(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 120019099 A
(43)申请公布日 2025.05.16

(21)申请号 202380071349.1
(22)申请日 2023.10.16
(30)优先权数据
2022-165813 2022.10.14 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2025.04.07
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2023/037453 2023.10.16
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2024/080384 JA 2024.04.18
(71)申请人 三井化学株式会社
地址 日本东京都
(72)发明人 中野将太郎 村上正和
(74)专利代理机构 北京市金杜律师事务所 11256
专利代理师 杨宏军 焦成美
(51)Int.Cl.
C08G 18/38(2006.01)
G02B 1/04(2006.01)

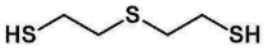
权利要求书2页 说明书17页

(54)发明名称

多硫醇组合物、聚合性组合物、树脂、成型体、光学材料及透镜

(57)摘要

多硫醇组合物,其包含多硫醇化合物(A)、和式(1)表示的化合物,所述多硫醇化合物(A)为4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷,在高效液相色谱测定中,前述式(1)表示的化合物的峰面积相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为11.00以下。



(1)

CN 120019099 A

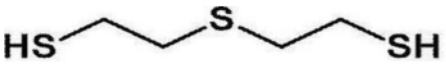
1.多硫醇组合物,其包含:

多硫醇化合物(A),所述多硫醇化合物(A)为4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷;和

下述式(1)表示的化合物,

在高效液相色谱测定中,所述式(1)表示的化合物的峰面积相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为11.00以下,

[化学式1]



(1)。

2.如权利要求1所述的多硫醇组合物,其中,在高效液相色谱测定中,所述式(1)表示的化合物的峰面积相对于所述多硫醇化合物(A)的峰面积100而言为13.00以下。

3.如权利要求2所述的多硫醇组合物,其中,所述式(1)表示的化合物的峰面积相对于所述多硫醇化合物(A)的峰面积100而言为8.00以下。

4.如权利要求1所述的多硫醇组合物,其还包含多硫醇化合物(B),所述多硫醇化合物(B)包含选自由4,8-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、4,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、及5,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷组成的组中的至少1种。

5.如权利要求4所述的多硫醇组合物,其中,在高效液相色谱测定中,所述多硫醇化合物(B)的峰面积相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为3.10以下。

6.聚合性组合物,其包含:

权利要求1～权利要求5中任一项所述的多硫醇组合物、和

多异(硫)氰酸酯化合物。

7.如权利要求6所述的聚合性组合物,其中,所述多异(硫)氰酸酯化合物包含选自由五亚甲基二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯、苯二甲撑二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、双(异氰酸酯基甲基)环己烷、双(异氰酸酯基环己基)甲烷、2,5-双(异氰酸酯基甲基)双环-[2.2.1]-庚烷、2,6-双(异氰酸酯基甲基)双环-[2.2.1]-庚烷、甲苯二异氰酸酯、4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯及苯二异氰酸酯组成的组中的至少1种。

8.如权利要求6所述的聚合性组合物,其包含多异(硫)氰酸酯组合物,所述多异(硫)氰酸酯组合物包含所述多异(硫)氰酸酯化合物,

所述多异(硫)氰酸酯组合物包含:

苯二甲撑二异氰酸酯、和

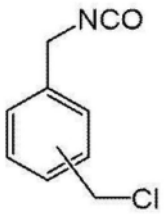
选自由下述化合物(N1)、下述化合物(N2)、及下述化合物(N3)组成的组中的至少1种,

在所述多异(硫)氰酸酯组合物包含所述化合物(N1)的情况下,气相色谱测定中的所述化合物(N1)的峰面积相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积100而言为0.20ppm以上,

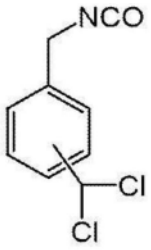
在所述多异(硫)氰酸酯组合物包含所述化合物(N2)的情况下,气相色谱测定中的所述化合物(N2)的峰面积相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积100而言为0.05ppm以上,

在所述多异(硫)氰酸酯组合物包含所述化合物(N3)的情况下,气相色谱测定中的所述化合物(N3)的峰面积相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积100而言为0.10ppm以上,

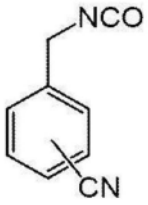
[化学式2]



(N1)



(N2)



(N3)

。

9.树脂,其包含权利要求6所述的聚合性组合物的固化物。

10.成型体,其包含权利要求9所述的树脂。

11.光学材料,其包含权利要求9所述的树脂。

12.透镜,其包含权利要求9所述的树脂。

多硫醇组合物、聚合性组合物、树脂、成型体、光学材料及透镜

技术领域

[0001] 本公开文本涉及多硫醇组合物、聚合性组合物、树脂、成型体、光学材料及透镜。

背景技术

[0002] 塑料透镜与无机透镜相比轻质且不易破裂,可进行染色,因此,近年来,作为眼镜透镜、照相机透镜等光学元件迅速普及起来。

[0003] 对于塑料透镜用树脂,要求进一步的高性能化,要求高折射率化、高阿贝数化、低比重化、高耐热性化等。此前也已开发并使用了各种透镜用树脂原材料。

[0004] 例如,专利文献1中记载了由特定的结构式表示的巯基化合物。

[0005] 例如,专利文献2中记载了多硫醇化合物的制造方法,其包括下述工序:使2-巯基乙醇与特定的式(1)表示的表卤醇化合物在10~50℃的温度下反应,得到特定的式(2)表示的多元醇化合物的工序;使得到的式(2)表示的多元醇化合物与硫脲在氯化氢的存在下反应,得到异硫脲鎓盐的工序;一边将包含得到的异硫脲鎓盐的反应液维持为15~60℃的温度,一边在80分钟以内向该反应液中加入氨水,将该异硫脲鎓盐水解,得到特定的式(5)表示的多硫醇化合物的工序;以及,向包含得到的多硫醇化合物的溶液中加入25~36%浓度的盐酸,于10~50℃的温度进行清洗,对多硫醇化合物进行纯化的工序。

[0006] 专利文献1:日本特开平2-270859号公报

[0007] 专利文献2:国际公开第2014-027427号

发明内容

[0008] 发明所要解决的课题

[0009] 作为使包含多硫醇化合物的聚合性组合物固化而得到的树脂,有时要求降低黄色度及失透度。

[0010] 实际上,在很多情况下,包含多硫醇化合物的聚合性组合物包含除多硫醇化合物以外的其他化合物。

[0011] 本申请的发明人发现,聚合性组合物包含除多硫醇化合物以外的其他化合物的情况下,有在得到的树脂中容易损害黄色度及失透度的倾向。

[0012] 针对上述的倾向,进行了各种研究,结果发现,有时难以得到黄色度及失透度被降低的树脂。

[0013] 作为使用多硫醇组合物得到的树脂,可举出例如硫氨酯树脂。

[0014] 硫氨酯树脂通常以多硫醇组合物及多异氰酸酯化合物作为原料来制造。

[0015] 对于硫氨酯树脂,有时要求进一步提高耐热性。

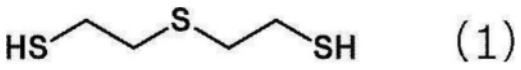
[0016] 本公开文本的一个实施方式所要解决的课题在于提供能够制造黄色度及失透度被降低并且耐热性优异的树脂的多硫醇组合物及其应用。

[0017] 用于解决课题的手段

[0018] 用于解决上述课题的手段包括以下的实施方式。

[0019] <1>多硫醇组合物,其包含多硫醇化合物(A)、和下述式(1)表示的化合物,所述多硫醇化合物(A)为4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷,在高效液相色谱测定中,前述式(1)表示的化合物的峰面积相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为11.00以下。

[0020] [化学式1]

[0021] 

(1)

[0022] <2>如<1>所述的多硫醇组合物,其中,在高效液相色谱测定中,前述式(1)表示的化合物的峰面积相对于前述多硫醇化合物(A)的峰面积100而言为13.00以下。

[0023] <3>如<2>所述的多硫醇组合物,其中,前述式(1)表示的化合物的峰面积相对于前述多硫醇化合物(A)的峰面积100而言为8.00以下。

[0024] <4>如<1>~<3>中任一项所述的多硫醇组合物,其还包含多硫醇化合物(B),所述多硫醇化合物(B)包含选自由4,8-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、4,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、及5,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷组成的组中的至少1种。

[0025] <5>如<4>所述的多硫醇组合物,其中,在高效液相色谱测定中,前述多硫醇化合物(B)的峰面积相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为3.10以下。

[0026] <6>聚合性组合物,其包含<1>~<5>中任一项所述的多硫醇组合物、和多异(硫)氰酸酯化合物。

[0027] <7>如<5 6>所述的聚合性组合物,其中,前述多异(硫)氰酸酯化合物包含选自由五亚甲基二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯、苯二甲撑二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、双(异氰酸酯基甲基)环己烷、双(异氰酸酯基环己基)甲烷、2,5-双(异氰酸酯基甲基)双环-[2.2.1]-庚烷、2,6-双(异氰酸酯基甲基)双环-[2.2.1]-庚烷、甲苯二异氰酸酯、4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯及苯二异氰酸酯组成的组中的至少1种。

[0028] <8>如<6>所述的聚合性组合物,其包含多异(硫)氰酸酯组合物,所述多异(硫)氰酸酯组合物包含前述多异(硫)氰酸酯化合物,

[0029] 前述多异(硫)氰酸酯组合物包含:

[0030] 苯二甲撑二异氰酸酯、和

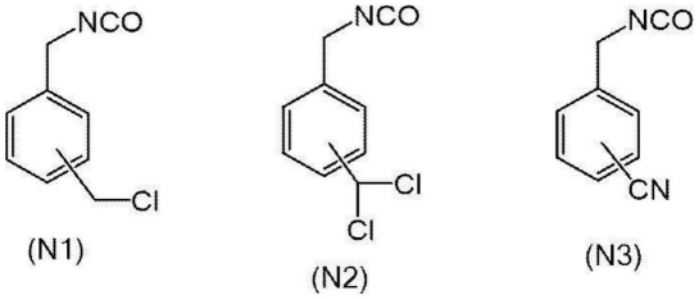
[0031] 选自由下述化合物(N1)、下述化合物(N2)、及下述化合物(N3)组成的组中的至少1种,

[0032] 在前述多异(硫)氰酸酯组合物包含前述化合物(N1)的情况下,气相色谱测定中的前述化合物(N1)的峰面积相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积100而言为0.20ppm以上,

[0033] 在前述多异(硫)氰酸酯组合物包含前述化合物(N2)的情况下,气相色谱测定中的前述化合物(N2)的峰面积相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积100而言为0.05ppm以上,

[0034] 在前述多异(硫)氰酸酯组合物包含前述化合物(N3)的情况下,气相色谱测定中的前述化合物(N3)的峰面积相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积100而言为0.10ppm以上。

[0035] [化学式2]

[0036] 

[0037] <9>树脂,其包含<6>~<8>中任一项所述的聚合性组合物的固化物。

[0038] <10>成型体,其包含<9>所述的树脂。

[0039] <11>光学材料,其包含<9>所述的树脂。

[0040] <12>透镜,其包含<9>所述的树脂。

[0041] 发明效果

[0042] 根据本公开文本的一个实施方式,可以提供能够制造黄色度及失透度被降低并且耐热性优异的树脂的多硫醇组合物及其应用。

具体实施方式

[0043] 本公开文本中,使用“~”示出的数值范围表示将“~”的前后所记载的数值分别作为最小值及最大值包含在内的范围。

[0044] 本公开文本中阶段性地记载的数值范围中,某个数值范围中记载的上限值或下限值可以替换为其他阶段性的记载的数值范围的上限值或下限值,另外,也可以替换为实施例中示出的值。

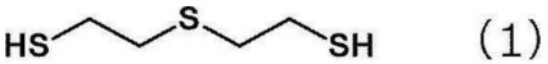
[0045] 本公开文本中,对于材料中的各成分的量而言,在存在多种属于材料中的各成分的物质的情况下,只要没有特别说明,是指存在于材料中的多种物质的合计量。

[0046] 本公开文本中,所谓“异(硫)氰酸酯”,是指异氰酸酯或异硫氰酸酯。

[0047] 《多硫醇组合物》

[0048] 本公开文本的多硫醇组合物包含多硫醇化合物(A)、和下述式(1)表示的化合物,所述多硫醇化合物(A)为4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷,在高效液相色谱测定中,前述式(1)表示的化合物的峰面积相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为11.00以下。

[0049] [化学式3]

[0050] 

(1)

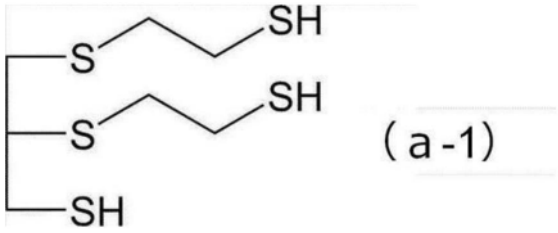
[0051] 由于本公开文本的多硫醇组合物包含上述构成,因此能够制造黄色度及失透度被降低并且耐热性优异的树脂。

[0052] <多硫醇化合物(A)>

[0053] 本公开文本的多硫醇组合物包含多硫醇化合物(A),所述多硫醇化合物(A)为4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷。

[0054] 4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷为下述式(a-1)表示的化合物。

[0055] [化学式4]

[0056] 

(a-1)

[0057] 多硫醇化合物(A)的制造方法没有特别限定,可以通过已知的方法来制造。例如,多硫醇化合物(A)可以通过国际公开第2014/027427号中记载的方法来制造。另外,多硫醇化合物(A)优选为在例如使2-巯基乙醇与表卤醇化合物反应时使用包含选自由氢氧化钠、氢氧化钾等金属氢氧化物、及碳酸钠、碳酸钾等金属碳酸盐组成的组中的至少一种的催化剂而得到的化合物。

[0058] 对于本公开文本的多硫醇组合物而言,优选的是,高效液相色谱测定中的前述多硫醇化合物(A)的峰面积相对于前述多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为80.00以上。

[0059] 通过使上述多硫醇化合物(A)的峰面积为80.00以上,从而硫氨酯树脂的形成性优异。

[0060] 从上述的观点考虑,上述多硫醇化合物(A)的峰面积优选相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为81.00以上,更优选为82.00以上,进一步优选为86.50以上。

[0061] 所谓“相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言的、多硫醇化合物(A)的峰面积”,是指将多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积设为100的情况下的、多硫醇化合物(A)的峰面积的相对值。

[0062] 在高效液相色谱测定中,从制造耐热性优异的硫氨酯树脂的观点考虑,上述多硫醇化合物(A)的峰面积优选相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言小于100,更优选为99.50以下,进一步优选为95.00以下,特别优选为89.50以下。

[0063] <多硫醇化合物(A)的峰面积的测定>

[0064] 多硫醇化合物(A)的峰面积可通过基于以下的条件进行高效液相色谱(HPLC)测定而求出。

[0065] 可以将在保留时间11.0分钟~13.5分钟处出现的峰面积判断为多硫醇化合物(A)的峰面积,算出相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言的比例。

[0066] (HPLC的条件)

[0067] 柱:YMC-Pack ODS-A A-312(S5Φ6mm×150mm)

[0068] 流动相:乙腈/0.01mol/L-磷酸二氢钾水溶液=60/40(vol/vol)

[0069] 柱温:40℃

[0070] 流量:1.0ml/min

[0071] 检测器:UV检测器,波长230nm

[0072] 测定溶液的制备:在乙腈10ml中将多硫醇组合物160mg溶解混合。

[0073] 注入量:2μL

[0074] <式(1)表示的化合物>

[0075] 本公开文本的多硫醇组合物包含下述式(1)表示的化合物。

[0076] [化学式5]

[0077] 

[0078] 对于本公开文本的多硫醇组合物而言,在高效液相色谱测定中,前述式(1)表示的化合物的峰面积相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为11.00以下。

[0079] 通过使上述式(1)表示的化合物的峰面积为11.00以下,从而能够制造黄色度及失透度被降低并且耐热性优异的树脂。

[0080] 从上述的观点考虑,上述式(1)表示的化合物的峰面积优选相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为8.50以下,更优选为6.00以下,进一步优选为4.00以下。

[0081] 在高效液相色谱测定中,从减轻将式(1)表示的化合物从多硫醇组合物中纯化除去的作业的负荷的观点考虑,前述式(1)表示的化合物的峰面积优选相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言大于0,更优选为0.01以上,进一步优选为0.10以上,特别优选为0.27以上。

[0082] 对于本公开文本的多硫醇组合物而言,在高效液相色谱测定中,前述式(1)表示的化合物的峰面积相对于多硫醇化合物(A)的峰面积100而言为13.00以下。

[0083] 通过使上述式(1)表示的化合物的峰面积为13.00以下,从而能够制造黄色度及失透度被降低并且耐热性优异的树脂。

[0084] 从上述的观点考虑,上述式(1)表示的化合物的峰面积优选相对于多硫醇化合物(A)的峰面积100而言为12.00以下,更优选为8.00以下,进一步优选为4.50以下。

[0085] 在高效液相色谱测定中,从减轻将式(1)表示的化合物从多硫醇组合物中纯化除去的作业的负荷的观点考虑,前述式(1)表示的化合物的峰面积优选相对于多硫醇化合物(A)的峰面积100而言大于0,更优选为0.01以上,进一步优选为0.10以上,特别优选为0.30以上。

[0086] <式(1)表示的化合物的峰面积的测定>

[0087] 式(1)表示的化合物的峰面积可通过基于以下的条件进行高效液相色谱(HPLC)测定而求出。

[0088] 可以将在保留时间6.2分钟~7.0分钟处出现的峰面积判断为式(1)表示的化合物的峰面积,算出相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100及多硫醇化合物(A)的峰面积100而言的比例。

[0089] (HPLC的条件)

[0090] 柱:YMC-Pack ODS-A A-312(S5Φ6mm×150mm)

[0091] 流动相:乙腈/0.01mol/L-磷酸二氢钾水溶液=60/40(vol/vol)

[0092] 柱温:40℃

[0093] 流量:1.0ml/min

[0094] 检测器:UV检测器,波长230nm

[0095] 测定溶液的制备:在乙腈10ml中将多硫醇组合物160mg溶解混合。

[0096] 注入量:2μL

[0097] <除多硫醇化合物(A)及式(1)表示的化合物以外的化合物>

[0098] 本公开文本的多硫醇组合物可以包含除多硫醇化合物(A)及式(1)表示的化合物以外的化合物。

[0099] 例如,本公开文本的多硫醇组合物可以包含除多硫醇化合物(A)及式(1)表示的化合物以外的多硫醇化合物(以下,也称为“其他多硫醇化合物”)等。

[0100] 作为其他多硫醇化合物,可举出例如甲二硫醇、1,2-乙二硫醇、1,2,3-丙三硫醇、季戊四醇四(2-巯基乙酸酯)、季戊四醇四(3-巯基丙酸酯)、四(巯基甲基硫基甲基)甲烷、四(2-巯基乙基硫基甲基)甲烷、四(3-巯基丙基硫基甲基)甲烷、双(2-巯基乙基)硫醚、双(2,3-二巯基丙基)硫醚、4,8-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、4,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、5,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、2,5-二巯基甲基-1,4-二硫杂环己烷、2,5-二巯基-1,4-二硫杂环己烷、2,5-二巯基甲基-2,5-二甲基-1,4-二硫杂环己烷、1,1,3,3-四(巯基甲基硫基)丙烷、1,1,2,2-四(巯基甲基硫基)乙烷、4,6-双(巯基甲基硫基)-1,3-二硫杂环己烷等。

[0101] (多硫醇化合物(B))

[0102] 本公开文本的多硫醇组合物优选包含多硫醇化合物(B),所述多硫醇化合物(B)包含选自由4,8-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、4,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、及5,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷组成的组中的至少1种。

[0103] 在高效液相色谱测定中,前述多硫醇化合物(B)的峰面积优选相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为3.10以下。

[0104] 另外,多硫醇化合物(B)的峰面积更优选相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为3.05以下。

[0105] 在高效液相色谱测定中,前述多硫醇化合物(B)的峰面积可以相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言大于0,也可以为0.10以上,也可以为0.20以上。

[0106] <多硫醇化合物(B)的峰面积的测定>

[0107] 相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言的多硫醇化合物(B)的峰面积可通过基于以下的条件进行高效液相色谱(HPLC)测定而求出。

[0108] 可以将在保留时间21.0分钟~24.0分钟处出现的峰面积判断为多硫醇化合物(B)的峰面积,算出相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言的比例。

[0109] (HPLC的条件)

[0110] 柱:YMC-Pack ODS-A A-312(S5Φ6mm×150mm)

[0111] 流动相:乙腈/0.01mol/L-磷酸二氢钾水溶液=60/40(vol/vol)

[0112] 柱温:40℃

[0113] 流量:1.0ml/min

[0114] 检测器:UV检测器,波长230nm

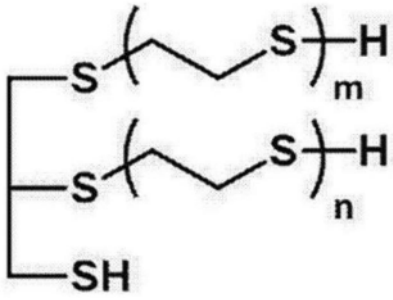
[0115] 测定溶液的制备:在乙腈10ml中将多硫醇组合物160mg溶解混合。

[0116] 注入量:2μL

[0117] (式(X1)表示的化合物)

[0118] 作为本公开文本的多硫醇组合物中可包含的、除多硫醇化合物(A)及式(1)表示的化合物以外的化合物,还可举出下述式(X1)表示的化合物。

[0119] [化学式6]

[0120] 

(X1)

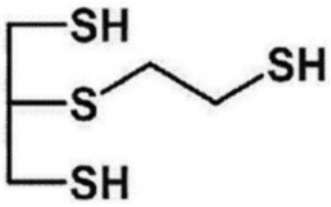
[0121] 式(X1)中,m及n各自独立地表示0或1,并且m+n＝1。

[0122] 式(X1)表示的化合物的结构与本公开文本中的多硫醇化合物(A)(即,4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷;即,式(a-1)表示的化合物)的结构类似。

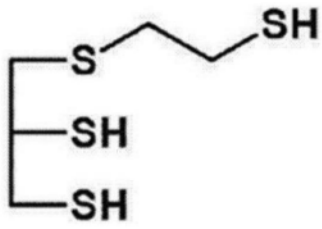
[0123] 式(X1)表示的化合物的结构在m及n各自独立地表示0或1并且m+n＝1这一点上与m及n均为1(即,m+n＝2)的式(a-1)表示的化合物的结构不同。

[0124] 作为式(X1)表示的化合物,可举出式(X1a)表示的化合物及式(X1b)表示的化合物。

[0125] [化学式7]

[0126] 

(X1a)



(X1b)

[0127] 另外,本公开文本的多硫醇组合物可以包含多种式(X1)表示的化合物。例如,就本公开文本的多硫醇组合物而言,也可以是作为式(X1)表示的化合物的式(X1a)表示的化合物及式(X1b)表示的化合物的混合物。

[0128] 式(X1)表示的化合物可以为式(X1a)表示的化合物、式(X1b)表示的化合物、或者式(X1a)表示的化合物及式(X1b)表示的化合物的混合物。

[0129] 在式(X1)表示的化合物包含式(X1a)表示的化合物及式(X1b)表示的化合物的情况下,相对于式(X1a)表示的化合物及式(X1b)表示的化合物的总含量而言,式(X1a)表示的化合物的含量优选为80质量%以上,更优选为90质量%以上,进一步优选为95质量%以上。

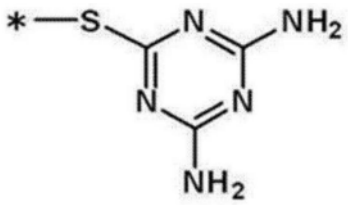
[0130] (化合物(XB))

[0131] 作为除多硫醇化合物(A)及化合物(B1)以外的化合物,还可举出下述化合物(XB)。

[0132] 关于化合物(XB),还可举出将包含3个以上巯基的多硫醇化合物(以下,也称为“多硫醇化合物(XA)”)中的3个以上巯基中的至少1个替换成下述式(XB-1)表示的基团而得到的化合物。

[0133] 此处,在包含3个以上巯基的多硫醇化合物(即,多硫醇化合物(XA))的范围中,也包括本公开文本中的多硫醇化合物(A)(即,4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷;即,式(a-1)表示的化合物)。

[0134] [化学式8]

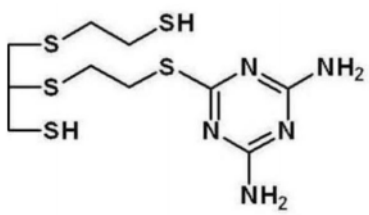
[0135] 

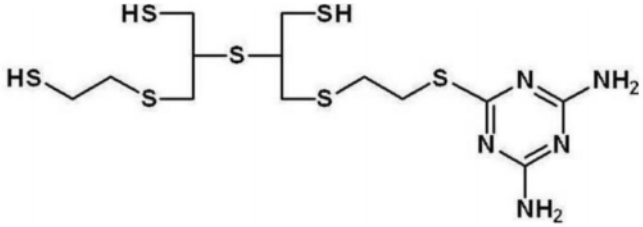
(XB-1)

[0136] 式(XB-1)中,*表示键合位置。

[0137] 以下示出化合物(XB)的例子,但化合物(XB)不限定于以下的例子。

[0138] [化学式9]

[0139] 



[0140] 在本公开文本的多硫醇组合物包含式(X1)表示的化合物和化合物(XB)的情况下,关于它们的比(式(X1)表示的化合物/化合物(XB)),从降低所得到的树脂的黄色度及失透度的观点、以及使本公开文本的聚合性组合物的适用期保持良好的观点考虑,优选为1~30,更优选为3~24,进一步优选为5~18。

[0141] 《聚合性组合物》

[0142] 本公开文本的聚合性组合物包含本公开文本的多硫醇组合物、和多异(硫)氰酸酯化合物。

[0143] (多异(硫)氰酸酯化合物)

[0144] 作为多异(硫)氰酸酯化合物,只要能够发挥本公开文本的效果,就没有特别限定,可以使用以往已知的化合物。只要是在一分子中具有至少2个以上的异(硫)氰酸酯基的化合物,就没有特别限定,具体而言,可举出例如:

[0145] 四亚甲基二异氰酸酯、五亚甲基二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯、七亚甲基二异氰酸酯、八亚甲基二异氰酸酯、2,2,4-三甲基六亚甲基二异氰酸酯、2,4,4-三甲基六亚甲基二异氰酸酯、赖氨酸甲酯二异氰酸酯、赖氨酸三异氰酸酯、苯二甲撑二异氰酸酯等脂肪族多异氰酸酯化合物;

[0146] 异佛尔酮二异氰酸酯、双(异氰酸酯基甲基)环己烷、双(异氰酸酯基环己基)甲烷、二环己基二甲基甲烷二异氰酸酯、2,5-双(异氰酸酯基甲基)双环-[2.2.1]-庚烷、2,6-双(异氰酸酯基甲基)双环-[2.2.1]-庚烷、3,8-双(异氰酸酯基甲基)三环癸烷、3,9-双(异氰酸酯基甲基)三环癸烷、4,8-双(异氰酸酯基甲基)三环癸烷、4,9-双(异氰酸酯基甲基)三环癸烷等脂环族多异氰酸酯化合物;

[0147] 甲苯二异氰酸酯、4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯、二苯基硫醚-4,4'-二异氰酸酯、苯二异氰酸酯等芳香族多异氰酸酯化合物;

[0148] 2,5-二异氰酸酯基噻吩、2,5-双(异氰酸酯基甲基)噻吩、2,5-二异氰酸酯基四氢噻吩、2,5-双(异氰酸酯基甲基)四氢噻吩、3,4-双(异氰酸酯基甲基)四氢噻吩、2,5-二异氰酸酯基-1,4-二硫杂环己烷、2,5-双(异氰酸酯基甲基)-1,4-二硫杂环己烷、4,5-二异氰酸酯基-1,3-二硫杂环戊烷、4,5-双(异氰酸酯基甲基)-1,3-二硫杂环戊烷等杂环多异氰酸酯

化合物；

[0149] 六亚甲基二异硫氰酸酯、赖氨酸甲酯二异硫氰酸酯、赖氨酸三异硫氰酸酯、苯二甲撑二异硫氰酸酯等脂肪族多异硫氰酸酯化合物；

[0150] 异佛尔酮二异硫氰酸酯、双(异硫氰酸酯基甲基)环己烷、双(异硫氰酸酯基环己基)甲烷、环己烷二异硫氰酸酯、甲基环己烷二异硫氰酸酯、2,5-双(异硫氰酸酯基甲基)双环-[2.2.1]-庚烷、2,6-双(异硫氰酸酯基甲基)双环-[2.2.1]-庚烷、3,8-双(异硫氰酸酯基甲基)三环癸烷、3,9-双(异硫氰酸酯基甲基)三环癸烷、4,8-双(异硫氰酸酯基甲基)三环癸烷、4,9-双(异硫氰酸酯基甲基)三环癸烷等脂环族多异硫氰酸酯化合物；

[0151] 甲苯二异硫氰酸酯、4,4’-二苯基甲烷二异硫氰酸酯、二苯基硫醚-4,4’-二异硫氰酸酯等芳香族多异硫氰酸酯化合物；

[0152] 2,5-二异硫氰酸酯基噻吩、2,5-双(异硫氰酸酯基甲基)噻吩、2,5-异硫氰酸酯基四氢噻吩、2,5-双(异硫氰酸酯基甲基)四氢噻吩、3,4-双(异硫氰酸酯基甲基)四氢噻吩、2,5-二异硫氰酸酯基-1,4-二硫杂环己烷、2,5-双(异硫氰酸酯基甲基)-1,4-二硫杂环己烷、4,5-二异硫氰酸酯基-1,3-二硫杂环戊烷、4,5-双(异硫氰酸酯基甲基)-1,3-二硫杂环戊烷等含硫杂环多异硫氰酸酯化合物等。

[0153] 多异(硫)氰酸酯化合物可以包含选自它们中的至少1种。

[0154] 另外,作为多异(硫)氰酸酯化合物,也可以使用它们的氯取代物、溴取代物等卤素取代物、烷基取代物、烷氧基取代物、硝基取代物、与多元醇的预聚物型改性物、碳二亚胺改性物、脲改性物、缩二脲改性物、二聚体化或三聚体化反应产物等。

[0155] 作为多异(硫)氰酸酯化合物,优选为多异氰酸酯化合物,优选包含选自由五亚甲基二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯、苯二甲撑二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、双(异氰酸酯基甲基)环己烷、双(异氰酸酯基环己基)甲烷、2,5-双(异氰酸酯基甲基)双环-[2.2.1]-庚烷、2,6-双(异氰酸酯基甲基)双环-[2.2.1]-庚烷、甲苯二异氰酸酯、4,4’-二苯基甲烷二异氰酸酯及苯二异氰酸酯组成的组中的至少1种。

[0156] 多硫醇组合物与多异(硫)氰酸酯化合物的混合比例没有特别限定,例如,多硫醇组合物中包含的多硫醇化合物的巯基与多异(硫)氰酸酯化合物的异(硫)氰酸酯基的摩尔比(巯基/异(硫)氰酸酯基)优选为0.5～3.0,更优选为0.6～2.0,进一步优选为0.8～1.3。若混合比例在上述范围内,则存在能够以良好的均衡性满足作为塑料透镜等所要求的折射率、耐热性等各种性能的倾向。

[0157] 本公开文本的聚合性组合物可以包含多异(硫)氰酸酯组合物,所述多异(硫)氰酸酯组合物包含上述多异(硫)氰酸酯化合物。

[0158] 此处,所谓多异(硫)氰酸酯组合物,是指含有至少1种多异(硫)氰酸酯化合物的组合物。

[0159] 在多异(硫)氰酸酯组合物中,作为杂质,可以含有除多异(硫)氰酸酯化合物以外的成分。

[0160] 多异(硫)氰酸酯组合物优选包含至少1种多异(硫)氰酸酯化合物作为主成分。

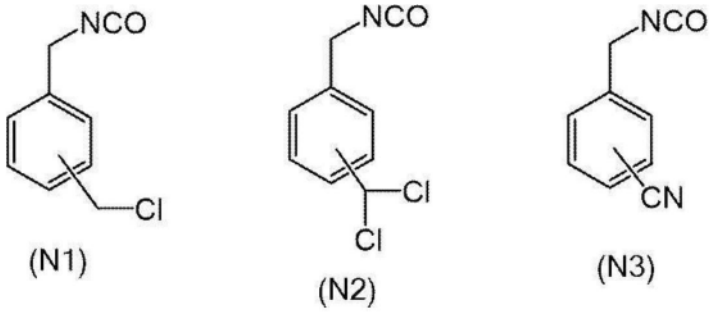
[0161] 多异(硫)氰酸酯组合物优选包含苯二甲撑二异氰酸酯。

[0162] 以下,也将包含苯二甲撑二异氰酸酯的多异(硫)氰酸酯组合物称为XDI组合物。

[0163] XDI组合物优选包含苯二甲撑二异氰酸酯作为主成分。

[0164] XDI组合物优选包含选自由下述化合物(N1)、下述化合物(N2)、及下述化合物(N3)组成的组中的至少1种。

[0165] [化学式10]

[0166] 

[0167] 以下,从多异(硫)氰酸酯组合物的稳定性、及使用多异(硫)氰酸酯组合物形成的树脂的透明性更优异的观点来看,示出XDI组合物的优选方式。

[0168] 在XDI组合物包含化合物(N1)的情况下,下述GC条件1下的气相色谱测定中的化合物(N1)的峰面积优选相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积1而言为0.20ppm以上。

[0169] -GC条件1-

[0170] 填充剂:DB-1(膜厚)1.5μm

[0171] 柱:内径0.53mm×长度60m(Agilent公司制)

[0172] 柱箱温度:以3℃/min从130℃升温至220℃,达到220℃后,以10℃/min升温至300℃。

[0173] 分流比:脉冲不分流法

[0174] 注入口温度:280℃

[0175] 检测器温度:300℃

[0176] 载气:N_2 158kPa,H_2 55kPa,空气45kPa(恒压控制)

[0177] 溶剂:氯仿

[0178] 样品浓度:2.0质量%氯仿溶液

[0179] 注入量:2μL

[0180] 检测方法:FID

[0181] 上述化合物(N1)的峰面积更优选相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积1而言为5.0ppm以上,进一步优选为50ppm以上,进一步优选为100ppm以上。

[0182] 上述化合物(N1)的峰面积优选相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积1而言为4000ppm以下,更优选为3000ppm以下,进一步优选为2000ppm以下,进一步优选为1500ppm以下,进一步优选为1000ppm以下。

[0183] 上述化合物(N1)的峰面积可以依照日本专利第6373536号公报的0377段中记载的方法来测定。

[0184] 在XDI组合物包含化合物(N2)的情况下,下述GC条件2下的气相色谱测定中的化合物(N2)的峰面积优选相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积1而言为0.05ppm以上。

[0185] -GC条件2-

[0186] 柱:HP-50+,内径0.25mm×长度30m×膜厚0.25μm(Hewlett-Pa ckard Company制)

[0187] 柱箱温度:以10℃/min从50℃升温至280℃,达到280℃后,保持6min。

[0188] 分流比:脉冲不分流法

[0189] 注入口温度:200℃

[0190] 检测器温度:280℃

[0191] 载气:He

[0192] 载气流量:1.0ml/min(定流量控制)

[0193] 样品浓度:1.0质量%二氯甲烷溶液

[0194] 注入量:1.0μL

[0195] 检测方法:SIM(监测离子:m/z 180,215)(苯二甲撑二异氰酸酯(XDI)的含有比例)

[0196] 上述化合物(N2)的峰面积更优选相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积1而言为0.1ppm以上,进一步优选为0.3ppm以上,进一步优选为0.6ppm以上。

[0197] 上述化合物(N2)的峰面积优选相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积1而言为200ppm以下,更优选为150ppm以下,进一步优选为100ppm以下,进一步优选为80ppm以下,进一步优选为70ppm以下,进一步优选为60ppm以下。

[0198] 上述化合物(N2)的峰面积可以依照日本专利第6373536号公报的0375及0376段中记载的方法来测定。

[0199] 在XDI组合物包含化合物(N3)的情况下,前述的GC条件1下的气相色谱测定中的化合物(N3)的峰面积优选相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积1而言为0.10ppm以上。

[0200] 上述化合物(N3)的峰面积更优选相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积1而言为0.1ppm以上,进一步优选为3.0ppm以上,进一步优选为5.0ppm以上。

[0201] 上述化合物(N3)的峰面积优选相对于苯二甲撑二异氰酸酯的峰面积1而言为1000ppm以下,更优选为500ppm以下,进一步优选为300ppm以下,进一步优选为100ppm以下,进一步优选为75ppm以下。

[0202] 上述化合物(N3)的峰面积可以依照日本专利第6373536号公报的0377段中记载的方法来测定。

[0203] XDI组合物的酸含量优选为3000ppm以下,更优选为2000ppm以下,进一步优选为1000ppm以下,进一步优选为100ppm以下,进一步优选为50ppm以下,进一步优选为30ppm以下,进一步优选小于15ppm。

[0204] XDI组合物的酸含量的下限值没有特别限定,下限值例如为1ppm。

[0205] XDI组合物的酸含量可以依照国际公开第2021/256417号的0091段中记载的方法来测定。

[0206] 另外,XDI组合物可以包含稳定剂。

[0207] 本公开文本的聚合性组合物可以出于改良树脂的各种物性、操作性、聚合性组合物的聚合反应性等的目的而包含除多硫醇化合物及多异(硫)氰酸酯化合物以外的其他成分。

[0208] 作为其他成分,可举出聚合催化剂、内部脱模剂、树脂改性剂、扩链剂、交联剂、自由基捕获剂、光稳定剂、紫外线吸收剂、抗氧化剂、油溶染料、填充剂、密合性提高剂、抗菌剂、抗静电剂、染料、荧光增白剂、荧光颜料、无机颜料等上蓝剂等。

[0209] 作为聚合催化剂,可举出叔胺化合物、其无机酸盐或有机酸盐、金属化合物、季铵盐、有机磺酸等。

[0210] 作为内部脱模剂,可以使用酸性磷酸酯。作为酸性磷酸酯,可举出磷酸单酯、磷酸二酯,可以各自单独使用或者混合使用2种以上。

[0211] 作为树脂改性剂,可举出例如环硫化合物、醇化合物、胺化合物、环氧化合物、有机酸及其酐、包括(甲基)丙烯酸酯化合物等的烯烃化合物等。

[0212] 本公开文本的聚合性组合物可以将上述成分混合而得到。

[0213] 《成型体》

[0214] 本公开文本的成型体包含本公开文本的树脂。

[0215] 本公开文本的树脂包含本公开文本的聚合性组合物的固化物。

[0216] 制造本公开文本的成型体的方法没有特别限定,作为优选的制造方法,可举出浇铸聚合。首先,在用垫片或胶带等保持的成型模具间注入聚合性组合物。此时,根据对得到的塑料透镜所要求的物性,在很多情况下优选根据需要而进行减压下的脱泡处理、加压、减压等的过滤处理等。

[0217] 关于聚合条件,根据聚合性组合物的组成、催化剂的种类和使用量、模具的形状等的不同,条件大不相同,因此不受限定,例如,可于-50℃～150℃的温度经1小时～50小时来进行。根据情况,优选在10℃～150℃的温度范围内进行保持或缓缓升温,在1小时～48小时内进行固化。

[0218] 对于成型体,可以根据需要而进行退火等处理。退火等处理通常于50℃～150℃之间进行,优选于90℃～140℃进行,更优选于100℃～130℃进行。

[0219] [用途]

[0220] 对于由本公开文本的聚合性组合物得到的树脂而言,可以通过改变浇铸聚合时的模具的种类,从而作为制造各种形状的成型体的材料来使用。

[0221] 《光学材料》

[0222] 本公开文本的光学材料包含本公开文本的树脂。

[0223] 由本公开文本的聚合性组合物得到的成型体能够在不损害透明性的情况下获得黄色度被降低的材料。另外,由包含第1实施方式的多硫醇组合物的聚合性组合物得到的成型体还能够获得兼具优异的失透度的材料。

[0224] 因此,可以用于塑料透镜等各种光学材料。

[0225] 《透镜》

[0226] 本公开文本的透镜包含本公开文本的树脂。

[0227] 作为光学材料,特别优选为透镜。

[0228] 作为透镜,可举出例如塑料眼镜透镜、塑料偏光透镜等。

[0229] [塑料眼镜透镜]

[0230] 对于使用了由本公开文本的成型体形成的透镜基材的塑料眼镜透镜而言,根据需要,可以对一面或两面施以涂覆层。

[0231] 本公开文本的塑料眼镜透镜具备包含上述的聚合性组合物的固化物的透镜基材、和涂覆层。

[0232] 作为涂覆层,具体而言,可举出底涂层、硬涂层、防反射层、防雾涂层、防污染层、防水层等。这些涂覆层可以各自单独使用,也可以将多个涂覆层进行多层化而使用。在对两面施以涂覆层的情况下,可以对各面施以同样的涂覆层,也可以施以不同的涂覆层。

[0233] 这些涂覆层各自可以并用出于保护眼睛免受红外线损伤的目的的红外线吸收剂,出于提高透镜的耐气候性的目的的光稳定剂、抗氧化剂等,出于提高透镜的时尚性的目的的光致变色化合物、染料、颜料等、以及出于提高透镜性能的目的的抗静电剂等已知的添加剂。

[0234] 关于通过涂布来进行涂覆的层,也可以使用以改善涂布性为目的的各种流平剂。

[0235] 另外,在防反射层上,可以根据需要而形成有防雾层、防污染层、防水层。

[0236] 以上,对本公开文本的实施方式进行了说明,但这些是本公开文本的示例,在不损害本公开文本的效果的范围内,可以采用上述以外的各种构成。

[0237] 实施例

[0238] 以下,参照实施例对本公开文本进行详细说明。需要说明的是,本公开文本不受这些实施例的记载的任何限定。需要说明的是,只要没有特别说明,则“份”是以质量为基准。

[0239] <评价方法>

[0240] 本实施例中,塑料透镜的各物性的评价方法如下所述。结果如表1所示。

[0241] •黄色度(Yellow Index(也称为YI))

[0242] 将树脂制作为厚度9mm、直径75mm的圆形塑料平板,使用Ko nica Minolta,Inc.制分光测色计CR-400,求出YI值。

[0243] 需要说明的是,存在下述相关性:YI值越小则塑料平板的黄色度越小,YI值越大则黄色度越大。

[0244] •失透度

[0245] 将树脂制作为厚度9mm、直径75mm的圆形塑料平板,针对平板,使来自光源(HAYASHI-REPIC CO.,LTD.制Luminar Ace LA-150A)的光从平板的侧面透过。将来自平板正面的光的图像捕获于图像处理装置(Ube Information Systems,Inc.制)中,对所捕获的图像进行灰度处理。将处理后的图像的灰度的程度按每个像素进行数值化,获取各像素的灰度的程度的数值的平均值,求出平板的失透度。

[0246] 失透度越小,则树脂(此处为平板)的透明性受损的程度越少(即,树脂的透明性优异)。

[0247] •耐热性

[0248] 制作长度为10mm、宽度为10mm、厚度为2.5mm的树脂试验片,使用岛津制作所制热机械分析装置TMA-60,利用TMA针入度法(50g载荷,针尖0.5mmφ,升温速度10℃/min)测定玻璃化转变温度(Tg),作为耐热性的指标。

[0249] 需要说明的是,玻璃化转变温度(Tg)越高,则耐热性越优异。

[0250] <多硫醇组合物(A)的制作>

[0251] 在反应器内装入2-巯基乙醇124.6质量份及脱气水18.3质量份。于12℃～35℃,历经40分钟向其中滴加装入浓度为32质量%的氢氧化钠水溶液101.5质量份,然后,于29℃～36℃历经4.5小时滴加装入表氯醇73.6质量份,继续进行40分钟搅拌。由所得到的反应液的NMR数据确认了1,3-双(2-羟基乙基硫基)-2-丙醇的生成。

[0252] 接下来,在包含1,3-双(2-羟基乙基硫基)-2-丙醇的上述反应器内装入浓度为35.5质量%的盐酸331.5质量份,接下来,装入纯度为99.90质量%的硫脲183.8质量份,于110℃在回流下搅拌3小时,进行硫脲鎓盐化反应。

[0253] 将硫脲鎓盐化反应后的反应液冷却至45℃后,向其中加入甲苯320.5质量份,冷却至31℃,于31℃～41℃历经44分钟装入25质量%的氨水溶液243.1质量份,于54℃～62℃,通过3小时搅拌来进行水解反应,得到以4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷为主成分的多硫醇的甲苯溶液。

[0254] 向上述甲苯溶液中添加浓度为35.5质量%的盐酸162.8质量份,于35℃～43℃进行1小时的酸清洗。针对该酸清洗后的甲苯溶液,将添加脱气水174.1质量份并于35℃～45℃进行30分钟的清洗的操作实施2次。向基于脱气水的清洗后的甲苯溶液中加入浓度为0.1质量%的氨水162.1质量份,进行30分钟的清洗。针对基于氨水的清洗后的甲苯溶液,将添加脱气水174.2质量份并于35℃～45℃进行30分钟的清洗的操作实施2次。

[0255] 接下来,从基于脱气水的清洗后的甲苯溶液中,在加热减压下除去甲苯及微量的水分后,利用1.2μm的PTFE型膜滤器进行减压过滤,由此得到以作为多硫醇化合物(A)的4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷为主成分的多硫醇组合物(A)205.0质量份。

[0256] <多硫醇组合物(B)的制作>

[0257] 在反应器内装入2-巯基乙醇51.2质量份、脱气水26.5质量份、及浓度为49质量%的氢氧化钠水溶液0.16质量份。于9～11℃,历经6.5小时向其中滴加装入表氯醇61.99质量份,继续进行60分钟搅拌。由所得到的反应液的NMR数据确认了1-氯-3-(2-羟基乙基硫基)-2-丙醇的生成。

[0258] 接下来,于7～37℃,历经5.5小时向包含1-氯-3-(2-羟基乙基硫基)-2-丙醇的上述反应器内滴加装入浓度为17.3质量%的硫化钠水溶液150.0质量份,进行120分钟搅拌。其结果是,根据NMR数据,确认到生成了1,5,9,13-四羟基-3,7,11-三硫杂十三烷。

[0259] 接下来,向包含1,5,9,13-四羟基-3,7,11-三硫杂十三烷的上述反应器内装入浓度为35.5质量%的盐酸279.0质量份,接下来,装入纯度为99.90%的硫脲125.8质量份,于110℃在回流下搅拌3小时,进行硫脲鎓盐化反应。

[0260] 将硫脲鎓盐化反应后的反应液冷却至45℃后,加入甲苯214.0质量份,冷却至26℃,于26～50℃历经30分钟向其中装入浓度为25质量%的氨水溶液206.2质量份,于50℃～65℃搅拌1小时,由此进行水解反应,得到以选自由4,8-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、4,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、及5,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷组成的组中的至少1种为主成分的多硫醇的甲苯溶液。

[0261] 针对所得到的甲苯溶液,将添加浓度为36质量%的盐酸59.4质量份并于34℃～39℃进行30分钟的酸清洗的操作实施2次。针对该酸清洗后的甲苯溶液,将添加脱气水118.7质量份并于35℃～45℃进行30分钟的清洗的操作实施5次。接下来,从基于脱气水的清洗后的甲苯溶液中,在加热减压下除去甲苯及微量的水分后,利用1.2μm的PTFE型膜滤器进行减压过滤,由此得到以选自由4,8-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、4,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷、及5,7-二巯基甲基-1,11-二巯基-3,6,9-三硫杂十一烷组成的组中的至少1种为主成分的多硫醇组合物(B)115.9质量份。

[0262] <多硫醇组合物(C)的制作>

[0263] 将多硫醇组合物(A)与多硫醇组合物(B)以任意的比例混合,制备多硫醇组合物(C)。

[0264] [实施例1～实施例6]

[0265] 将如前文所述地得到的多硫醇组合物(C)与式(1)表示的化合物混合,得到多硫醇组合物。

[0266] 此时,以相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言的式(1)表示的化合物的合计峰面积成为表1中记载的值的方式变更混合比并分别混合。

[0267] <多硫醇化合物(A)、多硫醇化合物(B)及式(1)表示的化合物的比率(面积%)的测定>

[0268] 基于HPLC的多硫醇化合物(A)、多硫醇化合物(B)及式(1)表示的化合物的比率(面积%)通过上述的<多硫醇化合物(A)的峰面积的测定>、<多硫醇化合物(B)的峰面积的测定>及<式(1)表示的化合物的峰面积的测定>的项中记载的方法来测定。

[0269] 将结果示于表1。

[0270] <塑料透镜的制造>

[0271] [制造例1]

[0272] 于20℃使间苯二甲撑二异氰酸酯52质量份、作为固化催化剂的二丁基二氯化锡0.015质量份、ZELEC UN(商品名Stepan公司制品;酸性磷酸酯)0.10质量份、及VIOSORB 583(共同药品公司制;紫外线吸收剂)0.05质量份混合溶解。向其中装入实施例1的多硫醇组合物48质量份并混合,制成混合均匀液。以600Pa对该均匀液进行1小时脱泡后,利用1μm Teflon(注册商标)过滤器进行过滤,然后注入至由玻璃模具和胶带形成的型模。将该型模投入至烘箱中,缓缓地从10℃升温至120℃,进行38小时聚合。聚合结束后,从烘箱中取出型模,进行脱模而得到树脂。进一步于120℃对得到的树脂进行1小时退火,从而制造塑料透镜。基于前述的塑料透镜的各物性的评价方法,求出各物性。

[0273] [制造例2]

[0274] 在制造例1中,将实施例1的多硫醇组合物48质量份变更成实施例2的多硫醇组合物48质量份,除此以外,通过与制造例1中记载的方法同样的方法来制造塑料透镜。基于前述的塑料透镜的各物性的评价方法,求出各物性。

[0275] [制造例3]

[0276] 在制造例1中,将实施例1的多硫醇组合物48质量份变更成实施例3的多硫醇组合物48质量份,除此以外,通过与制造例1中记载的方法同样的方法来制造塑料透镜。基于前述的塑料透镜的各物性的评价方法,求出各物性。

[0277] [制造例4]

[0278] 在制造例1中,将实施例1的多硫醇组合物48质量份变更成实施例4的多硫醇组合物48质量份,除此以外,通过与制造例1中记载的方法同样的方法来制造塑料透镜。基于前述的塑料透镜的各物性的评价方法,求出各物性。

[0279] [制造例5]

[0280] 在制造例1中,将实施例1的多硫醇组合物48质量份变更成实施例5的多硫醇组合物48质量份,除此以外,通过与制造例1中记载的方法同样的方法来制造塑料透镜。基于前述的塑料透镜的各物性的评价方法,求出各物性。

[0281] [制造例6]

[0282] 在制造例1中,将实施例1的多硫醇组合物48质量份变更成实施例6的多硫醇组合物48质量份,除此以外,通过与制造例1中记载的方法同样的方法来制造塑料透镜。基于前

述的塑料透镜的各物性的评价方法,求出各物性。

[0283] 将制造例1～制造例6(即,实施例1～实施例6)的塑料透镜的各物性示于表1。

[0284] [表1]

[0285]

		实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6
多硫醇组合物	相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言的式(1)表示的化合物的峰面积的比例(面积%)	0.28	0.26	1.26	3.22	5.25	10.14
	相对于多硫醇化合物(A)的峰面积100而言的式(1)表示的化合物的峰面积的比例(面积%)	0.30	0.29	1.42	3.69	6.14	12.46
	相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言的多硫醇化合物(B)的峰面积的比例(面积%)	0.60	3.01	2.92	2.91	2.80	2.64
	相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言的多硫醇化合物(A)的峰面积的比例(面积%)	92.34	89.93	88.95	87.41	85.61	81.38
塑料透镜	YI	4.3	4.4	4.3	4.3	4.2	4.0
	失透度	21	26	24	23	22	20
	Tg(℃)	86.82	91.98	90.37	89.78	89.59	87.78

[0286] 如表1所示,使用了包含作为4-巯基甲基-1,8-二巯基-3,6-二硫杂辛烷的多硫醇化合物(A)和式(1)表示的化合物、并且在高效液相色谱测定中、前述式(1)表示的化合物的峰面积相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为11.0以下的多硫醇组合物的各实施例在黄色度及失透度的评价中优异,并且耐热性优异。

[0287] 因此,能够制造黄色度及失透度被降低并且耐热性优异的树脂。

[0288] 其中,使用了式(1)表示的化合物的峰面积相对于多硫醇组合物中包含的化合物的合计峰面积100而言为10.0以下的多硫醇组合物的实施例1～5的耐热性更优异。

[0289] [制造例1X～制造例6X]

[0290] 作为制造例1X～制造例6X,分别如下所述地变更塑料透镜的制造,除此以外,分别进行与制造例1～制造例6同样的操作,结果,得到与制造例1～制造例6(即,实施例1～实施例4、比较例1～比较例2)各自的结果(表1)同样的结果。

[0291] -相对于制造例1～制造例6各自而言的变更点-

[0292] 在制造例1～制造例6各自中,在塑料透镜的制造中,使用了间苯二甲撑二异氰酸酯(XDI)(52质量份),但在制造例1X～制造例6X各自中,将XDI(52质量份)变更成作为前述XDI组合物的XDI组合物X1(所含有的XDI的量成为52质量份的量)。

[0293] XDI组合物X1是针对作为主成分的XDI而添加微量的化合物(N1)、微量的化合物(N2)、及微量的化合物(N3)并将它们混合从而制造的。

[0294] 在XDI组合物X1中,采用前述的GC条件1及GC条件2分别进行气相色谱测定,结果,

[0295] 化合物(N1)的峰面积相对于XDI的峰面积1而言为0.20ppm以上(具体而言为600ppm),

[0296] 化合物(N2)的峰面积相对于XDI的峰面积1而言为0.05ppm以上(具体而言为

18ppm)，

[0297] 化合物(N3)的峰面积相对于XDI的峰面积1而言为0.10ppm以上(具体而言为100ppm)。

[0298] 于2022年10月14日提出申请的日本专利申请2022-165813的全部公开内容通过参照被并入本说明书中。

[0299] 本说明书中记载的所有文献、专利申请及技术标准通过参照被并入本说明书中，各文献、专利申请及技术标准通过参照被并入的程度与具体且分别地记载的情况的程度相同。