



(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)



1-0024720

(51)⁷ C08G 18/24; G02B 1/04

(13) B

(21) 1-2013-02386

(22) 07/11/2011

(86) PCT/JP2011/006207 07/11/2011

(87) WO2012/090372 05/07/2012

(30) 2010-289589 27/12/2010 JP

(45) 27/07/2020 388

(43) 25/10/2013 307A

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

5-2, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1008324, Japan

(72) TAKEMURA, Kouhei (JP); HORIKOSHI, Hiroshi (JP).

(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) CHẾ PHẨM DỪNG CHO VẬT LIỆU QUANG HỌC

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm dùng cho vật liệu quang học, có khả năng ngăn chặn tình trạng xảy sự polyme hoá không đồng đều gọi là đường gợn, cụ thể là, đường gợn tạo ra ở ống kính mạnh với các đường cong sắc nét. Đặc biệt, sáng chế đề cập đến chế phẩm dùng cho vật liệu quang học bao gồm: chất xúc tác polyme hóa có tỷ lệ khối lượng của dibutyltin diclorua so với monobutyltin trichlorua là từ 99,0/1,0 đến 100,0/0,0; hợp chất polythiol; và hợp chất polyiso(thio)xyanat.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dùng cho vật liệu quang học và các chế phẩm tương tự, và cụ thể hơn là đề cập đến chế phẩm dùng cho vật liệu quang học và tương tự thích hợp để sử dụng làm vật liệu quang học như thấu kính bằng chất dẻo, lăng kính, sợi quang học, nền ghi thông tin và bộ lọc ánh sáng, và đặc biệt phù hợp để sử dụng làm thấu kính bằng chất dẻo. Cụ thể là, sáng chế đề cập đến vật liệu quang học có các tính chất quang học tốt và làm bằng nhựa gốc polyuretan thu được thông qua quá trình polyme hóa chế phẩm có thể polyme hóa được bao gồm hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vật liệu quang học từ nhựa nhẹ hơn và ít giòn hơn so với vật liệu quang học làm từ vật liệu vô cơ và có thể in màu được. Do đó, hiện nay loại vật liệu này nhanh chóng được sử dụng làm nhiều loại vật liệu quang học khác nhau, như mắt kính và ống kính camera.

Nhựa làm vật liệu quang học cần phải có chất lượng cao hơn. Đặc biệt là cần phải có cải thiện về hệ số khúc xạ cao hơn, số Abbe cao hơn, trọng lượng riêng cao hơn, tính chịu nhiệt cao hơn và các tính chất khác. Để đáp ứng các yêu cầu này, nhiều loại nhựa sử dụng làm vật liệu quang học đã được phát triển và đưa vào sử dụng.

Trong số các vật liệu này, hoạt tính đã được tạo ra bằng cách sử dụng nhựa gốc polyuretan. Một ví dụ điển hình của nhựa gốc polyuretan bao gồm nhựa thu được bằng cách cho hợp chất polythiol phản ứng với hợp chất polyiso(thio)xyanat, như được minh họa trong Tài liệu patent 1 và 2. Nhựa trong suốt và không màu và vượt trội trong các tính chất như tính chịu va đập, tính dễ nhuộm và tính dễ gia công.

Tuy nhiên, việc polyme hóa đóng rắn chế phẩm bao gồm các hợp chất đôi khi dẫn đến việc xảy ra sự polyme hoá không đồng đều gọi là đường gợn. Cụ thể là, đường gợn đã

được tạo ra đáng kể ở ống kính với những đường cong sắc nét và do vậy cần phương pháp để chặn những đường gợn này.

Tài liệu đối chứng

Tài liệu patent

Tài liệu patent 1: JP H7-252207 A

Tài liệu patent 2: JP H9-110956 A.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là cung cấp chế phẩm dùng cho vật liệu quang học, chế phẩm này có khả năng ngăn chặn sự polyme hoá không đồng đều gọi là đường gợn, cụ thể là, các đường gợn tạo ra ở ống kính với các đường cong sắc nét.

Theo quan điểm trong các trường hợp nói trên, các tác giả của sáng chế đã thực hiện nghiên cứu mở rộng để tìm ra rằng một chế phẩm dùng cho vật liệu quang học bao gồm: chất xúc tác polyme hoá có tỷ lệ khối lượng của dibutyltin diclorua so với monobutyltin trichlorua là 99,0/1,0 đến 100,0/0,0 và chứa dibutyltin diclorua bằng 99,0% theo khối lượng hoặc nhiều hơn nhưng không quá 99,99% theo khối lượng và monobutyltin trichlorua bằng 0,01% theo khối lượng hoặc nhiều hơn nhưng không quá 1,0% theo khối lượng, hợp chất polythiol; hợp chất polyiso(thio)xyanat; và este của axit phosphat có thể giải quyết vấn đề nói trên, qua đó hoàn thiện sáng chế. Thực vậy, các đối tượng của sáng chế này là như sau:

<1> Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học, bao gồm: chất xúc tác polyme hóa có tỷ lệ khối lượng ($\text{Bu}_2\text{SnCl}_2/\text{BuSnCl}_3$) của dibutyltin diclorua (Bu_2SnCl_2) so với monobutyltin trichlorua (BuSnCl_3) là 99,0/1,0 đến 100,0/0,0 và chứa dibutyltin diclorua bằng 99,0% theo khối lượng hoặc nhiều hơn nhưng không quá 99,99% theo khối lượng và monobutyltin trichlorua bằng 0,01% theo khối lượng hoặc nhiều hơn nhưng không quá 1,0% theo khối lượng ; hợp chất polythiol; hợp chất polyiso(thio)xyanat, và este của axit phosphat,

trong đó hợp chất polythiol là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm: 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan; bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol; pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat); bis(mercaptometyl)sulfua;

1,3-bis(mercaptometyl)benzen; và 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)propan, và trong đó hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat được sử dụng ở tỷ lệ nhóm SH/nhóm NCO(NCS) nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,3.

<2> Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm <1> nêu trên, trong đó hợp chất polyiso(thio)xyanat là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm:

2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan;

2,6-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan;

bis(isoxyanatometyl)xyclohexan; dixyclohexylmetan diisoxyanat; isophoron diisoxyanat; 1,3-bis(isoxyanatometyl)benzen; và $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametylxylylen diisoxyanat.

<3> Vật liệu quang học thu được bằng cách polyme hóa chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm <1> nêu trên.

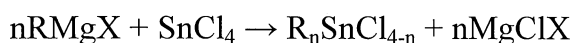
<4> Vật liệu quang học theo điểm <3> nêu trên, trong đó chế phẩm dùng cho vật liệu quang học được ủ sau khi polyme hóa.

Theo sáng chế, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học có khả năng ngăn chặn sự polyme hoá không đồng đều gọi là đường gợn, cụ thể là, khả năng ức chế việc tạo ra các đường gợn ở ống kính với các đường cong sắc nét, cho đến nay vẫn khó để giải quyết bằng các kỹ thuật thông thường.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo sáng chế, nhựa gốc polyuretan dùng cho vật liệu quang học được sản xuất thông qua polyme hóa chế phẩm có thể polyme hoá được bao gồm chất xúc tác polyme hóa có tỷ lệ khối lượng của dibutyltin diclorua so với monobutyltin trichlorua là 99,0/1,0 đến 100,0/0,0; hợp chất polythiol; hợp chất polyiso(thio)xyanat; và este của axit phosphat.

Nói chung, dibutyltin diclorua thu được bằng phản ứng của chất phản ứng Grignard và kẽm tetrachlorua. Tuy nhiên, phản ứng này là phản ứng liên tiếp, không thể thu được một mình dibutyltin diclorua mà không ở trong hỗn hợp với monobutyltin trichlorua.



Do đó, sản phẩm thu được cần được làm sạch để loại bỏ monobutyltin trichlorua lẫn trong đó, để thu được dibutyltin diclorua một mình. Phương pháp ví dụ về việc làm sạch: chưng cất, tái kết tinh, tái kết tủa, tách cột, xử lý hấp phụ, và xử lý nhựa trao đổi ion, trong đó được ưu tiên hơn là chưng cất. Chưng cất có thể được thực hiện dưới áp suất bình thường hoặc áp suất giảm, và tốt hơn là dưới áp suất giảm. Tốt hơn nữa nếu, dưới áp suất từ 0,01 torr đến 100 torr (1,3332 pa đến 13332,23 pa), và tốt hơn nữa nếu dưới áp suất từ 0,1 torr đến 50 torr (13,332 pa đến 6666,12 pa). Nhiệt độ chưng cất không bị giới hạn cụ thể miễn là sản phẩm có thể được chưng cất mà không bị phân hủy. Nhiệt độ tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50°C đến 190°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 100°C đến 180°C.

Chất xúc tác polyme hóa để sử dụng trong chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo sáng chế thể hiện hiệu quả của sáng chế khi tỷ lệ khối lượng ($\text{Bu}_2\text{SnCl}_2/\text{BuSnCl}_3$) của dibutyltin diclorua (Bu_2SnCl_2) so với monobutyltin trichlorua (BuSnCl_3) là 99,0/1,0 đến 100,0/0,0, và tốt hơn nữa là 99,5/0,5 đến 100,0/0,0. Hơn nữa, chất xúc tác polyme hóa để sử dụng trong chế phẩm dùng cho vật liệu quang học của sáng chế chứa dibutyltin diclorua bằng 99,0% theo khối lượng hoặc nhiều hơn và monobutyltin trichlorua lên đến 1,0% theo khối lượng hoặc ít hơn, và tốt hơn nữa chứa dibutyltin diclorua bằng 99,5% theo khối lượng hoặc nhiều hơn và monobutyltin trichlorua bằng 0,5% theo khối lượng hoặc ít hơn. Theo sáng chế, chất xúc tác polyme hóa chứa dibutyltin diclorua lên đến 99,99% theo khối lượng hoặc ít hơn và monobutyltin trichlorua lên đến 0,01% theo khối lượng hoặc nhiều hơn.

Lượng chất xúc tác polyme hóa nói trên được thêm vào phụ thuộc khác nhau vào các thành phần và tỷ lệ hỗn hợp của phương pháp đóng rắn polyme hóa và do đó không thể xác định mà không có các điều kiện. Lượng chất xúc tác polyme hóa, liên quan đến tổng lượng chế phẩm dùng cho vật liệu quang học, nói chung không ít hơn 0,001% theo khối lượng nhưng không nhiều hơn 5% theo khối lượng, tốt hơn nếu không ít hơn 0,01% theo khối lượng nhưng không nhiều hơn 1% theo khối lượng, và tốt nhất là không ít hơn 0,01% theo khối lượng nhưng không nhiều hơn 0,5% theo khối lượng. Lượng chất xúc tác polyme hóa vượt quá 5% theo khối lượng có thể dẫn đến sự giảm giá trị về hệ số khúc xạ và tính chịu nhiệt sốc khi chế phẩm được đóng rắn, và thậm chí có thể dẫn đến tạo màu

chế phẩm được đóng rắn. Mặt khác, lượng chất xúc tác polyme hóa dưới 0,001% theo khối lượng có thể dẫn đến việc đóng rắn không đủ, không thể thu được tính chịu nhiệt cần thiết.

Hợp chất polythiol để sử dụng theo sáng chế có ít nhất hai nhóm thiol mỗi phân tử.

Ví dụ thông thường cụ thể về các hợp chất polythiol bao gồm: hợp chất polythiol béo, như metandithiol, 1,2-etandithiol, 1,1-propandithiol, 1,2-propandithiol, 1,3-propandithiol, 2,2-propandithiol, 1,6-hexandithiol, 1,2,3-propantrithiol, 1,1-xyclohexandithiol, 1,2-xyclohexandithiol, 2,2-dimetylpropan-1,3-dithiol, 3,4-dimetoxybutan-1,2-dithiol, 2-metylxyclohexan-2,3-dithiol, 1,1-bis(mercaptometyl)xyclohexan, axit thiomalic của bis(2-mercaptoetyl este), 2,3-dimercapto-1-propanol(2-mercaptoaxetat), 2,3-dimercapto-1-propanol(3-mercaptopropionat), dietylen glycol bis(2-mercaptoaxetat), dietylen glycol bis(3-mercaptopropionat), 1,2-dimercaptopropyl metyl ete, 2,3-dimercaptopropyl metyl ete, 2,2-bis(mercaptometyl)-1,3-propandithiol, bis(2-mercaptoetyl)ete, etylen glycol bis(2-mercaptoaxetat), etylen glycol bis(3-mercaptopropionat), trimetylolpropan bis(2-mercaptoaxetat), trimetylolpropan bis(3-mercaptopropionat), pentaerythritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), và tetrakis(mercaptometyl)metan;

Hợp chất polythiol thơm, như 1,2-dimercaptobenzen, 1,3-dimercaptobenzen, 1,4-dimercaptobenzen, 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, 1,2,3-trimercaptobenzen, 1,2,4-trimercaptobenzen, 1,3,5-trimercaptobenzen, 1,2,3-tris(mercaptometyl)benzen, 1,2,4-tris(mercaptometyl)benzen, 1,3,5-tris(mercaptometyl)benzen, 1,2,3-tris(mercaptoetyl)benzen, 1,2,4-tris(mercaptoetyl)benzen, 1,3,5-tris(mercaptoetyl)benzen, 2,5-toluendithiol, 3,4-toluendithiol, 1,3-di(p-metoxypheyl)propan-2,2-dithiol, 1,3-dipheylpropan-2,2-dithiol, phenylmetan-1,1-dithiol, 2,4-di(p-mercaptophenyl)pentan;

Mỗi hợp chất polythiol thơm chứa nguyên tử lưu huỳnh trong nhóm mercapto, như 1,2-bis(mercaptoetylthio)benzen, 1,3-bis(mercaptoetylthio)benzen, 1,4-bis(mercaptoetylthio)benzen, 1,2,3-tris(mercaptometylthio)benzen, 1,2,4-

tris(mercaptomethylthio)benzen, 1,3,5-tris(mercaptomethylthio)benzen, 1,2,3-tris(mercaptoethylthio)benzen, 1,2,4-tris(mercaptoethylthio)benzen, và 1,3,5-tris(mercaptoethylthio)benzen, cũng như dẫn xuất được alkyl hóa hạt nhân của nó;

Mỗi hợp chất polythiol béo chứa nguyên tử lưu huỳnh thêm vào nhóm mercapto, như bis(mercaptomethyl)sulfua, bis(mercaptomethyl)disulfua, bis(mercaptoethyl)sulfua, bis(mercaptoethyl)disulfua, bis(mercaptopropyl)sulfua, bis(mercaptomethylthio)metan, bis(2-mercaptoethylthio)metan, bis(3-mercaptopropylthio)metan, 1,2-bis(mercaptomethylthio)etan, 1,2-bis(2-mercaptoethylthio)etan, 1,2-bis(3-mercaptopropyl)etan, 1,3-bis(mercaptomethylthio)propan, 1,3-bis(2-mercaptoethylthio)propan, 1,3-bis(3-mercaptopropylthio)propan, 1,2,3-tris(mercaptomethylthio)propan, 1,2,3-tris(2-mercaptoethylthio)propan, 1,2,3-tris(3-mercaptopropylthio)propan, 1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan, 4,8-dimercaptomethyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptomethyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 5,7-dimercaptomethyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, bis(mercaptomethyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol, tetrakis(mercaptomethylthiomethyl)metan, tetrakis(2-mercaptoethylthiomethyl)metan, tetrakis(3-mercaptopropylthiomethyl)metan, bis(2,3-dimercaptopropyl)sulfua, bis(1,3-dimercaptopropyl)sulfua, 2,5-dimercapto-1,4-dithian, 2,5-dimercaptomethyl-1,4-dithian, 2,5-dimercaptomethyl-2,5-dimethyl-1,4-dithian, bis(mercaptomethyl)disulfua, bis(mercaptoethyl)disulfua, và bis(mercaptopropyl)disulfua, cũng như este của thioglycolat và mercaptopropionat của nó;

Mỗi hợp chất polythiol béo khác chứa nguyên tử lưu huỳnh và liên kết este trong nhóm mercapto, như hydroxymethylsulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxymethylsulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxyethylsulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxyethylsulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxypropylsulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxypropylsulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxymetyldisulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxymetyldisulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxyetyldisulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxyetyldisulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxypropyldisulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxypropyldisulfua bis(3-mercaptopropionat), 2-mercaptoetylete bis(2-mercaptoaxetat), 2-mercaptoetylete bis(3-

mercaptopropionat), 1,4-dithian-2,5-diol bis(2-mercaptoaxetat), 1,4-dithian-2,5-diol bis(3-mercaptopropionat), axit thiodiglycolic của bis(2-mercaptoetyl este), axit thiodipropionic của bis(2-mercaptoetyl este), 4,4-thiodibutylic axit bis(2-mercaptoetyl este), dithiodiglycolic axit bis(2-mercaptoetyl este), axit dithiodipropionic của bis(2-mercaptoetyl este), axit 4,4-dithiodibutylic của bis(2-mercaptoetyl este), axit thiodiglycolic của bis(2,3-dimercaptopropyl este), axit thiodipropionic của bis(2,3-dimercaptopropyl este), axit dithioglycolic của bis(2,3-dimercaptopropyl este), và axit dithiodipropionic của bis(2,3-dimercaptopropyl este);

Mỗi hợp chất dị vòng chứa nguyên tử lưu huỳnh thêm vào nhóm mercapto, như 3,4-thiophenedithiol và 2,5-dimercapto-1,3,4-thiadiazol;

Mỗi hợp chất chứa nhóm hydroxy trong nhóm mercap, như glycerin di(mercaptoaxetat), 2,4-dimercaptophenol, 3,4-dimercapto-2-propanol, 1,3-dimercapto-2-propanol, 2,3-dimercapto-1-propanol, 1,2-dimercapto-1,3-butandiol, pentaerythritol tris(3-mercaptopropionat), pentaerythritol bis(3-mercaptopropionat), pentaerythritol tris(thioglycolat), dipentaerythritol pentakis(3-mercaptopropionat), hydroxymetyl-tris(mercaptoetylthiometyl)metan, và 1-hydroxyetylthio-3-mercaptoetylthiobenzen;

Mỗi hợp chất có khung dithioaxetal hoặc dithioketal, như 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)propan, 1,1,2,2-tetrakis(mercaptometylthio)etan, 4,6-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithiaxyclohexan, 1,1,5,5-tetrakis(mercaptometylthio)-3-thiapentan, 1,1,6,6-tetrakis(mercaptometylthio)-3,4-dithiahexan, 2,2-bis(mercaptometylthio)etanthiol, 2-(4,5-dimercapto-2-thiapentyl)-1,3-dithiaxyclopentan, 2,2-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, 2,5-bis(4,4-bis(mercaptometylthio)-2-thiabutyl)-1,4-dithian, 2,2-bis(mercaptometylthio)-1,3-propandithiol, 3-mercaptometylthio-1,7-dimercapto-2,6-dithiaheptan, 3,6-bis(mercaptometylthio)-1,9-dimercapto-2,5,8-trithianonan, 4,6-bis(mercaptometylthio)-1,9-dimercapto-2,5,8-trithianonan, 3-mercaptometylthio-1,6-dimercapto-2,5-dithiahexan, 2-(2,2-bis(mercaptometylthio)etyl)-1,3-dithietan, 1,1,9,9-tetrakis(mercaptometylthio)-5-(3,3-bis(mercaptometylthio)-1-thiaprotyl)-3,7-dithianonan, tris(2,2-bis(mercaptometylthio)etyl)metan, tris(4,4-bis(mercaptometylthio)-2-thiabutyl)metan, tetrakis(2,2-bis(mercaptometylthio)etyl)metan, tetrakis(4,4-bis(mercaptometylthio)-2-

thiabutyl)metan, 3,5,9,11-tetrakis(mercaptomethylthio)-1,13-dimercapto -2,6,8,12-tetrathiatridecan, 3,5,9,11,15,17-hexakis(mercaptomethylthio)-1,19-dimercapto -2,6,8,12,14,18-hexathianonadecan,

9-(2,2-bis(mercaptomethylthio)etyl)-3,5,13,15-tetrakis(mercaptomethylthio) -1,17-dimercapto-2,6,8,10,12,16-hexathiaheptadecan, 3,4,8,9-tetrakis(mercaptomethylthio)-1,11-dimercapto -2,5,7,10-tetrathiaundecan, 3,4,8,9,13,14-hexakis(mercaptomethylthio)-1,16-dimercapto -2,5,7,10,12,15-hexathiahexadecan, 8-{bis(mercaptomethylthio)metyl}-3,4,12,13-tetrakis(mercaptomethylthio) -1,15-dimercapto-2,5,7,9,11,14-hexathiapentadecan, 4,6-bis{3,5-bis(mercaptomethylthio)-7-mercapto-2,6-dithiaheptylthio} -1,3-dithian, 4-{3,5-bis(mercaptomethylthio)-7-mercapto-2,6-dithiaheptylthio} -6-mercaptomethylthio-1,3-dithian, 1,1-bis{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio} -3,3-bis(mercaptomethylthio)propan, 1,3-bis{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio} -1,3-bis(mercaptomethylthio)propan, 1-{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio} -3-{2,2-bis(mercaptomethylthio)etyl}-7,9-bis(mercaptomethylthio) -2,4,6,10-tetrathiaundecan,

1-{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio} -3-{2-(1,3-dithietanyl)}metyl-7,9-bis(mercaptomethylthio) -2,4,6,10-tetrathiaundecan, 1,5-bis{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio} -3-{2-(1,3-dithietanyl)}metyl-2,4-dithiapentan, 4,6-bis[3-{2-(1,3-dithietanyl)}metyl-5-mercapto-2,4-dithiapentylthio] -1,3-dithian, 4,6-bis{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio}-1,3-dithian, 4-{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio} -6-{4-(6-mercaptomethylthio)-1,3-dithianylthio}-1,3-dithian, 3-{2-(1,3-dithietanyl)}metyl-7,9-bis(mercaptomethylthio) -1,11-dimercapto-2,4,6,10-tetrathiaundecan, 9-{2-(1,3-dithietanyl)}metyl-3,5,13,15-tetrakis(mercaptomethylthio) -1,17-dimercapto-2,6,8,10,12,16-hexathiaheptadecan, 3-{2-(1,3-dithietanyl)}metyl-7,9,13,15-tetrakis(mercaptomethylthio) -1,17-dimercapto-2,4,6,10,12,16-hexathiaheptadecan, 3,7-bis{2-(1,3-dithietanyl)}metyl-1,9-dimercapto-2,4,6,8-tetrathianonan, 4-{3,4,8,9-tetrakis(mercaptomethylthio)-11-mercapto -2,5,7,10-tetrathiaundexyl}-5-mercaptomethylthio-1,3-dithiolan, 4,5-bis{3,4-bis(mercaptomethylthio)-6-mercapto-2,5-dithiahexylthio} -1,3-dithiolan, 4-{3,4-bis(mercaptomethylthio)-6-mercapto-2,5-dithiahexylthio} -5-mercaptomethylthio-1,3-

dithiolan, 4-{3-bis(mercaptometylthio)metyl-5,6-bis(mercaptometylthio) -8-mercapto-2,4,7-trithiaoctyl}-5-mercaptometylthio-1,3-dithiolan, 2-[bis{3,4-bis(mercaptometylthio)-6-mercapto-2,5-dithiahexylthio}metyl] -1,3-dithietan, 2-{3,4-bis(mercaptometylthio)-6-mercapto -2,5-dithiahexylthio}mercaptometylthiometyl-1,3-dithietan, 2-{3,4,8,9-tetrakis(mercaptometylthio)-11-mercapto -2,5,7,10-tetrathiaundecylthio}mercaptometylthiometyl-1,3-dithietan, 2-{3-bis(mercaptometylthio)metyl-5,6-bis(mercaptometylthio) -8-mercapto-2,4,7-trithiaoctyl}mercaptometylthiometyl-1,3-dithietan, 4,5-bis[1-{2-(1,3-dithietanyl)}-3-mercapto-2-thiapropylthio]-1,3-dithiolan, 4-[1-{2-(1,3-dithietanyl)}-3-mercapto-2-thiapropylthio] -5-{1,2-bis(mercaptometylthio)-4-mercapto-3-thiabutylthio}-1,3-dithiolan, 2-[bis{4-(5-mercaptometylthio-1,3-dithiolanyl)thio}]metyl-1,3-dithietan, và 4-{4-(5-mercaptometylthio-1,3-dithiolanyl)thio} -5-[1-{2-(1,3-dithietanyl)}-3-mercapto-2-thiapropylthio]-1,3-dithiolan, cũng như oligome của nó;

Mỗi hợp chất có axit orthotrithio formic của cấu trúc este, như tris(mercaptometylthio)metan, tris(mercaptoetylthio)metan, 1,1,5,5-tetrakis(mercaptometylthio)-2,4-dithiapentan, bis(4,4-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithiabutyl) (mercaptometylthio)metan, tris(4,4-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithiabutyl)metan, 2,4,6-tris(mercaptometylthio)-1,3,5-trithiaxyclohexan, 2,4-bis(mercaptometylthio)-1,3,5-trithiaxyclohexan, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio)-2-thiapropan, bis(mercaptometyl)metylthio-1,3,5-trithiaxyclohexan, tris((4-mercaptometyl-2,5-dithiaxyclohexyl-1-yl)metylthio)metan, 2,4-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, 2-mercaptoetylthio-4-mercaptometyl-1,3-dithiaxyclopentan, 2-(2,3-dimercaptopropylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, 4-mercaptometyl-2-(2,3-dimercaptopropylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, 4-mercaptometyl-2-(1,3-dimercapto-2-propylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, tris(2,2-bis(mercaptometylthio)-1-thiaetyl)metan, tris(3,3-bis(mercaptometylthio)-2-thiapropyl)metan, tris(4,4-bis(mercaptometylthio)-3-thiabutyl)metan, 2,4,6-tris(3,3-bis(mercaptometylthio)-2-thiapropyl)-1,3,5-trithiaxyclohexan, và tetrakis(3,3-bis(mercaptometylthio)-2-thiapropyl)metan, cũng như oligome của chúng; và

Mỗi hợp chất có axit orthotetrathiocacbonic của cấu trúc este, như 3,3'-

di(mercaptomethylthio)-1,5-dimercapto-2,4-dithiapentan, 2,2'-di(mercaptomethylthio)-1,3-dithiaxyclopentan, 2,7-di(mercaptomethyl)-1,4,5,9-tetrathiaspiro[4.4]nonan, và 3,9-dimercapto-1,5,7,11-tetrathiaspiro[5.5]undecan, cũng như oligome của chúng.

Các hợp chất ví dụ này thông thường có thể được sử dụng một mình, hoặc trong hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại của nó.

Theo sáng chế, hợp chất polythiol là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm:

1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan, bis(mercaptomethyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol, pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), bis(mercaptomethyl)sulfua, 1,3-bis(mercaptomethyl)benzen, và 1,1,3,3-tetrakis(mercaptomethylthio)propan.

Hợp chất polyiso(thio)xyanat để sử dụng theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể miễn là hợp chất có ít nhất hai nhóm iso(thio)xyanat mỗi phân tử. "Iso(thio)xyanat" ở đây chỉ "isoxyanat hoặc isothioxyanat".

Ví dụ cụ thể về hợp chất polyiso(thio)xyanat bao gồm: hợp chất polyisoxyanat béo, như hexametylen diisoxyanat, 2,2-dimethylpentan diisoxyanat, 2,2,4-trimethylhexan diisoxyanat, buten diisoxyanat, 1,3-butadien-1,4-diisoxyanat, 2,4,4-trimethylhexametylen diisoxyanat, 1,6,11-undecan triisoxyanat, 1,3,6-hexametylen triisoxyanat, 1,8-diisoxyanat-4-isoxyanatometyloctan, bis(isoxyanatoetyl)cacbonat, bis(isoxyanatoetyl)ete, lysin diisoxyanatometyl este, và lysin triisoxyanat;

Hợp chất polyisoxyanat vòng béo, như 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bicyclo[2.2.1]-heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)-bicyclo[2.2.1]-heptan, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, dicyclohexylmetan diisoxyanat, và isophoron diisoxyanat;

Mỗi hợp chất polyisoxyanat có hợp chất vòng thơm, như 1,2-diisoxyanatobenzen, 1,3-diisoxyanatobenzen, 1,4-diisoxyanatobenzen, 2,4-diisoxyanatotolulen, etylphenylen diisoxyanat, isopropylphenylen diisoxyanat, dimethylphenylen diisoxyanat, diethylphenylen diisoxyanat, diisopropylphenylen diisoxyanat, trimethylbenzen triisoxyanat, benzen triisoxyanat, biphenyl diisoxyanat, toluidin diisoxyanat, 4,4'-metylen bis(phenylisoxyanat), 4,4'-metylen bis(2-methylphenylisoxyanat), bibenzyl-4,4'-diisoxyanat, bis(isoxyanatophenyl)etylen, 1,2-bis(isoxyanatometyl)benzen, 1,3-bis(isoxyanatometyl)benzen, 1,4-bis(isoxyanatometyl)benzen, 1,2-

bis(isoxyanatoetyl)benzen, 1,3-bis(isoxyanatoetyl)benzen, 1,4-bis(isoxyanatoetyl)benzen, 1,2-bis(isoxyanatopropyl)benzen, 1,3-bis(isoxyanatopropyl)benzen, 1,4-bis(isoxyanatopropyl)benzen, $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametylxylen diisoxyanat, bis(isoxyanatobutyl)benzen, bis(isoxyanatometyl)naphthalen, bis(isoxyanatometylphenyl)ete, bis(isoxyanatoetyl)phthalat, và 2,6-di(isoxyanatometyl)furan;

Hợp chất polyisoxyanat béo chứa lưu huỳnh, như bis(isoxyanatometyl)sulfua, bis(isoxyanatoetyl)sulfua, bis(isoxyanatopropyl)sulfua, bis(isoxyanatohexyl)sulfua, bis(isoxyanatometyl)sulfon, bis(isoxyanatometyl)disulfua, bis(isoxyanatoetyl)disulfua, bis(isoxyanatopropyl)disulfua, bis(isoxyanatometylthio)metan, bis(isoxyanatoetylthio)metan, bis(isoxyanatometylthio)etan, bis(isoxyanatoetylthio)etan, 1,5-diisoxyanato-2-isoxyanatometyl-3-thiapentan, 1,2,3-tris(isoxyanatometylthio)propan, 1,2,3-tris(isoxyanatoetylthio)propan, 3,5-dithia-1,2,6,7-heptan tetraisoxyanat, 2,6-diisoxyanatometyl-3,5-dithia-1,7-heptan diisoxyanat, 2,5-diisoxyanat metylthiophen, và isoxyanatoetylthio-2,6-dithia-1,8-octan diisoxyanat;

Hợp chất polyisoxyanat thơm gốc sulfua, như 2-isoxyanatophenyl-4-isoxyanatophenyl sulfua, bis(4-isoxyanatophenyl)sulfua, và bis(4-isoxyanatometylphenyl)sulfua;

Hợp chất polyisoxyanat thơm gốc disulfua, như bis(4-isoxyanatophenyl)disulfua, bis(2-metyl-5-isoxyanatophenyl)disulfua, bis(3-metyl-5-isoxyanatophenyl)disulfua, bis(3-metyl-6-isoxyanatophenyl)disulfua, bis(4-metyl-5-isoxyanatophenyl)disulfua, và bis(4-metoxi-3-isoxyanatophenyl)disulfua;

Hợp chất polyisoxyanat béo chứa lưu huỳnh, như 2,5-diisoxyanatotetrahydrothiophen, 2,5-diisoxyanatometyltetrahydrothiophen, 3,4-diisoxyanatometyltetrahydrothiophen, 2,5-diisoxyanato-1,4-dithian, 2,5-diisoxyanatometyl-1,4-dithian, 4,5-diisoxyanato-1,3-dithiolan, 4,5-bis(isoxyanatometyl)-1,3-dithiolan, và 4,5-diisoxyanatometyl-2-metyl-1,3-dithiolan;

Hợp chất polyisothioxyanat béo như 1,2-diisothioxyanatoetan và 1,6-diisothioxyanatohexan; hợp chất polyisothioxyanat vòng béo như xyclohexan diisothioxyanat; và hợp chất polyisothioxyanat thơm như 1,2-diisothioxyanatobenzen,

1,3-diisothioxyanatobenzen, 1,4-diisothioxyanatobenzen, 2,4-diisothioxyanatotoluen, 2,5-diisothioxyanato-m-xylen, 4,4'-metylen bis(phenylisothioxyanat), 4,4'-metylen bis(2-metylphenylisothioxyanat), 4,4'-metylen bis(3-metylphenylisothioxyanat), 4,4'-diisothioxyanatobenzophenon, 4,4'-diisothioxyanato-3,3'-dimetylbenzophenon, và bis(4-isothioxyanatophenyl)ete;

Ngoài ra, hợp chất cacbonyl polyisothioxyanat, như 1,3-benzendicacbonyl diisothioxyanat, 1,4-benzendicacbonyl diisothioxyanat, và (2,2-pyridin)-4,4-dicacbonyl diisothioxyanat; hợp chất polyisothioxyanat béo chứa lưu huỳnh như thiobis(3-isothioxyanatopropan), thiobis(2-isothioxyanatoetan), và dithiobis(2-isothioxyanatoetan);

Hợp chất polyisothioxyanat thơm chứa lưu huỳnh, như 1-isothioxyanato-4-[(2-isothioxyanato)sulfonyl]benzen, thiobis(4-isothioxyanatobenzen), sulfonyl(4-isothioxyanatobenzen), và dithiobis(4-isothioxyanatobenzen); hợp chất polyisothioxyanat béo chứa lưu huỳnh như 2,5-diisothioxyanatothiophen, và 2,5-diisothioxyanato-1,4-dithian; và

Mỗi hợp chất polyiso(thio)xyanat có nhóm isoxyanato và nhóm isothioxyanato, như 1-isoxyanato-6-isothioxyanatohexan, 1-isoxyanato-4-isothioxyanatoxyclohexan, 1-isoxyanato-4-isothioxyanatobenzen, 4-metyl-3-isoxyanato-1-isothioxyanatobenzen, 2-isoxyanato-4,6-diisothioxyanato-1,3,5-triazin, 4-isoxyanatophenyl-4-isothioxyanatophenyl sulfua, và 2-isoxyanatoetyl-2-isothioxyanatoetyl disulfua.

Ngoài ra, cũng có thể sử dụng phần tử thế halogen chẳng hạn như phần tử thế clo hoặc phần tử thế brom, phần tử thế alkyl, phần tử thế alkoxy, phần tử thế nitro, sản phẩm biến đổi loại tiền polyme có rượu polyhydric, sản phẩm được biến đổi cacbodiimit, sản phẩm được biến đổi ure, sản phẩm được biến đổi burette, sản phẩm phản ứng dime hoặc hoặc trime hóa của hợp chất này, và tương tự.

Tuy nhiên, hợp chất polyiso(thio)xyanat không bị giới hạn chỉ ở những hợp chất ví dụ này. Hơn nữa, các hợp chất ví dụ này có thể được sử dụng một mình, hoặc trong hỗn hợp của hai hay nhiều loại của chúng.

Được ưu tiên trong số các hợp chất ví dụ này là 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan, 2,6-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan, bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, dixyclohexylmetan diisoxyanat, isophoron diisoxyanat,

1,3-bis(isoxyanatometyl)benzen, và $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametylxylylen diisoxyanat.

Hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat được sử dụng ở tỷ lệ nhóm SH /nhóm NCO(NCS) nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,3.

Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo sáng chế chủ yếu chứa hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat. Ngoài các hợp chất ở trên, các chất sau có thể được thêm vào mà không gây ra vấn đề gì, các thành phần tùy ý bao gồm chất xúc tác khác ngoài dibutyltin diclorua, chất bôi trơn phía trong khuôn, chất hấp thụ tia cực tím, và chất hóa xanh, nếu cần, nhờ vậy cải thiện đặc tính thực tế của vật liệu thu được. Ví dụ, ống kính trên cơ sở polyuretan có thể được sản xuất bằng cách polyme hóa hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat được phun cùng với các thành phần tùy ý khác, nếu cần, vào trong khuôn ống kính.

Ví dụ được ưu tiên của chất hấp thụ tia cực tím bao gồm hợp chất gốc benzotriazol. Ví dụ cụ thể về hợp chất đặc biệt được ưu tiên bao gồm: 2-(2-hydroxy-5-metylphenyl)-2H-benzotriazol; 5-clo-2-(3,5-di-tert-butyl-2-hydroxyphenyl)-2H-benzotriazol; 2-(3-tert-butyl-2-hydroxy-5-metylphenyl)-5-clo-2H-benzotriazol; 2-(3,5-di-tert-pentyl-2-hydroxyphenyl)-2H-benzotriazol; 2-(3,5-di-tert-butyl-2-hydroxyphenyl)-2H-benzotriazol; 2-(2-hydroxy-4-octyloxyphenyl)-2H-benzotriazol; và 2-(2-hydroxy-5-tert-octylphenyl)-2H-benzotriazol. Ví dụ được ưu tiên của chất làm xanh bao gồm hợp chất gốc anthraquinon.

Hơn nữa, khi khó lấy ra từ khuôn, chế phẩm được polyme hóa dùng cho vật liệu quang học theo sáng chế, chất nhả khuôn phía trong hoặc phía ngoài đã biết có thể được sử dụng hoặc thêm vào để cải thiện tính chất nhả khuôn của vật liệu được đóng rắn thu được. Ví dụ về chất nhả khuôn bao gồm: chất hoạt động bề mặt gốc flo không phải ion; chất hoạt động bề mặt gốc silicon không ion; phosphat este; este của axit phosphat; este của axit phosphat dạng oxyalkylen; muối kim loại kiềm của este của axit phosphat; muối kim loại kiềm của este của axit phosphat dạng oxyalkylen; muối kim loại của axit béo cao; este của axit béo cao; parafin; sáp; amit béo cao; rượu béo cao; polysiloxan; và sản phẩm cộng amin etylen oxit béo. Các hợp chất ví dụ này có thể được sử dụng một mình, hoặc trong hỗn hợp của hai hay nhiều loại của nó. Lượng chất tháo khuôn được thêm vào nói chung là 0,0001% theo khối lượng đến 5% theo khối lượng liên quan đến tổng lượng

chế phẩm dùng cho vật liệu quang học. Theo sáng chế, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học chứa este của axit phosphat.

Hơn nữa, mục đích cải thiện tính chất vật lý, tính hữu dụng, và tính phản ứng polyme hóa của nhựa gốc polyuretan, cũng có thể được thêm vào, ngoài hợp chất polythiol và hợp chất iso(thio)xyanat tạo thành nhựa uretan, một hoặc nhiều loại của hợp chất, vật liệu tạo uretan khác, như hợp chất hydro hoạt tính loại amin, hợp chất epoxy, hợp chất olefin, hợp chất cacbonat, hợp chất este, kim loại, oxit kim loại, hợp chất kim loại hữu cơ, và vô cơ.

Nói chung, vật liệu quang học làm từ nhựa gốc polyuretan được sản xuất bằng polyme hóa có xúc tác. Đặc biệt, hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat được trộn cùng nhau. Hỗn hợp dung dịch (chế phẩm có thể polyme hóa được) được khử bọt nếu cần bằng cách thích hợp và sau đó phun vào trong khuôn nhuộm của vật liệu quang học, được gia nhiệt dần từ nhiệt độ thấp đến nhiệt độ cao để polyme hóa. Sau đó, tháo khuôn để thu được vật liệu quang học.

Theo sáng chế, tốt hơn nếu chế phẩm dùng cho vật liệu quang học được xử lý loại khí trước. Xử lý loại khí được thực hiện dưới áp suất giảm, trước khi trộn, trong khi trộn hoặc sau khi trộn hợp chất có thể được cho phản ứng với một số hoặc tất cả các thành phần chế phẩm, chất xúc tác polyme hóa, và phụ gia. Tốt hơn nếu, xử lý khử bọt được thực hiện dưới áp suất giảm trong khi trộn hoặc sau khi trộn chúng. Thực hiện xử lý dưới các điều kiện áp suất giảm từ 0,001 torr đến 50 torr (0,13332 pa đến 6666,12 pa), trong 1 phút đến 24 giờ, ở 0°C đến 100°C. Độ chân không, tốt hơn là 0,005 torr đến 25 torr (0,6661 pa đến 3333,05 pa), và tốt hơn nữa là 0,01 torr đến 10 torr (1,3332 pa đến 1333,2 pa), có thể khác nhau trong khoảng này. Thời gian loại khí tốt hơn là từ 5 phút đến 18 giờ, và tốt hơn là từ 10 phút đến 12 giờ. Nhiệt độ loại khí, tốt hơn là 5°C đến 80°C, và tốt hơn nữa nếu 10°C đến 60°C, có thể thay đổi trong khoảng này. Trong xử lý loại khí, chế phẩm nhựa có thể được khuấy, thổi khí, rung bằng sóng siêu âm và tương tự, để làm mới bề mặt của chế phẩm nhựa và các bước thực hiện này tốt hơn là cải thiện tác dụng loại khí.

Hơn nữa, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học và/hoặc vật liệu thô tương ứng trước khi trộn có thể được lọc qua bộ lọc có kích thước lỗ khoảng 0,05µm đến 10µm hoặc để tinh sạch, để cải thiện chất lượng của vật liệu quang học theo sáng chế.

Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học đã trải qua phản ứng ở trên được bơm vào khuôn kính hoặc kim loại để polyme hóa và đóng rắn bằng nhiệt hoặc bằng bức xạ của tia năng lượng hoạt động như tia cực tím và sau đó tháo ra khỏi khuôn, bằng cách đó sản xuất ra vật liệu quang học. Tốt hơn là, chế phẩm dùng cho vật liệu quang học được polyme hóa và đóng rắn bằng nhiệt, bằng cách đó sản xuất ra vật liệu quang học. Trong trường hợp này, thời gian đóng rắn thường từ 0,1 giờ đến 200 giờ và tốt hơn là 1 giờ đến 100 giờ, và nhiệt độ đóng rắn thường là -10°C đến 160°C và tốt hơn là -10°C đến 140°C . Tiến hành polyme hóa bằng cách giữ nhiệt độ polyme hóa ở mức đã được xác định trước cho khoảng thời gian đã được xác định trước, tăng nhiệt độ ở tốc độ $0,1^{\circ}\text{C}/\text{giờ}$ đến $100^{\circ}\text{C}/\text{giờ}$ và hạ nhiệt độ ở tốc độ $0,1^{\circ}\text{C}/\text{giờ}$ đến $100^{\circ}\text{C}/\text{giờ}$, hoặc kết hợp của chúng. Ngoài ra, trong phương pháp sản xuất vật liệu quang học theo sáng chế, vật liệu được đóng rắn có thể được ủ ở nhiệt độ 50°C đến 150°C trong khoảng 10 phút đến 5 giờ hoặc sau khi polyme hóa, để loại bỏ tình trạng biến dạng của vật liệu quang học.

Nhựa gốc polyuretan được sản xuất bởi phương pháp theo sáng chế có trọng lượng nhẹ và rất tốt về độ bền chống va chạm, và cũng có tính pha màu tốt. Do đó, nhựa thích hợp để sử dụng trong các ứng dụng của vật liệu quang học như ống kính và lăng kính. Cụ thể là, nhựa đặc biệt thích hợp để sử dụng làm ống kính như mắt kính và ống kính camera.

Ngoài ra, vật liệu quang học, nếu cần, có thể được xử lý vật lý hoặc hóa học như mài nhẵn bề mặt, xử lý khử tĩnh điện, xử lý bao phủ cứng, xử lý bao phủ chống phản chiếu, xử lý nhuộm và xử lý ảnh màu, với mục đích để cải thiện, ví dụ, truyền tác dụng chống phản xạ, làm độ cứng cao, cải thiện tính chống mài mòn, cải thiện độ bền hóa học, tạo tính chất chống màng mờ và tạo tính thời trang.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế được mô tả chi tiết hơn thông qua các ví dụ. Tuy nhiên sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này. Thực hiện đánh giá thông qua các phương pháp sau.

Đường gợn: Chuẩn bị mười ống kính có đường kính thấu kính là 75mm có cường độ +10D, được quan sát bằng mắt thường thông qua phương pháp Schlieren. Được đánh

giá là rất tốt là trường hợp không có ống kính nào trong mười kính có đường gợn nào quan sát được trong đó, được đánh giá là tốt nếu chín trong mười kính không có đường gợn nào quan sát được, được đánh giá là khá tốt nếu 7 hoặc 8 trong số 10 kính không quan sát thấy đường gợn và được đánh giá là kém nếu 6 kính hoặc ít hơn không quan sát thấy đường gợn. Chỉ chấp nhận những trường hợp được đánh giá là rất tốt, tốt và khá tốt.

Thực hiện polyme hóa đóng rắn theo phương pháp sau.

(Phương pháp Polyme hóa A)

Trộn 52 phần theo khối lượng của 1,3-bis(isoxyanatometyl)benzen (sau đây gọi là hợp chất X), 0,05 phần theo khối lượng của chất xúc tác polyme hóa bao gồm dibutyltin diclorua và monobutyltin triclora, và 0,10 phần theo khối lượng của dioctyl phosphat và hòa tan ở 10°C đến 15°C. Tiếp theo, trộn 48 phần theo khối lượng của 1,2-bis[(2-mercaptoetyl)thio]-3-mercaptopropan (Hợp chất A) vào đó, sao cho thu được dung dịch đồng nhất. Dung dịch đồng nhất được trộn được khử bọt trong 1 giờ dưới 600 Pa, và sau đó lọc bằng bộ lọc PTFE 1µm. Bơm dung dịch đã lọc vào khuôn có đường kính 70mm và cường độ +5D, và polyme hóa ở nhiệt độ từ 40°C đến 130°C trong vòng 24 giờ. Sau đó, dỡ khuôn để thu được vật liệu quang học.

(Phương pháp polyme hóa B)

Trộn 51 phần theo khối lượng của 1,3-bis(isoxyanatometyl)benzen (Hợp chất X), 0,05 phần theo khối lượng của chất xúc tác polyme hóa bao gồm dibutyltin diclorua và monobutyltin triclora, và 0,10 phần theo khối lượng của dioctyl phosphat và hòa tan ở 10°C đến 15°C. Tiếp theo, trộn vào đó 49 phần theo khối lượng của bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol (Hợp chất B), để thu được dung dịch đồng nhất. Khử bọt dung dịch đồng nhất đã trộn trong 1 giờ trong 600 Pa, và sau đó lọc bằng bộ lọc PTFE 1µm. Bơm dung dịch đã lọc vào khuôn đường kính 70mm có cường độ + 5D, và polyme hóa ở nhiệt độ từ 40°C đến 130°C trong 24 giờ. Sau đó, dỡ khuôn để thu vật liệu quang học.

(Phương pháp polyme hóa C)

Trộn 50,6 phần theo khối lượng của hỗn hợp gồm 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan và 2,6-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan (sau đây gọi là hợp chất Y), 0,06 phần theo khối lượng của chất xúc tác polyme hóa gồm dibutyltin diclorua và monobutyltin triclora, và 0,12 phần theo khối lượng của dioctyl phosphat và hòa tan ở 10°C đến 15°C. Tiếp theo, trộn 25,5 phần theo khối lượng của 1,2-bis[(2-mercaptoetyl)thio]-3-mercaptopropan (Hợp chất A) và 23,9 phần theo khối lượng của pentaerythritol tetrakis(mercaptopropionat) (Hợp chất C), để thu được dung dịch đồng nhất. Khử bọt dung dịch đồng nhất đã trộn trong 1 giờ trong 600 Pa, và sau đó lọc bằng bộ lọc PTFE 1µm. Bơm dung dịch đã lọc vào khuôn đường kính 70mm có cường độ +5D, và polyme hóa ở nhiệt độ từ 40°C đến 130°C trong 24 giờ. Sau đó, dỡ khuôn để thu vật liệu quang học.

(Phương pháp polyme hóa D)

Trộn 50,6 phần theo khối lượng của hỗn hợp gồm 2,5-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan và 2,6-bis(isoxyanatometyl)-bixyclo[2.2.1]heptan (Hợp chất Y), 0,06 phần theo khối lượng của chất xúc tác polyme hóa bao gồm dibutyltin diclorua và monobutyltin triclora, và 0,12 phần theo khối lượng của dioctyl phosphat và hòa tan ở 10°C đến 15°C. Tiếp theo, trộn vào đó 25,5 phần theo khối lượng của bis(mercaptometyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol (Hợp chất B) và 23,9 phần theo khối lượng của pentaerythritol tetrakis(mercaptopropionat) (Hợp chất C), để thu được dung dịch đồng nhất. Khử bọt dung dịch đồng nhất đã trộn trong 1 giờ trong 600 Pa, và sau đó lọc bằng bộ lọc PTFE 1µm. Bơm dung dịch đã lọc vào khuôn đường kính 70mm có cường độ +5D, và polyme hóa ở nhiệt độ từ 40°C đến 130°C trong 24 giờ. Sau đó, dỡ khuôn để thu vật liệu quang học.

(Chuẩn bị chất xúc tác polyme hóa)

Chưng cất chất xúc tác polyme hóa chứa dibutyltin diclorua 94,0% theo khối lượng và monobutyltin triclora 6,0% theo khối lượng dưới 0,1 torr đến 50 torr (13,332 pa đến 6666,12 pa) ở 50°C đến 200°C trong 0,5 giờ đến 48 giờ, bằng cách đó điều chế chất xúc

tác polyme hóa lần lượt chứa monobutyltin trichlorua 0,4% theo khối lượng, 0,9% theo khối lượng, hoặc 2,8% theo khối lượng (hàm lượng được đo bằng sắc ký khí).

(Ví dụ 1)

Sử dụng chất xúc tác polyme hóa chứa dibutyltin diclorua 99,6% theo khối lượng và monobutyltin trichlorua 0,4% theo khối lượng, thực hiện đóng rắn bằng phương pháp polyme hóa A. Kết quả đánh giá là rất tốt nếu ngăn chặn được đường gợn. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 1.

(Ví dụ 2 đến 4)

Sử dụng chất xúc tác polyme hóa chứa dibutyltin diclorua 99,6% theo khối lượng và monobutyltin trichlorua 0,4% theo khối lượng, thực hiện đóng rắn bằng phương pháp polyme hóa được thể hiện trong bảng 1. Bảng 1 thể hiện kết quả đánh giá.

(Ví dụ 5 đến 8)

Sử dụng chất xúc tác polyme hóa chứa dibutyltin diclorua 99,1% theo khối lượng và monobutyltin trichlorua 0,9% theo khối lượng, thực hiện đóng rắn bằng phương pháp polyme hóa được thể hiện trong bảng 1. Bảng 1 thể hiện kết quả đánh giá.

(Ví dụ so sánh 1 đến 4)

Sử dụng chất xúc tác polyme hóa chứa dibutyltin diclorua 94,0% theo khối lượng và monobutyltin trichlorua 6,0% theo khối lượng, thực hiện đóng rắn bằng phương pháp polyme hóa được thể hiện trong bảng 1. Bảng 1 thể hiện kết quả đánh giá.

[Bảng 1]

Ví dụ	Bu ₂ SnCl ₂ / BuSnCl ₃ (tỷ lệ khối lượng)	Hàm lượng monobutyltin trichlorua trong chất xúc tác polyme hóa (% theo khối lượng)	Phương pháp polyme hóa	Đường gọn
Ví dụ 1	99,6/0,4	0,4	A	Rất tốt
Ví dụ 2	99,6/0,4	0,4	B	Rất tốt
Ví dụ 3	99,6/0,4	0,4	C	Rất tốt
Ví dụ 4	99,6/0,4	0,4	D	Rất tốt
Ví dụ 5	99,1/0,9	0,9	A	Tốt
Ví dụ 6	99,1/0,9	0,9	B	Tốt
Ví dụ 7	99,1/0,9	0,9	C	Tốt
Ví dụ 8	99,1/0,9	0,9	D	Tốt
Ví dụ so sánh 1	94,0/6,0	6,0	A	Kém
Ví dụ so sánh 2	94,0/6,0	6,0	B	Kém
Ví dụ so sánh 3	94,0/6,0	6,0	C	Kém
Ví dụ so sánh 4	94,0/6,0	6,0	D	Kém

Từ kết quả được thể hiện trong bảng 1, việc sử dụng chất xúc tác polyme hóa có tỷ lệ khối lượng dibutyltin diclorua so với monobutyltin trichlorua 99,0/1,0 đến 100,0/0,0 có khả năng ngăn chặn xảy ra đường gợn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học, chế phẩm này bao gồm:

chất xúc tác polyme hoá có tỷ lệ khối lượng dibutyltin diclorua so với monobutyltin trichlorua là từ 99,0/1,0 đến 100,0/0,0 và chứa dibutyltin diclorua là 99,0% theo khối lượng hoặc nhiều hơn nhưng không quá 99,99% theo khối lượng và monobutyltin trichlorua là 0,01% theo khối lượng hoặc nhiều hơn nhưng không quá 1,0% theo khối lượng;

hợp chất polythiol;

hợp chất polyiso(thio)xyanat; và

este của axit phosphat,

trong đó hợp chất polythiol là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm:

1,2-bis[(2-mercaptoethyl)thio]-3-mercaptopropan; bis(mercaptomethyl)-3,6,9-trithia-1,11-undecandithiol; pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat); bis(mercaptomethyl)sulfua; 1,3-bis(mercaptomethyl)benzen; và 1,1,3,3-tetrakis(mercaptomethylthio)propan, và

trong đó hợp chất polythiol và hợp chất polyiso(thio)xyanat được sử dụng với tỷ lệ nhóm SH/nhóm NCO(NCS) nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,3.

2. Chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm 1, trong đó hợp chất polyiso(thio)xyanat là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm: 2,5-bis(isoxyanatomethyl)-bixyclo[2.2.1]heptan; 2,6-bis(isoxyanatomethyl)-bixyclo[2.2.1]heptan; bis(isoxyanatomethyl)xyclohexan; dioxyclohexylmetan diisoxyanat; isophoron diisoxyanat; 1,3-bis(isoxyanatomethyl)benzen; và $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametylxylilen diisoxyanat.

3. Vật liệu quang học thu được bằng cách polyme hoá chế phẩm dùng cho vật liệu quang học theo điểm 1.

4. Vật liệu quang học theo điểm 3, trong đó chế phẩm dùng cho vật liệu quang học được ủ sau khi polyme hoá.