



(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) 
1-0021223

(51)⁷ **C07D 409/12, G02B 1/04, C08G 75/08,**
G02C 7/02

(13) **B**

(21) 1-2017-02942

(22) 01.03.2016

(86) PCT/JP2016/056152 01.03.2016

(87) WO2016/158156A1 06.10.2016

(30) 2015-072692 31.03.2015 JP

(45) 25.07.2019 376

(43) 25.10.2017 355

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

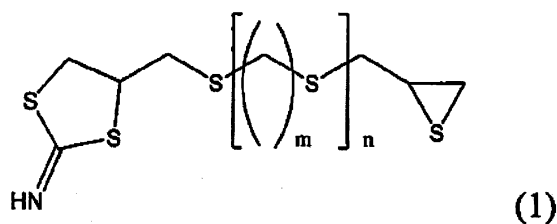
5-2, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8324 Japan

(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 EPISULFUA, CHẾ PHẨM VẬT LIỆU QUANG CHỨA HỢP CHẤT NÀY, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU QUANG VÀ VẬT LIỆU QUANG**

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất episulfua. Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm vật liệu quang chứa hợp chất episulfua có công thức (1) và hợp chất polyme hóa được khác với hợp chất episulfua có công thức (1). Chế phẩm vật liệu quang có thể lưu trữ hợp chất polyme hóa được một cách ổn định và không tổn kém và thu được vật liệu quang có màu sắc tốt và có độ bền ánh sáng và độ trong suốt tốt. Trong công thức này, m là số nguyên từ 0 đến 4, và n là số nguyên từ 0 đến 2.



Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến vật liệu quang và phương pháp sản xuất vật liệu quang.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp chất episulfua và chế phẩm vật liệu quang chứa hợp chất này. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến hợp chất episulfua và chế phẩm vật liệu quang chứa hợp chất này mà có thể được sử dụng một cách thuận tiện trong các vật liệu quang như thấu kính làm bằng nhựa, lăng kính, sợi quang, nền ghi thông tin và bộ lọc, 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 vượt trội, và có thể dễ dàng nhuộm. Các đặc tính mà cụ thể cần cho thấu kính làm bằng nhựa bao gồm các đặc tính vật lý và hóa học như tỷ trọng thấp, độ trong suốt cao, giảm được sắc vàng, độ chịu nhiệt cao và độ bền cao, và các đặc tính quang học như hệ số khúc xạ cao và trị số Abbe 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, đã có báo cáo một số ví dụ sử dụng hợp chất hữu cơ có nguyên tử lưu huỳnh 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 xem là có sự cân bằng tốt giữa hệ số khúc xạ và trị số Abbe (tài liệu sáng chế 1). Hơn nữa, do các hợp chất polyepisulfua có thể phản ứng với các hợp chất khác, nên các chế phẩm của chúng với các hợp chất khác đã được đề xuất để gia tăng các đặc tính vật lý (các tài liệu sáng chế 2-5).

Tuy nhiên, do các hợp chất polyepisulfua khó để lưu trữ trong một thời gian dài do khả năng phản ứng cao của hợp chất này, kỹ thuật lưu trữ bằng kỹ thuật trữ lạnh (tài liệu sáng chế 6) và kỹ thuật bổ sung hợp chất epoxy có nhóm halogen (tài liệu sáng chế 7) được đề xuất.

Ngoài ra, sự tạo màu, đường gợn hoặc độ đục có thể bị gây ra trong nhựa được polyme hóa khi sản xuất nhựa vật liệu quang. Có báo cáo rằng nhựa quang học mà không có màu và không có đường gợn có thể được tạo ra bằng cách giữ

hàm lượng của thành phần nitơ trong hợp chất polythiol nằm trong khoảng cụ thể để cải thiện hiệu suất (tài liệu sáng chế 8).

Tài liệu kỹ thuật đã biết

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 *Heisei* 09-110979

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn yêu cầu cấp Bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản chưa thẩm định số *Heisei* 10-298287

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 2000-327677

Tài liệu sáng chế 7: Công bố đơn yêu cầu cấp Bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản chưa thẩm định số 2005-272418

Tài liệu sáng chế 8: Bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 5613847

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Tuy nhiên, do việc trữ lạnh cần hộp làm mát đặc biệt mà làm tăng chi phí và hợp chất epoxy có nhóm halogen làm suy biến độ bền ánh sáng do halogen, cần có nhiều sự cải tiến. Ngoài ra, ngay cả khi hợp chất polythiol có hàm lượng nitơ nằm trong khoảng cụ thể được sử dụng thì sự cải tiến độ bền ánh sáng là không đủ. Vì vậy, vẫn còn cần nhiều sự cải tiến về việc lưu trữ ổn định và độ bền ánh sáng đối với các loại nhựa quang học mà được sản xuất theo các phương pháp được mô tả trong các tài liệu nêu trên, và vì vậy khó để thu được vật liệu quang vượt trội về

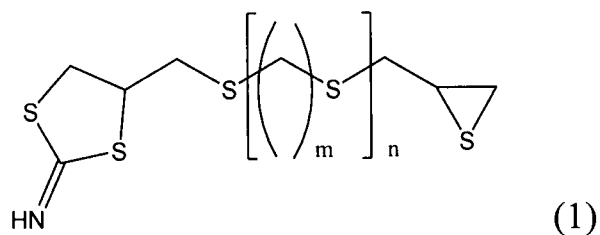
việc lưu trữ ổn định và độ trong suốt cũng như màu sắc và độ trong suốt.

Xem xét các vấn đề kỹ thuật đang tồn tại nêu trên, sáng chế nhằm mục đích tạo ra chế phẩm vật liệu quang mà cho phép sự lưu trữ ổn định và không tồn kém hợp chất polyepisulfua và có thể tạo ra vật liệu quang với màu sắc, độ bền ánh sáng và độ trong suốt tốt.

Cách thức giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế đã tiến hành các nghiên cứu tỉ mỉ trên cơ sở xem xét các trường hợp nêu trên, và kết quả là đã tìm ra các vấn đề nêu trên có thể được giải quyết bởi sáng chế sau. Như vậy, sáng chế được đề xuất như sau.

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



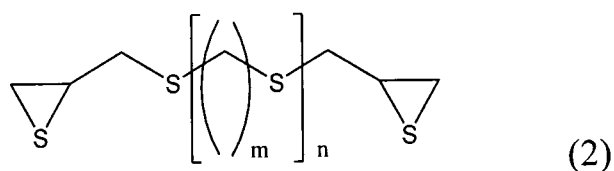
(trong đó m là số nguyên từ 0 đến 4 và n là số nguyên từ 0 đến 2).

<2> Chế phẩm vật liệu quang chứa hợp chất episulfua theo mục <1> và hợp chất polyme hóa được khác ngoài hợp chất episulfua có công thức (1).

<3> Chế phẩm vật liệu quang theo mục <2>, trong đó hàm lượng của hợp chất episulfua nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 5,0% khối lượng tính theo tổng khối lượng của hợp chất episulfua và hợp chất polyme hóa được.

<4> Chế phẩm vật liệu quang theo mục bất kỳ trong số mục <2> hoặc <3>, chứa hợp chất polyme hóa được với lượng nằm trong khoảng từ 95,0 đến 99,9999% khối lượng.

<5> Chế phẩm vật liệu quang theo mục bất kỳ trong số các mục từ <2> đến <4> chứa hợp chất có công thức (2) sau là hợp chất polyme hóa được:



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

<6> Chế phẩm vật liệu quang theo mục <5>, chứa hợp chất có công thức (2) với lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 99,999% khối lượng.

<7> Chế phẩm vật liệu quang theo mục bất kỳ trong số các mục <5> hoặc <6>, trong đó hàm lượng của hợp chất episulfua là nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 5,0% khối lượng tính theo tổng khối lượng của hợp chất episulfua và hợp chất có công thức (2).

<8> Chế phẩm polyme hóa được/lưu hóa được chứa chế phẩm vật liệu quang theo mục bất kỳ trong số các mục từ <2> đến <7> và chất xúc tác quá trình polyme hóa với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 10% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm vật liệu quang.

<9> Vật liệu quang thu được bằng cách lưu hóa chế phẩm polyme hóa được/lưu hóa được theo mục <8>.

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

<11> Phương pháp sản xuất vật liệu quang, bao gồm các bước: bổ sung chất xúc tác quá trình polyme hóa vào chế phẩm vật liệu quang theo mục bất kỳ trong số các mục từ <2> đến <7> với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 10% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm vật liệu quang; và polyme hóa/ lưu hóa phần thu được.

Hiệu quả của sáng chế

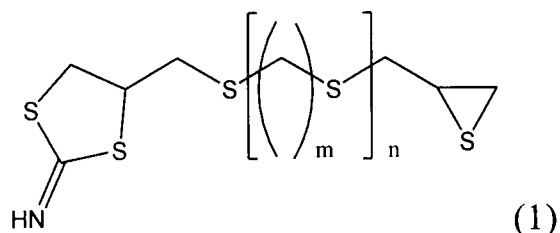
Sáng chế có thể tạo ra chế phẩm vật liệu quang mà cho phép sự lưu trữ ổn định và không tổn kém hợp chất episulfua và có thể tạo ra vật liệu quang với độ bền ánh sáng, màu sắc và độ trong suốt tốt khi sản xuất vật liệu quang có hệ số khúc xạ cao.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết. Phạm vi của sáng chế sẽ không bị giới hạn bởi phần mô tả này, và sáng chế có thể được cải biến và thực hiện một cách thích hợp theo cách khác với các ví dụ sau đây mà không đi chệch khỏi bản chất của sáng chế. Sau đây, tất cả các tài liệu và công bố đơn trích dẫn được lồng ghép trong bản mô tả này bằng cách viện dẫn tổng thể bất kể mục đích của chúng

là gì. Hơn nữa, bộ yêu cầu bảo hộ và nội dung được bộc lộ của bản mô tả đơn sáng chế Nhật Bản số 2015-072692 (nộp ngày 31/03/2015) mà đơn sáng chế này hưởng quyền ưu tiên từ đó cũng được lồng ghép trong bản mô tả này.

Sáng chế đề cập đến chế phẩm vật liệu quang chứa hợp chất có công thức (1) sau, và hợp chất polyme hóa được khác ngoài hợp chất có công thức (1) hoặc hợp chất episulfua có công thức (1).



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

Sáng chế đề cập đến hợp chất episulfua có công thức (1) nêu trên. Ngoài ra, hợp chất episulfua có công thức (1) được sử dụng làm chế phẩm vật liệu quang theo sáng chế. Ưu tiên m là số nguyên từ 0 đến 2 khi n là số nguyên 0 hoặc 1 trong công thức (1), ưu tiên hơn m là 0 khi n là 1 hoặc 0 trong hợp chất, và ưu tiên nhất n là 0 trong hợp chất. Hợp chất có công thức (1) có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

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

Phương pháp sản xuất hợp chất episulfua có công thức (1) theo sáng chế có thể là phương pháp mà trong đó hợp chất có công thức (2) được phản ứng với chất thiol hóa như thioure hoặc thioxyanat và axit để thu được hợp chất episulfua có công thức (1).

Phương pháp sản xuất hợp chất có công thức (1) từ hợp chất có công thức (2) sẽ được mô tả.

Hợp chất có công thức (2) được cho phản ứng với chất thiol hóa như thioure hoặc thioxyanat và axit để thu được hợp chất có công thức (1). Các chất thiol hóa ưu tiên là thioure, natri thioxyanat, kali thioxyanat và amoni thioxyanat,

mà các hợp chất ưu tiên đặc biệt là natri thioxyanat và kali thioxyanat. Chất thiol hóa có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp. Lượng chất thiol hóa là trong khoảng từ 0,5mol-2mol, ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,7mol đến 1,5mol, tức là lượng lý thuyết, và ưu tiên trong khoảng từ 0,9mol đến 1,2mol tính theo số mol của nhóm episulfua của hợp chất có công thức (2). Trong trường hợp lượng này là nhỏ hơn 0,5mol hoặc lớn hơn 2mol thì lượng vật liệu thô không phản ứng trở nên quá mức, điều này không có lợi.

Các ví dụ cụ thể về axit được sử dụng bao gồm: các hợp chất axit vô cơ như axit nitric, axit clohydric, axit pecloric, axit hypocloro, clo dioxit, axit flohydric, axit sulfuric, oleum, sulfuryl clorua, axit boric, axit asenic, axit aseno, axit pyroasenic, axit phosphoric, axit phosphoro, axit hypophosphoro, phospho oxycloclorua, phospho oxybromua, phospho sulfua, phospho triclorua, phospho tribromua, phospho pentaclorua, axit xyanhydric, axit cromic, nitric anhydrua, sulfuric anhydrua, bo oxit, asenic pentoxit, phospho pentoxit, cromic anhydrua, silica gel, silica-nhôm oxit, nhôm clorua và kẽm clorua; axit carboxylic hữu cơ như axit focmic, axit axetic, axit peraxetic, axit thioaxetic, axit oxalic, axit tactric, axit propionic, axit butyric, axit succinic, axit valeric, axit caproic, axit caprylic, axit naphtenic, metyl mercaptopropionat, axit malonic, axit glutaric, axit adipic, axit xyclohexancarboxylic, axit thiodipropionic, axit dithiodipropionic 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 -naphtalencarboxylic, axit β -naphtalencarboxylic, axetic anhydrua, propionic anhydrua, butyric anhydrua, succinic anhydrua, maleic anhydrua, benzoic anhydrua, phtalic anhydrua, pyromellitic anhydrua, trimellitic anhydrua và trifloroaxetic anhydrua; axit phosphoric như mono-, di- và tri-metyl phosphat, mono-, di- và tri-etyl phosphat, mono-, di- và tri-isobutyl phosphat, mono-, di- và tri-butyl phosphat và mono-, di- và tri-lauryl phosphat; axit phosphoro mà trong đó phần phosphat của axit phosphoric liệt kê nêu trên được thay thế bằng phosphit; hợp chất phosphoro hữu cơ như dialkyl dithiophosphat được thể hiện

bằng dimetyl dithiophosphat; phenol như phenol, catechol, t-butylcatechol, 2,6-di-t-butylcresol, 2,6-di-t-butyletylphenol, resorcin, hydroquinon, phloroglucin, pyrogallol, cresol, etylphenol, butylphenol, nonylphenol, axit hydroxyphenylaxetic, axit hydroxyphenylpropionic, axit hydroxyphenylaxetic amit, metyl hydroxyphenylaxetat, etyl hydroxyphenylaxetat, rượu hydroxyphenetyl, hydroxyphenetyl amin, hydroxybenzaldehyt, phenylphenol, bisphenol-A, 2,2'-metylen-bis(4-metyl-6-t-butylphenol), bisphenol-F, bisphenol-S, α -naphtol, β -naphtol, aminophenol, clorophenol và 2,4,6-triclorophenol; axit sulfonic như 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 diaminostilben sulfonic, axit biphenylsulfonic, axit α -naphtalensulfonic, axit β -naphtalensulfonic, axit peri, axit Laurent và axit Phenyl J. Một số loại có thể được dùng kết hợp. Axit được sử dụng ưu tiên là axit carboxylic hữu cơ như axit focmic, axit axetic, axit peraxetic, axit thioaxetic, axit oxalic, axit tactric, axit propionic, axit butyric, axit succinic, axit valeric, axit caproic, axit caprylic, axit naphtenic, metyl mercaptopropionat, axit malonic, axit glutaric, axit adipic, axit xyclohexancarboxylic, axit thiodipropionic, axit dithiodipropionic 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 -naphtalencarboxylic, axit β -naphtalencarboxylic, axetic anhydrit, propionic anhydrit, butyric anhydrit, succinic anhydrit, maleic anhydrit, benzoic anhydrit, phtalic anhydrit, pyromellitic anhydrit, trimellitic anhydrit hoặc trifloroaxetic anhydrit; ưu tiên là axit focmic, axit axetic, axit peraxetic, axit oxalic, axit tactric, axit propionic, axit butyric, axit succinic, axit valeric, axetic anhydrit, propionic anhydrit, butyric anhydrit, succinic anhydrit, maleic anhydrit, benzoic anhydrit, phtalic anhydrit, pyromellitic anhydrit, trimellitic anhydrit hoặc trifloroaxetic anhydrit; và ưu tiên nhất là axit axetic. Axit này có thể được sử dụng riêng hoặc

hai hoặc nhiều loại có thể được dùng ở dạng hỗn hợp.

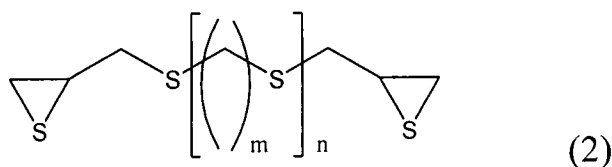
Lượng axit được bổ sung vào là trong khoảng từ 0,5mol đến 2mol, ưu tiên trong khoảng từ 0,7mol đến 1,5mol tức là lượng lý thuyết, và ưu tiên là 0,9mol đến 1,2mol tính theo nhóm episulfua của hợp chất có công thức (2). Trong trường hợp lượng này là nhỏ hơn 0,5mol hoặc vượt quá 2mol thì lượng vật liệu thô không phản ứng trở nên quá mức, điều này là không có lợi.

Ưu tiên là dung môi được sử dụng. Trong trường hợp dung môi không bị giới hạn cụ thể miễn là nó hòa tan chất thiol hóa, axit, hợp chất có công thức (2) và hợp chất có công thức (1). Các ví dụ cụ thể bao gồm rượu như metanol và etanol, ete như diethyl ete, tetrahydrofuran và dioxan, hydroxy ete như metyl cellosolve, etyl cellosolve và butyl cellosolve, hydrocarbon thơm như benzen và toluen, hydrocarbon halogen hóa như diclorometan, cloroform và clorobenzen và nước. Dung môi này ưu tiên là rượu, hydrocarbon thơm hoặc nước, và ưu tiên là metanol, toluen hoặc nước. Chúng có thể được dùng riêng hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được dùng ở dạng hỗn hợp.

Khi nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn là phản ứng xảy ra, nó thường được thực hiện ở 0°C đến 40°C. Nếu nhiệt độ phản ứng thấp hơn 0°C thì tốc độ phản ứng sẽ bị làm giảm và sự hòa tan của chất thiol hóa sẽ là không đủ, mà trong các trường hợp đó phản ứng không diễn ra đủ. Nếu nhiệt độ phản ứng vượt quá 40°C thì sự sản xuất polyme sẽ là đáng kể.

Như được mô tả nêu trên, chế phẩm vật liệu quang theo sáng chế chứa hợp chất episulfua có công thức (1) nêu trên và hợp chất polyme hóa được khác ngoài hợp chất episulfua có công thức (1) nêu trên. Bằng cách chứa hợp chất episulfua có công thức (1), vật liệu quang có thể được lưu trữ một cách ổn định và không tổn kém và có độ bền ánh sáng được cải thiện, có thể đạt được màu sắc và độ trong suốt.

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. Hợp chất polyme hóa được ưu tiên là chứa hợp chất episulfua khác ngoài hợp chất episulfua có công thức (1) nêu trên, và ưu tiên hơn là hợp chất có công thức (2) sau đây.



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

Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) nêu trên ưu tiên trong khoảng từ 0,0001 đến 5,0% khối lượng, và ưu tiên hơn là trong khoảng từ 0,001 đến 3,0% khối lượng tính theo tổng khối lượng của hợp chất episulfua có công thức (1) nêu trên và hợp chất polyme hóa được khác ngoài hợp chất episulfua có công thức (1) trong chế phẩm vật liệu quang theo sáng chế. Nếu hợp chất có công thức (1) là nhỏ hơn 0,0001% khối lượng thì có thể không cải thiện được đủ các hiệu quả (các hiệu quả về tăng cường độ ổn định, độ bền ánh sáng, màu và độ trong suốt, cụ thể là hiệu quả cải thiện độ ổn định lưu trữ), và cả khả năng tháo rời khuôn sau khi đúc khuôn có thể bị thoái biến. Nếu hợp chất có công thức (1) vượt quá 5,0% khối lượng thì độ bền nhiệt và khả năng tháo khuôn sau khi đúc khuôn của vật liệu quang có thể bị thoái biến. Hơn nữa, hàm lượng của hợp chất polyme hóa được trong chế phẩm vật liệu quang theo sáng chế ưu tiên là từ 95,0 đến 99,9999% khối lượng, và ưu tiên hơn là từ 97,0 đến 99,999% khối lượng.

Nếu hợp chất có công thức (2) được sử dụng làm hợp chất polyme hóa được thì hàm lượng của hợp chất có công thức (2) trong chế phẩm vật liệu quang ưu tiên trong khoảng từ 40 đến 99,999% khối lượng, ưu tiên hơn là từ 50 đến 99,995% khối lượng, và còn ưu tiên hơn là từ 60 đến 99,99% khối lượng. Hơn nữa, hàm lượng của hợp chất episulfua có công thức (1) nêu trên ưu tiên trong khoảng từ 0,0001 đến 5,0% khối lượng, và ưu tiên hơn là trong khoảng từ 0,001 đến 3,0% khối lượng tính theo tổng khối lượng của hợp chất episulfua có công thức (1) nêu trên và hợp chất có công thức (2). Nếu hợp chất có công thức (1) nhỏ hơn 0,0001% khối lượng thì có thể không đạt được đủ hiệu quả (các hiệu quả về tăng cường độ ổn định, độ bền ánh sáng, màu và độ trong suốt, cụ thể là hiệu quả tăng cường độ bền lưu trữ), và cả khả năng tháo rời khuôn sau khi đúc khuôn có thể bị thoái biến. Nếu hợp chất có công thức (1) vượt quá 5,0% khối lượng thì độ bền nhiệt và khả năng tháo rời khuôn của vật liệu quang có thể bị thoái biến.

Trong chế phẩm vật liệu quang theo sáng chế, hợp chất có công thức (2) có thể được sử dụng làm hợp chất polyme hóa được. Các ví dụ cụ thể về hợp chất có công thức (2) bao gồm các episulfua như bis(β -epithiopropyl)sulfua, bis(β -epithiopropyl)disulfua, bis(β -epithiopropyl thio)metan, 1,2-bis(β -epithiopropyl thio)etan, 1,3-bis(β -epithiopropyl thio)propan và 1,4-bis(β -epithiopropyl thio)butan. Hợp chất có công thức (2) có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

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

Chế phẩm vật liệu quang theo sáng chế có thể chứa hợp chất polythiol làm hợp chất polyme hóa được để cải thiện tông màu của nhựa thu được sau khi gia nhiệt. Hợp chất polythiol là hợp chất chứa hai hoặc nhiều nhóm thiol trong phân tử. Hàm lượng của hợp chất polythiol thường là trong khoảng từ 1 đến 25% khối lượng, ưu tiên là 2 đến 25% khối lượng và còn ưu tiên hơn là trong khoảng từ 5 đến 20% khối lượng tính theo tổng chế phẩm vật liệu quang, mà được thiết lập là 100% khối lượng. Nếu hàm lượng của hợp chất polythiol là nhiều hơn 1% khối lượng thì sự hóa vàng sau khi đúc khuôn thấu kính có thể được ngăn lại và nếu hàm lượng là 25% khối lượng hoặc nhỏ hơn thì có thể ngăn sự thoái biến của độ bền nhiệt. Hợp chất polythiol có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp theo sáng chế.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất polythiol bao gồm metandithiol, metantrithiol, 1,2-dimercaptoetan, 1,2-dimercaptopropan, 1,3-dimercaptopropan, 2,2-dimercaptopropan, 1,4-dimercaptobutan, 1,6-dimercaptohexan, bis(2-mercaptoetyl)ete, bis(2-mercaptoetyl)sulfua, 1,2-bis(2-mercaptoetyloxy)etan, 1,2-bis(2-mercaptoetyl thio)etan, 2,3-dimercapto-1-propanol, 1,3-dimercapto-2-propanol, 1,2,3-trimercaptopropan, 2-mercaptometyl-1,3-dimercaptopropan, 2-mercaptometyl-1,4-dimercaptobutan, 2-(2-mercaptoetyl thio)-1,3-dimercaptopropan,

4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan,
 2,4-dimercaptometyl-1,5-dimercapto-3-thiapentan,
 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan,
 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan,
 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan,
 1,1,1-tris(mercaptometyl)propan, tetrakis(mercaptometyl)metan, etylen glycol
 bis(2-mercaptoaxetat), etylen glycol bis(3-mercaptopropionat), dietylen glycol
 bis(2-mercaptoaxetat), dietylen glycol bis(3-mercaptopropionat), 1,4-butandiol
 bis(2-mercaptoaxetat), 1,4-butandiol bis(3-mercaptopropionat), trimetylolpropan
 trithioglycolat, trimetylolpropan trismercaptopropionat, pentaerythritol tetrakis
 thioglycolat, pentaerythritol tetrakis mercaptopropionat,
 1,2-dimercaptocyclohexan, 1,3-dimercaptocyclohexan,
 1,4-dimercaptocyclohexan, 1,3-bis(mercaptometyl)cyclohexan,
 1,4-bis(mercaptometyl)cyclohexan, 2,5-dimercaptometyl-1,4-dithian,
 2,5-dimercaptometyl-1,4-dithian, 2,5-bis(2-mercaptoetyl thiometyl)-1,4-dithian,
 2,5-dimercaptometyl-1-thian, 2,5-dimercaptoetyl-1-thian, 2,5-dimercaptometyl
 thiophen, 1,2-dimercaptobenzen, 1,3-dimercaptobenzen, 1,4-dimercaptobenzen,
 1,3-bis(mercaptometyl)benzen, 1,4-bis(mercaptometyl)benzen,
 2,2'-dimercaptobiphenyl, 4, 4'-dimercaptobiphenyl,
 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-dimercapto-1,3,4-thiadiazol,
 3,4-thiophendithiol và 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometyl thio)propan.

Trong số chúng, các ví dụ đặc biệt ưu tiên là bis(2-mercaptoetyl)sulfua,
 2,5-dimercaptometyl-1,4-dithian, 1,3-bis(mercaptometyl)benzen,
 1,4-bis(mercaptometyl)benzen, 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan,
 4, 8-dimercaptometyl-1, 11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan,
 4,7-dimercaptometyl-1, 11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan,
 5,7-dimercaptometyl-1, 11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan,

1,1,3,3-tetrakis(mercaptometyl thio)propan, pentaerythritol tetrakis mercaptopropionat, pentaerythritol tetrakis thioglycolat, trimetylolpropan trithioglycolat và trimetylolpropan trismercaptopropionat, ưu tiên hơn là bis(2-mercaptoetyl)sulfua, 2,5-bis(2-mercaptometyl)-1,4-dithian, 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan, 1,3-bis(mercaptometyl)benzen, pentaerythritol tetrakis mercaptopropionat và pentaerythritol tetrakis thioglycolat, và các ví dụ còn ưu tiên hơn là bis(2-mercaptoetyl)sulfua, 2,5-dimercaptometyl-1,4-dithian và 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan.

Chế phẩm vật liệu quang theo sáng chế có thể chứa hợp chất polyisoxyanat làm hợp chất polyme hóa được để tăng cường độ bền của nhựa thu được. Hợp chất polyisoxyanat là hợp chất chứa hai hoặc nhiều nhóm isoxyanat trong phân tử. Cụ thể, chế phẩm vật liệu quang ưu tiên là chứa hợp chất polyisoxyanat cùng với hợp chất polythiol. Các nhóm isoxyanat của hợp chất polyisoxyanat có thể dễ dàng đi qua phản ứng nhiệt và polyme hóa với các nhóm thiol của hợp chất polythiol, nhờ đó tăng cường độ bền cơ học của vật liệu quang. Hàm lượng của hợp chất polyisoxyanat thường là trong khoảng từ 1 đến 25% khối lượng, ưu tiên trong khoảng từ 2 đến 25% khối lượng và ưu tiên hơn là trong khoảng từ 5 đến 20% khối lượng tính theo tổng chế phẩm vật liệu quang, mà được thiết lập là 100% khối lượng. Nếu hàm lượng của hợp chất polyisoxyanat là 1% khối lượng hoặc nhiều hơn thì có thể tăng cường độ bền và nếu hàm lượng là 25% khối lượng hoặc nhỏ hơn thì sự thoái biến tông màu có thể được ngăn lại. Hợp chất polyisoxyanat có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng làm hỗn hợp theo sáng chế.

Các 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, lizin triisoxyanat, tolylen diisoxyanat, 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, dicyclohexylmetan-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-naphtalen diisoxyanat, bis(metyl isoxyanat)tetrahydrodixyclopentadien, bis(metyl isoxyanat)dixyclopentadien, bis(metyl isoxyanat)tetrahydrothiophen, bis(metyl isoxyanat)norbornen, bis(metyl isoxyanat)adamantan, thiodietyl diisoxyanat, thiodipropyl diisoxyanat, thiodihexyl diisoxyanat, bis[(4-metyl isoxyanat)phenyl]sulfua, 2,5-diisoxyanat-1,4-dithian, 2,5-metyl diisoxyanat-1,4-dithian, 2,5-metyl diisoxyanat thiophen, dithiodietyl diisoxyanat và dithiodipropyl diisoxyanat.

Tuy nhiên các hợp chất polyisoxyanat theo sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này. Ngoài ra, chúng có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

Trong số chúng, ví dụ ưu tiên là ít nhất một loại hợp chất được chọn từ 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(metyl isoxyanat)xyclohexan, 1,4-bis(metyl isoxyanat)xyclohexan, bis(metyl isoxyanat)norbornen và 2,5-metyl diisoxyanat-1,4-dithian, trong đó các hợp chất ưu tiên trong số chúng là isophoron diisoxyanat, tolylen diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, 1,3-bis(metyl isoxyanat)xyclohexan và m-xylylen diisoxyanat, và các hợp chất ưu tiên hơn là isophoron diisoxyanat, m-xylylen diisoxyanat và 1,3-bis(metyl isoxyanat)xyclohexan.

Hơn nữa, tỷ lệ của các nhóm SH trong hợp chất polythiol so với các nhóm NCO của hợp chất polyisoxyanat có trong chế phẩm vật liệu quang, tức là, [số nhóm SH trong chế phẩm/số nhóm NCO trong chế phẩm] (nhóm SH/nhóm NCO) ưu tiên trong khoảng từ 1,0 đến 2,5, ưu tiên hơn là trong khoảng từ 1,25 đến 2,25 và còn ưu tiên hơn là trong khoảng từ 1,5 đến 2,0. Nếu tỷ lệ nêu trên là nhỏ hơn 1,0 thì sự hóa vàng sau khi đúc khuôn thấu kính có thể xảy ra và nếu hàm lượng này vượt quá 2,5 thì độ bền nhiệt có thể bị thoái biến.

Chế phẩm vật liệu quang theo sáng chế có thể chứa lưu huỳnh làm hợp chất polyme hóa được để tăng cường hệ số khúc xạ của chất dẻo tạo thành. Hàm lượng của lưu huỳnh thường trong khoảng từ 0,1 đến 15% khối lượng, ưu tiên trong khoảng từ 0,2 đến 10% khối lượng và còn ưu tiên hơn là trong khoảng từ 0,3 đến 5% khối lượng tính theo tổng chế phẩm vật liệu quang, mà được thiết lập là 100% khối lượng. Hàm lượng lưu huỳnh là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn có thể góp phần vào việc tăng cường hệ số khúc xạ trong khi hàm lượng là 15% khối lượng hoặc nhỏ hơn có thể kiểm soát độ nhớt của chế phẩm polyme hóa.

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

Lưu huỳnh được sử dụng theo sáng chế có thể được sản xuất bằng phương pháp bất kỳ. Phương pháp sản xuất lưu huỳnh có thể sử dụng sự tinh chế từ quặng lưu huỳnh tự nhiên bằng sự thăng hoa, dẫn xuất của lưu huỳnh được chôn dưới lòng đất bằng cách khai thác mỏ, phục hồi sử dụng hydro sulfua hoặc tương tự làm nguyên liệu thô thu được trong phương pháp tách lưu huỳnh từ dầu hỏa hoặc khí tự nhiên, hoặc loại khác. Phương pháp sản xuất bất kỳ có thể được sử dụng.

Ưu tiên là cỡ hạt lưu huỳnh được sử dụng theo sáng chế là nhỏ hơn lỗ sàng cỡ 10, tức là lưu huỳnh là bột mịn mà mịn hơn lỗ sàng cỡ 10. Nếu cỡ hạt của lưu huỳnh lớn hơn lỗ sàng cỡ 10 thì lưu huỳnh khó mà tan được hoàn toàn, việc này có thể gây ra hư hại. Cỡ hạt của lưu huỳnh ưu tiên là nhỏ hơn lỗ sàng cỡ 30, và

ưu tiên hơn là nhỏ hơn lỗ sàng cỡ 60.

Độ tinh khiết của lưu huỳnh được sử dụng theo sáng chế ưu tiên là 98% hoặc cao hơn, ưu tiên hơn là 99,0% hoặc cao hơn, còn ưu tiên hơn là 99,5% hoặc cao hơn và ưu tiên nhất là 99,9% hoặc cao hơn. Nếu độ tinh khiết của lưu huỳnh là 98% hoặc cao hơn thì tông màu của vật liệu quang tạo thành sẽ được cải thiện so với trường hợp mà độ tinh khiết là nhỏ hơn 98%.

Chất xúc tác quá trình polyme hóa được ưu tiên bổ sung vào sau khi polyme hóa/lưu hóa chế phẩm vật liệu quang theo sáng chế để thu được vật liệu quang. Cụ thể là, chế phẩm theo sáng chế có thể là chế phẩm polyme hóa được/lưu hóa được chứa chế phẩm vật liệu quang nêu trên và chất xúc tác quá trình polyme hóa. Đối với chất xúc tác quá trình polyme hóa, muối amin, phosphin hoặc onium có thể được sử dụng, trong đó cụ thể là muối onium, ưu tiên là muối amoni bậc bốn, muối phosphoni bậc bốn, muối sulfonium bậc ba hoặc iodonium bậc hai, ưu tiên hơn là muối amoni bậc bốn hoặc muối phosphoni bậc bốn mà có sự tương thích tốt với chế phẩm vật liệu quang, và còn ưu tiên hơn 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, trietyl benzyl amoni clorua, xetyldimetyl benzyl amoni 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 ưu tiên là tetra-n-butylamoni bromua, trietylbenzylamoni clorua hoặc tetra-n-butylphosphoni bromua.

Lượng chất xúc tác quá trình polyme hóa bổ sung vào không thể xác định một cách đơn giản do nó có thể thay đổi phụ thuộc vào các thành phần và tỷ lệ trộn của chế phẩm cũng như phương pháp polyme hóa/lưu hóa, tuy nhiên nó thường trong khoảng từ 0,0001 đến 10% khối lượng, ưu tiên trong khoảng từ 0,001 đến 5% khối lượng, ưu tiên hơn là trong khoảng từ 0,01 đến 1% khối lượng và ưu tiên nhất là trong khoảng từ 0,01 đến 0,5% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm vật liệu quang mà được thiết lập là 100% khối lượng. Nếu hàm lượng chất xúc tác quá trình polyme hóa bổ sung vào là nhiều hơn 10% khối lượng thì

quá trình polyme hóa có thể diễn ra nhanh chóng. Mặt khác, nếu hàm lượng chất xúc tác quá trình polyme hóa bổ sung vào là nhỏ hơn 0,0001% khối lượng thì chế phẩm vật liệu quang không thể được lưu hóa đủ và độ bền nhiệt có thể là kém. Vì vậy, trong một phương án ưu tiên theo sáng chế, phương pháp sản xuất vật liệu quang bao gồm bước bổ sung chất xúc tác quá trình polyme hóa với lượng từ 0,0001 đến 10% khối lượng trên tổng khối lượng của chế phẩm vật liệu quang để cho phép quá trình polyme hóa/lưu hóa.

Tất nhiên, chất phụ gia như chất hấp thụ tia cực tím, chất chống oxy hóa, chất điều chỉnh polyme, chất hồ lơ hoặc chất màu có thể được bổ sung vào chế phẩm vật liệu quang khi sản xuất vật liệu quang theo sáng chế để tăng cường thêm tính hữu dụng của vật liệu quang tạo thành. Cụ thể là chế phẩm vật liệu quang theo sáng chế có thể chứa các chất phụ gia như chất hấp thụ tia cực tím, chất chống oxy hóa, chất điều chỉnh polyme, chất hồ lơ và chất màu.

Các ví dụ ưu tiên về chất hấp thụ tia cực tím bao gồm các hợp chất trên cơ sở benzotriazol, trong đó các hợp chất ưu tiên hơn là

2-(2-hydroxy-5-methylphenyl)-2H-benzotriazol,
5-chloro-2-(3,5-di-tert-butyl-2-hydroxyphenyl)-2H-benzotriazol,
2-(2-hydroxy-4-octylphenyl)-2H-benzotriazol, 2-(2-hydroxy-4-metoxyphe-
nyl)-2H-benzotriazol, 2-(2-hydroxy-4-etoxyphe-
nyl)-2H-benzotriazol,
2-(2-hydroxy-4-butoxyphenyl)-2H-benzotriazol,
2-(2-hydroxy-4-octyloxyphenyl)-2H-benzotriazol và
2-(2-hydroxy-5-tert-octylphenyl)-2H-benzotriazol.

Lượng bổ sung các chất hấp thụ tia cực tím này tương ứng thường trong khoảng từ 0,01 đến 5% khối lượng tính theo tổng 100% khối lượng của chế phẩm vật liệu quang.

Nếu cần, chất điều chỉnh polyme có thể được bổ sung vào sau khi polyme hóa/lưu hóa chế phẩm vật liệu quang nhằm mục đích kéo dài thời gian lưu trữ trong bình, nhiệt lượng phân tán sau khi polyme hóa và quá trình khác nữa. Các ví dụ về chất điều chỉnh polyme bao gồm halogenua của các kim loại trong các nhóm 13-16 của khối p trong bảng tuần hoàn. Trong số chúng, ưu tiên là halogenua của

silic, gecmani, thiếc và antimon, và ưu tiên hơn là các clorua của gecmani, thiếc và antimony có nhóm alkyl. Các hợp chất ưu tiên hơn là thiếc dibutyl diclorua, thiếc butyl trichlorua, thiếc dioctyl diclorua, thiếc octyl trichlorua, dibutyl diclorogecmani, butyl trichlorogecmani, diphenyl diclorogecmani, phenyl trichlorogecmani và triphenyl antimonidiclorua, và hợp chất ưu tiên nhất là dibutyltin diclorua. Chất điều chỉnh polyme có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

Lượng chất điều chỉnh polyme được bổ sung trong khoảng từ 0,0001 đến 5,0% khối lượng, ưu tiên là 0,0005 đến 3,0% khối lượng và ưu tiên là 0,001 đến 2,0% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm vật liệu quang mà được thiết lập là 100% khối lượng. Nếu lượng chất điều chỉnh polyme được bổ sung vào là 0,0001% khối lượng hoặc nhiều hơn, thời gian lưu trữ trong bình đủ có thể được bảo đảm cho vật liệu quang tạo thành trong khi nếu hàm lượng chất điều chỉnh polyme được bổ sung vào là 5,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn thì chế phẩm vật liệu quang có thể được hóa rắn đủ và sự thoái biến của độ bền nhiệt của vật liệu quang tạo thành có thể được ngăn lại.

Chế phẩm vật liệu quang hoặc chế phẩm polyme hóa được/lưu hóa được thu được như được mô tả nêu trên được phun vào khung định hình như khuôn và được polyme hóa để tạo ra vật liệu quang. Theo đó, có thể thu được vật liệu quang bằng cách lưu hóa chế phẩm vật liệu quang hoặc chế phẩm polyme hóa được/lưu hóa được theo sáng chế.

Để tăng cường chất lượng của vật liệu quang theo sáng chế, các tạp chất ưu tiên là được lọc và loại bỏ bằng bộ lọc hoặc tương tự có đường kính lỗ khoảng 0,1 đến 5 μ m sau khi phun chế phẩm theo sáng chế vào khuôn.

Chế phẩm theo sáng chế thường được polyme hóa như sau. Cụ thể là, thời gian lưu hóa thường trong khoảng từ 1 đến 100 giờ và nhiệt độ lưu hóa thường trong khoảng từ -10°C đến 140°C. Quá trình polyme hóa được thực hiện bằng bước duy trì nhiệt độ polyme hóa định trước trong một khoảng thời gian định trước, bước tăng nhiệt độ ở mức 0,1°C đến 100°C/giờ, bước hạ nhiệt độ ở mức 0,1°C đến 100°C/giờ, hoặc bằng cách kết hợp các bước này. Trong bản mô tả này,

thời gian lưu hóa là thời gian polyme hóa/lưu hóa mà bao gồm quy trình tăng nhiệt độ và tương tự, và bao gồm các bước tăng và làm nguội đến nhiệt độ polyme hóa (lưu hóa) định trước cũng như bước duy trì nhiệt độ polyme hóa (lưu hóa) định trước.

Ngoài ra, lúc kết thúc lưu hóa, vật liệu quang tạo thành 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 theo sáng chế. Nếu cần, vật liệu quang tạo thành có thể được cho tham gia thêm các xử lý bề mặt như nhuộm màu, phủ cứng, phủ chống va đập, khử phản xạ, chống sương mù hoặc tương tự.

Vật liệu quang theo sáng chế có thể được sử dụng một cách thuận lợi làm thấu kính quang. Do thấu kính quang được tạo ra sử dụng chế phẩm theo sáng chế là vượt trội về độ ổn định, màu sắc, độ bền ánh sáng và độ trong suốt, nó có thể được sử dụng và cực kỳ hữu ích trong các lĩnh vực mà thường sử dụng các thấu kính thủy tinh hệ số khúc xạ cao tốn kém như kính viễn vọng, ống nhòm và máy chiếu dùng cho vô tuyến truyền hình. Nếu cần, được ưu tiên sử dụng ở dạng của thấu kính phẳng. Do thấu kính phẳng có thể tạo ra cầu sai về cơ bản là bằng không với thấu kính đơn nên không có nhu cầu loại trừ cầu sai với sự kết hợp nhiều thấu kính hình cầu, và như vậy có thể nhận thấy độ nhẹ và sự giảm chi phí sản xuất. Theo đó, thấu kính phẳng là đặc biệt hữu ích trong số các thấu kính quang như thấu kính dùng cho máy ảnh.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, nội dung của sáng chế sẽ được mô tả qua các ví dụ và ví dụ so sánh, mặc dù sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ sau đây.

1. Đánh giá độ ổn định

Thay đổi về độ tinh khiết của hợp chất episulfua ở dạng thành phần chính của chế phẩm vật liệu quang được phát hiện bằng phân tích GPC (HPLC unit Prominence từ Shimadzu Corporation) dưới khí nitơ ở 60°C trong một tuần, và được xác định là A khi sự giảm độ tinh khiết thấp hơn 5%, B khi sự giảm độ tinh khiết là 5% hoặc cao hơn nhưng thấp hơn 10%, và C khi sự giảm độ tinh khiết là 10% hoặc cao hơn. A và B được xem là chấp nhận được.

2. Đánh giá màu sắc của vật liệu quang (đo tông màu)

Các bản phẳng với độ dày 3,0mm được sản xuất theo các phương pháp mô tả trong các ví dụ và các ví dụ so sánh sau để đo các trị số YI sử dụng sắc kế JS-555 từ Color Techno System Corporation. Các trị số được xác định là A khi nó thấp hơn 1,0, B khi nó là 1,0 hoặc cao hơn nhưng thấp hơn 1,5 và C khi nó là 1,5 hoặc cao hơn. A và B được xem là chấp nhận được.

3. Đánh giá độ bền ánh sáng của vật liệu quang (đo tông màu)

(1) Thiết lập trị số ban đầu

Các bản phẳng độ dày 3,0mm được sản xuất theo phương pháp mô tả trong các ví dụ và các ví dụ so sánh sau đây để đo các trị số YI sử dụng sắc kế JS-555 từ Color Techno System Corporation. Trị số này được gọi là p.

(2) Xác định sự thay đổi tông màu do ánh sáng

Sau khi xác định trị số đầu tiên, vật liệu quang được chiếu xạ bằng ánh sáng đèn hồ quang cacbon trong 60 giờ trước khi xác định các trị số YI. Trị số này được biểu hiện là q.

Trị số $(q-p)/p$ được tính, và được xác định là A nếu nó nhỏ hơn 1,0, B nếu là 1,0 hoặc cao hơn nhưng thấp hơn 2,0 và C nếu là 2,0 hoặc cao hơn. A và B được xem là chấp nhận được.

4. Đánh giá độ trong suốt của vật liệu quang

Các thấu kính Ten -4D được sản xuất theo phương pháp được mô tả trong các ví dụ và các ví dụ so sánh sau đây, mà được quan sát trong phòng tối dưới ánh sáng huỳnh quang. Các vật liệu quang được xác định là A nếu không quan sát thấy độ đục trong tất cả các thấu kính, B nếu không quan sát thấy độ đục trong từ 7 đến 9 thấu kính, và C nếu không quan sát thấy độ đục trong 6 thấu kính hoặc nhỏ hơn. A và B được xem là chấp nhận được.

5. Đánh giá khả năng tháo rời khuôn của vật liệu quang

Các thấu kính -15D được sản xuất theo phương pháp được mô tả trong các ví dụ và ví dụ so sánh sau đây để đánh giá khả năng tháo rời khuôn từ các

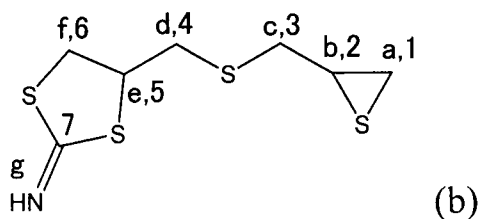
khuôn sau khi polyme hóa/lưu hóa. Các loại có thể dễ dàng được tháo rời được xác định là A, các loại có thể được tháo rời nhưng với một chút khó khăn được xác định là B và các loại mà khó để tháo rời được xác định là C. A và B được xem là chấp nhận được.

Ví dụ 1

128g (0,72mol) bis(β -epithiopropyl)sulfua (sau đây còn gọi là "Hợp chất a") làm hợp chất episulfua có công thức (2) nêu trên, 700ml toluen, 700ml metanol, 100ml nước, 35g (0,36mol) kali thioxyanat và 22g (0,36mol) axit axetic được nạp vào, được cho phản ứng ở 30°C trong 10 giờ và được cho chiết với toluen. Lớp hữu cơ tạo thành được rửa bằng nước và dung môi được chưng cất. Sau đó, sản phẩm tạo thành được tinh chế trong cột để thu được 51g (0,22mol) 4-(((β -epithiopropyl)thio)metyl)-1,3-dithiolan-2-imin (sau đây còn gọi là "hợp chất b") làm hợp chất episulfua có công thức (1) nêu trên. Dữ liệu nhận biết của hợp chất tạo thành được thể hiện trong bảng 1 và công thức hóa học 5.

Bảng 1

Phổ ^1H -NMR (DMSO- d_6)	a; 2,34,2,09ppm (2H) b; 2,54ppm (1H) c; 2,88,2,62ppm (2H) d; 3,17,2,92ppm (2H) e; 3,08ppm (1H) f; 3,61,3,36ppm (2H) g; 9,36ppm (1H)
Phổ ^{13}C -NMR (DMSO- d_6)	1; 26,4ppm 2; 32,6ppm 3; 43,8ppm 4; 37,8ppm 5; 47,7ppm 6; 34,9ppm 7; 162,8ppm
Phổ MS (phương pháp ESI)	$[\text{M}+\text{H}]^+=237,99$
Phổ IR (phương pháp ATR)	3600-3100 cm^{-1} (dao động hóa trị NH), 1559 cm^{-1} (dao động hóa trị C=N), episulfua

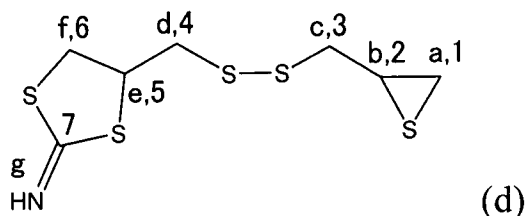


Ví dụ 2

107g (0,51mol) bis(β -epithiopropyl)disulfua (sau đây còn gọi là "hợp chất c") làm hợp chất episulfua có công thức (2) nêu trên, 700ml toluen, 700ml metanol, 100ml nước, 25g (0,26mol) kali thioxyanat và 15g (0,26mol) axit axetic được nạp, được cho phản ứng ở 30°C trong 10 giờ và được cho chiết với toluen. Lớp hữu cơ tạo thành được rửa bằng nước và dung môi được chưng cất. Sau đó, sản phẩm tạo thành được tinh chế trong cột để thu được 34g (0,13mol) 4-(((β -epithiopropyl)disulfanyl)metyl)-1,3-dithiolan-2-imin (sau đây còn gọi là "hợp chất d") làm hợp chất episulfua có công thức (1) nêu trên. Dữ liệu nhận biết của hợp chất tạo thành được thể hiện trong bảng 2 và công thức hóa học 6.

Bảng 2

Phổ ^1H -NMR (DMSO- d_6)	a; 2,34,2,09ppm (2H) b; 2,54ppm (1H) c; 3,00,2,75ppm (2H) d; 3,29,3,04ppm (2H) e; 3,08ppm (1H) f; 3,61,3,36ppm (2H) g; 9,36ppm (1H)
Phổ ^{13}C -NMR (DMSO- d_6)	1; 25,7ppm 2; 31,5ppm 3; 46,2ppm 4; 40,2ppm 5; 46,6ppm 6; 34,2ppm 7; 162,8ppm
Phổ MS (phương pháp ESI)	$[\text{M}+\text{H}]^+=269,96$
Phổ IR (phương pháp ATR)	$3600\text{-}3100\text{ cm}^{-1}$ (dao động hóa trị NH), 1562 cm^{-1} (dao động hóa trị C=N), episulfua



Các ví dụ 3-9

Hợp chất b được bổ sung vào hợp chất a để điều chế các chế phẩm vật liệu quang mà trong đó hàm lượng của hợp chất b được thể hiện trong bảng 3 và độ ổn định được đánh giá. Các kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Các ví dụ 10-16

Hợp chất d được bổ sung vào hợp chất c để điều chế các chế phẩm vật liệu quang mà trong đó hàm lượng của hợp chất d được thể hiện trong bảng 3 và độ ổn định được đánh giá. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 1

Độ ổn định của riêng hợp chất a được đánh giá. Kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ so sánh 2

Độ ổn định của riêng hợp chất c được đánh giá. Kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Bảng 3

Các ví dụ	Thành phần chính	Thành phần bổ sung	Lượng bổ sung (% khối lượng)	Độ ổn định
Ví dụ 3	Hợp chất a	Hợp chất b	0,0001	B
Ví dụ 4	Hợp chất a	Hợp chất b	0,001	A
Ví dụ 5	Hợp chất a	Hợp chất b	0,01	A
Ví dụ 6	Hợp chất a	Hợp chất b	1,0	A
Ví dụ 7	Hợp chất a	Hợp chất b	3,0	A
Ví dụ 8	Hợp chất a	Hợp chất b	5,0	A
Ví dụ 9	Hợp chất a	Hợp chất b	7,0	A
Ví dụ so sánh 1	Hợp chất a	Không		C
Ví dụ 10	Hợp chất c	Hợp chất d	0,0001	B
Ví dụ 11	Hợp chất c	Hợp chất d	0,001	A
Ví dụ 12	Hợp chất c	Hợp chất d	0,01	A
Ví dụ 13	Hợp chất c	Hợp chất d	1,0	A
Ví dụ 14	Hợp chất c	Hợp chất d	3,0	A
Ví dụ 15	Hợp chất c	Hợp chất d	5,0	A
Ví dụ 16	Hợp chất c	Hợp chất d	7,0	A
Ví dụ so sánh 2	Hợp chất c	Không		C

Như có thể được đánh giá từ bảng 3, xác nhận độ ổn định tăng cường nếu chứa hợp chất b hoặc d. Mặt khác, độ ổn định là không đủ trong các ví dụ so sánh 1 và 2 mà sử dụng các chế phẩm không chứa các hợp chất b và d.

Các ví dụ 17-23

Hợp chất b được bổ sung vào hợp chất a để điều chế các chế phẩm mà trong đó hàm lượng của hợp chất b được thể hiện trong bảng 4. 100 phần khối lượng chế phẩm tạo thành được bổ sung 10 phần khối lượng bis(2-mercaptoethyl)sulfua, 1,0 phần khối lượng 2-(2-hydroxy-t-octylphenyl)-2H-benzotriazol làm chất hấp thụ tia cực tím và 0,05 phần khối lượng tetra-n-butylphosphoni bromua làm chất xúc tác quá trình polyme hóa và sau đó trộn kỹ ở 20°C để thu được dung dịch đồng nhất. Sau đó, sản phẩm tạo thành được khử khí ở mức chân không 1,3kPa, và được phun vào các khuôn thấu kính làm bằng các tấm và băng thủy tinh (đối với các tấm phẳng dày 3,0mm và các thấu kính -4D và -15D). Sau khi phun, nhiệt độ của các khuôn được duy trì ở 30°C trong 10 giờ, được tăng đến 100°C theo tỷ suất không đổi

trong 10 giờ, và cuối cùng được duy trì ở 100°C trong một giờ cho quá trình polyme hóa/lưu hóa. Các sản phẩm tạo thành được để nguội dần và sau đó các thấu kính được lấy từ các khuôn và được ủ ở 110°C trong 60 phút để thu được các tấm được đúc (các tấm phẳng độ dày 3,0mm và các thấu kính -4D và -15D). Màu sắc và độ bền ánh sáng của các đĩa phẳng, độ trong suốt của các thấu kính -4D và khả năng tháo rời khuôn của các thấu kính -15D được đánh giá. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 4.

Ví dụ so sánh 3

100 phần khối lượng của hợp chất a được bổ sung 10 phần khối lượng bis(2-mercaptoethyl)sulfua, 1,0 phần khối lượng 2-(2-hydroxy-t-octylphenyl)-2H-benzotriazol ở dạng chất hấp thụ tia cực tím và 0,05 phần khối lượng tetra-n-butylphosphoni bromua ở dạng chất xúc tác quá trình polyme hóa và sau đó được trộn đều ở 20°C để thu được dung dịch đồng nhất. Sau đó, sản phẩm tạo thành được khử khí ở mức chân không 1,3kPa, và được phun vào khuôn thấu kính làm bằng các tấm và băng thủy tinh (đối với các đĩa phẳng độ dày 3,0mm và các thấu kính -4D và -15D). Sau khi phun, nhiệt độ của các khuôn được duy trì ở 30°C trong 10 giờ, tăng đến 100°C ở tỷ suất không đổi trong 10 giờ, và cuối cùng được duy trì ở 100°C trong một giờ cho quá trình polyme hóa/lưu hóa. Các sản phẩm tạo thành được để nguội dần và sau đó các thấu kính được lấy từ các khuôn và được ủ ở 110°C trong 60 phút để thu được các tấm được đúc (các đĩa phẳng độ dày 3,0mm và các thấu kính -4D và -15D). Màu sắc và độ bền ánh sáng của các tấm phẳng, độ trong suốt của các thấu kính -4D và khả năng tháo rời khuôn của các thấu kính -15D được đánh giá. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 4.

Các ví dụ 24-30

Hợp chất c được bổ sung vào hợp chất d để điều chế các chế phẩm mà trong đó hàm lượng của hợp chất d được thể hiện trong bảng 4. 100 phần khối lượng của chế phẩm tạo thành được bổ sung 10 phần khối lượng bis(2-mercaptoethyl)sulfua, 1,0 phần khối lượng 2-(2-hydroxy-t-octylphenyl)-2H-benzotriazol ở dạng chất hấp thụ tia cực tím và

0,05 phần khối lượng tetra-n-butylphosphoni bromua ở dạng chất xúc tác quá trình polyme hóa và sau đó được trộn đều ở 20°C để thu được dung dịch đồng nhất. Sau đó, sản phẩm tạo thành được khử khí ở mức chân không 1,3kPa, và được phun vào khuôn thấu kính làm bằng các tấm và băng thủy tinh (đối với các đĩa phẳng độ dày 3,0mm và các thấu kính -4D và -15D). Sau khi phun, nhiệt độ của các khuôn được duy trì ở 30°C trong 10 giờ, được tăng đến 100°C ở tỷ suất không đổi trong 10 giờ, và cuối cùng được duy trì ở 100°C trong một giờ cho quá trình polyme hóa/lưu hóa. Các sản phẩm tạo thành được để nguội dần và sau đó các thấu kính được lấy từ các khuôn và được ủ ở 110°C trong 60 phút để thu được các tấm được đúc (các đĩa phẳng độ dày 3,0mm và các thấu kính -4D và -15D). Màu sắc và độ bền ánh sáng, độ trong suốt của các thấu kính -4D và khả năng tháo rời khuôn của các thấu kính -15D được đánh giá. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 4.

Ví dụ so sánh 4

100 phần khối lượng của hợp chất c được bổ sung 10 phần khối lượng bis(2-mercaptoethyl)sulfua, 1,0 phần khối lượng 2-(2-hydroxy-t-octylphenyl)-2H-benzotriazol ở dạng chất hấp thụ tia cực tím và 0,05 phần khối lượng tetra-n-butylphosphoni bromua ở dạng chất xúc tác quá trình polyme hóa và sau đó được trộn đều ở 20°C để thu được dung dịch đồng nhất. Sau đó, sản phẩm tạo thành được khử khí ở mức chân không 1,3kPa, và được phun vào khuôn thấu kính làm bằng các tấm và băng thủy tinh (các đĩa phẳng độ dày 3,0mm và các thấu kính -4D và -15D). Sau khi phun, nhiệt độ của các khuôn được duy trì ở 30°C trong thời gian duy trì, tăng đến 100°C ở tỷ suất không đổi trong 10 giờ, và cuối cùng được duy trì ở 100°C trong một giờ cho quá trình polyme hóa/lưu hóa. Các sản phẩm tạo thành được để nguội dần và sau đó các thấu kính được lấy từ các khuôn và được ủ ở 110°C trong 60 phút để thu được các tấm được đúc (các đĩa phẳng độ dày 3,0mm và các thấu kính -4D và -15D). Màu sắc và độ bền ánh sáng, độ trong suốt của các thấu kính -4D và khả năng tháo rời khuôn của các thấu kính -15D được đánh giá. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 4.

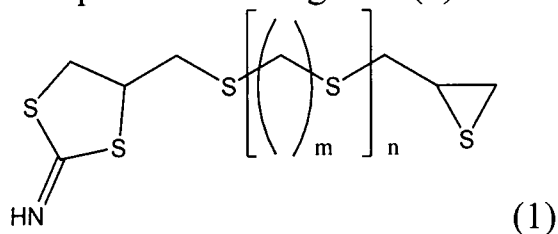
Bảng 4

Các ví dụ	Thành phần chính	Thành phần bổ sung	Lượng bổ sung (% khối lượng)	Màu sắc (trị số YI)	Độ bền ánh sáng	Độ trong suốt (độ đục)	Khả năng tháo rời khuôn
Ví dụ 17	Hợp chất a	Hợp chất b	0,0001	B	B	A	B
Ví dụ 18	Hợp chất a	Hợp chất b	0,001	A	A	A	A
Ví dụ 19	Hợp chất a	Hợp chất b	0,01	A	A	A	A
Ví dụ 20	Hợp chất a	Hợp chất b	1,0	A	A	A	B
Ví dụ 21	Hợp chất a	Hợp chất b	3,0	A	A	B	B
Ví dụ 22	Hợp chất a	Hợp chất b	5,0	A	B	B	B
Ví dụ 23	Hợp chất a	Hợp chất b	7,0	B	B	B	C
Ví dụ so sánh 3	Hợp chất a	Không		B	B	C	C
Ví dụ 24	Hợp chất c	Hợp chất d	0,0001	B	B	A	B
Ví dụ 25	Hợp chất c	Hợp chất d	0,001	A	A	A	A
Ví dụ 26	Hợp chất c	Hợp chất d	0,01	A	A	A	A
Ví dụ 27	Hợp chất c	Hợp chất d	1,0	A	A	A	B
Ví dụ 28	Hợp chất c	Hợp chất d	3,0	A	A	B	B
Ví dụ 29	Hợp chất c	Hợp chất d	5,0	A	B	B	B
Ví dụ 30	Hợp chất c	Hợp chất d	7,0	B	B	B	C
Ví dụ so sánh 4	Hợp chất c	Không		B	B	C	C

Như có thể đánh giá từ bảng 4, xác nhận rằng màu sắc, độ bền ánh sáng và độ trong suốt vượt trội nếu chứa hợp chất b hoặc d. Hơn nữa, xác nhận màu sắc, độ bền ánh sáng, độ trong suốt và khả năng tháo rời khuôn đặc biệt tuyệt vời nếu hàm lượng hợp chất b hoặc d nằm trong khoảng cụ thể.

YÊU CẦU BẢO HỘ

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



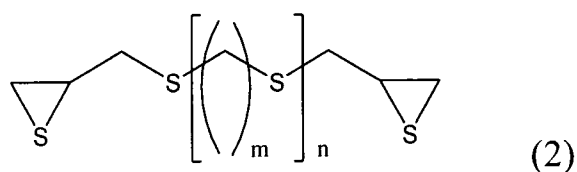
trong đó m là số nguyên từ 0 đến 4 và n là số nguyên từ 0 đến 2.

2. Chế phẩm vật liệu quang chứa hợp chất episulfua theo điểm 1 và hợp chất polyme hóa được khác ngoài hợp chất episulfua có công thức (1).

3. Chế phẩm vật liệu quang theo điểm 2, trong đó hàm lượng của hợp chất episulfua nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 5,0% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của hợp chất episulfua và hợp chất polyme hóa được.

4. Chế phẩm vật liệu quang theo điểm 2 hoặc 3, trong đó chế phẩm vật liệu quang này chứa hợp chất polyme hóa được với lượng nằm trong khoảng từ 95,0 đến 99,9999% khối lượng.

5. Chế phẩm vật liệu quang theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 4, trong đó chế phẩm vật liệu quang này chứa hợp chất có công thức (2) sau làm hợp chất polyme hóa được:



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

6. Chế phẩm vật liệu quang theo điểm 5, trong đó chế phẩm vật liệu quang này chứa hợp chất có công thức (2) với lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 99,999% khối lượng.

7. Chế phẩm vật liệu quang theo điểm 5 hoặc 6, trong đó hàm lượng của hợp chất episulfua nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 5,0% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của hợp chất episulfua và hợp chất có công thức (2).

8. Chế phẩm polyme hóa được/lưu hóa được chứa chế phẩm vật liệu quang theo

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

9. Vật liệu quang thu được bằng cách lưu hóa chế phẩm polyme hóa được/lưu hóa được theo điểm 8.

10. Thấu kính quang chứa vật liệu quang theo điểm 9.

11. Phương pháp sản xuất vật liệu quang bao gồm các bước: bổ sung chất xúc tác quá trình polyme hóa vào chế phẩm vật liệu quang theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 7 với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 10% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của chế phẩm vật liệu quang; và polyme hóa/lưu hóa phần thu được.