(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0067860
(43) 공개일자 2025년05월15일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08G 18/38 (2006.01) *C07C 321/14* (2006.01)
C08G 18/76 (2006.01) *G02B 1/04* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08G 18/3876 (2013.01)
C07C 321/14 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2025-7011547
(22) 출원일자(국제) 2023년10월16일
심사청구일자 2025년04월09일
(85) 번역문제출일자 2025년04월09일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/037453
(87) 국제공개번호 WO 2024/080384
국제공개일자 2024년04월18일
(30) 우선권주장
JP-P-2022-165813 2022년10월14일 일본(JP)

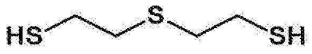
(71) 출원인
미쯔이가가꾸가부시끼가이샤
일본국 도쿄토 츄오쿠 야에스 2쵸메 2방 1고
(72) 발명자
나카노 쇼타로
일본 8368610 후쿠오카켄 오무타시 아사무타초 30 미쯔이가가꾸가부시끼가이샤 내
무라카미 마사카즈
일본 8368610 후쿠오카켄 오무타시 아사무타초 30 미쯔이가가꾸가부시끼가이샤 내
(74) 대리인
한상욱, 최희준, 박보현

전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 **폴리티올 조성물, 중합성 조성물, 수지, 성형체, 광학 재료 및 렌즈**

(57) 요 약

4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄인 폴리티올 화합물 (A)와, 식 (1)로 표시되는 화합물을 포함하고, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 11.00 이하인 폴리티올 조성물.



(1)

(52) CPC특허분류
C08G 18/7642 (2013.01)
G02B 1/041 (2013.01)

명 세 서

청구범위

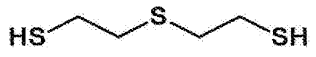
청구항 1

4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄인 폴리티올 화합물 (A)와,

하기 식 (1)로 표시되는 화합물

을 포함하고,

고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 11.00 이하인 폴리티올 조성물.



(1)

청구항 2

제1항에 있어서,

고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 상기 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적 100에 대하여 13.00 이하인 폴리티올 조성물.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적이, 상기 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적 100에 대하여 8.00 이하인 폴리티올 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서,

추가로, 4,8-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 4,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸 및 5,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 포함하는 폴리티올 화합물 (B)를 포함하는 폴리티올 조성물.

청구항 5

제4항에 있어서,

고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 폴리티올 화합물 (B)의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 3.10 이하인 폴리티올 조성물.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 기재된 폴리티올 조성물과,

폴리이소(티오)시아네이트 화합물

을 포함하는 중합성 조성물.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 폴리이소(티오)시아네이트 화합물은 펜타메틸렌디이소시아네이트, 헥사메틸렌디이소시아네이트, 크실릴렌디이소시아네이트, 이소포론디이소시아네이트, 비스(이소시아나토메틸)시클로헥산, 비스(이소시아나토시클로헥실)메탄, 2,5-비스(이소시아나토메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 2,6-비스(이소시아나토메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 톨릴렌디이소시아네이트, 4,4'-디페닐메탄디이소시아네이트 및 페닐렌디이소시아네이트로 이루어지는 군에

서 선택되는 적어도 1종을 포함하는 중합성 조성물.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 폴리이소(티오)시아네이트 화합물을 포함하는 폴리이소(티오)시아네이트 조성물을 포함하고,

상기 폴리이소(티오)시아네이트 조성물이,

크실릴렌디이소시아네이트와,

하기 화합물 (N1), 하기 화합물 (N2) 및 하기 화합물 (N3)으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종

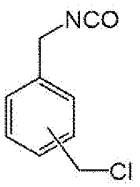
을 포함하고,

상기 폴리이소(티오)시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N1)을 포함하는 경우에는, 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N1)의 피크 면적이, 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.20ppm 이상이고,

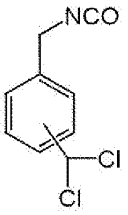
상기 폴리이소(티오)시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N2)를 포함하는 경우에는, 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N2)의 피크 면적이, 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.05ppm 이상이고,

상기 폴리이소(티오)시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N3)을 포함하는 경우에는, 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N3)의 피크 면적이, 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.10ppm 이상인,

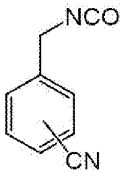
중합성 조성물.



(N1)



(N2)



(N3)

청구항 9

제6항에 기재된 중합성 조성물의 경화물을 포함하는 수지.

청구항 10

제9항에 기재된 수지를 포함하는 성형체.

청구항 11

제9항에 기재된 수지를 포함하는 광학 재료.

청구항 12

제9항에 기재된 수지를 포함하는 렌즈.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 개시는 폴리티올 조성물, 중합성 조성물, 수지, 성형체, 광학 재료 및 렌즈에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 플라스틱 렌즈는, 무기 렌즈에 비해 경량이고 균열되기 어렵고, 염색이 가능하기 때문에, 근년 안경 렌즈, 카메라 렌즈 등의 광학 소자에 급속하게 보급되고 있다.

[0003] 플라스틱 렌즈용 수지에는, 더한층의 고성능화가 요구되고 있어, 고굴절률화, 고아베수화, 저비중화, 고내열성화 등이 요구되어 왔다. 지금까지도 다양한 렌즈용 수지 소재가 개발되어 사용되고 있다.

[0004] 예를 들어, 특허문헌 1에는, 특정한 구조식으로 표시되는 머캅토 화합물이 기재되어 있다.

[0005] 예를 들어, 특허문헌 2에는, 2-머캅토에탄올과, 특정한 식 (1)로 표시되는 에피할로히드린 화합물을 10 내지 50℃의 온도하에서 반응시켜서, 특정한 식 (2)로 표시되는 폴리 알코올 화합물을 얻는 공정과, 얻어진 식 (2)로 표시되는 폴리 알코올 화합물과 티오 요소를, 염화수소 존재하에 반응시켜서 이소티우로늄염을 얻는 공정과, 얻어진 이소티우로늄염을 포함하는 반응액을 15 내지 60℃의 온도로 유지하면서, 해당 반응액에 80분 이내에 암모니아수를 첨가하고, 해당 이소티우로늄염을 가수 분해하고, 특정한 식 (5)로 표시되는 폴리티올 화합물을 얻는 공정과, 얻어진 폴리티올 화합물을 포함하는 용액에, 25 내지 36% 농도의 염산을 첨가하여, 10 내지 50℃의 온도로 세정하고, 폴리티올 화합물을 정제하는 공정을 포함하는, 폴리티올 화합물의 제조 방법이 기재되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 평2-270859호 공보

(특허문헌 0002) 국제 공개 제2014-027427호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 폴리티올 화합물을 포함하는 중합성 조성물을 경화시켜서 얻어지는 수지로서는, 황색도 및 실투도를 저감시킬 것이 요구되는 경우가 있다.

[0008] 실제로는, 폴리티올 화합물을 포함하는 중합성 조성물은, 폴리티올 화합물 이외의 다른 화합물을 포함하는 경우가 많다.

[0009] 본 발명자들은, 중합성 조성물이, 폴리티올 화합물 이외의 다른 화합물을 포함하는 경우에, 얻어지는 수지에 있어서 황색도 및 실투도를 손상시키기 쉬운 경향이 있는 것을 알아냈다.

[0010] 상기의 경향에 대해서, 다양한 검토를 행한 결과, 황색도 및 실투도가 저감된 수지를 얻는 것이 곤란해지는 경우가 있는 것을 알아냈다.

[0011] 폴리티올 조성물을 사용하여 얻어지는 수지로서는, 예를 들어 티오우레탄 수지를 들 수 있다.

[0012] 티오우레탄 수지는, 통상 폴리티올 조성물 및 폴리이소시아네이트 화합물을 원료로 하여 제조된다.

[0013] 티오우레탄 수지에 대해서, 내열성을 보다 향상시킬 것이 요구되는 경우가 있다.

[0014] 본 개시의 일 실시 형태가 해결하고자 하는 과제는, 황색도 및 실투도가 저감되고, 또한 내열성이 우수한 수지를 제조할 수 있는 폴리티올 조성물 및 그 응용을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0015] 상기 과제를 해결하기 위한 수단에는, 이하의 실시 양태가 포함된다.

[0016] <1> 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄인 폴리티올 화합물 (A)와, 하기 식 (1)로 표시되는 화합물을 포함하고, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 11.00 이하인 폴리티올 조성물.

[0017] 

(1)

[0018] <2> 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 상기 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적 100에 대하여 13.00 이하인 <1>에 기재된 폴리티올 조성물.

[0019] <3> 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적이, 상기 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적 100에 대하여 8.00 이하인 <2>에 기재된 폴리티올 조성물.

[0020] <4> 추가로, 4,8-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 4,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸 및 5,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 포함하는 폴리티올 화합물 (B)를 포함하는 <1> 내지 <3> 중 어느 하나에 기재된 폴리티올 조성물.

[0021] <5> 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 폴리티올 화합물 (B)의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 3.10 이하인 <4>에 기재된 폴리티올 조성물.

[0022] <6> <1> 내지 <5> 중 어느 하나에 기재된 폴리티올 조성물과, 폴리이소(티오)시아네이트 화합물을 포함하는 중합성 조성물.

[0023] <7> 상기 폴리이소(티오)시아네이트 화합물은 펜타메틸렌디이소시아네이트, 헥사메틸렌디이소시아네이트, 크실릴렌디이소시아네이트, 이소포론디이소시아네이트, 비스(이소시아나토메틸)시클로헥산, 비스(이소시아나토시클로헥실)메탄, 2,5-비스(이소시아나토메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 2,6-비스(이소시아나토메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 톨릴렌디이소시아네이트, 4,4'-디페닐메탄디이소시아네이트 및 페닐렌디이소시아네이트로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 포함하는 <56>에 기재된 중합성 조성물.

[0024] <8> 상기 폴리이소(티오)시아네이트 화합물을 포함하는 폴리이소(티오)시아네이트 조성물을 포함하고,

[0025] 상기 폴리이소(티오)시아네이트 조성물이,

[0026] 크실릴렌디이소시아네이트와,

[0027] 하기 화합물 (N1), 하기 화합물 (N2) 및 하기 화합물 (N3)으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종

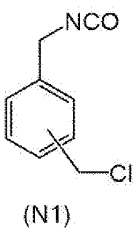
[0028] 을 포함하고,

[0029] 상기 폴리이소(티오)시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N1)을 포함하는 경우에는, 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N1)의 피크 면적이, 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.20ppm 이상이고,

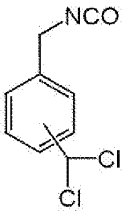
[0030] 상기 폴리이소(티오)시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N2)를 포함하는 경우에는, 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N2)의 피크 면적이, 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.05ppm 이상이고,

[0031] 상기 폴리이소(티오)시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N3)을 포함하는 경우에는, 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N3)의 피크 면적이, 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.10ppm 이상인,

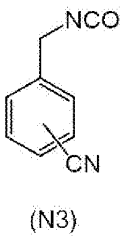
[0032] <6>에 기재된 중합성 조성물.



(N1)



(N2)



(N3)

[0033]

[0034] <9> <6> 내지 <8> 중 어느 하나에 기재된 중합성 조성물의 경화물을 포함하는 수지.

[0035] <10> <9>에 기재된 수지를 포함하는 성형체.

[0036] <11> <9>에 기재된 수지를 포함하는 광학 재료.

[0037] <12> <9>에 기재된 수지를 포함하는 렌즈.

발명의 효과

[0038] 본 개시의 일 실시 형태에 의하면, 황색도 및 실투도가 저감되고, 또한 내열성이 우수한 수지를 제조할 수 있는 폴리티올 조성물 및 그 응용을 제공할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0039] 본 개시에 있어서, 「내지」를 사용하여 나타내어진 수치 범위는, 「내지」의 전후에 기재되는 수치를 각각 최솟값 및 최댓값으로서 포함하는 범위를 나타낸다.

[0040] 본 개시에 단계적으로 기재되어 있는 수치 범위에 있어서, 어떤 수치 범위에서 기재된 상한값 또는 하한값은, 다른 단계적인 기재의 수치 범위의 상한값 또는 하한값으로 치환해도 되고, 또한 실시예에 나타내어져 있는 값으로 치환해도 된다.

[0041] 본 개시에 있어서, 재료 중의 각 성분의 양은, 재료 중의 각 성분에 해당하는 물질이 복수 존재하는 경우에는, 특별히 언급하지 않는 한, 재료 중에 존재하는 복수의 물질의 합계량을 의미한다.

[0042] 본 개시에 있어서, 「이소(티오)시아네이트」란 이소시아네이트 또는 이소티오시아네이트를 의미한다.

[0043] ≪폴리티올 조성물≫

[0044] 본 개시의 폴리티올 조성물은, 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄인 폴리티올 화합물 (A)와, 하기 식 (1)로 표시되는 화합물을 포함하고, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 11.00 이하이다.

[0045] 

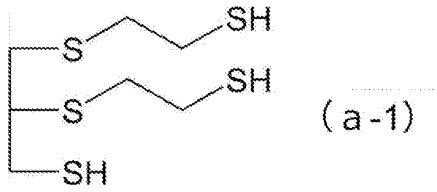
(1)

[0046] 본 개시의 폴리티올 조성물은, 상기 구성을 포함함으로써, 황색도 및 실투도가 저감되고, 또한 내열성이 우수한 수지를 제조할 수 있다.

[0047] <폴리티올 화합물 (A)>

[0048] 본 개시의 폴리티올 조성물은, 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄인 폴리티올 화합물 (A)를 포함한다.

[0049] 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄은, 하기 식 (a-1)로 표시되는 화합물이다.

[0050] 

(a-1)

[0051] 폴리티올 화합물 (A)의 제조 방법은 특별히 한정되지는 않고, 공지의 방법에 의해 제조할 수 있다. 예를 들어, 폴리티올 화합물 (A)는, 국제 공개 제2014/027427호에 기재된 방법에 의해 제조할 수 있다. 또한, 폴리티올 화합물 (A)는, 예를 들어 2-머캅토에탄올과 에피할로히드린 화합물을 반응시킬 때, 수산화나트륨, 수산화칼륨 등의 금속 수산화물 및 탄산나트륨, 탄산칼륨 등의 금속 탄산염으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 포함하는 촉매를 사용하여 얻어진 화합물인 것이 바람직하다.

[0052] 본 개시의 폴리티올 조성물은, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적이, 상기 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 80.00 이상인 것이 바람직하다.

[0053] 상기 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적이 80.00 이상임으로써, 티오우레탄 수지의 형성성이 우수하다.

[0054] 상기의 관점에서, 상기 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 81.00 이상인 것이 바람직하고, 82.00 이상인 것이 보다 바람직하고, 86.50 이상인 것이 더욱 바람직하다.

[0055] 「폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대한, 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적」이란, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적을 100으로 한 경우에 있어서의, 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적의 상대값을 의미한다.

[0056] 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적은, 내열성이 우수한 티오우레탄 수지를 제조하는 관점에서, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 100 미만인 것이 바람직하고, 99.50 이하인 것이 보다 바람직하고, 95.00 이하인 것이 더욱 바람직하고, 89.50 이하인 것이 특히 바람직하다.

[0057] <폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적의 측정>

[0058] 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적은, 이하의 조건에 기초하여 고속 액체 크로마토그래피(HPLC) 측정을 행함으로써 구해진다.

[0059] 유지 시간 11.0분 내지 13.5분에 나타나는 피크 면적을 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적으로 판단하여, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대한 비율을 산출하면 된다.

[0060] (HPLC의 조건)

[0061] 컬럼: YMC-Pack ODS-A A-312(S5Φ6㎜×150㎜)

[0062] 이동상: 아세토니트릴/0.01㏖/L-인산2수소칼륨 수용액=60/40(vol/vol)

[0063] 컬럼 온도: 40℃

[0064] 유량: 1.0㎖/min

[0065] 검출기: UV 검출기, 파장 230㎚

[0066] 측정 용액의 조제: 폴리티올 조성물 160㎎을 아세토니트릴 10㎖로 용해 혼합한다.

[0067] 주입량: 2μL

[0068] <식 (1)로 표시되는 화합물>

[0069] 본 개시의 폴리티올 조성물은, 하기 식 (1)로 표시되는 화합물을 포함한다.

[0070] 

(1)

[0071] 본 개시의 폴리티올 조성물은, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 11.00 이하이다.

[0072] 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적이 11.00 이하임으로써, 황색도 및 실투도가 저감되고, 또한 내열성이 우수한 수지를 제조할 수 있다.

[0073] 상기의 관점에서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 8.50 이하인 것이 바람직하고, 6.00 이하인 것이 보다 바람직하고, 4.00 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0074] 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 식 (1)로 표시되는 화합물을 폴리티올 조성물로부터 정제 제거하는 작업의 부하를 경감하는 관점에서, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 0 초과인 것이 바람직하고, 0.01 이상인 것이 보다 바람직하고, 0.10 이상인 것이 더욱 바람직하고, 0.27 이상인 것이 특히 바람직하다.

[0075] 본 개시의 폴리티올 조성물은, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적 100에 대하여 13.00 이하이다.

[0076] 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적이 13.00 이하임으로써, 황색도 및 실투도가 저감되고, 또한 내열성이 우수한 수지를 제조할 수 있다.

[0077] 상기의 관점에서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적 100에 대하

여 12.00 이하인 것이 바람직하고, 8.00 이하인 것이 보다 바람직하고, 4.50 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0078] 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 식 (1)로 표시되는 화합물을 폴리티올 조성물로부터 정제 제거하는 작업의 부하를 경감하는 관점에서, 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적 100에 대하여 0 초과인 것이 바람직하고, 0.01 이상인 것이 보다 바람직하고, 0.10 이상인 것이 더욱 바람직하고, 0.30 이상인 것이 특히 바람직하다.

[0079] <식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적의 측정>

[0080] 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 이하의 조건에 기초하여 고속 액체 크로마토그래피(HPLC) 측정을 행함으로써 구해진다.

[0081] 유지 시간 6.2분 내지 7.0분에 나타나는 피크 면적을 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적으로 판단하여, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100 및 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적 100에 대한 비율을 산출하면 된다.

[0082] (HPLC의 조건)

[0083] 컬럼: YMC-Pack ODS-A A-312(S5Φ6㎜×150㎜)

[0084] 이동상: 아세토니트릴/0.01㏖/L-인산2수소칼륨 수용액=60/40(vol/vol)

[0085] 컬럼 온도: 40℃

[0086] 유량: 1.0㎖/min

[0087] 검출기: UV 검출기, 파장 230㎚

[0088] 측정 용액의 조제: 폴리티올 조성물 160㎎을 아세토니트릴 10㎖로 용해 혼합한다.

[0089] 주입량: 2μL

[0090] <폴리티올 화합물 (A) 및 식 (1)로 표시되는 화합물 이외의 화합물>

[0091] 본 개시의 폴리티올 조성물은, 폴리티올 화합물 (A) 및 식 (1)로 표시되는 화합물 이외의 화합물을 포함하고 있어도 된다.

[0092] 예를 들어, 본 개시의 폴리티올 조성물은, 폴리티올 화합물 (A) 및 식 (1)로 표시되는 화합물 이외의 폴리티올 화합물(이하, 「다른 폴리티올 화합물」이라고도 함) 등을 포함하고 있어도 된다.

[0093] 다른 폴리티올 화합물로서는, 예를 들어 메탄디티올, 1,2-에탄디티올, 1,2,3-프로판트리티올, 펜타에리트리톨테트라키스(2-머캅토아세테이트), 펜타에리트리톨테트라키스(3-머캅토프로피오네이트), 테트라키스(머캅토메틸티오메틸)메탄, 테트라키스(2-머캅토에틸티오메틸)메탄, 테트라키스(3-머캅토프로필티오메틸)메탄, 비스(2-머캅토에틸)술피드, 비스(2,3-디머캅토프로필)술피드, 4,8-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 4,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 5,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 2,5-디머캅토메틸-1,4-디티안, 2,5-디머캅토-1,4-디티안, 2,5-디머캅토메틸-2,5-디메틸-1,4-디티안, 1,1,3,3-테트라키스(머캅토메틸티오)프로판, 1,1,2,2-테트라키스(머캅토메틸티오)에탄, 4,6-비스(머캅토메틸티오)-1,3-디티안 등을 들 수 있다.

[0094] (폴리티올 화합물(B))

[0095] 본 개시의 폴리티올 조성물은, 4,8-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 4,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸 및 5,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 포함하는 폴리티올 화합물 (B)를 포함하는 것이 바람직하다.

[0096] 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 폴리티올 화합물 (B)의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 3.10 이하인 것이 바람직하다.

[0097] 또한, 폴리티올 화합물 (B)의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 3.05 이하인 것이 보다 바람직하다.

[0098] 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 폴리티올 화합물 (B)의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 0 초과여도 되고, 0.10 이상이어도 되고, 0.20 이상이어도 된다.

[0099] <폴리티올 화합물 (B)의 피크 면적의 측정>

[0100] 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대한 폴리티올 화합물 (B)의 피크 면적은, 이하의 조건에 기초하여 고속 액체 크로마토그래피(HPLC) 측정을 행함으로써 구해진다.

[0101] 유지 시간 21.0분 내지 24.0분에 나타나는 피크 면적을 폴리티올 화합물 (B)의 피크 면적으로 판단하여, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대한 비율을 산출하면 된다.

[0102] (HPLC의 조건)

[0103] 컬럼: YMC-Pack ODS-A A-312(S5Φ6㎜×150㎜)

[0104] 이동상: 아세토니트릴/0.01㏖/L-인산2수소칼륨 수용액=60/40(vol/vol)

[0105] 컬럼 온도: 40℃

[0106] 유량: 1.0ml/min

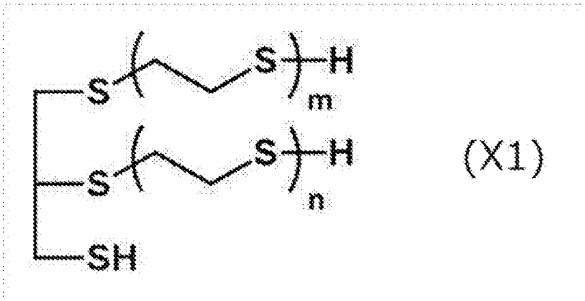
[0107] 검출기: UV 검출기, 파장 230㎚

[0108] 측정 용액의 조제: 폴리티올 조성물 160㎎을 아세토니트릴 10ml로 용해 혼합한다.

[0109] 주입량: 2μL

[0110] (식 (X1)로 표시되는 화합물)

[0111] 본 개시의 폴리티올 조성물에 포함될 수 있는, 폴리티올 화합물 (A) 및 식 (1)로 표시되는 화합물 이외의 화합물로서는, 하기 식 (X1)로 표시되는 화합물도 들 수 있다.



(X1)

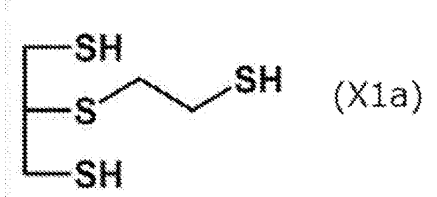
[0112]

[0113] 식 (X1) 중, m 및 n은, 각각 독립적으로, 0 또는 1을 나타내고, m+n=1이다.

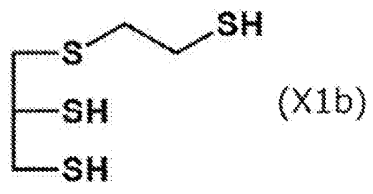
[0114] 식 (X1)로 표시되는 화합물의 구조는, 본 개시에 있어서의 폴리티올 화합물 (A)(즉, 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄; 즉, 식 (a-1)로 표시되는 화합물)의 구조와 유사하다.

[0115] 식 (X1)로 표시되는 화합물의 구조는, m 및 n이, 각각 독립적으로, 0 또는 1을 나타내고, m+n=1인 점에서, m 및 n이, 모두 1(즉, m+n=2)인, 식 (a-1)로 표시되는 화합물의 구조와 다르다.

[0116] 식 (X1)로 표시되는 화합물로서, 식 (X1a)로 표시되는 화합물 및 식 (X1b)로 표시되는 화합물을 들 수 있다.



(X1a)



(X1b)

[0117]

[0118] 또한, 본 개시의 폴리티올 조성물은, 식 (X1)로 표시되는 화합물을 복수 포함하고 있어도 된다. 예를 들어, 본 개시의 폴리티올 조성물은, 식 (X1)로 표시되는 화합물로서, 식 (X1a)로 표시되는 화합물 및 식 (X1b)로 표시되는 화합물의 혼합물이어도 된다.

[0119] 식 (X1)로 표시되는 화합물은, 식 (X1a)로 표시되는 화합물, 식 (X1b)로 표시되는 화합물, 또는 식 (X1a)로 표

시되는 화합물 및 식 (X1b)로 표시되는 화합물의 혼합물이어도 된다.

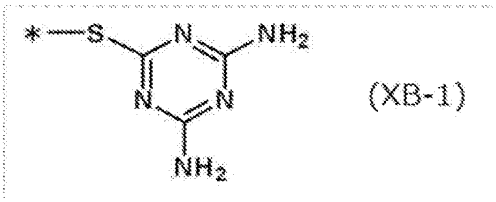
[0120] 식 (X1)로 표시되는 화합물이 식 (X1a)로 표시되는 화합물 및 식 (X1b)로 표시되는 화합물을 포함하는 경우, 식 (X1a)로 표시되는 화합물의 함유량은, 식 (X1a)로 표시되는 화합물 및 식 (X1b)로 표시되는 화합물의 총 함유량에 대하여 80질량% 이상인 것이 바람직하고, 90질량% 이상인 것이 보다 바람직하고, 95질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다.

[0121] (화합물 (XB))

[0122] 폴리티올 화합물 (A) 및 화합물 (B1) 이외의 화합물로서는, 하기 화합물 (XB)도 들 수 있다.

[0123] 화합물 (XB)는 머캅토기를 3개 이상 포함하는 폴리티올 화합물(이하, 「폴리티올 화합물 (XA)」라고도 함)에 있어서의 3개 이상의 머캅토기 중 적어도 하나를 하기 식 (XB-1)로 표시되는 기초로 치환한 화합물도 들 수 있다.

[0124] 여기서, 머캅토기를 3개 이상 포함하는 폴리티올 화합물(즉, 폴리티올 화합물 (XA))의 범위에는, 본 개시에 있어서의 폴리티올 화합물 (A)(즉, 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄; 즉, 식 (a-1)로 표시되는 화합물)도 포함된다.

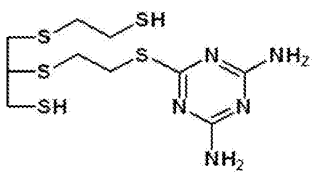


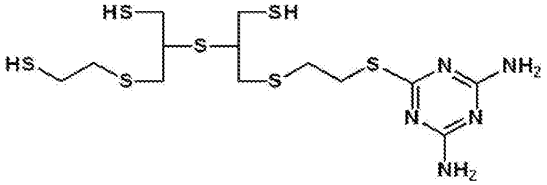
(XB-1)

[0125]

[0126] 식 (XB-1) 중, *은, 결합 위치를 나타낸다.

[0127] 이하, 화합물 (XB)의 예를 나타내지만, 화합물 (XB)는 이하의 예에 한정되지는 않는다.





[0128]

[0129] 본 개시의 폴리티올 조성물이, 식 (X1)로 표시되는 화합물과 화합물 (XB)를 포함하는 경우, 이들의 비(식 (X1)로 표시되는 화합물/화합물 (XB))는 얻어지는 수지의 황색도 및 실투도를 저감시키는 관점, 그리고 본 개시의 중합성 조성물의 포트 라이프를 양호하게 유지하는 관점에서, 1 내지 30인 것이 바람직하고, 3 내지 24인 것이 보다 바람직하고, 5 내지 18인 것이 더욱 바람직하다.

[0130] ≪중합성 조성물≫

[0131] 본 개시의 중합성 조성물은, 본 개시의 폴리티올 조성물과, 폴리이소(티오)시아네이트 화합물을 포함한다.

[0132] (폴리이소(티오)시아네이트 화합물)

[0133] 폴리이소(티오)시아네이트 화합물로서는, 본 개시의 효과를 발휘할 수 있으면 특별히 한정되지는 않고 종래 공지의 화합물을 사용할 수 있다. 1분자 중에 적어도 2개 이상의 이소(티오)시아네이트기를 갖는 화합물이면, 특별히 한정되지는 않고, 구체적으로는, 예를 들어;

[0134] 테트라메틸렌디이소시아네이트, 펜타메틸렌디이소시아네이트, 헥사메틸렌디이소시아네이트, 헵타메틸렌디이소시아네이트, 옥타메틸렌디이소시아네이트, 2,2,4-트리메틸헥사메틸렌디이소시아네이트, 2,4,4-트리메틸헥사메틸렌디이소시아네이트, 리신디이소시아네이트메틸에스테르, 리신트리이소시아네이트, 크실릴렌디이소시아네이트 등의 지방족 폴리이소시아네이트 화합물; 이소포론디이소시아네이트, 비스(이소시아나토메틸)시클로헥산, 비스(이소시아나토시클로헥실)메탄, 디시클로헥실디메틸메탄디이소시아네이트, 2,5-비스(이소시아나토메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 2,6-비스(이소시아나토메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 3,8-비스(이소시아나토메틸)트리시클로데칸, 3,9-비스(이소시아나토메틸)트리시클로데칸, 4,8-비스(이소시아나토메틸)트리시클로데칸, 4,9-비스(이소시아나토메틸)트리시클로데칸 등의 지환족 폴리이소시아네이트 화합물;

[0135] 톨릴렌디이소시아네이트, 4,4'-디페닐메탄디이소시아네이트, 디페닐술피드-4,4'-디이소시아네이트, 페닐렌디이소시아네이트 등의 방향족 폴리이소시아네이트 화합물;

[0136] 2,5-디이소시아나토티오펜, 2,5-비스(이소시아나토메틸)티오펜, 2,5-디이소시아나토테트라히드로티오펜, 2,5-비스(이소시아나토메틸)테트라히드로티오펜, 3,4-비스(이소시아나토메틸)테트라히드로티오펜, 2,5-디이소시아나토-1,4-디티안, 2,5-비스(이소시아나토메틸)-1,4-디티안, 4,5-디이소시아나토-1,3-디티올란, 4,5-비스(이소시아나토메틸)-1,3-디티올란 등의 복소환 폴리이소시아네이트 화합물;

[0137] 헥사메틸렌디이소티오시아네이트, 리신디이소티오시아네이트메틸에스테르, 리신트리이소티오시아네이트, 크실릴렌디이소티오시아네이트 등의 지방족 폴리이소티오시아네이트 화합물;

[0138] 이소포론디이소티오시아네이트, 비스(이소티오시아나토메틸)시클로헥산, 비스(이소티오시아나토시클로헥실)메탄, 시클로헥산디이소티오시아네이트, 메틸시클로헥산디이소티오시아네이트, 2,5-비스(이소티오시아나토메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 2,6-비스(이소티오시아나토메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 3,8-비스(이소티오시아나토메틸)트리시클로데칸, 3,9-비스(이소티오시아나토메틸)트리시클로데칸, 4,8-비스(이소티오시아나토메틸)트리시클로데칸, 4,9-비스(이소티오시아나토메틸)트리시클로데칸 등의 지환족 폴리이소티오시아네이트 화합물;

[0139] 톨릴렌디이소티오시아네이트, 4,4'-디페닐메탄디이소티오시아네이트, 디페닐디술피드-4,4'-디이소티오시아네이트 등의 방향족 폴리이소티오시아네이트 화합물;

[0140] 2,5-디이소티오시아나토티오펜, 2,5-비스(이소티오시아나토메틸)티오펜, 2,5-이소티오시아나토테트라히드로티오펜, 2,5-비스(이소티오시아나토메틸)테트라히드로티오펜, 3,4-비스(이소티오시아나토메틸)테트라히드로티오펜, 2,5-디이소티오시아나토-1,4-디티안, 2,5-비스(이소티오시아나토메틸)-1,4-디티안, 4,5-디이소티오시아나토-1,3-디티올란, 4,5-비스(이소티오시아나토메틸)-1,3-디티올란 등의 함황 복소환 폴리이소티오시아네이트 화합물 등을 들 수 있다.

[0141] 폴리이소(티오)시아네이트 화합물은, 이들에서 선택되는 적어도 1종을 포함할 수 있다.

[0142] 또한, 폴리이소(티오)시아네이트 화합물로서는, 이들의 염소 치환체, 브롬 치환체 등의 할로겐 치환체, 알킬 치환체, 알콕시 치환체, 니트로 치환체, 다가 알코올과의 프리폴리머형 변성체, 카르보디이미드 변성체, 우레아 변성체, 뷰렛 변성체, 다이머화 혹은 트리머화 반응 생성물 등도 사용할 수 있다.

[0143] 폴리이소(티오)시아네이트 화합물로서는, 폴리이소시아네이트 화합물이 바람직하고, 펜타메틸렌디이소시아네이트, 헥사메틸렌디이소시아네이트, 크실릴렌디이소시아네이트, 이소포론디이소시아네이트, 비스(이소시아나토메틸)시클로헥산, 비스(이소시아나토시클로헥실)메탄, 2,5-비스(이소시아나토메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 2,6-비스(이소시아나토메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 톨릴렌디이소시아네이트, 4,4'-디페닐메탄디이소시아네이트 및 페닐렌디이소시아네이트로 이루어지는 군이 선택되는 적어도 1종을 포함하는 것이 바람직하다.

[0144] 폴리티올 조성물과, 폴리이소(티오)시아네이트 화합물의 혼합 비율은 특별히 한정되지는 않고, 예를 들어 폴리티올 조성물에 포함되는 폴리티올 화합물의 머캅토기와 폴리이소(티오)시아네이트 화합물의 이소(티오)시아네이트기의 몰비(머캅토기/이소(티오)시아네이트기)가 0.5 내지 3.0인 것이 바람직하고, 0.6 내지 2.0인 것이 보다 바람직하고, 0.8 내지 1.3인 것이 더욱 바람직하다. 혼합 비율이 상기 범위 내이면, 플라스틱 렌즈 등으로서 요구되는 굴절률, 내열성 등의 다양한 성능을 균형 있게 충족시키는 것이 가능해지는 경향이 있다.

[0145] 본 개시의 중합성 조성물은, 상기 폴리이소(티오)시아네이트 화합물을 포함하는 폴리이소(티오)시아네이트 조성물을 포함하고 있어도 된다.

[0146] 여기서, 폴리이소(티오)시아네이트 조성물이란, 적어도 1종의 폴리이소(티오)시아네이트 화합물을 함유하는 조성물을 의미한다.

[0147] 폴리이소(티오)시아네이트 조성물에는, 불순물로서, 폴리이소(티오)시아네이트 화합물 이외의 성분이 함유되어 있어도 된다.

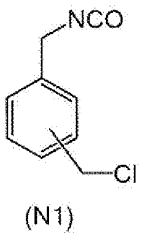
[0148] 폴리이소(티오)시아네이트 조성물은, 적어도 1종의 폴리이소(티오)시아네이트 화합물을 주성분으로서 포함하는 것이 바람직하다.

[0149] 폴리이소(티오)시아네이트 조성물은, 크실릴렌디이소시아네이트를 포함하는 것이 바람직하다.

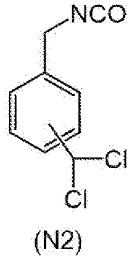
[0150] 이하, 크실릴렌디이소시아네이트를 포함하는 폴리이소(티오)시아네이트 조성물을, XDI 조성물이라고도 한다.

[0151] XDI 조성물은 크실릴렌디이소시아네이트를 주성분으로서 포함하는 것이 바람직하다

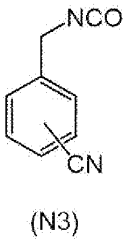
[0152] XDI 조성물은, 하기 화합물 (N1), 하기 화합물 (N2) 및 하기 화합물 (N3)으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 포함하는 것이 바람직하다.



(N1)



(N2)



(N3)

[0153]

[0154] 이하, 폴리이소(티오)시아네이트 조성물의 안정성 및 폴리이소(티오)시아네이트 조성물을 사용하여 형성된 수지의 투명성이 보다 우수한 관점에서 본, XDI 조성물의 바람직한 양태를 나타낸다.

[0155] XDI 조성물이 화합물 (N1)을 포함하는 경우에는, 하기 GC 조건 1에서의 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 화합물 (N1)의 피크 면적이, 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여 0.20ppm 이상인 것이 바람직하다.

[0156] -GC 조건 1-

[0157] 충전제; DB-1(막 두께) 1.5㎛

[0158] 컬럼; 내경 0.53㎜×길이 60m(Agilent사제)

[0159] 오븐 온도; 130℃로부터 220℃까지 3℃/min으로 승온, 220℃ 도달 후 300℃까지 10℃/min으로 승온.

[0160] 스플릿비; 펄스형 스플릿리스법

[0161] 주입구 온도; 280℃

[0162] 검출기 온도; 300℃

[0163] 캐리어 가스; N_2 158kPa, H_2 55kPa, Air 45kPa(정압 제어)

[0164] 용매; 클로로포름

[0165] 샘플 농도: 2.0질량% 클로로포름 용액

[0166] 주입량; 2μL

[0167] 검출 방법; FID

[0168] 상기 화합물 (N1)의 피크 면적은 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여, 보다 바람직하게는 5.0ppm 이상, 더욱 바람직하게는 50ppm 이상, 더욱 바람직하게는 100ppm 이상이다.

[0169] 상기 화합물 (N1)의 피크 면적은 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여, 바람직하게는 4000ppm 이하, 보다 바람직하게는 3000ppm 이하, 더욱 바람직하게는 2000ppm 이하, 더욱 바람직하게는 1500ppm 이하, 더욱 바람직하게는 1000ppm 이하이다.

[0170] 상기 화합물 (N1)의 피크 면적은, 일본 특허 제6373536호 공보의 단락 0377에 기재된 방법에 준거하여 측정할 수 있다.

[0171] XDI 조성물이 화합물 (N2)를 포함하는 경우에는, 하기 GC 조건 2에서의 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 화합물 (N2)의 피크 면적이, 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여 0.05ppm 이상인 것이 바람직하다.

[0172] -GC 조건 2-

[0173] 컬럼; HP-50+, 내경 0.25㎜×길이 30m×막 두께 0.25㎛(휴렛 팩커드사제)

[0174] 오븐 온도; 50℃로부터 280℃까지 10℃/min으로 승온, 280℃ 도달 후 6min 홀드.

[0175] 스플릿비; 펄스형 스플릿리스법

[0176] 주입구 온도; 200℃

[0177] 검출기 온도; 280℃

[0178] 캐리어 가스; He

[0179] 캐리어 가스 유량; 1.0ml/min(정유량 제어)

[0180] 샘플 농도: 1.0질량% 디클로로메탄 용액

[0181] 주입량; 1.0μL

[0182] 검출 방법; SIM(모니터링 이온: m/z 180, 215)(크실릴렌디이소시아네이트(XDI)의 함유 비율)

[0183] 상기 화합물 (N2)의 피크 면적은 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여, 보다 바람직하게는 0.1ppm 이상, 더욱 바람직하게는 0.3ppm 이상, 더욱 바람직하게는 0.6ppm 이상이다.

[0184] 상기 화합물 (N2)의 피크 면적은 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여, 바람직하게는 200ppm 이하, 보다 바람직하게는 150ppm 이하, 더욱 바람직하게는 100ppm 이하, 더욱 바람직하게는 80ppm 이하, 더욱 바람직하게는 70ppm 이하, 더욱 바람직하게는 60ppm 이하이다.

[0185] 상기 화합물 (N2)의 피크 면적은, 일본 특허 제6373536호 공보의 단락 0375 및 0376에 기재된 방법에 준거하여 측정할 수 있다.

[0186] XDI 조성물이 화합물 (N3)을 포함하는 경우에는, 전술한 GC 조건 1에서의 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 화합물 (N3)의 피크 면적이, 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여 0.10ppm 이상인 것이 바람직하다.

[0187] 상기 화합물 (N3)의 피크 면적은 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여, 보다 바람직하게는 0.1ppm 이상, 더욱 바람직하게는 3.0ppm 이상, 더욱 바람직하게는 5.0ppm 이상이다.

[0188] 상기 화합물 (N3)의 피크 면적은 크실릴렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여, 바람직하게는 1000ppm 이하, 보다 바람직하게는 500ppm 이하, 더욱 바람직하게는 300ppm 이하, 더욱 바람직하게는 100ppm 이하, 더욱 바람직하게는 75ppm 이하이다.

[0189] 상기 화합물 (N3)의 피크 면적은, 일본 특허 제6373536호 공보의 단락 0377에 기재된 방법에 준거하여 측정할 수 있다.

[0190] XDI 조성물의 산분은, 바람직하게는 3000ppm 이하, 보다 바람직하게는 2000ppm 이하, 더욱 바람직하게는 1000ppm 이하, 더욱 바람직하게는 100ppm 이하, 더욱 바람직하게는 50ppm 이하, 더욱 바람직하게는 30ppm 이하, 더욱 바람직하게는 15ppm 미만이다.

[0191] XDI 조성물의 산분의 하한값은 특별히 한정되지는 않지만, 하한값은, 예를 들어 1ppm이다.

[0192] XDI 조성물의 산분은, 국제 공개 제2021/256417호의 단락 0091에 기재된 방법에 준거하여 측정할 수 있다.

[0193] 또한, XDI 조성물은 안정제를 포함하고 있어도 된다.

[0194] 본 개시의 중합성 조성물은 수지의 여러 물성, 조작성, 중합성 조성물의 중합 반응성 등을 개량할 목적으로, 폴리티올 화합물 및 폴리이소(티오)시아네이트 화합물 이외의 그 밖의 성분을 포함하고 있어도 된다.

[0195] 그 밖의 성분으로서는, 중합 촉매, 내부 이형제, 수지 개질제, 쇄 연장제, 가교제, 라디칼 포착제, 광안정제, 자외선 흡수제, 산화 방지제, 유용 염료, 충전제, 밀착성 향상제, 항균제, 대전 방지제, 염료, 형광 증백제, 형광 안료, 무기 안료 등의 블루 잉크제 등을 들 수 있다.

[0196] 중합 촉매로서는, 3급 아민 화합물, 그 무기산염 또는 유기산염, 금속 화합물, 4급 암모늄염, 유기 술폰산 등을 들 수 있다.

[0197] 내부 이형제로서는, 산성 인산에스테르를 사용할 수 있다. 산성 인산에스테르로서는, 인산 모노에스테르, 인산

디에스테르를 들 수 있고, 각각 단독 또는 2종류 이상 혼합하여 사용할 수 있다.

[0198] 수지 개질제로서는, 예를 들어 에피술피드 화합물, 알코올 화합물, 아민 화합물, 에폭시 화합물, 유기산 및 그의 무수물, (메트)아크릴레이트 화합물 등을 포함하는 올레핀 화합물 등을 들 수 있다.

[0199] 본 개시의 중합성 조성물은, 상기 성분을 혼합하여 얻을 수 있다.

[0200] ≪성형체≫

[0201] 본 개시의 성형체는, 본 개시의 수지를 포함한다.

[0202] 본 개시의 수지는, 본 개시의 중합성 조성물의 경화물을 포함한다.

[0203] 본 개시의 성형체를 제조하는 방법은, 특별히 한정되지는 않고, 바람직한 제조 방법으로서 주형 중합을 들 수 있다. 처음에, 가스킷 또는 테이프 등으로 보유 지지된 성형 몰드 사이에 중합성 조성물을 주입한다. 이때, 얻어지는 플라스틱 렌즈에 요구되는 물성에 따라서는, 필요에 따라서, 감압하에서의 탈포 처리, 가압, 감압 등의 여과 처리 등을 행하는 것이 바람직한 경우가 많다.

[0204] 중합 조건에 대해서는, 중합성 조성물의 조성, 촉매의 종류와 사용량, 몰드의 형상 등에 의해 크게 조건이 다르기 때문에 한정되는 것은 아니며, 예를 들어 -50℃ 내지 150℃의 온도에서 1시간 내지 50시간에 걸쳐 행해진다. 경우에 따라서는, 10℃ 내지 150℃의 온도 범위에서 유지 또는 점차 승온하여, 1시간 내지 48시간으로 경화시키는 것이 바람직하다.

[0205] 성형체에 대하여, 필요에 따라서, 어닐 등의 처리를 행해도 된다. 어닐 등의 처리는, 통상 50℃ 내지 150℃의 사이에서 행하고, 90℃ 내지 140℃에서 행하는 것이 바람직하고, 100℃ 내지 130℃에서 행하는 것이 보다 바람직하다.

[0206] [용도]

[0207] 본 개시의 중합성 조성물로부터 얻어지는 수지는, 주형 중합 시의 몰드의 종류를 바꿈으로써, 다양한 형상의 성형체를 제조하는 재료로서 사용할 수 있다.

[0208] ≪광학 재료≫

[0209] 본 개시의 광학 재료는, 본 개시의 수지를 포함한다.

[0210] 본 개시의 중합성 조성물로부터 얻어진 성형체는, 투명성을 손상시키지 않고, 황색도가 저감된 재료를 얻을 수 있다. 또한, 제1 실시 형태의 폴리티올 조성물을 포함하는 중합성 조성물로부터 얻어진 성형체는, 우수한 실투도를 겸비한 재료를 얻을 수도 있다.

[0211] 그 때문에, 플라스틱 렌즈 등의 각종 광학 재료에 사용하는 것이 가능하다.

[0212] ≪렌즈≫

[0213] 본 개시의 렌즈는, 본 개시의 수지를 포함한다.

[0214] 광학 재료로서는, 특히 렌즈가 적합하다.

[0215] 렌즈로서는, 예를 들어 플라스틱 안경 렌즈, 플라스틱 편광 렌즈 등을 들 수 있다.

[0216] [플라스틱 안경 렌즈]

[0217] 본 개시의 성형체로 이루어지는 렌즈 기재를 사용한 플라스틱 안경 렌즈는 필요에 따라서, 편면 또는 양면에 코팅층이 실시되어 있어도 된다.

[0218] 본 개시의 플라스틱 안경 렌즈는, 상술한 중합성 조성물의 경화물을 포함하는 렌즈 기재와, 코팅층을 구비한다.

[0219] 코팅층으로서, 구체적으로는 프라이머층, 하드 코트층, 반사 방지층, 방담 코트층, 방오염층, 발수층 등을 들 수 있다. 이들의 코팅층은 각각 단독으로 사용하는 것도 복수의 코팅층을 다층화하여 사용할 수도 있다. 양면에 코팅층을 실시하는 경우, 각각의 면에 마찬가지의 코팅층을 실시해도, 다른 코팅층을 실시해도 된다.

[0220] 이들의 코팅층은 각각, 적외선으로부터 눈을 지킬 목적으로 적외선 흡수제, 렌즈의 내후성을 향상시킬 목적으로 광안정제, 산화 방지제 등, 렌즈의 패션성을 높일 목적으로 포토크로믹 화합물, 염료, 안료 등, 그 밖에 렌즈의 성능을 높일 목적으로 대전 방지제 등의 공지의 첨가제가 병용되어 있어도 된다.

[0221] 도포에 의한 코팅을 행하는 층에 관해서는 도포성의 개선을 목적으로 한 각종 레벨링제가 사용되고 있어도 된다.

[0222] 또한, 반사 방지층 상에는, 필요에 따라서 방담층, 방오염층, 발수층이 형성되어 있어도 된다.

[0223] 이상, 본 개시의 실시 형태에 대해서 설명했지만, 이들은 본 개시의 예시이며, 본 개시의 효과를 손상시키지 않는 범위에서, 상기 이외의 다양한 구성을 채용할 수 있다.

[0224] **실시예**

[0225] 이하, 본 개시를, 실시예를 참조하여 상세하게 설명한다. 또한, 본 개시는, 이들 실시예의 기재에 하등 한정되는 것은 아니다. 또한, 특별히 언급하지 않는 한, 「부」는 질량 기준이다.

[0226] <평가 방법>

[0227] 본 실시예에 있어서, 플라스틱 렌즈의 각 물성의 평가 방법은 이하와 같다. 결과는 표 1에 나타낸 바와 같다.

[0228] ·황색도(Yellow Index(YI라고도 함))

[0229] 수지를, 두께 9㎜, 직경 75㎜의 원형 플라스틱 평판으로서 제작하고, 코니카 미놀타 가부시키가이샤제 분광 측색계 CR-400을 사용하여 YI값을 구하였다.

[0230] 또한, YI값은 작을수록 플라스틱 평판의 황색도가 작고, YI값이 클수록 황색도가 커지는 상관이 있다.

[0231] ·실투도

[0232] 수지를, 두께 9㎜, 직경 75㎜의 원형 플라스틱 평판으로서 제작하고, 평판에 대해 광원(하야시레픽사제 Luminar Ace LA-150A)으로부터의 광을 평판의 측면으로부터 투과시켰다. 평판 정면으로부터의 광의 화상을 화상 처리 장치(우베 정보 시스템사제)에 도입하고, 도입한 화상에 대하여 농담 처리를 행하였다. 처리 후의 화상 농담 정도를 화소마다 수치화하고, 각 화소의 농담 정도의 수치 평균값을 취득하고, 평판의 실투도를 구하였다.

[0233] 실투도가 작을수록, 수지(여기서는 평판)의 투명성이 손상되는 정도가 적다(즉, 수지의 투명성이 우수하다).

[0234] ·내열성

[0235] 길이 10㎜, 폭 10㎜, 두께 2.5㎜의 수지 시험편을 제작하고, 시마즈 세이사쿠쇼제 열 기계 분석 장치 TMA-60을 사용하고, TMA 페네트레이션법(50g 하중, 핀끝 0.5㎜φ, 승온 속도 10℃/min)에 의해, 유리 전이 온도(Tg)를 측정하고, 내열성의 지표로 하였다.

[0236] 또한, 유리 전이 온도(Tg)가 높을수록, 내열성이 우수하다.

[0237] <폴리티올 조성물 (A)의 제작>

[0238] 반응기 내에, 2-머캅토에탄올 124.6질량부 및 탈기수 18.3질량부를 장입하였다. 여기에, 12℃ 내지 35℃에서, 농도 32질량%의 수산화나트륨 수용액 101.5질량부를 40분에 걸쳐 적하 장입한 후, 에피클로로히드린 73.6질량부를 29℃ 내지 36℃에서 4.5시간에 걸쳐 적하 장입하고, 계속해서 40분 교반을 행하였다. 얻어진 반응액의 NMR 데이터로부터, 1,3-비스(2-히드록시에틸티오)-2-프로판올의 생성을 확인하였다.

[0239] 다음에, 1,3-비스(2-히드록시에틸티오)-2-프로판올을 포함하는 상기 반응기 내에, 농도 35.5질량%의 염산 331.5질량부를 장입하고, 다음에 순도 99.90질량%의 티오 요소 183.8질량부를 장입하고, 110℃ 환류하에서 3시간 교반하여, 티우로늄염화 반응을 행하였다.

[0240] 티우로늄염화 반응 후의 반응액을 45℃까지 냉각한 후, 여기에 톨루엔 320.5질량부를 첨가하여, 31℃까지 냉각하고, 25질량%의 암모니아 수용액 243.1질량부를 31℃ 내지 41℃에서 44분에 걸쳐 장입하고, 54℃ 내지 62℃에서 3시간 교반에 의해 가수 분해 반응을 행하여, 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄을 주성분으로 하는 폴리티올의 톨루엔 용액을 얻었다.

[0241] 상기 톨루엔 용액에, 농도 35.5질량%의 염산 162.8질량부 첨가하여, 35℃ 내지 43℃에서 1시간 산세정하였다. 이 산세정 후의 톨루엔 용액에 대해, 탈기수 174.1질량부를 첨가하여 35℃ 내지 45℃에서 30분 세정하는 조작을, 2회 실시하였다. 탈기수에 의한 세정 후의 톨루엔 용액에, 농도 0.1질량% 암모니아수 162.1질량부를 첨가하여, 30분 세정하였다. 암모니아수에 의한 세정 후의 톨루엔 용액에 대해, 탈기수 174.2질량부를 첨가하여 35℃ 내지 45℃에서 30분 세정하는 조작을, 2회 실시하였다.

[0242] 다음에, 탈기수에 의한 세정 후의 톨루엔 용액으로부터, 가열 감압하에서 톨루엔 및 미량의 수분을 제거한 후, 1.2㎛의 PTFE 타입 멤브레인 필터로 감압 여과함으로써, 폴리티올 화합물 (A)인 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄을 주성분으로 하는 폴리티올 조성물 (A) 205.0질량부를 얻었다.

[0243] <폴리티올 조성물 (B)의 제작>

[0244] 반응기 내에, 2-머캅토에탄올 51.2질량부, 탈기수 26.5질량부 및 농도 49질량%의 수산화나트륨 수용액 0.16질량부를 장입하였다. 여기에, 에피클로로히드린 61.99질량부를 9 내지 11℃에서 6.5시간에 걸쳐 적하 장입하고, 계속해서 60분 교반을 행하였다. 얻어진 반응액의 NMR 데이터로부터, 1-클로로-3-(2-히드록시에틸티오)-2-프로판올의 생성을 확인하였다.

[0245] 다음에, 1-클로로-3-(2-히드록시에틸티오)-2-프로판올을 포함하는 상기 반응기 내에, 농도 17.3질량%의 황화소다수 용액 150.0질량부를, 7 내지 37℃에서 5.5시간에 걸쳐 적하 장입하고, 120분 교반을 행하였다. 그 결과, NMR 데이터에 의해, 1,5,9,13-테트라히드록시-3,7,11-트리티아트리데칸이 생성된 것을 확인하였다.

[0246] 다음에, 1,5,9,13-테트라히드록시-3,7,11-트리티아트리데칸을 포함하는 상기 반응기 내에, 농도 35.5질량%의 염산 279.0질량부를 장입하고, 다음에 순도 99.90%의 티오 요소 125.8질량부를 장입하고, 110℃ 환류하에서 3시간 교반하고, 티우로늄염화 반응을 행하였다.

[0247] 티우로늄염화 반응 후의 반응액을 45℃로 냉각한 후, 톨루엔 214.0질량부를 첨가하여, 26℃까지 냉각하고, 여기에, 농도 25질량%의 암모니아 수용액 206.2질량부를 26 내지 50℃에서 30분에 걸쳐 장입하고, 50℃ 내지 65℃에서 1시간 교반함으로써 가수 분해 반응을 행하여, 4,8-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 4,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸 및 5,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 주성분으로 하는 폴리티올의 톨루엔 용액을 얻었다.

[0248] 얻어진 톨루엔 용액에 대해, 농도 36질량%의 염산 59.4질량부를 첨가하여 34℃ 내지 39℃에서 30분 산세정하는 조작을 2회 실시하였다. 이 산세정 후의 톨루엔 용액에 대해, 탈기수 118.7질량부를 첨가하여 35℃ 내지 45℃에서 30분 세정하는 조작을, 5회 실시하였다. 다음에, 탈기수에 의한 세정 후의 톨루엔 용액으로부터, 가열 감압하에서 톨루엔 및 미량의 수분을 제거한 후, 1.2㎛의 PTFE 타입 멤브레인 필터로 감압 여과함으로써, 4,8-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸, 4,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸 및 5,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 주성분으로 하는 폴리티올 조성물 (B) 115.9질량부를 얻었다.

[0249] <폴리티올 조성물 (C)의 제작>

[0250] 폴리티올 조성물 (A)와 폴리티올 조성물 (B)를 임의의 비율로 혼합하고, 폴리티올 조성물 (C)를 조제하였다.

[0251] [실시예 1 내지 실시예 6]

[0252] 전술한 바와 같이 하여 얻은 폴리티올 조성물 (C)와, 식 (1)로 표시되는 화합물을 혼합하여 폴리티올 조성물을 얻었다.

[0253] 그 때, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대한 식 (1)로 표시되는 화합물의 합계 피크 면적이, 표 1에 기재된 값이 되도록 혼합비를 변경하여 각각 혼합하였다.

[0254] <폴리티올 화합물 (A), 폴리티올 화합물 (B) 및 식 (1)로 표시되는 화합물의 비율(area%)의 측정>

[0255] HPLC에 의한 폴리티올 화합물 (A), 폴리티올 화합물 (B) 및 식 (1)로 표시되는 화합물의 비율(area%)은, 상술한 <폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적의 측정>, <폴리티올 화합물 (B)의 피크 면적의 측정> 및 <식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적의 측정>의 항에 기재된 방법에 의해 측정하였다.

[0256] 결과를 표 1에 나타낸다.

[0257] <플라스틱 렌즈의 제조>

[0258] [제조예 1]

[0259] m-크실릴렌디이소시아네이트 52질량부, 경화 촉매로서 디부틸주석디클로라이드 0.015질량부, 제렉 UN(상품명 Stepan사 제품; 산성 인산에스테르) 0.10질량부 및 바이오소브 583(쿄도 야쿠힌사제; 자외선 흡수제) 0.05질량부를, 20℃에서 혼합 용해시켰다. 여기에, 실시예 1의 폴리티올 조성물 48질량부를 장입 혼합하고, 혼합 균일

액으로 하였다. 이 균일액을 600Pa에서 1시간 탈포를 행한 후, 1㎛ 테플론(등록 상표) 필터로 여과를 행한 후, 유리 몰드와 테이프로 이루어지는 몰드형에 주입하였다. 이 몰드형을 오븐으로 투입하고, 10℃ 내지 120℃까지 점차 승온하고, 38시간으로 중합하였다. 중합 종료 후, 오븐으로부터 몰드형을 취출하고, 이형하여 수지를 얻었다. 얻어진 수지를 추가로 120℃에서 1시간 어닐을 행하고, 플라스틱 렌즈를 제조하였다. 전술한 플라스틱 렌즈의 각 물성의 평가 방법에 기초하여, 각 물성을 구하였다.

[0260] [제조예 2]

[0261] 제조예 1에 있어서, 실시예 1의 폴리티올 조성물 48질량부를 실시예 2의 폴리티올 조성물 48질량부로 변경한 것 이외에는, 제조예 1에 기재된 방법과 마찬가지의 방법으로 플라스틱 렌즈를 제조하였다. 전술한 플라스틱 렌즈의 각 물성의 평가 방법에 기초하여, 각 물성을 구하였다.

[0262] [제조예 3]

[0263] 제조예 1에 있어서, 실시예 1의 폴리티올 조성물 48질량부를 실시예 3의 폴리티올 조성물 48질량부로 변경한 것 이외에는, 제조예 1에 기재된 방법과 마찬가지의 방법으로 플라스틱 렌즈를 제조하였다. 전술한 플라스틱 렌즈의 각 물성의 평가 방법에 기초하여, 각 물성을 구하였다.

[0264] [제조예 4]

[0265] 제조예 1에 있어서, 실시예 1의 폴리티올 조성물 48질량부를 실시예 4의 폴리티올 조성물 48질량부로 변경한 것 이외에는, 제조예 1에 기재된 방법과 마찬가지의 방법으로 플라스틱 렌즈를 제조하였다. 전술한 플라스틱 렌즈의 각 물성의 평가 방법에 기초하여, 각 물성을 구하였다.

[0266] [제조예 5]

[0267] 제조예 1에 있어서, 실시예 1의 폴리티올 조성물 48질량부를 실시예 5의 폴리티올 조성물 48질량부로 변경한 것 이외에는, 제조예 1에 기재된 방법과 마찬가지의 방법으로 플라스틱 렌즈를 제조하였다. 전술한 플라스틱 렌즈의 각 물성의 평가 방법에 기초하여, 각 물성을 구하였다.

[0268] [제조예 6]

[0269] 제조예 1에 있어서, 실시예 1의 폴리티올 조성물 48질량부를 실시예 6의 폴리티올 조성물 48질량부로 변경한 것 이외에는, 제조예 1에 기재된 방법과 마찬가지의 방법으로 플라스틱 렌즈를 제조하였다. 전술한 플라스틱 렌즈의 각 물성의 평가 방법에 기초하여, 각 물성을 구하였다.

[0270] 제조예 1 내지 제조예 6(즉 실시예 1 내지 실시예 6)의 플라스틱 렌즈의 각 물성을 표 1에 나타낸다.

표 1

		실시예1	실시예 2	실시예 3	실시예4	실시예 5	실시예6
폴리티올 조성물	폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대한 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적의 비율 (area%)	0.28	0.26	1.26	3.22	5.25	10.14
	폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적 100에 대한 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적의 비율 (area%)	0.30	0.29	1.42	3.69	6.14	12.46
	폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대한 폴리티올 화합물 (B)의 피크 면적의 비율 (area%)	0.60	3.01	2.92	2.91	2.80	2.64
	폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대한 폴리티올 화합물 (A)의 피크 면적의 비율 (area%)	92.34	89.93	88.95	87.41	85.61	81.38
플라스틱 렌즈	YI	4.3	4.4	4.3	4.3	4.2	4.0
	실투도	21	26	24	23	22	20
	Tg (℃)	86.82	91.98	90.37	89.78	89.59	87.78

[0271]

[0272] 표 1에 나타내는 바와 같이, 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄인 폴리티올 화합물 (A)와, 식 (1)로 표시되는 화합물을 포함하고, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서, 상기 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적은, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 11.0 이하인 폴리티올 조성물을 사용한 각 실시예는, 황색도 및 실투도의 평가가 우수하고, 또한 내열성이 우수하였다.

[0273] 그 때문에, 황색도 및 실투도가 저감되고, 또한 내열성이 우수한 수지를 제조할 수 있었다.

[0274] 그 중에서도, 식 (1)로 표시되는 화합물의 피크 면적이, 폴리티올 조성물에 포함되는 화합물의 합계 피크 면적 100에 대하여 10.0 이하인 폴리티올 조성물을 사용한 실시예 1 내지 5는 내열성이 보다 우수하였다.

[0275] [제조예 1X 내지 제조예 6X]

[0276] 제조예 1X 내지 제조예 6X의 각각으로서, 플라스틱 렌즈의 제조를, 이하와 같이 변경한 것 이외에는, 제조예 1 내지 제조예 6의 각각의 마찬가지의 조작을 행한 결과, 제조예 1 내지 제조예 6(즉, 실시예 1 내지 실시예 4, 비교예 1 내지 비교예 2)의 각각의 결과(표 1)와 마찬가지의 결과가 얻어졌다.

[0277] -제조예 1 내지 제조예 6의 각각으로부터의 변경점-

[0278] 제조예 1 내지 제조예 6의 각각에서는, 플라스틱 렌즈의 제조에 있어서, m-크실릴렌디이소시아네이트(XDI)(52질량부)를 사용했지만, 제조예 1X 내지 제조예 6X의 각각에서는 XDI(52질량부)를, 전술한 XDI 조성물로서의 XDI 조성물 X1(함유되는 XDI의 양이 52질량부가 되는 양)로 변경하였다.

[0279] XDI 조성물 X1은 주성분인 XDI에 대해, 미량의 화합물 (N1), 미량의 화합물 (N2) 및 미량의 화합물 (N3)을 첨가하고, 이들을 혼합하여 제조하였다.

[0280] XDI 조성물 X1에 있어서, 전술한 GC 조건 1 및 GC 조건 2의 각각에 의해, 가스 크로마토그래피 측정을 행한 결과,

[0281] 화합물 (N1)의 피크 면적이, XDI의 피크 면적 1에 대하여 0.20ppm 이상(구체적으로는 600ppm)이고,

[0282] 화합물 (N2)의 피크 면적이, XDI의 피크 면적 1에 대하여 0.05ppm 이상(구체적으로는 18ppm)이고,

[0283] 화합물 (N3)의 피크 면적이, XDI의 피크 면적 1에 대하여 0.10ppm 이상(구체적으로는 100ppm)이었다.

[0284] 2022년 10월 14일에 출원된 일본 특허 출원 제2022-165813의 개시는, 그 전체가 참조에 의해 본 명세서에 도입된다.

[0285] 본 명세서에 기재된 모든 문헌, 특허 출원 및 기술 규격은, 개개의 문헌, 특허 출원 및 기술 규격이 참조에 의해 도입되는 것이 구체적이고 또한 개개에 기재된 경우와 동일 정도로, 본 명세서 중에 참조에 의해 도입된다.