polyme hóa, lấy khuôn ra khỏi lò và thấu kính được tháo khỏi khuôn. Sau đó, ủ tiếp thấu kính ở 120°C trong 3 giờ. Nhựa có trị số APHA bằng 10 và trị số YI bằng 0,9. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 2

Tổng hợp polythiol chứa 1,2-bis[(2-mercaptoetyl)thio]-3-mercaptopropan làm thành phần chính theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc sử dụng

epiclohhydrin chứa tạp chất với tổng lượng 0,05% khối lượng. Các polythiol được đo có trị số APHA bằng 8 và trị số YI bằng 0,81. Thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng cách sử dụng các polythiol theo cùng cách như trong ví dụ 1. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 3

Tổng hợp các polythiol chứa 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan làm thành phần chính theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc sử dụng epiclohhydrin chứa tạp chất với tổng lượng bằng 0,1% khối lượng. Các polythiol được đo có trị số APHA bằng 11 và trị số YI bằng 0,92. Thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng cách sử dụng các polythiol theo cùng cách như trong ví dụ 1. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 4

Tổng hợp các polythiol chứa 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan làm thành phần chính theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc sử dụng epiclohhydrin chứa các tạp chất với tổng lượng bằng 0,23% khối lượng. Các polythiol được đo có trị số APHA bằng 13 và trị số YI bằng 1,12. Thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng cách sử dụng các polythiol theo cùng cách như trong ví dụ 1. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 5

Tổng hợp các polythiol chứa 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan làm thành phần chính theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc sử dụng epiclohhydrin chứa các tạp chất với tổng lượng bằng 0,4% khối lượng. Polythiol được đo có trị số APHA bằng 16 và trị số YI bằng 1,23. Thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng cách sử dụng các polythiol theo cùng cách như trong ví dụ 1. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 1

Tổng hợp polythiol chứa 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan làm thành phần chính theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc sử dụng

epiclohadrin chứa các tạp chất với tổng lượng bằng 0,8% khối lượng. Các polythiol được đo có trị số APHA bằng 26 và trị số YI bằng 1,87. Thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng cách sử dụng polythiol theo cùng cách như trong ví dụ 1. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 2

Tổng hợp các polythiol chứa 1,2-bis[(2-mercaptoetyl)thio]-3-mercaptopropan làm thành phần chính theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc sử dụng epiclohadrin chứa các tạp chất với tổng lượng bằng 1,3% khối lượng. Các polythiol được đo có trị số APHA bằng 30 và trị số YI bằng 2,36. Thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng cách sử dụng polythiol theo cùng cách như trong ví dụ 1. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 3

Tổng hợp các polythiol chứa 1,2-bis[(2-mercaptoetyl)thio]-3-mercaptopropan làm thành phần chính theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc sử dụng epiclohadrin chứa các tạp chất với tổng lượng bằng 1,8% khối lượng. Các polythiol được đo có trị số APHA bằng 38 và trị số YI bằng 2,53. Thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng cách sử dụng các polythiol theo cùng cách như trong ví dụ 1. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

Ví dụ số	Tổng hàm lượng của các tạp chất trong epiclohadrin (%)*	Màu sắc của polythiol		Màu sắc của thấu kính bằng chất dẻo	
		APHA	YI	APHA	YI
Ví dụ 1	0,01	7	0,75	10	0,9
Ví dụ 2	0,05	8	0,81	13	0,9
Ví dụ 3	0,1	11	0,92	16	1,1
Ví dụ 4	0,23	13	1,12	18	1,2
Ví dụ 5	0,4	16	1,23	19	1,4
Ví dụ so sánh 1	0,8	26	1,87	40	3,1
Ví dụ so sánh 2	1,3	30	2,36	43	3,3
Ví dụ so sánh 3	1,8	38	2,53	44	3,4

* Tổng hàm lượng tạp chất bao gồm acrolein, allyl clorua, 1,2-diclopropan, 2,3-diclopropen, 2-metyl-2-pentanol, rượu 2-cloalyl, cis-1,3-diclopropen, trans-1,3-diclopropen, 1,3-dicloisopropanol, 1,2,3-triclopropan và 2,3-diclopropanol

Như có thể thấy từ các kết quả trong bảng 1, nhựa theo các ví dụ so sánh từ 1 đến 3 là có nhiều màu vàng hơn so với nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 5.

Bất kể việc sử dụng 2-mercaptoetanol tinh khiết ở mức cao làm vật liệu thô, sự có mặt của các tạp chất trên mức định trước trong epiclohydrin làm xấu đi màu sắc của các hợp chất polythiol theo tỷ lệ với hàm lượng tạp chất, dẫn đến việc làm xấu đi màu sắc của nhựa. Cụ thể, việc sử dụng epiclohydrin chứa tạp chất với tổng lượng vượt quá 0,5% khối lượng dẫn đến việc làm xấu đi màu sắc của các polythiol và nhựa. Các kết quả này chứng tỏ rằng việc sử dụng epiclohydrin chứa các tạp chất với tổng lượng bằng 0,5% khối lượng hoặc thấp hơn cho phép sản xuất được hợp chất polythiol và nhựa polyuretan mà được ngăn ngừa khỏi bị tạo màu và có màu sắc tốt.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Phương pháp theo sáng chế cho phép việc tạo ra hợp chất polythiol dùng cho vật liệu quang học mà được ngăn ngừa khỏi bị tạo màu. Ngoài ra, hợp chất polythiol này có thể được sử dụng để tạo ra vật liệu quang học mà được ngăn ngừa khỏi bị tạo màu và có chỉ số màu vàng thấp và màu sắc tốt. Hợp chất polythiol có thể được sử dụng để tạo ra các vật liệu quang học khác nhau như vật liệu quang học uretan. Vật liệu quang học có thể được sử dụng để sản xuất thấu kính quang học có màu sắc tốt. Thấu kính quang học có thể được sử dụng rộng rãi để thay thế cho các thấu kính quang học thông thường trong các lĩnh vực khác nhau. Cụ thể, thấu kính quang học có thể được sử dụng làm thấu kính đeo mắt, thấu kính phân cực, thấu kính máy ảnh, hoặc tương tự.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp điều chế hợp chất polythiol dùng cho vật liệu quang học, trong đó phương pháp này bao gồm bước cho hợp chất epiclohydrin phản ứng với 2-mercaptoetanol, trong đó hợp chất epiclohydrin chứa các tạp chất bao gồm acrolein, allyl clorua, 1,2-diclopropan, 2,3-diclopropen, 2-metyl-2-pentanol, rượu 2-cloalylic, cis-1,3-diclopropen, trans-1,3-diclopropen, 1,3-dicloisopropanol, 1,2,3-triclopropan và 2,3-diclopropanol với lượng 0,5% khối lượng hoặc thấp hơn.

2. Phương pháp sản xuất vật liệu quang học uretan bao gồm các bước:

điều chế hợp chất polythiol bằng phương pháp theo điểm 1;

điều chế chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất polythiol và hợp chất polyisoxyanat; và

polyme hóa đúc chế phẩm này.

3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó hợp chất polyisoxyanat được chọn từ nhóm bao gồm isophoron diisoxyanat (IPDI), hexametylen diisoxyanat(HDI), dixyclohexyl metandiisoxyanat (H12MDI), xylylen diisoxyanat (XDI), 3,8-bis(isoxyanatometyl) trixyclo[5,2,1,02,6]decan, 3,9-bis(isoxyanatometyl)trixyclo[5,2,1,02,6]decan, 4,8-bis(isoxyanatometyl)trixyclo[5,2,1,02,6]decan, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2,2,1]heptan, 2,6 bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2,2,1]heptan, và hỗn hợp của chúng.