



- (12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ 1-0043506
(51)^{2020.01} C07C 265/14; C07C 263/10; C08G (13) B
18/76; C07C 22/04; C07C 265/12
-

- (21) 1-2020-07030 (22) 04/12/2020
(30) 10-2019-0161447 06/12/2019 KR; 10-2019-0161449 06/12/2019 KR; 10-2019-0161448 06/12/2019 KR
(45) 25/02/2025 443 (43) 25/06/2021 399A
(73) 1. SK pucoore co., ltd. (KR)
255, Yongjam-ro, Nam-gu, Ulsan 44782, Republic of Korea
2. WOORI FINE CHEM CO., LTD. (KR)
179, Baekhaksandan-gil, Baekhak-myeon, Yeoncheon-gun, Gyeonggi-do 11049, Republic of Korea
(72) Jaeyoung PAI (KR); Jeongmoo KIM (KR); Hyuk Hee HAN (KR); Jung Hwan MYUNG (KR); Myung-Ok KYUN (KR); Jooyoung JUNG (KR).
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)
-

- (54) CHẾ PHẨM ĐIISOXYANAT, QUY TRÌNH TẠO RA CHẾ PHẨM NÀY, VÀ VẬT PHẨM QUANG HỌC ĐƯỢC TẠO RA TỪ CHẾ PHẨM NÀY

(21) 1-2020-07030

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm điisoxyanat có thành phần bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm metyl với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hợp chất thơm có nhóm halogen với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, benzyl isoxyanat có nhóm etyl với lượng nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm, hoặc hỗn hợp của chúng. Các tính chất quang học có thể cải thiện được bằng cách ngăn ngừa sự xuất hiện hóa vàng, các đường vân, và hiện tượng đục và để đồng thời nâng cao các tính chất cơ học như độ bền chống va đập. Do vậy, có thể có lợi nếu nó được sử dụng để tạo ra vật phẩm quang học có chất lượng cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm diisoxyanat, quy trình tạo ra chế phẩm này, và vật phẩm quang học được tạo ra từ chế phẩm này. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chế phẩm diisoxyanat, bao gồm, trong chế phẩm, benzyl isoxyanat có nhóm methyl với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hợp chất thơm có nhóm halogen với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, benzyl isoxyanat có nhóm etyl với lượng nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm, hoặc hỗn hợp của chúng, quy trình tạo ra nó, và vật phẩm quang học được tạo ra từ chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Do vật phẩm quang học bằng chất dẻo nhẹ, khó vỡ, và có khả năng nhuộm mỹ mẫn so với các vật phẩm quang học được làm từ các chất vô cơ như thủy tinh, các vật liệu bằng chất dẻo được tạo ra từ các nhựa khác nhau được sử dụng rộng rãi làm vật phẩm quang học đối với thấu kính dùng cho kính mắt, thấu kính cho camera, và các thấu kính tương tự. Trong những năm gần đây, nhu cầu ngày càng gia tăng về các vật phẩm quang học có tính năng cao hơn, đặc biệt là về độ trong cao, chỉ số khúc xạ cao, khối lượng riêng thấp, khả năng chịu nhiệt cao, cao độ bền chống va đập, và các đặc tính tương tự.

Polythiouretan được sử dụng rộng rãi làm vật phẩm quang học vì chúng có các tính chất quang học mỹ mẫn và các tính chất cơ học mỹ mẫn. Polythiouretan có thể được điều chế bằng cách cho thiol phản ứng với isoxyanat. Các thấu kính làm từ polythiouretan được sử dụng rộng rãi vì chúng có chỉ số khúc xạ cao, nhẹ, và độ bền chống va đập tương đối cao.

Isoxyanat được sử dụng làm nguyên liệu thô để tạo ra polythiouretan có khả năng tạo ra polythiouretan có các cấu trúc khác nhau tùy thuộc vào số lượng và vị trí của các nhóm chức trong isoxyanat. Do vậy, isoxyanat có tác động đáng kể đến các tính chất vật lý của sản phẩm được tạo ra từ polythiouretan. Do đó, một số loại isoxyanat nhất định có thể truyền các tính chất mong muốn cho thành phẩm được sử

dụng.

Cụ thể, do xylylen diisoxyanat (XDI) có cả các đặc tính của isoxyanat vòng béo (ví dụ, chống hóa vàng, khả năng phản ứng dễ kiểm soát, và các đặc tính tương tự) lẫn các đặc tính của isoxyanat béo (ví dụ, các tính chất cơ học mỹ mãn, chỉ số khúc xạ cao, và các đặc tính tương tự), có lợi nếu nó được sử dụng làm vật phẩm quang học.

Xylylen diisoxyanat được phân loại thành orthoxylylen diisoxyanat (o-XDI), metaxylylen diisoxyanat (m-XDI), và paraxylylen diisoxyanat (p-XDIA) tùy thuộc vào vị trí tương đối của các nhóm diisoxyanat. Trong số đó, m-XDI được sử dụng rộng rãi nhất làm nguyên liệu thô để tạo thấu kính quang học do nó là thích hợp đối với các tính chất vật lý của thấu kính quang học và có bán trên thị trường.

Tuy nhiên, ngay cả khi m-XDI được sử dụng cho vật phẩm quang học, thì vẫn có hạn chế trong việc đạt được các tính chất quang học thỏa mãn do sự xuất hiện của các đường vân, độ đục, hoặc hóa vàng trong vật phẩm quang học. Thậm chí nếu các tính chất quang học về đường vân, độ đục, hoặc chỉ số màu vàng được thỏa mãn, thì độ bền chống va đập có thể bị giảm. Do đó, đồng thời vẫn khó có thể thỏa mãn chúng.

Do đó, để có được vật phẩm quang học với chất lượng cao bằng cách đồng thời làm tăng các tính chất quang học và các đặc tính cơ học, có một nhu cầu cấp thiết về việc phát triển chế phẩm diisoxyanat có một khoảng cụ thể về chế phẩm hoặc quy trình tạo ra nó.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Sáng chế được tạo ra để giải quyết các vấn đề của lĩnh vực kỹ thuật này. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các tính chất vật lý của vật phẩm quang học có thể được thỏa mãn một cách hiệu quả khi benzyl isoxyanat có nhóm methyl, hợp chất thơm có nhóm halogen, benzyl isoxyanat có nhóm etyl, hoặc hỗn hợp của chúng được sử dụng với lượng cụ thể trong chế phẩm diisoxyanat này.

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm diisoxyanat trong đó hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl, hợp chất thơm có nhóm halogen, hoặc

benzyl isoxyanat có nhóm etyl được điều chỉnh trong chế phẩm, nhờ đó ngăn ngừa sự xuất hiện của các đường vân và đục ở vật phẩm quang học, giảm chỉ số màu vàng, và làm tăng độ bền chống va đập và hệ số truyền, và quy trình tạo ra nó.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học, bao gồm chế phẩm diisoxyanat nêu trên.

Mục đích tiếp theo khác của sáng chế là đề xuất vật phẩm quang học được tạo ra bằng cách hóa rắn chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học.

Cách thức để giải quyết vấn đề

Theo một phương án, sáng chế đề xuất chế phẩm diisoxyanat, bao gồm, trong chế phẩm, benzyl isoxyanat có nhóm metyl với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hợp chất thơm có nhóm halogen với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, benzyl isoxyanat có nhóm etyl với lượng nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm, hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo phương án khác, sáng chế đề xuất quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat, bao gồm bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua; xử lý chế phẩm điamin hydroclorua này; và tạo ra chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm điamin hydroclorua đã được xử lý và triphosgen, trong đó hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm metyl nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hàm lượng của hợp chất thơm có nhóm halogen nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, hoặc hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm trong chế phẩm diisoxyanat này.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất vật phẩm quang học được tạo ra bằng cách hóa rắn chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học bao gồm chế phẩm diisoxyanat, trong đó chế phẩm diisoxyanat chứa diisoxyanat và benzyl isoxyanat có nhóm metyl với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hợp chất thơm có nhóm halogen với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, benzyl isoxyanat có nhóm etyl với lượng nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm, hoặc hỗn hợp của chúng.

Hiệu quả có lợi của sáng chế

Theo các phương án, thấu kính quang học chất lượng cao có thể được chế tạo bằng cách điều chỉnh thành phần của chế phẩm diisoxyanat được sử dụng để tạo thấu kính quang học trên cơ sở polythiouretan.

Tức là, để có được vật phẩm quang học với chất lượng cao, chế phẩm diisoxyanat chứa hàm lượng cụ thể của benzyl isoxyanat có nhóm metyl, hợp chất thơm có nhóm halogen, hoặc benzyl isoxyanat có nhóm etyl được sử dụng, nhờ đó đồng thời cải thiện được các tính chất quang học bằng cách ngăn ngừa sự xuất hiện hóa vàng, các đường vân, và hiện tượng đục và làm tăng các tính chất cơ học như độ bền chống va đập.

Ngoài ra, theo một phương án của sáng chế, trong quy trình tạo ra chế phẩm khí diisoxyanat phosgen, mà có độc tính cao và khó cất giữ và quản lý, không được sử dụng. Thay vào đó, triphosgen, ít độc hơn và không cần phải có thiết bị cất giữ làm nguội riêng vì nó ở thể rắn ở nhiệt độ phòng, được sử dụng; do vậy, nó là mỹ mãn vì thuận tiện trong việc xử lý và khả năng xử lý; và hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl có thể được kiểm soát một cách thuận lợi trong khoảng cụ thể. Ngoài ra, theo quy trình điều chế diisoxyanat theo một phương án nêu trên, dung dịch nước axit clohydric, không cần sử dụng khí hydro clorua, được sử dụng để điều chế điamin hydroclorua làm hợp chất trung gian. Do phản ứng có thể được tiến hành thậm chí ở áp suất khí quyển, thiết bị bổ sung để làm nóng ở nhiệt độ cao và làm nguội là không cần thiết, và hiệu suất có thể được tăng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat theo một phương án của sáng chế.

Fig.2 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện các thiết bị xử lý dùng cho phản ứng của điamin hydroclorua và triphosgen.

Số chỉ dẫn trên hình vẽ

T-1: thùng thứ nhất, T-2: thùng thứ hai, T-3: thùng thứ ba

R-1: thiết bị phản ứng, D-1: thiết bị chưng cất thứ nhất, D-2: thiết bị chưng cất thứ hai

C-1: thiết bị ngưng tụ thứ nhất, C-2: thiết bị ngưng tụ thứ hai, C-3: thiết bị ngưng tụ thứ ba

S-1: thiết bị rửa khí thứ nhất, S-2: thiết bị rửa khí thứ hai

G-1: cửa sổ quan sát, V-1: thiết bị thu hồi dung môi.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong toàn bộ bản mô tả này, khi một thành phần được gọi là “bao gồm” một phần tử, thì cần phải hiểu rằng cũng có thể có các phần tử khác, chứ không phải là các phần tử khác bị loại trừ, trừ khi có quy định cụ thể khác.

Ngoài ra, tất cả các số và biểu thức liên quan đến các tính chất vật lý, hàm lượng, kích thước, và các tính chất tương tự được sử dụng trong bản mô tả này phải được hiểu là được cải biến bằng thuật ngữ “khoảng,” trừ khi có quy định cụ thể khác.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ “amin” được dùng để chỉ hợp chất có một hoặc nhiều nhóm amin ở cuối mạch, và thuật ngữ “điamin” được dùng để chỉ hợp chất có hai nhóm amin ở cuối mạch. Chúng có thể có nhiều cấu trúc khác nhau tùy thuộc vào khung cấu trúc của mạch béo, vòng béo, và vòng thơm. Ví dụ cụ thể về điamin bao gồm xylylendi-amin (XDA), hexametylendi-amin (HDA), 2,2-đimetyl-pentandi-amin, 2,2,4-trimetylhexandi-amin, butendi-amin, 1,3-butadien-1,4-điamin, 2,4,4-trimetylhexametylendi-amin, bis(aminoetyl)carbonat, 4,4'-metylendi-amin (MDA), bis(aminoetyl) ete, bis(aminoetyl)benzen, bis(aminopropyl)benzen, $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametylxylylendi-amin, bis(aminobutyl)benzen, bis(aminometyl)naphtalen, bis(aminometyl)điphenyl ete, bis(aminoetyl)phtalat, 2,6-đi(aminometyl)furan, xylylendi-amin đã được hydro hóa (H6XDA), đixyclohexylmetandi-amin, xyclohexandi-amin, methylxyclohexandi-amin, isophorondi-amin (IPDA), đixyclohexylđimetylmetandi-amin, 2,2-đimetylđixyclohexylmetandi-amin, 2,5-bis(aminometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 2,6-bis(aminometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 3,8-bis(aminometyl)trixyclođecan, 3,9-bis(aminometyl)trixyclođecan, 4,8-bis(aminometyl)trixyclođecan, 4,9-bis(aminometyl)trixyclođecan, norbornendi-amin (NBDA), bis(aminometyl) sulfua, bis(aminoetyl) sulfua, bis(aminopropyl) sulfua, bis(aminoethyl) sulfua, bis(aminometyl) sulfua, bis(aminometyl) đisulfua, bis(aminoetyl) đisulfua, bis(aminopropyl) đisulfua, bis(aminometylthio)metan,

bis(aminoethylthio)metan, bis(aminoethylthio)etan, và bis(aminomethylthio)etan. Cụ thể hơn, điamin có thể ít nhất là một điamin được chọn từ nhóm bao gồm xylylendi Amin (XDA), norbornendi Amin (NBDA), xylylendi Amin đã được hydro hóa (H6XDA), isophorondi Amin (IPDA), và hexametylendi Amin (HDA). Xylylendi Amin (XDA) bao gồm orthoxylylendi Amin (o-XDA), metaxylylendi Amin (m-XDA), và paraxylylendi Amin (p-XDA).

Trong bản mô tả này, thuật ngữ “isoxyanat” được dùng để chỉ hợp chất có nhóm NCO, thuật ngữ “điisoxyanat” được dùng để chỉ hợp chất có hai nhóm NCO ở cuối mạch. Chúng có thể có nhiều cấu trúc khác nhau tùy thuộc vào khung cấu trúc của mạch béo, vòng béo, và vòng thơm. Ví dụ cụ thể về điamin bao gồm xylylen điisoxyanat (XDI), hexametylen điisoxyanat (HDI), 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2,2,1]heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2,2,1]heptan, xylylen điisoxyanat được hydro hóa (H6XDI), đixyclohexylmetan điisoxyanat, isophoron điisoxyanat (IPDI), 1,2-bis(isoxyanatometyl)benzen, 1,3-bis(isoxyanatometyl)benzen, 1,4-bis(isoxyanatometyl)benzen, 1,2-bis(isoxyanatoetyl)benzen, 1,3-bis(isoxyanatoetyl)benzen, 1,4-bis(isoxyanatoetyl)benzen, $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametylxylylen điisoxyanat, bis(isoxyanatometyl)naphtalen, bis(isoxyanatometylphenyl) ete, norbornen điisoxyanat (NBDI), bis(isoxyanatometyl) sulfua, bis(isoxyanatoetyl) sulfua, bis(isoxyanatopropyl) sulfua, 2,5-điisoxyanatotetrahydrothiophen, 2,5-điisoxyanatometyltetrahydrothiophen, 3,4-điisoxyanatometyltetrahydrothiophen, 2,5-điisoxyanato-1,4-đithian, và 2,5-điisoxyanatometyl-1,4-đithian. Cụ thể hơn, điisoxyanat có thể ít nhất là một điisoxyanat được chọn từ nhóm bao gồm xylylen điisoxyanat (XDI), norbornen điisoxyanat (NBDI), xylylen điisoxyanat được hydro hóa (H6XDI), isophoron điisoxyanat (IPDI), và hexametylen điisoxyanat (HDI). Xylylen điisoxyanat (XDI) bao gồm orthoxylylen điisoxyanat (o-XDI), metaxylylen điisoxyanat (m-XDI), và paraxylylen điisoxyanat (p-XDI).

Trong bản mô tả này, như đã biết, thuật ngữ “chế phẩm” có thể đề cập đến dạng trong đó hai hoặc nhiều thành phần hoá học được trộn hoặc được kết hợp trong pha rắn, lỏng, và/hoặc khí trong khi nói chung vẫn duy trì được các tính chất độc đáo tương ứng của chúng.

Các hợp chất được sử dụng ở mỗi bước phản ứng theo phương án nêu trên (ví dụ, triphosgen) hoặc các hợp chất thu được là kết quả của phản ứng (ví dụ, điamin hydroclorua, diisoxyanat) nói chung có mặt ở trạng thái trộn lẫn hoặc kết hợp với các thành phần không đồng nhất được tạo ra làm các nguyên liệu thô chưa phản ứng ở mỗi bước phản ứng, dưới dạng các phản ứng phụ hoặc phản ứng với nước, hoặc dưới dạng phân huỷ tự nhiên của các hợp chất này. Lượng vết của các thành phần này có thể vẫn tồn tại cùng với các thành phần chính.

Theo phương án này, do chú ý đến các thành phần không đồng nhất này được trộn hoặc được kết hợp với các hợp chất chính, nên ngay cả lượng vết của các thành phần không đồng nhất được coi như là chế phẩm được trộn lẫn hoặc được kết hợp với các hợp chất chính để minh họa cụ thể các thành phần và hàm lượng của nó.

Ngoài ra, trong bản mô tả này, để dễ dàng phân biệt rõ giữa các chế phẩm khác nhau, các thuật ngữ cũng được mô tả kết hợp với các tên của các thành phần chính trong chế phẩm. Ví dụ, thuật ngữ “chế phẩm điamin hydroclorua” được dùng để chỉ thành phần chính là chế phẩm chứa điamin hydroclorua, và thuật ngữ “chế phẩm diisoxyanat” được dùng để chỉ thành phần chính là chế phẩm chứa diisoxyanat. Trong trường hợp đó, hàm lượng của thành phần chính trong chế phẩm này có thể là 50% khối lượng hoặc lớn hơn, 80% khối lượng hoặc lớn hơn, hoặc 90% khối lượng hoặc lớn hơn, ví dụ, 90% khối lượng đến 99,9% khối lượng.

Trong bản mô tả này, đơn vị ppm được tính theo khối lượng.

Chế phẩm diisoxyanat

Chế phẩm diisoxyanat theo một phương án bao gồm diisoxyanat; và benzyl isoxyanat có nhóm methyl với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hợp chất thơm có nhóm halogen với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, benzyl isoxyanat có nhóm etyl với lượng nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm, hoặc hỗn hợp của chúng.

Trước tiên, nếu vật phẩm quang học được tạo ra trong khi hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl trong chế phẩm diisoxyanat được điều chỉnh nằm trong khoảng tối ưu, thì có thể nâng cao hơn nữa các tính chất vật lý của vật phẩm quang học.

Theo một phương án của sáng chế, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể được bổ sung một cách có chủ ý vào chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể còn được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat, và một phần của chúng có thể được bổ sung một cách có chủ ý. Tức là, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat. Nếu lượng được tạo ra như vậy là không đủ, thì nó có thể được bổ sung một cách có chủ ý vào chế phẩm sao cho hàm lượng của nó nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm trong chế phẩm.

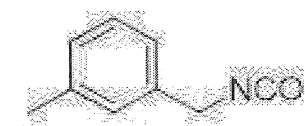
Benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể chứa benzyl isoxyanat có nhóm methyl có cấu trúc thom cụ thể. Cụ thể, nó có thể chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 2-methylbenzyl isoxyanat được thế bằng nhóm methyl ở vị trí ortho (o), 3-methylbenzyl isoxyanat được thế bằng nhóm methyl ở vị trí meta (m), và 4-methylbenzyl isoxyanat được thế bằng nhóm methyl ở vị trí para (p).

Theo một phương án của sáng chế, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 3-methylbenzyl isoxyanat được thế bằng nhóm methyl ở vị trí meta (m) và 4-methylbenzyl isoxyanat được thế bằng nhóm methyl ở vị trí para (p).

Theo một phương án của sáng chế, benzyl isoxyanat có nhóm methyl, cụ thể, 3-methylbenzyl isoxyanat hoặc 4-methylbenzyl isoxyanat được sử dụng với lượng cụ thể. Trong trường hợp đó, do nó có một nhóm chức isoxyanat, nó có thể làm dừng phản ứng tạo liên kết ngang trong phản ứng để tạo ra polythiouretan, nhờ đó thúc đẩy việc tăng cường tính mềm dẻo của polythiouretan. Do vậy, có thể ngăn ngừa sự xuất hiện của các đường vân và đục ở vật phẩm quang học, ví dụ, thấu kính quang học và đồng thời làm tăng độ bền chống va đập.

Cụ thể hơn, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể chứa hợp chất có công thức 1 sau, trong đó nhóm methyl được thế ở vị trí meta (m).

[Công thức 1]



Theo một phương án của sáng chế, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl được có mặt trong chế phẩm này có thể nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, 10ppm đến 200ppm, 20ppm đến 150ppm, 20ppm đến nhỏ hơn 100ppm, 100ppm đến 200ppm, 120ppm đến 200ppm, 50ppm đến 200ppm, hoặc 50ppm đến 150ppm. Theo một phương án của sáng chế, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl được chứa trong chế phẩm được điều chỉnh nằm trong khoảng nêu trên, do đó có thể làm tăng độ bền chống va đập và ngăn ngừa sự xuất hiện của các đường vân và đục.

Nếu hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl không được điều chỉnh, độ bền chống va đập có thể bị giảm, hoặc các đường vân và đục có thể xảy ra thậm chí nếu độ bền chống va đập được duy trì. Ví dụ, nếu hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl nhỏ hơn 5ppm, độ bền chống va đập của vật phẩm quang học làm bằng chế phẩm này có thể bị giảm. Mặt khác, nếu hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl vượt quá 200ppm, các đường vân hoặc độ đục có thể xảy ra thậm chí nếu độ bền chống va đập của vật phẩm quang học làm bằng chế phẩm này được tăng.

Ngoài ra, nếu vật phẩm quang học được tạo ra trong khi hàm lượng hợp chất thơm có nhóm halogen trong chế phẩm diisoxyanat được điều chỉnh nằm trong khoảng tối ưu, thì có thể cải thiện các tính chất vật lý của vật phẩm quang học bằng cách ngăn ngừa sự xuất hiện các đường vân và đục và giảm chỉ số màu vàng và đồng thời làm tăng độ bền chống va đập.

Theo một phương án của sáng chế, hợp chất thơm có nhóm halogen có thể được bổ sung một cách có chủ ý vào chế phẩm diisoxyanat.

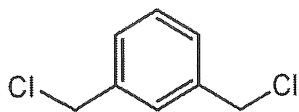
Ngoài ra, hợp chất thơm có nhóm halogen có thể được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, hợp chất thơm có nhóm halogen có thể được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat, và một phần của chúng có thể được bổ sung một cách có chủ ý. Tức là, hợp chất thơm có nhóm halogen có thể được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat. Nếu lượng được tạo ra như vậy là không đủ, thì nó có thể được bổ sung một cách có chủ ý vào chế phẩm sao cho hàm lượng của nó nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm.

Trong hợp chất thơm có nhóm halogen, hợp chất thơm này có thể chứa hai hoặc nhiều nhóm halogen. Ngoài ra, halogen có thể còn bao gồm clo.

Cụ thể, hợp chất thơm có nhóm halogen có thể chứa hợp chất có công thức 2 sau.

[Công thức 2]



Theo một phương án, hàm lượng hợp chất thơm có nhóm halogen được có mặt trong chế phẩm này có thể nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, 5ppm đến 750ppm, 10ppm đến 700ppm, 10ppm đến 500ppm, 20ppm đến 500ppm, 20ppm đến 350ppm, 150ppm đến 500ppm, 500ppm đến 750ppm, 750ppm đến 900ppm, hoặc 20ppm đến 150ppm. Theo một phương án của sáng chế, hàm lượng hợp chất thơm có nhóm halogen được chứa trong chế phẩm được điều chỉnh nằm trong khoảng nêu trên, do đó có thể làm tăng độ bền chống va đập và ngăn ngừa sự xuất hiện của các đường vân và đục và làm giảm chỉ số màu vàng.

Nếu hàm lượng hợp chất thơm có nhóm halogen không được điều chỉnh, độ bền chống va đập có thể bị giảm, hoặc các đường vân và đục có thể xảy ra và chỉ số màu vàng có thể bị tăng lên ngay cả nếu độ bền chống va đập được duy trì. Ví dụ, nếu hàm lượng hợp chất thơm có nhóm halogen nhỏ hơn 5ppm, độ bền chống va đập của vật phẩm quang học làm bằng chế phẩm có thể bị giảm. Mặt khác, nếu hàm lượng hợp chất thơm có nhóm halogen vượt quá 1.000ppm, các đường vân hoặc độ đục có thể xảy ra và chỉ số màu vàng có thể bị tăng lên ngay cả nếu độ bền chống va đập của vật phẩm quang học làm bằng chế phẩm được tăng.

Ngoài ra, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl trong chế phẩm diisoxyanat được sử dụng để sản xuất vật phẩm quang học trên cơ sở polythiouretan được điều chỉnh, do đó có thể cải thiện các tính chất quang học của vật phẩm quang học bằng cách ngăn ngừa sự xuất hiện hóa vàng, các đường vân, và hiện tượng đục và bằng cách tăng hệ số truyền và để nâng cao các tính chất cơ học đồng thời.

Nếu hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl là quá nhiều, thì nó có thể tác động bất lợi đến các tính chất quang học và các đặc tính cơ học khi chế phẩm được dùng để tạo ra vật phẩm quang học. Cụ thể, benzyl isoxyanat có nhóm etyl có thể kết tủa dưới dạng chất rắn khi nồng độ vượt quá mức nhất định do nó có độ tan thấp, dẫn đến sự xuất hiện của độ đục, sự giảm về hệ số truyền, và sự tăng chỉ số màu vàng.

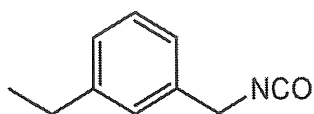
Benzyl isoxyanat có nhóm etyl có thể chứa benzyl isoxyanat có nhóm etyl có

cấu trúc thơm cụ thể. Cụ thể, nó có thể chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 1-ethyl-2-(isoxyanatometyl)benzen được thế bằng nhóm ethyl ở vị trí ortho (o), 1-ethyl-3-(isoxyanatometyl)benzen được thế bằng nhóm ethyl ở vị trí meta (m), và 1-ethyl-4-(isoxyanatometyl)benzen được thế bằng nhóm ethyl ở vị trí para (p).

Theo một phương án của sáng chế, benzyl isoxyanat có nhóm ethyl có thể chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 1-ethyl-3-(isoxyanatometyl)benzen và 1-ethyl-4-(isoxyanatometyl)benzen. Theo một phương án của sáng chế, nếu hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm ethyl, cụ thể, 1-ethyl-3-(isoxyanatometyl)benzen và/hoặc 1-ethyl-4-(isoxyanatometyl)benzen được điều chỉnh trong một khoảng cụ thể, có thể ngăn ngừa chất này có độ tan thấp bị kết tủa dưới dạng chất rắn, nhờ đó ngăn ngừa sự xuất hiện của các đường vân và đục ở vật phẩm quang học, ví dụ, thấu kính quang học, và làm tăng hệ số truyền.

Cụ thể hơn, benzyl isoxyanat có nhóm ethyl có thể chứa hợp chất có công thức 3 sau, trong đó nhóm ethyl được thế ở vị trí meta (m).

[Công thức 3]



Theo một phương án của sáng chế, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm ethyl được có mặt trong chế phẩm này có thể nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm, 1ppm đến 800ppm, 1ppm đến 700ppm, 1ppm đến 500ppm, 1ppm đến 350ppm, 1ppm đến 300ppm, 1ppm đến 250ppm, 1ppm đến 200ppm, 1ppm đến 150ppm, 1ppm đến 100ppm, 1ppm đến 50ppm, hoặc 10ppm đến 350ppm. Theo một phương án của sáng chế, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm ethyl, cụ thể, hợp chất có công thức 3 nêu trên, được chứa trong chế phẩm được điều chỉnh nằm trong khoảng nêu trên, do đó có thể ngăn ngừa sự xuất hiện của các đường vân và đục, làm giảm chỉ số màu vàng, và làm tăng hệ số truyền.

Nếu hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm ethyl không được điều chỉnh, độ đục có thể xảy ra, và hệ số truyền có thể bị giảm. Ngoài ra, nếu hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm ethyl là quá nhiều, thì độ tinh khiết hoặc hiệu suất của sản phẩm thô, ví dụ, sản phẩm phản ứng (trước khi chưng cất) của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen có thể bị giảm. Nếu hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm

ethyl vượt quá 1.000ppm, độ đục có thể xảy ra trong vật phẩm quang học làm bằng chế phẩm này, và hệ số truyền có thể bị giảm. Ngoài ra, ngay cả nếu không có vấn đề gì về các tính chất quang học, thì độ tinh khiết hoặc hiệu suất của chế phẩm diisoxyanat, là sản phẩm phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen, có thể bị giảm.

Trong khi đó, chế phẩm diisoxyanat có thể chứa 99,9% đến nhỏ hơn 100% khối lượng diisoxyanat tính theo tổng khối lượng của chế phẩm.

Diisoxyanat có thể chứa m-xylylen diisoxyanat (m-XDI), p-xylylen diisoxyanat (p-XDI), hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án, chế phẩm diisoxyanat có thể chứa m-xylylen diisoxyanat (m-XDI) với lượng bằng 99% đến nhỏ hơn 100% khối lượng, ví dụ, 99,5% đến nhỏ hơn 100% khối lượng hoặc 99,7% đến nhỏ hơn 100% khối lượng.

Nếu m-xylylen diisoxyanat được chứa trong chế phẩm với lượng thấp hơn khoảng nêu trên, không chỉ các tính chất quang học (đặc biệt là, các đường vân, hệ số truyền, và tương tự) mà còn cả các tính chất cơ học (như độ bền chống va đập, độ bền kéo, và các tính chất tương tự) của thành phẩm có thể cũng bị giảm do sự không đồng nhất về khả năng phản ứng polyme hoá chế phẩm và về cấu trúc hoá học của sản phẩm đã được hóa rắn. Ngoài ra, việc hóa vàng có thể xảy ra tùy thuộc vào các thành phần khác được đưa vào đó.

Theo một phương án, chế phẩm có thể chứa hợp chất có công thức 1 với lượng nằm trong khoảng từ 20ppm đến 150ppm và m-xylylen diisoxyanat với lượng nằm trong khoảng từ 99,5% đến nhỏ hơn 100% tổng khối lượng của chế phẩm.

Theo phương án khác, chế phẩm có thể chứa hợp chất thơm có nhóm halogen với lượng nằm trong khoảng từ 20ppm đến 500ppm và m-xylylen diisoxyanat với lượng nằm 99,5% đến nhỏ hơn 100% tổng khối lượng của chế phẩm.

Theo phương án tiếp theo khác, chế phẩm có thể chứa benzyl isoxyanat có nhóm ethyl, cụ thể, hợp chất có công thức 1, với lượng nằm trong khoảng từ 1ppm đến 500ppm, cụ thể 10ppm đến 350ppm và m-xylylen diisoxyanat với lượng nằm 99,5% đến nhỏ hơn 100% tổng khối lượng của chế phẩm.

Ngoài ra, chế phẩm có thể chứa p-xylylen diisoxyanat với lượng nằm lớn hơn 0% khối lượng đến 0,5% khối lượng, lớn hơn 0% khối lượng đến 0,3% khối lượng,

lớn hơn 0% khối lượng đến 0,15% khối lượng, lớn hơn 0% khối lượng đến 0,1% khối lượng, lớn hơn 0% khối lượng đến 0,05% khối lượng, lớn hơn 0% khối lượng đến 0,03% khối lượng, hoặc lớn hơn 0% khối lượng đến 0,01% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của chế phẩm.

Nếu p-xylylen diisoxyanat được chứa trong chế phẩm với lượng nằm ngoài khoảng hàm lượng nêu trên, thì các tính chất quang học có thể bị giảm khi các đường vân xảy ra hoặc hệ số truyền bị giảm do quá trình polyme hoá không đồng nhất gây ra do khả năng phản ứng khác nhau hoặc do sự kết tinh gây ra do các thay đổi về cấu trúc hoá học của polyme.

Chế phẩm diisoxyanat có thể bao gồm các hợp chất diisoxyanat khác được sử dụng để tạo thấu kính quang học ngoài m-xylylen diisoxyanat và p-xylylen diisoxyanat. Cụ thể, chế phẩm này có thể còn chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm orthoxylylen diisoxyanat (o-XDI), norbornen diisoxyanat (NBDI), xylylen diisoxyanat được hydro hóa (H6XDI), isophoron diisoxyanat (IPDI), và hexametylen diisoxyanat (HDI).

Ngoài ra, chế phẩm diisoxyanat có thể còn chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm etyl và xyanobenzyl isoxyanat trong khi nó bao gồm hợp chất benzyl isoxyanat có nhóm metyl.

Ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm etyl và xyanobenzyl isoxyanat có thể được sử dụng với lượng, ví dụ, 0,5% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,05% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,02% khối lượng hoặc nhỏ hơn, hoặc 0,01% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Nếu ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm etyl và xyanobenzyl isoxyanat được sử dụng trong chế phẩm với lượng nằm ngoài khoảng hàm lượng nêu trên, thì nó tác động đến cấu trúc hoá học của polyme, dẫn đến sự suy giảm về các tính chất cơ học hoặc các đặc tính chịu nhiệt như nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của thành phẩm. Ngoài ra, do sự ảnh hưởng của các nhóm xiano, việc hóa vàng có thể xảy ra ở thời điểm hóa rắn bằng nhiệt để sản xuất thấu kính hoặc sau khi sản xuất thấu kính tùy thuộc vào môi trường bên ngoài, nhờ đó làm tổn hại nghiêm trọng đến độ tin cậy lâu dài của thấu kính.

Ngoài ra, chế phẩm diisoxyanat có thể còn chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm metylbenzyl isoxyanat và xyanobenzyl isoxyanat trong khi nó bao gồm hợp chất thơm có nhóm halogen. Cụ thể, chế phẩm diisoxyanat theo một phương án của sáng chế có thể còn chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 4-metylbenzylisoxyanat và 4-xyanobenzylisoxyanat trong khi nó bao gồm hợp chất thơm có nhóm halogen.

Ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 4-metylbenzylisoxyanat và 4-xyanobenzylisoxyanat có thể được sử dụng với lượng, ví dụ, 0,5% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,05% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,02% khối lượng hoặc nhỏ hơn, hoặc 0,01% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Nếu 4-metylbenzylisoxyanat hoặc 4-xyanobenzylisoxyanat được sử dụng trong chế phẩm với lượng nằm ngoài khoảng hàm lượng nêu trên, thì tỷ lệ đương lượng của chế phẩm bị thay đổi do sự giảm về số lượng trung bình của các nhóm chức trong chế phẩm, mà tác động đến cấu trúc hoá học của polyme, dẫn đến sự suy giảm về các tính chất cơ học hoặc các đặc tính chịu nhiệt như nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của thành phẩm. Ngoài ra, do sự ảnh hưởng của các nhóm xiano, việc hóa vàng có thể xảy ra ở thời điểm hóa rắn bằng nhiệt để sản xuất thấu kính hoặc sau khi sản xuất thấu kính tùy thuộc vào môi trường bên ngoài, nhờ đó làm tổn hại nghiêm trọng đến độ tin cậy lâu dài của thấu kính.

Ngoài ra, chế phẩm diisoxyanat có thể còn chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm metyl và xyanobenzyl isoxyanat trong khi nó bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm etyl.

Ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm metyl và xyanobenzyl isoxyanat có thể được sử dụng với lượng, ví dụ, 0,5% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,05% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,02% khối lượng hoặc nhỏ hơn, hoặc 0,01% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Nếu ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm metyl và xyanobenzyl isoxyanat được sử dụng trong chế phẩm với lượng nằm ngoài khoảng hàm lượng nêu trên, nó tác động đến cấu trúc hoá học của polyme, dẫn

đến sự suy giảm về các tính chất cơ học hoặc các đặc tính chịu nhiệt như nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của thành phẩm. Ngoài ra, do sự ảnh hưởng của các nhóm xyano, việc hóa vàng có thể xảy ra ở thời điểm hóa rắn bằng nhiệt để sản xuất thấu kính hoặc sau khi sản xuất thấu kính tùy thuộc vào môi trường bên ngoài, nhờ đó làm tổn hại nghiêm trọng đến độ tin cậy lâu dài của thấu kính.

Do đó, sản phẩm được tạo ra từ chế phẩm diisoxyanat có thành phần được điều chỉnh như nêu trên có thể thỏa mãn các tính chất quang học mỹ mãn, cũng như có thể đạt được các tính chất cơ học mỹ mãn. Do vậy, có thể có lợi nếu được sử dụng để tạo ra các vật phẩm quang học, cụ thể thấu kính quang học bằng chất dẻo.

Quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat

Quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat theo một phương án khác bao gồm bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua; xử lý chế phẩm điamin hydroclorua này; và tạo ra chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm điamin hydroclorua đã được xử lý và triphosgen, trong đó hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hàm lượng của hợp chất thơm có nhóm halogen nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, hoặc hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm ethyl nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm trong chế phẩm diisoxyanat này.

Fig.1 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat theo một phương án của sáng chế. Trên Fig.1 ở phần (a) và phần (b), R là vòng thơm, vòng béo, mạch béo, và cấu trúc tương tự. Ví dụ cụ thể về R có thể là xylylen, norbornen, xylylen đã được hydro hóa, isophoron, hoặc hexametylen, nhưng phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở các hợp chất này.

Trên Fig.1 ở phần (a), (i) có thể bao gồm bước bổ sung dung dịch nước axit clohydric để cho điamin phản ứng với dung dịch nước axit clohydric. Trên Fig.1 ở phần (b), (ii) có thể bao gồm ít nhất một bước được chọn từ bước làm kết tủa, bước lọc, bước làm khô, và bước rửa. Trên Fig.1 ở phần (b), (iii) có thể bao gồm bước bổ sung triphosgen để cho chế phẩm điamin hydroclorua này phản ứng với triphosgen. Trên Fig.1 ở phần (b), (iv) có thể bao gồm ít nhất một bước được chọn từ bước loại khí, bước lọc, và bước chưng cất.

Theo một phương án của sáng chế, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể được điều chỉnh bằng cách bổ sung benzyl isoxyanat có nhóm methyl vào chế

phẩm diisoxyanat. Ví dụ, theo một phương án của sáng chế, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể được điều chỉnh bằng cách đưa benzyl isoxyanat có nhóm metyl vào bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua và/hoặc bước tạo ra chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat. Ví dụ, nó có thể được tạo ra theo quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat trong khi phản ứng ở bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua và/hoặc bước tạo ra chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat, và một phần của chúng có thể còn được bổ sung. Tức là, lượng hợp chất benzyl isoxyanat có nhóm metyl được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat là không đủ, nó có thể còn được bổ sung vào chế phẩm sao cho hàm lượng của nó nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm.

Hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm metyl được chứa trong chế phẩm được điều chỉnh nằm trong khoảng nêu trên, do đó có thể làm tăng độ bền chống va đập và ngăn ngừa sự xuất hiện của các đường vân và đục đồng thời khi chế phẩm được dùng để tạo ra vật phẩm quang học.

Ngoài ra, theo một phương án của sáng chế, hàm lượng hợp chất thơm có nhóm halogen có thể được điều chỉnh bằng cách bổ sung hợp chất thơm có nhóm halogen vào chế phẩm diisoxyanat. Ví dụ, theo một phương án của sáng chế, hàm lượng hợp chất thơm có nhóm halogen có thể được điều chỉnh bằng cách đưa hợp chất thơm có nhóm halogen vào bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua và/hoặc bước tạo ra chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, hợp chất thơm có nhóm halogen có thể được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat. Ví dụ, nó có thể được tạo ra theo quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat trong khi phản ứng ở bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua và/hoặc bước tạo ra chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, hợp chất thơm có nhóm halogen có thể được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat, và một phần của chúng có thể còn được bổ sung. Tức là, lượng hợp chất thơm có nhóm halogen được tạo ra trong khi tạo ra chế phẩm diisoxyanat là không đủ, nó có thể còn được bổ sung vào chế phẩm sao cho hàm lượng của nó nằm

trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm.

Hàm lượng hợp chất thơm có nhóm halogen được chứa trong chế phẩm được điều chỉnh nằm trong khoảng nêu trên, do đó có thể làm tăng độ bền chống va đập và ngăn ngừa sự xuất hiện của các đường vân và đục đồng thời khi chế phẩm được dùng để tạo ra vật phẩm quang học.

Ngoài ra, theo quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat theo một phương án của sáng chế, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl có thể được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm bằng quy trình nêu trên. Cụ thể, khi chế phẩm điamin hydroclorua đã được xử lý được cho phản ứng với triphosgen, nhiệt độ phản ứng được kiểm soát đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C, nhờ đó có thể điều chỉnh một cách có hiệu quả hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl một cách thuận tiện.

Ngoài ra, dung dịch nước axit clohydric, không cần sử dụng khí hydro clorua, được sử dụng để điều chế điamin hydroclorua làm hợp chất trung gian, sao cho phản ứng có thể được tiến hành thậm chí ở áp suất khí quyển, và thiết bị bổ sung để làm nóng ở nhiệt độ cao và làm nguội là không cần thiết. Do vậy, có thể đồng thời làm tăng độ tinh khiết và hiệu suất của chế phẩm diisoxyanat được tạo ra như vậy và thành phẩm của vật phẩm quang học được tạo ra từ nó.

Dưới đây, mỗi bước sẽ được mô tả một cách chi tiết.

Tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua

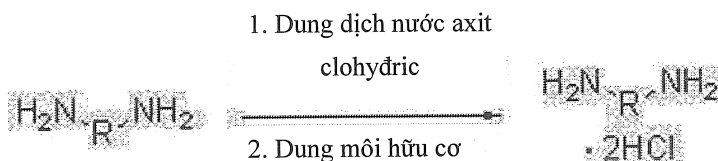
Quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat theo một phương án của sáng chế bao gồm bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua.

Bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua có thể chứa cho điamin cho phản ứng với dung dịch nước axit clohydric.

Ngoài ra, sau phản ứng của điamin và dung dịch nước axit clohydric, dung môi hữu cơ thứ nhất có thể còn được bổ sung để thu được chế phẩm điamin hydroclorua trong pha rắn.

Sơ đồ phản ứng 1 sau cho thấy ví dụ về phản ứng ở bước này.

[Sơ đồ phản ứng 1]



Trong sơ đồ trên, R là vòng thơm, vòng béo, mạch béo, và cấu trúc tương tự. Ví dụ cụ thể về R có thể là xylylen, norbornen, xylylen đã được hydro hóa, isophoron, hoặc hexametylen, nhưng phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở các hợp chất này.

Theo phương pháp thông thường, mà sử dụng khí hydro clorua, hydroclorua được điều chế dưới dạng các hạt mịn khi phản ứng ở áp suất khí quyển, khiến cho việc khuấy bên trong thiết bị phản ứng không được diễn ra một cách thuận lợi. Do vậy, cần có quy trình bổ sung để tăng áp suất nhằm làm tăng nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng, và cũng còn có vấn đề về hiệu suất của thành phẩm thấp.

Tuy nhiên, theo phương án nêu trên, do dung dịch nước axit clohydric được sử dụng, có thể giải quyết vấn đề còn tồn tại trong các giải pháp kỹ thuật đã biết, mà sử dụng khí hydro clorua. Cụ thể, khi dung dịch nước axit clohydric được sử dụng, sản phẩm thu được thông qua phản ứng này ở dạng rắn chứ không phải ở dạng huyền phù đặc, khiến cho hiệu suất đạt được cao. Phản ứng này có thể được tiến hành thậm chí ở áp suất khí quyển, cho nên thiết bị hoặc quy trình riêng để làm nguội nhanh là không cần thiết.

Nồng độ của dung dịch nước axit clohydric có thể nằm trong khoảng từ 5% khối lượng đến 50% khối lượng. Trong khoảng nồng độ này, có thể giảm thiểu mức độ hòa tan của hydroclorua trong dung dịch nước axit clohydric, nhờ đó làm tăng hiệu suất cuối, và thuận tiện trong việc xử lý.

Cụ thể, nồng độ của dung dịch nước axit clohydric có thể nằm trong khoảng từ 10% khối lượng đến 45% khối lượng, 20% khối lượng đến 45% khối lượng, hoặc 30% khối lượng đến 40% khối lượng. Cụ thể hơn, dung dịch nước axit clohydric có thể có nồng độ nằm trong khoảng từ 20% khối lượng đến 45% khối lượng.

Điamin và dung dịch nước axit clohydric có thể được đưa vào phản ứng với tỷ lệ

đương lượng nằm trong khoảng từ 1:2 đến 5. Nếu tỷ lệ đương lượng này nằm trong khoảng nêu trên, có thể giảm các chất không phản ứng và để ngăn ngừa sự giảm hiệu suất gây ra do sự hòa tan khi nước được tạo ra. Cụ thể, điamin và dung dịch nước axit clohydric có thể được đưa vào phản ứng với tỷ lệ đương lượng nằm trong khoảng từ 1:2 đến 2,5.

Việc đưa điamin và dung dịch nước axit clohydric vào có thể được tiến hành trong khi nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được duy trì ở mức không đổi.

Khi điamin và dung dịch nước axit clohydric được đưa vào, nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng có thể nằm trong khoảng từ 20°C đến 100°C. Nhiệt độ trong khoảng nêu trên, có thể ngăn không cho nhiệt độ tăng cao hơn nhiệt độ sôi, mà không thích hợp cho phản ứng, hoặc nhiệt độ bị giảm quá thấp, mà làm giảm hiệu quả của phản ứng.

Cụ thể, khi điamin và dung dịch nước axit clohydric được đưa vào, nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng có thể nằm trong khoảng từ 20°C đến 60°C, cụ thể hơn nằm trong khoảng từ 20°C đến nhỏ hơn 60°C, từ 20°C đến 50°C, hoặc từ 20°C đến 40°C.

Cụ thể hơn, điamin và dung dịch nước axit clohydric có thể được đưa vào phản ứng với tỷ lệ đương lượng nằm trong khoảng từ 1:2 đến 5 ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 60°C.

Theo phương pháp hydroclorua thông thường, một lượng lớn nhiệt được tạo ra trong phản ứng, nên cần phải làm nguội nhanh thông qua thiết bị làm nguội riêng biệt, trong khi các chất phản ứng được đưa vào trong khi nhiệt độ thấp được duy trì theo phương án này, mà không cần đến thiết bị làm nguội riêng biệt.

Việc đưa điamin và dung dịch nước axit clohydric vào có thể được tiến hành, ví dụ, theo trình tự trong đó dung dịch nước axit clohydric có thể trước tiên được đưa vào thiết bị phản ứng và sau đó điamin có thể được đưa từ từ vào thiết bị phản ứng. Việc đưa điamin và/hoặc dung dịch nước axit clohydric vào có thể được tiến hành trong thời gian từ 30 phút đến 1 giờ.

Khi việc đưa điamin và dung dịch nước axit clohydric vào được hoàn thành, nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng có thể được giảm xuống nằm trong khoảng từ 0°C đến 20°C, 0°C đến 10°C, hoặc 10°C đến 20°C.

Phản ứng giữa điamin và dung dịch nước axit clohydric có thể được tiến hành ở áp suất khí quyển trong thời gian, ví dụ, từ 30 phút đến 2 giờ cùng với việc khuấy.

Là kết quả của phản ứng giữa điamin và dung dịch nước axit clohydric, chế phẩm điamin hydroclorua ở dạng dung dịch nước có thể thu được dưới dạng sản phẩm phản ứng.

Xử lý chế phẩm điamin hydroclorua

Theo một phương án của sáng chế, quy trình này có thể còn bao gồm bước xử lý chế phẩm điamin hydroclorua sau khi thu được chế phẩm điamin hydroclorua này.

Ví dụ, bước xử lý chế phẩm điamin hydroclorua có thể bao gồm ít nhất một bước trong số các bước bao gồm kết tủa chế phẩm điamin hydroclorua, lọc chế phẩm điamin hydroclorua, làm khô chế phẩm điamin hydroclorua, và rửa chế phẩm điamin hydroclorua này.

Cụ thể, dung môi hữu cơ thứ nhất có thể được đưa vào sản phẩm phản ứng để làm kết tủa chế phẩm điamin hydroclorua dạng rắn. Tức là, dung môi hữu cơ thứ nhất có thể làm kết tủa chế phẩm điamin hydroclorua dạng rắn thông qua quá trình kết tinh. Cụ thể hơn, dung môi hữu cơ thứ nhất có thể được đưa vào sản phẩm phản ứng, mà được làm nguội và còn được khuấy để tiến hành phản ứng.

Dung môi hữu cơ thứ nhất có thể ít nhất là một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm dietyl ete, diisopropyl ete, dioxan, tetrahydrofuran, metanol, etanol, dimetyl sulfoxit, dimetylformamit, axetonitril, axeton, tricloetylen, tetracloetan, tricloetanol, n-butanol, isobutanol, metyl etyl ketont, metyl butyl ketont, isopropanol, hexan, cloform, và metyl axetat.

Lượng (khối lượng) của dung môi hữu cơ thứ nhất được đưa vào có thể là 1 đến 5 lần khối lượng của điamin. Nếu lượng được đưa vào nằm trong khoảng nêu trên, có thể ngăn ngừa được việc sử dụng dung môi hữu cơ dư trong khi hiệu suất của hydroclorua cuối là cao. Cụ thể, dung môi hữu cơ thứ nhất có thể được đưa vào phản ứng với lượng gấp từ 1 đến 2 lần, hoặc 1 đến 1,5 lần, khối lượng của điamin.

Sau khi dung môi hữu cơ thứ nhất được đưa vào, nhiệt độ làm lạnh có thể nằm trong khoảng từ -10°C đến 10°C hoặc nằm trong khoảng từ -5°C đến 5°C . Ngoài ra, thời gian phản ứng bổ sung sau khi làm nguội có thể nằm trong khoảng từ 30 phút

đến 2 giờ hoặc 30 phút đến 1 giờ.

Theo ví dụ cụ thể, các bước (1a) đưa dung dịch nước axit clohydric vào thiết bị phản ứng thứ nhất; (1b) đưa điamin vào thiết bị phản ứng thứ nhất và khuấy chúng; và (1c) đưa dung môi hữu cơ thứ nhất vào thiết bị phản ứng thứ nhất và khuấy chúng có thể được tiến hành một cách lần lượt.

Cụ thể hơn, quy trình này có thể còn bao gồm bước làm nguội bên trong của thiết bị phản ứng đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0°C đến 10°C sau khi đưa điamin vào và trước khi khuấy ở bước (1b); và làm nguội bên trong của thiết bị phản ứng đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ -5°C đến 5°C sau khi đưa dung môi hữu cơ thứ nhất vào và trước khi khuấy ở bước (1c).

Sau khi dung môi hữu cơ thứ nhất được đưa vào, tách, lọc, rửa, và làm khô có thể còn được tiến hành. Ví dụ, sau khi dung môi hữu cơ thứ nhất được đưa vào, lớp nước có thể được tách ra, được lọc, rửa, và làm khô để thu được chế phẩm điamin hydroclorua dạng rắn. Việc rửa có thể được tiến hành một hoặc nhiều lần bằng cách sử dụng, ví dụ, dung môi có chỉ số phân cực bằng 5,7 hoặc nhỏ hơn. Ngoài ra, việc làm khô có thể được tiến hành bằng cách làm khô trong chân không. Ví dụ, việc làm khô này có thể được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 90°C và áp suất bằng 2,0 torr (266,64 Pa) hoặc thấp hơn.

Kết quả là, các tạp chất được tạo ra ở bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua có thể được loại ra cùng với dung môi hữu cơ thứ nhất. Do vậy, quy trình này có thể còn bao gồm bước loại bỏ các tạp chất được tạo ra ở bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua cùng với dung môi hữu cơ thứ nhất. Các tạp chất được tạo ra trong phản ứng để tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua và được chứa trong dung môi hữu cơ thứ nhất. Các tạp chất như vậy có thể được loại ra bằng bước loại bỏ dung môi hữu cơ thứ nhất, nhờ đó độ tinh khiết của sản phẩm có thể được tăng.

Theo quy trình nêu trên, điamin được cho phản ứng với dung dịch nước axit clohydric, mà sau đó nó được xử lý bổ sung như kết tủa, lọc, làm khô, và rửa, nhờ đó chế phẩm điamin hydroclorua dạng rắn có thể thu được có độ tinh khiết cao. Trái lại, trong quy trình thông thường trong đó điamin được cho phản ứng với khí hydro clorua trong dung môi hữu cơ, huyền phù đặc của điamin hydroclorua thu được, mà không dễ được tinh chế.

Hiệu suất của chế phẩm điamin hydroclorua thu được như vậy có thể là 50% hoặc lớn hơn, 65% hoặc lớn hơn, 80% hoặc lớn hơn, 85% hoặc lớn hơn, hoặc 90% hoặc lớn hơn, cụ thể nằm trong khoảng từ 85% đến 95% hoặc nằm trong khoảng từ 88% đến 92%.

Trong khi đó, lớp hữu cơ có thể được tách ra khỏi chất phản ứng và được tái tuần hoàn dưới dạng dung môi hữu cơ. Do vậy, mức độ thu hồi dung môi hữu cơ thứ nhất có thể là 80% hoặc lớn hơn, 85% hoặc lớn hơn, hoặc 90% hoặc lớn hơn, cụ thể nằm trong khoảng từ 80% đến 95% hoặc nằm trong khoảng từ 80% đến 82%.

Tạo ra chế phẩm diisoxyanat

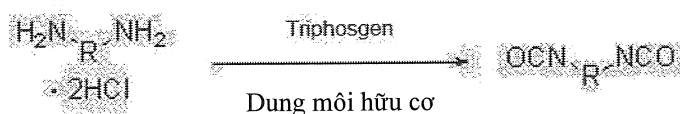
Chế phẩm điamin hydroclorua được cho phản ứng với triphosgen để thu được chế phẩm diisoxyanat.

Bước tạo ra chế phẩm diisoxyanat có thể bao gồm việc cho chế phẩm điamin hydroclorua, được xử lý bằng quy trình bao gồm ít nhất một bước trong số các bước bao gồm kết tủa, lọc, làm khô, và/hoặc rửa, phản ứng với triphosgen.

Trong trường hợp đó, phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua với triphosgen có thể được tiến hành trong dung môi hữu cơ thứ hai.

Sơ đồ phản ứng 2 sau thể hiện ví dụ về phản ứng ở bước này.

[Sơ đồ phản ứng 2]



Trong sơ đồ trên, R là vòng thơm, vòng béo, mạch béo, và cấu trúc tương tự. Ví dụ cụ thể về R có thể là xylylen, norbornen, xylylen đã được hydro hóa, isophoron, hoặc hexametylen, nhưng phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở các hợp chất này.

Cụ thể, chế phẩm điamin hydroclorua được tạo ra trên đây được đưa vào dung môi hữu cơ thứ hai, được cho phản ứng với triphosgen (BTMC, bis(triclotometyl)carbonat), và sau đó được tinh chế để thu được chế phẩm diisoxyanat.

Cụ thể, dung môi hữu cơ thứ hai có thể ít nhất là một dung môi được chọn từ nhóm bao gồm benzen, toluen, etylbenzen, clobenzen, monoclobenzen, 1,2-

diclobenzen (ODCB), điclotetan, 1-clo-n-butan, 1-clo-n-pentan, 1-clo-n-hexan, cloform, cacbon tetraclorea, n-pentan, n-hexan, n-heptan, n-octan, xyclohexan, xyclopentan, xyclooctan, và metylxyclohexan.

Lượng (khối lượng) của dung môi hữu cơ thứ hai được đưa vào có thể gấp 1 đến 5 lần khối lượng của chế phẩm điamin hydroclorua. Nếu lượng được đưa vào nằm trong khoảng nêu trên, có thể ngăn ngừa được việc sử dụng dung môi hữu cơ dư trong khi hiệu suất của diisoxyanat cuối là cao. Cụ thể, dung môi hữu cơ thứ hai có thể được đưa vào phản ứng với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 5 lần hoặc nằm trong khoảng từ 3 đến 5 lần khối lượng của chế phẩm điamin hydroclorua.

Nhiệt độ phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen có thể nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C hoặc nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C. Nếu nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng nêu trên, thì phản ứng giữa điamin hydroclorua và triphosgen có thể được diễn ra một cách thuận lợi, và thì nó có thể ngăn ngừa được việc tạo ra các tạp chất như hắc ín khi diisoxyanat cuối được tạo ra. Cụ thể, nhiệt độ phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen có thể nằm trong khoảng từ 115°C đến 160°C, nằm trong khoảng từ 115°C đến 140°C, nằm trong khoảng từ 115°C đến nhỏ hơn 130°C, nằm trong khoảng từ 130°C đến 160°C, nằm trong khoảng từ 120°C đến 150°C, nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C, nằm trong khoảng từ 110°C đến nhỏ hơn 130°C, nằm trong khoảng từ 110°C đến 125°C, nằm trong khoảng từ 110°C đến nhỏ hơn 120°C, hoặc nằm trong khoảng từ 120°C đến 130°C.

Theo một phương án của sáng chế, nếu hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl, cụ thể, hợp chất có công thức 3, là cao, nó gây đục và hệ số truyền thấp. Hợp chất này có thể còn được tạo ra trong phản ứng (ví dụ, phản ứng phosgen hóa) dưới các điều kiện nhiệt độ cao. Do vậy, việc kiểm soát nhiệt độ phản ứng trong khoảng nêu trên có thể là rất quan trọng. Nếu nhiệt độ phản ứng nhỏ hơn 110°C khi chế phẩm điamin hydroclorua được cho phản ứng với triphosgen, thì phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen có thể không được diễn ra một cách thuận lợi, do đó làm giảm hiệu suất. Ngoài ra, nếu nhiệt độ phản ứng lớn hơn 130°C, thì hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl trong chế phẩm diisoxyanat có thể được tăng lên, nhờ đó làm giảm các tính chất quang học của vật phẩm quang học.

Theo một phương án của sáng chế, nếu phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C, thì hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl có thể được điều chỉnh một cách hiệu quả nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm, nhờ đó làm tăng hiệu suất và độ tinh khiết. Ngoài ra, nếu hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl, cụ thể, 1-ethyl-3-(isoxyanatometyl)benzen, trong chế phẩm diisoxyanat được điều chỉnh nằm trong khoảng nêu trên, thì hệ số truyền là mỹ mãn, và có thể giảm mức độ xuất hiện hiện tượng hóa vàng, các đường vân, và độ đục. Ngoài ra, mức chỉ số khúc xạ thích hợp có thể đạt được. Do vậy, khi chế phẩm được dùng để tạo ra vật phẩm quang học, thì vật phẩm quang học có thể có chất lượng cao với các tính chất quang học mỹ mãn cũng như các tính chất cơ học mỹ mãn.

Phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua với triphosgen có thể được tiến hành trong thời gian từ 5 giờ đến 100 giờ. Nếu thời gian phản ứng nằm trong khoảng nêu trên, thì thời gian phản ứng này là không bị quá dài, và việc tạo ra các chất không phản ứng do tạo hợp chất phosgen có thể được giảm đến mức tối thiểu. Cụ thể, phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua với triphosgen có thể được tiến hành trong thời gian nằm trong khoảng từ 15 giờ đến 40 giờ, nằm trong khoảng từ 20 giờ đến 35 giờ, hoặc nằm trong khoảng từ 24 giờ đến 30 giờ.

Để làm ví dụ cụ thể, phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua với triphosgen có thể được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C trong thời gian từ 5 giờ đến 100 giờ.

Chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen có thể được đưa vào phản ứng với tỷ lệ đương lượng nằm trong khoảng từ 1:1 đến 5. Khi tỷ lệ đương lượng này nằm trong khoảng nêu trên, hiệu quả của phản ứng là cao, và có thể ngăn ngừa được việc làm tăng thời gian phản ứng do việc đưa vào quá nhiều. Cụ thể, chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen có thể được đưa vào phản ứng với tỷ lệ đương lượng nằm trong khoảng từ 1:1,5 đến 4 hoặc nằm trong khoảng từ 1:2 đến 2,5.

Bước cho chế phẩm điamin hydroclorua này phản ứng với triphosgen có thể lần lượt bao gồm việc trộn chế phẩm điamin hydroclorua với dung môi hữu cơ thứ hai để thu được dung dịch thứ nhất; trộn triphosgen với dung môi hữu cơ thứ hai để thu được dung dịch thứ hai; và đưa dung dịch thứ hai vào dung dịch thứ nhất và khuấy

chúng. Trong trường hợp đó, việc đưa dung dịch thứ hai và khuấy có thể được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C hoặc nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C. Ngoài ra, việc đưa dung dịch thứ hai này có thể được chia thành hai hoặc nhiều lần trong tổng thời gian từ 25 giờ đến 40 giờ. Ngoài ra, ở đây thời gian đối với mỗi lần đưa vào có thể nằm trong khoảng từ 5 giờ đến 25 giờ hoặc nằm trong khoảng từ 10 giờ đến 14 giờ. Ngoài ra, thời gian để phản ứng thêm bằng cách khuấy sau khi đưa vào có thể nằm trong khoảng từ 2 giờ đến 5 giờ hoặc nằm trong khoảng từ 3 giờ đến 4 giờ.

Theo ví dụ cụ thể, bước cho chế phẩm điamin hydroclorua này phản ứng với triphosgen có thể lần lượt bao gồm việc (2a) đưa dung môi hữu cơ thứ hai vào thiết bị phản ứng thứ hai; (2b) tiếp theo đưa chế phẩm điamin hydroclorua vào thiết bị phản ứng thứ hai và khuấy chúng; và (2c) tiếp nữa đưa triphosgen vào thiết bị phản ứng thứ hai và khuấy chúng.

Cụ thể hơn, việc đưa triphosgen vào ở bước (2c) có thể được tiến hành bằng cách đưa dung dịch vào, trong đó triphosgen được hòa tan trong cùng một dung môi dưới dạng dung môi hữu cơ thứ hai vào thiết bị phản ứng khi được chia thành hai hoặc nhiều lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C hoặc hoặc nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C trong tổng thời gian từ 25 giờ đến 40 giờ.

Trong trường hợp đó, thời gian cho mỗi lần đưa triphosgen vào có thể nằm trong khoảng từ 5 giờ đến 25 giờ hoặc nằm trong khoảng từ 10 giờ đến 14 giờ.

Ngoài ra, thời gian để phản ứng thêm bằng cách khuấy sau khi đưa triphosgen vào có thể nằm trong khoảng từ 2 giờ đến 5 giờ hoặc nằm trong khoảng từ 3 giờ đến 4 giờ.

Khi phản ứng, chất phản ứng có thể được làm nguội ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90°C đến 110°C.

Sản phẩm phản ứng thu được từ phản ứng này có thể còn được tách, lọc, và chưng cất.

Việc chưng cất có thể chứa việc chưng cất lần thứ nhất và việc chưng cất lần thứ hai.

Ví dụ, bước tạo ra chế phẩm diisoxyanat còn bao gồm việc chưng cất sản phẩm phản ứng thu được bằng cách cho chế phẩm điamin hydroclorua, cụ thể chế phẩm

điamin hydroclorua đã được xử lý, phản ứng với triphosgen. Việc chưng cất có thể bao gồm việc chưng cất lần thứ nhất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C trong thời gian 2 giờ đến 8 giờ và việc chưng cất lần thứ hai ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 120°C trong thời gian từ 2 giờ đến 10 giờ. Việc chưng cất lần thứ nhất và/hoặc việc chưng cất lần thứ hai có thể được tiến hành ở áp suất 0,5 torr (66,66 Pa) hoặc thấp hơn.

Dung môi hữu cơ có thể được thu hồi và được tái tuần hoàn thông qua việc chưng cất lần thứ nhất, và diisoxyanat cuối có thể thu được thông qua việc chưng cất lần thứ hai.

Ngoài ra, hiệu suất của chế phẩm diisoxyanat (thô) trước khi chưng cất có thể là 80% hoặc lớn hơn, 85% hoặc lớn hơn, hoặc 90% hoặc lớn hơn.

Ngoài ra, hiệu suất của chế phẩm diisoxyanat thu được sau khi chưng cất có thể là 80% hoặc lớn hơn, 85% hoặc lớn hơn, 90% hoặc lớn hơn, 95% hoặc lớn hơn, 98% hoặc lớn hơn, hoặc 99% hoặc lớn hơn.

Theo một phương án của sáng chế, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl được có mặt trong chế phẩm này có thể được điều chỉnh bằng cách đưa benzyl isoxyanat có nhóm methyl vào bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua, bước tạo ra chế phẩm diisoxyanat, và sau khi chưng cất lần thứ nhất hoặc sau khi chưng cất lần thứ hai ở bước tạo ra chế phẩm diisoxyanat. Theo cách khác, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể được điều chỉnh bằng cách đưa benzyl isoxyanat có nhóm methyl vào trước khi chế phẩm diisoxyanat được trộn với thiol hoặc episulfua trong quy trình tạo ra vật phẩm quang học. Theo cách khác, hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể được điều chỉnh bằng cách đưa nó vào dưới dạng chia nhỏ theo thời gian bổ sung. Theo cách khác, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể được tạo ra trong ít nhất một bước của quy trình nêu trên.

Đo màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng

Bước tạo ra chế phẩm diisoxyanat từ chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen có thể bao gồm bước (aa) cho chế phẩm điamin hydroclorua này phản ứng với triphosgen trong thiết bị phản ứng để thu được dung dịch phản ứng; (ab) đo màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng; và (ac) thu lấy chế phẩm diisoxyanat

từ dung dịch phản ứng này.

Trong phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen, màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng có thể được đo để điều chỉnh các điều kiện phản ứng.

Ví dụ, trong phản ứng của metaxylylendiamin hydroclorua và triphosgen để thu được metaxylylen diisoxyanat, dung dịch phản ứng khi bắt đầu phản ứng có thể là không màu nhưng đục hoặc có màu trắng, và dung dịch phản ứng tại thời điểm khi phản ứng nói chung được hoàn thành có thể là trong suốt hoặc gần với trong suốt với màu nâu nhạt.

Ví dụ, ở bước đo màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng, dung dịch phản ứng có thể có màu nâu nhạt trong suốt.

Cụ thể, dung dịch phản ứng có thể có trị số L^* nằm trong khoảng từ 45 đến 60, trị số a^* nằm trong khoảng từ 3 đến 15, và trị số b^* nằm trong khoảng từ 15 đến 30 trong phối màu CIE-LAB. Cụ thể hơn, dung dịch phản ứng có thể có trị số L^* nằm trong khoảng từ 50 đến 55, trị số a^* nằm trong khoảng từ 5 đến 10, và trị số b^* nằm trong khoảng từ 20 đến 25 trong phối màu CIE-LAB.

Ngoài ra, dung dịch phản ứng có thể có hệ số truyền bằng 60% hoặc lớn hơn, 70% hoặc lớn hơn, 80% hoặc lớn hơn, hoặc 90% hoặc lớn hơn, đối với ánh sáng có bước sóng 550 nm. Ngoài ra, dung dịch phản ứng có thể có độ đục bằng 20% hoặc nhỏ hơn, 10% hoặc nhỏ hơn, 5% hoặc nhỏ hơn, hoặc 3% hoặc nhỏ hơn. Cụ thể, dung dịch phản ứng có thể có hệ số truyền bằng 70% hoặc lớn hơn đối với ánh sáng có bước sóng 550 nm và độ đục bằng 10% hoặc nhỏ hơn. Cụ thể hơn, dung dịch phản ứng có thể có hệ số truyền bằng 80% hoặc lớn hơn đối với ánh sáng có bước sóng 550 nm và độ đục bằng 5% hoặc nhỏ hơn.

Mặt khác, nếu phản ứng của metaxylylendiamin hydroclorua và triphosgen không được hoàn thành, thì dung dịch phản ứng có thể là đục hoặc có kết tủa, và màu sắc có thể là màu nhạt, màu trắng, hoặc không màu. Ngoài ra, nếu các phản ứng phụ xảy ra ở mức độ đáng kể, thì dung dịch phản ứng có thể là đục hoặc có thể có màu không phải là màu nâu nhạt, ví dụ, màu nâu sẫm hoặc có màu sẫm.

Phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen có thể được tiến hành đồng thời với bước đo màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng.

Tức là, trong khi phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen

được tiến hành, màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng có thể được đo trong thời gian thực.

Ngoài ra, để đo được chính xác hơn, một phần của dung dịch phản ứng có thể được thu gom để đo một cách chính xác màu sắc và độ trong của chúng. Ví dụ, việc đo màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng có thể được tiến hành bằng cách thu gom một phần của dung dịch phản ứng và đo màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng được thu gom.

Trong trường hợp đó, đương lượng phản ứng, nhiệt độ phản ứng, hoặc thời gian phản ứng có thể được điều chỉnh theo màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng. Ví dụ, thời gian để chấm dứt phản ứng có thể được xác định theo màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng. Cụ thể, thời gian để chấm dứt phản ứng có thể là lúc sau khi dung dịch phản ứng chuyển sang màu nâu nhạt trong suốt.

Để làm ví dụ, thiết bị phản ứng có thể có cửa sổ quan sát, và việc đo màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng có thể được tiến hành thông qua cửa sổ quan sát này.

Thiết bị phản ứng được nối với một hoặc nhiều tầng của thiết bị ngưng tụ. Khi khí được tạo ra trong thiết bị phản ứng được chuyển đến một hoặc nhiều tầng của thiết bị ngưng tụ, thì dung môi hữu cơ thứ hai có mặt trong khí có thể được ngưng tụ và được tái tuần hoàn đến thiết bị phản ứng.

Một hoặc nhiều tầng của thiết bị ngưng tụ được nối với thiết bị rửa khí thứ nhất và thiết bị rửa khí thứ hai. Khí chuyển từ thiết bị phản ứng đến một hoặc nhiều tầng của thiết bị ngưng tụ chứa khí hydro clorua và khí phosgen, thiết bị rửa khí thứ nhất có thể hoà tan khí hydro clorua trong nước để tạo ra dung dịch nước, và thiết bị rửa khí thứ hai có thể trung hòa khí phosgen bằng dung dịch nước NaOH.

Ngoài ra, thiết bị phản ứng được nối với một hoặc nhiều tầng của thiết bị chưng cất. Dung dịch phản ứng được chuyển đến một hoặc nhiều tầng của thiết bị chưng cất, và một hoặc nhiều tầng của thiết bị chưng cất có thể tách chế phẩm diisoxyanat và dung môi hữu cơ thứ hai ra khỏi dung dịch phản ứng.

Dung môi hữu cơ thứ hai đã được tách ra có thể được tái tuần hoàn dùng cho phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen.

Fig.2 là hình vẽ thể hiện thiết bị xử lý dùng cho phản ứng của chế phẩm điamin

hydroclorua và triphosgen theo một phương án được lấy làm ví dụ của sáng chế.

Trước tiên, thùng thứ nhất (T-1) được nạp dung môi hữu cơ thứ hai và triphosgen, và nhiệt độ được duy trì ở mức không đổi bằng cách hồi lưu nước nóng. Bên trong của thiết bị phản ứng (R-1) được sục nitơ, dung môi hữu cơ thứ hai được đưa vào đó cùng với việc khuấy, chế phẩm diamin hydroclorua được đưa từ từ vào đó, và chúng được khuấy trong khi nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được duy trì ở mức không đổi.

Sau đó, triphosgen trong dung môi hữu cơ thứ hai được đưa từ từ vào thiết bị phản ứng (R-1) từ thùng thứ nhất (T-1). Việc đưa triphosgen vào dung môi hữu cơ thứ hai được tiến hành một lần hoặc được chia thành hai hoặc nhiều lần. Tại thời điểm đó, việc khuấy được thực hiện trong khi nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng (R-1) được duy trì ở mức không đổi. Khi hoàn thành việc đưa vào, phản ứng bổ sung được tiến hành trong khi việc khuấy được thực hiện trong một khoảng thời gian nhất định. Để làm ví dụ, màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng được kiểm tra bằng mắt thường qua cửa sổ quan sát (G-1) được bố trí trong thiết bị phản ứng (R-1). Để làm ví dụ khác, màu sắc và độ trong của dung dịch phản ứng được đo bằng thiết bị quang học qua cửa sổ quan sát (G-1) được bố trí trong thiết bị phản ứng (R-1). Thiết bị quang học này có thể bao gồm máy ảnh kỹ thuật số, quang phổ kế, và thiết bị phân tích quang học.

Khí (dung môi hữu cơ thứ hai, hydro clorua, phosgen, và các chất tương tự) có mặt bên trong thiết bị phản ứng (R-1) được chuyển đến thiết bị ngưng tụ thứ nhất (C-1). Trong thiết bị ngưng tụ thứ nhất (C-1), dung môi hữu cơ thứ hai được ngưng tụ lần thứ nhất bằng cách làm nguội và được tái tuần hoàn đến thiết bị phản ứng (R-1), và khí còn lại được chuyển đến thiết bị ngưng tụ thứ hai (C-2). Trong thiết bị ngưng tụ thứ hai (C-2), dung môi hữu cơ thứ hai được ngưng tụ lần thứ hai bằng cách làm nguội và được tái tuần hoàn đến thiết bị phản ứng (R-1), và khí còn lại được chuyển đến thiết bị ngưng tụ thứ ba (C-3). Trong thiết bị ngưng tụ thứ ba (C-3), dung môi hữu cơ thứ hai được ngưng tụ lần thứ ba bằng cách làm nguội và được tái tuần hoàn đến thiết bị phản ứng (R-1).

Khi dung môi hữu cơ thứ hai được loại ra trong khi nó đi qua thiết bị ngưng tụ nhiều giai đoạn như nêu trên, khí còn lại (hydro clorua, phosgen, và các chất tương

tự) được chuyển đến thiết bị rửa khí thứ nhất (S-1). Trong thiết bị rửa khí thứ nhất (S-1), khí hydro clorua được hoà tan trong nước để thu được dung dịch nước axit clohydric và được cất giữ trong thùng thứ hai (T-2), và khí còn lại được chuyển đến thiết bị rửa khí thứ hai (S-2). Trong thiết bị rửa khí thứ hai (S-2), phosgen (COCl_2) khí có thể được trung hòa bằng dung dịch nước natri hydroxit được cất giữ trong thùng thứ ba (T-3) và được loại ra.

Dung dịch phản ứng thu được từ thiết bị phản ứng (R-1) lần lượt được chuyển đến thiết bị chưng cất thứ nhất (D-1) và thiết bị chưng cất thứ hai (D-2). Trong khi nó được chưng cất lần thứ nhất và lần thứ hai, chế phẩm diisoxyanat và dung môi hữu cơ thứ hai được tách ra khỏi dung dịch phản ứng.

Dung môi hữu cơ thứ hai được tách ra khỏi dung dịch phản ứng có thể được chuyển đến, và được cất giữ trong, thiết bị thu hồi dung môi (V-1). Sau đó, nó có thể được tái tuần hoàn dùng cho phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen.

Ngoài ra, chế phẩm diisoxyanat được tách ra khỏi dung dịch phản ứng có thể còn được lọc và làm khô để thu được thành phẩm.

Quy trình chế tạo vật phẩm quang học

Diisoxyanat được điều chế theo phương án nêu trên có thể được kết hợp với các thành phần khác để tạo ra chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học.

Chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học bao gồm diisoxyanat; và benzyl isoxyanat có nhóm metyl với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hợp chất thơm có nhóm halogen với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, benzyl isoxyanat có nhóm etyl với lượng nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm, hoặc hỗn hợp của chúng.

Chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học còn bao gồm thiol hoặc episulfua.

Chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học có thể được sử dụng để tạo ra vật phẩm quang học, cụ thể thấu kính quang học. Ví dụ, chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học được trộn và được gia nhiệt và được hóa rắn trong khuôn để tạo thấu kính quang học.

Quy trình tạo ra vật phẩm quang học theo một phương án của sáng chế bao gồm bước thứ nhất là cho điamin phản ứng với dung dịch nước axit clohydric để thu được chế phẩm điamin hydroclorua; bước thứ hai là cho chế phẩm điamin hydroclorua này phản ứng với triphosgen ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C hoặc nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C để thu được chế phẩm diisoxyanat; và bước thứ ba là trộn chế phẩm diisoxyanat với thiol hoặc episulfua và polyme hóa và hóa rắn sản phẩm thu được trong khuôn, trong đó hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hàm lượng của hợp chất thơm có nhóm halogen nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, hoặc hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm trong chế phẩm diisoxyanat này.

Hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể được điều chỉnh bằng cách đưa benzyl isoxyanat có nhóm methyl trong phản ứng ở bước thứ nhất, trong phản ứng ở bước thứ hai, sau khi chưng cất lần thứ nhất hoặc sau khi chưng cất lần thứ hai ở bước thứ hai, hoặc trước khi chế phẩm diisoxyanat được trộn với thiol hoặc episulfua ở bước thứ ba.

Ngoài ra, hàm lượng hợp chất thơm có nhóm halogen có thể được điều chỉnh bằng cách đưa vào hợp chất thơm có nhóm halogen trong phản ứng ở bước thứ nhất, trong phản ứng ở bước thứ hai, sau khi chưng cất lần thứ nhất hoặc sau khi chưng cất lần thứ hai ở bước thứ hai, hoặc trước khi chế phẩm diisoxyanat được trộn với thiol hoặc episulfua ở bước thứ ba.

Ngoài ra, điamin là xylylendiamin, và chế phẩm diisoxyanat này có thể còn chứa xylylen diisoxyanat.

Thiol có thể là polythiol chứa hai hoặc nhiều nhóm SH. Nó có thể là hợp chất béo, vòng béo, hoặc nhân thơm. Episulfua có thể có hai hoặc nhiều nhóm thioepoxy. Nó có thể là hợp chất béo, vòng béo, hoặc nhân thơm.

Ví dụ cụ thể về thiol bao gồm bis(2-mercaptoetyl) sulfua, 4-mercaptometyl-1,8-đimecapto-3,6-đithiaoctan, 2,3-bis(2-mercaptoetylthio)propan-1-thiol, 2,2-bis(mercaptometyl)-1,3-propandithiol, tetrakis(mercaptometyl)metan, 2-(2-mercaptoetylthio)propan-1,3-đithiol, 2-(2,3-bis(2-mercaptoetylthio)propylthio)etanthiol, bis(2,3-đimecaptopropanyl) sulfua, bis(2,3-

dimecaptopropanyl) disulfua, 1,2-bis(2-mercaptoethylthio)-3-mercaptopropan, 1,2-bis(2-(2-mercaptoethylthio)-3-mercaptopropylthio)etan, bis(2-(2-mercaptoethylthio)-3-mercaptopropyl) sulfua, bis(2-(2-mercaptoethylthio)-3-mercaptopropyl) disulfua, 2-(2-mercaptoethylthio)-3-2-mercapto-3-[3-mercapto-2-(2-mercaptoethylthio)-propylthio]propylthio-propan-1-thiol, 2,2-bis-(3-mercapto-propionyloxymetyl)-butyl este, 2-(2-mercaptoethylthio)-3-(2-(2-[3-mercapto-2-(2-mercaptoethylthio)-propylthio]ethylthio)ethylthio)propan-1-thiol, (4R,11S)-4,11-bis(mercaptometyl)-3,6,9,12-tetrathiatetradecan-1,14-dithiol, (S)-3-((R-2,3-dimecaptopropyl)thio)propan-1,2-dithiol, (4R,14R)-4,14-bis(mercaptometyl)-3,6,9,12,15-pentathiaheptan-1,17-dithiol, (S)-3-((R-3-mercapto-2-((2-mercaptoethyl)thio)propyl)thio)-2-((2-mercaptoethyl)thio)propan-1-thiol, 3,3'-dithiobis(propan-1,2-dithiol), (7R,11S)-7,11-bis(mercaptometyl)-3,6,9,12,15-pentathiaheptadecan-1,17-dithiol, (7R,12S)-7,12-bis(mercaptometyl)-3,6,9,10,13,16-hexathiaoctadecan-1,18-dithiol, 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan, pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), trimetylolpropan tris(3-mercaptopropionat), pentaethritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), bispentaerythritol-ete-hexakis(3-mercaptopropionat), 1,1,3,3-tetrakis(mercaptomethylthio)propan, 1,1,2,2-tetrakis(mercaptomethylthio)etan, 4,6-bis(mercaptomethylthio)-1,3-dithian, 2-(2,2-bis(mercaptodimethylthio)etyl)-1,3-dithian, 2,5-bismercaptometyl-1,4-dithian, bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithiaundecan-1,11-dithiol.

Ví dụ, thiol có thể là 2-(2-mercaptoethylthio)propan-1,3-dithiol, 2,3-bis(2-mercaptoethylthio)propan-1-thiol, 2-(2,3-bis(2-mercaptoethylthio)propylthio)etanthiol, 1,2-bis(2-mercaptoethylthio)-3-mercaptopropan, 1,2-bis(2-(2-mercaptoethylthio)-3-mercaptopropylthio)-etan, bis(2-(2-mercaptoethylthio)-3-mercaptopropyl) sulfua, 2-(2-mercaptoethylthio)-3-2-mercapto-3-[3-mercapto-2-(2-mercaptoethylthio)-propylthio]propylthio-propan-1-thiol, 2,2'-thiodietanthiol, 4,14-bis(mercaptometyl)-3,6,9,12,15-pentathiaheptadecan-1,17-dithiol, 2-(2-mercaptoethylthio)-3-[4-(1-{4-[3-mercapto-2-(2-mercaptoethylthio)-propoxy]-phenyl}-1-metyletyl)-phenoxy]-propan-1-thiol, pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), pentaerythritol mercaptoaxetat,

trimetanolpropantrimercaptopropionat, glyxerol trimecaptopropionat, dipentaerythritol hexamercaptopropionat, hoặc 2,5-bismercaptometyl-1,4-đithian.

Thiol có thể là một hoặc hai hoặc nhiều hợp chất bất kỳ trong số các hợp chất được lấy làm ví dụ, nhưng phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở các hợp chất này.

Ngoài ra, ví dụ cụ thể về episulfua bao gồm bis(β -epithiopropylthio)metan, 1,2-bis(β -epithiopropylthio)etan, 1,3-bis(β -epithiopropylthio)propan, 1,2-bis(β -epithiopropylthio)propan, 1-(β -epithiopropylthio)-2-(β -epithiopropylthiometyl)propan, 1,4-bis(β -epithiopropylthio)butan, 1,3-bis(β -epithiopropylthio)butan, 1-(β -epithiopropylthio)-3-(β -epithiopropylthiometyl)butan, 1,5-bis(β -epithiopropylthio)pentan, 1-(β -epithiopropylthio)-4-(β -epithiopropylthiometyl)pentan, 1,6-bis(β -epithiopropylthio)hexan, 1-(β -epithiopropylthio)-5-(β -epithiopropylthiometyl)hexan, 1-(β -epithiopropylthio)-2-[(2- β -epithiopropylthioethyl)thio]etan, 1-(β -epithiopropylthio)-2-[[2-(2- β -epithiopropylthioethyl)thioethyl]thio]etan, tetakis(β -epithiopropylthiometyl)metan, 1,1,1-tris(β -epithiopropylthiometyl)propan, 1,5-bis(β -epithiopropylthio)-2-(β -epithiopropylthiometyl)-3-thiapentan, 1,5-bis(β -epithiopropylthio)-2,4-bis(β -epithiopropylthiometyl)-3-thiapentan, 1-(β -epithiopropylthio)-2,2-bis(β -epithiopropylthiometyl)-4-thiahexan, 1,5,6-tris(β -epithiopropylthio)-4-(β -epithiopropylthiometyl)-3-thiahexan, 1,8-bis(β -epithiopropylthio)-4-(β -epithiopropylthiometyl)-3,6-đithiaoctan, 1,8-bis(β -epithiopropylthio)-4,5-bis(β -epithiopropylthiometyl)-3,6-đithiaoctan, 1,8-bis(β -epithiopropylthio)-4,4-bis(β -epithiopropylthiometyl)-3,6-đithiaoctan, 1,8-bis(β -epithiopropylthio)-2,4,5-tris(β -epithiopropylthiometyl)-3,6-đithiaoctan, 1,8-bis(β -epithiopropylthio)-2,5-bis(β -epithiopropylthiometyl)-3,6-đithiaoctan, 1,9-bis(β -epithiopropylthio)-5-(β -epithiopropylthiometyl)-5-[(2- β -epithiopropylthioethyl)thiometyl]-3,7-đitianonan, 1,10-bis(β -epithiopropylthio)-5,6-bis[(2- β -epithiopropylthioethyl)thio]-3,6,9-trithiađecan, 1,11-bis(β -epithiopropylthio)-4,8-bis(β -epithiopropylthiometyl)-3,6,9-trithiaundecan, 1,11-bis(β -epithiopropylthio)-5,7-bis(β -epithiopropylthiometyl)-3,6,9-trithiaundecan, 1,11-bis(β -epithiopropylthio)-5,7-[(2- β -epithiopropylthioethyl)thiometyl]-3,6,9-trithiaundecan, 1,11-bis(β -epithiopropylthio)-

4,7-bis(β -epithiopropylthiometyl)-3,6,9-trithiaundecan, 1,3-bis(β -epithiopropylthio)xyclohexan, 1,4-bis(β -epithiopropylthio)xyclohexan, 1,3-bis(β -epithiopropylthiometyl)xyclohexan, 1,4-bis(β -epithiopropylthiometyl)xyclohexan, bis[4-(β -epithiopropylthio)xyclohexyl]metan, 2,2-bis[4-(β -epithiopropylthio)xyclohexyl]propan, bis[4-(β -epithiopropylthio)xyclohexyl] sulfua, 2,5-bis(β -epithiopropylthiometyl)-1,4-dithian, 2,5-bis(β -epithiopropylthioethylthiometyl)-1,4-dithian, 1,3-bis(β -epithiopropylthio)benzen, 1,4-bis(β -epithiopropylthio)benzen, 1,3-bis(β -epithiopropylthiometyl)benzen, 1,4-bis(β -epithiopropylthiometyl)benzen, bis[4-(β -epithiopropylthio)phenyl]metan, 2,2-bis[4-(β -epithiopropylthio)phenyl]propan, bis[4-(β -epithiopropylthio)phenyl] sulfua, bis[4-(β -epithiopropylthio)phenyl] sulfmôt, và 4,4'-bis(β -epithiopropylthio)biphenyl.

Episulfua có thể là một hoặc hai hoặc nhiều hợp chất bất kỳ trong số các hợp chất được lấy làm ví dụ, nhưng phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở các hợp chất này. Ngoài ra, episulfua có thể là hợp chất trong đó ít nhất một trong số các nguyên tử hydro trong nhóm thioepoxy của nó được thế bằng nhóm methyl.

Chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học có thể chứa chế phẩm diisoxyanat và thiol hoặc episulfua ở trạng thái hỗn hợp hoặc ở trạng thái riêng biệt. Tức là, trong chế phẩm dễ polyme hóa, chúng có thể ở trạng thái được hóa hợp tiếp xúc với nhau hoặc được tách ra khỏi nhau sao cho chúng không tiếp xúc với nhau.

Chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học có thể chứa thiol hoặc episulfua và chế phẩm diisoxyanat với tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 2:8 đến 8:2, nằm trong khoảng từ 3:7 đến 7:3, hoặc nằm trong khoảng từ 4:6 đến 6:4.

Chất xúc tác, chất độn mạch, chất tạo liên kết ngang, chất làm ổn định tia cực tím, chất chống oxy hoá, chất chống tạo màu, thuốc nhuộm, chất độn, chất giải phóng, và tương tự có thể còn được bổ sung tùy thuộc vào mục đích mà chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học và vật phẩm quang học được chế tạo.

Thiol hoặc episulfua được trộn với chế phẩm diisoxyanat và các chất phụ gia khác, mà được khử bọt, được phun vào khuôn, và được polyme hóa từ từ trong khi nhiệt độ được nâng dần lên từ thấp đến cao. Nhựa được hóa rắn bằng cách gia nhiệt để tạo ra vật phẩm quang học.

Nhiệt độ polyme hoá có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 20°C đến 150°C, cụ thể

là nằm trong khoảng từ 25°C đến 120°C. Ngoài ra, chất xúc tác phản ứng, mà thường được sử dụng để tạo ra polythiouretan, có thể được sử dụng để kiểm soát tốc độ phản ứng. Ví dụ cụ thể về chất xúc tác phản ứng là như được lấy làm ví dụ trên đây.

Ngoài ra, nếu cần, vật phẩm quang học được chế tạo như vậy có thể được xử lý vật lý hoặc hoá học như phủ chống phản xạ, tăng cứng, tăng cường khả năng chịu mài mòn và khả năng chịu hóa chất, chống sương mù, đánh bóng bề mặt, xử lý chống tĩnh điện, xử lý tạo lớp phủ cứng, xử lý chống phản xạ, và xử lý nhuộm màu.

Vật phẩm quang học

Vật phẩm quang học theo một phương án của sáng chế bao gồm polythiouretan được polyme hóa từ chế phẩm diisoxyanat và thiol hoặc episulfua, trong đó hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm methyl nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hàm lượng của hợp chất thơm có nhóm halogen nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, hoặc hàm lượng benzyl isoxyanat có nhóm etyl nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm trong chế phẩm diisoxyanat này.

Vật phẩm quang học này không chỉ có độ trong, chỉ số khúc xạ, và chỉ số màu vàng mỹ mãn, mà còn có khả năng làm tăng độ bền chống va đập và ngăn ngừa việc xuất hiện các đường vân và bị đục.

Ví dụ, vật phẩm quang học này có thể có chỉ số khúc xạ bằng 1,55 hoặc lớn hơn, cụ thể chỉ số khúc xạ nằm trong khoảng từ 1,55 đến 1,77. Ngoài ra, vật phẩm quang học này có thể có chỉ số Abbe nằm trong khoảng từ 30 đến 50, cụ thể nằm trong khoảng từ 30 đến 45 hoặc nằm trong khoảng từ 31 đến 40. Ngoài ra, vật phẩm quang học này có thể có mức độ truyền sáng bằng 80% hoặc lớn hơn, 85% hoặc lớn hơn, hoặc 87% hoặc lớn hơn, đó có thể là tổng mức độ truyền sáng. Ngoài ra, vật phẩm quang học này có thể có chỉ số màu vàng (Y.I.) bằng 30 hoặc nhỏ hơn, bằng 25 hoặc nhỏ hơn, bằng 22 hoặc nhỏ hơn, hoặc bằng 20 hoặc nhỏ hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 1 đến 25 hoặc nằm trong khoảng từ 10 đến 22. Cụ thể, vật phẩm quang học này có thể có hệ số truyền bằng 85% hoặc lớn hơn và chỉ số màu vàng bằng 22 hoặc nhỏ hơn.

Ngoài ra, vật phẩm quang học này có thể có năng lượng chống va đập mỹ mãn nằm trong khoảng thích hợp. Năng lượng chống va đập có thể được đo bằng thế

năng của một vật nặng mà làm vỡ mẫu được tạo ra dưới dạng đĩa có đường kính 80 mm và độ dày 1,2 mm khi các viên bi bằng thép có khối lượng khác nhau được cho rơi xuống đó theo trình tự từ viên bi nặng đến viên bi nặng từ độ cao 127 cm ở nhiệt độ 20°C theo các tiêu chuẩn thử nghiệm của US FDA. Cụ thể, mỗi viên bi bằng thép viên có khối lượng 16 g, 32 g, 65 g, 100 g, 200 g, hoặc 300 g được sử dụng trong thử nghiệm thả bi từ các độ cao khác nhau để đo thể năng khi vật phẩm quang học, cụ thể là thấu kính quang học, bị vỡ. Ví dụ, thể năng (E_p) là 0,2 (J) ($E_p = mgh = 0,016 \times 9,8 \times 1,27 = 0,2$ (J)) đối với 16 g và 127 cm theo tiêu chuẩn FDA. Nếu mẫu vượt qua thử nghiệm thả viên bi bằng thép nặng 16 g, thì thể năng (E_p) được tính toán bằng cách sử dụng viên bi thép nặng 32 g. Nếu mẫu vượt qua thử nghiệm này, mỗi viên bi bằng thép có khối lượng 65 g, 100 g, 200 g, hoặc 300 g lần lượt được sử dụng để đo thể năng khi mẫu này cuối cùng bị vỡ.

Vật phẩm quang học theo một phương án của sáng chế có năng lượng chống va đập mỹ mãn (E) như được đo bằng phương pháp nêu trên, nằm trong khoảng từ 0,3 J đến 3,0 J, nằm trong khoảng từ 0,4 J đến 3,0 J, nằm trong khoảng từ 0,4 J đến 2,5 J, nằm trong khoảng từ 0,6 J đến 3,0 J, nằm trong khoảng từ 0,6 J đến 2,8 J, nằm trong khoảng từ 0,8 J đến 2,8 J, nằm trong khoảng từ 0,8 J đến 2,5 J, nằm trong khoảng từ 0,4 J đến 4,0 J, nằm trong khoảng từ 0,4 J đến 3,7 J, nằm trong khoảng từ 0,6 J đến 4,0 J, nằm trong khoảng từ 0,6 J đến 3,7 J, hoặc nằm trong khoảng từ 0,8 J đến 1,6 J.

Do vậy, chế phẩm diisoxyanat chứa hàm lượng cụ thể của benzyl isoxyanat có nhóm metyl, hợp chất thơm có nhóm halogen, hoặc benzyl isoxyanat có nhóm etyl được sử dụng để tạo ra vật phẩm quang học, nhờ đó cải thiện các tính chất quang học bằng cách ngăn ngừa sự xuất hiện hóa vàng, các đường vân, và hiện tượng đục và đồng thời còn làm tăng các tính chất cơ học như độ bền chống va đập. Có thể có lợi nếu nó được sử dụng để chế tạo thấu kính chất lượng cao dùng cho kính mắt, dùng cho camera, và các thấu kính tương tự khác.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, các phương án cụ thể hơn được minh họa, nhưng phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án này.

Ví dụ 1-1

Bước 1: Tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua

Thiết bị phản ứng loại 4 cổ có dung tích 5 lit, được nạp 1009,4 g (9,46 mol) dung dịch nước chứa 35% axit clohydric, tiếp đó là giảm nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng xuống 15°C cùng với việc khuấy. Trong khi nhiệt độ của thiết bị phản ứng được duy trì thấp hơn 60°C, 600,0 g (4,4 mol) metaxylylendi-amin (m-XDA) được đưa vào trong thời gian 1 giờ. Khi hoàn thành việc đưa vào, nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được giảm xuống 10°C, và hỗn hợp này được khuấy trong thời gian 1 giờ. Sau đó, 1.320 g dung môi hữu cơ là tetrahydrofuran được đưa vào, và nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được giảm xuống -5°C, tiếp đó là khuấy trong thời gian 1 giờ. Khi hoàn thành phản ứng, nó được lọc chân không nhờ sử dụng thiết bị lọc, và tetrahydrofuran đã được lọc được thu hồi để tái sử dụng. Mức độ thu hồi tetrahydrofuran là 82%. Sau khi lọc chân không, thu được chế phẩm metaxylylendi-amin (m-XDA) hydroclorua. Để loại bỏ dung môi hữu cơ và nước còn lại, việc làm khô được thực hiện trong điều kiện nhiệt độ bên ngoài của thiết bị phản ứng là 90°C và áp suất bơm chân không là 0,1 torr (13,332 Pa) để thu được chế phẩm metaxylylendi-amin (m-XDA) hydroclorua thành phẩm.

Bước 2: Tạo ra chế phẩm điisoxyanat

Thiết bị phản ứng A được nạp 800 g chế phẩm m-XDA hydroclorua được điều chế trên đây và 3.550 g orthodiclobenzen (ODCB), tiếp đó là nâng nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng đến khoảng 125°C cùng với việc khuấy. Thiết bị phản ứng B được nạp 950 g triphosgen (BTMC) và 800 g ODCB, được khuấy ở nhiệt độ khoảng 60°C để hòa tan. Trong khi nhiệt độ được duy trì ở 125°C sao cho không để làm kết tủa, nó được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng A trong thời gian 24 giờ. Khi hoàn thành việc bổ sung từng giọt, hỗn hợp này được khuấy trong thời gian 4 giờ. Khi hoàn thành phản ứng, khí nitơ được thổi vào dung môi bằng cách sục ở nhiệt độ 125°C để loại khí. Nó được làm nguội đến 10°C, và các chất rắn còn lại được lọc qua xelit. Sau đó, dung môi hữu cơ (ODCB) được loại ra, và m-XDI được tinh chế bằng cách chưng cất trong các điều kiện chưng cất sau. Việc loại bỏ dung

môi hữu cơ (việc chưng cất lần thứ nhất) được tiến hành trong thời gian 8 giờ ở áp suất 0,5 torr (66,66 Pa) hoặc thấp hơn và nhiệt độ 60°C. Việc chưng cất m-XDI (việc chưng cất lần thứ hai) được tiến hành trong thời gian 10 giờ ở áp suất 0,1 torr (13,332 Pa) hoặc thấp hơn và nhiệt độ 120°C. 3-methylbenzyl isoxyanat được bổ sung sau khi chưng cất (việc chưng cất lần thứ hai) để thu được chế phẩm m-XDI, trong đó nồng độ của 3-methylbenzyl isoxyanat trong chế phẩm được điều chỉnh đến 5ppm.

Chế tạo vật phẩm quang học

49,3 phần khối lượng 4,8-bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithiaundecan-1,11-dithiol, 50,7 phần khối lượng chế phẩm m-XDI được tạo ra trên đây, 0,01 phần khối lượng dibutyltin diclorua, và 0,1 phần khối lượng chất giải phóng phosphat este (ZELEC[®] UN Stepan) được trộn đồng nhất, được khử bọt ở áp suất 600 Pa trong thời gian 1 giờ, được lọc qua thiết bị lọc Teflon loại 3 µm, và được phun vào khuôn được làm từ khuôn thuỷ tinh và băng dán. Khuôn này được duy trì ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 8 giờ và được gia nhiệt từ từ đến 130°C ở tốc độ không đổi trong thời gian 8 giờ, và quá trình polyme hoá được tiến hành ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 2 giờ. Các vật đúc được tháo ra khỏi khuôn và được hóa rắn tiếp ở nhiệt độ 120°C trong thời gian 2 giờ để thu được thấu kính quang học (hoặc vật phẩm quang học).

Các ví dụ từ 1-2 đến 1-7

Chế phẩm m-XDI và thấu kính quang học thu được theo cùng cách như trong ví dụ 1-1, chỉ khác là thời gian và nồng độ của 3-methylbenzyl isoxyanat được đưa vào được điều chỉnh như được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây.

Các ví dụ so sánh 1-1 đến 1-7

Chế phẩm m-XDI và thấu kính quang học thu được theo cùng cách như trong ví dụ 1-1, chỉ khác là thời gian và nồng độ của 3-methylbenzyl isoxyanat được đưa vào được điều chỉnh như được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây.

Phương pháp đánh giá

Các ví dụ và ví dụ so sánh được đánh giá như sau.

(1) chỉ số khúc xạ (nd20)

Chỉ số khúc xạ pha rắn (nd20) được đo ở nhiệt độ 20°C bằng khúc xạ kế DR-M4 của Abbe.

(2) Chỉ số màu vàng (Y.I.) và mức độ truyền sáng

Thấu kính quang học được chế tạo dưới dạng hình trụ có bán kính 16 mm và chiều cao 45 mm. Ánh sáng được truyền theo hướng chiều cao để đo chỉ số màu vàng và hệ số truyền. Chỉ số màu vàng được tính toán theo phương trình sau dựa trên các trị số của x và y, là các kết quả đo được.

[Phương trình 1]

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

(3) Đường vân

Thấu kính có đường kính 75mm với -2,00 và -8,00 D được tạo ra. Ánh sáng từ nguồn ánh là đèn thủy ngân được truyền qua thấu kính này. Ánh sáng truyền qua này được chiếu vào tấm màu trắng, và sự có mặt hay không có mặt sự phản quang được kiểm tra bằng mắt để xác định mức độ tạo đường vân.

(4) Độ đục (độ mờ)

Thấu kính đã được hóa rắn được chiếu vào máy chiếu trong phòng tối để quan sát xem thấu kính có bị đục hoặc có chất làm mờ đục bất kỳ bằng mắt thường hay không.

Không đục: thấu kính không bị đục và không có chất làm đục

Đục: thấu kính bị đục hoặc có chất làm đục

(5) Độ bền chống va đập

Độ bền chống va đập được đo dưới dạng thể năng của một vật nặng mà làm vỡ mẫu được tạo ra dưới dạng đĩa có đường kính 80 mm và độ dày 1,2 mm khi các viên bi bằng thép có khối lượng khác nhau được cho rơi xuống đó theo trình tự từ viên bi nặng đến viên bi nhẹ từ độ cao 127 cm ở nhiệt độ 20°C theo các tiêu chuẩn thử nghiệm của US FDA.

Mỗi viên bi bằng thép có khối lượng 16 g, 32 g, 65 g, 100 g, 200 g, hoặc 300 g được sử dụng trong thử nghiệm thả bi từ các độ cao khác nhau để đo thể năng khi thấu kính bị vỡ.

Ví dụ tính toán 1: Thể năng (Ep) đối với 16 g và 127 cm theo tiêu chuẩn FDA

$$E_p = mgh = 0,016 \times 9,8 \times 1,27 = 0,2 \text{ (J)}$$

Ví dụ tính toán 2: Thế năng đối với 67 g và 127 cm theo các tiêu chuẩn an toàn công nghiệp

$$E_p = mgh = 0,067 \times 9,8 \times 1,27 = 0,83 \text{ (J)}$$

Bảng 1

	m-xylylen điisoxyanat (% khối lượng)	3-methylbenzyl isoxyanat		Thấu kính quang học				
		Thời gian đưa vào	Nồng độ của chất đưa vào	Đường vân	Độ đục	Hệ số truyền	Y.I.	Độ bền chống va đập (J)
Ví dụ 1-1	99,9	Sau khi chưng cất	5ppm	Không	Không	91%	19	0,4 J
Ví dụ 1-2	99,9	Trước khi trộn	5ppm	Không	Không	91%	19	0,4 J
Ví dụ 1-3	99,9	Sau khi chưng cất	20ppm	Không	Không	91%	20	0,8 J
Ví dụ 1-4	99,9	Trước khi trộn	20ppm	Không	Không	90%	19	0,8 J
Ví dụ 1-5	99,9	Sau khi chưng cất	150ppm	Không	Không	90%	19	1,2 J
Ví dụ 1-6	99,9	Trước khi trộn	150ppm	Không	Không	89%	20	1,2 J
Ví dụ 1-7	99,9	Sau khi chưng cất	200ppm	Không	Không	89%	21	2,5 J
Ví dụ so sánh 1-1	99,9	Không bổ sung	0,0	Không	Không	91%	20	0,2 J
Ví dụ so sánh 1-2	99,9	Sau khi chưng cất	1ppm	Không	Không	90%	20	0,2 J
Ví dụ so sánh 1-3	99,9	Trước khi trộn	1ppm	Không	Không	91%	20	0,2 J
Ví dụ so sánh 1-4	99,9	Sau khi chưng cất	3-4ppm	Không	Không	91%	20	0,2 J
Ví dụ so sánh 1-5	99,9	Trước khi trộn	3-4ppm	Không	Không	91%	19	0,2 J
Ví dụ so sánh 1-6	99,9	Sau khi chưng cất	220ppm	Không	Có	84%	20	2,5 J
Ví dụ so sánh 1-7	99,9	Trước khi trộn	220ppm	Không	Có	84%	20	2,5 J

Như có thể thấy được từ bảng nêu trên, vật phẩm quang học là thấu kính quang học được chế tạo bằng cách sử dụng chế phẩm điisoxyanat trong các ví dụ của sáng chế này có độ bền chống va đập mỹ mãn trong khoảng thích hợp so với thấu kính quang học trong các ví dụ so sánh, và chúng chúng không có các đường vân và bị đục.

Cụ thể, thấu kính quang học trong các ví dụ 1-1 đến 1-7, chúng không có các đường vân và bị đục, hệ số truyền cao bằng 89% hoặc lớn hơn, chỉ số màu vàng thấp, và độ bền chống va đập là mỹ mãn vì có năng lượng chống va đập là mỹ mãn nằm trong khoảng từ 0,4 J đến 2,5 J.

Trong khi đó, các kết quả tương tự thu được bất kể 3-methylbenzyl isoxyanat được bổ sung trước khi chế phẩm diisoxyanat được trộn với thiol hoặc episulfua hoặc sau khi chưng cất.

Trái lại, trong các ví dụ so sánh 1-1 đến 1-5, trong đó hàm lượng 3-methylbenzyl isoxyanat là 4ppm hoặc nhỏ hơn, độ bền chống va đập là rất thấp bằng 0,2 J mặc dù các đường vân và hiện tượng đục đã không xảy ra.

Trong khi đó, trong các ví dụ so sánh 1-6 và 1-7, trong đó hàm lượng 3-methylbenzyl isoxyanat là rất lớn, bằng 220ppm, thì bị đục, và hệ số truyền rất thấp chỉ là 85% hoặc nhỏ hơn.

Do đó, chế phẩm diisoxyanat theo một phương án của sáng chế có các tính chất quang học cũng như các tính chất cơ học mỹ mãn khi được dùng để tạo ra thấu kính quang học. Do vậy, nó thích hợp để dùng làm thấu kính quang học chất lượng cao.

Ví dụ 2-1

Bước 1: Tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua

Thiết bị phản ứng loại 4 cổ có dung tích 5 lit được nạp 1009,4 g (9,46 mol) dung dịch nước chứa 35% axit clohydric, tiếp đó là giảm nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng xuống 15°C cùng với việc khuấy. Trong khi nhiệt độ của thiết bị phản ứng được duy trì thấp hơn 60°C, 600,0 g (4,4 mol) metaxylylendiain (m-XDA) được đưa vào trong thời gian 1 giờ. Khi hoàn thành việc đưa vào, nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được giảm xuống 10°C, và hỗn hợp này được khuấy trong thời gian 1 giờ. Sau đó, 1.320 g dung môi hữu cơ là tetrahydrofuran được đưa vào, và nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được giảm xuống -5°C, tiếp đó là khuấy trong thời gian 1 giờ. Khi hoàn thành phản ứng, nó được lọc chân không nhờ sử dụng thiết bị lọc, và tetrahydrofuran đã được lọc được thu hồi để tái sử dụng. Mức độ thu hồi tetrahydrofuran là 82%. Sau khi lọc chân không, thu được metaxylylendiain (m-XDA) hydroclorua chế phẩm. Để loại bỏ dung môi hữu cơ và nước còn lại, việc làm

khô được thực hiện trong điều kiện nhiệt độ bên ngoài của thiết bị phản ứng là 90°C và áp suất bơm chân không là 0,1 torr (13,332 Pa) để thu được chế phẩm thành phẩm metaxylylendiamin (m-XDA) hydroclorua.

Bước 2: Tạo ra chế phẩm diisoxyanat

Thiết bị phản ứng A được nạp 800 g chế phẩm m-XDA hydroclorua được điều chế trên đây và 3.550 g orthodichlobenzen (ODCB), tiếp đó là nâng nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng đến khoảng 125°C cùng với việc khuấy. Thiết bị phản ứng B được nạp 950 g triphosgen (BTMC) và 800 g ODCB, được khuấy ở nhiệt độ khoảng 60°C để hòa tan. Trong khi nhiệt độ được duy trì ở 125°C sao cho không để làm kết tủa, nó được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng A trong thời gian 24 giờ. Khi hoàn thành việc bổ sung từng giọt, hỗn hợp này được khuấy trong thời gian 4 giờ. Khi hoàn thành phản ứng, khí nitơ được thổi vào dung môi bằng cách sục ở nhiệt độ 125°C để loại khí. Nó được làm nguội đến 10°C, và các chất rắn còn lại được lọc qua xelit. Sau đó, dung môi hữu cơ (ODCB) được loại ra, và m-XDI được tinh chế bằng cách chưng cất trong các điều kiện chưng cất sau. Việc loại bỏ dung môi hữu cơ (việc chưng cất lần thứ nhất) được tiến hành trong thời gian 8 giờ ở áp suất 0,5 torr (66,66 Pa) hoặc thấp hơn và nhiệt độ 60°C. Việc chưng cất m-XDI (việc chưng cất lần thứ hai) được tiến hành trong thời gian 10 giờ ở áp suất 0,1 torr (13,332 Pa) hoặc thấp hơn và nhiệt độ 120°C. 1,3-bis(clometyl)benzen được bổ sung sau khi chưng cất (việc chưng cất lần thứ hai) để thu được chế phẩm m-XDI, trong đó nồng độ của 1,3-bis(clometyl)benzen trong chế phẩm được điều chỉnh đến 5ppm.

Chế tạo vật phẩm quang học

49,3 phần khối lượng 4,8-bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithiaundecan-1,11-dithiol, 50,7 phần khối lượng chế phẩm m-XDI được tạo ra trên đây, 0,01 phần khối lượng dibutyltin điclorua, và 0,1 phần khối lượng chất giải phóng phosphat este (ZELEC® UN Stepan) được trộn đồng nhất, được khử bọt ở áp suất 600 Pa trong thời gian 1 giờ, được lọc qua thiết bị lọc Teflon loại 3 µm, và được phun vào khuôn được làm từ khuôn thủy tinh và băng dán. Khuôn này được duy trì ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 8 giờ và được gia nhiệt từ từ đến 130°C ở tốc độ không đổi trong thời gian 8 giờ,

và quá trình polyme hoá được tiến hành ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 2 giờ. Các vật đúc được tháo ra khỏi khuôn và được hóa rắn tiếp ở nhiệt độ 120°C trong thời gian 2 giờ để thu được thấu kính quang học (hoặc vật phẩm quang học).

Các ví dụ từ 2-2 đến 2-12

Chế phẩm m-XDI và thấu kính quang học thu được theo cùng cách như trong ví dụ 2-1, chỉ khác là thời gian và nồng độ của 1,3-bis(clometyl)benzen được đưa vào được điều chỉnh như được thể hiện trong Bảng 2 dưới đây.

Các ví dụ so sánh từ 2-1 đến 2-7

Chế phẩm m-XDI và thấu kính quang học thu được theo cùng cách như trong ví dụ 2-1, chỉ khác là thời gian và nồng độ của 1,3-bis(clometyl)benzen được đưa vào được điều chỉnh như được thể hiện trong Bảng 2 dưới đây.

Phương pháp đánh giá

Các ví dụ và ví dụ so sánh được đánh giá như sau.

(1) chỉ số khúc xạ (nd20)

Chỉ số khúc xạ pha rắn (nd20) được đo ở nhiệt độ 20°C bằng khúc xạ kế DR-M4 của Abbe.

(2) Chỉ số màu vàng (Y.I.) và mức độ truyền sáng

Thấu kính quang học được chế tạo dưới dạng hình trụ có bán kính 16 mm và chiều cao 45 mm. Ánh sáng được truyền theo hướng chiều cao để đo chỉ số màu vàng và hệ số truyền. Chỉ số màu vàng được tính toán theo phương trình sau dựa trên các trị số của x và y, là các kết quả đo được. $Y.I. = (234x + 106y)/y$.

(3) Đường vân

Thấu kính có đường kính 75 mm có trị số D bằng -2,00 và -8,00 được tạo ra. Nguồn ánh là ánh sáng từ đèn thủy ngân được truyền qua thấu kính. Ánh sáng truyền qua này được chiếu vào tấm màu trắng, và sự có mặt hay không có mặt sự phản quang được kiểm tra bằng mắt để xác định mức độ tạo đường vân.

(4) Độ đục (độ mờ)

Thấu kính đã được hóa rắn được chiếu vào máy chiếu trong phòng tối để quan

sát xem thấu kính có bị đục hoặc có chất làm mờ đục bất kỳ bằng mắt thường.

Không đục: thấu kính không bị đục và không có chất làm đục

Đục: thấu kính bị đục hoặc có chất làm đục

(5) Độ bền chống va đập

Độ bền chống va đập được đo dưới dạng thế năng của một vật nặng mà làm vỡ mẫu được tạo ra dưới dạng đĩa có đường kính 80 mm và độ dày 1,2 mm khi các viên bi bằng thép có khối lượng khác nhau được cho rơi xuống đó theo trình tự từ viên bi nặng đến viên bi nặng từ độ cao 127 cm ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C theo các tiêu chuẩn thử nghiệm của US FDA.

Mỗi viên bi bằng thép có khối lượng 16 g, 32 g, 65 g, 100 g, 200 g, hoặc 300 g được sử dụng trong thử nghiệm thả bi từ các độ cao khác nhau để đo thế năng khi thấu kính bị vỡ.

Ví dụ tính toán 1: Thế năng (E_p) đối với 16 g và 127 cm theo tiêu chuẩn FDA

$$E_p = mgh = 0,016 \times 9,8 \times 1,27 = 0,2 \text{ (J)}$$

Ví dụ tính toán 2: Thế năng đối với 67 g và 127 cm theo các tiêu chuẩn an toàn công nghiệp

$$E_p = mgh = 0,067 \times 9,8 \times 1,27 = 0,83 \text{ (J)}$$

Bảng 2

	m-xylylen điisoxyanat (% khối lượng)	1,3-bis(clometyl)benzen		Thấu kính quang học				
		Thời gian đưa vào	Nồng độ của chất đưa vào	Đường vân	Độ đục	Độ truyền	Y.I.	Độ bền chống va đập
Ví dụ 2-1	99,9	Sau khi chưng cất	5ppm	Không	Không	91%	19	0,4 J
Ví dụ 2-2	99,9	Trước khi trộn	5ppm	Không	Không	91%	19	0,4 J
Ví dụ 2-3	99,9	Sau khi chưng cất	20ppm	Không	Không	91%	20	0,8 J
Ví dụ 2-4	99,9	Trước khi trộn	20ppm	Không	Không	91%	19	0,8 J
Ví dụ 2-5	99,9	Sau khi chưng cất	150ppm	Không	Không	90%	19	1,2 J
Ví dụ 2-6	99,9	Trước khi trộn	150ppm	Không	Không	90%	20	1,2 J
Ví dụ 2-7	99,9	Sau khi chưng cất	300ppm	Không	Không	89%	21	2,5 J
Ví dụ 2-8	99,9	Trước khi trộn	300ppm	Không	Không	89%	21	2,5 J

Ví dụ 2-9	99,9	Sau khi chưng cất	500ppm	Không	Không	89%	22	2,5 J
Ví dụ 2-10	99,9	Trước khi trộn	500ppm	Không	Không	88%	22	2,5 J
Ví dụ 2-11	99,9	Sau khi chưng cất	800ppm	Không	Không	88%	22	3,7 J
Ví dụ 2-12	99,9	Sau khi chưng cất	1.000ppm	Không	Không	88%	22	3,7 J
Ví dụ so sánh 2-1	99,9	Không bổ sung	0,0	Không	Không	91%	20	0,2 J
Ví dụ so sánh 2-2	99,9	Sau khi chưng cất	1ppm	Không	Không	91%	20	0,2 J
Ví dụ so sánh 2-3	99,9	Trước khi trộn	1ppm	Không	Không	91%	19	0,2 J
Ví dụ so sánh 2-4	99,9	Sau khi chưng cất	3-4ppm	Không	Không	91%	19	0,2 J
Ví dụ so sánh 2-5	99,9	Trước khi trộn	3-4ppm	Không	Không	91%	20	0,2 J
Ví dụ so sánh 2-6	99,9	Sau khi chưng cất	1.100ppm	Không	Có	84%	24	3,7 J
Ví dụ so sánh 2-7	99,9	Trước khi trộn	1.100ppm	Không	Có	84%	26	3,7 J

Như có thể thấy được từ bảng nêu trên, vật phẩm quang học là thấu kính quang học được chế tạo bằng cách sử dụng chế phẩm diisoxyanat trong các ví dụ của sáng chế này có độ bền chống va đập mỹ mãn trong khoảng thích hợp so với thấu kính quang học trong các ví dụ so sánh, và chúng chúng không có các đường vân và bị đục với chỉ số màu vàng được giảm.

Cụ thể, các thấu kính quang học trong các ví dụ 2-1 đến 2-12 chúng không có các đường vân và bị đục, hệ số truyền cao bằng 88% hoặc lớn hơn, chỉ số màu vàng thấp bằng 22 hoặc thấp hơn, và độ bền chống va đập là mỹ mãn vì 0,4 J to 3,7 J.

Trong khi đó, các kết quả tương tự thu được bất kể 1,3-bis(clometyl)benzen được bổ sung trước khi chế phẩm diisoxyanat được trộn với thiol hoặc episulfua hoặc sau khi chưng cất.

Trái lại, trong các ví dụ so sánh 2-1 đến 2-5 trong đó hàm lượng 1,3-bis(clometyl)benzen là 4ppm hoặc nhỏ hơn, độ bền chống va đập là rất thấp chỉ 0,2 J mặc dù các đường vân và hiện tượng đục đã không xảy ra.

Trong khi đó, trong các ví dụ so sánh 2-6 và 2-7, trong đó hàm lượng 1,3-bis(clometyl)benzen là quá lớn bằng 1.100ppm, bị đục, và hệ số truyền rất thấp là 84% hoặc nhỏ hơn. Ngoài ra, chỉ số màu vàng cũng bị tăng lên nằm trong khoảng từ

24 đến 26.

Do đó, chế phẩm diisoxyanat theo một phương án của sáng chế có các tính chất quang học cũng như các tính chất cơ học mỹ mãn khi được dùng để tạo ra thấu kính quang học. Do vậy, nó là thích hợp để sử dụng làm thấu kính quang học chất lượng cao.

Ví dụ 3-1

Bước 1: Tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua

Thiết bị phản ứng loại 4 cổ có dung tích 5 lit được nạp 1009,4 g (9,46 mol) dung dịch nước chứa 35% axit clohydric, tiếp đó là giảm nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng xuống 15°C cùng với việc khuấy. Trong khi nhiệt độ của thiết bị phản ứng được duy trì thấp hơn 60°C, 600,0 g (4,4 mol) metaxylylendi-amin (m-XDA) được đưa vào trong thời gian 1 giờ. Khi hoàn thành việc đưa vào, nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được giảm xuống 10°C, và hỗn hợp này được khuấy trong thời gian 1 giờ. Sau đó, 1.320 g dung môi hữu cơ là tetrahydrofuran được đưa vào, và nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được giảm xuống -5°C, tiếp đó là khuấy trong thời gian 1 giờ. Khi hoàn thành phản ứng, nó được lọc chân không nhờ sử dụng thiết bị lọc, và tetrahydrofuran đã được lọc được thu hồi để tái sử dụng. Mức độ thu hồi tetrahydrofuran là 82%. Sau khi lọc chân không, thu được metaxylylendi-amin (m-XDA) hydroclorua chế phẩm. Để loại bỏ dung môi hữu cơ và nước còn lại, việc làm khô được thực hiện trong điều kiện nhiệt độ bên ngoài của thiết bị phản ứng là 90°C và áp suất bơm chân không là 0,1 torr (13,332 Pa) để thu được chế phẩm thành phẩm metaxylylendi-amin (m-XDA) hydroclorua .

Bước 2: Tạo ra chế phẩm diisoxyanat

Thiết bị phản ứng A được nạp 800 g chế phẩm m-XDA hydroclorua được điều chế trên đây và 3.550 g orthodiclobenzen (ODCB), tiếp đó là nâng nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng đến khoảng 110°C cùng với việc khuấy. Thiết bị phản ứng B được nạp 950 g triphosgen (BTMC) và 800 g ODCB, được khuấy ở nhiệt độ khoảng 60°C để hòa tan. Trong khi nhiệt độ của thiết bị phản ứng được duy trì ở 110°C sao cho không để làm kết tủa, nó được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản

ứng A trong thời gian 24 giờ. Khi hoàn thành việc bổ sung từng giọt, hỗn hợp này được khuấy trong thời gian 4 giờ. Khi hoàn thành phản ứng, khí nitơ được thổi vào dung môi bằng cách sục ở nhiệt độ 125°C để loại khí. Nó được làm nguội đến 10°C, và các chất rắn còn lại được lọc qua xelit. Sau đó, dung môi hữu cơ (ODCB) được loại ra, và m-XDI được tinh chế bằng cách chưng cất trong các điều kiện chưng cất sau. Việc loại bỏ dung môi hữu cơ (việc chưng cất lần thứ nhất) được tiến hành trong thời gian 8 giờ ở áp suất 0,5 torr (66,66 Pa) hoặc thấp hơn và nhiệt độ 60°C. Việc chưng cất m-XDI (việc chưng cất lần thứ hai) được tiến hành trong thời gian 10 giờ ở áp suất 0,1 torr (13,332 Pa) hoặc thấp hơn và nhiệt độ 120°C. Kết quả là, thu được chế phẩm m-XDI chứa 59ppm benzyl isoxyanat có nhóm etyl (1-etyl-3-(isoxyanatometyl)benzen).

Chế tạo vật phẩm quang học

49,3 phần khối lượng 4,8-bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithiaundecan-1,11-dithiol, 50,7 phần khối lượng chế phẩm m-XDI được tạo ra trên đây, 0,01 phần khối lượng dibutyltin điclorua, và 0,1 phần khối lượng chất giải phóng phosphat este (ZELEC[®] UN Stepan) được trộn đồng nhất, được khử bọt ở áp suất 600 Pa trong thời gian 1 giờ, được lọc qua thiết bị lọc Teflon loại 3 µm, và được phun vào khuôn được làm từ khuôn thủy tinh và băng dán. Khuôn này được duy trì ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 8 giờ và được gia nhiệt từ từ đến 130°C ở tốc độ không đổi trong thời gian 8 giờ, và quá trình polyme hoá được tiến hành ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 2 giờ. Các vật đúc được tháo ra khỏi khuôn và được hóa rắn tiếp ở nhiệt độ 120°C trong thời gian 2 giờ để thu được thấu kính quang học (hoặc vật phẩm quang học).

Các ví dụ 3-2 đến 3-5

Chế phẩm m-XDI và thấu kính quang học thu được theo cùng cách như trong ví dụ 3-1, chỉ khác là, ở bước 2, triphosgen (BTMC) và ODCB được bổ sung vào thiết bị phản ứng B, được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng A trong khi nhiệt độ của thiết bị phản ứng được duy trì như được thể hiện trong Bảng 3, nhờ đó điều chỉnh hàm lượng 1-etyl-3-(isoxyanatometyl)benzen trong chế phẩm.

Các ví dụ so sánh từ 3-1 đến 3-3

Chế phẩm m-XDI và thấu kính quang học thu được theo cùng cách như trong ví dụ 3-1, chỉ khác là, ở bước 2, triphosgen (BTMC) và ODCB được bổ sung vào thiết bị phản ứng B, được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng A trong khi nhiệt độ của thiết bị phản ứng được duy trì như được thể hiện trong Bảng 3, nhờ đó điều chỉnh hàm lượng 1-etyl-3-(isoxyanatometyl)benzen trong chế phẩm.

Nhiệt độ phản ứng trong các ví dụ và các ví dụ so sánh, m-XDI thu được ở đó, và hiệu suất và độ tinh khiết được tóm tắt trong bảng 3 dưới đây.

Bảng 3

	Nhiệt độ phản ứng (nhiệt độ bổ sung từng giọt) (°C)	1-etyl-3- (isoxyanatometyl)benzen (ppm)	Trước khi chưng cất (thô m-XDI)		Sau khi chưng cất (m-XDI)	
			Độ tinh khiết (%)	Hiệu suất (%)	Độ tinh khiết (%)	Hiệu suất (%)
Ví dụ 3-1	110	59ppm	99,1	82	99,9	96
Ví dụ 3-2	115	251ppm	99,2	85	99,9	96
Ví dụ 3-3	120	422ppm	99,1	92	99,9	96
Ví dụ 3-4	125	620ppm	99,0	93	99,9	94
Ví dụ 3-5	130	985ppm	98,8	94	99,9	95
Ví dụ so sánh 3-1	140	1,107ppm	98,5	94	99,8	95
Ví dụ so sánh 3-2	150	1,356ppm	98,2	93	99,7	95
Ví dụ so sánh 3-3	160	1,558ppm	98,1	93	99,6	95

Phương pháp đánh giá

Các ví dụ và ví dụ so sánh được đánh giá như sau.

(1) chỉ số khúc xạ (nd20)

Chỉ số khúc xạ pha rắn (nd20) được đo ở nhiệt độ 20°C bằng khúc xạ kế DR-M4 của Abbe.

(2) Chỉ số màu vàng (Y.I.) và mức độ truyền sáng

Mỗi thấu kính quang học được đo đối với các phối màu x và y bằng cách sử dụng phổ quang kế (Colormate, Scinco), từ đó các chỉ số màu vàng của chúng được tính toán bằng Phương trình 1 dưới đây. Ngoài ra, hệ số truyền ở bước sóng 550 nm được đo từ quang phổ thu được bằng cùng một dụng cụ.

[Phương trình 1]

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

(3) Đường vân

Thấu kính có đường kính 75 mm có trị số D bằng -2,00 và -8,00 được tạo ra. Nguồn ánh là ánh sáng từ đèn thủy ngân được truyền qua thấu kính. Ánh sáng truyền qua này được chiếu vào tấm màu trắng, và sự có mặt hay không có mặt sự phản quang được kiểm tra bằng mắt để xác định mức độ tạo đường vân.

(4) Độ đục

Thấu kính đã được hóa rắn được chiếu vào máy chiếu trong phòng tối để quan sát xem thấu kính có bị đục hoặc có chất làm mờ đục bất kỳ bằng mắt thường.

Không đục: thấu kính không bị đục và không có chất làm đục

Đục: thấu kính bị đục hoặc có chất làm đục

(5) Đo sắc ký khí (GC)

- Dụng cụ: 6890/7890 của Agilent

- Khí mang: He

- Vòi phun: 250°C

- Nhiệt độ lò: 40°C đến 320°C

- Cột: HP-1, Wax, 30 m

- Máy dò: FID, 300°C

(5) Đo GC MS

- Dụng cụ: 7890B (GC), 5977A (MS) của Agilent

- Khoảng khối lượng: 1,6 đến 1.050 amu

- Nguồn: EI (ion hóa điện tử) (nguồn EI chiết xuất trơ)

- Quang phổ kế khối lượng: quang phổ kế tứ cực

- Nhiệt độ lò: 40°C (6 phút) - 10°C/phút - 140°C (5 phút) - 15°C/phút - 290°C

(15 phút)

- Cột: Rxi-5MS, ID 0,25 mm, L 30 m

Bảng 4

	Các tính chất của vật phẩm quang học (thấu kính)				
	Đường vân	Độ đục	Hệ số truyền	Chỉ số màu vàng (Y.I.)	Chỉ số khúc xạ
Ví dụ 3-1	Không	Không	91	20	1,669
Ví dụ 3-2	Không	Không	90	19	1,669
Ví dụ 3-3	Không	Không	91	20	1,669
Ví dụ 3-4	Không	Không	90	20	1,669
Ví dụ 3-5	Không	Không	91	20	1,669
Ví dụ so sánh 3-1	Không	Có	89	22	1,669
Ví dụ so sánh 3-2	Không	Có	85	23	1,669
Ví dụ so sánh 3-3	Không	Có	84	23	1,669

Như có thể thấy được từ bảng nêu trên, vật phẩm quang học là thấu kính quang học được chế tạo bằng cách sử dụng chế phẩm điisoxyanat trong các ví dụ của sáng chế này có hệ số truyền mỹ mãn so với thấu kính quang học trong các ví dụ so sánh, và chúng chúng không có các đường vân và bị đục.

Cụ thể, thấu kính quang học trong các ví dụ từ 3-1 đến 3-5 chúng không có các đường vân và bị đục, hệ số truyền cao bằng 91% hoặc lớn hơn, chỉ số màu vàng thấp bằng 20 hoặc thấp hơn, và mức chỉ số khúc xạ thích hợp.

Trái lại, trong các ví dụ so sánh từ 3-1 đến 3-3 trong đó hàm lượng 1-etyl-3-(isoxyanatometyl)benzen vượt quá 1.000ppm, thấu kính quang học bị đục và hệ số truyền bằng 89% hoặc nhỏ hơn, được giảm đáng kể so với thấu kính quang học trong các ví dụ từ 3-1 đến 3-5.

Do đó, chế phẩm điisoxyanat theo một phương án của sáng chế có các tính chất quang học mỹ mãn cũng như các tính chất cơ học khi được dùng để tạo ra thấu kính quang học. Do vậy, nó là thích hợp để sử dụng làm thấu kính quang học chất lượng cao.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm diisoxyanat bao gồm:

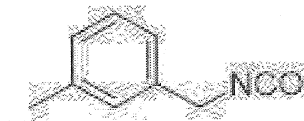
diisoxyanat; và

benzyl isoxyanat có nhóm methyl với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hợp chất thơm có nhóm halogen với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, benzyl isoxyanat có nhóm etyl với lượng nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm, hoặc hỗn hợp của chúng,

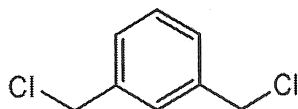
trong đó chế phẩm này chứa m-xylylen diisoxyanat với lượng 99,5% khối lượng hoặc lớn hơn tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, và

trong đó benzyl isoxyanat có nhóm methyl bao gồm hợp chất có Công thức 1 sau, hợp chất thơm có nhóm halogen bao gồm hợp chất có Công thức 2 sau, và benzyl isoxyanat có nhóm etyl bao gồm hợp chất có Công thức 3 sau:

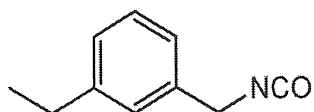
[Công thức 1]



[Công thức 2]



[Công thức 3]



2. Chế phẩm diisoxyanat theo điểm 1, trong đó hợp chất benzyl isoxyanat có nhóm methyl là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 2-methylbenzyl isoxyanat, 3-methylbenzyl isoxyanat, và 4-methylbenzyl isoxyanat,

hợp chất thơm có hai hoặc nhiều nguyên tử clo, và

benzyl isoxyanat có nhóm etyl là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm 1-etyl-2-(isoxyanatometyl)benzen, 1-etyl-3-(isoxyanatometyl)benzen, và 1-etyl-4-(isoxyanatometyl)benzen.

3. Chế phẩm diisoxyanat theo điểm 1, trong đó diisoxyanat bao gồm m-xylylen diisoxyanat, p-xylylen diisoxyanat, hoặc hỗn hợp của chúng,

chế phẩm này chứa m-xylylen diisoxyanat với lượng từ 99,5% đến nhỏ hơn 100% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, và

chế phẩm này chứa p-xylylen diisoxyanat với lượng nằm trong khoảng từ lớn hơn 0% khối lượng đến 0,5% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm.

4. Quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat bao gồm các bước:

tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua;

xử lý chế phẩm điamin hydroclorua này; và

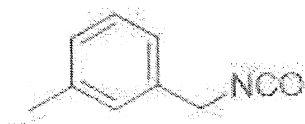
tạo ra chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm điamin hydroclorua đã được xử lý và triphosgen,

trong đó chế phẩm này chứa m-xylylen diisoxyanat với lượng 99,5% khối lượng hoặc lớn hơn tính theo tổng khối lượng của chế phẩm,

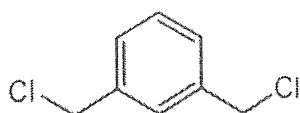
trong đó hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm metyl nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hàm lượng của hợp chất thơm có nhóm halogen nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, hoặc hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm etyl nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm trong chế phẩm diisoxyanat này, và

trong đó benzyl isoxyanat có nhóm metyl là hợp chất có Công thức 1 sau, hợp chất thơm có nhóm halogen là hợp chất có Công thức 2 sau, và benzyl isoxyanat có nhóm etyl là hợp chất có Công thức 3 sau:

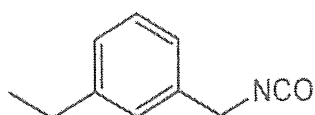
[Công thức 1]



[Công thức 2]



[Công thức 3]



5. Quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat theo điểm 4, trong đó bước tạo ra chế phẩm diisoxyanat còn bao gồm việc chưng cất sản phẩm phản ứng thu được bằng cách cho chế phẩm điamin hydroclorua này phản ứng với triphosgen, và việc chưng cất này gồm việc chưng cất lần thứ nhất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C trong thời gian từ 2 giờ đến 8 giờ và việc chưng cất lần thứ hai ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 120°C trong thời gian từ 2 giờ đến 10 giờ.

6. Quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat theo điểm 4, trong đó chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen được đưa vào phản ứng với tỷ lệ đương lượng nằm trong khoảng từ 1:1 đến 5, và phản ứng của chế phẩm điamin hydroclorua và triphosgen được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C.

7. Quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat theo điểm 4, trong đó bước tạo ra chế phẩm điamin hydroclorua bao gồm việc cho điamin phản ứng với dung dịch nước axit clohydric, và điamin và dung dịch nước axit clohydric được đưa vào phản ứng với tỷ lệ đương lượng nằm trong khoảng từ 1:2 đến 5 ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 60°C.

8. Quy trình tạo ra chế phẩm diisoxyanat theo điểm 4, trong đó điamin là xylylendiamin, và chế phẩm diisoxyanat chứa xylylen diisoxyanat.

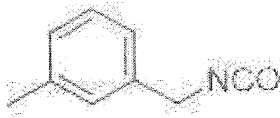
9. Vật phẩm quang học được tạo ra bằng cách hóa rắn chế phẩm dễ polyme hóa dùng cho vật phẩm quang học bao gồm chế phẩm diisoxyanat, trong đó chế phẩm diisoxyanat chứa diisoxyanat và benzyl isoxyanat có nhóm metyl với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 200ppm, hợp chất thơm có nhóm halogen với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm đến 1.000ppm, benzyl isoxyanat có nhóm etyl với lượng nằm trong khoảng từ 1ppm đến 1.000ppm, hoặc hỗn hợp của chúng,

trong đó chế phẩm này chứa m-xylylen diisoxyanat với lượng 99,5% khối lượng hoặc lớn hơn tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, và

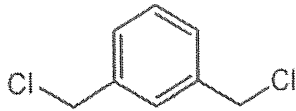
trong đó benzyl isoxyanat có nhóm metyl là hợp chất có Công thức 1 sau, hợp chất thơm có nhóm halogen là hợp chất có Công thức 2 sau, và benzyl isoxyanat có

nhóm etyl là hợp chất có Công thức 3 sau:

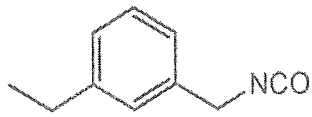
[Công thức 1]



[Công thức 2]



[Công thức 3]

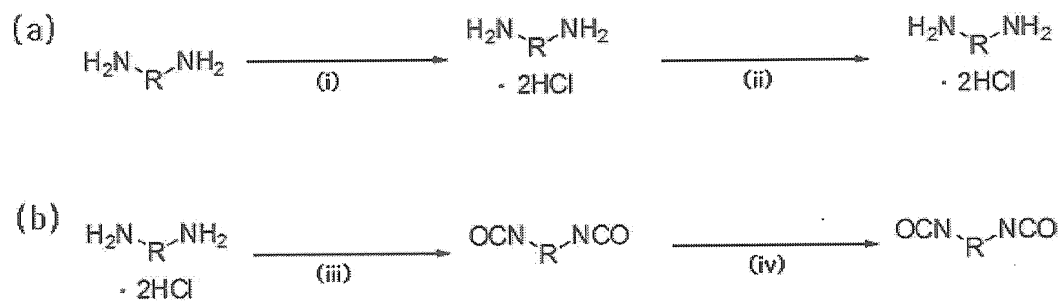


10. Vật phẩm quang học theo điểm 9, trong đó chế phẩm dễ polyme hóa này còn bao gồm thiol hoặc episulfua.

11. Vật phẩm quang học theo điểm 9, trong đó vật liệu này có năng lượng chống va đập (E) nằm trong khoảng từ 0,4 J đến 4,0 J, hệ số truyền bằng 90% hoặc lớn hơn, và chỉ số màu vàng bằng 22 hoặc nhỏ hơn.

1/1

[Fig.1]



[Fig.2]

