



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112016022846-4 B1



(22) Data do Depósito: 10/04/2015

(45) Data de Concessão: 08/03/2022

(54) Título: COMPOSIÇÃO PARA MATERIAIS ÓPTICOS, MÉTODOS PARA PRODUZIR UM MATERIAL ÓPTICO E UMA MATÉRIA-PRIMA PARA MATERIAIS ÓPTICOS, MATERIAL ÓPTICO, E, LENTES ÓPTICAS

(51) Int.Cl.: C08G 18/52; C08G 75/08; G02B 1/04.

(30) Prioridade Unionista: 14/04/2014 JP 2014-082880; 14/04/2014 JP 2014-082881.

(73) Titular(es): MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC..

(72) Inventor(es): KOUHEI TAKEMURA; TETSUYA KONISHI; TAKASHI AOKI; HIROSHI HORIKOSHI.

(86) Pedido PCT: PCT JP2015061206 de 10/04/2015

(87) Publicação PCT: WO 2015/159811 de 22/10/2015

(85) Data do Início da Fase Nacional: 30/09/2016

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO PARA MATERIAIS ÓPTICOS, MÉTODOS PARA PRODUZIR UM MATERIAL ÓPTICO E UMA MATÉRIA-PRIMA PARA MATERIAIS ÓPTICOS, MATERIAL ÓPTICO, E, LENTES ÓPTICAS. De acordo com a presente invenção, uma composição para um material óptico pode ser provida, que é caracterizada por conter um composto de epissulfeto tendo um valor de turvação em acetona de 3,0 ppm ou menos. De acordo com uma modalidade preferida da presente invenção, uma composição para um material óptico pode ser provida, que compreende: (a) um composto (um composto de epissulfeto) que tem uma estrutura representada pela fórmula (1) e tem um valor de turvação em acetona de 3,0 ppm ou menos; (b) um composto de poli-isocianato; e (c) um composto de politiol. (Na fórmula, m representa um número inteiro de 0 a 4; e n representa um número inteiro de 0 ou 1). (1)

COMPOSIÇÃO PARA MATERIAIS ÓPTICOS, MÉTODOS PARA PRODUZIR UM MATERIAL ÓPTICO E UMA MATÉRIA-PRIMA PARA MATERIAIS ÓPTICOS, MATERIAL ÓPTICO, E, LENTES ÓPTICAS

CAMPO TÉCNICO

[01] A presente invenção se refere a uma composição para materiais ópticos, etc., e se refere particularmente a uma composição para materiais ópticos apropriados para materiais ópticos para lentes de plástico, um prisma, uma fibra óptica, um substrato registrando informação, um filtro ou similares, em particular para lentes de plástico, e similares.

FUNDAMENTOS DA TÉCNICA

[02] Materiais plásticos são leves, e altamente rijos e fáceis de serem tingidos, e, por esse motivo são amplamente usados para vários tipos de materiais ópticos, particularmente lentes para óculos. Materiais ópticos, particularmente lentes para óculos, exigem especificamente, como propriedades físicas, baixa gravidade específica, alta transparência e baixo amarelamento, alta resistência ao calor, alta resistência e similares, e como propriedades ópticas, alto índice de refração e índice de Abbe alto. Um índice de refração alto permite que a lente seja mais fina, e um índice de Abbe reduz a aberração cromática das lentes. No entanto, à medida que o índice de refração é aumentado, o índice de Abbe é diminuído. Por esse motivo, tem sido estudado como melhorar tanto o índice de refração como o índice de Abbe. Entre os métodos que têm sido propostos, o método mais representativo é um método usando um composto de epissulfeto como descrito no Documento de Patente 1.

[03] Além do mais, tem sido estudado e proposto como alcançar um alto índice de refração, e composições consistindo em enxofre, um composto de epissulfeto e tiol descritas nos Documentos de Patente 2 e 3.

[04] Além disso, materiais ópticos obtidos pela introdução de tiouretano em um composto de poliepissulfeto a fim de melhorar a resistência

têm sido relatados (Documentos de Patente 4 e 5).

[05] No entanto, quando tiouretano é introduzido, ela causa redução na resistência ao calor, geração de odor no momento do trabalho de corte e ocorrência de polimerização irregular chamada estrias, e por essa razão, técnicas em que uma razão da composição é limitada ou uma viscosidade é limitada têm sido relatadas (Documentos de Patente 6-8).

[06] No entanto, turbidez branca pode ocorrer nestas composições contendo um composto de epissulfeto quando polimerizadas e curadas. Já que as composições são usadas para materiais ópticos, quando turbidez branca ocorre após a cura, todos os produtos se tornam defeituosos, resultando em perdas consistentes. Consequentemente, uma técnica que torne possível prever se a turbidez branca irá ocorrer ou não após a cura e para determinar a qualidade em um estágio antes da cura é desejada.

DOCUMENTOS DA TÉCNICA ANTERIOR

DOCUMENTOS DE PATENTE

[07] Documento de Patente 1: Publicação de patente Japonesa acessível ao público Nº. H09-110979.

[08] Documento de Patente 2: Publicação de patente Japonesa acessível ao público Nº. 2001-2783.

[09] Documento de Patente 3: Publicação de patente Japonesa acessível ao público Nº. 2004-137481.

[10] Documento de Patente 4: Publicação de patente Japonesa acessível ao público Nº. H11-352302.

[11] Documento de Patente 5: Publicação de patente Japonesa acessível ao público Nº. 2001-131257.

[12] Documento de Patente 6: Publicação de patente Japonesa acessível ao público Nº. 2001-330701.

[13] Documento de Patente 7: Publicação de patente Japonesa acessível ao público Nº. 2005-220162.

[14] Documento de Patente 8: Publicação de patente Japonesa acessível ao público Nº. 2007-090574.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

PROBLEMAS A SEREM RESOLVIDOS PELA INVENÇÃO

[15] O problema a ser resolvido pela presente invenção é prover uma composição para materiais ópticos compreendendo um composto de epissulfeto, etc., em que é possível prever e julgar a possibilidade de ocorrência de turbidez branca após a cura e julgar se ela é boa ou ruim antes da polimerização e cura.

MEIOS PARA RESOLVER OS PROBLEMAS

[16] Levando em consideração tais circunstâncias, os presentes inventores fizeram pesquisas atenciosamente e resolveram o problema com uma composição para materiais ópticos compreendendo um composto de epissulfeto, em que um valor de turbidez medido em uma solução quando o composto de epissulfeto é dissolvido em acetona (um valor de turbidez em acetona) é 3,0 ppm ou menos, etc., e desse modo chegaram a presente invenção.

[17] Especificamente, a presente invenção é como se segue:

<1> Uma composição para materiais ópticos, que compreende um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos.

<2> A composição para materiais ópticos de acordo com o item <1>, compreendendo adicionalmente um enxofre.

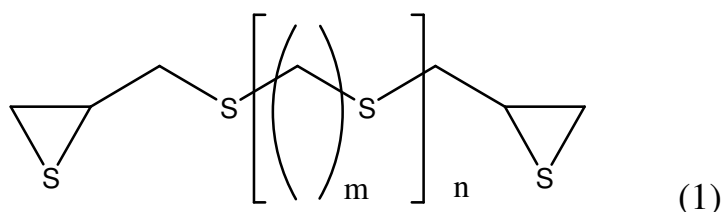
<3> A composição para materiais ópticos de acordo com o item <2>, em que o composto de epissulfeto é polimerizado preliminarmente com o enxofre.

<4> A composição para materiais ópticos de acordo com o item <2> ou <3>, em que 10% ou mais do enxofre é polimerizado preliminarmente com o composto de epissulfeto.

<5> A composição para materiais ópticos de acordo com qualquer um dos itens <2> a <4>, compreendendo adicionalmente um composto de politiol.

<6> A composição para materiais ópticos de acordo com qualquer um dos itens <1> a <5>, que é submetida ao tratamento de desaeração.

<7> A composição para materiais ópticos de acordo com o item <1>, em que o composto de epissulfeto é um composto (a) tendo a estrutura representada pela fórmula (1) abaixo:



em que m representa um número inteiro de 0 a 4, e n representa um número inteiro de 0 ou 1.

<8> A composição para materiais ópticos de acordo com o item <7>, compreendendo adicionalmente um composto de poli-isocianato (b) e um composto de politiol (c).

<9> A composição para materiais ópticos de acordo com o item <8>, em que o composto (b) é pelo menos um composto selecionado dentre o grupo consistindo em di-isocianato de isoforona, di-isocianato de tolileno, di-isocianato de difenilmetano, di-isocianato de hexametileno, di-isocianato de m-xilileno, di-isocianato de p-xilileno, di-isocianato de m-tetrametil xilileno, di-isocianato de p-tetrametil xilileno, 1,3-bis(isocianatometil)ciclo-hexano, 1,4-bis(isocianatometil)ciclo-hexano, bis(isocianatometil)norborneno e 2,5-di-isocianatometil-1,4-ditiano, e o composto (c) é pelo menos um composto selecionado dentre o grupo consistindo em sulfeto de bis(2-mercaptoetil), 2,5-dimercaptometil-1,4-ditiano, 1,3-bis(mercaptometil)benzeno, 1,4-bis(mercaptometil)benzeno, 4-mercaptometil-1,8-dimercapto-3,6-ditiaoctano, 4,8-dimercaptometil-1,11-

dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 4,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 5,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometiltio)propano, pentaeritritol tetrakis-mercaptopropionato, pentaeritritol tetrakis-tioglicolato, trimetilolpropano tris(tioglicolato) e trimetilolpropano tris(mercapto propionato).

<10> A composição para materiais ópticos de acordo com o item <8> ou <9>, em que, quando a quantidade total do composto (a), do composto (b) e do composto (c) é 100% em peso, o composto (a) está em uma quantidade de 50 a 95% em peso; o composto (b) está em uma quantidade de 1 a 25% em peso; e o composto (c) está em uma quantidade de 1 a 25% em peso, e em que a razão dos grupos SH no composto (c) para os grupos NCO no composto (b), isto é, [o número dos grupos SH no composto (c)/o número dos grupos NCO no composto (b)] (grupo SH/grupo NCO) é 1,0 a 2,5.

<11> Um método para produzir um material óptico, que compreende polimerizar e curar a composição para materiais ópticos de acordo com qualquer um dos itens <1> a <10>.

<12> Um método para produzir um material óptico, que compreende adicionar um sal de ônio, como um catalisador de polimerização, na composição para materiais ópticos de acordo com qualquer um dos itens <8> a <10> em uma quantidade de 0,0001 a 10% em peso em relação à quantidade total dos compostos (a) a (c) e polimerizar e curar a mistura.

<13> O método para produzir um material óptico de acordo com o item <11> ou <12>, que compreende polimerizar e curar a composição para materiais ópticos e então recozer a mesma.

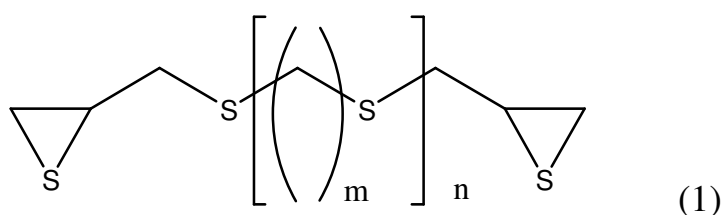
<14> Um material óptico obtido pelo método para produzir um material óptico de acordo com qualquer um dos itens <11> a <13>.

<15> Lentes ópticas compreendendo o material óptico de acordo com o item <14>.

<16> Um método para produzir uma matéria-prima para

materiais ópticos a partir de um produto de composto de epissulfeto, em que um produto de um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos é selecionado para ser transformado na matéria-prima para materiais ópticos.

<17> O método para produzir uma matéria-prima para materiais ópticos de acordo com o item <16>, em que o composto de epissulfeto é um composto (a) tendo a estrutura representada pela fórmula (1) abaixo:



em que m representa um número inteiro de 0 a 4, e n representa um número inteiro de 0 ou 1.

EFEITO VANTAJOSO DA INVENÇÃO

[18] De acordo com a presente invenção, é possível prover uma composição para materiais ópticos compreendendo um composto de epissulfeto, etc., em que é possível prever a possibilidade de ocorrência de turbidez branca após a polimerização e cura e julgar se ela é boa ou ruim antes da polimerização e cura, o que foi difícil de ser realizado por técnicas convencionais.

MODALIDADES PARA REALIZAR A INVENÇÃO

[19] Nas partes que se seguem, a primeira modalidade da presente invenção será descrita.

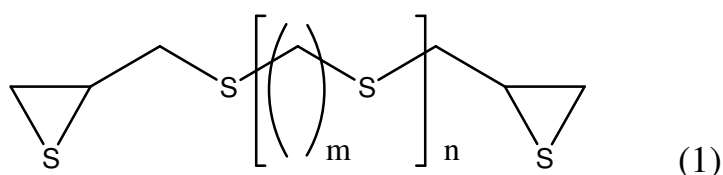
[20] A primeira modalidade da presente invenção é uma composição para materiais ópticos, que compreende um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos.

[21] O composto de epissulfeto na primeira modalidade (e na segunda modalidade descrita posteriormente) da presente invenção não significa necessariamente um produto puro, e inclui um produto de um

composto de epissulfeto produzido de acordo com um método publicamente conhecido. Especificamente, o composto de epissulfeto na presente invenção inclui um produto de um composto de epissulfeto contendo uma pequena quantidade de impurezas.

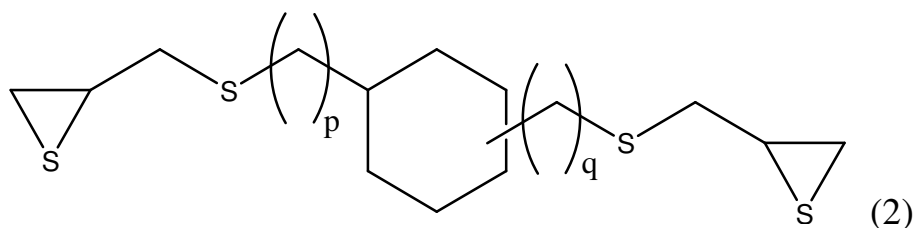
[22] O composto de epissulfeto a ser usado na primeira modalidade da presente invenção inclui todos os compostos de epissulfetos, e exemplos específicos dos mesmos são classificados em um composto tendo uma estrutura principal na cadeia alifática, um composto tendo uma estrutura principal cíclica alifática e um composto tendo uma estrutura principal aromática e listados abaixo.

[23] Exemplos do composto tendo uma cadeia na estrutura principal alifática incluem um composto representado pela fórmula (1) seguinte:

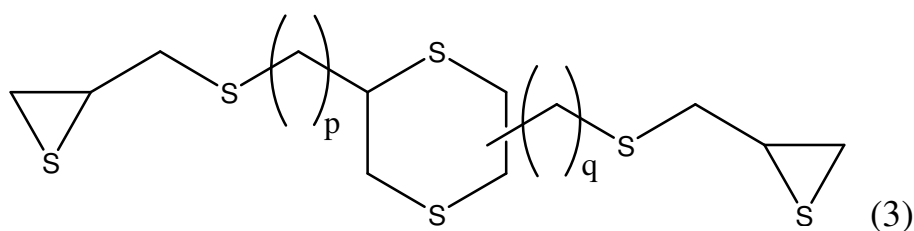


em que m representa um número inteiro de 0 a 4, e n representa um número inteiro de 0 ou 1.

[24] Exemplos do composto tendo uma estrutura principal cíclica alifática incluem um composto representado pela fórmula (2) ou (3) seguinte:

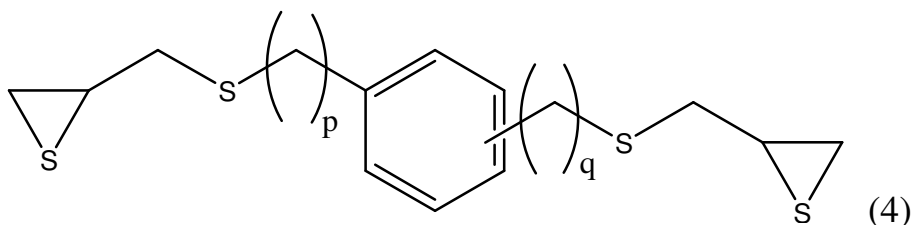


em que p e q, cada, independentemente representam um número inteiro de 0 a 4;



em que p e q , cada, independentemente representam um número inteiro de 0 a 4.

[25] Exemplos do composto tendo uma estrutura principal aromática incluem um representado pela fórmula (4) seguinte:



em que p e q , cada, independentemente representam um número inteiro de 0 a 4.

[26] Entre eles, o composto representado pela fórmula (1) acima tendo uma cadeia na estrutura principal alifática é preferido, e exemplos específicos do mesmo incluem sulfeto de bis(β -epitiopropil), dissulfeto de bis(β -epitiopropil), trissulfeto de bis(β -epitiopropil), bis(β -epitiopropiltio)metano, 1,2-bis(β -epitiopropiltio)etano, 1,3-bis(β -epitiopropiltio)propano, 1,4-bis(β -epitiopropiltio)butano e sulfato de bis(β -epitiopropiltioetil). Particularmente preferidos são sulfeto de bis(β -epitiopropil) ($n = 0$ na fórmula (1) acima) e dissulfeto de bis(β -epitiopropil) ($m = 0$ e $n = 0$ na fórmula (1) acima), e o mais preferido é sulfeto de bis(β -epitiopropil) ($n = 0$ na fórmula (1) acima).

[27] Exemplos do composto de epissulfeto tendo uma estrutura principal cíclica alifática incluem 1,3- e 1,4-bis(β -epitiopropiltio)ciclo-hexano ($p = 0$ e $q = 0$ na fórmula (2) acima), 1,3- e 1,4-bis(β -epitiopropiltio)metil)ciclo-hexano ($p = 1$ e $q = 1$ na fórmula (2) acima), bis[4-(β -epitiopropiltio)ciclo-hexil]metano, 2,2-bis[4-(β -epitiopropiltio)ciclo-hexil]propano, sulfeto de bis[4-(β -epitiopropiltio)ciclo-hexil], 2,5-bis(β -epitiopropiltio)-1,4-ditiano ($p = 0$ e $q = 0$ na fórmula (3) acima) e 2,5-bis(β -epitiopropiltioetil)metil)-1,4-ditiano.

[28] Exemplos do composto de epissulfeto tendo uma estrutura principal aromática incluem 1,3- e 1,4-bis(β -epitiopropiltio)benzeno ($p = 0$ e

$q = 0$ na fórmula (4) acima), 1,3- e 1,4-bis(β -epitiopropiltio)metil)benzeno ($p = 1$ e $q = 1$ na fórmula (4) acima), bis[4-(β -epitiopropiltio)fenil]metano, 2,2-bis[4-(β -epitiopropiltio)fenil]propano, sulfeto de bis[4-(β -epitiopropiltio)fenil], bis[4-(β -epitiopropiltio)fenil]sulfina e 4,4-bis(β -epitiopropiltio)bifenila.

[29] Na primeira modalidade (e na segunda modalidade descrita posteriormente) da presente invenção, um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos é usado. O valor de turbidez em acetona na primeira modalidade (e na segunda modalidade descrita posteriormente) da presente invenção é um valor de turbidez obtido de acordo com o método de medição descrito abaixo.

[30] A turbidez em uma solução medida quando o composto de epissulfeto é dissolvido em acetona (turbidez em acetona) é medida de acordo com JIS K0101 usando um turbidímetro de esfera integrante com solução padrão caulim como um padrão.

[31] Especificamente, 40 g de acetona são adicionados em 10 g do composto de epissulfeto, a mistura é agitada suficientemente e deixada descansar durante 10 minutos, e a turbidez desta solução é medida.

Acetona: acetona de grau técnico especial, 99,5% ou mais (fabricada pela Kanto Chemical Co., Inc.)

Turbidímetro: T-2600DA fabricado pela Tokyo Denshoku Co., Ltd.

[32] A medição é realizada, e um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos é usado. O valor de turbidez em acetona é preferivelmente 1,5 ppm ou menos, mais preferivelmente 0,8 ppm ou menos, e particularmente preferivelmente 0,6 ppm ou menos.

[33] Quando o valor de turbidez em acetona excede 3,0 ppm, ocorre turbidez branca em um material óptico tal como lentes após a

polimerização e cura, e tal material óptico com turbidez branca é imprestável. Consequentemente, pela medição do valor de turbidez, é possível prever e julgar a possibilidade de ocorrência de turbidez branca e julgar se o composto de epissulfeto é bom ou ruim sem polimerização e cura.

[34] Na operação prática, em primeiro lugar o valor de turbidez em acetona é medido, e quando o valor de turbidez em acetona está dentro da faixa descrita acima, turbidez branca não ocorre, e consequentemente é julgado que o composto de epissulfeto pode ser usado.

[35] Desse modo, na primeira modalidade (e na segunda modalidade descrita posteriormente) da presente invenção, um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos é selecionado para ser transformado em uma matéria-prima para materiais ópticos. Sob esse aspecto, o método para selecionar um composto de epissulfeto não é particularmente limitado desde que um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos possa ser selecionado assim. Por exemplo, como descrito acima, um composto de epissulfeto pode ser selecionado medindo diretamente o valor de turbidez em acetona. Alternativamente, um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos pode ser selecionado pela referência de um valor de turbidez de uma solução de acetona de um composto de epissulfeto tendo uma determinada concentração. Isto é, qualquer método pode ser empregado desde que um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos possa ser substancialmente selecionado assim.

[36] Na primeira modalidade da presente invenção, enxofre pode ser adicionado na composição para materiais ópticos. Quando enxofre é usado, preferivelmente, o enxofre é preliminarmente polimerizado com o composto de epissulfeto antecipadamente. As condições para esta reação de polimerização preliminar são preferivelmente -10°C a 120°C e 0,1 a 240

horas, mais preferivelmente 0 a 100°C e 0,1 a 120 horas, e particularmente preferivelmente 20 a 80°C e 0,1 a 60 horas. O uso de um catalisador é efetivo para promover a reação preliminar, e exemplos preferidos do mesmo incluem 2-mercapto-1-metilimidazol, trifenilfosfina, 3,5-dimetilpirazol, N-ciclo-hexil-2-benzotiazolilsulfinamida, tetrassulfeto de tiuram dipentametileno, dissulfeto de tiuram tetrabutila, dissulfeto de tiuram tetraetila, 1,2,3-trifenilguanidina, 1,3-difenilguanidina, 1,1,3,3-tetrametileneguanidina, aminoguanidina ureia, trimetiltioureia, tetraetiltioureia, dimetiletiltioureia, dibutilditiocarbamato de zinco, dibenzilditiocarbamato de zinco, dietilditiocarbamato de zinco, dimetilditiocarbamato de zinco e pipecório pipecolilditiocarbamato. Além do mais, é preferido que 10% ou mais do enxofre seja consumido por essa reação de polimerização preliminar (quando a quantidade de enxofre antes da reação é considerada como 100%), e é mais preferido que 20% ou mais do enxofre seja consumido assim. A reação preliminar pode ser realizada em qualquer atmosfera, por exemplo, sob gás inerte tal como ar, nitrogênio ou similares, em um estado vedado sob pressão normal, elevada ou reduzida, ou similares. A fim de detectar quanto da reação preliminar prosseguiu, cromatografia líquida ou um refratômetro pode ser usado.

[37] A quantidade de enxofre a ser usado em uma modalidade preferida da presente invenção é usualmente 0,1 a 40 partes em peso, preferivelmente 0,5 a 30 partes em peso, e particularmente preferivelmente 5 a 25 partes em peso, quando a quantidade do composto de epissulfeto é 100 partes em peso.

[38] Na primeira modalidade da presente invenção, um composto de politiol pode ser adicionado na composição para materiais ópticos. O composto de politiol a ser usado na primeira modalidade da presente invenção inclui todos os compostos de politiol, e exemplos específicos do mesmo incluem metanoditiol, 1,2-dimercaptoetano, 2,2-dimercaptopropano, 1,3-dimercaptopropano, 1,2,3-trimercaptopropano, 1,4-dimercaptobutano, 1,6-

dimercaptohexano, sulfeto de bis(2-mercaptoetil), 1,2-bis(2-mercaptoetiltio)etano, 1,5-dimercapto-3-oxapentano, 1,8-dimercapto-3,6-dioxaoctano, 2,2-dimetilpropano-1,3-ditiol, 3,4-dimetóxibutano-1,2-ditiol, 2-mercaptometil-1,3-dimercaptopropano, 2-mercaptometil-1,4-dimercaptopropano, 2-(2-mercaptoetiltio)-1,3-dimercaptopropano, 1,2-bis(2-mercaptoetiltio)-3-mercaptopropano, 1,1,1-tris(mercaptometil)propano, tetrakis(mercaptometil)metano, 4,8-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 4,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 5,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometiltio)propano, etileno glicol bis(2-mercaptoacetato), etileno glicol bis(3-mercaptopropionato), 1,4-butanodiolbis(2-mercaptoacetato), 1,4-butanodiolbis(3-mercaptopropionato), trimetilolpropanotris(2-mercaptoacetato), trimetilolpropanotris(3-mercaptopropionato), pentaeritritoltetrakis(2-mercaptoacetato), pentaeritritoltetrakis(3-mercaptopropionato), 1,1-dimercaptociclo-hexano, 1,2-dimercaptociclo-hexano, 1,3-dimercaptociclo-hexano, 1,4-dimercaptociclo-hexano, 1,3-bis(mercaptometil)ciclo-hexano, 1,4-bis(mercaptometil)ciclo-hexano, 2,5-bis(mercaptometil)-1,4-ditiano, 2,5-bis(mercaptoetil)-1,4-ditiano, 1,2-bis(mercaptometil)benzeno, 1,3-bis(mercaptometil)benzeno, 1,4-bis(mercaptometil)benzeno, sulfeto de bis(4-mercaptofenil), bis(4-mercaptofenil)éter, 2,2-bis(4-mercaptofenil)propano, sulfeto de bis(4-mercaptometilfenil), bis(4-mercaptometilfenil)éter e 2,2-bis(4-mercaptometilfenil)propano.

[39] Entre os compostos descritos acima, exemplos específicos de compostos preferidos incluem sulfeto de bis(2-mercaptoetil), pentaeritritoltetrakis(2-mercaptoacetato), pentaeritritoltetrakis(3-mercaptopropionato), 2,5-bis(mercaptometil)-1,4-ditiano, 1,2-bis(2-mercaptoetiltio)-3-mercaptopropano, 4,8-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 4,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-

tritiaundecano, 5,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometiltio)propano, 1,3-bis(mercaptometil)benzeno e 1,4-bis(mercaptometil)benzeno. Exemplos específicos de compostos mais preferidos incluem sulfeto de bis(2-mercaptoetil) e 1,3-bis(mercaptometil)benzeno, e sulfeto de bis(2-mercaptoetil) é mais preferido.

[40] Quando a quantidade total do composto de epissulfeto e do enxofre é 100 partes em peso, a quantidade do composto de politiol a ser usado na primeira modalidade da presente invenção é usualmente 1 a 30 partes em peso, preferivelmente 2 a 20 partes em peso, e particularmente preferivelmente 3 a 15 partes em peso.

[41] Na primeira modalidade da presente invenção, a composição para materiais ópticos é submetida preferivelmente ao tratamento de desaeração antecipadamente. O tratamento de desaeração é realizado sob pressão reduzida antes, durante ou após a misturação de um composto que pode reagir com uma parte ou todos dos componentes da composição, um catalisador de polimerização e um aditivo. Preferivelmente, o tratamento de desaeração é realizado sob pressão reduzida antes, durante ou após a misturação. As condições de tratamento são como se segue: sob uma pressão reduzida de 0,001 a 50 torr; 1 minuto a 24 horas; e 0°C a 100°C. O grau de redução de pressão é preferivelmente 0,005 a 25 torr, e mais preferivelmente 0,01 a 10 torr. O grau de redução de pressão pode ser variado dentro destas faixas. O tempo de desaeração é preferivelmente 5 minutos a 18 horas, e mais preferivelmente 10 minutos a 12 horas. A temperatura no momento da desaeração é preferivelmente 5 a 80°C, e mais preferivelmente 10 a 60°C. A temperatura pode ser variada dentro destas faixas. A operação de renovação da interface da composição para materiais ópticos por meio de agitação, soprando um gás, vibração causada por onda ultrassônica, ou similares durante o tratamento de desaeração é preferível em termos da intensificação do efeito de desaeração. Os componentes removidos pelo tratamento de

desaeração são principalmente gases dissolvidos tais como sulfeto de hidrogênio, substâncias com baixo ponto de ebulição tais como tiol de baixo peso molecular, etc., mas o tipo de componentes que devem ser removidos não é particularmente limitado desde que os efeitos da presente invenção sejam exercidos.

[42] Além disso, a operação de filtração das impurezas, etc. nestas composições para materiais ópticos e/ou matérias primas antes da mistura usando um filtro tendo um diâmetro de poro de cerca de 0,05 a 10 μm para a purificação é preferível em termos de melhorar adicionalmente a qualidade do material óptico da presente invenção.

[43] Nas partes que se seguem, um método para produzir um material óptico pela polimerização da composição para materiais ópticos da primeira modalidade da presente invenção será descrito.

[44] Como um catalisador para polimerização e cura da composição para materiais ópticos da primeira modalidade da presente invenção, uma amina, um sal de ônio ou um composto de fosfina é usado. Exemplos específicos do mesmo incluem aminas, sais de amônio quaternário, sais de fosfônio quaternário, sais de sulfônio quaternário, sais de iodônio secundário e compostos de fosfina. Entre eles, sais de amônio quaternário, sais de fosfônio quaternário e compostos de fosfina, que tenham boa compatibilidade com a composição, são mais preferidos, e sais de fosfônio quaternário são ainda mais preferidos. Especificamente, exemplos mais preferidos dos compostos incluem sais de amônio quaternário tais como brometo de tetra-n-butilamônio, brometo de tetrafenilamônio, cloreto de trietilbenzil amônio, cloreto de cetildimetilbenzil amônio e cloreto de 1-n-dodecil piridínio, sais de fosfônio quaternário tais como brometo de tetra-n-butil fosfônio e brometo de tetrafenil fosfônio e compostos de fosfina tais como trifetil fosfina. Entre eles, cloreto de trietilbenzil amônio e brometo de tetra-n-butil fosfônio são compostos ainda mais preferidos, e brometo de

tetra-n-butil fosfônio é o composto mais preferido. Os catalisadores de polimerização podem ser usados sozinhos, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados em combinação.

[45] A quantidade de catalisador de polimerização a ser adicionado não pode ser determinada categoricamente porque ela varia dependendo dos componentes da composição, da razão de mistura e do método para polimerização/cura, mas a quantidade é usualmente 0,001% em peso a 5% em peso, preferivelmente 0,01% em peso a 1% em peso, e mais preferivelmente 0,01% em peso a 0,5% em peso da quantidade total da composição para materiais ópticos. Quando a quantidade do catalisador de polimerização a ser adicionado é maior do que 5% em peso, o índice de refração e a resistência ao calor de um produto curado podem ser reduzidos e o produto pode ser colorido. Quando a quantidade do catalisador de polimerização a ser adicionado é menor do que 0,001% em peso, a composição pode não ser curada suficientemente, resultando em resistência ao calor insuficiente.

[46] Quando polimerizando e curando a composição para materiais ópticos, com o propósito de prolongamento da vida útil, dispersão de calor gerado pela polimerização, etc., um modificador de polimerização pode ser adicionado de acordo com a necessidade. Exemplos do modificador de polimerização incluem halogenetos dos grupos 13 a 16 de formato completo da tabela periódica. Entre eles, halogenetos de silício, germânio, estanho e antimônio são preferidos, e cloretos de germânio, estanho e antimônio, que têm um grupo alquila são mais preferidos. Além disso, especificamente, dicloreto de dibutil estanho, tricloreto de butil estanho, dicloreto de dioctil estanho, tricloreto de octil estanho, dibutildicloro germânio, butiltricloro germânio, difenildicloro germânio, feniltricloro germânio e dicloreto de trifenil antimônio são ainda mais preferidos, e especificamente, dicloreto de dibutil estanho é o composto mais preferido. Estes modificadores de polimerização podem ser usados sozinhos, ou dois ou mais dos mesmos

podem ser usados em combinação.

[47] A quantidade do modificador de polimerização a ser adicionado é usualmente 0,0001 a 5,0% em peso, preferivelmente 0,0005 a 3,0% em peso, e mais preferivelmente 0,001 a 2,0% em peso da quantidade total da composição para materiais ópticos.

[48] Além disso, no momento de obter um material óptico pela polimerização e cura da composição para materiais ópticos da primeira modalidade da presente invenção, é certamente possível adicionar aditivos conhecidos publicamente tais como um antioxidante, um absorvedor de ultravioleta e um agente azulante para melhorar adicionalmente a praticabilidade do material obtido.

[49] Exemplos preferidos do antioxidante incluem derivados de fenol. Entre eles, fenóis poli-hídricos e fenóis substituídos por halogênio são compostos preferidos, e catecol, pirogalol e catecóis substituídos por alquila são compostos mais preferidos, e catecol e pirogalol são os compostos mais preferidos. Exemplos preferidos do absorvedor de ultravioleta incluem compostos à base de benzotriazóis, e exemplos específicos de compostos particularmente preferidos incluem 2-(2-hidróxi-5-metilfenil)-2H-benzotriazol, 5-cloro-2-(3,5-di-terc-butil-2-hidróxifenil)-2H-benzotriazol, 2-(3-terc-butil-2-hidróxi-5-metilfenil)-5-cloro-2H-benzotriazóis, 2-(3,5-di-terc-pentil-2-hidróxifenil)-2H-benzotriazóis, 2-(3,5-di-terc-butil-2-hidróxifenil)-2H-benzotriazóis, 2-(2-hidróxi-4-octiloxifenil)-2H-benzotriazóis e 2-(2-hidróxi-5-terc-octilfenil)-2H-benzotriazóis. Exemplos preferidos do agente azulante incluem compostos à base de antraquinona.

[50] Quando a composição para materiais ópticos da primeira modalidade da presente invenção é facilmente liberada do molde durante a polimerização, é possível usar ou adicionar um agente melhorador de adesividade externo e/ou interno conhecido publicamente para controlar e melhorar a adesividade entre um produto curado obtido e o molde. Exemplos

do agente melhorador de adesividade incluem agentes de copulação de silano conhecidos publicamente e compostos de titanato, e tais substâncias podem ser usadas sozinhas, ou duas ou mais das mesmas podem ser usadas em combinação. A quantidade do agente melhorador de adesividade a ser adicionado é usualmente 0,0001 a 5% em peso da quantidade total da composição para materiais ópticos. Inversamente, quando a composição para materiais ópticos da primeira modalidade da presente invenção não é facilmente liberada do molde após a polimerização, é possível usar ou adicionar um agente de liberação de molde externo e/ou interno conhecido publicamente para melhorar a capacidade de um produto curado obtido ser liberado do molde. Exemplos do agente de liberação de molde incluem tensoativos não iônicos à base de flúor, tensoativos não iônicos à base de silício, ésteres de fosfato, ésteres de fosfato ácido, ésteres de fosfato ácido do tipo oxialquilenos, sais de metal alcalino de ésteres de fosfato ácido, sais de metal alcalino de ésteres de fosfato ácido do tipo oxialquilenos, sais de metal de ácido graxo superior, ésteres de ácido graxo superior, parafina, cera, amidas alifáticas superiores, álcoois alifáticos superiores, polissiloxanos e adutos de óxido de etileno de amina alifática. Estas substâncias podem ser usadas sozinhas, ou duas ou mais das mesmas podem ser usadas em combinação. A quantidade do agente de liberação de molde a ser usado é usualmente 0,0001 a 5% em peso da quantidade total da composição para materiais ópticos.

[51] O método para produzir um material óptico pela polimerização e cura da composição para material óptico da primeira modalidade da presente invenção será descrito em maiores detalhes abaixo. Todos dos componentes respectivos mencionados acima da composição e aditivos tais como antioxidante, absorvedor de ultravioleta, catalisador de polimerização, iniciador de polimerização por radical, agente melhorador de adesividade e agente de liberação de molde podem ser misturados juntos simultaneamente

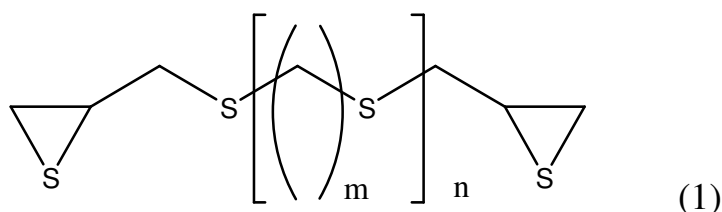
no mesmo recipiente com agitação. Alternativamente, as matérias primas respectivas podem ser adicionadas e misturadas em um modo em etapas. Alternativamente, vários componentes respectivos podem ser misturados separadamente e então misturados novamente no mesmo recipiente. As matérias primas respectivas e materiais auxiliares podem ser misturados em qualquer ordem. A temperatura a ser ajustada para a misturação, o tempo exigido para misturação, etc. não são basicamente limitados contanto que os respectivos componentes possam ser suficientemente misturados.

[52] A composição para materiais ópticos após o tratamento e reação descritos acima é injetada dentro de um molde feito de vidro ou metal, e uma reação de polimerização e cura é promovida por aquecimento ou irradiação com raio de energia ativa tal como luz ultravioleta, e após o que, um produto obtido é liberado do molde. O material óptico é produzido desta forma. A composição para materiais ópticos é preferivelmente polimerizada e curada por aquecimento para produzir um material óptico. Neste caso, o tempo de cura é 0,1 a 200 horas, usualmente 1 a 100 horas, e a temperatura de cura é -10 a 160°C, usualmente -10 a 140°C. A polimerização pode ser conduzida realizando uma etapa de reter a composição a uma temperatura de polimerização predeterminada durante uma quantidade de tempo predeterminada, uma etapa de aumentar a temperatura a uma taxa de 0,1°C a 100°C/h e uma etapa de diminuir a temperatura a uma taxa de 0,1°C a 100°C/h, ou uma combinação destas etapas. Além disso, no método para produzir o material óptico da presente invenção, é preferido recozer o produto curado a uma temperatura de 50 a 150°C durante cerca de 10 minutos a 5 horas após o término da polimerização em termos de eliminar a distorção do material óptico. Além do mais, um tratamento na superfície tal como tingimento, revestimento duro, revestimento resistente ao impacto, tratamento antirreflexão e conferir propriedades antinévoa pode ser realizado de acordo com a necessidade.

[53] O material óptico da presente invenção pode ser usado, por exemplo, como uma lente óptica.

[54] A seguir, a segunda modalidade (modalidade preferida) da presente invenção será descrita.

[55] A segunda modalidade da presente invenção é uma composição para materiais ópticos, que compreende: um composto (a) tendo a estrutura representada pela fórmula (1) abaixo e tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos (composto de epissulfeto); um composto de poli-isocianato (b); e um composto de politiol (c):



em que m representa um número inteiro de 0 a 4, e n representa um número inteiro de 0 ou 1.

[56] Nas partes que se seguem, as matérias primas a serem usadas na segunda modalidade da presente invenção, isto é, o composto (a), o composto de poli-isocianato (b) e o composto de politiol (c) serão descritos em detalhes.

[57] O composto (a) a ser usado na segunda modalidade da presente invenção é um composto tendo a estrutura representada pela fórmula (1) acima. A quantidade do composto (a) a ser adicionado é usualmente 50 a 95% em peso, preferivelmente 55 a 90% em peso, e particularmente preferivelmente 60 a 85% em peso quando a quantidade total dos compostos (a) a (c) é 100% em peso. Quando a quantidade do composto (a) a ser adicionado é menor do que 50% em peso, a resistência ao calor pode ser reduzida, e quando a quantidade é maior do que 95% em peso, a resistência pode ser reduzida.

[58] Exemplos específicos do composto (a) incluem epissulfetos tais como sulfeto de bis(β -epitiopropil), dissulfeto de bis(β -epitiopropil),

bis(β -epitiopropiltio)metano, 1,2-bis(β -epitiopropiltio)etano, 1,3-bis(β -epitiopropiltio)propano e 1,4-bis(β -epitiopropiltio)butano. Como o composto (a), tais compostos podem ser usados sozinhos, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados em combinação.

[59] Entre eles, preferidos são sulfeto de bis(β -epitiopropil) ($n = 0$ na fórmula (1)) e dissulfeto de bis(β -epitiopropil) ($m = 0$ e $n = 1$ na fórmula (1)), e mais preferido é sulfeto de bis(β -epitiopropil) ($n = 0$ na fórmula (1)).

[60] A quantidade do composto de poli-isocianato (b) a ser adicionado na segunda modalidade da presente invenção é usualmente 1 a 25% em peso, preferivelmente 2 a 25% em peso, e particularmente preferivelmente 5 a 20% em peso quando a quantidade total dos compostos (a) a (c) é 100% em peso. Quando a quantidade do composto (b) a ser adicionado é menor do que 1% em peso, a resistência pode ser reduzida, e quando a quantidade é maior do que 25% em peso, a tonalidade da cor pode ser reduzida. Como o composto (b) a ser usado na segunda modalidade da presente invenção, os compostos podem ser usados sozinhos, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados em combinação.

[61] Exemplos preferidos do composto (b) incluem di-isocianato de isoforona, di-isocianato de tolileno, di-isocianato de difenilmetano, di-isocianato de hexametileno, di-isocianato de m-xilileno, di-isocianato de p-xilileno, di-isocianato de m-tetrametil xilileno, di-isocianato de p-tetrametil xilileno, 1,3-bis(isocianatometil)ciclo-hexano, 1,4-bis(isocianatometil)ciclo-hexano, bis(isocianatometil)norborneno e 2,5-di-isocianatometil-1,4-ditiiano. Exemplos particularmente preferidos do composto (b) incluem di-isocianato de isoforona, di-isocianato de m-xilileno, 1,3-bis(isocianatometil)ciclo-hexano, bis(isocianatometil)norborneno e 2,5-di-isocianatometil-1,4-ditiiano.

[62] A quantidade do composto de politiol (c) a ser adicionado na segunda modalidade da presente invenção é usualmente 1 a 25% em peso, preferivelmente 2 a 25% em peso, e particularmente preferivelmente 5 a 20%

em peso quando a quantidade total dos compostos (a) a (c) é 100% em peso. Quando a quantidade do composto (c) a ser adicionado é menor do que 1% em peso, a resistência à oxidação pode ser reduzida, e quando a quantidade é maior do que 25% em peso, a resistência ao calor pode ser reduzida. Como o composto (c) a ser usado na segunda modalidade da presente invenção, os compostos podem ser usados sozinhos, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados em combinação.

[63] Exemplos específicos do composto (c) incluem metanoditíol, metanotritíol, 1,2-dimercaptoetano, 1,2-dimercaptopropano, 1,3-dimercaptopropano, 2,2-dimercaptopropano, 1,4-dimercaptobutano, 1,6-dimercaptohexano, bis(2-mercaptoetil)éter, sulfeto de bis(2-mercaptoetil), 1,2-bis(2-mercaptoetiloxi)etano, 1,2-bis(2-mercaptoetiltio)etano, 2,3-dimercapto-1-propanol, 1,3-dimercapto-2-propanol, 1,2,3-trimercaptopropano, 2-mercaptometil-1,3-dimercaptopropano, 2-mercaptometil-1,4-dimercaptobutano, 2-(2-mercaptoetiltio)-1,3-dimercaptopropano, 4-mercaptometil-1,8-dimercapto-3,6-ditiaoctano, 2,4-dimercaptometil-1,5-dimercapto-3-tiapentano, 4,8-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 4,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 5,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 1,1,1-tris(mercaptometil)propano, tetracis(mercaptometil)metano, etileno glicol bis(2-mercaptoacetato), etileno glicol bis(3-mercaptopropionato), dietileno glicol bis(2-mercaptoacetato), dietileno glicol bis(3-mercaptopropionato), 1,4-butanodiol bis(2-mercaptoacetato), 1,4-butanodiol bis(3-mercaptopropionato), trimetilolpropano tris(tioglicolato), trimetilolpropano tris(mercapto propionato), pentaeritritol tetracis-tioglicolato, pentaeritritol tetracis-mercaptopropionato, 1,2-dimercaptociclohexano, 1,3-dimercaptociclohexano, 1,4-dimercaptociclohexano, 1,3-bis(mercaptometil)ciclohexano, 1,4-bis(mercaptometil)ciclohexano, 2,5-dimercaptometil-1,4-ditiano, 2,5-dimercaptometil-1,4-ditiano, 2,5-bis(2-

mercaptoetiltiometil)-1,4-ditiano, 2,5-dimercaptometil-1-tiano, 2,5-dimercaptoetil-1-tiano, 2,5-dimercaptometiltiofeno, 1,2-dimercaptobenzeno, 1,3-dimercaptobenzeno, 1,4-dimercaptobenzeno, 1,3-bis(mercaptometil)benzeno, 1,4-bis(mercaptometil)benzeno, 2,2'-dimercaptobifenila, 4,4'-dimercaptobifenila, bis(4-mercaptofenil)metano, 2,2-bis(4-mercaptofenil)propano, bis(4-mercaptofenil)éter, sulfeto de bis(4-mercaptofenil), bis(4-mercaptofenil)sulfona, bis(4-mercaptometilfenil)metano, 2,2-bis(4-mercaptometilfenil)propano, bis(4-mercaptometilfenil)éter, sulfeto de bis(4-mercaptometilfenil), 2,5-dimercapto-1,3,4-tiadiazóis, 3,4-tiofenoditiol e 1,1,3,3-tetracis(mercaptometiltio)propano.

[64] Entre eles, sulfeto de bis(2-mercaptoetil), 2,5-dimercaptometil-1,4-ditiano, 1,3-bis(mercaptometil)benzeno, 1,4-bis(mercaptometil)benzeno, 4-mercaptometil-1,8-dimercapto-3,6-ditiaoctano, 4,8-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 4,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 5,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 1,1,3,3-tetracis(mercaptometiltio)propano, pentaeritritol tetracis-mercaptopropionato, pentaeritritol tetracis-tioglicolato, trimetilolpropano tris(tioglicolato) e trimetilolpropano tris(mercapto propionato) são preferidos, sulfeto de bis(2-mercaptoetil), 2,5-bis(2-mercaptometil)-1,4-ditiano, 4-mercaptometil-1,8-dimercapto-3,6-ditiaoctano, 1,3-bis(mercaptometil)benzeno, pentaeritritol tetracis-mercaptopropionato e pentaeritritol tetracis-tioglicolato são mais preferidos, e sulfeto de bis(2-mercaptoetil), 2,5-dimercaptometil-1,4-ditiano e 4-mercaptometil-1,8-dimercapto-3,6-ditiaoctano são os mais preferidos.

[65] Além disso, a razão dos grupos SH no composto (c) para os grupos NCO no composto (b), isto é, [o número dos grupos SH no composto (c)/o número dos grupos NCO no composto (b)] (grupo SH/grupo NCO) é preferivelmente 1,0 a 2,5, mais preferivelmente 1,25 a 2,25, e ainda mais preferivelmente 1,5 a 2,0. Quando a razão descrita acima é menor do que 1,0,

um produto curado pode ser tornar amarelo, e quando a razão é maior do que 2,5, a resistência ao calor pode ser reduzida.

[66] Quando obtendo um material óptico pela polimerização e cura da composição para materiais ópticos da segunda modalidade da presente invenção, é preferido adicionar um catalisador de polimerização no composto (a), no composto (b) e no composto (c). Como o catalisador de polimerização, sais de ônio, em particular, sais de amônio quaternário, sais de fosfônio quaternário, sais de sulfônio quaternário e sais de iodônio secundário são preferidos. Entre eles, sais de amônio quaternário e sais de fosfônio quaternário, que têm boa compatibilidade com a composição de resina para materiais ópticos, são mais preferidos, e sais de fosfônio quaternário são ainda mais preferidos. Exemplos mais preferidos do catalisador de polimerização incluem sais de amônio quaternário tais como brometo de tetra-n-butil amônio, cloreto de trietilbenzil amônio, cloreto de cetildimetilbenzil amônio e cloreto de 1-n-dodecil piridínio e sais de fosfônio quaternário tais como brometo de tetra-n-butil fosfônio e brometo de tetrafenil fosfônio. Entre eles, brometo de tetra-n-butil amônio, cloreto de trietilbenzil amônio e brometo de tetra-n-butil fosfônio são catalisadores de polimerização ainda mais preferidos, e brometo de tetra-n-butil fosfônio é o catalisador de polimerização ainda mais preferido.

[67] A quantidade do catalisador de polimerização a ser adicionado não pode ser determinada categoricamente porque ela varia dependendo dos componentes da composição, da razão de misturação e do método para polimerização e cura, mas a quantidade é usualmente 0,0001% em peso a 10% em peso, preferivelmente 0,001% em peso a 5% em peso, mais preferivelmente 0,01% em peso a 1% em peso, e mais preferivelmente 0,01% em peso a 0,5% em peso quando a quantidade total do composto (a), do composto (b) e do composto (c) é 100% em peso. Quando a quantidade do catalisador de polimerização a ser adicionado é maior do que 10% em peso, a

composição pode ser rapidamente polimerizada e colorida. Quando a quantidade do catalisador de polimerização a ser adicionado é menor do que 0,0001% em peso, a composição de resina para materiais ópticos pode não ser curada suficientemente, resultando em resistência pobre ao calor.

[68] Além do mais, na produção do material óptico de acordo com o método de produção da presente invenção, é certamente possível adicionar aditivos conhecidos publicamente tais como um antioxidante, um absorvedor de ultravioleta, um inibidor de amarelamento, um agente azulante e um pigmento no composto (a), no composto (b) e o composto (c) para melhorar adicionalmente a praticabilidade do material óptico obtido.

[69] Exemplos preferidos do antioxidante incluem derivados de fenol. Entre eles, fenóis poli-hídricos e fenóis substituídos por halogênio são compostos preferidos, e catecol, pirogallol e catecóis substituídos por alquila são compostos mais preferidos, e catecol é o composto mais preferido.

[70] Exemplos preferidos do absorvedor de ultravioleta incluem compostos à base de benzotriazóis, e 2-(2-hidróxi-5-metilfenil)-2H-benzotriazol, 5-cloro-2-(3,5-di-terc-butil-2-hidróxifenil)-2H-benzotriazol, 2-(2-hidróxi-4-octilfenil)-2H-benzotriazol, 2-(2-hidróxi-4-metóxifenil)-2H-benzotriazol, 2-(2-hidróxi-4-etóxifenil)-2H-benzotriazol, 2-(2-hidróxi-4-butóxifenil)-2H-benzotriazol, 2-(2-hidróxi-4-octiloxifenil)-2H-benzotriazol e 2-(2-hidróxi-5-t-octilfenil)-2H-benzotriazol são compostos particularmente preferidos.

[71] A quantidade de cada do antioxidante e do absorvedor de ultravioleta a ser adicionado é usualmente 0,01 a 5% em peso quando a quantidade total dos compostos (a) a (c) é 100% em peso.

[72] Quando polimerizando e curando a composição de resina para materiais ópticos da segunda modalidade da presente invenção, com o propósito de prolongamento da vida útil, dispersão do calor gerado pela polimerização, etc., um modificador de polimerização pode ser adicionado no

composto (a), no composto (b) e no composto (c) de acordo com a necessidade. Exemplos do modificador de polimerização incluem halogenetos dos grupos 13 a 16 de formato completo da tabela periódica. Entre eles, halogenetos de silício, germânio, estanho e antimônio são preferidos, e cloretos de germânio, estanho e antimônio, que têm um grupo alquila são mais preferidos. Além disso, dicloreto de dibutil estanho, tricloreto de butil estanho, dicloreto de dioctil estanho, tricloreto de octil estanho, dibutildicloro germânio, butiltricloro germânio, difenildicloro germânio, feniltricloro germânio e dicloreto de trifenil antimônio são ainda mais preferidos, e dicloreto de dibutil estanho é o composto mais preferido. Estes modificadores de polimerização podem ser usados sozinhos, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados em combinação.

[73] A quantidade do modificador de polimerização a ser adicionado é 0,0001 a 5,0% em peso, preferivelmente 0,0005 a 3,0% em peso, e mais preferivelmente 0,001 a 2,0% em peso quando a quantidade total dos compostos (a) a (c) é 100% em peso. Quando a quantidade do modificador de polimerização a ser adicionado é menor do que 0,0001% em peso, vida útil suficiente não pode ser assegurada no material óptico obtido, e quando a quantidade do modificador de polimerização a ser adicionado é maior do que 5,0% em peso, a composição de resina para materiais ópticos pode não ser curada suficientemente, e a resistência ao calor do material óptico obtido pode ser reduzida.

[74] A composição de resina para materiais ópticos, desse modo obtida é injetada dentro de um molde ou similares e polimerizada para obter um material óptico.

[75] No momento da moldagem em fusão da composição de resina para materiais ópticos da segunda modalidade da presente invenção, é preferido filtrar e remover impurezas usando, por exemplo, um filtro tendo um diâmetro de poro de cerca de 0,1 a 5 μm em termos de melhorar a

qualidade do material óptico da presente invenção.

[76] A composição de resina para materiais ópticos da segunda modalidade da presente invenção é usualmente polimerizada como descrito abaixo. Especificamente, o tempo de cura é usualmente 1 a 100 horas, e a temperatura de cura é usualmente -10°C a 140°C . A polimerização é conduzida realizando uma etapa de retenção da composição a uma temperatura de polimerização predeterminada durante uma quantidade predeterminada de tempo, uma etapa de aumento da temperatura a uma taxa de $0,1^{\circ}\text{C}$ a 100°C/h e uma etapa de diminuição da temperatura a uma taxa de $0,1^{\circ}\text{C}$ a 100°C/h , ou uma combinação destas etapas.

[77] Além disso, é preferido recozer o material óptico a uma temperatura de 50 a 150°C durante cerca de 10 minutos a 5 horas após o término da cura em termos de eliminar a distorção do material óptico da presente invenção. Além do mais, o material óptico obtido pode ser submetido a um tratamento na superfície tal como tingimento, revestimento duro, revestimento resistente ao impacto, tratamento antirreflexão e conferir propriedades antinévoa de acordo com a necessidade.

[78] O material óptico da presente invenção pode ser usado, por exemplo, como uma lente óptica.

EXEMPLOS

[79] Nas partes que se seguem, a presente invenção (a primeira modalidade e a segunda modalidade) será especificamente descrita por meio dos exemplos. No entanto, a presente invenção não está limitada a estes exemplos. Observe que a avaliação foi feita de acordo com os métodos descritos abaixo.

[80] Valor de turbidez em acetona: um valor de turbidez em uma solução medido quando um composto de epissulfeto é dissolvido em acetona (um valor de turbidez em acetona) foi medido usando um turbidímetro T-2600DA fabricado pela Tokyo Denshoku Co., Ltd.

[81] Transparência: um material óptico produzido pela polimerização de uma composição para materiais ópticos foi usado para preparar 10 lentes tendo um diâmetro de 70 mm e uma potência nas lentes de +5D, e as lentes foram observadas sob uma luz fluorescente em uma sala escura. O caso onde nenhuma turbidez branca foi observada nas 10 lentes foi classificado com “E (Excelente)”. O caso onde turbidez branca não foi observada em 9 lentes foi classificado como “B (Bom)”. O caso onde turbidez branca não foi observada em 7 ou 8 lentes foi classificado como “L (Límpido)”. O caso onde turbidez branca não foi observada em 6 lentes ou menos foi classificado como “P (Pobre)”. L ou níveis superiores são considerados como aceitáveis.

[82] Composto (a) (composto de epissulfeto): sulfetos de bis(β -epitiopropil) tendo um valor de turbidez em acetona de 0,49 ppm, 1,1 ppm, 2,7 ppm ou 5,1 ppm foram selecionados e usados.

Exemplo 1A

[83] A composição para materiais ópticos e o material óptico da presente invenção foram preparados de acordo com o método de produção A descrito abaixo, usando sulfeto de bis(β -epitiopropil) tendo um valor de turbidez em acetona de 0,9 ppm. O resultado com relação à transparência do material óptico obtido foi bom (E). Os resultados são mostrados na Tabela 1.

Exemplos 2A a 6A

[84] A composição para materiais ópticos e o material óptico da presente invenção foram preparados de acordo com o método de produção mostrado na Tabela 1, usando sulfeto de bis(β -epitiopropil) tendo um valor de turbidez em acetona mostrado na Tabela 1. Os resultados são mostrados na Tabela 1.

Exemplos Comparativos 1A a 2A

[85] A composição para materiais ópticos e um material óptico foram preparados de acordo com o método e produção mostrado na Tabela 1,

usando sulfeto de bis(β -epitiopropil) tendo um valor de turbidez in acetona mostrado na Tabela 1. Os resultados são mostrados na Tabela 1.

[86] Observe que os detalhes dos métodos de produção para composições para materiais ópticos e materiais ópticos usados nos Exemplos e Exemplos Comparativos são como se segue:

[87] Método de produção A: A 78 partes em peso de sulfeto de bis(β -epitiopropil) e 14 partes em peso de enxofre, 0,5 partes em peso de mercaptometilimidazóis foram adicionados, e a mistura foi polimerizada preliminarmente a 60°C. A taxa de consumo de enxofre naquele momento foi 50% de acordo com análise HPLC (modo GPC). Após o que, a mistura foi resfriada para 20°C, e então uma solução mista de 7 partes em peso de sulfeto de bis(2-mercaptoetil), 0,2 partes em peso de dicloreto de dibutil estanho e 0,03 partes em peso de brometo de tetrametil fosfônio foram adicionados a isso, e a mistura foi homogeneamente misturada e então desaerada, preparando assim uma composição para materiais ópticos. Então a composição para materiais ópticos foi injetada dentro de um molde, e ela foi aquecida de 20°C para 100°C ao longo de 20 horas para ser polimerizada e curada. Após o que, o produto obtido foi liberado do molde e então recozido, obtendo assim um material óptico.

[88] Método de produção B: A 78 partes em peso de sulfeto de bis(β -epitiopropil) e 14 partes em peso e enxofre, 0,5 partes em peso de mercaptometilimidazóis foram adicionados, e a mistura foi polimerizada preliminarmente a 60°C. A taxa de consumo de enxofre naquele momento foi 46% de acordo com análise HPLC (modo GPC). Após o que, a mistura foi resfriada para 20°C, então uma solução mista de 7 partes em peso de 1,3-bis(mercaptometil)benzeno, 0,2 partes em peso de dicloreto de dibutil estanho e 0,03 partes em peso de brometo de tetrametil fosfônio foram adicionados a isso, e a mistura foi homogeneamente misturada e então desaerada, preparando assim uma composição para materiais ópticos. Então a

composição para materiais ópticos foi injetada dentro de um molde, e ela foi aquecida de 20°C para 100°C ao longo de 20 horas para ser polimerizada e curada. Após o que, o produto obtido foi liberado do molde e então recozido, obtendo assim um material óptico.

Tabela 1

	Composto de epissulfeto	Valor de turbidez em acetona	Método de produção	Transparência
Exemplo 1A	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	0,49 ppm	A	E
Exemplo 2A	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	0,49 ppm	B	E
Exemplo 3A	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	1,1 ppm	A	G
Exemplo 4A	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	1,1 ppm	B	G
Exemplo 5A	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	2,7 ppm	A	F
Exemplo 6A	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	2,7 ppm	B	F
Exemplo Comparativo 1A	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	5,1 ppm	A	P
Exemplo Comparativo 2A	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	5,1 ppm	B	P

Exemplo 1B

[89] A (a) 1320 g de sulfeto de bis(β -epitiopropil) tendo um valor de turbidez em acetona de 0,49 ppm, (b) 340 g de di-isocianato de isoforona e (c) 340 g de sulfeto de bis(2-mercaptoetil), 20 g de 2-(2-hidróxi-5-t-octilfenil)-2H-benzotriazóis como um absorvedor de ultravioleta, 0,2 g de Zelec UN (fabricado pela Stepan) como um agente de liberação de molde e 2 g de brometo de tetra-n-butil fosfônio como um catalisador de polimerização foram adicionados, e a mistura foi bem misturada homogeneamente a 20°C. Após o que, a mistura obtida foi submetida ao tratamento de desaeração a um grau de vácuo de 4 kPa, e a composição de resina para materiais ópticos foi injetada dentro de um molde para uma lente semiacabada tendo um diâmetro de molde de 75 mm, uma espessura central de 7 mm e uma espessura de

borda de 15 mm, que era composta de duas placas de vidro e uma fita, e ela foi aquecida a 30°C durante 30 horas, então a temperatura foi elevada para 100°C ao longo de 10 horas a uma taxa constante, e finalmente, ela foi aquecida a 100°C durante 1 hora para ser polimerizada e curada. Após o resfriamento, o produto obtido foi liberado do molde e recozido a 110°C durante 60 minutos, e após o que, a transparência foi observada visualmente. A avaliação da transparência do material óptico obtido é mostrada na Tabela 2. A razão dos grupos SH no composto (c) para os grupos NCO no composto (b), isto é, [o número dos grupos SH no composto (c)/o número dos grupos NCO no composto (b)] (grupo SH/grupo NCO) era 1,4.

Exemplos 2B a 6B

[90] O processo foi realizado de uma maneira similar à do Exemplo 1B, exceto que o composto (a) usado e o valor de turbidez em acetona do mesmo são mostrados na Tabela 2. A avaliação da transparência do material óptico obtido é mostrada na Tabela 2.

Exemplos comparativos 1B a 2B

Tabela 2

Exemplos	Composto (a)	Valor de turbidez em acetona	Transparência
Exemplo 1B	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	0,49 ppm	E
Exemplo 2B	Dissulfeto de bis(β -epitiopropil)	0,49 ppm	E
Exemplo 3B	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	1,1 ppm	G
Exemplo 4B	Dissulfeto de bis(β -epitiopropil)	1,1 ppm	G
Exemplo 5B	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	2,7 ppm	F
Exemplo 6B	Dissulfeto de bis(β -epitiopropil)	2,7 ppm	F
Exemplo Comparativo 1B	Sulfeto de bis(β -epitiopropil)	5,1 ppm	P
Exemplo Comparativo 2B	Dissulfeto de bis(β -epitiopropil)	5,1 ppm	P

[91] Nos exemplos descritos acima, pela polimerização da composição para materiais ópticos contendo o composto de epissulfeto que satisfaz a condição que o valor de turbidez em acetona é 3,0 ppm ou menos, a turbidez branca após a cura foi evitada com sucesso e boa transparência foi realizada com sucesso. Por esse motivo, de acordo com a presente invenção, é possível prever a possibilidade de ocorrência de turbidez branca após a

polimerização e cura e julgar se ela é boa antes da polimerização e cura, e produzir apenas materiais ópticos tendo boas propriedades de uma maneira seletiva. Por esse motivo, é possível realizar tanto o uso efetivo da composição para materiais ópticos como a produção de excelentes materiais ópticos.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição para materiais ópticos, caracterizada pelo fato de que compreende uma quantidade de 50 a 95% em peso de um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos, em que a turbidez em acetona é medida de acordo com JIS K0101 usando um turbidímetro de esfera integrante com solução padrão caulim como um padrão.

2. Composição para materiais ópticos de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que compreende adicionalmente enxofre.

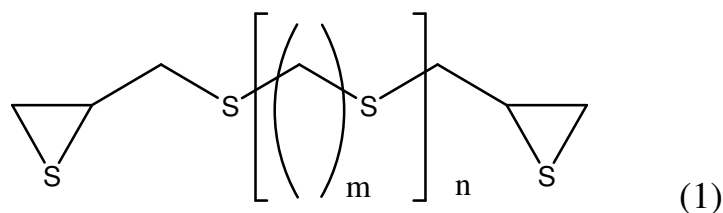
3. Composição para materiais ópticos de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o composto de epissulfeto é primeiro pelo menos polimerizado com enxofre seguido de uma polimerização posterior.

4. Composição para materiais ópticos de acordo com a reivindicação 2 ou 3, caracterizada pelo fato de que 10% ou mais do enxofre é primeiro polimerizado com o composto de epissulfeto seguido de uma polimerização posterior.

5. Composição para materiais ópticos de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 4, caracterizada pelo fato de que compreende adicionalmente um composto de politiol.

6. Composição para materiais ópticos de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizada pelo fato de que é submetida a tratamento de desaeração.

7. Composição para materiais ópticos de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o composto de epissulfeto é um composto (a) tendo a estrutura representada pela fórmula (1) abaixo:



em que m representa um número inteiro de 0 a 4, e n representa um número inteiro de 0 ou 1.

8. Composição para materiais ópticos de acordo com a reivindicação 7, caracterizada pelo fato de que compreende adicionalmente um composto de poli-isocianato (b) e um composto de politiol (c).

9. Composição para materiais ópticos de acordo com a reivindicação 8, caracterizada pelo fato de que o composto (b) é pelo menos um composto selecionado dentre o grupo consistindo em di-isocianato de isofoforona, di-isocianato de tolileno, di-isocianato de difenilmetano, di-isocianato de hexametileno, di-isocianato de m-xilileno, di-isocianato de p-xilileno, di-isocianato de m-tetrametil xilileno, di-isocianato de p-tetrametil xilileno, 1,3-bis(isocianatometil)ciclo-hexano, 1,4-bis(isocianatometil)ciclo-hexano, bis(isocianatometil)norborneno e 2,5-di-isocianatometil-1,4-ditiano, e o composto (c) é pelo menos um composto selecionado dentre o grupo consistindo em sulfeto de bis(2-mercaptoetil), 2,5-dimercaptometil-1,4-ditiano, 1,3-bis(mercaptometil)benzeno, 1,4-bis(mercaptometil)benzeno, 4-mercaptometil-1,8-dimercapto-3,6-ditiaoctano, 4,8-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 4,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 5,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 1,1,3,3-tetracis(mercaptometiltio)propano, pentaeritritol tetracis-mercaptopropionato, pentaeritritol tetracis-tioglicolato, trimetilolpropano tris(tioglicolato) e trimetilolpropano tris(mercapto propionato).

10. Composição para materiais ópticos de acordo com a reivindicação 8 ou 9, caracterizada pelo fato de que, quando a quantidade total do composto (a), do composto (b) e do composto (c) é 100% em peso; o composto (b) está em uma quantidade de 1 a 25% em peso; e o composto (c) está em uma

quantidade de 1 a 25% em peso, e em que a razão do número de grupos SH no composto (c) para o número de grupos NCO no composto (b) é 1,0:1,0 a 2,5:1,0.

11. Método para produzir um material óptico, caracterizado pelo fato de que compreende polimerizar e curar a composição para materiais ópticos como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 10.

12. Método para produzir um material óptico de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que compreende polimerizar e curar a composição para materiais ópticos e então recozer a mesma.

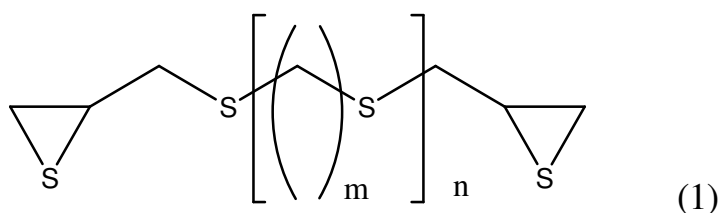
13. Material óptico, caracterizado pelo fato de que é obtido pelo método para produzir um material óptico como definido em qualquer uma das reivindicações 11 ou 12.

14. Lentes ópticas, caracterizadas pelo fato de que compreendem o material óptico como definido na reivindicação 13.

15. Método para produzir uma matéria-prima para materiais ópticos a partir de um produto de um composto de epissulfeto, caracterizado pelo fato de que compreende selecionar um produto de um composto de epissulfeto tendo um valor de turbidez em acetona de 3,0 ppm ou menos para ser transformado na matéria-prima para materiais ópticos, em que a turbidez em acetona é medida de acordo com JIS K0101 usando um turbidímetro de esfera integrante com solução padrão caulim como um padrão,

pelo menos polimerizar o composto de epissulfeto com enxofre seguido de uma polimerização posterior.

16. Método para produzir uma matéria-prima para materiais ópticos de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato de que o composto de epissulfeto é um composto (a) tendo a estrutura representada pela fórmula (1) abaixo:



em que m representa um número inteiro de 0 a 4, e n representa um número inteiro de 0 ou 1.