



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

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

(11)



1-0048753

(51)^{2021.01} C08G 18/38; G02C 7/00; C08L 75/04;
G02B 1/04; C08G 18/08; C08K 5/45

(13) B

(21) 1-2022-03254

(22) 09/11/2021

(86) PCT/JP2021/041222 09/11/2021

(87) WO 2022/102625 19/05/2022

(30) 2020-189834 13/11/2020 JP

(45) 25/07/2025 448

(43) 25/07/2023 424A

(73) MITSUI CHEMICALS, INC. (JP)

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

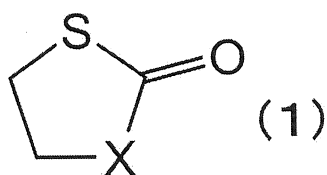
(72) NAKANO, Shotaro (JP); KAWAGUCHI, Masaru (JP).

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

(54) CHẾ PHẨM POLYTHIOL, CHẾ PHẨM CÓ THỂ POLYME HÓA, NHỰA, VẬT ĐÚC, VẬT LIỆU QUANG HỌC VÀ THẤU KÍNH

(21) 1-2022-03254

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm polythiol bao gồm hợp chất polythiol (A) và hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây, trong đó, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của tất cả các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol. Trong công thức (1), X là nguyên tử cacbon hoặc nguyên tử lưu huỳnh.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm polythiol, chế phẩm có thể polyme hóa, nhựa, vật đúc, vật liệu quang học, và thấu kính.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thấu kính chất dẻo nhẹ hơn và ít có khả năng bị vỡ hơn so với các thấu kính vô cơ, và có thể nhuộm màu được. Do đó, trong những năm gần đây, thấu kính chất dẻo đã nhanh chóng trở nên phổ biến trong các bộ phận quang học như mắt kính và ống kính máy ảnh.

Nhựa dùng cho thấu kính chất dẻo cần có hiệu năng cao hơn, và cần có chỉ số khúc xạ cao hơn, chỉ số Abbe cao hơn, tỷ trọng thấp hơn, độ bền nhiệt cao hơn, và tương tự. Cho đến nay, các vật liệu nhựa khác nhau dùng cho thấu kính đã được phát triển và sử dụng.

Ví dụ, tài liệu sáng chế 1 mô tả hợp chất mercapto được thể hiện bằng công thức cấu trúc cụ thể.

Ví dụ, tài liệu sáng chế 2 mô tả phương pháp điều chế hợp chất polythiol bao gồm: quy trình cho 2-mercaptoetanol phản ứng với hợp chất epihalohydrin được thể hiện bằng công thức cụ thể (1) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 50°C để thu được hợp chất rượu đa chức được thể hiện bằng công thức cụ thể (2); quy trình cho hợp chất rượu đa chức được thể hiện bằng công thức (2) thu được này phản ứng với thioure với sự có mặt của hydro clorua để thu được muối isothiuroni; quy trình bổ sung nước amoniac vào chất lỏng phản ứng chứa muối isothiuroni thu được này trong 80 phút trong khi duy trì chất lỏng phản ứng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15 đến 60°C để thủy phân muối isothiuroni, bằng cách đó thu được hợp chất polythiol được thể hiện bằng công thức cụ thể (5); và quy trình bổ sung axit clohydric ở nồng độ nằm trong khoảng từ 25 đến 36% vào dung dịch chứa

hợp chất polythiol thu được và rửa dung dịch này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 50°C để tinh chế hợp chất polythiol.

Tài liệu sáng chế 1: Đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản chưa thẩm định (JP-A) số H02-270859

Tài liệu sáng chế 2: WO 2014-027427A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Nhựa thu được bằng cách hóa rắn chế phẩm có thể polyme hóa chứa hợp chất polythiol có thể cần có chỉ số màu vàng và độ mờ đục giảm.

Trên thực tế, chế phẩm có thể polyme hóa chứa hợp chất polythiol thường chứa hợp chất khác với hợp chất polythiol.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng, trong trường hợp trong đó chế phẩm có thể polyme hóa chứa hợp chất khác với hợp chất polythiol, chỉ số màu vàng và độ mờ đục có xu hướng dễ dàng giảm đi trong nhựa tạo ra.

Theo kết quả của các nghiên cứu khác nhau về xu hướng nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng có thể khó thu được nhựa có chỉ số màu vàng và độ mờ đục giảm.

Mục đích của một phương án của sáng chế là đề xuất chế phẩm polythiol mà từ đó nhựa có chỉ số màu vàng giảm có thể được tạo ra.

Giải pháp cho vấn đề

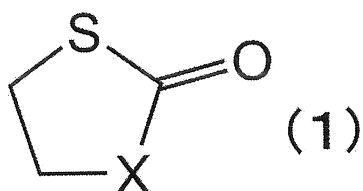
Cách để giải quyết các vấn đề được mô tả ở trên bao gồm các phương án sau đây.

<1> Chế phẩm polythiol bao gồm:

hợp chất polythiol (A), và

hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây, trong đó, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là

bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của tất cả các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol này:



trong đó, trong công thức (1), X là $-\text{CH}_2-$ hoặc nguyên tử lưu huỳnh.

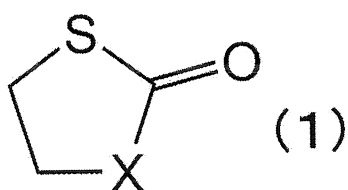
<2> Chế phẩm polythiol theo mục <1>, trong đó hợp chất polythiol (A) bao gồm hợp chất polythiol thu được từ các nguyên liệu bao gồm 2-mercaptoetanol và thioure.

<3> Chế phẩm polythiol theo mục <1> hoặc <2>, trong đó hợp chất polythiol (A) bao gồm 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan hoặc bao gồm hỗn hợp của 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan.

<4> Chế phẩm polythiol theo mục bất kỳ trong số các mục từ <1> đến <3>, trong đó chế phẩm này bao gồm:

hợp chất polythiol (A) chứa 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan; và

hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây, trong đó, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của tất cả các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol này:



trong đó, trong công thức (1), X là $-\text{CH}_2-$ hoặc nguyên tử lưu huỳnh.

<5> Chế phẩm polythiol theo mục bất kỳ trong số các mục từ <1> đến <4>, trong đó, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là lớn hơn 0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của tất cả các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol này.

<6> Chế phẩm có thể polyme hóa bao gồm:

chế phẩm polythiol theo mục bất kỳ trong số các mục từ <1> đến <5>, và hợp chất polyiso(thio)xyanat.

<7> Chế phẩm có thể polyme hóa theo mục <6>, trong đó hợp chất polyiso(thio)xyanat bao gồm ít nhất một chất được chọn từ pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, bis(isoxyanatoxyclohexyl)metan, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, tolylen diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, và phenylen diisoxyanat.

<8> Nhựa bao gồm sản phẩm được hóa rắn của chế phẩm có thể polyme hóa theo mục <6> hoặc <7>.

<9> Vật đúc bao gồm nhựa theo mục <8>.

<10> Vật liệu quang học bao gồm nhựa theo mục <8>.

<11> Thấu kính bao gồm nhựa theo mục <8>.

Các hiệu quả có lợi của sáng chế

Theo một phương án của sáng chế, chế phẩm polythiol mà từ đó nhựa có chỉ số màu vàng giảm có thể tạo ra có thể được đề xuất.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo sáng chế, khoảng bằng số được chỉ ra bằng cách sử dụng từ "đến" để chỉ khoảng bao gồm các giá trị bằng số được mô tả trước và sau từ "đến" làm giá trị nhỏ nhất và giá trị lớn nhất tương ứng.

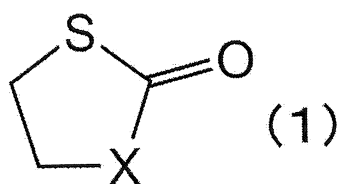
Liên quan đến các khoảng bằng số theo từng bước được mô tả ở đây, giá trị giới hạn trên hoặc giá trị giới hạn dưới được mô tả trong khoảng bằng số nhất định có thể được thay bằng giá trị giới hạn trên hoặc giá trị giới hạn dưới của khoảng bằng số theo bước khác hoặc có thể được thay bằng giá trị được chỉ ra trong các ví dụ.

Ở đây, lượng của mỗi thành phần trong vật liệu có nghĩa là tổng lượng của các chất có mặt trong vật liệu, nếu không được chỉ rõ theo cách khác, khi có nhiều hơn một chất tương ứng với mỗi thành phần trong vật liệu này.

Ở đây, “iso(thio)xyanat” có nghĩa là isoxyanat hoặc isothioxyanat.

Chế phẩm polythiol

Chế phẩm polythiol theo sáng chế bao gồm hợp chất polythiol (A) và hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây, trong đó, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol này:



trong công thức (1), X là $-CH_2-$ hoặc nguyên tử lưu huỳnh.

Do chế phẩm polythiol theo sáng chế chứa cấu hình được mô tả ở trên, nhựa có chỉ số màu vàng giảm có thể được tạo ra từ đó.

Hợp chất polythiol (A) tốt hơn là chứa hợp chất polythiol thu được từ 2-mercaptoetanol và thioure làm nguyên liệu.

Các ví dụ về hợp chất polythiol thu được từ 2-mercaptoetanol và thioure làm nguyên liệu bao gồm hỗn hợp của 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan và 4,8-

dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan.

Hợp chất polythiol (A) tốt hơn là chứa 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan, hoặc hỗn hợp của 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan.

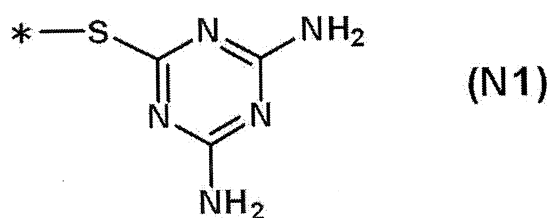
Hợp chất bổ sung

Chế phẩm polythiol theo sáng chế có thể còn chứa hợp chất (XB) thu được bằng cách thay thế ít nhất một nhóm trong số ba hoặc nhiều nhóm mercapto của hợp chất polythiol (XA) chứa ba hoặc nhiều nhóm mercapto bằng nhóm được thể hiện bằng công thức (N1) sau đây.

[Hợp chất (XB)]

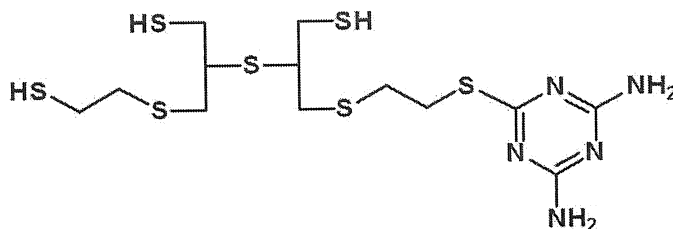
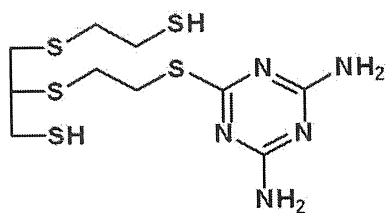
Hợp chất (XB) là hợp chất thu được bằng cách thay thế ít nhất một nhóm trong số ba hoặc nhiều nhóm mercapto của hợp chất polythiol (XA) chứa ba hoặc nhiều nhóm mercapto bằng nhóm được thể hiện bằng công thức (N1) sau đây.

Hợp chất polythiol (XA) có thể là hợp chất giống với hoặc hợp chất khác với hợp chất polythiol (A) nêu trên, và tốt hơn là hợp chất giống với hợp chất polythiol (A).



Trong công thức (N1), * là vị trí liên kết.

Các ví dụ về hợp chất (XB) được thể hiện dưới đây, nhưng hợp chất (XB) không bị giới hạn ở các ví dụ sau đây.



Trong trường hợp trong đó chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất như được mô tả dưới đây còn chứa hợp chất (XB), tỷ lệ của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) với hợp chất (XB) (hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)/hợp chất (XB)) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 18, tốt hơn nữa là từ 1 đến 15, và còn tốt hơn nữa là từ 2 đến 12, theo quan điểm làm giảm chỉ số màu vàng và độ mờ đục của nhựa cần thu được.

Trong trường hợp trong đó chế phẩm polythiol theo phương án thứ hai như được mô tả dưới đây còn chứa hợp chất (XB), tỷ lệ của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) với hợp chất (XB) (hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)/hợp chất (XB)) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 9, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 7, và còn tốt hơn nữa là từ 0,9 đến 5, theo quan điểm làm giảm chỉ số màu vàng và độ mờ đục của nhựa cần thu được và theo quan điểm duy trì theo cách có lợi thời gian sống của chế phẩm có thể polyme hóa theo sáng chế.

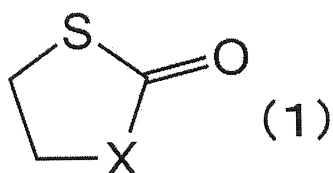
Tỷ lệ của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) với hợp chất (XB) (hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)/hợp chất (XB)) là tỷ lệ của diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) với diện tích đỉnh của hợp chất (XB) trong trường hợp trong đó chế phẩm polythiol này được sắc ký lỏng hiệu năng cao. Điều kiện đo của phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao là như được mô tả trong phần <Xác định diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)> như được mô tả dưới đây.

Chế phẩm polythiol theo sáng chế bao gồm các chế phẩm polythiol sau đây theo phương án thứ nhất và thứ hai.

Chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất

Chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất chứa hợp chất polythiol (A) chứa 4-

mercaptomethyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan và hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây, trong đó, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol này:

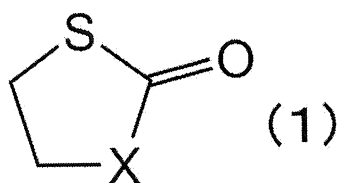


trong công thức (1), X là $-CH_2-$ hoặc nguyên tử lưu huỳnh.

Do chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất bao gồm cấu hình được mô tả ở trên, nhựa có chỉ số màu vàng và độ mờ đục giảm có thể được tạo ra từ đó trong trường hợp trong đó hỗn hợp của 4-mercaptomethyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan và hợp chất lưu huỳnh cụ thể được chứa trong chế phẩm có thể polyme hóa.

Hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)

Chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất chứa hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây:



trong công thức (1), X là $-CH_2-$ hoặc nguyên tử lưu huỳnh.

Do chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất chứa hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây, chỉ số màu vàng và độ mờ đục của nhựa tạo ra có thể được giảm đi trong trường hợp trong đó hỗn hợp của 4-mercaptomethyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan và hợp chất lưu huỳnh cụ thể được chứa trong chế phẩm có thể polyme hóa. Do chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất chứa cấu hình được mô tả ở trên, nhựa có độ mờ đục

giảm có thể được tạo ra từ chế phẩm polythiol.

Trong chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao.

Trong trường hợp trong đó diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0, chỉ số màu vàng và độ mờ đục của nhựa thu được có thể được giảm đi.

Theo quan điểm giống như được mô tả ở trên, diện tích đỉnh này tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 7,0, tốt hơn nữa là bằng hoặc nhỏ hơn 5,0, còn tốt hơn nữa là bằng hoặc nhỏ hơn 4,0, và đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 3,0, so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

"Diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol" có nghĩa là giá trị tương đối của diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) trong trường hợp trong đó tổng diện tích đỉnh của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol được cho là 100.

Trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) tốt hơn là lớn hơn 0, tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 0,02, còn tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 0,05, đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,1, đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,2, đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,3, thậm chí tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 0,5, và thậm chí còn tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 0,8, so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol, theo quan điểm làm giảm gánh nặng của công việc tinh chế và loại bỏ hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) ra khỏi chế phẩm polythiol.

Trong trường hợp trong đó diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công

thức (1) thỏa mãn khoảng của giới hạn dưới, tốc độ làm đặc có thể được tăng lên, và do đó quá trình polyme hóa có thể được tạo điều kiện thuận lợi.

Phương pháp điều chỉnh diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol là không bị giới hạn cụ thể, và diện tích đỉnh này có thể được điều chỉnh bằng, ví dụ, các công đoạn như tinh chế bằng cột, rửa, chiết, hoặc kết tinh.

Xác định diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)

Diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol có thể được xác định bằng cách thực hiện phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (high performance liquid chromatography, HPLC) trong các điều kiện sau đây.

Tỷ lệ của hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol chỉ cần được tính bằng cách xác định diện tích đỉnh xuất hiện trong thời gian lưu nằm trong khoảng từ 3,6 phút đến 4,8 phút để làm diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1).

Điều kiện HPLC

Cột: YMC-PACK ODS-AA-312 (S5 Φ 6mm $\times$ 150 mm)

Pha động: axetonitril/0,01 mol/l dung dịch kali dihydro phosphat = 60/40 (theo thể tích)

Nhiệt độ cột: 40°C

Tốc độ dòng: 1,0 ml/phút

Bộ phát hiện: bộ phát hiện UV, bước sóng 230nm

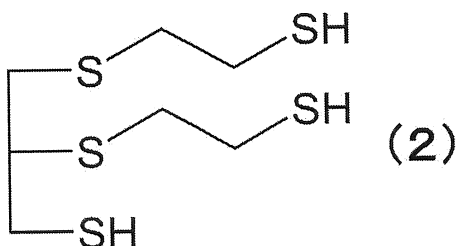
Điều chế dung dịch đo: 160mg mẫu được hòa tan và trộn với 10ml axetonitril.

Lượng được rót: 2 μ l

Hợp chất polythiol (A)

Chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất chứa hợp chất polythiol (A) chứa 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan.

4-Mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan là hợp chất được thể hiện bằng công thức (2) sau đây:



Phương pháp điều chế hợp chất polythiol (A) là không bị giới hạn cụ thể, và hợp chất polythiol (A) có thể được điều chế bằng phương pháp đã biết. Ví dụ, hợp chất polythiol (A) có thể được điều chế bằng phương pháp được mô tả trong WO 2014/027427A. Hợp chất polythiol (A) tốt hơn là hợp chất thu được bằng cách sử dụng chất xúc tác chứa ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm các hydroxit kim loại như natri hydroxit và kali hydroxit, và cacbonat kim loại như natri cacbonat và kali cacbonat, ví dụ, khi cho 2-mercaptoetanol phản ứng với hợp chất epihalohydrin.

Chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất có thể chứa hợp chất khác với hợp chất polythiol (A) và hợp chất được thể hiện bằng công thức (1).

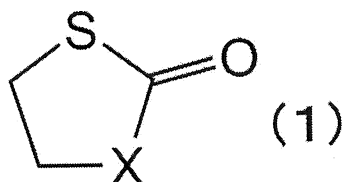
Ví dụ, chế phẩm polythiol có thể chứa hợp chất polythiol có nhóm mercapto hoặc tương tự khác với hợp chất polythiol (A) và hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) (sau đây, còn được gọi là "hợp chất polythiol khác").

Các ví dụ về hợp chất polythiol khác bao gồm metandithiol, 1,2-etandithiol, 1,2,3-propantrithiol, pentaerythritol tetrakis(2-mercaptoacetat), pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), tetrakis(mercaptomethylthiometyl)metan, tetrakis(2-mercaptoethylthio-metyl)metan, tetrakis(3-mercaptopropylthiometyl)metan, bis(2-mercaptoetyl)sulfua, bis(2,3-dimercaptopropyl)sulfua, 4,8-dimercaptometyl-1,11-

dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 2,5-dimercaptometyl-1,4-dithian, 2,5-dimercapto-1,4-dithian, 2,5-dimercaptometyl-2,5-dimethyl-1,4-dithian, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptomethylthio)propan, 1,1,2,2-tetrakis(mercaptomethylthio)etan, và 4,6-bis(mercaptomethylthio)-1,3-dithian.

Chế phẩm polythiol theo phương án thứ hai

Chế phẩm polythiol theo phương án thứ hai chứa hợp chất polythiol (A) chứa hỗn hợp của 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây, trong đó, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol:



trong công thức (1), X là $-\text{CH}_2-$ hoặc nguyên tử lưu huỳnh.

Do chế phẩm polythiol theo phương án thứ hai chứa cấu hình được mô tả ở trên, nhựa có chỉ số màu vàng giảm có thể được tạo ra từ chế phẩm polythiol này.

Trong chế phẩm polythiol theo phương án thứ hai, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao.

Trong trường hợp trong đó diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0, chỉ số màu vàng của nhựa thu được có thể được giảm đi.

Theo quan điểm giống như được mô tả ở trên, diện tích đỉnh này tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 7,0, tốt hơn nữa là bằng hoặc nhỏ hơn 5,0, còn tốt hơn nữa là bằng hoặc nhỏ hơn 4,0, và đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 3,0, so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

Trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) tốt hơn là lớn hơn 0, tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 0,02, còn tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 0,05, đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,1, đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,2, đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,3, thậm chí tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 0,5, và thậm chí còn tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 0,8, so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol, theo quan điểm làm giảm gánh nặng của công tác tinh chế và loại bỏ hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) ra khỏi chế phẩm polythiol này.

Trong trường hợp trong đó diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) thỏa mãn khoảng của giới hạn dưới này, tốc độ làm đặc có thể được tăng lên, và do đó quá trình polyme hóa có thể được tạo điều kiện thuận lợi.

Chi tiết về các khía cạnh cụ thể và các khía cạnh ưu tiên của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1), định nghĩa và phương pháp xác định diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol, và tương tự trong phương án thứ hai là giống như chi tiết về các khía cạnh cụ thể và các khía cạnh ưu tiên của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1), định nghĩa và phương pháp xác định diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol, và tương tự như được mô tả ở trên.

Chế phẩm polythiol theo phương án thứ hai có thể chứa hợp chất khác với hợp chất polythiol (A) và hợp chất được thể hiện bằng công thức (1).

Chi tiết về các ví dụ cụ thể, các ví dụ ưu tiên cụ thể, và tương tự của hợp chất

polythiol khác trong phương án thứ hai là giống như chi tiết về các ví dụ cụ thể, các ví dụ ưu tiên cụ thể, và tương tự của hợp chất polythiol khác trong phương án thứ nhất.

Chế phẩm có thể polyme hóa

Chế phẩm có thể polyme hóa theo sáng chế bao gồm chế phẩm polythiol theo sáng chế và hợp chất polyiso(thio)xyanat.

Hợp chất polyiso(thio)xyanat

Hợp chất polyiso(thio)xyanat là không bị giới hạn cụ thể, miễn là các hiệu quả của sáng chế có thể được tạo ra, và hợp chất đã biết thông thường bất kỳ có thể được sử dụng. Hợp chất bất kỳ có ít nhất hai nhóm iso(thio)xyanat trong một phân tử là không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ cụ thể về chúng bao gồm các hợp chất polyisoxyanat béo như tetrametylen diisoxyanat, pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, heptametylen diisoxyanat, octametylen diisoxyanat, 2,2,4-trimethylhexametylen diisoxyanat, 2,4,4-trimethylhexametylen diisoxyanat, lysin diisoxyanat methyl este, lysin triisoxyanat, và xylylen diisoxyanat;

các hợp chất polyisoxyanat vòng béo như isophoron diisoxyanat bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, bis(isoxyanatoxyclohexyl)metan, dixyclohexyldimetylmetan diisoxyanat, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 3,8-bis(isoxyanatometyl)trixyclodecan, 3,9-bis(isoxyanatometyl)trixyclodecan, 4,8-bis(isoxyanatometyl)trixyclodecan, và 4,9-bis(isoxyanatometyl)trixyclodecan;

các hợp chất polyisoxyanat thơm như tolylen diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, diphenyl sulfua-4,4-diisoxyanat, và phenylen diisoxyanat;

các hợp chất polyisoxyanat dị vòng như 2,5-diisoxyanatothiophen, 2,5-bis(isoxyanatometyl)thiophen, 2,5-diisoxyanatotetrahydrothiophen, 2,5-bis(isoxyanatometyl)tetrahydrothiophen, 3,4-bis(isoxyanatometyl)tetrahydrothiophen, 2,5-diisoxyanato-1, 4-dithian, 2,5-bis(isoxyanatometyl)-1, 4-dithian, 4,5-diisoxyanato-1,3-dithiolan, và

4,5-bis(isoxyanatometyl)-1,3-dithiolan;

các hợp chất polyisothioxyanat béo như hexametylen diisothioxyanat, lysin diisothioxyanat metyl este, lysin triisothioxyanat, và xylylen diisothioxyanat;

các hợp chất polyisothioxyanat vòng béo như isophoron diisothioxyanat, bis(isothioxyanatometyl)xyclohexan, bis(isothioxyanatoxyclohexyl)metan, xyclohexan diisothioxyanat, metylxyclohexan diisothioxyanat, 2,5-bis(isothioxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 2,6-bis(isothioxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 3,8-bis(isothioxyanatometyl)trixyclodecan, 3,9-bis(isothioxyanatometyl)trixyclodecan, 4,8-bis(isothioxyanatometyl)trixyclodecan, và 4,9-bis(isothioxyanatometyl)trixyclodecan;

các hợp chất polyisothioxyanat thơm như tolylen diisothioxyanat, 4,4-diphenylmetan diisothioxyanat, và diphenyl disulfua-4,4-diisothioxyanat; và

các hợp chất polyisothioxyanat dị vòng chứa lưu huỳnh như 2,5-diisothioxyanatothiophen, 2,5-bis(isothioxyanatometyl)thiophen, 2,5-isothioxyanato-tetrahydrothiophen, 2,5-bis(isothioxyanatometyl)tetrahydrothiophen, 3,4-bis(isothioxyanatometyl)tetrahydrothiophen, 2,5-diisothioxyanato-1,4-dithian, 2,5-bis(isothioxyanatometyl)-1,4-dithian, 4,5-diisothioxyanato-1,3-dithiolan, và 4,5-bis(isothioxyanatometyl)-1, 3-dithiolan. Hợp chất polyiso(thio)xyanat có thể chứa ít nhất một chất được chọn từ các hợp chất này.

Để làm hợp chất polyiso(thio)xyanat, sản phẩm được thế halogen như sản phẩm được thế clo hoặc sản phẩm được thế brom, sản phẩm được thế alkyl, sản phẩm được thế alkoxy, sản phẩm được thế nitro, sản phẩm được cải biến dạng tiền polyme với rượu polyhydric, sản phẩm được cải biến bằng carbodiimit, sản phẩm được cải biến bằng ure, sản phẩm được cải biến bằng buret, hoặc sản phẩm phản ứng dime hóa hoặc trime hóa của các hợp chất này cũng có thể được sử dụng.

Hợp chất polyiso(thio)xyanat tốt hơn là hợp chất polyisoxyanat, và

tốt hơn là bao gồm ít nhất một chất được chọn từ pentametylen diisoxyanat,

hexametylen diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, bis(isoxyanatoxyclohexyl)metan, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, tolylen diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat và phenylen diisoxyanat.

Tỷ lệ trộn của chế phẩm polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat là không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ, tỷ lệ mol của nhóm mercapto của hợp chất polythiol chứa trong chế phẩm polythiol với các nhóm iso(thio)xyanat của hợp chất polyiso(thio)xyanat (các nhóm mercapto /các nhóm iso(thio)xyanat) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3,0, tốt hơn nữa là từ 0,6 đến 2,0, và còn tốt hơn nữa là từ 0,8 đến 1,3. Trong trường hợp trong đó tỷ lệ trộn nằm trong khoảng nêu trên, có xu hướng có thể thỏa mãn các đặc tính tính năng khác nhau như chỉ số khúc xạ và độ bền nhiệt cần thiết đối với thấu kính chất dẻo hoặc tương tự theo cách cân bằng tốt.

Chế phẩm có thể polyme hóa theo sáng chế có thể chứa các thành phần khác khác với hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat nhằm mục đích cải thiện các đặc tính vật lý khác nhau và khả năng gia công của nhựa, khả năng phản ứng polyme hóa của chế phẩm có thể polyme hóa, và tương tự.

Các ví dụ về thành phần khác này bao gồm chất xúc tác polyme hóa, chất trợ tháo khuôn nội, chất cải biến nhựa, chất kéo dài mạch, chất liên kết ngang, chất khử gốc, chất ổn định ánh sáng, chất hấp thụ tử ngoại, chất chống oxy hóa, thuốc nhuộm tan trong dầu, chất độn, chất cải thiện độ bám dính, chất kháng vi khuẩn, chất chống nhiễm tĩnh điện, thuốc nhuộm, chất tẩy trắng huỳnh quang, chất tạo màu huỳnh quang, và mực xanh da trời như chất tạo màu vô cơ.

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

Để làm chất trợ tháo khuôn nội, este phosphat axit có thể được sử dụng. Các ví dụ

về este phosphat axit bao gồm monoeste của axit phosphoric và dieste của axit phosphoric, chúng có thể được sử dụng một mình hoặc trong hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại của chúng.

Các ví dụ về chất cải biến nhựa bao gồm hợp chất episulfua, hợp chất rượu, hợp chất amin, hợp chất epoxy, axit hữu cơ và anhydrit của nó, và hợp chất olefin bao gồm hợp chất (met)acrylat.

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

Chế phẩm có thể polyme hóa theo sáng chế khi được hóa rắn thành vật đúc có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh T_g tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 80°C và tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 85°C , theo quan điểm độ bền nhiệt. Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh T_g có thể bằng hoặc thấp hơn 130°C , hoặc bằng hoặc thấp hơn 125°C .

Theo sáng chế, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh T_g khi chế phẩm có thể polyme hóa được tạo thành vật đúc là giá trị được đo bằng phương pháp trong các ví dụ được mô tả dưới đây bằng cách sử dụng tấm chất dẻo phẳng được đúc theo phần <Tạo ra tấm chất dẻo phẳng>.

Vật đúc

Vật đúc theo sáng chế bao gồm nhựa theo sáng chế.

Nhựa theo sáng chế bao gồm sản phẩm được hóa rắn của chế phẩm có thể polyme hóa theo sáng chế.

Phương pháp tạo ra vật đúc theo sáng chế là không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ về phương pháp được ưu tiên bao gồm polyme hóa đúc. Trước hết, chế phẩm có thể polyme hóa được rót vào giữa các khuôn đúc được giữ bằng lớp đệm, bằng dính, hoặc tương tự. Lúc này, tùy thuộc vào các đặc tính vật lý cần thiết đối với thấu kính chất dẻo cần thu được, thường tốt hơn là thực hiện xử lý khử bọt dưới áp suất giảm, xử lý lọc như lọc dưới áp lực hoặc áp suất giảm, hoặc tương tự nếu cần.

Các điều kiện polyme hóa là không bị giới hạn do các điều kiện này thay đổi nhiều tùy thuộc vào thành phần của chế phẩm có thể polyme hóa, loại và lượng của chất xúc tác được sử dụng, hình dạng của khuôn, và tương tự. Ví dụ, quá trình polyme hóa được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ -50°C đến 150°C trong thời gian từ 1 giờ đến 50 giờ. Trong một số trường hợp, tốt hơn là hóa rắn chế phẩm trong thời gian từ 1 giờ đến 48 giờ trong khi nhiệt độ được duy trì hoặc tăng dần trong khoảng nhiệt độ từ 10°C đến 150°C .

Vật đúc có thể được xử lý như ủ nếu cần. Quá trình xử lý như ủ này thường được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 150°C , tốt hơn là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90°C đến 140°C , và tốt hơn nữa là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 130°C .

Các ứng dụng

Nhựa thu được từ chế phẩm có thể polyme hóa theo sáng chế có thể được sử dụng làm vật liệu để sản xuất các vật đúc có hình dạng khác nhau bằng cách thay đổi loại khuôn trong quá trình polyme hóa đúc.

Vật liệu quang học

Vật liệu quang học theo sáng chế bao gồm nhựa theo sáng chế.

Từ vật đúc thu được từ chế phẩm có thể polyme hóa theo sáng chế, có thể thu được vật liệu có chỉ số màu vàng giảm mà không làm giảm độ trong suốt. Từ vật đúc thu được từ chế phẩm có thể polyme hóa chứa chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất, cũng có thể thu được vật liệu có độ mờ đục tuyệt vời.

Do đó, các vật liệu này có thể được sử dụng cho các vật liệu quang học khác nhau như thấu kính chất dẻo.

Thấu kính

Thấu kính theo sáng chế bao gồm nhựa theo sáng chế.

Để làm vật liệu quang học, thấu kính là đặc biệt thích hợp.

Các ví dụ về thấu kính bao gồm mắt kính chất dẻo và thấu kính phân cực chất dẻo.

Mắt kính chất dẻo

Mắt kính chất dẻo bao gồm nền mắt kính được tạo bởi vật đúc theo sáng chế có thể có lớp phủ trên một mặt hoặc cả hai mặt nếu cần.

Mắt kính chất dẻo theo sáng chế bao gồm nền thấu kính bao gồm sản phẩm được hóa rắn của chế phẩm có thể polyme hóa được mô tả ở trên, và lớp phủ.

Các ví dụ cụ thể về lớp phủ bao gồm lớp phủ lót, lớp phủ cứng, lớp chống phản xạ, lớp phủ chống sương mù, lớp chống bám bẩn, và lớp không thấm nước. Mỗi lớp phủ này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc nhiều lớp phủ có thể được bố trí từng lớp để sử dụng. Trong trường hợp trong đó lớp phủ được phủ cho cả hai mặt, lớp phủ giống nhau hoặc lớp phủ khác nhau có thể được phủ cho mỗi mặt.

Trong mỗi trong số các lớp phủ này, các chất phụ gia đã biết như chất hấp thụ hồng ngoại nhằm mục đích bảo vệ mắt khỏi tia hồng ngoại, chất ổn định ánh sáng, hoặc chất chống oxy hóa nhằm mục đích cải thiện độ bền khí quyển của mắt kính, hợp chất quang sắc, thuốc nhuộm và chất tạo màu nhằm mục đích cải thiện tính thời trang của mắt kính, và ngoài ra, chất chống nhiễm tĩnh điện và tương tự nhằm mục đích cải thiện tính năng của mắt kính có thể được sử dụng kết hợp.

Đối với lớp cần được phủ bằng cách phủ, các chất san bằng khác nhau nhằm mục đích cải thiện khả năng phủ có thể được sử dụng.

Lớp chống sương mù, lớp chống nhiễm bẩn, hoặc lớp không thấm nước có thể được tạo ra trên lớp chống phản xạ nếu cần.

Mặc dù các phương án theo sáng chế đã được mô tả ở trên, các phương án này là minh họa cho sáng chế, và các cấu hình khác nhau khác với các cấu hình được mô tả ở trên có thể được sử dụng, miễn là các hiệu quả của của sáng chế không bị giảm đi.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, các chế phẩm polythiol theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dựa vào các ví dụ. Chế phẩm polythiol theo sáng chế không bị giới hạn ở phần mô tả của các ví dụ này theo cách bất kỳ. Nếu không được chỉ rõ theo cách khác, "phần" là tính theo khối lượng.

Phương pháp đánh giá

Trong các ví dụ, các phương pháp để đánh giá mỗi trong số các đặc tính vật lý của các tấm chất dẻo phẳng là như sau. Các kết quả là như được thể hiện trong bảng 1.

- Chỉ số khúc xạ (ne), chỉ số Abbe (ve)

Khúc xạ kế Pulfrich KPR-30 được sản xuất bởi Shimadzu Corporation được sử dụng để đo chỉ số khúc xạ (n_e , n_F' , và n_C') ở bước sóng 546,1nm (tia Mercury e), bước sóng 480,0nm (tia Cd F'), và bước sóng 643,9nm (tia Cd C'), và mỗi chỉ số khúc xạ (n_e) và chỉ số Abbe (v_e) được xác định.

- Độ bền nhiệt

Máy phân tích cơ nhiệt TMA -60 được sản xuất bởi Shimadzu Corporation được sử dụng để xác định nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh T_g bằng phương pháp thâm nhập TMA (tải trọng: 50g, đầu mút của kim: 0,5 mmφ, tốc độ tăng nhiệt độ: 10°C/phút), nhiệt độ này được sử dụng làm chỉ số độ bền nhiệt.

- Chỉ số màu vàng (còn được gọi là YI)

Nhựa được chuẩn bị dưới dạng tấm chất dẻo phẳng hình tròn có độ dày 9mm và đường kính 75mm, và chỉ số YI được xác định bằng cách sử dụng phổ quang kế CM-5 được sản xuất bởi Konica Minolta, Inc.

Có mối tương quan giữa giá trị của YI và chỉ số màu vàng, trong đó giá trị của YI nhỏ hơn dẫn tới chỉ số màu vàng của tấm chất dẻo phẳng thấp hơn và giá trị của YI lớn hơn dẫn tới chỉ số màu vàng cao hơn.

- Độ mờ đục

Nhựa được tạo ra dưới dạng tấm chất dẻo phẳng hình tròn có độ dày 9mm và đường

kính 75mm, và ánh sáng từ nguồn sáng (LUMINAR ACE LA -150 A được sản xuất bởi HAYASHI-REPIC CO., LTD.) được cho truyền qua một mặt của tấm phẳng này. Ảnh của ánh sáng từ phía trước của tấm phẳng được chụp bằng thiết bị xử lý ảnh (được sản xuất bởi Ube Information Systems, Inc.), và quá trình xử lý chuyển màu được thực hiện trên ảnh chụp này. Mức độ chuyển màu của ảnh được xử lý được định lượng trên cơ sở điểm ảnh này đến điểm ảnh khác, giá trị trung bình của các giá trị bằng số của mức độ chuyển màu của mỗi điểm ảnh đã thu được và độ mờ đục của tấm phẳng được xác định.

Với độ mờ đục nhỏ hơn, mức độ làm giảm độ trong suốt của nhựa (ở đây là tấm phẳng) là nhỏ hơn (tức là, nhựa có độ trong suốt tuyệt vời).

Sau đây, chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất sẽ được mô tả chi tiết dựa vào các ví dụ. Chế phẩm polythiol theo phương án thứ nhất không bị giới hạn ở phần mô tả của các ví dụ này theo cách bất kỳ.

Tổng hợp hợp chất polythiol (A)

Thiết bị phản ứng được nạp 124,6 phần khối lượng 2-mercaptoetanol và 18,3 phần khối lượng nước đã loại khí. Ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 12°C đến 35°C, 101,5 phần khối lượng dung dịch nước natri hydroxit 32% khối lượng được bổ sung nhỏ giọt trong 40 phút, sau đó 73,6 phần khối lượng epichlorhydrin được bổ sung nhỏ giọt trong 4,5 giờ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 29°C đến 36°C, và quá trình khuấy được tiếp tục trong 40 phút. Dữ liệu NMR khẳng định rằng 1,3 bis(2-hydroxyethylthio)-2-propanol được tạo ra.

331,5 phần khối lượng dung dịch axit clohydric 35,5% khối lượng được nạp vào, sau đó 183,8 phần khối lượng thioure có độ tinh khiết 99,90% được nạp vào, và phản ứng tạo ra muối thiuroni được thực hiện bằng cách khuấy hỗn hợp thu được này ở 110°C dưới hồi lưu trong 3 giờ. Sau khi làm nguội đến 45°C, 320,5 phần khối lượng toluen được bổ sung, hỗn hợp này được làm nguội đến 31°C, 243,1 phần khối lượng dung dịch nước amoniac 25% khối lượng được nạp vào ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 31°C đến 41°C trong 44 phút. Hỗn hợp này được phản ứng thủy phân bằng cách khuấy ở nhiệt độ nằm

trong khoảng từ 54°C đến 62°C trong 3 giờ để thu được dung dịch toluen chứa polythiol chứa 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan làm thành phần chính. Dung dịch toluen này được bổ sung 162,8 phần khối lượng axit clohydric 35,5% khối lượng, và hỗn hợp này được rửa axit ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 35°C đến 43°C trong 1 giờ. 174,1 phần khối lượng nước đã loại khí được bổ sung, và hỗn hợp này được rửa hai lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 35°C đến 45°C trong 30 phút. 162,1 phần khối lượng nước amoniac 0,1% khối lượng được bổ sung, và hỗn hợp này được rửa trong 30 phút. 174,2 phần khối lượng nước đã loại khí được bổ sung, và hỗn hợp này được rửa hai lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 35°C đến 45°C trong 30 phút. Toluene và lượng vết của hơi ẩm được loại bỏ dưới điều kiện gia nhiệt và áp suất giảm, và sau đó phần cặn được lọc dưới áp suất giảm bằng bộ lọc màng loại PTFE 1,2µm để thu được 205,0 phần khối lượng chế phẩm polythiol (A) chủ yếu bao gồm 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan làm hợp chất polythiol (A).

Ví dụ 1, Ví dụ 2, và ví dụ so sánh 1

Chế phẩm polythiol (A) được điều chế như mô tả ở trên và γ -thiobutyrolacton (được sản xuất bởi Sigma-Aldrich Co. LLC; hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)) được trộn để thu được chế phẩm polythiol.

Lúc này, mỗi hợp chất được trộn trong khi tỷ lệ trộn được thay đổi sao cho diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol tương ứng với giá trị được mô tả trong bảng 1.

Xác định tỷ lệ (% diện tích) của γ -thiobutyrolacton

Tỷ lệ (% diện tích) của γ -thiobutyrolacton theo HPLC được xác định bằng phương pháp được mô tả trong phần <Xác định diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)> được mô tả ở trên.

Các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Tạo ra tấm chất dẻo phẳng

Ví dụ điều chế 1

52 phần khối lượng m-xylylen diisoxyanat, 0,01 phần khối lượng dibutyl thiếc diclorua để làm chất xúc tác hóa rắn, 0,10 phần khối lượng ZELEC UN (nhãn hiệu hàng hóa, sản phẩm được sản xuất bởi Stepan Company; este phosphat axit), 1,5 phần khối lượng VIOSORB 583 (được sản xuất bởi KYODO CHEMICAL CO., LTD.; chất hấp thụ tử ngoại) được trộn và hòa tan ở 20°C. 48 phần khối lượng chế phẩm polythiol của Ví dụ 1 được nạp vào và trộn để thu được chất lỏng trộn đồng nhất. Sau khi chất lỏng đồng nhất này được loại khí ở 600 Pa trong 1 giờ và lọc bằng bộ lọc TEFLON (R) 1µm, chất lỏng đã lọc được rót vào khuôn đúc bao gồm khuôn thủy tinh và băng dính. Khuôn đúc này được cho vào lò, gia nhiệt dần dần từ 10°C đến 120°C, và quá trình polyme hóa được thực hiện trong 38 giờ. Sau khi quá trình polyme hóa kết thúc, khuôn đúc được lấy ra khỏi lò để thu được nhựa bằng cách tháo ra khỏi khuôn đúc. Nhựa thu được được ủ thêm ở 120°C trong 1 giờ để tạo ra tấm chất dẻo phẳng. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên mỗi trong số các phương pháp đánh giá các đặc tính vật lý của tấm chất dẻo phẳng được mô tả ở trên.

Ví dụ điều chế 2

Tấm chất dẻo phẳng được tạo ra bằng phương pháp giống như phương pháp được mô tả trong Ví dụ điều chế 1 chỉ khác là 48 phần khối lượng chế phẩm polythiol của Ví dụ 1 được thay bằng 48 phần khối lượng chế phẩm polythiol của Ví dụ 2 trong Ví dụ điều chế 1. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên mỗi trong số các phương pháp đánh giá các đặc tính vật lý của tấm chất dẻo phẳng được mô tả ở trên.

Ví dụ điều chế 3

Tấm chất dẻo phẳng được tạo ra bằng phương pháp giống như phương pháp được mô tả trong Ví dụ điều chế 1 chỉ khác là 48 phần khối lượng chế phẩm polythiol của Ví dụ 1 được thay bằng 48 phần khối lượng chế phẩm polythiol của Ví dụ so sánh 1 trong Ví dụ điều chế 1. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên mỗi trong số các phương pháp đánh

giá các đặc tính vật lý của tấm chất dẻo phẳng được mô tả ở trên.

Các đặc tính vật lý của các tấm chất dẻo phẳng của các ví dụ điều chế từ 1 đến 3 được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

		Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ so sánh 1
Chế phẩm polythiol	Tỷ lệ của diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol	0,97	4,8	9,4
	Tỷ lệ của diện tích đỉnh của hợp chất (XB) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol	0,46	0,43	0,41
	Hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)/hợp chất (XB)	2,13	11,25	23,07
Thấu kính chất dẻo	Chỉ số khúc xạ ne	1,665	1,665	1,664
	Chỉ số Abbe ve	30,8	30,7	30,6
	Độ bền nhiệt [°C]	87,9	86,7	86,6
	Chỉ số màu vàng [YI]	5,06	5,20	5,63
	Độ mờ đục	24	30	44

Như được thể hiện trong bảng 1, có thể tạo ra nhựa có chỉ số màu vàng và độ mờ đục giảm từ các chế phẩm polythiol theo các ví dụ, các chế phẩm này chứa hợp chất polythiol (A) chứa 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan và hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao. Các chế phẩm polythiol theo các ví dụ còn có độ bền nhiệt tuyệt vời.

Mặt khác, không thể tạo ra nhựa có chỉ số màu vàng và độ mờ đục giảm từ chế phẩm polythiol theo ví dụ so sánh 1, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công

thức (1) là lớn hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol.

Sau đây, chế phẩm polythiol theo phương án thứ hai sẽ được mô tả chi tiết dựa vào các ví dụ. Chế phẩm polythiol theo phương án thứ hai không bị giới hạn ở phần mô tả của các ví dụ này theo cách bất kỳ.

Tổng hợp chế phẩm polythiol (A)

Thiết bị phản ứng được nạp 51,2 phần khối lượng 2-mercaptoetanol, 26,5 phần khối lượng nước đã loại khí (nồng độ oxy hòa tan: 2 ppm), và 0,16 phần khối lượng dung dịch nước natri hydroxit 49% khối lượng. 61,99 phần khối lượng epichlorhydrin được nạp nhỏ giọt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 9 đến 11°C trong 6,5 giờ, và quá trình khuấy được tiếp tục trong 60 phút. Dữ liệu NMR khẳng định rằng 1-clo-3-(2-hydroxyetylthio)-2-propanol được tạo ra.

Tiếp theo, 150,0 phần khối lượng dung dịch nước natri sulfua 17,3% khối lượng được nạp nhỏ giọt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 7 đến 37°C trong 5,5 giờ, và hỗn hợp này được khuấy trong 120 phút. Dữ liệu NMR khẳng định rằng 1,5,9,13-tetrahydroxy-3,7,11-trithiatridecan được tạo ra. Sau đó, 279,0 phần khối lượng axit clohydric 35,5% khối lượng được nạp vào, sau đó 125,8 phần khối lượng thioure có độ tinh khiết 99,90% được nạp vào, và phản ứng tạo muối thiuronium được thực hiện bằng cách khuấy hỗn hợp thu được này ở 110°C dưới hồi lưu trong 3 giờ. Sau khi làm nguội đến 45°C, 214,0 phần khối lượng toluen được bổ sung, hỗn hợp này được làm nguội đến 26°C, và 206,2 phần khối lượng dung dịch nước amoniac 25% khối lượng được nạp vào ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 26°C đến 50°C trong 30 phút. Hỗn hợp này được phản ứng thủy phân bằng cách khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 65°C trong 1 giờ để thu được dung dịch toluen chứa polythiol chủ yếu bao gồm 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan. 59,4 phần khối lượng axit

clohydric 36% khối lượng được bổ sung vào dung dịch toluen, và hỗn hợp này được rửa axit hai lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 34°C đến 39°C trong 30 phút. Ngoài ra, 118,7 phần khối lượng nước đã loại khí (nồng độ oxy hòa tan: 2 ppm) được bổ sung, và hỗn hợp này được rửa 5 lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 35°C đến 45°C trong 30 phút. Toluene và lượng vết của hơi ẩm được loại bỏ dưới điều kiện gia nhiệt và áp suất giảm, và sau đó phần cặn được lọc dưới áp suất giảm bằng bộ lọc màng loại PTFE 1,2µm để thu được 115,9 phần khối lượng chế phẩm polythiol (A) chủ yếu bao gồm 4,8-dimercaptomethyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptomethyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và 5,7-dimercaptomethyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan làm các thành phần chính.

Ví dụ 3, Ví dụ 4, và ví dụ so sánh 2

Chế phẩm polythiol (A) thu được như được mô tả ở trên và γ -thiobutyrolacton (được sản xuất bởi Sigma-Aldrich Co. LLC; hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)) được trộn để thu được chế phẩm polythiol.

Lúc này, mỗi hợp chất được trộn trong khi tỷ lệ trộn được thay đổi sao cho diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol tương ứng với giá trị được mô tả trong bảng 2.

Xác định tỷ lệ (% diện tích) của γ -thiobutyrolacton

Tỷ lệ (% diện tích) của γ -thiobutyrolacton theo HPLC được xác định bằng phương pháp được mô tả trong phần <Xác định diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)> được mô tả ở trên.

Các kết quả được thể hiện trong bảng 2.

Tạo ra tấm chất dẻo phẳng

Ví dụ điều chế 4

50,8 phần khối lượng m-xylylen diisoxyanat, 0,01 phần khối lượng dimetyl thiếc diclorua để làm chất xúc tác hóa rắn, 0,10 phần khối lượng ZELEC UN (sản phẩm được sản xuất bởi Stepan Company; este phosphat axit), 0,6 phần khối lượng VIOSORB 583 (được sản xuất bởi KYODO CHEMICAL CO., LTD.; chất hấp thụ tử ngoại), và 0,6 phần khối lượng SEESORB 706 (được sản xuất bởi Shipro Kasei Kaisha, Ltd.; chất hấp thụ tử ngoại) được trộn và hòa tan ở 20°C. 49,2 phần khối lượng chế phẩm polythiol của Ví dụ 3 được nạp vào và trộn để thu được chất lỏng hỗn hợp đồng nhất. Sau khi chất lỏng đồng nhất này được loại khí ở 600 Pa trong 1 giờ và lọc bằng bộ lọc TEFLON (R) 1µm, chất lỏng đã lọc được rót vào khuôn đúc bao gồm khuôn thủy tinh và băng dính. Khuôn đúc được cho vào lò, gia nhiệt dần dần từ 20°C đến 120°C, và quá trình polyme hóa được thực hiện trong 30 giờ. Sau khi quá trình polyme hóa kết thúc, khuôn đúc được lấy ra khỏi lò để thu được nhựa bằng cách tháo ra khỏi khuôn đúc. Nhựa thu được được ủ thêm ở 120°C trong 1 giờ để tạo ra tấm chất dẻo phẳng. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên mỗi trong số các phương pháp đánh giá các đặc tính vật lý của tấm chất dẻo phẳng được mô tả ở trên.

Ví dụ điều chế 5

Tấm chất dẻo được tạo ra bằng phương pháp giống như phương pháp được mô tả trong Ví dụ điều chế 4 chỉ khác là 49,2 phần khối lượng chế phẩm polythiol của Ví dụ 3 được thay bằng 49,2 phần khối lượng chế phẩm polythiol của Ví dụ 4. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên mỗi trong số các phương pháp đánh giá các đặc tính vật lý của tấm chất dẻo phẳng được mô tả ở trên.

Ví dụ điều chế 6

Tấm chất dẻo phẳng được tạo ra bằng phương pháp giống như phương pháp được mô tả trong Ví dụ điều chế 4 chỉ khác là 49,2 phần khối lượng chế phẩm polythiol của Ví dụ 3 được thay bằng 49,2 phần khối lượng chế phẩm polythiol của Ví dụ so sánh 2. Mỗi đặc tính vật lý được xác định dựa trên mỗi trong số các phương pháp đánh giá các đặc tính

vật lý của tấm chất dẻo phẳng được mô tả ở trên.

Các đặc tính vật lý của các tấm chất dẻo phẳng của các ví dụ điều chế từ 4 đến 6 được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2

		Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ so sánh 2
Chế phẩm polythiol	Tỷ lệ của diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol	1,1	5,0	9,8
	Tỷ lệ của diện tích đỉnh của hợp chất (XB) so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol	1,1	1,1	1,0
	Hợp chất được thể hiện bằng công thức (1)/hợp chất (XB)	0,97	4,76	9,80
Thấu kính chất dẻo	Chỉ số khúc xạ ne	1,669	1,669	1,669
	Chỉ số Abbe ve	31,3	31,1	31,2
	Độ bền nhiệt [°C]	100,0	99,5	97,7
	Chỉ số màu vàng [YI]	5,40	5,48	5,74
	Độ mờ đục	33	30	31

Như được thể hiện trong bảng 2, có thể tạo ra nhựa có chỉ số màu vàng giảm từ các chế phẩm polythiol theo các ví dụ, các chế phẩm này chứa hợp chất polythiol (A) chứa hỗn hợp của 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan và hợp chất được thể hiện bằng công thức (1), diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao. Các chế phẩm polythiol theo các ví dụ cũng có độ bền nhiệt tuyệt vời.

Mặt khác, không thể tạo ra nhựa có chỉ số màu vàng giảm từ chế phẩm polythiol

theo ví dụ so sánh 2, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là lớn hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol này.

Phần bộc lộ của Đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản chưa thẩm định (JP-A) số 2020 -189834 nộp ngày 13.11.2020 được đưa vào đây bằng cách viện dẫn toàn bộ.

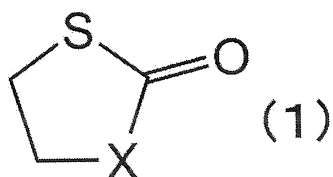
Tất cả các tài liệu, các đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế, và các tiêu chuẩn kỹ thuật được mô tả ở đây được đưa vào đây ở mức độ giống như mỗi tài liệu, đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế, và tiêu chuẩn kỹ thuật được chỉ ra một cách cụ thể và riêng rẽ là được đưa vào bằng cách viện dẫn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm polythiol bao gồm:

hợp chất polythiol (A), và

hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây, trong đó, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là lớn hơn 0 nhưng bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của tất cả các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol này:



trong đó, trong công thức (1), X là $-\text{CH}_2-$ hoặc nguyên tử lưu huỳnh,

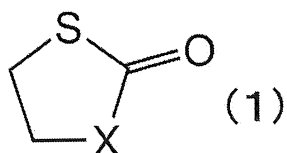
trong đó hợp chất polythiol (A) bao gồm 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan hoặc bao gồm hỗn hợp của 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan.

2. Chế phẩm polythiol theo điểm 1, trong đó hợp chất polythiol (A) bao gồm hợp chất polythiol thu được từ các nguyên liệu thô bao gồm 2-mercaptoetanol và thioure.

3. Chế phẩm polythiol theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chế phẩm này bao gồm:

hợp chất polythiol (A) chứa 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan; và

hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) sau đây, trong đó, trong phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao, diện tích đỉnh của hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) là bằng hoặc nhỏ hơn 9,0 so với tổng diện tích đỉnh là 100 của tất cả các hợp chất chứa trong chế phẩm polythiol này:



trong đó, trong công thức (1), X là -CH₂- hoặc nguyên tử lưu huỳnh.

4. Chế phẩm có thể polyme hóa bao gồm:

chế phẩm polythiol theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, và

hợp chất polyiso(thio)xyanat.

5. Chế phẩm có thể polyme hóa theo điểm 4, trong đó hợp chất polyiso(thio)xyanat bao

gồm ít nhất một hợp chất được chọn từ pentametylen diisoxyanat, hexametylen

diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat,

bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, bis(isoxyanatoxyclohexyl)metan, 2,5-

bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2,2,1]-

heptan, tolylen diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, và phenylen diisoxyanat.

6. Nhựa bao gồm sản phẩm được hóa rắn của chế phẩm có thể polyme hóa theo điểm 4 hoặc 5.

7. Vật đúc bao gồm nhựa theo điểm 6.

8. Vật liệu quang học bao gồm nhựa theo điểm 6.

9. Thấu kính bao gồm nhựa theo điểm 6.