



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

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

(11)



1-0053798

(51)^{2022.01} C08G 18/38; C07C 321/14; G02B 1/04; (13) B
C08G 75/0254; C08G 75/04; C07C
315/04

-
- | | |
|--|-------------------------------|
| (21) 1-2023-01171 | (22) 07/09/2021 |
| (86) PCT/KR2021/012122 07/09/2021 | (87) WO2022/055221 17/03/2022 |
| (30) 10-2020-0116308 10/09/2020 KR | |
| (45) 25/11/2025 452 | (43) 25/05/2023 422A |
| (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). | |
| (74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP) | |
-

(54) CHẾ PHẨM POLYTHIOL, PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM NÀY VÀ
CHẾ PHẨM QUANG HỌC CHỨA CHẾ PHẨM POLYTHIOL

(21) 1-2023-01171

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm polythiol theo các phương án ví dụ gồm ít nhất hai hợp chất gốc polythiol khác nhau, trong đó diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol được đại diện bởi $C_8H_{18}S_6$, mà được đánh giá thông biểu đồ phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm, nằm trong khoảng từ 0,90% đến 1,30%. Bằng cách kiểm soát hợp chất polythiol phụ, sản phẩm quang học có độ truyền và đặc tính quang học ưu việt có thể được sản xuất.

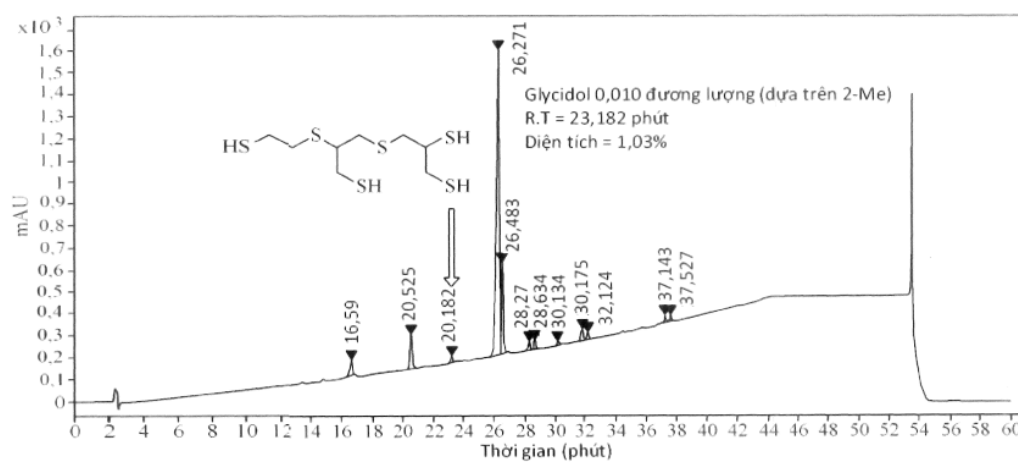


FIG. 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm polythiol và chế phẩm quang học bao gồm chế phẩm này. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chế phẩm polythiol bao gồm các hợp chất gốc polythiol khác nhau, và chế phẩm quang học bao gồm hợp chất giống nhau.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Ví dụ, hợp chất polythiol được sử dụng rộng rãi làm nguyên liệu thô để sản xuất nhựa polyuretan. Ví dụ, hợp chất polythiol được sử dụng để sản xuất thấu kính quang học sử dụng nhựa polyuretan và chất lượng chẳng hạn như độ tinh khiết của hợp chất polythiol làm nguyên liệu thô có thể ảnh hưởng trực tiếp đến chất lượng của 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 vật liệu cơ bản của thấu kính quang học.

Ví dụ, Công bố đơn đăng ký sáng chế Hàn Quốc số 10-1338568 bộc lộ phương pháp tổng hợp chất polythiol bằng cách cho hợp chất polyol phản ứng với thioure để điều chế muối isothiuronium, sau đó thủy phân nó bằng dung dịch nước amoniac.

Tùy thuộc vào số lượng nhóm chức, độ dài chuỗi, v.v. của hợp chất polythiol được tổng hợp, các đặc tính quang học như độ trong suốt, chỉ số khúc xạ, v.v. của thấu kính có thể được sửa đổi một cách tinh vi. Theo đó, để triển khai một thấu kính quang học với các đặc tính quang học mong muốn một cách đáng tin cậy, có thể cần phải kiểm soát tốt thành phần cấu tạo của hợp chất polythiol.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục tiêu theo phương án ví dụ là đề xuất chế phẩm polythiol có các tính chất phản ứng và tính chất quang học được cải thiện, cũng như phương pháp điều chế nó.

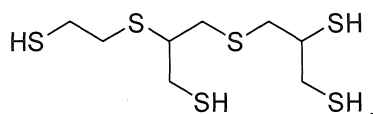
Mục tiêu theo phương án ví dụ là đề xuất chế phẩm quang học gồm chế phẩm polythiol có các tính chất phản ứng và tính chất quang học được cải thiện.

Mục tiêu theo phương án ví dụ là đề xuất sản phẩm quang học được sản xuất bằng cách sử dụng chế phẩm quang học được mô tả trên đây.

Chế phẩm polythiol theo các phương án ví dụ gồm: ít nhất hai hợp chất gốc polythiol khác nhau, trong đó diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol được đại diện bởi $C_8H_{18}S_6$, mà được đánh giá thông biểu đồ phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm, có thể nằm trong khoảng từ 0,90% đến 1,30%.

Theo một số phương án, hợp chất polythiol được đại diện bởi $C_8H_{18}S_6$, có thể có cấu trúc công thức 2 dưới đây:

Công thức 2

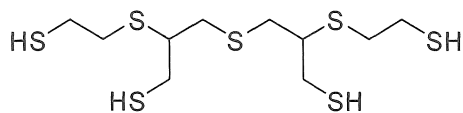


Theo một số phương án, chế phẩm gốc polythiol có thể gồm hợp chất polythiol phụ được đại diện bởi công thức 2 nêu trên, và hợp chất polythiol chính có trọng lượng phân tử cao hơn so với hợp chất polythiol phụ.

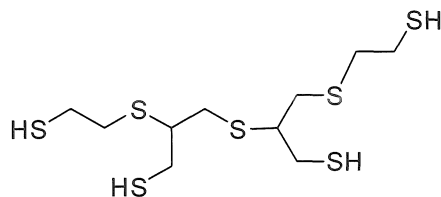
Theo một số phương án, hợp chất polythiol chính có thể gồm hợp chất polythiol tứ chức có số nguyên tử cacbon lớn hơn so với hợp chất polythiol phụ.

Theo một số phương án, hợp chất polythiol chính có thể gồm ít nhất một hợp chất được chọn từ hợp chất polythiol tứ chức được đại diện bởi các công thức từ 1-1 đến 1-3 dưới đây:

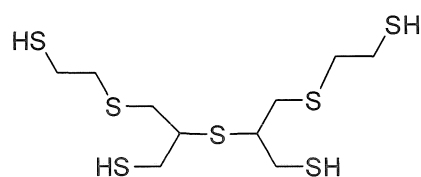
Công thức 1-1



Công thức 1-2



Công thức 1-3



Theo một số phương án, chỉ số kiểm soát tốc độ phản ứng được xác định bởi công thức 1 dưới đây có thể nằm trong khoảng từ 0,006 đến 0,017:

Phương trình 1

Chỉ số kiểm soát tốc độ phản ứng: $RCI = A/B$

(trong phương trình 1, A đại diện diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol được đại diện bởi $C_8H_{18}S_6$, mà được đánh giá thông qua biểu đồ phân tích HPLC, và B đại diện diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol được đại diện bởi mỗi trong số các công thức 1-1 đến 1-3, mà được đánh giá thông qua biểu đồ phân tích HPLC).

Theo một số phương án, diện tích đỉnh của mỗi trong số các hợp chất polythiol được đại diện bởi các công thức từ 1-1 đến 1-3, mà được đánh giá thông qua biểu đồ phân tích HPLC, có thể nằm trong khoảng từ 78,6% đến 85%.

Theo phương pháp điều chế chế phẩm polythiol trong phương án ví dụ, sunfua kim loại có thể được đưa vào trong hợp chất polyol sơ bộ để tạo ra hợp chất trung gian polyol. Sau đó, chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ có thể được bổ sung

vào hợp chất trung gian polyol. Sau đó, hợp chất trung gian polyol có thể được biến đổi thành hợp chất gốc polythiol thông qua sự thiol hóa.

Theo một số phương án, chế phẩm polythiol có thể gồm ít nhất hai hợp chất gốc polythiol khác nhau, trong đó diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol được đại diện bởi $C_8H_{18}S_6$, mà được đánh giá thông biểu đồ phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm, có thể nằm trong khoảng từ 0,90% đến 1,30%.

Theo một số phương án, hợp chất polyol sơ bộ có thể được tổng hợp bằng phản ứng của 2-mercaptoetanol và epihalohydrin, trong đó hợp chất chất xúc tiến tạo thành polythiol trong hợp chất trung gian polyol có thể được bổ sung ở phạm vi tương đương được xác định trước đối với 2-mercaptoetanol để thỏa mãn phạm vi của diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol.

Theo một số phương án, chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ có thể gồm glycidol.

Chế phẩm quang học theo các phương án ví dụ có thể gồm chế phẩm polythiol và hợp chất gốc isoxyanat. Chế phẩm polythiol có thể gồm ít nhất hai hợp chất gốc polythiol khác nhau, trong đó diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol được đại diện bởi $C_8H_{18}S_6$, mà được đánh giá thông biểu đồ phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm, nằm trong khoảng từ 0,90% đến 1,30%.

Theo các phương án ví dụ, sáng chế đề xuất sản phẩm quang học gồm nhựa polythiouretan được điều chế từ chế phẩm quang học và có thể polyme hóa trên đây.

Theo các phương án trên đây, chế phẩm polythiol theo phương án ví dụ có thể gồm ít nhất hai hợp chất gốc polythiol tứ chức khác nhau, và có thể gồm hợp chất polythiol phụ có cấu trúc được xác định trước ở phạm vi nồng độ được xác định trước được đánh giá thông qua HPLC.

Hợp chất polythiol phụ có thể có chiều dài chuỗi ngắn hơn tương đối, giảm màu sắc của thấu kính và kiểm soát tốc độ phản ứng bằng hợp chất dựa trên isoxyanat, nhờ

đó có thể thu được thấu kính quang học có chỉ số khúc xạ mong muốn với độ tin cậy cao.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 đến Fig.4 là những hình ảnh hiển thị đồ thị phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) của các chế phẩm polythiol được điều chế theo các ví dụ và ví dụ so sánh.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, các phương án của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn. Về vấn đề này, sáng chế có thể được thay đổi theo nhiều cách khác nhau và có nhiều phương án khác nhau, sao cho các phương án cụ thể sẽ được minh họa trong các hình vẽ và được mô tả chi tiết 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 rằng sáng chế bao gồm tất cả các biến thể, tương đương, và thay thế thuộc bản chất và phạm vi của sáng chế.

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

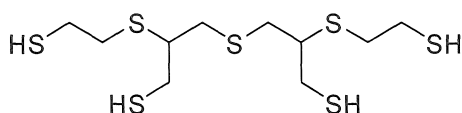
Theo một phương án của sáng chế, sáng chế đề xuất chế phẩm polythiol gồm hợp chất gốc polythiol.

Theo các phương án ví dụ, chế phẩm polythiol có thể gồm ít nhất hai hợp chất gốc polythiol khác nhau. Theo một số phương án, chế phẩm polythiol có thể gồm ít nhất hai hợp chất polythiol tứ chức.

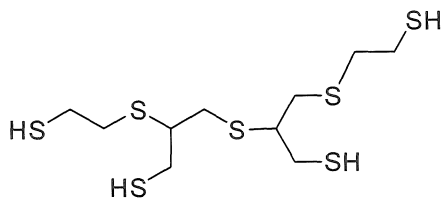
Ví dụ, chế phẩm polythiol có thể gồm hợp chất polythiol chính và hợp chất polythiol phụ.

Các ví dụ không giới hạn của hợp chất polythiol chính có thể gồm compounds được đại diện bởi các công thức từ 1-1 đến 1-3 dưới đây. Ví dụ, hợp chất polythiol chính có thể gồm ít nhất một hợp chất trong số các hợp chất được đại diện bởi các công thức từ 1-1 đến 1-3 dưới đây:

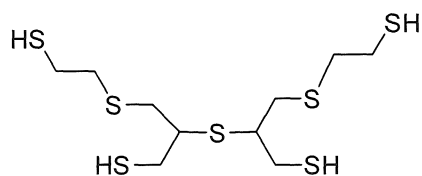
Công thức 1-1



Công thức 1-2



Công thức 1-3

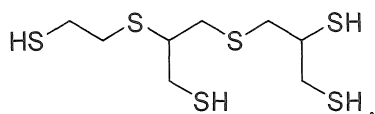


Theo phương án được ưu tiên, hợp chất polythiol chính có thể gồm hợp chất polythiol tứ chức được đại diện bởi công thức 1-1.

Hợp chất polythiol phụ có thể gồm hợp chất polythiol tứ chức mà có độ dài chuỗi ngắn hơn, trọng lượng phân tử nhỏ hơn hoặc số nguyên tử cacbon nhỏ so với của hợp chất polythiol chính.

Theo các phương án ví dụ, hợp chất polythiol phụ có thể được đại diện bởi $C_8H_{18}S_6$. Theo một số phương án, hợp chất polythiol phụ có thể gồm hợp chất được đại diện bởi công thức 2 dưới đây:

Công thức 2



Như được mô tả trên đây, hợp chất polythiol phụ có thể có chiều dài chuỗi ngắn hơn và/hoặc trọng lượng phân tử nhỏ hơn so với của hợp chất polythiol chính. Hợp chất polythiol phụ có thể được đề xuất làm chất điều hòa của sự polyme hóa (“chất điều hòa polyme hóa”) có hợp chất gốc isoxyanat sẽ được mô tả dưới đây.

Ví dụ, nếu tốc độ phản ứng giữa hợp chất polythiol chính và hợp chất gốc isoxyanat bị tăng quá mức, nó có thể gây ra sự không đồng nhất (“sọc”) của sản phẩm quang học như thấu kính. Mặt khác, nếu tốc độ phản ứng giữa hợp chất polythiol chính và hợp chất gốc isoxyanat bị giảm quá mức, nó có thể gây ra đục trắng/nhuộm màu của sản phẩm quang học, do đó làm giảm độ truyền của nó.

Theo các phương án ví dụ, vì hợp chất polythiol phụ được bao gồm ở lượng thích hợp, tốc độ phản ứng mong muốn giữa hợp chất polythiol chính và hợp chất gốc isoxyanat có thể được duy trì. Hơn nữa, toàn bộ trị số thiol và chỉ số khúc xạ chất lỏng của chế phẩm polythiol có thể được tinh chỉnh bằng hợp chất polythiol phụ.

Do đó, sản phẩm quang học như thấu kính có khả năng có tính chất quang học đồng nhất và màu sắc và hiện tượng sọc bị kìm hãm có thể đạt được bằng cách sử dụng chế phẩm polythiol. Hơn nữa, có thể cải thiện độ ổn định hóa học của chế phẩm polythiol hoặc sản phẩm quang học, sao cho hiện tượng đục trắng của thấu kính có thể được kìm hãm hiệu quả.

Khi lượng hợp chất polythiol phụ bị tăng quá mức, vì thành phần trọng lượng phân tử thấp bị tăng lên, tốc độ phản ứng có thể bị tăng quá mức. Mặt khác, khi lượng hợp chất polythiol phụ bị giảm quá mức, các chức của chất điều hòa tốc độ phản ứng được mô tả trên đây có thể được thực hiện không đủ, và sự nhuộm màu của sản phẩm quang học và/hoặc sự giảm độ truyền có thể xảy ra.

Theo các phương án ví dụ, hàm lượng (ví dụ, diện tích đỉnh %) của hợp chất polythiol phụ, mà được đo bằng diện tích đỉnh của hợp chất polythiol phụ thông qua sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) analysis graph thu được ở bước sóng 230 nm, có thể nằm trong khoảng từ 0,90% đến 1,30%.

Nằm trong phạm vi nêu trên, việc kiểm soát tốc độ phản ứng và hiệu quả ức chế sự nhuộm màu/sọc có thể được thực hiện đầy đủ.

Theo phương án được ưu tiên, hàm lượng của hợp chất polythiol phụ được đánh giá thông qua HPLC có thể nằm trong khoảng từ 0,95% đến 1,30%, tốt hơn là 1,0% đến 1,30%, và tốt hơn nữa là 1,03% đến 1,26% hoặc 1,05% đến 1,26%.

Theo một số phương án, tốc độ phản ứng giữa chế phẩm polythiol và hợp chất gốc isoxyanat (xem phương trình toán học 1 trong ví dụ thử nghiệm) có thể được duy trì bằng hợp chất polythiol phụ nằm trong khoảng từ 0,18 đến 0,25, tốt hơn là 0,18 đến 0,22, và tốt hơn nữa là 0,20 đến 0,22.

Nằm trong phạm vi tốc độ phản ứng nêu trên, thấu kính có độ truyền qua được cải thiện có thể đạt được trong khi kìm hãm được sự tạo thành sọc do sự tăng quá mức tốc độ phản ứng.

Theo một số phương án, chỉ số kiểm soát tốc độ phản ứng (RCI) của chế phẩm polythiol, mà được đại diện bởi công thức 1 dưới đây, có thể nằm trong khoảng từ 0,006 đến 0,017:

Phương trình 1

$$\text{Chỉ số kiểm soát tốc độ phản ứng (RCI)} = A/B$$

Trong phương trình 1, A đại diện hàm lượng của hợp chất polythiol phụ, mà được đo bằng diện tích đỉnh của hợp chất polythiol phụ thông qua biểu đồ phân tích HPLC, và B đại diện hàm lượng của hợp chất polythiol chính, mà được đo bằng diện tích đỉnh của hợp chất polythiol chính thông qua biểu đồ phân tích HPLC.

Chỉ số kiểm soát tốc độ phản ứng (RCI) có thể phản ánh tỷ lệ hàm lượng của polythiol phân tử thấp và polythiol phân tử cao tham gia vào phản ứng polyme hóa với hợp chất gốc isoxyanat.

Ví dụ, hợp chất polythiol phụ có thể tương ứng với polythiol phân tử thấp, có chiều dài phân tử tương đối ngắn hơn và có thể đóng vai trò làm thành phần để tăng tốc độ phản ứng với hợp chất gốc isoxyanat. Mặt khác, hợp chất polythiol chính có thể có trọng lượng phân tử hoặc chiều dài phân tử tương đối cao hơn và có thể tạo ra tốc độ phản ứng giảm so với hợp chất polythiol phụ.

Do đó, theo phương án ví dụ, chỉ số kiểm soát tốc độ phản ứng trong phương trình 1 có thể được kiểm soát đến một phạm vi thích hợp từ một đơn vị chế phẩm polythiol. Nhờ đó, có thể thu được sản phẩm quang học có độ tin cậy cao trong khi tìm kiếm được sự tạo thành sọc do sự tăng quá mức tốc độ phản ứng, cũng như giảm độ truyền, năng suất do giảm quá mức tốc độ phản ứng hoặc tương tự.

Theo một số phương án, chỉ số kiểm soát tốc độ phản ứng có thể nằm trong khoảng từ 0,007 đến 0,017, tốt hơn là 0,01 đến 0,017, và tốt hơn nữa là 0,012 đến 0,016.

Theo một số phương án, hàm lượng (ví dụ, diện tích đỉnh %) của hợp chất polythiol chính được đánh giá thông qua biểu đồ phân tích HPLC có thể nằm trong khoảng từ 78,6% đến 85%. Ví dụ, diện tích đỉnh HPLC hoặc hàm lượng có thể tương ứng với các hợp chất được đại diện bởi các công thức từ 1-1 đến 1-3 trên đây.

Theo phương án được ưu tiên, hàm lượng của hợp chất polythiol chính được đánh giá thông qua HPLC có thể nằm trong khoảng từ 78,6% đến 84,1%, 79,0% đến 84,0%, và tốt hơn nữa là 81,0% đến 83,25%.

Hàm lượng nằm trong phạm vi nêu trên của hợp chất polythiol chính, có thể dễ dàng đảm bảo đủ hiệu quả và hiệu suất của phản ứng polyme hóa giữa hợp chất polythiol và isoxyanat. Hơn nữa, có thể cải thiện độ tinh khiết của chế phẩm polythiol trong một phạm vi thích hợp và tăng cường độ truyền của thấu kính.

Theo một số phương án, chế phẩm polythiol có giá trị thiol (SHV) nằm trong khoảng 96 g/đương lượng đến 97 g/đương lượng. Tốt hơn là, SHV nằm trong khoảng từ 96,1 g/đương lượng đến 96,8 g/đương lượng.

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

Theo một số phương án, chỉ số khúc xạ chất lỏng của chế phẩm polythiol có thể nằm trong khoảng từ 1,6455 đến 1,647. Tốt hơn là, chỉ số khúc xạ chất lỏng is about 1,6455 đến 1,6468, và tốt hơn nữa là 1,6455 đến 1,646.

Chỉ số khúc xạ chất lỏng có thể được đo ở 25°C bằng cách sử dụng khúc xạ kế chất lỏng.

Theo một số phương án, độ tinh khiết của sắc ký thẩm thấu gel (GPC) chế phẩm polythiol có thể là 79% hoặc lớn hơn. Ví dụ, GPC của chế phẩm polythiol có thể là 79% đến 88%. Tốt hơn là, độ tinh khiết GPC nằm trong khoảng từ 80% đến 88%, và tốt hơn nữa là 81% đến 85%.

Theo một phương án của sáng chế, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế chế phẩm polythiol gồm hợp chất gốc polythiol. Như được mô tả trên đây, chế phẩm polythiol có thể gồm ít nhất hai hợp chất polythiol tứ chức khác nhau.

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

S10) Đưa sunfua kim loại vào hợp chất polyol sơ bộ để tạo ra hợp chất trung gian polyol.

S20) Bổ sung chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ vào hợp chất trung gian polyol.

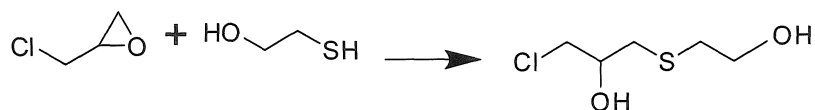
S30) Cho hợp chất trung gian polyol phản ứng với thioure dưới các điều kiện axit để tạo ra muối isothiuronium.

S40) Biến đổi muối isothiuronium thành hợp chất gốc polythiol.

Ví dụ, ở bước S10, hợp chất trung gian polyol có thể được tạo thành bằng cho hợp chất polyol sơ bộ phản ứng với sunfua kim loại.

Theo một phương án, hợp chất polyol sơ bộ có thể thu được thông qua phản ứng với 2-mercaptoetanol và epihalohydrin như được lấy làm ví dụ trong sơ đồ 1 dưới đây.

Sơ đồ 1



Chất xúc tác bazơ có thể được sử dụng để xúc tiến phản ứng của 2-mercaptoetanol và epihalohydrin. Ví dụ về chất xúc tác bazơ có thể gồm các amin bậc bốn như triethyl amin, muối amoni bậc bốn, triphenylphosphin và hợp chất gốc crom hóa trị ba. Epichlorohydrin có thể được sử dụng làm epihalohydrin như được minh họa trong Sơ đồ 1.

Hợp chất polyol sơ bộ thu được có thể là, ví dụ, hợp chất diol có chứa liên kết sunfua.

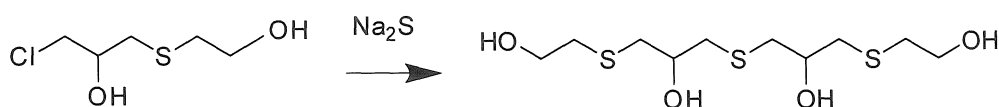
Nhiệt độ phản ứng để tạo hợp chất polyol sơ bộ có thể là, ví dụ, từ -10°C đến 40°C , tốt hơn là từ -5°C đến 30°C , từ 0°C đến 25°C , và tốt hơn nữa là từ 5°C đến 20°C .

Ví dụ, hàm lượng của 2-mercaptoetanol có thể là từ 0,5 mol đến 3 mol, tốt hơn là 0,7 mol đến 2 mol, và tốt hơn nữa là 0,9 mol đến 1,1 mol, trên cơ sở 1 mol

epihalohydrin. Chất xúc tác bazơ có thể được sử dụng ở lượng từ 0,001 mol đến 0,1 mol, 0,005 mol đến 0,03 mol, và tốt hơn nữa là 0,007 mol đến 0,015 mol, trên cơ sở 1 mol epihalohydrin.

Bằng cách đưa sunfua kim loại vào hợp chất diol có liên kết sunfua thu được như được mô tả trên đây, hợp chất trung gian polyol có thể được tạo thành, như được minh họa trong sơ đồ 2 dưới đây

Sơ đồ 2



Như được minh họa trong sơ đồ 2, hợp chất diol có thể được tiếp tục phản ứng với nhau thông qua sunfua kim loại để thu được hợp chất trung gian polyol gồm hợp chất polyol tứ chức.

Sunfua kim loại có thể gồm alkali sunfua kim loại, và theo một phương án, như được thể hiện trong sơ đồ 2, Na_2S có thể được sử dụng.

Ví dụ, ở bước S20, chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ có thể được bổ sung vào hợp chất trung gian polyol. Theo một phương án, sau khi bổ sung sunfua kim loại, chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ có thể được thêm vào đó. Theo một phương án, sunfua kim loại và chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ về cơ bản có thể được bổ sung vào cùng nhau hoặc đồng thời.

Theo một số phương án, khi chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ, glycidol có thể được sử dụng. Glycidol có thể hoạt động như một nucleophil không giống như epihalohydrin hoạt động như electrophil. Do đó, ví dụ, phản ứng cộng như phản ứng SN_2 hoặc phản ứng SN_1 có thể bị kìm hãm ở bước S30. Do đó, nó có thể dẫn tới sự tạo thành của hợp chất polythiol phụ có trọng lượng phân tử nhỏ tương đối.

Chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ có thể được bổ sung với lượng sao cho đáp ứng phạm vi hàm lượng đo được bằng HPLC của hợp chất polythiol phụ được mô tả ở trên. Theo một phương án, chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ có thể được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 0,005 đương lượng (“eq”) đến 0,02 đương lượng, 0,005 eq đến 0,018 đương lượng, và tốt hơn là 0,008 eq đến 0,015 eq trên cơ sở 2-mercaptoetanol.

Vì chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ được bổ sung nằm trong phạm vi nêu trên, lượng thích hợp của hợp chất polythiol phụ có thể được bổ sung vào chế phẩm polythiol. Do đó, tất cả hiện tượng sục do tốc độ phản ứng tăng quá mức, sự nhuộm màu do tốc độ phản ứng giảm quá mức, đục trắng, v.v. có thể được kìm hãm hiệu quả.

Ví dụ, ở bước S30, hợp chất trung gian polyol có thể được phản ứng với thioure. Do đó, theo các phương án ví dụ, có thể thu được muối isothiuronium.

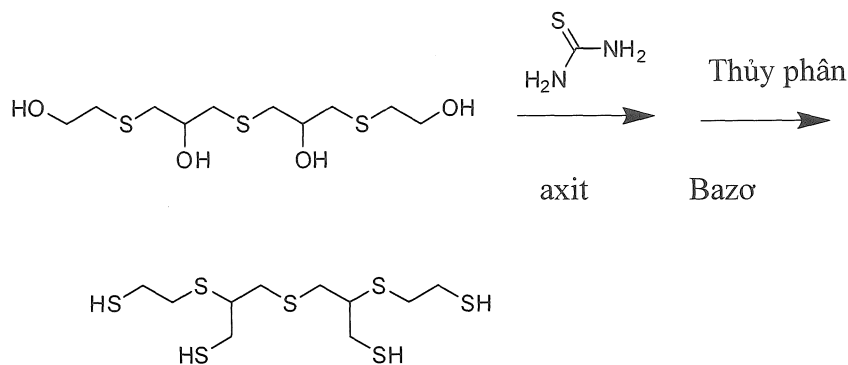
Hồi lưu điều kiện axit có thể được sử dụng trong việc tạo thành muối isothiuronium. Để hình thành các điều kiện axit, các hợp chất axit như axit clohydric, axit bromhydric, axit iodic, axit sunfuric, axit photphoric, và tương tự có thể được sử dụng.

Nhiệt độ hồi lưu có thể là 90°C đến 120°C, và tốt hơn là từ 100°C đến 120°C, trong khi thời gian hồi lưu có thể là từ 1 giờ đến 10 giờ.

Ví dụ, ở bước S40, muối isothiuronium có thể được biến đổi thành hợp chất gốc polythiol. Theo các phương án ví dụ, muối isothiuronium có thể bị thủy phân trong điều kiện bazơ để tạo ra hợp chất gốc polythiol.

Các bước S30 và S40 được mô tả trên đây có thể gồm thiolation được minh họa bằng sơ đồ 3 dưới đây.

Sơ đồ 3



Ví dụ, có thể bị thủy phân bằng cách bổ sung dung dịch nước cơ bản thành dung dịch phản ứng có chứa muối isothiuronium. Dung dịch nước bazơ có thể gồm hydroxit kim loại kiềm và/hoặc hydroxit kim loại kiềm thổ, như NaOH, KOH, LiOH, Ca(OH)₂, v.v..

Theo một phương án, dung dịch phản ứng có chứa muối isothiuronium được làm mát ở nhiệt độ từ 20°C đến 60°C, tốt hơn là từ 25°C đến 55°C, và tốt hơn nữa là từ 25°C 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 khả năng phản ứng thấp hoặc về cơ bản không có khả năng phản ứng và điểm sôi vượt quá nhiệt độ phản ứng thiol hóa có thể được sử dụng để cho phép phản ứng thiol hóa tiến hành ổn định.

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

Chế phẩm gốc polythiol thu được như được mô tả trên đây có thể còn được tinh chế. Ví dụ, bằng cách thực hiện lặp đi lặp lại quá trình rửa axit và rửa nước, tạp chất bao gồm trong chế phẩm gốc 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, sấy khô, lọc, v.v. có thể được thực hiện thêm.

Theo một phương án, lớp nước có thể được tách ra hoặc loại bỏ thông qua tách lớp sau khi tiến hành thủy phân. Rửa axit có thể được thực hiện ở nhiệt độ từ 20°C đến 50°C, và tốt hơn là từ 30°C đến 40°C trong 20 phút đến 1 giờ, hoặc 20 phút đến 40 phút bằng cách đưa dung dịch axit (ví dụ, axit clohydric đậm đặc) vào dung dịch pha hữu cơ thu được.

Sau khi rửa axit, quy trình rửa nước có thể được tiến hành bằng cách bổ sung nước được loại khí có nồng độ oxy hòa tan được điều chỉnh từ 5 ppm hoặc ít hơn, tốt hơn là 3 ppm hoặc ít hơn, và tốt hơn nữa là 2 ppm hoặc ít hơn. Quá trình rửa nước có thể tiến hành ở nhiệt độ khoảng từ 20°C đến 50°C, tốt hơn là khoảng từ 35°C đến 45°C trong 20 phút đến 1 giờ, hoặc từ 20 phút đến 40 phút. Quy trình rửa nước có thể được lặp lại hai hoặc nhiều lần, ví dụ, có thể được tiến hành từ 3 đến 6 lần.

Sau quy trình rửa axit và rửa nước, dung môi hữu cơ còn lại và độ ẩm có thể được loại bỏ bằng cách làm nóng dưới áp suất giảm, tiếp theo là lọc thông qua máy lọc để thu được hợp chất gốc polythiol có độ tinh khiết cao.

Theo một số phương án, hàm lượng ẩm còn lại của chế phẩm gốc polythiol hoặc chế phẩm polythiol có thể là 1,000 ppm hoặc ít hơn, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 100 ppm đến 500 ppm, và tốt hơn nữa là từ 150 ppm đến 400 ppm.

Theo một số phương án, độ tinh khiết của chế phẩm gốc polythiol được đánh giá thông qua HPLC có thể nằm trong khoảng từ 75% đến 88%. Tốt hơn là, độ tinh khiết nằm trong khoảng từ 76% đến 85%, và tốt hơn nữa là 80 đến 85%.

Trong phạm vi độ ẩm và độ tinh khiết được mô tả ở trên, hiệu quả polyme hóa có thể được cải thiện đủ trong khi không làm tăng quá mức tải trọng của quy trình và phản ứng phụ có thể bị kìm hãm.

Theo một phương án của sáng chế, sáng chế đề xuất chế phẩm quang học gồm chế phẩm polythiol hoặc hợp chất gốc polythiol.

Theo một số phương án, chế phẩm quang học có thể là chế phẩm polyme hóa gồm chế phẩm polythiol và hợp chất gốc isoxyanat.

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

Chế phẩm quang học như chế phẩm có thể polyme hóa đối với vật liệu quang học có thể bao gồm thêm các chất phụ gia như chất giải phóng, chất xúc tác phản ứng, chất ổn định nhiệt, chất hấp thụ tia cực tím, chất tạo màu xanh và tương tự.

Các ví dụ về chất giải phóng có thể gồm chất hoạt động bề mặt không ion gốc flo có nhóm perfluoroalkyl, nhóm hydroxyalkyl hoặc nhóm este của axit photphoric; chất hoạt động bề mặt không ion gốc silicon có nhóm dimethylpolysiloxan, nhóm hydroxyalkyl hoặc nhóm este của axit photphoric; muối amoni alkyl bậc bốn như muối trimetylxetyl amoni, trimetylstearyl, muối dimetyletyloxetyl amoni, muối amoni trietyldodecyl, muối amoni trioctylmetyl và muối amoni dietylxyclohexadodexyl; este của axit photphoric có tính axit và tương tự. Những chất này có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp hai hoặc nhiều hơn trong số chúng.

Chất xúc tác được sử dụng làm chất xúc tác phản ứng trong phản ứng polyme hóa của nhựa polythiouretan có thể được sử dụng. Ví dụ, chất xúc tác dialkyltin halogenua, như dibutyltin diclorua và dimetyl tin diclorua; các chất xúc tác dialkyltin dicarboxylat như dimetyl tin diacetat, dibutyltin dioctanoat và dibutyltin dilaurat; chất xúc tác dialkyltin dialkoxit như dibutyltin dibutoxit và dioctyltin dibutoxit; các chất xúc tác dialkyltin dithio alkoxit như dibutyltin di(thiobutoxit); chất xúc tác oxit dialkyltin như di(2-ethylhexyl)tin oxit, dioctyltin oxit và bis(butoxydibutyltin)oxit; xúc

tác dialkyltin sulfua, và tương tự có thể được sử dụng. Những chất này có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp hai hoặc nhiều hơn trong số chúng.

Lấy ví dụ về chất hấp thụ tia cực tím, hợp chất gốc benzophenon, gốc benzotriazol, gốc salixylat, gốc xyanoacrylat, oxanilide, và tương tự có thể được sử dụng. Lấy các ví dụ về chất ổn định nhiệt, các hợp chất gốc muối axit béo kim loại, gốc photpho, gốc chì, gốc organotin, và tương tự có thể được sử dụng. Những chất này có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp hai hoặc nhiều hơn trong số chúng.

Chất làm xanh có thể được bao gồm làm chất kiểm soát màu của vật liệu quang học được điều chế từ nhựa polythiouretan. Ví dụ, chất làm xanh có thể có dải hấp thụ trong dải bước sóng từ màu cam sang màu vàng trong vùng ánh sáng nhìn thấy.

Các ví dụ về chất làm xanh có thể gồm thuốc nhuộm, chất làm trắng huỳnh quang, sắc tố huỳnh quang, sắc tố vô cơ, và tương tự, và có thể được lựa chọn phù hợp theo tính chất vật lý hoặc màu nhựa cần thiết cho sản phẩm quang học được sản xuất. Khi thuốc nhuộm được sử dụng làm chất tạo màu xanh, ví dụ, thuốc nhuộm có bước sóng hấp thụ cực đại là từ 520 nm đến 600 nm, và tốt hơn là từ 540 nm đến 580 nm có thể được sử dụng. Tốt hơn là, thuốc nhuộm gốc anthraquinon có thể được sử dụng.

Nhựa polythiouretan có thể được tạo ra thông qua phản ứng polyme hóa chế phẩm gốc polythiol được bao gồm trong chế phẩm polythiol có hợp chất gốc isoxyanat.

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

Theo một số phương án, tốc độ phản ứng của chế phẩm quang học được bao gồm trong phương trình toán học 1 được mô tả dưới đây có thể được duy trì nằm trong khoảng từ 0,18 đến 0,25, tốt hơn là 0,18 đến 0,22 bởi hợp chất polythiol phụ nêu trên.

Theo một phương án của sáng chế, sản phẩm quang học được sản xuất thông qua chế phẩm quang học được mô tả trên đây có thể được đề xuất.

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

Sau khi bơm khuôn, nhiệt độ có thể tăng dần, do đó cho phép phản ứng polyme hóa của nhựa polythiouretan để xử lý. Nhiệt độ polyme hóa có thể nằm trong khoảng từ 20°C đến 150°C, và tốt hơn là từ 25°C đến 125°C. Ví dụ, nhiệt độ polyme hóa tối đa có thể nằm trong khoảng từ 100°C đến 150°C, tốt hơn là từ 110°C đến 140°C, và tốt hơn nữa là từ 115°C đến 130°C.

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

Ví dụ, thấu kính có tính chất quang học và tính chất cơ học đồng nhất có thể dễ dàng đạt được bằng cách kiểm soát thích hợp tốc độ phản ứng trong phạm vi nhiệt độ trên đây.

Sau khi hoàn thành polyme hóa, nhựa polythiouretan 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 đóng rắn có thể được tiếp tục tiến hành. Quy trình đóng rắn có thể được tiến hành nằm trong khoảng từ 100°C đến 150°C, tốt hơn là 110°C đến 140°C, và tốt hơn nữa là 115°C đến 130°C trong khoảng 1 giờ đến 10 giờ, tốt hơn là 2 giờ đến 8 giờ, và tốt hơn nữa là 3 giờ đến 6 giờ.

Sản phẩm quang học có thể được sản xuất dưới dạng kính đeo mắt, thấu kính máy ảnh, đi-ốt phát quang, v.v. theo dạng khuôn.

Chỉ số khúc xạ của sản phẩm quang học có thể được điều chỉnh theo loại và/hoặc tỷ lệ hàm lượng của chế phẩm gốc polythiol và hợp chất gốc isoxyanat được sử dụng trong chế phẩm quang học. Ví dụ, chỉ số khúc xạ của sản phẩm quang học có thể được điều chỉnh nằm 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 1,69 đến 1,75.

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

Theo các phương án được mô tả trên đây, hợp chất polythiol phụ có hàm lượng HPLC trong phạm vi được mô tả trên đây có thể được bao gồm trong chế phẩm polythiol. Nhờ đó, có thể thu được sản phẩm quang học với các lỗi quang học bị kìm hãm chẳng hạn như nhuộm màu, sọc, v.v. trong khi vẫn duy trì phạm vi phản ứng polyme hóa thích hợp có thể thu được từ chế phẩm gốc polythiol.

Sau đây, các phương án được đề xuất theo sáng chế sẽ được mô tả tiếp với sự tham chiếu đến các ví dụ thí nghiệm cụ thể. Tuy nhiên, các ví dụ thí nghiệm sau đây chỉ minh họa sáng chế và không nhằm mục đích giới hạn phần yêu cầu bảo hộ kèm theo, và người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiển nhiên hiểu rằng có thể có các sửa đổi và biến thể nằm trong phạm vi và bản chất của sáng chế. Các sửa đổi và biến thể như này được bao gồm một cách đầy đủ trong phần yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

1) Tổng hợp hợp chất gốc polythiol tứ chức

Sau khi đưa 60,0 phần theo trọng lượng (“phần theo trọng lượng”) nước, 0,3 phần theo trọng lượng triethylamin và 73,0 phần theo trọng lượng 2-mercaptoetanol (2-ME) vào bình phản ứng, nhiệt độ của lò phản ứng giảm đến 0°C, và 88,2 phần theo trọng lượng epichlorohydrin (ECH) được thêm từ từ từng giọt ở nhiệt độ 15°C hoặc thấp hơn, và sau đó khuấy ở 30°C trong 3 giờ. Sau đó, 148,7 phần theo trọng lượng dung dịch natri sunfua 25% được thêm từ từ từng giọt ở 20 đến 25 ° C, sau đó khuấy thêm trong 1 giờ. Sau đó, 0,56 phần theo trọng lượng glycidol (0,010 đương lượng trên cơ sở 2-mercaptoetanol) đã được thêm vào, tiếp theo là khuấy thêm trong 3 giờ.

Sau đó, 486,8 phần theo trọng lượng axit clohydric 36% và 177,8 phần theo trọng lượng thioure được đưa vào, và khuấy trong 3 giờ trong khi hồi lưu ở 110°C, sao cho phản ứng thiuronium clorua được tiến hành. Sau khi dung dịch phản ứng thu được được làm nguội đến 50°C, 305,6 phần theo trọng lượng của toluen và 332,6 phần theo trọng lượng của NaOH 50% đã được thêm vào, sau đó quá trình thủy phân được tiến hành ở 40 đến 60°C trong 3 giờ.

Sau đó, lớp nước được loại bỏ sau khi thực hiện tách lớp trong 1 giờ và thêm 120 phần theo trọng lượng axit clohydric 36% vào dung dịch toluen thu được, tiếp theo rửa axit một lần ở 33 đến 40°C trong 30 phút. Sau khi rửa bằng axit, 250 phần theo trọng lượng của nước đã khử khí (nồng độ oxy hòa tan là 2 ppm) được thêm vào, và quá trình rửa được tiến hành 4 lần trong 30 phút ở 35 đến 45°C. Sau khi loại bỏ toluen và độ ẩm còn lại trong điều kiện làm nóng và giảm áp suất, nó được lọc dưới áp suất giảm thông qua màng lọc loại PTFE do đó thu được 140 phần theo trọng lượng của chế phẩm polythiol bao gồm hợp chất polythiol tứ chức được đại diện bởi công thức 1 nêu trên làm chất polythiol chính.

2) Điều chế chế phẩm quang học và sản xuất thấu kính

Sau khi trộn đồng nhất 49,0 phần theo trọng lượng chế phẩm polythiol được điều chế như được mô tả trên đây, 51,0 phần theo trọng lượng xylen diisoxyanat, 0,01

phần theo trọng lượng dibutyltin clorua và 0,1 phần theo trọng lượng chất giải phóng este của axit photphoric được sản xuất bởi ZELEC® UN Stepan, quy trình khử bọt được tiến hành ở 600 Pa trong 1 giờ để điều chế chế phẩm quang học.

Sau đó, chế phẩm được lọc qua bộ lọc Teflon 3 μm được bơm vào khuôn đúc được cung cấp cùng với khuôn thủy tinh và băng dính. Nhiệt độ của vật đúc được tăng dần từ 25°C lên 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 hoàn tất, vật đúc được tách ra, tiếp theo là xử lý tiếp sản phẩm ở 120°C trong 4 giờ để tạo ra mẫu thấu kính.

Các ví dụ 2 đến 6 và ví dụ so sánh

Các mẫu chế phẩm polythiol và thấu kính được điều chế theo cách tương tự như trong Ví dụ 1, ngoại trừ việc bổ sung lượng tương đương (đương lượng) glycidol được sử dụng trong tổng hợp chế phẩm gốc polythiol đã được thay đổi như thể hiện trong bảng 1 dưới đây.

Ví dụ thử nghiệm

(1) Xét nghiệm hàm lượng hợp chất polythiol chính và hợp chất polythiol phụ thông qua phân tích HPLC

Trong các chế phẩm polythiol theo từng ví dụ trong số các ví dụ và các ví dụ so sánh, % diện tích đỉnh của hợp chất polythiol có trong chế phẩm được đo thông qua phép phân tích HPLC được thực hiện trong các điều kiện sau.

Điều kiện phân tích HPLC

i) Thiết bị: Agilent 1260 Infinity II

ii) Cột: ZORBAX Eclipse Plus C18, 5 μm 4.6 $\times$ 250 mm

iii) Gradient pha động: Acetonitril (axit formic 0,1%): Nước (amoni format 0,01M) = 35-100: 65-0

iv) Dung môi: Acetonitril (axit formic 0,1%)

v) Bước sóng: 230 nm

vi) Tốc độ dòng: 1,0 ml/phút

vii) Lượng bơm: 20 µl

viii) Xử lý sơ bộ mẫu: mẫu: dung môi = 0,1 g: 10 g

Các hợp chất cụ thể tương ứng với các đỉnh của đồ thị HPLC được xác định thông qua sắc ký lỏng khối phổ (LC-MS). Các điều kiện cụ thể để phân tích LC-MS như sau.

Điều kiện phân tích LC-MS

Điều kiện LC

i) Thiết bị: LC 30A System (Shimadzu)

ii) Cột: YMC-Pack ODS-A 150 mm × 6 mm (S-5 µm, 12 nm)

iii) Gradient pha động: Dung môi A: nước, dung môi B: Acetonitril

A:B (60:40) 30 phút, n (0:100) 10 phút

iv) Tốc độ dòng: 1 ml/phút

v) Nhiệt độ cột: 40°C

vi) Máy dò: PDA (190 đến 800 nm)

vii) Thể tích bơm: 10 µL

Máy dò khối lượng

i) Thiết bị: Q Exactive (Thermo Fisher Scientific)

ii) Phương pháp ion hóa: ESI

iii) Phạm vi quét: m/z 130 đến 1,950

iv) Phân cực: Dương & âm

Fig.1 đến Fig.4 là những hình ảnh thể hiện đồ thị phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) của các chế phẩm polythiol được điều chế theo các ví dụ và ví dụ so sánh.

Cụ thể, Fig.1 và Fig.2 thể hiện đồ thị phân tích HPLC của ví dụ 1 và 4, tương ứng, trong khi Fig.3 và Fig.4 lần lượt thể hiện các đồ thị phân tích HPLC của ví dụ so sánh 1 và 2.

(2) Đánh giá giá trị thiol (SHV)

Khoảng 0,1 g chế phẩm polythiol được điều chế trong mỗi ví dụ và các ví dụ so sánh được đưa vào cốc có mỏ và 25 mL cloroform được thêm vào, sau đó khuấy hỗn hợp trong 10 phút. Sau đó, 10 mL rượu metylic được thêm vào và khuấy lại trong 10 phút, sau đó, dung dịch thu được được chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn iốt 0,1N, sau đó đo SHV theo Công thức 1 bên dưới (giá trị lý thuyết: 91,7).

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

(3) Chỉ số khúc xạ chất lỏng

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

(4) Độ tinh khiết GPC

Đối với các chế phẩm polythiol được tổng hợp trong các ví dụ và ví dụ so sánh, độ tinh khiết được đo thông qua phân tích sắc ký gel được thực hiện trong các điều kiện sau bằng cách sử dụng hệ thống APC (Waters).

i) Cột: Cột cân bằng APC XT 45A (4,6*150 mm) × 2

ii) Pha động: THF

iii) Tốc độ dòng: 0,5 mL/phút

iv) Tổng thời gian dẫn động: 10 phút

v) Thể tích bơm: 10 μ l

vi) Máy dò: RID 40°C

(5) Đánh giá sọc

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

○: Không quan sát thấy sọc

x: Quan sát thấy sọc bằng mắt thường

(6) Đo tốc độ phản ứng trùng hợp (độ dốc phản ứng)

Sử dụng máy đo độ nhớt không tiếp xúc EMS-1000 (KEM), độ nhớt tiêu chuẩn (Cps tiêu chuẩn) lần đầu tiên được xác nhận bằng dung dịch tiêu chuẩn độ nhớt (Brookfield, 1000 cps, 25°C). Sau đó, độ nhớt được đo ở 10°C trong 24 giờ đối với các chế phẩm có khả năng polyme hóa tương ứng theo các ví dụ và ví dụ so sánh. Sử dụng các giá trị đo được, công thức toán học (“toán học hóa”) được tiến hành với trục X là thời gian và trục Y là độ nhớt trong khi chuyển đổi trục Y theo thang logarit như thể hiện trong Phương trình toán học 1 bên dưới, rồi 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 toán học 1, giá trị 'a' đại diện độ nhớt ban đầu (cps) trong khi giá trị 'b' đại diện tốc độ phản ứng, giá trị đo được biểu thị bằng cách làm tròn đến hai chữ số thập phân của giá trị đo.

(5) Đánh giá độ truyền sau khi nhuộm màu

Mẫu thấu kính được rửa bằng sóng siêu âm của từng ví dụ và ví dụ so sánh được nhuộm màu trong bể tạo màu (Dung dịch tạo màu nâu, 10 phút, nhiệt độ của bể tạo màu: 96 đến 98°C). Mẫu thấu kính màu được rửa bằng nước khử ion chảy ở nhiệt độ phòng, sau đó đo độ truyền (Thiết bị đo: LTM-200, Máy đo độ truyền LED).

Kết quả đo tính chất vật lý của chế phẩm polythiol cũng như kết quả đo tính chất vật lý của thấu kính được sản xuất bằng cách sử dụng cùng loại, tương ứng, được thể hiện trong Bảng 1 và 2 bên dưới.

Bảng 1

	Đương lượng của glycidol trên cơ sở 2-ME được bổ sung	Tính chất vật lý của chế phẩm polythiol					
		SHV (g/đương lượng)	Chỉ số khúc xạ chất lỏng	% Diện tích HPLC của polythiol phụ (A) (230 nm)	% Diện tích HPLC của polythiol chính (Công thức 1-1) (B) (230 nm)	RCI (A/B)	Độ tinh khiết GPC (%)
Ví dụ 1	0,010 đương lượng	96,4	1,6462	1,03	83,14	0,012	83
Ví dụ 2	0,008 đương lượng	96,6	1,6465	0,99	83,25	0,012	83
Ví dụ 3	0,012 đương lượng	96,2	1,6458	1,05	82,43	0,013	82
Ví dụ 4	0,015 đương lượng	96,1	1,6457	1,26	81,09	0,016	81
Ví dụ 5	0,005 đương lượng	96,8	1,6468	0,90	84,01	0,011	84
Ví dụ 6	0,007 đương lượng	96,7	1,6466	0,95	83,25	0,011	83
Ví dụ 7	0,018 đương lượng	95,7	1,6455	1,30	79,22	0,016	79

Ví dụ so sánh 1	0,020 đương lượng	95,5	1,6453	1,41	78,57	0,018	78
Ví dụ so sánh 2	0,003 đương lượng	97,0	1,6468	0,89	83,33	0,011	83
Ví dụ so sánh 3	Không được bổ sung	97,2	1,6470	0,52	84,21	0,006	84

Bảng 2

	Tính chất vật lý của thấu kính		
	Sọc	Tốc độ phản ứng	Độ truyền sau khi nhuộm màu
Ví dụ 1	○	0,20	68%
Ví dụ 2	○	0,18	67%
Ví dụ 3	○	0,21	69%
Ví dụ 4	○	0,22	72%
Ví dụ 5	○	0,17	67%
Ví dụ 6	○	0,17	67%
Ví dụ 7	○	0,23	78%
Ví dụ so sánh 1	x	0,26	80%
Ví dụ so sánh 2	○	0,17	64%
Ví dụ so sánh 3	○	0,16	63%

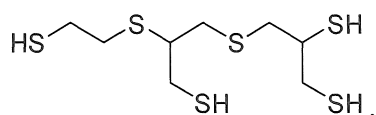
Tham chiếu đến bảng 1 và 2, trong các ví dụ gồm hợp chất polythiol phụ với các hàm lượng được điều chỉnh theo phương án ví dụ, có thể thấy rằng thấu kính quang học có độ truyền cao bằng sự ngăn cản sự tăng quá mức tốc độ phản ứng và chỉ số khúc xạ và sọc/nhuộm màu giảm đạt được.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm polythiol, bao gồm ít nhất hai hợp chất gốc polythiol khác nhau, trong đó diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol được đại diện bởi $C_8H_{18}S_6$, mà được đánh giá thông biểu đồ phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm, nằm trong khoảng từ 0,90% đến 1,30%,

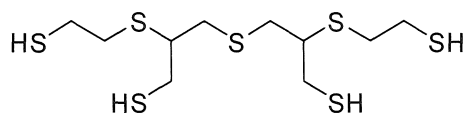
trong đó hợp chất gốc polythiol gồm hợp chất polythiol phụ được đại diện bởi công thức 2 dưới, và hợp chất polythiol chính có trọng lượng phân tử cao hơn so với hợp chất polythiol phụ và gồm hợp chất polythiol tứ chức có số nguyên tử cacbon lớn hơn so với hợp chất polythiol phụ:

Công thức 2

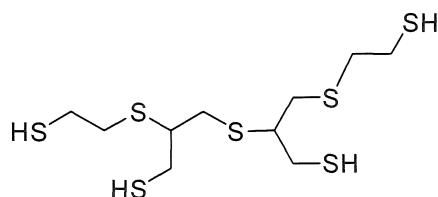


2. Chế phẩm polythiol theo điểm 1, trong đó hợp chất polythiol chính gồm ít nhất một hợp chất được chọn từ hợp chất polythiol tứ chức được đại diện bởi công thức 1-1 đến 1-3 dưới đây:

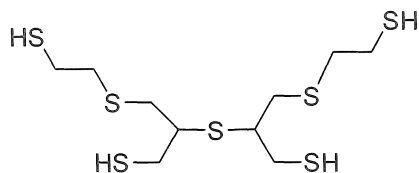
Công thức 1-1



Công thức 1-2



Công thức 1-3



3. Chế phẩm polythiol theo điểm 2, trong đó chỉ số kiểm soát tốc độ phản ứng được xác định bởi công thức 1 dưới đây nằm trong khoảng từ 0,006 đến 0,017:

Phương trình 1

chỉ số kiểm soát tốc độ phản ứng = A/B

trong phương trình 1, A đại diện diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol được đại diện bởi $C_8H_{18}S_6$, mà được đánh giá thông qua biểu đồ phân tích HPLC, và B đại diện diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol được đại diện bởi mỗi trong số các công thức 1-1 đến 1-3, mà được đánh giá thông qua biểu đồ phân tích HPLC.

4. Chế phẩm polythiol theo điểm 2, trong đó diện tích đỉnh của mỗi trong số các hợp chất polythiol được đại diện bởi công thức 1-1 đến 1-3, mà được đánh giá thông qua biểu đồ phân tích HPL, nằm trong khoảng từ 78,6% đến 85%.

5. Phương pháp điều chế chế phẩm polythiol theo điểm 1, phương pháp này bao gồm:

đưa sunfua kim loại vào hợp chất polyol sơ bộ để tạo ra hợp chất trung gian polyol;

bổ sung chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ gồm glycidol vào hợp chất trung gian polyol; và

biến đổi hợp chất trung gian polyol thành hợp chất gốc polythiol thông qua sự thiol hóa,

trong đó hợp chất polyol sơ bộ được tổng hợp bởi phản ứng 2-mercaptoethanol và epihalohydrin.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó chế phẩm polythiol gồm ít nhất hai hợp chất gốc polythiol khác nhau, và

trong đó diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol được đại diện bởi $C_8H_{18}S_6$ trong chế phẩm polythiol, mà được đánh giá thông biểu đồ phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) thu được ở bước sóng 230 nm, nằm trong khoảng từ 0,90% đến 1,30%.

7. Phương pháp theo điểm 6, trong đó hợp chất polyol sơ bộ được tổng hợp bằng phản ứng của 2-mercaptoetanol và epihalohydrin,

trong đó, trong bước bổ sung chất xúc tiến sự hình thành hợp chất polythiol phụ vào hợp chất trung gian polyol, chất xúc tiến được thêm vào trong phạm vi tương đương được xác định trước với 2-mercaptoetanol để thỏa mãn phạm vi của diện tích đỉnh (%) của hợp chất polythiol.

8. Chế phẩm quang học, bao gồm:

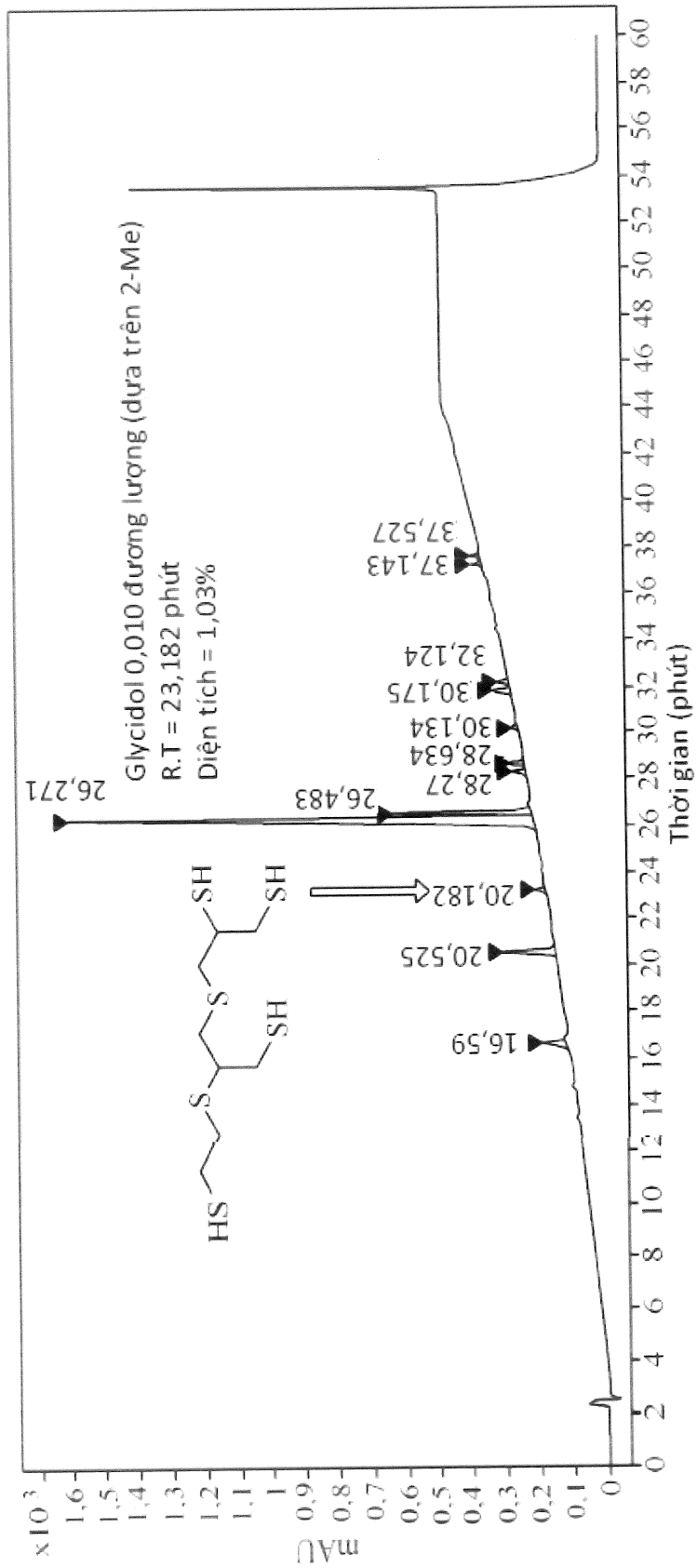
chế phẩm polythiol theo điểm 1; và

hợp chất gốc isoxyanat.

9. Sản phẩm quang học, bao gồm nhựa polythiouretan được điều chế từ chế phẩm quang học theo điểm 8.

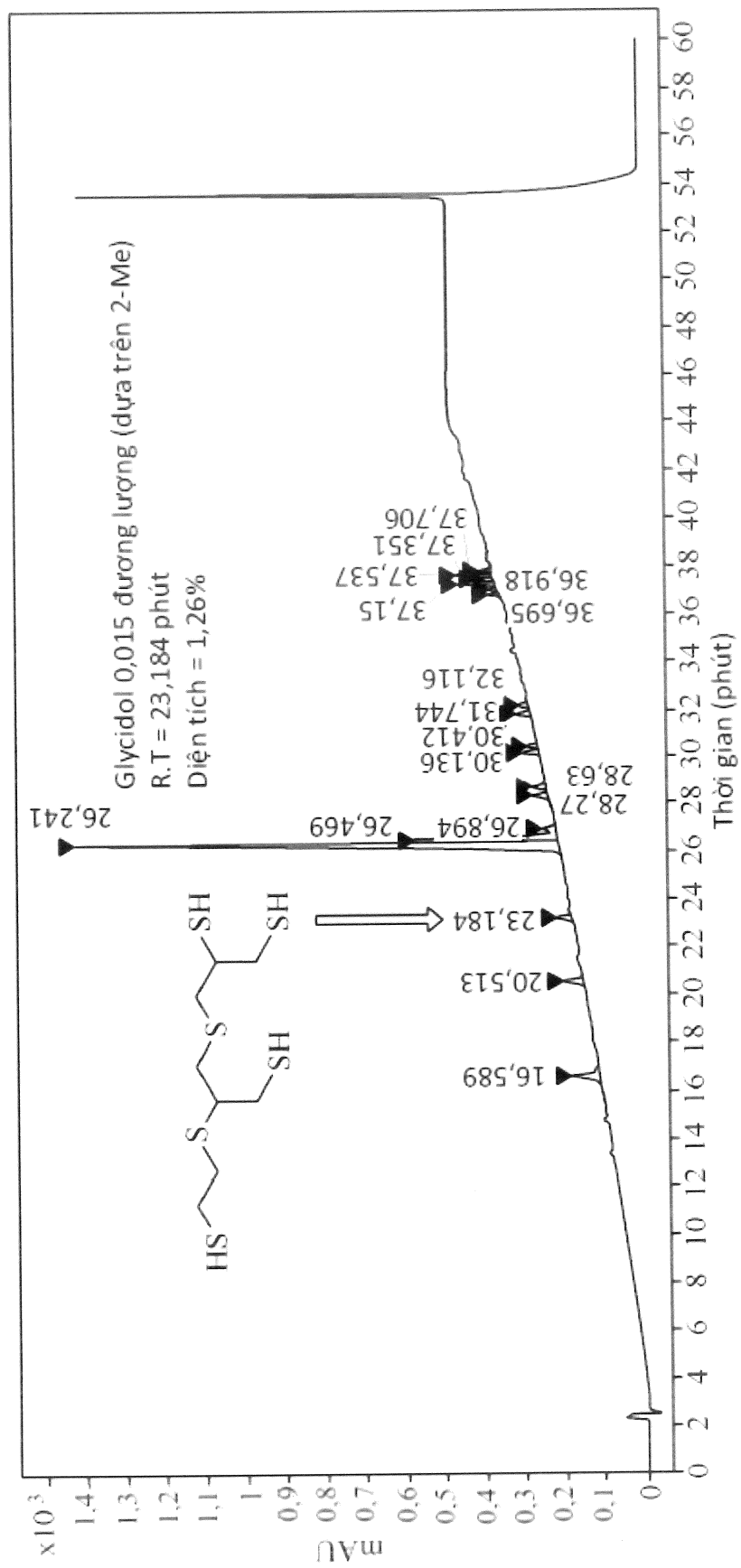
1/4

[FIG. 1]



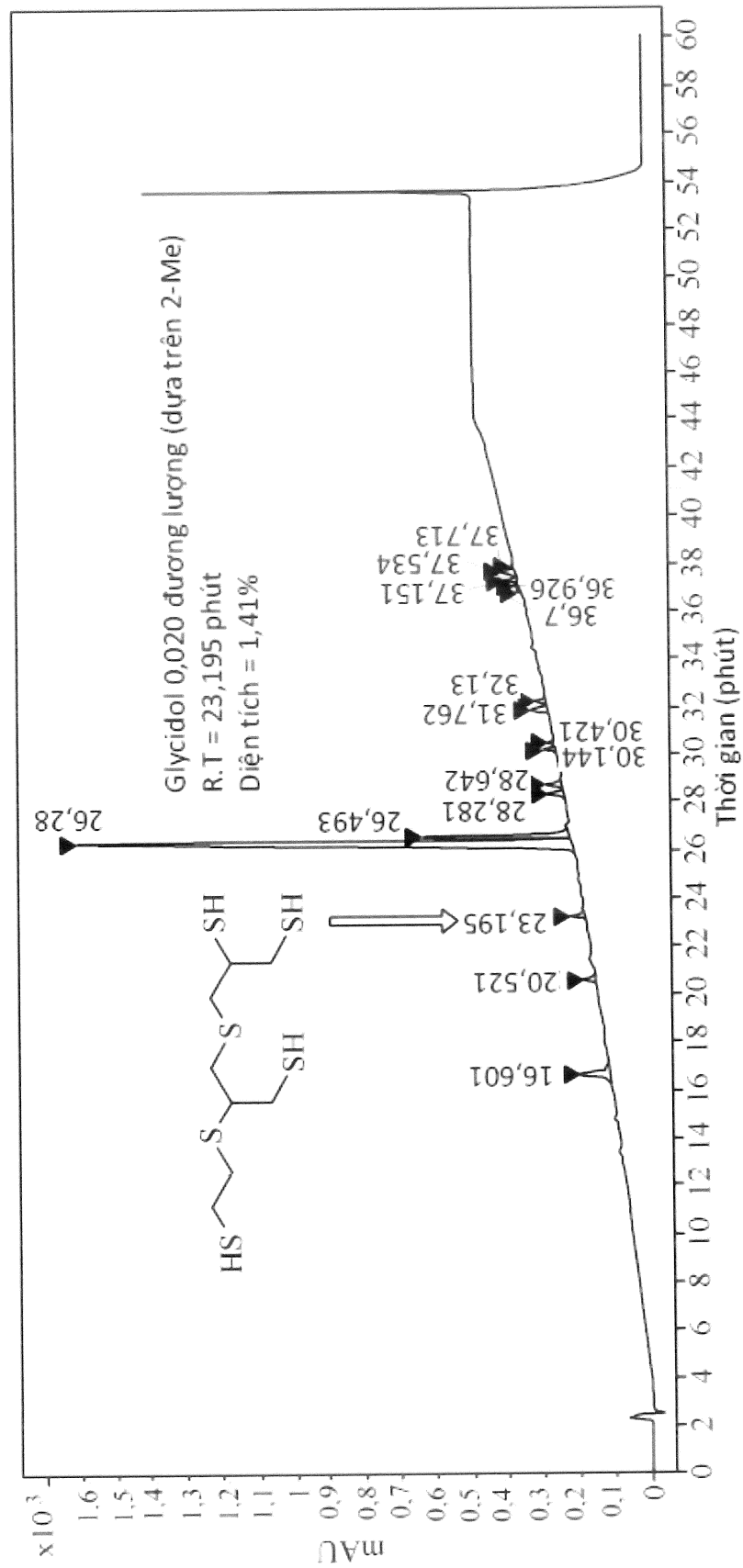
2/4

[FIG. 2]



3/4

[FIG. 3]



4/4

[FIG. 4]

