



(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)



1-0029814

(51)⁷ C08G 18/38; G02B 1/04

(13) B

(21) 1-2015-00794

(22) 09/10/2007

(62) 1-2011-03451

(86) PCT/JP2007/069659 09/10/2007

(87) WO 2008/047626 24/04/2008

(30) 2006-281020 16/10/2006 JP

(45) 25/10/2021 403

(43) 25/06/2015 327

(73) Mitsui Chemicals, Inc. (JP)

5-2, Higashi-Shimbashi 1-chome, Minato-ku, Tokyo 105-7117, Japan

(72) Masaru KAWAGUCHI (JP); Shigetoshi KUMA (JP); Mamoru TANAKA (JP);
Seiichi KOBAYASHI (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) CHẾ PHẨM CÓ KHẢ NĂNG POLYME HÓA DỪNG CHO VẬT LIỆU QUANG
HỌC VÀ QUY TRÌNH SẢN XUẤT CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm có khả năng polyme hóa dùng cho vật liệu quang học, chế phẩm này chứa hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat, trong đó hàm lượng nước trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 10 đến 300ppm. Sáng chế cũng đề xuất quy trình sản xuất chế phẩm có khả năng polyme hóa bao gồm các bước:

- phun hợp chất polythiol với nitơ dưới áp suất giảm hoặc chưng cất hợp chất polythiol để giảm lượng nước trong hợp chất polythiol này, và

- trộn hợp chất polythiol thu được ở bước nêu trên với hợp chất polyiso(thio)xyanat để thu được chế phẩm có khả năng polyme hóa mà có lượng nước nằm trong khoảng từ 10 đến 300ppm.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất vật liệu quang học (ví dụ, thấu kính) làm bằng nhựa polyuretan có các tính chất quang học tốt bằng cách polyme hóa chế phẩm có khả năng polyme hóa chứa hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vì vật liệu quang học làm bằng nhựa nhẹ và khó vỡ hơn so với vật liệu quang học làm bằng chất liệu vô cơ và có thể nhuộm màu được, hiện nay nó đã được chấp nhận một cách nhanh chóng để dùng cho các loại vật liệu quang học khác nhau, như kính đeo mắt và ống kính máy ảnh.

Đồng thời, đã có nhu cầu về nhựa dùng cho vật liệu quang học có tính năng cao hơn. Cụ thể, đã có nhu cầu cải thiện để có chỉ số khúc xạ cao hơn, trị số Abbe cao hơn, tỷ trọng thấp hơn và độ bền nhiệt cao hơn. Để đáp ứng nhu cầu này, các nhựa khác nhau dùng cho vật liệu quang học đã được phát triển và đưa vào sử dụng.

Trong số các nhựa khác, các nhựa polyuretan khác nhau đã được đề xuất một cách tích cực. Các tác giả sáng chế cũng đã đưa ra nhiều đề xuất về các loại vật liệu quang học, như thấu kính làm bằng chất dẻo, làm bằng nhựa polyuretan.

Để làm một nhựa trong số các nhựa đại diện nhất của nhựa polyuretan, nhựa thu được bằng cách cho hợp chất polythiol phản ứng với hợp chất polyiso(thio)xyanat có thể được lấy làm ví dụ. Nhựa này trong suốt và không màu, có chỉ số khúc xạ cao và đặc tính phân tán thấp, và có các tính chất tuyệt vời, như độ bền chống va đập, khả năng nhuộm màu và tính dễ gia công. Do đó, nó là một trong số các nhựa tốt nhất dùng cho vật liệu quang học như thấu kính làm bằng chất dẻo. Trong số các nhựa khác, độ trong suốt của nhựa này là đặc tính thiết yếu đối với thấu kính.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Ngay trong quá trình sản xuất nhựa dùng cho vật liệu quang học, sự hình thành đường vân hoặc vân đục có thể xảy ra trong nhựa hoặc vật liệu quang học thu được bởi sự polyme hóa. Sự hình thành đường vân hoặc vân đục này có thể làm giảm tính năng của vật liệu quang học. Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất hữu hiệu vật liệu quang học (ví dụ, thấu kính) làm bằng nhựa polyuretan tính năng cao, cụ thể là, trong suốt và không màu mà không bị biến dạng, không gây ra sự hình thành đường vân hoặc sự làm vân đục.

Để đạt được mục đích này, các tác giả sáng chế đã nghiên cứu một cách sâu rộng, nhờ đó phát hiện ra rằng có mối tương quan chặt chẽ giữa tốc độ polyme hóa của chế phẩm có khả năng polyme hóa, hoặc sự có mặt của sự làm vân đục hoặc sự hình thành đường vân trong thấu kính làm bằng nhựa polyuretan, và hàm lượng nước trong chế phẩm có khả năng polyme hóa.

Nói chung, có khả năng sản xuất được thấu kính có độ trong suốt cao mà không có sự hình thành đường vân hoặc vân đục ở hiệu suất cao bằng cách chọn lượng chất xúc tác và kiểu tăng nhiệt độ phù hợp cho dạng thấu kính cụ thể trong quá trình sản xuất thấu kính. Như đã biết, trong điều kiện tốc độ polyme hóa giảm xuống dưới tỷ lệ thông thường, tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân hoặc vân đục nói chung gia tăng một cách đột ngột, mà có thể thường xuyên gây ra sự suy giảm độ trong suốt của nhựa. Đồng thời, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, trong trường hợp hàm lượng nước của chế phẩm có khả năng polyme hóa chứa hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat vượt quá trị số nhất định, tốc độ polyme hóa hơi giảm dần đến việc hình thành đường vân hoặc vân đục, mà có thể làm giảm sản lượng của sản phẩm. Tức là, đã phát hiện ra rằng bằng cách duy trì hàm lượng nước trong chế phẩm có khả năng polyme hóa trong khoảng nhất định, sự giảm tốc độ polyme hóa bị kìm hãm và có thể thu được thấu kính nhựa polyuretan tính năng cao, tức là trong suốt và không màu mà không có sự làm vân đục hoặc sự hình thành đường vân, nhờ đó đã tạo ra sáng chế.

Theo giải pháp kỹ thuật thông thường đã biết, đã biết rằng với hàm lượng nước rất cao, hợp chất iso(thio)xyanat sẽ phản ứng với nước đến mức xảy ra sự tạo bọt hoặc sự làm vẩn đục nhựa làm mất hoàn toàn độ trong suốt, và quy trình sản xuất vật liệu quang học ở quy mô công nghiệp trở nên khó khăn. Hoàn toàn khác với các hiện tượng tạo bọt và vẩn đục do hàm lượng nước rất cao gây ra, sáng chế dựa vào sự phát hiện ra mối tương quan giữa hàm lượng nước ở khoảng đặc trưng cực thấp (tính theo đơn vị ppm) vì đã được cho rằng không ảnh hưởng bất lợi đến quy trình sản xuất ở quy mô công nghiệp và tốc độ polyme hóa hoặc sự hình thành đường vân hoặc sự làm vẩn đục xảy ra từ đó. Mối tương quan này được phát hiện ra trước tiên bởi các tác giả sáng chế, và mối tương quan này chưa được biết đến trong các giải pháp kỹ thuật đã biết.

Cụ thể, theo một khía cạnh của sáng chế là quy trình sản xuất nhựa dùng cho vật liệu quang học bằng cách polyme hóa chế phẩm có khả năng polyme hóa chứa hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat, khác biệt ở chỗ, hàm lượng nước trong chế phẩm này nằm trong khoảng từ 10 đến 300ppm.

Theo các khía cạnh khác, sáng chế đề xuất nhựa thu được bằng quy trình sản xuất, và vật liệu quang học như thấu kính làm bằng nhựa.

Theo sáng chế, vật liệu quang học tính năng cao (ví dụ, thấu kính) làm bằng nhựa polyuretan, là trong suốt và không màu, không bị biến dạng, có thể được sản xuất một cách hữu hiệu với hiệu suất cao mà không gây ra sự hình thành đường vân hoặc sự làm vẩn đục.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo sáng chế, nhựa polyuretan dùng cho vật liệu quang học được tạo ra bằng cách polyme hóa chế phẩm có khả năng polyme hóa chứa hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat. Hàm lượng nước của chế phẩm có khả năng polyme hóa nằm trong khoảng từ 10 đến 300ppm. Mặc dù hàm lượng nước dưới 10ppm là chấp nhận được, khó làm giảm hàm lượng nước xuống dưới 10ppm, bởi vì sự tồn tại của độ ẩm trong polythiol nguyên liệu thô và sự nhiễm hơi ẩm trong quy trình sản xuất ở công đoạn trộn hợp chất polythiol và hợp chất

iso(thio)xyanat, và tương tự. Hơn nữa, hàm lượng nước của chế phẩm có khả năng polyme hóa tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 200ppm.

Để giới hạn hàm lượng nước nằm trong khoảng từ 10 đến 300ppm, cần giảm hàm lượng nước đến mức có thể ở giai đoạn sản xuất monome. Ví dụ, nếu dung môi được sử dụng trong quá trình sản xuất monome, hàm lượng nước có thể được giảm đồng thời với sự loại bỏ dung môi bằng cách sử dụng hỗn hợp đồng sôi với nước. Hàm lượng nước trong monome có thể được giảm tiếp bằng cách loại bỏ độ ẩm dư trong hệ thống nhờ việc phun khí nitơ dưới áp suất giảm ở nhiệt độ trong phòng hoặc nhiệt độ được nâng cao. Trong trường hợp quá trình chưng cất được sử dụng để tinh chế, hàm lượng nước trong monome có thể được giảm bằng cách điều chỉnh lượng giới hạn ban đầu. Hàm lượng nước thấp có thể được duy trì bằng cách lưu giữ monome được tạo ra dưới môi trường nitơ nhằm ngăn chặn sự gia tăng hàm lượng nước bởi sự hấp thu độ ẩm sau quá trình sản xuất monome.

Theo sáng chế, điều quan trọng không chỉ là giảm hàm lượng nước trong monome hoặc chế phẩm có khả năng polyme hóa theo các kỹ thuật nêu trên, mà còn phải đánh giá hàm lượng nước trong monome hoặc chế phẩm có khả năng polyme hóa để xem xét xem chúng có thể được dùng cho quá trình polyme hoá hay không. Điều này có nghĩa là, trong trường hợp kết quả hàm lượng nước theo sự đánh giá nằm trong khoảng được xác định bởi sáng chế, monome hoặc chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng để polyme hoá, nhưng trong trường hợp nó nằm ngoài khoảng này, chúng không được sử dụng cho quá trình polyme hoá nhưng được xử lý thêm để làm giảm hàm lượng nước, sau đó đánh giá lại khả năng sử dụng chúng cho quá trình polyme hoá.

Trong trường hợp hàm lượng nước trong chế phẩm có khả năng polyme hóa nằm trong khoảng đã xác định, về cơ bản không xảy ra sự giảm tốc độ polyme hóa và có thể thu được vật liệu quang học làm bằng nhựa polyuretan trong suốt không có sự hình thành đường vân và sự làm vẩn đục. Do đó, hàm lượng nước trong hợp chất polythiol được sử dụng cho chế phẩm có khả năng

polyme hóa tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 600ppm, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 400ppm xét theo quan điểm kim hàm sự hình thành đường vân và sự làm vân đục. Hàm lượng nước có thể được xác định bằng máy đo độ ẩm Karl-Fisher.

Chế phẩm có khả năng polyme hóa là chế phẩm chứa hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat làm các hợp phần chính. Ngoài ra, chế phẩm có thể chứa các hợp phần quang học cần thiết, như chất xúc tác, tác nhân giải phóng bên trong, chất hấp thụ tia UV và chất tạo màu xanh.

Thấu kính polyuretan, ví dụ, có thể được sản xuất bằng cách đúc hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat cũng như hợp phần quang học nếu cần vào trong khuôn chế tạo thấu kính, sau đó polyme hóa.

Không có giới hạn cụ thể về hợp chất polyiso(thio)xyanat được sử dụng cho chế phẩm có khả năng polyme hóa, miễn là nó là hợp chất có 2 hoặc nhiều nhóm iso(thio)xyanat trong phân tử. Ở đây, thuật ngữ "iso(thio)xyanat" có nghĩa là "isoxyanat hoặc isothioxyanat".

Các ví dụ đặc trưng của hợp chất polyiso(thio)xyanat bao gồm: các hợp chất polyisoxyanat 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, bis(isoxyanatoetyl) ete, lysin diisoxyanatometyl este, và lysin triisoxyanat;

các hợp chất polyisoxyanat vòng béo, như 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2.2.1]heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2.2.1]heptan, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, dixyclohexylmetan diisoxyanat, và isophoron diisoxyanat;

các hợp chất polyisoxyanat có vòng thơm, như 1,2-diisoxyanatobenzen, 1,3-diisoxyanatobenzen, 1,4-diisoxyanatobenzen, 2,4-diisoxyanatotoluen, etylphenylen diisoxyanat, isopropylphenylen diisoxyanat, dimethylphenylen

diisoxyanat, diethylphenylen diisoxyanat, diisopropylphenylen diisoxyanat, trimetylbenzen triisoxyanat, benzen triisoxyanat, biphenyl diisoxyanat, toluidin diisoxyanat, 4,4'-metylen bis(phenylisoxyanat), 4,4'-metylen bis(2-metylphenylisoxyanat), bibenzyl-4,4'-diisoxyanat, bis(isoxyanatophenyl)etylen, bis(isoxyanatometyl)benzen, bis(isoxyanatoetyl)benzen, bis(isoxyanatopropyl)benzen, $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametylxylylen diisoxyanat, bis(isoxyanatobutyl)benzen, bis-(isoxyanatometyl)naphtalen, bis(isoxyanatometylphenyl)ete, bis(iso-xyanatoetyl)phtalat, và 2,6-di(isoxyanatometyl)furan;

các hợp chất polyisoxyanat béo chứa lưu huỳnh, như bis(isoxyanatometyl)sulfua, bis(isoxyanatoetyl)sulfua, bis(isoxyanatopropyl)sulfua, bis(isoxyanatohexyl)sulfua, bis(isoxyanatometyl)sulfon, bis(isoxyanatometyl)disulfua, bis(isoxyanatoetyl)disulfua, bis(isoxyanatopropyl)disulfua, bis(isoxyanatometylthio)metan, bis(isoxyanatoetylthio)-metan, bis(isoxyanatometylthio)etan, bis(isoxyanatoetylthio)etan, 1,5-diisoxyanato-2-isoxyanatometyl-3-thiapentan, 1,2,3-tris(isoxyanato-metylthio)propan, 1,2,3-tris(isoxyanatoetylthio)propan, 3,5-dithia-1,2,6,7-heptan tetraisoxyanat, 2,6-diisoxyanatometyl-3,5-dithia-1,7-heptandiisoxyanat, 2,5-diisoxyanatometylthiophen, và isoxyanatoetylthio-2,6-dithia-1,8-octan diisoxyanat;

các hợp chất sulfua polyisoxyanat thơm, như 2-isoxyanato-phenyl-4-isoxyanatophenyl sulfua, bis(4-isoxyanatophenyl)sulfua và bis(4-isoxyanatometyl phenyl)sulfua;

các hợp chất disulfua polyisoxyanat thơm, như bis(4-isoxyanatophenyl)disulfua, bis(2-metyl-5-isoxyanatophenyl)disulfua, bis(3-metyl-5-isoxyanatophenyl)disulfua, bis(3-metyl-6-isoxyanatophenyl)-disulfua, bis(4-metyl-5-isoxyanatophenyl)disulfua, và bis(4-metoxi-3-isoxyanatophenyl)disulfua;

các hợp chất polyisoxyanat vòng béo chứa lưu huỳnh, như 2,5-

diisoxyanatotetrahydrothiophen, 2,5-diisoxyanatometyltetrahydrothiophen, 3,4-diisoxyanatometyltetrahydrothiophen, 2,5-diisoxyanato-1,4-dithian, 2,5-diisoxyanatometyl-1,4-dithian, 4,5-diisoxyanato-1,3-dithiolan, 4,5-bis(isoxyanatometyl)-1,3-dithiolan và 4,5-diisoxyanatometyl-2-metyl-1,3-dithiolan;

các hợp chất polyisothioxyanat béo, như 1,2-diisothioxyanato-etan và 1,6-diisothioxyanatohexan; các hợp chất polyisothioxyanat vòng béo như xyclohexandiisothioxyanat; các hợp chất polyisothioxyanat thơm, như 1,2-diisothioxyanatobenzen, 1,3-diisothio-xyanatobenzen, 1,4-diisothioxyanatobenzen, 2,4-diisothioxyanatotoluen, 2,5-diisothioxyanato-m-xylen, 4,4'-metylen bis(phenylisothioxyanat), 4,4'-metylen bis(2-metylphenylisothioxyanat), 4,4'-metylen bis(3-metyl-phenylisothioxyanat), 4,4-diisothioxyanatobenzophenon, 4,4'-diisothio-xyanato-3,3'-dimetylbenzophenon và bis(4-isothioxyanatophenyl) ete;

Hơn nữa, các hợp chất carbonylpolyisothioxyanat, như 1,3-benzendicarbonyl diisothioxyanat, 1,4-benzendicarbonyl diisothioxyanat và (2,2-pyridin)-4,4-dicarbonyl diisothioxyanat; các hợp chất polyisothioxyanat béo chứa lưu huỳnh, như thiobis(3-isothioxyanatopropan), thiobis(2-isothioxyanatoetan) và dithiobis(2-isothioxyanatoetan);

các hợp chất polyisothioxyanat thơm chứa lưu huỳnh, như 1-isothioxyanato-4-[(2-isothioxyanato)sulfonyl]benzen, thiobis(4-isothio-xyanatobenzen), sulfonyl(4-isothioxyanatobenzen) và dithiobis(4-isothioxyanatobenzen); các hợp chất polyisothioxyanat vòng béo chứa lưu huỳnh, như 2,5-diisothioxyanatothiophen và 2,5-diisothioxyanato-1,4-dithian; và

các hợp chất polyiso(thio)xyanat có nhóm isoxyanat và nhóm isothioxyanat, như 1-isoxyanato-6-isothioxyanatohexan, 1-isoxyanato-4-isothioxyanatoxyclohexan, 1-isoxyanato-4-isothioxyanato-benzen, 4-metyl-3-isoxyanato-1-isothioxyanatobenzen, 2-isoxyanato-4,6-diisothioxyanato-1,3,5-triazin, 4-isoxyanatophenyl-4-isothioxyanatophenyl sulfua và 2-isoxyanatoetyl-

2-isothioxyanatoethyl disulfua.

Hơn nữa, sản phẩm thế được halogen hóa, như sản phẩm thế được clo hóa và sản phẩm thế được brom hóa, sản phẩm thế được alkyl hóa, sản phẩm thế được alkoxy hóa, sản phẩm thế được nitrat hóa, sản phẩm được cải biến kiểu tiền polyme bằng rượu polyhydric, sản phẩm được cải biến bằng carbodiinit, sản phẩm được cải biến bằng ure, sản phẩm được cải biến bằng biuret, và sản phẩm được dime hóa hoặc trime hóa của nó có thể được sử dụng.

Mặc dù như được nêu ở trên, hợp chất polyiso(thio)xyanat không bị giới hạn ở các hợp chất được lấy làm ví dụ này. Các hợp chất được lấy làm ví dụ có thể được sử dụng riêng biệt hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất.

Trong số các hợp chất được lấy làm ví dụ, tốt nhất là ít nhất một hợp chất isoxyanat vòng béo nên được sử dụng. Để làm hợp chất isoxyanat vòng béo này, ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan, 2,6-bis(isoxyanato-metyl)bixyclo[2.2.1]heptan, bis-(isoxyanatometyl)xyclohexan, dixyclo-hexylmetan diisoxyanat và isophoron diisoxyanat tốt hơn là nên được sử dụng.

Không có giới hạn cụ thể đối với hợp chất polythiol được sử dụng cho chế phẩm có khả năng polyme hóa, miễn là nó là hợp chất có 2 hoặc nhiều nhóm thiol trong phân tử.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất polythiol bao gồm: các hợp chất polythiol béo, như metandithiol, 1,2-etandithiol, 1,1-propandithiol, 1,2-propandithiol, 1,3-propandithiol, 2,2-propandithiol, 1,6-hexandithiol, 1,2,3-propantrithiol, 1,1-xyclohexandithiol, 1,2-xyclohexandithiol, 2,2-dimetylpropan-1,3-dithiol, 3,4-dimetoxybutan-1,2-dithiol, 2-metylxcyclo-hexan-2,3-dithiol; 1,1-bis(mercaptometyl)xyclohexan, bis(2-mercapto-etyl) thiomalat, 2,3-dimercapto-1-propanol (2-mercaptoaxetat), 2,3-dimercapto-1-propanol (3-mercaptopropionat), dietylenglycol bis(2-mercaptoaxetat), dietylenglycol bis(3-mercaptopropionat), 1,2-di-mercaptopropyl metyl ete, 2,3-dimercaptopropyl metyl ete, 2,2-bis(mercaptometyl)-1,3-propandithiol, bis(2-mercaptoetyl) ete,

etylenglycol bis(2-mercaptoaxetat), etylenglycol bis(3-mercapto-propionat), trimetylolpropan bis(2-mercaptoaxetat), trimetylolpropan bis(3-mercaptopropionat), pentaerytritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), pentaerytritol tetrakis(3-mercaptopropionat) và tetrakis(mercaptometyl)-metan;

các hợp chất polythiol thơm, như 1,2-dimercaptobenzen, 1,3-dimercaptobenzen, 1,4-dimercaptobenzen, 1,2-bis(mercaptometyl)-benzen, 1,3-bis(mercaptometyl)benzen, 1,4-bis(mercaptometyl)benzen, 1,2-bis(mercaptoetyl)benzen, 1,3-bis(mercaptoetyl)benzen, 1,4-bis(mercaptoetyl)benzen, 1,2,3-trimercaptobenzen, 1,2,4-trimercapto-benzen, 1,3,5-trimercaptobenzen, 1,2,3-tris(mercaptometyl)benzen, 1,2,4-tris(mercaptometyl)benzen, 1,3,5-tris(mercaptometyl)benzen, 1,2,3-ths(mercaptoetyl)benzen, 1,2,4-tris (mercaptoetyl)benzen, 1,3,5-tris(mercaptoetyl)benzen, 2,5-toluendithiol, 3,4-toluendithiol, 1,3-di(p-metoxypheyl)propan-2,2-dithiol, 1,3-diphenylpropan-2,2-dithiol, phenyl-metan-1,1-dithiol và 2,4-di(p-mercaptophenyl)pentan;

các hợp chất polythiol thơm chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto, như 1,2-bis(mercaptoetylthio)benzen, 1,3-bis(mercaptoetylthio)benzen, 1,4-bis(mercaptoetylthio)benzen, 1,2,3-tris(mercaptometylthio)benzen, 1,2,4-tris(mercaptometylthio)benzen, 1,3,5-tris(mercaptometylthio)benzen, 1,2,3-tris(mercaptoetylthio)benzen, 1,2,4-tris(mercaptoetylthio)benzen và 1,3,5-tris(mercaptoetylthio)benzen, cũng như các dẫn xuất nhân alkyl hóa của chúng;

các hợp chất polythiol béo chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto, như bis(mercaptometyl) sulfua, bis(mercaptometyl) disulfua, bis(mercaptoetyl) sulfua, bis(mercaptoetyl) disulfua, bis(mercaptopropyl) sulfua, bis(mercaptometylthio)metan, bis(2-mercapto-etylthio)metan, bis(3-mercapto propylthio)metan, 1,2-bis(mercapto-metylthio)etan, 1,2-bis(2-mercaptoetylthio)etan, 1,2-bis(3-mercapto-propyl)etan, 1,3-bis(mercaptometylthio)propan, 1,3-bis(2-mercapto-etylthio)propan, 1,3-bis(3-

mercaptopropylthio)propan, 1,2,3-tris(mercapto-metylthio)propan, 1,2,3-tris(2-mercaptoethylthio)propan, 1,2,3-tris(3-mercaptopropylthio)propan, 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercapto-propan, 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol, tetrakis(mercaptometylthiometyl)metan, tetrakis(2-mercaptoethylthiometyl)metan, tetrakis(3-mercaptopropyl-thiometyl)metan, bis(2,3-dimercaptopropyl) sulfua, bis(1,3-dimercapto-propyl) sulfua, 2,5-dimercapto-1,4-dithian, 2,5-dimercaptometyl-1,4-dithian, 2,5-dimercaptometyl-2,5-dimetyl-1,4-dithian, bis(mercapto-metyl) disulfua, bis(mercaptoethyl) disulfua và bis(mercaptopropyl) disulfua, cũng như các thioglycolat và các mercaptopropionat este của chúng;

các hợp chất polythiol béo khác chứa liên kết este và nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto, như hydroxymetylsulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxymetylsulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxyetylsulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxyetylsulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxypropylsulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxy-propylsulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxymetyldisulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxymetyldisulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxyetyldisulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxyetyldisulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxypropyldisulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxypropyldisulfua bis(3-mercaptopropionat), 2-mercaptoethylether bis(2-mercaptoaxetat), 2-mercaptoethylether bis(3-mercaptopropionat), 1,4-dithian-2,5-diol bis(2-mercaptoaxetat), 1,4-dithian-2,5-diol bis(3-mercaptopropionat), bis(2-mercaptoethyl)thiodiglycolat, bis(2-mercapto-etyl)thiodipropionat, bis(2-mercaptoethyl)-4,4-thiodibutytrat, bis(2-mercaptoethyl)dithiodiglycolat, bis(2-mercaptoethyl)dithiodipropionat, bis-(2-mercaptoethyl)-4,4-dithiodibutytrat, bis(2,3-dimercaptopropyl)thiodi-glycolat, bis(2,3-dimercaptopropyl)thiodipropionat, bis(2,3-dimercapto-propyl)dithiodiglycolat,

và bis(2,3-dimercaptopropyl)dithiodipropionat;

các hợp chất dị vòng chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto, như 3,4-thiophendithiol, và 2,5-dimercapto-1,3,4-thiadiazol;

các hợp chất chứa nhóm hydroxy ngoài nhóm mercapto, như 2-mercaptoetanol, 3-mercapto-1,2-propandiol, glyxerin di(mercaptoaxetat), 1-hydroxy-4-mercaptoxyclohexan, 2,4-dimercapto-phenol, 2-mercaptohydroquinon, 4-mercaptophenol, 3,4-dimercapto-2-propanol, 1,3-dimercapto-2-propanol, 2,3-dimercapto-1-propanol, 1,2-dimercapto-1,3-butandiol, pentaerytritol tris(3-mercaptopropionat), pentaerytritol mono(3-mercaptopropionat), pentaerytritol bis(3-mercaptopropionat), pentaerytritol tris(thioglycolat), dipentaerytritol pentakis(3-mercaptopropionat), hydroxymetyltris(mercaptoethylthio-metyl)metan và 1-hydroxyethylthio-3-mercaptoethylthiobenzen;

các hợp chất có khung dithioaxetal hoặc dithioketal, như 1,1,3,3-tetrakis(mercaptomethylthio)propan, 1,1,2,2-tetrakis(mercapto-methylthio)etan, 4,6-bis(mercaptomethylthio)-1,3-dithiaxyclohexan, 1,1,5,5-tetrakis(mercaptomethylthio)-3-thiapentan, 1,1,6,6-tetrakis(mercapto-methylthio)-3,4-dithiahexan, 2,2-bis(mercaptomethylthio)etanthiol, 2-(4,5-dimercapto-2-thiapentyl)-1,3-dithiaxyclopentan, 2,2-bis(mercaptometyl)-1,3-dithiaxyclopentan, 2,5-bis(4,4-bis(mercaptomethylthio)-2-thiabutyl)-1,4-dithian, 2,2-bis(mercaptomethylthio)-1,3-propandithiol, 3-mercapto-methylthio-1,7-dimercapto-2,6-dithiaheptan, 3,6-bis(mercaptomethylthio)-1,9-dimercapto-2,5,8-trithianonan, 4,6-bis(mercaptomethylthio)-1,9-dimercapto-2,5,8-trithianonan, 3-mercaptomethylthio-1,6-dimercapto-2,5-dithiahexan, 2-(2,2-bis(mercaptodimethylthio)etyl)-1,3-dithietan, 1,1,9,9-tetrakis(mercaptomethylthio)-5-(3,3-bis(mercaptomethylthio)-1-thiapropyl)-3,7-dithianonan, tris(2,2-bis(mercaptomethylthio)-etyl)metan, tris(4,4-bis(mercaptomethylthio)-2-thiabutyl)metan, tetrakis(2,2-bis(mercapto-methylthio)etyl)metan, tetrakis(4,4-bis(mercaptomethylthio)-2-thiabutyl)metan,

3,5,9,11-tetrakis(mercaptomethylthio)-1,13-dimercapto-2,6,8,12-tetrathiatridecan,
 3,5,9,11,15,17-hexakis(mercaptomethylthio)-1,19-dimercapto-2,6,8,12,14,18-
 hexathianonadecan, 9-(2,2-bis(mercaptomethylthio)ethyl)-3,5,13,15-
 tetrakis(mercaptomethylthio)-1,17-dimercapto-2,6,8,10,12,16-
 hexathiaheptadecan, 3,4,8,9-tetrakis(mercaptomethylthio)-1,11-dimercapto-
 2,5,7,10-tetrathiaundecan, 3,4,8,9,13,14-hexakis(mercapto-methylthio)-1,16-
 dimercapto-2,5,7,10,12,15-hexathiahexadecan, 8-{bis-
 (mercaptomethylthio)methyl}-3,4,12,13-tetrakis(mercaptomethylthio)-1,15-
 dimercapto-2,5,7,9,11,14-hexathiapentadecan, 4,6-bis{3,5-bis(mercapto-
 methylthio)-7-mercapto-2,6-dithiaheptylthio}-1,3-dithian, 4-{3,5-bis-
 (mercaptomethylthio)-7-mercapto-2,6-dithiaheptylthio}-6-mercaptomethylthio-
 1,3-dithian, 1,1-bis{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio}-3,3-bis-
 (mercaptomethylthio)propan, 1,3-bis{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianyl-
 thio}-1,3-bis(mercaptomethylthio)propan, 1-{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-
 dithianylthio}-3-{2,2-bis(mercaptomethylthio)ethyl}-7,9-bis(mercaptomethylthio)-
 2,4,6,10-tetrathiaundecan, 1-{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio}-3-{2-
 (1,3-dithietanyl)}methyl-7,9-bis(mercaptomethylthio)-2,4,6,10-tetrathiaundecan,
 1,5-bis{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio}-3-{2-(1,3-
 dithietanyl)}methyl-2,4-dithiapentan, 4,6-bis[3-{2-(1,3-dithietanyl)}-methyl-5-
 mercapto-2,4-dithiapentylthio]-1,3-dithian, 4,6-bis{4-(6-mercapto-methylthio)-
 1,3-dithianylthio}-1,3-dithian, 4-{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio}-6-
 {4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio}-1,3-dithian, 3-{2-(1,3-
 dithietanyl)}methyl-7,9-bis(mercaptomethylthio)-1,11-dimercapto-2,4,6,10-
 tetrathiaundecan, 9-{2-(1,3-dithietanyl)}methyl-3,5,13,15-tetrakis-
 (mercaptomethylthio)-1,17-dimercapto-2,6,8,10,12,16-hexathiaheptadecan, 3-{2-
 (1,3-dithietanyl)}methyl-7,9,13,15-tetrakis(mercaptomethylthio)-1,17-dimercapto-
 2,4,6,10,12,16-hexathiaheptadecan, 3,7-bis{2-(1,3-dithietanyl)}-methyl-1,9-
 dimercapto-2,4,6,8-tetrathianonan, 4-{3,4,8,9-tetrakis(mercapto-methylthio)-11-
 mercapto-2,5,7,10-tetrathiaundexyl}-5-mercaptomethylthio-1,3-dithiolan, 4,5-
 bis{3,4-bis(mercaptomethylthio)-6-mercapto-2,5-dithia-hexylthio}-1,3-dithiolan,

4-{3,4-bis(mercaptometylthio)-6-mercapto-2,5-dithiahexylthio}-5-mercaptometylthio-1,3-dithiolan, 4-{3-bis(mercapto-metylthio)metyl-5,6-bis(mercaptometylthio)-8-mercapto-2,4,7-trithiaoctyl}-5-mercaptometylthio-1,3-dithiolan, 2-[bis{3,4-bis(mercaptometylthio)-6-mercapto-2,5-dithiahexylthio}metyl]-1,3-dithietan, 2-{3,4-bis(mercapto-metylthio)-6-mercapto-2,5-dithiahexylthio}mercaptometylthiometyl-1,3-dithietan, 2-{3,4,8,9-tetrakis(mercaptometylthio)-11-mercapto-2,5,7,10-tetrathiaundexylthio}mercaptometylthiometyl-1,3-dithietan, 2-{3-bis(mercaptometylthio)metyl-5,6-bis(mercaptometylthio)-8-mercapto-2,4,7-trithiaoctyl}mercaptometylthiometyl-1,3-dithietan, 4,5-bis[1-{2-(1,3-dithietanyl)}-3-mercapto-2-thiapropylthio]-1,3-dithiolan, 4-[1-{2-(1,3-dithietanyl)}-3-mercapto-2-thiapropylthio]-5-{1,2-bis(mercaptometylthio)-4-mercapto-3-thiabutylthio}-1,3-dithiolan, 2-[bis{4-(5-mercaptometylthio-1,3-dithiolanyl)thio}]metyl-1,3-dithietan, và 4-{4-(5-mercaptometylthio-1,3-dithiolanyl)thio}-5-[1-{2-(1,3-dithietanyl)}-3-mercapto-2-thiapropylthio]-1,3-dithiolan, cũng như các oligome của chúng;

các hợp chất có khung của ortotrithioformat este, như tris(mercaptometylthio)metan, tris(mercaptoetylthio)metan, 1,1,5,5-tetrakis(mercaptometylthio)-2,4-dithiapentan, bis(4,4-bis(mercapto-metylthio)-1,3-dithiabutyl)(mercaptometylthio)metan, tris(4,4-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithiabutyl)metan, 2,4,6-tris(mercaptometylthio)-1,3,5-trithiaxyclohexan, 2,4-bis(mercaptometylthio)-1,3,5-trithiaxyclo-hexan, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)-2-thiapropan, bis(mercapto-metyl)metylthio-1,3,5-trithiaxyclohexan, tris((4-mercaptometyl-2,5-dithiaxyclohexyl-1-yl)metylthio)metan, 2,4-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, 2-mercaptoetylthio-4-mercaptometyl-1,3-dithia-xyclopentan, 2-(2,3-dimercaptopropylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, 4-mercaptometyl-2-(2,3-dimercaptopropylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, 4-mercaptometyl-2-(1,3-dimercapto-2-propylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, tris(2,2-bis(mercaptometylthio)-1-thiaetyl)metan, tris(3,3-bis(mercapto-metylthio)-2-

thiapropyl)metan, tris(4,4-bis(mercaptometylthio)-3-thia-butyl)metan, 2,4,6-tris(3,3-bis(mercaptometylthio)-2-thiapropyl)-1,3,5-trithiaxyclohexan, và tetrakis(3,3-bis(mercaptometylthio)-2-thiapropyl)-metan, cũng như các oligome của chúng; và

các hợp chất có khung ortotetrathiocarbonic este, như 3,3'-di(mercaptometylthio)-1,5-dimercapto-2,4-dithiapentan, 2,2'-di(mercaptometylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, 2,7-di(mercaptometyl)-1,4,5,9-tetrathiaspiro[4,4] nonan, và 3,9-dimercapto-1,5,7,11-tetrathiaspiro[5,5]-undecan, cũng như các oligome của chúng.

Không phụ thuộc vào điều nêu trên, hợp chất polythiol không bị giới hạn ở các hợp chất được lấy làm ví dụ đó. Các hợp chất được lấy làm ví dụ có thể được sử dụng riêng biệt hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất.

Trong số các hợp chất được lấy làm ví dụ, ít nhất một hợp chất polythiol được chọn từ nhóm bao gồm 1,2-bis[(2-mercaptoetyl)thio]-3-mercaptopropan, bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol, pentaerytritol tetrakis(3-mercaptopropionat), 1,1,3,3-tetrakis(mercapto-metylthio)propan và 2-mercapto-ethanol tốt hơn là nên được sử dụng.

Tỷ lệ sử dụng hợp chất polythiol với hợp chất polyiso(thio)xyanat thường nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3,0 tính theo tỷ lệ nhóm SH/nhóm NCO, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 2,0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,3.

Để cải thiện các tính chất vật lý, các đặc tính gia công và khả năng phản ứng polyme hóa của nhựa polyuretan, ngoài hợp chất polythiol và hợp chất iso(thio)xyanat mà tạo ra nhựa uretan, một hoặc nhiều hợp chất khác với các nguyên liệu thô tạo ra uretan, như hợp chất hydro hoạt hóa mà đại diện là amin, hợp chất epoxy, hợp chất olefin, hợp chất cacbonat, hợp chất este, kim loại, oxit kim loại, hợp chất hữu cơ-kim loại và chất khoáng, có thể được bổ sung vào.

Hơn thế nữa theo một mục đích, các chất khác, như chất kéo dài mạch, chất tạo liên kết ngang, chất làm ổn định ánh sáng, chất hấp thụ tia UV, chất

chống oxy hóa, thuốc nhuộm hòa tan trong dầu, chất độn, tác nhân giải phóng, và chất tạo màu xanh, có thể được tùy ý bổ sung vào như trong quy trình đúc thông thường đã biết. Để điều chỉnh tốc độ phản ứng ở mức mong muốn, S-alkyl thiocarbamat este hoặc chất xúc tác phản ứng thông thường đã biết được sử dụng để tạo ra polyuretan có thể được bổ sung vào một cách thích hợp.

Vật liệu quang học chứa nhựa polyuretan nói chung được sản xuất bằng cách trùng hợp khối. Cụ thể hơn, hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat được trộn, và tùy ý, nếu cần, được loại bỏ khí bằng phương pháp thích hợp. Sau đó, hỗn hợp (chế phẩm có khả năng polyme hóa) được đúc trong khuôn dùng để chế tạo vật liệu quang học, mà thường được đun nóng tăng dần từ nhiệt độ thấp đến nhiệt độ cao để polyme hóa, sau đó tháo khuôn để thu được vật liệu quang học.

Nhựa polyuretan sản xuất được theo quy trình của sáng chế có chỉ số khúc xạ cao và đặc tính phân tán thấp, có độ bền nhiệt và độ bền ưu việt, và đạt được các tính chất có lợi là nhẹ và độ bền chống va đập cao cũng như màu sắc đẹp. Do vậy, nhựa này là thích hợp dùng cho các vật liệu quang học, như thấu kính và lăng kính, và đặc biệt tốt để sử dụng trong thấu kính, như kính đeo mắt và ống kính máy ảnh.

Hơn nữa, vật liệu quang học có thể tùy ý được xử lý vật lý hoặc hóa học, như đánh bóng bề mặt, xử lý chống tĩnh điện, phủ cứng, phủ chống phản xạ, xử lý nhuộm màu và xử lý quang sắc nhằm mục đích cải thiện bằng cách giảm thiểu sự phản xạ, tạo độ cứng cao, nâng cao độ bền mài mòn, cải thiện tính trợ hóa học, tạo ra tính chống vân đục hoặc tạo ra tính hợp thời trang.

Vật liệu quang học làm bằng nhựa polyuretan theo sáng chế khác biệt ở chỗ, gần như không có sự hình thành đường vân hoặc vân đục. Nói cách khác, vật liệu quang học theo sáng chế khác biệt ở chỗ, nó có các đặc tính tuyệt vời và có thể được sản xuất với năng suất cao. Về phương pháp đo đặc trưng về các tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân và sự làm vân đục, 100 mảnh vật liệu quang học được đánh giá bằng mắt thường dưới đèn thủy ngân cao áp. Nếu quan

sát thấy đường vân, mẫu được coi là có sự hình thành đường vân, và nếu thấy có độ đục thì tức là mẫu có sự làm vân đục.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được minh họa một cách chi tiết hơn nhờ các Ví dụ nêu dưới đây. Hàm lượng nước trong chế phẩm có khả năng polyme hóa, tốc độ polyme hóa và các tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân và sự làm vân đục của nhựa được xác định theo các phương pháp sau đây. Dưới đây, "(các) phần" nghĩa là "(các) phần trọng lượng".

Hàm lượng nước: được đo bằng máy đo độ ẩm Karl-Fisher.

Cụ thể hơn, máy đo độ ẩm tự động KF-100 (sản phẩm của Mitsubishi Chemical Corp.) và máy làm bay hơi nước VA-100 có bảng điều khiển (sản phẩm của Mitsubishi Chemical Corp.) được sử dụng.

Tốc độ polyme hóa: Nó được đánh giá bằng cách xác định thời gian điều chế chế phẩm có khả năng polyme hóa làm thời gian zero (0), và sử dụng độ nhớt ở giờ thứ 7 làm chỉ số.

Tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân: "sự hình thành đường vân" tức là hiện tượng tồn tại sự sai lệch cục bộ với chỉ số khúc xạ bình thường của các vùng xung quanh do sự không đồng nhất của chế phẩm, v.v.. Tỷ lệ xuất hiện được xác định trong ví dụ sử dụng 100 thấu kính bằng cách quan sát xem thấu kính có sự hình thành đường vân hay không, trong đó đường vân được nhận biết bằng cách quan sát bằng mắt thường dưới đèn thủy ngân cao áp.

Tỷ lệ xuất hiện sự làm vân đục: tỷ lệ này được xác định nhờ sử dụng 100 thấu kính bằng cách quan sát xem thấu kính có sự vân đục hay không, trong đó độ vân đục được nhận biết bằng cách quan sát bằng mắt thường dưới đèn thủy ngân cao áp.

Ví dụ 1

Đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa

Ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 15°C, 60 phần dicyclohexylmetan

diisoxyanat, 0,05 phần dimetyltin diclorua làm chất xúc tác hoá rắn, 0,10 phần phosphat este axit (Tên thương mại: Zelec UN, sản phẩm của Stepan Company), 0,05 phần chất hấp thụ tia UV (tên thương mại: Viosorb 583, sản phẩm của Kyodo Chemical Co., Ltd.) được trộn và hoà tan. Ngoài ra, 40 phần polythiol bao gồm 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan làm hợp phần chính được nạp vào và được trộn cùng nhau để thu được hỗn hợp lỏng đồng nhất (chế phẩm có khả năng polyme hóa). Hàm lượng nước của polythiol được sử dụng là 50ppm, và hàm lượng nước của chế phẩm có khả năng polyme hóa là 20ppm. Coi thời điểm điều chế hỗn hợp lỏng đồng nhất là thời điểm zero (0), độ nhớt ở giờ thứ 7 được xác định. Kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Sản xuất thấu kính chất dẻo

Ở nhiệt độ từ 10 đến 15°C, 60 phần dixyclohexylmetan diisoxyanat, 0,05 phần dimetyltin diclorua làm chất xúc tác hoá rắn, 0,10 phần phosphat este axit (Zelec UN), 0,05 phần chất hấp thụ tia UV (Viosorb 583) được trộn và hoà tan. Ngoài ra, 40 phần polythiol gồm 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan làm hợp phần chính được nạp vào và được trộn cùng nhau để tạo ra hỗn hợp lỏng đồng nhất (chế phẩm có khả năng polyme hóa). Hàm lượng nước của polythiol được sử dụng là 50ppm, và hàm lượng nước của chế phẩm có khả năng polyme hóa là 20ppm. Hỗn hợp lỏng đồng nhất được loại khí ở áp suất 600Pa trong 1 giờ và được lọc bằng bộ lọc PTFE 1µm (polytetrafluetylen). Chất lỏng này sau đó được cho vào trong khuôn đúc thấu kính bao gồm khuôn thuỷ tinh có đường kính 75mm cho -4D và dải. Sau đó, khuôn được đặt trong lò, nhiệt độ của lò được giữ ở 40°C trong 2 giờ, tăng lên 50°C trong 4 giờ, giữ ở đó trong 2 giờ, tăng lên 60°C trong 3 giờ, và giữ ở đó trong 2 giờ. Nhiệt độ được tăng tiếp lên 70°C trong 3 giờ, giữ ở đó trong 2 giờ, tăng lên 100°C trong 3 giờ, sau đó tăng lên 130°C trong 1 giờ, và giữ ở đó trong 2 giờ. Như nêu trên, quá trình polyme hoá được thực hiện trong khoảng nhiệt độ từ 40°C đến 130°C trong tổng 24 giờ. Sau khi hoàn thành quá trình polyme hoá, khuôn được lấy ra khỏi lò và thấu kính được lấy ra khỏi khuôn. Sau đó, thấu kính thu được còn được tôi ở

120°C trong 3 giờ. Một trăm (100) thấu kính được tạo ra như trên và tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân và tỷ lệ xuất hiện sự làm vẩn đục được xác định. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 2

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước 100ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 1, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 1. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 3

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước 200ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 1, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 1. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 4

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước 300ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 1, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 1. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 5

Đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa

Ở nhiệt độ từ 10 đến 15°C, 50,6 phần hỗn hợp bao gồm 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan và 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2.2.1] heptan, 0,06 phần dibutyl-thiêc diclorua làm chất xúc tác hoá rắn, 0,12 phần axit phosphat este (Zelec UN), 0,05 phần chất hấp thu tia UV (Viosorb 583) được trộn và hoà tan. Ngoài ra, 25,5 phần polythiol

bao gồm 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan làm hợp phần chính và 23,9 phần pentaerythritol tetrakis(mercaptopropionat) lần lượt được nạp vào và được trộn cùng nhau để tạo ra hỗn hợp lỏng đồng nhất (chế phẩm có khả năng polyme hóa). Hàm lượng nước của polythiol được sử dụng bao gồm 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan làm hợp phần chính là 40ppm, hàm lượng nước của pentaerythritol tetrakis(mercapto-propionat) là 20ppm và hàm lượng nước của chế phẩm có khả năng polyme hóa là 15ppm. Coi thời điểm điều chế hỗn hợp lỏng đồng nhất là thời điểm zero (0), độ nhớt ở giờ thứ 7 được xác định. Kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo

Ở nhiệt độ từ 10 đến 15°C, 50,6 phần hỗn hợp gồm 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2.2.1]heptan và 2,6-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1] heptan, 0,06 phần dibutyl-thiêc diclorua làm chất xúc tác hoá rắn, 0,12 phần phosphat este axit (Zelec UN), 0,05 phần chất hấp thụ tia UV (Viosorb 583) được trộn và hoà tan. Ngoài ra, 25,5 phần polythiol bao gồm 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan làm hợp phần chính và 23,9 phần pentaerythritol tetrakis(mercapto-propionat) lần lượt được nạp và được trộn cùng nhau để tạo ra hỗn hợp lỏng đồng nhất (chế phẩm có khả năng polyme hóa). Hàm lượng nước của polythiol được sử dụng bao gồm 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercapto-propan làm hợp phần chính là 40ppm, hàm lượng nước của pentaerythritol tetrakis(mercaptopropionat) là 20ppm và hàm lượng nước của chế phẩm có khả năng polyme hóa là 15ppm. Hỗn hợp lỏng đồng nhất được loại khí ở áp suất 600Pa trong 1 giờ và được lọc bằng bộ lọc PTFE 1µm. Chất lỏng sau đó được cho vào khuôn đúc thấu kính gồm khuôn thuỷ tinh có đường kính 75mm cho -4D và dải. Khuôn tiếp đó được đặt vào trong lò, nhiệt độ của lò được giữ ở 40°C trong 2 giờ, tăng lên 50°C trong 4 giờ, giữ ở đó trong 2 giờ, tăng lên 60°C trong 3 giờ, và giữ ở đó trong 2 giờ. Nhiệt độ được tăng tiếp lên 70°C trong 3 giờ, giữ ở đó trong 2 giờ, tăng lên 100°C trong 3 giờ, sau đó tiếp tục tăng lên 130°C trong 1 giờ, và giữ ở đó trong 2 giờ. Như nêu

trên, quá trình polyme hoá được thực hiện trong khoảng nhiệt độ từ 40°C đến 130°C trong tổng số 24 giờ. Sau khi hoàn thành quá trình polyme hoá, khuôn được lấy ra khỏi lò và thấu kính được lấy ra khỏi khuôn. Tiếp theo, thấu kính thu được được tôi ở 120°C trong 3 giờ. Một trăm (100) thấu kính được tạo ra như trên và tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân và tỷ lệ xuất hiện sự làm vẩn đục được xác định. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 6

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước 150ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 5, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 5. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 7

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước 300ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 5, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 5. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 8

Đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa

Ở nhiệt độ từ 10 đến 15°C, 49,7 phần hỗn hợp gồm 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptanand2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2.2.1]heptan, 0,03 phần dibutyl-thiêc diclorua làm chất xúc tác hoá rắn, 0,12 phần phosphat este axit (Zelec UN), 0,05 phần chất hấp thụ tia UV (Viosorb 583) được trộn và hoà tan. Ngoài ra, 25,9 phần polythiol bao gồm bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol làm hợp phần chính và 24,4 phần pentaerytritol tetrakis(mercaptopropionat) lần lượt được nạp vào và được trộn cùng nhau để tạo ra hỗn hợp lỏng đồng nhất (chế

phẩm có khả năng polyme hóa). Hàm lượng nước của polythiol được sử dụng bao gồm bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol làm hợp phần chính là 70ppm, hàm lượng nước của pentaerytritol tetrakis (mercaptopropionat) là 20ppm và hàm lượng nước của chế phẩm có khả năng polyme hóa là 21ppm. Coi thời điểm điều chế hỗn hợp lỏng đồng nhất là thời điểm zero (0), độ nhớt ở giờ thứ 7 được xác định. Kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo

Ở nhiệt độ từ 10 đến 15°C, 50,6 phần hỗn hợp gồm 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptanand2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2.2.1]heptan, 0,06 phần dibutyl-thiêc diclorua làm chất xúc tác hoá rắn, 0,12 phần phosphat este, axit (Zelec UN), 0,05 phần chất hấp thụ tia UV (Viosorb 583) được trộn và hoà tan. Ngoài ra, 25,5 phần polythiol bao gồm bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol làm hợp phần chính và 23,9 phần pentaerytritol tetrakis (mercaptopropionat) lần lượt được nạp vào và được trộn cùng nhau để tạo ra hỗn hợp lỏng đồng nhất (chế phẩm có khả năng polyme hóa). Hàm lượng nước của polythiol được sử dụng bao gồm bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol làm hợp phần chính là 70ppm, hàm lượng nước của pentaerytritol tetrakis (mercaptopropionat) là 20ppm và hàm lượng nước của chế phẩm có khả năng polyme hóa là 21ppm. Hỗn hợp lỏng đồng nhất được loại khí ở áp suất 600Pa trong 1 giờ và được lọc bằng bộ lọc PTFE 1µm. Chất lỏng sau đó được cho vào khuôn đúc thấu kính gồm khuôn thuỷ tinh có đường kính 75mm cho -4D và dải. Khuôn tiếp đó được đặt vào trong lò, nhiệt độ của khuôn được giữ ở 40°C trong 2 giờ, tăng lên 50°C trong 4 giờ, giữ ở đó trong 2 giờ, tăng lên 60°C trong 3 giờ, và giữ ở đó trong 2 giờ. Nhiệt độ được tăng tiếp lên 70°C trong 3 giờ, giữ ở nhiệt độ đó trong 2 giờ, tăng tiếp lên 100°C trong 3 giờ, sau đó tiếp tục tăng lên 130°C trong 1 giờ, và giữ ở đó trong 2 giờ. Như nêu trên, quá trình polyme hoá được thực hiện trong khoảng nhiệt độ từ 40°C đến 130°C trong tổng số 24 giờ. Sau khi hoàn thành quá trình polyme hoá, khuôn được lấy ra khỏi lò và thấu kính được lấy ra khỏi

khuôn. Sau đó, thấu kính thu được được tôi ở nhiệt độ 120°C trong 3 giờ. Một trăm (100) thấu kính được tạo ra như trên và tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân và tỷ lệ xuất hiện sự vẩn đục được xác định. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 9

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước là 150ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 8, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 8. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 10

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước là 300ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 8, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 8. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ so sánh 1

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước là 500ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 1, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 1. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ so sánh 2

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước là 1000ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 1, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 1. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ so sánh 3

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước là 500ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 5, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 5. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ so sánh 4

Chỉ khác là chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước là 500ppm được sử dụng thay cho chế phẩm có khả năng polyme hóa được sử dụng ở Ví dụ 8, quá trình đo độ nhớt của chế phẩm có khả năng polyme hóa và quy trình sản xuất thấu kính làm bằng chất dẻo được thực hiện giống với Ví dụ 8. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

	Hàm lượng nước (ppm)	Độ nhớt ở giờ thứ 7 (mPa-s)	Các đặc tính của nhựa	
			Tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân (%)	Tỷ lệ xuất hiện sự làm vẩn đục (%)
Ví dụ 1	20	340	3	2
Ví dụ 2	100	304	2	1
Ví dụ 3	200	243	6	8
Ví dụ 4	300	205	15	12
Ví dụ 5	15	300	3	1
Ví dụ 6	150	230	5	2
Ví dụ 7	300	175	10	11
Ví dụ 8	21	170	4	2
Ví dụ 9	150	128	6	3
Ví dụ 10	300	113	11	12
Ví dụ so sánh 1	500	161	52	45
Ví dụ so sánh 2	1000	111	60	57
Ví dụ so sánh 3	500	130	51	43
Ví dụ so sánh 4	500	98	51	47

Các tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân và sự làm vân đục của nhựa thu được từ chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước thấp sử dụng lượng chất xúc tác và cách polyme hoá thích hợp là từ 0 đến khoảng 15%. Từ kết quả của các Ví dụ và các Ví dụ so sánh, xác nhận rằng với sự gia tăng hàm lượng nước trong chế phẩm có khả năng polyme hóa, tốc độ polyme hóa giảm và độ nhớt ở giờ thứ 7 giảm. Kết quả là, tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân và tỷ lệ xuất hiện sự làm vân đục tăng, làm gia tăng, thay đổi đột ngột vượt quá hàm lượng nước ngưỡng 300ppm. Vì vậy, người ta cho rằng nên có sự tương hợp giữa phương thức polyme hoá và tốc độ polyme hóa, nếu hàm lượng nước vượt qua mức nhất định, dẫn đến gia tăng tỷ lệ xuất hiện sự hình thành đường vân và tỷ lệ xuất hiện sự làm vân đục. Trong trường hợp của chế phẩm có khả năng polyme hóa này, nếu hàm lượng nước cao hơn 300ppm, độ nhớt ở giờ thứ 7 vào khoảng 60% so với độ nhớt thu được từ hàm lượng nước thấp hơn, cho thấy rằng sự giảm tốc độ polyme hóa nên được giới hạn đến mức để kìm hãm được sự hình thành đường vân hoặc vân đục. Nói cách khác, đã nhận thấy rằng bằng cách sử dụng chế phẩm có khả năng polyme hóa có hàm lượng nước nằm trong khoảng từ 10 đến 300ppm, có thể tạo ra nhựa polyuretan có độ trong suốt cao.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Nhựa polyuretan thu được bằng cách cho hợp chất polythiol phản ứng với hợp chất polyiso(thio)xyanat là trong suốt và không màu, có chỉ số khúc xạ cao và đặc tính phân tán thấp, có độ bền chống va đập, khả năng nhuộm màu và tính dễ gia công tuyệt vời, và do vậy tạo thành một trong các nhựa thích hợp nhất cho thấu kính làm bằng chất dẻo. Trong số các đặc tính này, các đặc tính nhựa về độ trong suốt và màu sắc tốt là các đặc tính thiết yếu. Sáng chế đề xuất vật liệu quang học trong suốt và tính năng cao có các đặc tính thiết yếu cho vật liệu quang học như tính ổn định thấu kính ở hiệu suất cao, góp phần vào việc phát triển các lĩnh vực liên quan.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm có khả năng polyme hóa chứa hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat, trong đó hàm lượng nước trong chế phẩm này nằm trong khoảng từ 10 đến 300ppm.
2. Chế phẩm có khả năng polyme hóa theo điểm 1, trong đó hàm lượng nước trong chế phẩm này nằm trong khoảng từ 10 đến 200ppm.
3. Chế phẩm có khả năng polyme hóa theo điểm 1, trong đó hợp chất polythiol bao gồm ít nhất là một hợp chất được chọn từ nhóm gồm 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan, bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol, pentaerytritol tetrakis(3-mercaptopropionat), 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)propan và 2-mercaptoetanol.
4. Chế phẩm có khả năng polyme hóa theo điểm 1, trong đó hợp chất polyiso(thio)xyanat bao gồm ít nhất là một hợp chất isoxyanat vòng béo.
5. Chế phẩm có khả năng polyme hóa theo điểm 4, trong đó hợp chất isoxyanat vòng béo bao gồm ít nhất là một hợp chất được chọn từ nhóm gồm 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo[2.2.1]-heptan, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, dixyclohexylmetan diisoxyanat và isophoron diisoxyanat.
6. Chế phẩm có khả năng polyme hóa theo điểm 1, trong đó hàm lượng nước trong hợp chất polythiol nằm trong khoảng từ 20 đến 600ppm.
7. Chế phẩm có khả năng polyme hóa theo điểm 1, trong đó hàm lượng nước trong hợp chất polythiol nằm trong khoảng từ 20 đến 400ppm.
8. Quy trình sản xuất chế phẩm có khả năng polyme hóa theo điểm 1 bao gồm các bước:

(1) phun hợp chất polythiol với nitơ dưới áp suất giảm hoặc chưng cất hợp chất polythiol để giảm hàm lượng nước trong hợp chất polythiol này, và

(2) trộn hợp chất polythiol thu được ở bước (1) với hợp chất polyiso(thio)xyanat để thu chế phẩm có khả năng polyme hóa mà có hàm lượng

nước nằm trong khoảng từ 10 đến 300ppm.

9. Chế phẩm có khả năng polyme hóa dùng cho vật liệu quang học bao gồm chế phẩm có khả năng polyme hóa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7.