(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) **1-0020098**

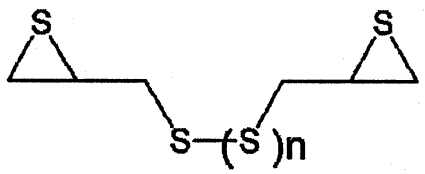
(51)[7] **C07D 331/02**, C08G 18/38, G02B 1/04, G02C 7/10

(13) **B**

(21) 1-2016-03735
(22) 11.03.2015
(86) PCT/JP2015/057166 11.03.2015
(87) WO2015/137402A1 17.09.2015
(30) 2014-047890 11.03.2014 JP
2014-185995 12.09.2014 JP
(45) 26.11.2018 368
(43) 26.12.2016 345
(73) MITSUI CHEMICALS, INC. (JP)
5-2, Higashi-Shimbashi 1-chome, Minato-ku, Tokyo 105-7117, Japan
(72) TSUKADA Hidetaka (JP), KAWAGUCHI Masaru (JP)
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT HỢP CHẤT EPISULFUA DÙNG CHO VẬT LIỆU QUANG HỌC

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hợp chất episulfua dùng cho vật liệu quang học bao gồm bước clo hóa glyxerin để thu được diclopropanol; bước epoxy hóa diclopropanol để thu được epiclohydrin; bước cho epiclohydrin phản ứng với tác nhân sulfat hóa để thu được hợp chất bis(clohydrin) (di)sulfua nhờ hợp chất thiol; bước epoxy hóa hợp chất bis(clohydrin) (di)sulfua ở các điều kiện bazơ để thu được hợp chất epoxy; và bước cho hợp chất epoxy phản ứng với tác nhân sulfat hóa để thu được hợp chất episulfua có công thức chung (1) dưới đây:



(1)

trong đó, trong công thức này, n là 0 hoặc 1.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hợp chất episulfua dùng cho vật liệu quang học, chế phẩm chứa episulfua, và chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học chứa chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

So với các thấu kính vô cơ, các thấu kính làm bằng chất dẻo có trọng lượng nhẹ, không dễ vỡ, và có thể được nhuộm màu, và như vậy, gần đây, đã nhanh chóng trở nên phổ biến trong các bộ phận quang học như là thấu kính đeo mắt và các thấu kính máy ảnh.

Đối với các nhựa dùng làm các thấu kính làm bằng chất dẻo, đã có nhu cầu về việc cải thiện thêm đặc tính, và đã có nhu cầu về tăng hệ số khúc xạ, tăng số Abbe, giảm trọng lượng riêng, cải thiện tính chịu nhiệt, và tương tự. Như vậy, nhiều loại vật liệu nhựa khác nhau dùng làm các thấu kính đã được phát triển và đưa vào sử dụng.

Trong số các vật liệu này, các vật liệu quang học được tạo nên từ các nhựa gốc sulfua có hệ số khúc xạ cao và số Abbe cao và đang được nghiên cứu là các vật liệu có hệ số khúc xạ siêu cao có hệ số khúc xạ cao hơn 1,6. Các nhựa gốc sulfua thu được bằng cách polyme hóa chế phẩm có thể polyme hóa gồm hợp chất episulfua (các tài liệu sáng chế từ 1 đến 4). Trong những năm gần đây, nhiều nghiên cứu khác nhau cũng đã được thực hiện để cải thiện chất lượng của các hợp chất episulfua và các nhựa dùng làm các vật liệu quang học thu được từ các hợp chất episulfua (các tài liệu sáng chế 5 và 6).

Cũng như đối với epiclohydrin là nguyên liệu thô của các hợp chất episulfua, lộ trình sản xuất trong đó epiclohydrin được tổng hợp bằng cách clo hóa và epoxy hóa glyxerin khởi nguồn từ các sản phẩm tự nhiên đã được phát triển thay cho lộ trình sản xuất trong đó epiclohydrin được tổng hợp từ nguyên liệu thô hóa

thạch (propylen, rượu alyl, hoặc tương tự) trong lĩnh vực kỹ thuật và ứng dụng lộ trình sản xuất này cho các nhựa epoxy và tương tự đang được nghiên cứu (tài liệu sáng chế 7). Tuy nhiên, không có nghiên cứu nào được thực hiện liên quan đến việc sử dụng vật liệu quang học.

Về các vật liệu thấu kính làm bằng chất dẻo thu được sử dụng các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật, thấu kính đeo mắt bao gồm nhựa polycarbonat có đơn vị cấu thành có nguồn gốc từ isosorbit là thành phần chính và thu được bằng cách đúc phun được đề xuất (tài liệu sáng chế 8). Điều này cho phép tạo ra các thấu kính quang học có tính chịu nhiệt cao, độ bền cao, và biến dạng thấp được sản xuất từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật, nhưng vẫn có lý do để cải thiện các đặc tính quang học như là hệ số khúc xạ.

Hơn nữa, trong tài liệu sáng chế 9, nhựa được tạo nên từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật đã được đề xuất, nhưng nhựa này không nhằm để sử dụng làm vật liệu có hệ số khúc xạ siêu cao có hệ số khúc xạ cao hơn 1,6, và bất kỳ đặc tính quang học nào và tương tự của nhựa thu được không được thể hiện.

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 chưa xét nghiệm Nhật Bản số 2002-194083

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế chưa xét nghiệm Nhật Bản số 2000-256435

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế chưa xét nghiệm Nhật Bản số 2001-163874

Tài liệu sáng chế 4: Bản tóm tắt công bố quốc tế số WO2013/115212

Tài liệu sáng chế 5: Bản tóm tắt công bố quốc tế số WO2013/157490

Tài liệu sáng chế 6: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế chưa xét nghiệm Nhật Bản số 2013-142073

Tài liệu sáng chế 7: Công bố bản dịch tiếng Nhật Bản của đơn PCT số

2013-541531

Tài liệu sáng chế 8: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế chưa xét nghiệm Nhật Bản số 2010-190919

Tài liệu sáng chế 9: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế chưa xét nghiệm Nhật Bản số 2011-225863.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vì các lý do nêu trên, mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất hợp chất episulfua dùng cho vật liệu quang học mà có thể được sử dụng để thu vật liệu quang học có sự cân bằng tuyệt vời về độ trong suốt, tính chịu nhiệt, và tương tự và có hệ số khúc xạ siêu cao cao hơn 1,60, chế phẩm chứa episulfua thu được sử dụng phương pháp sản xuất này, và chế phẩm dùng cho vật liệu quang học gồm chế phẩm này.

Nhờ các nghiên cứu kỹ lưỡng, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, khi hợp chất episulfua hoặc chế phẩm chứa episulfua thu được sử dụng phương pháp sản xuất được xác định trước được sử dụng, có thể tạo ra các vật liệu quang học như là các thấu kính làm bằng chất dẻo hệ số khúc xạ siêu cao có hệ số khúc xạ cao hơn 1,60 mà có sự cân bằng tuyệt vời về độ trong suốt, hệ số khúc xạ, tính chịu nhiệt, và tương tự và đã hoàn thành sáng chế.

Do đó, sáng chế đề xuất như sau.

[1] Quy trình sản xuất hợp chất episulfua dùng cho vật liệu quang học, bao gồm:

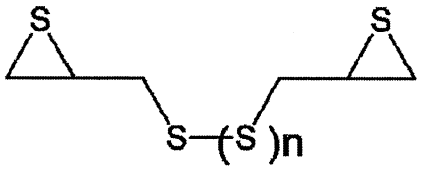
bước clo hóa glyxerin để thu được diclopropanol;

bước epoxy hóa diclopropanol để thu được epiclohydrin;

bước cho epiclohydrin phản ứng với tác nhân sulfat hóa để thu được hợp chất bis(clohydrin) (di)sulfua nhờ hợp chất thiol;

bước epoxy hóa hợp chất bis(clohydrin) (di)sulfua ở các điều kiện bazơ để thu được hợp chất epoxy; và

bước cho hợp chất epoxy phản ứng với tác nhân sulfat hóa để thu được hợp chất episulfua có công thức chung (1) dưới đây:



(1)

trong đó, trong công thức này, n là 0 hoặc 1.

[2] Quy trình sản xuất hợp chất episulfua dùng cho vật liệu quang học theo mục [1], trong đó glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật.

[3] Quy trình sản xuất chế phẩm chứa episulfua gồm:

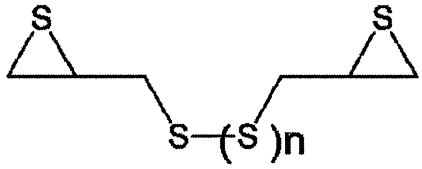
bước clo hóa glyxerin trong chế phẩm a chứa glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật để thu được chế phẩm b chứa diclopropanol;

bước epoxy hóa diclopropanol trong chế phẩm b để thu được chế phẩm c chứa epiclohydrin;

bước cho epiclohydrin phản ứng với tác nhân sulfat hóa trong chế phẩm c để thu được chế phẩm d gồm hợp chất bis(clohydrin) (di)sulfua nhờ hợp chất thiol;

bước epoxy hóa hợp chất bis(clohydrin) (di)sulfua ở các điều kiện bazơ trong chế phẩm d để thu được chế phẩm e gồm hợp chất epoxy; và

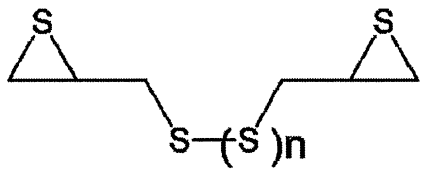
bước cho hợp chất epoxy phản ứng với tác nhân sulfat hóa trong chế phẩm e để thu được chế phẩm f gồm episulfua có công thức chung (1) dưới đây:



(1)

trong đó, trong công thức này, n là 0 hoặc 1.

[4] Chế phẩm chứa episulfua có công thức chung (1) dưới đây thu được bằng cách sử dụng quy trình sản xuất theo mục [3]:



(1)

trong đó, trong công thức này, n là 0 hoặc 1.

[5] Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học gồm:

chế phẩm chứa episulfua theo mục [4].

[6] Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học theo mục [5], còn chứa:

polyisoxyanat (a).

[7] Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học theo mục [6],

trong đó polyisoxyanat (a) là ít nhất một loại được lựa chọn từ hexametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, dixyclohexylmetan diisoxyanat, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, m-xylylen diisoxyanat, và 2,5-bis(isoxyanatometyl)-1,4-dithian.

[8] Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục từ [5] đến [7], còn chứa:

polythiol (b).

[9] Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học theo mục [8],

trong đó polythiol (b) là ít nhất một loại được lựa chọn từ 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan, 4,8 hoặc 4,7 hoặc 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, pentaerythritol tetrakis mercaptoaxetat, pentaerythritol tetrakis mercaptopropionat, 2,5-bis(mercaptometyl)-1,4-dithian, bis(mercaptoetyl) sulfua, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)propan, 4,6-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithian, 2-(2,2-bis(mercaptometylthio) etyl)-1,3-dithietan, 1,1,2,2-tetrakis(mercaptometylthio) etan, 3-mercaptometyl-1,5-dimercapto-2,4-dithiapentan, tris(mercaptometylthio) metan, và etylen glycol bis(3-mercaptopropionat).

[10] Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học theo mục [8] hoặc [9],

trong đó polythiol (b) là polythiol thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật và được lựa chọn từ 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-

dithiaoctan và 4,8 hoặc 4,7 hoặc 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan.

[11] Sản phẩm đúc được tạo nên từ nhựa thu được bằng cách polyme hóa-hóa rắn chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học theo mục bất kỳ trong số các mục từ [5] đến [10].

[12] Sản phẩm đúc theo mục [11],

trong đó tỷ lệ sinh khối của nhựa là 25% hoặc cao hơn.

[13] Sản phẩm đúc theo mục [11] hoặc [12],

trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (Tg) là 60°C hoặc cao hơn.

[14] Vật liệu quang học được tạo nên từ sản phẩm đúc theo mục bất kỳ trong số các mục từ [11] đến [13].

[15] Thấu kính đeo mắt được làm bằng chất dẻo được tạo nên từ sản phẩm đúc theo mục bất kỳ trong số các mục từ [11] đến [13].

[16] Thấu kính phân cực được làm bằng chất dẻo,

trong đó một lớp được tạo nên từ sản phẩm đúc theo mục bất kỳ trong số các mục từ [11] đến [13] được cán mỏng trên ít nhất một bề mặt của màng phân cực.

Trong sáng chế, "các hợp chất (di)sulfua" là đề cập đến các hợp chất sulfua hoặc các hợp chất disulfua.

Khi hợp chất episulfua hoặc chế phẩm chứa episulfua thu được bằng cách sử dụng phương pháp sản xuất của sáng chế được sử dụng, có thể thu các vật liệu quang học như là các thấu kính làm bằng chất dẻo có hệ số khúc xạ siêu cao có hệ số khúc xạ cao hơn 1,60 mà có sự cân bằng tuyệt vời về độ trong suốt, hệ số khúc xạ, tính chịu nhiệt, và tương tự.

Hơn nữa, khi hợp chất episulfua hoặc chế phẩm chứa episulfua thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật được sử dụng, có thể tạo ra các vật liệu quang học như là các thấu kính làm bằng chất dẻo mà có tỷ lệ sinh khối là 25% hoặc cao hơn và, hơn nữa, cũng tuyệt vời về các đặc tính được mô tả ở trên.

Mô tả chi tiết sáng chế

Quy trình sản xuất hợp chất episulfua dùng cho vật liệu quang học của sáng chế bao gồm:

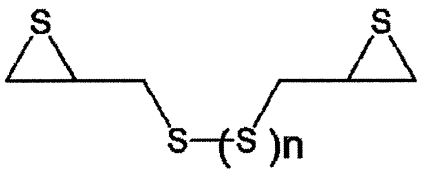
bước clo hóa glyxerin để thu được diclopropanol;

bước epoxy hóa diclopropanol để thu được epiclohydrin;

bước cho epiclohydrin phản ứng với tác nhân sulfat hóa để thu được hợp chất bis(clohydrin) (di)sulfua nhờ hợp chất thiol;

bước epoxy hóa hợp chất bis(clohydrin) (di)sulfua ở các điều kiện bazơ để thu được hợp chất epoxy; và

bước cho hợp chất epoxy phản ứng với tác nhân sulfat hóa để thu được hợp chất episulfua có công thức chung (1) dưới đây.



(1)

Trong công thức này, n là 0 hoặc 1.

Hợp chất episulfua có công thức chung (1) cụ thể là bis(2,3-epithiopropyl) sulfua hoặc bis(2,3-epithiopropyl) disulfua.

Trong phương án này, quy trình sản xuất hợp chất episulfua sẽ được mô tả.

Quy trình sản xuất bis(2,3-epithiopropyl) sulfua

Trong phương án này, quy trình sản xuất bis(2,3-epithiopropyl) sulfua là hợp chất episulfua dùng cho vật liệu quang học bao gồm các bước dưới đây như được minh họa trong công thức phản ứng (2) dưới đây.

(i) Bước trong đó glyxerin được clo hóa, nhờ đó thu được diclopropanol (được thể hiện là a) trong công thức phản ứng (2) dưới đây)

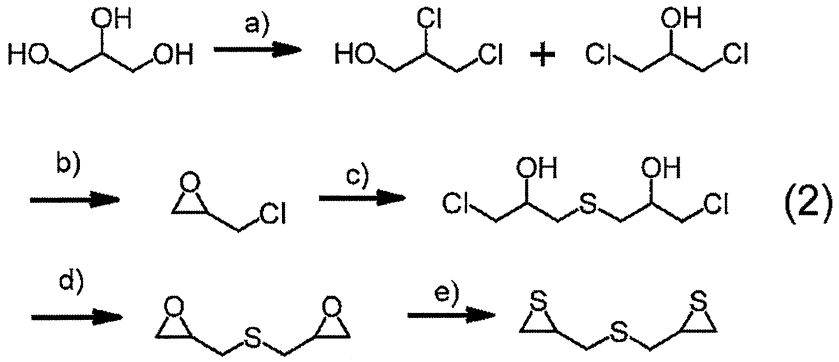
(ii) Bước trong đó diclopropanol được epoxy hóa, nhờ đó thu được epiclohydrin (được thể hiện là b) trong công thức phản ứng (2) dưới đây)

(iii) Bước trong đó epiclohydrin được cho phản ứng với tác nhân sulfat hóa, nhờ đó thu được hợp chất thiol và sau đó là hợp chất bis(clohydrin) sulfua (được

thể hiện là c) trong công thức phản ứng (2) dưới đây)

(iv) Bước trong đó hợp chất bis(clohydrin) sulfua được epoxy hóa ở các điều kiện bazơ, nhờ đó thu được hợp chất epoxy (được thể hiện là d) trong công thức phản ứng (2) dưới đây)

(v) Bước trong đó hợp chất epoxy được cho phản ứng với tác nhân sulfat hóa, nhờ đó thu bis(2,3-epithiopropyl) disulfua (được thể hiện là e) trong công thức phản ứng (2) dưới đây)



Các bước này sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

Bước (i)

Trong trường hợp trong đó glyxerin được clo hóa, tác nhân clo hóa là clo, hydro clorua, hoặc hợp chất tương tự có thể được sử dụng, và glyxerin có thể được clo hóa với sự có mặt hoặc không có mặt chất xúc tác. Ưu tiên là, phản ứng được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác được ưu tiên. Trong trường hợp này, chất xúc tác được trên cơ sở axit carboxylic hoặc dẫn xuất của axit carboxylic, chẳng hạn, anhydrit của axit carboxylic, clorua của axit carboxylic, muối carboxylat, hoặc este của axit carboxylic có thể được sử dụng một cách có lợi.

Các ví dụ về chất xúc tác bao gồm ít nhất một axit carboxylic được lựa chọn từ các axit béo như là axit axetic, axit formic, axit propionic, và axit butyric và các dẫn xuất của axit carboxylic thơm như là axit benzoic. Axit carboxylic có thể là axit poly(carboxylic) như là axit di-, tri-, hoặc tetracarboxylic, và trong số này, axit dicarboxylic là được ưu tiên.

Trong phản ứng clo hóa, dung môi là dung môi thơm như là toluen, xylen,

clobenzen, diclobenzen, hoặc nitrobenzen, dung môi béo như là diclometan, cloroform, hoặc dicloetan, rượu như là metanol, etanol, isopropanol, butanol, metoxyetanol, etylen glycol, hoặc glyxerin, hoặc nước là được ưu tiên sử dụng. Các dung môi này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều dung môi có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

Nhiệt độ phản ứng ưu tiên là nằm trong khoảng từ 20°C đến 160°C, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 80°C đến 140°C, và ưu tiên hơn nữa là nằm trong khoảng từ 90°C đến 120°C. Trong trường hợp trong đó hydro clorua được sử dụng, phản ứng này được thực hiện ở áp suất riêng phần thường là 0,002 bar hoặc cao hơn, ưu tiên là 0,02 bar hoặc cao hơn, và đặc biệt ưu tiên là 0,05 bar hoặc cao hơn, và áp suất này thường là 50 bar hoặc thấp hơn, ưu tiên là 30 bar hoặc thấp hơn, và đặc biệt ưu tiên là 20 bar hoặc thấp hơn.

Bước (ii)

Khi epiclohydrin được tổng hợp từ diclopropanol, đương lượng bazơ ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,5 đương lượng đến 5 đương lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,9 đương lượng đến 2,0 đương lượng so với diclopropanol. Các ví dụ về các bazơ mà có thể được sử dụng bao gồm các bazơ hữu cơ hoặc vô cơ như là trietylamin, tributylamin, dimetylxyclohexylamin, dietylanilin, pyridin, natri hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit, canxi hydroxit, natri carbonat, natri hydro carbonat, kali carbonat, natri metylat, t-butoxy kali, dinatri monohydro phosphat, và natri axetat.

Trong quy trình sản xuất epiclohydrin của sáng chế, nhiệt độ phản ứng ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0°C đến 140°C và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 10°C đến 50°C. Các ví dụ về dung môi mà có thể được sử dụng bao gồm các dung môi thơm như là toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, và nitrobenzen, các dung môi béo như là diclometan, cloroform, và dicloetan, các rượu như là metanol, etanol, isopropanol, butanol, metoxyetanol, etylen glycol, và glyxerin, và nước. Các dung môi này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều dung môi có

thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

Bước (iii)

Tác nhân sulfat hóa như là hydro sulfua, natri hydrosulfua, hoặc natri sulfua được cho phản ứng với epiclohydrin, nhờ đó tổng hợp 1-clo-3-mercapto-2-propanol (hợp chất thiol) và sau đó hợp chất bis(clohydrin) sulfua. Trong trường hợp trong đó hợp chất thiol này được tổng hợp đầu tiên, cũng có thể thu được trực tiếp bisclohydrin trong hệ thống mà không cần tách hợp chất thiol. Lượng được sử dụng của tác nhân sulfat hóa có thể thiết lập nằm trong khoảng từ 0,3 đương lượng đến 4 đương lượng, ưu tiên là được thiết lập nằm trong khoảng từ 0,4 đương lượng đến 3 đương lượng, và ưu tiên hơn là được thiết lập nằm trong khoảng từ 0,5 đương lượng đến 2 đương lượng so với epiclohydrin.

Ở thời điểm này, khi bazơ hữu cơ hoặc vô cơ như là trietylamin, tributylamin, dimetylxyclohexylamin, dietylanilin, pyridin, natri hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit, canxi hydroxit, natri carbonat, natri hydro carbonat, kali carbonat, natri metylat, t-butoxy kali, dinatri monohydro phosphat, hoặc natri axetat được bổ sung vào đó làm chất xúc tác phản ứng, thì có nhiều trường hợp trong đó đem lại kết quả được ưu tiên. Trong số các bazơ này, các bazơ vô cơ là được ưu tiên hơn, và, trong số các bazơ vô cơ, natri hydroxit, kali hydroxit, kali carbonat, canxi hydroxit, và tương tự là được ưu tiên.

Lượng bổ sung của bazơ được ưu tiên nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến 10% trọng lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,3% trọng lượng đến 5% trọng lượng so với epiclohydrin. Nhiệt độ phản ứng ưu tiên là từ -20°C đến 50°C và ưu tiên hơn là từ 0°C đến 40°C.

Dung môi phản ứng có thể được sử dụng hoặc có thể không được sử dụng, và, trong trường hợp trong đó dung môi phản ứng được sử dụng, dung môi thơm như là toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, hoặc nitrobenzen, dung môi béo như là diclometan, cloroform, hoặc dicloetan, rượu như là metanol, etanol, isopropanol, butanol, metoxyetanol, etylen glycol, hoặc glyxerin, nước, hoặc tương tự được ưu

tiên sử dụng. Các dung môi này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều dung môi có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

Trong trường hợp mà trong đó sử dụng hệ dung môi hỗn hợp dạng tách hai pha như, chẳng hạn, nước và dung môi thơm hoặc nước và dung môi béo, khi chất hoạt động bề mặt như là rượu, muối alkyl amoni bậc bốn, muối kim loại alkyl hoặc aryl của axit carboxylic, muối kim loại alkyl hoặc aryl của axit sulfonic, alkyl có tính axit hoặc este của axit aryl phosphoric, hoặc muối kim loại của chúng được bổ sung vào làm chất xúc tác chuyển pha, thì có nhiều trường hợp trong đó đem lại kết quả được ưu tiên. Lượng chất hoạt động bề mặt được bổ sung ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,001% trọng lượng đến 20% trọng lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến 10% trọng lượng so với tổng trọng lượng của khối phản ứng.

Bước (iv)

Bazơ hữu cơ hoặc vô cơ như là trietylamin, tributylamin, dimetylxyclohexylamin, dietylanilin, pyridin, natri hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit, canxi hydroxit, natri carbonat, natri hydro carbonat, kali carbonat, natri metylat, t-butoxy kali, dinatri monohydro phosphat, hoặc natri axetat được bổ sung vào khối phản ứng thu được trong bước (iii), nhờ đó thu được chế phẩm chứa hợp chất epoxy.

Các bazơ này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều bazơ có thể là được sử dụng cùng nhau. Loại bazơ được sử dụng là bazơ vô cơ tương đối có lợi hơn so với bazơ hữu cơ, và, trong số các bazơ vô cơ, natri hydroxit hoặc kali hydroxit là được ưu tiên. Lượng được sử dụng của bazơ ưu tiên là nằm trong khoảng từ 1 đương lượng đến 10 đương lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 2 đương lượng đến 5 đương lượng so với epiclohydrin được sử dụng trước đó. Nhiệt độ phản ứng ưu tiên là từ -10°C đến 60°C và ưu tiên hơn là từ 5°C đến 30°C. Thông thường, hợp chất epoxy có công thức phản ứng (2) được tổng hợp bằng cách sử dụng phương pháp hai bước được mô tả ở trên, nhưng hợp chất epoxy

cũng có thể được tổng hợp sử dụng phương pháp một bước trong đó bazơ hữu cơ hoặc vô cơ so với lượng tương đương hoặc nhiều hơn so với epiclohydrin được bổ sung vào và sau đó epiclohydrin được bổ sung vào. Trong bước (iv), thu được chế phẩm chứa hợp chất epoxy.

Bước (v)

Chế phẩm chứa hợp chất thioepoxy (bis(2,3-epithiopropyl) sulfua) có thể thu được bằng cách cho hợp chất epoxy phản ứng với tác nhân sulfat hóa trong chế phẩm chứa hợp chất epoxy thu được trong bước (iv). Các ví dụ về tác nhân sulfat hóa bao gồm các muối thioxyanat như là thioure, natri thioxyanat, kali thioxyanat, amoni thioxyanat, canxi thioxyanat, và chì thioxyanat. Trong trường hợp trong đó muối thioxyanat được sử dụng, natri thioxyanat, kali thioxyanat, hoặc amoni thioxyanat tương đối được ưu tiên, và natri thioxyanat được ưu tiên hơn.

Lượng được sử dụng của thioure hoặc muối thioxyanat, là tác nhân sulfat hóa, chẳng hạn, đương lượng của nhóm epoxy hoặc nhiều hơn, ưu tiên là nằm trong khoảng từ 1 đương lượng đến 5 đương lượng, và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 1 đương lượng đến 3 đương lượng. Khi lượng này nhỏ hơn 1 đương lượng, có các trường hợp trong đó độ tinh khiết giảm đi, và, khi lượng này vượt quá 5 đương lượng, có các trường hợp trong đó phương pháp sản xuất trở nên có nhược điểm về mặt kinh tế.

Nhiệt độ phản ứng thay đổi đáng kể phụ thuộc vào loại thioure hoặc muối thioxyanat; tuy nhiên, trong trường hợp trong đó thioure được sử dụng, nhiệt độ phản ứng ưu tiên là xấp xỉ 10°C đến 30°C, và trong trường hợp trong đó muối thioxyanat được sử dụng, nhiệt độ phản ứng ưu tiên là từ 30°C đến 60°C.

Trong trường hợp trong đó hợp chất thioepoxy được tổng hợp, thông thường, hầu như dung môi phản ứng tương tự như dung môi trong quá trình tổng hợp hợp chất epoxy được sử dụng. Chẳng hạn, dung môi thơm như là toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, hoặc nitrobenzen, dung môi béo như là diclometan, cloroform, hoặc dicloetan, hoặc rượu như là metanol, etanol, isopropanol, butanol,

metoxyetanol, etylen glycol, hoặc glyxerin được ưu tiên sử dụng. Các dung môi này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều dung môi có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp. Khác với trường hợp epoxy hóa, trong trường hợp thioepoxy hóa, có xu hướng là nước làm giảm tốc độ phản ứng, và như vậy, nước không được ưu tiên sử dụng.

Trong phương pháp sản xuất của phương án này, trong epiclohydrin được tạo ra từ glyxerin, lượng các tạp chất (các sản phẩm phụ gốc clo và clo thủy phân được) là ít hơn so với lượng tạp chất trong epiclohydrin được tổng hợp từ nguyên liệu thô có nguồn gốc từ nguồn dầu mỏ như là alyl clorua hoặc propylen. Các ví dụ về các sản phẩm phụ gốc clo bao gồm alyl clorua, 1,2-diclopropan, 2,3-diclopropen, rượu 2-cloalyl, 1,3-diclopropen, 1,2,3-triclopropan, và tương tự. Các sản phẩm phụ gốc clo này có hoạt tính cao và như vậy, là nguyên nhân sinh ra các sản phẩm phụ trong quá trình sản xuất hợp chất episulfua. Do đó, khi epiclohydrin được tạo ra từ glyxerin được sử dụng, chất lượng như là màu sắc, tính ổn định lưu trữ, gánh nặng về tinh chế, và tương tự của các thể trung gian hoặc các sản phẩm cuối là tuyệt vời. Các tạp chất gốc clo này có điểm sôi gần với điểm sôi của epiclohydrin và không dễ được loại bỏ hoàn toàn ngay cả bằng cách chưng cất.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, chẳng hạn, khi diclopropen, là sản phẩm phụ gốc clo, được cho phản ứng với clomercaptopropanol, và như vậy, các tạp chất gốc clo có cấu trúc phức tạp hơn như là clo-(2-cloalyl)thio)propanol được sinh ra, và hơn nữa, hàm lượng các tạp chất trong sản phẩm cuối tăng lên theo tiến trình của bước sản xuất, cũng phát hiện ra rằng, khi epiclohydrin được tạo ra từ glyxerin được sử dụng làm nguyên liệu thô, có thể ngăn chặn sự hình thành sản phẩm phụ được mô tả ở trên, và hoàn thành sáng chế. Hơn nữa, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng epiclohydrin mà được sản xuất từ glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật thể hiện các hiệu quả rất tốt so với các hiệu quả được mô tả ở trên và đã hoàn thành sáng chế.

Trong epiclohydrin thu được bằng cách sử dụng phương pháp sản xuất của

phương án này, lượng các tạp chất gốc clo là ít hơn hoặc bằng 5000ppm và ưu tiên là ít hơn hoặc bằng 4500ppm, ít hơn hoặc bằng 2000ppm, ít hơn hoặc bằng 150ppm, hoặc ít hơn hoặc bằng 50ppm.

Trong phương án này, glyxerin, epiclohydrin, hoặc tương tự chứa các tạp chất được mô tả ở trên có thể được đề cập đến dưới dạng chế phẩm chứa glyxerin, chế phẩm chứa epiclohydrin, hoặc tương tự, tương ứng.

Kết quả là, hợp chất episulfua có chất lượng có lợi như là màu sắc có thể thu được, và như vậy, có các ưu điểm là sự thay đổi bất thường về các đặc tính quang học, tỷ lệ hình thành biến dạng quang học, và tương tự trong các sản phẩm đúc được ngăn chặn và năng suất của các sản phẩm quang học được cải thiện.

Trong phương án này, bis(2,3-epithiopropyl) sulfua, là hợp chất episulfua, được tổng hợp bằng cách sử dụng epiclohydrin thu được bằng cách clo hóa glyxerin và sau đó epoxy hóa sản phẩm thu được như được mô tả ở trên là nguyên liệu thô. Glyxerin được sử dụng làm nguyên liệu thô có thể có nguồn gốc từ nguyên liệu thô từ nguồn hóa thạch hoặc từ sản phẩm tự nhiên, nhưng glyxerin khởi nguồn từ sản phẩm tự nhiên là được ưu tiên vì có thể thu được hợp chất episulfua có tỷ lệ sinh khối cao. Glyxerin thu được bằng cách, chẳng hạn, xà phòng hóa dầu và chất béo của thực vật hoặc tảo và tương tự.

Trong phương án này, bis(2,3-epithopropyl) sulfua có thể được tổng hợp từ glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật bằng cách sử dụng chế phẩm chứa glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật là một dạng chất lỏng phản ứng trong bước tiếp theo như được mô tả dưới đây. Nhờ đó, có thể thu được chế phẩm chứa bis(2,3-epithiopropyl) sulfua (chế phẩm chứa episulfua).

(i) Bước trong đó, trong chế phẩm chứa glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật, glyxerin được clo hóa, nhờ đó thu được chế phẩm chứa diclopropanol.

(ii) Bước trong đó, trong chế phẩm thu được trong mục (i), diclopropanol

được epoxy hóa, nhờ đó thu được chế phẩm chứa epiclohydrin.

(iii) Bước trong đó, trong chế phẩm thu được trong mục (ii), epiclohydrin được cho phản ứng với tác nhân sulfat hóa, nhờ đó thu được hợp chất thiol và sau đó là hợp chất bis(clohydrin) sulfua.

(iv) Bước trong đó, trong chế phẩm thu được trong mục (iii), hợp chất bis(clohydrin) sulfua được epoxy hóa ở các điều kiện bazơ, nhờ đó thu được chế phẩm chứa hợp chất epoxy.

(v) Bước trong đó, trong chế phẩm thu được trong mục (iv), hợp chất epoxy được cho phản ứng với tác nhân sulfat hóa, nhờ đó thu được chế phẩm chứa bis(2,3-epithiopropyl) sulfua.

Chế phẩm chứa glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật, mà được sử dụng trong bước (i), có thể thu được từ este axit béo của glyxerin có trong dầu thực vật và chất béo như là dầu hạt cải, dầu cọ, dầu thầu dầu, hoặc dầu oliu hoặc dầu và chất béo của tảo và tương tự nhờ sự thủy phân hoặc trao đổi este.

Bước (v) có thể bao gồm bước tinh chế chế phẩm.

Khi glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật được sử dụng làm nguyên liệu thô, có thể giảm gánh nặng môi trường đối với toàn bộ quy trình sản xuất vật liệu quang học. Hơn nữa, lượng các tạp chất (các sản phẩm phụ gốc clo và clo thủy phân được) trong epiclohydrin được sản xuất từ glyxerin là ít hơn lượng tạp chất trong epiclohydrin có nguồn gốc từ nguồn dầu mỏ như là propylen. Do đó, trong quá trình sản xuất hợp chất episulfua, chất lượng như là màu sắc, tính ổn định lưu trữ, gánh nặng về tinh chế, và tương tự của các chất trung gian hoặc các sản phẩm cuối là tuyệt vời.

Kết quả là, khi glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật được sử dụng làm nguyên liệu thô, góp phần vào việc bảo vệ môi trường toàn cầu, và các hợp chất episulfua có chất lượng có lợi có thể thu được, và như vậy, có các ưu điểm là sự thay đổi bất thường về các đặc tính quang học, tỷ lệ hình thành biến dạng quang học, và tương tự được ngăn chặn và, đồng thời, năng suất của các

sản phẩm quang học được cải thiện.

Quy trình sản xuất bis(2,3-epithiopropyl) disulfua)

Phương pháp tổng hợp bis(2,3-epithiopropyl) disulfua mà là hợp chất episulfua dùng cho vật liệu quang học bao gồm các bước dưới đây như được minh họa trong công thức phản ứng (3) dưới đây.

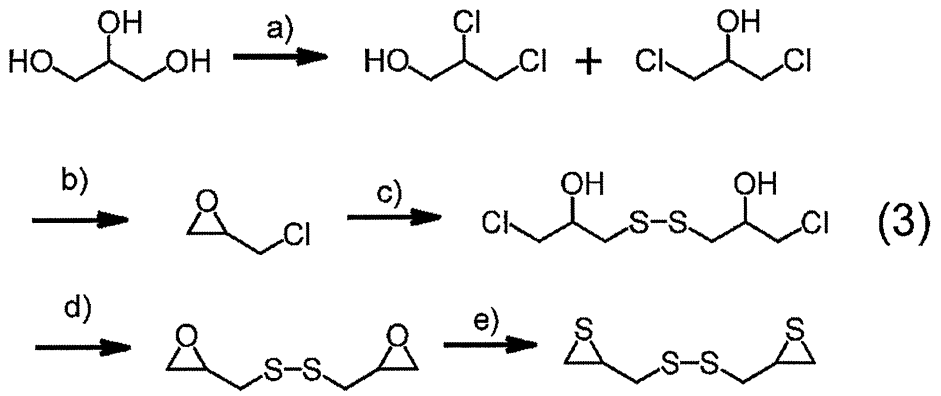
(i) Bước trong đó glyxerin được clo hóa, nhờ đó thu được diclopropanol (a) trong công thức phản ứng (3) dưới đây).

(ii) Bước trong đó diclopropanol được epoxy hóa, nhờ đó thu được epiclohydrin (b) trong công thức phản ứng (3) dưới đây).

(iii) Bước trong đó epiclohydrin được cho phản ứng với tác nhân sulfat hóa, nhờ đó thu bisclohydrin và sau đó bisclohydrin được oxy hóa, nhờ đó thu được hợp chất bis(clohydrin) sulfua (c) trong công thức phản ứng (3) dưới đây).

(iv) Bước trong đó hợp chất bis(clohydrin) sulfua được epoxy hóa ở các điều kiện bazơ, nhờ đó thu được hợp chất epoxy (d) trong công thức phản ứng (3) dưới đây).

(v) Bước trong đó hợp chất epoxy được cho phản ứng với tác nhân sulfat hóa, nhờ đó thu bis(2,3-epithiopropyl) disulfua (e) trong công thức phản ứng (3) dưới đây).



(3)

Các bước này sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

Bước (i)

Trong trường hợp trong đó glyxerin được clo hóa, tác nhân clo hóa là clo,

hydro clorua, hoặc tương tự có thể được sử dụng, và glyxerin có thể được clo hóa với sự có mặt hoặc không có mặt chất xúc tác. Ưu tiên là, phản ứng được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác được ưu tiên. Trong trường hợp này, chất xúc tác trên cơ sở axit carboxylic hoặc dẫn xuất của axit carboxylic, chẳng hạn, anhydrit của axit carboxylic, clorua của axit carboxylic, muối carboxylat, hoặc este củ axit carboxylic có thể được sử dụng một cách có lợi.

Các ví dụ về chất xúc tác bao gồm ít nhất một axit carboxylic được lựa chọn từ các axit béo như là axit axetic, axit formic, axit propionic, và axit butyric và các dẫn xuất của axit carboxylic thơm như là axit benzoic. Axit carboxylic có thể là axit poly(carboxylic) như là axit di-, tri-, hoặc tetracarboxylic, và trong số này, axit dicarboxylic là được ưu tiên.

Dung môi phản ứng là dung môi thơm như là toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, hoặc nitrobenzen, dung môi béo như là diclometan, cloroform, hoặc dicloetan, rượu như là metanol, etanol, isopropanol, butanol, metoxyetanol, etylen glycol, hoặc glyxerin được ưu tiên sử dụng. Các dung môi này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều dung môi có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

Nhiệt độ phản ứng ưu tiên là từ 20°C đến 160°C, ưu tiên hơn là từ 80°C đến 140°C, và ưu tiên hơn nữa là từ 90°C đến 120°C. Trong trường hợp trong đó hydro clorua được sử dụng, phản ứng này được thực hiện ở áp suất riêng phần của hydro clorua thông thường là 0,002 bar hoặc cao hơn, ưu tiên là 0,02 bar hoặc cao hơn, và đặc biệt ưu tiên là 0,05 bar hoặc cao hơn, và áp suất này thường là 50 bar hoặc thấp hơn, ưu tiên là 30 bar hoặc thấp hơn, và đặc biệt ưu tiên là 20 bar hoặc thấp hơn.

Bước (ii)

Khi epiclohydrin được tổng hợp từ diclopropanol, bazơ được ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,5 đương lượng đến 5 đương lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,9 đương lượng đến 2,0 đương lượng so với diclopropanol. Các ví dụ về các bazơ mà có thể được sử dụng bao gồm các bazơ hữu cơ hoặc vô cơ như là

trietylamin, tributylamin, dimetylxyclohexylamin, dietylanilin, pyridin, natri hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit, canxi hydroxit, natri carbonat, natri hydro carbonat, kali carbonat, natri metylat, t-butoxy kali, dinatri monohydro phosphat, và natri axetat.

Trong quy trình sản xuất epiclohydrin, nhiệt độ phản ứng ưu tiên là từ 0°C đến 140°C và ưu tiên hơn là từ 10°C đến 50°C. Các ví dụ về dung môi mà có thể được sử dụng bao gồm các dung môi thơm như là toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, và nitrobenzen, các dung môi béo như là diclometan, cloroform, và dicloetan, các rượu như là metanol, etanol, isopropanol, butanol, metoxyetanol, etylen glycol, và glyxerin. Các dung môi này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều dung môi có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

Bước (iii)

Tác nhân sulfat hóa như là hydro sulfua, natri hydrosulfua, hoặc natri sulfua được cho phản ứng với epiclohydrin, nhờ đó tổng hợp 1-clo-3-mercapto-2-propanol (hợp chất thiol) và sau đó là hợp chất bis(clohydrin) disulfua. Lượng được sử dụng của tác nhân sulfat hóa ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,5 đương lượng đến 2 đương lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,9 đương lượng đến 1,2 đương lượng so với epiclohydrin.

Ở thời điểm này, khi bazơ hữu cơ hoặc vô cơ như là trietylamin, tributylamin, dimetylxyclohexylamin, dietylanilin, pyridin, natri hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit, canxi hydroxit, natri carbonat, natri hydro carbonat, kali carbonat, natri metylat, t-butoxy kali, dinatri monohydro phosphat, hoặc natri axetat được bổ sung dưới dạng chất xúc tác phản ứng, có nhiều trường hợp trong đó đem lại kết quả được ưu tiên. Trong số các bazơ này, các bazơ vô cơ là tương đối được ưu tiên, và, trong số các bazơ vô cơ, natri hydroxit, kali hydroxit, kali carbonat, canxi hydroxit, và tương tự là được ưu tiên. Lượng của bazơ được ưu tiên bổ sung nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến 10% trọng lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,3% trọng lượng đến 5% trọng lượng so với

epiclohydrin. Nhiệt độ phản ứng ưu tiên là từ -20°C đến 50°C và ưu tiên hơn là từ 0°C đến 30°C.

Dung môi phản ứng có thể được sử dụng hoặc có thể không được sử dụng, và, trong trường hợp trong đó dung môi phản ứng được sử dụng, dung môi thơm như là toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, hoặc nitrobenzen, dung môi béo như là diclometan, cloroform, hoặc dicloetan, rượu như là metanol, etanol, isopropanol, butanol, metoxyetanol, etylen glycol, hoặc glyxerin, nước, hoặc tương tự được ưu tiên sử dụng. Các dung môi này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều dung môi có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp. Trong trường hợp trong đó hệ dung môi hỗn hợp dạng phân tách hai pha, chẳng hạn, của nước và dung môi thơm hoặc nước và dung môi béo được sử dụng, trong trường hợp trong đó chất hoạt động bề mặt như là rượu, muối alkyl amoni bậc bốn, muối kim loại alkyl hoặc aryl của axit carboxylic, muối kim loại alkyl hoặc aryl của axit sulfonic, alkyl có tính axit hoặc este của axit aryl phosphoric, hoặc muối kim loại của chúng được bổ sung vào làm chất xúc tác chuyển pha, có nhiều trường hợp trong đó đem lại kết quả được ưu tiên. Lượng của chất hoạt động bề mặt được bổ sung ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,001% trọng lượng đến 20% trọng lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến 10% trọng lượng so với tổng trọng lượng của khối phản ứng.

1-clo-3-mercapto-2-propanol là hợp chất thiol thu được được tạo thành disulfua bằng cách sử dụng chất oxy hóa như là clo, brom, iot, hydro peroxit, hoặc natri hypoclorit, nhờ đó hợp chất bis(clohydrin) disulfua có thể thu được. Lượng được sử dụng của chất oxy hóa ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,2 đương lượng đến 5 đương lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,4 đương lượng đến 2,0 đương lượng so với epiclohydrin. Nhiệt độ phản ứng ưu tiên là từ 0°C đến 50°C và ưu tiên hơn là từ 0°C đến 30°C. Dung môi phản ứng có thể được sử dụng hoặc có thể không được sử dụng, và, trong trường hợp trong đó dung môi phản ứng được sử dụng, dung môi thơm như là toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, hoặc nitrobenzen, dung môi béo như là diclometan, cloroform, hoặc dicloetan, rượu như

là metanol, etanol, isopropanol, butanol, metoxyetanol, etylen glycol, hoặc glyxerin, nước, hoặc chất tương tự được ưu tiên sử dụng.

Bước (iv)

Bazơ hữu cơ hoặc vô cơ như là trietylamin, tributylamin, dimetylxyclohexylamin, dietylanilin, pyridin, natri hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit, canxi hydroxit, natri carbonat, natri hydro carbonat, kali carbonat, natri metylat, t-butoxy kali, dinatri monohydro phosphat, hoặc natri axetat được bổ sung vào khối phản ứng thu được trong bước (iii), nhờ đó thu được chế phẩm chứa hợp chất epoxy.

Các bazơ này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều bazơ có thể là được sử dụng cùng nhau. Loại bazơ được sử dụng ưu tiên hơn là bazơ vô cơ so với bazơ hữu cơ, và, trong số các bazơ vô cơ, natri hydroxit hoặc kali hydroxit là được ưu tiên. Lượng được sử dụng của bazơ ưu tiên là nằm trong khoảng từ 1 đương lượng đến 10 đương lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 2 đương lượng đến 5 đương lượng so với epiclohydrin được sử dụng trước đó.

Ngoài ra, nhiệt độ phản ứng ưu tiên là từ -10°C đến 60°C và ưu tiên hơn là từ 5°C đến 30°C. Thông thường, hợp chất epoxy theo sáng chế được tổng hợp bằng cách sử dụng phương pháp hai bước được mô tả ở trên, nhưng hợp chất epoxy cũng có thể được tổng hợp bằng cách sử dụng phương pháp một bước trong đó lượng đương lượng của bazơ hữu cơ hoặc vô cơ hoặc nhiều hơn so với epiclohydrin được bổ sung vào và sau đó epiclohydrin được bổ sung vào. Trong bước (iv), thu được chế phẩm chứa hợp chất epoxy.

Bước (v)

Chế phẩm chứa hợp chất thioepoxy (bis(2,3-epithiopropyl) disulfua) có thể thu được bằng cách cho hợp chất epoxy phản ứng với tác nhân sulfat hóa trong chế phẩm chứa hợp chất epoxy thu được trong bước (iv). Các ví dụ về tác nhân sulfat hóa bao gồm thioure, các muối thioxyanat như là natri thioxyanat, kali thioxyanat, amoni thioxyanat, canxi thioxyanat, và chì thioxyanat. Trong trường hợp trong đó

muối thioxyanat được sử dụng, thì natri thioxyanat, kali thioxyanat, hoặc amoni thioxyanat là được ưu tiên, và natri thioxyanat là được ưu tiên hơn.

Lượng được sử dụng của thioure hoặc muối thioxyanat, mà là tác nhân sulfat hóa, chẳng hạn, đương lượng của nhóm epoxy hoặc nhiều hơn, ưu tiên là nằm trong khoảng từ 1 đương lượng đến 5 đương lượng, và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 1 đương lượng đến 3 đương lượng. Ở lượng ít hơn 1 đương lượng, độ tinh khiết giảm, và, khi lượng này vượt quá 5 đương lượng, có các trường hợp trong đó phương pháp trở nên có nhược điểm về mặt kinh tế.

Nhiệt độ phản ứng thay đổi đáng kể phụ thuộc vào loại thioure hoặc muối thioxyanat và như vậy, không có giới hạn cụ thể; tuy nhiên, trong trường hợp trong đó thioure được sử dụng, nhiệt độ phản ứng ưu tiên là xấp xỉ từ 10°C đến 30°C, và trong trường hợp trong đó muối thioxyanat được sử dụng, nhiệt độ phản ứng ưu tiên là từ 30°C đến 60°C.

Trong trường hợp trong đó hợp chất thioepoxy được tổng hợp, thông thường, hầu như dung môi phản ứng tương tự như dung môi trong tổng hợp hợp chất epoxy được sử dụng. Chẳng hạn, dung môi thơm như là toluen, xylen, clobenzen, diclobenzen, hoặc nitrobenzen, dung môi béo như là diclometan, cloroform, hoặc dicloetan, hoặc rượu như là metanol, etanol, isopropanol, butanol, metoxyetanol, etylen glycol, hoặc glyxerin được ưu tiên sử dụng. Các dung môi này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều dung môi có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp. Khác với trường hợp epoxy hóa, trong trường hợp thioepoxy hóa, có xu hướng là nước làm giảm tốc độ phản ứng, và như vậy, nước không được ưu tiên sử dụng.

Lượng các tạp chất (các sản phẩm phụ gốc clo và clo thủy phân được) trong epiclohydrin được sản xuất từ glyxerin là ít hơn so với lượng các tạp chất trong epiclohydrin có nguồn gốc từ nguồn dầu mỏ như là propylen. Do đó, trong quá trình sản xuất hợp chất episulfua, chất lượng như là màu sắc, tính ổn định lưu trữ, gánh nặng về sự tinh chế, và tương tự của các thể trung gian hoặc các sản phẩm

cuối là tuyệt vời.

Kết quả là, có thể thu được các hợp chất episulfua có chất lượng có lợi, và như vậy, có các ưu điểm là sự thay đổi bất thường về các đặc tính quang học, tỷ lệ hình thành biến dạng quang học, và tương tự được ngăn chặn và, đồng thời, năng suất của các sản phẩm quang học được cải thiện.

Trong phương án này, bis(2,3-epithiopropyl) disulfua, mà là hợp chất episulfua, được tổng hợp bằng cách sử dụng epiclohydrin thu được bằng cách clo hóa glyxerin và epoxy hóa sản phẩm thu được như được mô tả ở trên làm nguyên liệu thô. Glyxerin mà được sử dụng làm nguyên liệu thô có thể là có nguồn gốc từ nguyên liệu thô từ nguồn hóa thạch hoặc từ sản phẩm tự nhiên, nhưng glyxerin khởi nguồn từ sản phẩm tự nhiên là được ưu tiên vì có thể thu được hợp chất episulfua có tỷ lệ sinh khối cao. Glyxerin thu được bằng cách xà phòng hóa dầu và chất béo của thực vật, tảo và tương tự, chẳng hạn.

Trong phương án này, bis(2,3-epithopropyl) disulfua có thể được tổng hợp từ glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật bằng cách sử dụng chế phẩm chứa glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật như được mô tả dưới đây ở dạng chất lỏng phản ứng trong bước tiếp theo. Do đó, có thể thu được chế phẩm chứa bis(2,3-epithiopropyl) disulfua (chế phẩm chứa episulfua).

Trong khi đó, các điều kiện phản ứng là giống với các điều kiện của các bước (i) đến (v).

(i) Bước trong đó, trong chế phẩm chứa glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật, glyxerin được clo hóa, nhờ đó thu được chế phẩm chứa diclopropanol.

(ii) Bước trong đó, trong chế phẩm thu được trong mục (i), diclopropanol được epoxy hóa, nhờ đó thu được chế phẩm chứa epiclohydrin.

(iii) Bước trong đó, trong chế phẩm thu được trong mục (ii), epiclohydrin được cho phản ứng với tác nhân sulfat hóa và sau đó được oxy hóa, nhờ đó thu

được chế phẩm chứa hợp chất bis(clohydrin) disulfua.

(iv) Bước trong đó, trong chế phẩm thu được trong mục (iii), hợp chất bis(clohydrin) disulfua được epoxy hóa ở các điều kiện bazơ, nhờ đó thu được chế phẩm chứa hợp chất epoxy.

(v) Bước trong đó, trong chế phẩm thu được trong mục (iv), hợp chất epoxy được cho phản ứng với tác nhân sulfat hóa, nhờ đó thu được chế phẩm chứa bis(2,3-epithiopropyl) disulfua.

Chế phẩm chứa glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật, mà được sử dụng trong bước (i), có thể thu được từ este của axit béo của glyxerin có trong dầu thực vật và chất béo như là dầu hạt cải, dầu cọ, dầu thầu dầu, hoặc dầu oliu hoặc dầu và chất béo của tảo và tương tự nhờ sự thủy phân hoặc trao đổi este.

Bước (v) có thể bao gồm bước tinh chế chế phẩm.

Khi glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật được sử dụng làm nguyên liệu thô, có thể giảm gánh nặng môi trường đối với toàn bộ quy trình sản xuất vật liệu quang học. Hơn nữa, lượng các tạp chất (các sản phẩm phụ gốc clo và clo thủy phân được) trong epiclohydrin được sản xuất từ glyxerin là ít hơn so với lượng tạp chất trong epiclohydrin có nguồn gốc từ nguồn dầu mỏ như là propylen. Do đó, trong quá trình sản xuất hợp chất episulfua, chất lượng như là màu sắc, tính ổn định lưu trữ, gánh nặng về tinh chế, và tương tự của các thể trung gian hoặc các sản phẩm cuối là tuyệt vời.

Kết quả là, khi glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật được sử dụng làm nguyên liệu thô, góp phần vào việc bảo vệ môi trường toàn cầu, và các hợp chất episulfua có chất lượng có lợi có thể thu được, và như vậy, có các ưu điểm là sự thay đổi bất thường về các đặc tính quang học, tỷ lệ hình thành biến dạng quang học, và tương tự được ngăn chặn và, đồng thời, năng suất của các sản phẩm quang học được cải thiện.

Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học

Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học của phương án này bao gồm hợp chất episulfua hoặc chế phẩm chứa episulfua được mô tả ở trên và có khả năng còn gồm polyisoxyanat (a) và polythiol (b).

Trước tiên, các thành phần tương ứng sẽ được mô tả.

Polyisoxyanat (a)

Các ví dụ về polyisoxyanat (a) bao gồm các hợp chất polyisoxyanat béo như là hexametylen diisoxyanat, 2,2,4-trimetylhexan diisoxyanat, 2,4,4-trimetylhexametylen diisoxyanat, este lysin diisoxyanatometyl, lysin triisoxyanat, m-xylylen diisoxyanat, α,α,α',α'-tetrametylxylylen diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl) naphtalen, mesitylylen triisoxyanat, bis(isoxyanatometyl) sulfua, bis(isoxyanatoetyl) sulfua, bis(isoxyanatometyl) disulfua, bis(isoxyanatoetyl) disulfua, bis(isoxyanatometylthio) metan, bis(isoxyanatoetylthio) metan, bis(isoxyanatoetylthio) etan, và bis(isoxyanatometylthio) etan;

các hợp chất polyisoxyanat vòng béo như là isophoron diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl) xyclohexan, dixyclohexylmetan diisoxyanat, xyclohexan diisoxyanat, metylxyclohexan diisoxyanat, dixyclohexyldimetylmetan isoxyanat, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixycle-[2.2.1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 3,8-bis(isoxyanatometyl) trixyclodecan, 3,9-bis(isoxyanatometyl) trixyclodecan, 4,8-bis(isoxyanatometyl) trixyclodecan, và 4,9-bis(isoxyanatometyl) trixyclodecan;

các hợp chất polyisoxyanat thơm như là phenylen diisoxyanat, tolylen diisoxyanat, 4,4-diphenylmetan diisoxyanat, diphenylsulfua-4,4-diisoxyanat;

các hợp chất polyisoxyanat dị vòng như là 2,5-diisoxyanat thiophen, 2,5-bis(isoxyanatometyl) thiophen, 2,5-diisoxyanat tetrahydrothiophen, 2,5-bis(isoxyanatometyl) tetrahydrothiophen, 3,4-bis(isoxyanatometyl) tetrahydrothiophen, 2,5-diisoxyanat-1,4-dithian, 2,5-bis(isoxyanatometyl)-1,4-dithian, 4,5-diisoxyanato-1,3-dithiolan, và

4,5-bis(isoxyanatometyl)-1,3-dithiolan, và polyisoxyanat có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc hai hoặc nhiều polyisoxyanat có thể được sử dụng cùng nhau.

Hơn nữa, cũng có thể sử dụng sản phẩm được thế bằng halogen như là sản phẩm được thế bằng clo hoặc sản phẩm được thế bằng brom, sản phẩm được thế bằng alkyl, sản phẩm được thế bằng alkoxy, hoặc sản phẩm được thế bằng nitro của hợp chất isoxyanat, chất dẫn xuất tiền polyme với rượu đa chức, chất dẫn xuất tiền carbodiimit, chất dẫn xuất ure, chất dẫn xuất biuret, sản phẩm phản ứng dime hóa hoặc trime hóa, hoặc tương tự. Các hợp chất isoxyanat này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều hợp chất isoxyanat cũng có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

Trong số các hợp chất polyisoxyanat này, từ quan điểm về dễ kiếm được, giá thành, đặc tính của nhựa thu được, và tương tự, các hợp chất diisoxyanat được ưu tiên sử dụng. Chẳng hạn, hợp chất polyisoxyanat được ưu tiên là ít nhất một hợp chất được lựa chọn từ hexametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, dixyclohexylmetan diisoxyanat, 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, m-xylylen diisoxyanat, và 2,5-bis(isoxyanatometyl)-1,4-dithian, và đặc biệt ưu tiên là ít nhất một hợp chất được lựa chọn từ 2,5-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)bixyclo-[2.2.1]-heptan, và m-xylylen diisoxyanat.

Polythiol (b)

Trong phương án này, các ví dụ về hợp chất polythiol (b) bao gồm các hợp chất polythiol béo như là metandithiol, 1,2-etandithiol, 1,2,3-propantrithiol, 1,2-xyclohexandithiol, bis(2-mercaptoetyl) ete, tetrakis(mercaptometyl) metan, dietylen glycol bis(2-mercaptoaxetat), dietylen glycol bis(3-mercaptopropionat), etylen glycol bis(2-mercaptoaxetat), etylen glycol bis(3-mercaptopropionat), trimetylolpropan tris(2-mercaptoaxetat), trimetylolpropan tris(3-mercaptopropionat), trimetyloletan tris(2-mercaptoaxetat), trimetyloletan

tris(3-mercaptopropionat), pentaerythritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), bis(mercaptometyl) sulfua, bis(mercaptometyl) disulfua, bis(mercaptoetyl) sulfua, bis(mercaptoetyl) disulfua, bis(mercaptopropyl) sulfua, bis(mercaptometylthio) metan, bis(2-mercaptoetylthio) metan, bis(3-mercaptopropylthio) metan, 1,2-bis(mercaptometylthio) etan, 1,2-bis(2-mercaptoetylthio) etan, 1,2-bis(3-mercaptopropylthio) etan, 1,2,3-tris(mercaptometylthio)propan, 1,2,3-tris(2-mercaptoetylthio)propan, 1,2,3-tris(3-mercaptopropylthio)propan, 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan, 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, tetrakis(mercaptometylthiometyl) metan, tetrakis(2-mercaptoetylthiometyl) metan, tetrakis(3-mercaptopropylthiometyl) metan, bis(2,3-dimercaptopropyl) sulfua, 2,5-dimercaptometyl-1,4-dithian, 2,5-dimercapto-1,4-dithian, 2,5-dimercaptometyl-2,5-dimetyl-1,4-dithian, các este của các axit thioglycolic và các axit mercaptopropionic của chúng, hydroxymetyl sulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxymetyl sulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxyetyl sulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxyetyl sulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxymetyl disulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxymetyl disulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxyetyl disulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxyetyl disulfua bis(3-mercaptopropionat), 2-mercaptoetyl ete bis(2-mercaptoaxetat), 2-mercaptoetyl ete bis(3-mercaptopropionat), bis(2-mercaptoetyl este) thiodiglycolat, bis(2-mercaptoetyl este) thiodipropionat, bis(2-mercaptoetyl este) dithiodiglycolat, bis(2-mercaptoetyl este) dithiodipropionat, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)propan, 1,1,2,2-tetrakis(mercaptometylthio) etan, 4,6-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithiaxyclohexan, tris(mercaptometylthio) metan, và tris(mercaptoetylthio) metan;

các hợp chất polythiol thơm như là 1,2-dimercapto benzen, 1,3-dimercapto benzen, 1,4-dimercapto benzen, 1,2-bis(mercaptometyl) benzen, 1,3-bis(mercaptometyl) benzen, 1,4-bis(mercaptometyl) benzen, 1,2-bis(mercaptoetyl) benzen, 1,3-bis(mercaptoetyl) benzen, 1,4-bis(mercaptoetyl) benzen, 1,3,5-trimercapto benzen, 1,3,5-tris(mercaptometyl) benzen, 1,3,5-tris(mercaptometylenoxy) benzen, 1,3,5-tris(mercaptoetylenoxy) benzen, 2,5-toluen dithiol, 3,4-toluen dithiol, 1,5-naphtalen dithiol, và 2,6-naphtalen dithiol;

các hợp chất polythiol dị vòng như là 2-metylamino-4,6-dithiol-sym-triazin, 3,4-thiophen dithiol, bismuthiol, 4,6-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithian, và 2-(2,2-bis(mercaptometylthio) etyl)-1,3-dithietan, và các hợp chất polythiol này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều hợp chất polythiol có thể được sử dụng kết hợp.

Polythiol (b) ưu tiên là một loại được lựa chọn từ 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan, 4,8 hoặc 4,7 hoặc 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, pentaerythritol tetrakis mercaptoaxetat, pentaerythritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), pentaerythritol tetrakis mercaptopropionat, pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), 2,5-bis(mercaptometyl)-1,4-dithian, bis(mercaptoetyl) sulfua, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)propan, 4,6-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithian, 2-(2,2-bis(mercaptometylthio) etyl)-1,3-dithietan, 1,1,2,2-tetrakis(mercaptometyl) etan, 3-mercaptometyl-1,5-dimercapto-2,4-dithiapentan, tris(mercaptometylthio) metan, và etylen glycol bis(3-mercaptopropionat).

Polythiol (b) ưu tiên hơn là được lựa chọn từ 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan và 4,8 hoặc 4,7 hoặc 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan mà là các polythiol thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật.

Chất xúc tác polyme hóa

Khi chế phẩm có thể polyme hóa của phương án này được gia nhiệt hoặc

được giữ ở nhiệt độ trong phòng với sự có mặt hoặc không có mặt chất xúc tác polyme hóa để được polyme hóa, có thể sản xuất các nhựa.

Các loại chất xúc tác polyme hóa này là các amin, các phosphin, các axit hữu cơ và các muối của chúng, các este, các anhydrit, trong các axit hữu cơ, các muối amoni bậc bốn, các muối phosphoni bậc bốn, các muối sulfoni bậc ba, các muối iodon bậc hai, các axit Lewis, các chất xúc tác polyme hóa gốc, các chất xúc tác polyme hóa cation, và tương tự thường được sử dụng.

Chất xúc tác polyme hóa có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều chất xúc tác polyme hóa có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp, và, khi hai hoặc nhiều chất xúc tác polyme hóa có các đặc tính phản ứng khác nhau được sử dụng cùng nhau ngoài các chất xúc tác polyme hóa được mô tả ở trên, có các trường hợp trong đó các đặc tính xử lý của các monome và các đặc tính quang học, màu sắc, độ trong suốt, và biến dạng quang học (sọc) của các nhựa thu được được nâng cao, và như vậy, có các trường hợp ưu tiên.

Đối với các ví dụ cụ thể về các chất xúc tác hóa rắn được ưu tiên, các ví dụ về các amin bao gồm các amin bậc ba như là trietylamin, tri-n-propylamin, triisopropylamin, tri-n-butylamin, triisobutylamin, N,N-dimetylbenzylamin, N-metylmorpholin, N,N-dimetylxyclohexylamin, dimetyldipropylentriamin, pentametyldietylentriamin, bis(2-dimetylaminoetyl) ete, N-metylmorpholin, N,N'-dimetylpiperazin, trietylendiamin, N,N,N',N'-tetrametyletylendiamin, và bixyclooctandiamin (DABCO), các muối amoni bậc bốn như là tetrametylamoni bromua, tetraetylamoni bromua, tetrapropylamoni bromua, tetrabutylamoni bromua, tetrahexylamoni bromua, và tetraetyl amoni hydroxit, chẳng hạn, các imidazol như là imidazol, 1,2-dimetyl imidazol, benzyl metyl imidazol, và 2-etyl-4-imidazol, chẳng hạn, các pyrazol như là pyrazol, 3,5-dimetylpyrazol, chẳng hạn, các amin không tự do như là 1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidinol, 1,2,2,6,6-pentametyl-4-hydroxyetyl-4-piperidinol, metyl-1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl sebacat, các hỗn hợp của

metyl-1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl sebacat và bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl) sebacat, bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl) sebacat, bis(2,2,6,6-tetrametyl-1-(octyloxy)-4-piperidyl) sebacat, bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl)[[3,5-bis(1,1-dimetyletyl)-4-hydroxyphenyl]metyl] butylmalonat, và tetrakis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl) butan-1,2,3,4-tetracarboxylat. Ngoài ra, các ví dụ về chúng bao gồm các phosphin như là trimetylphosphin, trietylphosphin, tri-n-propylphosphin, triisopropylphosphin, tri-n-butylphosphin, triphenylphosphin, tribenzylphosphin, 1,2-bis(diphenylphosphino) etan, và 1,2-bis(dimetylphosphino) etan, các axit Lewis như là dimetyl thiếc diclorua, dibutyl thiếc diclorua, dibutyl thiếc dilaurat, tetraclo thiếc, dibutyl thiếc oxit, kẽm clorua, kẽm axetylaxeton, nhôm clorua, nhôm florua, triphenyl nhôm, tetraclotitan, và canxi axetat, và các chất xúc tác polyme hóa cation như là diphenyliodoni hexaflophosphat, diphenyliodon hexafloarsenat, diphenyliodoni hexafloantimonat, triphenylsulfoni tetrafloborat, triphenylsulfoni hexaflophosphat, và triphenylsulfoni hexafloarsenat, nhưng chất xúc tác hóa rắn không bị giới hạn ở các hợp chất được lấy làm ví dụ này.

Chất xúc tác hóa rắn có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều chất xúc tác hóa rắn có thể được sử dụng cùng nhau.

Lượng của chất xúc tác hóa rắn được bổ sung nằm trong khoảng từ 0,001% trọng lượng đến 10% trọng lượng và ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 1% trọng lượng so với tổng trọng lượng của chế phẩm gồm hợp chất episulfua có công thức (1).

Lưu huỳnh

Có thể bổ sung lưu huỳnh vào chế phẩm có thể polyme hóa của phương án này để cải thiện hệ số khúc xạ của các sản phẩm đúc thu được. Đối với lưu huỳnh mà được sử dụng cho các nhựa quang học, độ tinh khiết của chúng ưu tiên là 98% hoặc cao hơn, ưu tiên hơn là 99% hoặc cao hơn, và ưu tiên hơn nữa là 99,5% hoặc cao hơn. Để tăng độ tinh khiết, có các trường hợp trong đó phương pháp loại bỏ

thành phần dễ bay hơi cũng được ưu tiên.

Về các đặc tính, lưu huỳnh có thể có bất kỳ dạng miễn là lưu huỳnh có thể được hòa tan trong chế phẩm có thể polyme hóa, nhưng dạng bột là được ưu tiên, và dạng bột mịn được ưu tiên hơn.

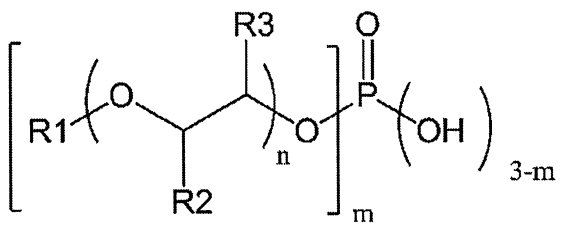
Trong trường hợp trong đó tổng trọng lượng của hợp chất episulfua và lưu huỳnh được thiết lập đến 100 phần theo trọng lượng, lượng lưu huỳnh được bổ sung nằm trong khoảng từ 10 phần theo trọng lượng đến 50 phần theo trọng lượng, ưu tiên là nằm trong khoảng từ 10 phần theo trọng lượng đến 40 phần theo trọng lượng, và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 10 phần theo trọng lượng đến 30 phần theo trọng lượng. Trong khi bổ sung, chất xúc tác lưu hóa đã biết như là imidazol hoặc amin có thể được sử dụng cùng nhau.

Chất cải biến nhựa

Các ví dụ về chất cải biến nhựa bao gồm các hợp chất epoxy, các olefin gồm các (met)acrylat, các hợp chất amino, các hợp chất thiol, các polyphenol, axit amin và các mercaptoamin, các axit hữu cơ, các anhydrit, và các axit hữu cơ mercapto.

Các chất phụ gia khác

Ngoài chất cải biến nhựa, các chất phụ gia đã biết khác nhau như là tác nhân tháo khuôn trong, chất ổn định ánh sáng, chất nhuộm xanh, chất hấp thụ tử ngoại, chất chống oxy hóa, chất nhuộm màu, và chất độn có thể được bổ sung vào phụ thuộc mục đích miễn là không gây ra vấn đề gì. Tác nhân tháo khuôn bên trong là este của axit phosphoric có tính axit có công thức chung (4) dưới đây có thể được sử dụng.



(4)

Trong công thức này, m là số nguyên là 1 hoặc 2, n là số nguyên từ 0 đến

18, R1 là nhóm alkyl có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, và mỗi loại trong số R2 và R3 độc lập là nguyên tử hydro, nhóm metyl, hoặc nhóm etyl. Số lượng các nguyên tử cacbon trong $[]_m$ ưu tiên là từ 4 đến 20.

Các ví dụ về R1 trong công thức chung (4) bao gồm các gốc hữu cơ có nguồn gốc từ hợp chất béo mạch thẳng như là metan, etan, propan, butan, pentan, hexan, heptan, octan, nonan, decan, undecan, dodecan, tetradecan, và hexadecan;

các gốc hữu cơ có nguồn gốc từ hợp chất béo mạch nhánh như là 2-metylpropan, 2-metylbutan, 2-metylpentan, 3-metylpentan, 3-etylpentan, 2-metylhexan, 3-metylhexan, 3-etylhexan, 2-metylheptan, 3-metylheptan 4-metylheptan, 3-etylheptan, 4-etylheptan, 4-propylheptan, 2-metyloctan, 3-metyloctan, 4-metyloctan, 3-etyloctan, 4-etyloctan, và 4-propyloctan;

các gốc hữu cơ có nguồn gốc từ các hợp chất vòng béo như là xyclopentan, xyclohexan, 1,2-dimetylxyclohexan, 1,3-dimetylxyclohexan, và 1,4-dimetylxyclohexan; và

hợp chất tương tự, nhưng R1 không bị giới hạn ở các hợp chất được lấy làm ví dụ này.

Các ví dụ về các sản phẩm có sẵn trên thị trường của este của axit phosphoric có tính axit bao gồm Zelec UN được sản xuất bởi Stepan Company, loạt sản phẩm JP được sản xuất bởi Johoku Chemical Co., Ltd., loạt sản phẩm PHOSPHANOL được sản xuất bởi Toho Chemical Industry Co., Ltd., loạt sản phẩm AP và DP được sản xuất bởi Daihachi Chemical Industry Co., Ltd., và các sản phẩm tương tự.

Chất ổn định ánh sáng là, các hợp chất gốc amin không tự do có thể được sử dụng.

Các ví dụ về các hợp chất gốc amin không tự do bao gồm Lowilite 76 và Lowilite 92 được sản xuất bởi Chemtura Corporation, Tinuvin 123, Tinuvin 144, Tinuvin 292, Tinuvin 765, và Tinuvin 770DF được sản xuất bởi BASF, Adekastab LA-52 và LA-72 được sản xuất bởi ADEKA Corporation, JF-90 và JF-95 được sản

xuất bởi Johoku Chemical Co., Ltd., và tương tự.

Các ví dụ về chất nhuộm màu xanh bao gồm các chất nhuộm màu xanh mà có dải hấp thụ trong khoảng bước sóng từ màu cam đến màu vàng trong khoảng ánh sáng nhìn thấy được và có chức năng điều chỉnh các màu sắc của các vật liệu quang học được tạo nên từ nhựa này. Các ví dụ cụ thể hơn về chất nhuộm màu xanh bao gồm các chất thể hiện từ màu xanh đến màu tím.

Các ví dụ về chất hấp thụ tia tử ngoại bao gồm các chất hấp thụ tia tử ngoại gốc benzophenon như là 2,2'-dihydroxy-4-metoxybenzophenon, 2-hydroxy-4-acryloyloxy benzophenon, 2-hydroxy-4-acryloyloxy-5-tert-butyl benzophenon, và 2-hydroxy-4-acryloyloxy-2',4'-diclobenzophenon,

các chất hấp thụ tia tử ngoại gốc triazin như là 2-[4-[(2-hydroxy-3-dodexyloxypropyl)oxy]-2-hydroxyphenyl]4,6-bis(2,4- dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-[4-(2-hydroxy-3-tridexyloxypropyl)oxy]-2-hydroxyphenyl]-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin,
2-[4-[(2-hydroxy-3-(2'-etyl)hexyl)oxy]-2-hydroxyphenyl]-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin,
2,4-bis(2-hydroxy-4-butyloxyphenyl)-6-(2,4-bis-butyloxyphenyl)-1,3,5-triazin, và 2-(2-hydroxy-4-[1-octyloxycarbonyletoxy]phenyl)-4,6-bis(4-phenylphenyl)-1,3,5-triazin; và

các chất hấp thụ tia tử ngoại gốc benzotriazol như là 2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-metylphenol, 2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-tert-octylphenol, 2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4,6-bis(1-metyl-1-phenyletyl) phenol, 2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-pentylphenol, 2-(5-clo-2H-benzotriazol-2-yl)-4-metyl-6-tert-butylphenol, 2-(5-clo-2H-benzotriazol-2-yl)-2,4-tert-butylphenol, và 2,2'-metylenbis[6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)phenol]; và tương tự, và các ví dụ ưu tiên về chúng bao gồm các chất hấp thụ tia tử ngoại gốc benzotriazol như là 2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-tert-octylphenol và 2-(5-clo-2H-benzotriazol-2-yl)-4-metyl-6-tert-butylphenol. Các chất hấp thụ tia tử ngoại này có thể được sử dụng

đơn lẻ hoặc hai hoặc nhiều chất hấp thụ tia tử ngoại có thể được sử dụng cùng nhau.

Lượng các chất phụ gia được bổ sung này được ưu tiên nằm trong khoảng từ 0,05 phần theo trọng lượng đến 2,0 phần theo trọng lượng và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,05 phần theo trọng lượng đến 1,5 phần theo trọng lượng so với tổng 100 phần theo khối lượng của các thành phần cấu thành.

Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học của phương án này có thể thu được bằng cách trộn các thành phần được mô tả ở trên. Đối với phương pháp trộn, các thành phần có thể được trộn sử dụng phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật liên quan.

Chế phẩm có thể polyme hóa của phương án này là chế phẩm có thể polyme hóa a) chứa chế phẩm chứa episulfua được mô tả ở trên, chế phẩm có thể polyme hóa b) còn chứa hợp chất polythiol trong chế phẩm chứa episulfua được mô tả ở trên, hoặc chế phẩm có thể polyme hóa c) còn gồm hợp chất polythiol và hợp chất polyisoxyanat trong chế phẩm chứa episulfua được mô tả ở trên.

Từ quan điểm về việc có tỷ lệ sinh khối cao, chế phẩm có thể polyme hóa ưu tiên là bao gồm thành phần monome được sản xuất từ nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật, và chế phẩm chứa episulfua trong chế phẩm có thể polyme hóa a) được sản xuất từ nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật. Trong chế phẩm có thể polyme hóa b), ít nhất một chế phẩm chứa episulfua và hợp chất polythiol được sản xuất từ nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật. Trong chế phẩm có thể polyme hóa c), ít nhất một trong số chế phẩm chứa episulfua, hợp chất polythiol, và chế phẩm polyisoxyanat được sản xuất từ nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật.

Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học của phương án này có thể thu được bằng cách trộn các thành phần được mô tả ở trên. Đối với phương pháp trộn, các thành phần có thể được trộn sử dụng phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật liên quan.

Trong chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học của

phương án này, tỷ lệ mol của tất cả các nhóm mercapto trong polythiol (b) là nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,2, ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,85 đến 1,15, và ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 0,9 đến 1,1 so với tất cả các nhóm isoxyanat trong polyisoxyanat (a). Trong khoảng được mô tả ở trên, có thể thu được chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học mà được ưu tiên sử dụng làm vật liệu quang học, cụ thể là, thấu kính đeo mắt.

Sản phẩm đúc

Khi chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học của phương án này được hóa rắn-polyme hóa, có thể thu các sản phẩm đúc có các đặc tính tuyệt vời như là độ trong suốt, hệ số khúc xạ, tính chịu nhiệt, và độ bền. Tg của sản phẩm đúc là 60°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 70°C hoặc cao hơn, và ưu tiên hơn là 80°C hoặc cao hơn.

Hơn nữa, khi nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật được sử dụng, có thể thu được các sản phẩm đúc gồm nhựa dùng cho vật liệu quang học mà phù hợp với môi trường toàn cầu. Tỷ lệ sinh khối của nhựa đối với vật liệu quang học có thể thiết lập đến 25% hoặc cao hơn.

Từ quan điểm về sử dụng các nguồn không phải hóa thạch, ưu tiên là sử dụng nguyên liệu mà nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật được sử dụng cho nó và nguyên liệu có tỷ lệ sinh khối cao. Tuy nhiên, khi tỷ lệ sinh khối của nhựa được cải thiện, đã có các trường hợp trong đó các đặc tính và tương tự suy biến.

Nhờ các nghiên cứu sâu rộng, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, khi chế phẩm chứa episulfua mà thu được từ glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật được sử dụng, nhựa sulfua có tỷ lệ sinh khối là 25% hoặc cao hơn và sản phẩm đúc được tạo nên từ nhựa có thể thu được, thì có thể góp phần vào việc tận dụng các nguồn không phải hóa thạch, và hơn nữa, nhựa dùng cho vật liệu quang học là tuyệt vời xét về độ trong suốt, tính chịu nhiệt, và độ bền và đồng thời có sự cân bằng tuyệt vời về các đặc tính như là hệ số khúc xạ, số Abber, các đặc tính tháo khuôn, và tương tự và sản phẩm đúc chứa nhựa này có thể thu được

và các tác giả sáng chế đã hoàn thành sáng chế.

Sử dụng

Các vật liệu quang học được tạo nên từ sản phẩm đúc của phương án này có thể được tạo ra với nhiều hình dạng khác nhau bằng cách thay đổi các khuôn trong khi trùng hợp khối. Cụ thể là, các vật liệu quang học có thể được sử dụng trong các cách sử dụng khác nhau như là các thấu kính làm bằng chất dẻo, các thấu kính máy ảnh, các điot phát sáng (các LED), các lăng kính, sợi quang, các nền ghi thông tin, các bộ lọc, các điot phát sáng, các thấu kính quang học dùng cho xe cộ, và các thấu kính quang học dùng cho các robot. Cụ thể là, các vật liệu quang học được ưu tiên là các vật liệu quang học như là các thấu kính làm bằng chất dẻo, các thấu kính máy ảnh, và các điot phát sáng hoặc các bộ phận quang học.

Các ví dụ về các thấu kính làm bằng chất dẻo bao gồm kính đeo mắt được làm bằng chất dẻo được tạo nên từ nhựa polythiouretan và các thấu kính phân cực làm bằng chất dẻo trong đó một lớp được tạo nên từ nhựa polythiouretan được cán mỏng trên ít nhất một bề mặt của màng phân cực.

Quy trình sản xuất thấu kính đeo mắt làm bằng chất dẻo

Phương pháp sản xuất thấu kính đeo mắt làm bằng chất dẻo của phương án này bao gồm các bước dưới đây.

Bước (1): Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học của phương án này được phun vào khuôn dùng để đúc thấu kính.

Bước (2): Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học được hóa rắn-polyme hóa trong khuôn dùng để đúc thấu kính.

Dưới đây, các bước tương ứng sẽ được mô tả lần lượt.

Bước (1)

Trong bước này, chế phẩm có thể polyme hóa của phương án này được phun vào khuôn (khuôn dùng để đúc thấu kính) được giữ sử dụng miếng đệm, băng, hoặc tương tự. Ở thời điểm này, tùy thuộc vào các đặc tính cần thiết cho các sản phẩm đúc thu được, ưu tiên là thực hiện quá trình xử lý khử khí ở áp suất giảm,

xử lý lọc như là tăng áp hoặc giảm áp, hoặc tương tự nếu cần.

Bước (2)

Trong bước này, polyme hóa chế phẩm có thể polyme hóa được đổ khuôn trong khuôn được bắt đầu ở nhiệt độ định trước, và chế phẩm được polyme hóa. Các điều kiện polyme hóa thay đổi đáng kể phụ thuộc vào các loại polyisoxyanat hoặc các rượu được sử dụng, hình dạng của khuôn, và tương tự và như vậy, không bị giới hạn, và chế phẩm được polyme hóa ở nhiệt độ khoảng 0°C đến 140°C trong 1 giờ đến 48 giờ.

Thấu kính đeo mắt được làm bằng chất dẻo thu được có thể được sử dụng sau khi được tạo (các) lớp phủ trên một hoặc cả hai (các) bề mặt nếu cần. Các ví dụ về lớp phủ bao gồm lớp lót, lớp phủ cứng, lớp chống phản xạ, lớp phủ chống đọng sương, lớp chống bám bẩn, và lớp chống thấm nước. Mỗi lớp trong số các lớp phủ này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc nhiều lớp phủ có thể được sử dụng ở dạng nhiều lớp. Trong trường hợp trong đó các lớp phủ được bố trí trên cả hai bề mặt, các lớp phủ giống nhau hoặc các lớp phủ khác nhau có thể được bố trí trên các lớp tương ứng.

Trong các lớp phủ này, chất hấp thụ tia tử ngoại nhằm mục đích bảo vệ thấu kính hoặc mắt khỏi các tia tử ngoại, chất hấp thụ hồng ngoại nhằm mục đích bảo vệ mắt khỏi các tia hồng ngoại, chất ổn định ánh sáng hoặc chất chống oxy hóa nhằm mục đích cải thiện tính chịu thời tiết của thấu kính, các thuốc nhuộm hoặc các chất màu và, hơn nữa, các thuốc nhuộm quang sắc hoặc các chất màu quang sắc nhằm mục đích nâng cao tính thời trang của thấu kính, tác nhân chống tĩnh điện, và, ngoài ra, các chất phụ gia đã biết để nâng cao đặc tính của thấu kính có thể được sử dụng cùng nhau. Đối với các lớp được phủ nhờ phủ, các tác nhân làm đều khác nhau dùng để nâng cao các đặc tính phủ có thể được sử dụng.

Lớp lót thường được tạo ra giữa lớp phủ cứng được mô tả dưới đây và thấu kính quang học. Lớp lót là lớp phủ được dùng để cải thiện độ bám dính vào lớp phủ cứng và thấu kính mà được tạo ra trên lớp lót và, trong một số trường hợp,

cũng có khả năng cải thiện tính chịu va đập. Bất kỳ vật liệu nào đều có thể được sử dụng cho lớp lót miễn là nguyên liệu này có tính bám dính cao vào thấu kính quang học thu được; thông thường, các chế phẩm lót gồm nhựa gốc uretan, nhựa gốc epoxy, nhựa gốc polyeste, nhựa gốc melamin, và polyvinyl axetal làm các thành phần chính và tương tự được sử dụng. Trong chế phẩm lót, dung môi thích hợp không có những ảnh hưởng đến thấu kính có thể được sử dụng để để điều chỉnh độ nhớt của chế phẩm. Rõ ràng là có thể không cần sử dụng các dung môi.

Lớp lót cũng có thể được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp bất kỳ trong số phương pháp phủ và phương pháp sấy. Trong trường hợp trong đó phương pháp phủ được sử dụng, lớp lót được tạo ra bằng cách phun chế phẩm lót lên thấu kính sử dụng phương pháp phủ đã biết như là phủ quay hoặc phủ nhúng và sau đó hóa rắn chế phẩm phủ. Trong trường hợp trong đó phương pháp sấy được sử dụng, lớp lót được tạo ra sử dụng phương pháp sấy đã biết như là phương pháp CVD hoặc phương pháp lắng tụ chân không. Trong khi hình thành lớp lót, bề mặt của thấu kính có thể được đưa đi xử lý sơ bộ như là xử lý kiềm, xử lý plasma, hoặc xử lý tử ngoại nếu cần để cải thiện độ bám dính.

Lớp phủ cứng là lớp phủ được dùng để tạo các chức năng như là chống trầy sước, chống mài mòn, chống ẩm, chịu nước nóng, tính chịu nhiệt, và tính chịu thời tiết cho bề mặt thấu kính.

Thông thường, đối với lớp phủ cứng, chế phẩm phủ cứng chứa hợp chất silic hữu cơ hóa rắn được và một hoặc nhiều loại trong số các hạt mịn được cấu thành từ oxit phức của một hoặc nhiều loại trong số các hạt mịn oxit của nguyên tố được lựa chọn từ nhóm nguyên tố gồm Si, Al, Sn, Sb, Ta, Ce, La, Fe, Zn, W, Zr, In, và Ti và/hoặc hai hoặc nhiều loại trong số các nguyên tố được lựa chọn từ nhóm nguyên tố được mô tả ở trên được sử dụng.

Ngoài các thành phần được mô tả ở trên, chế phẩm phủ cứng ưu tiên bao gồm ít nhất là bất kỳ loại nào trong số các amin, các axit amin, các phức chất axetylaxetonat kim loại, các muối kim loại của axit hữu cơ, các axit percloric, các

muối của các axit percloric, các axit, các clorua kim loại, và các hợp chất epoxy đa chức. Trong chế phẩm phủ cứng, dung môi thích hợp không có các ảnh hưởng đến thấu kính có thể được sử dụng. Rõ ràng là chế phẩm phủ cứng có thể không chứa các dung môi.

Lớp phủ cứng thường được tạo ra bằng cách phun chế phẩm phủ cứng sử dụng phương pháp phủ đã biết như là phủ quay hoặc phủ nhúng và sau đó hóa rắn chế phẩm phủ cứng. Các ví dụ về phương pháp hóa rắn bao gồm các phương pháp hóa rắn trong đó chế phẩm phủ cứng được hóa rắn nhờ hóa rắn nhiệt hoặc chiếu các tia có năng lượng như là các tia tử ngoại hoặc các tia sáng nhìn thấy được. Để ngăn chặn sinh ra các vân giao thoa, hệ số khúc xạ của lớp phủ cứng ưu tiên là nằm trong khoảng ±0,1 từ hệ số khúc xạ của thấu kính.

Thông thường, lớp chống phản xạ được tạo ra trên lớp phủ cứng nếu cần. Các lớp chống phản xạ được phân loại thành các lớp chống phản xạ vô cơ và các lớp chống phản xạ hữu cơ, và, trong trường hợp trong đó lớp chống phản xạ là lớp chống phản xạ vô cơ, lớp chống phản xạ này được tạo ra sử dụng oxit vô cơ như là SiO_2 hoặc TiO_2 và bằng phương pháp sấy như là phương pháp lắng tụ chân không, phương pháp mạ phun, phương pháp mạ ion, phương pháp hỗ trợ chùm ion, hoặc phương pháp CVD. Trong trường hợp trong đó lớp chống phản xạ là lớp chống phản xạ hữu cơ, lớp chống phản xạ này được tạo ra sử dụng chế phẩm gồm hợp chất silic hữu cơ và các hạt mịn gốc silic oxit rỗng bên trong và bằng phương pháp ướt.

Lớp chống phản xạ có thể có cấu trúc một lớp hoặc cấu trúc đa lớp, và, trong trường hợp trong đó lớp chống phản xạ có cấu trúc một lớp được sử dụng, hệ số khúc xạ của lớp chống phản xạ ưu tiên là thấp hơn so với hệ số khúc xạ của lớp phủ cứng ít nhất là lớn hơn hoặc bằng 0,1. Để triển khai một cách có hiệu quả chức năng chống phản xạ, màng chống phản xạ đa lớp ưu tiên là được tạo ra, và, trong trường hợp này, các màng có hệ số khúc xạ thấp và các màng có hệ số khúc xạ cao lần lượt được cán mỏng. Cũng trong trường hợp này, sự chênh lệch về hệ số khúc

xạ giữa màng có hệ số khúc xạ thấp và màng có hệ số khúc xạ cao ưu tiên là lớn hơn hoặc bằng 0,1. Các ví dụ về các màng có hệ số khúc xạ cao bao gồm các màng ZnO, TiO_2, CeO_2, Sb_2O_5, SnO_2, ZrO_2, và Ta_2O_5, và các ví dụ về các màng có hệ số khúc xạ thấp bao gồm các màng SiO_2 và tương tự.

Trên lớp chống phản xạ, lớp phủ chống đọng sương, lớp chống bám bẩn, và lớp chống thấm nước có thể là được tạo ra nếu cần. Đối với các phương pháp tạo lớp phủ chống đọng sương, lớp chống bám bẩn, và lớp chống thấm nước, các phương pháp xử lý, các vật liệu xử lý, và tương tự là không giới hạn cụ thể miễn là không có các tác động bất lợi lên chức năng chống phản xạ, và các phương pháp xử lý lớp phủ chống đọng sương, các phương pháp xử lý chống bám bẩn, và các phương pháp xử lý chống thấm nước, và các vật liệu đã biết có thể được sử dụng. Các ví dụ về các phương pháp xử lý lớp phủ chống đọng sương và chống bán bẩn bao gồm phương pháp trong đó bề mặt được phủ bằng chất hoạt động bề mặt, phương pháp trong đó màng hút nước được gắn vào bề mặt để truyền các đặc tính hấp thụ nước, phương pháp trong đó bề mặt được phủ bằng phần nhô và rãnh nhỏ để tăng cường các đặc tính hấp thụ nước, phương pháp trong đó các đặc tính hấp thụ nước được truyền sử dụng hoạt tính quang xúc tác, phương pháp trong đó xử lý siêu kỵ nước được thực hiện để ngăn chặn sự bám dính của các giọt nước, và tương tự. Ngoài ra, các ví dụ về xử lý chống thấm nước bao gồm phương pháp trong đó lớp xử lý chống thấm nước được tạo ra bằng cách lắng tụ hoặc mạ phun hợp chất silan chứa flo hoặc tương tự, phương pháp trong đó hợp chất silan chứa flo được hòa tan trong dung môi và sau đó được phun, nhờ đó tạo ra lớp xử lý chống thấm nước, và tương tự.

Thấu kính đeo mắt được làm bằng chất dẻo của phương án này có thể được nhuộm sử dụng các chất tạo màu thích hợp để để truyền các đặc tính thời trang hoặc các đặc tính quang sắc. Thấu kính có thể được nhuộm bằng cách sử dụng phương pháp nhuộm đã biết và thông thường là được nhuộm bằng cách sử dụng phương pháp dưới đây.

Thông thường, thấu kính nguyên liệu thô được hoàn thiện thành bề mặt quang học được định trước được ngâm trong chất lỏng nhuộm trong đó chất tạo màu được sử dụng được hòa tan hoặc được phân tán đồng nhất (bước nhuộm), và sau đó chất tạo màu được định hình bằng cách gia nhiệt thấu kính nếu cần (bước ủ sau nhuộm). Các chất tạo màu được sử dụng trong bước nhuộm không giới hạn cụ thể miễn là các chất tạo màu là các chất tạo màu đã biết; tuy nhiên, thông thường, các thuốc nhuộm tan trong dầu hoặc các thuốc nhuộm phân tán trong dầu được sử dụng.

Dung môi được sử dụng trong bước nhuộm không giới hạn cụ thể miễn là dung môi có khả năng hòa tan hoặc phân tán đồng nhất các chất tạo màu được sử dụng. Trong bước nhuộm này, chất hoạt động bề mặt để phân tán các chất tạo màu trong chất lỏng nhuộm hoặc chất mang để tăng tốc nhuộm có thể được bổ sung nếu cần. Trong bước nhuộm, các chất tạo màu và chất hoạt động bề mặt, mà được bổ sung vào nếu cần, được phân tán trong nước hoặc hỗn hợp của nước và dung môi hữu cơ để tạo ra bể nhuộm, thấu kính quang học được ngâm trong bể nhuộm này, và bước nhuộm được thực hiện ở nhiệt độ định trước trong thời gian định trước. Nhiệt độ nhuộm và thời gian nhuộm thay đổi phụ thuộc vào các tỷ trọng màu mong muốn; tuy nhiên, thông thường, nhiệt độ nhuộm và thời gian nhuộm ưu tiên là 120°C hoặc thấp hơn và xấp xỉ từ vài phút đến hàng chục giờ, và tỷ trọng nhuộm của bể nhuộm nằm trong khoảng từ 0,01% theo trọng lượng đến 10% theo trọng lượng. Ngoài ra, trong trường hợp trong đó khó nhuộm, thì thấu kính có thể được nhuộm ở điều kiện tăng áp.

Bước ủ sau nhuộm mà được thực hiện nếu cần là bước trong đó xử lý gia nhiệt được thực hiện trên vật liệu thấu kính được nhuộm. Trong xử lý gia nhiệt, nước còn lại trên bề mặt của vật liệu thấu kính được nhuộm trong bước nhuộm được loại bỏ sử dụng dung môi hoặc tương tự hoặc dung môi được làm khô bằng gió, và sau đó vật liệu thấu kính được giữ, chẳng hạn, trong lò như là lò gia nhiệt bằng hồng ngoại trong môi trong môi trường khí quyển hoặc lò gia nhiệt bằng điện

trở trong thời gian định trước. Bước ủ sau nhuộm ngăn chặn sự bạc màu của vật liệu thấu kính được nhuộm (bước ngăn chặn sự bạc màu) và loại bỏ ẩm mà đã xâm nhập vào vật liệu thấu kính trong khi nhuộm.

Phương pháp sản xuất thấu kính phân cực được làm bằng chất dẻo

Phương pháp sản xuất thấu kính phân cực được làm bằng chất dẻo của phương án này bao gồm các bước dưới đây.

Bước (a): Màng phân cực được cố định ở bên trong khuôn để đúc thấu kính ở trạng thái trong đó ít nhất một bề mặt của màng phân cực được tách khỏi khuôn.

Bước (b): Chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học của phương án này được phun vào khoảng không giữa màng phân cực và khuôn.

Bước (c): Lớp được tạo nên từ nhựa polythiouretan được cán mỏng bên trên ít nhất một bề mặt của màng phân cực bằng cách polyme hóa-hóa rắn chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học.

Dưới đây, các bước tương ứng sẽ được mô tả tiếp theo.

Bước (a)

Màng phân cực được tạo nên từ polyeste dẻo nhiệt được đặt trong khoảng không của khuôn để đúc thấu kính sao cho ít nhất một trong số các bề mặt màng trở thành song song với bề mặt đối diện bên trong khuôn. Một khoảng không được tạo ra giữa màng phân cực và khuôn. Màng phân cực có thể được tạo ra và được gắn từ trước.

Bước (b)

Tiếp theo, trong khoảng không của khuôn để đúc thấu kính, chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học của phương án này được phun vào khoảng không giữa khuôn và màng phân cực sử dụng bộ phun định trước.

Bước (c)

Tiếp theo, khuôn để đổ khuôn thấu kính mà màng phân cực được cố định vào đó mà chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học đã được phun được gia nhiệt trong lò hoặc trong thiết bị gia nhiệt được trong nước hoặc tương tự

sử dụng chương trình nhiệt độ định trước trong vài giờ đến hàng chục giờ, nhờ đó hóa rắn và tạo hình chế phẩm có thể polyme hóa dùng cho vật liệu quang học.

Các điều kiện nhiệt độ để polyme hóa hóa rắn thay đổi phụ thuộc vào thành phần của chế phẩm có thể polyme hóa, loại chất xúc tác, hình dạng của khuôn, và tương tự và như vậy, không bị giới hạn, và quá trình polyme hóa hóa rắn được thực hiện ở nhiệt độ từ 0°C đến 140°C trong 1 giờ đến 48 giờ.

Sản phẩm được lấy ra khỏi khuôn dùng để đúc thấu kính sau khi kết thúc hóa rắn và đúc. Nhờ đó, có thể thu thấu kính phân cực được làm bằng chất dẻo của phương án này trong đó lớp được tạo nên từ nhựa polythiouretan được cán mỏng trên ít nhất một bề mặt của màng phân cực.

Đối với thấu kính phân cực được làm bằng chất dẻo của phương án này, nhằm mục đích làm giảm sự biến dạng được gây ra bởi sự polyme hóa, mong muốn thực hiện quá trình xử lý ủ bằng cách gia nhiệt thấu kính được tháo ra.

Thấu kính phân cực được làm bằng chất dẻo của phương án này có thể được sử dụng sau khi được tạo ra có (các) lớp phủ trên một hoặc cả hai bề mặt nếu cần. Các ví dụ về lớp phủ, tương tự lớp phủ cho kính đeo mắt được làm bằng chất dẻo, bao gồm lớp lót, lớp phủ cứng, lớp chống phản xạ, lớp phủ chống đọng sương, lớp chống bám bẩn, và lớp chống thấm nước.

Đến đây, phương án của sáng chế đã được mô tả, nhưng phương án chỉ là một ví dụ của sáng chế, và các kiểu khác nhau về các cách thiết lập khác có thể được sử dụng miễn là hiệu quả của sáng chế không bị ảnh hưởng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn nhờ sử dụng các ví dụ, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở đó. Trong phần mô tả dưới đây, trừ phi có quy định cụ thể khác, "các phần" và "%" là các đơn vị khối lượng.

Phương pháp tính toán tỷ lệ sinh khối (%) của hợp chất episulfua

Tỷ lệ sinh khối trên cơ sở cacbon của epiclohydrin là nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật được coi là 100%, và tỷ lệ sinh khối của hợp chất episulfua được

tổng hợp hợp được tính toán cho cacbon trên cơ sở tỷ lệ sinh khối được mô tả ở trên.

Tỷ lệ sinh khối (%) của hợp chất episulfua={(số lượng các nguyên tử cacbon có nguồn gốc từ epiclohydrin trong phân tử hợp chất episulfua)x(tỷ lệ sinh khối (%) của epiclohydrin)}/{(số lượng các nguyên tử cacbon trong phân tử hợp chất episulfua)}

Phương pháp tính toán tỷ lệ sinh khối (%) của polythiol

Tỷ lệ sinh khối dựa trên cacbon của epiclohydrin của nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật được coi là 100%, và tỷ lệ sinh khối của polythiol được tổng hợp được tính toán cho cacbon trên cơ sở tỷ lệ sinh khối được mô tả ở trên.

Tỷ lệ sinh khối (%) của polythiol={(số lượng các nguyên tử cacbon có nguồn gốc từ epiclohydrin trong phân tử polythiol)x(tỷ lệ sinh khối (%) của epiclohydrin)}/{(số lượng các nguyên tử cacbon trong phân tử polythiol)}

Phương pháp tính toán tỷ lệ sinh khối (%) của nhựa dùng cho vật liệu quang học

Tỷ lệ sinh khối của nhựa được mô tả trong ví dụ 7 được tính toán cho cacbon trên cơ sở các tỷ lệ sinh khối của hợp chất episulfua và polythiol.

(Tỷ lệ sinh khối (%) của nhựa dùng cho vật liệu quang học)={(số lượng các nguyên tử cacbon trong hợp chất episulfua được sử dụng)x(tỷ lệ sinh khối (%) của hợp chất episulfua)+(số lượng các nguyên tử cacbon trong hợp chất polythiol được sử dụng)x(tỷ lệ sinh khối (%) của hợp chất polythiol)}/{(số lượng các nguyên tử cacbon trong hợp chất episulfua được sử dụng)+(số lượng các nguyên tử cacbon trong hợp chất polythiol được sử dụng)}

Phương pháp thử nghiệm đặc tính của thấu kính

Thấu kính thu được nhờ polyme hóa được đánh giá bằng cách thực hiện thử nghiệm đặc tính. Thử nghiệm đặc tính được thực hiện về hệ số khúc xạ, số Abbe, tính chịu nhiệt, và trọng lượng riêng, và chúng được đánh giá bằng cách sử dụng các phương pháp thử nghiệm dưới đây.

· Hệ số khúc xạ (ne) và số Abbe (ve): Hệ số khúc xạ và số Abbe được đo ở

20°C bằng cách sử dụng khúc xạ kế Pulfrich KPR-30 được sản xuất bởi Shimadzu Corporation.

· Tính chịu nhiệt: Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (Tg) trong phương pháp xuyên TMA (với tải 50g và đường kính đầu kim là 0,5 mmϕ) được đo là tính chịu nhiệt bằng cách sử dụng TMA-60 được sản xuất bởi Shimadzu Corporation.

· Trọng lượng riêng: được đo ở 20°C bằng cách sử dụng phương pháp Archimedean.

Các điều kiện đo GC-MS

Epiclohydrin hoặc clomercaptopropanol thu được nhờ quá trình tổng hợp được phân tích nhờ GC-MS.

· GC-MS: HP-6890GC/5973N MSD

· Cột: DB-5MS

· Các điều kiện lò: 60°C (giữ 1,0 phút)→(10°C/phút)→200°C (giữ 5,0 phút)

· Chất mang: He 1,5 ml/phút

Ví dụ 1: Tổng hợp 1,3-diclo-2-propanol

Glyxerin thu được từ nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật (237g, 2,57mol), dung dịch nước của 33% hydro clorua (559,3g, 5,06mol), và axit adipic (219g, 1,50mol) được cấp liên tục vào bình phản ứng (1) từ các đường khác nhau, và thời gian lưu ở 130°C được thực hiện là 20 giờ. Trong phản ứng này, hơi nước sinh ra từ bình phản ứng (1) được cấp vào bình phản ứng (2) (25°C), pha nước và pha hữu cơ được cấp vào bình lắng gạn (bình phản ứng (3)), phần pha nước được tách ra được tái chế cho bình phản ứng (2), và sự hồi lưu được giữ. Pha nước gồm 15% 1,3-diclo-2-propanol và pha hữu cơ gồm 88% 1,3-diclo-2-propanol được thu gom ở cửa ra bình lắng gạn, nhờ đó thu 1,3-diclo-2-propanol (270g, 2,09mol).

Ví dụ 2: Tổng hợp epiclohydrin

1,3-diclo-2-propanol thu được trong ví dụ 1 (258,76g, 2,01mol) được phun vào bình phản ứng 1 lit được trang bị bộ điều nhiệt thủy tinh. Dung dịch nước có

19,1% theo trọng lượng NaOH (397,1g, 1,90mol) được bổ sung vào bình thót cổ trong 20 phút có khuấy mạnh ở 25°C. Ở cuối thời điểm bổ sung, hỗn hợp thu được được chuyển vào phễu tách. Pha hữu cơ được tách, và epiclohydrin 99,97% (159,8g, 1,73mol) thu được bằng cách chưng cất. Epiclohydrin thu được được đo bằng GC-MS, và được xác định rằng các lượng của các sản phẩm phụ gốc clo như là alyl clorua, 1,2-dicloropropan, 2,3-dicloropropen, rượu 2-cloalyl, 1,3-dicloropropen, và 1,2,3-tricloropropan ở giới hạn phát hiện (1 ppm) hoặc ít hơn và các hàm lượng của chúng là thấp hơn so với hàm lượng của epiclohydrin được tổng hợp từ nguyên liệu thô có nguồn gốc từ nguồn dầu mỏ như là alyl clorua hoặc propylen.

Ví dụ 3: Tổng hợp hợp chất polythiol

Tổng hợp hợp chất polythiol gồm 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan làm thành phần chính

2-mercaptoetanol (51,2 phần trọng lượng), nước được khử khí (mức oxy được hòa tan: 2 ppm) (26,5 phần trọng lượng), và dung dịch nước 49% trọng lượng là natri hydroxit (0,16 phần trọng lượng) được phun vào bình phản ứng. Epiclohydrin được sản xuất từ glyxerin có nguồn gốc thực vật (EPICLOHYDRIN(ECH) được sản xuất bởi Nippon Solvay K. K.) (61,99 phần trọng lượng) được bổ sung bằng cách nhỏ giọt trong 6,5 giờ ở 9°C đến 11°C và, tiếp theo, được khuấy trong 60 phút.

Tiếp theo, dung dịch nước soda sulfua 17,3% (150,0 phần trọng lượng) được bổ sung bằng cách nhỏ giọt trong 5,5 giờ ở 7°C đến 37°C và, tiếp theo, được khuấy trong 120 phút.

Ngoài ra, axit clohydric 35,5% (279,0 phần trọng lượng) được phun vào đó, sau đó, thioure có độ tinh khiết là 99,90% (125,8 phần trọng lượng) được phun vào đó, và các thành phần được khuấy trong ba giờ ở điều kiện hồi lưu ở 110°C, nhờ đó gây phản ứng clo hóa thiuroni. Sau khi làm mát hỗn hợp đến 45°C, toluen (214,0 phần trọng lượng) được bổ sung vào, hỗn hợp được làm mát đến 26°C, dung dịch nước có 25% trọng lượng là amoniac (206,2 phần trọng lượng) được phun vào ở

26°C đến 50°C trong 30 phút, và các thành phần được khuấy ở 50°C đến 65°C trong một giờ để gây phản ứng thủy phân, nhờ đó thu dung dịch toluen của hợp chất polythiol mục tiêu. Axit clohydric 36% (59,4 phần trọng lượng) được bổ sung vào dung dịch toluen, và hỗn hợp được rửa bằng axit ở 34°C đến 39°C trong 30 phút hai lần. Nước được khử khí (mức oxy được hòa tan: 2 ppm) (118,7 phần trọng lượng) được bổ sung vào và được rửa ở 35°C đến 45°C trong 30 phút năm lần. Sau khi toluen và lượng nhỏ ẩm được loại bỏ ở điều kiện gia nhiệt và giảm áp, hỗn hợp được lọc ở các áp suất giảm sử dụng máy lọc màng loại PTFE 1,2 μm, nhờ đó thu được hợp chất polythiol (115,9 phần trọng lượng) gồm 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan (dưới đây gọi là hợp chất A), 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan (dưới đây gọi là hợp chất B), và 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan (dưới đây gọi là hợp chất C) làm các thành phần chính (hỗn hợp chất đồng phân của các Hợp chất A/B/C=85/5/10 (tỷ lệmol)).

Ví dụ 4: Tổng hợp hợp chất polythiol

Tổng hợp hợp chất polythiol gồm 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan là thành phần chính

2-Mercaptoetanol (51,2 phần trọng lượng), nước được khử khí (mức oxy được hòa tan: 2 ppm) (26,5 phần trọng lượng), và dung dịch nước chứa 49% trọng lượng của natri hydroxit (0,16 phần trọng lượng) được phun vào bình phản ứng. Epiclohydrin 99,97% thu được trong ví dụ 2 (1,99 phần trọng lượng) được bổ sung bằng cách nhỏ giọt trong 6,5 giờ ở 9°C đến 11°C và, tiếp theo, được khuấy trong 60 phút.

Tiếp theo, dung dịch nước soda sulfua 17,3% (150,0 phần trọng lượng) được bổ sung bằng cách nhỏ giọt trong 5,5 giờ ở 7°C đến 37°C và, tiếp theo, được khuấy trong 120 phút.

Ngoài ra, axit clohydric 35,5% (279,0 phần trọng lượng) được phun vào, sau đó, thioure có độ tinh khiết là 99,90% (125,8 phần trọng lượng) được phun vào,

và các thành phần được khuấy trong ba giờ ở điều kiện hồi lưu ở 110°C, nhờ đó gây phản ứng clo hóa thiuroni. Sau khi làm mát hỗn hợp đến 45°C, toluen (214,0 phần trọng lượng) được bổ sung vào, hỗn hợp được làm mát đến 26°C, dung dịch nước 25% theo trọng lượng là amoniac (206,2 phần trọng lượng) được phun vào ở 26°C đến 50°C trong 30 phút, và các thành phần được khuấy ở 50°C đến 65°C trong một giờ để gây phản ứng thủy phân, nhờ đó thu dung dịch toluen của hợp chất polythiol mục tiêu. Axit clohydric 36% (59,4 phần trọng lượng) được bổ sung vào dung dịch toluen, và hỗn hợp được rửa bằng axit ở 34°C đến 40°C trong 30 phút hai lần. Nước được khử khí (mức oxy được hòa tan: 2 ppm) (118,7 phần trọng lượng) được bổ sung vào và được rửa ở 35°C đến 45°C trong 30 phút năm lần. Sau khi toluen và một lượng nhỏ hơi ẩm được loại bỏ ở điều kiện gia nhiệt và giảm áp, hỗn hợp được lọc ở các áp suất giảm sử dụng máy lọc màng loại PTFE 1,2μm, nhờ đó thu được hợp chất polythiol (116,1 phần trọng lượng) chứa 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan (dưới đây, gọi là hợp chất A), 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan (dưới đây, gọi là hợp chất B), và 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan (dưới đây, gọi là hợp chất C) là các thành phần chính (hỗn hợp chất đồng phân của các hợp chất A/B/C=85/5/10 (tỷ lệ mol)).

Tỷ lệ sinh khối của hợp chất polythiol được tính toán bằng cách sử dụng biểu thức dưới đây tính theo cacbon trên cơ sở tỷ lệ sinh khối của epiclohydrin là 100%.

Tỷ lệ sinh khối của hợp chất polythiol={(số lượng các nguyên tử cacbon có nguồn gốc từ epiclohydrin trong hợp chất phân tử polythiol) x (tỷ lệ sinh khối (%) của epiclohydrin)}/{(số lượng các nguyên tử cacbon trong hợp chất phân tử polythiol)}=60%

Ví dụ 5: Tổng hợp hợp chất episulfua

Epiclohydrin được sản xuất từ glyxerin có nguồn gốc thực vật (EPICLOHYDRIN(ECH) được sản xuất bởi Nippon Solvay K. K.) (190g (2mol)),

metanol (500ml), và canxi hydroxit (1,0g) được phun trong một bình phản ứng thót cổ được trang bị có thanh khuấy, nhiệt kế, ống kín khí, và bộ ngưng tụ, nhiệt độ bên trong được giữ nằm trong khoảng từ 0°C đến 5°C ở điều kiện khuấy, khí hydro sulfua (75g, 2,2mol) được thổi vào hệ phản ứng qua ống kín khí trong hai giờ, và các thành phần được già hóa ở 5°C trong ba giờ.

Chất lỏng phản ứng được lọc, metanol được loại bỏ, và sau đó phần còn lại được chưng cất, nhờ đó thu clomercaptopropanol. Trong clomercaptopropanol thu được, nước tinh khiết (1000ml), và natri hydro carbonat (168g, 2mol) được phun, iot rắn (254g, 1mol) được phun theo cách chia từng phần trong một giờ trong khi giữ nhiệt độ bên trong nằm trong khoảng từ 5°C đến 10°C, và các thành phần được già hóa ở 10°C trong 12 giờ.

Chất lỏng phản ứng đã được già hóa được lọc, và các tinh thể màu trắng thu được được sấy khô ở áp suất giảm. Các tinh thể màu trắng được sấy, metanol (250ml), và toluen (500ml) được phun lần nữa vào bình phản ứng, natri hydroxit 47% trọng lượng (240g, 2,8mol) được bổ sung từng giọt trong một giờ trong khi giữ nhiệt độ bên trong nằm trong khoảng từ 3°C đến 5°C, và các thành phần được già hóa trong 30 phút. Sau khi kết thúc phản ứng, toluen (100ml) được bổ sung vào, và lớp hữu cơ được rửa bằng nước tinh khiết ba lần.

Lớp hữu cơ thu được được khử nước bằng magie sulfat khan và sau đó được lọc, và dung môi được loại bỏ khỏi phần lọc thu được.

Sau khi loại bỏ dung môi, phần còn lại được lọc, và bis(2,3-epoxypropyl) disulfua thu được (hiệu suất: 92%). Bis(2,3-epoxypropyl) disulfua) (100g, 0,54mol), thioure (100g, 1,3mol), axit axetic (2g), toluen (250ml), và metanol (200ml) được phun trong một phản ứng bình thót cổ được trang bị có bộ khuấy, nhiệt kế, và bộ ngưng tụ, nhiệt độ bên trong được giữ ở 15°C, và các thành phần được khuấy trong 16 giờ.

Sau khi kết thúc phản ứng, toluen (150ml) được bổ sung vào, và hỗn hợp được rửa bằng dung dịch natri clorua, nước axit sulfuric 1%, và, một lần nữa, dung

dịch natri clorua. Lớp hữu cơ thu được được khử nước bằng magie sulfat khan và sau đó được lọc, và dung môi được loại bỏ khỏi phần lọc thu được. Axetonitril (600ml) được bổ sung vào phần còn lại thu được bằng cách loại bỏ dung môi để hòa tan nó, và dung dịch nổi trên mặt được lọc.

Phần còn lại thu được bằng cách loại bỏ dung môi khỏi phần lọc thu được được lọc, nhờ đó thu được chế phẩm (77,5g) (hiệu suất độ tinh khiết-đương lượng là 58%) của hợp chất thioepoxy chứa 85% trọng lượng là bis(2,3-epithiopropyl) disulfua. Chế phẩm (50g) của hợp chất thioepoxy này có độ tinh khiết là 85% trọng lượng được tuyển chọn bằng cách sắc ký cột silicagel, nhờ đó thu được hợp chất episulfua (38g).

Ví dụ 6: Tổng hợp hợp chất episulfua

Epiclohydrin 99,97% thu được trong ví dụ 2 (190g (2mol)), metanol (500ml), và canxi hydroxit (1,0g) được phun vào một phản ứng bình thót cổ được trang bị có thanh khuấy, nhiệt kế, ống kín khí, và bộ ngưng tụ, nhiệt độ bên trong được giữ nằm trong khoảng từ 0°C đến 5°C ở điều kiện khuấy, khí hydro sulfua (75g, 2,2mol) được thổi vào hệ phản ứng qua ống kín khí trong hai giờ, và các thành phần được già hóa ở 5°C trong ba giờ.

Chất lỏng phản ứng được lọc, metanol được loại bỏ khỏi phần lọc, và sau đó phần còn lại được chưng cất, nhờ đó thu được clomercaptopropanol. Trong clomercaptopropanol thu được từ epiclohydrin được tổng hợp từ nguyên liệu thô có nguồn gốc từ nguồn dầu mỏ như là alyl clorua hoặc propylen (được sản xuất bởi Asahi Gosei Kagaku Co., Ltd.), thành phần có thời gian lưu 10 phút trong phép đo GC-MS là 0,2% về hệ số độ bền. Ngược lại, thành phần có thời gian lưu 10 phút trong clomercaptopropanol thu được ở đây là 0,03% về hệ số độ bền. Rõ ràng là, khi epiclohydrin được sản xuất từ glyxerin được sử dụng làm nguyên liệu thô, sự sinh ra các tạp chất có nguồn gốc từ các tạp chất gốc clo được ngăn chặn, và hàm lượng các tạp chất có thể được ngăn chặn.

Clomercaptopropanol thu được, nước tinh khiết (1000ml), và natri hydro

carbonat (168g, 2mol) được phun, iot rắn (254g, 1mol) được phun theo cách chia thành từng phần trong một giờ trong khi giữ nhiệt độ bên trong nằm trong khoảng từ 5°C đến 10°C, và các thành phần được già hóa ở 10°C trong 12 giờ.

Chất lỏng phản ứng đã được già hóa được lọc, và các tinh thể màu trắng thu được được sấy ở áp suất giảm. Các tinh thể màu trắng được sấy, metanol (250ml), và toluen (500ml) một lần nữa được phun vào bình phản ứng, 47% trọng lượng natri hydroxit (240g, 2,8mol) được bổ sung từng giọt trong một giờ trong khi giữ nhiệt độ bên trong nằm trong khoảng từ 3°C đến 5°C, và các thành phần được già hóa trong 30 phút. Sau khi kết thúc phản ứng, toluen (100ml) được bổ sung vào, và lớp hữu cơ được rửa bằng nước tinh khiết ba lần.

Lớp hữu cơ thu được được khử nước bằng magie sulfat khan và sau đó được lọc, và dung môi được loại bỏ khỏi phần lọc thu được.

Sau khi loại bỏ dung môi, phần còn lại được lọc, và bis(2,3-epoxypropyl) disulfua thu được (hiệu suất: 92%). Bis(2,3-epoxypropyl) disulfua) (100g, 0,54mol), thioure (100g, 1,3mol), axit axetic (2g), toluen (250ml), và metanol (200ml) được phun vào một phản ứng bình thót cổ được trang bị có bộ khuấy, nhiệt kế, và bộ ngưng tụ, nhiệt độ bên trong được giữ ở 15°C, và các thành phần được khuấy trong 16 giờ.

Sau khi kết thúc phản ứng, toluen (150ml) được bổ sung vào, và hỗn hợp được rửa bằng dung dịch natri clorua, nước axit sulfuric 1%, và, một lần nữa là dung dịch natri clorua. Lớp hữu cơ thu được được khử nước bằng magie sulfat khan và sau đó được lọc, và dung môi được loại bỏ khỏi phần lọc thu được. Axetonitril (600ml) được bổ sung vào phần còn lại thu được bằng cách loại bỏ dung môi để hòa tan nó, và dung dịch nổi trên mặt được lọc.

Phần còn lại thu được bằng cách loại bỏ dung môi khỏi phần lọc được lọc, nhờ đó thu được chế phẩm (77,9g) (hiệu suất độ tinh khiết-đương lượng là 58%) của hợp chất thioepoxy chứa 85% trọng lượng bis(2,3-epithiopropyl) disulfua. Chế phẩm (50g) của hợp chất thioepoxy này có độ tinh khiết là 85% trọng lượng được

tuyển chọn bằng cách sắc ký cột silicagel, nhờ đó thu được hợp chất episulfua (39g).

Tỷ lệ sinh khối của hợp chất episulfua được tính toán bằng cách sử dụng biểu thức dưới đây cho cacbon trên cơ sở tỷ lệ sinh khối của epiclohydrin là 100%.

Tỷ lệ sinh khối của hợp chất episulfua={(số lượng các nguyên tử cacbon có nguồn gốc từ epiclohydrin trong phân tử hợp chất episulfua) x (tỷ lệ sinh khối (%) của epiclohydrin)}/{(số lượng các nguyên tử cacbon trong phân tử hợp chất episulfua)}=100%

Ví dụ 7

N,N-dimetylxyclohexylamin (0,007g) và N,N-dixyclohexylmetylamin (0,032g) được hòa tan trong bis(2,3-epithiopropyl) disulfua (hợp chất episulfua thu được trong ví dụ 5; 31,8g), và hỗn hợp (hợp chất polythiol thu được trong ví dụ 3; 3,2g) gồm 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan làm các thành phần chính được bổ sung vào, và các thành phần được khuấy ở 20°C trong 30 phút, nhờ đó tạo ra chất lỏng phối trộn. Chất lỏng đã trộn này được khử khí ở 600Pa trong một giờ, được lọc bằng cách sử dụng bộ lọc PTFE 1μm, và sau đó được phun vào khuôn thủy tinh dùng cho thấu kính phẳng 2C có độ dày tâm là 2mm và đường kính là 80mm. Khuôn thủy tinh này được gia nhiệt dần từ 30°C đến 80°C trong 19 giờ và được giữ ở 80°C trong hai giờ. Khuôn được làm mát đến nhiệt độ trong phòng và được loại bỏ khuôn thủy tinh, nhờ đó thu thấu kính nhựa. Thấu kính nhựa thu được được ủ thêm ở 120°C trong ba giờ. Nhựa thu được có hệ số khúc xạ (ne) là 1,738, số Abbe là 32, Tg là 78°C, trọng lượng riêng là 1,47, và tỷ lệ sinh khối là 96%.

Ví dụ 8

N,N-dimetylxyclohexylamin (0,007g) và N,N-dixyclohexylmetylamin (0,032g) được hòa tan trong bis(2,3-epithiopropyl) disulfua (hợp chất episulfua thu

được trong ví dụ 6; 31,8g), và hỗn hợp (hợp chất polythiol thu được trong ví dụ 4; 3,2g) gồm 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, và 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan làm các thành phần chính được bổ sung vào, và các thành phần được khuấy ở 20°C trong 30 phút, nhờ đó tạo ra chất lỏng phối trộn. Chất lỏng đã trộn này được khử khí ở 600Pa trong một giờ, được lọc bằng cách sử dụng bộ lọc PTFE 1μm, và sau đó được phun vào khuôn thủy tinh dùng cho thấu kính phẳng 2C có độ dày tâm là 2mm và đường kính là 80mm. Khuôn thủy tinh này được gia nhiệt dần từ 30°C đến 80°C trong 19 giờ và được giữ ở 80°C trong hai giờ. Khuôn được làm mát tới nhiệt độ trong phòng và được loại bỏ khuôn thủy tinh, nhờ đó thu thấu kính nhựa. Thấu kính nhựa thu được được ủ thêm ở 120°C trong ba giờ. Nhựa thu được có hệ số khúc xạ (ne) là 1,738, số Abbe là 32, Tg là 78°C, trọng lượng riêng là 1,47, và tỷ lệ sinh khối là 96%.

Tỷ lệ sinh khối (%) của nhựa=[{31,8 (phần trọng lượng của hợp chất episulfua)/210,4 (trọng lượng phân tử của hợp chất episulfua) x 6 (số lượng các nguyên tử cacbon trong một phân tử hợp chất episulfua) x 100 (tỷ lệ sinh khối (%) của hợp chất episulfua)} + {3,2 (phần trọng lượng của hợp chất polythiol)/366,7 (trọng lượng phân tử của hợp chất polythiol) x 10 (số lượng các nguyên tử cacbon trong một phân tử hợp chất polythiol) x 60 (tỷ lệ sinh khối (%) của hợp chất polythiol)}]/[{31,8 (phần trọng lượng của hợp chất episulfua)/210,4 (trọng lượng phân tử của hợp chất episulfua) x 6 (số lượng các nguyên tử cacbon trong một phân tử hợp chất episulfua)}+{3,2 (phần trọng lượng của hợp chất polythiol)/366,7 (trọng lượng phân tử của hợp chất polythiol) x 10 (số lượng các nguyên tử cacbon trong một phân tử hợp chất polythiol)}]/=96%

Trong các ví dụ được mô tả ở trên, có thể thu các nhựa gốc sulfua dùng làm các vật liệu quang học có sự cân bằng tuyệt vời về các đặc tính như là hệ số khúc xạ cao và tính chịu nhiệt cao từ các chế phẩm có thể polyme hóa gồm hợp chất episulfua mà thu được sử dụng nguyên liệu thô thu được từ glyxerin, và có thể thu

các nhựa dùng làm các vật liệu quang học có tỷ lệ sinh khối cao là 70% hoặc cao hơn bằng cách kết hợp hợp chất episulfua, hợp chất polythiol, và hợp chất được sản xuất từ nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật.

Đơn sáng chế này hưởng quyền ưu tiên trên cơ sở đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2014-047890 được nộp ngày 11/3/2014 và đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2014-185995 được nộp ngày 12/9/2014, nội dung của các đơn này được kết hợp ở đây.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất hợp chất episulfua dùng cho vật liệu quang học, bao gồm:

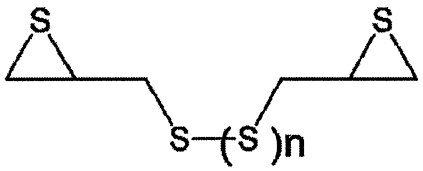
bước clo hóa glyxerin để thu diclopropanol;

bước epoxy hóa diclopropanol để thu epiclohydrin;

bước cho epiclohydrin phản ứng với tác nhân sulfat hóa để thu hợp chất bis(clohydrin) (di)sulfua nhờ hợp chất thiol;

bước epoxy hóa hợp chất bis(clohydrin) (di)sulfua ở các điều kiện bazơ để thu hợp chất epoxy; và

bước cho hợp chất epoxy phản ứng với tác nhân sulfat hóa để thu hợp chất episulfua có công thức chung (1) sau đây:



(1)

trong đó, trong công thức này, n là 0 hoặc 1.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó glyxerin thu được từ các nguyên liệu có nguồn gốc từ thực vật.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2,

trong đó bước clo hóa glyxerin để thu diclopropanol là bước clo hóa glyxerin để thu hợp phần chứa diclopropanol bao gồm các sản phẩm phụ trên cơ sở clo mà là ít nhất một loại được chọn từ alyl clorua, 1,2-diclopropan, 2,3-diclopropen, rượu 2-cloalylic, 1,3-diclopropen và 1,2,3-triclopropan, và

trong đó bước epoxy hóa diclopropanol để thu epiclohydrin là bước epoxy hóa diclopropanol của hợp phần chứa diclopropanol để thu chế phẩm chứa epiclohydrin chứa các sản phẩm phụ trên cơ sở clo với lượng bằng hoặc nhỏ hơn 5000ppm mà các sản phẩm phụ trên cơ sở clo này được tạo ra ở bước clo hóa glyxerin.