



(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) 
1-0021139

(51)⁷ **C07D 331/02, C08G 75/08, G02B 1/04, (13) B**
G02C 7/00

(21) 1-2017-02465

(22) 01.03.2016

(86) PCT/JP2016/056154 01.03.2016

(87) WO2016/158157A1 06.10.2016

(30) 2015-072688 31.03.2015 JP

(45) 25.06.2019 375

(43) 25.07.2018 364

(73) MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC. (JP)

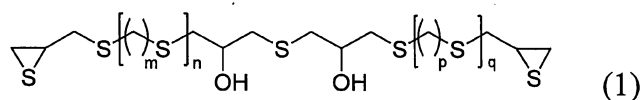
5-2, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8324, Japan

(72) NISHIMORI Yoshihiko (JP), KAMURA Teruo (JP), HORIKOSHI Hiroshi (JP)

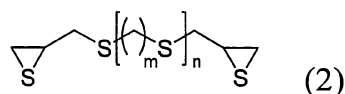
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) **HỢP CHẤT EPISULFUA VÀ CHẾ PHẨM ĐỂ LÀM VẬT LIỆU QUANG HỌC CHỨA HỢP CHẤT NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất episulfua. Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm để làm vật liệu quang học mà chứa hợp chất episulfua có công thức (1) và hợp chất episulfua có công thức (2). Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo sáng chế có thể ngăn chặn việc giảm tỉ lệ sản lượng gây ra do sai sót đúc, và có thể thu được vật liệu quang học có khả năng nhuộm vượt trội.



(Trong công thức (1), m và p là số nguyên từ 0 đến 4, và n và q là số nguyên từ 0 đến 2.)



(Trong công thức (2), m là số nguyên từ 0 đến 4 và n là số nguyên từ 0 đến 2.)

Sáng chế còn đề cập đến vật liệu quang học và phương pháp sản xuất vật liệu quang học.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp chất episulfua và chế phẩm để làm vật liệu quang học chứa hợp chất này, và cụ thể đề cập đến hợp chất episulfua, mà được sử dụng phù hợp cho vật liệu quang học dùng cho thấu kính bằng chất dẻo, lăng kính, sợi quang học, nền ghi thông tin, bộ lọc hoặc tương tự, cụ thể cho thấu kính bằng chất dẻo, và chế phẩm để làm vật liệu quang học chứa hợp chất này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các thấu kính bằng chất dẻo nhẹ, khá dẻo và dễ dàng được nhuộm. Các đặc tính cụ thể làm các đặc tính quang học được yêu cầu đối với các thấu kính bằng chất dẻo là: tỷ trọng thấp; độ trong suốt cao; sắc vàng thấp; hệ số khúc xạ cao và số Abbe cao; độ bền nhiệt cao; độ bền cao; và tương tự. Hệ số khúc xạ cao cho phép thấu kính mỏng hơn, và số Abbe cao làm giảm sai số màu của thấu kính.

Gần đây, nhiều ví dụ đã được báo cáo về việc sử dụng hợp chất hữu cơ có nguyên tử lưu huỳnh để tạo ra hệ số khúc xạ cao và số Abbe cao. Trong số các ví dụ này, các hợp chất polyepisulfua có nguyên tử lưu huỳnh được biết đến để tạo ra cân bằng tốt giữa hệ số khúc xạ và số Abbe (tài liệu sáng chế 1). Ngoài ra, vì các hợp chất polyepisulfua có thể được phản ứng với các hợp chất khác nhau, các chế phẩm dùng kết hợp với các hợp chất khác nhau được đề xuất cho mục đích cải thiện các đặc tính vật lý (tài liệu sáng chế 2-5).

Tuy nhiên, có trường hợp mà rất khó để nhuộm thấu kính được tạo ra từ hợp chất episulfua theo phương pháp thường được sử dụng cho các thấu kính bằng chất dẻo, và đôi khi các đặc tính được yêu cầu đối với các thấu kính đeo mắt trong đó quan trọng là đặc tính thiết kế không đạt được một cách đầy đủ. Ngoài ra, trong trường hợp các thấu kính mạnh, có trường hợp mà thấu kính bị vỡ tại thời điểm tháo khuôn đúc do các tính chất tháo khuôn đúc kém, hoặc có trường hợp mà không đạt được độ chính xác bề mặt như yêu cầu vì thấu kính được tháo từ khuôn đúc trong khi polyme hóa do các tính chất tháo khuôn đúc cực kỳ cao.

Danh mục tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số H09-110979

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số H10-298287

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2001-002783

Tài liệu sáng chế 4: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2001-131257

Tài liệu sáng chế 5: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2002-122701

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

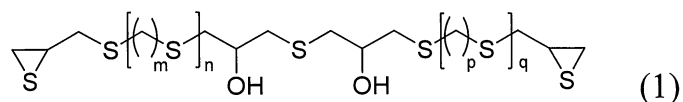
Vấn đề kỹ thuật cần được giải quyết bởi sáng chế

Vấn đề cần được giải quyết bởi sáng chế là tạo ra chế phẩm để làm vật liệu quang học, mà có thể ngăn chặn việc giảm tỉ lệ sản lượng do sự hỏng tháo khuôn đúc, và vật liệu quang học có khả năng nhuộm vượt trội.

Phương án giải quyết vấn đề

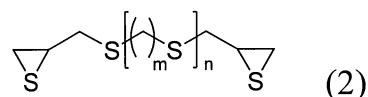
Trong các trường hợp này, các tác giả sáng chế đã tiến hành các nghiên cứu một cách tích cực và giải quyết vấn đề bằng cách sử dụng hợp chất episulfua có công thức (1) dưới đây và chế phẩm để làm vật liệu quang học mà chứa hợp chất episulfua có công thức (1) dưới đây và hợp chất episulfua có công thức (2) dưới đây, và do đó thu được sáng chế. Cụ thể, sáng chế được thể hiện như sau:

<1> Hợp chất episulfua có công thức (1):



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

<2> Chế phẩm để làm vật liệu quang học, mà chứa hợp chất episulfua có công thức (1) theo mục <1> và hợp chất episulfua có công thức (2):



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

<3> Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo mục <2>, trong đó hàm lượng hợp

chất episulfua có công thức (1) là từ 0,001 đến 5,0% khối lượng.

<4> Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo mục <2> hoặc <3>, trong đó hàm lượng hợp chất episulfua có công thức (2) là từ 40 đến 99,999% khối lượng.

<5> Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục <2> đến <4>, còn chứa polythiol.

<6> Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục <2> đến <5>, còn chứa lưu huỳnh.

<7> Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo mục <5> hoặc <6>, còn chứa polyisoxyanat.

<8> Chế phẩm có thể polyme hóa và lưu hóa, mà chứa chế phẩm để làm vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục <2> đến <7> và chất xúc tác polyme hóa với lượng từ 0,0001 đến 10% khối lượng tính theo tổng lượng chế phẩm để làm vật liệu quang học.

<9> Vật liệu quang học thu được bằng cách lưu hóa chế phẩm để làm vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục <2> đến <7> hoặc chế phẩm có thể polyme hóa và lưu hóa theo mục <8>.

<10> Thấu kính quang học chứa vật liệu quang học theo mục <9>.

<11> Phương pháp sản xuất vật liệu quang học, mà gồm có bước thêm chất xúc tác polyme hóa với lượng từ 0,0001 đến 10% khối lượng tính theo tổng lượng chế phẩm để làm vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục <2> đến <7> để được polyme hóa và lưu hóa.

<12> Phương pháp sản xuất vật liệu quang học theo mục <11>, trong đó hợp chất episulfua có công thức (2) và lưu huỳnh được phản ứng polyme hóa một phần trước, sau đó polyme hóa và lưu hóa.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, có thể thu được chế phẩm để làm vật liệu quang học, mà nhờ đó không dễ dàng xảy ra sự hỏng tháo khuôn đúc trong khi sản xuất vật liệu quang học có hệ số khúc xạ cao, và có thể thu được vật liệu quang học có khả năng nhuộm vượt trội.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

Sáng chế đề cập đến hợp chất episulfua có công thức (1) ở trên, và chế phẩm để làm vật liệu quang học chứa hợp chất episulfua có công thức (1) ở trên và hợp chất có thể polyme hóa. Các ví dụ về hợp chất có thể polyme hóa gồm có hợp chất episulfua, hợp chất vinyl, hợp chất metacrylic, hợp chất acrylic và hợp chất allyl. Trong số các chất này, hợp chất episulfua được ưu tiên, và hợp chất episulfua có công thức (2) ở trên được ưu tiên hơn.

Tỉ lệ hợp chất episulfua có công thức (1) ở trên trong chế phẩm để làm vật liệu quang học theo sáng chế tốt hơn là từ 0,001 đến 5,0% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,005 đến 3,0% khối lượng, và đặc biệt tốt hơn là từ 0,01 đến 1,0% khối lượng. Khi tỉ lệ hợp chất episulfua có công thức (1) là nhỏ hơn 0,001% khối lượng, không đạt được một cách đầy đủ hiệu quả của sáng chế. Khi tỉ lệ là lớn hơn 5,0% khối lượng, các tính chất tháo khuôn đúc có thể bị suy yếu. Ngoài ra, tỉ lệ của hợp chất có thể polyme hóa trong chế phẩm để làm vật liệu quang học theo sáng chế tốt hơn là từ 95,0 đến 99,999% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 97,0 đến 99,995% khối lượng, và đặc biệt tốt hơn là từ 99,0 đến 99,99% khối lượng. Khi sử dụng hợp chất episulfua có công thức (2) ở trên làm hợp chất có thể polyme hóa, tỉ lệ của hợp chất episulfua có công thức (2) ở trên trong chế phẩm để làm vật liệu quang học tốt hơn là từ 40 đến 99,999% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 50 đến 99,995% khối lượng, và đặc biệt tốt hơn là từ 60 đến 99,99% khối lượng.

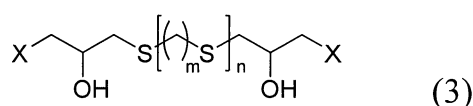
Sau đây, hợp chất episulfua có công thức (1) ở trên và hợp chất episulfua có công thức (2) ở trên sẽ được mô tả chi tiết.

Sáng chế đề cập đến hợp chất episulfua có công thức (1) ở trên, và hợp chất episulfua có công thức (1) được sử dụng trong chế phẩm để làm vật liệu quang học theo sáng chế. Trong công thức (1), tốt hơn là m và p là số nguyên giữa 0 và 2 và n và q là số nguyên 0 hoặc 1. Tốt hơn nữa là hợp chất trong đó m và p là 0 và n và q là 1 hoặc hợp chất trong đó n và q là 0, và tốt nhất là hợp chất trong đó n và q là 0. Các hợp chất này được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều hợp chất có thể được sử dụng kết hợp làm hợp chất episulfua có công thức (1).

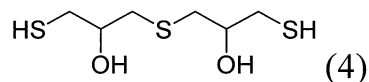
Sau đây, phương pháp sản xuất hợp chất episulfua có công thức (1) theo sáng chế sẽ được mô tả, nhưng phương pháp sản xuất không bị giới hạn ở đó.

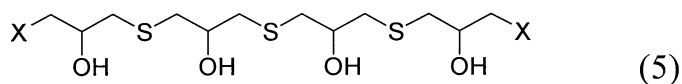
Trong phương pháp sản xuất hợp chất episulfua có công thức (1) theo sáng chế, đầu tiên hydro sulfua hoặc polythiol được phản ứng với hợp chất epihalohydrin để thu được hợp chất có công thức (3) dưới đây. Trong trường hợp thu được hợp chất trong đó n và q là 0 hoặc hợp chất trong đó m và p là 0 và n và q là 1, sau đó hợp chất thu được có công thức (3) được phản ứng với chất thial hóa như là thioure và thioxyanat để thu được hợp chất có công thức (4). Trong trường hợp tạo ra hợp chất trong đó n và q là 0, hợp chất có công thức (4) được phản ứng với hợp chất epihalohydrin để thu được hợp chất có công thức (5) dưới đây, sau đó hợp chất có công thức (5) thu được được phản ứng với kiềm để tạo ra phản ứng loại hydrohalogenua, nhờ đó thu được hợp chất có công thức (6) dưới đây, và sau đó hợp chất thu được có công thức (6) được phản ứng với chất thial hóa như là thioure và thioxyanat, nhờ đó thu được hợp chất episulfua có công thức (1).

Trong trường hợp tạo ra hợp chất trong đó m và p là 0 và n và q là 1, hợp chất có công thức (4) được phản ứng với 3-mercapto-1,2-propylensulfua, nhờ đó thu được hợp chất episulfua có công thức (1). Theo phương pháp sản xuất khác, hợp chất có công thức (3) được phản ứng với kiềm để tạo ra phản ứng loại hydrohalogenua, nhờ đó thu được hợp chất có công thức (7) dưới đây, và sau đó, được phản ứng với hydro sulfua để thu được hợp chất có công thức (8) dưới đây, và sau đó hợp chất thu được có công thức (8) được phản ứng với chất thial hóa như là thioure và thioxyanat, nhờ đó thu được hợp chất episulfua có công thức (1).

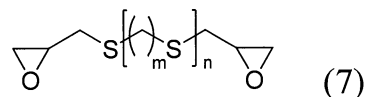
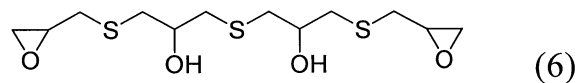


(Trong công thức, X là nguyên tử halogen, m là số nguyên từ 0 đến 4, và n là số nguyên từ 0 đến 2.)

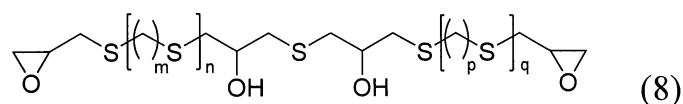




(Trong công thức, X là nguyên tử halogen.)



(Trong công thức, m là số nguyên từ 0 đến 4, và n là số nguyên từ 0 đến 2.)



(Trong công thức, m và p là số nguyên từ 0 đến 4, và n và q là số nguyên từ 0 đến 2.)

Phương pháp sản xuất hợp chất có công thức (3) sẽ được mô tả dưới đây. Bằng cách sử dụng hợp chất có công thức (7) thay vì hợp chất epihalohydrin, hợp chất có công thức (8) có thể được tạo ra theo cách tương tự.

Hợp chất có công thức (3) có thể thu được bằng cách phản ứng hydro sulfua hoặc hợp chất polythiol với hợp chất epihalohydrin. Các ví dụ về hợp chất polythiol gồm có metandithiol, 1,2-dimecaptoetan, 1,3-dimecaptopropan, 1,4-dimecaptobutan và bis(2-mecaptoetyl)sulfua. Trong số các hợp chất hydro sulfua và polythiol, hydro sulfua, 1,2-dimecaptoetan và bis(2-mecaptoetyl)sulfua được ưu tiên, và hydro sulfua được ưu tiên nhất. Các ví dụ về hợp chất epihalohydrin gồm có epiclohydrin và epibromhydrin, và được ưu tiên là epiclohydrin.

Khi phản ứng epihalohydrin với hydro sulfua hoặc hợp chất polythiol, chất xúc tác được ưu tiên sử dụng. Các ví dụ về chất xúc tác gồm có các axit vô cơ, các axit hữu cơ, các axit Lewis, axit silixic, axit boric, các muối amoni thế bốn lần, các bazơ vô cơ và các bazơ hữu cơ. Trong số các chất này, các axit hữu cơ, các muối amoni thế bốn lần và các bazơ vô cơ được ưu tiên, và các muối amoni thế bốn lần và các bazơ vô cơ được ưu tiên hơn. Các ví dụ cụ thể về bazơ vô cơ gồm có tetrametylamoni clorua, tetrametylamoni bromua, tetrametylamoni

axetat, tetraethylamoni clorua, tetraethylamoni bromua, tetraethylamoni axetat, tetrabutylamoni clorua, tetrabutylamoni bromua, tetrabutylamoni axetat, tetrahexylamoni clorua, tetrahexylamoni bromua, tetrahexylamoni axetat, tetraoctylamoni clorua, tetraoctylamoni bromua, tetraoctylamoni axetat, natri hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit và canxi hydroxit. Trong số các chất này, natri hydroxit, kali hydroxit và canxi hydroxit được ưu tiên.

Lượng chất xúc tác được thêm vào không được giới hạn cụ thể miễn là tạo ra phản ứng, nhưng tốt hơn là từ 0,00001 đến 0,5 mol, và tốt hơn nữa là từ 0,001 đến 0,1 mol trên 1 mol epihalohydrin. Khi lượng ít hơn 0,00001 mol, phản ứng không được tiến hành hoặc quá chậm, và có thể không đạt mong muốn. Khi lượng lớn hơn 0,5 mol, phản ứng diễn ra quá mức và rất khó kiểm soát, và có thể không đạt mong muốn.

Tỉ lệ giữa epihalohydrin và hydro sulfua hoặc hợp chất polythiol không được giới hạn cụ thể miễn là phản ứng diễn ra, nhưng tỉ lệ mol của epihalohydrin với nhóm thiol (nhóm SH) của hợp chất polythiol hoặc H của hydro sulfua tốt hơn là 0,3 đến 4, tốt hơn nữa là 0,4 đến 3, và thậm chí tốt hơn nữa là 0,5 đến 2. Khi tỉ lệ mol là nhỏ hơn 0,3 hoặc lớn hơn 4, lượng các vật liệu thô không phản ứng tăng, và có thể không đạt mong muốn từ góc độ kinh tế.

Dung môi có thể được sử dụng nhưng không nhất thiết cần phải được sử dụng. Trong trường hợp sử dụng dung môi, nước, rượu, ete, xeton, hydrocacbon thơm, hydrocacbon được halogen hóa, v.v. có thể được sử dụng. Các ví dụ cụ thể về dung môi gồm có nước, metanol, etanol, propanol, isopropanol, dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, metyl xenloxon, etyl xenloxon, butyl xenloxon, metyl etyl xeton, axeton, benzen, toluen, xylen, dicloetan, clorofom và clobenzen. Trong số các chất này, nước, metanol và toluen được ưu tiên, và nước và metanol được đặc biệt ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng không được giới hạn cụ thể miễn là tạo ra phản ứng, nhưng tốt hơn là từ -10°C đến 80°C , tốt hơn nữa là từ 0°C đến 50°C , và thậm chí tốt hơn nữa là từ 0°C đến 40°C . Thời gian phản ứng không được giới hạn cụ thể, nhưng thường bằng hoặc nhỏ hơn 20 giờ. Khi nhiệt độ phản ứng thấp hơn -10°C , phản ứng không diễn ra hoặc quá chậm, và có thể không đạt mong muốn. Khi

nhiệt độ phản ứng cao hơn 80°C , sự oligome hóa xảy ra, dẫn đến trọng lượng phân tử cao, và có thể không đạt mong muốn.

Phương pháp sản xuất hợp chất có công thức (4) từ hợp chất có công thức (3) được mô tả dưới đây.

Hợp chất có công thức (4) thu được bằng cách phản ứng hợp chất có công thức (3) với chất thial hóa như là thioure và thioxyanat. Các chất thial hóa được ưu tiên là thioure, natri thioxyanat, kali thioxyanat và amoni thioxyanat, và đặc biệt được ưu tiên là thioure. Chất thial hóa được sử dụng với số mol tương ứng với halogen của hợp chất có công thức (3), ví dụ, lượng lý thuyết, nhưng khi tầm quan trọng là tốc độ phản ứng và độ tinh khiết, chất thial hóa được sử dụng với lượng lý thuyết đến 2,5 lần lượng lý thuyết (mol). Lượng tốt hơn là từ 1,3 lần lượng lý thuyết (mol) đến 2,0 lần lượng lý thuyết (mol), và tốt hơn nữa là từ 1,5 lần lượng lý thuyết (mol) đến 2,0 lần lượng lý thuyết (mol).

Dung môi không bị giới hạn cụ thể miễn là hòa tan chất thial hóa, hợp chất có công thức (4) và hợp chất có công thức (3). Các ví dụ cụ thể về dung môi gồm có: rượu như là metanol và etanol; ete như là dietyl ete, tetrahydrofuran và dioxan; hydroxy ete như là metyl xenloxon, etyl xenloxon và butyl xenloxon; hydrocacbon thơm như là benzen và toluen; hydrocacbon được halogen hóa như là diclometan, clorofom và clobenzen; và nước. Được ưu tiên là rượu, hydrocacbon thơm và nước, và được ưu tiên hơn là metanol và toluen. Các chất này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp.

Nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn là phản ứng diễn ra, nhưng phản ứng thường được thực hiện ở 10°C đến 50°C . Khi nhiệt độ phản ứng thấp hơn 10°C , không chỉ tốc độ phản ứng giảm, mà chất thial hóa không được hòa tan đầy đủ và phản ứng không diễn ra một cách đầy đủ, và khi nhiệt độ cao hơn 50°C , việc tạo ra polyme được đẩy mạnh.

Tốt hơn là thêm axit, anhydrit axit hoặc muối amoni vào thời điểm phản ứng. Các ví dụ cụ thể về axit hoặc anhydrit axit được sử dụng gồm có: các hợp chất axit vô cơ như là axit nitric, axit clohydric, axit pecloric, axit hypocloloro, clo dioxit, axit flohydric, axit sulfuric, axit sulfuric bốc khói, sulfuryl clorua, axit boric, axit arsenic, axit arsen, axit pyroarsenic, axit phosphoric, axit phosphor,

axit hypophosphoric, phospho oxyclorua, phospho oxybromua, phospho sulfua, phospho triclорua, phospho tribromua, phospho pentaclorua, axit hydroxyanic, axit cromic, anhydrit nitric, anhydrit sulfuric, bo oxit, arsenic pentoxit, phospho pentoxit, crom trioxit, silicagel, alumosilicat, nhôm clorua và kẽm clorua; các axit cacboxylic hữu cơ như là axit formic, axit axetic, axit peraxetic, axit thioaxetic, axit oxalic, axit tartaric, axit propionic, axit butyric, axit succinic, axit valeric, axit caproic, axit caprylic, axit naphtenic, metyl mercaptopropionat, axit malonic, axit glutaric, axit adipic, axit xyclohexanacacboxylic, axit thiodipropionic, axit dithiodipropionic, axit axetic, axit maleic, axit benzoic, axit phenylaxetic, axit o-toluic, axit m-toluic, axit p-toluic, axit salixylic, axit 2-metoxybenzoic, axit 3-metoxybenzoic, axit benzoylbenzoic, axit phtalic, axit isophtalic, axit terephtalic, axit salixylic, axit benzilic, axit α -naphtalencacboxylic, axit β -naphtalencacboxylic, anhydrit axetic, anhydrit propionic, anhydrit butyric, anhydrit succinic, anhydrit maleic, anhydrit benzoic, anhydrit phtalic, dianhydrit pyromelitic, dianhydrit trimelitic và dianhydrit trifoaxetic; các axit phosphoric như là mono-, di- hoặc trimetyl phosphat, mono-, di- hoặc trietyl phosphat, mono-, di- hoặc triisobutyl phosphat, mono-, di- hoặc tributyl phosphat và mono-, di- hoặc trilauryl phosphat, và các axit phosphorơ trong đó gốc phosphat của axit bất kỳ trong số các axit phosphoric được thay đổi thành phosphit; các hợp chất phosphorơ hữu cơ như là các phosphorodithioaxetat tiêu biểu là dimetyl phosphorodithioaxetat; các phenol như là phenol, catechol, t-butyl catechol, 2,6-di-t-butyl cresol, 2,6-di-t-butyl etylphenol, resorxin, hydroquinon, phloroglucin, pyrogalon, cresol, etyl phenol, butyl phenol, nonyl phenol, axit hydroxyphenylaxetic, axit hydroxyphenylpropionic, hydroxyphenylaxetamid, metyl hydroxyphenylaxetat, etyl hydroxyphenylaxetat, rượu hydroxyphenetyl, hydroxyphenetyl amin, hydroxybenzaldehyt, phenylphenol, bisphenol A, 2,2'-metylen-bis(4-metyl-6-t-butyl phenol), bisphenol F, bisphenol S, α -naptol, β -naptol, aminophenol, clophenol và 2,4,6-triclophenol; và các axit sulfonic như là axit metansulfonic, axit etansulfonic, axit butansulfonic, axit dodecansulfonic, axit benzensulfonic, axit o-toluensulfonic, axit m-toluensulfonic, axit p-toluensulfonic, axit etylbensensulfonic, axit butylbensensulfonic, axit

dodexylbenzensulfonic, axit p-phenolsulfonic, axit o-cresolsulfonic, axit metanilic, axit sulfanilic, axit 4B, axit diaminostilbensulfonic, axit biphenylsulfonic, axit α -naphtalensulfonic, axit β -naphtalensulfonic, axit peri, axit Laurent's và axit phenyl-J. Vài axit trong số các axit trên có thể được sử dụng kết hợp. Được ưu tiên là các axit cacboxylic hữu cơ như là axit formic, axit axetic, axit peraxetic, axit thioaxetic, axit oxalic, axit tartaric, axit propionic, axit butyric, axit succinic, axit valeric, axit caproic, axit caprylic, axit naphtenic, methyl mercaptopropionat, axit malonic, axit glutaric, axit adipic, axit xyclohexanecarboxylic, axit thiodipropionic, axit dithiodipropionic, axit axetic, axit maleic, axit benzoic, axit phenylaxetic, axit o-toluic, axit m-toluic, axit p-toluic, axit salixylic, axit 2-metoxybenzoic, axit 3-metoxybenzoic, axit benzoylbenzoic, axit phthalic, axit isophthalic, axit terephthalic, axit salixylic, axit benzilic, axit α -naphtalencarboxylic, axit β -naphtalencarboxylic, anhydrit axetic, anhydrit propionic, anhydrit butyric, anhydrit succinic, anhydrit maleic, anhydrit benzoic, anhydrit phthalic, dianhydrit pyromelitic, anhydrit trimelitic và anhydrit trifoaxetic. Được ưu tiên hơn là các anhydrit axit như là anhydrit axetic, anhydrit propionic, anhydrit butyric, anhydrit succinic, anhydrit maleic, anhydrit benzoic, anhydrit phthalic, dianhydrit pyromelitic, anhydrit trimelitic và anhydrit trifoaxetic. Anhydrit axetic được ưu tiên nhất. Lượng được thêm thường là từ 0,001 đến 10% khối lượng, và tốt hơn là 0,01 đến 5% khối lượng tính theo tổng lượng dung dịch phản ứng. Khi lượng được thêm vào nhỏ hơn 0,001% khối lượng, việc tạo ra polyme được đẩy mạnh, dẫn đến giảm hiệu suất phản ứng, và khi lượng là lớn hơn 10% khối lượng, hiệu suất có thể bị giảm đáng kể. Ngoài ra, các ví dụ cụ thể về muối amoni gồm có amoni clorua, amoni bromua, amoni iodua, amoni format, amoni axetat, amoni propionat, amoni benzoat, amoni sulfat, amoni nitrat, amoni cacbonat, amoni phosphat và amoni hydroxit. Amoni nitrat, amoni sulfat và amoni clorua được ưu tiên hơn, và amoni nitrat được ưu tiên nhất.

Phương pháp sản xuất hợp chất có công thức (5) từ hợp chất có công thức (4) sẽ được mô tả dưới đây.

Hợp chất có công thức (5) có thể thu được bằng cách phản ứng hợp chất có công thức (4) với hợp chất epihalohydrin. Các ví dụ về hợp chất epihalohydrin

gồm có epichlorhydrin và epibromhydrin, và được ưu tiên là epichlorhydrin.

Khi phản ứng epichlorhydrin với hợp chất có công thức (4), chất xúc tác được ưu tiên sử dụng. Các ví dụ về chất xúc tác gồm có các axit vô cơ, các axit hữu cơ, các axit Lewis, axit silixic, axit boric, các muối amoni thế bốn lần, các bazơ vô cơ và các bazơ hữu cơ. Trong số các chất này, các axit hữu cơ, các muối amoni thế bốn lần và các bazơ vô cơ được ưu tiên, và các muối amoni thế bốn lần và các bazơ vô cơ được ưu tiên hơn. Các ví dụ cụ thể về các axit hữu cơ gồm có tetrametylamoni clorua, tetrametylamoni bromua, tetrametylamoni axetat, tetraetylamoni clorua, tetraetylamoni bromua, tetraetylamoni axetat, tetrabutylamoni clorua, tetrabutylamoni bromua, tetrabutylamoni axetat, tetrahexylamoni clorua, tetrahexylamoni bromua, tetrahexylamoni axetat, tetraoctylamoni clorua, tetraoctylamoni bromua, tetraoctylamoni axetat, natri hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit và canxi hydroxit. Trong số các chất này, natri hydroxit, kali hydroxit và canxi hydroxit được ưu tiên.

Lượng chất xúc tác được thêm vào không được giới hạn cụ thể miễn là tạo ra phản ứng, nhưng tốt hơn là 0,00001 đến 0,5 mol, và tốt hơn nữa là 0,001 đến 0,1 mol trên 1 mol của epichlorhydrin. Khi lượng là nhỏ hơn 0,00001 mol, phản ứng không diễn ra hoặc quá chậm, và có thể không đạt mong muốn. Khi lượng là lớn hơn 0,5 mol, phản ứng diễn ra quá mức và khó được kiểm soát, và có thể không đạt mong muốn.

Tỉ lệ giữa epichlorhydrin và hợp chất có công thức (4) không bị giới hạn cụ thể miễn là phản ứng diễn ra, nhưng tỉ lệ mol của epichlorhydrin với nhóm thiol (nhóm SH) của hợp chất có công thức (4) tốt hơn là 0,3 đến 4, tốt hơn nữa là 0,4 đến 3, và thậm chí tốt hơn nữa là 0,5 đến 2. Khi tỉ lệ mol là nhỏ hơn 0,3 hoặc lớn hơn 4, lượng các vật liệu thô không phản ứng tăng lên, và có thể không đạt mong muốn từ góc độ kinh tế.

Dung môi có thể được sử dụng nhưng không cần thiết phải được sử dụng. Trong trường hợp sử dụng dung môi, nước, rượu, ete, xeton, hydrocacbon thơm, hydrocacbon được halogen hóa, v.v. có thể được sử dụng. Các ví dụ cụ thể về dung môi gồm có nước, metanol, etanol, propanol, isopropanol, dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, metyl xenloxon, etyl xenloxon, butyl xenloxon, metyl

etyl xeton, axeton, benzen, toluen, xylen, dicloetan, clorofom và clobenzen. Trong số các chất này, nước, metanol và toluen được ưu tiên, và nước và metanol được đặc biệt được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn là tạo ra phản ứng, nhưng tốt hơn là -10°C đến 80°C , tốt hơn nữa là 0°C đến 50°C , và thậm chí tốt hơn nữa là 0°C đến 40°C . Thời gian phản ứng không bị giới hạn cụ thể, nhưng thường bằng hoặc nhỏ hơn 20 giờ. Khi nhiệt độ phản ứng thấp hơn -10°C , phản ứng không diễn ra hoặc quá chậm, và có thể không đạt mong muốn. Khi nhiệt độ phản ứng cao hơn 80°C , sự oligome hóa xảy ra, dẫn đến trọng lượng phân tử cao, và có thể không đạt mong muốn.

Phương pháp sản xuất hợp chất có công thức (6) từ hợp chất có công thức (5) sẽ được mô tả dưới đây. Hợp chất có công thức (7) có thể được tạo ra từ hợp chất có công thức (3) theo cách tương tự.

Hợp chất có công thức (6) có thể thu được bằng cách phản ứng hợp chất có công thức (5) với kiềm. Các ví dụ cụ thể về kiềm gồm có amoniac, các hydroxit của các kim loại kiềm và các kim loại kiềm thổ, các cacbonat của các kim loại kiềm và các kim loại kiềm thổ, các hydrocacbonat 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 ở dạng dung dịch chứa nước. Được ưu tiên là natri hydroxit, kali hydroxit, canxi hydroxit, natri cacbonat, kali cacbonat, amoni cacbonat, natri hydro cacbonat và kali hydro cacbonat, và được ưu tiên hơn là natri hydroxit và kali hydroxit.

Lượng kiềm được sử dụng thay đổi phụ thuộc vào loại hợp chất có công thức (5) như nguyên liệu thô, nhưng thường là 0,8 đến 1,2 đương lượng, tốt hơn là 0,84 đến 1,14 đương lượng, và tốt hơn nữa là 0,90 đến 1,1 đương lượng tính theo đương lượng halogen trong hợp chất có công thức (5). Khi lượng kiềm nhỏ hoặc lớn hơn, hiệu suất giảm.

Bất kỳ dung môi nào cũng có thể được sử dụng trong khi phản ứng mà không có giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn là, nước, rượu, ete, xeton, các hydrocacbon béo, hydrocacbon thơm, hydrocacbon được halogen hóa, v.v. được sử dụng. Các chất này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể

được sử dụng kết hợp. Các ví dụ cụ thể về rượu gồm có metanol, etanol, propanol và isopropanol. Các ví dụ cụ thể về ete gồm có dietyl ete, tetrahydrofuran và dioxan. Các ví dụ cụ thể về xeton gồm có metyl xenloxon, etyl xenloxon, butyl xenloxon, metyl etyl xeton và axeton. Các ví dụ cụ thể về các hydrocacbon béo gồm có hexan, heptan và octan. Các ví dụ cụ thể về hydrocacbon thơm gồm có benzen, toluen và xylen. Các ví dụ cụ thể về hydrocacbon được halogen hóa gồm có dicloetan, clorofom và clobenzen. Được ưu tiên hơn là nước và rượu, và các ví dụ cụ thể gồm có nước, metanol, propanol và isopropanol. Trong số các chất này, nước và metanol được ưu tiên.

Lượng dung môi không bị giới hạn cụ thể, nhưng thường là 5 đến 1000 phần khối lượng, tốt hơn là 50 đến 500 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là 100 đến 300 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng của hợp chất có công thức (3).

Nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn là tạo ra phản ứng, nhưng tốt hơn là -10°C đến 80°C , tốt hơn nữa là 0°C đến 50°C , và thậm chí tốt hơn nữa là 0°C đến 30°C . Thời gian phản ứng không bị giới hạn cụ thể, nhưng thường là bằng hoặc nhỏ hơn 20 giờ. Khi nhiệt độ phản ứng thấp hơn -10°C , phản ứng không diễn ra hoặc quá chậm, và có thể không đạt mong muốn. Khi nhiệt độ phản ứng cao hơn 80°C , sự oligome hóa xảy ra, dẫn đến trọng lượng phân tử cao, và có thể không đạt mong muốn.

Phương pháp sản xuất hợp chất có công thức (1), trong đó n và q là 0, từ hợp chất có công thức (6) sẽ được mô tả dưới đây. Hợp chất có công thức (1) có thể được tạo ra từ hợp chất có công thức (8) theo cách tương tự.

Hợp chất episulfua có công thức (1) thu được bằng cách phản ứng hợp chất có công thức (6) với chất thial hóa như là thioure và thioxyanat. Các chất thial hóa được ưu tiên là thioure, natri thioxyanat, kali thioxyanat và amoni thioxyanat, và đặc biệt được ưu tiên là thioure. Chất thial hóa được sử dụng với số mol tương ứng với epoxy của hợp chất có công thức (6), ví dụ, lượng lý thuyết, nhưng khi tầm quan trọng là tốc độ phản ứng và độ tinh khiết, chất thial hóa được sử dụng từ lượng lý thuyết đến 2,5 lần lượng lý thuyết (mol). Lượng tốt hơn là từ 1,3 lần lượng lý thuyết (mol) đến 2,0 lần lượng lý thuyết (mol), và tốt hơn nữa là từ 1,5 lần lượng lý thuyết (mol) đến 2,0 lần lượng lý thuyết (mol).

Dung môi không bị giới hạn cụ thể miễn là hòa tan chất thial hóa, hợp chất có công thức (6) và hợp chất episulfua có công thức (1). Các ví dụ cụ thể về dung môi gồm có: rượu như là metanol và etanol; ete như là dietyl ete, tetrahydrofuran và dioxan; hydroxy ete như là metyl xenloxon, etyl xenloxon và butyl xenloxon; hydrocacbon thơm như là benzen và toluen; hydrocacbon được halogen hóa như là diclometan, clorofom và clobenzen; và nước. Được ưu tiên là rượu, hydrocacbon thơm và nước, và được ưu tiên hơn là metanol và toluen. Các chất này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp.

Nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn là phản ứng diễn ra, nhưng phản ứng thường được thực hiện ở 10°C đến 50°C. Khi nhiệt độ phản ứng thấp hơn 10°C, không chỉ tốc độ phản ứng giảm, mà chất thial hóa không được hòa tan đầy đủ và phản ứng không diễn ra đầy đủ, và khi nhiệt độ cao hơn 50°C, việc tạo ra polyme được đẩy mạnh.

Tốt hơn là thêm axit, anhydrit axit hoặc muối amoni vào thời điểm phản ứng. Các ví dụ cụ thể về axit hoặc anhydrit axit được sử dụng gồm có: các hợp chất axit vô cơ như là axit nitric, axit clohydric, axit pecloric, axit hypoclorơ, clo dioxit, axit flohydric, axit sulfuric, axit sulfuric bốc khói, sulfuryl clorua, axit boric, axit arsenic, axit arsen, axit pyroarsenic, axit phosphoric, axit phosphorơ, axit hypophosphoric, phospho oxyclorua, phospho oxybromua, phospho sulfua, phospho triclорua, phospho tribromua, phospho pentaclorua, axit hydroxyanic, axit cromic, anhydrit nitric, anhydrit sulfuric, bo oxit, arsenic pentoxit, phospho pentoxit, crom anhydrit, silicagel, alumosilicat, nhôm clorua và kẽm clorua; các axit cacboxylic hữu cơ như là axit formic, axit axetic, axit peraxetic, axit thioaxetic, axit oxalic, axit tartaric, axit propionic, axit butyric, axit succinic, axit valeric, axit caproic, axit caprylic, axit naphtenic, metyl mercaptopropionat, axit malonic, axit glutaric, axit adipic, axit xyclohexanecacboxylic, axit thiodipropionic, axit dithiodipropionic, axit axetic, axit maleic, axit benzoic, axit phenylaxetic, axit o-toluic, axit m-toluic, axit p-toluic, axit salixylic, axit 2-metoxybenzoic, axit 3-metoxybenzoic, axit benzoylbenzoic, axit phtalic, axit isophtalic, axit terephtalic, axit salixylic, axit benzilic, axit α -naphtalencacboxylic, axit

β -naphtalencacboxylic, anhydrit axetic, anhydrit propionic, anhydrit butyric, anhydrit succinic, anhydrit maleic, anhydrit benzoic, anhydrit phtalic, dianhydrit pyromelitic, anhydrit trimelitic và anhydrit trifoaxetic; các axit phosphoric như là mono-, di- hoặc trimetyl phosphat, mono-, di- hoặc trietyl phosphat, mono-, di- hoặc triisobutyl phosphat, mono-, di- hoặc tributyl phosphat và mono-, di- hoặc trilauryl phosphat, và các axit phosphor trong đó gốc phosphat của axit bất kỳ trong số các axit phosphoric được thay đổi thành phosphit; các hợp chất phosphor hữu cơ như là các phosphorodithioaxetat điển hình là dimetyl phosphorodithionat; các phenol như là phenol, catechol, t-butyl catechol, 2,6-di-t-butyl cresol, 2,6-di-t-butyl etylphenol, resorxin, hydroquinon, phloroglucin, pyrogalon, cresol, etyl phenol, butyl phenol, nonyl phenol, axit hydroxyphenylaxetic, axit hydroxyphenylpropionic, hydroxyphenylaxetamid, metyl hydroxyphenylaxetat, etyl hydroxyphenylaxetat, rượu hydroxyphenetyl, hydroxyphenetyl amin, hydroxybenzaldehyt, phenylphenol, bisphenol A, 2,2'-metylen-bis(4-methyl-6-t-butyl phenol), bisphenol F, bisphenol S, α -naptol, β -naptol, aminophenol, clophenol và 2,4,6-triclophenol; và các axit sulfonic như là axit metansulfonic, axit etansulfonic, axit butansulfonic, axit dodecansulfonic, axit benzensulfonic, axit o-toluensulfonic, axit m-toluensulfonic, axit p-toluensulfonic, axit etylbensensulfonic, axit butylbensensulfonic, axit dodexylbensensulfonic, axit p-phenolsulfonic, axit o-cresolsulfonic, axit metanilic, axit sulfanilic, axit 4B, axit diaminostilbensulfonic, axit biphenylsulfonic, axit α -naphtalensulfonic, axit β -naphtalensulfonic, axit peri, axit Laurent's và axit phenyl-J-acid. Một vài axit trong số các axit này có thể được sử dụng kết hợp. Được ưu tiên các axit cacboxylic hữu cơ như là axit formic, axit axetic, axit peraxetic, axit thioaxetic, axit oxalic, axit tartaric, axit propionic, axit butyric, axit succinic, axit valeric, axit caproic, axit caprylic, axit naphtenic, metyl mercaptopropionat, axit malonic, axit glutaric, axit adipic, axit xyclohexanecacboxylic, axit thiodipropionic, axit dithiodipropionic, axit axetic, axit maleic, axit benzoic, axit phenylaxetic, axit o-toluic, axit m-toluic, axit p-toluic, axit salixylic, axit 2-metoxybenzoic, axit 3-metoxybenzoic, axit benzoylbenzoic, axit phtalic, axit isophtalic, axit terephtalic, axit salixylic, axit

benzilic, axit α -naphtalencacboxylic, axit β -naphtalencacboxylic, anhydrit axetic, anhydrit propionic, anhydrit butyric, anhydrit succinic, anhydrit maleic, anhydrit benzoic, anhydrit phtalic, dianhydrit pyromelitic, anhydrit trimelitic và anhydrit trifoaxetic. Được ưu tiên hơn là các anhydrit axit như là anhydrit axetic, anhydrit propionic, anhydrit butyric, anhydrit succinic, anhydrit maleic, anhydrit benzoic, anhydrit phtalic, dianhydrit pyromelitic, anhydrit trimelitic và anhydrit trifoaxetic. Anhydrit axetic được ưu tiên nhất. Lượng được thêm vào thường là 0,001 đến 10% khối lượng, và tốt hơn là 0,01 đến 5% khối lượng tính theo tổng lượng dung dịch phản ứng. Khi lượng được thêm vào nhỏ hơn 0,001% khối lượng, việc tạo ra polyme được đẩy mạnh, dẫn đến giảm hiệu suất phản ứng, và khi lượng lớn hơn 10% khối lượng, hiệu suất có thể được giảm đáng kể. Ngoài ra, các ví dụ cụ thể về muối amoni gồm có amoni clorua, amoni bromua, amoni iodua, amoni format, amoni axetat, amoni propionat, amoni benzoat, amoni sulfat, amoni nitrat, amoni cacbonat, amoni phosphat và amoni hydroxit. Amoni nitrat, amoni sulfat và amoni clorua được ưu tiên hơn, và amoni nitrat được ưu tiên nhất.

Phương pháp sản xuất hợp chất có công thức (1), trong đó m và p là 0 và n và q là 1, từ hợp chất có công thức (4) sẽ được mô tả dưới đây.

Hợp chất episulfua có công thức (1) thu được bằng phản ứng hợp chất có công thức (4) với 3-mercapto-1,2-propylensulfua sử dụng chất oxy hóa. Các chất oxy hóa được ưu tiên là halogen, hydro peroxit, permanganat và axit cromic. Được ưu tiên hơn là halogen và hydro peroxit, và đặc biệt được ưu tiên là iot.

Dung môi không bị giới hạn cụ thể miễn là hòa tan chất oxy hóa, hợp chất có công thức (4) và hợp chất episulfua có công thức (1). Các ví dụ cụ thể về dung môi gồm có: rượu như là metanol và etanol; ete như là dietyl ete, tetrahydrofuran và dioxan; hydroxy ete như là metyl xenloxon, etyl xenloxon và butyl xenloxon; hydrocacbon thơm như là benzen và toluen; hydrocacbon được halogen hóa như là diclometan, clorofom và clobenzen; và nước. Được ưu tiên là rượu, hydrocacbon thơm và nước, và được ưu tiên hơn là metanol và toluen. Các chất này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp.

Nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn là phản ứng diễn ra, nhưng phản ứng thường được thực hiện ở -30°C đến 20°C . Khi nhiệt độ phản ứng

thấp hơn -30°C , tốc độ phản ứng giảm, và do đó, phản ứng không diễn ra một cách đầy đủ. Khi nhiệt độ cao hơn 20°C , phản ứng diễn ra quá mức.

Trong chế phẩm để làm vật liệu quang học theo sáng chế, có thể sử dụng hợp chất episulfua có công thức (2) ở trên làm hợp chất có thể polyme hóa. Các ví dụ cụ thể về hợp chất episulfua có công thức (2) gồm có các episulfua như là bis(β -epithiopropyl)sulfua, bis(β -epithiopropyl)disulfua, bis(β -epithiopropylthio)metan, 1,2-bis(β -epithiopropylthio)etan, 1,3-bis(β -epithiopropylthio)propan và 1,4-bis(β -epithiopropylthio)butan. Các hợp chất này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều hợp chất có thể được sử dụng kết hợp làm hợp chất episulfua có công thức (2).

Trong số các hợp chất được mô tả ở trên, bis(β -epithiopropyl)sulfua ($n = 0$ trong công thức (2)) và bis(β -epithiopropyl)disulfua ($m = 0$ và $n = 1$ trong công thức (2)) được ưu tiên hơn, và bis(β -epithiopropyl)sulfua ($n = 0$ trong công thức (2)) được ưu tiên nhất.

Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo sáng chế có thể gồm có hợp chất polythiol làm hợp chất có thể polyme hóa để cải thiện tông màu của nhựa thu được tại thời điểm gia nhiệt. Hàm lượng hợp chất polythiol thường là 1 đến 25% khối lượng, tốt hơn là 2 đến 25% khối lượng, và đặc biệt tốt hơn là 5 đến 20% khối lượng khi tổng lượng chế phẩm để làm vật liệu quang học là 100% khối lượng. Khi hàm lượng hợp chất polythiol nhỏ hơn 1% khối lượng, sự hóa vàng có thể xảy ra tại thời điểm đúc thấu kính, và khi lượng lớn hơn 25% khối lượng, độ bền nhiệt có thể được giảm. Các hợp chất có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp làm hợp chất polythiol được sử dụng trong sáng chế.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất polythiol gồm có metandithiol, metantrithiol, 1,2-dimecaptoetan, 1,2-dimecaptopropan, 1,3-dimecaptopropan, 2,2-dimecaptopropan, 1,4-dimecaptobutan, 1,6-dimecaptohexan, bis(2-mercaptopetyl)ete, bis(2-mercaptopetyl)sulfua, 1,2-bis(2-mercaptopethyloxy)etan, 1,2-bis(2-mercaptopethylthio)etan, 2,3-dimecapto-1-propanol, 1,3-dimecapto-2-propanol, 1,2,3-trimecaptopropan, 2-mercaptopetyl-1,3-dimecaptopropan, 2-mercaptopetyl-1,4-dimecaptobutan,

2-(2-mercaptoethylthio)-1,3-dimecaptopropan,
 4-mercaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan,
 2,4-dimecaptometyl-1,5-dimecapto-3-thiapentan,
 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan,
 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan,
 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan,
 1,1,1-tris(mercaptometyl)propan, tetrakis(mercaptometyl)metan, etylenglycol
 bis(2-mercaptoaxetat), etylenglycol bis(3-mercaptopropionat), diethylenglycol
 bis(2-mercaptoaxetat), diethylenglycol bis(3-mercaptopropionat), 1,4-butandiol
 bis(2-mercaptoaxetat), 1,4-butandiol bis(3-mercaptopropionat), trimetylolpropan
 tris(thioglycolat), trimetylolpropan tris(mercapto propionat), pentaerythritol
 tetrakis-thioglycolat, pentaerythritol tetrakis-mercaptopropionat,
 1,2-dimecaptoxyclohexan, 1,3-dimecaptoxyclohexan, 1,4-dimecaptoxyclohexan,
 1,3-bis(mercaptometyl)xyclohexan, 1,4-bis(mercaptometyl)xyclohexan,
 2,5-dimecaptometyl-1,4-dithian, 2,5-dimecaptometyl-1,4-dithian,
 2,5-bis(2-mercaptoethylthiometyl)-1,4-dithian, 2,5-dimecaptometyl-1-thian,
 2,5-dimecaptoetyl-1-thian, 2,5-dimecaptometylthiophen, 1,2-dimecaptobenzen,
 1,3-dimecaptobenzen, 1,4-dimercaptobenzen, 1,3-bis(mercaptometyl)benzen,
 1,4-bis(mercaptometyl)benzen, 2,2'-dimecaptobiphenyl, 4,4'-dimecaptobiphenyl,
 bis(4-mercaptophenyl)metan, 2,2-bis(4-mercaptophenyl)propan,
 bis(4-mercaptophenyl)ete, bis(4-mercaptophenyl)sulfua,
 bis(4-mercaptophenyl)sulfon, bis(4-mercaptometylphenyl)metan,
 2,2-bis(4-mercaptometylphenyl)propan, bis(4-mercaptometylphenyl)ete,
 bis(4-mercaptometylphenyl)sulfua, 2,5-dimecapto-1,3,4-thiadiazol,
 3,4-thiophendithiol và 1,1,3,3-tetrakis(mercaptomethylthio)propan.

Trong số các chất này, bis(2-mecaptoetyl)sulfua,
 2,5-dimecaptometyl-1,4-dithian, 1,3-bis(mercaptometyl)benzen,
 1,4-bis(mercaptometyl)benzen, 4-mercaptometyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan,
 4,8-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan,
 4,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan,
 5,7-dimecaptometyl-1,11-dimecapto-3,6,9-trithiaundecan,

1,1,3,3-tetrakis(mercaptomethylthio)propan, pentaerythritol tetrakis-mercaptopropionat, pentaerythritol tetrakis-thioglycolat, trimethylolpropan tris(thioglycolat) và trimethylolpropan tris(mercapto propionat) are preferred, bis(2-mecaptoetyl)sulfua, 2,5-bis(2-mercaptomethyl)-1,4-dithian, 4-mercaptomethyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan, 1,3-bis(mercaptomethyl)benzen, pentaerythritol tetrakis-mercaptopropionat và pentaerythritol tetrakis-thioglycolat được ưu tiên hơn, và bis(2-mecaptoetyl)sulfua, 2,5-dimecaptoetyl-1,4-dithian và 4-mercaptomethyl-1,8-dimecapto-3,6-dithiaoctan được đặc biệt ưu tiên.

Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo sáng chế có thể gồm có hợp chất polyisoxyanat làm hợp chất có thể polyme hóa để cải thiện độ bền của nhựa thu được. Hàm lượng hợp chất polyisoxyanat thường là 1 đến 25% khối lượng, tốt hơn là 2 đến 25% khối lượng, và đặc biệt tốt hơn là 5 đến 20% khối lượng khi tổng lượng chế phẩm để làm vật liệu quang học là 100% khối lượng. Khi hàm lượng hợp chất polyisoxyanat là nhỏ hơn 1% khối lượng, độ bền có thể được giảm, và khi lượng lớn hơn 25% khối lượng, tông màu có thể bị suy yếu. Các hợp chất có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp làm hợp chất polyisoxyanat được sử dụng trong sáng chế.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất polyisoxyanat gồm có dietylen diisoxyanat, tetrametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, trimethylhexametylen diisoxyanat, xyclohexan diisoxyanat, 1,3-bis(isoxyanatmetyl)xyclohexan, 1,4-bis(isoxyanatmetyl)xyclohexan, isophoron diisoxyanat, 2,6-bis(isoxyanatmetyl)decahydronaphtalen, lysin triisoxyanat, tolylen diisoxyanat, o-tolidin diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat, diphenylete diisoxyanat, 3-(2'-isoxyanatxyclohexyl)propylisoxyanat, isopropyliden bis(xyclohexyl isoxyanat), 2,2'-bis(4-isoxyanatphenyl)propan, triphenylmethan triisoxyanat, bis(diisocyanatetyl)phenylmetan, 4,4',4''-triisoxyanat-2,5-dimetoxyphenylamin, 3,3'-dimetoxybenzidin-4,4'-diisoxyanat, 1,3-phenylen diisoxyanat, 1,4-phenylen diisoxyanat, 4,4'-diisoxyanatbiphenyl, 4,4'-diisoxyanat-3,3'-dimethylbiphenyl, 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(isoxyanatmetyl)naphtalen, 1,5-naphtalen diisoxyanat, bis(isoxyanatmetyl)tetrahydrodixyclopentadien, bis(isoxyanatmetyl)dixyclopentadien, bis(isoxyanatmetyl)tetrahydrothiophen, bis(isoxyanatmetyl)norbornen, bis(isoxyanatmetyl)adamantan, thiodietyl diisoxyanat, thiodipropyl diisoxyanat, thiodihexyl diisoxyanat, bis[(4-isoxyanatmetyl)phenyl]sulfua, 2,5-diisoxyanat-1,4-dithian, 2,5-diisoxyanatmetyl-1,4-dithian, 2,5-diisoxyanatmetylthiophen, dithiodietyl diisoxyanat và dithiodipropyl diisoxyanat.

Tuy nhiên, hợp chất polyisoxyanat được sử dụng trong sáng chế không bị giới hạn, và các chất này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp.

Trong số các chất này, isophoron diisoxyanat, tolylen diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, m-xylylen diisoxyanat, p-xylylen diisoxyanat, m-tetrametyl xylylen diisoxyanat, p-tetrametyl xylylen diisoxyanat, 1,3-bis(isoxyanatmetyl)xyclohexan, 1,4-bis(isoxyanatmetyl)xyclohexan, bis(isoxyanatmetyl)norbornen và 2,5-diisoxyanatmetyl-1,4-dithian được ưu tiên. Trong số các chất này, isophoron diisoxyanat, tolylen diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, 1,3-bis(isoxyanatmetyl)xyclohexan và m-xylylen diisoxyanat được ưu tiên, và isophoron diisoxyanat, m-xylylen diisoxyanat và 1,3-bis(isoxyanatmetyl)xyclohexan được đặc biệt ưu tiên.

Ngoài ra, tỉ lệ của các nhóm SH trong hợp chất polythiol trên các nhóm NCO trong hợp chất polyisoxyanat, ví dụ, [số các nhóm SH trong hợp chất polythiol/số các nhóm NCO trong hợp chất polyisoxyanat] (nhóm SH/nhóm NCO) tốt hơn là 1,0 đến 2,5, tốt hơn nữa là 1,25 đến 2,25, và thậm chí tốt hơn nữa là 1,5 đến 2,0. Khi tỉ lệ được mô tả ở trên là nhỏ hơn 1,0, sự hóa vàng có thể xảy ra vào thời điểm đúc thấu kính, và khi tỉ lệ là lớn hơn 2,5, độ bền nhiệt có thể được giảm.

Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo sáng chế có thể chứa lưu huỳnh làm hợp chất có thể polyme hóa để cải thiện hệ số khúc xạ của nhựa thu

được. Lượng lưu huỳnh thường là 0,1 đến 15% khối lượng, tốt hơn là 0,2 đến 10% khối lượng, và đặc biệt tốt hơn là 0,3 đến 5% khối lượng khi tổng lượng chế phẩm để làm vật liệu quang học là 100% khối lượng. Ngoài ra, trong phương pháp sản xuất vật liệu quang học theo sáng chế, có thể đưa từng phần hợp chất có công thức (2) và lưu huỳnh vào phản ứng polyme hóa trước.

Lưu huỳnh được sử dụng trong sáng chế có thể ở bất kỳ dạng nào. Cụ thể, lưu huỳnh là lưu huỳnh ở dạng bột mịn, lưu huỳnh keo, lưu huỳnh kết tủa, lưu huỳnh kết tinh, lưu huỳnh thăng hoa hoặc tương tự, và tốt hơn là lưu huỳnh ở dạng bột mịn có các hạt nhỏ.

Lưu huỳnh được sử dụng trong sáng chế có thể được tạo ra bằng bất kỳ phương pháp sản xuất nào. Các ví dụ về phương pháp sản xuất lưu huỳnh gồm có các phương pháp thăng hoa và tinh chế từ các quặng lưu huỳnh tự nhiên, các phương pháp khai thác mỏ lưu huỳnh dưới mặt đất bằng các phương pháp nóng chảy, và các phương pháp sử dụng hồi phục, ví dụ, hydro sulfua thu được trong quá trình loại lưu huỳnh của dầu hỏa, khí thiên nhiên hoặc tương tự, làm nguyên liệu thô, nhưng bất kỳ phương pháp nào trong số các phương pháp sản xuất có thể được sử dụng.

Tốt hơn là kích cỡ hạt của lưu huỳnh được sử dụng trong sáng chế là nhỏ hơn 10 lỗ rây, đó là, lưu huỳnh ở dạng bột mịn có kích cỡ hạt nhỏ hơn 10 lỗ rây. Khi kích cỡ hạt của lưu huỳnh là lớn hơn 10 lỗ rây, khó hòa tan lưu huỳnh hoàn toàn. Vì lý do này, trong bước đầu tiên, phản ứng không mong muốn hoặc tương tự có thể xảy ra gây ra sai sót. Kích cỡ hạt của lưu huỳnh tốt hơn nữa là nhỏ hơn 30 lỗ rây, và tốt nhất là nhỏ hơn 60 lỗ rây.

Độ tinh khiết của lưu huỳnh được sử dụng trong sáng chế tốt hơn là ít nhất 98%, tốt hơn nữa là ít nhất 99,0%, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 99,5%, và tốt nhất là ít nhất 99,9%. Khi độ tinh khiết của lưu huỳnh ít nhất là 98%, tông màu của vật liệu quang học thu được được cải thiện so với trường hợp nhỏ hơn 98%.

Khi thu được vật liệu quang học bằng polyme hóa và lưu hóa chế phẩm để làm vật liệu quang học theo sáng chế, có thể thêm chất xúc tác polyme hóa. Chế phẩm theo sáng chế có thể là chế phẩm polyme hóa được và chế phẩm lưu hóa được chứa chế phẩm để làm vật liệu quang học và chất xúc tác polyme hóa. Làm

chất xúc tác polyme hóa, các amin, các phosphin, các muối onium, v.v. có thể được sử dụng, nhưng các muối onium được đặc biệt ưu tiên. Trong số các chất này, các muối amoni thế bốn lần, các muối phosphoni thế bốn lần, các muối sulfoni thế ba lần và các muối iodon thế hai lần được ưu tiên. Trong số các chất này, các muối amoni thế bốn lần và các muối phosphoni thế bốn lần, mà có khả năng tương thích tốt với chế phẩm để làm vật liệu quang học, được ưu tiên hơn, và các muối phosphoni thế bốn lần thậm chí được ưu tiên hơn. Các ví dụ được ưu tiên hơn về chất xúc tác polyme hóa gồm có các muối amoni thế bốn lần như là tetra-n-butylamoni bromua, trietylbenzyl amoni clorua, cetyldimetylbenzyl amoni clorua và 1-n-dodexyl pyridini clorua và các muối phosphoni thế bốn lần như là tetra-n-butylphosphoni bromua và tetraphenyl phosphoni bromua. Trong số các chất này, tetra-n-butylamoni bromua, trietylbenzyl amoni clorua và tetra-n-butylphosphoni bromua thậm chí được ưu tiên hơn các chất xúc tác polyme hóa.

Lượng chất xúc tác polyme hóa được thêm vào không được xác định một cách cụ thể vì lượng này thay đổi dựa vào các thành phần của chế phẩm, tỉ lệ trộn và phương pháp polyme hóa và lưu hóa, nhưng lượng thường là từ 0,0001% khối lượng đến 10% khối lượng, tốt hơn là 0,001% khối lượng đến 5% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,01% khối lượng đến 1% khối lượng, và tốt nhất là 0,01% khối lượng đến 0,5% khối lượng khi tổng lượng chế phẩm để làm vật liệu quang học là 100% khối lượng (lượng không bao gồm chất xúc tác polyme hóa). Khi lượng chất xúc tác polyme hóa được thêm vào lớn hơn 10% khối lượng, chế phẩm có thể được polyme hóa nhanh chóng. Khi lượng chất xúc tác polyme hóa được thêm vào là nhỏ hơn 0,0001% khối lượng, chế phẩm để làm vật liệu quang học có thể được lưu hóa không đầy đủ, dẫn đến độ bền nhiệt kém.

Ngoài ra, trong sản xuất vật liệu quang học theo phương pháp sản xuất theo sáng chế, có thể chắc chắn thêm các chất phụ gia như là chất hấp thụ tia tử ngoại, chất tạo màu xanh và chất tạo màu vào chế phẩm để làm vật liệu quang học để cải thiện hơn nữa tính khả dụng của vật liệu quang học thu được.

Các ví dụ ưu tiên về chất hấp thụ tia tử ngoại gồm có các hợp chất nền benzotriazol, và 2-(2-hydroxy-5-metyl phenyl)-2H-benzotriazol,

5-clo-2-(3,5-di-tert-butyl-2-hydroxyphenyl)-2H-benzotriazol,
 2-(2-hydroxy-4-octylphenyl)-2H-benzotriazol,
 2-(2-hydroxy-4-metoxyphenyl)-2H-benzotriazol,
 2-(2-hydroxy-4-etoxyphenyl)-2H-benzotriazol,
 2-(2-hydroxy-4-butoxyphenyl)-2H-benzotriazol,
 2-(2-hydroxy-4-octyloxyphenyl)-2H-benzotriazol và
 2-(2-hydroxy-5-t-octylphenyl)-2H-benzotriazol là các hợp chất được đặc biệt ưu
 tiên.

Lượng mỗi chất trong số các chất hấp thụ tia tử ngoại được thêm vào
 thường là từ 0,01 đến 5% khối lượng khi tổng lượng chế phẩm để làm vật liệu
 quang học là 100% khối lượng.

Khi polyme hóa và lưu hóa chế phẩm để làm vật liệu quang học, đối với
 mục đích kéo dài thời gian bảo quản, phân tán nhiệt tạo ra bởi polyme hóa, v.v.,
 chất điều chỉnh polyme hóa có thể được thêm vào nếu cần. Các ví dụ về chất điều
 chỉnh polyme hóa gồm có các halogenua của các nhóm 13 đến 16 của bảng tuần
 hoàn ở dạng dài. Trong số các chất này, các halogenua của silic, germani, thiếc và
 antimon được ưu tiên, và các clorua của germani, thiếc và antimon, mà có nhóm
 alkyl, được ưu tiên hơn. Ngoài ra, dibutyltin diclorua, butyltin triclora, dioctyltin
 diclorua, octyltin triclora, dibutyldiclogermani, butyltriclogermani,
 dipenyldiclogermani, phenyltriclogermani và triphenylantimon diclorua thậm
 chí được ưu tiên hơn, và dibutyltin diclorua là hợp chất được ưu tiên nhất. Các
 chất điều chỉnh polyme hóa có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại
 có thể được sử dụng kết hợp.

Lượng chất điều chỉnh polyme hóa được thêm vào là từ 0,0001 đến 5,0%
 khối lượng, tốt hơn là 0,0005 đến 3,0% khối lượng, và tốt hơn nữa là 0,001 đến
 2,0% khối lượng khi tổng lượng chế phẩm để làm vật liệu quang học là 100%
 khối lượng. Khi lượng chất điều chỉnh polyme hóa được thêm vào là nhỏ hơn
 0,0001% khối lượng, thời gian bảo quản đầy đủ không được đảm bảo đối với vật
 liệu quang học thu được, và khi lượng chất điều chỉnh polyme hóa được thêm vào
 là lớn hơn 5,0% khối lượng, chế phẩm để làm vật liệu quang học có thể không
 được lưu hóa đầy đủ, và độ bền nhiệt của vật liệu quang học thu được có thể được

giảm.

Chế phẩm để làm vật liệu quang học hoặc chế phẩm có thể polyme hóa và lưu hóa thu được theo cách đó được phun vào trong khuôn đúc hoặc tương tự và được polyme hóa để thu được vật liệu quang học.

Vào thời điểm đúc khuôn đúc chế phẩm theo sáng chế, tốt hơn là lọc và loại bỏ các tạp chất sử dụng, ví dụ, bộ lọc có đường kính lỗ rây khoảng 0,1 đến 5 μm để cải thiện chất lượng của vật liệu quang học theo sáng chế.

Chế phẩm theo sáng chế thường được polyme hóa như được mô tả dưới đây. Cụ thể, thời gian lưu hóa thường là 1 đến 100 giờ, và nhiệt độ lưu hóa thường là -10°C đến 140°C . Việc polyme hóa được tiến hành bằng cách thực hiện bước giữ chế phẩm ở nhiệt độ polyme hóa được xác định trước trong khoảng thời gian xác định, bước tăng nhiệt độ ở tốc độ từ $0,1^{\circ}\text{C}$ đến $100^{\circ}\text{C}/\text{giờ}$ và bước giảm nhiệt độ ở tốc độ từ $0,1^{\circ}\text{C}$ đến $100^{\circ}\text{C}/\text{giờ}$, hoặc kết hợp ba bước trên.

Ngoài ra, tốt hơn là ủ vật liệu quang học thu được ở nhiệt độ 50 đến 150°C trong vòng 10 phút đến 5 giờ sau khi hoàn thành lưu hóa để loại bỏ việc biến dạng vật liệu quang học theo sáng chế. Ngoài ra, vật liệu quang học thu được có thể được xử lý bề mặt như là nhuộm màu, phủ cứng, phủ chịu va đập, xử lý chống phản chiếu và thêm các đặc tính chống mờ nếu cần.

Vật liệu quang học theo sáng chế có thể được sử dụng phù hợp làm thấu kính quang học. Thấu kính quang học được tạo ra bằng cách sử dụng chế phẩm theo sáng chế là vượt trội ở độ bền, pha màu, tính chịu ánh sáng và độ trong suốt, và do đó có thể được sử dụng trong lĩnh vực thường sử dụng các thấu kính thủy tinh đắt tiền có hệ số khúc xạ cao như là các kính thiên văn, các ống nhòm và các máy chiếu truyền hình và cực kỳ hữu dụng. Thấu kính quang học tốt hơn là được sử dụng ở dạng thấu kính không cầu nếu cần. Trong trường hợp thấu kính không cầu, vì quang sai cầu có thể được điều chỉnh về cơ bản là bằng 0 với một thấu kính, không cần thiết loại bỏ quang sai cầu bằng việc kết hợp các thấu kính mặt cầu, và có thể đạt được việc giảm trọng lượng và giảm chi phí sản xuất. Do đó, các thấu kính không cầu đặc biệt hữu dụng làm thấu kính máy ảnh trong số các thấu kính quang học.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả cụ thể bằng các ví dụ thử nghiệm và các ví dụ so sánh. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ thử nghiệm được mô tả dưới đây.

1. Phương pháp đánh giá khả năng nhuộm

Vật liệu quang học được nhúng vào bể nhuộm có chế phẩm được mô tả dưới đây ở 90°C trong vòng 30 phút, và sau đó hệ số truyền ánh sáng tổng được đánh giá. Giá trị thu được bằng cách tính giá trị đo theo công thức được mô tả dưới đây được coi như khả năng nhuộm.

Khả năng nhuộm = $100 - \text{hệ số truyền ánh sáng tổng (\%)}$

Chế phẩm bể nhuộm:

Seiko Purakkusu Dia- lớp phủ Blown D: 0,2% trọng lượng

Nhuộm Seiko Purakkusu phụ: 0,3% trọng lượng

Rượu benzyl: 2,0% trọng lượng

Trường hợp mà khả năng nhuộm là bằng hoặc lớn hơn 70 được đánh giá là “A”. Trường hợp mà khả năng nhuộm là bằng hoặc lớn hơn 55 và nhỏ hơn 70 được đánh giá là “B”. Trường hợp mà khả năng nhuộm là bằng hoặc lớn hơn 40 và nhỏ hơn 55 được đánh giá là “C”. Trường hợp mà khả năng nhuộm nhỏ hơn 40 được đánh giá là “D”. A, B và C được coi như chấp nhận được.

2. Phương pháp đánh giá các tính chất tháo khuôn đúc

100 thấu kính có độ tụ của thấu kính là -10D được tạo ra theo phương pháp được mô tả trong phần ví dụ thực hiện sáng chế, và các tính chất tháo khuôn đúc sau khi polyme hóa và lưu hóa được đánh giá. Trường hợp mà không thấu kính nào bị vỡ được đánh giá là “A”. Trường hợp mà 1 đến 2 thấu kính bị vỡ được đánh giá là “B”. Trường hợp mà 3 hoặc nhiều hơn 3 thấu kính bị vỡ được đánh giá là “C”. A và B được coi như chấp nhận được.

3. Phương pháp đánh giá vết bong

100 thấu kính có độ tụ của thấu kính là -10D được tạo ra theo phương pháp được mô tả trong các ví dụ. Mỗi thấu kính sau khi polyme hóa và lưu hóa

được quan sát bằng cách sử dụng đèn thủy ngân, và vết bong được đánh giá dựa trên số lượng các thấu kính có độ chính xác bề mặt kém được tạo ra. Trường hợp không có vết bong nào được tạo ra trên các thấu kính được đánh giá là “A”. Trường hợp mà 1 đến 2 thấu kính có vết bong được đánh giá là “B”. Trường hợp mà có 3 hoặc nhiều hơn 3 vết bong được đánh giá là “C”. A và B được coi như chấp nhận được.

Ví dụ tổng hợp

185g (2,0 mol) epichlorhydrin, 30g nước, 5g metanol và 1,5g dung dịch chứa nước 32% của natri hydroxit được đặt vào trong bình 3 lít, và 35g (1,0 mol) hydro sulfua được thổi vào trong bình trong khi hỗn hợp được khuấy với nhiệt độ dung dịch được duy trì ở 5 đến 15°C, nhờ đó thu được 210 g (0,96 mol) bis(3-clo-2-hydroxypropyl)sulfua.

Sau đó, 750ml toluen, 750ml metanol, 0,3g anhydrit axetic và 350g thioure được thêm vào, và phản ứng được thực hiện ở 40°C trong vòng 10 giờ. Sau khi phản ứng được hoàn thành, nước được thêm vào để thực hiện rửa, lớp hữu cơ thu được được rửa bằng axit sulfuric 10% và sau đó được rửa bằng nước, dung môi được chưng cất, và sau đó thực hiện tinh chế trong cột, nhờ đó thu được 139g (0,65 mol) 1,7-dimecapto-2,6-dihydroxy-4-thiaheptan.

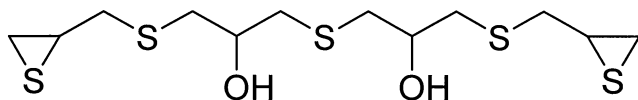
Ví dụ 1

19,5g (0,2 mol) epichlorhydrin, 30g nước, 5g metanol và 0,2g dung dịch nước 32% của natri hydroxit được đặt vào trong bình 1 lít, và 21,4g (0,1 mol) 1,7-dimecapto-2,6-dihydroxy-4-thiaheptan thu được trong ví dụ tổng hợp ở trên được thêm từng giọt trong khi hỗn hợp được khuấy với nhiệt độ dung dịch được duy trì ở 5 đến 15°C, nhờ đó thu được bis-(2,6-dihydroxy-7-clo-4-thiaheptyl)sulfua.

100g nước được thêm vào, và sau đó 25g dung dịch nước 32% của natri hydroxit được thêm từng giọt với nhiệt độ được duy trì ở 0 đến 10°C. Sau đó, 100g metyl isobutyl xeton được thêm vào để thực hiện chiết, lớp hữu cơ thu được được rửa bằng axit axetic 1% và sau đó được rửa bằng nước, dung môi được chưng cất, và sau đó thực hiện việc tinh chế trong cột, nhờ đó thu được 20 g (0,06

mol) bis-(2-hydroxy-6,7-epoxy-4-thiaheptyl)sulfua.

Sau đó, 200ml toluen, 200ml metanol, 0,2g anhydrit axetic và 19g thioure được thêm vào, và phản ứng được thực hiện ở 40°C trong vòng 10 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, nước được thêm vào để thực hiện rửa, lớp hữu cơ thu được được rửa bằng axit sulfuric 10% và sau đó được rửa bằng nước, dung môi được chưng cất, và sau đó thực hiện việc tinh chế trong cột, nhờ đó thu được 16 g (0,04 mol) bis-(2-hydroxy-6,7-epitio-4-thiaheptyl)sulfua có công thức cấu tạo dưới đây:

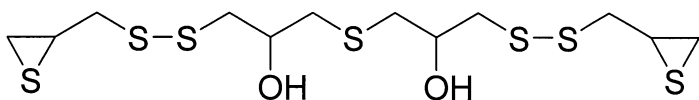


$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): 2,0ppm (2H), 2,2-2,7ppm (18H), 3,8ppm (2H)

$^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3): 26ppm (2C), 33ppm (4C), 44ppm (2C), 45ppm (2C), 77ppm (2C)

Ví dụ 2

15g (0,07 mol) 1,7-dimecapto-2,6-dihydroxy-4-thiaheptan thu được trong ví dụ tổng hợp, 15g (0,14 mol) 3-mercapto-1,2-propylensulfua, 100ml toluen, 100ml metanol và 23,2g (0,14 mol) kali iodua được đặt vào trong bình 1 lít. Hỗn hợp được khuấy với nhiệt độ bên trong được duy trì ở -20°C, và 35,6g (0,14 mol) iot rắn được nạp từng phần vào hỗn hợp để thực hiện trưởng thành trong vòng 4 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, 100ml toluen được thêm vào, lớp hữu cơ được lấy ra và việc lọc được thực hiện, sau đó rửa bằng muối, axit sulfuric 1%, và sau đó rửa bằng muối. Lớp hữu cơ thu được được khử nước bằng magie sulfat khan và sau đó được lọc, và dung môi trong phần lọc thu được được chưng cất. Sau đó, thực hiện việc tinh chế trong cột, nhờ đó thu được 11,4g (0,03 mol) bis-(2-hydroxy-7,8-epithio-4,5-dithiaoctyl)sulfua có công thức cấu tạo dưới đây:



$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): 2,0ppm (2H), 2,2-3,0ppm (18H), 3,8ppm (2H)

$^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3): 24ppm (2C), 33ppm (4C), 45ppm (2C), 46ppm (2C), 78ppm (2C)

Ví dụ 3

Bis(β -epithiopropyl)sulfua (sau đây được đề cập làm “hợp chất b-1”) làm hợp chất episulfua có công thức (2) được mô tả ở trên, bis-(2-hydroxy-6,7-epithio-4-thiaheptyl)sulfua thu được trong ví dụ 1 (sau đây được đề cập làm “hợp chất a-1”) làm hợp chất episulfua có công thức (1) được mô tả ở trên được thêm vào để thu được chế phẩm chứa 0,001% khối lượng hợp chất a-1. 79,0 phần khối lượng của chế phẩm thu được, 0,5 phần khối lượng lưu huỳnh và 0,9 phần khối lượng 2,2-metylenbis[4-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)-6-(2H-benzotriazol-2-yl)phenol] làm chất hấp thụ tia tử ngoại (được sản xuất bởi Kyodo Chemical Co., Ltd., tên thương mại: Biosorb 583) được trộn cùng nhau một cách đồng nhất ở 30°C trong vòng 1 giờ, nhờ đó thu được dung dịch thứ nhất. Sau đó, dung dịch thứ nhất được làm lạnh đến 10°C. 6,6 phần khối lượng pentaerythritol tetrakis-mercaptopropionat, 0,08 phần khối lượng tetra-n-butylphosphoni bromua và 0,01 phần khối lượng dibutyltin diclorua được trộn một cách đồng nhất ở nhiệt độ trộn là 20°C, và sau đó, hỗn hợp thu được được thêm vào dung dịch thứ nhất và được khuấy một cách đồng nhất ở nhiệt độ trộn là 15°C trong vòng 30 phút để thu được dung dịch thứ hai. 0,01 phần khối lượng Zelec UN (được sản xuất bởi Stepan) làm chất tháo khuôn đúc và 7,1 phần khối lượng m-xylylen diisoxyanat được trộn một cách đồng nhất ở 20°C, và sau đó được thêm vào dung dịch thứ hai. Hỗn hợp thu được được xử lý khử khí và khuấy ở nhiệt độ phản ứng là 15°C ở mức chân không là 0,27 kPa trong vòng 2,5 giờ để phản ứng hỗn hợp, nhờ đó thu được hỗn hợp phản ứng. 6,8 phần khối lượng bis(2-mecaptoetyl)sulfua được thêm vào hỗn hợp phản ứng trong bình phản ứng, và được xử lý khử khí và khuấy ở 15°C trong vòng 30 phút ở mức chân không 0,27 kPa, nhờ đó thu được chế phẩm để làm vật liệu quang học. Chế phẩm để làm vật liệu quang học thu được được phun vào trong khuôn đúc cấu tạo bằng hai tấm thủy tinh và băng, và được giữ ở 30°C trong vòng 30 giờ, sau đó nhiệt độ được tăng lên 100°C trong vòng hơn 10 giờ, và cuối cùng, chế phẩm được giữ ở 100°C trong vòng 1 giờ để được polyme hóa và lưu hóa. Sau khi làm lạnh, sản phẩm thu được được tháo từ khuôn đúc và ủ ở 110°C trong vòng 60 phút. Các kết quả đánh giá theo các tính chất tháo khuôn

đúc, vết bong và khả năng nhuộm được thể hiện trong bảng 1.

Các ví dụ 4-9, ví dụ so sánh 1

Vật liệu quang học thu được theo cách tương tự với cách trong ví dụ 3, ngoại trừ rằng lượng hợp chất a-1 (hợp chất của công thức (1)) được thêm vào thay đổi. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 10

Bis(β -epithiopropyl)disulfua (sau đây được đề cập làm “hợp chất b-2”) làm hợp chất episulfua có công thức (2) được mô tả ở trên, bis-(2-hydroxy-7,8-epithio-4,5-dithiaoctyl)sulfua thu được trong ví dụ 2 (sau đây được đề cập làm “hợp chất a-2”) làm hợp chất episulfua có công thức (1) ở trên được thêm vào để thu được chế phẩm chứa 0,001% khối lượng hợp chất a-2. 79,0 phần khối lượng của chế phẩm thu được, 0,5 phần khối lượng lưu huỳnh và 0,9 phần khối lượng 2,2-metylenbis[4-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)-6-(2H-benzotriazol-2-yl)phenol] làm chất hấp thụ tia tử ngoại (được sản xuất bởi Kyodo Chemical Co., Ltd., tên thương mại: Biosorb 583) được trộn cùng nhau một cách đồng nhất ở 30°C trong vòng 1 giờ, nhờ đó thu được dung dịch thứ nhất. Sau đó, dung dịch thứ nhất được làm lạnh đến 10°C. 6,6 phần khối lượng pentaerythritol tetrakis-mercaptopropionat, 0,08 phần khối lượng tetra-n-butylphosphoni bromua và 0,01 phần khối lượng dibutyltin diclorua được trộn một cách đồng nhất ở nhiệt độ trộn là 20°C, và sau đó, hỗn hợp thu được được thêm vào dung dịch thứ nhất và được khuấy một cách đồng nhất ở nhiệt độ trộn là 15°C trong vòng 30 phút để thu được dung dịch thứ hai. 0,01 phần khối lượng Zelec UN (được sản xuất bởi Stepan) làm chất tháo khuôn đúc và 7,1 phần khối lượng m-xylylen diisoxyanat được trộn một cách đồng nhất ở 20°C, và sau đó được thêm vào dung dịch thứ hai. Hỗn hợp thu được được xử lý khử khí và khuấy ở nhiệt độ phản ứng là 15°C ở mức chân không 0,27 kPa trong vòng 2,5 giờ để phản ứng hỗn hợp, nhờ đó thu được hỗn hợp phản ứng. 6,8 phần khối lượng bis(2-mecaptoetyl)sulfua được thêm vào hỗn hợp phản ứng trong bình phản ứng, và được xử lý khử khí và khuấy ở 15°C trong vòng 30 phút ở mức chân không 0,27 kPa, nhờ đó thu được chế phẩm để làm vật liệu quang học. Chế phẩm để làm vật liệu quang học thu được được

phun vào trong khuôn đúc làm bằng hai tấm thủy tinh và băng, và được giữ ở 30°C trong vòng 30 giờ, sau đó nhiệt độ được tăng lên 100°C trong vòng hơn 10 giờ, và cuối cùng, chế phẩm được giữ ở 100°C trong vòng 1 giờ để được polyme hóa và lưu hóa. Sau khi làm lạnh, chế phẩm thu được được tháo khuôn đúc và ủ ở 110°C trong vòng 60 phút. Các kết quả đánh giá theo các tính chất tháo khuôn đúc, vết bong và khả năng nhuộm được thể hiện trên bảng 1.

Các ví dụ 11-16, ví dụ so sánh 2

Vật liệu quang học thu được theo cách tương tự cách trong ví dụ 10, ngoại trừ rằng lượng hợp chất a-2 (hợp chất của công thức (1)) được thêm vào được thay đổi. Các kết quả đánh giá được thể hiện trên bảng 1.

Bảng 1

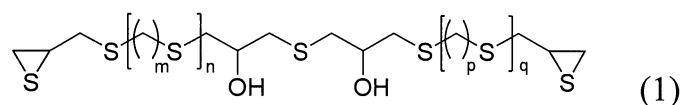
	Thành phần chính	Thành phần được thêm vào (lượng thêm vào)	Vết bong	Các tính chất tháo khuôn đúc	Khả năng nhuộm
Ví dụ 3	b-1	a-1 (0,001% khối lượng)	B	A	C
Ví dụ 4	b-1	a-1 (0,005% khối lượng)	B	A	B
Ví dụ 5	b-1	a-1 (0,01% khối lượng)	A	A	A
Ví dụ 6	b-1	a-1 (1% khối lượng)	A	A	A
Ví dụ 7	b-1	a-1 (3% khối lượng)	A	B	A
Ví dụ 8	b-1	a-1 (5% khối lượng)	A	B	A
Ví dụ 9	b-1	a-1 (10% khối lượng)	A	C	A

Ví dụ so sánh 1	b-1	Không	C	A	D
Ví dụ 10	b-2	a-2 (0,001% khối lượng)	B	A	C
Ví dụ 11	b-2	a-2 (0,005% khối lượng)	B	A	B
Ví dụ 12	b-2	a-2 (0,01% khối lượng)	A	A	A
Ví dụ 13	b-2	a-2 (1% khối lượng)	A	A	A
Ví dụ 14	b-2	a-2 (3% khối lượng)	A	A	A
Ví dụ 15	b-2	a-2 (5% khối lượng)	A	B	A
Ví dụ 16	b-2	a-1 (10% khối lượng)	A	C	A
Ví dụ so sánh 2	b-2	Không	C	A	D

Có thể thấy được rằng từ bảng 1, trong các ví dụ 3-8 và 10-15, tất cả các vết bong, các tính chất tháo khuôn đúc và khả năng nhuộm được đánh giá ở mức chấp nhận được. Trong khi đó, trong các ví dụ 9 và 16, vết bong và khả năng nhuộm được đánh giá là tốt, nhưng các tính chất tháo khuôn đúc được đánh giá là kém. Trong các ví dụ so sánh 1 và 2, trong đó không chứa hợp chất episulfua có công thức (1), các tính chất tháo khuôn đúc được đánh giá là tốt, nhưng vết bong và khả năng nhuộm được đánh giá là kém.

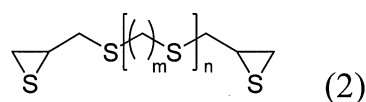
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất episulfua có công thức (1):



trong đó m và p là số nguyên từ 0 đến 2 và mỗi n và q là 0 hoặc 1.

2. Chế phẩm để làm vật liệu quang học, trong đó chế phẩm này chứa hợp chất episulfua có công thức (1) theo điểm 1 và hợp chất episulfua có công thức (2):



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

3. Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo điểm 2, trong đó hàm lượng hợp chất episulfua có công thức (1) là từ 0,001 đến 5,0% khối lượng.

4. Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo điểm 2 hoặc 3, trong đó hàm lượng hợp chất episulfua có công thức (2) là từ 40 đến 99,999% khối lượng.

5. Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 4, trong đó chế phẩm này còn chứa polythiol.

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

7. Chế phẩm để làm vật liệu quang học theo điểm 5 hoặc 6, trong đó chế phẩm này còn chứa polyisoxyanat.

8. Chế phẩm có thể polyme hóa và lưu hóa, trong đó chế phẩm này chứa chế phẩm để làm vật liệu quang học theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 7 và chất xúc tác polyme hóa với lượng từ 0,0001 đến 10% khối lượng tính theo tổng lượng chế phẩm để làm vật liệu quang học.

9. Vật liệu quang học thu được bằng cách lưu hóa chế phẩm để làm vật liệu quang học theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 7.

10. Vật liệu quang học thu được bằng cách lưu hóa chế phẩm có thể polyme hóa và lưu hóa theo điểm 8.

11. Thấu kính quang học chứa vật liệu quang học theo điểm 9.
12. Thấu kính quang học chứa vật liệu quang học theo điểm 10.
13. Phương pháp sản xuất vật liệu quang học, trong đó phương pháp này gồm có bước bổ sung chất xúc tác polyme hóa với lượng từ 0,0001 đến 10% khối lượng tính theo tổng lượng chế phẩm để làm vật liệu quang học theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 7 để polyme hóa và lưu hóa.
14. Phương pháp sản xuất vật liệu quang học theo điểm 13, trong đó hợp chất episulfua có công thức (2) và lưu huỳnh được phản ứng polyme hóa một phần trước, sau đó polyme hóa và lưu hóa.