



(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)



1-0042946

(51)^{2020.01} C08G 18/38; G02B 1/04

(13) B

(21) 1-2021-07807

(22) 14/07/2020

(86) PCT/JP2020/027362 14/07/2020

(87) WO2021/010392 21/01/2021

(30) 2019-131886 17/07/2019 JP

(45) 27/01/2025 442

(43) 25/04/2022 409

(73) MITSUI CHEMICALS, INC. (JP)

5-2, Higashi-Shimbashi 1-chome, Minato-ku, Tokyo 105-7122, Japan

(72) NISHIMURA, Takeshi (JP); FURUYA, Masayuki (JP); SUESUGI, Kouji (JP).

(74) Công ty Luật TNHH ROUSE Việt Nam (ROUSE LEGAL VIETNAM LTD.)

(54) CHẾ PHẨM POLYTHIOL, CHẾ PHẨM CÓ THỂ POLYME HÓA ĐƯỢC CHỨA CHẾ PHẨM POLYTHIOL NÀY, NHỰA ĐƯỢC TẠO THÀNH BẰNG CÁCH ĐÓNG RẮN CHẾ PHẨM CÓ THỂ POLYME HÓA ĐƯỢC, VẬT THỂ ĐƯỢC ĐÚC, VẬT LIỆU QUANG HỌC, VÀ THẤU KÍNH CHỨA NHỰA NÀY

(21) 1-2021-07807

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm polythiol bao gồm hợp chất polythiol (A) chứa ít nhất một trong số 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, hoặc 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan và hợp chất polythiol (B) là 4-mecaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến chế phẩm có thể polyme hóa được bao gồm chế phẩm polythiol này, nhựa được tạo thành bằng cách đóng rắn chế phẩm có thể polyme hóa được, vật thể được đúc, vật liệu quang học, và thấu kính bao gồm nhựa này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm polythiol và các ứng dụng của nó.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các thấu kính bằng chất dẻo có trọng lượng nhẹ hơn các thấu kính vô cơ, và khó bị vỡ, và có thể nhuộm được. Do đó, trong những năm gần đây, chúng ngày càng trở nên phổ biến trong các bộ phận quang học chẳng hạn như thấu kính dùng cho kính đeo mắt và thấu kính dùng cho máy ảnh.

Liên quan đến nhựa để làm thấu kính bằng chất dẻo, yêu cầu cần phải có hiệu năng cao và cũng phải có chỉ số khúc xạ cao, số Abbe cao, khối lượng riêng thấp, độ chịu nhiệt cao và yêu cầu tương tự. Các vật liệu nhựa khác nhau dùng cho thấu kính đã được phát triển và sử dụng cho đến nay.

Trong số chúng, vật liệu quang học được làm từ nhựa trên cơ sở polythiouretan có chỉ số khúc xạ cao, số Abbe cao, và có độ vượt trội về khả năng chống va đập, khả năng nhuộm, khả năng gia công và khả năng tương tự. Nhựa trên cơ sở polythiouretan thu được bằng cách cho hợp chất polythiol phản ứng với hợp chất polyiso(thio)xyanat hoặc tương tự.

Các ví dụ về tài liệu trong đó mô tả phương pháp sản xuất hợp chất polythiol, bao gồm tài liệu sáng chế 1 và tài liệu sáng chế 2 sau đây.

Tài liệu sáng chế 1 bộc lộ phương pháp sản xuất hợp chất polythiol trong đó 2-mercaptoetanol và hợp chất epihalohydrin được phản ứng, và cho hợp chất polyalcohol phản ứng với thiourea để thu được muối isotyuroni, và thủy phân muối isothiuroni thu được.

Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ phương pháp sản xuất hợp chất polythiol trong đó 2-

mercaptoetanol và hợp chất epihalohydrin được phản ứng, cho hợp chất thu được phản ứng với natri sulfua để thu được hợp chất polyalcohol, và cho hợp chất polyalcohol thu được phản ứng với thiourea để thu được muối isotyuroni, và sau đó thủy phân muối isothiuroni.

Tài liệu sáng chế 1: WO 2014/027427

Tài liệu sáng chế 2: WO 2014/027428

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Đối với nhựa được tạo thành bằng cách đóng rắn chế phẩm có thể polyme hóa được chứa hợp chất polythiol, có thể cần phải có độ chịu nhiệt và khả năng nhuộm vượt trội. Do đó, mong đợi chế phẩm chứa hợp chất polythiol có khả năng sản xuất ra nhựa vượt trội trong việc cân bằng giữa độ chịu nhiệt và khả năng nhuộm và khả năng tương tự.

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm polythiol có khả năng sản xuất ra nhựa vượt trội trong việc cân bằng giữa độ chịu nhiệt và khả năng nhuộm và các ứng dụng của nó.

Giải pháp giải quyết vấn đề

Phương thức để giải quyết vấn đề nêu trên bao gồm các phương án sau.

<1> Chế phẩm polythiol bao gồm:

hợp chất polythiol (A) chứa ít nhất một trong số 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, hoặc 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan và

hợp chất polythiol (B) là 4-mecaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan.

<2> Chế phẩm polythiol theo mục <1>, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 0,5 hoặc cao hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

<3> Chế phẩm polythiol theo mục <1>, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 4 hoặc cao hơn so với tổng

diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

< 4> Chế phẩm polythiol theo mục < 2>, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 1,1 hoặc thấp hơn so với so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

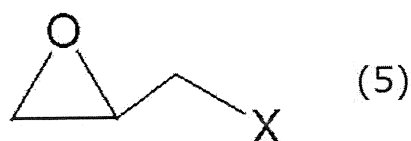
<5> Chế phẩm polythiol theo mục <1>, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là lớn hơn 5,2 và nhỏ hơn 8,5 so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

< 6> Chế phẩm polythiol theo mục < 1 >, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là cao hơn 11,5 so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

<7> Chế phẩm polythiol theo mục bất kỳ trong số các mục từ <1> đến <6>, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A) là 90 hoặc nhỏ hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

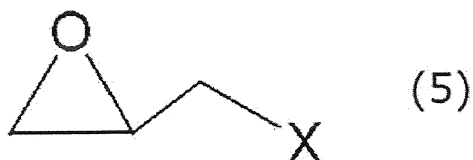
<8> Chế phẩm polythiol theo mục bất kỳ trong số các mục từ <1> đến <7>, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 0,5 hoặc cao hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B).

< 9> Chế phẩm polythiol theo mục bất kỳ trong số các mục từ < 1 > đến < 8>, trong đó hợp chất polythiol (A) là hợp chất thu được bằng cách sử dụng chất xúc tác chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit kim loại và cacbonat kim loại trong trường hợp phản ứng giữa 2-mercaptoetanol và hợp chất epihalohydrin có công thức (5) sau đây.



< 10> Chế phẩm polythiol theo mục bất kỳ trong số các mục từ < 1 > đến < 9>, trong đó hợp chất polythiol (B) là hợp chất thu được bằng cách sử dụng chất xúc tác

chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit kim loại và cacbonat kim loại trong trường hợp phản ứng giữa 2-mercaptoetanol và hợp chất epihalohydrin có công thức (5) sau đây.



<11> Chế phẩm có thể polyme hóa được bao gồm: chế phẩm polythiol theo mục bất kỳ trong số các mục từ <1> đến <10>, và hợp chất polyiso(thio)xyanat.

<12> Chế phẩm có thể polyme hóa được theo mục <11>, trong đó hợp chất polyiso(thio)xyanat chứa ít nhất một trong số được chọn từ pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, bis(isoxyanatocyclohexyl)metan, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, tolylen diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat hoặc phenylendiisoxyanat.

<13> Nhựa được tạo thành bằng cách đóng rắn chế phẩm có thể polyme hóa được theo mục <11> hoặc <12>.

<14> Vật thể được đúc bao gồm nhựa theo mục <13>.

<15> Vật liệu quang học bao gồm nhựa theo mục <13>.

<16> Thấu kính bao gồm nhựa theo mục <13>.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Theo sáng chế, có thể đề xuất chế phẩm polythiol có khả năng sản xuất nhựa vượt trội trong việc cân bằng giữa độ chịu nhiệt và khả năng nhuộm và các ứng dụng của nó.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là đồ thị thể hiện mối quan hệ giữa tỷ lệ diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm popythiol trong mỗi ví dụ trong số các ví dụ từ 1 đến 5, và ΔT_g và độ trong suốt quang

học trong mỗi ví dụ trong số các ví dụ sản xuất từ 1 đến 5.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong sáng chế này, các khoảng số được biểu thị bằng “A đến B” bao gồm A và B lần lượt là giá trị nhỏ nhất và giá trị lớn nhất.

Trong sáng chế này, khi có nhiều hơn một loại chất tương ứng với một thành phần của chế phẩm, lượng của mỗi thành phần trong chế phẩm dùng để chỉ tổng lượng của nhiều chất tồn tại trong chế phẩm, trừ khi có quy định khác.

Trong sáng chế này, khi các khoảng số học được mô tả theo kiểu bậc từng bước, giá trị giới hạn trên hoặc giá trị giới hạn dưới của khoảng số học có thể được thay thế bằng giá trị giới hạn trên hoặc giá trị giới hạn dưới của khoảng số học khác. Trong khoảng số học được mô tả trong sáng chế này, giới hạn trên hoặc giới hạn dưới của khoảng số học có thể được thay thế bằng giá trị liên quan được nêu trong ví dụ bất kỳ trong số các ví dụ của sáng chế.

Trong sáng chế này, “iso(thio)xyanat” có nghĩa là isoxyanat hoặc isothioxyanat.

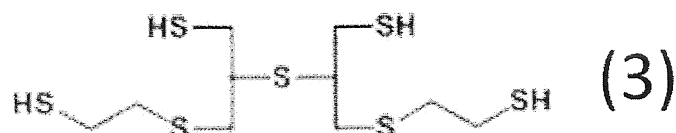
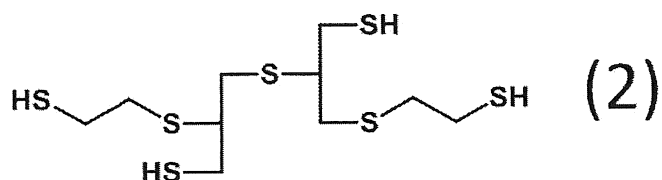
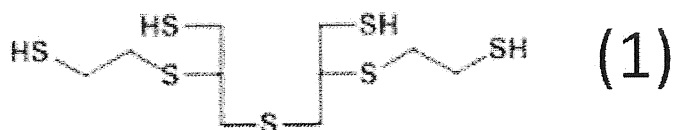
Chế phẩm polythiol

Chế phẩm polythiol trong sáng chế này gồm hợp chất polythiol (A) chứa ít nhất một trong số 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, hoặc 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, và hợp chất polythiol (B) là 4-mercaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan. Chế phẩm polythiol trong sáng chế này có khả năng sản xuất nhựa vượt trội về độ cân bằng giữa độ chịu nhiệt và khả năng nhuộm bằng cách bao gồm ít nhất là hai loại hợp chất polythiol được đề cập ở trên.

Hợp chất polythiol (A)

Chế phẩm polythiol trong sáng chế này bao gồm hợp chất polythiol (A) chứa ít nhất một trong số 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan có công thức (1) sau đây, 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan có công thức (2) sau đây, hoặc 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan có công thức (3) sau đây. Hợp chất polythiol (A) có thể gồm một hợp chất trong số ba hợp

chất này, hoặc có thể gồm hỗn hợp hai hoặc ba hợp chất trong số ba hợp chất này .



Trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, từ quan điểm về khả năng nhuộm của nhựa, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A) tốt hơn nếu là 90 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa nếu là 87 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn thế nữa nếu là 84 hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn nếu là 81 hoặc nhỏ hơn, so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm popythiol.

Trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, từ quan điểm về độ chịu nhiệt của nhựa, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A) tốt hơn nếu là 68 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa nếu là 72 hoặc lớn hơn, tốt hơn thế nữa nếu là 76 hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt hơn nếu là 80 hoặc lớn hơn, so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm popythiol.

Trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, từ quan điểm về khả năng nhuộm của nhựa, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A) tốt hơn nếu là 99 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa nếu là 97 hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn nếu là 94 hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn nếu là 93 hoặc nhỏ hơn, so với tổng diện tích đỉnh 100 của hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B).

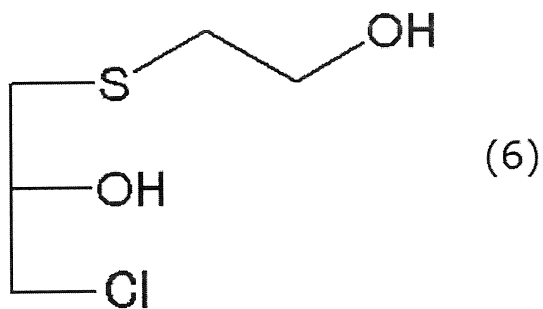
Trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, từ quan điểm về độ chịu nhiệt của nhựa, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A) tốt hơn nếu là 75 hoặc lớn hơn, tốt hơn

nữa nếu là 80 hoặc lớn hơn, vẫn tốt hơn nếu là 85 hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt hơn nếu là 91 hoặc lớn hơn, so với tổng diện tích đỉnh 100 của hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B).

Phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao có thể được tiến hành bằng phương pháp được mô tả trong phần ví dụ thực hiện sáng chế.

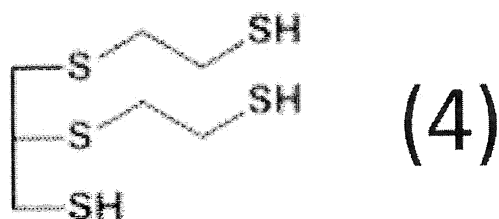
Phương pháp sản xuất hợp chất polythiol (A) không bị giới hạn cụ thể, và hợp chất polythiol (A) có thể được sản xuất bằng phương pháp đã biết. Ví dụ, hợp chất polythiol (A) có thể được sản xuất bằng phương pháp được mô tả trong WO 2014/027428.

Hợp chất polythiol (A) tốt hơn nếu là hợp chất thu được bằng cách sử dụng chất xúc tác chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm các hydroxit kim loại chẳng hạn như natri hydroxit, và kali hydroxit, và cacbonat kim loại chẳng hạn như natri cacbonat, và kali cacbonat trong trường hợp phản ứng của 2-mercaptoetanol và hợp chất epihalohydrin có công thức (5) sau đây để thu được hợp chất có công thức (6) sau đây. Từ quan điểm về độ phản ứng và kinh tế, natri hydroxit tốt hơn nếu được sử dụng làm chất xúc tác. Về các điều kiện chi tiết để thu được hợp chất có công thức (6) và phản ứng tiếp theo cho đến khi thu được hợp chất polythiol hóa (A), có thể tham khảo tài liệu WO 2014/027428 như được đề cập ở trên. Lượng tổng của amin bậc ba, amin bậc bốn, triphenylphosphin và hợp chất crom trong chất xúc tác được đề cập ở trên tốt hơn nếu nhỏ hơn 0,001mol, tốt hơn nữa nếu là 0,0005mol hoặc nhỏ hơn, và vẫn tốt hơn nếu là 0 mol, so với 1mol hợp chất epihalohydrin có công thức (5) sau đây. Bằng cách sử dụng chất xúc tác chứa ít nhất một trong số các hydroxit kim loại hoặc cacbonat kim loại, và đặc biệt là hydroxit kim loại chẳng hạn như natri hydroxit, pha màu của hợp chất polythiol (A) được sản xuất có xu hướng được cải thiện, và hơn nữa tốc độ làm dày của chế phẩm có thể polyme hóa được thu được bằng cách trộn chế phẩm polythiol bao gồm hợp chất polythiol (A) và hợp chất polyiso(thio)xyanat được nén và thời hạn sử dụng có xu hướng được cải thiện.



Hợp chất polythiol (B)

Chế phẩm polythiol bao gồm hợp chất polythiol (B) là 4-mercaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan có công thức (4) sau.



Trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, từ quan điểm về khả năng nhuộm của nhựa, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) cần phải lớn hơn 0, ví dụ, tốt hơn nếu là 0,5 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa nếu là 1 hoặc lớn hơn, vẫn tốt hơn nếu là 3 hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt hơn nếu là 4 hoặc lớn hơn, đặc biệt tốt hơn nữa nếu lớn hơn 6, thậm chí tốt hơn nữa nếu là 9 hoặc lớn hơn, và thậm chí tốt nhất nếu lớn hơn 11,5, so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

Trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, từ quan điểm về độ chịu nhiệt của nhựa, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) tốt hơn nếu là 20 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa nếu là 15 hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn nếu là 10 hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn nếu nhỏ hơn 8,5, và thậm chí tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 1,1, so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol. Do diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 10 hoặc nhỏ hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol, khả năng nhuộm có xu hướng được điều chỉnh trong khi vẫn

duy trì độ chịu nhiệt cao. Ví dụ, trong trường hợp mà giá trị nêu trên là 10 hoặc nhỏ hơn, khả năng nhuộm có xu hướng được cải thiện bằng cách tăng giá trị nêu trên.

Trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, từ quan điểm về cả khả năng nhuộm và độ chịu nhiệt của nhựa, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) tốt hơn nếu lớn hơn 5,2 và nhỏ hơn 8,5 so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm popythiol.

Trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, từ quan điểm về khả năng nhuộm của nhựa, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) tốt hơn nếu là 0,5 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa nếu là 1 hoặc lớn hơn, vẫn tốt hơn nữa nếu là 3 hoặc lớn hơn, đặc biệt tốt hơn nếu là 4 hoặc lớn hơn, đặc biệt tốt hơn nữa nếu là 6 hoặc lớn hơn, và thậm chí tốt nhất nếu là 7 hoặc lớn hơn, so với tổng diện tích đỉnh 100 của hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B).

Trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, từ quan điểm về độ chịu nhiệt của nhựa, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) tốt hơn nếu là 23 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa nếu là 17 hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn nữa nếu là 12 hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn nếu là 9,5 hoặc nhỏ hơn, so với tổng diện tích đỉnh 100 của hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B). Do diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 12 hoặc nhỏ hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B), khả năng nhuộm có xu hướng được điều chỉnh trong khi vẫn duy trì độ chịu nhiệt. Ví dụ, trong trường hợp trong đó giá trị nêu trên là 12 hoặc nhỏ hơn, khả năng nhuộm có xu hướng được cải thiện bằng cách tăng giá trị nêu trên.

Phương pháp sản xuất hợp chất polythiol (B) không bị giới hạn cụ thể, và hợp chất polythiol (B) có thể được sản xuất bằng phương pháp đã biết. Ví dụ, hợp chất polythiol (B) có thể được sản xuất bằng phương pháp được mô tả trong WO 2014/027427. Hợp chất polythiol (B) tốt hơn nếu là hợp chất thu được bằng cách sử dụng chất xúc tác chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm các hydroxit kim loại chẳng hạn như natri hydroxit, và kali hydroxit, và các cacbonat kim loại chẳng hạn như natri cacbonat, và kali cacbonat trong trường hợp phản ứng giữa 2-mercaptoetanol và hợp chất epihalohydrin có công thức (5) nêu trên.

Phép đo diện tích đỉnh của hợp chất Polythiol (A) và hợp chất Polythiol (B)

Diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B) so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất bao gồm trong chế phẩm polythiol có thể được xác định bằng cách tiến hành phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) dựa trên các điều kiện sau đây. Diện tích đỉnh xuất hiện trong thời gian lưu từ 12,0 đến 13,5 phút có thể được đánh giá là diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B), và diện tích đỉnh xuất hiện trong thời gian lưu từ 22,0 đến 28,0 phút có thể được đánh giá là diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A).

Các điều kiện HPLC

Cột: YMC-Pack ODS-A A-312 (S5Φ6 mm × 150 mm)

Pha động: Axetonitril / 0,01 mol / dung dịch chứa nước L-kali dihydro phosphat = 60/40 (thể tích / thể tích)

Nhiệt độ cột: 40°C

Tốc độ dòng: 1,0 ml / phút

Đầu dò: Đầu dò UV , bước sóng 230 nm

Chuẩn bị dung dịch đo: Hòa tan 160mg mẫu và trộn với 10ml of axetonitril.

Thể tích tiêm: 2 μL

Chế phẩm polythiol trong sáng chế này có thể bao gồm hợp chất không phải hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B), hoặc có thể bao gồm hợp chất polythiol có nhóm mercapto không phải hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B) (sau đây cũng được gọi là “hợp chất polythiol khác”) và hợp chất tương tự.

Các ví dụ về hợp chất polythiol khác bao gồm metan dithiol, 1,2-etandithiol, 1,2,3-propan trithiol, pentaerythritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), bis(mercaptoetyl)sulfua, 2,5-dimecaptometyl-1,4-dithian, tetrakis(mercaptometylthiometyl)metan, tetrakis(2-mercaptoetylthiometyl)metan, tetrakis(3-mercaptopropylthiolmetyl)metan, bis(2,3-dimecaptopropyl)sulfua, 2,5-dimecaptometyl-1,4-dithian, 2,5-dimecapto-1,4-dithian, 2,5-dimecaptometyl-2,5-dimetyl-1,4-dithian, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)propan, 1,1,2,2-tetrakis(mercaptometylthio)etan, và 4,6-

bis (mercaptomethylthio)-1,3-dithian.

Chế phẩm có thể polyme hóa được

Chế phẩm có thể polyme hóa được trong sáng chế này bao gồm chế phẩm polythiol nêu trên trong sáng chế này, và hợp chất polyiso(thio)xyanat .

Hợp chất polyiso(thio)xyanat

Hợp chất polyiso(thio)xyanat không bị giới hạn cụ thể miễn là có thể cho thấy hiệu quả của sáng chế, và đối với hợp chất polyiso(thio)xyanat, có thể sử dụng các hợp chất thông thường đã biết. Hợp chất không bị giới hạn cụ thể miễn là nó là hợp chất có ít nhất hai hoặc nhiều nhóm iso(thio)xyanat trong một phân tử, và đặc biệt là, các ví dụ của nó bao gồm hợp chất polyisoxyanat béo chẳng hạn như tetrametylen diisoxyanat, pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, heptametylen diisoxyanat, octametylen diisoxyanat, 2,2,4-trimethylhexametylen diisoxyanat, 2,4,4-trimethylhexametylen diisoxyanat, methyl este của lysin diisoxyanat, lysin triisoxyanat, và xylylen diisoxyanat;

hợp chất polyisoxyanat vòng béo chẳng hạn như isophoron diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, bis(isoxyanatocyclohexyl)metan, dicyclohexyldimethylmetan diisoxyanat, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 3,8-bis(isoxyanatometyl)trixyclodecan, 3,9-bis(isoxyanatometyl)trixyclodecan, 4,8-bis(isoxyanatometyl)trixyclodecan, và 4,9-bis(isoxyanatometyl) trixyclodecan;

hợp chất polyisoxyanat thơm chẳng hạn như tolylen diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, diphenylsulfua-4,4-diisoxyanat, và phenylen diisoxyanat;

hợp chất polyisoxyanat dị vòng chẳng hạn 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, và 4,5-bis(isoxyanatometyl)-1,3-dithiolan;

hợp chất polyisothioxyanat béo chẳng hạn như hexametylen diisothioxyanat, methyl este của lysin diisothioxyanat, lysin triisothioxyanat, và xylylen isothioxyanat;

hợp chất polyisothioxyanat vòng béo chẳng hạn như isophoron diisothioxyanat, bis(isothioxyanatometyl)xyclohexan, bis(isothioxyanatoxyclohexyl)metan, xyclohexandiisothioxyanat, metylxyclohexandiisothioxyanat, 2,5-bis(isothioxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 2,6-bis(isothioxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 3,8-bis(isothioxyanatometyl)trixyclodecan, 3,9-bis(isothioxyanatometyl)trixyclodecan, 4,8-bis(isothioxyanatometyl)trixyclodecan, và 4,9-bis(isothioxyanatometyl)trixyclodecan;

hợp chất polyisothioxyanat thơm chẳng hạn như tolylen isothioxyanat, 4,4-diphenylmetan diisothioxyanat, và diphenyl disulfua-4,4-diisothioxyanat; và

hợp chất polyisothioxianat dị vòng chứa lưu huỳnh chẳng hạn như 2,5-diisothioxianatothiophen, 2,5-bis(isothioxyanatometyl)thiophen, 2,5-isothioxianatotetrahydrothiophen, 2,5-bis(isothioxyanatometyl)tetrahydrothiophen, 3,4-bis(isothioxyanatometyl)tetrahydrothiophen, 2,5-diisothioxianato-1,4-dithian, 2,5-bis(isothioxyanatometyl)-1,4-dithian, 4,5-diisothioxianato-1,3-dithiolan và 4,5-bis(isothiocianatometyl)-1,3-dithiolan. Hợp chất polyiso(thio)xyanat có thể bao gồm ít nhất là một hợp chất được chọn từ những hợp chất này.

Đối với hợp chất polyiso(thio)xyanat, các sản phẩm được thế halogen chẳng hạn như các sản phẩm được thế clo, và các sản phẩm được thế brom, các sản phẩm được thế alkyl, các sản phẩm được thế alkoxy, các sản phẩm được thế nitơ, các biến đổi dạng tiền polyme với rượu polyhydric, các sản phẩm biến đổi cacbodiimit, các sản phẩm biến đổi ure, các sản phẩm biến đổi bullet, sản phẩm phản ứng dime hóa hoặc trime hóa, và các sản phẩm tương tự cũng có thể được sử dụng.

Đối với hợp chất polyiso(thio)xyanat, ưu tiên nếu là hợp chất polyisoxyanat, và ưu tiên nếu hợp chất polyiso(thio)xyanat bao gồm ít nhất một hợp chất được chọn từ pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, bis(isoxyanatoxyclohexyl)metan, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, tolylen diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat và phenylendiisoxyanat.

Tỷ lệ trộn của chế phẩm polythiol và polyiso(thio)xyanat không bị giới hạn cụ

thể và ví dụ, tỷ lệ molan của nhóm mercapto của hợp chất polythiol bao gồm trong chế phẩm polythiol và nhóm iso(thio)xyanat của hợp chất polyiso(thio)xyanat (nhóm mercapto/ iso(thio)xyanat) tốt hơn nếu là từ 0,5 đến 3,0, tốt hơn nữa nếu là từ 0,6 đến 2,0, và vẫn tốt hơn nữa nếu là từ 0,8 đến 1,3. Khi tỷ lệ trộn nằm trong khoảng nêu trên, có xu hướng có thể đáp ứng các hiệu năng khác nhau chẳng hạn như chỉ số khúc xạ và độ chịu nhiệt cần thiết đối với thấu kính bằng chất dẻo và thấu kính tương tự theo cách làm cho cân bằng.

Chế phẩm có thể polyme hóa được trong sáng chế này có thể bao gồm ít nhất một thành phần khác không phải hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat nhằm mục đích cải thiện các đặc tính vật lý khác nhau của nhựa, khả năng hoạt động, độ phản ứng polyme hóa của chế phẩm có thể polyme hóa được và tương tự.

Các ví dụ về thành phần khác nêu trên bao gồm chất xúc tác polyme hóa, chất tách khuôn bên trong, chất biến tính nhựa, chất phát triển mạch, chất liên kết ngang, chất bắt giữ gốc, chất làm ổn định ánh sáng, chất hấp thụ UV, chất chống oxy hóa, thuốc nhuộm hòa tan trong dầu, chất độn, chất cải thiện độ dính, chất chống vi khuẩn, chất chống tĩnh điện, thuốc nhuộm, chất làm trắng huỳnh quang, chất nhuộm huỳnh quang, và chất tạo mực xanh, chẳng hạn như chất nhuộm vô cơ.

Các ví dụ về chất xúc tác polyme hóa bao gồm các hợp chất amin bậc ba, muối của axit vô cơ hoặc muối của axit hữu cơ, các hợp chất kim loại, muối amoni bậc bốn, và axit sulfonic hữu cơ.

Đối với các chất tách khuôn bên trong, có thể sử dụng este của axit phosphoric. Các ví dụ về chất tách khuôn bên trong có thể bao gồm monoeste của axit phosphoric và dieste của phosphoric, chúng có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc kết hợp hai hoặc nhiều chất tương ứng.

Các ví dụ về chất biến tính nhựa bao gồm các hợp chất episulfua, các hợp chất rượu, hợp chất amin, hợp chất epoxy, axit hữu cơ và anhydrit của nó, và các hợp chất olefin bao gồm các hợp chất (meth)acrylat hoặc hợp chất tương tự.

Chế phẩm có thể polyme hóa được trong sáng chế này có thể thu được bằng cách trộn các thành phần nêu trên.

Trong chế phẩm có thể polyme hóa được trong sáng chế này, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh T_g khi được đóng rắn thành vật thể được đúc tốt hơn nếu là 100°C hoặc cao hơn, tốt hơn nữa nếu là 101°C hoặc cao hơn, vẫn tốt hơn nữa nếu là 102°C hoặc cao hơn, và đặc biệt tốt hơn nếu là $102,5^{\circ}\text{C}$ hoặc cao hơn. Trong chế phẩm có thể polyme hóa được trong sáng chế này, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh T_g nêu trên có thể là 104°C hoặc thấp hơn, hoặc 103°C hoặc thấp hơn.

Cụ thể là, trong trường hợp trong đó diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) nêu trên lớn hơn 6 hoặc 9 hoặc lớn hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol, từ quan điểm về cả độ chịu nhiệt và khả năng nhuộm, trong chế phẩm có thể polyme hóa được trong sáng chế này, tốt hơn là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh T_g nêu trên đáp ứng khoảng số học nêu trên.

Trong sáng chế này, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh T_g khi tạo thành vật thể được đúc là giá trị đo được bằng phương pháp được mô tả trong phần ví dụ thực hiện sáng chế dưới đây sử dụng thấu kính bằng chất dẻo được đúc theo phần sản xuất thấu kính bằng chất dẻo trong phần ví dụ thực hiện sáng chế.

Vật thể được đúc

Vật thể được đúc trong sáng chế này bao gồm nhựa được tạo thành bằng cách đóng rắn chế phẩm có thể polyme hóa được trong sáng chế này. Phương pháp sản xuất vật thể được đúc trong sáng chế này không bị giới hạn cụ thể, và phương pháp sản xuất được ưu tiên bao gồm việc đúc polyme hóa. Đầu tiên là, chế phẩm có thể polyme hóa được được phun vào giữa các khuôn đúc mà đã được giữ bằng miếng đệm, băng dính hoặc tương tự. Tại thời điểm này, tùy thuộc vào các đặc điểm vật lý cần thiết đối với thấu kính bằng chất dẻo thu được, thông thường là ưu tiên để xử lý khử bọt dưới áp suất giảm, xử lý lọc chẳng hạn như tăng áp suất và giảm áp suất, và việc xử lý tương tự, nếu cần thiết.

Các điều kiện polyme hóa không bị giới hạn do chúng khác nhau rất nhiều tùy thuộc vào thành phần của chế phẩm có thể polyme hóa được, loại chất xúc tác và lượng chất xúc tác được sử dụng, hình dạng của khuôn, và điều kiện tương tự, và ví dụ, ở nhiệt độ từ -50°C đến 150°C , tiến hành việc polyme hóa trong 1 giờ đến 50 giờ. Trong một số

trường hợp, ưu tiên là giữ cho nhiệt độ nằm trong khoảng nhiệt độ từ 10°C đến 150°C hoặc tăng từ từ nhiệt độ để đóng rắn trong 1 giờ đến 48 giờ.

Nếu cần thiết, vật thể được đúc có thể được đưa vào để xử lý chẳng hạn như ủ. Việc xử lý chẳng hạn như ủ thường được tiến hành từ 50°C đến 150°C, tốt hơn nếu là 90°C đến 140°C, và tốt hơn nữa nếu là từ 100°C đến 130°C.

Cách sử dụng

Nhựa thu được từ chế phẩm có thể polyme hóa được trong sáng chế này có thể thu được dưới dạng vật thể được đúc có các hình dạng khác nhau bằng cách thay đổi loại khuôn trong khi đúc polyme hóa.

Từ vật thể được đúc thu được từ chế phẩm có thể polyme hóa được trong sáng chế này, có thể thu được vật liệu có hiệu ứng làm mờ và độ căng bề mặt vượt trội mà không làm giảm độ trong suốt, vật thể được đúc có thể được sử dụng cho các vật liệu quang học khác nhau chẳng hạn như thấu kính bằng chất dẻo. Cụ thể là, có thể sử dụng thích hợp làm thấu kính bằng chất dẻo dùng cho kính đeo mắt hoặc thấu kính bằng chất dẻo phân cực.

Thấu kính bằng chất dẻo dùng cho kính đeo mắt

Thấu kính bằng chất dẻo dùng cho kính đeo mắt trong đó chất nền thấu kính được làm từ vật thể được đúc theo sáng chế này tùy ý có thể có lớp phủ trên một mặt hoặc cả hai mặt.

Thấu kính bằng chất dẻo dùng cho kính đeo mắt theo sáng chế này bao gồm thấu kính trên cơ sở vật liệu được tạo thành bằng cách đóng rắn chế phẩm có thể polyme hóa được và lớp phủ nêu trên.

Các ví dụ về lớp phủ bao gồm, cụ thể là, lớp lót, lớp phủ cứng, lớp chống phản xạ, lớp phủ chống bám sương mờ, lớp chống bẩn, và lớp chống thấm nước. Mỗi lớp trong số các lớp phủ này có thể được sử dụng riêng lẻ, hoặc nhiều lớp trong số các lớp phủ này có thể được sử dụng bằng cách tạo nhiều lớp. Trong trường hợp mà các lớp phủ có thể được sử dụng cho cả hai mặt, cùng một lớp phủ có thể được dùng cho mỗi mặt, hoặc các lớp phủ khác nhau có thể được dùng cho mỗi mặt.

Trong mỗi lớp trong số các lớp phủ này, có thể được dụng kết hợp chất hấp thụ tia hồng ngoại để bảo vệ mắt khỏi các tia hồng ngoại, chất làm ổn định ánh sáng, chất chống oxy hóa hoặc tương tự để cải thiện khả năng chống chịu với thời tiết của thấu kính, chất quang sắc để tăng cường tính thời trang cho thấu kính, thuốc nhuộm, chất màu, các chất phụ gia đã biết chẳng hạn như chất chống tĩnh điện để tăng cường độ hiệu quả của thấu kính, hoặc tương tự.

Có thể sử dụng các chất làm phẳng khác nhằm tăng cường độ phủ cho lớp cần được phủ bằng cách phủ.

Lớp chống bám sương mờ, lớp chống bẩn, hoặc lớp chống thấm nước có thể được tạo thành trên lớp chống phản xạ, nếu cần thiết.

Mặc dù các phương án theo sáng chế đã được mô tả ở trên, nhưng sau đây là các ví dụ thực hiện sáng chế, các cấu hình khác nhau ngoài cấu hình trên có thể được chấp nhận miễn là không ảnh hưởng đến hiệu quả của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả cụ thể bằng các ví dụ, sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ sau đây miễn là không vượt quá tinh thần của sáng chế. Trừ khi có quy định khác, “các phần” là trên cơ sở khối lượng.

Phương pháp đánh giá

Trong các ví dụ, các phương pháp đánh giá các đặc tính của thấu kính bằng chất dẻo như sau. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Chỉ số khúc xạ (ne), số Abbe (ve): Sử dụng máy đo khúc xạ KPR-20 (được sản xuất bởi Carnew Optical Industry Co., Ltd.), các chỉ số khúc xạ (ne, nF', nC') trong bước sóng 546,1nm (tia điện tử của thủy ngân), bước sóng 480,0nm (tia Cd F') và bước sóng 643,9nm (tia Cd C') được đo ở 20°C để xác định số Abbe (ve).

Độ chịu nhiệt: Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh Tg theo phương pháp thấm TMA (tải 50g, đầu kẹp 0,5 mmφ, tốc độ gia nhiệt 10°C/phút) được đo và được sử dụng làm chỉ số của độ chịu nhiệt.

Khối lượng riêng của nhựa: được đo bằng phương pháp Archimedes.

YI (giá trị Y. I.): Nhựa được tạo để làm thấu kính bằng chất dẻo phẳng tròn có độ dày 9mm và đường kính 75mm, và đo tọa độ màu x và y bằng cách sử dụng máy đo độ chênh lệch màu CT-210 của nhà sản xuất Konica Minolta, INC.. Dựa vào các giá trị của x và y, là các kết quả đo, giá trị Y. I. được tính toán bằng công thức (5) sau đây.

$$\text{Giá trị Y. I.} = (234 \times x + 106 \times y + 106) / y \quad (5)$$

Có một mối tương quan rằng giá trị Y. I. càng nhỏ, pha màu của thấu kính bằng chất dẻo càng tốt hơn, và giá trị Y. I. càng lớn, pha màu càng xấu.

Khả năng nhuộm (độ truyền ánh sáng): Thêm 2,3g của “FSP Red EA” (được sản xuất bởi FUTABA SANGYO CO., LTD., thuốc nhuộm), 1,5g “FSP Yellow P-E” (được sản xuất bởi FUTABA SANGYO CO., LTD., thuốc nhuộm), 6,0 g “FSP Blue AUL-S” (được sản xuất bởi FUTABA SANGYO CO., LTD., thuốc nhuộm), 6,0 g “Nikkasan Salt # 7000” (được sản xuất bởi NICCA CHEMICAL CO., LTD., chất tán sắc thuốc nhuộm), và 6,0g “DK-CN” (được sản xuất bởi Daiwa Chemical Industry Co., Ltd., chất hỗ trợ nhuộm) vào 3000g nước tinh khiết để tạo thành thể phân tán thuốc nhuộm. Nhựa có độ dày 9mm được ngâm trong thể phân tán thuốc nhuộm ở 80°C trong 30 phút và được nhuộm. Đo độ truyền ánh sáng (%) của nhựa được nhuộm ở 350nm đến 800nm. Bảng 1 thể hiện độ truyền ánh sáng (%) lần lượt ở 638nm, 567nm và 452nm.

Nhuộm càng nhiều thì càng nhiều ánh sáng bị hấp thụ bởi thuốc nhuộm, vì vậy độ truyền ánh sáng ở mỗi bước sóng càng thấp, khả năng nhuộm càng tốt hơn.

Ngoài ra, trong ví dụ 1 đến 5 được mô tả dưới đây, biểu đồ thể hiện mối quan hệ giữa tỷ lệ diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất có trong chế phẩm polythiol, và ΔT_g được mô tả sau đây và độ truyền ánh sáng được thể hiện trên Fig. 1.

Tổng hợp hợp chất polythiol (A)

Nạp 51,2 phần theo khối lượng của 2-mercaptoetanol, 26,5 phần theo khối lượng của nước được khử khí, và 0,16 phần theo khối lượng của dung dịch natri hydroxit chứa nước 49% theo khối lượng vào bình phản ứng. Thêm từng giọt 61,99 phần theo khối lượng của epichlorhydrin ở 9°C đến 11°C trong 6,5, và sau đó khuấy hỗn

hợp trong 60 phút. Từ dữ liệu NMR, cho thấy đã tạo thành 1-clo-3-(2-hydroxyetylthio)-2-propanol.

Sau đó, thêm từng giọt 150,0 phần theo khối lượng của dung dịch natri sulfua chứa nước 17,3% ở 7°C đến 37°C trong 5,5 giờ, và sau đó khuấy dung dịch trong 120 phút. Từ dữ liệu NMR, cho thấy rằng đã tạo thành hợp chất tetraol. Nạp 279,0 phần theo khối lượng của axit clohydric 35,5%, sau đó nạp 125,8 phần theo khối lượng của thiourea có độ tinh khiết 99,90%, và khuấy hỗn hợp ở điều kiện hồi lưu ở 110°C trong 3 giờ để tiến hành phản ứng clo hóa thiouroni. Sau khi làm lạnh đến 45°C, thêm 214,0 phần theo khối lượng của toluen, làm lạnh hỗn hợp đến 26°C, và nạp 206,2 phần theo khối lượng của dung dịch amoni chứa nước 25% theo khối lượng ở 26°C đến 50°C trong 30 phút, tiến hành phản ứng thủy phân bằng cách khuấy hỗn hợp ở 50°C đến 65°C trong 1 giờ, và thu được dung dịch toluen của polythiol bao gồm 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaunden, 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan và 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan làm các thành phần chính. Thêm 59,4 phần theo khối lượng của axit clohydric 36% vào dung dịch toluen, và việc rửa axit được tiến hành hai lần ở 34°C đến 39°C trong 30 phút. Thêm 118,7 phần theo khối lượng của nước được khử khí, và tiến hành rửa 5 lần ở 35°C đến 45°C trong 30 phút. Sau khi loại bỏ toluen và lượng nhỏ nước trong khi gia nhiệt và áp suất giảm, lọc hỗn hợp trong điều kiện áp suất giảm bằng máy lọc màng loại PTFE 1,2µm. Kết quả là, thu được 115,9 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol (A) bao gồm 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan và 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, chúng là các hợp chất polythiol (A), làm thành phần chính.

Tổng hợp hợp chất polythiol (B)

Nạp 124,6 phần theo khối lượng của 2-mercaptoetanol, và 18,3 phần theo khối lượng của nước được khử khí vào bình phản ứng. Sau khi thêm từ giọt 101,5 phần theo khối lượng của dung dịch natri hydroxit chứa nước 32% theo khối lượng trong 40 phút, thêm từng giọt 73,6 phần theo khối lượng của epichlorohydrin ở 29°C đến 36°C trong

4,5 giờ, và sau đó khuấy hỗn hợp trong 40 phút. Từ dữ liệu NMR, cho thấy đã tạo thành 1,3-bis(2-hydroxyethylthio)-2-propanol. Nạp 331,5 phần theo khối lượng của axit clohydric 35,5%, sau đó nạp 183,8 phần theo khối lượng của thiourea có độ tinh khiết 99,90%, và khuấy hỗn hợp ở điều kiện hồi lưu ở 110°C trong 3 giờ để tiến hành phản ứng clo hóa thiouroni. Sau khi làm lạnh đến 45°C, thêm 320,5 phần theo khối lượng của toluen, làm lạnh hỗn hợp đến 31°C, và nạp 243,1 phần theo khối lượng của dung dịch amoni chứa nước 25% theo khối lượng ở 31°C đến 41°C trong 44 phút, tiến hành phản ứng thủy phân bằng cách khuấy hỗn hợp ở 54°C đến 62°C trong 3 giờ, và thu được dung dịch toluen của polythiol bao gồm 4-mercaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan làm thành phần chính. Thêm 162,8 phần theo khối lượng của axit clohydric 35,5% vào dung dịch, và tiến hành rửa axit một lần ở 35°C đến 43°C trong 1 giờ. Thêm 174,1 phần theo khối lượng nước được khử khí, và tiến hành rửa hai lần ở 35°C đến 45°C trong 30 phút. Thêm 162,1 phần theo khối lượng của amoni chứa nước 0,1%, và rửa hỗn hợp trong 30 phút. Thêm 174,2 phần theo khối lượng nước được khử khí, và tiến hành rửa hai lần ở 35°C đến 45°C trong 30 phút. Sau khi loại bỏ toluen và lượng nhỏ nước trong khi gia nhiệt và áp suất giảm, lọc hỗn hợp trong điều kiện áp suất giảm bằng máy lọc màng loại PTFE 1,2µm để thu được 205,0 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol (B) bao gồm 4-mercaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan, là hợp chất polythiol (B), làm thành phần chính.

Ví dụ 1 đến 5

Chế phẩm polythiol (A) và chế phẩm polythiol (B) thu được như được mô tả ở trên được trộn ở các tỷ lệ trộn khác nhau tương ứng để thu được chế phẩm polythiol trong các ví dụ từ 1 đến 5.

Ví dụ so sánh 1

Chế phẩm polythiol (B) thu được như được mô tả ở trên được sử dụng làm chế phẩm polythiol trong ví dụ so sánh 1.

Đo tỷ lệ hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B) hoặc HPLC (% diện tích)

Liên quan đến các chế phẩm polythiol trong ví dụ so sánh 1 đến 5, tiến hành phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao dựa trên các điều kiện sau đây, và diện tích đỉnh của

hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B) so với tổng diện tích đỉnh 100 của hợp chất được bao gồm trong chế phẩm polythiol được xác định. Diện tích đỉnh xuất hiện trong thời gian lưu từ 12,0 đến 13,5 phút được đánh giá là diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B), và diện tích đỉnh xuất hiện trong thời gian lưu từ 22,0 đến 28,0 phút được đánh giá là diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A).

(Các điều kiện HPLC)

Cột: YMC-Pack ODS-A A-312 (S5Φ6 mm × 150 mm)

Pha động: Axetonitril / 0,01 mol / dung dịch chứa nước L-kali dihydro phosphat = 60/40 (thể tích / thể tích)

Nhiệt độ cột: 40°C

Tốc độ dòng: 1,0 ml / phút

Đầu dò: Đầu dò UV , bước sóng 230 nm

Chuẩn bị dung dịch đo: Hòa tan 160mg mẫu và trộn với 10ml of axetonitril.

Thể tích tiêm: 2 µL

Sản xuất thấu kính bằng chất dẻo

Ví dụ sản xuất 1

Trộn và hòa tan 50,6 phần theo khối lượng của m-xylylen diisoxyanat, 0,01 phần theo khối lượng của dibutyltin diclorua làm chất xúc tác đóng rắn, 0,10 phần theo khối lượng của Zelec UN (các sản phẩm có tên thương mại là Stepan Company; este của axit phosphoric có tính axit) và 0,05 phần theo khối lượng của Biosorb 583 (được sản xuất bởi KYODO CHEMICAL COMPANY LIMITED.; bộ hấp thụ UV) ở 20°C. Nạp 49,4 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol thu được trong ví dụ 1 và trộn để tạo dung dịch trộn đồng nhất. Khử bọt dung dịch đồng nhất này ở 600 Pa trong 1 giờ, lọc qua bộ lọc Teflon 1µm (nhãn hiệu đã được đăng ký), và sau đó phun vào khuôn được làm từ khuôn thủy tinh và băng dính. Đưa khuôn vào lò, gia nhiệt từ từ từ 10°C đến 120°C, và tiến hành polyme hóa trong 20 giờ. Sau khi hoàn thành polyme hóa, lấy khuôn ra khỏi lò và tách khuôn để thu được nhựa. Tiếp tục ủ nhựa thu được ở 120°C trong 3 giờ để tạo thành thấu kính bằng chất dẻo. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên phương pháp đánh giá nêu trên đối với mỗi đặc tính vật lý của thấu kính bằng

chất dẻo.

Ví dụ sản xuất 2

Trong ví dụ sản xuất 1, thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng phương pháp được mô tả trong ví dụ sản xuất 1 ngoại trừ việc sử dụng 50,7 phần theo khối lượng của m-xylylen diisoxyanat, và thay đổi 49,4 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol trong ví dụ 1 thành 49,4 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol trong ví dụ 2. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên phương pháp đánh giá nêu trên đối với mỗi đặc tính vật lý của thấu kính bằng chất dẻo.

Ví dụ sản xuất 3

Trong ví dụ sản xuất 1, thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng phương pháp được mô tả trong ví dụ sản xuất 1 ngoại trừ việc sử dụng 50,7 phần theo khối lượng của m-xylylen diisoxyanat, và thay đổi 49,4 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol trong ví dụ 1 thành 49,3 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol trong ví dụ 3. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên phương pháp đánh giá nêu trên đối với mỗi đặc tính vật lý của thấu kính bằng chất dẻo.

Ví dụ sản xuất 4

Trong ví dụ sản xuất 1, thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng phương pháp được mô tả trong ví dụ sản xuất 1 ngoại trừ việc sử dụng 50,8 phần theo khối lượng của m-xylylen diisoxyanat, và thay đổi 49,4 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol trong ví dụ 1 thành 49,2 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol trong ví dụ 4. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên phương pháp đánh giá nêu trên đối với mỗi đặc tính vật lý của thấu kính bằng chất dẻo.

Ví dụ sản xuất 5

Trong ví dụ sản xuất 1, thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng phương pháp được mô tả trong ví dụ sản xuất 1 ngoại trừ việc sử dụng 50,8 phần theo khối lượng của m-xylylen diisoxyanat được sử dụng, và thay đổi 49,4 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol trong ví dụ 1 thành 49,2 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol trong ví dụ 5. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên phương pháp đánh giá nêu trên đối với mỗi đặc tính vật lý của thấu kính bằng chất dẻo.

Ví dụ sản xuất 6

Trong ví dụ sản xuất 1, thấu kính bằng chất dẻo được sản xuất bằng phương pháp được mô tả trong ví dụ sản xuất 1 ngoại trừ việc sử dụng 52,0 phần theo khối lượng của m-xylylen diisoxyanat, thay đổi 49,4 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol trong ví dụ 1 thành 48,0 phần theo khối lượng của chế phẩm polythiol trong ví dụ so sánh 1, và sử dụng 0,015 phần theo khối lượng của dibutyltin diclorua. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên phương pháp đánh giá nêu trên đối với mỗi đặc tính vật lý của thấu kính bằng chất dẻo.

Các đặc tính vật lý riêng của thấu kính bằng chất dẻo trong ví dụ sản xuất 1 đến 5 thu được bằng cách sử dụng chế phẩm polythiol trong các ví dụ 1 đến 5 được thể hiện trong Bảng 1. Độ chịu nhiệt của thấu kính bằng chất dẻo trong ví dụ sản xuất 6 thu được bằng cách sử dụng chế phẩm polythiol trong ví dụ so sánh 1 là 87,0°C.

ΔT_g [%] thể hiện ở Bảng 1 nghĩa là tốc độ tăng T_g trong thấu kính bằng chất dẻo của mỗi ví dụ sản xuất so với T_g trong thấu kính bằng chất dẻo của ví dụ sản xuất 6.

Bảng 1

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5
Diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol	2,4	5,1	9,6	14,3	19,2
Diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A) so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol	85,4	82,4	78,1	73,6	69,1
Diện tích đỉnh của hợp	2,8	5,8	10,9	16,3	21,7

chất polythiol (B) so với tổng diện tích đỉnh 100 của hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B)						
Diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A) so với tổng diện tích đỉnh 100 của hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B)		97,2	94,2	89,1	83,7	78,3
Các đặc tính quang học	Chỉ số khúc xạ	1,6680	1,6681	1,6678	1,6677	1,6674
	Số Abbe	30,9	31,2	31,0	30,9	31,3
Các đặc tính nhiệt	Độ chịu nhiệt [°C]	102,8	102,9	102,9	102,0	101,1
	ΔT_g	18,2	18,3	18,3	17,3	16,1
Khối lượng riêng của nhựa [20°C]		1,368	1,368	1,368	1,367	1,367
Pha màu	YI	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3
Khả năng nhuộm (độ truyền ánh sáng) (%)	638 nm	52,92	51,71	48,74	46,33	42,94
	567 nm	55,34	54,16	51,27	48,91	45,60
	452 nm	68,53	67,86	66,03	64,32	62,09

Như được thể hiện trong Bảng 1 nêu trên, chế phẩm polythiol trong sáng chế này có thể sản xuất ra nhựa vượt trội về sự cân bằng giữa độ chịu nhiệt và khả năng nhuộm bằng cách bao gồm hai loại hợp chất polythiol.

Ngoài ra, như được thể hiện trong Bảng 1, trong trường hợp trong đó tỷ lệ diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 10 hoặc nhỏ hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol, đã phát hiện ra rằng khả năng nhuộm có thể được điều chỉnh trong khi vẫn duy trì độ chịu nhiệt cao.

Đơn sáng chế Nhật Bản JP2019-131886, nộp ngày 07/07/2019 được kết hợp ở đây bằng cách tham chiếu toàn bộ nội dung của nó.

Tất cả các công bố, đơn sáng chế, và các tiêu chuẩn kỹ thuật được đề cập trong bản mô tả này được kết hợp ở đây bằng cách tham khảo ở mức độ giống như là từng công bố, đơn sáng chế, và các tiêu chuẩn kỹ thuật này được đề cập cụ thể và riêng lẻ để được kết hợp bằng cách tham chiếu.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm polythiol bao gồm:

hợp chất polythiol (A) chứa ít nhất một trong số 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, hoặc 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan và hợp chất polythiol (B) là 4-mecaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan.

trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A) là 76 hoặc cao hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol và diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 10 hoặc nhỏ hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol này.

2. Chế phẩm polythiol theo điểm 1, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 0,5 hoặc cao hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

3. Chế phẩm polythiol theo điểm 1, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 4 hoặc cao hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

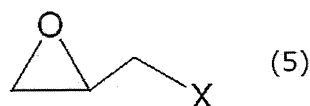
4. Chế phẩm polythiol theo điểm 2, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 1,1 hoặc thấp hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

5. Chế phẩm polythiol theo điểm 1, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là cao hơn 5,2 và thấp hơn 8,5 so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

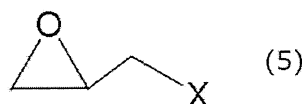
6. Chế phẩm polythiol theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (A) là 90 hoặc thấp hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

7. Chế phẩm polythiol theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó, trong phép đo sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất polythiol (B) là 0,5 hoặc cao hơn so với tổng diện tích đỉnh 100 của các hợp chất polythiol (A) và hợp chất polythiol (B).

8. Chế phẩm polythiol theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó hợp chất polythiol (A) là hợp chất thu được bằng cách sử dụng chất xúc tác chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit kim loại và cacbonat kim loại trong trường hợp phản ứng giữa 2-mercaptoetanol và hợp chất epihalohydrin có công thức (5) sau đây:



9. Chế phẩm polythiol theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó hợp chất polythiol (B) là hợp chất thu được bằng cách sử dụng chất xúc tác chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit kim loại và cacbonat kim loại trong trường hợp phản ứng giữa 2-mercaptoetanol và hợp chất epihalohydrin có công thức (5) sau đây:



10. Chế phẩm có thể polyme hóa được bao gồm: chế phẩm polythiol theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, và hợp chất polyiso(thio)xyanat.

11. Chế phẩm có thể polyme hóa được theo điểm 10, trong đó hợp chất polyiso(thio)xyanat chứa ít nhất một trong số được chọn từ pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl)cyclohexan, bis(isoxyanatoxyclohexyl)metan, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, tolylen diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat hoặc phenylendiisoxyanat.
12. Nhựa được tạo thành bằng cách đóng rắn chế phẩm có thể polyme hóa được theo điểm 10 hoặc 11.
13. Vật thể được đúc bao gồm nhựa theo điểm 12.
14. Vật liệu quang học bao gồm nhựa theo điểm 12.
15. Thấu kính bao gồm nhựa theo điểm 12.

1/1

FIG. 1

