

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0033426

(43) 공개일자 2020년03월30일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08K 5/378 (2006.01) C08G 18/18 (2006.01)

C08G 18/38 (2006.01) C08G 18/64 (2006.01)

C08G 75/20 (2016.01) G02B 1/04 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C08K 5/378 (2013.01)

C08G 18/1875 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2018-0112651

(22) 출원일자 2018년09월20일

심사청구일자 없음

(71) 출원인

주식회사 케이오씨솔루션

대전광역시 유성구 엑스포로339번길 10-26 (문지동)

(72) 발명자

장동규

대전광역시 서구 청사로 281, 샘머리아파트 222동 804호 (둔산동)

노수균

대전광역시 유성구 관평1로 12, 706동 405호(관평동, 대덕테크노밸리7단지아파트)

(74) 대리인

유병선

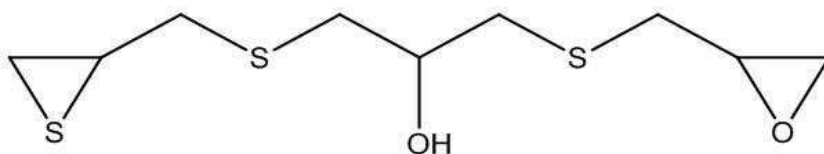
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 에피설파이드계 고굴절 광학재료용 경화속도 조절제와 이를 이용한 광학재료용 조성물 및 광학재료의 제조방법

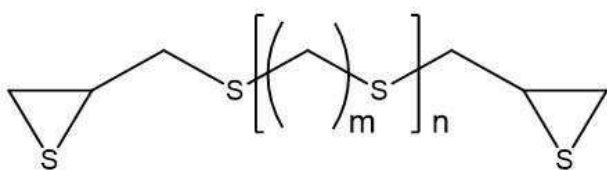
(57) 요약

본 발명은 에피설파이드계 고굴절 광학재료에서 나타나는 맥리, 색상 및 열안정성 문제를 해결할 수 있는 에피설파이드계 고굴절 광학재료용 경화속도 조절제와 이를 포함하는 광학재료용 조성물 및 광학재료의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에서는, 아래 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물을 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 경화속도 조절제를 제공한다. 또한, 아래 화학식 2로 표시되는 에피설파이드 화합물과 상기 경화속도 조절제 등을 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물을 제공한다.

[화학식 1]



[화학식 2]



(52) CPC특허분류

C08G 18/3855 (2013.01)

C08G 18/6453 (2013.01)

C08G 75/20 (2013.01)

G02B 1/04 (2013.01)

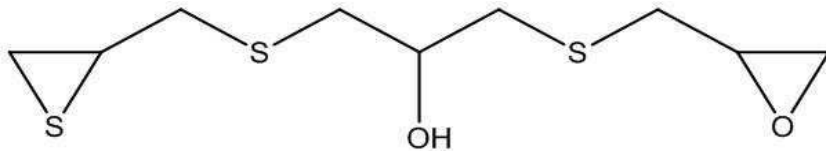
명세서

청구범위

청구항 1

아래 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물을 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 경화속도 조절제.

[화학식 1]



청구항 2

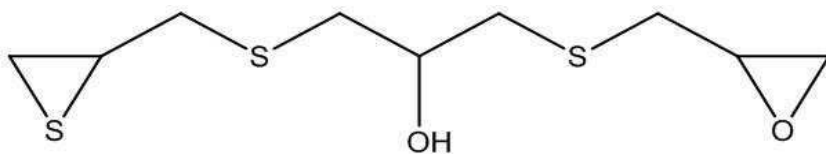
아래 화학식 2로 표시되는 에피설파이드 화합물,

아래 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물,

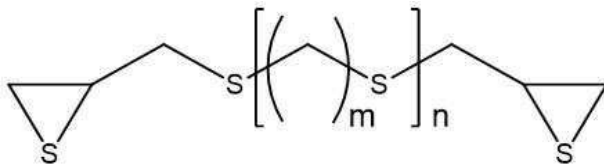
폴리티올 화합물 및

중합촉매를 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물.

[화학식 1]



[화학식 2]



(식 중에서 m은 0~4의 정수이며, n은 0~2의 정수이다.)

청구항 3

제2항에 있어서,

황을 더 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물.

청구항 4

제2항에 있어서,

폴리이소시아네이트 화합물을 더 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물.

청구항 5

제2항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

주석할로젠 화합물을 중합조절제로 더 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 주석할로젠 화합물은 디부틸주석디클로라이드, 디메틸주석디클로라이드 중 어느 하나 또는 여기에 모노메틸주석트리클로라이드가 0.1~3.5중량%로 소량 포함된 것을 특징으로 하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물.

청구항 7

제2항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물을 0.01~5중량%로 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물.

청구항 8

제2항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 중합 촉매는, 아민, 제4급 암모늄염, 제4급 포스포늄염, 제3급 술포늄염, 제2급 요오드늄염, 포스핀 화합물 중에서 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물.

청구항 9

제5항에 있어서,

상기 중합 촉매는, 제4급 포스포늄염이며, 테트라-n-부틸포스포늄브로마이드, 테트라페닐포스포늄브로마이드 중 어느 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물.

청구항 10

제2항 내지 제4항 중 어느 한 항의 조성물을 중합시키는 것을 포함하는, 에피설파이드계 고굴절 광학재료의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 에피설파이드계 고굴절 광학재료에 관한 것으로, 특히 에피설파이드계 고굴절 광학재료에서 나타나는 맥리와 색상 및 열안정성 문제를 해결할 수 있는 에피설파이드계 고굴절 광학재료용 경화속도 조절제와 이를 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물 및 광학재료의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 플라스틱 렌즈는 가볍고 내충격성이 좋고 착색이 용이하여, 근래 대부분의 안경렌즈에 플라스틱 렌즈가 사용되고 있다. 플라스틱 안경렌즈는 경량성, 고투명성, 낮은 황색도, 내열성, 내광성, 강도를 높이는 방향으로 발전되어 왔다.

[0003] 한국등록특허 10-0681218호에서는 에피설파이드계 플라스틱 렌즈를 제안하고 있다. 에피설파이드계 렌즈는 고굴절률이지만서도 고아베수를 갖는 우수한 성질이 있으나, 인장강도, 압축강도, 착색성, 하드 접착력, 생산성 등의 면에서 문제가 많다. 이러한 문제점을 해결하기 위하여 두 종류의 서로 다른 성질의 수지를 공중합하는 방법, 즉 에피설파이드 화합물과 폴리티올 화합물 또는 여기에 폴리아소시아네이트 화합물을 함께 공중합하는 방법이 한국등록특허 10-0417985호, 일본공개특허 평11-352302호 등에서 제안되었다.

[0004] 최근에는 에피설파이드 화합물을 포함하는 에피설파이드계 렌즈에서 굴절율을 더욱 높여 1.71 이상의 초고굴절률과 고아베수를 달성하기 위해, 에피설파이드 화합물에 황 원자나 셀레늄 원자 등의 무기 화합물을 배합하는 광학재료용 조성물이 제안되었다(일본 공개특허 2001-2783).

[0005] 그러나 1.67 이상의 에피설파이드계 고굴절 렌즈에서는 종종 맥리가 나타나고 색상 및 열안정성이 떨어지는 문제가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0006] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허공보 10-0417985
(특허문헌 0002) 일본 공개특허공보 특개평 11-352302
(특허문헌 0003) 일본 공개특허공보 2001-2783
(특허문헌 0004) 대한민국 공개특허공보 10-2014-0122721

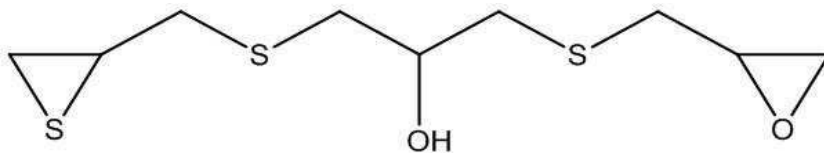
발명의 내용

해결하려는 과제

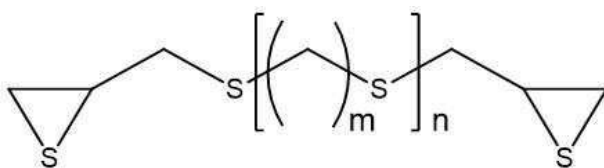
- [0007] 에피설파이드계 고굴절 광학렌즈에서는 종종 맥리가 발생하고 색상 및 열안정성 문제가 나타나는데, 이러한 문제는 렌즈의 품질을 떨어뜨리고 생산성을 저하시키며 상품화에 지장을 초래한다. 에피설파이드계 고굴절 광학렌즈에서 나타나는 이러한 문제는 상당부분 불안정한 경화속도에서 기인한다.
- [0008] 본 발명에서는 에피설파이드 화합물을 포함하는 광학재료용 조성물에 특정 화합물을 포함시킴으로써 이러한 문제를 해결하고자 한다. 본 발명의 목적은 에피설파이드계 고굴절 광학렌즈에서 종종 나타나는 맥리 발생과 색상 및 열안정성 문제를 해결할 수 있는 경화속도 조절제를 제공하는 것이다. 또한, 이 경화속도 조절제를 이용하여 품질과 열안정성이 좋고 에피설파이드계 광학재료를 높은 생산성으로 얻을 수 있는 광학재료용 조성물과 광학재료의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0009] 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 본 발명에서는,
- [0010] 아래 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물을 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 경화속도 조절제를 제공한다.
- [0011] 또한, 본 발명에서는,
- [0012] 아래 화학식 2로 표시되는 에피설파이드 화합물,
- [0013] 아래 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물,
- [0014] 폴리티올 화합물 및
- [0015] 중합촉매를 포함하는 에피설파이드계 광학재료용 조성물을 제공한다.
- [0016] [화학식 1]



- [0017]
- [0018] [화학식 2]



- [0019]
- [0020] (식 중에서 m은 0~4의 정수이며, n은 0~2의 정수이다.)
- [0021] 상기 에피설파이드계 광학재료용 조성물은 황을 더 포함할 수 있다.

- [0022] 상기 에피설파이드계 광학재료용 조성물은 폴리이소시아네이트 화합물을 더 포함할 수 있다.
- [0023] 상기 에피설파이드계 광학재료용 조성물은, 주석할로젠 화합물을 중합조절제로 더 포함할 수 있다.
- [0024] 또한, 본 발명에서는 상기 에피설파이드계 광학재료용 조성물을 중합시키는 것을 포함하는, 에피설파이드계 고굴절 광학재료의 제조방법을 제공한다.

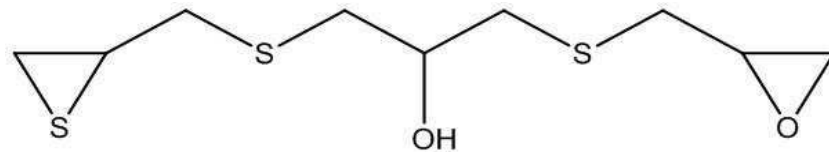
발명의 효과

- [0025] 본 발명에서 제공하는 화학식 1 에피설파이드 화합물을 포함하는 경화속도 조절제는, 에피설파이드계 고굴절 광학렌즈에서 종종 나타나는 맥리 발생과 색상 및 열안정성 문제를 해결할 수 있다. 또한, 이 경화속도 조절제를 에피설파이드계 광학재료용 조성물에 포함시킴으로써 비교적 간단한 방법으로 에피설파이드계 고굴절 광학렌즈에서 나타나는 맥리, 색상 및 열안정성 문제를 해결하고, 높은 생산성으로 렌즈 품질과 열안정성이 좋은 에피설파이드계 광학재료를 얻을 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

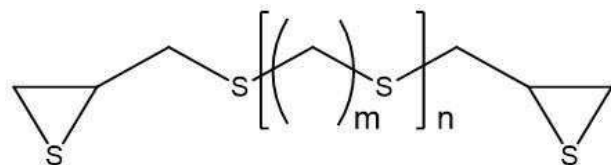
- [0026] 본 발명에서 '고굴절'은 특별히 한정하지 않으면 1.67 이상부터 통상 초고굴절로 지칭되는 1.71 이상까지 모두 포함하는 의미이다. 한정되는 것은 아니나 보통 굴절률 1.67에서 1.77 범위가 여기에 해당된다.
- [0027] 본 발명에서는 아래 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물을 에피설파이드계 광학재료용 경화속도 조절제로 제공한다.

화학식 1



- [0028]
- [0029] 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물을 에피설파이드계 광학재료용 조성물에 경화속도 조절제로 소량 포함시켜 사용함으로써 맥리, 색상 및 열안정성 면에서 더 좋은 광학재료를 얻을 수 있다. 본 발명에서는 상기 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물이, 상기 화학식 2로 표시되는 에피설파이드 화합물의 합성 과정에서 생성되어 소량 산입되는 경우가 있으며, 연구를 진전한 결과 이 화합물이 포함될 때와 그렇지 않을 때가 중합반응의 안정성에 차이가 있음을 알게 되었다. 특히 화학식 1 화합물은 화학식 2 화합물을 주성분으로 하는 광학재료용 조성물의 중합과정에서 맥리 발생과 제조된 렌즈의 색상 및 열안정성에 상당한 영향을 미쳤다. 화학식 1 화합물이 일정 범위로 포함될 때가 전혀 포함하지 않거나 일정 범위 이상으로 포함하는 경우에 비해 확연히 맥리가 없고 색상 및 열안정성이 좋았다. 바람직하게는 화학식 1 화합물은 에피설파이드계 광학재료용 조성물 중에 0.01~5중량%로 포함시켜 사용할 수 있으며, 보다 바람직하게는 0.05~4.5중량%, 더욱 바람직하게는 0.1~3중량%로 포함시켜 사용할 수 있다.
- [0030] 본 발명의 에피설파이드계 광학재료용 조성물은, 아래 화학식 2로 표시되는 에피설파이드 화합물, 상기 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물, 폴리티올 화합물 및 중합촉매를 포함한다.

화학식 2



- [0031]
- [0032] (식 중에서 m은 0~4의 정수이며, n은 0~2의 정수이다.)

- [0033] 상기 화학식 2로 표시되는 에피설파이드 화합물은, 에피설파이드계 광학재료용 조성물의 주성분이다. 상기 화학식 2 에피설파이드 화합물은, 예를 들어, 비스(2,3-에피티오프로필)설파이드, 비스(2,3-에피티오프로필)디설파이드, 2,3-에폭시프로필(2,3-에피티오프로필)디설파이드, 2,3-에폭시프로필(2,3-에피티오프로필)설파이드, 1,3 및 1,4-비스(β -에피티오프로필티오)시클로헥산, 1,3 및 1,4-비스(β -에피티오프로필티오메틸)시클로헥산, 비스[4-(β -에피티오프로필티오)시클로헥실]메탄, 2,2-비스[4-(β -에피티오프로필티오)시클로헥실]프로판, 비스[4-(β -에피티오프로필티오)시클로헥실]설파이드 등의 지환족골격을 갖는 에피설파이드화합물; 1,3 및 1,4-비스(β -에피티오프로필티오메틸)벤젠, 비스[4-(β -에피티오프로필티오)페닐]메탄, 2,2-비스[4-(β -에피티오프로필티오)페닐]프로판, 비스[4-(β -에피티오프로필티오)페닐]설파이드, 비스[4-(β -에피티오프로필티오)페닐]설펜, 4,4-비스(β -에피티오프로필티오)비페닐 등의 방향족골격을 갖는 에피설파이드 화합물; 2,5-비스(β -에피티오프로필티오메틸)-1,4-디티안, 2,5-비스(β -에피티오프로필티오에틸티오메틸)-1,4-디티안, 2,5-비스(β -에피티오프로필티오에틸)-1,4-디티안, 2,3,5-트리(β -에피티오프로필티오에틸)-1,4-디티안 등의 디티안사슬 골격을 갖는 에피설파이드화합물; 2-(2- β -에피티오프로필티오에틸티오)-1,3-비스(β -에피티오프로필티오)프로판, 1,2-비스[(2- β -에피티오프로필티오에틸)티오]-3-(β -에피티오프로필티오)프로판, 테트라키스(β -에피티오프로필티오메틸)메탄, 1,1,1-트리스(β -에피티오프로필티오메틸)프로판, 비스-(β -에피티오프로필)설파이드 등의 지방족 골격을 갖는 에피설파이드화합물 등이 될 수 있다. 이외에도 에피설파이드화합물로 에피설파이드기를 가진 화합물의 염소 치환체, 브롬 치환체 등의 할로젠 치환체, 알킬 치환체, 알콕시 치환체, 니트로 치환체나 폴리티올과의 프리폴리머형 변성체 등도 사용될 수 있다.
- [0034] 상기 에피설파이드 화합물로, 바람직하게는, 비스(2,3-에피티오프로필)설파이드, 비스(2,3-에피티오프로필)디설파이드, 2,3-에폭시프로필(2,3-에피티오프로필)설파이드, 2,3-에폭시프로필(2,3-에피티오프로필)디설파이드, 1,3 및 1,4-비스(β -에피티오프로필티오)시클로헥산, 1,3 및 1,4-비스(β -에피티오프로필티오메틸)시클로헥산, 2,5-비스(β -에피티오프로필티오메틸)-1,4-디티안, 2,5-비스(β -에피티오프로필티오에틸티오메틸)-1,4-디티안, 2-(2- β -에피티오프로필티오에틸티오)-1,3-비스(β -에피티오프로필티오)프로판 중 1종 이상을 사용할 수 있다.
- [0035] 상기 광학재료용 조성물에서, 화학식 1로 표시되는 에피설파이드 화합물은, 별도로 합성하여 첨가하거나, 화학식 2로 표시되는 에피설파이드 화합물의 합성과정에서 생성되어 산입되는 양을 조절함으로써, 조성물 중에 적당량으로 포함시킬 수 있다. 바람직하게는 화학식 1 에피설파이드 화합물은 광학재료용 조성물 중에 0.01~5중량%로 포함된다. 보다 바람직하게는 0.05~4.5중량%로 포함되며, 더욱 바람직하게는 0.1~3중량%로 포함될 수 있다.
- [0036] 상기 폴리티올화합물은, 특별히 한정되지 않고 최소한 1개 이상의 티올기를 가진 화합물이면 1종 또는 2종 이상을 혼합하여 사용할 수 있다. 바람직하게는, 비스(2-메르캅토에틸)설파이드, 4-메르캅토메틸-1,8-디메르캅토-3,6-디티아옥탄, 2,3-비스(2-메르캅토에틸티오)프로판-1-티올, 2,2-비스(메르캅토메틸)-1,3-프로판디티올, 테트라키스(메르캅토메틸)메탄; 2-(2-메르캅토에틸티오)프로판-1,3-디티올, 2-(2,3-비스(2-메르캅토에틸티오)프로필티오)에탄티올, 비스(2,3-디메르캅토프로판닐)설파이드, 비스(2,3-디메르캅토프로판닐)디설파이드, 1,2-비스(2-메르캅토에틸티오)-3-메르캅토프로판, 1,2-비스(2-(2-메르캅토에틸티오)-3-메르캅토프로필티오)에탄, 비스(2-(2-메르캅토에틸티오)-3-메르캅토프로필)설파이드, 비스(2-(2-메르캅토에틸티오)-3-메르캅토프로필)디설파이드, 2-(2-메르캅토에틸티오)-3-2-메르캅토-3-[3-메르캅토-2-(2-메르캅토에틸티오)-프로필티오]프로필티오-프로판-1-티올, 2,2-비스-(3-메르캅토-프로피오닐옥시메틸)-부틸 에스테르, 2-(2-메르캅토에틸티오)-3-(2-(2-[3-메르캅토-2-(2-메르캅토에틸티오)-프로필티오]에틸티오)에틸티오)프로판-1-티올, (4R,11S)-4,11-비스(메르캅토메틸)-3,6,9,12-테트라티아테트라데칸-1,14-디티올, (S)-3-((R-2,3-디메르캅토프로필)티오)프로판-1,2-디티올, (4R,14R)-4,14-비스(메르캅토메틸)-3,6,9,12,15-펜타티아헵타데칸-1,17-디티올, (S)-3-((R-3-메르캅토-2-(2-메르캅토에틸)티오)프로필)티오)프로필)티오)-2-((2-메르캅토에틸)티오)프로판-1-티올, 3,3'-디티오비스(프로판-1,2-디티올), (7R,11S)-7,11-비스(메르캅토메틸)-3,6,9,12,15-펜타티아헵타데칸-1,17-디티올, (7R,12S)-7,12-비스(메르캅토메틸)-3,6,9,10,13,16-헥사티아옥타데칸-1,18-디티올, 5,7-디메르캅토메틸-1,11-디메르캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 4,7-디메르캅토메틸-1,11-디메르캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 4,8-디메르캅토메틸-1,11-디메르캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 펜타에리트리톨 테트라키스(3-메르캅토프로피오네이트), 트라이메틸올 프로판 트리스(3-메르캅토프로피오네이트), 펜타에리트리톨 테트라키스(2-메르캅토아세테이트), 비스펜타에리트리톨-에테르-헥사키스(3-메르캅토프로피오네이트), 1,1,3,3-테트라키스(메르캅토메틸티오)프로판, 1,1,2,2-테트라키스(메르캅토메틸티오)에탄, 4,6-비스(메르캅토메틸티오)-1,3-디티안 및 2-(2,2-비스(메르캅토디메틸티오)에틸)-1,3-디티안 중에서 선택된 1종 이상을 사용할 수 있다. 이외에도 1개 이상의 티올기를 가진 화합물이면 1종 또는 2종 이상을 혼합하여 사용할 수 있다. 또한 폴리티올화합물에 이소시아네이트나 에피설파이드 화합물, 티에탄 화합물 또는 수지개질제로 불포화 결합을 가진 화합물과의 예비중합에

서 얻어진 중합 변성체도 사용이 가능하다.

- [0037] 폴리테리올화합물로, 특히 바람직하게는, 비스(2-메르캅토에틸)설펜아이드 또는 4-메르캅토메틸-1,8-디메르캅토-3,6-디티아옥탄 또는 여기에 다른 폴리테리올화합물을 1종 이상 혼합하여 사용할 수 있다.
- [0038] 폴리테리올은 바람직하게는 상기 광학재료용 조성물 중에 1~15중량% 포함될 수 있으며, 보다 바람직하게는 4~13중량%, 더욱 바람직하게는 5~11중량% 포함될 수 있다.
- [0039] 상기 중합촉매는, 바람직하게는 아민, 제4급 암모늄염, 제4급 포스포늄염, 제3급 술포늄염, 제2급 요오드늄염, 포스핀 화합물 중에서 선택된 1종 이상을 사용한다. 보다 바람직하게는 제4급 암모늄염, 제4급 포스포늄염, 포스핀 화합물 중에서 선택된 1종 이상을 사용할 수 있다. 제4급 암모늄염으로는, 예를 들어, 테트라-n-부틸암모늄브로마이드, 테트라페닐암모늄브로마이드, 트리에틸벤질암모늄클로라이드, 세틸디메틸벤질암모늄클로라이드, 1-n-도데실피리디늄클로라이드 등을 사용할 수 있다. 제4급 포스포늄염으로는, 예를 들어, 테트라-n-부틸포스포늄브로마이드, 테트라페닐포스포늄브로마이드 등을 사용할 수 있다. 포스핀 화합물로는 트리페닐포스핀 등을 사용할 수 있다. 특히 바람직하게는 상기 중합촉매는 제4급 포스포늄염이며, 테트라-n-부틸포스포늄브로마이드, 테트라페닐포스포늄브로마이드 중 어느 하나를 포함한다. 이들 중합 촉매는 단독으로 사용하거나 2종 이상을 혼합하여 사용할 수 있다.
- [0040] 상기 에피설펜아이드계 광학재료용 조성물은 황을 더 포함할 수 있다. 황을 더 포함할 경우 굴절률을 1.71 이상의 초고굴절로 높일 수 있다. 조성물에 포함되는 황은 바람직하게는 순도 98% 이상이다. 98% 미만의 경우, 불순물의 영향으로 광학재료의 투명도가 떨어질 수 있다. 황의 순도는 보다 바람직하게는 99.0% 이상이며, 특히 바람직하게는 99.5% 이상이다. 통상 상업적으로 입수 가능한 황은 형상이나 정제법의 차이에 의해 구분되는데, 미분황, 콜로이드황, 침강황, 결정황, 승화황 등이 있다. 본 발명에서는, 순도 98% 이상이면 어떤 황이나 사용 가능하다. 바람직하게는, 광학재료용 조성물 제조시 용해가 용이한 미세입자의 미분황을 사용할 수 있다. 조성물 중 황의 함유량은, 바람직하게는 상기 광학재료용 조성물 전체 중량 중 1~40중량%이며, 보다 바람직하게는 2~30중량%, 가장 바람직하게는 3~22중량%이다.
- [0041] 상기 에피설펜아이드계 광학재료용 조성물은 폴리이소시아네이트 화합물을 더 포함할 수 있다. 폴리이소시아네이트 화합물은, 특별히 한정되지 않고 최소한 1개 이상의 이소시아네이트 기 및/또는 이소티오시아네이트 기를 가진 화합물이 사용될 수 있다. 예를 들어, 2,2-디메틸헥사탄다이소시아네이트, 2,2,4-트리메틸헥사탄다이소시아네이트, 부텐다이소시아네이트, 1,3-부타디엔-1,4-다이소시아네이트, 헥사메틸렌다이소시아네이트, 2,4,4-트리메틸헥사메틸렌다이소시아네이트, 1,6,11-운데칸트리이소시아네이트, 1,3,6-헥사메틸렌트리이소시아네이트, 1,8-다이소시아네이트-4-이소시아네이트도메틸옥탄, 비스(이소시아네이트도메틸)카보네이트, 비스(이소시아네이트도메틸)에테르 등의 지방족 이소시아네이트 화합물; 이소프로판다이소시아네이트, 1,2-비스(이소시아네이트도메틸)시클로헥산, 1,3-비스(이소시아네이트도메틸)시클로헥산, 1,4-비스(이소시아네이트도메틸)시클로헥산, 디시클로헥실메탄다이소시아네이트, 시클로헥산다이소시아네이트, 메틸시클로헥산다이소시아네이트, 디시클로헥실디메틸메탄다이소시아네이트, 2,2-디메틸디시클로헥실메탄다이소시아네이트 등의 지환족 이소시아네이트 화합물; 자일릴렌다이소시아네이트(XDI), 비스(이소시아네이트도메틸)벤젠, 비스(이소시아네이트도프로필)벤젠, 비스(이소시아네이트도부틸)벤젠, 비스(이소시아네이트도메틸)나프탈렌, 비스(이소시아네이트도메틸)디페닐에테르, 페닐렌다이소시아네이트, 에틸페닐렌다이소시아네이트, 이소프로필페닐렌다이소시아네이트, 디메틸페닐렌다이소시아네이트, 디에틸페닐렌다이소시아네이트, 디이소프로필페닐렌다이소시아네이트, 트리메틸벤젠트리이소시아네이트, 벤젠트리이소시아네이트, 디페닐다이소시아네이트, 톨루이딘다이소시아네이트, 4,4'-디페닐메탄다이소시아네이트, 3,3'-디메틸디페닐메탄-4,4'-다이소시아네이트, 비벤질-4,4'-다이소시아네이트, 비스(이소시아네이트도페닐)에틸렌, 3,3'-디메톡시비페닐-4,4'-다이소시아네이트, 헥사히드로벤젠다이소시아네이트, 헥사히드로디페닐메탄-4,4'-다이소시아네이트 등의 방향족 이소시아네이트 화합물; 비스(이소시아네이트도메틸)설펜아이드, 비스(이소시아네이트도프로필)설펜아이드, 비스(이소시아네이트도헥실)설펜아이드, 비스(이소시아네이트도메틸)설펜, 비스(이소시아네이트도메틸)디설펜아이드, 비스(이소시아네이트도프로필)디설펜아이드, 비스(이소시아네이트도메틸티오)메탄, 비스(이소시아네이트도메틸티오)메탄, 비스(이소시아네이트도메틸티오)에탄, 비스(이소시아네이트도메틸티오)에탄, 1,5-다이소시아네이트-2-이소시아네이트도메틸-3-티아헥탄 등의 함황 지방족 이소시아네이트 화합물; 디페닐설펜아이드-2,4-다이소시아네이트, 디페닐설펜아이드-4,4'-다이소시아네이트, 3,3'-디메톡시-4,4'-다이소시아네이트도디벤질티오에테르, 비스(4-이소시아네이트도메틸벤젠)설펜아이드, 4,4'-메톡시벤젠티오에틸렌글리콜-3,3'-다이소시아네이트, 디페닐디설펜아이드-4,4'-다이소시아네이트, 2,2'-디메틸디페닐디설펜아이드-5,5'-다이소시아네이트, 3,3'-디메틸디페닐디설펜아이드-5,5'-다이소시아네이트, 3,3'-디메틸디페닐디설펜아이드-6,6'-다이소시아네이트, 4,4'-디메틸디페닐디설펜아이드-5,5'-다이소시아네이트, 3,3'-디메톡시디페닐디설펜아이드-4,4'-다이소시아네이트, 4,4'-디메톡

시디페닐디설파이드-3,3'-디이소시아네이트 등의 함황 방향족 이소시아네이트 화합물; 2,5-디이소시아네이트 디옥센, 2,5-비스(이소시아네이트메틸)티오펜, 2,5-디이소시아네이트테트라히드로티오펜, 2,5-비스(이소시아네이트메틸)테트라히드로티오펜, 3,4-비스(이소시아네이트메틸)테트라히드로티오펜, 2,5-디이소시아네이트-1,4-디티안, 2,5-비스(이소시아네이트메틸)-1,4-디티안, 4,5-디이소시아네이트-1,3-디티오란, 4,5-비스(이소시아네이트메틸)-1,3-디티오란, 4,5-비스(이소시아네이트메틸)-2-메틸-1,3-디티오란 등의 함황 복소환 이소시아네이트 화합물 중에서 선택된 1종 또는 2종 이상의 화합물이 사용될 수 있다. 이외에도 최소한 1개 이상의 이소시아네이트 기 및/또는 이소티오시아네이트 기를 가진 화합물이면 1종 또는 2종 이상을 혼합 사용할 수 있다. 또한, 이들 이소시아네이트 화합물의 염소 치환체, 브롬 치환체 등의 할로겐 치환체, 알킬 치환체, 알콕시 치환체, 니트로 치환체나, 다가 알코올 혹은 티올과의 프리폴리머형 변성체, 카르보디이미드 변성체, 우레아 변성체, 뷰렛 변성체 혹은 다이머화, 트라이머화 반응 생성물 등도 사용 가능하다. 폴리이소시아네이트 화합물로, 바람직하게는, 이소포론다이소시아네이트(IPDI), 헥사메틸렌다이소시아네이트(HDI), 디사이클로헥실메탄다이소시아네이트(H12MDI), 자일릴렌다이소시아네이트(XDI), 3,8-비스(이소시아나토메틸)트리시클로[5,2,1,02,6]데칸, 3,9-비스(이소시아나토메틸)트리시클로[5,2,1,02,6]데칸, 4,8-비스(이소시아나토메틸)트리시클로[5,2,1,02,6]데칸, 2,5-비스(이소시아나토메틸)비시클로[2,2,1]헵탄, 2,6-비스(이소시아나토메틸)비시클로[2,2,1]헵탄 중에서 선택된 1종 이상을 사용할 수 있다.

[0042] 상기 에피실파이드계 광학재료용 조성물은 중합조절제로 주석할로겐 화합물을 더 포함할 수 있다. 상기 주석할로겐 화합물은 바람직하게는 디부틸주석디클로라이드, 디메틸주석디클로라이드 중 어느 하나 또는 여기에 모노메틸주석트리클로라이드가 소량 포함된 것을 사용할 수 있다. 더욱 바람직하게는 모노메틸주석트리클로라이드는 0.1~3.5중량%로 포함될 수 있다. 에피실파이드계 광학재료용 조성물은 중합 경화시킬 때 반응이 빠르게 진행되는 조성물의 점도가 급격하게 상승될 수 있다. 상기 중합 조절제는 반응속도를 조절함으로써 점도의 급격한 상승을 억제할 수 있으므로, 상기 중합 조절제의 사용으로 이러한 문제를 해결할 수 있다. 상기 중합 조절제는 광학재료용 조성물 전체 중량 중 0.01~5 중량%로 사용하는 것이 바람직하다. 이 중합 조절제의 사용으로 중합 속도를 조절하여 점도의 급격한 상승을 억제할 수 있을 뿐만 아니라 그 결과 중합 수율이 높아지고, 기포의 발생 또한 없어진다.

[0043] 상기 에피실라이드계 광학재료용 조성물 중에 황을 포함할 경우, 프리폴리머를 형성한 후 중합하는 것이 바람직한데, 이때 프리폴리머의 형성을 원활하게 하기 위해 바람직하게는 중합조절제로 알킬이미다졸을 더 포함할 수 있다. 상기 알킬이미다졸은 특히 바람직하게는 2-메르캅토-1-메틸이미다졸을 포함한다. 2-메르캅토-1-메틸이미다졸은 바람직하게는 순도 98% 이상의 것을 사용한다. 광학재료용 조성물 중에 바람직하게는 0.01~5중량% 포함될 수 있으며, 보다 바람직하게는 0.1~3중량%, 더욱 바람직하게는 0.15~1중량%가 포함될 수 있다.

[0044] 본 발명의 광학재료용 조성물은 내부이형체를 더 포함할 수 있다. 바람직하게는 내부이형체로 인산에스테르 화합물을 포함할 수 있다. 인산에스테르 화합물은 포스포러스펜톡사이드(P_2O_5)에 2~3몰의 알코올 화합물을 부가하여 제조하는데 이때 사용하는 알코올 종류에 따라 여러 가지 형태의 인산에스테르 화합물을 얻을 수 있다. 대표적인 것으로는 지방족 알코올에 에틸렌옥사이드 혹은 프로필렌 옥사이드가 부가되거나 노닐페놀기 등에 에틸렌 옥사이드 혹은 프로필렌 옥사이드가 부가된 종류들이다. 본 발명의 중합성 조성물에, 에틸렌 옥사이드 혹은 프로필렌 옥사이드가 부가된 인산에스테르화합물이 내부이형체로 포함될 경우, 이형성이 좋고 품질이 우수한 광학 재료를 얻을 수 있어 바람직하다. 본 발명의 조성물은, 내부이형체로, 바람직하게는, 4-PENPP[폴리옥시에틸렌노닐페놀에테르포스페이트(에틸렌옥사이드가 5몰 부가된 것 5중량%, 4몰 부가된 것 80중량%, 3몰 부가된 것 10중량%, 1몰 부가된 것 5중량%)], 8-PENPP[폴리옥시에틸렌노닐페놀에테르포스페이트(에틸렌옥사이드 9몰 부가된 것 3중량%, 8몰 부가된 것 80중량%, 9몰 부가된 것 5중량%, 7몰 부가된 것 6중량%, 6몰 부가된 것 6중량%)], 12-PENPP[폴리옥시에틸렌노닐페놀에테르포스페이트(에틸렌옥사이드 13몰 부가된 것 3중량%, 12몰 부가된 것 80중량%, 11몰 부가된 것 8중량%, 9몰 부가된 것 3중량%, 4몰 부가된 것 6중량%)], 16-PENPP[폴리옥시에틸렌 노닐페놀에테르포스페이트(에틸렌옥사이드가 17몰 부가된 것 3중량%, 16몰 부가된 것 79중량%, 15몰 부가된 것 10중량%, 14몰 부가된 것 4중량%, 13몰 부가된 것 4중량%)], 20-PENPP[폴리옥시에틸렌노닐페놀에테르 포스페이트(에틸렌 옥사이드가 21몰 부가된 것 6중량%, 20몰 부가된 것 76중량%, 19몰 부가된 것 7중량%, 18몰 부가된 것 6중량%, 17몰 부가된 것 5중량%)], 4-PPNPP[폴리옥시프로필렌노닐페놀에테르포스페이트(프로필렌옥사이드가 5몰 부가된 것 5중량%, 4몰 부가된 것 80중량%, 3몰 부가된 것 10중량%, 1몰 부가된 것 5중량%)], 8-PPNPP[폴리옥시프로필렌노닐페놀에테르포스페이트(프로필렌옥사이드 9몰 부가된 것 3중량%, 8몰 부가된 것 80중량%, 9몰 부가된 것 5중량%, 7몰 부가된 것 6중량%, 6몰 부가된 것 6중량%)], 12-PPNPP[폴리옥시프로필렌노닐페놀에테르포스페이트(프로필렌옥사이드 13몰 부가된 것 3중량%, 12몰 부가된 것 80중량%, 11몰 부가된 것 8중량%, 9몰 부가된 것 3중량%)]

중량%, 4몰 부가된 것 6중량%), 16-PPNPP[폴리옥시프로필렌 노닐페놀에테르포스페이트(프로필렌옥사이드 17몰 부가된 것 3중량%, 16몰 부가된 것 79중량%, 15몰 부가된 것 10중량%, 14몰 부가된 것 4중량%, 13몰 부가된 것 4중량%)], 20-PPNPP[폴리옥시프로필렌노닐페놀에테르포스페이트(프로필렌옥사이드가 21몰 부가된 것 6중량%, 20몰 부가된 것 76중량%, 19몰 부가된 것 7중량%, 18몰 부가된 것 6중량%, 17몰 부가된 것 5중량%)] 및 Zelec UNTM 중에서 선택된 1종 이상을 사용한다. 이러한 인산에스테르화합물의 할로겐화합물 치환체를 비롯한 각종 치환체들도 같은 목적으로 사용이 가능하다.

[0045] 본 발명의 광학재료용 조성물은, 광학재료의 광학적인 물성을 향상시키기 위해, 내충격성, 비중 및 모노머 점도 등을 조절하는 목적으로 올레핀 화합물을 반응성 수지개질제로 더 포함할 수 있다. 수지개질제로서 첨가할 수 있는 올레핀 화합물로는, 예를 들어, 벤질아크릴레이트, 벤질메타크릴레이트, 부톡시에틸아크릴레이트, 부톡시메틸메타크릴레이트, 시클로헥실아크릴레이트, 시클로헥실메타크릴레이트, 2-히드록시에틸아크릴레이트, 2-히드록시메틸메타크릴레이트, 글리시딜아크릴레이트, 글리시딜메타크릴레이트, 페녹시 에틸아크릴레이트, 페녹시메틸메타크릴레이트, 페닐메타크릴레이트, 에틸렌글리콜디아크릴레이트, 에틸렌글리콜디메타크릴레이트, 디에틸렌글리콜디아크릴레이트, 디에틸렌글리콜디메타크릴레이트, 트리에틸렌글리콜디아크릴레이트, 트리에틸렌글리콜디메타크릴레이트, 테트라에틸렌글리콜디아크릴레이트, 테트라에틸렌글리콜디메타크릴레이트, 폴리에틸렌글리콜디아크릴레이트, 폴리에틸렌글리콜디메타크릴레이트, 네오펜틸글리콜디아크릴레이트, 네오펜틸글리콜디메타크릴레이트, 에틸렌글리콜비스글리시딜아크릴레이트, 에틸렌글리콜비스글리시딜메타크릴레이트, 비스페놀 A 디아크릴레이트, 비스페놀 A 디메타크릴레이트, 2,2-비스(4-아크록시에톡시페닐)프로판, 2,2-비스(4-메타크록시에톡시페닐)프로판, 2,2-비스(4-아크록시디에톡시페닐)프로판, 2,2-비스(4-메타크록시디에톡시페닐)프로판, 비스페놀 F 디아크릴레이트, 비스페놀 F 디메타크릴레이트, 1,1-비스(4-아크록시에톡시페닐)메탄, 1,1-비스(4-메타크록시에톡시페닐)메탄, 1,1-비스(4-아크록시디에톡시페닐)메탄, 1,1-비스(4-메타크록시디에톡시페닐)메탄, 디메틸올트리스클로테칸디아크릴레이트, 트리메티올프로판트리아크릴레이트, 트리메티올프로판트리메타크릴레이트, 글리세롤디아크릴레이트, 글리세롤디메타크릴레이트, 펜타에리트리톨트리아크릴레이트, 펜타에리트리톨테트라크릴레이트, 펜타에리트리톨테트라메타크릴레이트, 메틸티오아크릴레이트, 메틸티오메타크릴레이트, 페닐티오아크릴레이트, 벤질티오메타크릴레이트, 크실리렌디티올디아크릴레이트, 크실리렌디티올디메타크릴레이트, 메르캅토에틸설파이드디아크릴레이트, 메르캅토에틸설파이드디메타크릴레이트 등의 (메타)아크릴레이트 화합물 및, 알릴글리시딜에테르, 디알릴프탈레이트, 디알릴테레프탈레이트, 디알릴이소프탈레이트, 디알릴카보네이트, 디에틸렌글리콜비스알릴카보네이트 등의 알릴 화합물 및 스티렌, 클로로스티렌, 메틸스티렌, 브로모스티렌, 디브로모스티렌, 디비닐벤젠, 3,9-디비닐스피로비(m-디옥산) 등의 비닐 화합물 등이 있으며, 사용 가능한 화합물이 이들 예시 화합물로 제한되는 것은 아니다. 이들 올레핀 화합물은 단독, 또는 2종류 이상을 혼합하여 사용해도 좋다.

[0046] 본 발명의 광학재료용 조성물은 필요에 따라 자외선 흡수제를 더 포함할 수 있다. 자외선 흡수제는 광학재료의 내광성 향상 및 자외선 차단을 위하여 사용되는데, 광학재료에 사용되는 공지의 자외선 흡수제가 제한 없이 사용될 수 있다. 예를 들면, 에틸-2-시아노-3,3-디페닐아크릴레이트, 2-(2'-히드록시-5-메틸페닐)-2H-벤조트리아졸; 2-(2'-히드록시-3',5'-디-t-부틸페닐)-5-클로로-2H-벤조트리아졸; 2-(2'-히드록시-3'-t-부틸-5'-메틸페닐)-5-클로로-2H-벤조트리아졸; 2-(2'-히드록시-3',5'-디-t-아릴페닐)-2H-벤조트리아졸; 2-(2'-히드록시-3',5'-디-t-부틸페닐)-2H-벤조트리아졸; 2-(2'-히드록시-5'-t-부틸페닐)-2H-벤조트리아졸; 2-(2'-히드록시-5'-t-옥틸페닐)-2H-벤조트리아졸; 2,4-디히드록시벤조페논; 2-히드록시-4-메톡시벤조페논; 2-히드록시-4-옥틸옥시벤조페논; 4-도데실옥시-2-히드록시벤조페논; 4-벤조록시-2-히드록시벤조페논; 2,2',4,4'-테트라히드록시벤조페논; 2,2'-디히드록시-4,4'-디메톡시벤조페논 등이 단독으로 또는 2종 이상 혼합 사용될 수 있다.

[0047] 바람직하게는, 400nm 이하의 파장역에서 양호한 자외선 흡수능을 가지고, 본 발명의 조성물에 양호한 용해성을 갖는, 2-(2'-히드록시-3'-t-부틸-5'-메틸페닐)-5-클로로-2H-벤조트리아졸과 2-(2'-히드록시-5'-t-옥틸페닐)-2H-벤조트리아졸 등을 사용할 수 있다. 이와 같은 자외선 흡수제는 광학재료용 조성물 100g에 대해 0.6g 이상으로 사용될 때 400nm 이상의 차단이 가능하다.

[0048] 본 발명의 광학재료용 조성물은 이밖에도 필요에 따라 색연장제, 가교제, 광안정제, 산화방지제, 착색 방지제, 유기염료, 충전제, 밀착성 향상제 등의 여러 가지의 첨가제를 더 포함할 수 있다.

[0049] 위와 같이 조성된 본 발명의 광학재료용 조성물은, 바람직하게는 액상 점도가 500cps(20℃) 이하이며, 중합 후 고상굴절율(Ne)이 황을 포함하지 않을 경우 1.67~1.70, 황을 포함할 경우 1.71~1.77 이다.

[0050] 위와 같이 조성된 조성물을 주형 중합시키면 에피설파이드계 광학재료를 얻을 수 있다. 좀 더 자세히 설명하면 다음과 같다. 먼저, 개스켓 또는 테이프 등으로 유지된 성형 몰드 사이에, 본 발명의 중합성 조성물을

주입한다. 이때, 얻어지는 광학재료에 요구되는 물성에 따라, 또 필요에 따라, 감압 하에서의 탈포처리나 가압, 감압 등의 여과처리 등을 실시하는 것이 바람직한 경우가 많다. 중합조건은, 중합성 조성물, 촉매의 종류와 사용량, 몰드의 형상 등에 의해서 크게 조건이 달라지기 때문에 한정되는 것은 아니지만, 약 -50~130℃의 온도에서 1~50시간에 걸쳐 실시된다. 경우에 따라서는, 10~130℃의 온도범위에서 유지 또는 서서히 승온하여, 1~48 시간에서 경화시키는 것이 바람직하다.

[0051] 경화로 얻어진 에피설파이드화합물계 광학재료는, 필요에 따라, 어닐링 등의 처리를 실시해도 좋다. 처리 온도는 통상 50~130℃의 사이에서 행해지며, 90~120℃에서 실시하는 것이 바람직하다.

[0052] 본 발명의 광학재료는, 주형 중합 시의 몰드를 바꾸는 것으로 여러 가지의 형상의 성형체로 얻을 수 있으므로, 안경 렌즈, 카메라 렌즈, 발광다이오드(LED) 등의 각종 광학재료로 사용하는 것이 가능하다. 특히, 안경 렌즈, 카메라 렌즈, 발광다이오드 등의 광학재료, 광학소자로서 적합하다.

[0053] 본 발명에 따라 얻어진 에피설파이드계 광학재료는 하드 접착성이 뛰어나 프라이머 없이도 하드 코팅이 가능하고, 코팅이 매우 용이하며, 코팅의 안정성 또한 매우 우수하다. 본 발명에 따라 얻어진 플라스틱 광학렌즈는 이 밖에도 필요에 따라, 단면 또는 양면에 다양한 코팅층을 형성하여 사용할 수 있다. 코팅층으로서, 프라이머층, 하드코팅층, 반사방지막층, 방담코트막층, 방오염층, 발수층 등이 모두 가능하며, 이들 코팅층은 각각 단독으로 사용하는 것도 복수의 코팅층을 다층화하여 사용해도 좋다. 또한, 양면에 코팅층을 형성하는 경우, 각각의 면에 동일한 코팅층을 형성하는 것이나, 상이한 코팅층을 형성하는 것 모두 가능하다.

[0054] 이하 구체적인 실시예를 통해 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 그러나 이들 실시예는 오로지 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0055] [합성예 1]

[0056] 비스(3-클로로-2-히드록시프로필)설파이드의 합성

[0057] 10리터의 반응기에 에피클로로히드린 (5563g, 60.12 mol) 및 메탄올 (3500g)을 첨가하고 반응온도를 6℃에 맞추고 반응온도가 6℃에 도달했을 때 가성소다 (50% (aq), 5g)를 첨가하였다. 또 다른 10리터의 반응기에 NaSH.xH₂O (70% NaSH, 3660g, 45.75mol), 메탄올(1000g) 및 물(500g)을 첨가하고 교반하여 완전히 녹이고, 35.5% 진한염산을 천천히 적가하여 발생한 황화수소 가스를 에피클로로히드린 용액에 첨가하여 비스(3-클로로-2-히드록시프로필)설파이드 및 3-클로로-2-히드록시-프로판-1-티올을 얻었고, 이 반응용액에 에피클로로히드린을 첨가하여 비스(3-클로로-2-히드록시프로필)설파이드를 얻었다. 반응의 종결은 최종생성물을 GC로 확인하여 에피클로로히드린과 3-클로로-2-히드록시프로판-1-티올화합물이 완전히 없어지는 시점으로 하였다.

[0058] [합성예 2]

[0059] 1-(옥시란-2-릴메틸티오)-3-(티이란-2-릴메틸티오)-프로판-2-올의 합성

[0060] 10리터의 반응용기에 비스(3-클로로-2-히드록시-프로필)설파이드 1071.15g (4.89mol), 톨루엔 1300g 및 메탄올 800g 을 넣고, 교반하면서 반응내부온도를 30℃에 맞춘다. 반응내부온도가 25℃ 부근에 도달했을 때 50% NaOH(aq) 783.08g (9.78mol)을 적가하고, 적가시 반응온도는 35~37℃에서 행하고, 이 온도를 유지하면서 반응시켰다. 적가는 1시간 이내로 하며 숙성은 37℃에서 약 30분 동안 행하고 숙성이 끝나면 톨루엔 2000g를 첨가하여 약 10분 동안 교반하고 층분리하였고, 물층은 제거하였다. NaOH 1g을 첨가하고 30~40℃에서 3-클로로-2-히드록시-프로판-1-티올 309.56g(2.44mol)을 천천히 적가하고, 40℃에서 2시간 동안 반응시켰다. 반응종료 후 반응기 내부온도를 25℃에 맞추고 50% NaOH(aq) 391.54g (4.89mol)을 적가하고, 적가시 반응온도는 35~37℃에서 행하고, 이 온도를 유지하면서 1시간 동안 반응시켰다. 반응 종료후 상층액인 유기층을 물로 3회 세척하고 물을 최대한 제거하고 유기층 용액에 메탄올 400g를 더 첨가하여 교반하고 반응온도를 8℃에서 티오우레아 372.23g(4.89mol) 및 무수초산(35g)을 첨가하고 반응온도를 18℃에서 24시간 반응시켰다. 반응 종료후 교반을 중지하고 층분리시켜 아래층은 제거하고 유기층은 물로 세 번 세척하고, 톨루엔 층을 제거하고 디클로로메탄과 시클로헥산용매로 전개하여 실리카겔 칼럼으로 정제하였다. 정제하여 1-(옥시란-2-릴메틸티오)-3-(티이란-2-릴메틸티오)-프로판-2-올 화합물 102g을 얻었다.

[0061] ¹H NMR(CDCl₃): 2.1ppm(1H), 2.3-2.9ppm(13H), 2.9ppm(1H), 3.6ppm(1H), 3.7ppm(1H)

[0062] ¹³C NMR(CDCl₃): 26ppm(1C), 32ppm(1C), 41ppm(1C), 43ppm(2C), 44ppm(1C), 46ppm(1C), 54ppm(1C), 76ppm(1C)

[0063] MS(EI-MS method): 252.42(m/z)

[0064] [실시예 1]

[0065] 반응기를 1.0 torr 이하로 감압하고, 외부온도를 54℃로 조절하였다. 이 반응기를 교반하면서 비스(2,3-에피티오프로필)설펜아이드 화합물 79.95g 및 1-(옥시란-2-틸메틸티오)-3-(티이란-2-틸메틸티오)-프로판-2-올 0.05g을 넣고, 황 15.5g, 자외선 차단제 UV 31 0.8g, 유기염료 HTAQ(88ppm) 및 PRD(30ppm)을 첨가하고, 30분 동안 감압하여 탈포한 후에 2-메르캅토-1-메틸이미다졸 0.75g을 첨가하고 1시간 동안 교반하였다. 이후 30℃로 냉각하고 2,3-비스(2-메르캅토에틸티오)프로판-1-티올 3.92g, 비스(2-메르캅토에틸)설펜아이드 1g, 디부틸틴디클로라이드 0.5g, 테트라부틸포스포늄브로마이드 0.3g 및 내부이형제로 인산에스테르계인 8-PENPP[폴리옥시에티렌노닐페놀 에스테르포스페이트(에틸렌옥사이드 9몰 부가된 것 3중량%, 8몰 부가된 것 80중량%, 9몰 부가된 것 5중량%, 7몰 부가된 것 6중량%, 6몰 부가된 것 6중량%) 0.08g의 혼합용액을 반응기에 넣고, 광학렌즈용 수지 조성물을 만든 후 아래와 같은 방법으로 광학 렌즈를 제조하고 광학렌즈의 물성을 측정하였다.

[0066] (1) 위와 같이 제조된 광학렌즈용 수지 조성물을 43℃에서 감압 하에 1시간 동안 교반하며 탈포하고, 30℃로 냉각하고 여과한 다음, 감압탈포를 5분 동안 더 행하고, 폴리에스테르 점착테이프를 조립된 유리몰드에 주입하였다.

[0067] (2) 안경 렌즈용 수지조성물이 주입된 유리 몰드를 강제 순환식 오븐에서 30℃에서 110℃까지 20시간에 걸쳐서 가열 경화시킨 후, 70℃로 냉각하여 유리몰드를 탈착하여 렌즈를 얻었다. 얻어진 렌즈는 지름 72mm로 가공한 후 알칼리 수성 세척액에 초음파 세척한 다음, 100℃에서 2시간 어닐링 처리하였다. 아래와 같은 방법으로 물성을 측정하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

[0068] **물성 실험방법**

[0069] 실시예에서 제조된 광학렌즈의 물성을 아래의 실험방법으로 측정하여 그 결과를 표 1에 기재하였다.

[0070] 1. 맥리(중합불균형): 렌즈의 직경이 80mm, 두수가 +11 D인 렌즈를 100장을 제조하고, USH10 USH-10D인 수은 아크램프(Mercury Arc Lamp) 아래 솔리렌법(Schlieren method)에 의해 관찰하였다. 100개 렌즈 중 맥리가 전혀 관찰되지 않은 것은 '◎'로 표시하고, 100개 렌즈 중 1~5개 렌즈에서 맥리가 관찰되지 것은 '○'로 표시하고, 100개 렌즈 중 6~9개의 렌즈에서 맥리가 관찰되지 것은 '△'로 표시하고, 100개 렌즈중 10개 이상 렌즈에서 맥리가 관찰되는 것은 '×'로 표시하였다.

[0071] 2. 색상: 렌즈의 색상 측정에서 APHA 값이 18 기준으로 2 미만으로 변하면 '◎'로 표시하고, APHA 값이 2 이상에서 3 미만으로 변하면 '○'로 표시하고, APHA 값이 3 이상으로 변하면 '×'로 표시하였다.

[0072] 3. 열안정성: 경화된 광학렌즈를 100℃에서 3시간 동안 유지하고, 색상변화의 측정에서 APHA 값이 0에서 2 미만으로 변하면 '◎'로 표시하고, APHA 값이 2 이상에서 7 미만으로 변하면 '○'로 표시하고, APHA 값이 7 이상으로 변하면 '×'로 표시하였다.

[0073] **실시예 2~7**

[0074] 실시예 1과 같은 방법으로 표 1에 기재된 에피설펜아이드 화합물(화학식 1)과 에피설펜아이드 화합물(화학식 2)의 질량비에 따라 광학렌즈를 제조하고, 그 물성의 실험을 하였으며, 그 결과는 표 1에 기재하였다.

[0075] **비교예 1~2**

[0076] 실시예 1과 같은 방법으로 표 1에 기재된 에피설펜아이드 화합물(화학식 1)과 에피설펜아이드 화합물(화학식 2)의 질량비에 따라 광학렌즈를 제조하고, 그 물성의 실험을 하였으며, 그 결과는 표 1에 기재하였다.

표 1

[0077]

구 분	A	B	A/B 질량비	맥리	색상	열안정성
실시예 1	79.95	0.05	79.95/0.05	○	○	○
실시예 2	79.6	0.4	79.6/0.4	◎	◎	◎
실시예 3	78.9	1.1	78.9/1.1	◎	◎	◎
실시예 4	78.0	2.0	78.0/2.0	◎	◎	◎
실시예 5	76.2	2.8	76.2/2.8	◎	○	○
실시예 6	76.3	3.7	76.3/3.7	○	○	○
실시예 7	75.7	4.3	75.7/4.3	○	○	○

비교예 1	80	0	80/0	×	×	×
비교예 2	74.2	5.8	74.2/5.8	×	×	×

[0078] A: 비스(2,3-에피티오프로필)설패이드 (Bis(2,3-epithiopropyl)sulfide)

[0079] B: 1-(옥시란-2-릴메틸티오)-3-(티이란-2-릴메틸티오)-프로판-2-올 (1-(Oxiran-2-ylmethylthio)-3-((thiiran-2-ylmethylthio) propan-2-ol)

산업상 이용가능성

[0080] 본 발명에 따라 얻어진 에피설패이드계 광학재료는 맥리가 없고 색상 및 열안정성이 좋은 고품질 렌즈로서, 교정용 선글라스용 렌즈, 패션렌즈, 변색렌즈, 카메라렌즈, 광학 장치용 렌즈 등에 유용하게 이용될 수 있다.