



(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)



1-0040867

(51)^{2020.01} C07C 321/14; C07C 319/22; C07C
319/26

(13) B

(21) 1-2020-06657

(22) 18/11/2020

(30) 10-2019-0166980 13/12/2019 KR; 10-2019-0166924 13/12/2019 KR

(45) 26/08/2024 437

(43) 25/06/2021 399

(73) SK pucore co., ltd. (KR)

255, Yongjam-ro, Nam-gu, Ulsan 44782, Republic of Korea

(72) Jaeyoung PAI (KR); Seung Mo HONG (KR); Hyeon Myeong SEO (KR); Junghwan SHIN (KR); Jeongmoo KIM (KR); Jung Hwan MYUNG (KR); Hyuk Hee HAN (KR).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) PHƯƠNG PHÁP TẠO RA HỖN HỢP POLYTHIOL VÀ HỖN HỢP POLYTHIOL

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol bao gồm bước cho hợp chất halogen hoặc hợp chất rượu phản ứng với thioure để tạo ra dung dịch muối thiouroni; và bước bổ sung dung dịch bazơ vào dung dịch muối thiouroni này để thủy phân nó. Phản ứng thủy phân này được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel của chất phản ứng ở bước thủy phân trong các điều kiện nhất định chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh. Vùng đỉnh A là vùng đỉnh nằm ở điểm -0,37 phút $\pm$ 0,08 phút so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh B) trong đồ thị. Hỗn hợp polythiol ba chức có độ tinh khiết cao có thể được tạo ra. Ngoài ra, phản ứng thủy phân này được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel của chất phản ứng ở bước thủy phân trong các điều kiện nhất định chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh. Vùng đỉnh C là vùng đỉnh nằm ở điểm -0,4 phút $\pm$ 0,15 phút so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh D) trong đồ thị. Hỗn hợp polythiol bốn chức có độ tinh khiết cao có thể được tạo ra. Do vậy, thấu kính quang học có màu sắc, độ trong suốt, và chỉ số khúc xạ rất tốt có thể được tạo ra.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol có khả năng tạo ra hỗn hợp polythiol ba chức và hỗn hợp polythiol bốn chức có độ tinh khiết cao, mà từ nó thấu kính quang học có màu sắc, độ trong suốt, và chỉ số khúc xạ rất tốt có thể được tạo ra.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Do các vật liệu quang học làm từ các chất dẻo có trọng lượng nhẹ, khó vỡ, và rất dễ nhuộm màu so với các vật liệu quang học làm từ các vật liệu vô cơ như thủy tinh, nên chúng được sử dụng rộng rãi làm các vật liệu quang học dùng cho các thấu kính mắt, thấu kính camera, và các thấu kính tương tự. Trong số chúng, các vật liệu quang học làm từ polyme polythiouretan đã được tạo ra bằng cách trùng hợp hợp chất polythiol và polyisoxyanat đã được sử dụng rộng rãi do chúng có các đặc tính vật lý rất tốt như chỉ số khúc xạ cao, chỉ số Abbe cao, và độ bền cao.

Nhằm cải thiện các đặc tính vật lý của vật liệu quang học như vậy, giải pháp nâng cao độ tinh khiết của hợp chất polythiol mà ảnh hưởng đến các đặc tính vật của hợp chất polythiouretan đã được đưa ra. Ví dụ, Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số No. 1990-270859 đề cập đến quy trình tạo ra hợp chất polythiol bao gồm các bước cho 2-mercaptoetanol phản ứng với epichlorohydrin, phản ứng của hỗn hợp phản ứng thu được với thioure để tạo ra muối isothiouroni, và thủy phân nó. Tuy nhiên, vẫn còn có các tạp chất do các phản ứng phụ tạo ra.

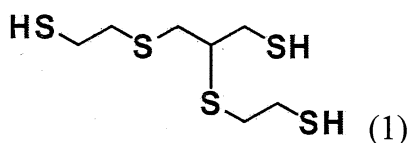
Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol có khả năng tạo ra hỗn hợp polythiol ba chức và hỗn hợp polythiol bốn chức có độ tinh khiết cao, mà từ nó thấu kính quang học có màu sắc, độ trong suốt, và chỉ số khúc xạ rất tốt có thể được tạo ra.

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế bao gồm bước cho hợp chất halogen hoặc hợp chất rượu phản ứng với thioure để tạo ra dung dịch muối thiouroni; và bước bổ sung dung dịch bazơ vào dung dịch muối thiouroni này để thủy phân nó, trong đó phản ứng thủy phân này được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thẩm gel của chất phản ứng ở bước thủy phân chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh.

Trong bản mô tả này, vùng đỉnh A là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,37 \text{ phút} \pm 0,08 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh B) trong đồ thị. Phép sắc ký thẩm gel được thực hiện trong các điều kiện mà tetrahydrofuran được sử dụng làm pha động, hai cột được lắp nối tiếp nhau, mỗi cột này có chiều dài nằm trong khoảng từ 145mm đến 155mm, đường kính nằm trong khoảng từ 4,5mm đến 4,7mm, kích thước lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 44Å đến 46Å, và đường kính hạt nằm trong khoảng từ 1,6µm đến 1,8µm, vận tốc dòng chảy nằm trong khoảng từ 0,45ml/phút đến 0,55ml/phút, và lượng phun vào nằm trong khoảng từ 9,5µl đến 10,5µl.

Hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế chứa polythiol được thể hiện bằng công thức 1 dưới đây, trong đó diện tích của vùng đỉnh A trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thẩm gel toàn bộ hỗn hợp này chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh:



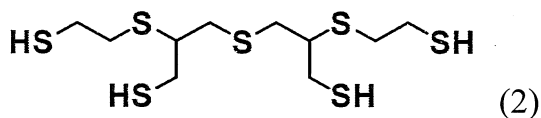
Trong bản mô tả này, vùng đỉnh A là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,37 \text{ phút} \pm 0,08 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh B) trong đồ thị. Các điều kiện áp dụng cho phép sắc ký thẩm gel là như nêu trên.

Hỗn hợp dễ trùng hợp theo một phương án của sáng chế chứa hỗn hợp polythiol; và hợp chất isoxyanat, trong đó hỗn hợp polythiol này chứa polythiol ba chức có công thức 1 nêu trên, trong đó diện tích của vùng đỉnh A trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thẩm gel hỗn hợp polythiol này chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh. Trong bản mô tả này, vùng đỉnh A là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,37 \text{ phút} \pm 0,08 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh B) trong đồ thị. Các điều kiện áp dụng cho phép sắc ký thẩm gel là như nêu trên.

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế bao gồm bước cho hợp chất halogen hoặc hợp chất rượu phản ứng với thioure để tạo ra dung dịch muối thiouroni; và bước bổ sung dung dịch bazơ vào dung dịch muối thiouroni này để thủy phân nó, trong đó phản ứng thủy phân này được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel của chất phản ứng ở bước thủy phân chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh.

Trong bản mô tả này, vùng đỉnh A là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,4 \text{ phút} \pm 0,15 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh B) trong đồ thị. Phép sắc ký thấm gel được thực hiện trong các điều kiện mà tetrahydrofuran được sử dụng làm pha động, hai cột được lắp nối tiếp nhau, mỗi cột này có chiều dài nằm trong khoảng từ 145mm đến 155mm, đường kính nằm trong khoảng từ 4,5mm đến 4,7mm, kích thước lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 44Å đến 46Å, và đường kính hạt nằm trong khoảng từ 1,6µm đến 1,8µm, vận tốc dòng chảy nằm trong khoảng từ 0,45ml/phút đến 0,55ml/phút, và lượng phun vào nằm trong khoảng từ 9,5µl đến 10,5µl.

Hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế chứa polythiol được thể hiện bằng công thức 2 dưới đây, trong đó diện tích của vùng đỉnh C trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel toàn bộ hỗn hợp này chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh:



Trong bản mô tả này, vùng đỉnh C là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,4 \text{ phút} \pm 0,15 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh D) trong đồ thị. Các điều kiện áp dụng cho phép sắc ký thấm gel là như nêu trên.

Hỗn hợp dễ trùng hợp theo một phương án của sáng chế chứa hỗn hợp polythiol; và hợp chất isoxyanat, trong đó hỗn hợp polythiol này chứa polythiol bốn chức có công thức 2 nêu trên, trong đó diện tích của vùng đỉnh C trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel hỗn hợp polythiol này chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh. Trong bản mô tả này, vùng đỉnh C là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,4 \text{ phút} \pm 0,15 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh D) trong đồ thị. Các điều kiện áp dụng cho phép sắc ký thấm gel là như nêu trên.

Thấu kính quang học theo một phương án của sáng chế được tạo ra bằng

cách đóng rắn bằng nhiệt hỗn hợp dễ trùng hợp này.

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế có khả năng tạo ra hỗn hợp polythiol ba chức và hỗn hợp polythiol bốn chức có độ tinh khiết cao. Do vậy, polythiouretan đã được tạo ra từ hỗn hợp polythiol có độ tinh khiết cao có độ trong suốt và chỉ số khúc xạ rất tốt. Có lợi, nếu chúng được sử dụng để tạo ra các vật liệu quang học mềm dẻo khác nhau như các thấu kính mắt và thấu kính camera.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1, Fig.2, Fig.3 và Fig.4 lần lượt là các đồ thị thu được bằng cách thực hiện phép sắc ký thẩm gel đối với các phẩm polythiol của các ví dụ 1, ví dụ 2, ví dụ 3 và ví dụ 4.

Mô tả chi tiết sáng chế

Tiếp theo, sáng chế được mô tả một cách chi tiết theo các phương án của sáng chế. Sáng chế không chỉ giới hạn các phương án được mô tả dưới đây. Thay vào đó, chúng có thể được cải biến thành các dạng khác nhau miễn là phạm vi của sáng chế không bị ảnh hưởng.

Trong toàn bộ bản mô tả này, khi một bộ phận được gọi là “có” một phần tử, thì điều đó có nghĩa là cũng có thể có các phần tử khác, mà không bị loại trừ, trừ khi có quy định khác.

Tất cả các số và biểu thức liên quan đến các thành phần, điều kiện phản ứng, và các trị số tương tự được dùng trong bản mô tả này được hiểu là cũng bao hàm tiền tố “khoảng” đứng trước, trừ khi có quy định khác.

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol

Sáng chế đề xuất quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol chứa hợp chất polythiol ba chức có độ tinh khiết cao (dưới đây, còn được gọi là “hỗn hợp polythiol ba chức”) và hỗn hợp polythiol chứa hợp chất polythiol bốn chức có độ tinh khiết cao (dưới đây, còn được gọi là “hỗn hợp polythiol bốn chức”).

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol ba chức

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol ba chức theo một phương án của sáng chế bao gồm bước cho hợp chất halogen hoặc hợp chất rượu phản ứng với thioure để tạo ra dung dịch muối thiouroni; và bước bổ sung dung dịch bazơ vào dung dịch muối thiouroni này để thủy phân nó.

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế bao gồm bước cho hợp chất halogen hoặc hợp chất rượu phản ứng với thioure để tạo ra dung dịch muối thiouroni.

Đầu tiên, ở bước tạo ra dung dịch muối thiouroni, hợp chất halogen và hợp chất rượu được phản ứng để tạo ra hợp chất polyol ba chức.

Ở bước này, hợp chất rượu có thể được phản ứng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3 đương lượng, từ 1 đến 3 đương lượng, từ 1,5 đến 3 đương lượng, hoặc từ 2 đến 3 đương lượng, tính theo 1 đương lượng của hợp chất halogen. Ví dụ, hợp chất halogen và hợp chất rượu có thể được phản ứng với tỷ lệ đương lượng là 1:2.

Trong trường hợp như vậy, chất xúc tác kim loại như natri hydroxit hoặc kali hydroxit có thể được sử dụng làm chất xúc tác phản ứng. Chất xúc tác này có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2 đương lượng, hoặc từ 0,5 đến 1 đương lượng, tính theo 1 đương lượng của hợp chất halogen.

Hợp chất halogen có thể chứa F, Cl, Br, I, và nguyên tố tương tự. Ví dụ, nó có thể là epichlorohydrin, nhưng nó không chỉ giới hạn ở hợp chất này. Hợp chất rượu có thể là, ví dụ, 2-mercaptoetanol, nhưng nó không chỉ giới hạn ở hợp chất này.

Tiếp theo, polyol ba chức có thể được phản ứng với thioure trong điều kiện axit để tạo ra an muối isothiouroni. Cụ thể hơn, phản ứng này có thể được thực hiện dưới sự hồi lưu.

Thioure này có thể được sử dụng với lượng 3 mol hoặc nhiều hơn tính theo 1 mol của hợp chất rượu. Ví dụ, thioure này có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 3 mol đến 6 mol, hoặc từ 4,6 mol đến 5 mol, tính theo 1 mol của hợp chất rượu.

Đối với điều kiện axit, dung dịch axit clohydric, khí hydro clorua, hoặc loại

tương tự có thể được sử dụng. Loại chất có tính axit để sử dụng không bị giới hạn đặc biệt miễn là phản ứng được thực hiện một cách thỏa đáng. Ví dụ, việc sử dụng hydro clorua có thể đảm bảo tốc độ phản ứng đủ và tránh việc tạo màu sản phẩm. Ngoài ra, chất có tính axit này có thể được sử dụng với lượng bằng 3 mol hoặc nhiều hơn, hoặc nằm trong khoảng từ 3 mol đến 12 mol, tính theo 1 mol của hợp chất rượu.

Việc hồi lưu có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90°C đến 120°C hoặc từ 100°C đến 110°C trong thời gian từ 1 giờ đến 10 giờ.

Bước tạo ra muối thiouroni này có thể được thực hiện trong không khí hoặc trong môi trường nitơ. Được ưu tiên nếu thực hiện trong môi trường nitơ xét về khía cạnh màu sắc, nhưng sẽ không chỉ giới hạn ở phương án này.

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế bao gồm việc bổ sung dung dịch bazơ vào dung dịch muối thiouroni này để thủy phân nó.

Dung dịch bazơ có thể chứa bazơ hữu cơ hoặc bazơ vô cơ. Ví dụ, nó có thể là một hoặc nhiều bazơ hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm amoniac, natri hydroxit, kali hydroxit, kali phosphat, natri carbonat, và natri axetat; hoặc nó có thể là một hoặc nhiều bazơ vô cơ được chọn từ nhóm bao gồm hydrazin, và trietylamin. Cụ thể là, dung dịch bazơ này có thể chứa ít nhất một bazơ được chọn từ nhóm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, amoniac, kali phosphat, natri carbonat, và trietylamin.

Theo một phương án của sáng chế, bước thủy phân có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 70°C trong thời gian 1 giờ hoặc lâu hơn. Ví dụ, bước thủy phân này có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 65°C, từ 25°C đến 60°C, hoặc từ 30°C đến 50°C trong thời gian 1 giờ hoặc lâu hơn, 2 giờ hoặc lâu hơn, nằm trong khoảng từ 1 đến 10 giờ, từ 1 đến 9 giờ, hoặc từ 2 đến 9 giờ. Thời gian để bổ sung dung dịch bazơ vào có thể được điều chỉnh khi xét đến các phương tiện làm nguội, thiết bị, và các yếu tố tương tự. Khi khoảng nhiệt độ nêu trên được đáp ứng khi dung dịch bazơ được bổ sung vào, thì sự tạo màu của hợp chất polythiol thu được không dễ xảy ra.

Bước thủy phân có thể được thực hiện trong không khí hoặc trong môi

trường nitơ. Được ưu tiên nếu thực hiện trong môi trường nitơ xét về khía cạnh màu sắc, nhưng sẽ không chỉ giới hạn ở phương án này.

Theo một phương án của sáng chế, bước thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel của chất phản ứng ở bước thủy phân chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh.

Trong bản mô tả này, vùng đỉnh A là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,37 \text{ phút} \pm 0,08 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh B) trong đồ thị. Phép sắc ký thấm gel được thực hiện trong các điều kiện mà tetrahydrofuran được sử dụng làm pha động, hai cột được lắp nối tiếp nhau, mỗi cột này có chiều dài nằm trong khoảng từ 145mm đến 155mm, đường kính nằm trong khoảng từ 4,5mm đến 4,7mm, kích thước lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 44Å đến 46Å, và cỡ hạt nằm trong khoảng từ 1,6µm đến 1,8µm, vận tốc dòng chảy nằm trong khoảng từ 0,45ml/phút đến 0,55ml/phút, hoặc là 0,5ml/phút, và lượng phun vào nằm trong khoảng từ 9,5µl đến 10,5µl, hoặc là 10µl. Cỡ hạt trong cột dùng để chỉ đường kính hạt.

Cụ thể là, cột này có thể là cột ACQUITY APC XT 45 của hãng Waters.

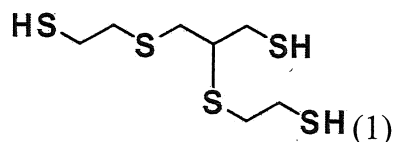
Theo một phương án của sáng chế, khi dung dịch bazơ được bổ sung vào ở bước thủy phân, một phần của chất phản ứng có thể được thu gom với thời gian cách nhau 5 phút tới 15 phút để đo GPC. Ví dụ, khi dung dịch bazơ được bổ sung vào ở bước thủy phân, một phần của chất phản ứng có thể được thu gom với thời gian cách nhau 5 phút tới 13 phút, 5 phút tới 10 phút, hoặc 5 phút tới 7 phút để đo GPC.

Theo một phương án của sáng chế, vùng đỉnh A có thể là ở điểm $-0,37 \text{ phút} \pm 0,08 \text{ phút}$, $-0,37 \text{ phút} \pm 0,06 \text{ phút}$, hoặc $-0,37 \text{ phút} \pm 0,05 \text{ phút}$, tính theo vùng đỉnh (vùng đỉnh B) đối với hợp chất polythiol ba chức đã được thể hiện trên đồ thị GPC. Bước thủy phân được dừng khi khoảng nêu trên được đáp ứng, nhờ đó các tạp chất của hợp chất polythiol ba chức được loại bỏ một cách có hiệu quả, dẫn đến việc cải thiện về độ tinh khiết của hợp chất polythiol ba chức.

Theo một phương án của sáng chế, bước thủy phân có thể được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A nhỏ hơn 5% tổng diện tích của vùng đỉnh. Ví dụ, bước thủy phân có thể được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A nhỏ hơn 4%, hoặc thấp hơn 3%, tổng diện tích của vùng đỉnh.

Theo một phương án của sáng chế, bước thủy phân có thể được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A bằng 8% hoặc thấp hơn, thấp hơn 8%, thấp hơn 6%, thấp hơn 5%, thấp hơn 3%, nằm trong khoảng từ 0,5% đến 8%, từ 0,5 đến 6%, từ 0,5 đến 5%, hoặc từ 0,5 đến 3%, diện tích của vùng đỉnh B.

Theo một phương án của sáng chế, thành phần của vùng đỉnh B có thể bao gồm polythiol ba chức được thể hiện bằng công thức 1 dưới đây:



Theo một phương án của sáng chế, polythiol ba chức có công thức 1 nêu trên có thể chiếm 70% khối lượng hoặc nhiều hơn tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp polythiol. Ví dụ, hợp chất có công thức 1 nêu trên có thể chiếm 73% khối lượng hoặc nhiều hơn, 75% khối lượng hoặc nhiều hơn, 78% khối lượng hoặc nhiều hơn, 80% khối lượng hoặc nhiều hơn, 83% khối lượng hoặc nhiều hơn, hoặc 85% khối lượng hoặc nhiều hơn, tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp polythiol.

Theo một phương án của sáng chế, hợp chất (hoặc thành phần) quyết định vùng đỉnh A có thể chiếm 10% khối lượng hoặc ít hơn tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp polythiol. Ví dụ, hợp chất quyết định vùng đỉnh A có thể chiếm 8% khối lượng, thấp hơn 7,5% khối lượng, hoặc thấp hơn 7% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp polythiol.

Sau đó, nếu cần, một bước tinh chế tiếp theo có thể được thực hiện.

Cụ thể là, ít nhất một bước tinh chế được chọn từ nhóm bao gồm các bước rửa bằng axit, rửa bằng kiềm, và rửa bằng nước có thể được thực hiện đối với hỗn hợp polythiol này. Bước tinh chế này có thể được thực hiện lặp lại nhiều lần. Các tạp chất hoặc các chất tương tự còn lại trong hỗn hợp polythiol này có thể được loại bỏ nhờ bước tinh chế, nó cải thiện màu sắc của hỗn hợp polythiol, dẫn đến việc cải thiện về màu sắc của vật liệu quang học được tạo ra từ nó.

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol bốn chức

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol bốn chức theo một phương án của sáng

chế bao gồm bước cho hợp chất halogen hoặc hợp chất rượu phản ứng với thioure để tạo ra dung dịch muối thiouroni; và bước bổ sung dung dịch bazơ vào dung dịch muối thiouroni này để thủy phân nó.

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế bao gồm bước cho hợp chất halogen hoặc hợp chất rượu phản ứng với thioure để tạo ra dung dịch muối thiouroni.

Đầu tiên, ở bước tạo ra dung dịch muối thiouroni, hợp chất halogen và hợp chất rượu được phản ứng để tạo ra hợp chất diol.

Ở bước này, hợp chất rượu có thể được phản ứng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2 đương lượng, từ 1 đến 2 đương lượng, từ 0,5 đến 1,5 đương lượng, hoặc từ 0,5 đến 1 đương lượng, tính theo 1 đương lượng của hợp chất halogen.

Trong bản mô tả này, amin bậc ba, muối amoni bậc bốn, triphenylphosphin, và hợp chất crom hóa trị ba có thể được sử dụng làm chất xúc tác phản ứng. Ví dụ, trietylamin, triphenylphosphin, trietyl amoni clorua, crom(III) octoat, hoặc hợp chất tương tự có thể được sử dụng.

Chất xúc tác này có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2 đương lượng, hoặc từ 0,5 đến 1 đương lượng, tính theo 1 đương lượng của hợp chất halogen.

Hợp chất halogen này có thể là F, Cl, Br, I, và hợp chất tương tự. Ví dụ, nó có thể là epichlorohydrin, nhưng nó sẽ không chỉ giới hạn ở hợp chất này. Hợp chất rượu có thể là, ví dụ, 2-mercaptoetanol, nhưng nó sẽ không chỉ giới hạn ở hợp chất này.

Tiếp theo, hợp chất diol có thể được phản ứng với sulfua kim loại trong dung môi để tạo ra hợp chất polyol bốn chức. Phản ứng này có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 50°C, đặc biệt nằm trong khoảng từ 20 đến 40°C, trong thời gian từ 1 tới 10 giờ, từ 1 đến 8 giờ, hoặc từ 1 đến 5 giờ. Sulfua kim loại này có thể là, ví dụ, natri sulfua (Na_2S). Sulfua kim loại này có thể được sử dụng dưới dạng dung dịch nước hoặc thể rắn. Sulfua kim loại này có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,4 đến 0,6 đương lượng, từ 0,45 đến 0,57 đương lượng, hoặc từ 0,48 đến 0,55 đương lượng, tính theo 1 đương lượng

của hợp chất diol.

Tiếp theo, hợp chất polyol bốn chức này có thể được phản ứng với thioure trong điều kiện axit để tạo ra muối isothiouroni. Cụ thể hơn, phản ứng này có thể được thực hiện dưới sự hồi lưu.

Thioure có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 3 mol hoặc nhiều hơn tính theo 1 mol của hợp chất rượu. Ví dụ, thioure này có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 3 mol đến 6 mol, hoặc từ 4,6 mol đến 5 mol, tính theo 1 mol của hợp chất rượu.

Đối với điều kiện axit, dung dịch axit clohydric, khí hydro clorua, hoặc chất tương tự có thể được sử dụng. Loại chất có tính axit để sử dụng không bị giới hạn đặc biệt miễn là phản ứng được thực hiện một cách thỏa đáng. Ví dụ, việc sử dụng hydro clorua có thể đảm bảo tốc độ phản ứng đủ và ngăn việc tạo màu sản phẩm. Ngoài ra, chất có tính axit này có thể được sử dụng với lượng bằng 3 mol hoặc nhiều hơn, hoặc nằm trong khoảng từ 3 mol đến 12 mol, tính theo 1 mol của hợp chất rượu.

Việc hồi lưu có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90°C đến 120°C hoặc từ 100°C đến 110°C trong thời gian từ 1 giờ đến 10 giờ.

Bước tạo ra muối thiouroni có thể được thực hiện trong không khí hoặc trong môi trường nitơ. Được ưu tiên nếu thực hiện trong môi trường nitơ xét về khía cạnh màu sắc, nhưng sẽ không chỉ giới hạn ở phương án này.

Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế bao gồm việc bổ sung dung dịch bazơ vào dung dịch muối thiouroni này để thủy phân nó.

Dung dịch bazơ này có thể chứa bazơ hữu cơ hoặc bazơ vô cơ. Ví dụ, nó có thể là một hoặc nhiều bazơ hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm amonia, c natri hydroxit, kali hydroxit, kali phosphat, natri carbonat, và natri axetat; hoặc nó có thể là một hoặc nhiều bazơ vô cơ được chọn từ nhóm bao gồm hydrazin, và trietylamin. Cụ thể là, dung dịch bazơ này có thể chứa ít nhất một được chọn từ nhóm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, amoniac, kali phosphat, natri carbonat, và trietylamin.

Theo một phương án của sáng chế, bước thủy phân có thể được thực hiện ở

nhệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 70°C trong thời gian 1 giờ hoặc lâu hơn. Ví dụ, bước thủy phân có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 65°C, từ 25°C đến 60°C, hoặc từ 30°C đến 50°C trong thời gian 1 giờ hoặc lâu hơn, 2 giờ hoặc lâu hơn, nằm trong khoảng từ 1 đến 10 giờ, từ 1 đến 9 giờ, hoặc từ 2 đến 9 giờ. Thời gian để bổ sung dung dịch bazơ vào có thể được điều chỉnh khi xét đến các phương tiện làm nguội, thiết bị, và các yếu tố tương tự. Nếu khoảng nhiệt độ nêu trên được đáp ứng khi dung dịch bazơ được bổ sung vào, thì việc tạo màu của hợp chất polythiol thu được không dễ xảy ra.

Bước thủy phân có thể được thực hiện trong không khí hoặc trong môi trường nitơ. Được ưu tiên nếu thực hiện trong môi trường nitơ xét về khía cạnh màu sắc, nhưng sẽ không chỉ giới hạn ở phương án này.

Theo một phương án của sáng chế, bước thủy phân có thể được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thẩm gel của chất phản ứng ở bước thủy phân chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh.

Trong bản mô tả này, vùng đỉnh C là vùng đỉnh nằm ở điểm -0,4 phút $\pm$ 0,15 phút so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh D) trong đồ thị. Phép sắc ký thẩm gel được thực hiện trong các điều kiện mà tetrahydrofuran được sử dụng làm pha động, hai cột được lắp nối tiếp nhau, mỗi cột này có chiều dài nằm trong khoảng từ 145mm đến 155mm, đường kính nằm trong khoảng từ 4,5mm đến 4,7mm, kích thước lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 44Å đến 46Å, và cỡ hạt nằm trong khoảng từ 1,6µm đến 1,8µm, vận tốc dòng chảy nằm trong khoảng từ 0,45ml/phút đến 0,55ml/phút, hoặc là 0,5ml/phút, và lượng phun vào nằm trong khoảng từ 9,5µl đến 10,5µl, hoặc là 10µl. Cỡ hạt trong cột này chỉ đường kính hạt.

Cụ thể là, cột này có thể cột ACQUITY APC XT 45 của hãng Waters.

Theo một phương án của sáng chế, khi dung dịch bazơ được bổ sung vào ở bước thủy phân, một phần của chất phản ứng có thể được thu gom với thời gian cách nhau 5 phút tới 15 phút để đo GPC. Ví dụ, khi dung dịch bazơ được bổ sung vào ở bước thủy phân, một phần của chất phản ứng có thể được thu gom với thời gian cách nhau 5 phút tới 13 phút, 5 phút tới 10 phút, hoặc 5 phút tới 7 phút để đo GPC.

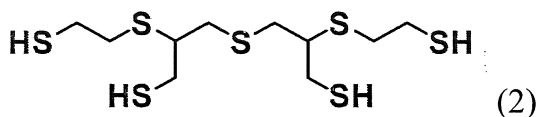
Theo một phương án của sáng chế, vùng đỉnh C có thể ở ở điểm -0,4 phút

$\pm 0,15$ phút, $-0,4$ phút $\pm 0,14$ phút, $-0,4$ phút $\pm 0,13$ phút, hoặc $-0,4$ phút $\pm 0,10$ phút, so với vùng đỉnh (vùng đỉnh D) đối với hợp chất polythiol đã được thể hiện trên đồ thị GPC. Bước thủy phân được dừng khi khoảng nêu trên được đáp ứng, nhờ đó các tạp chất của hợp chất polythiol bốn chức được loại bỏ một cách có hiệu quả, dẫn đến việc cải thiện về độ tinh khiết của hợp chất polythiol bốn chức.

Theo một phương án của sáng chế, bước thủy phân có thể được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C nhỏ hơn 5% tổng diện tích của vùng đỉnh. Ví dụ, bước thủy phân có thể được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C nhỏ hơn 4%, hoặc thấp hơn 3%, tổng diện tích của vùng đỉnh.

Theo một phương án của sáng chế, bước thủy phân có thể được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C bằng 10% hoặc thấp hơn, thấp hơn 10%, 8% hoặc thấp hơn, thấp hơn 8%, thấp hơn 6%, thấp hơn 5%, thấp hơn 3%, nằm trong khoảng từ 0,5% đến 10%, từ 0,5 đến 8%, từ 0,5 đến 6%, từ 0,5 đến 5%, hoặc từ 0,5 đến 3%, diện tích của vùng đỉnh D.

Theo một phương án của sáng chế, thành phần của vùng đỉnh D có thể bao gồm polythiol bốn chức được thể hiện bằng công thức 2 dưới đây:



Theo một phương án của sáng chế, polythiol bốn chức có công thức 2 nêu trên có thể chiếm 70% khối lượng hoặc nhiều hơn tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp polythiol. Ví dụ, hợp chất có công thức 2 nêu trên có thể chiếm 73% khối lượng hoặc nhiều hơn, 75% khối lượng hoặc nhiều hơn, 78% khối lượng hoặc nhiều hơn, 80% khối lượng hoặc nhiều hơn, 83% khối lượng hoặc nhiều hơn, hoặc 85% khối lượng hoặc nhiều hơn, tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp polythiol.

Theo một phương án của sáng chế, hợp chất (hoặc thành phần) quyết định vùng đỉnh C có thể chiếm 10% khối lượng hoặc ít hơn tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp polythiol. Ví dụ, hợp chất quyết định vùng đỉnh C có thể chiếm ít hơn 8% khối lượng, ít hơn 7,5% khối lượng, hoặc ít hơn 7% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp polythiol.

Sau đó, nếu cần, một bước tinh chế tiếp theo có thể được thực hiện. Bước

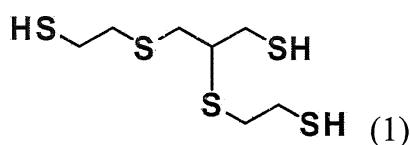
tinh chế này là giống như bước tinh chế đã mô tả trong quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol ba chức. Các tạp chất hoặc các chất tuwong tự còn lại trong hỗn hợp polythiol có thể được loại bỏ nhờ bước tinh chế, nó cải thiện màu sắc của hỗn hợp polythiol, dẫn đến việc cải thiện về màu sắc của vật liệu quang học được tạo ra từ nó.

Hỗn hợp polythiol

Sáng chế này cho phép tạo ra hỗn hợp polythiol chứa hợp chất polythiol ba chức có độ tinh khiết cao và hỗn hợp polythiol chứa hợp chất polythiol bốn chức có độ tinh khiết cao.

Hỗn hợp polythiol ba chức

Hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế chứa polythiol được thể hiện bằng công thức 1 dưới đây, trong đó diện tích của vùng đỉnh A trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel toàn bộ hỗn hợp này chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh:



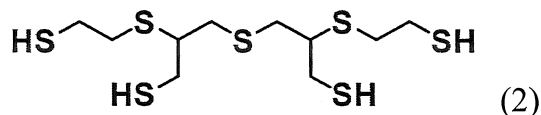
Trong bản mô tả này, vùng đỉnh A là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,37 \text{ phút} \pm 0,08 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh B) trong đồ thị. Các điều kiện áp dụng cho phép sắc ký thấm gel là như nêu trên.

Theo một phương án của sáng chế, hỗn hợp polythiol này có thể có trị số APHA (American Public Health Association) thấp hơn 20, bằng 15 hoặc thấp hơn, 13 hoặc thấp hơn, 10 hoặc thấp hơn, 7 hoặc thấp hơn, hoặc 5 hoặc thấp hơn, theo tiêu chuẩn JIS-K-0071-1.

Theo một phương án của sáng chế, hỗn hợp polythiol này có thể có trị số tọa độ màu b^* bằng 1,0 hoặc thấp hơn, 0,9 hoặc thấp hơn, 0,8 hoặc thấp hơn, 0,7 hoặc thấp hơn, 0,6 hoặc thấp hơn, 0,5 hoặc thấp hơn, 0,4 hoặc thấp hơn.

Hỗn hợp polythiol bốn chức

Hỗn hợp polythiol theo một phương án của sáng chế chứa polythiol bốn chức được thể hiện bằng công thức 2 dưới đây, trong đó diện tích của vùng đỉnh C trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel toàn bộ hỗn hợp này chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh:



Trong bản mô tả này, vùng đỉnh C là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,4 \text{ phút} \pm 0,15 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh D) trong đồ thị. Các điều kiện áp dụng cho phép sắc ký thấm gel là như nêu trên.

Theo một phương án của sáng chế, hỗn hợp polythiol này có thể có trị số APHA (American Public Health Association) thấp hơn 20, bằng 15 hoặc thấp hơn, 13 hoặc thấp hơn, hoặc 10 hoặc thấp hơn, theo tiêu chuẩn JIS-K-0071-1.

Theo một phương án của sáng chế, hỗn hợp polythiol này có thể có trị số tọa độ màu b^* bằng 1,0 hoặc thấp hơn, 0,9 hoặc thấp hơn, 0,8 hoặc thấp hơn, 0,7 hoặc thấp hơn, 0,6 hoặc thấp hơn, hoặc 0,55 hoặc thấp hơn.

Hỗn hợp dễ trùng hợp

Hỗn hợp dễ trùng hợp theo một phương án của sáng chế chứa hỗn hợp polythiol; và hợp chất isoxyanat, trong đó hỗn hợp polythiol này chứa polythiol ba chức có công thức 1 nêu trên, trong đó diện tích của vùng đỉnh A trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel hỗn hợp polythiol này chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh. Trong bản mô tả này, vùng đỉnh A là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,37 \text{ phút} \pm 0,08 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh B) trong đồ thị. Các điều kiện áp dụng cho phép sắc ký thấm gel là như nêu trên.

Hỗn hợp dễ trùng hợp theo một phương án của sáng chế chứa hỗn hợp polythiol; và hợp chất isoxyanat, trong đó hỗn hợp polythiol này chứa polythiol bốn chức có công thức 2 nêu trên, trong đó diện tích của vùng đỉnh C trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel hỗn hợp polythiol này chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh. Trong bản mô tả này, vùng đỉnh C là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,4 \text{ phút} \pm 0,15 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh D) trong đồ thị. Các điều kiện áp dụng cho phép sắc ký thấm gel là như nêu trên.

Hỗn hợp dễ trùng hợp có thể bao gồm một tới năm loại, một tới ba loại, hai loại, hoặc một loại hợp chất isoxyanat hai hoặc ba chức.

Ví dụ, hợp chất isoxyanat này có thể chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm hợp chất isoxyanat béo như isophoron diisoxyanat, dicyclohexylmetan-4,4-diisoxyanat, 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-undecatriisoxyanat, 1,3,6-hexametylen triisoxyanat, 1,8-diisoxyanat-4-isoxyanatometyloctan, bis(isoxyanatoetyl)carbonat, và bis(isoxyanatoetyl) ete; hợp chất isoxyanat vòng béo như isophoron diisoxyanat, 1,2-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, 1,3-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, dicyclohexylmetan diisoxyanat, xyclohexan diisoxyanat, methylxyclohexan diisoxyanat, dicyclohexyldimethylmetan isoxyanat, 2,2-dimetyldicyclohexylmetan isoxyanat, và norbornan diisoxyanat; và hợp chất isoxyanat thơm như bis(isoxyanatometyl)benzen, bis(isoxyanatoetyl)benzen, bis(isoxyanatopropyl)benzen, bis(isoxyanatobutyl)benzen, bis(isoxyanatometyl)naphtalen, bis(isoxyanatometyl)diphenyl ete, phenylen diisoxyanat, etylphenylen diisoxyanat, isopropylphenylen diisoxyanat, dimethylphenylen diisoxyanat, diethylphenylen diisoxyanat, diisopropylphenylen diisoxyanat, trimethylbenzen triisoxyanat, benzen triisoxyanat, biphenyl diisoxyanat, toluidine diisoxyanat, 4,4-diphenylmetan diisoxyanat, 3,3-dimetyldiphenylmetan-4,4-diisoxyanat, bibenzyl-4,4-diisoxyanat, bis(isoxyanatophenyl)etylen, 3,3-dimetoxybiphenyl-4,4-diisoxyanat, hexahydrobenzen diisoxyanat, hexahydrodiphenylmetan-4,4-diisoxyanat, o-xylen diisoxyanat, m-xylen diisoxyanat, p-xylen diisoxyanat, và toluen 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; hợp chất isoxyanat thơm chứa lưu huỳnh như

diphenyl đisulfua-2,4-diisoxyanat, diphenyl đisulfua-4,4-diisoxyanat, 3,3-dimetoxy-4,4-diisoxyanatodibenzylthio ete, bis(4-isoxyanatometylbenzen) sulfua, 4,4-metoxibenzen-thioetylen glycol-3,3-diisoxyanat, diphenyl đisulfua-4,4-diisoxyanat, 2,2-dimetylđiphenyl đisulfua-5,5-diisoxyanat, 3,3-dimetylđiphenyl đisulfua-5,5-diisoxyanat, 3,3-dimetylđiphenyl đisulfua-6,6-diisoxyanat, 4,4-dimetylđiphenyl đisulfua-5,5-diisoxyanat, 3,3-dimetoxyđiphenyl đisulfua-4,4-diisoxyanat, và 4,4-dimetoxyđiphenyl đisulfua-3,3-diisoxyanat; và 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. Đặc biệt là, hợp chất isoxyanat có một tới năm nhóm được chọn từ nhóm bao gồm isophoron diisoxyanat, norbornan diisoxyanat, m-xylen diisoxyanat, toluen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, và xyclohexan diisoxyanat, nhưng nó sẽ không chỉ giới hạn ở các hợp chất này.

Trọng lượng phân tử trung bình khối của hợp chất isoxyanat này có thể nằm trong khoảng từ 100g/mol đến 900g/mol hoặc từ 150g/mol đến 800g/mol.

Hỗn hợp dễ trùng hợp này có thể chứa hợp chất polythiol và hợp chất isoxyanat với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,5:1 hoặc từ 0,8 đến 1,2:1.

Hỗn hợp dễ trùng hợp này có thể còn chứa chất xúc tác. Cụ thể là, chất xúc tác này có thể là ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm dibutyl thiếc điclorua, dimetyl thiếc điclorua, dietyl thiếc điclorua, đipropyl thiếc điclorua, diisopropyl thiếc điclorua, và di-tert-butyl thiếc điclorua.

Hỗn hợp dễ trùng hợp này có thể còn chứa các chất phụ gia như chất tách khuôn bên trong, chất khơi mào quá trình trùng hợp, chất ổn định nhiệt, chất hấp thụ tia cực tím, chất tạo ánh xanh, chất độn mạch, chất liên kết ngang, chất ổn định quang, chất chống oxy hóa, và chất độn, tùy thuộc vào mục đích sử dụng nó.

Ví dụ, chất tách khuôn bên trong có thể chứa ít nhất một được chọn từ nhóm bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion trên cơ sở flo có nhóm

perfloroalkyl, nhóm hydroxyalkyl, hoặc nhóm phosphat este; chất hoạt động bề mặt không ion có nhóm trên cơ sở silic có nhóm dimethylpolysiloxan, nhóm hydroxyalkyl, hoặc nhóm phosphat este; muối alkyl amoni bậc bốn như trimethylxetylamoni, muối trimethylstearylamoni, muối dimethyletylextylamoni, muối triethylđodeylamoni, muối trioctylmetylaoni, và diethylxyclohexadodexylamoni; và axit phosphat este.

Chất khơi mào quá trình trùng hợp có thể bao gồm, ví dụ, loại amin, loại phospho, loại thiếc hữu cơ, loại đồng hữu cơ, loại gali hữu cơ, loại ziriconi hữu cơ, loại sắt hữu cơ, kẽm hữu cơ, và nhôm hữu cơ.

Chất ổn định nhiệt có thể bao gồm, ví dụ, loại muối axit béo kim loại, loại phospho, loại chì, hoặc loại thiếc hữu cơ.

Trong số các chất hấp thụ tia cực tím, các chất hấp thụ tia cực tím benzophenon, benzotriazol, salixylat, cxyanoacrylat, oxanilit, hoặc các chất tương tự có thể được sử dụng.

Chất tạo ánh xanh này có một dải hấp thụ trong khoảng bước sóng từ màu vàng cam sang vàng trong vùng ánh sáng nhìn thấy và có chức năng điều chỉnh màu sắc của vật liệu quang học làm từ nhựa. Cụ thể là, chất tạo ánh xanh này có thể là chất liệu thể hiện từ màu xanh lam đến màu tím, nhưng nó sẽ không bị giới hạn một cách cụ thể. Ngoài ra, các ví dụ về chất tạo ánh xanh này bao gồm thuốc nhuộm, chất làm trắng huỳnh quang, sắc tố huỳnh quang, và chất màu vô cơ. Nó có thể được chọn một cách thích hợp tùy thuộc vào các tính chất được đòi hỏi đối với thành phần quang học cần được tạo ra và màu của nhựa. Chất tạo ánh xanh này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng kết hợp của hai hoặc nhiều chất. Xét về khả năng hòa tan trong hỗn hợp để trùng hợp này và độ trong suốt của vật liệu quang học cần được tạo ra, thuốc nhuộm được ưu tiên sử dụng là chất tạo ánh xanh. Xét về bước sóng hấp thụ, thuốc nhuộm này đặc biệt có bước sóng hấp thụ lớn nhất nằm trong khoảng từ 520 đến 600nm; và cụ thể hơn, nó có bước sóng hấp thụ lớn nhất nằm trong khoảng từ 540 đến 580nm. Ngoài ra, liên quan đến cấu trúc của hợp chất này, thuốc nhuộm anthraquinon được ưu tiên làm thuốc nhuộm. Phương pháp bổ sung chất tạo ánh xanh vào không bị hạn chế một cách cụ thể, và chất tạo ánh xanh này có thể được bổ sung vào các monome trước. Cụ

thể là, các phương pháp khác nhau có thể được sử dụng; ví dụ, chất tạo ánh xanh có thể được hòa tan trong các monome hoặc có thể được có mặt trong dung dịch gốc với nồng độ cao, dung dịch gốc này sau đó được pha loãng bằng các monome hoặc các chất phụ gia khác và tiếp đó được bổ sung vào.

Hỗn hợp dễ trùng hợp này có thể có độ nhớt bằng 1000 cp hoặc lớn hơn sau khi để yên ở 10°C trong 24 giờ. Cụ thể là, hỗn hợp dễ trùng hợp này có thể có độ nhớt nằm trong khoảng 1000 cp đến 10000 cp hoặc từ 1500 cp đến 10000 cp sau khi để yên ở 10°C trong 24 giờ. Nếu độ nhớt của hỗn hợp dễ trùng hợp sau khi để yên ở 10°C trong 24 giờ nằm trong khoảng nêu trên, thì có thể tránh được vấn đề hoạt tính phản ứng của hỗn hợp này quá cao, mà dẫn đến làm giảm khả năng dễ gia công, hoặc tránh được vấn đề hoạt tính phản ứng của hỗn hợp này quá thấp, mà dẫn đến làm giảm năng suất.

Khi hỗn hợp dễ trùng hợp được làm thành mẫu có đường kính 75mm và độ dày 10mm, nó có thể có tỷ lệ tạo bọt nằm trong khoảng từ 0% đến 10%. Cụ thể là, khi hỗn hợp dễ trùng hợp được làm thành mẫu có đường kính 75mm và độ dày 10mm, thì tỷ lệ tạo bọt nằm trong khoảng từ 0% đến 8% hoặc từ 0% đến 5%.

Vật liệu quang học

Thấu kính quang học theo một phương án của sáng chế được tạo ra bằng cách đóng rắn bằng nhiệt hỗn hợp dễ trùng hợp.

Cụ thể là, vật liệu quang học này có thể là vật phẩm đúc được tạo ra bằng cách đóng rắn hỗn hợp dễ trùng hợp. Ngoài ra, vật liệu quang học này có thể được tạo ra bằng cách trùng hợp và đúc hỗn hợp dễ trùng hợp này.

Vật liệu quang học này có thể chứa polyme polythiouretan thu được bởi việc trùng hợp (và đóng rắn) hỗn hợp dễ trùng hợp chứa hỗn hợp polythiol ba chức hoặc bốn chức theo sáng chế, hỗn hợp polythiol ba chức hoặc bốn chức được tạo ra bởi quy trình theo sáng chế, và polyisoxyanat. Tỷ lệ mol phản ứng giữa các nhóm SH và các nhóm NCO trong phản ứng trùng hợp này có thể nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3,0, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 2,0 hoặc từ 0,8 đến 1,3. Nằm trong khoảng nêu trên, các tính chất được cải thiện như chỉ số khúc xạ và độ bền nhiệt cần thiết cho vật liệu quang học và sự cân bằng giữa chúng.

Theo một phương án của sáng chế, vật liệu quang học được tạo ra từ hỗn hợp polythiol ba chức này có thể có chỉ số khúc xạ trong pha rắn nằm trong khoảng lớn hơn 1,63 đến dưới 1,71. Ví dụ, chỉ số khúc xạ trong pha rắn của vật liệu quang học này có thể nằm trong khoảng từ 1,64 đến 1,70 hoặc từ 1,65 đến 1,69.

Theo một phương án của sáng chế, vật liệu quang học được tạo ra từ hỗn hợp polythiol ba chức này có thể có chỉ số màu vàng (Y.I.) thấp hơn 23,0. Ví dụ, chỉ số màu vàng (Y.I.) của vật liệu quang học này có thể nằm trong khoảng từ 15,0 đến 23,0, từ 15,0 đến 22,0, từ 15,0 đến 21,0, từ 15,0 đến 20,0, từ 15,0 đến 19,0, hoặc từ 15,0 đến 18,0.

Theo một phương án của sáng chế, vật liệu quang học được tạo ra từ hỗn hợp polythiol bốn chức này có thể có chỉ số khúc xạ trong pha rắn nằm trong khoảng lớn hơn 1,63 đến dưới 1,71. Ví dụ, chỉ số khúc xạ trong pha rắn của vật liệu quang học này có thể nằm trong khoảng từ 1,64 đến 1,70 hoặc từ 1,65 đến 1,69.

Theo một phương án của sáng chế, vật liệu quang học được tạo ra từ hỗn hợp polythiol bốn chức này có thể có chỉ số màu vàng (Y.I.) thấp hơn 23,0. Ví dụ, chỉ số màu vàng (Y.I.) của vật liệu quang học này có thể nằm trong khoảng từ 15,0 đến 23,0, từ 15,0 đến 22,0, từ 15,0 đến 21,0, từ 15,0 đến 20,0, từ 15,0 đến 19,0, từ 15,0 đến 18,0, hoặc từ 16,0 đến 18,0.

Vật liệu quang học này có thể là thấu kính quang học. Cụ thể hơn, vật liệu quang học này có thể là thấu kính quang học mềm dẻo. Ngoài ra, vật liệu quang học này có thể có các hình dạng khác nhau bằng cách thay đổi khuôn đúc được sử dụng để sản xuất nó. Đặc biệt là, vật liệu quang học này có thể ở dạng thấu kính mắt, thấu kính camera, đi-ốt phát quang (LED), hoặc dạng tương tự.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất quy trình tạo ra vật liệu quang học từ hỗn hợp dễ trùng hợp. Cụ thể là, quy trình này có thể bao gồm bước bơm hỗn hợp dễ trùng hợp vào trong khuôn đúc và sau đó đóng rắn nó bằng nhiệt.

Đặc biệt là, vật liệu quang học này có thể là vật phẩm đúc được tạo ra bằng cách đóng rắn bằng nhiệt hỗn hợp dễ trùng hợp. Ngoài ra, vật liệu quang học này có thể được tạo ra bằng cách trùng hợp và đúc hỗn hợp dễ trùng hợp.

Đầu tiên, hỗn hợp dễ trùng hợp này được loại khí dưới áp suất giảm và tiếp đó được bơm vào khuôn đúc để đúc vật liệu quang học. Việc loại khí và việc đúc như vậy có thể được thực hiện trong khoảng nhiệt độ, ví dụ, 5 tới 40°C. Cụ thể là, nó có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 5 đến 20°C. Sau khi hỗn hợp này được bơm vào khuôn đúc, quá trình trùng hợp thường được thực hiện bằng cách làm nóng từ từ hỗn hợp này từ nhiệt độ thấp lên nhiệt độ cao. Nhiệt độ của phản ứng trùng hợp có thể là, ví dụ, 5 tới 200°C, đặc biệt 10 tới 150°C. Ngoài ra, chất xúc tác phản ứng, mà thường được sử dụng để sản xuất polythiouretan, có thể được dùng để kiểm soát tốc độ phản ứng. Các ví dụ cụ thể về chất xúc tác phản ứng là như được ví dụ ở trên.

Tiếp đó, vật liệu quang học trên cơ sở polythiouretan được tháo ra khỏi khuôn đúc.

Vật liệu quang học này có các hình dạng khác nhau nhờ việc thay đổi khuôn đúc được sử dụng để sản xuất nó.

Dạng cụ thể và các tính chất vật lý của vật liệu quang học đã được tạo ra từ quy trình nêu trên được mô tả dưới đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết dựa vào các ví dụ. Các phương án theo sáng chế có thể được cải biến thành các dạng khác nhau miễn là phạm vi của sáng chế không bị ảnh hưởng.

Ví dụ 1

Tạo ra hỗn hợp polythiol ba chức

Thiết bị phản ứng được nạp 200 phần khối lượng 2-mercaptoetanol, 200 phần khối lượng nước đã loại khí (nồng độ oxy đã hòa tan là 2ppm), và 61,4 phần khối lượng natri hydroxit, chúng được trộn. 118,4 phần khối lượng epichlorohydrin được bổ sung nhỏ giọt chậm vào ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 9°C đến 13°C, trước khi khuấy trong 3 giờ. Sau đó, 360,5 phần khối lượng thioure và 666,8 phần khối lượng axit clohydric có độ tinh khiết bằng 36% được bổ sung vào thiết bị phản ứng này. Nó được khuấy ở nhiệt độ 110°C dưới sự hồi lưu trong 3 giờ để

phản ứng này tạo ra muối thiouroni. Thiết bị phản ứng này được làm nguội xuống 45°C, 589,7 phần khối lượng toluen được bổ sung vào, và làm nguội xuống 26°C. Tiếp theo, quá trình thủy phân được thực hiện trong khi 829 phần khối lượng natri hydroxit 33% khối lượng được bổ sung nhỏ giọt chậm vào và phép sắc ký thẩm gel (GPC) theo các điều kiện dưới đây được kiểm tra. Trong ví dụ này, quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A ở điểm -0,37 phút $\pm$ 0,08 phút so với vùng đỉnh (vùng đỉnh B) đối với hợp chất polythiol ba chức nhỏ hơn 8% tổng diện tích của vùng đỉnh.

Sau đó, 234 phần khối lượng axit clohydric 36% được bổ sung vào để rửa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 33 đến 40°C trong thời gian 30 phút. Tiếp theo, 530 phần khối lượng nước đã loại khí (nồng độ oxy đã hòa tan là 2ppm) được bổ sung vào để rửa bốn lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 35 đến 45°C trong thời gian 30 phút. Tiếp đó, toluen và một lượng nhỏ nước được loại bỏ trong khi làm nóng và giảm áp, và nó được lọc dưới áp suất giảm bằng bộ lọc kiểu màng PTFE để thu được 250 phần khối lượng hỗn hợp polythiol chứa thành phần chính là hợp chất polythiol ba chức.

Các điều kiện GPC

- * Thiết bị đo: Waters APC system
- * Cột: Acquity APC XT Column 45 (đường kính 4,6mm, chiều dài 150mm)
- * Hai cột được lắp nối tiếp nhau
- * Pha động: tetrahydrofuran (THF)
- * Vận tốc dòng chảy: 0,5ml/phút
- * Tổng thời gian đo: 10 phút
- * Thể tích phun vào: 10 μ l
- * Bộ dò: RID (Bộ dò chỉ số khúc xạ, 40°C)

Fig.1 là đồ thị thu được bằng cách thực hiện GPC đối với hỗn hợp polythiol của Ví dụ 1.

Bảng 1 dưới đây thể hiện các kết quả của vùng đỉnh ở điểm dừng quá trình thủy phân trong ví dụ 1.

Bảng 1

RT (thời gian lưu, phút)	Diện tích	Chiều cao	% Diện tích
4,973	12237	1697	0,81
5,056	24374	4014	1,61 (Vùng đỉnh A)
5,152	24483	3789	1,62
5,308	96465	25760	6,38
5,426	1289188	362908	85,21 (Vùng đỉnh B)
5,547	66282	12078	4,38

Như có thể thấy được từ bảng 1 nêu trên, trong ví dụ 1, quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A ở điểm -0,37 phút $\pm$ 0,08 phút so với vùng đỉnh (vùng đỉnh B) đối với hợp chất polythiol ba chức nhỏ hơn 8%, tức là, 1,61%, tổng diện tích của vùng đỉnh.

Tạo ra vật liệu quang học

49,6 phần khối lượng hỗn hợp polythiol đã được tạo ra ở trên, 50,4 phần khối lượng m-xylene diisocyanat, 0,01 phần khối lượng dibutyl thioc diclorua, và 0,1 phần khối lượng chất giải phóng phosphat este (ZELEC® UN Stepan) được trộn đồng nhất, và bước khử bọt được thực hiện ở áp suất 600Pa trong thời gian 1 giờ. Sau đó, nó được lọc qua bộ lọc Teflon cỡ 3- μ m và được bơm vào khuôn đúc cấu thành từ phần khuôn thủy tinh và phần dãi. Sau đó, khuôn đúc này được làm nóng chậm từ 25°C lên 120°C với tốc độ 5°C/phút, và quá trình trùng hợp được thực hiện ở nhiệt độ 120°C trong thời gian 18 giờ. Sau đó, tháo ra khỏi khuôn đúc và đóng rắn tiếp ở nhiệt độ 120°C trong thời gian 4 giờ để tạo ra mẫu thấu kính.

Ví dụ 2

Để xét đến khoảng sai số, thử nghiệm được thực hiện một lần nữa theo cách giống như trong ví dụ 1.

Fig.2 là đồ thị thu được bằng cách thực hiện phép sắc ký thẩm gel đối với hỗn hợp polythiol của ví dụ 2.

Bảng 2 dưới đây thể hiện các kết quả của vùng đỉnh ở điểm dừng quá trình thủy phân trong ví dụ 2.

Bảng 2

RT (phút)	Diện tích	Chiều cao	% Diện tích
5,031	95569	11912	2,76 (Vùng đỉnh A)
5,296	95716	28267	2,76
5,415	3147488	833062	90,81 (Vùng đỉnh B)
5,535	127228	24305	3,67

Như có thể thấy được từ bảng 2 ở trên, trong ví dụ 2, quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A ở điểm -0,37 phút $\pm$ 0,08 phút so với vùng đỉnh (vùng đỉnh B) đối với hợp chất polythiol ba chức là nhỏ hơn 8%, tức là, 2,76%, tổng diện tích của vùng đỉnh.

Ví dụ so sánh 1

Một thử nghiệm được thực hiện theo cách giống như trong ví dụ 1, chỉ khác là quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A ở điểm -0,37 phút $\pm$ 0,08 phút so với vùng đỉnh (vùng đỉnh B) đối với hợp chất polythiol ba chức là vượt quá 8% tổng diện tích của vùng đỉnh.

Bảng 3 dưới đây thể hiện các kết quả của vùng đỉnh ở điểm dừng quá trình thủy phân trong ví dụ so sánh 1.

Bảng 3

RT (phút)	Diện tích	Chiều cao	% Diện tích
4,781	25,074	3058	1,62
5,033	141,231	32302	9,11 (Vùng đỉnh A)
5,302	95,526	13331	6,16
5,417	1,218,884	362908	78,64 (Vùng đỉnh B)
5,594	69,224	10480	4,47

Như có thể thấy được từ bảng 3 ở trên, trong ví dụ so sánh 1, quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A ở điểm -0,37 phút $\pm$ 0,08 phút so với vùng đỉnh (vùng đỉnh B) đối với hợp chất polythiol ba chức là vượt quá 8%, tức là, 9,11%, tổng diện tích của vùng đỉnh.

Ví dụ so sánh 2

Một thử nghiệm được thực hiện theo cách giống như trong ví dụ 1, chỉ khác là quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A ở điểm -0,37

phút $\pm 0,08$ phút so với vùng đỉnh (vùng đỉnh B) đối với hợp chất polythiol ba chức nhỏ hơn 0,5% tổng diện tích của vùng đỉnh.

Bảng 4 dưới đây thể hiện các kết quả của vùng đỉnh ở điểm dừng quá trình thủy phân trong ví dụ so sánh 2.

Bảng 4

RT (phút)	Diện tích	Chiều cao	% Diện tích
4,799	16522	16522	2,91
5,025	1860	1860	0,35 (Vùng đỉnh A)
5,288	2122	2122	0,23
5,412	845544	845544	91,82 (Vùng đỉnh B)
5,549	45516	45516	4,69

Như có thể thấy được từ bảng 4 ở trên, trong ví dụ so sánh 2, quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh A ở điểm $-0,37$ phút $\pm 0,08$ phút so với vùng đỉnh (vùng đỉnh B) đối với hợp chất polythiol ba chức nhỏ hơn 0,5%, tức là, 0,35%, tổng diện tích của vùng đỉnh. Trong bản mô tả này, thời gian để thủy phân là khoảng 8 giờ hoặc lâu hơn.

Ví dụ 3

Tạo ra hỗn hợp polythiol bốn chức

Thiết bị phản ứng được nạp 43,0 phần khối lượng nước, 1,3 phần khối lượng triethylamin, và 73,0 phần khối lượng 2-mercaptoetanol, tiếp theo giảm nhiệt độ xuống 0°C . Sau đó, 88,0 phần khối lượng epichlorohydrin được bổ sung nhỏ giọt chậm vào ở nhiệt độ 15°C hoặc thấp hơn, tiếp theo khuấy nó trong thời gian 1 giờ ở nhiệt độ 30°C . Sau đó, 145,0 phần khối lượng dung dịch nước 25% natri sulfua được bổ sung nhỏ giọt chậm vào ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 25°C , trước khi khuấy trong 3 giờ.

Sau đó, 245,0 phần khối lượng axit clohydric 36% và 149,0 phần khối lượng thioure được bổ sung vào, trước khi khuấy trong 3 giờ cùng với sự hồi lưu ở nhiệt độ 110°C để phản ứng tạo ra muối thiouroni.

Sau đó, sau khi làm nguội xuống 50°C , quá trình thủy phân được thực hiện trong khi 200,0 phần khối lượng toluen và 280,0 phần khối lượng 40% natri

hydroxit được bổ sung nhỏ giọt chậm vào và phép sắc ký thẩm gel (GPC) được kiểm tra. Trong bản mô tả này, quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C ở thời điểm $-0,4 \text{ phút} \pm 0,15 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh (vùng đỉnh D) đối với hợp chất polythiol bốn chức là nhỏ hơn 10% tổng diện tích của vùng đỉnh.

Sau đó, việc rửa được thực hiện một lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 33°C đến 40°C trong thời gian 30 phút bằng dung dịch toluen mà đã được bổ sung đó là 120 phần khối lượng axit clohydric 36%. Sau đó, 200 phần khối lượng nước đã loại khí (nồng độ oxy đã hòa tan là 2ppm) được bổ sung vào để rửa bốn lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 35°C đến 45°C trong thời gian 30 phút. Toluene và một lượng nhỏ nước được loại bỏ trong khi làm nóng và giảm áp, và nó được lọc dưới áp suất giảm bằng bộ lọc kiểu màng PTFE để thu được 125 phần khối lượng hỗn hợp polythiol chứa hợp chất polythiol bốn chức là thành phần chính. Các điều kiện GPC là giống như trên.

Fig.3 là đồ thị thu được bằng cách thực hiện GPC đối với hỗn hợp polythiol của ví dụ 3.

Bảng 5 dưới đây thể hiện các kết quả của vùng đỉnh ở điểm dừng quá trình thủy phân trong ví dụ 3.

Bảng 5

RT (phút)	Diện tích	Chiều cao	% Diện tích
4,847	239627	31059	6,96 (Vùng đỉnh C)
5,038	92929	19153	2,70
5,129	225660	38985	6,55
5,262	2746734	698509	79,74 (Vùng đỉnh D)
5,426	104098	27537	3,02
5,564	35489	3681	1,03

Như có thể thấy được từ bảng 5 ở trên, trong ví dụ 3, quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C ở thời điểm $-0,4 \text{ phút} \pm 0,15 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh (vùng đỉnh D) đối với hợp chất polythiol bốn chức là nhỏ hơn 10%, tức là, 6,96%, tổng diện tích của vùng đỉnh.

Tạo ra vật liệu quang học

49,3 phần khối lượng hỗn hợp polythiol đã được tạo ra ở trên, 50,7 phần

khối lượng m-xylen diisoxyanat, 0,01 phần khối lượng dibutyl thiếc điclorua, và 0,1 phần khối lượng chất giải phóng phosphat este (ZELEC® UN Stepan) được trộn đồng nhất, và bước khử bọt được thực hiện với áp suất 600Pa trong thời gian 1 giờ. Sau đó, nó được lọc qua bộ lọc Teflon cỡ 3- μ m và được bơm vào khuôn đúc cầu thành từ phần khuôn thủy tinh và phần dãi. Sau đó, khuôn đúc được làm nóng chậm từ 25°C lên 120°C với tốc độ 5°C/phút, và quá trình trùng hợp được thực hiện ở nhiệt độ 120°C trong thời gian 18 giờ. Sau đó, tháo ra khỏi khuôn đúc đông rắn tiếp ở nhiệt độ 120°C trong thời gian 4 giờ để tạo ra mẫu thấu kính.

Ví dụ 4

Để xét đến khoảng sai số, thử nghiệm được thực hiện một lần nữa theo cách giống như ở ví dụ 3.

Fig.4 là đồ thị thu được bằng cách thực hiện phép sắc ký thẩm gel đối với hỗn hợp polythiol của ví dụ 4.

Bảng 6 dưới đây thể hiện các kết quả của vùng đỉnh ở điểm dừng quá trình thủy phân trong ví dụ 4.

Bảng 6

RT (phút)	Diện tích	Chiều cao	% Diện tích
5,258	92873	12695	6,31 (Vùng đỉnh C)
5,474	42959	8215	2,92
5,608	53207	10987	3,62
5,710	1216123	284828	82,63 (Vùng đỉnh D)
5,889	42128	10495	2,86
6,041	24450	3020	1,66

Như có thể thấy được từ bảng 6 ở trên, trong ví dụ 4, quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C ở thời điểm $-0,4 \text{ phút} \pm 0,15 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh (vùng đỉnh D) đối với hợp chất polythiol bốn chức là nhỏ hơn 10%, tức là, 6,31%, tổng diện tích của vùng đỉnh.

Ví dụ so sánh 3

Một thử nghiệm được thực hiện theo cách giống như ở ví dụ 3, chỉ khác là quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C ở thời điểm $-0,4$

phút $\pm 0,15$ phút so với vùng đỉnh (vùng đỉnh D) đối với hợp chất polythiol bốn chức là vượt quá 10% tổng diện tích của vùng đỉnh.

Bảng 7 dưới đây thể hiện các kết quả của vùng đỉnh ở điểm dừng quá trình thủy phân trong ví dụ so sánh 3.

Bảng 7

RT (phút)	Diện tích	Chiều cao	% Diện tích
4,890	136544	11910	2,62
5,050	654281	78065	12,53 (Vùng đỉnh C)
5,395	508360	6732	9,74
5,492	3694611	750486	70,76 (Vùng đỉnh D)
5,661	165874	36476	3,18
5,805	61435	9365	1,18

Như có thể thấy được từ bảng 7 ở trên, trong ví dụ so sánh 3, quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C ở thời điểm $-0,4$ phút $\pm 0,15$ phút so với vùng đỉnh (vùng đỉnh D) đối với hợp chất polythiol bốn chức là vượt quá 10%, tức là, 12,53%, tổng diện tích của vùng đỉnh.

Ví dụ so sánh 4

Một thử nghiệm được thực hiện theo cách giống như ở ví dụ 3, chỉ khác là quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C ở thời điểm $-0,4$ phút $\pm 0,15$ phút so với vùng đỉnh (vùng đỉnh D) đối với hợp chất polythiol bốn chức là nhỏ hơn 1% tổng diện tích của vùng đỉnh.

Bảng 8 dưới đây thể hiện các kết quả của vùng đỉnh ở điểm dừng quá trình thủy phân trong ví dụ so sánh 4.

Bảng 8

RT (phút)	Diện tích	Chiều cao	% Diện tích
5,012	22486	3145	1,56
5,215	12722	1739	0,88 (Vùng đỉnh C)
5,459	36542	6988	2,53
5,600	93198	19245	6,45
5,699	1172115	274521	81,14 (Vùng đỉnh D)
5,901	65257	16257	4,52
6,033	42188	5211	2,92

Như có thể thấy được từ bảng 8 ở trên, trong ví dụ so sánh 4, quá trình thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh C ở thời điểm $-0,4 \text{ phút} \pm 0,15 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh (vùng đỉnh D) đối với hợp chất polythiol bốn chức là nhỏ hơn 1,0%, tức là, 0,88%, tổng diện tích của vùng đỉnh. Trong ví dụ này, thời gian để thủy phân trong ví dụ so sánh 4 là 15 giờ hoặc lâu hơn.

Ví dụ đánh giá 1: Đánh giá các trị số SH

Các hỗn hợp polythiol ba chức và các hỗn hợp polythiol bốn chức đã được tạo ra ở trên được đánh giá như sau.

0,1g hỗn hợp polythiol được đặt trong cốc nhỏ, và 25ml clorofom được bổ sung vào, tiếp đó khuấy hỗn hợp này trong 10 phút. Sau đó, 10ml metanol được bổ sung vào, khuấy trong 10 phút để thu được dung dịch. Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn iot 0,1N, và trị số SH sau đó được tính toán theo công thức sau.

Trị số SH (g/đương lượng) = khối lượng của mẫu (g) / $\{0,1 \times \text{lượng iot đã tiêu thụ (L)}\}$

Để tham chiếu, trị số SH (trọng lượng phân tử của một chất)/(số lượng nhóm chức SH), nó là một trị số lý thuyết chỉ số lượng nhóm chức thiol trên trọng lượng của một chất cụ thể. Tuy nhiên, trong các polythiol thực tế, trị số đo được là cao hơn so với trị số lý thuyết do sự ảnh hưởng của các tạp chất, độ ẩm, và dung môi tồn dư. Do phần lớn các tạp chất đều có số lượng nhỏ của các nhóm chức SH so với trọng lượng phân tử của nó, nên trị số SH sẽ tăng khi các tạp chất có trong nó càng nhiều.

Ví dụ đánh giá 2: Đánh giá chỉ số khúc xạ trong pha lỏng

Các hỗn hợp polythiol ba chức và các hỗn hợp polythiol bốn chức đã được tạo ra ở trên được đánh giá như sau.

Chỉ số khúc xạ của từng hỗn hợp polythiol đã được tạo ra được đo ở 25°C bằng máy đo khúc xạ trong pha lỏng RA-600 của hãng Kyoto Electronics.

Ví dụ đánh giá 3: Đánh giá độ màu

Các hỗn hợp polythiol ba chức và các hỗn hợp polythiol bốn chức đã được

tạo ra ở trên được đánh giá như sau.

Đánh giá APHA

Đối với mỗi hỗn hợp polythiol đã được tạo ra ở trên, dung dịch chuẩn được chuẩn bị thành 5 bộ APHA theo tiêu chuẩn JIS K 0071-1. Trị số TAPHA của hỗn hợp được so sánh với dung dịch chuẩn đã chuẩn bị bằng mắt thường, và trị số APHA của màu tương tự nhất được lấy.

Đánh giá b^*

Độ màu của hỗn hợp polythiol được đo nhờ sử dụng máy quang phổ UV-Vis (Lambda-365, PerkinElmer). Cụ thể là, độ màu được đo cách nhau 1nm trong khoảng bước sóng 380 tới 780nm bằng cách sử dụng cốc thạch anh (10mm × 10mm) và nguồn sáng D65/10°. Trị số b^* càng thấp, độ màu càng tốt.

Ví dụ đánh giá 4: Đánh giá độ tinh khiết

Các hỗn hợp polythiol ba chức và các hỗn hợp polythiol bốn chức đã được tạo ra ở trên được đánh giá như sau.

Hàm lượng của hợp chất polythiol ba chức được xác định thông qua các vùng đỉnh được tạo ra khi thực hiện phép sắc ký thẩm gel đối với từng chế hỗn hợp polythiol ba chức đã được tạo ra ở trên. Hàm lượng của các hợp chất polythiol bốn chức được xác định bằng cách thực hiện phương pháp tương tự đối với từng hỗn hợp polythiol bốn chức.

Ví dụ đánh giá 5: Đánh giá chỉ số khúc xạ trong pha rắn

Chỉ số khúc xạ trong pha rắn của mẫu thấu kính đã được tạo ra ở trên được đo ở 20°C nhờ sử dụng máy đo khúc xạ Abbe DR-M4.

Ví dụ đánh giá 6: Đánh giá sự tạo vết

Sự tạo vết liên quan đến khuyết tật bên ngoài xuất hiện bởi sự tách pha cục bộ do sự chênh lệch về tốc độ đông rắn hoặc sự chênh lệch về tốc độ phản ứng khi hỗn hợp được đông rắn. Từng mẫu thấu kính đã được tạo ra ở trên được quan sát

dưới đèn thủy ngân. Mẫu được ký hiệu là ○ nếu không có sự tạo vết, Δ nếu có ít sự tạo vết, và × nếu có sự tạo vết trầm trọng.

Ví dụ đánh giá 7: Đánh giá độ trong suốt (sự vẩn đục)

Đối với các mẫu thấu kính đã được tạo ra ở trên, độ trong suốt được đánh giá bằng cách kiểm tra sự có mặt hay không có mặt của các vẩn đục như sau. Cụ thể là, thấu kính được chiếu bằng máy chiếu trong phòng tối để quan sát bằng mắt thường xem thấu kính có bị vẩn đục hay có vật liệu quang học bất kỳ nào hay không. Nếu thấu kính không có vẩn đục hay vật liệu quang học bất kỳ, thì được đánh giá ○. Nếu thấu kính có vẩn đục hay có vật liệu quang học bất kỳ, thì được đánh giá là ×.

Ví dụ đánh giá 8: Đánh giá chỉ số màu vàng (Y.I.)

Đối với các mẫu thấu kính có độ dày 9mm và đường kính (φ) 75mm đã được tạo ra ở trên, các tọa độ sắc độ x và y đã được đo nhờ sử dụng máy đo màu quang phổ tích hợp Colormate integrating sphere spectrophotometer của hãng SCINCO để tính toán chỉ số màu vàng theo công thức sau.

$$Y.I. = (234x + 106y + 106)/y$$

Các kết quả đánh giá 1 tới 8 được thể hiện trong các bảng 9 và 10 dưới đây.

Bảng 9 thể hiện các kết quả của các hỗn hợp polythiol ba chức, và bảng 10 thể hiện các kết quả của các hỗn hợp polythiol bốn chức.

Bảng 9

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2
Trị số SH (g/đương lượng)	89,3	87,9	99,8	87,8
Chỉ số khúc xạ trong pha lỏng	1,629	1,628	1,630	1,628
b*	0,52	0,35	1,1	1,3
APHA	10	5	20	25
Độ tinh khiết	85%	91%	79%	92%
Chỉ số khúc xạ trong pha rắn	1,67	1,67	1,65	1,67
Sự tạo vết	○	○	×	○
Độ trong suốt	○	○	×	○

Y.I.	17,5	16,6	19,5	23,5
------	------	------	------	------

Bảng 10

	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4
Trị số SH (g/đương lượng)	97,8	96,8	99,8	97,0
Chỉ số khúc xạ trong pha lỏng	1,647	1,646	1,649	1,646
b*	0,55	0,50	1,1	1,5
APHA	10	10	20	30
Độ tinh khiết	80%	82%	70%	81%
Chỉ số khúc xạ trong pha rắn	1,67	1,67	1,65	1,67
Sự tạo vết	○	○	×	○
Độ trong suốt	○	○	×	○
Y.I.	17,5	16,7	19,3	25,9

Như được thể hiện trong bảng 9, các hỗn hợp polythiol đã được tạo ra trong các ví dụ 1 và 2 đều có độ tinh khiết cao của hợp chất polythiol ba chức và rất tốt về trị số SH, chỉ số khúc xạ trong pha lỏng, b*, và APHA. Ngoài ra, các vật liệu quang học đã được tạo ra bằng cách sử dụng cùng hỗn hợp này đều rất tốt về chỉ số khúc xạ trong pha rắn, sự tạo vết, độ trong suốt, và chỉ số màu vàng (Y.I.). Ngoài ra, trong ví dụ so sánh 2, thời gian thủy phân là quá dài, và hiệu suất của thấu kính không cao; mà dường như xấu đi.

Ngoài ra, như được thể hiện trong bảng 10, các hỗn hợp polythiol đã được tạo ra trong các ví dụ 3 và 4 đều có độ tinh khiết cao của hợp chất polythiol bốn chức và rất tốt về trị số SH, chỉ số khúc xạ trong pha lỏng, b*, và APHA. Ngoài ra, các vật liệu quang học đã được tạo ra bằng cách sử dụng cùng hỗn hợp này đều là rất tốt về chỉ số khúc xạ trong pha rắn, sự tạo vết, độ trong suốt, và chỉ số màu vàng (Y.I.). Ngoài ra, trong ví dụ so sánh 4, thời gian thủy phân là quá dài, và hiệu suất của thấu kính không cao; mà dường như xấu đi.

Yêu cầu bảo hộ

1. Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol bao gồm các bước:

cho hợp chất halogen và hợp chất rượu phản ứng với thioure để tạo ra dung dịch muối thiouroni; và

bổ sung dung dịch bazơ vào dung dịch muối thiouroni này để thủy phân nó, trong đó phản ứng thủy phân này được dừng khi diện tích của vùng đỉnh (A) trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thẩm gel (GPC) của chất phản ứng ở bước thủy phân chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh,

hỗn hợp polythiol này chứa hợp chất polythiol ba chức,

hỗn hợp polythiol này có trị số tọa độ màu b^* bằng 1,0 hoặc thấp hơn, hoặc hỗn

hợp polythiol này có trị số APHA thấp hơn 20 theo tiêu chuẩn JIS-K-0071-1,

vùng đỉnh (A) là vùng đỉnh nằm ở điểm $-0,37 \text{ phút} \pm 0,08 \text{ phút}$ so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh (B)) trong đồ thị, và

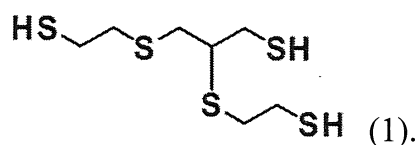
phép sắc ký thẩm gel được thực hiện trong các điều kiện mà tetrahydrofuran được sử dụng làm pha động, hai cột được lắp nối tiếp nhau, mỗi cột này có chiều dài nằm trong khoảng từ 145mm đến 155mm, đường kính nằm trong khoảng từ 4,5mm đến 4,7mm, kích thước lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 44Å đến 46Å, và đường kính hạt nằm trong khoảng từ 1,6 μm đến 1,8 μm , vận tốc dòng chảy nằm trong khoảng từ 0,45ml/phút đến 0,55ml/phút, và lượng phun vào nằm trong khoảng từ 9,5 μl đến 10,5 μl .

2. Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo điểm 1, trong đó bước thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh (A) nhỏ hơn 5% tổng diện tích của vùng đỉnh và nhỏ hơn 8% diện tích của vùng đỉnh (B).

3. Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo điểm 1, trong đó khi dung dịch bazơ được bổ sung vào ở bước thủy phân, một phần của chất phản ứng được thu gom

cách nhau 5 phút tới 15 phút để đo GPC.

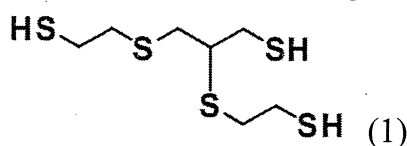
4. Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo điểm 1, trong đó thành phần của vùng đỉnh (B) bao gồm polythiol ba chức được thể hiện bằng công thức (1) dưới đây, và polythiol ba chức có công thức (1) này chiếm 70% tổng khối lượng của hỗn hợp polythiol:



5. Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo điểm 1, trong đó bước thủy phân được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 70°C trong thời gian từ 1 tới 9 giờ.

6. Hỗn hợp polythiol chứa polythiol ba chức được thể hiện bằng công thức (1) dưới đây,

trong đó diện tích của vùng đỉnh (A) trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thẩm gel toàn bộ hỗn hợp này chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh:



hỗn hợp polythiol này có trị số tọa độ màu b^* bằng 1,0 hoặc thấp hơn, hoặc hỗn hợp polythiol này có trị số APHA thấp hơn 20 theo tiêu chuẩn JIS-K-0071-1, vùng đỉnh (A) là vùng đỉnh nằm ở điểm -0,37 phút $\pm$ 0,08 phút so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh (B)) của hỗn hợp này, và phép sắc ký thẩm gel được thực hiện trong các điều kiện mà tetrahydrofuran được sử dụng làm pha động, hai cột được lắp nối tiếp nhau, mỗi cột này có chiều dài nằm trong khoảng từ 145mm đến 155mm, đường kính nằm trong khoảng từ 4,5mm đến 4,7mm, kích thước lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 44Å đến 46Å, và đường kính hạt nằm trong khoảng từ 1,6μm đến 1,8μm, vận tốc dòng chảy nằm

trong khoảng từ 0,45ml/phút đến 0,55ml/phút, và lượng phun vào nằm trong khoảng từ 9,5 μ l đến 10,5 μ l.

7. Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol bao gồm các bước:

cho hợp chất halogen và hợp chất rượu phản ứng với thioure để tạo ra dung dịch muối thiouroni; và

bổ sung dung dịch bazơ vào dung dịch muối thiouroni này để thủy phân nó,

trong đó phản ứng thủy phân này được dừng khi diện tích của vùng đỉnh (A) trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thấm gel của chất phản ứng ở bước thủy phân chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh,

hỗn hợp polythiol này chứa hợp chất polythiol ba chức,

hỗn hợp polythiol này có trị số tọa độ màu b^* bằng 1,0 hoặc thấp hơn, hoặc hỗn

hợp polythiol này có trị số APHA thấp hơn 20 theo tiêu chuẩn JIS-K-0071-1,

vùng đỉnh (C) là vùng đỉnh nằm ở điểm -0,4 phút $\pm$ 0,15 phút so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh (D)) trong đồ thị, và

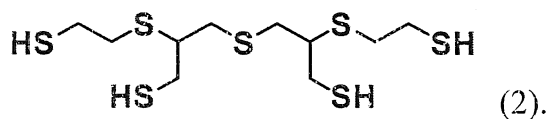
phép sắc ký thấm gel được thực hiện trong các điều kiện mà tetrahydrofuran được sử dụng làm pha động, hai cột được lắp nối tiếp nhau, mỗi cột này có chiều dài nằm trong khoảng từ 145mm đến 155mm, đường kính nằm trong khoảng từ 4,5mm đến 4,7mm, kích thước lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 44Å đến 46Å, và đường kính hạt nằm trong khoảng từ 1,6 μ m đến 1,8 μ m, vận tốc dòng chảy nằm trong khoảng từ 0,45ml/phút đến 0,55ml/phút, và lượng phun vào nằm trong khoảng từ 9,5 μ l đến 10,5 μ l.

8. Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo điểm 7, trong đó bước thủy phân được dừng khi diện tích của vùng đỉnh (C) nhỏ hơn 5% tổng diện tích của vùng đỉnh và nhỏ hơn 10% diện tích của vùng đỉnh (D).

9. Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo điểm 7, trong đó khi dung dịch bazơ

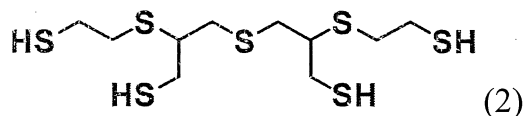
được bổ sung vào ở bước thủy phân, một phần của chất phản ứng được thu gom cách nhau 5 phút tới 15 phút để đo GPC.

10. Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo điểm 7, trong đó thành phần của vùng đỉnh (D) bao gồm polythiol bốn chức được thể hiện bằng công thức (2) dưới đây, và polythiol bốn chức có công thức (2) này chiếm 70% tổng khối lượng của hỗn hợp polythiol:



11. Quy trình tạo ra hỗn hợp polythiol theo điểm 7, trong đó bước thủy phân được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 70°C trong thời gian từ 1 tới 9 giờ.

12. Hỗn hợp polythiol chứa polythiol được thể hiện bằng công thức (2) dưới đây, trong đó diện tích của vùng đỉnh (C) trong đồ thị đo được bằng phép sắc ký thẩm gel toàn bộ hỗn hợp này chiếm 0,5 tới 8% tổng diện tích của vùng đỉnh:



hỗn hợp polythiol này có trị số tọa độ màu b^* bằng 1,0 hoặc thấp hơn, hoặc hỗn hợp polythiol này có trị số APHA thấp hơn 20 theo tiêu chuẩn JIS-K-0071-1, vùng đỉnh (C) là vùng đỉnh nằm ở điểm -0,4 phút $\pm$ 0,15 phút so với vùng đỉnh cực đại (vùng đỉnh (D)) của hỗn hợp này, và phép sắc ký thẩm gel được thực hiện trong các điều kiện mà tetrahydrofuran được sử dụng làm pha động, hai cột được lắp nối tiếp nhau, mỗi cột này có chiều dài nằm trong khoảng từ 145mm đến 155mm, đường kính nằm trong khoảng từ 4,5mm đến 4,7mm, kích thước lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 44Å đến 46Å, và đường kính hạt nằm trong khoảng từ 1,6 μ m đến 1,8 μ m, vận tốc dòng chảy nằm trong khoảng từ 0,45ml/phút đến 0,55ml/phút, và lượng phun vào nằm trong

khoảng từ 9,5 μ l đến 10,5 μ l.

1/2

Fig.1

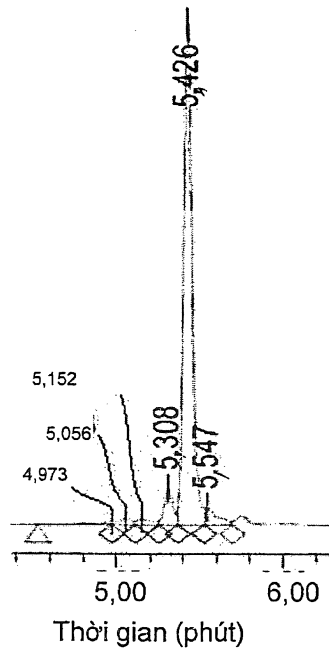


Fig.2

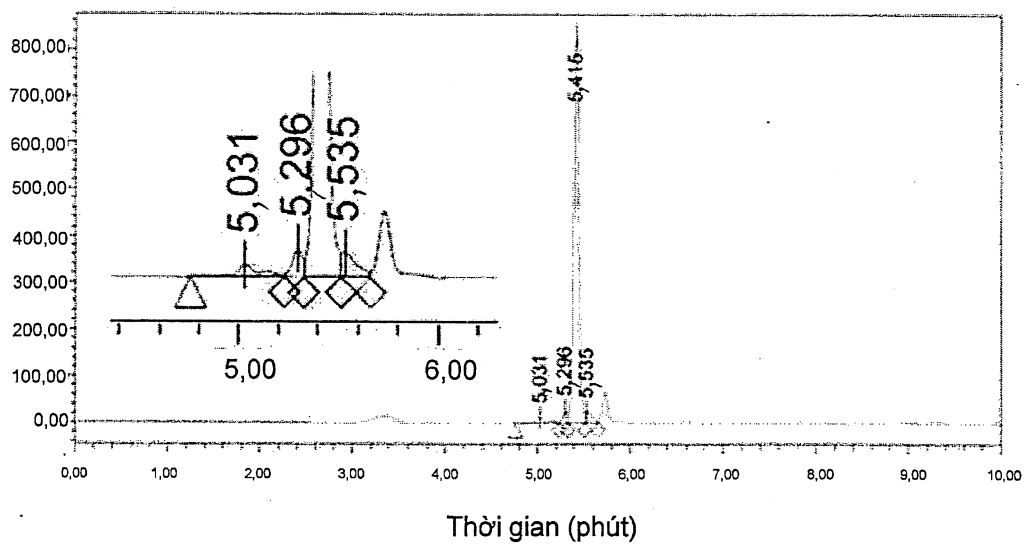


Fig.3

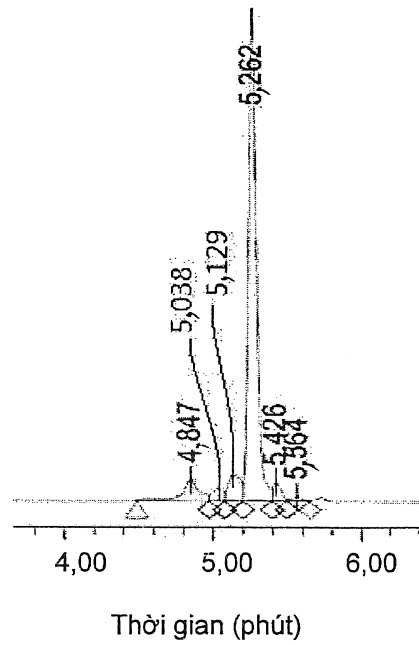


Fig.4

