



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
(51)^{2022.01} C08G 18/38; C08L 75/04; G02B 1/04; (13) B
C08G 18/70



1-0050406

(21) 1-2023-03380 (22) 25/11/2021
(86) PCT/KR2021/017483 25/11/2021 (87) WO 2022/114805 02/06/2022
(30) 10-2020-0161938 27/11/2020 KR; 10-2021-0163011 24/11/2021 KR
(45) 25/08/2025 449 (43) 25/10/2023 427A
(73) SK pucore Co., Ltd. (KR)
(Gosa-dong) 255, Yongjam-ro, Nam-gu, Ulsan, 44782, Republic of Korea
(72) PAI, Jae Young (KR); KIM, Jeong Moo (KR); HAN, Hyuk Hee (KR); MYUNG,
Jung Hwan (KR); YOU, Kyeong Hwan (KR); JUNG, Joo Young (KR); KYUN,
Myung Ok (KR); RYU, Ji Yeon (KR).
(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) CHẾ PHẨM POLYTHIOL, CHẾ PHẨM QUANG HỌC, VÀ SẢN PHẨM QUANG HỌC

(21) 1-2023-03380

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm polythiol theo các phương án được lấy làm ví dụ bao gồm hợp chất polythiol thứ nhất mà tạo ra đỉnh cực đại trong đồ thị phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (high performance liquid chromatography - HPLC) được thu ở bước sóng 230 nm, và hợp chất polythiol thứ hai có trọng lượng phân tử lớn hơn so với trọng lượng phân tử của hợp chất polythiol thứ nhất và được biểu diễn bởi $C_9H_{20}S_6$. Tỷ lệ giữa diện tích đỉnh của hợp chất polythiol thứ hai với diện tích đỉnh của hợp chất polythiol thứ nhất, mà được đo qua đồ thị phân tích HPLC ở bước sóng 230 nm, là 0,05 đến 5,0%. Sáng chế còn đề cập đến chế phẩm quang học bao gồm hợp chất polythiol, và sản phẩm quang học được tạo thành từ chế phẩm quang học.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm polythiol, chế phẩm quang học và sản phẩm quang học. Cụ thể là, sáng chế đề cập đến chế phẩm polythiol bao gồm nhiều hợp chất gốc thiol, chế phẩm quang học bao gồm hợp chất polythiol, và sản phẩm quang học được tạo thành từ chế phẩm quang học.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hợp chất polythiol được sử dụng rộng rãi, ví dụ, làm nguyên liệu thô để sản xuất nhựa polyuretan. Ví dụ, hợp chất polythiol được sử dụng để sản xuất thấu kính quang học bằng cách sử dụng nhựa polyuretan, và chất lượng như độ tinh khiết của hợp chất polythiol làm nguyên liệu thô có thể ảnh hưởng trực tiếp đến chất lượng của các thấu kính quang học.

Ví dụ, hợp chất gốc polythiouretan được điều chế bằng phản ứng giữa hợp chất polythiol và hợp chất isoxyanat có thể được sử dụng làm nguyên liệu cơ bản của các thấu kính quang học.

Ví dụ, Công bố đơn sáng chế Hàn Quốc số 10-1338568 bộc lộ phương pháp tổng hợp hợp chất polythiol bằng cách cho hợp chất polyol phản ứng với thiourea để điều chế muối isothiouro, và sau đó thủy phân nó bằng cách sử dụng amoniac chứa nước.

Tùy thuộc vào khả năng phản ứng của hợp chất polythiol đã được tổng hợp với hợp chất isoxyanat, độ trong suốt của thấu kính có thể giảm đi hoặc hiện tượng không đồng nhất quang học có thể xảy ra. Ngoài ra, tùy thuộc vào các đặc tính vật lý như trọng lượng phân tử và số lượng nhóm chức của hợp chất polythiol, các đặc tính cơ

hoạc và quang học của thấu kính có thể bị thay đổi.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của các phương án minh họa là đề xuất chế phẩm polythiol với các đặc tính phản ứng được cải thiện và các đặc tính quang học, và phương pháp điều chế chúng.

Mục đích của các phương án minh họa là đề xuất chế phẩm quang học bao gồm chế phẩm polythiol với các đặc tính phản ứng được cải thiện và các đặc tính quang học.

Mục đích của các phương án minh họa là đề xuất sản phẩm quang học được sản xuất bằng cách sử dụng chế phẩm quang học đã được mô tả ở trên.

Theo khía cạnh của sáng chế, có đề xuất chế phẩm polythiol bao gồm: hợp chất polythiol thứ nhất mà tạo ra đỉnh cực đại trong đồ thị phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (high performance liquid chromatography - HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm; và hợp chất polythiol thứ hai có trọng lượng phân tử lớn hơn so với trọng lượng phân tử của hợp chất polythiol thứ nhất và được biểu diễn bởi $C_9H_{20}S_6$, trong đó tỷ lệ giữa diện tích đỉnh của hợp chất polythiol thứ hai với diện tích đỉnh của hợp chất polythiol thứ nhất, mà được đo qua đồ thị phân tích HPLC ở bước sóng 230 nm, là 0,05 đến 5,0%.

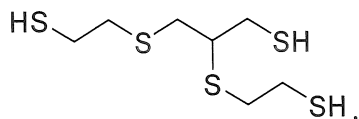
Theo một số phương án, hợp chất polythiol thứ nhất có thể bao gồm hợp chất polythiol ba chức.

Theo một số phương án, hợp chất polythiol thứ hai có thể bao gồm hợp chất polythiol ba chức có trọng lượng phân tử lớn hơn so với trọng lượng phân tử của hợp chất polythiol thứ nhất.

Theo một số phương án, hợp chất polythiol thứ nhất có thể được biểu diễn bởi

Công thức 1 dưới đây:

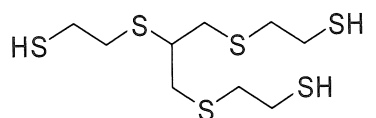
[Công thức 1]



Theo một số phương án, hợp chất polythiol thứ hai có thể được biểu diễn bởi

Công thức 2 dưới đây:

[Công thức 2]

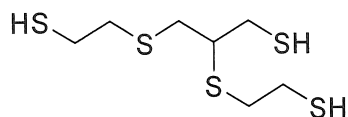


Theo khía cạnh khác của sáng chế, có đề xuất chế phẩm quang học bao gồm hợp chất gốc isoxyanat và chế phẩm polythiol. Chế phẩm polythiol bao gồm hợp chất polythiol thứ nhất mà tạo ra đỉnh cực đại trong đồ thị phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (high performance liquid chromatography - HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm, và hợp chất polythiol thứ hai có trọng lượng phân tử lớn hơn so với trọng lượng phân tử của hợp chất polythiol thứ nhất và được biểu diễn bởi $C_9H_{20}S_6$. Tỷ lệ giữa diện tích đỉnh của hợp chất polythiol thứ hai với diện tích đỉnh của hợp chất polythiol thứ nhất của chế phẩm polythiol, mà được đo qua đồ thị phân tích HPLC ở bước sóng 230 nm, là 0,05 đến 5,0%.

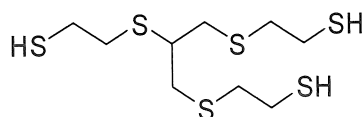
Theo một số phương án, hợp chất polythiol thứ nhất có thể bao gồm hợp chất polythiol ba chức, và hợp chất polythiol thứ hai có thể bao gồm hợp chất polythiol ba chức có trọng lượng phân tử lớn hơn so với trọng lượng phân tử của hợp chất polythiol thứ nhất.

Theo một số phương án, hợp chất polythiol thứ nhất có thể được biểu diễn bởi Công thức 1 dưới đây, và hợp chất polythiol thứ hai có thể được biểu diễn bởi Công thức 2:

[Công thức 1]



[Công thức 2]



Theo khía cạnh khác của sáng chế, có đề xuất sản phẩm quang học bao gồm nhựa polythiouretan được sản xuất từ chế phẩm polythiol hoặc chế phẩm có thể polyme hóa.

Theo một số phương án, sản phẩm quang học có thể có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh lớn hơn so với 86 °C.

Theo một số phương án, sản phẩm quang học có thể có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh nằm trong khoảng từ 87 đến 92 °C.

Theo các phương án được mô tả ở trên, chế phẩm polythiol có thể bao gồm, ví dụ, hợp chất polythiol thứ nhất bao gồm hợp chất polythiol ba chức và hợp chất polythiol thứ hai có trọng lượng phân tử hoặc số lượng cacbon lớn hơn so với trọng lượng phân tử hoặc số lượng cacbon của hợp chất polythiol thứ nhất. Hợp chất polythiol thứ hai được bao gồm trong phạm vi đã được xác định trước, sao cho tốc độ phản ứng của hợp chất polythiol thứ nhất có thể điều chỉnh trong phạm vi thích hợp, và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của chế phẩm có thể tăng lên.

Theo đó, độ bền cơ học của thấu kính quang học được sản xuất từ chế phẩm polythiol có thể được cải thiện, và các khiếm khuyết quang học như vết vân hoặc độ đục trắng có thể được hạn chế.

Theo một số phương án, bằng cách bổ sung 2-mercapoetanol trong quy trình hồi lưu trong suốt quá trình tổng hợp hợp chất polythiol thứ nhất, lượng hợp chất polythiol thứ hai có thể được tinh chỉnh trong phạm vi mong muốn.

Mô tả chi tiết các phương án của sáng chế

Sau đây, các phương án theo sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết. Về mặt này, sáng chế có thể được thay đổi ở nhiều cách khác nhau và có nhiều phương án khác nhau, sao cho các phương án cụ thể sẽ được minh họa ở các hình vẽ và được mô tả một cách chi tiết trong phần bộc lộ trong bản mô tả này. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các phương án cụ thể này, và những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu sáng chế là bao gồm tất cả các thay đổi, phương án tương đương, và các lựa chọn nằm trong tinh thần và phạm vi của sáng chế.

Trừ khi được xác định khác đi, tất cả các thuật ngữ bao gồm các thuật ngữ kỹ thuật và khoa học được sử dụng trong bản mô tả này có cùng nghĩa như được hiểu bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật mà sáng chế thuộc về. Cần được hiểu thêm rằng các thuật ngữ, như các thuật ngữ được xác định trong các từ điển thông dụng, nên được hiểu là có ý nghĩa thống nhất với nghĩa của chúng trong ngữ cảnh của lĩnh vực kỹ thuật có liên quan và không được hiểu theo nghĩa lý tưởng hóa hoặc quá trang trọng trừ khi được xác định rõ ràng ở trong bản mô tả này.

Theo khía cạnh của sáng chế, sáng chế đề cập đến chế phẩm polythiol bao gồm nhiều hợp chất polythiol. Chế phẩm polythiol có thể bao gồm hợp chất polythiol thứ

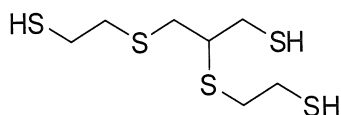
nhất và hợp chất polythiol thứ hai.

Hợp chất polythiol thứ nhất có thể bao gồm hợp chất polythiol dùng làm nguyên liệu cơ bản trong chế phẩm polythiol hoặc chế phẩm quang học được mô tả dưới đây. Hợp chất polythiol thứ nhất có thể được bao gồm trong chế phẩm polythiol làm hợp chất polythiol chính của chúng.

Theo các phương án được lấy làm ví dụ, hợp chất polythiol thứ nhất có thể dùng để chỉ hợp chất mà tạo ra đỉnh cực đại ở sơ đồ phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (high performance liquid chromatography - HPLC) dùng cho chế phẩm polythiol.

Hợp chất polythiol thứ nhất có thể bao gồm hợp chất polythiol ba chức. Là ví dụ không giới hạn, hợp chất polythiol ba chức có thể bao gồm hợp chất được biểu diễn bởi $C_7H_{16}S_5$. Theo một phương án, hợp chất polythiol ba chức có thể bao gồm hợp chất được biểu diễn bởi Công thức 1 dưới đây.

[Công thức 1]



Như được mô tả ở trên, hợp chất polythiol ba chức có thể được dùng hoặc được bao gồm làm hợp chất polythiol thứ nhất. hợp chất polythiol ba chức có hiệu quả kinh tế tương đối cao hơn và độ nhớt thấp hơn so với hợp chất polythiol bốn chức, nhờ đó, cải thiện khả năng xử lý và khả năng tương tự.

Chế phẩm polythiol theo các phương án được lấy làm ví dụ có thể còn bao gồm hợp chất polythiol thứ hai. Ví dụ, hợp chất polythiol thứ hai có thể được bao gồm hoặc được bổ sung làm chất điều tiết khả năng phản ứng hoặc chất điều tiết tốc độ phản ứng của chế phẩm polythiol.

Theo một số phương án, hợp chất polythiol thứ hai có thể bao gồm hợp chất được biểu diễn bởi $C_9H_{20}S_6$. Theo một số phương án, hợp chất polythiol thứ hai có thể bao gồm hợp chất thiol ba chức được biểu diễn bởi Công thức 2 dưới đây.

S-CH2-CH2-S-C(CH2-CH2-S-CH2-CH2-SH)(CH2-CH2-S-CH2-CH2-SH)

Theo đó, có thể hạn chế sự tạo ra vết vân do tốc độ phản ứng quá mức và khả năng chảy của hợp chất polythiol ba chức. Ngoài ra, trị số thiol tổng thể và chỉ số khúc xạ lỏng của chế phẩm polythiol có thể được điều chỉnh mịn qua hợp chất polythiol thứ hai.

7

Do đó, sản phẩm quang học như thấu kính có các đặc tính quang học đồng nhất với hiện tượng tạo màu và vết vân bị ức chế có thể thu được bằng cách sử dụng chế phẩm polythiol. Ngoài ra, độ ổn định hóa học của chế phẩm polythiol hoặc sản phẩm quang học có thể được cải thiện, và nhờ đó, hiện tượng đục trắng của thấu kính có thể được hạn chế một cách hiệu quả.

Theo các phương án được lấy làm ví dụ, tỷ lệ của diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol thứ hai với diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol thứ nhất, mà được đo qua sơ đồ phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (high performance liquid chromatography - HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm, có thể nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5,0%.

Ví dụ, tỷ lệ của các hợp chất polythiol trong chế phẩm polythiol, mà được biểu diễn bởi Phương trình 1 dưới đây, có thể nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5,0%.

[Phương trình 1]

$$\left\{ \frac{\text{(diện tích đỉnh HPLC của hợp chất polythiol thứ hai)}}{\text{(diện tích đỉnh HPLC của hợp chất polythiol thứ nhất)}} \right\} \times 100 (\%)$$

Ví dụ, nếu tỷ lệ của hợp chất polythiol thứ hai tăng quá mức, khả năng phản ứng giữa chế phẩm polythiol và hợp chất gốc isoxyanat có thể bị giảm quá mức. Theo đó, sự rửa gạn thành phần chất kết dính của băng dính được bao gồm trong khuôn và hiện tượng đục trắng có thể xảy ra trong suốt quá trình sản xuất thấu kính.

Ví dụ, khi tỷ lệ của hợp chất polythiol thứ hai bị giảm quá mức, các hiệu quả đủ để làm tăng nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh và điều chỉnh khả năng phản ứng qua hợp chất polythiol thứ hai có thể không được thực hiện.

Theo đó, vì tỷ lệ diện tích đỉnh được xác định bởi Phương trình 1 được duy trì trong khoảng từ 0,05 đến 5,0%, tốc độ phản ứng có thể được duy trì một cách thích hợp, nhờ đó việc hạn chế một cách hiệu quả vết vân/hiện tượng đục trắng và cải thiện tuổi thọ của các sản phẩm quang học.

Tốt hơn là, tỷ lệ của các hợp chất polythiol có thể là 0,05 đến 4,9% hoặc 0,08 đến 4,85%. Tốt hơn nữa là, tỷ lệ của các hợp chất polythiol có thể là 0,5 đến 4,9%, 1,0 đến 4,9%, 1,0 đến 3,0%, hoặc 1,0 đến 2,0%.

Theo khía cạnh khác của sáng chế, sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế chế phẩm polythiol bao gồm nhiều hợp chất polythiol. Như được mô tả ở trên, chế phẩm polythiol có thể bao gồm ít nhất hai hợp chất polythiol ba chức khác nhau, và có thể bao gồm hợp chất polythiol thứ nhất và hợp chất polythiol thứ hai.

Phương pháp điều chế chế phẩm polythiol theo các phương án được lấy làm ví dụ có thể bao gồm các bước, các quy trình và các hoạt động sau đây.

Phương pháp điều chế chế phẩm polythiol theo các phương án được lấy làm ví dụ có thể bao gồm ít nhất một trong số các bước, các quy trình hoặc các hoạt động như được mô tả như S10, S20, S30 và S40 dưới đây. Cần được hiểu rằng các thuật ngữ “S10, S20, S30 và S40” sau đây được sử dụng để phân biệt các quy trình để thuận tiện cho việc mô tả và không nhằm giới hạn thứ tự tuần tự của chúng. Ví dụ, một vài hoặc tất cả các quy trình của S10, S20, S30 và S40 dưới đây có thể được thực hiện tuần tự, và/hoặc có thể được thực hiện với các thứ tự được thay đổi theo các điều kiện của quy trình.

S10) Cho 2-mercaptoetanol và epihalohydrin phản ứng để sản xuất chất trung gian polyol

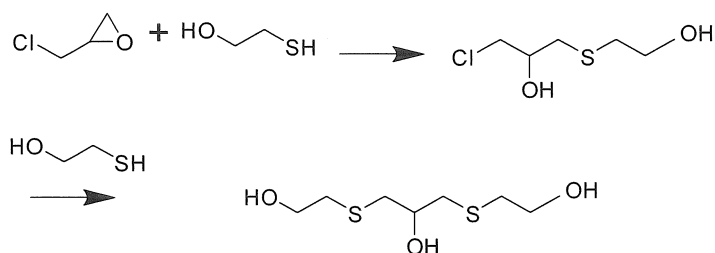
S20) Ngoài ra, bổ sung 2-mercaptoetanol trong khi phản ứng của chất trung gian polyol với thiourea trong các điều kiện axit để sản xuất muối isothiouro

S30) Chuyển hóa muối isothiouro thành hợp chất polythiol.

Ví dụ, chất trung gian polyol có thể được sản xuất bằng cách cho 2-mercaptoetanol và epihalohydrin phản ứng ở bước S10.

Ví dụ, quy trình tổng hợp chất trung gian polyol có thể được biểu diễn bởi Sơ đồ 1 dưới đây.

[Sơ đồ 1]



Như được thể hiện ở Sơ đồ 1, 2-mercaptoetanol và epihalohydrin có thể được phản ứng để sản xuất chất trung gian polyol sơ bộ như chất trung gian diol. Chất trung gian polyol sơ bộ có thể được cho phản ứng thêm với 2-mercaptoetanol để sản xuất chất trung gian polyol như chất trung gian triol.

Theo một phương án, ở bước phản ứng của epihalohydrin và 2-mercaptoetanol để tổng hợp hợp chất polythiol ba chức, chất xúc tác chứa kim loại như natri hydroxit hoặc kali hydroxit có thể được sử dụng.

Như được minh họa ở Sơ đồ 1 ở trên, epichlorohydrin có thể được sử dụng như epihalohydrin. Ví dụ, hàm lượng 2-mercaptoetanol có thể là từ 0,5 đến 3 mol, tốt hơn là từ 0,7 đến 2 mol, và tốt hơn nữa là từ 0,9 đến 1,1 mol dựa trên 1 mol epihalohydrin. Chất xúc tác chứa kim loại có thể được sử dụng với lượng từ 0,001 đến 0,1 mol dựa

trên 1 mol epihalohydrin.

Việc sản xuất chất trung gian polyol sơ bộ và chất trung gian polyol có thể được thực hiện dưới các điều kiện làm mát, và có thể được thực hiện, ví dụ, ở nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ -5 đến 40 °C, tốt hơn nữa là từ 0 đến 30 °C, và tốt hơn nữa là được thực hiện ở từ 5 đến 20 °C.

Ví dụ, ở S20, 2-mercaptoetanol có thể được bổ sung thêm trong khi phản ứng của chất trung gian polyol với thiourea dưới các điều kiện axit để sản xuất muối isothiouro.

Quy trình hồi lưu dưới các điều kiện axit có thể được sử dụng để sản xuất các muối isothiouro. Để tạo thành các điều kiện axit này, các hợp chất axit như axit hydrochloric, axit hydrobromic, axit iodic, axit sulfuric, axit phosphoric, và dạng tương tự có thể được sử dụng. Nhiệt độ hồi lưu có thể là từ 90 đến 120 °C, tốt hơn là từ 100 đến 120 °C, và có thể được thực hiện trong khoảng từ 1 đến 10 giờ.

Ở bước sản xuất muối isothiouro, 2-mercaptoetanol có thể được bổ sung thêm để tạo phản ứng cộng với chất trung gian polyol. Theo đó, ví dụ, có thể tạo ra quá trình tổng hợp hợp chất polythiol thứ hai được biểu diễn bởi Công thức 2 và có trọng lượng phân tử hoặc số lượng cacbon tương đối cao.

Lượng 2-mercaptoetanol được bổ sung thêm có thể là từ 0,05 đến 5,0% theo trọng lượng (“% trọng lượng”) dựa trên trọng lượng của thiourea. Với khoảng lượng bổ sung nêu trên, tỷ lệ được mô tả ở trên của các hợp chất polythiol được biểu diễn bởi Phương trình 1 có thể dễ dàng thu được. Theo một phương án, lượng 2-mercaptoetanol được bổ sung thêm là từ 0,5 đến 5 % trọng lượng, tốt hơn là từ 1 đến 5 % trọng lượng, và tốt hơn nữa là từ 1 đến 3 % trọng lượng, hoặc từ 1 đến 2 % trọng lượng dựa trên trọng lượng của thiourea.

Ví dụ, ở bước S30, muối isothiouro được sản xuất có thể được chuyển hóa thành hợp chất polythiol.

Theo các phương án được lấy làm ví dụ, muối isothiouro có thể được thủy phân dưới các điều kiện bazơ để sản xuất hợp chất polythiol.

Ví dụ, dung dịch nước bazơ có thể được bổ sung vào dung dịch phản ứng chứa muối isothiouro để tiến hành quá trình thủy phân. Dung dịch nước bazơ có thể bao gồm hydroxit kim loại kiềm và/hoặc hydroxit kim loại kiềm thổ, như NaOH, KOH, LiOH, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, v.v.

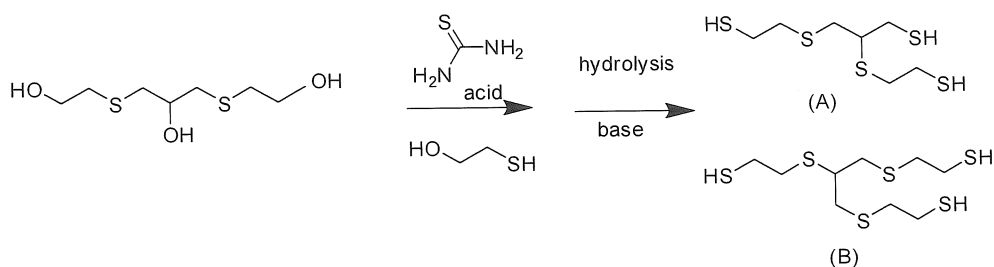
Theo một phương án, dung dịch phản ứng chứa muối isothiouro được làm mát đến nhiệt độ từ 20 đến 60 °C, tốt hơn là từ 25 đến 55 °C, và tốt hơn nữa là từ 25 đến 50 °C. Sau đó, dung dịch nước bazơ có thể được bổ sung.

Theo một phương án, dung môi hữu cơ có thể được bổ sung trước khi bổ sung dung dịch nước bazơ. Dung môi hữu cơ có độ phản ứng thấp hoặc về cơ bản là không phản ứng và điểm sôi vượt quá nhiệt độ phản ứng thiolat hóa có thể được sử dụng sao cho phản ứng thiolat hóa diễn ra ổn định.

Các ví dụ về dung môi hữu cơ có thể bao gồm toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen và dạng tương tự. Tốt hơn là, toluen có thể được sử dụng để xem xét độ ổn định của phản ứng và độc tính của dung môi hữu cơ.

Ví dụ, các bước S20 và S30 được mô tả ở trên có thể được biểu diễn cùng nhau bởi Sơ đồ 2 dưới đây.

[Sơ đồ 2]



Như được mô tả ở trên, trong quy trình phản ứng/hồi lưu thiourea để sản xuất muối isothiouro, 2-mercaptoetanol có thể được bổ sung thêm với lượng nằm trong khoảng đã được xác định trước. Theo đó, như được thể hiện ở Sơ đồ 2, chế phẩm polythiol bao gồm cả hợp chất polythiol thứ nhất (A) mà là hợp chất polythiol đích và hợp chất polythiol thứ hai (B) có thể thu được.

Hợp chất polythiol hoặc chế phẩm polythiol thu được như được mô tả ở trên có thể được tinh sạch thêm. Ví dụ, bằng cách thực hiện lặp đi lặp lại by các quy trình rửa axit và rửa nước, các tạp chất được bao gồm trong hợp chất polythiol có thể được loại bỏ, ngoài ra, độ trong suốt của vật liệu quang học được điều chế từ chế phẩm polythiol có thể được cải thiện. Sau đó, quá trình làm khô, lọc, v.v..., có thể được thực hiện thêm.

Theo một phương án, lớp chứa nước có thể được phân tách hoặc loại bỏ qua quá trình phân tách lớp sau khi tiếp hành quá trình thủy phân. Quá trình rửa axit có thể được thực hiện ở nhiệt độ khoảng từ 20 đến 50 °C, và tốt hơn là khoảng từ 30 đến 40 °C trong 20 phút đến 1 giờ, hoặc từ 20 đến 40 phút bằng cách đưa dung dịch axit vào dung dịch pha hữu cơ thu được.

Sau khi rửa axit, quy trình rửa nước có thể được thực hiện bằng cách bổ sung nước đã khử khí có nồng độ oxy hòa tan được điều chỉnh thành 5 ppm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 3 ppm hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 2 ppm hoặc nhỏ hơn. Quy trình rửa nước có thể được thực hiện ở nhiệt độ khoảng từ 20 đến 50 °C, tốt hơn là khoảng từ 35

đến 45 °C trong 20 phút đến 1 giờ, hoặc từ 20 đến 40 phút. Quy trình rửa nước có thể được lặp lại hai hoặc ba lần, ví dụ, có thể được thực hiện từ 3 đến 6 lần.

Sau các quy trình rửa axir và rửa nước, dung môi hữu cơ dư và hơi ẩm có thể được loại bỏ bằng cách gia nhiệt dưới áp suất giảm, sau đó lọc qua bộ lọc để thu được hợp chất polythiol với độ tinh sạch cao.

Theo một số phương án, lượng hơi ẩm dư của hợp chất polythiol hoặc chế phẩm polythiol có thể là 1.000 ppm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 100 đến 500 ppm, và tốt hơn nữa là từ 150 đến 400 ppm.

Theo một số phương án, chỉ số khúc xạ lỏng của chế phẩm polythiol ở 25 °C có thể là 1,629 đến 1,635, tốt hơn là 1,629 đến 1,631, và tốt hơn nữa là 1,6295 đến 1,6305.

Theo một số phương án, trị số thiol (SHV) của chế phẩm polythiol có thể là khoảng từ 88,0 đến 90,0 g/đương lượng. Tốt hơn là, SHV là từ 88,0 đến 89,5 g/đương lượng.

SHV có thể được đo bằng cách chia trọng lượng mẫu cho đương lượng iot đã tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu chế phẩm polythiol bằng cách sử dụng dung dịch chuẩn iot 0,1N.

Theo các phương án được mô tả ở trên, việc sản xuất hợp chất polythiol thứ hai có thể được kiểm soát qua việc đưa 2-mercaptoetanol vào phân chia. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở phương pháp điều chế được mô tả ở trên, và hợp chất polythiol thứ hai có thể được đưa riêng vào chế phẩm polythiol với lượng tương ứng với diện tích đỉnh nằm trong khoảng đã mô tả nêu trên. Ngoài ra, lượng hợp chất polythiol thứ hai có thể được điều chỉnh qua các điều kiện xử lý khác như nhiệt độ phản ứng, và thời gian phản ứng ngoài 2-mercaptoetanol.

Theo khía cạnh khác của sáng chế, sáng chế đề cập đến chế phẩm quang học (ví dụ, chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học) bao gồm chế phẩm polythiol được mô tả ở trên.

Chế phẩm quang học có thể bao gồm chế phẩm polythiol và hợp chất gốc isoxyanat. Ngoài ra, chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học có thể bao gồm hợp chất polythiol thứ nhất, hợp chất polythiol thứ hai, và hợp chất gốc isoxyanat.

Hợp chất gốc isoxyanat có thể bao gồm hợp chất mà có thể sử dụng như monome để tổng hợp polythiouretan. Theo phương án được ưu tiên, hợp chất gốc isoxyanat có thể bao gồm 1,3-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, hexametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, xylen diisoxyanat, toluen diisoxyanat và hợp chất tương tự. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp hai hợp chất hoặc nhiều hơn.

Chế phẩm quang học có thể còn bao gồm các chất phụ gia như tác nhân phân rã, chất xúc tác phản ứng, chất ổn định nhiệt, chất hấp thụ tia cực tím, tác nhân tạo màu xanh lam, và chất tương tự.

Các ví dụ về tác nhân phân rã có thể bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion gốc flo có nhóm perfloalkyl, nhóm hydroxyalkyl hoặc nhóm este của axit phosphoric; chất hoạt động bề mặt không ion gốc silic có nhóm dimethylpolysiloxan, nhóm hydroxyalkyl hoặc nhóm este của axit phosphoric; các muối amoni bậc bốn alkyl như muối amoni trimetylxetyl, trimetylstearyl, muối amoni dimetyletyloxetyl, muối amoni trietyldodexyl, muối amoni trioctylmetyl và muối amoni dietylxyclohexadodexyl; este của axit acidic phosphoric và tác nhân tương tự. Các tác nhân này có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp hai tác nhân hoặc nhiều hơn.

Là chất xúc tác phản ứng, chất xúc tác được sử dụng trong phản ứng polyme hóa nhựa polythiouretan có thể được sử dụng. Ví dụ, các chất xúc tác dialkyltin halit, như dibutyltin diclorua và dimetyl tin diclorua; các chất xúc tác dialkyltin dicarboxylat như dimetyl tin diacetat, dibutyltin dioctanoat, và dibutyltin dilaurat; các chất xúc tác dialkyltin dialkoxit như dibutyltin dibutoxit và dioctyltin dibutoxit; các chất xúc tác dialkyltin dithio alkoxit như dibutyltin di(thiobutoxit); các chất xúc tác dialkyltin oxit như di(2-etylhexyl)tin oxit, dioctyltin oxit, và bis(butoxydibutyltin)oxit; các chất xúc tác dialkyltin sulfit, và các chất tương tự có thể được sử dụng. Các chất này có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp hai chất hoặc nhiều hơn.

Như là các ví dụ về chất hấp thụ tia cực tím, các hợp chất gốc benzophenon, hợp chất gốc benzotriazol, hợp chất gốc salixylat, hợp chất gốc xyanoacrylat, hợp chất gốc oxanilit, và hợp chất tương tự có thể được sử dụng. Như là các ví dụ về chất ổn định nhiệt, các hợp chất gốc muối axit béo kim loại, hợp chất gốc phosphorus, hợp chất gốc chì, hợp chất gốc thiếc hữu cơ, và hợp chất tương tự có thể được sử dụng. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp hai hợp chất hoặc nhiều hơn.

Tác nhân tạo màu xanh lam có thể được bao gồm như chất điều chỉnh màu của vật liệu quang học được điều chế từ nhựa polythiouretan. Ví dụ, tác nhân tạo màu xanh lam có thể có dải hấp thụ ở bước sóng từ màu cam đến màu vàng trong vùng ánh sáng có khả năng thấy được.

Các ví dụ về tác nhân tạo màu xanh lam có thể bao gồm thuốc nhuộm, tác nhân làm trắng huỳnh quang, chất tạo màu huỳnh quang, chất tạo màu vô cơ, và dạng tương tự, và có thể được chọn thích hợp theo các đặc tính vật lý hoặc màu nhựa cần đối với sản phẩm quang học được sản xuất. Ví dụ, khi thuốc nhuộm được sử dụng làm tác nhân

tạo màu xanh lam, thuốc nhuộm có bước sóng hấp thụ tối đa từ 520 đến 600 nm, và tốt hơn là từ 540 đến 580 nm. Tốt hơn là, các thuốc nhuộm gốc anthraquinon có thể được sử dụng.

Nhựa polythiouretan có thể được sản xuất qua phản ứng polyme hóa của hợp chất polythiol được bao gồm trong chế phẩm polythiol với hợp chất gốc isoxyanat, và tốc độ phản ứng polyme hóa có thể được điều chỉnh hoặc kiểm soát bởi hoạt động kiểm soát phản ứng hợp chất polythiol thứ hai được bao gồm trong chế phẩm polythiol.

Theo đó, hiện tượng ô vàng hoặc đục trắng có thể được ngăn chặn, việc tạo ra các vết vân có thể được hạn chế, và có thể thu được sản phẩm quang học mà có các đặc tính quang học đồng nhất và được cải thiện được duy trì trong thời gian dài.

Theo một số phương án, tốc độ phản ứng của chế phẩm quang học được bao gồm trong Phương trình 1 được mô tả dưới đây có thể được duy trì nằm trong khoảng từ 0,25 đến 0,35, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,25 đến 0,32, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,25 đến 0,30 theo hợp chất polythiol thứ hai.

Theo một số phương án, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm quang học, chế phẩm gốc polythiol hoặc hợp chất polythiol có thể được bao gồm trong hàm lượng khoảng từ 40 đến 60 % trọng lượng, và hợp chất gốc isoxyanat có thể được bao gồm trong hàm lượng khoảng từ 40 đến 60 % trọng lượng, và chất phụ gia có thể được bao gồm trong hàm lượng khoảng từ 0,01 đến 1 % trọng lượng.

Như được mô tả ở trên, hợp chất polythiol thứ hai có thể được bao gồm trong chế phẩm polythiol, do đó, có thể được chứa trong chế phẩm quang học cùng với chế phẩm polythiol. Theo một phương án, hợp chất polythiol thứ hai có thể được bổ sung vào chế phẩm bao gồm hợp chất gốc isoxyanat, do đó, được chứa trong chế phẩm quang học.

Theo một phương án, hợp chất polythiol thứ hai có thể được trộn với hợp chất polythiol thứ nhất và do đó, hợp chất gốc isoxyanat được chứa trong chế phẩm quang học.

Hơn nữa, theo khía cạnh khác của sáng chế, có thể tạo ra sản phẩm quang học được sản xuất qua chế phẩm được mô tả ở trên có thể polyme hóa.

Ví dụ, sau khi khử khí chế phẩm có thể polyme hóa dưới áp suất giảm, chế phẩm thu được có thể được bơm vào trong khuôn để đúc vật liệu quang học. Việc bơm vào trong khuôn có thể được thực hiện, ví dụ, ở khoảng nhiệt độ từ 20 đến 40 °C, và tốt hơn là từ 20 đến 35 °C.

Sau khi được bơm vào khuôn, nhiệt độ có thể tăng dần, và phản ứng polyme hóa nhựa polythiouretan được tiến hành. Nhiệt độ polyme hóa có thể nằm trong khoảng từ 20 đến 200 °C, và tốt hơn là từ 25 đến 125 °C.

Nhiệt độ polyme hóa có thể nằm trong khoảng từ 20 đến 150 °C, và tốt hơn là từ 25 đến 125 °C. Ví dụ, nhiệt độ polyme hóa tối đa có thể nằm trong khoảng từ 100 đến 150 °C, tốt hơn là từ 110 đến 140 °C, và tốt hơn nữa là từ 115 đến 130 °C.

Tốc độ gia nhiệt có thể là từ 1 đến 10 °C/phút, tốt hơn là từ 3 đến 8 °C/phút, và tốt hơn nữa từ 4 đến 7 °C/phút. Thời gian polyme hóa có thể là từ 10 đến 20 giờ, và tốt hơn là từ 15 đến 20 giờ.

Ví dụ, thấu kính có các đặc tính quang học và các đặc tính cơ học đồng nhất có thể dễ dàng thu được bằng cách kiểm soát tốc độ phản ứng một cách thích hợp trong khoảng nhiệt độ nêu trên.

Sau khi polyme hóa, nhựa polythiouretan đã được polyme hóa có thể được tách khỏi khuôn để thu được sản phẩm quang học. Theo một phương án, sau khi tách khỏi

khuôn, quy trình hóa rắn có thể được tiến hành tiếp. Quy trình hóa rắn có thể được tiến hành trong khoảng từ 100 đến 150 °C, tốt hơn là từ 110 đến 140 °C, và tốt hơn nữa là từ 115 đến 130 °C trong khoảng 1 đến 10 hours, tốt hơn là 2 đến 8 giờ, và tốt hơn nữa là 3 đến 6 giờ.

Sau khi polyme hóa, nhựa polythiouretan đã được polyme hóa có thể được tách khỏi khuôn để thu được sản phẩm quang học. Sản phẩm quang học có thể được sản xuất dưới dạng các thấu kính đeo mắt, các thấu kính máy ảnh, đi-ốt phát quang, v.v... theo hình dạng của khuôn.

Chỉ số khúc xạ của sản phẩm quang học có thể được điều chỉnh theo loại và/hoặc tỷ lệ của hợp chất polythiol và hợp chất gốc isoxyanat được sử dụng trong chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học. Ví dụ, chỉ số khúc xạ của sản phẩm quang học có thể được điều chỉnh trong khoảng từ 1,56 đến 1,78, 1,58 đến 1,76, 1,60 đến 1,78, hoặc 1,60 đến 1,76, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,65 đến 1,75 hoặc từ 1,69 đến 1,75.

Như được mô tả ở trên, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) và khả năng chịu nhiệt của sản phẩm quang học có thể được tăng lên bởi hợp chất polythiol thứ hai được bao gồm trong chế phẩm polythiol.

Theo một số phương án, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của sản phẩm quang học có thể là 85 °C hoặc cao hơn, tốt hơn là cao hơn so với 86 °C, và có thể là, ví dụ, 85 đến 100 °C, tốt hơn là, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của sản phẩm quang học là 86 đến 95 °C, và tốt hơn nữa 86 đến 93 °C, 87 đến 92 °C, hoặc 87 đến 90 °C.

Sản phẩm quang học có thể được cải thiện bằng cách tiếp tục xử lý bề mặt như chống bám bẩn, tạo màu, phủ cứng, đánh bóng bề mặt, tăng độ cứng và xử lý tương tự.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, các phương án được đề cập đến theo sáng chế sẽ được tiếp tục mô tả với viện dẫn đến các ví dụ thử nghiệm cụ thể. Tuy nhiên, các ví dụ thử nghiệm dưới đây chỉ minh họa sáng chế và không nhằm giới hạn các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo, và người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu rõ là có thể có nhiều thay đổi và biến đổi khác nhau nằm trong phạm vi và nội dung của sáng chế. Các thay đổi và biến đổi này được bao gồm trong các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Ví dụ 1

1) Tổng hợp hợp chất polythiol ba chức

Bổ sung vào lò phản ứng, 200 phần theo trọng lượng 2-mercaptoetanol (2-ME), 200 phần theo trọng lượng nước đã khử khí (nồng độ oxy hòa tan 2 ppm), và 61,4 phần theo trọng lượng natri hydroxit. Trong lò phản ứng, bổ sung 118,4 phần theo trọng lượng epichlorohydrin từ từ từng giọt ở 9 đến 13 °C và khuấy trong 3 giờ.

Sau đó, bổ sung 360,5 phần theo trọng lượng thiourea và 3,6 phần theo trọng lượng 2-mercaptoetanol (1 % trọng lượng dựa trên thiourea), và 666,8 phần theo trọng lượng axit hydrochloric có độ tinh sạch 36% được cho vào, sau đó khuấy trong 3 giờ trong khi hồi lưu ở 110 °C, sao cho phản ứng thiuroni clorua được tiến hành.

Sau khi làm mát dung dịch phản ứng thu được đến 45 °C, bổ sung 589,7 phần theo trọng lượng toluen và lại làm mát đến 26 °C, và bổ sung 829 phần theo trọng lượng natri hydroxit 33 % trọng lượng trong 25 phút ở 25 đến 45 °C, sau đó tiến hành thủy phân ở 40 đến 60 °C trong 3 giờ.

Sau đó, sau khi thực hiện quá trình tách lớp trong 1 giờ, lớp nước được loại bỏ,

bổ sung 234 phần theo trọng lượng axit hydrochloric 36% vào dung dịch toluen thu được, và quá trình rửa axit được thực hiện một lần ở 33 đến 40 °C trong 30 phút. Sau khi rửa axit, bổ sung 530 phần theo trọng lượng nước đã khử khí (nồng độ oxy hòa tan 2 ppm), và quá trình rửa được thực hiện ở 35 đến 45 °C trong 30 phút. Quá trình rửa được thực hiện 4 lần. Sau khi loại bỏ toluen và hơi ẩm còn lại dưới gia nhiệt và áp suất giảm, dung dịch phản ứng được lọc dưới áp suất giảm qua bộ lọc màng loại PTFE, do đó, thu được 260 phần theo trọng lượng chế phẩm polythiol bao gồm hợp chất polythiol ba chức được biểu diễn bởi Công thức 1 làm thành phần chính.

2) Điều chế chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học và sản xuất thấu kính

48,0 phần theo trọng lượng chế phẩm polythiol được điều chế như được mô tả ở trên được trộn đồng nhất với 52,0 phần theo trọng lượng xylen diisoxyanat, 0,01 phần theo trọng lượng dibutyltin clorua và 0,1 phần theo trọng lượng este của tác nhân phân rã este của axit phosphoric acid được sản xuất bởi ZELEC® UN tepan, Sau đó, quy trình khử bọt được thực hiện ở 600 Pa trong 1 giờ để điều chế chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học.

Sau đó, chế phẩm được lọc qua bộ lọc Teflon 3 µm được bơm vào trong khuôn có khuôn thủy tinh và bằng. Nhiệt độ của khuôn được tăng dần từ 25 đến 120 °C với tốc độ 5 °C/phút, và quá trình polyme hóa được thực hiện ở 120 °C trong 18 giờ. Sau khi quá trình polyme hóa được hoàn thành, tách khuôn ra, sau đó hóa rắn sản phẩm ở 120 °C trong 4 giờ để sản xuất mẫu thấu kính.

Ví dụ 2 đến 5 và Ví dụ so sánh

Các chế phẩm polythiol và các mẫu thấu kính được sản xuất theo cách tương tự

nhu trong Ví dụ 1, ngoại trừ lượng 2-mercaptoetanol được đưa vào quy trình hồi lưu dưới các điều kiện axit được thay đổi như được mô tả trong Bảng 1 dưới đây,

Ví dụ thử nghiệm

(1) Đánh giá trị số thiol (SHV)

Khoảng 0,1 g chế phẩm polythiol được điều chế ở mỗi ví dụ và ví dụ so sánh được đưa vào cốc có mỏ, và bổ sung 25 mL cloroform, sau đó khuấy hỗn hợp trong 10 phút. Sau đó, bổ sung 10 mL rượu metyl MeOH và khuấy tiếp trong 10 phút, và sau đó dung dịch thu được được chuẩn bộ bằng dung dịch chuẩn iot 0,1N, sau đó đo SHV theo Phương trình 1 dưới đây (trị số theo lý thuyết: 86,8 g/đương lượng),

[Phương trình 1] $SHV \text{ (g/đương lượng)} = \text{Trọng lượng mẫu (g)} / \{0,1 \times \text{Lượng iot tiêu thụ (L)}\}$

(2) Chỉ số khúc xạ chất lỏng

Đối với các chế phẩm polythiol đã được tổng hợp ở các ví dụ và các ví dụ so sánh, chỉ số khúc xạ ở 25 °C được đo bằng cách sử dụng khúc xạ kế chất lỏng (RA-600 (Kyoto Electronics)),

(3) Phân tích HPLC

Trong các chế phẩm polythiol theo các ví dụ và các ví dụ so sánh, diện tích đỉnh (%) hợp chất polythiol có Công thức 1 (Hợp chất A) và hợp chất polythiol có Công thức 2 (Hợp chất B) được bao gồm trong chế phẩm được đo, và tỷ lệ diện tích đỉnh của các hợp chất polythiol được tính toán qua phân tích HPLC được thực hiện dưới các điều kiện sau đây.

<Điều kiện phân tích HPLC>

i) Thiết bị: Hệ thống LC 30A (Shimadzu)

ii) Cột: MC-Pack ODS-A 150 mm x 6 mm (S-5 μ m, 12 nm)

iii) Gradient pha di động: Axetonitril (Axit Formic 0,1%)Nước (Amoni Format 0,01M) = 40: 60-100:0

vi) Bước sóng: 230 nm, Tốc độ dòng: 1,0 ml/phút, Lượng bơm vào: 10 μ l, Mẫu tiền xử lý: mẫu: dung môi = 0,1 g: 10 g

Thời gian lưu của hợp chất A được đo trong khoảng từ 15 đến 17 phút, và thời gian lưu của hợp chất B được đo trong khoảng từ 17,5 đến 19 phút.

Các hợp chất cụ thể tương ứng với các đỉnh của Hợp chất A và Hợp chất B trong sơ đồ HPLC được xác định qua khối phổ sắc ký lỏng (LC-MS) (Q Exactive: Thermo Fisher Scientific). Cụ thể, trọng lượng phân tử tương ứng với Hợp chất B được đo là 320,62 (trọng lượng phân tử thực tế: 319,99), nhờ đó, khẳng định sự tồn tại của Hợp chất B.

(4) Đánh giá vết vân

Như được mô tả ở trên, mẫu thấu kính có đường kính 75 mm và -4,00D được chuẩn bị bằng cách sử dụng chế phẩm có thể polyme hóa theo mỗi ví dụ và ví dụ so sánh. Ánh sáng từ nguồn ánh sáng từ đèn thủy ngân được truyền qua mẫu thấu kính đã được chuẩn bị, và ánh sáng truyền qua được chiếu lên trên tấm trắng để xác định sự có mặt hoặc vắng mặt của vết vân theo sự có mặt hoặc vắng mặt của độ tương phản. Các tiêu chuẩn để đánh giá như sau.

○: không quan sát thấy vết vân

△: quan sát thấy một phần vết vân mịn

x: quan sát thấy vết vân rõ bằng mắt thường

(5) Đánh giá độ đục trắng của thấu kính

Đối với các mẫu thấu kính của các ví dụ và các ví dụ so sánh như được mô tả ở trên, mỗi mẫu được chiếu xạ từ máy chiếu trong phòng tối, và xác định bằng mắt thường xem các thấu kính có bị mờ hoặc vật liệu mờ đục hay không.

(6) Đo tốc độ phản ứng polyme hóa (độ dốc phản ứng)

Đầu tiên, bằng cách sử dụng máy đo độ nhớt không tiếp xúc EMS-1000 (KEM), độ nhớt tiêu chuẩn (cps tiêu chuẩn) được xác nhận bằng dung dịch tiêu chuẩn độ nhớt (Brookfield, 1000 cps, 25 °C). Sau đó, độ nhớt lần lượt được đo ở 10 °C trong 24 giờ đối với các chế phẩm có thể polyme hóa theo các ví dụ và các ví dụ so sánh, Bằng cách sử dụng các trị số đo được, công thức toán học (“toán học hóa”) được thực hiện với trục X là thời gian và trục Y là độ nhớt trong khi chuyển đổi trục Y theo thang logarit như được thể hiện ở Phương trình toán học 1 dưới đây, và sau đó tốc độ phản ứng được rút ra từ đó,

[Phương trình toán học 1]

$$Y = a \times \exp(b \times X)$$

Trong Phương trình 1, trị số ‘a’ là độ nhớt ban đầu (cps) trong khi trị số ‘b’ là tốc độ phản ứng, trị số đo được được biểu thị bằng cách làm tròn đến hai chữ số thập phân của trị số đo được đó.

(7) Đo nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g)

Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) của các mẫu thấu kính của các ví dụ và các ví dụ so sánh được đo bằng cách sử dụng phương pháp xuyên thấu (tải: 50 g, đường kính

đầu chốt: Φ 0,5 mm, và tốc độ gia nhiệt: 10 °C/phút) bằng cách sử dụng máy phân tích cơ nhiệt (TMA Q400, TA instruments),

Các kết quả đánh giá được thể hiện cùng nhau trong các Bảng 1 và 2 dưới đây.

[BẢNG 1]

	Lượng bổ sung của 2-ME trong quy trình hồi lưu (% trọng lượng dựa trên thiourea)	Đặc tính vật lý của chế phẩm polythiol				
		Phân tích HPLC ở 230 nm			SHV (g/ea)	Chỉ số khúc xạ chất lỏng
		Diện tích đỉnh (Hợp chất B) (%)	Diện tích đỉnh (Hợp chất A) (%)	Tỷ lệ được xác định bởi Phương trình 1 (B/A) $\times$ 100(%)		
Ví dụ 1	1 % trọng lượng	0,92	90,12	1,02	88,4	1,6296
Ví dụ 2	2 % trọng lượng	1,56	89,43	1,74	88,6	1,6300
Ví dụ 3	5 % trọng lượng	4,19	86,39	4,85	89,5	1,6302
Ví dụ 4	0,5 % trọng lượng	0,56	91,14	0,61	88,3	1,6294
Ví dụ 5	0,05 % trọng lượng	0,07	92,69	0,08	88,1	1,6293
Ví dụ so sánh 1	-	0,02	92,72	0,02	87,7	1,6292
Ví dụ so sánh 2	0,03 % trọng lượng	0,04	92,61	0,04	87,8	1,6292
Ví dụ so sánh 3	6 % trọng lượng	4,53	85,02	5,33	90,1	1,6306

[BẢNG 2]

	Đặc tính vật lý của thấu kính			
	Vết vân	Độ đục trắng	Tốc độ phản ứng	Tg(°C)
Ví dụ 1	○	○	0,30	88

Ví dụ 2	○	○	0,28	89
Ví dụ 3	○	○	0,25	92
Ví dụ 4	○	○	0,31	87
Ví dụ 5	○	○	0,32	87
Ví dụ so sánh 1	△	○	0,37	84
Ví dụ so sánh 2	△	○	0,36	84
Ví dụ so sánh 3	○	×	0,22	92

Tham chiếu đến các Bảng 1 và 2, trong trường hợp các ví dụ trong đó 2-ME được bổ sung vào quy trình hồi lưu và hợp chất có công thức 2 (Hợp chất B) được bao gồm trong phạm vi nêu trên, đã được xác nhận rằng độ bền cơ học của thủy kính có thể được cải thiện trong khi nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh được tăng lên (ví dụ, lớn hơn so với 86 °C hoặc 87 °C hoặc lớn hơn).

Ngoài ra, khi tốc độ phản ứng của các chế phẩm polythiol của các ví dụ được duy trì ở phạm vi thích hợp, thì vết vân và độ đục trắng của thủy kính về cơ bản là không xảy ra.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm polythiol bao gồm:

hợp chất polythiol thứ nhất mà tạo ra đỉnh cực đại trong đồ thị phân tích sắc kỳ lỏng hiệu năng cao (high performance liquid chromatography - HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm; và

hợp chất polythiol thứ hai có trọng lượng phân tử lớn hơn trọng lượng phân tử của hợp chất polythiol thứ nhất và được biểu diễn bởi $C_9H_{20}S_6$,

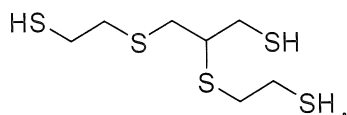
trong đó tỷ lệ giữa diện tích đỉnh của hợp chất polythiol thứ hai với diện tích đỉnh của hợp chất polythiol thứ nhất, mà được đo qua đồ thị phân tích HPLC thu được ở bước sóng 230 nm, là 0,05 đến 5,0%.

2. Chế phẩm polythiol theo điểm 1, trong đó hợp chất polythiol thứ nhất bao gồm hợp chất polythiol ba chức.

3. Chế phẩm polythiol theo điểm 2, trong đó hợp chất polythiol thứ hai bao gồm hợp chất polythiol ba chức có trọng lượng phân tử lớn hơn so với trọng lượng phân tử của hợp chất polythiol thứ nhất.

4. Chế phẩm polythiol theo điểm 1, trong đó hợp chất polythiol thứ nhất được biểu diễn bởi Công thức 1 dưới đây, và hợp chất polythiol thứ hai được biểu diễn bởi Công thức 2 dưới đây:

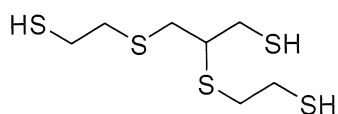
[Công thức 1]

SSCCSC(CSS)SCCS

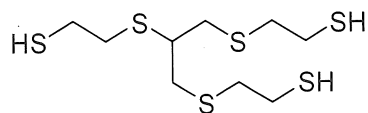
28

7. Chế phẩm quang học theo điểm 6, trong đó hợp chất polythiol thứ nhất được biểu diễn bởi Công thức 1 dưới đây, và hợp chất polythiol thứ hai được biểu diễn bởi Công thức 2:

[Công thức 1]



[Công thức 2]



8. Sản phẩm quang học bao gồm:

copolyme của chế phẩm polythiol và hợp chất gốc isoxyanat,

trong đó chế phẩm polythiol bao gồm:

hợp chất polythiol thứ nhất mà tạo ra đỉnh cực đại trong đồ thị phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (high performance liquid chromatography - HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm; và

hợp chất polythiol thứ hai có trọng lượng phân tử lớn hơn trọng lượng phân tử của hợp chất polythiol thứ nhất và được biểu diễn bởi $C_9H_{20}S_6$,

trong đó tỷ lệ giữa diện tích đỉnh của hợp chất polythiol thứ hai với diện tích đỉnh của hợp chất polythiol thứ nhất của chế phẩm polythiol, mà được đo qua đồ thị phân tích HPLC thu được ở bước sóng 230 nm, là 0,05 đến 5,0%.

9. Sản phẩm quang học theo điểm 8, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của sản phẩm quang học là lớn hơn so với 86°C .

10. Sản phẩm quang học theo điểm 8, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của sản phẩm quang học là nằm trong khoảng từ 87 đến 92°C .