



(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

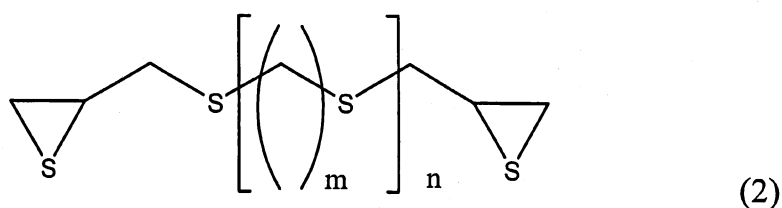
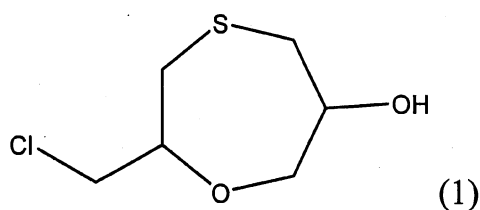
(11) 
1-0021067

(51)⁷ **C07D 327/02, C08G 18/38, 75/12, G02B** (13) **B**
1/04

(21) 1-2017-02862 (22) 01.03.2016
(86) PCT/JP2016/056151 01.03.2016 (87) WO2016/158155A1 06.10.2016
(30) 2015-065894 27.03.2015 JP
(45) 25.06.2019 375 (43) 27.11.2017 356
(73) MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC. (JP)
5-2, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8324 Japan
(72) KARIYAZONO Kazuki (JP), AOKI Takashi (JP)
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) **HỢP CHẤT VÒNG, CHẾ PHẨM DÙNG CHO VẬT LIỆU QUANG HỌC CHỨA HỢP CHẤT NÀY, VẬT LIỆU QUANG HỌC VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU QUANG HỌC**

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất vòng có công thức (1). Sáng chế cũng đề cập đến, theo một phương án, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất vòng có công thức (1) và hợp chất episulfua có công thức (2). Sáng chế còn đề cập đến vật liệu quang học. Theo phương án khác, sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu quang học bao gồm bước, so với tổng lượng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học, bổ sung 0,0001 đến 10% khối lượng chất xúc tác quá trình polyme hóa vào chế phẩm dùng cho vật liệu quang học và chế phẩm dùng cho vật liệu quang học được lưu hóa polyme hóa. Trong công thức (2), m là số nguyên từ 0 đến 4, và n là số nguyên từ 0 đến 2.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp chất vòng và chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất này. Cụ thể hơn là, sáng chế đề cập đến hợp chất vòng và chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất này mà có thể được sử dụng thuận tiện trong các vật liệu quang, ví dụ, thấu kính làm bằng nhựa, lăng kính, sợi quang, bảng lưu trữ thông tin, bộ lọc và vật liệu tương tự, đặc biệt là thấu kính làm bằng nhựa.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thấu kính làm bằng nhựa có trọng lượng nhẹ, có độ bền tuyệt vời và có thể dễ dàng nhuộm. Các đặc tính đặc biệt cần cho thấu kính làm bằng nhựa bao gồm tỷ trọng thấp, độ trong suốt cao, giảm được sắc vàng, các đặc tính quang học như hệ số khúc xạ cao, trị số Abbe cao, tính chịu nhiệt cao và độ bền cao. Hệ số khúc xạ cao cho phép làm mỏng thấu kính trong khi trị số Abbe cao làm giảm sự sai lệch màu sắc của thấu kính.

Gần đây, một số ví dụ sử dụng hợp chất hữu cơ có nguyên tử lưu huỳnh đã được báo cáo nhằm mục đích thu được hệ số khúc xạ cao và trị số Abbe cao. Trong số đó, hợp chất polyepisulfua có nguyên tử lưu huỳnh được biết là có sự cân bằng tốt giữa hệ số khúc xạ và trị số Abbe (tài liệu sáng chế 1). Hơn nữa, vì các hợp chất polyepisulfua có thể phản ứng với các hợp chất khác nhau, nên các chế phẩm của chúng với các hợp chất khác nhau như thioluretan đã được đề xuất để tăng cường các đặc tính vật lý (các tài liệu sáng chế 2-5). Ngoài ra, đối với chế phẩm chứa hợp chất polyepisulfua, vật liệu quang chứa hợp chất vô cơ có nguyên tử lưu huỳnh và/hoặc nguyên tử selen đã được đề xuất với mục tiêu thu được hệ số khúc xạ cao hơn (tài liệu sáng chế 6).

Danh sách trích dẫn tài liệu

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn yêu cầu cấp Bằng độc quyền sáng chế

Nhật Bản chưa thẩm định số H09-110979

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn yêu cầu cấp Bằng độc quyền sáng chế
Nhật Bản chưa thẩm định số H10-298287

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn yêu cầu cấp Bằng độc quyền sáng chế
Nhật Bản chưa thẩm định số 2001-002783

Tài liệu sáng chế 4: Công bố đơn yêu cầu cấp Bằng độc quyền sáng chế
Nhật Bản chưa thẩm định số 2001-131257

Tài liệu sáng chế 5: Công bố đơn yêu cầu cấp Bằng độc quyền sáng chế
Nhật Bản chưa thẩm định số 2002-122701

Tài liệu sáng chế 6: Công bố đơn yêu cầu cấp Bằng độc quyền sáng chế
Nhật Bản chưa thẩm định số 2004-137481

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề cần được giải quyết bởi sáng chế

Tuy nhiên, trong các phương pháp sản xuất vật liệu quang được mô tả ở trên, cụ thể là thấu kính làm bằng nhựa dùng cho kính mắt, đôi khi xảy ra sự giảm hiệu suất do khuyết tật gây ra bởi vết bong lưu lại trên thấu kính được polyme hóa/lưu hóa sau khi tháo khuôn hoặc do lỗi khi tháo khuôn.

Khuyết tật gây ra bởi vết bong lưu lại là khuyết tật mà vết bong lưu lại trên thấu kính khi tháo khuôn sau khi polyme hóa/lưu hóa, làm cho thấu kính không sử dụng được. Khuyết tật do vết bong lưu lại đặc biệt đáng kể đối với các thấu kính phân kỳ có hiệu suất cao hơn, và cần phải cải thiện. Lỗi khi tháo khuôn nghĩa là khả năng tháo khuôn kém và đề cập đến khuyết tật gây ra xước thấu kính khi tháo thấu kính ra khỏi khuôn, làm cho thấu kính không sử dụng được. Lỗi khi tháo khuôn đặc biệt đáng kể trong các thấu kính hội tụ có hiệu suất cao hơn và cần phải cải thiện.

Những khuyết tật này trái ngược với nhau, chỗ thường bong tốt thì có xu hướng dẫn đến khả năng tháo khuôn kém trong khi khả năng tháo khuôn tốt thì có xu hướng dẫn đến bong kém. Do đó, cần phải có phương pháp để kiểm soát và cải thiện những khuyết tật này cùng lúc.

Mục đích của sáng chế là đề xuất một hợp chất có thể cải thiện sự giảm

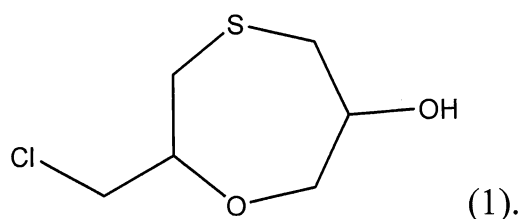
năng suất do khuyết tật của vết bong lưu lại hoặc lỗi khi tháo khuôn của thấu kính, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất nêu trên và hợp chất episulfua, vật liệu quang học, thấu kính quang, và phương pháp sản xuất hợp chất này.

Cách thức giải quyết vấn đề

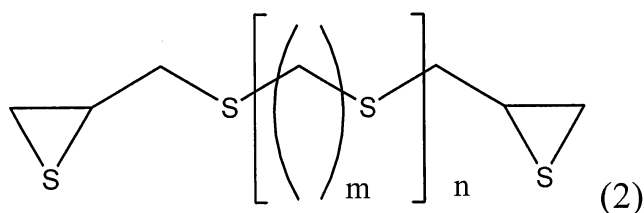
Các tác giả đã tiến hành các nghiên cứu một cách kỹ lưỡng về các trường hợp được mô tả ở trên, và kết quả là đã phát hiện ra rằng những vấn đề được nêu ở trên có thể được giải quyết bằng một chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa một hợp chất cụ thể và hợp chất episulfua, nhờ đó hoàn thành sáng chế.

Cụ thể, sáng chế đề xuất như sau:

1. Hợp chất vòng có công thức (1) dưới đây:



2. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất vòng có công thức (1) theo mục 1 và hợp chất episulfua có công thức (2) dưới đây:



trong đó m là số nguyên từ 0 đến 4 và n là số nguyên từ 0 đến 2.

3. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo mục 2, trong đó lượng hợp chất vòng có công thức (1) ở trên nằm trong khoảng từ 0,001 đến 5,0% khối lượng.

4. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo mục 2 hoặc 3, trong đó chế phẩm này còn chứa polythiol.

5. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục từ 2 đến 4, trong đó chế phẩm này còn chứa lưu huỳnh vô cơ.

6. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo mục 4 hoặc 5, trong đó chế phẩm này còn chứa polyisoxyanat.
7. Chế phẩm lưu hóa được/polyme hóa được chứa chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục từ 2 đến 6 và chất xúc tác quá trình polyme hóa với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 10% khối lượng so với tổng lượng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học.
8. Vật liệu quang thu được bằng cách lưu hóa chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục từ 2 đến 6 hoặc chế phẩm polyme hóa được/lưu hóa được theo mục 7.
9. Thấu kính quang bao gồm vật liệu quang học theo mục 8.
10. Phương pháp sản xuất vật liệu quang học, phương pháp này bao gồm các bước: bổ sung chất xúc tác quá trình polyme hóa với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 10% khối lượng so với tổng lượng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục từ 2 đến 6; và polyme hóa/lưu hóa thành phần thu được.
11. Phương pháp sản xuất vật liệu quang học theo mục 10, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước cho polyme hóa một phần hợp chất episulfua có công thức (2) và lưu huỳnh, trước bước polyme hóa/lưu hóa.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Theo sáng chế, vật liệu quang học dùng làm thấu kính làm bằng nhựa, chẳng hạn, có thể được sản xuất theo cách hiệu quả về mặt công nghiệp trong khi đồng thời ngăn được khuyết tật bong và lỗi khi tháo khuôn gây ra khi polyme hóa/lưu hóa chế phẩm chứa hợp chất episulfua bằng cách bổ sung một hợp chất vòng có công thức (1). Hơn nữa, việc bổ sung hợp chất vòng có công thức (1) cũng cho phép ngăn chặn sự thay đổi độ nhớt trong hợp chất episulfua trong suốt quá trình bảo quản, nhờ đó làm ổn định điều kiện sản xuất.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

Sáng chế đề xuất hợp chất vòng có công thức (1) nêu trên, và chế phẩm vật liệu quang học chứa hợp chất vòng có công thức (1) nêu trên và hợp chất

polyme hóa được. Trong khi các ví dụ về hợp chất polyme hóa được bao gồm hợp chất episulfua, hợp chất vinyl, hợp chất metacrylic, hợp chất acrylic và hợp chất allyl, thì ưu tiên là hợp chất episulfua, và ưu tiên hơn là hợp chất episulfua có công thức (2) nêu trên.

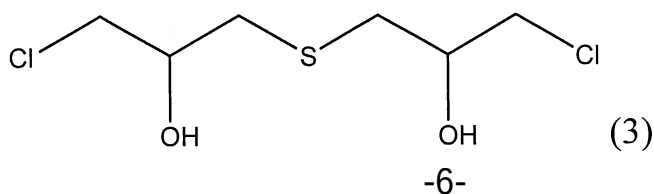
Tỉ lệ hợp chất vòng có công thức (1) nêu trên trong chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo sáng chế ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 5,0% khối lượng, ưu tiên hơn là từ 0,005 đến 3,0% khối lượng và đặc biệt ưu tiên là từ 0,01 đến 2,0% khối lượng. Nếu hợp chất vòng có công thức (1) vượt quá 5,0% khối lượng, thì tính chịu nhiệt và tính chịu sáng có thể bị suy biến và lỗi khi tháo khuôn có thể xảy ra, điều này có thể gây ảnh hưởng xấu đến năng suất của vật liệu quang học. Mặt khác, nếu hợp chất vòng có công thức (1) ít hơn 0,001% khối lượng, sẽ xảy ra khuyết tật bong, có thể gây ảnh hưởng xấu đến năng suất của vật liệu quang học.

Ngoài ra, tỉ lệ hợp chất episulfua có công thức (2) nêu trên trong chế phẩm vật liệu tốt nhất nằm trong khoảng từ 40 đến 99,99% khối lượng, ưu tiên hơn là từ 50 đến 99,99% khối lượng và đặc biệt ưu tiên là từ 60 đến 99,99% khối lượng.

Hợp chất vòng có công thức (1) ở trên sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

Phương pháp sản xuất hợp chất vòng có công thức (1) của sáng chế sẽ được mô tả dưới đây mặc dù phương pháp sản xuất không chỉ giới hạn ở đó.

Theo phương pháp sản xuất hợp chất vòng có công thức (1) của sáng chế: hydro sulfua được cho phản ứng với epichlorhydrin để thu được hợp chất có công thức (3) dưới đây; hợp chất thu được có công thức (3) được cho phản ứng với chất kiềm trong dung môi rượu để cho phép tiến hành phản ứng khử hydrohalogenua nội phân tử; và phần thu được được đưa đi xử lý bằng axit, nhờ đó thu được một hợp chất vòng có công thức (1) là hỗn hợp với hợp chất vòng kín khác hoặc tương tự. Sản phẩm thô này được chiết xuất và được rửa bằng dung môi hữu cơ để tách và tinh chế hợp chất quan tâm, nhờ đó thu được hợp chất vòng có công thức (1).



Phương pháp sản xuất hợp chất có công thức (3) sẽ được mô tả chi tiết.

Hợp chất có công thức (3) có thể thu được nhờ phản ứng giữa hydro sulfua và epichlorhydrin.

Ưu tiên là, chất xúc tác được sử dụng trong phản ứng giữa epichlorhydrin và hydro sulfua. Các ví dụ về chất xúc tác bao gồm các axit vô cơ, các axit hữu cơ, axit Lewis, axit silixic, axit boric, các muối amoni bậc bốn, các bazơ vô cơ và các bazơ hữu cơ. Được ưu tiên là axit hữu cơ, muối amoni bậc bốn hoặc các bazơ vô cơ và ưu tiên hơn là muối amoni bậc bốn và bazơ vô cơ. Các ví dụ cụ thể bao gồm tetrametylamonium clorua, tetrametylamonium bromua, tetrametylamonium axetat, tetraethylamonium clorua, tetraethylamonium bromua, tetraethylamonium axetat, tetrabutylamonium clorua, tetrabutylamonium bromua, tetrabutylamonium axetat, tetrahexylamonium clorua, tetrahexylamonium bromua, tetrahexylamonium axetat, tetraoctylamonium clorua, tetraoctylamonium bromua, tetraoctylamonium axetat, natri hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit và canxi hydroxit. Trong số này, ưu tiên là natri hydroxit, kali hydroxit, và canxi hydroxit.

Mặc dù lượng chất xúc tác được bổ sung không giới hạn cụ thể miễn là nó cho phép phản ứng xảy ra, lượng chất xúc tác được sử dụng ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,00001 đến 0,5 mol và ưu tiên hơn là từ 0,001 đến 0,1 mol trên 1 mol epichlorhydrin. Nếu lượng chất xúc tác này nhỏ hơn 0,00001 mol, phản ứng có thể không xảy ra hoặc trở nên chậm hơn là không thuận lợi và nếu lượng chất xúc tác vượt quá 0,5 mol, phản ứng có thể xảy ra quá nhiều làm cho việc kiểm soát phản ứng khó khăn.

Mặc dù tỉ lệ epichlorhydrin và hydro sulfua không giới hạn cụ thể miễn là phản ứng xảy ra, tỉ lệ mol giữa epichlorhydrin và hydro sulfua (epichlorhydrin/hydro sulfua) ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 8, ưu tiên hơn là từ 0,8 đến 6 và ưu tiên hơn nữa là từ 1,0 đến 4. Nếu tỉ lệ mol nhỏ hơn 0,6 hoặc lớn hơn 8, lượng nguyên liệu thô không phản ứng bị thừa, điều này sẽ không có lợi về mặt kinh tế.

Dung môi có thể được sử dụng hoặc không được sử dụng, nếu được sử dụng, dung môi có thể là nước, rượu, ete, xeton, hydrocacbon thơm hoặc hydrocacbon được halogen hóa. Ví dụ cụ thể bao gồm nước, metanol, etanol, propanol, isopropanol, etylen glycol, dietyl ete, tetrahydrofua, dioxan, metyl

xenlosolve, etyl xenlosolve, butyl xenlosolve, metyl etyl xeton, axeton, benzen, toluen, xylen, dicloetan, clorofom và clobenzen. Trong số này, ưu tiên là nước, metanol hoặc toluen, và đặc biệt ưu tiên là nước hoặc metanol.

Nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn là phản ứng xảy ra, phản ứng được thực hiện ở nhiệt độ ưu tiên là nằm trong khoảng từ 10°C đến 80°C, ưu tiên hơn là từ 5°C đến 50°C và ưu tiên hơn nữa là từ 10°C đến 40°C. Mặc dù thời gian phản ứng không bị giới hạn cụ thể, nhưng thường là dưới 20 giờ. Nếu nhiệt độ dưới -10°C, phản ứng có thể không xảy ra hoặc trở nên chậm hơn, điều này là bất lợi và nhiệt độ vượt quá 80°C, quá trình oligom hóa sẽ xảy ra, nó dẫn đến trọng lượng phân tử cao và điều này là bất lợi.

Phương pháp sản xuất hợp chất vòng có công thức (1) được mô tả sau đây.

Cho hợp chất có công thức (3) phản ứng với chất kiềm và sau đó tiến hành xử lý axit, bằng cách này thu được hợp chất vòng có công thức (1) là hỗn hợp với các sản phẩm phụ khác.

Ví dụ cụ thể về chất kiềm được phản ứng với hợp chất có công thức (3) bao gồm các hydroxit của amoniac, các kim loại kiềm và các kim loại kiềm thổ, các cacbonat của các kim loại kiềm và các kim loại kiềm thổ, các hydro cacbonat của các kim loại kiềm, và các muối amoni của các kim loại kiềm và các kim loại kiềm thổ. Các chất này có thể được sử dụng dưới dạng dung dịch nước. Chất kiềm ưu tiên là natri hydroxit, kali hydroxit, canxi hydroxit, natri cacbonat, kali cacbonat, amoni cacbonat, natri hydro cacbonat hoặc kali hydro cacbonat, và ưu tiên hơn là natri hydroxit và kali hydroxit.

Mặc dù lượng chất kiềm được sử dụng có thể không được xác định tuyệt đối, thông thường nằm trong khoảng từ 0,20 đến 2,0, ưu tiên là từ 0,50 đến 1,5 và ưu tiên hơn là từ 0,70 đến 1,0 đương lượng chất kiềm được sử dụng so với đương lượng hợp chất có công thức (3). Một lượng nhỏ hoặc một lượng lớn chất kiềm sẽ dẫn đến giảm năng suất.

Dung môi được ưu tiên sử dụng trong phản ứng. Trong trường hợp này dung môi không bị giới hạn cụ thể và bất kỳ dung môi nào cũng có thể được sử

dụng, nhưng ưu tiên là nước, rượu, ete, xeton, hydrocacbon béo, hydrocacbon thơm hoặc hydrocacbon được halogen hóa. Các dung môi này có thể được sử dụng một mình hoặc sử dụng ở dạng hỗn hợp. Ví dụ cụ thể về rượu bao gồm etanol, propanol, isopropanol và etylen glycol; ví dụ cụ thể về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofua và dioxan; ví dụ cụ thể về xeton bao gồm metyl xenlosolve, etyl xenlosolve, butyl xenlosolve, metyl etyl xeton và axeton; ví dụ cụ thể về hydrocacbon béo bao gồm hexan, heptan và octan; ví dụ cụ thể về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen và xylen; và ví dụ cụ thể hydrocacbon được halogen hóa bao gồm dicloetan, clorofom và clobenzen. Ưu tiên hơn, dung môi là nước hoặc rượu, ví dụ cụ thể là nước, metanol, propanol và isopropanol. Đặc biệt ưu tiên dung môi là metanol.

Mặc dù lượng dung môi không bị giới hạn cụ thể, nhưng thường nằm trong khoảng từ 10 đến 10000 phần theo khối lượng, ưu tiên là từ 100 đến 5000 phần theo khối lượng và ưu tiên hơn là từ 500 đến 1000 phần theo khối lượng so với 100 phần theo khối lượng của hợp chất có công thức (3).

Nhiệt độ phản ứng ưu tiên là -5°C hoặc thấp hơn, ưu tiên hơn là -10°C hoặc thấp hơn và ưu tiên hơn nữa là -15°C hoặc thấp hơn. Thời gian phản ứng không giới hạn cụ thể. Nhiệt độ phản ứng cao sẽ làm giảm tính chọn lọc phản ứng đối với hợp chất vòng có công thức (1) và làm giảm hiệu suất của hợp chất vòng có công thức (1).

Ngoài ra, để phép phản ứng, hợp chất có công thức (3) có thể cho chảy nhỏ giọt vào hỗn hợp dung môi của dung dịch nước của dung môi hữu cơ và hợp chất nền.

Hơn nữa, axit được bổ sung vào dung dịch phản ứng thu được để cho phép phản ứng, và sau đó dung môi hữu cơ được bổ sung để chiết, nhờ đó thu được sản phẩm thô chứa hợp chất vòng có công thức (1). Mặc dù axit không bị giới hạn cụ thể và bất kỳ axit nào cũng có thể được sử dụng, nhưng ưu tiên là axit sunfuric, axit hydrocloric, axit nitric và axit axetic, và ưu tiên hơn là axit sunfuric và axit hydrocloric. Sản phẩm thô này được rửa bằng nước, và được tinh chế bằng quá trình chưng cất, tinh chế cột hoặc tương tự, bằng cách này thu được hợp chất vòng có công thức (1).

Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo sáng chế khác biệt bởi chứa hợp chất vòng có công thức (1) nêu trên, trong đó một lượng định trước của hợp chất vòng có công thức (1) nêu trên ưu tiên là được bổ sung từ trước vào hợp chất episulfua có công thức (2) như mô tả ở trên là hợp chất polyme hóa được. Bằng cách bổ sung hợp chất vòng có công thức (1) nêu trên vào hợp chất episulfua có công thức (2) trước khi lưu trữ phần thu được, có thể ngăn chặn được sự thay đổi độ nhớt trong quá trình bảo quản, và vì vậy các điều kiện sản xuất vật liệu quang học có thể được ổn định.

Trong chế phẩm dùng cho vật liệu quang học của sáng chế, hợp chất episulfua có công thức (2) có thể được sử dụng làm hợp chất polyme hóa được. Ví dụ cụ thể về hợp chất episulfua có công thức (2) bao gồm các episulfua như là bis(β -epitiopropyl)sulfua, bis(β -epitiopropyl)disulfua, bis(β -epitiopropyl thiol)metan, 1,2-bis(β -epitiopropyl thiol)etan, 1,3-bis(β -epitiopropyl thiol)propan và 1,4-bis(β -epitiopropyl thiol)butan. Hợp chất episulfua có công thức (2) có thể được sử dụng một mình hoặc hai hoặc nhiều dạng trong số chúng có thể được sử dụng dưới dạng hỗn hợp.

Trong số đó, hợp chất được ưu tiên là bis(β -epitiopropyl)sulfua (trong công thức (2), $n = 0$) hoặc bis(β -epitiopropyl)disulfua (trong công thức (2), $m = 0$ và $n = 1$), và ưu tiên nhất là bis(β -epitiopropyl)sulfua (trong công thức (2), $n = 0$).

Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học của sáng chế chứa hợp chất polythiol như một hợp chất polyme hóa được để cải thiện sắc thái màu của nhựa thu được khi gia nhiệt. Lượng hợp chất polythiol thường nằm trong khoảng từ 1 đến 25% khối lượng, ưu tiên là từ 2 đến 25% khối lượng và đặc biệt ưu tiên là từ 5 đến 20% khối lượng, với điều kiện là tổng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học là 100% khối lượng. Nếu lượng hợp chất polythiol nhỏ hơn 1% khối lượng, sự vàng hóa có thể xảy ra khi đúc thấu kính và nếu lượng này vượt quá 25% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tính chịu nhiệt có thể kém đi. Hợp chất polythiol có thể được dùng một mình hoặc hai hoặc nhiều loại trong số này có thể được sử dụng dưới dạng hỗn hợp cho sáng chế.

Ví dụ cụ thể về hợp chất polythiol bao gồm metandithiol, metantrithiol, 1,2-dimecaptoetan, 1,2-dimecaptopropan, 1,3-dimecaptopropan,

2,2-dimecaptopropan, 1,4-dimecaptobutan, 1,6-dimecaptohexan,
 bis(2-mecaptoetyl)ete, bis(2-mecaptoetyl)sulfua, 1,2-bis(2-mecaptoetyloxy)etan,
 1,2-bis(2-mecaptoetyl thiol)etan, 2,3-dimecapto-1-propanol,
 1,3-dimecapto-2-propanol, 1,2,3-trimecaptopropan,
 2-mecaptometyl-1,3-dimecaptopropan, 2-mecaptometyl-1,4-dimecaptobutan,
 2-(2-mecaptoetyl thiol)-1,3-dimecaptopropan,
 4-mecaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan,
 2,4-dimecaptometyl-1,5-dimecapto-3-tiapentan,
 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-tritiaundecan,
 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-tritiaundecan,
 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-tritiaundecan,
 1,1,1-tris(mecaptometyl)propan, tetrakis(mecaptometyl)metan, etylen glycol
 bis(2-mecaptoaxetat), etylen glycol bis(3-mecaptopropionat), dietylen glycol
 bis(2-mecaptoaxetat), dietylen glycol bis(3-mecaptopropionat), 1,4-butandiol
 bis(2-mecaptoaxetat), 1,4-butandiol bis(3-mecaptopropionat), trimetylolpropan
 tristioglycolat, trimetylolpropan trimecaptopropionat, pentaerytritol tetrakis
 thiolglycolat, pentaerytritol tetrakis mecaptopropionat,
 1,2-dimecaptocyclohexan, 1,3-dimecaptocyclohexan, 1,4-dimecaptocyclohexan,
 1,3-bis(mecaptometyl)cyclohexan, 1,4-bis(mecaptometyl)cyclohexan,
 2,5-dimecaptometyl-1,4-ditian, 2,5-dimecaptometyl-1,4-ditian,
 2,5-bis(2-mecaptoetyl thiolmetyl)-1,4-ditian, 2,5-dimecaptometyl-1-tian,
 2,5-dimecaptoetyl-1-tian, 2,5-dimecaptometyl thiolphen, 1,2-dimecaptobenzen,
 1,3-dimecaptobenzen, 1,4-dimecaptobenzen, 1,3-bis(mecaptometyl)benzen,
 1,4-bis(mecaptometyl)benzen, 2,2'-dimecaptobiphenyl, 4, 4'-dimecaptobiphenyl,
 bis(4-mecaptophenyl)metan, 2,2-bis(4-mecaptophenyl)propan,
 bis(4-mecaptophenyl)ete, bis(4-mecaptophenyl)sulfua,
 bis(4-mecaptophenyl)sunfon, bis(4-mecaptometylphenyl)metan,
 2,2-bis(4-mecaptometylphenyl)propan, bis(4-mecaptometylphenyl)ete,
 bis(4-mecaptometylphenyl)sulfua, 2,5-dimecapto-1,3,4-thiadiazole,
 3,4-tiophenditiol, và 1,1,3,3-tetrakis(mecaptometyl thiol)propan.

Trong số các hợp chất này, các ví dụ được ưu tiên cụ thể là

bis(2-mecaptoetyl)sulfua, 2,5-dimecaptometyl-1,4-ditian,
 1,3-bis(mecaptometyl)benzen, 1,4-bis(mecaptometyl)benzen,
 4-mecaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan, 4,8-dimecaptometyl-1,
 11-dimecapto-3,6,9-tritiaundecan, 4,7-dimecaptometyl-1,
 11-dimecapto-3,6,9-tritiaundecan, 5,7-dimecaptometyl-1,
 11-dimecapto-3,6,9-tritiaundecan, 1,1,3,3-tetrakis(mecaptometyl thiol)propan,
 pentaerythritol tetrakis mecaptopropionat, pentaerythritol tetrakis thioglycolat,
 trimetylolpropan tristioglycolat và trimetylolpropan trismecaptopropionat, các ví
 dụ được ưu tiên hơn là bis(2-mecaptoetyl)sulfua,
 2,5-bis(2-mecaptometyl)-1,4-ditian,
 4-mecaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan, 1,3-bis(mecaptometyl)benzen,
 pentaerythritol tetrakis mecaptopropionat và pentaerythritol tetrakis thioglycolat,
 và các hợp chất đặc biệt ưu tiên là bis(2-mecaptoetyl)sulfua,
 2,5-dimecaptometyl-1,4-ditian và
 4-mecaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan.

Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học của sáng chế có thể chứa lưu huỳnh. Lượng lưu huỳnh thường được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 40 phần theo khối lượng, ưu tiên là từ 0,5 đến 30 phần theo khối lượng và đặc biệt ưu tiên là từ 1 đến 25 phần theo khối lượng, với điều kiện là tổng lượng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học là 100 phần theo khối lượng.

Lưu huỳnh được dùng trong sáng chế này có thể ở bất kỳ dạng nào. Cụ thể, lưu huỳnh ở dạng bột mịn, lưu huỳnh ở dạng keo, lưu huỳnh ở dạng kết tủa, lưu huỳnh ở dạng tinh thể, lưu huỳnh được thăng hoa và tương tự, và ưu tiên là ở dạng bột mịn có các hạt nhỏ.

Lưu huỳnh được dùng trong sáng chế này có thể sản xuất bằng bất kỳ phương pháp nào. Phương pháp sản xuất lưu huỳnh có thể sử dụng phương pháp tinh chế từ lưu huỳnh tự nhiên bằng cách thăng hoa, thu lưu huỳnh nằm dưới lòng đất bằng giải pháp khai thác mỏ, thu hồi sử dụng, là nguyên liệu thô, hydro sulfua hoặc tương tự thu được trong quá trình loại lưu huỳnh trong dầu mỏ hoặc khí tự nhiên. Bất kỳ phương pháp sản xuất nào cũng có thể được sử dụng.

Ưu tiên là, kích cỡ hạt lưu huỳnh được dùng trong sáng chế nhỏ hơn kích

thước lỗ sàng cỡ 10, cụ thể, lưu huỳnh ở dạng bột mịn nhỏ hơn kích thước lỗ sàng cỡ 10. Nếu kích cỡ của hạt lưu huỳnh lớn hơn kích thước lỗ sàng cỡ 10, lưu huỳnh khó hòa tan hoàn toàn, trong trường hợp này phản ứng không thuận lợi hoặc tương tự có thể xảy ra ở bước đầu và gây ra các khuyết tật. Kích cỡ của hạt lưu huỳnh ưu tiên hơn là nhỏ hơn kích thước lỗ sàng cỡ 30, và ưu tiên hơn là nhỏ hơn kích thước lỗ sàng cỡ 60.

Độ tinh khiết của lưu huỳnh được sử dụng cho sáng chế này ưu tiên là 98% hoặc lớn hơn, ưu tiên hơn là 99,0% hoặc lớn hơn, ưu tiên hơn là 99,5% hoặc lớn hơn và ưu tiên là 99,9% hoặc lớn hơn. Nếu độ tinh khiết của lưu huỳnh là 98% hoặc lớn hơn, thì màu sắc của vật liệu quang học thu được sẽ được cải thiện so với trường hợp độ tinh khiết nhỏ hơn 98%.

Nếu lưu huỳnh được sử dụng, thì tốt nhất cho lưu huỳnh phản ứng sơ bộ với hợp chất episulfua sao cho lưu huỳnh được trộn đồng chất. Các điều kiện cho phản ứng polyme hóa sơ bộ này tốt nhất nằm trong khoảng từ -10°C đến 120°C trong khoảng từ 0,1 đến 240 giờ, ưu tiên hơn là từ 0 đến 100°C trong khoảng từ 0,1 đến 120 giờ và đặc biệt ưu tiên là từ 20 đến 80°C trong khoảng từ 0,1 đến 60 giờ. Chất xúc tác có thể được dùng một cách hiệu quả để cho phép phản ứng sơ bộ xảy ra, trong đó các ví dụ thích hợp bao gồm 2-mecapto-1-metylimidazol, triphenylphosphin, 3,5-dimethylpyrazol, N-xyclohexyl-2-benzotiazolylsulfonamid, dipentametylenitiuram tetrasulfua, tetrabutylitiuram disulfua, tetraethylitiuram disulfua, 1,2,3-triphenylguanidin, 1,3-diphenylguanidin, 1,1,3,3-tetrametylguanidin, aminoguanidin ure, trimetyl thiolure, tetraetyl thiolure, dimetyetyl thiolure, kẽm dibutylditiocacbammat, kẽm dibenzyliditiocacbammat, kẽm dietylditiocacbammat, kẽm dimetylditiocacbammat và pipicolium pipecolylditiocacbammat. Ngoài ra, lưu huỳnh được sử dụng bằng phản ứng polyme hóa sơ bộ ưu tiên là 10% hoặc lớn hơn (với điều kiện trước khi phản ứng lưu huỳnh là 100%), và ưu tiên hơn là 20% hoặc cao hơn. Phản ứng sơ bộ này có thể được thực hiện ở bất kỳ môi trường nào ví dụ như môi trường không khí, trong khí trơ như nitơ hoặc trong điều kiện kín ở áp suất bình thường, áp suất tăng hoặc giảm. Tại đây có thể sử dụng sắc ký lỏng hoặc khúc xạ kế để phát hiện mức độ tiến triển của phản ứng sơ bộ này.

Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học của sáng chế có thể chứa hợp chất polyisoxyanat là hợp chất polyme hóa được để tăng độ bền của nhựa thu được. Hàm lượng của hợp chất polyisoxyanat thường là 1 đến 25% khối lượng, ưu tiên là 2 đến 25% khối lượng và đặc biệt ưu tiên là 5 đến 20% khối lượng, với điều kiện tổng lượng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học là 100% khối lượng. Nếu hàm lượng của hợp chất polyisoxyanat ít hơn 1% khối lượng, độ bền có thể giảm nếu hàm lượng vượt quá 25% khối lượng hoặc ít hơn, màu sắc có thể bị kém đi. Hợp chất polyisoxyanat có thể được dùng một mình hoặc hai hoặc nhiều loại trong số này có thể được sử dụng dưới dạng hỗn hợp cho sáng chế.

Ví dụ cụ thể về hợp chất polyisoxyanat bao gồm dietylen diisoxyanat, tetrametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, trimetylhexametylen diisoxyanat, xyclohexan diisoxyanat, 1,3-bis(metyl isoxyanat)xyclohexan, 1,4-bis(metyl isoxyanat)xyclohexan, isophoron diisoxyanat, 2,6-bis(metyl isoxyanat)decahydronaphtalen, lysine triisoxyanat, tolylendiisoxyanat, o-tolidin diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat, diphenylete diisoxyanat, 3-(2'-xyclohexyl isoxyanat)propyl isoxyanat, isopropyliden bis(xyclohexyl isoxyanat), 2,2'-bis(4-isoxyanatphenyl)propan, triphenylmetan triisoxyanat, bis(diisoxyanat tolyl)phenylmetan, 4,4',4''-triisoxyanat-2,5-dimetoxy phenylamin, 3,3'-dimetoxy benzidin-4,4'-diisoxyanat, 1,3-phenylen diisoxyanat, 1,4-phenylen diisoxyanat, 4,4'-diisoxyanatbiphenyl, 4,4'-diisoxyanat-3,3'-dimetylbiphenyl, dixyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat, 1,1'-metylenbis(4-isoxyanatbenzen), 1,1'-metylenbis(3-metyl-4-isoxyanatbenzen), m-xylylen diisoxyanat, p-xylylen diisoxyanat, m-tetrametyl xylylen diisoxyanat, p-tetrametyl xylylen diisoxyanat, 1,3-bis(2-isoxyanat-2-propyl)benzen, 2,6-bis(metyl isoxyanat)naphtalen, 1,5-diisoxyanat, bis(metyl isoxyanat)tetrahydrodixyclopentadien, bis(metyl naphtalen isoxyanat)dixyclopentadien, bis(metyl isoxyanat)tetrahydrotiophen, bis(metyl isoxyanat)norbornen, bis(metyl isoxyanat)adamantan, thioldietyl diisoxyanat, thioldipropyl diisoxyanat, thioldihexyl diisoxyanat, bis[(4-metyl isoxyanat)phenyl]sulfua, 2,5-diisoxyanat-1,4-ditian, 2,5-metyl diisoxyanat-1,4-ditian, 2,5-metyl diisoxyanat thiolphen, ditiodietyl diisoxyanat

và ditioldipropyl diisoxyanat.

Tuy nhiên, các hợp chất polyisoxyanat được dự định của sáng chế này không bị giới hạn ở các ví dụ này. Ngoài ra, chúng còn có thể được dùng một mình hoặc hai hoặc nhiều loại trong số này có thể được sử dụng dưới dạng hỗn hợp.

Các ví dụ cụ thể được ưu tiên trong số chúng là isophoron diisoxyanat, tolylendiisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, m-xylylen diisoxyanat, p-xylylen diisoxyanat, m-tetrametyl xylylen diisoxyanat, p-tetrametyl xylylen diisoxyanat, 1,3-bis(metyl isoxyanat)xyclohexan, 1,4-bis(metyl isoxyanat)xyclohexan, bis(metyl isoxyanat)norbornen và 2,5-metyl diisoxyanat-1,4-ditian, các hợp chất được ưu tiên trong số đó là isophoron diisoxyanat, tolylendiisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, 1,3-bis(metyl isoxyanat)xyclohexan và m-xylylen diisoxyanat, và các hợp chất đặc biệt ưu tiên là isophoron diisoxyanat, m-xylylen diisoxyanat và 1,3-bis(metyl isoxyanat)xyclohexan.

Hơn nữa, tỷ lệ của các nhóm SH của hợp chất polythiol so với các nhóm NCO của hợp chất polyisoxyanat, tức là, nhóm SH/nhóm NCO, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 2,5, ưu tiên hơn là từ 1,25 đến 2,25 và ưu tiên hơn là 1,5 đến 2,0. Nếu tỷ lệ được mô tả ở trên dưới 1,0, có thể gây ra sự vàng hóa khi đúc thấu kính và nếu tỷ lệ vượt quá 2,5, sức chịu nhiệt có thể bị suy biến.

Chất xúc tác quá trình polyme hóa được ưu tiên bổ sung khi polyme hóa/lưu hóa chế phẩm dùng cho vật liệu quang học của sáng chế để thu được vật liệu quang học. Chế phẩm theo sáng chế có thể là chế phẩm lưu hóa được/ polyme hóa được chứa chế phẩm dùng cho vật liệu quang học và chất xúc tác quá trình polyme hóa. Để làm chất xúc tác quá trình polyme hóa, amin, phosphin hoặc muối oni có thể được sử dụng, đặc biệt là muối oni, ưu tiên là muối amoni bậc bốn, muối phosphoni bậc bốn, muối sulfoni bậc ba hoặc muối iodon bậc 2, ưu tiên hơn là muối amoni bậc bốn hoặc muối phosphoni bậc bốn mà có khả năng tương thích tốt với chế phẩm dùng cho vật liệu quang học, và tốt hơn nữa là muối phosphoni bậc bốn. Các ví dụ ưu tiên hơn về chất xúc tác quá trình polyme hóa bao gồm các muối amoni bậc bốn như tetra-n-butylamoni bromua, trietylbenzylamoni clorua,

xetyldimethylbenzylamoni clorua và 1-n-dodexylpyridium clorua và các muối phosphoni bậc bốn như tetra-n-butylphosphoni bromua và tetraphenylphosphoni bromua. Trong số chúng, chất xúc tác quá trình polyme hóa được ưu tiên hơn nữa là tetra-n-butylamoni bromua, trietylbenzylamoni clorua hoặc tetra-n-butylphosphoni bromua.

Lượng chất xúc tác quá trình polyme hóa được bổ sung không thể dễ dàng xác định vì nó có thể thay đổi phụ thuộc vào thành phần và tỷ lệ hỗn hợp của hợp chất cũng như phương pháp polyme hóa/lưu hóa, nhưng thường là 0,0001 đến 10% khối lượng, ưu tiên là từ 0,001 đến 5% khối lượng, ưu tiên hơn là 0,01 đến 1% khối lượng và ưu tiên nhất là 0,01 đến 0,5% khối lượng, với điều kiện tổng lượng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học là 100% khối lượng (lượng không có chất xúc tác quá trình polyme hóa). Nếu lượng chất xúc tác quá trình polyme hóa được bổ sung nhiều hơn 10% khối lượng, quá trình polyme hóa có thể xảy ra nhanh chóng. Mặt khác, nếu lượng chất xúc tác quá trình polyme hóa được bổ sung ít hơn 0,0001% khối lượng, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học có thể không được lưu hóa đầy đủ và tính chịu nhiệt có thể kém.

Tất nhiên, chất phụ gia như chất hấp thụ tia cực tím, chất hóa xanh hoặc chất nhuộm màu có thể được bổ sung vào chế phẩm dùng cho vật liệu quang học khi sản xuất vật liệu quang học bằng phương pháp sản xuất của sáng chế sao cho nâng cao tiện ích của vật liệu quang học thu được.

Các ví dụ được ưu tiên về chất hấp thụ tia cực tím bao gồm các hợp chất gốc benzotriazon, trong đó các hợp chất đặc biệt ưu tiên là

2-(2-hydroxy-5-metylphenyl)-2H-benzotriazon,
5-clo-2-(3,5-di-tert-butyl-2-hydroxyphenyl)-2H-benzotriazon,
2-(2-hydroxy-4-octylphenyl)-2H-benzotriazon, 2-(2-hydroxy-4-metoxi phenyl)-2H-benzotriazon, 2-(2-hydroxy-4-etoxi phenyl)-2H-benzotriazon,
2-(2-hydroxy-4-butoxyphenyl)-2H-benzotriazon,
2-(2-hydroxy-4-octyloxyphenyl)-2H-benzotriazon và
2-(2-hydroxy-5-tert-octylphenyl)-2H-benzotriazon.

Lượng chất hấp thụ tia cực tím được bổ sung thông thường nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5% khối lượng so với tổng là 100% khối lượng chế phẩm

dùng cho vật liệu quang học.

Nếu cần, chất cải biến polyme có thể được bổ sung khi polyme hóa/lưu hóa chế phẩm dùng cho vật liệu quang học với mục đích kéo dài tuổi thọ, phân tán nhiệt trong quá trình polyme hóa và các mục đích khác. Các ví dụ về chất cải biến polyme bao gồm halogenua trong các nhóm từ 13 đến 16 của bảng tuần hoàn. Trong số chúng, halogenua của silic, germani, thiếc và antimon là được ưu tiên, và các clorua của germani, thiếc và antimony có nhóm alkyl là được ưu tiên hơn. Các hợp chất ưu tiên hơn là dibutyltin diclorua, butyltin triclорua, dioctyltin diclorua, octyltin triclорua, dibutyl diclo germani, butyl triclo germani, diphenyl diclo germani, phenyl triclo germani và triphenyl antimondiclorua, và hợp chất ưu tiên là dibutyltin diclorua. Chất cải biến polyme có thể được dùng một mình hoặc hai hoặc nhiều loại trong số này được sử dụng dưới dạng hỗn hợp.

Lượng chất cải biến polyme được bổ sung nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 5,0% khối lượng, ưu tiên là từ 0,0005 đến 3,0% khối lượng và ưu tiên hơn là 0,001 đến 2,0% khối lượng, với điều kiện tổng lượng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học là 100% khối lượng. Nếu lượng chất cải biến polyme được bổ sung ít hơn 0,0001% khối lượng, thì sẽ không đảm bảo đủ tuổi thọ vật liệu quang học thu được và nếu lượng chất cải biến polyme được bổ sung nhiều hơn 5,0% khối lượng, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học không được lưu hóa hóa đủ và tính chịu nhiệt của vật liệu quang học thu được có thể bị suy biến.

Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học hoặc chế phẩm polyme hóa được/lưu hóa được thu được như mô tả ở trên được bơm vào khung có hình dạng như khuôn và được polyme hóa để tạo thành vật liệu quang học.

Để cải tiến chất lượng của vật liệu quang học theo sáng chế, các tạp chất tốt nhất được lọc và được loại bỏ bằng bộ lọc hoặc tương tự có đường kính lỗ khoảng từ 0,1 đến 5 μm khi bơm chế phẩm của sáng chế vào khuôn.

Chế phẩm của sáng chế thường được polyme hóa như sau. Cụ thể, thời gian lưu hóa thường nằm trong khoảng từ 1 đến 100 giờ và nhiệt độ lưu hóa thường nằm trong khoảng từ -10°C đến 140°C . Quá trình polyme hóa được thực hiện bằng bước duy trì nhiệt độ polyme hóa được định trước trong khoảng thời gian nhất định, bước tăng nhiệt độ từ $0,1^{\circ}\text{C}$ đến 100°C /giờ, bước giảm nhiệt độ từ 100°C

xuống $0,1^{\circ}\text{C}/\text{giờ}$, hoặc bằng sự kết hợp giữa các bước này.

Ngoài ra, kết thúc quá trình lưu hóa, vật liệu quang học thu được ưu tiên là được ủ ở nhiệt độ từ 50 đến 150°C trong khoảng 10 phút đến 5 giờ để loại bỏ sự biến dạng của vật liệu quang học của sáng chế này. Nếu cần, vật liệu quang học thu được có thể tiếp tục được xử lý bề mặt như nhuộm, phủ cứng, phủ chống va đập, chống phản xạ, chống trầy xước hoặc tương tự.

Vật liệu quang học theo sáng chế này có thể được sử dụng có lợi làm thấu kính quang. Vì thấu kính quang được sản xuất bằng cách sử dụng chế phẩm của sáng chế này thì tính ổn định, màu sắc, tính chịu sáng và độ trong suốt là tuyệt vời, nên nó có thể được sử dụng và cực kỳ hữu ích trong các lĩnh vực mà thường sử dụng các thấu kính thủy tinh có hệ số khúc xạ cao như kính thiên văn, ống nhòm và máy chiếu cho truyền hình. Nếu cần, ưu tiên là được sử dụng dưới dạng thấu kính phi cầu. Vì một thấu kính phi cầu có khả năng tạo ra quang sai cầu về cơ bản là không với thấu kính đơn, nên không cần phải loại bỏ quang sai cầu với sự kết hợp của nhiều thấu kính hình cầu, do đó có thể thực hiện được việc giảm trọng lượng và chi phí sản xuất. Vì vậy, thấu kính phi cầu là đặc biệt hữu ích, trong số các thấu kính quang, làm thấu kính dùng cho máy ảnh.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, nội dung của sáng chế sẽ được mô tả bằng ví dụ và các ví dụ so sánh, nhưng chế sáng không bị giới hạn bởi các ví dụ này.

1. Phương pháp đánh giá vết bong

Khuyết tật của vết bong lưu lại ở mỗi vật liệu quang học thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh dưới đây được đánh giá bởi các phương pháp sau.

Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học được bơm vào khuôn thấu kính -10D được làm từ hai tấm kính và bằng keo và có độ dày cạnh 15mm và đường kính khuôn 75mm để cho phép polyme hóa/lưu hóa theo phương pháp được mô tả trong các ví dụ. Sản phẩm thu được được để nguội, được tháo ra khỏi khuôn và ủ ở nhiệt độ 110°C trong 60 phút. Sau đó, trạng thái mặt ngoài được quan sát trực quan. Một trăm thấu kính cho mỗi chế phẩm dùng cho vật liệu quang học đã được tạo ra, và chúng được đánh giá là "A" khi không có thấu kính nào có vết bong, là

"B" khi từ 1 đến 10 thấu kính có vết bong và là "C" khi 10 thấu kính hoặc nhiều hơn có vết bong. "A" và "B" được coi là được chấp nhận.

2. Phương pháp đánh giá khả năng tháo khuôn

Các thấu kính hội tụ có độ dày cạnh 7mm, độ dày trung tâm 7,5mm, đường kính khuôn 70mm và đường cong cơ sở 10,25D đã được tạo ra theo phương pháp được mô tả trong các ví dụ để đánh giá khả năng tháo khuôn sau khi polyme hóa/lưu hóa. Những thấu kính này có thể tháo được dễ dàng sẽ được đánh giá là "A", những thấu kính có thể tháo được sẽ được đánh giá là "B" và những thấu kính khó tháo sẽ được đánh giá là "C". "A" và "B" được coi là được chấp nhận.

3. Phương pháp đánh giá tính ổn định độ nhớt trong quá trình bảo quản

2-clometyl- [1,4] oxatiepan-6-ol là hợp chất vòng có công thức (1) của sáng chế này được bổ sung vào hợp chất episulfua là thành phần chính trong chế phẩm dùng cho vật liệu quang học và duy trì trong môi trường nitơ ở 40°C trong một tuần để theo dõi sự thay đổi độ nhớt. Hợp chất này được đánh giá là "A" khi sự gia tăng độ nhớt sau khi bảo quản là ít hơn 5 mPa • s, là "B" khi sự gia tăng độ nhớt sau khi bảo quản là 5 hoặc nhiều hơn nhưng dưới 10 mPa • s, và là "C" khi sự gia tăng độ nhớt sau khi bảo quản là 10 mPa • s trở lên. "A" và "B" được coi là được chấp nhận.

Ví dụ 1: Điều chế 2-clometyl-[1,4]oxatiepan-6-ol

185g (2,0mol) epichlorhydrin, 30g nước, 5g metanol và 1,5g dung dịch nước natri hydroxit 32% được cho vào bình có hình quả cà có ba cổ được trang bị nhiệt kế và ống sục khí, và được khuấy trong khi sục 35g (1,0mol) hydro sulfua vào đó và duy trì nhiệt độ chất lỏng này từ 5 đến 15°C, nhờ đó thu được 210g (0,96mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl) sulfua.

210g (0,96 mol) của sulfua bis(3-clo-2-hydroxypropyl) thu được được cho chảy nhỏ giọt vào dung dịch hỗn hợp gồm 200g dung dịch nước natri hydroxit 32%, 200g nước và 600g metanol, trong khi vẫn duy trì nhiệt độ phản ứng ở -15°C. Sau đó, dung dịch phản ứng được đưa trở lại nhiệt độ trong phòng, 490g axit sunfuric 20% được nhỏ giọt vào đó. Bổ sung 1000g toluen vào để chiết.

Các lớp hữu cơ thu được được rửa bằng nước và dung môi được chưng cất. Sau đó, chế phẩm được tinh chế bằng cột ODS, nhờ đó thu được 5,4g (0,03mol) của 2-clometyl-[1,4] oxatiepan-6-ol là hợp chất vòng có công thức (1).

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): 1,3ppm (1H), 2,0ppm (1H), 2,6ppm (4H), 3,4ppm (1H), 3,5ppm (4H), 3,8ppm (1H)

$^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3): 35ppm, 37ppm, 49ppm, 73ppm, 74ppm, 80ppm

Các ví dụ từ 2 đến 7

Bis(β -epitiopropyl)sulfua (sau đây được gọi là "hợp chất a-1") là hợp chất episulfua có công thức (2) được trộn với 2-clometyl-[1,4]oxatiepan-6-ol (sau đây gọi là "hợp chất b") thu được ở ví dụ 1 là hợp chất vòng có công thức (1) với số lượng được chỉ ra trong Bảng 1 để thu 100% khối lượng. Bổ sung vào đó 1,0% khối lượng là 2- (2-hydroxy-5-t-octylphenyl)-2H-benzotriazon làm chất hấp thu tia cực tím và 0,05% khối lượng là tetra-n-butylphosphoni bromua làm chất xúc tác quá trình polyme hóa, và trộn kỹ ở nhiệt độ 20°C để đồng nhất. Sau đó, hợp chất thu được được khử khí ở chân không ở mức 1,3 kPa, được lọc với bộ lọc PTFE 1- μm , và được bơm vào khuôn thấu kính -10D và khuôn thấu kính hội tụ với đường cong cơ sở là 10,25D. Nhiệt độ được duy trì ở 30°C trong 10 giờ, tăng lên 100°C trong khoảng thời gian là 10 giờ, và cuối cùng được duy trì ở 100°C trong một giờ để polyme hóa/lưu hóa. Sau khi polyme hóa/lưu hóa, các thấu kính này đã được tháo khỏi khuôn để đánh giá khả năng bong và khả năng tháo khuôn. Kết quả đánh giá được trình bày trong Bảng 1.

Các ví dụ 8 và 9

Cách thức tương tự như ví dụ 2 được thực hiện để đánh giá khả năng tháo khuôn và bong ngoài trừ bis(β -epitiopropyl)disulfua (sau đây gọi là "hợp chất a-2") được sử dụng làm hợp chất a (hợp chất có công thức (2)) và lượng hỗn hợp là như được chỉ ra trong Bảng 1. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 1.

Các ví dụ so sánh 1 và 2

Cách thức tương tự như ví dụ 2 và 8 được thực hiện để đánh giá khả năng tháo khuôn và bong ngoài trừ dạng hợp chất và các lượng hợp chất a (hợp chất có công thức (2)) và lượng hợp chất b (hợp chất có công thức (1)) như được chỉ ra

trong Bảng 1. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

	Hợp chất a: % khối lượng	Hợp chất b% khối lượng	Đánh giá về khả năng tháo khuôn	Đánh giá về khả năng bong
Ví dụ 2	a-1: 99,8	0,2	A	A
Ví dụ 3	a-1: 99,5	0,5	A	A
Ví dụ 4	a-1: 98,4	1,6	A	A
Ví dụ 5	a-1: 95,5	4,5	B	A
Ví dụ 6	a-1: 93,0	7,0	C	A
Ví dụ 7	a-1: 90,0	10,0	C	A
Ví dụ 8	a-2: 99,8	0,2	A	A
Ví dụ 9	a-2: 98,4	1,6	A	A
Ví dụ so sánh 1	a-1: 100,0	0,0	A	C
Ví dụ so sánh 2	a-2: 100,0	0,0	A	C

Các ví dụ từ 10 đến 14

Hợp chất a (hợp chất có công thức (2)) được trộn với hợp chất b (hợp chất có công thức (1)) với khối lượng được thể hiện trong Bảng 2 để tạo ra 100% khối lượng. 10% khối lượng của bis(2-mecaptoetyl)sulfua (sau đây gọi là "hợp chất c-1") và thêm 1,1% khối lượng của 2-(2-hydroxy-5-t-octylphenyl)-2H-benzotriazon làm chất hấp thu tia cực tím và 0,05% khối lượng của tetra-n-butylphosphoni bromua là chất xúc tác quá trình polyme hóa được bổ sung vào đó, và được trộn kỹ ở 20°C để đồng nhất. Sau đó, hợp chất thu được được khử khí ở mức chân không 1,3 kPa, sau đó được lọc với bộ lọc PTFE 1- μ m, và được bơm vào khuôn thấu kính -10D và khuôn thấu kính hội tụ với đường cong cơ sở là 10,25D. Nhiệt độ được duy trì ở 30°C trong 10 giờ, tăng lên 100°C trong khoảng thời gian là 10 giờ, và cuối cùng được duy trì ở 100°C trong một giờ để polyme hóa/lưu hóa. Sau khi polyme hóa/lưu hóa, các thấu kính được lấy ra khỏi khuôn để đánh giá bong và khả năng tháo khuôn. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 2.

Các ví dụ so sánh 3 và 4

Cách thức tương tự như ví dụ 10 được thực hiện để đánh giá khả năng tháo khuôn và bong ngoài trừ việc trộn khối lượng của hợp chất a (hợp chất có công thức (2)) và hợp chất b (hợp chất có công thức (1)) là như được chỉ ra trong Bảng 2. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2

	Hợp chất a% khối lượng	Hợp chất b% khối lượng	Đánh giá khả năng tháo khuôn	Đánh giá khả năng bong
Ví dụ 10	a-1: 99,6	0,4	A	A
Ví dụ 11	a-1: 98,0	2,0	A	A
Ví dụ 12	a-1: 95,5	4,5	B	A
Ví dụ 13	a-1: 92,0	8,0	C	A
Ví dụ 14	a-2: 99,5	0,5	A	A
Ví dụ so sánh 3	a-1: 100,0	0,0	A	C
Ví dụ so sánh 4	a-2: 100,0	0,0	A	C

Các ví dụ từ 15 đến 18

Hợp chất a-1 (hợp chất có công thức (2)) được trộn với hợp chất b (hợp chất có công thức (1)) với lượng được chỉ ra trong Bảng 3 để tạo ra 100% khối lượng. 6,0% khối lượng của hợp chất c-1 và 4,0% khối lượng của m-xylylen diisoxyanat đã được bổ sung vào và được trộn. 1,1% khối lượng của 2-(2-hydroxy-5-t-octylphenyl)-2H-benzotriazon làm chất hấp thu tia cực tím, 0,1% khối lượng của tetra-n-butylphosphoni bromua làm chất xúc tác quá trình polyme hóa và 0,01% khối lượng của ZELEC UN (từ Stepan) làm chất tháo khuôn được bổ sung vào đó, được khuấy và được trộn ở nhiệt độ trộn 20°C trong một giờ để đồng nhất. Sau đó, phần thu được được khử khí ở 20°C ở mức chân không 1,3 kPa, sau đó được lọc với bộ lọc PTFE 1-µm, và được bơm vào khuôn thấu kính -10D và khuôn thấu kính hội tụ với đường cong cơ sở là 10,25D. Nhiệt độ được duy trì ở 30°C trong 10 giờ, tăng lên 100°C trong khoảng thời gian là 10 giờ, và cuối cùng được duy trì ở 100°C trong một giờ để polyme hóa/lưu hóa. Sau khi polyme hóa/lưu hóa, thấu kính đã được lấy ra khỏi khuôn để đánh giá bong và

khả năng tháo khuôn. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 3.

Ví dụ so sánh 5

Cách thức tương tự như ví dụ 15 được thực hiện để đánh giá bong và khả năng tháo ngoài trừ % khối lượng của hợp chất a-1 (hợp chất có công thức (2)) và hợp chất b (hợp chất có công thức (1)) là như được chỉ ra trong Bảng 3. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3

	Hợp chất a-1 % khối lượng	Hợp chất b % khối lượng	Đánh giá khả năng tháo khuôn	Đánh giá khả năng bong
Ví dụ 15	99,6	0,4	A	A
Ví dụ 16	98,0	2,0	A	A
Ví dụ 17	95,6	4,4	B	A
Ví dụ 18	93,0	7,0	C	A
Ví dụ so sánh 5	100,0	0,0	A	C

Các ví dụ từ 19 đến 22

Hợp chất a-1 (hợp chất có công thức (2)) được trộn với hợp chất b (hợp chất có công thức (1)) với số lượng được chỉ ra trong Bảng 4 để đưa ra 100% khối lượng. 1,2% khối lượng của 2-(2-hydroxy-5-t-octylphenyl) -2H-benzotriazon làm chất hấp thu tia cực tím, 14% khối lượng lưu huỳnh và 0,5% khối lượng của mecaptometyl imidazol được bổ sung và được cho phản ứng sơ bộ ở 60°C. Sau đó, nhiệt độ được làm nguội đến 20°C và dung dịch hỗn hợp gồm 5% khối lượng của hợp chất c-1, 0,2% khối lượng của dibutyltin clorua và 0,03% khối lượng triethylbenzylamoni clorua là chất xúc tác quá trình polyme hóa được bổ sung, được trộn để làm đồng nhất và sau đó được khử khí. Sau đó, phần thu được được lọc với bộ lọc PTFE 1- μ m và bơm vào khuôn thấu kính -10D và khuôn thấu kính hội tụ với đường cong cơ sở là 10,25D. Nhiệt độ được duy trì ở 30°C trong 10 giờ, tăng lên 100°C trong khoảng thời gian là 10 giờ, và cuối cùng được duy trì ở 100°C trong một giờ để polyme hóa/lưu hóa. Sau polyme hóa/lưu hóa, các thấu kính được lấy ra khỏi khuôn để đánh giá bong và khả năng tháo. Kết quả đánh giá

được thể hiện trong Bảng 4.

Ví dụ so sánh 6

Cách thức tương tự như ví dụ 19 được thực hiện để đánh giá bong và khả năng tháo khuôn ngoại trừ % khối lượng của hợp chất a-1 (hợp chất có công thức (2)) và hợp chất b (hợp chất có công thức (1)) là như được chỉ ra trong Bảng 4. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 4.

Bảng 4

	Hợp chất a-1 % khối lượng	Hợp chất b % khối lượng	Đánh giá khả năng tháo khuôn	Đánh giá khả năng bong
Ví dụ 19	99,9	0,1	B	A
Ví dụ 20	98,0	2,0	B	A
Ví dụ 21	95,6	4,4	B	A
Ví dụ 22	93,0	7,0	C	A
Ví dụ so sánh 6	100,0	0,0	B	C

Các ví dụ 23-27

Hợp chất a (hợp chất có công thức (2)) được trộn với hợp chất b (hợp chất có công thức (1)) với lượng được chỉ ra trong Bảng 5, và được trộn đều cho đồng nhất. Hỗn hợp này được lưu trữ trong môi trường nitơ ở 40°C trong một tuần để đánh giá tính ổn định độ nhớt trong quá trình bảo quản. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 5.

Các ví dụ so sánh 7 và 8

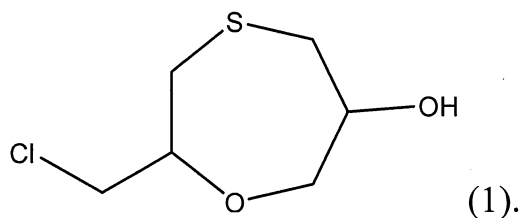
Cách thức tương tự như ví dụ 23 được tiến hành để đánh giá độ nhớt sau khi bảo quản ngoại trừ hợp chất a (hợp chất có công thức (2)) và hợp chất b (hợp chất có công thức (1)) được bổ sung vào với lượng được chỉ ra trong Bảng 5. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 5.

Bảng 5

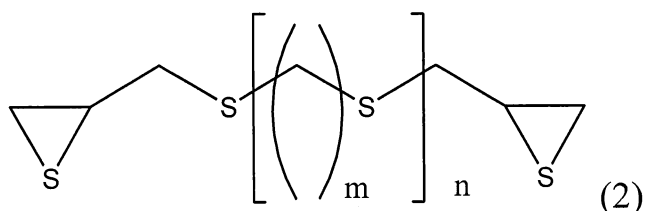
	Hợp chất a % khối lượng	Hợp chất b % khối lượng	Độ ổn định nhót trong quá trình bảo quản
Ví dụ 23	a-1: 99,95	0,05	B
Ví dụ 24	a-1: 99,5	0,5	A
Ví dụ 25	a-1: 97,0	3,0	A
Ví dụ 26	a-1: 93,0	7,0	A
Ví dụ 27	a-2: 99,5	0,5	A
Ví dụ so sánh 7	a-1: 100	0,0	C
Ví dụ so sánh 8	a-2: 100	0,0	C

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất vòng có công thức (1) dưới đây:



2. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa hợp chất vòng có công thức (1) theo điểm 1 và hợp chất episulfua có công thức (2) dưới đây:



trong đó m là số nguyên từ 0 đến 4 và n là số nguyên từ 0 đến 2.

3. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm 2, trong đó lượng hợp chất vòng có công thức (1) ở trên nằm trong khoảng từ 0,001 đến 5,0% khối lượng.

4. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm 2 hoặc 3, trong đó chế phẩm này còn chứa polythiol.

5. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 4, trong đó chế phẩm này còn chứa lưu huỳnh.

6. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm 4 hoặc 5, trong đó chế phẩm này còn chứa polyisoxyanat.

7. Chế phẩm polyme hóa và lưu hóa được chứa chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 6 và chất xúc tác quá trình polyme hóa với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 10% khối lượng, tính theo tổng lượng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học.

8. Vật liệu quang học thu được bằng cách lưu hóa chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 6 hoặc chế phẩm polyme

hóa và lưu hóa được theo điểm 7.

9. Thấu kính quang học chứa vật liệu quang học theo điểm 8.

10. Phương pháp sản xuất vật liệu quang học thu được bằng cách lưu hóa chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 6, phương pháp này bao gồm các bước: bổ sung chất xúc tác quá trình polyme hóa với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 10% khối lượng, tính theo tổng lượng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học; và polyme hóa và lưu hóa thành phần thu được.

11. Phương pháp sản xuất vật liệu quang học theo điểm 10, phương pháp này còn bao gồm bước cho phép polyme hóa một phần hợp chất episulfua có công thức (2) và lưu huỳnh, trước bước polyme hóa và lưu hóa.