



(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)



1-0029786

(51)^{2020.01} C08K 5/378; G02B 1/04; C08K 5/405

(13) B

(21) 1-2014-02115

(22) 07/01/2013

(86) PCT/KR2013/000101 07/01/2013

(87) WO2013/103277 11/07/2013

(30) 10-2012-0002127 06/01/2012 KR

(45) 25/10/2021 403

(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) VẬT LIỆU QUANG THIOEPOXY, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VÀ THẤU KÍNH QUANG HỌC THIOEPOXY LÀM TỪ VẬT LIỆU NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm có thể polyme hóa được của vật liệu quang thioepoxy và phương pháp sản xuất vật liệu quang thioepoxy. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến vật liệu quang thioepoxy chất lượng cao, màu sáng, trong suốt tránh được tính không ổn định màu, đây là vấn đề gặp phải ở vật liệu quang thioepoxy thông thường. Chế phẩm có thể polyme hóa được chứa hợp chất thioepoxy. Hàm lượng epithioclohydrin trong hợp chất thioepoxy được giới hạn bằng 1% trọng lượng hoặc thấp hơn. Theo sáng chế, hàm lượng epiclohydrin trong nguyên liệu khởi đầu để tổng hợp nên hợp chất thioepoxy hoặc hàm lượng epithioclohydrin trong hợp chất thioepoxy có thể được kiểm soát, sao cho vấn đề về tính không ổn định màu gặp phải trong vật liệu quang thioepoxy thông thường có thể được giải quyết một cách dễ dàng. Vật liệu quang thioepoxy theo sáng chế có thể được sản xuất một cách dễ dàng với năng suất cao. Vật liệu quang thioepoxy theo sáng chế có thể được sử dụng rộng rãi làm vật liệu thay thế cho vật liệu quang thông thường trong các lĩnh vực khác nhau.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm có thể polyme hóa được của vật liệu quang thioepoxy và phương pháp sản xuất vật liệu quang thioepoxy. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến vật liệu quang thioepoxy chất lượng cao, màu sáng, trong suốt tránh được tính không ổn định màu, đây là vấn đề gặp phải ở vật liệu quang thioepoxy thông thường.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Công bố đơn yêu cầu cấp 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. Đơn đăng ký patent Hàn Quốc số 10-0681218 đề xuất thấu kính bằng chất dẻo thioepoxy. Thấu kính thiouretan có tiện lợi là chỉ số khúc xạ cao và độ bền chống va đập cao, nhưng gặp một số vấn đề về bề mặt yếu, lõm ở giữa, v.v.. Các trị số Abbe của thấu kính thiouretan có xu hướng giảm đáng kể cùng với việc gia tăng chỉ số khúc xạ. Thấu kính thioepoxy có tiện lợi là chỉ số khúc xạ và trị số Abbe cao nhưng có thể bị giòn và không dễ nhuộm màu.

Đã có một số nỗ lực nhằm giải quyết vấn đề về thấu kính thiouretan và thấu kính thioepoxy. Ví dụ, đơn đăng ký patent Hàn Quốc số 10-0417985 và công bố đơn đăng ký patent Nhật Bản số Hei 11-292950 và 11-352302 đề xuất các phương pháp sản xuất thấu kính bằng quá trình đồng trùng hợp hai loại nhựa có đặc tính khác nhau, ví dụ bằng quá trình đồng trùng hợp hợp chất thioepoxy, hợp chất polythiol và hợp chất polyisoxyanat.

Tuy nhiên, một số thấu kính thioepoxy chứa hợp chất thioepoxy vẫn không ổn định về màu. Đơn đăng ký patent Hàn Quốc số 10-0681218 bộc lộ rằng, độ tinh khiết của hợp chất thioepoxy chuyển đổi từ hợp chất epoxy, tức là hàm lượng các sản phẩm phụ của quá trình chuyển đổi trong hợp chất thioepoxy, là yếu tố ảnh hưởng đến màu của thấu kính. Ngoài ra, tài liệu patent này bộc lộ chế phẩm có thể polyme hóa được chứa lượng sản phẩm phụ giảm và phương pháp làm giảm hàm lượng sản phẩm phụ.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Sáng chế dự định để tìm ra yếu tố quyết định ảnh hưởng đến màu của vật liệu quang thioepoxy và việc kiểm soát yếu tố này để giải quyết vấn đề tính không ổn định màu ở vật liệu quang thioepoxy. Cụ thể, mục đích của sáng chế là đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu quang thioepoxy chất lượng cao, màu sáng, trong suốt một cách dễ dàng bằng việc phát hiện ra nguyên nhân gây ra tính không ổn định màu ở vật liệu quang và việc kiểm soát nguyên nhân này một cách dễ dàng và chế phẩm có thể polyme hóa được để sử dụng trong phương pháp này.

Giải pháp kỹ thuật

Tác giả sáng chế bất ngờ phát hiện ra rằng, yếu tố quyết định ảnh hưởng đến màu của vật liệu quang thioepoxy đó là epichlorhydrin ở dạng nguyên liệu khởi đầu còn giữ nguyên không được lấy ra trong hệ phản ứng và được chuyển đổi thành epithioclhydrin. Cụ thể, epichlorhydrin là nguyên liệu khởi đầu giữ nguyên trong hệ phản ứng và được chuyển đổi thành epithioclhydrin nhờ phản ứng episulfua hóa với thioure. Epithioclhydrin chắc chắn ảnh hưởng đến màu của vật liệu quang. Tác giả sáng chế cũng phát hiện ra rằng, epithioclhydrin không chỉ làm xấu màu của thấu kính, mà còn ngăn cản sự tháo khuôn thấu kính. Ngoài ra, tác giả sáng chế cũng phát hiện ra rằng, khi hàm lượng epichlorhydrin trong nguyên liệu khởi đầu và hàm lượng epithioclhydrin trong hợp chất thioepoxy được kiểm soát, thì có thể giải quyết được vấn đề màu không mong muốn của vật liệu quang thioepoxy mà không cần phải kiểm soát hàm lượng các sản phẩm phụ trong hợp chất thioepoxy.

Sáng chế đề cập đến chế phẩm có thể polyme hóa được chứa hợp chất thioepoxy, trong đó hàm lượng epithioclhydrin trong hợp chất thioepoxy là 1% trọng lượng hoặc thấp hơn. Chế phẩm có thể polyme hóa được có thể còn chứa hợp chất polyisoxyanat và/hoặc hợp chất polythiol.

Hợp chất thioepoxy tốt hơn có thể được tổng hợp bằng phản ứng episulfua hóa của hợp chất epoxy chứa epichlorhydrin với lượng 1% trọng lượng hoặc thấp hơn với thioure.

Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu quang thioepoxy, phương pháp bao gồm bước polyme hóa chế phẩm có thể polyme hóa được.

Sáng chế còn đề cập đến vật liệu quang thioepoxy được tạo ra bằng phương pháp nêu trên và thấu kính quang học cấu thành từ vật liệu quang.

Trừ khi được xác định theo cách khác, thuật ngữ “vật liệu quang thioepoxy” sử dụng ở đây dự định bao gồm cả vật liệu quang được tạo ra bằng quá trình polyme hóa hợp chất thioepoxy và vật liệu quang tạo ra bằng quá trình đồng trùng hợp các hợp chất thioepoxy và thiouretan.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, hàm lượng epichlorhydrin trong nguyên liệu khởi đầu để tổng hợp nên hợp chất thioepoxy hoặc hàm lượng epithioclhydrin trong hợp chất thioepoxy có thể được kiểm soát, do đó vấn đề tính không ổn định màu gặp phải trong vật liệu quang thioepoxy thông thường có thể được giải quyết một cách dễ dàng. Theo sáng chế, thấu kính thioepoxy màu sáng, trong suốt, chất lượng cao có thể được sản xuất một cách dễ dàng với năng suất cao.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến chế phẩm có thể polyme hóa được chứa hợp chất thioepoxy có một hoặc nhiều nhóm thioepoxy. Hàm lượng epithioclhydrin trong hợp chất thioepoxy được giới hạn bằng 1% trọng lượng hoặc thấp hơn. Hợp chất thioepoxy có thể được tạo ra bằng các phương pháp khác nhau. Tốt hơn, hợp chất thioepoxy được tổng hợp bằng phản ứng episulfua hóa của hợp chất epoxy chứa epichlorhydrin với lượng 1% trọng lượng hoặc thấp hơn cùng với thioure. Ví dụ, hợp chất thioepoxy có thể được tạo ra bằng phản ứng giữa epichlorhydrin với khí hydro sulfua để thu được 1-clo-3-mercapto-2-propanol và cho hợp chất 1-clo-3-mercapto-2-propanol tiến hành phản ứng cộng với epichlorhydrin hoặc cho hợp chất 1-clo-3-mercapto-2-propanol tiến hành phản ứng tự disulfua hóa. Trong quá trình này, epichlorhydrin không dễ được loại bỏ một cách hoàn toàn. Theo sáng chế, phản ứng với epichlorhydrin được cho phép tiến hành thêm cho tới khi lượng epichlorhydrin dư đạt 1% trọng lượng hoặc thấp hơn, tốt hơn là 0,5% trọng lượng hoặc thấp hơn. Hợp chất thioepoxy tạo ra theo cách như vậy có thể tối ưu hóa được màu của vật liệu quang.

Ví dụ, hợp chất thioepoxy có thể được chọn từ: các hợp chất episulfua có khung vòng béo như bis(2,3-epithiopropyl)disulfua, bis(2,3-epithiopropyl)sulfua, 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 thom 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 chuỗi dithian như 2,5-bis(β -epithiopropylthiometyl)-1,4-dithian, 2,5-bis(β -epithiopropylthioethylthiometyl)-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 -epithiopropylthioethyl)thio]-3-(β -epithiopropylthio)propan, tetrakis(β -epithiopropylthiometyl)metan, 1,1,1-tris(β -epithiopropylthiometyl)propan và bis-(β -epithiopropyl)sulfua; và hỗn hợp của các hợp chất này. Đối với hợp chất thioepoxy, cũng có thể được sử dụng, ví dụ: sản phẩm halogen hóa của hợp chất có nhóm episulfua như sản phẩm được clo hóa hoặc brom hóa của hợp chất có nhóm episulfua; sản phẩm được alkyl hóa của hợp chất có nhóm episulfua; sản phẩm được alkoxy hóa của hợp chất có nhóm episulfua; sản phẩm được thế nitro của hợp chất có nhóm episulfua; hoặc sản phẩm được cải biến bởi tiền chất polyme của hợp chất có nhóm episulfua với rượu đa chức.

Hợp chất thioepoxy tốt hơn 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 -epithiopropylthioethylthiometyl)-1,4-dithian, 2-(2- β -epithiopropylthioethylthio)-1,3-bis(β -epithiopropylthio)propan và hỗn hợp của các hợp chất này.

Chế phẩm có thể polyme hóa được theo sáng chế có thể còn chứa hợp chất polyisoxyanat. Ví dụ, 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 hợp chất polyisoxyanat như vậy bao gồm: hợp chất isoxyanat béo như hexametylen diisoxyanat, 2,2-dimethylpentan 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 thom như 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, tolylen diisoxyanat, xylylen 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; 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 thom 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 này có thể được sử dụng riêng biệt hoặc ở dạng kết hợp giữa hai hoặc nhiều hợp chất này. Hợp chất khác có ít nhất một nhóm isoxyanat và/hoặc ít nhất một nhóm isothioxyanat có thể được sử dụng riêng biệt hoặc ở dạng kết hợp giữa hai hoặc nhiều hợp chất này. Sản phẩm halogen hóa (ví dụ, sản phẩm được clo hóa và brom hóa) của các hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Sản phẩm được alkyl hóa, sản phẩm được alkoxy hóa và sản phẩm được thế nitro của các hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Sản phẩm được cải biến bởi tiền chất polyme của các hợp chất isoxyanat bằng rượu đa chức hoặc thiol cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm cải biến bởi cacbodiimit, ure và biuret của hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm của phản ứng dime hóa hoặc trime hóa của hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng. Hợp chất polyisoxyanat tốt hơn được chọn từ 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 các hợp chất này.

Chế phẩm có thể polyme hóa được theo sáng chế có thể còn chứa hợp chất polythiol. Hợp chất polythiol không bị giới hạn cụ thể, miễn là nó có ít nhất một nhóm thiol. Ví dụ về hợp chất polythiol như vậy 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, (S)-3-((R-3-mercapto-2-((2-mercaptoetyl)-

thio)propyl)thio)propyl)thio)-2-((2-mercaptoethyl)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, pentaerytritol tetrakis(3-mercaptopropionat), trimetylolpropan tris(3-mercaptopropionat), pentaerytritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), bipentaerytritol-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 riêng biệt hoặc ở dạng kết hợp giữa hai hoặc nhiều hợp chất này. Đối với hợp chất polythiol, cũng có thể được sử dụng, ví dụ, sản phẩm cải biến polyme hóa thu được bằng quá trình polyme hóa sơ bộ với hợp chất isoxyanat, hợp chất thioepoxy, hợp chất thietan hoặc hợp chất có liên kết không no làm chất cải biến nhựa. Hợp chất polythiol tốt hơn là bis(2-mercaptoethyl)sulfua hoặc hỗn hợp của bis(2-mercaptoethyl)sulfua và một hoặc nhiều hợp chất polythiol khác.

Chế phẩm có thể polyme hóa được theo sáng chế có thể còn chứa chất trợ tháo khuôn bên trong. Chất trợ tháo khuôn bên trong tốt hơn là hợp chất phosphat axit. Hợp chất phosphat axit được điều chế bằng cách bổ sung từ 2 đến 3 mol hợp chất rượu vào phospho pentoxit (P_2O_5). Hợp chất phosphat có thể có nhiều dạng khác nhau tùy thuộc vào loại rượu được sử dụng. 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 có thể polyme hóa được theo sáng chế chứa hợp chất phosphat cộng etylen oxit hoặc propylen oxit làm chất trợ tháo khuôn bên trong, vật liệu quang với khả năng tháo khuôn tốt và chất lượng cao có thể được tạo ra. Chất trợ tháo khuôn bên trong tốt hơn được chọn từ nhóm bao gồm 4-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (5% trọng lượng etylen oxit 5M, 80% trọng lượng etylen oxit 4M, 10% trọng lượng etylen oxit 3M và 5% trọng lượng etylen oxit 1M)], 8-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% trọng lượng etylen oxit 9M, 80% trọng lượng etylen oxit 8M, 5% trọng lượng etylen oxit 7M, 6% trọng lượng etylen oxit 6M và 6% trọng lượng etylen oxit 5M)], 12-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% trọng lượng etylen oxit 13M, 80% trọng lượng etylen oxit 12M, 8% trọng lượng etylen

oxit 11M, 3% trọng lượng etylen oxit 9M và 6% trọng lượng etylen oxit 4M)], 16-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% trọng lượng etylen oxit 17M, 79% trọng lượng etylen oxit 16M, 10% trọng lượng etylen oxit 15M, 4% trọng lượng etylen oxit 14M và 4% trọng lượng etylen oxit 13M)], 20-PENPP [polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (5% trọng lượng etylen oxit 21M, 78% trọng lượng etylen oxit 20M, 7% trọng lượng etylen oxit 19M, 6% trọng lượng etylen oxit 18M và 4% trọng lượng etylen oxit 17M)], 4-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (5% trọng lượng propylen oxit 5M, 80% trọng lượng propylen oxit 4M, 10% trọng lượng propylen oxit 3M và 5% trọng lượng propylen oxit 1M)], 8-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% trọng lượng propylen oxit 9M, 80% trọng lượng propylen oxit 8M, 5% trọng lượng propylen oxit 7M, 6% trọng lượng propylen oxit 6M và 6% trọng lượng propylen oxit 5M)], 12-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% trọng lượng propylen oxit 13M, 80% trọng lượng propylen oxit 12M, 8% trọng lượng propylen oxit 11M, 3% trọng lượng propylen oxit 9M và 6% trọng lượng propylen oxit 4M)], 16-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (3% trọng lượng propylen oxit 17M, 79% trọng lượng propylen oxit 16M, 10% trọng lượng propylen oxit 15M, 4% trọng lượng propylen oxit 14M và 4% trọng lượng propylen oxit 13M)], 20-PPNPP [polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat (5% trọng lượng propylen oxit 21M, 78% trọng lượng propylen oxit 20M, 7% trọng lượng propylen oxit 19M, 6% trọng lượng propylen oxit 18M và 4% trọng lượng propylen oxit 17M)], Zelec UNTM và hỗn hợp của các hợp chất này. Các sản phẩm được thể khác nhau của hợp chất phosphat, bao gồm sản phẩm halogen hóa của hợp chất phosphat, cũng có thể được sử dụng cho cùng mục đích.

Chế phẩm có thể polyme hóa được theo sáng chế có thể còn chứa hợp chất olefin làm chất cải biến nhựa phản ứng nhằm mục đích kiểm soát độ bền va đập, trọng lượng riêng và độ nhớt monome để đạt được các đặc tính quang học cải thiện tốt hơn. Ví dụ về hợp chất olefin như vậy bao gồm, nhưng không bị giới hạn bởi: hợp chất (met)acrylat như benzyl acrylat, benzyl metacrylat, butoxyetyl acrylat, butoxymetyl metacrylat, xyclohexyl acrylat, xyclohexyl metacrylat, 2-hydroxyetyl acrylat, 2-hydroxymetyl metacrylat, glyxiđyl acrylat, glyxiđyl 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 bisglycidyl acrylat, etylen glycol bisglycidyl 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, pentaerytritol triacrylat, pentaerytritol tetraacrylat, pentaerytritol tetrametacrylat, methylthioacrylat, methylthiometacrylat, phenylthioacrylat, benzylthiometacrylat, xylylen dithiol diacrylat, xylylen dithiol dimetacrylat, mercaptoetyl sulfua diacrylat và mercaptoetyl sulfua dimetacrylat; hợp chất alyl như alyl glycidyl ete, dialyl phtalat, dialyl terephtalat, dialyl isophtalat, dialyl cacbonat và dietylen glycol bisalyl cacbonat; và hợp chất vinyl như styren, clostyren, metylstyren, bromostyren, dibromostyren, divinylbenzen và 3,9-divinyl spiro-bi(meta-dioxan). Các hợp chất olefin này có thể được sử dụng riêng biệt hoặc ở dạng kết hợp giữa hai hoặc nhiều hợp chất này.

Sáng chế cũng đề cập đến vật liệu quang được tạo ra bằng quá trình polyme hóa tạo khuôn của chế phẩm có thể polyme hóa được. Cụ thể, vật liệu quang theo sáng chế được tạo ra bằng quá trình đổ đầy và polyme hóa chế phẩm có thể polyme hóa được trong một khuôn được giữ bằng đệm hoặc dây. Nếu cần thiết, chế phẩm có thể polyme hóa 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 polyme hóa phụ thuộc rất nhiều vào chế phẩm có thể polyme hóa được, loại và lượng chất xúc tác được sử dụng và hình dạng của khuôn. Ví dụ, quá trình polyme hóa 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 cứng chế phẩm có thể polyme hóa được trong thời gian nằm trong khoảng 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 cứng, 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 polyme hóa tạo khuôn. Hợp chất phosphat axit là tương tự như hợp chất mô tả ở trên. Một hoặc nhiều chất phụ gia sử dụng trong các phương pháp tạo khuôn đã biết có thể được bổ sung trong quá trình polyme hóa tùy theo các mục đích dự định. Ví dụ về chất phụ gia như vậy bao gồm chất kéo dài chuỗi, 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 dầu, chất độn và chất tăng dính. Cụ thể, chất xúc tác đóng vai trò quan trọng trong việc hóa cứng chế phẩm có thể polyme hóa được theo sáng chế. Chất xúc tác điển hình là các chất cứng hóa epoxy. Các hợp chất amin cũng có thể được sử dụng. Cần phải cẩn thận khi sử dụng các amin mạnh vì chúng phản ứng mạnh 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 tạo khuôn khác nhau bằng cách thay đổi khuôn đúc polyme hóa. 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 camera và điốt phát sáng (LED). Nhựa theo sáng chế có màu sáng và trong suốt. Nhờ có những lợi thế này, nhựa theo sáng chế đặc biệt thích hợp để sử dụng trong sản xuất thấu kính hiệu chỉnh, thấu kính râm, thấu kính thời trang, thấu kính đổi màu theo ánh sáng, thấu kính camera và các thấu kính dùng cho các bộ phận quang học.

Sáng chế cũng đề cập đến 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 sương mù, 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 đa 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

Sáng chế sẽ được giải thích chi tiết hơn kết hợp tham khảo các ví dụ sau. Tuy nhiên, các ví dụ này được đưa ra chỉ nhằm mục đích minh họa và không dự định làm hạn chế phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Phương pháp thử nghiệm và đánh giá

Màu của nhựa được đánh giá là “xấu (×)” khi giá trị YI của nhựa chênh lệch ± 1 hoặc cao hơn so với giá trị này của chế phẩm có thể polyme hóa được trong ví dụ 1 chứa 0,01% trọng lượng epithioclohydrin sau khi cứng hóa và được đánh giá là “tốt (○)” khi sự chênh lệch về giá trị YI nằm trong khoảng từ -1 đến +1. Giá trị YI được xác định nhờ sử dụng thiết bị đo màu.

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

Ví dụ tổng hợp 1

Tổng hợp bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-1)

Epichlorhydrin (5563g, 60,12mol) và metanol (2500g) được đưa vào bình phản ứng thể tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được hiệu chỉnh tới nhiệt độ 6°C. Khi nhiệt độ phản ứng đạt tới nhiệt độ 6°C, natri hydroxit (dung dịch nước 50%, 5g) được bổ sung vào hỗn hợp. NaSH·xH₂O (70% NaSH, 3660g, 45,75mol), metanol (1000g) và nước (500g) được hòa tan hoàn toàn bằng cách khuấy trong một bình phản ứng thể tích 10L khác và axit clohydric được bổ sung từ từ từng giọt vào đó để tạo ra khí hydro sulfua. Khí hydro sulfua được bổ sung vào dung dịch epichlorhydrin để thu được bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua. 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 khẳng định bằng GC. Khi lượng 3-clo-2-hydroxy-propan-1-thiol dư có mặt, hàm lượng hợp chất thiol được tính toán từ hệ số tích phân tương đối bằng GC và epichlorhydrin được bổ sung thêm với lượng tương ứng với lượng đã tính toán để loại bỏ hợp chất thiol. Phản ứng của epichlorhydrin và hợp chất thiol tạo ra bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-1) (6388,73g, 58,31mol, hiệu suất 97%) chứa 2,2% epichlorhydrin, được xác định bằng phân tích GC.

Ví dụ tổng hợp 2

Tổng hợp bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-2)

Epiclohydrin (5563g, 60,12mol) và metanol (2500g) được đưa vào bình phản ứng thể tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được hiệu chỉnh tới nhiệt độ 6°C. Khi nhiệt độ phản ứng đạt tới nhiệt độ 6°C, natri hydroxit (dung dịch nước 50%, 5g) được bổ sung vào hỗn hợp. $\text{NaSH} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (70% NaSH, 3660g, 45,75mol), metanol (1000g) và nước (500g) được hòa tan hoàn toàn bằng cách khuấy trong một bình phản ứng thể tích 10L khác và axit clohydric được bổ sung từ từ từng giọt vào đó để tạo ra khí hydro sulfua. Khí hydro sulfua được bổ sung vào dung dịch epiclohydrin để thu được bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua chứa 2,2% trọng lượng epiclohydrin. Khí hydro sulfua được bổ sung để phản ứng với bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua. Phản ứng tạo ra bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-2) (6456,11g, 58,92mol, hiệu suất 98%) chứa 0,2% epiclohydrin, được xác định bằng phân tích GC.

Ví dụ tổng hợp 3

Tổng hợp bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-3)

Epiclohydrin (5563g, 60,12mol) và metanol (2500g) được đưa vào bình phản ứng thể tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được hiệu chỉnh tới nhiệt độ 6°C. Khi nhiệt độ phản ứng đạt tới nhiệt độ 6°C, natri hydroxit (dung dịch nước 50%, 5g) được bổ sung vào hỗn hợp. $\text{NaSH} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (70% NaSH, 3660g, 45,75mol), metanol (1000g) và nước (500g) được hòa tan hoàn toàn bằng cách khuấy trong một bình phản ứng thể tích 10L khác và axit clohydric được bổ sung từ từ từng giọt vào đó để tạo ra khí hydro sulfua. Khí hydro sulfua được bổ sung vào dung dịch epiclohydrin để thu được bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua. Phản ứng hoàn thành được khẳng định bằng GC. Khi lượng 3-clo-2-hydroxy-propan-1-thiol dư có mặt, hàm lượng hợp chất thiol được tính toán từ hệ số tích phân tương đối bằng GC và epiclohydrin được bổ sung thêm với lượng tương ứng với lượng đã tính toán để tạo ra bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCPS-3) (6455g, 58,91mol, hiệu suất 98%) chứa 0,7% epiclohydrin.

Ví dụ tổng hợp 4

Tổng hợp bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-4)

Epiclohydrin (5563g, 60,12mol) và metanol (2500g) được đưa vào bình phản ứng thể tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được hiệu chỉnh tới nhiệt độ 6°C. Khi nhiệt độ

phản ứng đạt tới nhiệt độ 6°C, natri hydroxit (dung dịch nước 50%, 5g) được bổ sung vào hỗn hợp. NaSH·xH₂O (70% NaSH, 3660g, 45,75mol), metanol (1000g) và nước (500g) được hòa tan hoàn toàn bằng cách khuấy trong một bình phản ứng thể tích 10L khác và axit clohydric được bổ sung từ từ từng giọt vào đó để tạo ra khí hydro sulfua. Khí hydro sulfua được bổ sung vào dung dịch epiclohydrin để thu được bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua chứa 2,2% trọng lượng epiclohydrin. Khí hydro sulfua được bổ sung để phản ứng với bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua. Phản ứng tạo ra bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-4) (6521,11g, 59,51mol, hiệu suất 99%) chứa 0,5% epiclohydrin.

Ví dụ tổng hợp 5

Tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (EPS-1)

1072,48g (4,89mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-2) chứa 0,2% trọng lượng epiclohydrin tổng hợp trong ví dụ tổng hợp 2, 1300g toluen và 800g metanol được đưa vào bình phản ứng thể tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được hiệu chỉnh tới nhiệt độ 30°C bằng cách khuấy. Khi nhiệt độ phản ứng đạt tới nhiệt độ 25°C, NaOH (dung dịch nước 50%, 783,08g, 9,78mol) được bổ sung từng giọt trong vòng thời gian 1 giờ. Phản ứng được thực hiện trong khi duy trì nhiệt độ nằm trong khoảng 35-37°C. Sau khi để yên ở nhiệt độ 37°C trong thời gian 30 phút, 2000g toluen được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, tiếp theo bằng thao tác khuấy trong thời gian khoảng 10 phút. Hỗn hợp tạo thành 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 400g metanol vào lớp hữu cơ. Sau khi khuấy, thioure (1117,65g, 14,30mol) và anhydrit axetic (70g) được bổ sung ở nhiệt độ 8°C. Phản ứng được tiếp tục ở nhiệt độ 18°C trong thời gian 18 giờ. Phản ứng hoàn thành được xác định là thời điểm khi các nguyên liệu khởi đầu biến mất và sản phẩm không còn bị thay đổi bất kỳ nào nữa, điều này được khẳng định bằng HPLC. Sau khi phản ứng đã hoàn thành, thao tác khuấy được dừng lại để tách lớp. Lớp hữu cơ tạo ra được rửa ba lần bằng nước và dung môi hữu cơ được loại bỏ, thu được bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (EPS-1) (593g, 3,32mol, hiệu suất 68%) chứa 0,2% trọng lượng epithioclohydrin. Sản phẩm có chỉ số khúc xạ (n_D, 20°C) là 1,614.

Ví dụ tổng hợp 6

Tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (EPS-2)

1072,48g (4,89mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-4) chứa 0,5% trọng lượng epiclohydrin được tổng hợp trong ví dụ tổng hợp 4, 1300g toluen và 800g metanol được đưa vào bình phản ứng thể tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được hiệu chỉnh tới nhiệt độ 30°C bằng cách khuấy. Khi nhiệt độ phản ứng đạt tới nhiệt độ 25°C, NaOH (dung dịch nước 50%, 783,08g, 9,78mol) được bổ sung từng giọt trong vòng thời gian 1 giờ. Phản ứng được thực hiện trong khi duy trì nhiệt độ nằm trong khoảng 35-37°C. Sau khi để yên ở nhiệt độ 37°C trong thời gian 30 phút, 2000g toluen được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, tiếp theo bằng thao tác khuấy trong thời gian khoảng 10 phút. Hỗn hợp tạo thành 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 400g metanol vào lớp hữu cơ. Sau khi khuấy, thioure (1117,65g, 14,30mol) và anhydrit axetic (70g) được bổ sung ở nhiệt độ 8°C. Phản ứng được tiếp tục ở nhiệt độ 18°C trong thời gian 18 giờ. Phản ứng hoàn thành được xác định là thời điểm khi các nguyên liệu khởi đầu biến mất và sản phẩm không còn bị thay đổi bất kỳ nào nữa, điều này được khẳng định bằng HPLC. Sau khi phản ứng đã hoàn thành, thao tác khuấy được dừng lại để tách lớp. Lớp hữu cơ tạo ra được rửa ba lần bằng nước và dung môi hữu cơ được loại bỏ, thu được bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (EPS-2) (593,01g, 3,32mol, hiệu suất 68%) chứa 0,41% trọng lượng epithioclohydrin. Sản phẩm có chỉ số khúc xạ (n_D , 20°C) là 1,614.

Ví dụ tổng hợp 7

Tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (EPS-3)

1072,48g (4,89mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-3) chứa 0,7% trọng lượng epiclohydrin được tổng hợp trong ví dụ tổng hợp 3, 1300g toluen và 800g metanol được đưa vào bình phản ứng thể tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được hiệu chỉnh tới nhiệt độ 30°C bằng cách khuấy. Khi nhiệt độ phản ứng đạt tới nhiệt độ 25°C, NaOH (dung dịch nước 50%, 783,08g, 9,78mol) được bổ sung từng giọt trong vòng thời gian 1 giờ. Phản ứng được thực hiện trong khi duy trì nhiệt độ nằm trong khoảng 35-37°C. Sau khi để yên ở nhiệt độ 37°C trong thời gian 30 phút, 2000g toluen được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, tiếp theo bằng thao tác khuấy trong thời gian khoảng 10 phút. Hỗn hợp tạo thành 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. Bỏ sung 400g metanol vào lớp hữu cơ. Sau khi khuấy, thioure (1117,65g, 14,30mol) và anhydrit axetic (70g) được bổ sung ở nhiệt độ 8°C. Phản ứng được tiếp tục ở nhiệt độ 18°C trong thời gian 18 giờ. Phản ứng hoàn thành được xác định là thời điểm khi các nguyên liệu khởi đầu biến mất và sản phẩm không còn bị thay đổi bất kỳ nào nữa, điều này được khẳng định bằng HPLC. Sau khi phản ứng đã hoàn thành, thao tác khuấy được dừng lại để tách lớp. Lớp hữu cơ tạo ra được rửa ba lần bằng nước và dung môi hữu cơ được loại bỏ, thu được bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (EPS-3) (587,23g, 3,29mol, hiệu suất 67%) chứa 0,57% trọng lượng epithioclohydrin. Sản phẩm có chỉ số khúc xạ (n_D , 20°C) là 1,614.

Ví dụ tổng hợp 8

Tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (EPS-4)

1072,48g (4,89mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua (BCP-1) chứa 2,2% trọng lượng epiclohydrin được tổng hợp trong ví dụ tổng hợp 1, 1300g toluen và 800g metanol được đưa vào bình phản ứng thể tích 10L. Nhiệt độ phản ứng được hiệu chỉnh tới nhiệt độ 30°C bằng cách khuấy. Khi nhiệt độ phản ứng đạt tới nhiệt độ 25°C, NaOH (dung dịch nước 50%, 783,08g, 9,78mol) được bổ sung từng giọt trong vòng thời gian 1 giờ. Phản ứng được thực hiện trong khi duy trì nhiệt độ nằm trong khoảng 35-37°C. Sau khi để yên ở nhiệt độ 37°C trong thời gian 30 phút, 2000g toluen được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, tiếp theo bằng thao tác khuấy trong thời gian khoảng 10 phút. Hỗn hợp tạo thành 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. Bỏ sung 400g metanol vào lớp hữu cơ. Sau khi khuấy, thioure (1117,65g, 14,30mol) và anhydrit axetic (70g) được bổ sung ở nhiệt độ 8°C. Phản ứng được tiếp tục ở nhiệt độ 18°C trong thời gian 18 giờ. Phản ứng hoàn thành được xác định là thời điểm khi các nguyên liệu khởi đầu biến mất và sản phẩm không còn bị thay đổi bất kỳ nào nữa, điều này được khẳng định bằng HPLC. Sau khi phản ứng đã hoàn thành, thao tác khuấy được dừng lại để tách lớp. Lớp hữu cơ tạo ra được rửa ba lần bằng nước và dung môi hữu cơ được loại bỏ, thu được bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (EPS-4) (584,95g, 3,28mol, hiệu suất 67%) chứa 1,89% trọng lượng epithioclohydrin. Sản phẩm có chỉ số khúc xạ (n_D , 20°C) là 1,614.

Ví dụ 1

89g bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (EPS-1) (hàm lượng epithioclohydrin 0,2% trọng lượng) tổng hợp trong ví dụ tổng hợp 5 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 làm chất hấp thụ UV được kết hợp và hòa tan ở nhiệt độ 20°C để điều chế dung dịch đồng nhất. 8-PENPP là để chỉ (3% trọng lượng etylen oxit 9M, 80% trọng lượng etylen oxit 8M, 5% trọng lượng etylen oxit 7M, 6% trọng lượng etylen oxit 6M và 6% trọng lượng etylen oxit 5M) làm phosphat axit. Dung dịch được khử khí tại áp suất 400Pa trong thời gian 1 giờ, được lọc qua bộ lọc PTFE cỡ 1µm và nạp đầy vào một khuôn gồm khuôn thủy tinh và dây. Sau khi khuôn được đưa vào buồng polyme hóa, nhiệt độ được gia tăng dần dần từ 25°C lên đến 130°C trong thời gian 21 giờ. Sau khi quá trình polyme hóa kết thúc, khuôn được lấy ra khỏi buồng. Khả năng tháo khuôn sản phẩm đã tạo khuôn ra khỏi khuôn là dễ dàng. Nhựa tạo ra được ủ ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 4 giờ. Nhựa đã ủ được xác định có chỉ số khúc xạ (nE) là 1,697 và số Abbe là 35. Trạng thái của dung dịch trước khi nạp vào khuôn được quan sát bằng mắt và việc quan sát được tiến hành để quan sát xem liệu có các vết dạng vòng tròn nào được tạo ra trên bề mặt sản phẩm đã tạo khuôn sau khi tháo khuôn hay không. Kết quả, không có bất thường nào được quan sát thấy và không có vết trắng nào xuất hiện. Nhựa có giá trị YI bằng 1,8 và ổn định về chất lượng.

Ví dụ 2

Chế phẩm nhựa ở dạng dung dịch được điều chế theo cách tương tự như trong ví dụ 1, chỉ khác ở chỗ, EPS-2 (hàm lượng epithioclohydrin 0,41% trọng lượng) tổng hợp trong ví dụ tổng hợp 6 được sử dụng làm hợp chất thioepoxy. Dung dịch được khử khí tại áp suất 400Pa trong thời gian 1 giờ, được lọc qua bộ lọc PTFE cỡ 1µm và nạp đầy vào một khuôn gồm khuôn thủy tinh và dây. Sau khi khuôn được đưa vào buồng polyme hóa, nhiệt độ được gia tăng dần dần từ 25°C lên đến 130°C trong thời gian 21 giờ. Sau khi quá trình polyme hóa kết thúc, khuôn được lấy ra khỏi buồng. Khả năng tháo khuôn sản phẩm đã tạo khuôn ra khỏi khuôn là dễ dàng. Nhựa tạo ra được ủ ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 4 giờ. Nhựa đã ủ được xác định có chỉ số khúc xạ (nE) là 1,697 và số Abbe là 35. Trạng thái của dung dịch trước khi nạp vào khuôn được

quan sát bằng mắt và việc quan sát được tiến hành để quan sát xem liệu có các vết dạng vòng tròn nào được tạo ra trên bề mặt sản phẩm đã tạo khuôn sau khi tháo khuôn hay không. Kết quả, không có bất thường nào được quan sát thấy và không có vết trắng nào xuất hiện. Nhựa có giá trị YI bằng 2,1 và ổn định về chất lượng.

Ví dụ 3

Chế phẩm nhựa ở dạng dung dịch được điều chế theo cách tương tự như trong ví dụ 1, chỉ khác ở chỗ, EPS-3 (hàm lượng epithioclohydrin 0,57% trọng lượng) tổng hợp trong ví dụ tổng hợp 6 được sử dụng làm hợp chất thioepoxy. Dung dịch được khử khí tại áp suất 400Pa trong thời gian 1 giờ, được lọc qua bộ lọc PTFE cỡ 1µm và nạp đầy vào một khuôn gồm khuôn thủy tinh và dây. Sau khi khuôn được đưa vào buồng polyme hóa, nhiệt độ được gia tăng dần dần từ 25°C lên đến 130°C trong thời gian 21 giờ. Sau khi quá trình polyme hóa kết thúc, khuôn được lấy ra khỏi buồng. Khả năng tháo khuôn sản phẩm đã tạo khuôn ra khỏi khuôn là dễ dàng. Nhựa tạo ra được ủ ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 4 giờ. Nhựa đã ủ được xác định có chỉ số khúc xạ (nE) là 1,697 và số Abbe là 35. Trạng thái của dung dịch trước khi nạp vào khuôn được quan sát bằng mắt và việc quan sát được tiến hành để quan sát xem liệu có các vết dạng vòng tròn nào được tạo ra trên bề mặt sản phẩm đã tạo khuôn sau khi tháo khuôn hay không. Kết quả, không có bất thường nào được quan sát thấy và không có vết trắng nào xuất hiện. Nhựa có giá trị YI bằng 2,3 và ổn định về chất lượng.

Ví dụ so sánh 1

89g bis(2,3-epithiopropyl)sulfua (hàm lượng epithioclohydrin 1,89% trọng lượng) tổng hợp trong ví dụ tổng hợp 8 làm hợp chất thioepoxy, 5g isophoron diisoxyanat làm hợp chất isoxyanat, 6g bis(2-mercaptoetyl)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 làm chất hấp thụ UV được kết hợp và hòa tan ở nhiệt độ 20°C để điều chế dung dịch đồng nhất. 8-PENPP là để chỉ polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat (3% trọng lượng etylen oxit 9M, 80% trọng lượng etylen oxit 8M, 5% trọng lượng etylen oxit 7M, 6% trọng lượng etylen oxit 6M và 6% trọng lượng etylen oxit 5M) làm phosphat axit. Dung dịch được khử khí tại áp suất 400Pa trong thời gian 1 giờ, được lọc qua bộ lọc PTFE cỡ 1µm và nạp đầy vào một khuôn gồm khuôn thủy tinh và dây. Sau khi khuôn được đưa vào buồng polyme hóa, nhiệt độ được gia tăng dần dần từ

25°C lên đến 130°C trong thời gian 21 giờ. Sau khi quá trình polyme hóa kết thúc, khuôn được lấy ra khỏi buồng. Khả năng tháo khuôn sản phẩm đã tạo khuôn ra khỏi khuôn là rất kém. Nhựa tạo ra được ủ ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 4 giờ. Nhựa đã ủ được xác định có chỉ số khúc xạ (nE) là 1,697 và số Abbe là 35. Trạng thái của dung dịch trước khi nạp vào khuôn được quan sát bằng mắt và việc quan sát được tiến hành để quan sát xem liệu có các vết dạng vòng tròn nào được tạo ra trên bề mặt sản phẩm đã tạo khuôn sau khi tháo khuôn hay không. Kết quả, không có bất thường nào được quan sát thấy và không có vết trắng nào xuất hiện. Nhựa có giá trị YI bằng 3,2.

Các chế phẩm nhựa điều chế trong ví dụ từ 1 đến 3 và ví dụ so sánh 1 và kết quả thu được được tóm tắt trong Bảng 1.

Bảng 1

Ví dụ số	Hợp chất thioepoxy	Hợp chất isoxyanat	Hợp chất thiol	Hàm lượng epithioclohydrin (%)	Chỉ số khúc xạ	Khả năng tháo khuôn	Màu
Ví dụ 1	EPS-1 89 g	IPDI 5 g	BMES 6g	0,2	1,697	○	○
Ví dụ 2	EPS-2 89 g	IPDI 5 g	BMES 6g	0,41	1,697	○	○
Ví dụ 3	EPS-3 89 g	IPDI 5 g	BMES 6g	0.57	1,697	○	○
Ví dụ so sánh 1	EPS-4 89 g	IPDI 5 g	BMES 6g	1,89	1,697	×	×

Chữ viết tắt

EPS: Bis(2,3-epithiopropyl)sulfua

IPDI: Isophoron diisoxyanat

BMES: Bis(2-mercaptoetyl)sulfua

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

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

PRD: Thuốc nhuộm perinon

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Theo sáng chế, vấn đề về tính không ổn định màu gặp phải trong vật liệu quang thioepoxy thông thường có thể được giải quyết một cách dễ dàng. Do đó, thấu kính thioepoxy màu sáng, trong suốt, chất lượng cao có thể được sản xuất với năng suất cao. Vật liệu quang thioepoxy theo sáng chế có màu sáng và trong suốt. Nhờ

những lợi thế này, vật liệu quang thioepoxy có thể được sử dụng rộng rãi làm vật liệu thay thế cho các vật liệu quang thông thường trong các lĩnh vực khác nhau. Cụ thể, vật liệu quang thioepoxy có thể được sử dụng trong thấu kính nhựa đeo mắt, thấu kính phân cực 3D bao gồm màng phân cực lắp trên thấu kính đeo mắt và thấu kính camera. Vật liệu quang thioepoxy cũng có thể được sử dụng trong nhiều loại sản phẩm quang học, bao gồm lăng kính, sợi quang học, các nền môi trường ghi dùng cho đĩa quang, v.v., các bộ lọc màu và bộ lọc hấp thụ UV.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất vật liệu quang thioepoxy, phương pháp này bao gồm các bước:

thu nhận bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua từ epiclohydrin làm nguyên liệu ban đầu, điều chế hợp chất epoxy chứa epithioclohydrin với lượng 0,5% khối lượng hoặc thấp hơn từ bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua, và sau đó cho hợp chất epoxy này phản ứng với thioure để thu được bis(2,3-epithiopropyl)sulfua chứa epithioclohydrin với lượng 1% khối lượng hoặc thấp hơn; và

đúc polyme hóa chế phẩm có thể polyme hóa được bao gồm bis(2,3-epithiopropyl) sulfua thu được từ bước trên đây.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chế phẩm có thể polyme hóa được còn bao gồm hợp chất polyisoxyanat.

3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó chế phẩm có thể polyme hóa được còn bao gồm hợp chất polythiol.

4. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3, trong đó hợp chất polyisoxyanat được chọn từ nhóm bao gồm isophoron diisoxyanat (IPDI), hexametylen diisoxyanat (HDI), dixiclohexylmetan diisoxyanat (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.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chế phẩm có thể polyme hóa được còn bao gồm hợp chất olefin làm chất cải biến nhựa phản ứng.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chế phẩm có thể polyme hóa được còn bao gồm ít nhất một hợp chất phosphat este được chọn từ nhóm bao gồm polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat gồm 5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 5M, 80% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 4M, 10% khối lượng

sản phẩm cộng etylen oxit 3M, và 5% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 1M, polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat gồm 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, polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat gồm 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, polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat gồm 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, and 4% khối lượng sản phẩm cộng etylen oxit 13M, polyoxyetylen nonylphenol ete phosphat gồm 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, polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat gồm 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, polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat gồm 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, polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat gồm 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, polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat gồm 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, polyoxypropylen nonylphenol ete phosphat gồm 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, và Zelec UNTM làm chất trợ tháo khuôn bên trong.

7. Vật liệu quang thioepoxy được sản xuất bằng phương pháp theo điểm 1.
8. Thấu kính quang học thioepoxy được làm từ vật liệu quang theo điểm 7.