



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0043507

(51)^{2020.01} C08G 18/76; C07C 211/27; C07C
263/10; G02B 1/04; C08G 18/38; C07C
209/90; C07C 265/14

(13) B

(21) 1-2020-07043

(22) 04/12/2020

(30) 10-2019-0161450 06/12/2019 KR; 10-2019-0162101 06/12/2019 KR; 10-2020-0054128 06/05/2020 KR

(45) 25/02/2025 443

(43) 25/06/2021 399A

(73) 1. SK pucore 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); Jooyoung JUNG (KR); Myung-Ok KYUN (KR).

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

(54) QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM DIAMIN VÀ QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM DIISOXYANAT

(21) 1-2020-07043

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế phẩm diamin, bao gồm các bước sau cho chế phẩm diamin phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric để thu được chế phẩm diamin hydroclorua; và thu nhận chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen, trong đó sau phản ứng của chế phẩm diamin và dung dịch nước axit hydrocloric, dung môi hữu cơ thứ nhất được tiếp tục bổ sung vào để thu được chế phẩm diamin hydroclorua ở pha rắn, và trong đó chế phẩm diamin này chứa diamin; và benzylmonoamin có nhóm metyl ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm. Sáng chế cũng đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm diamin và quy trình điều chế phẩm diisoxyanat. Cụ thể, các phương án đề cập đến chế phẩm diamin và quy trình điều chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm diamin.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vì vật liệu quang học bằng chất dẻo có khối lượng nhẹ, khó vỡ và có khả năng nhuộm rất cao so với vật liệu quang học làm từ vật liệu vô cơ như thủy tinh, vật liệu bằng chất dẻo từ các loại nhựa khác nhau được sử dụng rộng rãi làm vật liệu quang học cho ống kính mắt kính, ống kính máy ảnh, và các loại kính tương tự v.v.. Trong những năm gần đây, nhu cầu ngày càng tăng về vật liệu quang học có đặc tính tốt hơn, đặc biệt là về độ trong suốt cao, chỉ số khúc xạ cao, khối lượng riêng thấp, khả năng chịu nhiệt cao, khả năng chống va đập cao và các đặc tính tương tự.

Polythiouretan được sử dụng rộng rãi làm vật liệu quang học nhờ các đặc tính quang học rất cao và các tính chất cơ học rất cao của chúng. Có thể điều chế polythiouretan bằng cách cho thiol phản ứng với isoxyanat. Thấu kính làm từ polythiouretan được sử dụng rộng rãi nhờ chỉ số khúc xạ cao, khối lượng nhẹ và khả năng chống va đập tương đối cao.

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

Đặc biệt, vì xylylen diisoxyanat (xylylen diisoxyanat: XDI) có cả đặc tính của isoxyanat vòng béo (ví dụ: khả năng chống ố vàng, khả năng phản ứng có thể kiểm soát dễ dàng và các đặc tính tương tự) và đặc tính của các isoxyanat béo (ví dụ, tính chất cơ học rất cao, chỉ số khúc xạ cao, và các đặc tính tương tự, nó được sử dụng thuận lợi làm vật liệu quang học.

Xylylen diisoxyanat được phân loại thành orthoxylylen diisoxyanat (orthoxylylen diisoxyanat: o-XDI), metaxylylen diisoxyanat (metaxylylen diisoxyanat: m-XDI), và paraxylylen diisoxyanat (paraxylylen diisoxyanat: p-XDIA) phụ thuộc vào vị trí tương đối của các nhóm diisoxyanat. Trong số các chất này, m-XDI được sử dụng rộng rãi nhất làm vật liệu cho thấu kính quang học vì nó phù hợp với các đặc tính vật lý của thấu kính quang học và có sẵn trên thị trường.

Tuy nhiên, ngay cả khi m-XDI được sử dụng cho vật liệu quang học, vẫn có giới hạn trong việc đạt được các đặc tính quang học thỏa mãn do sự xuất hiện của đường vân, độ mờ hoặc ố vàng trong vật liệu quang học. Ngay cả khi thỏa mãn các đặc tính quang học về đường vân, độ mờ hoặc chỉ số màu vàng, khả năng bền chống va đập có thể bị giảm. Như đó, vẫn khó có thể thỏa mãn đồng thời các đặc tính này.

Do đó, để thu được vật liệu quang học có chất lượng cao bằng cách tăng cường đồng thời các đặc tính quang học và đặc tính cơ học, nhu cầu cấp thiết là phát triển chế phẩm có phạm vi thành phần cụ thể hoặc quy trình điều chế tương tự nhau.

Ngoài ra, các isoxyanat sử dụng làm vật liệu để sản xuất thấu kính quang học bằng chất dẻo được điều chế bằng phương pháp phosgen, phương pháp không phosgen, phương pháp nhiệt phân, hoặc các phương pháp tương tự.

Theo phương pháp phosgen, amin là vật liệu được cho phản ứng với khí phosgen (COCl_2) để tổng hợp isoxyanat. Ngoài ra, theo phương pháp không phosgen, xylylen clorua được cho phản ứng với natri xyanat với sự có mặt của chất xúc tác để tổng hợp isoxyanat. Theo phương pháp nhiệt phân, amin được cho phản ứng với alkyl cloformat để tạo ra carbamat, chất này được nhiệt phân với sự có mặt của chất xúc tác ở nhiệt độ cao để tổng hợp isoxyanat.

Trong số các phương pháp nêu trên để điều chế isoxyanat, phương pháp phosgen là phương pháp thông dụng nhất. Cụ thể, phương pháp trực tiếp trong đó amin được cho phản ứng trực tiếp với khí phosgen thường được sử dụng. Nhưng có một vấn đề là cần phải có nhiều thiết bị cho phản ứng trực tiếp của khí phosgen. Trong khi đó, để bổ sung cho phương pháp trực tiếp này, phương pháp hydroclorua được phát triển trong đó amin được cho phản ứng với khí hydro clorua để thu được amin hydroclorua là hợp chất trung gian, mà hợp chất này được cho phản ứng với phosgen, như được bộc lộ trong công bố patent Hàn Quốc số 1994-0001948.

Tuy nhiên, trong số các phương pháp phosgen thông thường để tổng hợp isoxyanat, theo phương pháp thu nhận hydroclorua là hợp chất trung gian bằng cách cho amin phản ứng với khí hydro clorua, hydroclorua được tạo ra dưới dạng các hạt mịn ở áp suất khí quyển, khiến cho việc khuấy bên trong thiết bị phản ứng không được diễn ra một cách thuận lợi. Do đó, cần phải có thêm bước tăng nhiệt độ để làm tăng áp suất bên trong của thiết bị phản ứng, và có vấn đề là hiệu suất của thành phẩm là cũng thấp.

Do đó, đã có những nỗ lực để thu được hydroclorua bằng cách sử dụng dung dịch nước axit hydrocloric thay cho khí hydro clorua. Tuy nhiên, do amin bị hòa tan trong dung dịch nước axit hydrocloric nên hiệu suất giảm đáng kể xuống còn 50%, gây khó khăn cho ứng dụng trong thực tế. Có một khó khăn là amin có hàm lượng nước và tạp chất thấp nên được sử dụng làm vật liệu để tăng độ tinh khiết của sản phẩm cuối cùng. Ngoài ra, khí phosgen được sử dụng trong phương pháp phosgen thông thường có độc tính cao và là một chất phải tuân theo các quy định về môi trường. Có một khó khăn trong việc bảo quản và quản lý do cần phải có một thiết bị làm lạnh riêng để lưu giữ nó.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế được tạo ra nhằm giải quyết các vấn đề tồn tại trong các giải pháp kỹ thuật đã biết. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng có thể thỏa mãn một cách hiệu quả các đặc tính vật lý của vật liệu quang học bằng cách sử dụng chế phẩm diamine khi benzylmonoamine có nhóm methyl được sử dụng với lượng nhất định trong chế phẩm diamine.

Theo một mục đích, sáng chế đề cập đến chế phẩm diamine trong đó hàm lượng của benzylmonoamine có nhóm methyl được điều chỉnh trong chế phẩm, nhờ đó ngăn sự xuất hiện của đường vân và độ mờ của vật liệu quang học đồng thời tăng cường độ bền chống va đập.

Do đó, các tác giả sáng chế đã có thể giải quyết các vấn đề môi trường, hiệu suất và chất lượng thông thường trong quy trình điều chế diisoxyanat, mà chủ yếu được sử dụng làm vật liệu để sản xuất thấu kính quang học bằng chất dẻo, từ diamine thông qua hydroclorua của chúng bằng cách sử dụng dung dịch nước axit hydrocloric thay cho khí hydro clorua và triphosgen rắn thay cho khí phosgen đồng thời điều chỉnh các điều kiện phản ứng.

Ngoài ra, các tác giả sáng chế đã tập trung vào vấn đề là diamin trong chế phẩm diamin bị oxy hoá làm tạo ra liên kết đôi trong quá trình bảo quản chúng; kết quả là, độ tinh khiết và năng suất của chế phẩm diisoxyanat được điều chế bằng cách sử dụng chất này có thể bị giảm đi, và nó có thể gây ra vẩn mờ và ó vàng trong thấu kính quang học thành phẩm. đặc biệt là, các tác giả sáng chế đã tập trung vào vấn đề là trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin có liên quan đến mức độ oxy hoá của chế phẩm diamin.

Theo kết quả nghiên cứu được thực hiện bởi các tác giả sáng chế, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng nếu trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin được sử dụng để điều chế của chế phẩm diisoxyanat được điều chỉnh đến khoảng nhất định, thì có thể tăng cường không chỉ hiệu suất và độ tinh khiết của chế phẩm diisoxyanat mà còn cả các đặc tính quang học của thấu kính quang học thành phẩm.

Theo một mục đích khác, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat có độ tinh khiết và hiệu suất tăng lên bằng cách sử dụng chế phẩm diamin trong đó trị số b^* theo phối màu CIE được điều chỉnh, và quy trình sản xuất thấu kính quang học có các đặc tính quang học được gia tăng.

Theo một phương án, sáng chế đề cập đến chế phẩm diamin, trong đó chế phẩm này chứa diamin; và benzylmonoamin có nhóm metyl ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 5 ppm đến 2000 ppm.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat, trong đó quy trình này bao gồm bước cho chế phẩm diamin phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric để thu được chế phẩm diamin hydroclorua; và thu nhận chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen, trong đó chế phẩm diamin này chứa diamin; và benzylmonoamin có nhóm metyl với lượng nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm.

Theo một phương án khác, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat, trong đó quy trình này bao gồm bước cho chế phẩm diamin phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric để thu được chế phẩm diamin hydroclorua; và thu nhận chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen, trong đó chế phẩm diamin này có trị số b^* theo phối màu CIE nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,0.

Theo các phương án, chế phẩm diamin bao gồm benzylmonoamin có nhóm methyl với lượng nhất định được sử dụng, theo đó có thể điều chỉnh thành phần của chế phẩm diisoxyanat được sử dụng để sản xuất thấu kính quang học trên cơ sở polythiouretan. Do đó, có thể tạo ra điều chế thấu kính quang học có chất lượng cao.

Tức là, để thu được vật liệu quang học có chất lượng cao, chế phẩm diamin chứa benzylmonoamin có nhóm methyl với lượng nhất định được sử dụng, nhờ đó cải thiện các đặc tính quang học bằng cách ngăn sự xuất hiện của ô vàng, tạo đường vân, và độ mờ và đồng thời tăng cường các đặc tính cơ học chẳng hạn như độ bền chống va đập.

Ngoài ra, nếu trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin được sử dụng để điều chế chế phẩm diisoxyanat được điều chỉnh đến khoảng nhất định, có thể tăng cường không chỉ hiệu suất và độ tinh khiết của chế phẩm diisoxyanat mà còn cả các đặc tính quang học của thấu kính quang học thành phẩm. Cụ thể, trị số b^* có thể được điều chỉnh trong khoảng nhất định để không chế mức độ oxy hoá của diamin có mặt trong chế phẩm diamin; kết quả là, có thể hạn chế các phản ứng phụ trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, trong quy trình điều chế diisoxyanat theo phương án nêu trên, dung dịch nước axit hydrocloric, không cần sử dụng khí hydro clorua, được sử dụng để điều chế hợp chất trung gian là diamin hydroclorua. Do phản ứng này có thể được thực hiện ngay cả ở áp suất khí quyển, nên không cần thiết bị bổ sung để làm nóng ở nhiệt độ cao và làm lạnh, và hiệu suất có thể được gia tăng.

Ngoài ra, trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat, dung dịch nước axit hydrocloric và dung môi hữu cơ được sử dụng, đồng thời các điều kiện phản ứng được điều chỉnh, để điều chế chế phẩm diamin hydroclorua, sao cho hiệu suất cuối có thể tiếp tục được gia tăng bằng cách ngăn cản hydroclorua được hoà tan trong dung dịch nước axit hydrocloric.

Việc lựa chọn vật liệu có thể được mở rộng vì hàm lượng của nước và các tạp chất trong chế phẩm diamin như là vật liệu ít có ảnh hưởng. Ngoài ra, khí phosgen có độc tính cao và khó bảo quản, quản lý cũng không được sử dụng. Thay vào đó, triphosgen, ít độc hơn và không cần thiết bị bảo quản làm mát riêng vì nó ở thể rắn ở nhiệt độ phòng, được sử dụng do đó, nó là rất cao trong việc xử lý thuận tiện và dễ chế tạo.

Theo đó, quy trình điều chế phẩm diisoxyanat theo phương án này có thể được áp dụng để sản xuất thấu kính quang học bằng chất dẻo có chất lượng cao.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là sơ đồ thể hiện quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat theo một phương án.

Fig.2 thể hiện ví dụ về thiết bị trong quy trình sử dụng cho phản ứng của diamin hydroclorua và triphosgen.

Số chỉ dẫn trên các 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 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 đề cập là “chứa” một phần tử, thì cần hiểu rằng các phần tử khác cũng có thể được bao gồm, 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.

Thuật ngữ “amin” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ hợp chất có một hoặc nhiều nhóm amin ở đầu tận cùng, và thuật ngữ “diamin” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ hợp chất có hai nhóm amin ở đầu tận cùng. Các hợp chất này có thể có nhiều cấu trúc khác nhau phụ thuộc vào khung của mạch béo, vòng béo, và vòng thơm. Ví dụ cụ thể về diamin bao gồm xylylendiamin (XDA), hexametylendiamin (HDA), 2,2-dimethylpentandiamin, 2,2,4-trimethylhexandiamin, butendiamin, 1,3-butadien-1,4-diamin, 2,4,4-trimethylhexametylendiamin, bis(aminoetyl)carbonat, 4,4'-metylendiamin (MDA), bis(aminoetyl) ete, bis(aminoetyl)benzen, bis(aminopropyl)benzen, $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetramethylxylylendiamin, bis(aminobutyl)benzen, bis(aminometyl)naphthalen, bis(aminometyl)diphenyl ete, bis(aminoetyl)phthalat, 2,6-di(aminometyl)furan, xylylendiamin được hydro hóa (H6XDA), dicyclohexylmetandiamin, xyclohexandiamin,

metylxyclohexandiamin, isophorondiamin (IPDA), dicyclohexyldimetylmetyldiamin, 2,2-dimetyldicyclohexylmetyldiamin, 2,5-bis(aminometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 2,6-bis(aminometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 3,8-bis(aminometyl)trixyclodecan, 3,9-bis(aminometyl)trixyclodecan, 4,8-bis(aminometyl)trixyclodecan, 4,9-bis(aminometyl)trixyclodecan, norbornendiamin (NBDA), bis(aminometyl) sulfua, bis(aminoetyl) sulfua, bis(aminopropyl) sulfua, bis(aminohexyl) sulfua, bis(aminometyl) sulfon, bis(aminometyl) disulfua, bis(aminoetyl) disulfua, bis(aminopropyl) disulfua, bis(aminometylthio)metan, bis(aminoetylthio)metan, bis(aminoetylthio)etan, và bis(aminometylthio)etan. Cụ thể hơn, diamin này có thể là ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm xylylendiamin (XDA), norbornendiamin (NBDA), xylylendiamin được hydro hóa (H6XDA), isophorondiamin (IPDA), và hexametylendiamin (HDA). Xylylendiamin (XDA) bao gồm orthoxylylendiamin (o-XDA), metaxylylendiamin (m-XDA), và paraxylylendiamin (p-XDA).

Thuật ngữ “isoxyanat” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ hợp chất có nhóm NCO, thuật ngữ “diisoxyanat” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ hợp chất có hai nhóm NCO ở đầu tận cùng. Các hợp chất này có thể có nhiều cấu trúc khác nhau phụ thuộc vào khung của mạch béo, vòng béo, và vòng thơm. Ví dụ cụ thể về diamin bao gồm. Ví dụ cụ thể về diamin bao gồm xylylen diisoxyanat (XDI), hexametylen diisoxyanat (HDI), 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan, xylylen diisoxyanat được hydro hóa (H6XDI), dicyclohexylmetan diisoxyanat, isophoron diisoxyanat (IPDI), 1,2-diisoxyanatobenzen, 1,3-diisoxyanatobenzen, 1,4-diisoxyanatobenzen, 2,4-diisoxyanatotoluene, etylphenylen diisoxyanat, dimetylphenylen diisoxyanat, biphenyl diisoxyanat, toluidin diisoxyanat, 4,4'-metylenbis(phenylisoxyanat) (MDI), 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, $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametylxlylen diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl)naphtalen, bis(isoxyanatometylphenyl) ete, norbornen diisoxyanat (NBDI), bis(isoxyanatometyl) sulfua, bis(isoxyanatoetyl) sulfua, bis(isoxyanatopropyl) sulfua, 2,5-diisoxyanatotetrahydrothiophen, 2,5-diisoxyanatometyltetrahydrothiophen, 3,4-diisoxyanatometyltetrahydrothiophen, 2,5-diisoxyanato-1,4-dithian, và 2,5-diisoxyanatometyl-1,4-dithian. Cụ thể hơn, diisoxyanat này có thể là ít nhất một chất

được chọn từ nhóm bao gồm xylylen diisoxyanat (XDI), norbornen diisoxyanat (NBDI), xylylen diisoxyanat được hydro hóa (H6XDI), isophoron diisoxyanat (IPDI), và hexametylen diisoxyanat (HDI). Xylylen diisoxyanat (XDI) bao gồm orthoxylylen diisoxyanat (o-XDI), metaxylylen diisoxyanat (m-XDI), và paraxylylen diisoxyanat (p-XDIA).

Thuật ngữ “chế phẩm” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ 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 trong 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 diamin hydroclorua, diisoxyanat) thường có mặt ở trạng thái trộn lẫn hoặc kết hợp với các thành phần khác loại được tạo ra theo các vật liệu chưa phản ứng trong 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, do chú ý đến các thành phần hỗn tạp này được trộn hoặc được kết hợp với các hợp chất chính, nên ngay cả lượng vết của các thành phần hỗn tạp được coi như chế phẩm được trộn hoặc được kết hợp với các hợp chất chính để minh hoạ cụ thể các thành phần và hàm lượng của chúng. 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 diamin hydroclorua” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ chế phẩm chứa diamin hydroclorua làm thành phần chính, và thuật ngữ “chế phẩm diisoxyanat” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ chế phẩm bao gồm diisoxyanat làm thành phần chính. Trong trường hợp đó, hàm lượng của thành phần chính trong chế phẩm có thể bằng 50% khối lượng hoặc cao hơn, 80% khối lượng hoặc cao hơn, hoặc 90% khối lượng hoặc cao hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 90% khối lượng đến 99,9% khối lượng. Trong bản mô tả này, đơn vị ppm được sử dụng trong bản mô tả để chỉ ppm khối lượng.

Chế phẩm diamin

Theo một phương án, chế phẩm diamin chứa diamin; và benzylmonoamin có nhóm metyl ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm.

Theo một phương án của sáng chế, benzylmonoamin có nhóm methyl có thể được bổ sung có chủ đích vào chế phẩm diamin.

Ngoài ra, benzylmonoamin có nhóm methyl có thể tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm diamin.

Ngoài ra, benzylmonoamin có nhóm methyl có thể tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat, và một phần của nó có thể được bổ sung có chủ đích vào. Tức là, benzylmonoamin có nhóm methyl có thể tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat. Nếu lượng tạo ra như đó là không đủ, nó có thể được chủ ý cho vào chế phẩm sao cho hàm lượng của chúng nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm trong chế phẩm.

Theo một phương án của sáng chế, chế phẩm diamin bao gồm benzylmonoamin có nhóm methyl với lượng nhất định được sử dụng, theo đó, khi được sử dụng để điều chế chế phẩm diisoxyanat và tạo ra vật liệu quang học, có thể cải thiện các đặc tính quang học bằng cách ngăn sự xuất hiện của ổ vàng, tạo đường vân, và gây mờ trong vật liệu quang học và đồng thời nhằm tăng cường các đặc tính cơ học chẳng hạn như độ bền chống va đập.

Cụ thể, nếu chế phẩm diamin bao gồm benzylmonoamin có nhóm methyl với lượng nhất định, thì chế phẩm diisoxyanat được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm diamin này có thể bao gồm thành phần nhất định có một isoxyanat nhóm chức, tức là, benzyl isoxyanat có nhóm methyl với lượng nhất định.

Ngoài ra, khi chế phẩm diisoxyanat bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm methyl với lượng nhất định được sử dụng với thiol hoặc episulfua trong phản ứng polythiouretan để tạo ra vật liệu quang học, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có một nhóm chức isoxyanat trong phản ứng polyuretan, thì nó có thể làm ngừng phản ứng tạo liên kết ngnag, nhờ đó thúc đẩy sự tăng tính mềm dẻo của polythiouretan. Do đó, nếu vật liệu quang học chẳng hạn như thấu kính quang học được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm diisoxyanat, thì nó có thể ngăn cản sự xuất hiện của đường vân và vân mờ và đồng thời tăng cường độ bền chống va đập.

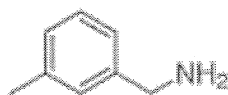
Theo một phương án của sáng chế, benzylmonoamin có nhóm methyl có thể bao gồm benzylmonoamin có nhóm methyl có cấu trúc thơm nhất định. Cụ thể, nó có thể bao

gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm 2-metylbenzylamin được thế bằng nhóm methyl ở vị trí ortho (o), 3-metylbenzylamin được thế bằng nhóm methyl ở vị trí meta (m), và 4-metylbenzylamin được thế bằng nhóm methyl ở vị trí para (p). Ví dụ, benzylmonoamin có nhóm methyl có thể bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm 3-metylbenzylamin được thế bằng nhóm methyl ở vị trí meta (m) và 4-metylbenzylamin được thế bằng nhóm methyl ở vị trí para (p).

Ngoài ra, benzylmonoamin có nhóm methyl có thể bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm 3-metylbenzylamin được thế bằng nhóm methyl ở vị trí meta (m) và 2-metylbenzylamin được thế bằng nhóm methyl ở vị trí ortho (o).

Cụ thể hơn, benzylmonoamin có nhóm methyl có thể bao gồm hợp chất có công thức 1 trong đó nhóm methyl được thế ở vị trí meta (m).

Công thức 1



Theo một phương án của sáng chế, hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm methyl có trong chế phẩm diamin có thể nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm, nằm trong khoảng từ 100 ppm đến 2000 ppm, nằm trong khoảng từ 500 ppm đến 2000 ppm, nằm trong khoảng từ 500 ppm đến 1,000 ppm, nằm trong khoảng từ 1000 ppm đến 2000 ppm, nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 1500 ppm, nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 1000 ppm, nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 800 ppm, nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 500 ppm, nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 300 ppm, hoặc nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 100 ppm. Hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm methyl có trong chế phẩm được điều chỉnh trong khoảng nêu trên, theo đó có thể tăng cường độ bền chống va đập và đồng thời ngăn cản sự xuất hiện của đường vân và độ mờ khi vật liệu quang học được điều chế từ đó.

Nếu hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm methyl không được điều chỉnh, thì độ bền chống va đập của vật liệu quang học có thể bị suy giảm, và quá trình tạo đường vân và độ mờ có thể xuất hiện ngay cả khi độ bền chống va đập được duy trì. Ví dụ, nếu hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm methyl là nhỏ hơn 10 ppm, thì độ bền chống va đập của vật liệu quang học được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm diamin có thể

bị giảm. Mặc khác, nếu hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm metyl vượt quá 2000 ppm, thì hiện tượng tạo đường vân hoặc độ mờ có thể xuất hiện ngay cả khi độ bền chống va đập của vật liệu quang học được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm diamin tăng lên.

Trong khi đó, chế phẩm diamin có thể bao gồm diamin với lượng 99% khối lượng đến nhỏ hơn 100% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm. Ví dụ, hàm lượng của diamin trong chế phẩm diamin có thể là 90% khối lượng hoặc lớn hơn, 95% khối lượng hoặc cao hơn, 99,5% khối lượng hoặc cao hơn, hoặc 99,9% khối lượng hoặc cao hơn, cụ thể nằm trong khoảng từ 90% đến 99,9% khối lượng.

Diamin có thể bao gồm xylylendiamin. Xylylendiamin có thể bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm orthoxylylendiamin (o-XDA), metaxylylendiamin (m-XDA), và paraxylylendiamin (p-XDA).

Chế phẩm diamin theo một phương án có thể bao gồm metaxylylendiamin (mXDA) ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 99% khối lượng đến nhỏ hơn 100% khối lượng, ví dụ như, 99,5% khối lượng đến nhỏ hơn 100% khối lượng hoặc 99,7% khối lượng đến nhỏ hơn 100% khối lượng.

Nếu metaxylylendiamin có trong chế phẩm với lượng nhỏ hơn khoảng nêu trên, thì khi chế phẩm diisoxyanat được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm trên, hàm lượng của metaxylylen diisoxyanat, mà có thể tạo ra bằng phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric, có thể giảm xuống theo hàm lượng của metaxylylendiamin. Trong trường hợp như vậy, không chỉ các đặc tính quang học (đặc biệt là, tạo đường vân, hệ số truyền, và các đặc tính tương tự) mà còn cả các đặc tính cơ học (chẳng hạn như độ bền chống va đập, độ bền chịu kéo, và các đặc tính tương tự) của thành phẩm có thể bị suy giảm do sự hỗn tạp về khả năng phản ứng polyme hoá của chế phẩm và về cấu trúc hoá học của sản phẩm hóa cứng. Ngoài ra, hiện tượng ó vàng có thể xuất hiện phụ thuộc vào các thành phần khác được kết hợp trong đó.

Theo một phương án, chế phẩm diamin có thể chứa hợp chất có công thức 1 ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 100 ppm đến 2000 ppm và metaxylylendiamin ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 99,5% khối lượng đến nhỏ hơn 100% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm.

Ngoài ra, paraxylylendiamin có thể có mặt ở hàm lượng nằm trong khoảng từ cao hơn 0% khối lượng đến 0,5% khối lượng, cao hơn 0% khối lượng đến 0,3% khối lượng, cao hơn 0% khối lượng đến 0,15% khối lượng, cao hơn 0% khối lượng đến 0,1% khối lượng, cao hơn 0% khối lượng đến 0,05% khối lượng, cao hơn 0% khối lượng đến 0,03% khối lượng, hoặc cao hơn 0% khối lượng đến 0,01% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của chế phẩm.

Nếu paraxylylendiamin có trong chế phẩm với lượng vượt quá khoảng nêu trên, khi chế phẩm diisoxyanat được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm nêu trên, thì hàm lượng của paraxylylen diisoxyanat, mà có thể tạo ra bằng phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric, có thể là tăng quá nhiều theo hàm lượng của paraxylylendiamin. Trong trường hợp như vậy, các đặc tính quang học có thể bị suy giảm khi xuất hiện đường vân hoặc độ truyền qua sáng bị giảm xuống do phản ứng polyme hoá không đồng đều gây ra do sự khác biệt khả năng phản ứng hoặc do sự kết tinh gây ra do các thay đổi về cấu trúc hoá học của polyme.

Do đó, sản phẩm được tạo ra bằng cách sử dụng chế phẩm diamin mà thành phần của nó đã được điều chỉnh như nêu trên có thể đáp ứng các đặc tính quang học tuyệt vời, và có thể thu được các đặc tính cơ học rất cao. Do đó, có thể tốt hơn nếu sử dụng chế phẩm diamin để tạo ra vật liệu quang học, cụ thể thấu kính quang học bằng chất dẻo.

Đặc biệt là, theo phương án này, trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin được điều chỉnh trong khoảng từ 0,01 đến 3,0.

Nếu trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin được điều chỉnh đến khoảng nhất định, có thể tăng cường không chỉ hiệu suất và độ tinh khiết của chế phẩm diisoxyanat mà còn cả các đặc tính quang học của thấu kính quang học thành phẩm. Cụ thể, diamin trong chế phẩm diamin bị oxy hoá để tạo ra liên kết đôi trong quá trình bảo quản chúng; kết quả là, màu sắc và độ mờ của chế phẩm diisoxyanat được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm diamin nêu trên có thể bị suy giảm, và nó có thể gây ra sự tạo đường vân và ô vàng trong thấu kính quang học thành phẩm. Mức độ oxy hoá của chế phẩm diamin có liên quan đến trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin. Do đó, trị số b^* có thể được điều chỉnh trong khoảng nhất định để không chế mức

độ oxy hoá của diamin có mặt trong chế phẩm diamin; kết quả là, có thể hạn chế các phản ứng phụ trong quy trình điều chế phẩm diisoxyanat.

Ví dụ, trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin có thể bằng 0,01 hoặc cao hơn, 0,1 hoặc cao hơn, 0,3 hoặc cao hơn, 0,5 hoặc cao hơn, 0,7 hoặc cao hơn, 1,0 hoặc cao hơn, 1,3 hoặc cao hơn, hoặc 1,5 hoặc cao hơn. Ngoài ra, trị số b^* có thể bằng 3,0 hoặc nhỏ hơn, 2,5 hoặc nhỏ hơn, 2,0 hoặc nhỏ hơn, 1,5 hoặc nhỏ hơn, hoặc 1,0 hoặc nhỏ hơn. Ví dụ, chế phẩm diamin có thể có trị số b^* theo phối màu CIE nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1,0. Cụ thể, trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin có thể nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3,0, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,5, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,0, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0, nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3,0, nằm trong khoảng từ 1,0 đến 3,0, hoặc nằm trong khoảng từ 1,5 đến 3,0.

Trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin có thể được điều chỉnh trước trước khi chế phẩm diamin được đưa vào phản ứng. Ví dụ, trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin được đo trước. Nếu trị số b^* được đo như đó vượt quá 3,0, thì trị số b^* của chế phẩm diamin có thể được điều chỉnh và sau đó mới đưa phản ứng vào.

Tức là, quy trình điều chế phẩm diisoxyanat theo một phương án khác cũng có thể bao gồm bước đo trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin trước bước thu nhận chế phẩm diamin; và điều chỉnh trị số b^* đến trị số nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,0.

Trị số b^* có thể được đo bằng cách sử dụng thiết bị quang phổ hoặc các dụng cụ tương tự. Cụ thể, mẫu chất lỏng có thể được cho vào cốc đo thạch anh có chiều dày bằng 10mm, và mẫu chất rắn có thể được hoà tan trong dung môi hữu cơ để đo trị số b^* .

Bước điều chỉnh trị số b^* không bị hạn chế đặc biệt. Ví dụ, phương pháp này có thể bao gồm chưng cất chế phẩm diamin ít nhất một lần. Nhiệt độ trong suốt bước chưng cất chế phẩm diamin có thể nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C. Cụ thể, bước chưng cất có thể được thực hiện bằng cách thiết lập nhiệt độ đáy của thiết bị chưng cất nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C, bước chưng cất có thể được thực hiện bằng cách thiết lập nhiệt độ của nồi đun nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C.

Ngoài ra, áp suất trong bước chưng cất chế phẩm diamin có thể bằng 266,64 Pa (2,0 torr) hoặc nhỏ hơn, 133,32 Pa (1,0 torr) hoặc nhỏ hơn, 66,66 Pa (0,5 torr) hoặc nhỏ hơn, hoặc 13,33 Pa (0,1 torr) hoặc nhỏ hơn.

Cụ thể, bước chưng cất chế phẩm diamin có thể được thực hiện ở các điều kiện, ví dụ, nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C và áp suất nằm trong khoảng từ 13,33 Pa đến 133,32 Pa (0,1 torr đến 1 torr). Trong khoảng được ưu tiên nêu trên, có thể loại bỏ một cách hữu hiệu các oxit chẳng hạn như diamin trong đó đã tạo ra liên kết đôi trong quá trình bảo quản chế phẩm diamin.

Ngoài ra, thời gian để thực hiện bước chưng cất có thể bằng 1 giờ hoặc lâu hơn, 2 giờ hoặc lâu hơn, hoặc 3 giờ hoặc lâu hơn, và có thể bằng 10 giờ hoặc nhỏ hơn hoặc 5 giờ hoặc ngắn hơn.

Bước đo trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin có thể được thực hiện tiếp trong bước chưng cất như đã nêu trên. Nếu trị số b^* được đo như đó vượt quá 3,0, thì trị số b^* của chế phẩm diamin có thể được điều chỉnh bằng cách thực hiện quá trình chưng cất một lần nữa.

Kết quả là, trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin có thể được điều chỉnh đến trị số nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,0.

Quy trình điều chế phẩm diisoxyanat

Chế phẩm diisoxyanat có thể được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm diamin có thành phần đã được điều chỉnh theo một phương án của sáng chế.

Theo một phương án khác, quy trình điều chế phẩm diisoxyanat bao gồm bước cho chế phẩm diamin phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric để thu được chế phẩm diamin hydroclorua; và thu nhận chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen, trong đó chế phẩm diamin này chứa diamin; và benzylmonoamin có nhóm metyl ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm.

Theo một phương án khác, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế phẩm diisoxyanat, trong đó quy trình này bao gồm bước cho chế phẩm diamin phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric để thu được chế phẩm diamin hydroclorua; và thu nhận chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen,

trong đó chế phẩm diamin có trị số b^* theo phối màu CIE nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,0.

Fig.1 là sơ đồ thể hiện quy trình điều chế phẩm diisoxyanat theo một phương án. Trong phần (a) và (b) của Fig.1, R bao gồm vòng thơm, vòng béo, mạch béo, và các mạch tương tự. Theo một ví dụ cụ thể, R có thể là xylylen, norbornen, xylylen đã được hydro hoá, isophoron, hoặc hexametylen, nhưng không chỉ giới hạn ở các nhóm này.

Trong phần (a) của Fig.1, bước (i) có thể bao gồm bước bổ sung dung dịch nước axit hydrocloric để cho diamin phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric. Trong phần (a) của Fig.1, bước (ii) có thể bao gồm ít nhất một bước được chọn từ bước kết tủa, bước lọc, bước làm khô, và bước rửa. Trong phần (b) của Fig.1, bước (iii) có thể bao gồm bước cho triphosgen vào để chế phẩm diamin hydroclorua phản ứng với triphosgen. Trong phần (b) của Fig.1, bước (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 của benzylmonoamin có nhóm methyl có thể được điều chỉnh bằng cách bổ sung benzylmonoamin có nhóm methyl vào diamin khi điều chế phẩm diamin.

Ngoài ra, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể được tạo ra trong chế phẩm diisoxyanat bằng cách đưa benzylmonoamin có nhóm methyl vào. Hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm methyl tạo ra trong chế phẩm diisoxyanat có thể thay đổi theo hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm methyl.

Ví dụ, nếu chế phẩm diamin bao gồm trong khoảng từ 0 ppm đến 2000 ppm benzylmonoamin có nhóm methyl khi điều chế phẩm diamin, thì hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm methyl mà có thể được tạo ra trong chế phẩm diisoxyanat có thể được không chế ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 5 ppm đến 200 ppm. Khi hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm methyl được điều chỉnh trong khoảng nêu trên, thì có thể tăng cường độ bền chống va đập đồng thời ngăn cản sự xuất hiện của tạo đường vân và độ mờ khi chế phẩm được sử dụng làm vật liệu quang học.

Ngoài ra, theo một phương án của sáng chế, hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể được điều chỉnh bằng cách cho benzyl isoxyanat có nhóm methyl vào chế phẩm diisoxyanat. Ví dụ, theo một phương án của sáng chế, hàm lượng của benzyl

isoxyanat có nhóm metyl có thể được điều chỉnh bằng cách đưa benzyl isoxyanat có nhóm metyl vào bước thu nhận chế phẩm diamin hydroclorua và/hoặc bước thu nhận chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể được tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat. Ví dụ, nó có thể được tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat trong quá trình phản ứng ở bước thu nhận chế phẩm diamin hydroclorua và/hoặc bước thu nhận chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể được tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat, và một phần của chúng có thể tiếp tục được bổ sung vào. Tức là, lượng benzyl isoxyanat có nhóm metyl tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat là không đủ, nó có thể được cho thêm nữa vào chế phẩm sao cho hàm lượng của nó nằm trong khoảng từ 5 ppm đến 200 ppm.

Ngoài ra, trong quy trình điều chế theo một phương án của sáng chế, diisoxyanat, chủ yếu được sử dụng làm vật liệu cho thấu kính quang học bằng chất dẻo, được điều chế từ chế phẩm diamin thông qua hydroclorua của nó bằng cách sử dụng dung dịch nước axit hydrocloric thay cho khí hydro clorua và triphosgen rắn thay cho khí phosgen đồng thời điều chỉnh các điều kiện phản ứng. Do đó, có thể giải quyết các vấn đề rằng khí phosgen được sử dụng trong phương pháp phosgen thông thường có độc tính cao và là một chất phải tuân theo các quy định về môi trường và có khó khăn trong việc bảo quản và quản lý vì cần phải có một thiết bị làm lạnh riêng để lưu trữ nó. Phương pháp này cũng có thể giải quyết các vấn đề liên quan đến hiệu suất và chất lượng của sản phẩm.

Trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat theo một phương án, diamin được sử dụng làm vật liệu có thể là xylylendiamin. Theo cách khác, diamin có thể là các diamin khác được sử dụng để tạo ra vật liệu quang học. Cụ thể, nó có thể là ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm orthoxylylendiamin (o-XDA), metaxylylendiamin (m-XDA), paraxylylendiamin (p-XDA), norbornendiamin (NBDA), xylylendiamin đã được hydro hoá (H6XDA), và isophorondiamin (IPDA).

Điều chế chế phẩm diamin hydroclorua

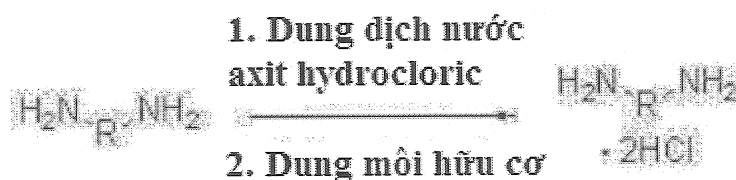
Trước hết, chế phẩm diamin được cho phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric để thu được chế phẩm diamin hydroclorua (bước 1).

Như đã nêu trên, chế phẩm diamin là chế phẩm trong đó hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm metyl trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm.

Ngoài ra, sau phản ứng của diamin và dung dịch nước axit hydrocloric, dung môi hữu cơ thứ nhất có thể tiếp tục được bổ sung vào để thu được chế phẩm diamin hydroclorua ở pha rắn.

Sơ đồ phản ứng 1 sau đây thể hiện một ví dụ của phản ứng trong bước này.

Sơ đồ phản ứng 1



Trong sơ đồ nêu trên, R bao gồm vòng thơm, vòng béo, mạch béo, và các mạch tương tự. Theo một ví dụ cụ thể, R có thể là xylylen, norbornen, xylylen đã được hydro hoá, isophoron, hoặc hexametylen, nhưng không chỉ giới hạn ở các nhóm này.

Theo phương pháp thông thường, trong đó khí hydro clorua được sử dụng, hydroclorua được tạo ra 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 đó, 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 là hiệu suất của thành phẩm là thấp.

Tuy nhiên, theo phương án nêu trên, do dung dịch nước axit hydrocloric được sử dụng, có thể để giải quyết vấn đề còn tồn tại trong các giải pháp kỹ thuật đã biết, trong đó khí hydro clorua được sử dụng. Cụ thể, khi dung dịch nước axit hydrocloric được sử dụng, sản phẩm thu được thông qua phản ứng này là ở dạng rắn chứ không phải là dạng huyền phù đặc, làm cho hiệu suất đạt được ở mức 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 lạnh nhanh là không cần thiết.

Nồng độ của dung dịch nước axit hydrocloric có thể nằm trong khoảng từ 5% khối lượng đến 50% khối lượng. Trong khoảng nồng độ nêu trên, có thể để giảm thiểu mức độ hòa tan của hydroclorua trong dung dịch nước axit hydrocloric, từ đó làm tăng hiệu suất cuối, và cải thiện sự thuận tiện trong xử lý.

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

Chế phẩm diamin và dung dịch nước axit hydrocloric có thể được đưa vào phản ứng ở 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 ngăn ngừa sự giảm về hiệu suất gây ra do sự hòa tan vì nước được tạo ra. Cụ thể, diamin và dung dịch nước axit hydrocloric có thể được đưa vào phản ứng ở tỷ lệ đương lượng nằm trong khoảng từ 1:2 đến 2,5.

Ngoài ra, lượng dung dịch nước axit hydrocloric được đưa vào có thể được điều chỉnh theo tỷ lệ mol so với lượng diamin được đưa vào. Ví dụ, dung dịch nước axit hydrocloric có thể được đưa vào sao cho lượng HCl là 2 mol hoặc cao hơn, 2,02 mol hoặc cao hơn, 2,05 mol hoặc cao hơn, 2,1 mol hoặc cao hơn, hoặc 2,2 mol hoặc cao hơn, cho 1 mol diamin trong chế phẩm diamin. Ngoài ra, dung dịch nước axit hydrocloric có thể được đưa vào sao cho lượng HCl bằng 3 mol hoặc nhỏ hơn, 2,7 mol hoặc nhỏ hơn, 2,5 mol hoặc nhỏ hơn, 2,4 mol hoặc nhỏ hơn, 2,35 mol hoặc nhỏ hơn, hoặc 2,25 mol hoặc nhỏ hơn, cho 1 mol diamin. Cụ thể, dung dịch nước axit hydrocloric có thể được đưa vào sao cho lượng HCl là nằm trong khoảng từ 2,02 mol đến 2,50 mol cho 1 mol diamin. Trong khoảng nêu trên, có thể thuận lợi hơn ngăn không cho một phần diamin còn lại do nó không phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric và ngăn các nhóm amin tự do phản ứng với diisoxyanat trong phản ứng sau đó để tạo ra ure. Đồng thời, có thể thuận lợi hơn là ngăn hiện tượng ion clo còn dư tạo ra do sự dư thừa dung dịch nước axit hydrocloric làm tăng nồng độ của clo trong phản ứng phosgen hoá tiếp theo để tạo ra các tạp chất.

Bước đưa diamin và dung dịch nước axit hydrocloric vào có thể được thực hiện trong khi nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được duy trì ở mức không đổi. Khi chế phẩm diamin và dung dịch nước axit hydrocloric được đưa vào, nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng có thể nằm trong khoảng từ 20°C đến 100°C. Trong khoảng nhiệt độ nêu trên, có thể ngăn không cho nhiệt độ tăng quá 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 chế phẩm diamin và dung dịch nước axit hydrocloric được đưa vào, nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng có thể nằm trong khoảng từ 20°C đến 60°C, nằm trong khoảng từ 20°C đến nhỏ hơn 60°C, nằm trong khoảng từ 20°C đến 50°C, hoặc nằm trong khoảng từ 20°C đến 40°C.

Cụ thể hơn, chế phẩm diamin và dung dịch nước axit hydrocloric có thể được đưa vào phản ứng ở tỷ lệ đương lượng nằm trong khoảng từ 1:2 đến 5 ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 40°C.

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

Bước đưa diamin và dung dịch nước axit hydrocloric vào có thể được thực hiện, ví dụ, theo trình tự trong đó trước tiên dung dịch nước axit hydrocloric có thể được đưa vào thiết bị phản ứng và sau đó diamin có thể được đưa từ từ vào thiết bị phản ứng. Bước đưa diamin và/hoặc dung dịch nước axit hydrocloric vào có thể được thực hiện trong thời gian từ 30 phút đến 1 giờ.

Khi bước đưa diamin và dung dịch nước axit hydrocloric 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, nằm trong khoảng từ 0°C đến 10°C, hoặc nằm trong khoảng từ 10°C đến 20°C. Phản ứng của chế phẩm diamin và dung dịch nước axit hydrocloric có thể được thực hiện ở áp suất khí quyển trong thời gian, ví dụ, nằm trong khoảng từ 30 phút đến 2 giờ kết hợp khuấy.

Theo kết quả của phản ứng của chế phẩm diamin và dung dịch nước axit hydrocloric, có thể thu được sản phẩm phản ứng là chế phẩm diamin hydroclorua ở dạng dung dịch nước.

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

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

Cụ thể, dung môi hữu cơ thứ nhất có thể được đưa vào sản phẩm phản ứng để kết tủa chế phẩm diamin hydroclorua dạng rắn. Tức là, dung môi hữu cơ thứ nhất có thể làm kết tủa chế phẩm diamin 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 thực hiện phản ứng.

Dung môi hữu cơ thứ nhất có thể là ít nhất một dung môi được chọn từ nhóm cấu thành từ diethyl ete, diisopropyl ete, dioxan, tetrahydrofuran, metanol, etanol, dimetyl sulfoxit, dimetylformamit, axetonitril, axeton, tricloetylen, tetracloetan, tricloetanol, nbutanol, isobutanol, metyl etyl keton, metyl butyl keton, isopropanol, hexan, clorofom, và metyl axetat.

Lượng (khối lượng) của dung môi hữu cơ thứ nhất được đưa vào có thể gấp từ 1 đến 5 lần khối lượng chế phẩm diamin. Nếu lượng được đưa vào nằm trong khoảng nêu trên, thì có thể ngăn ngừa được việc sử dụng dung môi hữu cơ dư đồng thời 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 chế phẩm diamin.

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 lạnh có thể nằm trong khoảng từ 30 phút đến 2 giờ hoặc nằm trong khoảng từ 30 phút đến 1 giờ.

Theo một ví dụ cụ thể, phản ứng trong bước này có thể theo trình tự bao gồm các bước (1a) đưa dung dịch nước axit hydrocloric vào thiết bị phản ứng thứ nhất; (1b) đưa

chế phẩm diamin 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.

Cụ thể hơn, phản ứng trong bước này cũng có thể bao gồm bước làm lạnh bên trong của thiết bị phản ứng đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0°C đến 10°C sau khi đưa chế phẩm diamin vào và trước khi khuấy ở bước (1b); và làm lạnh bên trong 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).

Trong khi đó, theo một phương án của sáng chế, benzylmonoamin có nhóm methyl có trong chế phẩm diamin có thể phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric. Nhờ phản ứng, chế phẩm diamin hydroclorua có thể bao gồm benzylmonoamin hydroclorua có nhóm methyl.

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

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

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

trong dung môi hữu cơ, thu được huyền phù đặc của diamin hydroclorua, mà không dễ được tinh chế.

Hiệu suất của chế phẩm diamin hydroclorua do đó thu được có thể bằng 50% hoặc lớn hơn, 65% hoặc cao hơn, 80% hoặc cao hơn, 85% hoặc cao hơn, hoặc 90% hoặc cao hơn, cụ thể nằm trong khoảng từ 85% đến 95% hoặc 88% đến 92%.

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

Hiệu suất của chế phẩm diamin hydroclorua thu được như đó có thể bằng 50% hoặc lớn hơn, 65% hoặc cao hơn, 80% hoặc cao hơn, 85% hoặc cao 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 phân tách khỏi chất phản ứng và được tái tuần hoàn dưới dạng dung môi hữu cơ. Do đó, mức độ thu hồi dung môi hữu cơ thứ nhất có thể bằng 80% hoặc cao hơn, 85% hoặc cao hơn, hoặc 90% hoặc cao hơn, cụ thể nằm trong khoảng từ 80% đến 95% hoặc nằm trong khoảng từ 80% đến 82%.

Chế phẩm diamin hydroclorua

Theo phương án này, vì chế phẩm diamin mà có trị số b^* theo phối màu CIE được điều chỉnh được sử dụng làm vật liệu, trị số b^* của chế phẩm diamin hydroclorua thu được từ đó cũng có thể được điều chỉnh. Ví dụ, chế phẩm diamin hydroclorua được điều chế theo quy trình theo phương án nêu trên có trị số b^* theo phối màu CIE bằng 1,5 hoặc nhỏ hơn, 1,2 hoặc nhỏ hơn, 1,0 hoặc nhỏ hơn, hoặc 0,8 hoặc nhỏ hơn, khi được hoà tan trong nước ở nồng độ bằng 8% khối lượng. Cụ thể, trị số b^* theo phối màu CIE có thể nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1,2, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,2, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,8, hoặc nằm trong khoảng từ 0,2 đến 1,0.

Ngoài ra, để điều chỉnh trị số b^* của chế phẩm diamin hydroclorua, dung dịch nước axit hydrocloric có hàm lượng ion Fe ở mức nhất định hoặc nhỏ hơn có thể được sử dụng làm vật liệu. Ví dụ, hàm lượng ion Fe trong dung dịch nước axit hydrocloric được

sử dụng để điều chế chế phẩm diamin hydroclorua có thể bằng 0,5ppm hoặc nhỏ hơn. Cụ thể, hàm lượng ion Fe trong dung dịch nước axit hydrocloric có thể bằng 0,3ppm hoặc nhỏ hơn hoặc 0,2ppm hoặc nhỏ hơn. Cụ thể hơn, hàm lượng ion Fe trong dung dịch nước axit hydrocloric có thể nằm trong khoảng từ 0,001ppm đến 0,5ppm hoặc nằm trong khoảng từ 0,1ppm đến 0,3ppm.

Theo cách khác, trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin hydroclorua có thể được điều chỉnh bằng cách rửa nó bằng dung môi có chỉ số phân cực bằng 5,7 hoặc nhỏ hơn. Trong trường hợp đó, dung môi có chỉ số phân cực bằng 5,7 hoặc nhỏ hơn có thể chứa diclometan, và khác các dung môi có thể được sử dụng. Ngoài ra, nhiệt độ của dung môi có độ phân cực bằng 5,7 hoặc nhỏ hơn có thể là 5°C hoặc nhỏ hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0°C đến 5°C.

Tức là, quy trình theo phương án cũng có thể bao gồm bước rửa chế phẩm diamin hydroclorua bằng dung môi có độ phân cực bằng 5,7 hoặc nhỏ hơn ở nhiệt độ 5°C hoặc nhỏ hơn.

Ngoài ra, quy trình theo phương án cũng có thể bao gồm bước đo trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin hydroclorua. Nếu trị số b^* được đo như đó lớn hơn 1,5, thì trị số b^* của chế phẩm diamin hydroclorua có thể được điều chỉnh bằng cách lặp lại bước rửa nêu trên. Kết quả là, trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin hydroclorua có thể được điều chỉnh đến 1,5 hoặc nhỏ hơn khi được hoà tan trong nước ở nồng độ bằng 8% khối lượng.

Chế phẩm diamin hydroclorua thu được bằng quy trình nêu trên chủ yếu chứa diamin hydroclorua, và hàm lượng diamin hydroclorua có thể nằm trong khoảng từ 85% khối lượng đến 99,9% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm. Trong trường hợp đó, diamin hydroclorua có thể chứa hai nhóm HCl liên kết với hai nhóm amin ở cuối mạch diamin.

Ngoài ra, chế phẩm diamin hydroclorua có thể chứa ion Fe, và hàm lượng ion Fe có thể bằng 10ppm hoặc nhỏ hơn tính theo tổng khối lượng của chế phẩm diamin hydroclorua. Ngoài ra, hàm lượng của nước trong chế phẩm diamin hydroclorua có thể 5% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, 0,1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, hoặc 0,01% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Điều chế phẩm diisoxyanat

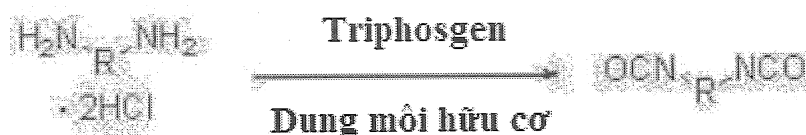
Chế phẩm diamin hydroclorua được cho phản ứng với triphosgen để thu được chế phẩm diisoxyanat (bước 2). Cụ thể, chế phẩm diisoxyanat được thu nhận từ chế phẩm diamin hydroclorua bằng phản ứng phosgen hoá.

Bước thu nhận chế phẩm diisoxyanat có thể chứa bước cho chế phẩm diamin hydroclorua, được xử lý theo quy trình bao gồm ít nhất một bước kết tủa, bước lọc, bước làm khô, và/hoặc bước rửa, phản ứng triphosgen.

Trong trường hợp như vậy, phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua với triphosgen có thể được thực hiện trong dung môi hữu cơ thứ hai.

Sơ đồ phản ứng 2 sau đây thể hiện một ví dụ của phản ứng trong bước này.

Sơ đồ phản ứng 2



Trong sơ đồ nêu trên, R bao gồm vòng thơm, vòng béo, mạch béo, và các mạch tương tự. Theo một ví dụ cụ thể, R có thể là xylylen, norbornen, xylylen đã được hydro hoá, isophoron, hoặc hexametylen, nhưng không chỉ giới hạn ở các nhóm này.

Cụ thể, chế phẩm diamin hydroclorua đã được điều chế nêu trên được đưa vào dung môi hữu cơ thứ hai, được cho phản ứng với triphosgen (BTMC, bis(triclorometyl)cacbonat), và sau đó được tinh chế để thu được chế phẩm diisoxyanat.

Theo một phương án của sáng chế, benzylmonoamin hydroclorua có nhóm metyl tạo ra ở bước 1 có thể được cho phản ứng với triphosgen để tạo ra benzyl isoxyanat có nhóm metyl.

Ngoài ra, trong chế phẩm diamin, hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm metyl tạo ra trong chế phẩm diisoxyanat có thể thay đổi bằng cách đưa vào một lượng benzylmonoamin có nhóm metyl.

Tỷ lệ sản sinh của benzyl isoxyanat có nhóm metyl so với hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm metyl có thể nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,9. Cụ thể, tỷ lệ

sản sinh của benzyl isoxyanat có nhóm metyl so với hàm lượng benzylmonoamin có nhóm metyl có thể nằm trong khoảng từ 0,06 đến 0,8, nằm trong khoảng từ 0,08 đến 0,7, nằm trong khoảng từ 0,09 đến 0,6, nằm trong khoảng từ 0,09 đến 0,25, nằm trong khoảng từ 0,08 đến 0,2, nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,1, hoặc nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,6.

Ví dụ, nếu hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm metyl nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể có trong chế phẩm diisoxyanat ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 5 ppm đến 200 ppm.

Theo cách khác, nếu hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm metyl nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 1000 ppm, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể có trong chế phẩm diisoxyanat ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 5 ppm đến 150 ppm.

Theo cách khác, nếu hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm metyl nằm trong khoảng từ 100 ppm đến 2000 ppm, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể có trong chế phẩm diisoxyanat ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 25 ppm đến 200 ppm.

Theo cách khác, nếu hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm metyl nằm trong khoảng từ 500 ppm đến 2000 ppm, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể có trong chế phẩm diisoxyanat ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 30 ppm đến 200 ppm.

Ngoài ra, nếu cần, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể có trong chế phẩm diisoxyanat ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 5 ppm đến 200 ppm.

Trong khi đó, dung môi hữu cơ thứ hai có thể là ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm benzen, toluen, etylbenzen, clobenzen, monoclobenzen, 1,2-diclobenzen, diclometan, 1-clo-n-butan, 1-clo-n-pentan, 1-clo-n-hexan, clorofom, 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 diamin 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 ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 5 lần, hoặc nằm trong khoảng từ 3 đến 5 lần, khối lượng của chế phẩm diamin hydroclorua.

Nhiệt độ phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen có thể nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C hoặc 115°C đến 160°C. Nếu nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng nêu trên, cụ thể nằm trong khoảng 110°C hoặc 115°C hoặc cao hơn, phản ứng giữa diamin hydroclorua và triphosgen có thể được thực hiện một cách thuận lợi hơn, và có thể là thuận lợi để tăng hiệu suất và giảm thời gian phản ứng. Nếu nhiệt độ là 160°C hoặc nhỏ hơn, có thể hạn chế việc tạo ra các tạp chất chẳng hạn như hắc ín khi sản phẩm cuối diisoxyanat được tạo ra. Cụ thể, nhiệt độ phản ứng của chế phẩm diamin 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 130°C, nằm trong khoảng từ 115°C đến 120°C, nằm trong khoảng từ 130°C đến 160°C, hoặc nằm trong khoảng từ 120°C đến 150°C.

Phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua với triphosgen có thể được thực hiện trong thời gian từ 5 giờ đến 100 giờ. Khi thời gian phản ứng nằm trong khoảng nêu trên, thì thời gian phản ứng này không bị quá lâu, 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 diamin hydroclorua với triphosgen có thể được thực hiện 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.

Theo một ví dụ cụ thể, phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua với triphosgen có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C hoặc 115°C đến 160°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 5 giờ đến 100 giờ.

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

Theo cách khác, chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen có thể được đưa vào phản ứng theo tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 1:0,65 đến 1. Cụ thể, chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen có thể được đưa vào phản ứng theo tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ cao hơn 1:0,70 đến nhỏ hơn 0,95 hoặc 1:0,73 đến 0,90. Khi tỷ lệ mol nằm

trong khoảng nêu trên, hiệu quả của phản ứng là, và tốt hơn là để ngăn sự tăng thời gian phản ứng do đưa vào quá nhiều.

Phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen có thể tương ứng bao gồm bước trộn chế phẩm diamin 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, bước đưa dung dịch thứ hai và khuấy có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C hoặc nằm trong khoảng từ 115°C đến 160°C. Ngoài ra, bước 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, theo sáng chế thời gian đối với mỗi lần đưa 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 cách khác, phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen có thể tương ứng bao gồm bước (2a) đưa dung môi hữu cơ thứ hai vào thiết bị phản ứng thứ hai; (2b) đưa chế phẩm diamin hydroclorua vào thiết bị phản ứng thứ hai và khuấy chúng; và (2c) đưa triphosgen vào thiết bị phản ứng thứ hai và khuấy chúng.

Ngoài ra, bước đưa triphosgen vào ở bước (2c) có thể được thực hiện 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 nằm trong khoảng từ 115°C đến 130°C trong tổng thời gian từ 25 giờ đến 40 giờ.

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

Ngoài ra, thời gian cho phản ứng tiếp bằng cách khuấy sau khi đưa triphosgen vào có thể nằm trong khoảng từ 2 giờ đến 5 giờ hoặc 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 qua quá trình phản ứng có thể được xử lý tiếp bằng cách tách, loại khí, lọc, và chưng cất.

Ví dụ, sau khi phản ứng, sản phẩm phản ứng có thể được loại khí ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 150°C bằng cách sục khí nitơ vào. Ngoài ra, sau khi loại khí, nó có thể được làm lạnh đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10°C đến 30°C, và các chất rắn có thể được lọc ra.

Chế phẩm diisoxyanat có thể thu được bằng cách chưng cất sau phản ứng phosgen hoá chế phẩm diamin hydroclorua.

Bước chưng cất có thể là bước chưng cất để loại bỏ dung môi hữu cơ thứ hai. Ví dụ, sau khi phản ứng, sản phẩm phản ứng có thể được chưng cất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C trong thời gian từ 2 giờ đến 8 giờ để loại bỏ dung môi hữu cơ thứ hai. Áp suất trong khi chưng cất có thể là 2,0 torr hoặc nhỏ hơn, 1,0 torr hoặc nhỏ hơn, 0,5 torr hoặc nhỏ hơn, hoặc 0,1 torr hoặc nhỏ hơn. Ngoài ra, dung môi hữu cơ thứ hai có thể được thu hồi và được tái tuần hoàn thông qua bước chưng cất.

Ngoài ra, bước chưng cất có thể bao gồm bước chưng cất diisoxyanat. Ví dụ, việc chưng cất có thể bao gồm bước chưng cất diisoxyanat ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C. Nếu nhiệt độ chưng cất nằm trong khoảng nêu trên, nó có lợi hơn vì ngăn ngừa sự suy giảm các tính chất vật lý của thấu kính quang học thành phẩm như đường vân, độ mờ, và ố vàng bằng cách loại bỏ một cách hiệu quả các hợp chất clo dễ thủy phân được tạo ra ở các nhiệt độ cao như clometylbenzyl isoxyanat (CBI) và 1,3-bis(clometyl)benzen. Cụ thể, bước chưng cất có thể được thực hiện bằng cách thiết lập nhiệt độ đáy của thiết bị chưng cất nằm trong khoảng từ 100°C đến 130o. Ví dụ, việc chưng cất có thể được thực hiện bằng cách thiết lập nhiệt độ của nồi đun lại nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C.

Ngoài ra, áp suất trong khi chưng cất có thể bằng 266,64 Pa (2,0 torr) hoặc nhỏ hơn, 133,32 Pa (1,0 torr) hoặc nhỏ hơn, 66,66 Pa (0,5 torr) hoặc nhỏ hơn, hoặc 13,33 Pa (0,1 torr) hoặc nhỏ hơn. Cụ thể, bước chưng cất có thể chưng cất diisoxyanat ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C và áp suất bằng 266,64 Pa (2,0 torr) hoặc nhỏ hơn.

Ngoài ra, thời gian để chưng cất diisoxyanat có thể bằng 1 giờ hoặc lâu hơn, 2 giờ hoặc lâu hơn, hoặc 3 giờ hoặc lâu hơn, và có thể 10 giờ hoặc ít hơn hoặc 5 giờ hoặc ít hơn. Cụ thể, bước chưng cất diisoxyanat có thể được thực hiện trong thời gian từ 2 giờ đến 10 giờ.

Theo cách khác, theo một phương án của sáng chế, quy trình này cũng có thể bao gồm bước chưng cất sản phẩm phản ứng sau phản ứng ở bước 2, và bước chưng cất có thể bao gồm bước chưng cất thứ nhất và bước chưng cất thứ hai.

Ví dụ, bước thu nhận chế phẩm diisoxyanat còn bao gồm bước chưng cất sản phẩm phản ứng thu được bằng phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua, cụ thể chế phẩm diamin hydroclorua đã được xử lý, với triphosgen. Bước chưng cất có thể bao gồm bước chưng cất thứ nhất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C trong thời gian từ 2 giờ đến 8 giờ và bước chưng cất thứ hai ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 120°C trong thời gian từ 2 giờ đến 10 giờ. Bước chưng cất thứ nhất và/hoặc bước chưng cất thứ hai có thể được thực hiện ở áp suất bằng 66,66 Pa (0,5 torr) hoặc nhỏ hơn. Dung môi hữu cơ có thể được thu hồi và được tái tuần hoàn thông qua bước chưng cất thứ nhất, và diisoxyanat cuối cùng có thể thu được thông qua bước chưng cất thứ hai.

Hiệu suất của chưng cất diisoxyanat có thể bằng 80% hoặc cao hơn, cụ thể 85% hoặc cao hơn, 87% hoặc cao hơn, hoặc 90% hoặc cao hơn. Trong trường hợp đó, hiệu suất chưng cất có thể được tính toán bằng cách xác định lượng chế phẩm diisoxyanat khi chưng cất so với lượng theo lý thuyết của chế phẩm diisoxyanat được tạo ra từ lượng chế phẩm diamin hydroclorua được đưa vào phản ứng phosgen hoá.

Trong quy trình theo phương án nêu trên, khoảng nhiệt độ phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen được kiểm soát, nhờ đó chế phẩm diisoxyanat thô trước khi tinh chế có thể chứa rất ít các tạp chất. Cụ thể, chế phẩm diisoxyanat có thể chứa diisoxyanat với lượng 99,0% khối lượng hoặc cao hơn trước khi chưng cất diisoxyanat. Ngoài ra, chế phẩm diisoxyanat có thể chứa diisoxyanat với lượng 99,9% khối lượng hoặc cao hơn sau khi chưng cất diisoxyanat.

Ngoài ra, hàm lượng các hợp chất thơm có nhóm halogen trong chế phẩm diisoxyanat có thể bằng 1000ppm hoặc nhỏ hơn.

Ngoài ra, hiệu suất của chế phẩm diisoxyanat cuối cùng thu được có thể bằng 80% hoặc cao hơn, 85% hoặc cao hơn, 88% hoặc cao hơn, hoặc 90% hoặc cao hơn.

Chế phẩm diisoxyanat

Theo một phương án, hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm metyl trong chế phẩm diisoxyanat có thể nằm trong khoảng từ 5 ppm đến 200 ppm.

Theo một phương án của sáng chế, nếu vật liệu quang học được tạo ra khi hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm metyl trong chế phẩm diisoxyanat được điều chỉnh đến khoảng tối ưu thông qua hàm lượng benzylmonoamin có nhóm metyl, có thể tăng cường hơn nữa các đặc tính vật lý của vật liệu quang học.

Ngoài ra, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể được tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat.

Ngoài ra, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể được tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat, và một phần của chúng có thể được bổ sung có chủ đích vào. Tức là, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể được tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat. Nếu lượng tạo ra như đó là không đủ, thì có thể chủ động cho vào chế phẩm sao cho hàm lượng của nó nằm trong khoảng từ 5 ppm đến 200 ppm trong chế phẩm.

Benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm metyl với cấu trúc thơm nhất định. Cụ thể, nó có thể bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm 2-metylbenzyl isoxyanat được thế bằng nhóm metyl ở vị trí ortho (o), 3-metylbenzyl isoxyanat được thế bằng nhóm metyl ở vị trí meta (m), và 4-metylbenzyl isoxyanat được thế bằng nhóm metyl ở vị trí para (p).

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

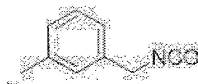
Theo một phương án của sáng chế, benzyl isoxyanat có nhóm metyl, đặc biệt là, 3-metylbenzyl isoxyanat hoặc 4-metylbenzyl isoxyanat được sử dụng với lượng nhất định. Trong trường hợp như vậy, vì nó có một isoxyanat nhóm chức, nó có thể dùng phản ứng liên kết chéo trong phản ứng tạo ra polythiouretan, nhờ đó thúc đẩy sự tăng cường tính linh hoạt của polythiouretan. Do đó, có thể đồng thời ngăn cản sự xuất hiện của tạo đường vân và gây mờ trong vật liệu quang học, ví dụ, thấu kính quang học và tăng cường độ bền chống va đập.

Theo một phương án khác của sáng chế, benzyl isoxyanat có nhóm metyl có thể bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm 3-metylbenzyl isoxyanat được thế

bằng nhóm methyl ở vị trí meta (m) và 2-methylbenzyl isoxyanat được thế bằng nhóm methyl ở vị trí ortho (o).

Cụ thể hơn, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có thể bao gồm hợp chất có công thức 2 trong đó nhóm methyl được thế ở vị trí meta (m).

Công thức 2



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

Nếu hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm methyl không được điều chỉnh, thì độ bền chống va đập có thể bị suy giảm, hoặc tạo đường vân và độ mờ có thể xuất hiện ngay cả khi độ bền chống va đập được duy trì. Ví dụ, nếu hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm methyl là nhỏ hơn 5 ppm, thì độ bền chống va đập của vật liệu quang học bằng cách sử dụng chế phẩm có thể bị suy giảm. Mặt khác, nếu hàm lượng của benzyl isoxyanat có nhóm methyl vượt quá 200 ppm, quá trình tạo đường vân hoặc độ mờ có thể xuất hiện ngay cả khi độ bền chống va đập của vật liệu quang học bằng cách sử dụng chế phẩm được gia tăng.

Trong khi đó, chế phẩm diisoxyanat có thể chứa diisoxyanat với lượng 90% khối lượng hoặc cao hơn, 95% khối lượng hoặc cao hơn, 99,5% khối lượng hoặc cao hơn, 99,9% khối lượng hoặc cao hơn, nằm trong khoảng từ 90% khối lượng đến 99,9% khối lượng, hoặc 99% khối lượng đến nhỏ hơn 100% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của chế phẩm.

Diisoxyanat có thể bao gồm 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) ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 99% khối lượng đến nhỏ hơn 100% khối lượng, 99,5% khối lượng đến nhỏ hơn 100% khối lượng, hoặc 99,7% khối lượng đến nhỏ hơn 100% khối lượng.

Nếu m-xylylen diisoxyanat có trong chế phẩm với lượng nhỏ hơn khoảng nêu trên, không chỉ các đặc tính quang học (đặc biệt là, tạo đường vân, độ truyền qua, và các đặc tính tương tự) mà còn cả các đặc tính cơ học (chẳng hạn như độ bền chống va đập, độ bền chịu kéo, và các đặc tính tương tự) của thành phẩm có thể bị suy giảm do sự hỗn tạp về khả năng polyme hoá của chế phẩm và cấu trúc hoá học của sản phẩm hóa cứng. Ngoài ra, hiện tượng ô vàng có thể xuất hiện phụ thuộc vào các thành phần khác được kết hợp trong đó.

Theo một phương án, chế phẩm có thể chứa hợp chất có công thức 2 ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 20 ppm đến 150 ppm và m-xylylen diisoxyanat ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 99,5% khối lượng đến nhỏ hơn 100% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm.

Ngoài ra, p-xylylen diisoxyanat có thể có trong ở hàm lượng nằm trong khoảng từ cao hơn 0% khối lượng đến 0,5% khối lượng, cao hơn 0% khối lượng đến 0,3% khối lượng, cao hơn 0% khối lượng đến 0,15% khối lượng, cao hơn 0% khối lượng đến 0,1% khối lượng, cao hơn 0% khối lượng đến 0,05% khối lượng, cao hơn 0% khối lượng đến 0,03% khối lượng, hoặc cao hơn 0% khối lượng đến 0,01% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của chế phẩm.

Nếu p-xylylen diisoxyanat có trong chế phẩm ở hàm lượng vượt quá khoảng hàm lượng nêu trên, thì các đặc tính quang học có thể bị suy giảm quá trình tạo đường vân xuất hiện hoặc độ truyền qua bị giảm xuống do polyme hoá hỗn tạp gây ra do sự khác biệt về khả năng phản ứng hoặc do kết tinh gây ra do các thay đổi về cấu trúc hoá học của polyme.

Ngoài ra, chế phẩm diisoxyanat có thể chứa các diisoxyanat khác được sử dụng để sản xuất thấu kính quang học không phải là m-xylylen diisoxyanat và p-xylylen

diisoxyanat. Cụ thể, chế phẩm có thể chứa ít nhất một chất được chọn từ nhóm cấu thành từ orthoxylylen diisoxyanat (o-XDI), norbornen diisoxyanat (NBDI), xylylen đã được hydro hoá diisoxyanat (H6XDI), isophoron diisoxyanat (IPDI), và hexametylen diisoxyanat (HDI).

Ngoài ra, chế phẩm diisoxyanat của sáng chế cũng có thể bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm etyl và xyanobenzyl isoxyanat.

Ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm etyl và xyanobenzyl isoxyanat nêu trên 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 chất một được chọn từ nhóm bao gồm benzyl isoxyanat có nhóm etyl và xyanobenzyl isoxyanat được sử dụng trong chế phẩm với lượng vượt quá khoảng hàm lượng nêu trên, thì nó ảnh hưởng đến cấu trúc hoá học của polyme, dẫn đến sự suy giảm các đặc tính cơ học hoặc các đặc tính chịu nhiệt chẳng hạn như nhiệt độ chuyển hoá thủy tinh của thành phẩm. Ngoài ra, do ảnh hưởng của các nhóm xiano, ô vàng có thể xảy ra ở thời điểm hóa cứng nhiệt để tạo ra thấu kính hoặc sau khi sản xuất thấu kính phụ thuộc vào môi trường bên ngoài, do đó gây ra thiệt hại nghiêm trọng đến độ tin cậy lâu dài của thấu kính.

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

Ngoài ra, chế phẩm diisoxyanat được điều chế như đã nêu trên có thể được cải thiện khi xét về màu sắc và độ mờ.

Cụ thể, chế phẩm diisoxyanat theo phương án nêu trên có thể có trị số b^* theo phối màu CIE nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,0. Thấu kính quang học được tạo ra từ chế phẩm diisoxyanat có trị số b^* nằm trong khoảng nêu trên có thể được cải thiện về đường vân, độ truyền qua, chỉ số màu vàng, và chỉ số khúc xạ. Cụ thể, trị số b^* theo phối

màu CIE của chế phẩm diisoxyanat có thể bằng 0,1 đến 2,0, 0,1 đến 1,5, 0,1 đến 1,2, 0,1 đến 1,0, hoặc 0,1 đến 0,8.

Ngoài ra, chế phẩm diisoxyanat có thể có trị số màu APHA (American Public Health Association) bằng 20 hoặc nhỏ hơn hoặc 10 hoặc nhỏ hơn. Cụ thể, chế phẩm diisoxyanat có thể có trị số màu APHA nằm trong khoảng từ 1 đến 20 hoặc 1 đến 10.

Ngoài ra, chế phẩm diisoxyanat có thể có độ mờ bằng 10% hoặc nhỏ hơn, 5% hoặc nhỏ hơn, hoặc 3% hoặc nhỏ hơn.

Ngoài ra, hàm lượng của ion Fe trong chế phẩm diisoxyanat có thể bằng 10 ppm hoặc nhỏ hơn, 5 ppm hoặc nhỏ hơn, hoặc 1 ppm hoặc nhỏ hơn. Cụ thể, hàm lượng của ion Fe trong chế phẩm diisoxyanat có thể bằng 0,2 ppm hoặc nhỏ hơn.

Để cải thiện màu sắc và độ mờ, chế phẩm diisoxyanat có thể chứa xylylen diisoxyanat hoặc các diisoxyanat khác được sử dụng để sản xuất thấu kính quang học. Cụ thể, nó có thể bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm orthoxylylen diisoxyanat (o-XDI), metaxylylen diisoxyanat (m-XDI), paraxylylen diisoxyanat (pXDI), norbornen diisoxyanat (NBDI), xylylen diisoxyanat được hydro hoá (H6XDI), isophoron diisoxyanat (IPDI), và hexametylen diisoxyanat (HDI) ở hàm lượng khoảng 90% khối lượng hoặc cao hơn, 95% khối lượng hoặc cao hơn, 99,5% khối lượng hoặc cao hơn, 99,9% khối lượng hoặc cao hơn, hoặc nằm trong khoảng từ 90% khối lượng đến 99,9% khối lượng. Nó cũng có thể bao gồm benzyl isoxyanat, metylbenzyl isoxyanat, xyanobenzyl isoxyanat, và các chất tương tự với tổng hàm lượng vào khoảng 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Đo màu sắc và độ trong suốt của dung dịch phản ứng

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

Trong phản ứng của chế phẩm diamin 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 mờ 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 suốt 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 độ truyền qua bằng 60% hoặc cao hơn, 70% hoặc cao hơn, 80% hoặc cao hơn, hoặc 90% hoặc cao hơn, đối với ánh sáng có bước sóng 550 nm. Ngoài ra, dung dịch phản ứng có thể có độ mờ 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 độ truyền qua bằng 70% hoặc cao hơn đối với ánh sáng có bước sóng 550 nm và độ mờ bằng 10% hoặc nhỏ hơn. Cụ thể hơn, dung dịch phản ứng có thể có hệ số truyền bằng 80% hoặc cao hơn đối với ánh sáng có bước sóng 550 nm và độ mờ 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 mờ 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 mờ 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 diamin hydroclorua và triphosgen có thể được thực hiện đồng thời với bước đo màu sắc và độ trong suốt của dung dịch phản ứng.

Tức là, trong khi phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen được thực hiện, màu sắc và độ trong suốt của dung dịch phản ứng có thể được đo theo 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 suốt của chúng. Ví dụ, bước đo màu sắc và độ trong suốt của dung dịch phản ứng có thể được thực hiện bằng cách thu gom một phần của dung dịch phản ứng và đo màu sắc và độ trong suốt 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 suốt 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 suốt 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.

Theo một ví dụ, thiết bị phản ứng có thể có cửa sổ quan sát, và bước đo màu sắc và độ trong suốt của dung dịch phản ứng có thể được thực hiện 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 phân tách có thể được tái tuần hoàn sử dụng cho phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen.

Fig.2 là hình vẽ thể hiện một ví dụ về thiết bị xử lý sử dụng cho phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen.

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 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). Bước đưa triphosgen vào dung môi hữu cơ thứ hai được thực hiện 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 kết thúc bước đưa vào, phản ứng bổ sung được thực hiện trong khi việc khuấy được thực hiện trong một khoảng thời gian nhất định. Theo một ví dụ, màu sắc và độ trong suốt 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). Theo một ví dụ khác, màu sắc và độ trong suốt 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, thiết bị quang phổ, 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 lạnh 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 lạnh 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 lạnh và được tái tuần hoàn đến thiết bị phản ứng (R-1).

Khi dung môi hữu cơ thứ hai được loại bỏ 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 hydrocloric và được lưu 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-1), phosgen (COCl_2) khí có thể được

trung hòa bằng dung dịch nước natri hydroxit được lưu giữ trong thùng thứ ba (T-3) và được loại bỏ.

Dung dịch phản ứng thu được từ thiết bị phản ứng (R-1) tương ứng 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 phân tách khỏi dung dịch phản ứng.

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

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

Quy trình sản xuất vật liệu quang học

Diisoxyanat được điều chế theo phương án nêu trên có thể được kết hợp với các thành phần khác để điều chế phẩm dễ polyme hóa sử dụng cho vật liệu quang học. Tức là, chế phẩm sử dụng cho vật liệu quang học bao gồm chế phẩm diisoxyanat được điều chế theo phương án nêu trên và thiol hoặc episulfua. Chế phẩm sử dụng cho vật liệu quang học có thể được sử dụng để tạo ra vật liệu quang học, cụ thể thấu kính quang học, chế phẩm sử dụng cho vật liệu quang học được trộn và được gia nhiệt và được hóa rắn trong khuôn để sản xuất thấu kính quang học. Quy trình sản xuất thấu kính quang học hoặc đặc tính của chúng được mô tả dưới đây cần được hiểu là quy trình sản xuất các vật liệu quang học khác nhau hoặc đặc tính của chúng mà có thể được thực hiện bằng cách sử dụng chế phẩm diisoxyanat theo phương án ngoài thấu kính quang học.

Theo một phương án khác, quy trình điều chế vật liệu quang học bao gồm bước cho chế phẩm diamin phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric để thu được chế phẩm diamin hydroclorua; cho chế phẩm diamin hydroclorua phản ứng với triphosgen để thu được chế phẩm diisoxyanat; và trộn chế phẩm diisoxyanat với thiol hoặc episulfua và polyme hóa và hóa cứng thu được trong khuôn, trong đó chế phẩm diamin bao gồm diamin; và benzylmonoamin có nhóm methyl ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm.

Theo một phương án khác, quy trình điều chế vật liệu quang học bao gồm bước thu nhận chế phẩm diamin hydroclorua từ chế phẩm diamin; thu nhận chế phẩm diisoxyanat từ chế phẩm diamin hydroclorua thông qua phản ứng phosgen hoá; và trộn chế phẩm diisoxyanat với thiol hoặc episulfua và polyme hóa và hóa cứng chế phẩm thu được trong khuôn, trong đó chế phẩm diamin có trị số b^* theo phối màu CIE nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,0.

Trong quy trình điều chế nêu trên, các chất cấu thành và hàm lượng tương ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và chế phẩm diisoxyanat và quy trình điều chế chúng là như đã nêu trên.

Ngoài ra, diamin là xylylendiamin, và chế phẩm diisoxyanat có thể chứa xylylen diisoxyanat.

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

Ví dụ cụ thể về thiol bao gồm bis(2-mercaptoetyl) sulfua, 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan, 2,3-bis(2-mercaptoetylthio)propan-1-thiol, 2,2-bis(mercaptometyl)-1,3-propandithiol, tetrakis(mercaptometyl)metan, 2-(2-mercaptoetylthio)propan-1,3-dithiol, 2-(2,3-bis(2-mercaptoetylthio)propylthio)etanthiol, bis(2,3-dimercaptopropanyl) sulfua, bis(2,3-dimercaptopropanyl) disulfua, 1,2-bis(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropan, 1,2-bis(2-(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropylthio)etan, bis(2-(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropyl) sulfua, bis(2-(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropyl) disulfua, 2-(2-mercaptoetylthio)-3-2-mercapto-3-[3-mercapto-2-(2-mercaptoetylthio)-propylthio]propylthio-propan-1-thiol, 2,2-bis-(3-mercapto-propionyloxymetyl)-butyl este, 2-(2-mercaptoetylthio)-3-(2-(2-[3-mercapto-2-(2-mercaptoetylthio)-propylthio]etylthio)etylthio)propan-1-thiol, (4R,11S)-4,11-bis(mercaptometyl)-3,6,9,12-tetrathiatetradecan-1,14-dithiol, (S)-3-((R-2,3-dimercaptopropyl)thio)propan-1,2-dithiol, (4R,14R)-4,14-bis(mercaptometyl)-3,6,9,12,15-pentathiaheptane-1,17-dithiol, (S)-3-((R-3-mercapto-2-((2-mercaptoetyl)thio)propyl)thio)-2-((2-mercaptoetyl)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-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), trimetylpropan tris(3-mercaptopropionat), pentaethritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), bispentaerythritol-ete-hexakis(3-mercaptopropionat), 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)propan, 1,1,2,2-tetrakis(mercaptometylthio)etan, 4,6-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithian, 2-(2,2-bis(mercaptodimetylthio)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-mercaptoetylthio)propan-1,3-dithiol, 2,3-bis(2-mercaptoetylthio)propan-1-thiol, 2-(2,3-bis(2-mercaptoetylthio)propylthio)etanthiol, 1,2-bis(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropan, 1,2-bis(2-(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropylthio)-etan, bis(2-(2-mercaptoetylthio)-3-mercaptopropyl) sulfua, 2-(2-mercaptoetylthio)-3-2-mercapto-3-[3-mercapto-2-(2-mercaptoetylthio)-propylthio]propylthio-propan-1-thiol, 2,2'-thiodietanthiol, 4,14-bis(mercaptometyl)-3,6,9,12,15-pentathiahectadecan-1,17-dithiol, 2-(2-mercaptoetylthio)-3-[4-(1-{4-[3-mercapto-2-(2-mercaptoetylthio)-propoxy]-phenyl}-1-metyetyl)-phenoxy]-propan-1-thiol, pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), pentaerythritol mercaptoaxetat, trimetanolpropantrimercaptopropionat, glycerol trimercaptopropionat, dipentaerythritol hexamercaptopropionat, hoặc 2,5-bismercaptometyl-1,4-dithian.

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

Ngoài ra, ví dụ cụ thể về hợp chất 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 -epithiopropylthioetyl)thio]etan, 1-(β -epithiopropylthio)-2-[[2-(2- β -epithiopropylthioetyl)thioetyl]thio]etan, tetrakis(β -epithiopropylthiometyl)metan, 1,1,1-

tris(β -epithiopropylthiometyl)propan,
 epithiopropylthiometyl)-3-thiapentan,
 epithiopropylthiometyl)-3-thiapentan,
 epithiopropylthiometyl)-4-thiahexan,
 epithiopropylthiometyl)-3-thiahexan,
 epithiopropylthiometyl)-3,6-dithiaoctan,
 epithiopropylthiometyl)-3,6-dithiaoctan,
 epithiopropylthiometyl)-3,6-dithiaoctan,
 epithiopropylthiometyl)-3,6-dithiaoctan,
 epithiopropylthiometyl)-3,6-dithiaoctan,
 epithiopropylthiometyl)-5-[(2- β -epithiopropylthioetyl)thiometyl]-3,7-ditianonan,
 bis(β -epithiopropylthio)-5,6-bis[(2- β -epithiopropylthioetyl)thio]-3,6,9-trithiadecan,
 bis(β -epithiopropylthio)-4,8-bis(β -epithiopropylthiometyl)-3,6,9-trithiaundecan,
 bis(β -epithiopropylthio)-5,7-bis(β -epithiopropylthiometyl)-3,6,9-trithiaundecan,
 bis(β -epithiopropylthio)-5,7-[(2- β -epithiopropylthioetyl)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 -epithiopropylthioetylthiometyl)-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] sulfon, 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 cụ thể, 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 metyl.

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

Chế phẩm dễ polyme hóa sử dụng cho vật liệu quang học có thể chứa thiol hoặc episulfua và chế phẩm diisoxyanat ở tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 2:8 đến 8:2, 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 cũng có thể được bổ sung tùy thuộc vào mục đích mà chế phẩm sử dụng cho vật liệu quang học và thấu kính quang học được tạo ra.

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 lên đến cao. Nhựa được hóa cứng bằng cách gia nhiệt để tạo ra thấu kính quang học.

Nhiệt độ polyme hoá có thể 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 lấy làm ví dụ nêu trên.

Ngoài ra, nếu cần, thấu kính quang học được tạo ra như đó cũng có thể được xử lý vật lý hoặc hoá học như phủ chống phản chiếu, 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 chiếu, và xử lý nhuộm màu.

Vật liệu quang học

Vật liệu 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 của benzyl isoxyanat có nhóm metyl trong chế phẩm diisoxyanat nằm trong khoảng từ 5 ppm đến 200 ppm.

Vật liệu quang học không chỉ có độ trong suốt, chỉ số khúc xạ, và chỉ số màu vàng rất cao, mà còn cả có khả năng tăng cường độ bền chống va đập và ngăn tạo đường vân và độ mờ.

Ví dụ, vật liệu quang học này có thể có chỉ số khúc xạ bằng 1,55 hoặc cao hơn hoặc 1,6 hoặc cao hơn, cụ thể chỉ số khúc xạ nằm trong khoảng từ 1,55 đến 1,77 hoặc 1,6 đến 1,7. Ngoài ra, vật liệu 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 liệu quang học này có thể có mức độ truyền qua bằng 80% hoặc cao hơn, 85% hoặc cao hơn, hoặc 87% hoặc cao hơn, mà có thể là độ truyền qua tổng số. Ngoài ra, vật liệu quang học này có thể có chỉ số màu vàng (Y.I.) bằng 30 hoặc nhỏ hơn, 25 hoặc nhỏ hơn, 22 hoặc nhỏ hơn, hoặc 20 hoặc nhỏ hơn, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 25, nằm trong khoảng từ 10 đến 22, hoặc nằm trong khoảng từ 10 đến 20. Cụ thể, vật liệu quang học này có thể có độ truyền qua bằng 85% hoặc cao hơn và chỉ số màu vàng là 22 hoặc nhỏ hơn.

Ngoài ra, vật liệu quang học này có thể có năng lượng chống va đập rất cao trong một khoảng thích hợp. Năng lượng chống va đập có thể được đo bằng thế năng của một quả nặng mà làm vỡ mẫu thử được chuẩn bị ở dạng tấm có đường kính 80 mm và chiều dày 1,2 mm khi các viên bi thép có khối lượng khác nhau rơi xuống đó theo trình tự từ viên bi nhẹ đến viên bi nặng ở độ cao 127cm ở nhiệt độ 20°C theo tiêu chuẩn thử nghiệm của FDA Hoa kỳ. Cụ thể, mỗi viên bi thép có khối lượng 16g, 32g, 65g, 100g, 200g, hoặc 300g được sử dụng trong thử nghiệm thả viên bi ở các độ cao khác nhau để đo thế năng khi vật liệu quang học, cụ thể thấu kính quang học, bị hỏng. Ví dụ, thế năng (E_p) bằng 0,2 (J) ($E_p = mgh = 0,016 \times 9,8 \times 1,27 = 0.2$ (J)) cho 16g và 127cm theo tiêu chuẩn FDA. Nếu mẫu thử vượt qua thử nghiệm thả viên bi của viên bi thép 16g, thì thế năng (E_p) sau đó được tính toán bằng cách sử dụng viên bi thép 32g. Nếu mẫu thử vượt qua thử nghiệm này, mỗi viên bi thép có khối lượng 65g, 100g, 200g, hoặc 300g tuần tự được sử dụng để đo thế năng khi mẫu thử cuối cùng bị vỡ.

Vật liệu quang học theo một phương án của sáng chế có năng lượng chống va đập (E) rất cao khi được đo bằng phương pháp nêu trên, đó là nằm trong khoảng từ 0,3 J đến 3,0 J, 0,4 J đến 3,0 J, 0,4 J đến 2,5 J, 0,6 J đến 3,0 J, 0,6 J đến 2,8 J, 0,8 J đến 2,8 J, hoặc 0,8 J đến 2,5 J.

Do đó, chế phẩm diisoxyanat bao gồm hàm lượng cụ thể benzyl isoxyanat có nhóm metyl được sử dụng để điều chế vật liệu quang học, nhờ đó cải thiện các đặc tính quang học bằng cách ngăn sự xuất hiện của ổ vàng, tạo đường vân, và độ mờ và đồng thời tăng cường các đặc tính cơ học chẳng hạn như độ bền chống va đập. Có thể tốt hơn nếu chế phẩm này được sử dụng để chế tạo ống kính mắt kính, ống kính máy ảnh chất lượng cao, và các sản phẩm tương tự.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các phương án cụ thể hơn được mô tả trong phần dưới đây, nhưng sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án này.

Ví dụ 1-1

Bước 1: Điều chế chế phẩm diamin hydroclorua

Bổ sung 3-metylbenzylamin vào 600g (4,4 mol) metaxylylendiamin (m-XDA) để điều chế phẩm diamin trong đó nồng độ của 3-metylbenzylamin trong chế phẩm diamin được điều chỉnh đến 10 ppm. Dung dịch nước axit hydrocloric 35% 1009,4g (9,46 mol) được nạp vào thiết bị phản ứng 4 cổ có dung tích 5L, sau đó giảm nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng xuống 15°C kết hợp khuấy. Trong khi nhiệt độ của thiết bị phản ứng được duy trì nhỏ hơn 60°C, chế phẩm diamin được đưa vào trong thời gian 1 giờ. Khi kết thúc bước đưa vào, nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được giảm xuống đến 10°C, và hỗn hợp thu được được khuấy trong 1 giờ. Sau đó, 1320g tetrahydrofuran là dung môi hữu cơ được đưa vào, và nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được giảm xuống -5°C, sau đó khuấy trong thời gian 1 giờ. Khi phản ứng kết thúc, chế phẩm được xử lý lọc chân không bằng cách sử dụng thiết bị lọc, và tetrahydrofuran đã được lọc được thu hồi để tái sử dụng. Tỷ lệ thu hồi tetrahydrofuran bằng 82%. Khi hoàn thành bước lọc chân không, thu được chế phẩm metaxylylendiamin (m-XDA) hydroclorua. Để loại bỏ dung môi hữu cơ và nước còn dư, thực hiện làm khô ở các điều kiện nhiệt độ bên ngoài của thiết bị phản ứng là 90°C và bơm chân không 13,33 Pa (0,1 torr) để thu được thành phẩm metaxylylendiamin (m-XDA) hydroclorua.

Bước 2: Điều chế chế phẩm diisoxyanat

Thiết bị phản ứng A được nạp 800g chế phẩm diamin hydroclorua được điều chế nêu trên và 3550g orthodiclobenzen (ODCB), sau đó nâng nhiệt độ bên trong của thiết bị

phản ứng đến khoảng 125°C kết hợp khuấy. Thiết bị phản ứng B được nạp 950g triphosgen (BTMC) và 800g ODCB, hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ khoảng 60°C để hòa tan. Trong khi đó nhiệt độ được duy trì ở 125°C sao cho không có kết tủa, hỗn hợp nêu trên được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng A trong thời gian 24 giờ. Khi kết thúc bước bổ sung từng giọt vào, hỗn hợp được khuấy trong thời gian 4 giờ. Khi phản ứng kết thúc, khí nitơ được thổi vào dung môi bằng cách sục ở nhiệt độ 125°C để loại khí. Hỗn hợp được làm lạnh xuống nhiệt độ 10°C, và chất rắn còn lại được lọc bằng cách sử dụng xelit. Sau đó, dung môi hữu cơ (ODCB) được loại bỏ, và m-XDI được tinh chế bằng cách chưng cất ở điều kiện chưng cất sau đây. Bước loại bỏ dung môi hữu cơ (bước chưng cất thứ nhất) được thực hiện trong thời gian 8 giờ ở áp suất bằng 66,66 Pa (0,5 torr) hoặc nhỏ hơn và nhiệt độ 60°C. Bước chưng cất m-XDI (bước chưng cất thứ hai) được thực hiện trong thời gian 10 giờ ở áp suất bằng 13,33 Pa (0,1 torr) hoặc nhỏ hơn và nhiệt độ 120°C, nhờ đó thu được chế phẩm m-XDI.

Sản xuất vật liệu quang học

49,3 phần khối lượng 4,8-bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithiaundecan-1,11-dithiol 50,7 phần khối lượng của chế phẩm m-XDI được điều chế nêu trên, 0,01 phần khối lượng thiếc dibutyl diclorua, và 0,1 phần khối lượng chất giải phóng phosphat este (ZELECoC UN Stepan) được tạo thành hỗn hợp đồng nhất, hỗn hợp này được khử bọt ở áp suất 600 Pa trong thời gian 1 giờ, được lọc qua màng lọc Teflon có kích cỡ lỗ lọc bằng 3µm, và phun vào khuôn làm bằng khuôn thủy tinh và băng phủ. Khuôn này được duy trì ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 8 giờ và từ từ được gia nhiệt đến nhiệt độ 130°C ở tốc độ không đổi trong thời gian 8 giờ, và quá trình polyme hoá được thực hiện ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 2 giờ. Vật đúc được lấy ra khỏi khuôn và được xử lý hóa cứng tiếp ở nhiệt độ 120°C trong thời gian 2 giờ để thu được thấu kính quang học (hoặc vật liệu quang học).

Ví dụ 1-2 đến 1-5

Chế phẩm m-XDI và thấu kính quang học được tạo ra theo phương pháp tương tự như ví dụ 1-1, chỉ khác là nồng độ của 3-metylbenzyl isoxyanat đưa vào được điều chỉnh như được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ so sánh 1-1 đến 1-7

Chế phẩm m-XDI và thấu kính quang học được tạo ra theo phương pháp tương tự như ví dụ 1-1, chỉ khác là nồng độ của 3-methylbenzyl isoxyanat đưa vào được điều chỉnh như được thể hiện trong Bảng 1.

Phương pháp đánh giá

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

(1) Độ mờ (hiện tượng mờ)

Thấu kính đã được hóa cứng được chiếu bởi máy chiếu trong phòng tối để quan sát xem thấu kính có bị vẩn mờ hoặc có vật liệu mờ bất kỳ bằng mắt thường hay không.....

Không mờ: thấu kính không bị vẩn mờ và không có vật liệu mờ

Độ mờ: thấu kính bị vẩn mờ hoặc có vật liệu mờ

(2) Độ bền chống va đập

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

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

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

$$E_p = mgh = 0,016 \times 9,8 \times 1,27 = 0.2 \text{ (J)}$$

Ví dụ tính toán 2: Thể năng cho 67 g và 127cm theo tiêu chuẩn an toàn công nghiệp

$$E_p = mgh = 0,067 \times 9,8 \times 1,27 = 0.83 \text{ (J)}$$

Bảng 1

	Chế phẩm diamin	Chế phẩm m-XDI	Đặc tính của thấu kính quang học	
	3-methylbenzylamin	Hàm lượng của 3-methylbenzyl isoxyanat	Độ mờ	Độ bền chống va đập (J)
Ví dụ 1-1	10 ppm	6 ppm	×	0,4 J
Ví dụ 1-2	100 ppm	25 ppm	×	0,8 J

Ví dụ 1-3	500 ppm	49 ppm	×	0,8 J
Ví dụ 1-4	1,000 ppm	102 ppm	×	1,2 J
Ví dụ 1-5	2,000 ppm	189 ppm	×	2,5 J
Ví dụ so sánh 1-1	0 ppm	< 1 ppm	×	0,2 J
Ví dụ so sánh 1-2	1 ppm	< 1 ppm	×	0,2 J
Ví dụ so sánh 1-3	5 ppm	< 1 ppm	×	0,2 J
Ví dụ so sánh 1-4	9 ppm	4 ppm	○	0,2 J
Ví dụ so sánh 1-5	2010 ppm	208 ppm	○	2,5 J
Ví dụ so sánh 1-6	2500 ppm	320 ppm	○	2,5 J
Ví dụ so sánh 1-7	3000 ppm	790 ppm	○	2,5 J

Như được thể hiện trên bảng nêu trên, thấu kính quang học trong các ví dụ 1-1 đến 1-5 của sáng chế đã được điều chế bằng cách bổ sung hàm lượng cụ thể benzylmonoamin vào chế phẩm diamin có độ bền chống va đập rất cao mà đồng thời không có sự xuất hiện của độ mờ khi so với thấu kính quang học của các ví dụ so sánh 1-1 đến 1-7.

Cụ thể, thấu kính quang học trong các ví dụ 1-1 đến 1-5 được điều chế bằng cách bổ sung 3-methylbenzylamin vào chế phẩm diamin ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm không bị mờ và có độ bền chống va đập rất cao nằm trong khoảng từ 0,4 J đến 2,5 J.

Ngược lại, trong các ví dụ so sánh 1-1 đến 1-4 trong đó hàm lượng của 3-methylbenzylamin bằng 5 ppm hoặc nhỏ hơn, độ bền chống va đập là rất thấp (0,2 J) mặc dù không bị mờ.

Ngoài ra, trong ví dụ so sánh 1-5 trong đó hàm lượng của 3-methylbenzylamin bằng 9 ppm, độ bền chống va đập thấp (0,2 J) có sự xuất hiện của độ mờ.

Trong khi đó, trong các ví dụ so sánh 1-5 đến 1-7 trong đó hàm lượng của 3-methylbenzylamin là quá nhiều như vượt quá 2000 ppm, độ mờ xuất hiện mặc dù độ bền chống va đập là tốt.

Theo đó, nếu thấu kính quang học được tạo ra bằng cách sử dụng chế phẩm diamin trong đó chất phụ gia được bổ sung vào theo phương án của sáng chế, các đặc tính quang học cũng như các đặc tính cơ học của thấu kính là rất cao. Do đó, thấu kính này thích hợp để sử dụng làm thấu kính quang học có chất lượng cao.

Ví dụ 2-1 đến 2-5 và các ví dụ so sánh 2-1 và 2-2

Bước (1): Điều chế chế phẩm diamin hydroclorua

Trước hết, điều chế chế phẩm diamin chứa m-XDA, và đo trị số b^* theo phối màu CIE. Nếu trị số b^* vượt quá 3,0, bước chưng cất được thực hiện ở các điều kiện nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C và áp suất nằm trong khoảng từ 13,33 Pa đến 133,32 Pa (0,1 torr đến 1 torr), sao cho trị số b^* được điều chỉnh đến trị số nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,0. Thiết bị phản ứng được nạp 1009,4g (9,46mol) dung dịch nước axit hydrocloric 35%, sau đó giảm nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng xuống 15°C kết hợp khuấy. Trong khi đó nhiệt độ của thiết bị phản ứng được duy trì ở 60°C, 600,0g (4,4mol) của chế phẩm diamin đã được điều chế nêu trên được đưa vào trong thời gian 1 giờ. Khi kết thúc bước đưa vào, nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được giảm xuống 10°C, và được khuấy trong thời gian 1 giờ. Sau đó, 1320,0g tetrahydrofuran (THF) được đưa vào, và nhiệt độ bên trong của thiết bị phản ứng được giảm xuống -5°C, sau đó khuấy trong thời gian 1 giờ. Khi phản ứng kết thúc, chế phẩm diamin hydroclorua chứa m-XDA·2HCl được phân tách bằng cách lọc chân không bằng cách sử dụng thiết bị lọc, và tetrahydrofuran đã được lọc được thu hồi để tái sử dụng. Để loại bỏ dung môi và nước còn dư, dung môi và nước còn dư được loại bỏ ra khỏi chế phẩm diamin hydroclorua đã được phân tách ở nhiệt độ 90°C, và làm khô trong điều kiện chân không ở áp suất bằng 66,66 Pa (0,5 torr).

Bước (2): Điều chế chế phẩm diisoxyanat

Thiết bị phản ứng A được nạp 800g chế phẩm diamin hydroclorua đã được điều chế nêu trên và 3550g orthodichlorobenzene (ODCB), sau đó gia nhiệt chúng ở nhiệt độ khoảng 125°C kết hợp khuấy. Thiết bị phản ứng B được nạp 950g triphosgen (BTMC) và 800g 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 có kết tủa, hỗn hợp được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng A trong thời gian 24 giờ. Khi kết thúc bước bổ sung từng giọt vào, hỗn hợp được khuấy trong thời gian 4 giờ. Khi phản ứng kết thúc, khí nitơ được thổi vào dung môi này bằng cách sục ở nhiệt độ 125°C để loại khí. Sau đó, hỗn hợp được làm lạnh xuống nhiệt độ 10°C, và chất rắn còn lại được lọc bằng cách sử dụng xelit. Dung môi hữu cơ (ODCB) được loại bỏ, và thực hiện chưng cất để thu được chế phẩm diisoxyanat chứa m-XDI. Theo sáng chế, bước loại bỏ dung môi hữu cơ được thực hiện

trong thời gian 8 giờ ở áp suất bằng 66,66 Pa (0,5 torr) hoặc nhỏ hơn và nhiệt độ 60°C. Ngoài ra, bước chưng cất được thực hiện trong thời gian 10 giờ ở áp suất bằng 13,33 Pa (0,1 torr) hoặc nhỏ hơn và nhiệt độ 120°C. Các trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin được sử dụng làm vật liệu trong các ví dụ và các ví dụ so sánh, chế phẩm diamin hydroclorua, và chế phẩm diisoxyanat thu được ở bước (1) và (2), tương ứng được thể hiện trong Bảng 2. Mẫu chất lỏng được nạp vào cốc đo bằng thạch anh có chiều dày bằng 10mm, và mẫu chất rắn được hoà tan trong dung môi hữu cơ (ODCB) ở nồng độ bằng 8% khối lượng. Trị số b^* được đo bằng cách sử dụng thiết bị quang phổ (Colormat, Sinko Corporation).

Bảng 2

	Trị số b^*		
	Chế phẩm diamin	Chế phẩm diamin hydroclorua	Chế phẩm diisoxyanat
Ví dụ 2-1	0,4	0,6	0,4
Ví dụ 2-2	2,7	1,0	0,8
Ví dụ 2-3	1,5	0,8	0,6
Ví dụ 2-4	3,3 trước khi chưng cất/0,5 sau khi chưng cất	0,7	0,5
Ví dụ 2-5	4,5 trước khi chưng cất/0,6 sau khi chưng cất	0,7	0,6
Ví dụ so sánh 2-1	3,3	1,4	2,1
Ví dụ so sánh 2-2	4.5	1.8	2.7

Như được thể hiện trên bảng nêu trên, khi trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin được điều chỉnh, trị số b^* của chế phẩm diamin hydroclorua và chế phẩm diisoxyanat có thể được thay đổi.

Sản xuất thấu kính 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 điều chế trong các ví dụ hoặc các ví dụ so sánh, 0,01 phần khối lượng thiếc dibutyl diclorua, và 0,1 phần khối lượng của chất giải phóng phosphat este (ZELECTM UN Stepan) được tạo thành hỗn hợp đồng nhất, hỗn hợp này được khử bọt ở áp suất 600 Pa trong thời gian 1 giờ, lọc qua màng lọc Teflon có kích cỡ lỗ lọc bằng 3 μ m, và phun vào khuôn làm bằng khuôn thủy tinh và băng phủ. Khuôn này được duy trì ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 8 giờ và từ từ được gia nhiệt đến nhiệt độ 130°C ở tốc độ không đổi trong thời gian 8 giờ, và quá trình polyme hoá được thực hiện ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 2 giờ. Vật đúc được lấy ra khỏi khuôn và được xử lý hóa cứng tiếp ở nhiệt độ 120°C trong thời gian 2 giờ để thu được thấu kính quang học.

Phương pháp đánh giá

Các phương pháp đánh giá cho các ví dụ và các ví dụ so sánh là như sau.

(1) Hiệu suất chung cất

Hiệu suất chung cất được tính toán bằng cách đo lượng chế phẩm diisoxyanat khi chung cất so với lượng theo lý thuyết của chế phẩm diisoxyanat tạo ra từ các lượng chế phẩm diamin hydroclorua được đưa vào phản ứng với triphosgen.

(2) Hàm lượng diisoxyanat

Hàm lượng của diisoxyanat trong chế phẩm diisoxyanat được xác định bằng phương pháp sắc ký khí (GC) (thiết bị: 6890/7890 của Agilent, khí mang: He, nhiệt độ phun 250°C, nhiệt độ lò 40°C đến 320°C, cột: HP-1, Wax, 30m, thiết bị dò: FID, 300°C)

(3) Đường vân

Sản xuất thấu kính có đường kính bằng 75mm với -2,00 và -8,00 D. Ánh sáng từ nguồn sáng là đèn thủy ngân được truyền qua thấu kính. Ánh sáng truyền qua được chiếu lên tấm màu trắng, và sự có mặt hoặc không có mặt của hiện tượng tương phản được kiểm tra bằng mắt thường để xác định sự hình thành của đường vân.

(4) Độ mờ (hiện tượng mờ)

Thấu kính quang học được chiếu bởi máy chiếu trong phòng tối để quan sát xem thấu kính quang học có bị vân mờ hoặc có vật liệu mờ bất kỳ bằng mắt thường hay không.

(5) Độ truyền qua và chỉ số màu vàng (Y.I.)

Sản xuất thấu kính quang học ở dạng hình trụ có bán kính bằng 16mm và chiều cao bằng 45mm. Ánh sáng được truyền theo hướng cao để đo chỉ số màu vàng và độ truyền qua. Chỉ số màu vàng được tính toán theo phương trình sau trên cơ sở các trị số x và y, là các kết quả đo. $Y.I. = (234x + 106y)/y$.

Bảng 3

	Chế phẩm diisoxyanat			Thấu kính quang học			
	Hiệu suất chung cất	Hàm lượng diisoxyanat (% khối lượng)		Đường vân	Độ mờ	Độ truyền qua	Y.I.
		Trước khi chung cất	Sau khi chung cất				
Ví dụ 2-1	91%	99,1	99,9	Không có	Không có	90%	19

Ví dụ 2-2	88%	99,0	99,9	Không có	Không có	91%	22
Ví dụ 2-3	90%	99,1	99,9	Không có	Không có	89%	20
Ví dụ 2-4	90%	99,1	99,9	Không có	Không có	91%	21
Ví dụ 2-5	91%	99,1	99,9	Không có	Không có	91%	21
Ví dụ so sánh 2-1	85%	98,5	99,8	Không có	Hơi mờ	90%	25
Ví dụ so sánh 2-2	83%	98,4	99,7	Không có	Hơi mờ	88%	29

Như được thể hiện trên bảng 2 và bảng 3 nêu trên, trong các ví dụ 2-1 đến 2-5 trong đó chế phẩm diisoxyanat được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm diamin có trị số b^* trong khoảng được ưu tiên, hiệu suất và độ tinh khiết là rất cao, và thấu kính quang học có độ truyền qua cao mà không có sự xuất hiện của đường vân, độ mờ, và ô vàng. Ngược lại, trong các ví dụ so sánh 2-1 và 2-2 trong đó chế phẩm diisoxyanat được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm diamin có trị số b^* nằm ngoài khoảng được ưu tiên, hiệu suất và độ tinh khiết là tương đối kém, và thấu kính quang học có sự xuất hiện của độ mờ và ô vàng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình điều chế phẩm diamin, bao gồm các bước sau:

cho chế phẩm diamin phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric để thu được chế phẩm diamin hydroclorua; và

thu nhận chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen,

trong đó sau phản ứng của chế phẩm diamin và dung dịch nước axit hydrocloric, dung môi hữu cơ thứ nhất được tiếp tục bổ sung vào để thu được chế phẩm diamin hydroclorua ở pha rắn, và

trong đó chế phẩm diamin này chứa diamin; và benzylmonoamin có nhóm methyl ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 2000 ppm.

2. Quy trình điều chế phẩm diamin theo điểm 1, trong đó chế phẩm diamin hydroclorua chứa benzylmonoamin hydroclorua có nhóm methyl, bao gồm bước cho benzylmonoamin hydroclorua có nhóm methyl phản ứng với triphosgen để tạo ra benzyl isoxyanat có nhóm methyl, benzyl isoxyanat có nhóm methyl có trong chế phẩm diisoxyanat ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 5 ppm đến 200 ppm, và tỷ lệ sản sinh của benzyl isoxyanat có nhóm methyl so với hàm lượng của benzylmonoamin có nhóm methyl nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,9.

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

4. Quy trình điều chế phẩm diamin theo điểm 1, trong đó chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen được đưa vào phản ứng ở tỷ lệ đương lượng nằm trong khoảng từ 1:1 đến 5, và phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C.

5. Quy trình điều chế phẩm diamin theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước xử lý chế phẩm diamin hydroclorua sau khi thu được chế phẩm diamin hydroclorua,

trong đó chế phẩm diamin hydroclorua đã được xử lý được cho phản ứng với triphosgen để tạo ra chế phẩm diisoxyanat.

6. Quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat, bao gồm các bước sau:

cho chế phẩm diamin phản ứng với dung dịch nước axit hydrocloric để thu được chế phẩm diamin hydroclorua; và

thu nhận chế phẩm diisoxyanat bằng cách sử dụng chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen,

trong đó sau phản ứng của chế phẩm diamin và dung dịch nước axit hydrocloric, dung môi hữu cơ thứ nhất được tiếp tục bổ sung vào để thu được chế phẩm diamin hydroclorua ở pha rắn, và

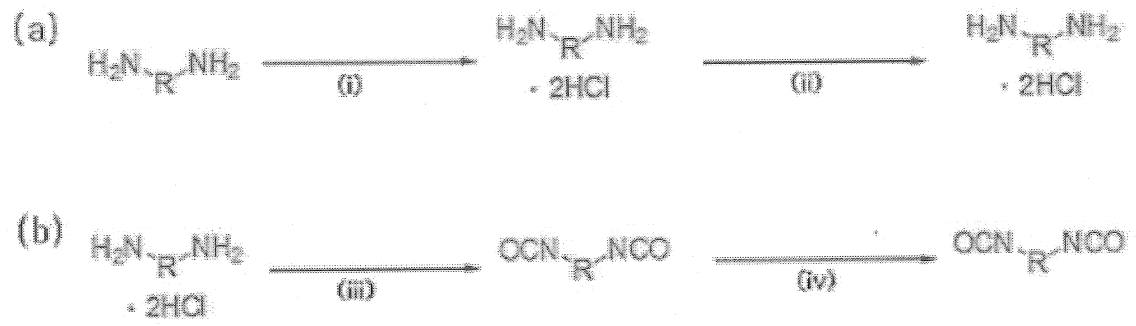
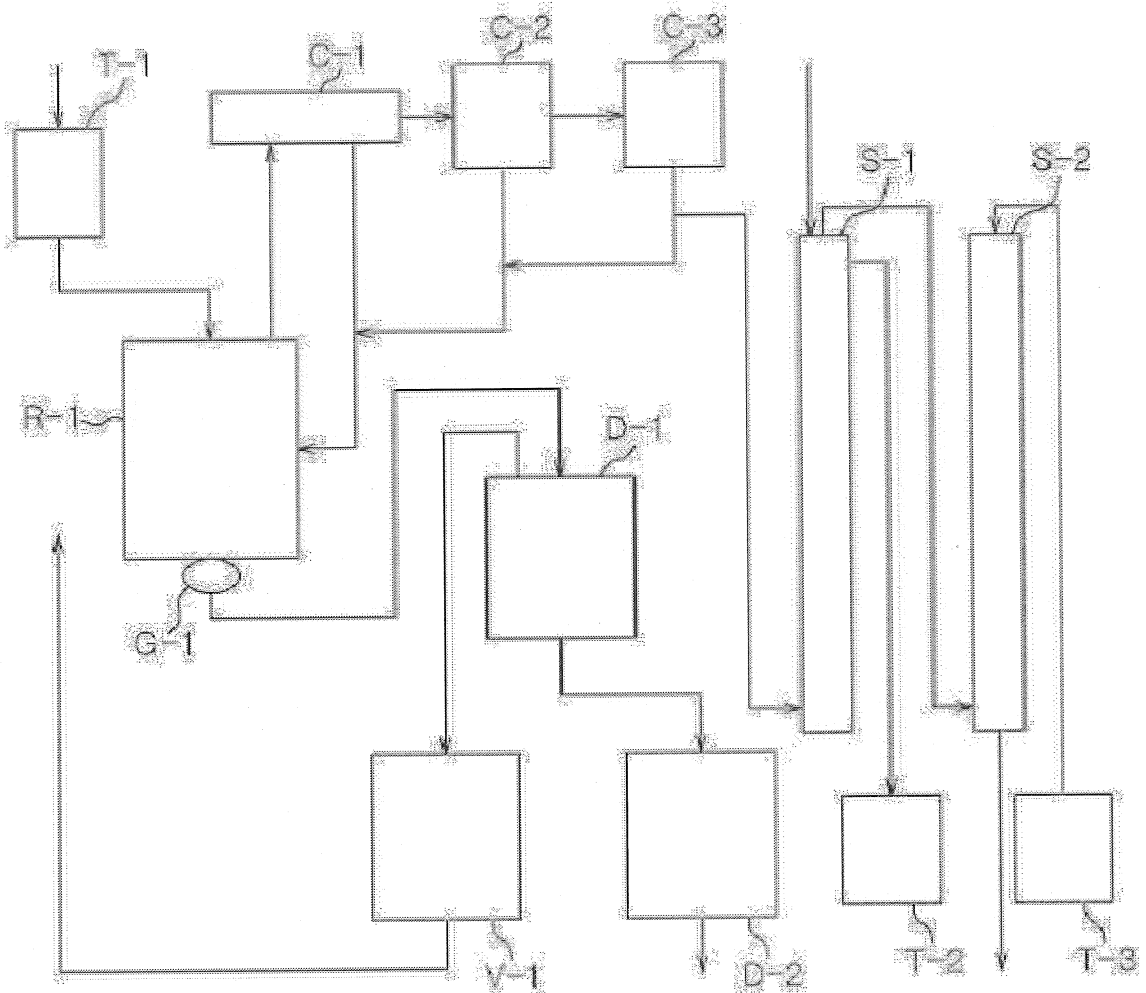
trong đó chế phẩm diamin này có trị số b^* theo phối màu CIE nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,0.

7. Quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat theo điểm 6, trong đó quy trình này còn bao gồm bước đo trị số b^* theo phối màu CIE của chế phẩm diamin trước bước thu nhận chế phẩm diamin; và điều chỉnh trị số b^* đến trị số nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,0.

8. Quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat theo điểm 7, trong đó bước điều chỉnh trị số b^* bao gồm bước chưng cất chế phẩm diamin ít nhất một lần, bước chưng cất chế phẩm diamin được thực hiện ở các điều kiện nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C và áp suất nằm trong khoảng từ 13,33 Pa đến 133,32 Pa (0,1 torr đến 1 torr), và chế phẩm diamin có trị số b^* theo phối màu CIE nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1,0.

9. Quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat theo điểm 6, trong đó chế phẩm diamin hydroclorua có trị số b^* theo phối màu CIE bằng 1,2 hoặc nhỏ hơn khi được hoà tan trong nước ở nồng độ bằng 8% khối lượng, và chế phẩm diisoxyanat có trị số b^* nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2,0 theo phối màu CIE.

10. Quy trình điều chế chế phẩm diisoxyanat theo điểm 6, trong đó chế phẩm diisoxyanat được thu nhận bằng cách chưng cất sau phản ứng của chế phẩm diamin hydroclorua và triphosgen, và bước chưng cất bao gồm bước chưng cất diisoxyanat ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C và áp suất bằng 266,64 Pa (2,0 torr) hoặc nhỏ hơn.

**Fig.1****Fig.2**