



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2025-0047758  
(43) 공개일자 2025년04월04일

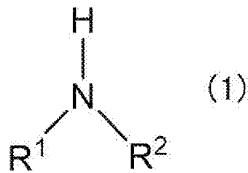
- |  |  |
|--|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)<br/>C08J 11/28 (2006.01) C07C 265/14 (2006.01)<br/>C07C 319/20 (2006.01) C07C 321/14 (2006.01)<br/>C08G 18/38 (2006.01) C08G 18/76 (2006.01)<br/>C08J 11/24 (2006.01) G02B 1/04 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류<br/>C08J 11/28 (2013.01)<br/>C07C 209/62 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2025-7006347<br/>(22) 출원일자(국제) 2023년08월23일<br/>심사청구일자 2025년02월26일<br/>(85) 번역문제출일자 2025년02월26일<br/>(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/030285<br/>(87) 국제공개번호 WO 2024/048389<br/>국제공개일자 2024년03월07일</p> <p>(30) 우선권주장<br/>JP-P-2022-135892 2022년08월29일 일본(JP)</p> | <p>(71) 출원인<br/>미쯔이가가꾸가부시끼가이샤<br/>일본국 도쿄도 츄오쿠 야에스 2초메 2방 1고</p> <p>(72) 발명자<br/>나카이 신노스케<br/>일본 8368610 후쿠오카켄 오무타시 아사무타초 30<br/>미쯔이가가꾸가부시끼가이샤 내<br/>무라카미 마사카즈<br/>일본 8368610 후쿠오카켄 오무타시 아사무타초 30<br/>미쯔이가가꾸가부시끼가이샤 내</p> <p>(74) 대리인<br/>한상욱, 최희준, 박보현</p> |
|--|--|

전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 폴리티올 조성물의 제조 방법, 폴리아민 화합물의 제조 방법, 및 이들 응용

**(57) 요약**

티오우레탄 수지를, 하기 식 (1) 또는 하기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리티올 조성물을 생성시키는 생성 공정을 포함하는, 폴리티올 조성물의 제조 방법. 식 (1) 중, R<sup>1</sup> 및 R<sup>2</sup>는, 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 또는 아미노기를 나타낸다(단, R<sup>1</sup> 및 R<sup>2</sup>가 모두 아미노기인 경우를 제외함). 식 (2) 중, R<sup>3</sup>은 탄소수 1 내지 3의 알킬기를 나타낸다.



(52) CPC특허분류

*C07C 211/27* (2013.01)

*C07C 263/10* (2013.01)

*C07C 265/14* (2013.01)

*C07C 319/20* (2013.01)

*C07C 321/14* (2013.01)

*C08G 18/3855* (2013.01)

*C08G 18/7642* (2013.01)

*C08J 11/24* (2013.01)

*G02B 1/04* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

티오우레탄 수지를, 하기 식 (1) 또는 하기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리티올 조성물을 생성시키는 생성 공정을 포함하는, 폴리티올 조성물의 제조 방법.



[식 (1) 중,  $\text{R}^1$  및  $\text{R}^2$ 는, 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 또는 아미노기를 나타낸다 (단,  $\text{R}^1$  및  $\text{R}^2$ 가 모두 아미노기인 경우를 제외함).

식 (2) 중,  $\text{R}^3$ 은 탄소수 1 내지 3의 알킬기를 나타낸다.]

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 생성 공정은, 상기 티오우레탄 수지와 상기 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는, 폴리티올 조성물의 제조 방법.

#### 청구항 3

제1항에 있어서,

광학 재료의 제조용의 폴리티올 조성물을 제조하는 방법인, 폴리티올 조성물의 제조 방법.

#### 청구항 4

제1항에 있어서,

상기 티오우레탄 수지는 안경 렌즈의 제조 과정, 안경의 제조 과정, 및 안경의 폐기 과정 중 적어도 하나에 있어서 회수된 것인, 폴리티올 조성물의 제조 방법.

#### 청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 기재된 폴리티올 조성물의 제조 방법에 의해 폴리티올 조성물을 제조하는 공정과,

상기 폴리티올 조성물과 폴리이소시아네이트 화합물을 혼합함으로써, 상기 폴리티올 조성물 및 상기 폴리이소시아네이트 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는 공정

을 포함하는 중합성 조성물의 제조 방법.

#### 청구항 6

제5항에 있어서,

상기 중합성 조성물을 얻는 공정이, 상기 폴리티올 조성물과, 폴리이소시아네이트 화합물을 포함하는 폴리이소시아네이트 조성물을 혼합함으로써, 상기 폴리티올 조성물 및 상기 폴리이소시아네이트 조성물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는 공정이며,

상기 폴리이소시아네이트 조성물이,

크실릴렌다이소시아네이트와,

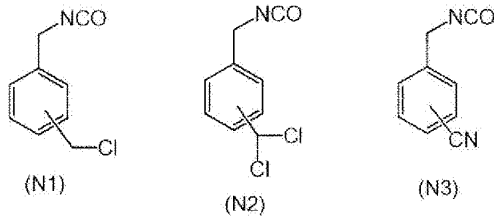
하기 화합물 (N1), 하기 화합물 (N2), 및 하기 화합물 (N3)으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 포함하고,

상기 폴리이소시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N1)을 포함하는 경우에는, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N1)의 피크 면적이, 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.20ppm 이상이고,

상기 폴리이소시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N2)를 포함하는 경우에는, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N2)의 피크 면적이, 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.05ppm 이상이고,

상기 폴리이소시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N3)을 포함하는 경우에는, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N3)의 피크 면적이, 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.10ppm 이상인,

중합성 조성물의 제조 방법.



**청구항 7**

제5항에 기재된 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,

상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 얻는 공정

을 포함하는 수지의 제조 방법.

**청구항 8**

티오우레탄 수지를, 하기 식 (1)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리우레아 화합물을 생성시키는 제1 공정과,

상기 폴리우레아 화합물을, 하기 식 (3)으로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리아민 화합물을 생성시키는 제2 공정

을 포함하는, 폴리아민 화합물의 제조 방법.



[식 (1) 중, R<sup>1</sup> 및 R<sup>2</sup>는, 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 또는 아미노기를 나타낸다 (단, R<sup>1</sup> 및 R<sup>2</sup>가 모두 아미노기인 경우를 제외함).

식 (3) 중, R<sup>11</sup> 및 R<sup>12</sup>는, 각각 독립적으로, 히드록시기, 머캅토기, 아미노기, 또는 모노메틸아미노기를 나타낸다.]

**청구항 9**

제8항에 있어서,

상기 식 (3)으로 표시되는 분해제가, 에틸렌디아민, N,N'-디메틸에틸렌디아민, 2-아미노에탄올, 또는 에틸렌글리콜인,

폴리아민 화합물의 제조 방법.

**청구항 10**

제8항에 있어서,

상기 제1 공정은, 상기 티오우레탄 수지와 상기 식 (1)로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는, 폴리아민 화합물의 제조 방법.

**청구항 11**

제8항에 있어서,

상기 제2 공정은, 상기 폴리우레아 화합물과 상기 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는, 폴리아민 화합물의 제조 방법.

**청구항 12**

티오우레탄 수지를, 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 존재 하에서, 하기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리카르바메이트 화합물을 생성시키는 공정 X1과,

상기 폴리카르바메이트 화합물을, 하기 식 (3)으로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리아민 화합물을 생성시키는 공정 X2

를 포함하는, 폴리아민 화합물의 제조 방법.



[식 (2) 중, R<sup>3</sup>은 탄소수 1 내지 3의 알킬기를 나타낸다.

식 (3) 중, R<sup>11</sup> 및 R<sup>12</sup>는, 각각 독립적으로, 히드록시기, 머캅토기, 아미노기, 또는 모노메틸아미노기를 나타낸다.]

**청구항 13**

제12항에 있어서,

상기 제3급 아민 화합물의 분자량이 1000 이하이고,

상기 식 (3)으로 표시되는 분해제가, 에틸렌디아민, N,N'-디메틸에틸렌디아민, 2-아미노에탄올, 또는 에틸렌글리콜인,

폴리아민 화합물의 제조 방법.

**청구항 14**

제12항에 있어서,

상기 공정 X1은, 상기 티오우레탄 수지와 상기 식 (2)로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는, 폴리아민 화합물의 제조 방법.

**청구항 15**

제12항에 있어서,

상기 공정 X2는, 상기 폴리카르바메이트 화합물과 상기 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력

하에서 반응시키는 것을 포함하는, 폴리아민 화합물의 제조 방법.

**청구항 16**

제8항 내지 제15항 중 어느 한 항에 있어서,

광학 재료 제조용의 폴리이소시아네이트 화합물의 원료로서의 폴리아민 화합물을 제조하는 방법인, 폴리아민 화합물의 제조 방법.

**청구항 17**

제8항 내지 제15항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 티오우레탄 수지는 안경 렌즈의 제조 과정, 안경의 제조 과정, 및 안경의 폐기 과정 중 적어도 하나에 있어서 회수된 것인, 폴리아민 화합물의 제조 방법.

**청구항 18**

제8항 내지 제15항 중 어느 한 항에 기재된 폴리아민 화합물의 제조 방법에 의해 폴리아민 화합물을 제조하는 공정과,

상기 폴리아민 화합물 및 상기 폴리아민 화합물의 염산염 중 적어도 한쪽과, 이염화카르보닐을 반응시켜 폴리이소시아네이트 화합물을 얻는 공정

을 포함하는 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법.

**청구항 19**

제18항에 기재된 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법에 의해 폴리이소시아네이트 화합물을 제조하는 공정과,

적어도 상기 폴리이소시아네이트 화합물과 활성 수소 화합물을 혼합함으로써, 상기 폴리이소시아네이트 화합물 및 상기 활성 수소 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는 공정

을 포함하는 중합성 조성물의 제조 방법.

**청구항 20**

제19항에 기재된 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,

상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 얻는 공정

을 포함하는 수지의 제조 방법.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 개시는, 폴리티올 조성물의 제조 방법, 폴리아민 화합물의 제조 방법, 및 이들 응용에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 수지를 포함하는 렌즈인 플라스틱 렌즈는, 무기 렌즈에 비해 경량이고 균열되기 어렵고, 염색이 가능하기 때문에, 근년, 안경 렌즈, 카메라 렌즈 등의 용도에 급속하게 보급되게 되었다.

[0003] 예를 들어, 티오우레탄 수지를 포함하는 렌즈에 대해서, 지금까지 다양한 검토가 이루어져 있다(예를 들어, 특허문헌 1 내지 3 참조).

[0004] 또한, 티오우레탄 수지를 출발 원료로서, 티오우레탄 수지 원료(즉, 티오우레탄 수지를 제조하기 위한 원료. 예를 들어, 폴리티올 조성물 및 폴리아민 화합물.)를 제조하는, 티오우레탄 수지 원료의 제조 방법이 알려져 있다.

[0005] 예를 들어, 특허문헌 4에는, 티오우레탄 수지와 아민 화합물을 반응시켜 폴리티올 조성물을 생성시키는 반응 공

정을 포함하는 폴리티올 조성물의 제조 방법이 개시되어 있다.

[0006] 또한, 특허문헌 5에는, 티오우레탄 수지와 아민 화합물 A를 반응시켜 폴리우레아 화합물을 생성시키는 제1 공정과, 폴리우레아 화합물과 아민 화합물 B를 반응시켜 폴리아민 화합물을 생성시키는 제2 공정을 포함하는 폴리아민 화합물의 제조 방법이 개시되어 있다.

[0007] 또한, 이 특허문헌 5에는, 티오우레탄 수지와 알코올 화합물을, 제3급 아민 화합물인 아민 화합물 XA의 존재 하에서 반응시켜 폴리카르바메이트 화합물을 생성시키는 공정 X1과, 폴리카르바메이트 화합물과 아민 화합물 XB를 반응시켜 폴리아민 화합물을 생성시키는 공정 X2를 포함하는 폴리아민 화합물의 제조 방법도 개시되어 있다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

- [0008] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 소63-46213호 공보
- (특허문헌 0002) 일본 특허 공개 평2-270859호 공보
- (특허문헌 0003) 일본 특허 공개 평7-252207호 공보
- (특허문헌 0004) 국제 공개 제2021/157701호
- (특허문헌 0005) 국제 공개 제2021/157702호

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0009] 특허문헌 4 및 특허문헌 5에 기재된 제조 방법에서는, 티오우레탄 수지를 분해하기 위한 분해제로서 아민 화합물 또는 알코올 화합물을 사용하여, 상기 분해제에 의해 티오우레탄 수지를 분해함으로써, 목적물로서, 폴리티올 조성물 또는 폴리아민 화합물을 얻는다.

[0010] 특허문헌 4 및 특허문헌 5에 기재된 제조 방법에서는, 분해제(즉, 아민 화합물 또는 알코올 화합물)에 의해 티오우레탄 수지를 분해하는 분해 반응 후의 반응계로부터 분해제를 제거할 때의 제거성을 보다 향상시킬 것이 요구되는 경우가 있다.

[0011] 본 개시의 일 양태의 목적은, 티오우레탄 수지를 분해제에 의해 분해하는 분해 반응 후의 반응계로부터의 분해제의 제거성이 우수한, 폴리티올 조성물의 제조 방법, 폴리아민 화합물의 제조 방법, 및 이들 응용을 제공하는 것이다.

**과제의 해결 수단**

[0012] 상기 과제를 해결하는 수단에는, 이하의 양태가 포함된다.

[0013] <1> 티오우레탄 수지를, 하기 식 (1) 또는 하기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리티올 조성물을 생성시키는 생성 공정을 포함하는, 폴리티올 조성물의 제조 방법.

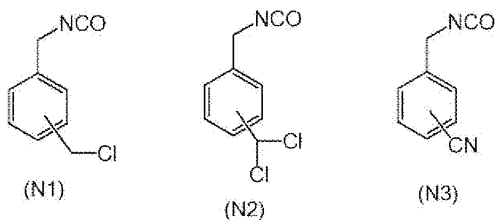


[0014]

[0015] 식 (1) 중, R<sup>1</sup> 및 R<sup>2</sup>는, 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 또는 아미노기를 나타낸다(단, R<sup>1</sup> 및 R<sup>2</sup>가 모두 아미노기인 경우를 제외함).

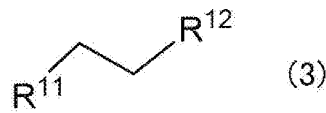
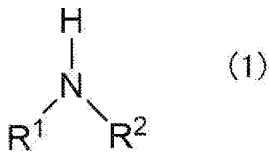
[0016] 식 (2) 중, R<sup>3</sup>은 탄소수 1 내지 3의 알킬기를 나타낸다.

- [0017] <2> 상기 생성 공정은, 상기 티오우레탄 수지와 상기 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는, <1>에 기재된 폴리티올 조성물의 제조 방법.
- [0018] <3> 광학 재료의 제조용의 폴리티올 조성물을 제조하는 방법인, <1> 또는 <2>에 기재된 폴리티올 조성물의 제조 방법.
- [0019] <4> 상기 티오우레탄 수지는 안경 렌즈의 제조 과정, 안경의 제조 과정, 및 안경의 폐기 과정 중 적어도 하나에 있어서 회수된 것인, <1> 내지 <3> 중 어느 하나에 기재된 폴리티올 조성물의 제조 방법.
- [0020] <5> <1> 내지 <4> 중 어느 하나에 기재된 폴리티올 조성물의 제조 방법에 의해 폴리티올 조성물을 제조하는 공정과,
- [0021] 상기 폴리티올 조성물과 폴리이소시아네이트 화합물을 혼합함으로써, 상기 폴리티올 조성물 및 상기 폴리이소시아네이트 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는 공정
- [0022] 을 포함하는 중합성 조성물의 제조 방법.
- [0023] <6> 상기 중합성 조성물을 얻는 공정이, 상기 폴리티올 조성물과, 폴리이소시아네이트 화합물을 포함하는 폴리이소시아네이트 조성물을 혼합함으로써, 상기 폴리티올 조성물 및 상기 폴리이소시아네이트 조성물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는 공정이며,
- [0024] 상기 폴리이소시아네이트 조성물이,
- [0025] 크실릴렌다이소시아네이트와,
- [0026] 하기 화합물 (N1), 하기 화합물 (N2), 및 하기 화합물 (N3)으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종
- [0027] 을 포함하고,
- [0028] 상기 폴리이소시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N1)을 포함하는 경우에는, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N1)의 피크 면적이, 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.20ppm 이상 이고,
- [0029] 상기 폴리이소시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N2)를 포함하는 경우에는, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N2)의 피크 면적이, 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.05ppm 이상 이고,
- [0030] 상기 폴리이소시아네이트 조성물이 상기 화합물 (N3)을 포함하는 경우에는, 고속 액체 크로마토그래피 측정에 있어서의 상기 화합물 (N3)의 피크 면적이, 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 100에 대하여 0.10ppm 이상 인, <5>에 기재된 중합성 조성물의 제조 방법.



- [0031]
- [0032] <7> <5>에 기재된 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0033] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 얻는 공정
- [0034] 을 포함하는 수지의 제조 방법.
- [0035] <8> 티오우레탄 수지를, 하기 식 (1)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리우레아 화합물을 생성시키는 제1 공정과,
- [0036] 상기 폴리우레아 화합물을, 하기 식 (3)으로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리아민 화합물을 생성시키는 제2 공정

[0037] 을 포함하는, 폴리아민 화합물의 제조 방법.



[0038]

[0039] 식 (1) 중,  $\text{R}^1$  및  $\text{R}^2$ 는, 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 또는 아미노기를 나타낸다(단,  $\text{R}^1$  및  $\text{R}^2$ 가 모두 아미노기인 경우를 제외함).

[0040] 식 (3) 중,  $\text{R}^{11}$  및  $\text{R}^{12}$ 는, 각각 독립적으로, 히드록시기, 머캅토기, 아미노기, 또는 모노메틸아미노기를 나타낸다.

[0041] <9> 상기 식 (3)으로 표시되는 분해제가, 에틸렌디아민, N,N'-디메틸에틸렌디아민, 2-아미노에탄올, 또는 에틸렌글리콜인,

[0042] <8>에 기재된 폴리아민 화합물의 제조 방법.

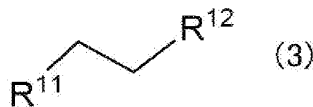
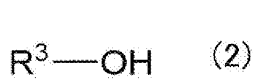
[0043] <10> 상기 제1 공정은, 상기 티오우레탄 수지와 상기 식 (1)로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는, <8> 또는 <9>에 기재된 폴리아민 화합물의 제조 방법.

[0044] <11> 상기 제2 공정은, 상기 폴리우레아 화합물과 상기 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는, <8> 내지 <10> 중 어느 하나에 기재된 폴리아민 화합물의 제조 방법.

[0045] <12> 티오우레탄 수지를, 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 존재 하에서, 하기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리카르바메이트 화합물을 생성시키는 공정 X1과,

[0046] 상기 폴리카르바메이트 화합물을, 하기 식 (3)으로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리아민 화합물을 생성시키는 공정 X2

[0047] 를 포함하는, 폴리아민 화합물의 제조 방법.



[0048]

[0049] [식 (2) 중,  $\text{R}^3$ 은 탄소수 1 내지 3의 알킬기를 나타낸다.

[0050] 식 (3) 중,  $\text{R}^{11}$  및  $\text{R}^{12}$ 는, 각각 독립적으로, 히드록시기, 머캅토기, 아미노기, 또는 모노메틸아미노기를 나타낸다.]

[0051] <13> 상기 제3급 아민 화합물의 분자량이 1000 이하이고,

[0052] 상기 식 (3)으로 표시되는 분해제가, 에틸렌디아민, N,N'-디메틸에틸렌디아민, 2-아미노에탄올, 또는 에틸렌글리콜인,

[0053] <12>에 기재된 폴리아민 화합물의 제조 방법.

[0054] <14> 상기 공정 X1은, 상기 티오우레탄 수지와 상기 식 (2)로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는, <12> 또는 <13>에 기재된 폴리아민 화합물의 제조 방법.

[0055] <15> 상기 공정 X2는, 상기 폴리카르바메이트 화합물과 상기 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는, <12> 내지 <14> 중 어느 하나에 기재된 폴리아민 화합물의 제조 방법.

[0056] <16> 광학 재료 제조용의 폴리이소시아네이트 화합물의 원료로서의 폴리아민 화합물을 제조하는 방법인, <8> 내지 <15> 중 어느 하나에 기재된 폴리아민 화합물의 제조 방법.

[0057] <17> 상기 티오우레탄 수지는 안경 렌즈의 제조 과정, 안경의 제조 과정, 및 안경의 폐기 과정 중 적어도 하나

에 있어서 회수된 것인, <8> 내지 <15> 중 어느 하나에 기재된 폴리아민 화합물의 제조 방법.

- [0058] <18> <8> 내지 <16> 중 어느 하나에 기재된 폴리아민 화합물의 제조 방법에 의해 폴리아민 화합물을 제조하는 공정과,
- [0059] 상기 폴리아민 화합물 및 상기 폴리아민 화합물의 염산염 중 적어도 한쪽과, 이염화카르보닐을 반응시켜 폴리이소시아네이트 화합물을 얻는 공정
- [0060] 을 포함하는 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법.
- [0061] <19> <18>에 기재된 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법에 의해 폴리이소시아네이트 화합물을 제조하는 공정과,
- [0062] 적어도 상기 폴리이소시아네이트 화합물과 활성 수소 화합물을 혼합함으로써, 상기 폴리이소시아네이트 화합물 및 상기 활성 수소 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는 공정
- [0063] 을 포함하는 중합성 조성물의 제조 방법.
- [0064] <20> <19>에 기재된 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0065] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 얻는 공정
- [0066] 을 포함하는 수지의 제조 방법.

**발명의 효과**

- [0067] 본 개시의 일 양태에 의하면, 티오우레탄 수지를 분해제에 의해 분해하는 분해 반응 후의 반응계로부터의 분해제의 제거성이 우수한, 폴리티올 조성물의 제조 방법, 폴리아민 화합물의 제조 방법, 및 이들 응용이 제공된다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0068] 본 개시에 있어서, 「내지」를 사용하여 표시되는 수치 범위는, 「내지」의 전후에 기재되는 수치를 하한값 및 상한값으로서 포함하는 범위를 의미한다.
- [0069] 본 개시에 있어서, 「공정」이라는 용어는, 독립된 공정뿐만 아니라, 다른 공정과 명확하게 구별할 수 없는 경우라도 그 공정의 소기의 목적이 달성되면, 본 용어에 포함된다.
- [0070] 본 개시에 있어서, 조성물에 포함되는 각 성분의 양은, 조성물 중에 각 성분에 해당하는 물질이 복수 존재하는 경우에는, 특별히 언급하지 않는 한, 조성물 중에 존재하는 당해 복수의 물질의 합계량을 의미한다.
- [0071] 본 개시 중에 단계적으로 기재되어 있는 수치 범위에 있어서, 하나의 수치 범위에서 기재된 상한값 또는 하한값은, 다른 단계적인 기재의 수치 범위의 상한값 또는 하한값으로 치환해도 된다. 또한, 본 개시 중에 기재되어 있는 수치 범위에 있어서, 그 수치 범위의 상한값 또는 하한값은, 실시예에 나타내어져 있는 값으로 치환해도 된다.
- [0072] 본 개시에 있어서의 복수의 실시 형태간에 중복 부분이 존재하고 있어도 된다. 즉, 하나의 실시 형태에 있어서의 특징을, 다른 실시 형태가 구비하고 있어도 된다.
- [0073] <<제1 실시 형태>>
- [0074] [폴리티올 조성물의 제조 방법(제1 실시 형태)]
- [0075] 본 개시의 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법은, 티오우레탄 수지를, 하기 식 (1) 또는 하기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리티올 조성물을 생성시키는 생성 공정을 포함한다.



- [0076]
- [0077] 식 (1) 중, R<sup>1</sup> 및 R<sup>2</sup>는, 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 또는 아미노기를 나타낸다(단,

$R^1$  및  $R^2$ 가 모두 아미노기인 경우를 제외함).

- [0078] 식 (2) 중,  $R^3$ 은 탄소수 1 내지 3의 알킬기를 나타낸다.
- [0079] 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에서는, 티오우레탄 수지를 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리티올 조성물을 생성시킨다.
- [0080] 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에서는, 이 티오우레탄 수지의 분해 반응 후의 반응계로부터의 분해제의 제거성이 우수하다. 예를 들어, 분해 반응 후의 반응계로부터 분해제를, 휘발, 증류 등에 의해 용이하게 제거할 수 있다.
- [0081] 이러한 효과가 얻어지는 이유는, 상기 분해제가, 저비점의 화합물이기 때문이라고 생각된다.
- [0082] 이하, 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에 포함될 수 있는 각 공정에 대해서 설명한다.
- [0083] <생성 공정>
- [0084] 생성 공정은 티오우레탄 수지를, 상기 식 (1) 또는 상기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여(즉, 티오우레탄 수지와 분해제를 반응시켜) 폴리티올 조성물을 생성시키는 공정이다.
- [0085] 상기 식 (1)로 표시되는 분해제는 아민 화합물이다.
- [0086] 티오우레탄 수지를, 식 (1)로 표시되는 분해제에 의해 분해하는 분해 반응은, 가아민 분해 반응이다.
- [0087] 상기 식 (1)로 표시되는 분해제는, 알코올 화합물이다.
- [0088] 티오우레탄 수지를, 식 (1)로 표시되는 분해제에 의해 분해하는 분해 반응은, 가알코올 분해 반응이다.
- [0089] (티오우레탄 수지)
- [0090] 티오우레탄 수지는, 생성 공정에서의 출발 원료이다.
- [0091] 티오우레탄 수지로서는 특별히 제한은 없으며, 예를 들어 일본 특허 공개 소63-46213호 공보, 일본 특허 공개 평2-270859호 공보, 일본 특허 공개 평7-252207호 공보, 국제 공개 제2008/047626호, 국제 공개 제2021/157701호, 국제 공개 제2021/157702호 등의 공지 문헌에 기재되어 있는 티오우레탄 수지를 들 수 있다.
- [0092] 티오우레탄 수지는, 통상 이소시아네이트 화합물과 폴리티올 조성물의 중합체를 포함한다. 즉, 티오우레탄 수지는, 통상 이소시아네이트 화합물 및 폴리티올 조성물을 원료로서 제조된다.
- [0093] -티오우레탄 수지의 원료로서의 폴리티올 조성물-
- [0094] 본 개시에 있어서, 폴리티올 조성물(즉, 티오우레탄 수지의 원료로서의 폴리티올 조성물, 및 후술하는 본 개시의 폴리티올 조성물의 제조 방법의 목적물인 폴리티올 조성물)이란, 적어도 1종의 폴리티올 화합물을 함유하는 조성물을 의미한다.
- [0095] 폴리티올 화합물로서는, 티올기(별명: 머캡토기)를 2개 이상 포함하는 화합물이면 되고, 그 밖에는 특별히 한정되지는 않는다.
- [0096] 폴리티올 화합물에 대해서는, 전술한 티오우레탄 수지에 대한 공지 문헌을 적절히 참조해도 된다.
- [0097] 폴리티올 조성물에는, 불순물로서, 폴리티올 화합물 이외의 성분이 함유되어 있어도 된다.
- [0098] 폴리티올 조성물은, 적어도 1종의 폴리티올 화합물을 주성분으로서 포함하는 것이 바람직하다.
- [0099] 여기서, 「폴리티올 조성물은, 적어도 1종의 폴리티올 화합물을 주성분으로서 포함한다」란, 폴리티올 조성물의 전량에 대한 적어도 1종의 폴리티올 화합물의 총 함유량이, 50% 이상인 것을 의미한다.
- [0100] 폴리티올 조성물의 전량에 대한 적어도 1종의 폴리티올 화합물의 총 함유량은, 바람직하게는 60% 이상이고, 보다 바람직하게는 70% 이상이고, 더욱 바람직하게는 80% 이상이다.
- [0101] 마찬가지로, 본 개시에 있어서, 조성물이, 어떤 성분(이하, 「성분 X」라 함)을 「주성분으로서 포함한다」란, 성분 X의 함유량(성분 X가 2종 이상인 화합물로 이루어지는 경우에는, 2종 이상인 화합물의 총 함유량)이, 조성물의 전량에 대하여 50% 이상인 것을 의미한다.
- [0102] 주성분인 성분 X의 함유량은, 조성물의 전량에 대해, 바람직하게는 60% 이상이고, 보다 바람직하게는 70% 이

상이고, 더욱 바람직하게는 80% 이상이다.

- [0103] 상기의 「주성분으로서 포함한다」라는 말의 설명 중에 있어서의 「%」는 고속 액체 크로마토그래피에 의해 요구되는, 조성물(예를 들어 폴리티올 조성물)의 전체 피크의 합계 면적에 대한 성분 X(예를 들어 적어도 1종의 폴리티올 화합물)의 전체 피크의 합계 면적의 비율(면적%)을 의미한다.
- [0104] 이하에서는, 폴리티올 조성물에 함유되는 폴리티올 화합물을, 「폴리티올 성분」이라고도 칭한다.
- [0105] 티오우레탄 수지의 원료로서의 폴리티올 조성물은,
- [0106] 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄,
- [0107] 4,8-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸,
- [0108] 4,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸,
- [0109] 5,7-디머캅토메틸-1,11-디머캅토-3,6,9-트리티아운데칸,
- [0110] 펜타에리트리톨테트라키스(2-머캅토아세테이트),
- [0111] 펜타에리트리톨테트라키스(3-머캅토프로피오네이트),
- [0112] 2,5-디머캅토메틸-1,4-디티안,
- [0113] 비스(2-머캅토에틸)술폰드, 및
- [0114] 디에틸렌글리콜비스(3-머캅토프로피오네이트)
- [0115] 로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종(이하, 「폴리티올 성분 A」라고도 함)을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0116] 폴리티올 조성물은, 폴리티올 성분 A를 주성분으로서 포함하는 것이 보다 바람직하다.
- [0117] 이 경우, 폴리티올 조성물은 폴리티올 성분 A 이외의 그 밖의 성분(예를 들어, 그 밖의 폴리티올 화합물, 폴리티올 화합물 이외의 성분 등)을 적어도 1종 함유하고 있어도 된다.
- [0118] 그 밖의 폴리티올 화합물로서는, 예를 들어 메탄디티올, 1,2-에탄디티올, 1,2,3-프로판트리티올, 테트라키스(머캅토메틸티오메틸)메탄, 테트라키스(2-머캅토에틸티오메틸)메탄, 테트라키스(3-머캅토프로필티오메틸)메탄, 비스(2,3-디머캅토프로필)술폰드, 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.
- [0119] 티오우레탄 수지의 원료로서의 폴리티올 조성물의 보다 구체적인 양태로서는, 예를 들어;
- [0120] 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄(이하, 「폴리티올 성분 A1」이라고도 함)을 주성분으로서 포함하는 양태;
- [0121] 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-트리티아운데칸(이하, 이들 3개의 화합물을 통합해서 「폴리티올 성분 A2」라고도 함)을 주성분으로서 포함하는 양태;
- [0122] 펜타에리트리톨테트라키스(3-머캅토프로피오네이트)(이하, 「폴리티올 성분 A3」이라고도 함)를 주성분으로서 포함하는 양태;
- [0123] 폴리티올 성분 A1 및 폴리티올 성분 A3을 주성분으로서 포함하는 양태;
- [0124] 폴리티올 성분 A2 및 폴리티올 성분 A3을 주성분으로서 포함하는 양태;
- [0125] 등을 들 수 있다.
- [0126] 각 양태의 폴리티올 조성물은, 주성분 이외의 그 밖의 성분(예를 들어, 그 밖의 폴리티올 화합물, 폴리티올 화합물 이외의 성분 등)을 적어도 1종 함유하고 있어도 된다.
- [0127] -티오우레탄 수지의 원료로서의 이소시아네이트 화합물-
- [0128] 티오우레탄 수지의 원료로서의 이소시아네이트 화합물은 1종만이어도 되고, 2종 이상이어도 된다.

- [0129] 티오우레탄 수지의 원료로서의 이소시아네이트 화합물로서는, 예를 들어 전술한 공지 문헌에 기재되어 있는, 공지의 이소시아네이트 화합물을 들 수 있다.
- [0130] 티오우레탄 수지의 원료로서의 이소시아네이트 화합물은, 이소시아나토기를 2개 이상 포함하는 폴리이소시아네이트 화합물을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0131] 티오우레탄 수지의 원료로서의 이소시아네이트 화합물은,
- [0132] 이소시아나토기를 2개 포함하는 디이소시아네이트 화합물을 포함하는 것이 보다 바람직하고,
- [0133] 펜타메틸렌디이소시아네이트, 헥사메틸렌디이소시아네이트, m-크실릴렌디이소시아네이트, p-크실릴렌디이소시아네이트, 이소포론디이소시아네이트, 비스(이소시아나토메틸)시클로헥산, 비스(이소시아나토시클로헥실)메탄, 2,5-비스(이소시아나토메틸)비스클로-[2.2.1]-헵탄, 2,6-비스(이소시아나토메틸)비스클로-[2.2.1]-헵탄, 톨릴렌디이소시아네이트, 4,4'-디페닐메탄디이소시아네이트 및 페닐렌디이소시아네이트로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종(이하, 「이소시아네이트 성분 N」이라고도 함)을 포함하는 것이 더욱 바람직하고,
- [0134] 이소시아네이트 성분 N을 주성분으로서 포함하는 것이 더욱 바람직하다.
- [0135] 티오우레탄 수지의 원료로서의 이소시아네이트 화합물은, 티오우레탄 수지의 성능 [예를 들어, 광학 물성(예를 들어, 굴절률 및/또는 아베수), 내열성, 비중 d 등]의 관점에서 보아, m-크실릴렌디이소시아네이트, 2,5-비스(이소시아나토메틸)비스클로-[2.2.1]-헵탄 및 2,6-비스(이소시아나토메틸)비스클로-[2.2.1]-헵탄, 이소포론디이소시아네이트, 비스(이소시아나토메틸)시클로헥산, 비스(이소시아나토시클로헥실)메탄으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종(이하, 「이소시아네이트 성분 N1」이라고도 함)을 포함하는 것이 더욱 바람직하고, 이소시아네이트 성분 N1을 주성분으로서 포함하는 것이 더욱 바람직하다.
- [0136] -그 밖의 성분-
- [0137] 티오우레탄 수지는, 적어도 1종의 이소시아네이트 화합물과 폴리티올 조성물의 중합체 이외의 그 밖의 성분을 함유하고 있어도 된다.
- [0138] 티오우레탄 수지에 함유될 수 있는 그 밖의 성분에 대해서는, 후술하는 중합성 조성물에 함유될 수 있는 성분을 적절히 참조할 수 있다.
- [0139] -회수된 티오우레탄 수지-
- [0140] 티오우레탄 수지는 안경 렌즈의 제조 과정, 안경의 제조 과정, 및 안경의 폐기 과정 중 적어도 하나에 있어서 회수된 것인 것이 바람직하다. 이 양태에 의하면, 안경 렌즈의 재료인 티오우레탄 수지의 리사이클이 실현된다.
- [0141] 여기서,
- [0142] 안경 렌즈의 제조 과정이란, 수지 원료인 모노머를 조합하여 주형 중합함으로써 수지를 제조하는 과정 및/또는 수지 성형체를 절삭 가공하여 안경 렌즈를 얻는 과정을 의미하고,
- [0143] 안경의 제조 과정이란, 안경 렌즈와 안경 프레임 등의 다른 부재를 조합하여 안경을 제조하는 과정을 의미하고,
- [0144] 안경의 폐기 과정이란, 제조하였지만 불필요하게 된 안경, 사용 완료된 안경 등을 폐기하는 과정을 의미한다.
- [0145] 어느 과정에서도, 폐기물로서, 안경 렌즈의 재료인 티오우레탄 수지가 발생할 수 있다.
- [0146] 본 양태에서는, 이들 과정 중 적어도 하나에 있어서 발생한 티오우레탄 수지를 출발 물질로서 사용하고, 이 티오우레탄 수지와 분해제를 반응시켜, 티오우레탄 수지의 분해물인, 폴리티올 조성물을 얻는다.
- [0147] -티오우레탄 수지를 포함하는 가공 부스러기-
- [0148] 생성 공정에서는, 티오우레탄 수지를 포함하는 가공 부스러기와 분해제를 접촉시킴으로써, 가공 부스러기 중의 티오우레탄 수지와 분해제를 반응시켜도 된다. 이에 의해, 티오우레탄 수지와 분해제의 반응 효율을 보다 향상시킬 수 있다.
- [0149] 티오우레탄 수지를 포함하는 가공 부스러기의 형태에는 특별히 제한은 없으며, 분상이어도 괴상이어도 된다.
- [0150] 티오우레탄 수지를 포함하는 가공 부스러기와 아민 화합물을 접촉시키는 방법에는 특별히 제한은 없으며, 예를 들어 반응 용기 중에 가공 부스러기 및 분해제(및 필요에 따라 반응 용매)를 넣어서 교반하는 방법을 들 수 있

다.

- [0151] 티오우레탄 수지를 포함하는 가공 부스러기로서, 바람직하게는 티오우레탄 수지를 포함하는 성형체의 절삭 가공 부스러기(연마 부스러기의 개념을 포함한다. 이하 동일함.), 및/또는 상기 절삭 가공 부스러기를 체로 걸러낸 것(즉, 체를 통과한 절삭 가공 부스러기)이다.
- [0152] 티오우레탄 수지를 포함하는 성형체의 절삭 가공 부스러기는, 예를 들어 티오우레탄 수지를 포함하는 성형체를 절삭 가공하여 광학 재료(예를 들어 렌즈)를 제조할 때에 발생한다.
- [0153] -티오우레탄 수지를 포함하는 수지 혼합물-
- [0154] 생성 공정은 티오우레탄 수지를 포함하는 수지 혼합물과, 분해제를 접촉시킴으로써, 수지 혼합물 중의 티오우레탄 수지와, 분해제를 반응시켜 폴리티올 조성물을 생성시키는 공정이어도 된다.
- [0155] 티오우레탄 수지를 포함하는 수지 혼합물은, 티오우레탄 수지 이외의 성분을 더 포함한다.
- [0156] 티오우레탄 수지 이외의 성분으로서, 티오우레탄 수지 이외의 수지, 렌즈 제작용의 무기 재료(예를 들어 유리) 등을 들 수 있다.
- [0157] 티오우레탄 수지 이외의 수지로서는 특별히 제한은 없다.
- [0158] 예를 들어;
- [0159] 티오우레탄 수지를 제조할 때, 원료에 폴리올 화합물을 첨가함으로써 제조된, 티오우레탄 수지와 우레탄 수지의 하이브리드 재료;
- [0160] 티오우레탄 수지를 제조할 때, 원료에 폴리아민 화합물을 첨가함으로써 제조된, 티오우레탄 수지와 우레아 수지의 하이브리드 재료;
- [0161] 등도, 티오우레탄 수지와 티오우레탄 수지 이외의 수지를 포함하는 수지 혼합물의 범위에 포함된다.
- [0162] 또한, 티오우레탄 수지 이외의 수지로서는,
- [0163] 안경 렌즈 제작용의 수지 성형체의 표면을 보호하는 폴리올레핀계 필름,
- [0164] 안경 렌즈 제작용의 수지 성형체의 표면을 보호하는 하드 코트 또는 프라이머 코트,
- [0165] 안경 렌즈 제작용의 수지 성형체를 연마할 때에 사용하는 연마제,
- [0166] 안경 렌즈 제작용의 수지 성형체를 절삭 가공할 때에 수지 성형체를 고정하기 위한 수지 재료,
- [0167] 안경 렌즈 제작용의 수지 성형체를 작성할 때에 사용하는 유리 몰드를 고정하기 위해 사용되는 테이프 또는 테이프 풀
- [0168] 등도 들 수 있다.
- [0169] 수지 혼합물은 티오우레탄 수지 이외의 수지로서, 폴리카르보네이트 수지, 폴리알릴카르보네이트 수지, 아크릴 수지, 우레탄 수지, 및 에피솔피드 수지로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0170] 이들 수지도, 티오우레탄 수지와 마찬가지로, 안경 렌즈의 재료로서 사용할 수 있는 수지이다.
- [0171] 티오우레탄 수지를 포함하는 수지 혼합물은 안경 렌즈의 제조 과정, 안경의 제조 과정, 및 안경의 폐기 과정 중 적어도 하나에 있어서 회수된 것인 것이 바람직하다.
- [0172] 안경 렌즈의 제조 과정, 안경의 제조 과정, 및 안경의 폐기 과정에 대해서는 전술한 바와 같다.
- [0173] 티오우레탄 수지를 포함하는 수지 혼합물은, 티오우레탄 수지를 포함하는 절삭 가공 부스러기를 포함하는 것이 바람직하다.
- [0174] (식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제)
- [0175] 본 공정에서 사용되는 분해제는, 상기 식 (1) 또는 상기 식 (2)로 표시되는 분해제이다.
- [0176] 상기 식 (1)로 표시되는 분해제로서는, 예를 들어 암모니아, 모노메틸아민, 모노에틸아민, 모노프로필아민, 디메틸아민, 디에틸아민, 디프로필아민, 히드라진 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 암모니아, 모노메틸아민, 또한

디에틸아민이 바람직하다.

- [0177] 상기 식 (2)로 표시되는 분해제로서는, 예를 들어 메탄올, 에탄올, 및 프로판올을 들 수 있다. 그 중에서도, 메탄올 또는 에탄올이 바람직하고, 메탄올이 보다 바람직하다.
- [0178] (분해제의 투입량)
- [0179] 생성 공정에 있어서, 티오우레탄 수지에 대한 분해제의 투입 질량비(즉, 투입 질량비 [분해제/티오우레탄 수지])는 적절히 조정 가능하지만, 바람직하게는 0.10 이상 2.0 미만이다.
- [0180] 투입 질량비 [분해제/티오우레탄 수지]가 0.10 이상인 경우에는, 폴리티올 조성물의 생성이 보다 촉진된다.
- [0181] 투입 질량비 [분해제/티오우레탄 수지]가 2.0 미만인 경우에는, 반응 혼합물 중에 있어서의 분해제의 잔존을 보다 억제할 수 있다.
- [0182] 투입 질량비 [분해제/티오우레탄 수지]는, 보다 바람직하게는 0.10 이상 1.0 미만이고, 더욱 바람직하게는 0.15 내지 0.95이며, 더욱 바람직하게는 0.20 내지 0.90이다.
- [0183] 티오우레탄 수지 1g에 대한 분해제의 투입 밀리몰수는, 바람직하게는 1.0mmol/g 내지 50.0mmol/g이며, 보다 바람직하게는 2.0mmol/g 내지 30.0mmol/g이며, 더욱 바람직하게는 3.0mmol/g 내지 20.0mmol/g이다.
- [0184] 티오우레탄 수지에 대한 분해제의 투입 당량(투입 당량 [분해제/티오우레탄 수지])은, 바람직하게는 1.0 내지 15.0이며, 보다 바람직하게는 1.0 내지 10.0이며, 더욱 바람직하게는 1.0 초과 10.0 이하이다.
- [0185] 투입 당량 [분해제/티오우레탄 수지]이 1.0 이상인 경우에는, 폴리티올 조성물의 생성이 보다 촉진된다.
- [0186] 투입 당량 [분해제/티오우레탄 수지]이 15.0 이하인 경우에는, 반응 혼합물 중에 있어서의 분해제의 잔존을 보다 억제할 수 있다.
- [0187] (분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물)
- [0188] 분해제로서 상기 식 (2)로 표시되는 분해제를 사용하는 경우, 생성 공정에서는, 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 존재 하에서, 티오우레탄 수지를, 상기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리티올 조성물을 생성시키는 것이 바람직하다.
- [0189] 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물로서는, 제3급 아민 화합물인 것 이외에는 특별히 제한은 없다.
- [0190] 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물은 쇠상 아민 화합물이어도 되고, 환상 아민 화합물이어도 된다.
- [0191] 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 분자량은, 바람직하게는 1000 이하이고, 보다 바람직하게는 500 이하이고, 더욱 바람직하게는 300 이하이고, 더욱 바람직하게는 200 이하이다.
- [0192] 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 분자량의 하한은, 예를 들어 59 이상이고, 바람직하게는 70 이상이다.
- [0193] 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물로서는, 제3급 아민 화합물인 것 이외에는 특별히 제한은 없다.
- [0194] 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물로서,
- [0195] 바람직하게는, N,N-디메틸에탄올아민, N,N-디메틸아미노프로판올, N,N-디에틸아미노에탄올, N-메틸디에탄올아민, 디이소프로필에틸아민, 트리에틸아민, 트리아소프로필아민, 트리아소부틸아민, N,N-디메틸시클로헥실아민, N-메틸모르폴린, N-에틸모르폴린, 디메틸피페라진, 1-에틸피페리신, 4-(2-히드록시에틸)모르폴린, 1,4-디아자비시클로[2,2,2]옥탄, 디아자비시클로노넨, 또는 디아자비시클로운데센이며,
- [0196] 보다 바람직하게는, N,N-디메틸에탄올아민, N,N-디에틸아미노에탄올, N-메틸디에탄올아민, 디이소프로필에틸아민, 트리아소프로필아민, 트리아소부틸아민, N,N-디메틸시클로헥실아민, N-메틸모르폴린, N-에틸모르폴린, 디메틸피페라진, 1-에틸피페리신, 1,4-디아자비시클로[2,2,2]옥탄, 디아자비시클로노넨, 또는 디아자비시클로운데센이며,
- [0197] 더욱 바람직하게는, N,N-디메틸에탄올아민, 디이소프로필에틸아민, N,N-디메틸시클로헥실아민, N-에틸모르폴린, 또는 1,4-디아자비시클로[2,2,2]옥탄이다.
- [0198] 분해제로서의 상기 식 (2)로 표시되는 분해제에 대한 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 투입 질량비(즉, 투입 질량비 [분해 보조제/분해제])는 적절히 조정 가능하지만, 바람직하게는 0.001 내지 2.00이다.

- [0199] 투입 질량비 [분해 보조제/분해제] 는, 보다 바람직하게는 0.002 내지 1.50이며, 더욱 바람직하게는 0.004 내지 1.20이다.
- [0200] 분해제로서의 상기 식 (2)로 표시되는 분해제에 대한 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 투입 몰비(즉, 투입 몰비 [분해 보조제/분해제] )는 적절히 조정 가능하지만, 바람직하게는 0.001 내지 3.00이다.
- [0201] 투입 몰비 [분해 보조제/분해제] 는, 보다 바람직하게는 0.002 내지 2.50이며, 더욱 바람직하게는 0.003 내지 2.00이며, 더욱 바람직하게는 0.004 내지 1.50이며, 더욱 바람직하게는 0.004 내지 1.00이다.
- [0202] (반응 용매)
- [0203] 생성 공정에서는, 반응 용매의 존재 하에서, 티오우레탄 수지와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제를 반응시키는 것이 바람직하다.
- [0204] 반응 용매로서는, 유기 용매가 바람직하고, 탄소수 5 내지 12(바람직하게는 6 내지 10, 보다 바람직하게는 7 내지 9)의 탄화수소 화합물이 보다 바람직하다.
- [0205] 상기 탄화수소 화합물로서, 바람직하게는 헥산, 헵탄, 옥탄, 노난, 데칸, 크실렌, 메시틸렌, 또는 톨루엔이며, 보다 바람직하게는 헵탄, 옥탄, 노난, 크실렌, 메시틸렌, 또는 톨루엔이며, 특히 바람직하게는 크실렌 또는 톨루엔이다.
- [0206] 반응 용매는 1종만이어도 되고, 2종 이상이어도 된다.
- [0207] (반응 온도)
- [0208] 생성 공정에서의 티오우레탄 수지와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제의 반응 온도는, 적절히 조정 가능하다.
- [0209] 생성 공정에서는 티오우레탄 수지와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제를, 50℃ 내지 200℃(보다 바람직하게는 60℃ 내지 180℃, 더욱 바람직하게는 70℃ 내지 150℃)의 온도 조건 하(즉, 반응 온도)에서 접촉시키는 것이 바람직하다.
- [0210] 반응 온도가 50℃ 내지 200℃인 경우에는, 목적물로서의 폴리티올 조성물에 있어서의, 주성분으로서의 폴리티올 성분의 순도(즉, 폴리티올 조성물의 전량에 대한 주성분의 함유량)를 보다 향상시킬 수 있다.
- [0211] (반응 시간)
- [0212] 생성 공정에서의 티오우레탄 수지와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제의 반응 시간은, 적절히 조정 가능하지만, 바람직하게는 0.1시간 내지 20시간이며, 보다 바람직하게는 0.5시간 내지 16시간이며, 더욱 바람직하게는 1시간 내지 10시간이다.
- [0213] (반응 압력)
- [0214] 생성 공정은 티오우레탄 수지와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는 것이 바람직하다. 이에 의해, 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제의 휘발이 보다 억제된다.
- [0215] 이 경우, 티오우레탄 수지와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제를, 대기압보다도, 바람직하게는 0.01MPa 이상(보다 바람직하게는 0.01MPa 이상 2.0MPa 이하, 더욱 바람직하게는 0.02MPa 이상 1.0MPa 이하) 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함한다.
- [0216] (목적물인 폴리티올 조성물)
- [0217] 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에 있어서의 목적물인 폴리티올 조성물로서는, 전술한 티오우레탄 수지의 원료인 폴리티올 조성물과 마찬가지로의 것을 들 수 있고, 바람직한 양태도 마찬가지이다.
- [0218] 목적물인 폴리티올 조성물과, 출발 물질인 티오우레탄 수지의 원료인 폴리티올 조성물은 완전히 동일할 필요는 없다.
- [0219] 단, 목적물인 폴리티올 조성물에 의해 제조되는 티오우레탄 수지의 성능의 관점에서 보면, 목적물인 폴리티올 조성물에 있어서의 주성분으로서의 폴리티올 성분의 종류와, 출발 물질인 티오우레탄 수지의 원료인 폴리티올 조성물에 있어서의 주성분으로서의 폴리티올 성분의 종류는 동일한 것이 바람직하다. 이 경우에는, 예를 들어

광학 재료 A의 제조 시에 발생한 절삭 가공 부스러기(티오우레탄 수지)를 원료로서, 광학 재료 A와 비교하여 손색없는 성능을 갖는 광학 재료 B(티오우레탄 수지를 포함하는 광학 재료)를 제조할 수 있다.

- [0220] 목적물인 폴리티올 조성물은 출발 물질인 티오우레탄 수지의 원료인 폴리티올 조성물에 대해, 주성분으로서의 폴리티올 성분이 동일하고, 또한 불순물의 함유량이 저감되어 있어도 된다.
- [0221] 목적물인 폴리티올 조성물에 있어서, 불순물의 함유량이 저감되어 있는 경우에는, 폴리티올 조성물의 증점이 억제되어, 폴리티올 조성물의 포트 라이프가 길다는 이점을 가질 수 있다.
- [0222] 목적물인 폴리티올 조성물의 용도에는 특별히 제한은 없다.
- [0223] 목적물인 폴리티올 조성물은, 예를 들어 티오우레탄 수지의 제조에 사용할 수 있다.
- [0224] 목적물인 폴리티올 조성물의 구체적인 용도로서, 광학 재료(예를 들어 안경 렌즈) 제조용의 폴리티올 조성물을 들 수 있다.
- [0225] (폴리우레아 화합물 또는 폴리카르바메이트 화합물)
- [0226] 제1 실시 형태에 있어서의 생성 공정에서는, 티오우레탄 수지를 분해제에 의해 분해하여 폴리티올 조성물이 생성됨과 함께, 폴리우레아 화합물 또는 폴리카르바메이트 화합물도 생성될 수 있다.
- [0227] 구체적으로는, 분해제로서 식 (1)로 표시되는 분해제를 사용한 경우에는, 티오우레탄 수지의 분해에 의해, 폴리티올 조성물과 폴리우레아 화합물이 생성될 수 있다. 이 경우의 폴리티올 조성물의 제조 방법에 있어서의 생성 공정은, 후술하는 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 있어서의 제1 공정에도 해당할 수 있다.
- [0228] 분해제로서 식 (2)로 표시되는 분해제를 사용한 경우에는, 티오우레탄 수지의 분해에 의해, 폴리티올 조성물과 폴리카르바메이트 화합물이 생성될 수 있다. 이 경우의 폴리티올 조성물의 제조 방법에 있어서의 생성 공정은, 후술하는 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 있어서의 공정 X1에도 해당할 수 있다.
- [0229] (폴리티올 조성물을 포함하는 반응 혼합물)
- [0230] 생성 공정은 티오우레탄 수지를 분해제에 의해 분해하여 폴리티올 조성물을 생성시켜, 목적물로서의 폴리티올 조성물을 포함하는 반응 혼합물을 얻는 공정이어도 된다.
- [0231] 반응 혼합물에 있어서의, 폴리티올 조성물 이외의 그 밖의 성분으로서, 전술한 반응 용매, 원료(티오우레탄 수지 및/또는 분해제)의 잔류물, 원료 중에 포함되어 있었던 불순물, 전술한 폴리우레아 화합물, 전술한 폴리카르바메이트 화합물 등을 들 수 있다.
- [0232] <분리 공정>
- [0233] 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법은, 생성 공정에서 발생한, 폴리티올 조성물을 포함하는 반응 혼합물로부터, 폴리티올 조성물을 분리하는 분리 공정을 포함해도 된다.
- [0234] 분리 공정에서의 분리의 방법에는 특별히 제한은 없으며, 공지의 방법을 적용할 수 있다.
- [0235] 분리 공정에서의 분리의 방법으로서, 여과, 디캔테이션, 추출, 증류, 건조(감압 건조를 포함함), 정제(예를 들어 컬럼 크로마토그램) 등을 들 수 있다. 분리의 방법으로서, 복수의 방법을 병용해도 된다.
- [0236] 분리 공정은, 바람직하게는 반응 공정에서 얻어진 폴리티올 조성물을 포함하는 반응 혼합물을 여과함으로써, 폴리티올 조성물을 포함하는 여과액을 얻는 것을 포함한다.
- [0237] 이 양태에 의하면, 반응 혼합물 중에 포함되는 고형분(예를 들어, 부생성물을 포함하는 고형분)을 보다 제거하기 쉽다.
- [0238] 분리 공정이, 폴리티올 조성물을 포함하는 여과액을 얻는 것을 포함하는 양태에 있어서의 보다 바람직한 양태의 하나로서,
- [0239] 분리 공정이,
- [0240] 폴리티올 조성물을 포함하는 반응 혼합물을 여과함으로써, 폴리티올 조성물을 포함하는 여과액을 얻는 것과,
- [0241] 폴리티올 조성물을 포함하는 여과액을 산세정하는 것과,

- [0242] 산세정 후의 여과액으로부터 폴리티올 조성물을 분리하는 것
- [0243] 을 포함하는 양태(이하, 분리 양태 A라 함)를 들 수 있다.
- [0244] 분리 양태 A에 의하면, 산세정에 의해, 여과액으로부터 알칼리 성분(예를 들어, 아민 화합물의 잔류물)을 제거하기 쉬우므로, 주성분으로서의 폴리티올 성분의 순도가 보다 높은 폴리티올 조성물이 얻어진다.
- [0245] 분리 양태 A에서는, 산세정 후에 물 세정을 추가하고, 물 세정 후의 여과액으로부터 폴리티올 조성물을 분리해도 된다.
- [0246] 분리 양태 A에 있어서, 산세정에 사용하는 산으로서의 염산, 탄산, 질산, 황산, 아세트산, 포름산, 옥살산 등을 들 수 있다.
- [0247] 분리 공정이, 폴리티올 조성물을 포함하는 여과액을 얻는 것을 포함하는 양태에 있어서의 보다 바람직한 양태의 하나로서,
- [0248] 분리 공정이,
- [0249] 폴리티올 조성물을 포함하는 반응 혼합물을 여과함으로써, 폴리티올 조성물을 포함하는 여과액을 얻는 것과,
- [0250] 폴리티올 조성물을 포함하는 여과액에, 알칼리 금속을 포함하는 염기를 첨가하고, 이어서 물을 첨가하여 추출을 행함으로써, 상기 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염을 포함하는 물 추출액을 얻는 것과,
- [0251] 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염을 포함하는 물 추출액에 산을 첨가하고, 폴리티올 조성물을 포함하는 수성 액체를 얻는 것과,
- [0252] 폴리티올 조성물을 포함하는 수성 액체에, 추출 용매로서의 탄소수 5 내지 12의 탄화수소 화합물을 첨가하여 추출을 행함으로써, 폴리티올 조성물을 포함하는 추출액을 얻는 것과,
- [0253] 폴리티올 조성물을 포함하는 추출액으로부터 폴리티올 조성물을 분리하는 것
- [0254] 을 포함하는 양태(이하, 분리 양태 B라 함)도 들 수 있다.
- [0255] 분리 양태 B에서는, 먼저, 폴리티올 조성물을 포함하는 여과액 중의 폴리티올 조성물을 알칼리 금속염으로 전화하고, 이어서 물로 추출을 행함으로써, 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염을 포함하는 물 추출액을 얻는다. 이어서 여기에, 산을 첨가함으로써, 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염을 폴리티올 조성물로 되돌린다. 얻어진 폴리티올 조성물을 포함하는 수성 액체로부터 폴리티올 조성물을, 상기 추출 용매에 의해 추출하여, 폴리티올 조성물을 포함하는 추출액을 얻는다. 얻어진 폴리티올 조성물을 포함하는 추출액으로부터, 폴리티올 조성물을 분리한다.
- [0256] 분리 양태 B에 의하면, 폴리티올 조성물을 포함하는 여과액 중에, 폴리티올 조성물 이외의 그 밖의 성분이 많이 포함되는 경우에 있어서도, 주성분으로서의 폴리티올 성분의 순도가 보다 높은 폴리티올 조성물이 얻어진다.
- [0257] 분리 양태 B에 있어서, 알칼리 금속을 포함하는 염기에 있어서의 알칼리 금속으로서, 바람직하게는 나트륨, 칼륨 또는 리튬이며, 보다 바람직하게는 나트륨 또는 칼륨이다.
- [0258] 알칼리 금속을 포함하는 염기로서는, 나트륨메톡시드, 나트륨에톡시드, 나트륨프로폭시드, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화리튬 등을 들 수 있다.
- [0259] 알칼리 금속을 포함하는 염기는, 필요에 따라, 알코올 용액(메탄올 용액, 에탄올 용액 등)의 형태로, 여과액에 첨가할 수 있다.
- [0260] 분리 양태 B에 있어서, 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염을 포함하는 물 추출액에 첨가되는 산으로서의, 염산, 탄산, 질산, 황산, 아세트산, 포름산, 옥살산 등을 들 수 있다.
- [0261] 분리 양태 B에 있어서, 추출 용매로서의 탄화수소 화합물은 1종만이어도 되고, 2종 이상이어도 된다.
- [0262] 분리 양태 B에 있어서, 추출 용매로서의 탄화수소 화합물의 바람직한 양태는, 전술한 반응 용매로서의 탄화수소 화합물의 바람직한 양태와 마찬가지로이다.
- [0263] 단, 반응 용매와 추출 용매는, 동일하거나 달라도 된다.
- [0264] 분리 공정이, 폴리티올 조성물을 포함하는 여과액을 얻는 것을 포함하는 양태에 있어서의 보다 바람직한 양태의

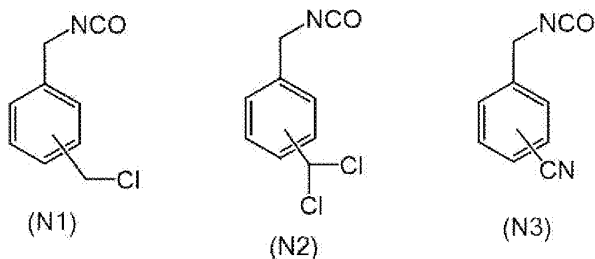
하나로서,

- [0265] 분리 공정이,
- [0266] 폴리티올 조성물을 포함하는 반응 혼합물을 디캔테이션에 의해 분리하여, 폴리티올 조성물을 포함하는 잔사를 얻는 것과,
- [0267] 폴리티올 조성물을 포함하는 잔사에, 알칼리 금속을 포함하는 염기를 첨가하고, 이어서 물을 첨가하여 추출을 행함으로써, 상기 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염을 포함하는 물 추출액을 얻는 것과,
- [0268] 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염을 포함하는 물 추출액에 산을 첨가하고, 폴리티올 조성물을 포함하는 수성 액체를 얻는 것과,
- [0269] 폴리티올 조성물을 포함하는 수성 액체에, 추출 용매로서의 탄소수 5 내지 12의 탄화수소 화합물을 첨가하여 추출을 행함으로써, 폴리티올 조성물을 포함하는 추출액을 얻는 것과,
- [0270] 폴리티올 조성물을 포함하는 추출액으로부터 폴리티올 조성물을 분리하는 것
- [0271] 을 포함하는 양태(이하, 분리 양태 C라 함)도 들 수 있다.
- [0272] 분리 양태 C는 폴리티올 조성물을 포함하는 잔사를 디캔테이션법에 의해 얻는 것 이외에는 분리 공정 B와 동일한 양태이다.
- [0273] <분급 공정>
- [0274] 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법은, 또한 반응 공정 전에, 티오우레탄 수지를 포함하는 절삭 가공 부스러기를 분급하는 분급 공정을 포함해도 된다. 이 경우, 반응 공정에서는 분급된 절삭 가공 부스러기와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제를 반응시킨다.
- [0275] 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법이 분급 공정을 포함하는 경우에는, 반응 공정에 있어서, 입자 사이즈(즉, 평균 입자경)가 작은 입자로 이루어지는 절삭 가공 부스러기와, 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제를 접촉시키므로, 티오우레탄 수지와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제의 반응 효율을 보다 향상시킬 수 있다.
- [0276] 본 개시에 있어서의 평균 입자경으로서는, 예를 들어 수 평균 입자경을 들 수 있다.
- [0277] 입자경으로서, 예를 들어 원 상당 직경을 들 수 있다.
- [0278] 분급의 방법으로서, 체 분리, 원심 분리 등을 들 수 있다.
- [0279] 분급으로서 체 분리를 행하는 양태에 대해서는, 하기 체 공정을 참조할 수 있다.
- [0280] <체 공정>
- [0281] 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법은, 또한 생성 공정 전에, 티오우레탄 수지를 포함하는 절삭 가공 부스러기를 체로 걸러내는 체 공정을 포함해도 된다. 이 경우, 생성 공정에서는 체를 통과한 절삭 가공 부스러기와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제를 접촉시킴으로써, 체를 통과한 절삭 가공 부스러기 중의 티오우레탄 수지와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제를 반응시킨다.
- [0282] 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법이 체 공정을 포함하는 경우에는, 생성 공정에 있어서, 입자 사이즈가 작은 입자로 이루어지는 절삭 가공 부스러기와, 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제를 접촉시키므로, 티오우레탄 수지와 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제의 반응 효율을 보다 향상시킬 수 있다.
- [0283] 상기 체에는 특별히 제한은 없다.
- [0284] 체의 JIS Z-8801-1:2019에서 규정하는 공칭 눈 크기는, 예를 들어 0.1mm 내지 20mm이며, 바람직하게는 0.1mm 내지 10mm이며, 보다 바람직하게는 0.1mm 내지 5mm이며, 더욱 바람직하게는 0.1mm 내지 2mm이며, 더욱 바람직하게는 0.3mm 내지 2mm이며, 더욱 바람직하게는 0.5mm 내지 1.5mm이다.
- [0285] <세정 공정>
- [0286] 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법은, 또한 생성 공정 전에, 티오우레탄 수지를, 세정 용매로서의 탄소수 5 내지 12의 탄화수소 화합물에 의해 세정하는 세정 공정을 포함해도 된다. 이 경우, 반응 공정에서는, 세정 공정에서 세정된 티오우레탄 수지와, 식 (1) 또는 식 (2)로 표시되는 분해제를 반응시킨다. 이에

의해, 주성분으로서의 폴리티올 성분의 순도가 보다 높은 폴리티올 조성물이 얻어진다.

- [0287] 특히, 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에 있어서, 티오우레탄 수지를 포함하는 절삭 가공 부스러기를 출발 물질로서 사용하는 경우에는, 상기 세정 공정에 의해, 절삭 가공 부스러기에 부착되어 있는 절삭 가공기 유래의 오일을 효과적으로 제거할 수 있으므로, 주성분으로서의 폴리티올 성분의 순도가 보다 높은 폴리티올 조성물이 얻어진다.
- [0288] 세정 용매로서의 탄화수소 화합물은 1종만이어도 되고, 2종 이상이어도 된다.
- [0289] 세정 용매로서의 탄화수소 화합물의 바람직한 양태는, 전술한 반응 용매로서의 탄화수소 화합물의 바람직한 양태와 마찬가지로이다.
- [0290] 단, 반응 용매와 세정 용매는, 동일하거나 달라도 된다.
- [0291] 세정 공정에서의 세정의 방법에는 특별히 제한은 없으며, 티오우레탄 수지를 포함하는 절삭 가공 부스러기(예를 들어 티오우레탄 수지 부스러기)에 대해, 상기 세정 용매를 첨가하여 혼합하는 방법 등, 공지의 방법을 적용할 수 있다.
- [0292] 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법이, 전술한 체 공정과 세정 공정을 포함하는 경우, 체 공정 및 세정 공정은, 이 순으로 실시하는 것이 바람직하다. 이 경우, 체를 통과하지 않은 절삭 가공 부스러기를 세정할 필요가 없으므로, 세정 용매의 사용량을 보다 저감할 수 있다.
- [0293] [중합성 조성물의 제조 방법(제1 실시 형태)]
- [0294] 본 개시의 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법은,
- [0295] 전술한 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에 의해 폴리티올 조성물을 제조하는 공정과,
- [0296] 적어도 상기 폴리티올 조성물과 폴리이소시아네이트 화합물을 혼합함으로써, 상기 폴리티올 조성물 및 폴리이소시아네이트 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는 공정
- [0297] 을 포함한다.
- [0298] 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법은, 필요에 따라, 그 밖의 공정을 포함해도 된다.
- [0299] 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에서는,
- [0300] 폴리티올 조성물을 제조하는 공정에 있어서, 티오우레탄 수지(예를 들어, 티오우레탄 수지의 성형체의 절삭 가공 부스러기 중의 티오우레탄 수지)를 출발 물질로서 폴리티올 조성물을 제조하고,
- [0301] 중합성 조성물을 얻는 공정에 있어서, 상기에서 제조된 폴리티올 조성물과, 폴리이소시아네이트 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 제조한다.
- [0302] 얻어진 중합성 조성물은, 다시, 티오우레탄 수지의 제조에 사용할 수 있다.
- [0303] 이와 같이 하여, 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에서는, 재료(즉, 티오우레탄 수지 및 그 원료인 폴리티올 조성물)의 유효 이용(즉, 리사이클)이 실현된다.
- [0304] 또한, 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에 의하면, 공지의 방법(예를 들어, 티오우레탄 수지와 수산화나트륨의 반응에 의해 폴리티올 조성물을 얻는 방법)과 비교하여, 주성분으로서의 폴리티올 성분의 순도가 높은 폴리티올 조성물이 얻어진다.
- [0305] 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에서는, 이러한 폴리티올 조성물을 사용하므로, 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 얻어진 중합성 조성물에 의하면, 여러 성능 [예를 들어, 광학 물성(예를 들어, 굴절률 및/또는 아베수), 내열성, 비중 d 등] 이 우수한 수지를 제조할 수 있다.
- [0306] 이 때문에, 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 얻어지는 중합성 조성물은, 특히 광학 재료용의 티오우레탄 수지의 제조용의 조성물로서 적합하다.
- [0307] <폴리티올 조성물을 제조하는 공정>
- [0308] 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 있어서의 폴리티올 조성물을 제조하는 공정에 대해서는, 전술한 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법을 적절히 참조할 수 있다.

- [0309] <중합성 조성물을 얻는 공정>
- [0310] 중합성 조성물을 얻는 공정에서는, 적어도 상기 폴리티올 조성물과 폴리이소시아네이트 화합물을 혼합함으로써, 상기 폴리티올 조성물 및 폴리이소시아네이트 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는다.
- [0311] 중합성 조성물을 얻는 공정에 사용하는 폴리이소시아네이트 화합물의 바람직한 양태는, 「폴리티올 조성물의 제조 방법」의 항에서 설명한, 「티오우레탄 수지의 원료로서의 이소시아네이트 화합물」의 바람직한 양태와 마찬가지로 이다.
- [0312] 중합성 조성물을 얻는 공정에 있어서, 폴리티올 조성물과, 폴리이소시아네이트 화합물의 혼합 비율은 특별히 한정되지는 않는다.
- [0313] 중합성 조성물을 얻는 공정에 있어서, 폴리이소시아네이트 화합물의 투입 질량에 대한 폴리티올 조성물의 투입 질량의 비(즉, 투입 질량 [폴리티올 조성물/폴리이소시아네이트 화합물])는, 바람직하게는 0.10 내지 10.0이며, 보다 바람직하게는 0.20 내지 5.00이며, 더욱 바람직하게는 0.50 내지 1.50이며, 더욱 바람직하게는 0.70 내지 1.30이다.
- [0314] 또한, 폴리티올 조성물에 포함되는 폴리티올 화합물의 머캡토기와 폴리이소시아네이트 화합물의 이소시아나토기의 몰비(머캡토기/이소시아나토기)가 0.5 내지 3.0인 것이 바람직하고, 0.6 내지 2.0인 것이 보다 바람직하고, 0.8 내지 1.3인 것이 더욱 바람직하다.
- [0315] 중합성 조성물을 얻는 공정에 있어서, 폴리티올 조성물과, 폴리이소시아네이트 화합물의 총 투입 질량은 특별히 한정되지는 않지만, 제조되는 중합성 조성물의 전량에 대해, 바람직하게는 60질량% 이상이고, 보다 바람직하게는 80질량% 이상이고, 더욱 바람직하게는 90질량% 이상이다.
- [0316] 중합성 조성물을 얻는 공정은, 폴리티올 조성물과, 폴리이소시아네이트 화합물을 포함하는 폴리이소시아네이트 조성물을 혼합함으로써, 폴리티올 조성물 및 폴리이소시아네이트 조성물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는 공정이어도 된다.
- [0317] 여기서, 폴리이소시아네이트 조성물이란, 적어도 1종의 폴리이소시아네이트 화합물을 함유하는 조성물을 의미한다.
- [0318] 폴리이소시아네이트 조성물에는 불순물로서, 폴리이소시아네이트 화합물 이외의 성분이 함유되어 있어도 된다.
- [0319] 폴리이소시아네이트 조성물은, 적어도 1종의 폴리이소시아네이트 화합물을 주성분으로서 포함하는 것이 바람직하다.
- [0320] 「주성분으로서 포함한다」의 의미에 대해서는 전술한 바와 같다.
- [0321] 폴리이소시아네이트 조성물은 크실릴렌다이소시아네이트를 포함하는 것이 바람직하다.
- [0322] 이하, 크실릴렌다이소시아네이트를 포함하는 폴리이소시아네이트 조성물을, XDI 조성물이라고도 한다.
- [0323] XDI 조성물은 크실릴렌다이소시아네이트를 주성분으로서 포함하는 것이 바람직하다.
- [0324] XDI 조성물은, 하기 화합물 (N1), 하기 화합물 (N2), 및 하기 화합물 (N3)으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 포함하는 것이 바람직하다.



- [0325]
- [0326] 이하, 폴리이소시아네이트 조성물의 안정성, 및 폴리이소시아네이트 조성물을 사용하여 형성된 수지의 투명성이 보다 우수한 관점에서 본, XDI 조성물의 바람직한 양태를 나타낸다.
- [0327] XDI 조성물이 화합물 (N1)을 포함하는 경우에는, 하기 GC 조건 1에서의 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의

화합물 (N1)의 피크 면적이, 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여 0.20ppm 이상인 것이 바람직하다.

- [0328] -GC 조건 1-
- [0329] 충전제; DB-1(막 두께) 1.5 $\mu$ m
- [0330] 컬럼; 내경 0.53mm×길이 60m(Agilent사제)
- [0331] 오븐 온도; 130℃로부터 220℃까지 3℃/min으로 승온, 220℃ 도달 후 300℃까지 10℃/min으로 승온.
- [0332] 스플릿비; 펄스형 스플릿리스법
- [0333] 주입구 온도; 280℃
- [0334] 검출기 온도; 300℃
- [0335] 캐리어 가스; N<sub>2</sub> 158kPa, H<sub>2</sub> 55kPa, Air 45kPa(정압 제어)
- [0336] 용매; 클로로포름
- [0337] 샘플 농도; 2.0질량% 클로로포름 용액
- [0338] 주입량; 2 $\mu$ L
- [0339] 검출 방법; FID
- [0340] 상기 화합물 (N1)의 피크 면적은 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 1에 대해, 보다 바람직하게는 5.0ppm 이상, 더욱 바람직하게는 50ppm 이상, 더욱 바람직하게는 100ppm 이상이다.
- [0341] 상기 화합물 (N1)의 피크 면적은 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 1에 대해, 바람직하게는 4000ppm 이하, 보다 바람직하게는 3000ppm 이하, 더욱 바람직하게는 2000ppm 이하, 더욱 바람직하게는 1500ppm 이하, 더욱 바람직하게는 1000ppm 이하이다.
- [0342] 상기 화합물 (N1)의 피크 면적은, 일본 특허 제6373536호 공보의 단락 0377에 기재된 방법에 준거하여 측정할 수 있다.
- [0343] XDI 조성물이 화합물 (N2)를 포함하는 경우에는, 하기 GC 조건 2에서의 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 화합물 (N2)의 피크 면적이, 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여 0.05ppm 이상인 것이 바람직하다.
- [0344] -GC 조건 2-
- [0345] 컬럼; HP-50+, 내경 0.25mm×길이 30m×막 두께 0.25 $\mu$ m(휴렛 팩커드사제)
- [0346] 오븐 온도; 50℃로부터 280℃까지 10℃/min으로 승온, 280℃ 도달 후 6min 홀드.
- [0347] 스플릿비; 펄스형 스플릿리스법
- [0348] 주입구 온도; 200℃
- [0349] 검출기 온도; 280℃
- [0350] 캐리어 가스; He
- [0351] 캐리어 가스 유량; 1.0ml/min(정유량 제어)
- [0352] 샘플 농도; 1.0질량% 디클로로메탄 용액
- [0353] 주입량; 1.0 $\mu$ L
- [0354] 검출 방법; SIM(모니터링 이온: m/z 180, 215)(크실릴렌다이소시아네이트(XDI)의 함유 비율)
- [0355] 상기 화합물 (N2)의 피크 면적은 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 1에 대해, 보다 바람직하게는 0.1ppm 이상, 더욱 바람직하게는 0.3ppm 이상, 더욱 바람직하게는 0.6ppm 이상이다.
- [0356] 상기 화합물 (N2)의 피크 면적은 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 1에 대해, 바람직하게는 200ppm 이하,

보다 바람직하게는 150ppm 이하, 더욱 바람직하게는 100ppm 이하, 더욱 바람직하게는 80ppm 이하, 더욱 바람직하게는 70ppm 이하, 더욱 바람직하게는 60ppm 이하이다.

- [0357] 상기 화합물 (N2)의 피크 면적은, 일본 특허 제6373536호 공보의 단락 0375 및 0376에 기재된 방법에 준거하여 측정할 수 있다.
- [0358] XDI 조성물이 화합물 (N3)을 포함하는 경우에는, 전술한 GC 조건 1에서의 가스 크로마토그래피 측정에 있어서의 화합물 (N3)의 피크 면적이, 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여 0.10ppm 이상인 것이 바람직하다.
- [0359] 상기 화합물 (N3)의 피크 면적은 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 1에 대해, 보다 바람직하게는 0.1ppm 이상, 더욱 바람직하게는 3.0ppm 이상, 더욱 바람직하게는 5.0ppm 이상이다.
- [0360] 상기 화합물 (N3)의 피크 면적은 크실릴렌다이소시아네이트의 피크 면적 1에 대해, 바람직하게는 1000ppm 이하, 보다 바람직하게는 500ppm 이하, 더욱 바람직하게는 300ppm 이하, 더욱 바람직하게는 100ppm 이하, 더욱 바람직하게는 75ppm 이하이다.
- [0361] 상기 화합물 (N3)의 피크 면적은, 일본 특허 제6373536호 공보의 단락 0377에 기재된 방법에 준거하여 측정할 수 있다.
- [0362] 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.
- [0363] XDI 조성물의 산분의 하한값은 특별히 한정되지는 않지만, 하한값은, 예를 들어 1ppm이다.
- [0364] XDI 조성물의 산분은, 국제 공개 제2021/256417호의 단락 0091에 기재된 방법에 준거하여 측정할 수 있다.
- [0365] 또한, XDI 조성물은 안정제를 포함하고 있어도 된다.
- [0366] 중합성 조성물을 얻는 공정에서는, 적어도, 상기 폴리티올 조성물과, 폴리이소시아네이트 화합물을 혼합하지만, 필요에 따라, 상기 폴리티올 조성물 및 폴리이소시아네이트 화합물과, 그 밖의 성분을 혼합해도 된다.
- [0367] 또한, 중합성 조성물을 얻는 공정에서는, 적어도, 상기 폴리티올 조성물과, 폴리이소시아네이트 화합물을 혼합한 후, 혼합물에 대해, 그 밖의 성분을 첨가해도 된다.
- [0368] 이들 그 밖의 성분으로서, 중합 촉매, 내부 이형제, 수지 개질제, 쇄 연장제, 가교제, 라디칼 포착제, 광안정제, 자외선 흡수제, 산화 방지제, 유용 염료, 충전제, 밀착성 향상제, 향균제, 대전 방지제, 염료, 형광 증백제, 형광 안료, 무기 안료 등을 들 수 있다.
- [0369] 중합 촉매로서는, 3급 아민 화합물, 그 무기산염 또는 유기산염, 금속 화합물, 4급 암모늄염, 유기 술폰산 등을 들 수 있다.
- [0370] 내부 이형제로서는, 산성 인산에스테르를 사용할 수 있다. 산성 인산에스테르로서는 인산모노에스테르, 인산디에스테르를 들 수 있고, 각각 단독 또는 2종류 이상 혼합하여 사용할 수 있다.
- [0371] 수지 개질제로서는, 예를 들어 에피솔피드 화합물, 알코올 화합물, 아민 화합물, 에폭시 화합물, 유기산, 유기산의 무수물, (메트)아크릴레이트 화합물 등을 포함하는 올레핀 화합물 등을 들 수 있다. 여기서, (메트)아크릴레이트 화합물이란, 아크릴레이트 화합물 및 메타크릴레이트 화합물 중 적어도 한쪽을 의미한다.
- [0372] 중합성 조성물을 얻는 공정에 있어서, 상술한 성분의 혼합은, 통상법에 따라서 행할 수 있고, 혼합의 방법은 특별히 제한되지는 않는다.
- [0373] [수지의 제조 방법(제1 실시 형태)]
- [0374] 본 개시의 제1 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법은,
- [0375] 상술한 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0376] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 얻는 공정
- [0377] 을 포함한다.

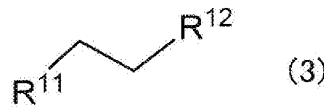
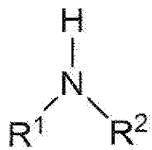
- [0378] 제1 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법은, 필요에 따라, 그 밖의 공정을 포함하고 있어도 된다.
- [0379] 제1 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법에 의해 제조되는 수지 및 후술하는 제1 실시 형태에 관한 수지는, 모두 티오우레탄 수지이지만, 폴리티올 조성물의 출발 물질의 하나인 티오우레탄 수지와 구별하기 위해, 본 개시에서 는, 단순히 「수지」라고 칭한다.
- [0380] 수지를 얻는 공정에서는, 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써 수지를 얻는다.
- [0381] 상기 중합성 조성물의 경화는, 상기 중합성 조성물 중의 모노머(구체적으로는, 폴리티올 조성물 및 폴리이소시아네이트 화합물. 이하 동일함.)를 중합시킴으로써 행할 수 있다. 중합의 전처리로서, 중합성 조성물에 대해, 여과, 탈기 등의 처리를 실시해도 된다.
- [0382] 상기 중합성 조성물 중의 모노머를 중합시키기 위한 중합 조건(예를 들어, 중합 온도, 중합 시간 등)은 조성물 의 조성, 조성물 중의 모노머의 종류 및 사용량, 조성물 중의 중합 촉매의 종류 및 사용량, 후술하는 몰드를 사 용하는 경우에는 몰드의 성상 등을 고려하여, 적절히 설정된다.
- [0383] 중합 온도로서, 예를 들어 -50℃ 내지 150℃, 10℃ 내지 150℃ 등을 들 수 있다.
- [0384] 중합 시간으로서, 예를 들어 1시간 내지 200시간, 1시간 내지 80시간 등을 들 수 있다.
- [0385] 수지를 얻는 공정은, 모노머의 중합에 의해 얻어진 중합체에 대해, 어닐 등의 처리를 실시하여 수지를 얻어도 된다.
- [0386] 어닐의 온도로서는, 50℃ 내지 150℃, 90℃ 내지 140℃, 100℃ 내지 130℃ 등을 들 수 있다.
- [0387] [성형체의 제조 방법(제1 실시 형태)]
- [0388] 본 개시의 제1 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법은, 수지를 포함하는 성형체를 제조하는 방법이며,
- [0389] 상술한 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0390] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 포함하는 성형체를 얻는 공정
- [0391] 을 포함한다.
- [0392] 제1 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법은, 필요에 따라, 그 밖의 공정을 포함하고 있어도 된다.
- [0393] 수지를 포함하는 성형체를 얻는 공정에서는, 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 포함하는 성형체를 얻는다.
- [0394] 상기 중합성 조성물의 경화, 즉, 상기 중합성 조성물 중의 모노머의 중합의 바람직한 조건은, 「수지의 제조 방 법」의 항을 적절히 참조할 수 있다.
- [0395] 본 공정에 있어서의 중합의 일례로서, 주형 중합을 들 수 있다.
- [0396] 주형 중합에서는, 처음에, 가스킷 또는 테이프 등으로 보유 지지된 성형 몰드 사이에, 상기 중합성 조성물을 주 입한다. 이때, 필요에 따라, 탈포 처리, 여과 처리 등을 행해도 된다.
- [0397] 다음에, 성형 몰드 사이에 주입된 중합성 조성물 중의 모노머를 중합시킴으로써, 성형 몰드 사이에서 조성물을 경화시켜서 경화물을 얻는다. 이어서, 경화물을 성형 몰드로부터 분리하여, 수지를 포함하는 성형체를 얻는다.
- [0398] 상기 모노머의 중합은 중합성 조성물을 가열함으로써 행해도 된다. 이 가열은, 예를 들어 오븐중, 수증 등에서 가열 대상물을 가열하는 기구를 구비한 가열 장치를 사용하여 행할 수 있다.
- [0399] [광학 재료의 제조 방법(제1 실시 형태), 렌즈의 제조 방법(제1 실시 형태)]
- [0400] 본 개시의 제1 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 제조 방법은, 수지를 포함하는 성형체를 포함하 는 광학 재료(예를 들어 렌즈)를 제조하는 방법이며,
- [0401] 상술한 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0402] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 포함하는 성형체를 얻는 공정
- [0403] 을 포함한다.
- [0404] 제1 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈. 이하 동일함.)의 제조 방법은, 필요에 따라, 그 밖의 공정을

포함하고 있어도 된다.

- [0405] 제1 실시 형태에 관한 광학 재료의 제조 방법은, 제1 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법의 응용이다.
- [0406] 예를 들어, 제1 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법에 있어서, 전술한 주형 중합에 사용하는 성형 몰드의 형상을 적절히 선택함으로써, 광학 재료(예를 들어 렌즈)에 적용 가능한 성형체를 얻을 수 있다.
- [0407] 광학 재료로서는, 렌즈(예를 들어, 안경 렌즈, 카메라 렌즈, 편광 렌즈), 발광 다이오드(LED) 등을 들 수 있다.
- [0408] 제1 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 제조 방법은, 수지를 포함하는 성형체에 대해, 편면 또는 양면에 코팅층을 형성하는 공정을 포함하고 있어도 된다.
- [0409] 코팅층으로서, 구체적으로는 프라이머층, 하드 코트층, 반사 방지층, 방담 코트층, 방오염층, 발수층 등을 들 수 있다.
- [0410] 이들 코팅층은 각각 단독으로 형성해도 되고, 복수의 코팅층을 다층화하여 형성해도 된다. 양면에 코팅층을 형성하는 경우, 각각의 면에 마찬가지의 코팅층을 형성해도 되고, 다른 코팅층을 형성해도 된다.
- [0411] 코팅층의 성분은, 목적에 따라서 적절히 선택할 수 있다.
- [0412] 코팅층의 성분으로서, 예를 들어 수지(예를 들어, 우레탄 수지, 에폭시 수지, 폴리에스테르 수지, 멜라민 수지, 폴리비닐아세탈 수지 등), 적외선 흡수제, 광안정제, 산화 방지제, 포토크로믹 화합물, 염료, 안료, 대전 방지제 등을 들 수 있다.
- [0413] 안경 렌즈 및 코팅층에 대해서는, 예를 들어 국제 공개 제2017/047745호 등의 공지 문헌의 기재를 적절히 참조할 수 있다.
- [0414] [중합성 조성물(제1 실시 형태)]
- [0415] 본 개시의 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물은, 전술한 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에 의해 얻어진 폴리티올 조성물과, 폴리이소시아네이트 화합물을 함유한다.
- [0416] 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물은, 전술한 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 제조할 수 있다.
- [0417] 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 바람직한 양태는, 전술한 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법을 적절히 참조할 수 있다.
- [0418] 단, 투입 질량 [폴리티올 조성물/폴리이소시아네이트 화합물] 은, 함유 질량비 [폴리티올 조성물/폴리이소시아네이트 화합물] 로 대체하고, 폴리티올 조성물과 폴리이소시아네이트 화합물의 총 투입 질량은, 폴리티올 조성물과 폴리이소시아네이트 화합물의 총 함유 질량으로 대체한다.
- [0419] [수지(제1 실시 형태), 성형체(제1 실시 형태), 광학 재료(예를 들어 렌즈)(제1 실시 형태)]
- [0420] 본 개시의 제1 실시 형태에 관한 수지는, 상술한 본 개시의 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 경화물이다.
- [0421] 본 개시의 제1 실시 형태에 관한 성형체는, 상술한 제1 실시 형태에 관한 수지를 포함하는 성형체이다.
- [0422] 제1 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)는, 상술한 제1 실시 형태에 관한 수지를 포함하는 광학 재료(예를 들어 렌즈)이다.
- [0423] 제1 실시 형태에 관한 수지, 제1 실시 형태에 관한 성형체, 및 제1 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)는, 각각, 전술한 제1 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법, 제1 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법, 및 제1 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 제조 방법에 의해 제조할 수 있다.
- [0424] 제1 실시 형태에 관한 수지, 제1 실시 형태에 관한 성형체, 및 제1 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 바람직한 양태는, 각각, 전술한 제1 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법, 제1 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법, 및 제1 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 제조 방법의 바람직한 양태를 참조할 수 있다.
- [0425] <수지 또는 성형체의 바람직한 성능>
- [0426] 제1 실시 형태에 관한 수지(또는 성형체)의 유리 전이 온도 T<sub>g</sub>는 내열성의 관점에서, 바람직하게는 70℃ 이상,

보다 바람직하게는 80℃ 이상이고, 더욱 바람직하게는 85℃ 이상이다.

- [0427] 상기 유리 전이 온도 Tg는, 130℃ 이하여도 되고, 120℃ 이하여도 되고, 110℃ 이하여도 된다.
- [0428] 제1 실시 형태에 관한 수지(또는 성형체)의 굴절률(ne)은 광학 재료에 대한 적용의 관점에서, 바람직하게는 1.500 이상이고, 보다 바람직하게는 1.540 이상이고, 더욱 바람직하게는 1.590 이상이다.
- [0429] 상기 굴절률(ne)의 상한은 특별히 제한은 없지만, 상한은 예를 들어 1.750이다.
- [0430] 제1 실시 형태에 관한 수지(또는 성형체)의 아베수는 광학 재료에 대한 적용의 관점에서, 바람직하게는 28 이상이고, 보다 바람직하게는 30 이상이다.
- [0431] 상기 아베수의 상한은 특별히 제한은 없지만, 상한은 예를 들어 50이며, 바람직하게는 45이다.
- [0432] 제1 실시 형태에 관한 수지(또는 성형체)의 비중 d는 광학 재료에 대한 적용의 관점에서, 바람직하게는 1.10 이상이고, 보다 바람직하게는 1.20 이상이다.
- [0433] 상기 비중 d의 상한은 특별히 제한은 없지만, 상한은 예를 들어 1.50이며, 바람직하게는 1.40이다.
- [0434] <<제2 실시 형태>>
- [0435] [폴리아민 화합물의 제조 방법(제2 실시 형태)]
- [0436] 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법은,
- [0437] 티오우레탄 수지를, 하기 식 (1)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리우레아 화합물을 생성시키는 제1 공정과,
- [0438] 폴리우레아 화합물을, 하기 식 (3)으로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리아민 화합물을 생성시키는 제2 공정을 포함한다.



- [0440]
- [0441] 식 (1) 중, R<sup>1</sup> 및 R<sup>2</sup>는, 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 또는 아미노기를 나타낸다(단, R<sup>1</sup> 및 R<sup>2</sup>가 모두 아미노기인 경우를 제외함).
- [0442] 식 (3) 중, R<sup>11</sup> 및 R<sup>12</sup>는, 각각 독립적으로, 히드록시기, 머캅토기, 아미노기, 또는 모노메틸아미노기를 나타낸다.
- [0443] 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에서는, 제1 공정에서의 분해 반응 후의 반응계로부터, 식 (1)로 표시되는 분해제의 제거성이 우수하다. 예를 들어, 제1 공정에서의 분해 반응 후의 반응계로부터 식 (1)로 표시되는 분해제를, 휘발, 증류 등에 의해 용이하게 제거할 수 있다.
- [0444] 이러한 효과가 얻어지는 이유는, 식 (1)로 표시되는 분해제가, 저비점의 화합물이기 때문이라고 생각된다.
- [0445] 여기서, 「제1 공정에서의 분해 반응 후의 반응계」의 개념에는, 제1 공정 후이며 제2 공정 전의 반응계뿐만 아니라, 제1 공정 후이며 제2 공정 중 및 제2 공정 후의 반응계도 포함된다.
- [0446] 예를 들어, 제2 공정에서의 폴리우레아 화합물의 분해에 의해, 목적물인 폴리아민 화합물과 함께, 식 (1)로 표시되는 분해제가 생성될 수 있다. 이 경우라도, 제2 공정 중 및 제2 공정 후의 반응계로부터의 식 (1)로 표시되는 분해제의 제거성이 우수하다.
- [0447] 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에서는, 또한 제2 공정에서의 분해 반응 후의 반응계로부터, 식 (3)으로 표시되는 분해제의 제거성도 우수하다. 예를 들어, 제2 공정에서의 분해 반응 후의 반응계로부터 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 휘발, 증류 등에 의해 용이하게 제거할 수 있다.

- [0448] 이러한 효과가 얻어지는 이유는, 식 (3)으로 표시되는 분해제가, 저비점의 화합물이기 때문이라고 생각된다.
- [0449] 이하, 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 포함될 수 있는 각 공정에 대해서 설명한다.
- [0450] <제1 공정>
- [0451] 제1 공정은 티오우레탄 수지를, 상기 식 (1)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리우레아 화합물을 생성시키는 공정이다.
- [0452] 제1 공정에 대해서는, 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에 있어서의 생성 공정을 참조할 수 있다.
- [0453] 제1 공정에서는, 티오우레탄 수지를, 상기 식 (1)로 표시되는 분해제에 의해 분해함으로써, 폴리우레아 화합물과, 전술한 폴리티올 조성물이 생성될 수 있다.
- [0454] 제1 공정에서의 티오우레탄 수지 및 식 (1)로 표시되는 분해제의 바람직한 양태는, 각각, 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에 있어서의 티오우레탄 수지 및 식 (1)로 표시되는 분해제의 바람직한 양태와 마찬가지로이다.
- [0455] (반응 압력)
- [0456] 제1 공정은, 티오우레탄 수지와 식 (1)로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는 것이 바람직하다. 이에 의해, 식 (1)로 표시되는 분해제의 휘발을 보다 억제할 수 있다.
- [0457] 이 경우, 티오우레탄 수지와 식 (1)로 표시되는 분해제를, 대기압보다도, 바람직하게는 0.01MPa 이상(보다 바람직하게는 0.01MPa 이상 2.0MPa 이하, 더욱 바람직하게는 0.02MPa 이상 1.0MPa 이하) 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함한다.
- [0458] (폴리우레아 화합물)
- [0459] 제1 공정에서 생성되는 폴리우레아 화합물은, 티오우레탄 수지와 식 (1)로 표시되는 분해제의 반응(즉, 가아민 분해)에 의해 생성되는, 티오우레탄 수지의 가아민 분해물이다.
- [0460] 폴리우레아 화합물은, 2개 이상의 우레아 결합을 포함하는 화합물이다.
- [0461] 폴리우레아 화합물은, 예를 들어 티오우레탄 수지의 원료의 하나인 폴리이소시아네이트 화합물 중의 모든 이소시아나토기와, 아민 화합물 A의 아미노기 또는 모노알킬아미노기가 반응하여 우레아 결합이 형성되어 있는 구조를 갖는 폴리우레아 화합물이다. 이러한 구조를 갖는 폴리우레아 화합물을, 본 개시에서는 원료의 하나인 폴리이소시아네이트 화합물(예를 들어 m-크실릴렌디이소시아네이트(XDI))에 대응하는 폴리아민 화합물(예를 들어 m-크실렌디아민(XDA))과, 아민 화합물 A(예를 들어, 모노에탄올아민(MEA))의 우레아체라고 칭하는 경우가 있다. 여기서, 폴리이소시아네이트 화합물에 대응하는 폴리아민 화합물이란, 폴리이소시아네이트 화합물 중의 모든 이소시아나토기를 아미노기로 치환된 화합물을 의미한다. 폴리이소시아네이트 화합물에 대응하는 폴리아민 화합물은, 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 있어서의 목적물이다.
- [0462] (제1 반응 공정 및 제1 분리 공정)
- [0463] 제1 공정은,
- [0464] 티오우레탄 수지와 식 (1)로 표시되는 분해제를 반응시켜, 폴리우레아 화합물을 포함하는 폴리우레아 함유 혼합물을 포함하는 반응 혼합물을 얻는 반응 공정과,
- [0465] 상기 반응 혼합물로부터 폴리우레아 함유 혼합물을 분리하는 분리 공정을 포함하고 있어도 된다.
- [0466] 이 경우, 후술하는 제2 공정에서는, 전술한 제1 분리 공정으로 분리된, 폴리우레아 함유 혼합물과, 식 (3)으로 표시되는 분해제를 혼합함으로써, 폴리우레아 함유 혼합물 중의 폴리우레아 화합물과, 식 (3)으로 표시되는 분해제를 반응시킨다.
- [0468] 여기서, 폴리우레아 함유 혼합물이란, 폴리우레아 화합물을 포함하는 2종 이상의 우레아 화합물의 혼합물을 의미한다.
- [0469] 이하, 상기 반응 혼합물, 상기 반응 공정, 및 상기 분리 공정을, 각각, 제1 반응 혼합물, 제1 반응 공정, 및 제

1 분리 공정이라고도 칭한다.

- [0470] 제1 반응 공정에서의 반응의 바람직한 양태에 대해서는 전술한 바와 같다.
- [0471] 제1 분리 공정에서의 분리의 방법에는 특별히 제한은 없으며, 공지의 방법을 적용할 수 있다.
- [0472] 제1 분리 공정에서의 분리의 방법으로서, 여과, 디캔테이션, 추출, 증류, 건조(감압 건조를 포함함), 정제(예를 들어 컬럼 크로마토그램) 등을 들 수 있다. 분리의 방법으로서, 복수의 방법을 병용해도 된다.
- [0473] 제1 반응 공정에 있어서 폴리우레아 함유 혼합물이 고형분으로서 생성되는 경우, 제1 분리 공정은, 바람직하게는 제1 반응 혼합물을 여과하고, 여과물로서, 폴리우레아 함유 혼합물을 얻는 것을 포함한다. 얻어진 여과물에 대해, 세정 등의 조작을 실시해도 된다.
- [0474] 이 경우, 제1 반응 혼합물을 여과하여 얻어지는 여과액 중에는, 가아민 분해 반응에 의해 발생하는 부생성물(상세하게는, 폴리우레아 함유 혼합물을 주생성물로 한 경우의 부생성물)인, 폴리티올 조성물이 포함될 수 있다. 부생성물로서의 폴리티올 조성물의 바람직한 양태에 대해서는, 전술한 티오우레탄 수지의 원료로서의 폴리티올 조성물의 바람직한 양태를 적절히 참조할 수 있다.
- [0475] 가아민 분해 반응에 의해 발생하는 부생성물로서의 폴리티올 조성물은, 새로운 티오우레탄 수지의 제조를 위한 원료로서 이용할 수 있다. 이에 의해, 재료의 유효 이용(즉, 리사이클)이 실현된다.
- [0476] 제1 반응 공정에 있어서 폴리우레아 함유 혼합물이 액상 또한 반응 용매에 용해되지 않는 성상으로서 생성되는 경우, 제1 분리 공정은, 바람직하게는 상등액을 분리하고, 추출 세정을 겹치는 디캔테이션법에 의해, 추출 잔사로서, 폴리우레아 함유 혼합물을 얻는 것을 포함한다. 얻어진 추출 잔사에 대해, 세정 등의 조작을 실시해도 된다.
- [0477] 이 경우, 상등액 중에는 가아민 분해 반응에 의해 발생하는 부생성물(상세하게는, 폴리우레아 함유 혼합물을 주생성물로 한 경우의 부생성물)인, 폴리티올 조성물이 포함될 수 있다. 부생성물로서의 폴리티올 조성물의 바람직한 양태에 대해서는, 전술한 티오우레탄 수지의 원료로서의 폴리티올 조성물의 바람직한 양태를 적절히 참조할 수 있다.
- [0478] 가아민 분해 반응에 의해 발생하는 부생성물로서의 폴리티올 조성물은, 새로운 티오우레탄 수지의 제조를 위한 원료로서 이용할 수 있다. 이에 의해, 재료의 유효 이용(즉, 리사이클)이 실현된다.
- [0479] 제1 반응 공정에 있어서 폴리우레아 함유 혼합물이 제1 반응 용매 중에 용해되어 있는 경우에는, 제1 분리 공정은, 바람직하게는,
- [0480] 제1 반응 혼합물을 여과하여 여과액을 얻는 것과,
- [0481] 여과액에, 알칼리 금속을 포함하는 염기를 첨가하고, 이어서 물을 첨가하여 추출을 행함으로써, 여과액으로부터, 부생성물로서의 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염을 제거하는 것과,
- [0482] 상기 알칼리 금속염이 제거된 여과액으로부터, 폴리우레아 함유 혼합물을 분리하는 것
- [0483] 을 포함한다.
- [0484] 상기 알칼리 금속염이 제거된 여과액으로부터의 폴리우레아 함유 혼합물의 분리는, 예를 들어 농축, 건조 등의 방법에 의해 행할 수 있다.
- [0485] <제2 공정>
- [0486] 제2 공정은, 제1 공정에서 생성된 폴리우레아 화합물을, 식 (3)으로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리아민 화합물을 생성시키는 공정이다.
- [0487] 제2 공정에서는, 전술한 제1 분리 공정으로 분리된, 폴리우레아 함유 혼합물과, 식 (3)으로 표시되는 분해제를 혼합함으로써, 폴리우레아 함유 혼합물 중의 폴리우레아 화합물과, 식 (3)으로 표시되는 분해제를 반응시켜도 된다.
- [0488] 제2 공정에서의 반응(제2 가아민 분해)은 폴리우레아 화합물과 수산화나트륨의 반응에 의해 폴리아민 화합물을 얻는 공지의 반응과 비교하여, 폴리아민 화합물의 생성 효율이 우수하다. 그 결과, 상기 공지의 반응을 적용한 경우와 비교하여, 폴리아민 화합물의 생성량을 증대시킬 수 있다. 이러한 효과는, 제2 공정에서 얻어지는 반응 혼합물을 가스 크로마토그램(GC)에 의해 분석함으로써 확인할 수 있다.

- [0489] (반응 압력)
- [0490] 제2 공정은, 폴리우레아 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는 것이 바람직하다. 이에 의해, 식 (3)으로 표시되는 분해제의 휘발을 보다 억제할 수 있다.
- [0491] 이 경우, 폴리우레아 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 대기압보다도, 바람직하게는 0.01MPa 이상(보다 바람직하게는 0.01MPa 이상 2.0MPa 이하, 더욱 바람직하게는 0.02MPa 이상 1.0MPa 이하) 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함한다.
- [0492] (식 (3)으로 표시되는 분해제)
- [0493] 제2 공정에서 사용하는 식 (3)으로 표시되는 분해제로서, 바람직하게는 에틸렌디아민, N,N'-디메틸에틸렌디아민, 2-아미노에탄올, 또는 에틸렌글리콜이다.
- [0494] 제2 공정에 있어서, 폴리우레아 화합물에 대한 식 (3)으로 표시되는 분해제의 투입 당량(투입 당량 [식 (3)으로 표시되는 분해제/폴리우레아 화합물])은, 바람직하게는 0.1 내지 50이며, 보다 바람직하게는 0.15 내지 45이며, 더욱 바람직하게는 0.2 내지 40이다.
- [0495] 투입 당량 [식 (3)으로 표시되는 분해제/폴리우레아 화합물]이 0.1 이상인 경우에는, 폴리아민 화합물의 생성이 보다 촉진된다.
- [0496] 투입 당량 [식 (3)으로 표시되는 분해제/폴리우레아 화합물]이 50 이하인 경우에는, 식 (3)으로 표시되는 분해제의 사용량 삭감의 점에서 유리하다.
- [0497] 제2 공정에 있어서, 전술한 제1 분리 공정으로 분리된 폴리우레아 함유 혼합물과, 식 (3)으로 표시되는 분해제를 혼합함으로써, 폴리우레아 함유 혼합물 중의 폴리우레아 화합물과, 식 (3)으로 표시되는 분해제를 반응시키는 경우, 폴리우레아 함유 혼합물의 전량이 폴리우레아 화합물인 것으로 간주하여, 투입 당량 [식 (3)으로 표시되는 분해제/폴리우레아 화합물]을 결정해도 된다.
- [0498] 제2 공정에서는, 반응 용매의 비존재 하에서 폴리우레아 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제를 반응시킬 수 있다. 예를 들어, 반응 용매의 비존재 하에서, 폴리우레아 화합물을 포함하는 폴리우레아 함유 혼합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제를 직접 혼합함으로써, 반응 용매의 비존재 하에서 폴리우레아 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제를 반응시킬 수 있다.
- [0499] 단, 제2 공정에서는 반응 용매의 존재 하에서 폴리우레아 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제를 반응시켜도 된다.
- [0500] (제2 반응 온도)
- [0501] 제2 공정에서의 폴리우레아 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제의 반응 온도(이하, 제2 반응 온도라고도 함)는, 적절히 조정된다.
- [0502] 제2 공정에서는, 폴리우레아 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 80℃ 내지 200℃(보다 바람직하게는 90℃ 내지 200℃, 더욱 바람직하게는 100℃ 내지 200℃, 더욱 바람직하게는 110℃ 내지 190℃, 더욱 바람직하게는 120℃ 내지 180℃)의 온도 조건 하(즉, 제2 반응 온도)에서 반응시키는 것이 바람직하다.
- [0503] 또한, 제2 공정에서는, 가압 조건 하에서 반응을 행해도 된다. 가압 조건 하에서 반응을 행한 경우, 반응 시간을 단축할 수 있는 경우가 있다.
- [0504] (제2 반응 시간)
- [0505] 제2 공정에서의 폴리우레아 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제의 반응 시간은, 적절히 조정 가능하지만, 바람직하게는 0.1시간 내지 40시간이며, 보다 바람직하게는 0.5시간 내지 20시간이며, 더욱 바람직하게는 1시간 내지 10시간이다.
- [0506] (제2 반응 공정 및 제2 분리 공정)
- [0507] 제2 공정은,
- [0508] 폴리우레아 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제를 반응시켜, 폴리아민 화합물을 포함하는 반응 혼합물을 얻는 반응 공정과,

- [0509] 상기 반응 혼합물로부터 폴리아민 화합물을 분리하는 분리 공정을 포함하고 있어도 된다.
- [0510] 이하, 상기 반응 혼합물, 상기 반응 공정, 및 상기 분리 공정을, 각각, 제2 반응 혼합물, 제2 반응 공정, 및 제2 분리 공정이라고도 칭한다.
- [0511] 제2 반응 공정에서의 반응의 바람직한 양태에 대해서는 전술한 바와 같다.
- [0512] 제2 분리 공정에서의 분리의 방법에는 특별히 제한은 없으며, 공지의 방법을 적용할 수 있다.
- [0513] 제2 분리 공정에서의 분리의 방법으로서, 여과, 디캔테이션, 세정, 추출, 증류, 감압(예를 들어 진공화), 정제(예를 들어 컬럼 크로마토그래피) 등을 들 수 있다. 분리의 방법으로서, 복수의 방법을 병용해도 된다.
- [0514] 제2 분리 공정의 바람직한 양태로서,
- [0515] 제2 반응 혼합물로부터, 제2 추출 용매에 의해 폴리아민 화합물을 추출하여 추출액을 얻는 것과,
- [0516] 추출액으로부터 폴리아민 화합물을 분리하는 것을 포함하는 양태(「제2 분리 양태 C」라고도 함)를 들 수 있다.
- [0517] 제2 분리 양태 C에서는, 제2 반응 혼합물로부터 직접적으로 폴리아민 화합물을 분리하는 것은 아니고, 제2 반응 혼합물로부터 폴리아민 화합물을 추출한 추출액으로부터 폴리아민 화합물을 분리한다. 이에 의해, 최종적으로 얻어지는 폴리아민 화합물의 단리 수율이 보다 향상된다. 이 이유는 명백하지 않지만, 제2 분리 공정에서의 불균화(상세하게는, 폴리아민 화합물이 폴리우레아 화합물로 되돌아가는 반응)가 보다 억제되기 때문이라고 생각된다.
- [0518] 제2 분리 공정의 바람직한 양태로서, 제2 반응 혼합물로부터 폴리아민 화합물을 증류법에 의해 분리하는 것을 포함하는 양태도 들 수 있다.
- [0519] 제2 반응 혼합물로부터 폴리아민 화합물을 증류법에 의해 분리하는 경우, 여과에 의해, 제2 반응 혼합물로부터 불용 성분을 제거하고, 불용 성분이 제거된 제2 반응 혼합물로부터 폴리아민 화합물을 증류법에 의해 분리해도 된다.
- [0520] 여과에 의해, 제2 반응 혼합물로부터 불용 성분을 제거하는 경우, 여과 전에 제2 반응 혼합물을 희석하고, 희석된 제2 반응 혼합물을 여과해도 된다.
- [0521] 제2 분리 양태 C에 있어서의 제2 추출 용매로서는, 예를 들어 탄화수소 화합물 등을 들 수 있다.
- [0522] 예를 들어, 제2 추출 용매로서 탄화수소 화합물을 사용하는 경우, 제2 추출 용매로서의 탄화수소 화합물의 바람직한 양태로서는, 전술한 제1 반응 용매로서의 탄화수소 화합물의 바람직한 양태를 들 수 있다. 단 이 경우, 제2 추출 용매로서의 탄화수소 화합물과 제1 반응 용매로서의 탄화수소 화합물은, 동일해도 되고, 달라도 된다.
- [0523] 제2 분리 양태 C에 있어서의 추출액으로부터의 폴리아민 화합물의 분리의 조작은, 증류를 포함하는 것이 바람직하다.
- [0524] (목적물로서의 폴리아민 화합물)
- [0525] 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 있어서의 목적물로서의 폴리아민 화합물은, 폴리우레아 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제의 반응에 의해 생성되는, 폴리우레아 화합물의 분해물이다.
- [0526] 목적물로서의 폴리아민 화합물은, 바람직하게는 제1 공정에서의 출발 물질인 티오우레탄 수지의 원료로서의 폴리이소시아네이트 화합물에 대응하는 폴리아민 화합물(상세하게는, 폴리이소시아네이트 화합물 중의 이소시아나토기를 아미노기로 치환된 화합물)이다.
- [0527] 목적물로서의 폴리아민 화합물은, 아미노기를 2개 이상 포함하는 화합물이면 된다.
- [0528] 목적물로서의 폴리아민 화합물은,
- [0529] 아미노기를 2개 포함하는 디아민 화합물을 포함하는 것이 바람직하고,
- [0530] 펜타메틸렌디아민, 헥사메틸렌디아민, m-크실릴렌디아민, p-크실릴렌디아민, 이소포론디아민, 비스(아미노메틸)시클로헥산, 비스(아미노시클로헥실)메탄, 2,5-비스(아미노메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 2,6-비스(아미노메

틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 툴릴렌디아민, 4,4'-디페닐메탄디아민 및 페닐렌디아민으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종(이하, 「폴리아민 성분 A」라고도 함)을 포함하는 것이 바람직하고,

- [0533] 폴리아민 성분 A를 주성분으로서 포함하는 것이 보다 바람직하다.
- [0534] 목적물로서의 폴리아민 화합물은, m-크실릴렌디아민, 2,5-비스(아미노메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄, 이소포론디아소시아네이트, 비스(이소시아나토메틸)시클로헥산, 비스(이소시아나토시클로헥실)메탄 및 2,6-비스(아미노메틸)비시클로-[2.2.1]-헵탄으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종(이하, 「폴리아민 성분 A1」이라고도 함)을 포함하는 것이 더욱 바람직하고,
- [0535] 폴리아민 성분 A1을 주성분으로서 포함하는 것이 더욱 바람직하다.
- [0536] 목적물로서의 폴리아민 화합물의 용도에는 특별히 제한은 없으며, 다양한 용도에 적용 가능하다.
- [0537] 목적물로서의 폴리아민 화합물은, 예를 들어 폴리이소시아네이트 화합물의 원료로서 사용할 수 있다.
- [0538] 제조된 폴리이소시아네이트 화합물은, 예를 들어 티오우레탄 수지 또는 우레탄 수지의 제조에 사용할 수 있다.
- [0539] 제조된 폴리이소시아네이트 화합물의 구체적인 용도로서, 광학 재료(예를 들어 렌즈) 제조용의 폴리이소시아네이트 화합물을 들 수 있다.
- [0540] 바꿔 말하면, 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법의 구체예로서, 광학 재료 제조용의 폴리이소시아네이트 화합물의 원료로서의 폴리아민 화합물을 제조하는 방법을 들 수 있다. 이 구체예에 있어서, 출발 물질로서, 광학 재료를 제조할 때에 발생한 티오우레탄 수지를 포함하는 절삭 가공 부스러기를 사용한 경우에는, 재료(티오우레탄 수지, 폴리이소시아네이트 화합물)의 리사이클이 효과적으로 실현된다.
- [0541] <그 밖의 공정>
- [0542] 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법은, 상기 이외의 그 밖의 공정을 포함하고 있어도 된다.
- [0543] 그 밖의 공정으로서, 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에도 포함되는 경우가 있는, 분급 공정(예를 들어 체 공정) 및 세정 공정을 들 수 있다.
- [0544] [폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법(제2 실시 형태)]
- [0545] 본 개시의 제2 실시 형태에 관한 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법은,
- [0546] 상술한 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 의해 폴리아민 화합물을 제조하는 공정과,
- [0547] 상기 폴리아민 화합물 및 상기 폴리아민 화합물의 염산염 중 적어도 한쪽과, 이염화카르보닐을 반응시켜 폴리이소시아네이트 화합물을 얻는 공정
- [0548] 을 포함한다.
- [0549] 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법에 의하면, 출발 물질로서 티오우레탄 수지를 사용하여, 목적물로서 폴리이소시아네이트 화합물을 얻을 수 있으므로, 재료(티오우레탄 수지 및 그 원료인 폴리이소시아네이트 화합물)의 리사이클이 실현된다.
- [0550] 제2 실시 형태에 관한 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법에 의해 제조된 폴리이소시아네이트 화합물의 용도에는 특별히 제한은 없으며, 다양한 용도에 적용 가능하다.
- [0551] 폴리이소시아네이트 화합물은, 예를 들어 티오우레탄 수지 또는 우레탄 수지의 제조에 사용할 수 있다.
- [0552] 목적물인 폴리이소시아네이트 화합물의 구체예로서, 「폴리티올 조성물의 제조 방법」의 항 중의 「티오우레탄 수지의 원료로서의 이소시아네이트 화합물」의 구체예와 마찬가지로의 화합물을 들 수 있다.
- [0553] 목적물인 폴리이소시아네이트 화합물의 구체적인 용도로서, 광학 재료(예를 들어 렌즈) 제조용의 폴리이소시아네이트 화합물을 들 수 있다.
- [0554] 바꿔 말하면, 제2 실시 형태에 관한 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법의 구체예로서, 광학 재료 제조용의 폴리이소시아네이트 화합물을 제조하는 방법을 들 수 있다. 이 구체예에 있어서, 출발 물질로서, 광학 재료를 제조할 때에 발생한 티오우레탄 수지를 포함하는 절삭 가공 부스러기를 사용한 경우에는, 재료(티오우레탄 수지, 폴리이소시아네이트 화합물)의 유효 이용(즉, 리사이클)이 효과적으로 실현된다.

- [0555] 폴리소시아네이트 화합물을 얻는 공정에서는, 상기 폴리아민 화합물 및 상기 폴리아민 화합물의 염산염 중 적어도 한쪽과, 이염화카르보닐(이하, 「포스겐」이라고도 함)을 반응시켜, 상기 폴리아민 화합물에 있어서의 아미노기를 이소시아나토기로 변화시킴으로써, 폴리소시아네이트 화합물을 얻을 수 있다.
- [0556] 이 반응 자체는 공지이며, 공지의 폴리소시아네이트 화합물의 제조 방법을 적절히 참조할 수 있다.
- [0557] [중합성 조성물의 제조 방법(제2 실시 형태)]
- [0558] 본 개시의 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법은,
- [0559] 전술한 제2 실시 형태에 관한 폴리소시아네이트 화합물의 제조 방법에 의해 폴리소시아네이트 화합물을 제조하는 공정과,
- [0560] 적어도 폴리소시아네이트 화합물과 활성 수소 화합물을 혼합함으로써, 폴리소시아네이트 화합물 및 활성 수소 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는 공정
- [0561] 을 포함한다.
- [0562] 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법은, 필요에 따라, 그 밖의 공정을 포함해도 된다.
- [0563] 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에서는,
- [0564] 폴리소시아네이트 화합물을 제조하는 공정에 있어서, 티오우레탄 수지(예를 들어, 티오우레탄 수지의 성형체의 절삭 가공 부스러기 중의 티오우레탄 수지)를 출발 물질로서 폴리소시아네이트 화합물을 제조하고,
- [0565] 중합성 조성물을 얻는 공정에 있어서, 상기에서 제조된 폴리소시아네이트 화합물과, 활성 수소 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 제조한다.
- [0566] 얻어진 중합성 조성물은, 다시, 티오우레탄 수지의 제조에 사용할 수 있다.
- [0567] 이와 같이 하여, 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에서는, 재료(즉, 티오우레탄 수지 및 그 원료인 폴리소시아네이트 화합물)의 유효 이용(즉, 리사이클)이 실현된다.
- [0568] <폴리소시아네이트 화합물을 제조하는 공정>
- [0569] 폴리소시아네이트 화합물을 제조하는 공정에 대해서는, 전술한 제2 실시 형태에 관한 폴리소시아네이트 화합물의 제조 방법을 적절히 참조할 수 있다.
- [0570] <중합성 조성물을 얻는 공정>
- [0571] 중합성 조성물을 얻는 공정에서는, 적어도 상기 폴리소시아네이트 화합물과 활성 수소 화합물을 혼합함으로써, 상기 폴리소시아네이트 화합물 및 활성 수소 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는다.
- [0572] 활성 수소 화합물로서는, 폴리티올 화합물, 폴리올 화합물, 폴리아민 화합물 등을 들 수 있다.
- [0573] 활성 수소 화합물은 1종만이어도 되고, 2종 이상이어도 된다.
- [0574] 활성 수소 화합물로서는, 폴리티올 조성물이 바람직하다.
- [0575] 활성 수소 화합물로서의 폴리티올 조성물의 바람직한 양태는, 「폴리아민 화합물의 제조 방법」의 항에서 설명한, 「티오우레탄 수지의 원료로서의 폴리티올 조성물」의 바람직한 양태와 마찬가지로 마찬가지이다.
- [0576] 중합성 조성물을 얻는 공정에 있어서, 활성 수소 화합물과, 폴리소시아네이트 화합물의 혼합 비율은 특별히 한정되지는 않는다.
- [0577] 중합성 조성물을 얻는 공정에 있어서, 폴리소시아네이트 화합물의 투입 질량에 대한 활성 수소 화합물의 투입 질량의 비(즉, 투입 질량 [활성 수소 화합물/폴리소시아네이트 화합물])는, 바람직하게는 0.10 내지 10.0이며, 보다 바람직하게는 0.20 내지 5.00이며, 더욱 바람직하게는 0.50 내지 1.50이며, 더욱 바람직하게는 0.70 내지 1.30이다.
- [0578] 또한, 폴리티올 조성물에 포함되는 폴리티올 화합물의 머캡토기와 폴리소시아네이트 화합물의 이소시아나토기의 몰비(머캡토기/이소시아나토기)는, 0.5 내지 3.0인 것이 바람직하고, 0.6 내지 2.0인 것이 보다 바람직하고, 0.8 내지 1.3인 것이 더욱 바람직하다.
- [0579] 중합성 조성물을 얻는 공정에 있어서, 활성 수소 화합물과, 폴리소시아네이트 화합물의 총 투입 질량은 특별

히 한정되지는 않지만, 제조되는 중합성 조성물의 전량에 대해, 바람직하게는 60질량% 이상이고, 보다 바람직하게는 80질량% 이상이고, 더욱 바람직하게는 90질량% 이상이다.

- [0580] 중합성 조성물을 얻는 공정에서는, 적어도 상기 폴리이소시아네이트 화합물과 활성 수소 화합물을 혼합하지만, 필요에 따라, 상기 폴리이소시아네이트 화합물 및 활성 수소 화합물과, 그 밖의 성분을 혼합해도 된다.
- [0581] 또한, 중합성 조성물을 얻는 공정에서는, 적어도 상기 폴리이소시아네이트 화합물과 활성 수소 화합물을 혼합한 후, 혼합물에 대해, 그 밖의 성분을 첨가해도 된다.
- [0582] 그 밖의 성분에 대해서는, 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 사용되는 그 밖의 성분을 참조할 수 있다.
- [0583] 중합성 조성물을 얻는 공정에 있어서, 상술한 성분의 혼합은, 통상법에 따라서 행할 수 있고, 혼합의 방법은 특별히 제한되지는 않는다.
- [0584] [수지의 제조 방법(제2 실시 형태)]
- [0585] 본 개시의 제2 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법은,
- [0586] 상술한 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0587] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 얻는 공정
- [0588] 을 포함한다.
- [0589] 제2 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법은, 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 대신에, 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 이외에는, 제1 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법과 마찬가지로, 바람직한 양태도 마찬가지이다.
- [0590] [성형체의 제조 방법(제2 실시 형태)]
- [0591] 본 개시의 제2 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법은, 수지를 포함하는 성형체를 제조하는 방법이며,
- [0592] 상술한 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0593] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 포함하는 성형체를 얻는 공정
- [0594] 을 포함한다.
- [0595] 제2 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법은, 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 대신에, 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 이외에는, 제1 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법과 마찬가지로, 바람직한 양태도 마찬가지이다.
- [0596] [광학 재료의 제조 방법(제2 실시 형태), 렌즈의 제조 방법(제2 실시 형태)]
- [0597] 본 개시의 제2 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 제조 방법은, 수지를 포함하는 성형체를 포함하는 광학 재료(예를 들어 렌즈)를 제조하는 방법이며,
- [0598] 상술한 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0599] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 포함하는 성형체를 얻는 공정
- [0600] 을 포함한다.
- [0601] 제2 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈. 이하 동일함.)의 제조 방법은, 필요에 따라, 그 밖의 공정을 포함하고 있어도 된다.
- [0602] 제2 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 제조 방법은, 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 대신에, 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 이외에는, 제1 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 제조 방법과 마찬가지로, 바람직한 양태도 마찬가지이다.
- [0603] [수지(제2 실시 형태), 성형체(제2 실시 형태), 광학 재료(예를 들어 렌즈)(제2 실시 형태)]
- [0604] 본 개시의 제2 실시 형태에 관한 수지는, 상술한 본 개시의 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 경화물이다.

- [0605] 본 개시의 제2 실시 형태에 관한 성형체는, 상술한 제2 실시 형태에 관한 수지를 포함하는 성형체이다.
- [0606] 제2 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)는, 상술한 제2 실시 형태에 관한 수지를 포함하는 광학 재료(예를 들어 렌즈)이다.
- [0607] 제2 실시 형태에 관한, 수지, 성형체, 및 광학 재료(예를 들어 렌즈)는, 각각, 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 대신에, 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 이외에는, 제1 실시 형태에 관한, 수지, 성형체, 및 광학 재료(예를 들어 렌즈)와 마찬가지로, 바람직한 양태도 마찬가지이다.

[0608] <<제3 실시 형태>>

[0609] [폴리아민 화합물의 제조 방법(제3 실시 형태)]

[0610] 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법은,

[0611] 티오우레탄 수지를, 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 존재 하에서, 하기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리카르바메이트 화합물을 생성시키는 공정 X1과,

[0612] 상기 폴리카르바메이트 화합물을, 하기 식 (3)으로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리아민 화합물을 생성시키는 공정 X2

[0613] 를 포함한다.



[0614]

[0615] 식 (2) 중, R<sup>3</sup>은 탄소수 1 내지 3의 알킬기를 나타낸다.

[0616] 식 (3) 중, R<sup>11</sup> 및 R<sup>12</sup>는, 각각 독립적으로, 히드록시기, 머캡토기, 아미노기, 또는 모노메틸아미노기를 나타낸다.

[0617] 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에서는, 공정 X1에 있어서의 분해 반응 후의 반응계로부터, 식 (2)로 표시되는 분해제의 제거성이 우수하다. 예를 들어, 공정 X1에 있어서의 분해 반응 후의 반응계로부터 식 (2)로 표시되는 분해제를, 휘발, 증류 등에 의해 용이하게 제거할 수 있다.

[0618] 이러한 효과가 얻어지는 이유는, 상기 분해제가, 저비점의 화합물이기 때문이라고 생각된다.

[0619] 여기서, 「공정 X1에 있어서의 분해 반응 후의 반응계」의 개념에는, 공정 X1 후이며 공정 X2 전의 반응계뿐만 아니라, 공정 X1 후이며 공정 X2 중 및 공정 X2 후의 반응계도 포함된다.

[0620] 예를 들어, 공정 X2에 있어서의 폴리카르바메이트 화합물의 분해에 의해, 목적물인 폴리아민 화합물과 함께, 식 (2)로 표시되는 분해제가 생성될 수 있다. 이 경우라도, 공정 X2 중 및 공정 X2 후의 반응계로부터의 식 (2)로 표시되는 분해제의 제거성이 우수하다.

[0621] 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에서는, 또한 공정 X2에 있어서의 분해 반응 후의 반응계로부터, 식 (3)으로 표시되는 분해제의 제거성도 우수하다. 예를 들어, 공정 X2에 있어서의 분해 반응 후의 반응계로부터 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 휘발, 증류 등에 의해 용이하게 제거할 수 있다.

[0622] 이러한 효과가 얻어지는 이유는, 식 (3)으로 표시되는 분해제가, 저비점의 화합물이기 때문이라고 생각된다.

[0623] 이하, 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 포함될 수 있는 각 공정에 대해서 설명한다.

[0624] <공정 X1>

[0625] 공정 X1은 티오우레탄 수지를, 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 존재 하에서, 하기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리카르바메이트 화합물을 생성시키는 공정이다.

[0626] 공정 X1에 대해서는, 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에 있어서의 생성 공정을 참조할 수 있다.

- [0627] 공정 X1에서는 티오우레탄 수지를, 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 존재 하에서, 하기 식 (2)로 표시되는 분해제에 의해 분해함으로써, 폴리카르바메이트 화합물과, 전술한 폴리티올 조성물이 생성될 수 있다.
- [0628] 공정 X1에 있어서의, 티오우레탄 수지, 식 (2)로 표시되는 분해제, 및 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 바람직한 양태는, 각각, 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에 있어서의 티오우레탄 수지, 식 (2)로 표시되는 분해제, 및 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 바람직한 양태와 마찬가지로이다.
- [0629] (반응 압력)
- [0630] 공정 X1은 분해 보조제로서의 제3급 아민 화합물의 존재 하에서, 티오우레탄 수지와 식 (2)로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는 것이 바람직하다. 이에 의해, 식 (2)로 표시되는 분해제의 휘발을 보다 억제할 수 있다.
- [0631] 이 경우, 티오우레탄 수지와 식 (2)로 표시되는 분해제를, 대기압보다도, 바람직하게는 0.01MPa 이상(보다 바람직하게는 0.01MPa 이상 2.0MPa 이하, 더욱 바람직하게는 0.02MPa 이상 1.0MPa 이하) 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함한다.
- [0632] (폴리카르바메이트 화합물)
- [0633] 공정 X1에서 생성되는 폴리카르바메이트 화합물은, 티오우레탄 수지와 식 (2)로 표시되는 분해제의 반응(즉, 가알코올 분해)에 의해 생성되는, 티오우레탄 수지의 가알코올 분해물이다.
- [0634] 폴리카르바메이트 화합물은, 2개 이상의 카르바메이트 결합(즉, 우레탄 결합)을 포함하는 화합물(즉, 폴리우레탄 화합물)이다.
- [0635] 폴리카르바메이트 화합물은, 예를 들어 티오우레탄 수지의 원료의 하나인 폴리이소시아네이트 화합물 중의 모든 이소시아나토기와, 알코올 화합물의 히드록시기가 반응하여 카르바메이트 결합(즉, 우레탄 결합)이 형성되어 있는 구조를 갖는 폴리카르바메이트 화합물(즉, 폴리우레탄 화합물)이다. 이러한 구조를 갖는 폴리카르바메이트 화합물을, 본 개시에서는 원료의 하나인 폴리이소시아네이트 화합물(예를 들어 XDI)에 대응하는 폴리아민 화합물(예를 들어 XDA)과, 알코올 화합물(예를 들어, 1-옥탄올)의 카르바메이트체라고 칭하는 경우가 있다. 여기서, 폴리이소시아네이트 화합물에 대응하는 폴리아민 화합물이란, 폴리이소시아네이트 화합물 중의 모든 이소시아나토기를 아미노기로 치환된 화합물을 의미한다. 폴리이소시아네이트 화합물에 대응하는 폴리아민 화합물은, 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 있어서의 목적물이다.
- [0636] (반응 공정 X1 및 분리 공정 X2)
- [0637] 공정 X1은,
- [0638] 티오우레탄 수지와 식 (2)로 표시되는 분해제를 반응시켜, 폴리카르바메이트 화합물을 포함하는 폴리카르바메이트 함유 혼합물을 포함하는 반응 혼합물을 얻는 반응 공정과,
- [0639] 상기 반응 혼합물로부터 폴리카르바메이트 함유 혼합물을 분리하는 분리 공정을 포함하고 있어도 된다.
- [0640] 이 경우, 후술하는 공정 X2에서는, 전술한 분리 공정에서 분리된, 폴리카르바메이트 함유 혼합물과, 식 (3)으로 표시되는 분해제를 혼합함으로써, 폴리카르바메이트 함유 혼합물 중의 폴리카르바메이트 화합물과, 식 (3)으로 표시되는 분해제를 반응시킨다.
- [0641] 여기서, 폴리카르바메이트 함유 혼합물이란, 폴리카르바메이트 화합물을 포함하는 2종 이상의 카르바메이트 화합물의 혼합물을 의미한다.
- [0642] 이하, 상기 반응 혼합물, 상기 반응 공정, 및 상기 분리 공정을, 각각, 반응 혼합물 X1, 반응 공정 X1, 및 분리 공정 X2라고도 칭한다.
- [0643] 반응 공정 X1의 바람직한 조건에 대해서는 전술한 바와 같다.
- [0644] 반응 공정 X1에서 발생하는 반응 혼합물은, 가알코올 분해에 의해 발생하는 주생성물로서의 폴리카르바메이트 함유 혼합물과, 폴리카르바메이트 함유 혼합물 이외의 그 밖의 성분을 포함하고 있어도 된다.
- [0645] 그 밖의 성분으로서, 가알코올 분해에 의해 발생하는 부생성물(예를 들어, 폴리티올 조성물), 전술한 반응 용매, 원료(티오우레탄 수지 및/또는 알코올 화합물)의 잔류물, 원료 중에 포함되어 있었던 불순물 등을 들 수 있다.

다.

- [0647] 부생성물로서의 폴리티올 조성물의 바람직한 양태에 대해서는, 전술한 티오우레탄 수지의 원료로서의 폴리티올 조성물의 바람직한 양태를 적절히 참조할 수 있다.
- [0648] 가알코올 분해 반응에 의해 발생하는 부생성물로서의 폴리티올 조성물은, 새로운 티오우레탄 수지의 제조를 위한 원료로서 이용할 수 있다. 이에 의해, 재료의 리사이클이 실현된다.
- [0649] 분리 공정 X2에 있어서의 분리의 방법에는 특별히 제한은 없으며, 공지의 방법을 적용할 수 있다.
- [0650] 분리 공정 X2에 있어서의 분리의 방법으로서, 여과, 디캔테이션, 추출, 증류, 건조(감압 건조를 포함함), 정제(예를 들어 컬럼 크로마토그램) 등을 들 수 있다. 분리의 방법으로서, 복수의 방법을 병용해도 된다.
- [0651] 예를 들어, 분리 공정 X2의 바람직한 양태의 하나로서,
- [0652] 반응 혼합물 X1을 여과하여 여과액을 얻는 것과,
- [0653] 상기 여과액을 산으로 세정하고, 이어서 물로 세정하는 것과,
- [0654] 상기 물로 세정된 여과액에, 알칼리 금속을 포함하는 염기를 첨가하고, 이어서 물로 세정함으로써, 염류(예를 들어, 반응 부생성물인 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염)를 제거하는 것과,
- [0655] 염류가 제거된 여과액으로부터, 폴리카르바메이트 함유 혼합물을 분리하는 것
- [0656] 을 포함하는 양태(이하, 분리 양태 X1이라 함)를 들 수 있다.
- [0657] 분리 양태 X1에서는, 먼저, 여과액을 산으로 세정(이하, 산세정이라고도 함)이고, 이에 의해 여과액으로부터 아민(예를 들어, 제3급 아민 화합물)을 제거한다. 산세정에 사용하는 산으로서, 염산, 탄산, 질산, 황산, 아세트산, 포름산, 옥살산 등을 들 수 있다.
- [0658] 이어서, 산세정 후의 여과액을 물로 세정함으로써, 여과액으로부터 산을 제거한다. 산을 제거한 단계에서는, 여과액 중에는 목적물인 폴리카르바메이트 함유 혼합물이 포함되어 있지만, 그 이외에도, 부생성물인 폴리티올 조성물도 포함될 수 있다고 생각된다.
- [0659] 분리 양태 X1에서는, 물로 세정된 여과액에, 알칼리 금속을 포함하는 염기를 첨가한다. 이에 의해, 여과액 중의 폴리티올 조성물을 알칼리 금속염으로 전화한다. 이어서 여과액을 물로 세정함으로써, 여과액으로부터, 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염을 제거한다.
- [0660] 분리 양태 X1에서는, 폴리티올 조성물의 알칼리 금속염이 제거된 여과액으로부터, 폴리카르바메이트 함유 혼합물을, 공지의 방법에 의해 분리한다.
- [0661] 분리 양태 X1에 있어서, 알칼리 금속을 포함하는 염기에 있어서의 알칼리 금속으로서, 바람직하게는 나트륨, 칼륨 또는 리튬이며, 보다 바람직하게는 나트륨 또는 칼륨이다.
- [0662] 알칼리 금속을 포함하는 염기로서는, 나트륨메톡시드, 나트륨에톡시드, 나트륨프로폭시드, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화리튬 등을 들 수 있다.
- [0663] 알칼리 금속을 포함하는 염기는, 필요에 따라, 알코올 용액(메탄올 용액, 에탄올 용액 등)의 형태로, 여과액에 첨가할 수 있다.
- [0664] 또한, 분리 양태 X1에서는, 반응 혼합물 X1을 여과하여 얻어진 여과액을 산으로 세정하기 전에, 상기 여과액에, 용매(이하, 분리 용매 X1이라고도 함)를 첨가하고, 분리 용매 X1이 첨가된 여과액에 대해, 산세정 및 물 세정을 순차 실시해도 된다.
- [0665] 분리 용매 X1로서는, 반응 용매와 마찬가지로의 용매를 사용해도 되고, 알코올 용매를 사용해도 된다.
- [0666] 또한, 반응 공정 X1에 있어서 반응 용매를 사용한 경우에는, 여과액에 대한 분리 용매 X1의 첨가를 생략해도 된다.
- [0667] <공정 X2>
- [0668] 공정 X2는, 공정 X1에서 생성된 폴리카르바메이트 화합물을, 식 (3)으로 표시되는 분해제에 의해 분해하여 폴리 아민 화합물을 생성시키는 공정이다.

- [0669] 공정 X2에서는, 전술한 분리 공정 X2로 분리된, 폴리카르바메이트 함유 혼합물과, 식 (3)으로 표시되는 분해제를 혼합함으로써, 폴리카르바메이트 함유 혼합물 중의 폴리카르바메이트 화합물과, 식 (3)으로 표시되는 분해제를 반응시켜도 된다.
- [0670] 공정 X2에 있어서의 반응은, 폴리카르바메이트 화합물과 수산화나트륨의 반응에 의해 폴리아민 화합물을 얻는 공지의 반응과 비교하여, 폴리아민 화합물의 생성 효율이 우수하다. 그 결과, 상기 공지의 반응을 적용한 경우와 비교하여, 폴리아민 화합물의 생성량을 증대시킬 수 있다. 이러한 효과는, 공정 X2에서 얻어지는 반응 혼합물을 가스 크로마토그램(GC)에 의해 분석함으로써 확인할 수 있다.
- [0671] 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 있어서의 공정 X2는, 식 (3)으로 표시되는 분해제에 의한 분해의 대상물이, 제2 실시 형태에 있어서의 제1 공정에서 생성된 폴리우레아 화합물이 아니라, 제3 실시 형태에 있어서의 공정 X1에서 생성된 폴리카르바메이트 화합물인 것을 제외하면, 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 있어서의 제2 공정과 마찬가지로, 바람직한 양태도 마찬가지이다.
- [0672] (반응 압력)
- [0673] 공정 X2는, 폴리카르바메이트 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 대기압보다도 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함하는 것이 바람직하다. 이에 의해, 식 (3)으로 표시되는 분해제의 휘발을 보다 억제할 수 있다.
- [0674] 이 경우, 폴리카르바메이트 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제를, 대기압보다도, 바람직하게는 0.01MPa 이상 (보다 바람직하게는 0.01MPa 이상 2.0MPa 이하, 더욱 바람직하게는 0.02MPa 이상 1.0MPa 이하) 높은 압력 하에서 반응시키는 것을 포함한다.
- [0675] (목적물로서의 폴리아민 화합물)
- [0676] 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 있어서의 목적물로서의 폴리아민 화합물은, 폴리카르바메이트 화합물과 식 (3)으로 표시되는 분해제의 반응에 의해 생성되는, 티오우레탄 수지의 분해물이다.
- [0677] 목적물로서의 폴리아민 화합물은, 바람직하게는 공정 X1에 있어서의 출발 물질인 티오우레탄 수지의 원료로서의 폴리이소시아네이트 화합물에 대응하는 폴리아민 화합물(상세하게는, 폴리이소시아네이트 화합물 중의 이소시아나토기를 아미노기로 치환된 화합물)이다.
- [0678] 제3 실시 형태에 있어서의 목적물로서의 폴리아민 화합물의 바람직한 양태 및 바람직한 용도는, 각각, 제3 실시 형태에 있어서의 목적물로서의 폴리아민 화합물의 바람직한 양태 및 바람직한 용도와 마찬가지이다.
- [0679] <그 밖의 공정>
- [0680] 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법은, 상기 이외의 그 밖의 공정을 포함하고 있어도 된다.
- [0681] 그 밖의 공정으로서, 제1 실시 형태에 관한 폴리티올 조성물의 제조 방법에도 포함되는 경우가 있는, 분급 공정(예를 들어 체 공정) 및 세정 공정을 들 수 있다.
- [0682] [폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법(제3 실시 형태)]
- [0683] 본 개시의 제3 실시 형태에 관한 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법은,
- [0684] 상술한 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 의해 폴리아민 화합물을 제조하는 공정과,
- [0685] 상기 폴리아민 화합물 및 상기 폴리아민 화합물의 염산염 중 적어도 한쪽과, 이염화카르보닐을 반응시켜 폴리이소시아네이트 화합물을 얻는 공정
- [0686] 을 포함한다.
- [0687] 제3 실시 형태에 관한 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법은, 제2 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 의해 폴리아민 화합물을 제조하는 것 대신에, 제3 실시 형태에 관한 폴리아민 화합물의 제조 방법에 의해 폴리아민 화합물을 제조하는 것 이외에는, 제2 실시 형태에 관한 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법과 마찬가지이며, 바람직한 양태도 마찬가지이다.
- [0688] [중합성 조성물의 제조 방법(제2 실시 형태)]
- [0689] 본 개시의 제3 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법은,
- [0690] 전술한 제3 실시 형태에 관한 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법에 의해 폴리이소시아네이트 화합물을 제

조하는 공정과,

- [0691] 적어도 폴리이소시아네이트 화합물과 활성 수소 화합물을 혼합함으로써, 폴리이소시아네이트 화합물 및 활성 수소 화합물을 함유하는 중합성 조성물을 얻는 공정
- [0692] 을 포함한다.
- [0693] 제3 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법은, 제2 실시 형태에 관한 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법에 의해 폴리이소시아네이트 화합물을 제조하는 것 대신에, 제3 실시 형태에 관한 폴리이소시아네이트 화합물의 제조 방법에 의해 폴리이소시아네이트 화합물을 제조하는 것 이외에는, 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법과 마찬가지로, 바람직한 양태도 마찬가지이다.
- [0694] [수지의 제조 방법(제3 실시 형태)]
- [0695] 본 개시의 제3 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법은,
- [0696] 상술한 제3 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0697] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 얻는 공정
- [0698] 을 포함한다.
- [0699] 제3 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법은, 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 대신에, 제3 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 이외에는, 제2 실시 형태에 관한 수지의 제조 방법과 마찬가지로, 바람직한 양태도 마찬가지이다.
- [0700] [성형체의 제조 방법(제2 실시 형태)]
- [0701] 본 개시의 제2 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법은, 수지를 포함하는 성형체를 제조하는 방법이며,
- [0702] 상술한 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0703] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 포함하는 성형체를 얻는 공정
- [0704] 을 포함한다.
- [0705] 제2 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법은, 제1 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 대신에, 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 이외에는, 제1 실시 형태에 관한 성형체의 제조 방법과 마찬가지로, 바람직한 양태도 마찬가지이다.
- [0706] [광학 재료의 제조 방법(제3 실시 형태), 렌즈의 제조 방법(제3 실시 형태)]
- [0707] 본 개시의 제3 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 제조 방법은, 수지를 포함하는 성형체를 포함하는 광학 재료(예를 들어 렌즈)를 제조하는 방법이며,
- [0708] 상술한 제3 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 공정과,
- [0709] 상기 중합성 조성물을 경화시킴으로써, 수지를 포함하는 성형체를 얻는 공정
- [0710] 을 포함한다.
- [0711] 제3 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 제조 방법은, 제2 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 대신에, 제3 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 이외에는, 제2 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)의 제조 방법과 마찬가지로, 바람직한 양태도 마찬가지이다.
- [0712] [수지(제3 실시 형태), 성형체(제3 실시 형태), 광학 재료(예를 들어 렌즈)(제3 실시 형태)]
- [0713] 본 개시의 제3 실시 형태에 관한 수지는, 상술한 본 개시의 제3 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 경화물이다.
- [0714] 본 개시의 제3 실시 형태에 관한 성형체는, 상술한 제3 실시 형태에 관한 수지를 포함하는 성형체이다.
- [0715] 제3 실시 형태에 관한 광학 재료(예를 들어 렌즈)는, 상술한 제3 실시 형태에 관한 수지를 포함하는 광학 재료(예를 들어 렌즈)이다.
- [0716] 제3 실시 형태에 관한, 수지, 성형체, 및 광학 재료(예를 들어 렌즈)는, 각각, 제2 실시 형태에 관한 중합성 조

성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 대신에, 제3 실시 형태에 관한 중합성 조성물의 제조 방법에 의해 중합성 조성물을 제조하는 것 이외에는, 제2 실시 형태에 관한, 수지, 성형체, 및 광학 재료(예를 들어 렌즈)와 마찬가지로, 바람직한 양태도 마찬가지이다.

**[0717] 실시예**

[0718] 이하, 본 개시의 실시예를 나타내지만, 본 개시는 이하의 실시예에 한정되지는 않는다.

[0719] 이하, 특별히 언급하지 않는 한, 「부」는 질량 기준이며, 「실온」은 25℃이다.

[0720] <수지의 성능 시험>

[0721] 수지의 성능 시험으로서, 두께 2.5mm의 평판상의 성형체의 성능 시험을 실시하였다.

[0722] 성능 시험의 항목은 이하와 같다.

[0723] · 황색도(Yellow Index; YI)

[0724] 코니카 미놀타 가부시카가이사제 분광 측정계 CM-5를 사용하여, 황색도를 측정하였다.

[0725] · L\*, a\*, 및 b\*

[0726] 코니카 미놀타 가부시카가이사제 분광 측정계 CM-5를 사용하여, CIE1976(L\*, a\*, b\*) 표색계에 있어서의 L\*, a\*, 및 b\*을 측정하였다.

[0727] · 굴절률(ne) 및 아베수(v<sub>e</sub>)

[0728] 시마즈 세이사쿠쇼사제 폴프리히 굴절계 KPR-30을 사용하여, 20℃에서 파장 546.1nm(수은 e선), 파장 480.0nm(Cd F'선), 및 파장 643.9nm(Cd C'선)의 각 파장에 있어서의 굴절률(ne, nF', nC')을 각각 측정하였다. 이들의 측정 결과에 기초하여, 굴절률(ne) 및 아베수(v<sub>e</sub>)를 각각 구하였다.

[0729] · 내열성

[0730] 시마즈 세이사쿠쇼사제 열 기계 분석 장치 TMA-60을 사용하여, TMA 페네이트레이션법(50g 하중, 핀 끝 0.5mm φ, 승온 속도 10℃/min)에 의해 유리 전이 온도(Tg) 측정하고, 내열성의 지표로 하였다.

[0731] · 비중 d

[0732] 20℃에서 아르키메데스법에 의해 측정하였다.

[0733] [참고 제조예 1]

[0734] <티오우레탄 수지 R1을 포함하는 성형체의 제조>

[0735] 교반 장치가 구비된 플라스크 중에,

[0736] 중합 촉매인 이염화디부틸주석(폴리이소시아네이트 화합물과 폴리티올 조성물의 합계량에 대하여 100질량ppm)과,

[0737] 이형제인 Zelec-UN(Stepan사제; 산성 인산에스테르)(폴리이소시아네이트 화합물과 폴리티올 조성물의 합계량에 대하여 1000질량ppm)과,

[0738] 폴리이소시아네이트 화합물인 m-크실릴렌다이소시아네이트(XDI)(52질량부)와,

[0739] 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄(즉, 폴리티올 성분 A1)을 주성분으로 하는 폴리티올 조성물 (A)(48 질량부)

[0740] 를 첨가하여, 실온(25℃)에서 1시간 교반 혼합하여, 투명한 균일 용액인, 중합성 조성물을 얻었다. 여기서, 폴리티올 조성물 (A)는, 후술하는 참고 제조예 3에서 제조된 것을 사용하였다.

[0741] 다음에, 상기 중합성 조성물을, PTFE(폴리테트라플루오로에틸렌)제 필터로 감압 여과한 후, 600Pa의 감압 하, 발포가 확인되지 않게 될 때까지 충분히 탈기시켰다. 이 탈기 후의 중합성 조성물을, 테이프 고정된 한 쌍의 유리 몰드 사이에 주입하고, 이어서 이 한 쌍의 유리 몰드를 오븐에 넣고, 오븐 내 온도를 10℃로 설정하였다. 다음에, 오븐 내 온도를 10℃로부터 120℃까지, 38시간에 걸쳐 승온하였다. 이상의 과정에 의해, 탈기 후의 중합성 조성물 중의 모노머(폴리이소시아네이트 화합물 및 폴리티올 조성물)를 중합시키고, 한 쌍의 유리 몰드 사

이(9.0mm 두께)에서, 티오우레탄 수지 R1을 포함하는 성형체(즉, 중합성 조성물의 경화물)를 형성시켰다.

[0742] 계속해서, 오븐 내를 냉각하고, 냉각 후, 오븐으로부터 한 쌍의 유리 몰드를 취출하고, 이어서 한 쌍의 유리 몰드로부터 성형체를 분리하여, 성형체를 얻었다.

[0743] [참고 제조예 2]

[0744] <티오우레탄 수지 부스리기 R1의 제조>

[0745] 참고 제조예 1에서 얻어진 성형체를 절삭 가공함으로써, 렌즈를 제조하였다. 이때에 발생한 절삭 가공 부스러기를 모아, 티오우레탄 수지 부스리기 R1(즉, 티오우레탄 수지 R1을 포함하는 수지 부스리기)을 얻었다.

[0746] [참고 제조예 3]

[0747] <폴리티올 조성물 (A)의 제조>

[0748] 반응기 내에, 2-머캅토테탄올 125.4질량부, 및 탈기수 18.3질량부를 장입하였다. 여기에, 12℃ 내지 35℃에서, 32질량%의 수산화나트륨 수용액 99.8질량부를 40분 걸쳐 적하 장입한 후, 에피클로로하이드린 73.8질량부를 29℃ 내지 36℃에서 4시간 걸쳐 적하 장입하고, 계속해서 30분 교반을 행하였다. NMR 데이터로부터, 1,3-비스(2-히드록시에틸티오)-2-프로판올의 생성을 확인하였다.

[0749] 1,3-비스(2-히드록시에틸티오)-2-프로판올의 생성이 확인된 반응기 내에, 36질량%의 염산 332.0질량부를 장입하고, 다음에 순도 99.9%의 티오 요소 183.8질량부를 장입하고, 110℃ 환류 하에서 3시간 교반하여, 티우로늄 염화 반응을 행하였다. 티우로늄염화 반응 후의 반응기 내를, 45℃까지 냉각한 후, 여기에 톨루엔 355.0질량부를 첨가하고, 이어서 30℃까지 냉각하고, 이어서 25질량%의 암모니아 수용액 244.6질량부를 30℃ 내지 40℃에서 44분 걸쳐 장입하고, 이어서 54℃ 내지 62℃에서 3시간 교반에 의해 가수 분해 반응을 행하였다. 이 가수 분해 반응에 의해, 4-머캅토테틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄(즉, 폴리티올 성분 A1)을 주성분으로 하는 폴리티올 조성물 (A)의 톨루엔 용액을 얻었다.

[0750] 얻어진 톨루엔 용액에, 36질량% 염산 147.8질량부를 첨가하고, 35℃ 내지 40℃에서 1시간 산세정하였다. 산세정 후에 수상을 발출한 후, 남은 유기상에, 탈기수 147.8질량부를 첨가하고, 35℃ 내지 40℃에서 10분 세정을 1회 실시하였다. 탈기수에 의한 세정 후의 유기상에, 0.1질량% 암모니아수 147.8질량부를 첨가하고, 10분 세정하였다. 암모니아수에 의한 세정 후의 유기상에, 탈기수 147.8질량부를 첨가하여 35℃ 내지 40℃에서 10분 세정을 2회 실시하였다. 2회의 세정 후의 유기상으로부터, 가열 감압 하에서 톨루엔 및 미량의 수분을 제거한 후, 3.0μm의 PTFE 타입 멤브레인 필터로 감압 여과함으로써, 4-머캅토테틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄(즉, 폴리티올 성분 A1)을 주성분으로 하는 폴리티올 조성물 (A)를 200.0질량부 얻었다.

[0751] 참고 제조예 3에서 얻어진 폴리티올 조성물 (A)에 있어서의 폴리티올 성분 A1의 순도는, 91.6%였다.

[0752] [실시에 1]

[0753] <티오우레탄 수지의 분해(식 (1)로 표시되는 분해제로서의 암모니아에 의한 가아민 분해)>

[0754] 산아이 가가쿠사제 100mL 내압 반응 용기에,

[0755] 참고 제조예 2에서 얻어진 티오우레탄 수지 부스리기 R1(18.0g)과,

[0756] 톨루엔(31.9g)과,

[0757] 25% 암모니아수(10.1g)(식 (1)로 표시되는 분해제로서의 암모니아 0.15mol 상당)

[0758] 를 첨가하여 반응 용액을 얻고, 이어서 상기 반응 용기 내에, 질소 가스를 봉입하여 밀폐하였다.

[0759] 다음에, 밀폐 하, 상기 반응 용기 내의 반응 용액을 90℃까지 가온하고, 대기압보다도 0.01MPa 이상 높은 압력 조건 하에서 6시간 교반함으로써, 티오우레탄 수지의 분해 반응을 실시하였다.

[0760] 분해 반응 종료 후, 반응 용액을 실온까지 냉각하고, 감압 여과를 행하였다.

[0761] 상기 감압 여과에 의해, 여과물로서, 폴리우레아 화합물 B1을 10.1g(수율: 91.4%) 얻음과 함께, 여과액으로서, 폴리티올 조성물을 포함하는 톨루엔 용액을 얻었다.

[0762] 여기서, 폴리우레아 화합물 B1 및 폴리티올 조성물은, 모두 티오우레탄 수지 부스리기 R1의 가아민 분해에 의해 발생한 분해물이다.

- [0763] 상기 감압 여과의 과정에서, 식 (1)로 표시되는 분해제로서의 암모니아가 휘발되어, 반응계로부터 용이하게 제거되었다.
- [0764] 상기 여과액(즉, 폴리티올 조성물을 포함하는 톨루엔 용액)에, 35% 염산수 용액을 30.0g 첨가하여 산세정을 행하였다. 산세정 후의 톨루엔 용액에 대해, 탈기수 30.0g를 첨가하는 물 세정을 2회 실시한 후, 32% 수산화나트륨 수용액 12.4g와 탈기수 20g를 순차 첨가함으로써, 수상으로서, 폴리티올의 알칼리 금속염을 포함하는 수용액을 얻었다.
- [0765] 상기 폴리티올의 알칼리 금속염을 포함하는 수용액을, 톨루엔 20.0g에 의해 2회 세정하였다. 다음에, 세정 후의 수용액에, 톨루엔을 40.0g 첨가한 후, 35% 염산수 용액을 30.0g 첨가하여 중화를 행하였다. 중화 후의 액체로부터 수상을 발출하고, 남은 유기상에 대해, 탈기수 30.0g를 첨가하여 분액 세정을 2회 실시함으로써, 폴리티올 조성물이 용해된 톨루엔 용액을 얻었다.
- [0766] 얻어진 톨루엔 용액으로부터, 가열 감압 하에서 톨루엔 및 미량의 수분을 제거한 후, 3.0 $\mu$ m의 PTFE 타입 멤브레인 필터로 감압 여과함으로써, 4-머캅토메틸-1,8-디티아옥탄-3,6-디티아옥탄(즉, 폴리티올 성분 A1)을 주성분으로 하는 폴리티올 조성물 (A)를 6.9g(수율: 79.9%) 얻었다.
- [0767] [실시예 2]
- [0768] <티오우레탄 수지의 분해(식 (1)로 표시되는 분해제로서의 메틸아민에 의한 가아민 분해)>
- [0769] 실시예 1에 있어서의 「25% 암모니아수(10.1g)(식 (1)로 표시되는 분해제로서의 암모니아 0.15mol 상당)」를, 「40% 메틸아민 수용액(1.6g)(식 (1)로 표시되는 분해제로서의 메틸아민 0.15mol 상당)」으로 변경한 것 이외에는 실시예 1과 마찬가지로의 조작을 행하였다.
- [0770] 본 실시예 2에서는, 분해 반응 종료 후의 감압 여과에 의해, 여과물로서, 폴리우레아 화합물 B2를 10.9g(수율: 87.6%) 얻음과 함께, 여과액으로서, 폴리티올 조성물을 포함하는 톨루엔 용액을 얻었다.
- [0771] 여기서, 폴리우레아 화합물 B2, 및 폴리티올 조성물은, 모두 티오우레탄 수지 부스러기 R1의 가아민 분해에 의해 발생한 분해물이다.
- [0772] 상기 감압 여과의 과정에서, 식 (1)로 표시되는 분해제로서의 메틸아민이 휘발되어, 반응계로부터 용이하게 제거되었다.
- [0773] 폴리티올 조성물을 포함하는 톨루엔 용액에 대해, 실시예 1과 마찬가지로의 처리를 실시함으로써, 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄(즉, 폴리티올 성분 A1)을 주성분으로 하는 폴리티올 조성물 (A)를 7.01g(수율: 81.1%) 얻었다.
- [0774] [실시예 3]
- [0775] <티오우레탄 수지의 분해(식 (1)로 표시되는 분해제로서의 디메틸아민에 의한 가아민 분해)>
- [0776] 실시예 1에 있어서의 「25% 암모니아수(10.1g)(식 (1)로 표시되는 분해제로서의 암모니아 0.15mol 상당)」를, 「50% 디메틸아민 수용액 13.4g(식 (1)로 표시되는 분해제로서의 디메틸아민 0.15mol 상당)」로 변경한 것 이외에는 실시예 1과 마찬가지로의 조작을 행하였다.
- [0777] 본 실시예 3에서는, 분해 반응 종료 후, 분액 추출을 행함으로써, 폴리우레아 화합물 B3의 수용액을 얻고, 얻어진 수용액으로부터 물을 증류 제거함으로써, 폴리우레아 화합물 B3을 12.8g(수율: 95.0%) 얻었다. 상기 분액 추출에 의해, 유기상으로서, 폴리티올 조성물을 포함하는 톨루엔 용액을 얻었다.
- [0778] 여기서, 폴리우레아 화합물 B2, 및 폴리티올 조성물은, 모두 티오우레탄 수지 부스러기 R1의 가아민 분해에 의해 발생한 분해물이다.
- [0779] 상기 분액 추출의 과정에서, 식 (1)로 표시되는 분해제로서의 디메틸아민이 반응계로부터 제거되었다.
- [0780] [실시예 4]
- [0781] <티오우레탄 수지의 분해(식 (2)로 표시되는 분해제로서의 메탄올에 의한 가알코올 분해)>
- [0782] 산아이 가가쿠사제 100mL 내압 반응 용기에,
- [0783] 참고 제조예 2에서 얻어진 티오우레탄 수지 R1(18.0g)과,

- [0784] 식 (2)로 표시되는 분해제로서의 메탄올 31.8g(1.0mol)와,
- [0785] 제3급 아민(분해 보조제)으로서의 1,4-디아자비시클로-[2,2,2]-옥탄(1.1g; 0.010mol)
- [0786] 을 첨가하여 반응 용액을 얻고, 이어서 상기 반응 용기 내에, 질소 가스를 봉입하여 밀폐하였다.
- [0787] 다음에, 밀폐 하, 상기 반응 용기 내의 반응 용액을 150℃까지 가온하고, 대기압보다도 0.01MPa 이상 높은 압력 조건 하에서 9시간 교반함으로써, 티오우레탄 수지의 분해 반응을 실시하였다.
- [0788] 분해 반응 종료 후, 감압 여과에서, 반응 용액으로부터 불용물을 제거한 후, 여기에 2-옥탄올 30.0g를 첨가하고, 또한 35% 염산수 용액을 30.0g 첨가하여 산세정을 행하였다. 산세정 후의 반응 용액에 대해, 탈기수 30.0g를 첨가하는 물 세정을 2회 반복한 후, 32% 수산화나트륨 수용액 12.4g와 탈기수 20g를 순차 첨가함으로써, 유기상 및 수상을 얻었다.
- [0789] 유기상으로서, 폴리카르바메이트 화합물이 용해된 알코올 용액을 회수하고, 회수한 유기상으로부터, 가열 감압 하에서 용매를 증류 제거함으로써, 폴리카르바메이트 화합물 C1을 7.10g(수율: 56.6%) 얻었다.
- [0790] 한편, 수상으로서, 폴리티올의 알칼리 금속염을 포함하는 수용액을 얻었다.
- [0791] 상기 폴리티올의 알칼리 금속염이 포함되는 수용액을, 톨루엔 20.0g에 의해 2회 세정하였다. 다음에, 세정 후의 수용액에, 톨루엔을 40.0g 첨가한 후, 35% 염산수 용액을 30.0g 첨가하여 중화를 행하였다. 중화 후의 액체로부터 수상을 발출하고, 남은 유기상에 대해, 탈기수 30.0g를 첨가하여 분액 세정을 2회 실시함으로써, 폴리티올 조성물이 용해된 톨루엔 용액을 얻었다.
- [0792] 얻어진 톨루엔 용액으로부터, 가열 감압 하에서 톨루엔 및 미량의 수분을 제거한 후, 3.0 $\mu$ m의 PTFE 타입 멤브레인 필터로 감압 여과함으로써, 4-머캅토메틸-1,8-디머캅토-3,6-디티아옥탄(즉, 폴리티올 성분 A1)을 주성분으로 하는 폴리티올 조성물 (A)를 5.1g(수율: 59.0%) 얻었다.
- [0793] 실시예 4에서는, 상기 분해 반응 종료 후의 감압 여과의 과정에서, 식 (2)로 표시되는 분해제로서의 메탄올이 휘발되어, 반응계로부터 용이하게 제거되었다.
- [0794] <각 폴리티올 조성물 (A)의 측정>
- [0795] 실시예 1 내지 4에서 얻어진 폴리티올 조성물 (A)에 대해서, 이하의 측정을 행하였다.
- [0796] 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0797] (폴리티올 조성물 (A) 중의 폴리티올 성분 A1의 순도(%))
- [0798] 고속 액체 크로마토그래피를 사용하는 진술한 방법에 의해, 폴리티올 조성물 (A) 중의 폴리티올 성분 A1의 순도(%)를 측정하였다.
- [0799] (굴절률)
- [0800] 폴리티올 조성물 (A)의 굴절률을, 교토 덴시 고교사계 액체 굴절률계 RA600을 사용하여 측정하였다.
- [0801] (티올가)
- [0802] 폴리티올 조성물 (A)의 티올가를, 0.05M 요오드 수용액을 사용하여 산화 환원 적정을 행함으로써 구하였다.

**표 1**

		실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4
폴리티올 조성물 (A)	폴리티올 성분 A1의 순도 (%)	89.92	84.23	78.92	84.15
	굴절률	1.6314	1.6302	1.6297	1.6304
	티올가 [mmol/g]	11.24	11.01	10.77	10.98

[0803]

[0804] 표 1에 나타내는 바와 같이, 실시예 1 내지 4 중 어느 것에 있어서도, 티오우레탄 수지를 각종 분해제에 의해

분해함으로써, 폴리티올 성분 A1을 주성분으로서 포함하는 폴리티올 조성물 (A)가 얻어지는 것이 확인되었다.

- [0805] [실시예 6]
- [0806] <성형체의 제조>
- [0807] 한 쌍의 유리 몰드 사이의 두께를 9.0mm 내지 2.5mm로 변경한 것 이외에는 참고 제조예 1과 마찬가지로 하여(즉, 폴리티올 조성물 (A)로서, 참고 제조예 3에서 제조한 폴리티올 조성물 (A)를 사용하여), 티오우레탄 수지를 포함하는 성형체를 얻었다.
- [0808] 또한, 참고 제조예 3에서 제조한 폴리티올 조성물 (A)를, 실시예 1 내지 4에서 제조한 폴리티올 조성물 (A)로 변경한 것 이외에는 상기와 마찬가지로 하여, 티오우레탄 수지를 포함하는 성형체를 얻었다.
- [0809] <성형체의 평가>
- [0810] 상기의 각 성형체에 대해서, 이하의 평가를 실시하였다.
- [0811] 결과를 표 2에 나타낸다.
- [0812] (황색도(Yellow Index; YI), L\*, a\*, 및 b\*)
- [0813] 코니카 미놀타 가부시키키가이샤제 분광 측색계 CM-5를 사용하여, 성형체의 황색도(YI), L\*, a\*, 및 b\*를 측정하였다.
- [0814] (굴절률(ne) 및 아베수(ve))
- [0815] 시마즈 세이사쿠쇼사제 폴프리히 굴절계 KPR-30을 사용하여, 20℃에서 파장 546.1nm(수은 e선), 파장 480.0nm(Cd F'선), 및 파장 643.9nm(Cd C'선)의 각 파장에 있어서의 성형체의 굴절률(ne, nF', nC')을 각각 측정하였다. 이들의 측정 결과에 기초하여, 성형체의 굴절률(ne) 및 아베수(ve)를 각각 구하였다.
- [0816] (내열성)
- [0817] 시마즈 세이사쿠쇼사제 열 기계 분석 장치 TMA-60을 사용하여, TMA 페네이트레이션법(50g 하중, 핀 끝 0.5mmφ, 승온 속도 10℃/min)에 의해, 성형체의 유리 전이 온도(Tg) 측정하고, 내열성의 지표로 하였다.
- [0818] (비중 d)
- [0819] 20℃에서 아르키메데스법에 의해, 성형체의 비중 d를 측정하였다.

**표 2**

		성형체의 원료로서 사용한 폴리티올 조성물 (A)				
		참고 제조예 3	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4
성형체 평가 결과	황색도	0.65	0.72	0.88	1.45	0.75
	L*	95.46	95.46	95.44	95.21	95.44
	a*	-0.10	-0.13	-0.14	-0.21	-0.11
	b*	0.51	0.55	0.60	0.88	0.54
	Tg [°C]	89.2	88.3	87.3	84.5	85.3
	굴절률 ne	1.665	1.665	1.665	1.663	1.665
	아베수 ve	31	31	31	31	31
비중 d	1.36	1.36	1.36	1.35	1.36	

- [0820]
- [0821] 표 2에 나타내는 바와 같이, 실시예 1 내지 4에서 얻어진 폴리티올 조성물 (A)를 원료로서 사용한 경우에도, 참고 제조예 3에서 얻어진 폴리티올 조성물 (A)를 원료로서 사용한 경우와 마찬가지로, 광학 재료(예를 들어 안경 렌즈)로서 사용할 수 있는 성능을 갖는 성형체(즉, 수지의 성형체)를 제조할 수 있는 것이 확인되었다.
- [0822] [실시예 6X]
- [0823] 실시예 6X에서는 성형체의 제조를, 이하와 같이 변경한 것 이외에는 실시예 6과 마찬가지로의 조작을 행한바, 실

시에 6의 결과(표 2)와 마찬가지로의 결과가 얻어졌다.

- [0824] -실시에 6으로부터의 변경점-
- [0825] 실시예 6에서는 성형체의 제조에 있어서, m-크실틸렌디이소시아네이트(XDI)(52질량부)를 사용했지만, 실시예 6X에서는 XDI(52질량부)를 전술한 XDI 조성물로서의 XDI 조성물 X1(함유되는 XDI의 양이 52질량부가 되는 양)로 변경하였다.
- [0826] XDI 조성물 X1은 주성분인 XDI에 대해, 미량의 화합물 (N1), 미량의 화합물 (N2), 및 미량의 화합물 (N3)을 첨가하고, 이들을 혼합하여 제조하였다.
- [0827] XDI 조성물 X1에 있어서, 전술한 GC 조건 1 및 GC 조건 2의 각각에 의해, 가스 크로마토그래피 측정을 행한 결과,
- [0828] 화합물 (N1)의 피크 면적이, 크실틸렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여 0.20ppm 이상(구체적으로는 600ppm)이고,
- [0829] 화합물 (N2)의 피크 면적이, 크실틸렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여 0.05ppm 이상(구체적으로는 18ppm)이고,
- [0830] 화합물 (N3)의 피크 면적이, 크실틸렌디이소시아네이트의 피크 면적 1에 대하여 0.10ppm 이상(구체적으로는 100ppm)이었다.
- [0831] [실시에 7]
- [0832] <실시에 1에서 얻어진 폴리우레아 화합물 B1과 에틸렌디아민의 반응에 의한 폴리아민 화합물의 제조>
- [0833] 산아이 가가쿠사제 25mL 내압 반응 용기에,
- [0834] 실시예 1에서 얻은 폴리우레아 화합물 B1(2.0g; 9.0mmol)과,
- [0835] 식 (3)에서 표시되는 분해제로서의 에틸렌디아민(3.2g; 54mmol)
- [0836] 을 첨가하여 반응 용액을 얻고, 이어서 상기 반응 용기 내에, 질소 가스를 봉입하여 밀폐하였다.
- [0837] 다음에, 밀폐 하, 상기 반응 용기 내의 반응 용액을 145℃까지 가온하고, 대기압보다도 0.01MPa 이상 높은 압력 조건 하에서 3시간 교반함으로써, 반응을 실시하였다.
- [0838] 가스 크로마토그래피(GC)에 의해, 폴리우레아 화합물 B1과 에틸렌디아민의 상기 반응에 의해, 폴리아민 화합물인 크실틸렌디아민(XDA)이 생성된 것이 확인되었다.
- [0839] 반응 후의 반응 용액의 질량은 4.9g이며, GC의 결과로부터 구한 XDA의 농도는 18.6%이고, 생성 수율은 74.6%(티오우레탄 수치 R1로부터의 2단계 수율은 68.2%)였다.
- [0840] 또한, 반응 후의 반응 용액으로부터, 폴리우레아 화합물 B1의 분해에 의해 발생한 식 (1)로 표시되는 분해제(암모니아)가 휘발되어, 용이하게 제거되었다. 식 (3)으로 표시되는 분해제(에틸렌디아민)도, 증류에 의해, 반응 후의 반응 용액으로부터 용이하게 제거할 수 있다.
- [0841] [실시에 8]
- [0842] <실시에 2에서 얻어진 폴리우레아 화합물 B2와 에틸렌디아민의 반응에 의한 폴리아민 화합물의 제조>
- [0843] 폴리우레아 화합물 B1을, 실시예 2에서 얻은 폴리우레아 화합물 B2(2.0g; 8.0mmol)로 변경하고, 또한 에틸렌디아민의 양을 2.9g(48mmol)로 변경한 것 이외에는 실시예 7과 마찬가지로의 조작을 실시하였다.
- [0844] 가스 크로마토그래피(GC)에 의해, 폴리우레아 화합물 B2와 에틸렌디아민의 반응에 의해, 폴리아민 화합물인 크실틸렌디아민(XDA)이 생성된 것이 확인되었다.
- [0845] 반응 후의 반응 용액의 질량은 4.6g이며, GC의 결과로부터 구한 XDA의 농도는 18.2%이고, 생성 수율은 75.6%(티오우레탄 수치 R1로부터의 2단계 수율은 66.1%)였다.
- [0846] 또한, 반응 후의 반응 용액으로부터, 폴리우레아 화합물 B2의 분해에 의해 발생한 식 (1)로 표시되는 분해제(메틸아민)가 휘발되어, 용이하게 제거되었다. 식 (3)으로 표시되는 분해제(에틸렌디아민)도, 증류에 의해, 반응 후의 반응 용액으로부터 용이하게 제거할 수 있다.

- [0847] [실시예 9]
- [0848] <실시예 3에서 얻어진 폴리우레아 화합물 B3과 에틸렌디아민의 반응에 의한 폴리아민 화합물의 제조>
- [0849] 폴리우레아 화합물 B1을, 실시예 3에서 얻은 폴리우레아 화합물 B3(2.0g; 7.2mmol)으로 변경하고, 또한 에틸렌디아민의 양을 2.6g(43mmol)로 변경한 것 이외에는 실시예 7과 마찬가지로의 조작을 실시하였다.
- [0850] 가스 크로마토그래피(GC)에 의해, 폴리우레아 화합물 B3과 에틸렌디아민의 반응에 의해, 폴리아민 화합물인 크실틸렌디아민(XDA)이 생성된 것이 확인되었다.
- [0851] 반응 후의 반응 용액의 질량은 4.2g이며, GC의 결과로부터 구한 XDA의 농도는 19.3%이고, 생성 수율은 81.9%(티오우레탄 수지 R1로부터의 2단계 수율은 77.8%)였다.
- [0852] 또한, 반응 후의 반응 용액으로부터, 식 (3)으로 표시되는 분해제(에틸렌디아민), 및 폴리우레아 화합물 B3의 분해에 의해 발생한 식 (1)로 표시되는 분해제(디메틸아민)는 증류에 의해, 용이하게 제거할 수 있다.
- [0853] [실시예 10]
- [0854] <실시예 4에서 얻어진 폴리카르바메이트 화합물 C1을 사용한 폴리아민 화합물의 제조>
- [0855] 폴리우레아 화합물 B1을, 실시예 4에서 얻은 폴리카르바메이트 C1(2.0g; 79mmol)로 변경하고, 또한 에틸렌디아민의 양을 2.9g(48mmol)로 변경한 것 이외에는 실시예 7과 마찬가지로의 조작을 실시하였다.
- [0856] 가스 크로마토그래피(GC)에 의해, 폴리카르바메이트 C1과 에틸렌디아민의 반응에 의해, 폴리아민 화합물인 크실틸렌디아민(XDA)이 생성된 것이 확인되었다.
- [0857] 반응 후의 반응 용액의 질량은 4.9g이며, GC의 결과로부터 구한 XDA의 농도는 15.6%이고, 생성 수율은 70.4%(티오우레탄 수지 R1로부터의 2단계 수율은 39.8%)였다.
- [0858] 또한, 반응 후의 반응 용액으로부터, 식 (3)으로 표시되는 분해제(에틸렌디아민), 및 폴리카르바메이트 C1의 분해에 의해 발생한 식 (2)로 표시되는 분해제(메탄올)를, 증류에 의해 용이하게 제거할 수 있다.
- [0859] [실시예 11]
- [0860] <실시예 1에서 얻어진 폴리우레아 화합물 B1과 N,N'-디메틸에틸렌디아민의 반응에 의한 폴리아민 화합물의 제조>
- [0861] 식 (3)으로 표시되는 분해제로서의 에틸렌디아민 3.2g(54mmol)를, 식 (3)으로 표시되는 분해제로서의 N,N'-디메틸에틸렌디아민 4.8g(54mmol)로 변경한 것 이외에는 실시예 7과 마찬가지로의 조작을 실시하였다.
- [0862] 가스 크로마토그래피(GC)에 의해, 폴리우레아 화합물 B1과 N,N'-디메틸에틸렌디아민의 반응에 의해, 폴리아민 화합물인 크실틸렌디아민(XDA)이 생성된 것이 확인되었다.
- [0863] 반응 후의 반응 용액의 질량은 6.7g이며, GC의 결과로부터 구한 XDA의 농도는 15.8%이고, 생성 수율은 85.5%(티오우레탄 수지 R1로부터의 2단계 수율은 78.1%)였다.
- [0864] 또한, 반응 후의 반응 용액으로부터, 폴리우레아 화합물 B1의 분해에 의해 발생한 식 (1)로 표시되는 분해제(암모니아)가 휘발되어, 용이하게 제거되었다. 식 (3)으로 표시되는 분해제(N,N'-디메틸에틸렌디아민)도, 증류에 의해, 반응 후의 반응 용액으로부터 용이하게 제거할 수 있다.
- [0865] [실시예 12]
- [0866] <실시예 1에서 얻어진 폴리우레아 화합물 B1과 2-아미노에탄올의 반응에 의한 폴리아민 화합물의 제조>
- [0867] 식 (3)으로 표시되는 분해제로서의 에틸렌디아민 3.2g(54mmol)를, 식 (3)으로 표시되는 분해제로서의 2-아미노에탄올 5.0g(90mmol)로 변경하고, 반응 온도를 145℃ 내지 180℃로 변경하고, 반응 시간을 3시간 내지 6시간으로 변경한 것 이외에는 실시예 7과 마찬가지로의 조작을 실시하였다.
- [0868] 가스 크로마토그래피(GC)에 의해, 폴리우레아 화합물 B1과 2-아미노에탄올의 반응에 의해, 폴리아민 화합물인 크실틸렌디아민(XDA)이 생성된 것이 확인되었다.
- [0869] 반응 후의 반응 용액의 질량은 6.7g이며, GC의 결과로부터 구한 XDA의 농도는 10.2%이고, 생성 수율은 55.7%(티오우레탄 수지 R1로부터의 2단계 수율은 50.9%)였다.

- [0870] 또한, 반응 후의 반응 용액으로부터, 폴리우레아 화합물 B1의 분해에 의해 발생한 식 (1)로 표시되는 분해제(암모니아)가 휘발되어, 용이하게 제거되었다. 식 (3)으로 표시되는 분해제(2-아미노에탄올)도, 증류에 의해, 반응 후의 반응 용액으로부터 용이하게 제거할 수 있다.
- [0871] [실시예 13]
- [0872] <실시예 1에서 얻어진 폴리우레아 화합물 B1과 에틸렌글리콜의 반응에 의한 폴리아민 화합물의 제조>
- [0873] 식 (3)으로 표시되는 분해제로서의 에틸렌디아민 3.2g(54mmol)을, 에틸렌글리콜 5.6g(90mmol)으로 변경한 것 이외에는 실시예 12와 마찬가지로의 조작을 실시하였다.
- [0874] 가스 크로마토그래피(GC)에 의해, 폴리우레아 화합물 B1과 에틸렌글리콜의 반응에 의해, 폴리아민 화합물인 크실틸렌디아민(XDA)이 생성된 것이 확인되었다.
- [0875] 반응 후의 반응 용액의 질량은 6.9g이며, GC의 결과로부터 구한 XDA의 농도는 7.1%이고, 생성 수율은 40.6% (티오우레탄 수지 R1로부터의 2단계 수율은 37.1%)였다.
- [0876] 또한, 반응 후의 반응 용액으로부터, 폴리우레아 화합물 B1의 분해에 의해 발생한 식 (1)로 표시되는 분해제(암모니아)가 휘발되어, 용이하게 제거되었다. 식 (3)으로 표시되는 분해제(에틸렌글리콜)도, 증류에 의해, 반응 후의 반응 용액으로부터 용이하게 제거할 수 있다.
- [0877] 이상에서 설명한 바와 같이, 실시예 7 내지 13에서는 티오우레탄 수지의 분해에 의해 발생한 폴리우레아 화합물 또는 폴리카르바메이트 화합물을 원료로서, 폴리아민 화합물을 제조할 수 있었다.
- [0878] 제조된 폴리아민 화합물 및 이들 폴리아민 화합물의 질산염 중 적어도 한쪽과, 이염화카르보닐을 반응시킴으로써, 폴리이소시아네이트 화합물을 제조할 수 있다.
- [0879] 얻어진 폴리이소시아네이트 화합물과 활성 수소 화합물을 혼합함으로써, 중합성 조성물을 제조할 수 있다.
- [0880] 얻어진 중합성 조성물은 티오우레탄 수지 또는 우레탄 수지의 제조에 사용할 수 있다.
- [0881] 2022년 8월 29일에 출원된 일본 특허 출원 제2022-135892의 개시는, 그 전체가 참조에 의해 본 명세서에 도입된다.
- [0882] 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.