

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 557 635**

51 Int. Cl.:

C08L 75/04 (2006.01)

G02B 1/04 (2006.01)

C08K 5/37 (2006.01)

C08G 18/06 (2006.01)

C07C 321/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.03.2012 E 12752802 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.10.2015 EP 2682430**

54 Título: **Método para la fabricación de resina para un material óptico a base de tiouretano usando un compuesto universal de poliisocianato, composición de resina y material óptico fabricado con el mismo**

30 Prioridad:

02.03.2011 KR 20110018673

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

27.01.2016

73 Titular/es:

**KOC SOLUTION CO.,LTD. (100.0%)
104-15 Munji-dong
Yuseong-gu, Daejeon 305-380, KR**

72 Inventor/es:

**JANG, DONG GYU;
ROH, SOO GYUN y
KIM, JONG HYO**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 557 635 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para la fabricación de resina para un material óptico a base de tiouretano usando un compuesto universal de poliisocianato, composición de resina y material óptico fabricado con el mismo

Campo técnico

La presente invención se refiere a un método para la producción de un material óptico mediante la polimerización de una composición de resina que incluye un compuesto que contiene tiol y un compuesto que tiene grupos isocianato. Más en particular, la presente invención se refiere a un método para la producción de un material óptico a base de tiouretano de alta calidad usando un compuesto de poliisocianato para fines generales, una composición de resina para un material óptico a base de tiouretano, y un material óptico a base de tiouretano que incluye una resina producida mediante el método.

Antecedentes en la técnica

Los materiales ópticos plásticos son ligeros, apenas frágiles y coloreables en comparación con los materiales ópticos inorgánicos. Actualmente, en materiales ópticos se usan diversos materiales plásticos, tales como resinas, y cada vez es más necesario que tengan unas mejores propiedades físicas.

Las resinas ópticas de politiouretano producidas usando compuestos de politiol y compuestos de isocianato se usan de forma generalizada como materiales para lentes ópticas debido a sus excelentes propiedades ópticas, incluyendo una transparencia, un número de Abbe, una transmitancia y una resistencia a la tracción elevadas. No obstante, los materiales ópticos producidos mediante el curado de composiciones de resina que incluyen compuestos de politiol y compuestos de isocianato para fines generales adolecen de una polimerización no uniforme o un blanqueamiento frecuentes, lo que empeora las propiedades ópticas de las resinas ópticas. Los compuestos de isocianato para fines generales y los compuestos de politiol como componentes principales de las composiciones de resina para lentes de tiouretano son propensos a la polimerización no uniforme, al blanqueamiento y a la opacidad dependiendo de su miscibilidad. En contraste, las resinas ópticas producidas mediante curado térmico de compuestos de isocianato y compuestos de politiol muy miscibles esencialmente no adolecen de los problemas de polimerización no uniforme y blanqueamiento, incluso cuando los compuestos de politiol no se someten a tratamiento especial. Dichos compuestos de isocianato incluyen, por ejemplo, 3,8-bis(isocianatometil)tríciclo[5.2.1.0^{2,6}]decano, 3,9-bis(isocianatometil)tríciclo[5.2.1.0^{2,6}]decano, 4,8-bis(isocianatometil)tríciclo[5.2.1.0^{2,6}]decano, 4,9-bis(isocianatometil)tríciclo[5.2.1.0^{2,6}]decano, 2,5-bis(isocianatometil)biciclo[2.2.1]heptano, y 2,6-bis(isocianatometil)biciclo[2.2.1]heptanos. No obstante, los compuestos de isocianato son difíciles de preparar, con lo que se incurre en costes de preparación considerables. En consecuencia, el uso de los compuestos de isocianato inevitablemente incrementa los costes de producción de las lentes de tiouretano. Al mismo tiempo, las resinas ópticas obtenidas mediante el curado de isocianatos baratos para fines generales y compuestos de politiol adolecen de una polimerización no uniforme o un blanqueamiento frecuentes. Dichos compuestos de isocianato incluyen, por ejemplo, diisocianato de isoforona, 4,4-diisocianato de dicitlohexilmetano (H₁₂MDI), y diisocianato de 1,6-hexametileno. En particular, en algunos casos se produce el blanqueamiento y la formación de burbujas en la cinta. Estos fenómenos afectan de forma perjudicial al comportamiento de los materiales ópticos y son la causa de una proporción elevada de defectos y lentes de baja calidad.

Divulgación de la invención

Problema técnico

La presente invención se ha realizado en un esfuerzo por prevenir que se produzca la polimerización no uniforme y el blanqueamiento cuando se producen materiales ópticos mediante la polimerización de compuestos de isocianato para fines generales, y es un objetivo de la presente invención proporcionar un material óptico a base de tiouretano de alta calidad que no adolezca de los problemas de polimerización no uniforme y blanqueamiento, a pesar del uso de un compuesto de poliisocianato para fines generales. En la presente invención, se produce un material óptico mediante la polimerización de un compuesto de isocianato barato para fines generales seleccionado del grupo que consiste en diisocianato de isoforona, 4,4-diisocianato de dicitlohexilmetano (H₁₂MDI), y diisocianato de 1,6-hexametileno, y sus mezclas, un compuesto de organoestaño como catalizador y un compuesto de politiol que tiene un pH que se ajusta dentro del intervalo de 3,1 a 7. El ajuste del pH impide que se produzca la disolución de una cinta adhesiva sensible a la presión y el blanqueamiento de los bordes de la lente óptica. Específicamente, los presentes inventores han comprobado que el ácido inorgánico que permanece en una composición después del tratamiento con ácidos inorgánicos en la producción de un compuesto de politiol deteriora la actividad de un catalizador de polimerización para la producción de una resina óptica, y como resultado, se reduce la velocidad de reacción, provocando que se produzcan los fenómenos de disolución y blanqueamiento. Basándose en estos hallazgos, la presente invención proporciona una solución a los problemas mediante el ajuste del pH. En la presente invención, a pesar del uso de un compuesto de isocianato barato para fines generales, el incremento de la reactividad mediante el ajuste del pH hace que la composición polimerizable sea viscosa impidiendo que se produzca la disolución de una cinta adhesiva sensible a la presión y el blanqueamiento de los bordes de la lente

óptica.

Solución técnica

- 5 De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un método para la producción de una resina para un material óptico a base de tiouretano, que incluye

- (a) la preparación de un compuesto de politiol que tiene un pH de 3,1 a 7 que incluye el ajuste del pH de un compuesto de politiol, en el que el producto se obtiene a partir de una capa orgánica que se consigue después del lavado con un ácido inorgánico y a continuación el lavado con una solución básica acuosa, y
 10 (b) la mezcla del compuesto de politiol que tiene un pH de 3,1 a 7 con un compuesto de poliisocianato y un compuesto de organoestaño como catalizador para preparar una composición de resina, seguido de polimerización por colada, en el que el compuesto de poliisocianato es al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en diisocianato de isoforona, 4,4-diisocianato de dicitclohexilmetano ($H_{12}MDI$), diisocianato de 1,6-hexametileno, y sus mezclas.
 15

- De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de resina para un material óptico a base de tiouretano que incluye un compuesto de politiol que tiene un pH de 3,1 a 7, un compuesto de organoestaño como catalizador, y un compuesto de poliisocianato seleccionado del grupo que consiste en
 20 diisocianato de isoforona, 4,4-diisocianato de dicitclohexilmetano ($H_{12}MDI$), diisocianato de 1,6-hexametileno, y sus mezclas.

- En la presente invención, el pH del compuesto de politiol como componente principal de la composición de resina para una lente óptica se ajusta mediante el tratamiento con una sustancia básica para controlar la velocidad de
 25 reacción de la composición de resina. Este ajuste del pH impide que se produzca el blanqueamiento, que es un problema de la técnica anterior. Los compuestos de organoestaño se usan habitualmente como catalizadores para la producción de resinas de politiouretano. El uso de los catalizadores para la producción de resinas de politiouretano retarda la velocidad de reacción, y en consecuencia, las cintas adhesivas sensibles a la presión se disuelven, dando lugar a que se produzca el blanqueamiento. En la presente invención destinada a resolver los problemas de la
 30 técnica anterior, el pH del compuesto de politiol incluido en la composición de resina para una lente óptica se ajusta de 3,1 a 7 mediante el tratamiento con una sustancia básica orgánica o inorgánica. El ajuste del pH incrementa la velocidad de reacción de la composición de resina, haciendo la composición de resina viscosa. Como resultado, la solubilidad de la composición de resina se reduce para prevenir la disolución de una cinta adhesiva sensible a la presión, que es la causa de que se produzca el blanqueamiento.
 35

- De acuerdo con la presente invención, se puede producir un material óptico de politiouretano con calidad estable usando un compuesto de poliisocianato seleccionado del grupo que consiste en diisocianato de isoforona, 4,4-diisocianato de dicitclohexilmetano ($H_{12}MDI$), diisocianato de 1,6-hexametileno, y sus mezclas, y un compuesto de organoestaño, que se ha usado como catalizador para la producción de resinas de politiouretano. Para la producción
 40 de una resina de politiouretano, normalmente se realiza la polimerización por colada en la que la composición de resina óptica se inyecta en un molde y se cura por calentamiento. Se deja que prosiga la polimerización mientras se eleva lentamente la temperatura desde baja a alta temperatura entre varias horas y varias decenas de horas. En ese momento, es necesario detener la polimerización para conseguir características suficientes de la resina. Para ello, se considera el uso de un catalizador muy activo para la polimerización o el uso de un catalizador en una gran cantidad. No obstante, un incremento en la cantidad de catalizador para una polimerización rápida da lugar a una
 45 alta proporción de lentes defectuosas. Al mismo tiempo, el uso de un catalizador en una pequeña cantidad provoca una velocidad de reacción baja, y como consecuencia, de una cinta se disuelve el adhesivo sensible a la presión, dando lugar a que se produzca el blanqueamiento de los bordes de las lentes.

- Los presentes inventores han comprobado que la acidez de los catalizadores metálicos que afectan a la actividad de polimerización es una de las causas de la aparición de la deformación óptica o de la opacidad, que impide la
 50 producción de resinas con una calidad estable. Es decir, los presentes inventores han comprobado que la variación de la velocidad de polimerización que resulta de aditivos de diferente acidez es un impedimento para la producción de resinas con una calidad estable. En particular, los agentes de liberación internos a base de fosfato ácido o compuestos de politiol usados para la producción de materiales de lentes plásticas para gafas pueden tener diversos
 55 grados de acidez según sus lotes de producción. Se estima que esa variación en el pH es un obstáculo para la producción de lentes plásticas con una calidad estable. El lavado con un ácido inorgánico es una etapa esencial en la producción de un compuesto de politiol. El ácido inorgánico permanece inalterado después del lavado para reducir el pH del compuesto de politiol. El bajo pH reduce la actividad del catalizador, dando lugar a una reducción en la
 60 velocidad de reacción de una composición de resina curable que incluye el compuesto de politiol. Esta es una de las causas de la alta solubilidad de la composición de resina curable. Así, de una cinta se disuelve el adhesivo sensible a la presión y los bordes de las lentes se blanquean. Estos problemas son particularmente graves cuando se usan los compuestos de poliisocianato para fines generales, diisocianato de isoforona, 4,4-diisocianato de dicitclohexilmetano ($H_{12}MDI$), y diisocianato de 1,6-hexametileno, que son poco miscibles con el poliol. Como
 65 consecuencia de la investigación realizada en vista de los problemas anteriores, los presentes inventores han comprobado que cuando durante el lavado se ajusta el pH de un compuesto de politiol de 3,1 a 7, la velocidad de

reacción y la viscosidad inicial se incrementan minimizando la disolución de un adhesivo sensible a la presión de una cinta, que es la causa del blanqueamiento, y al mismo tiempo no se produce una polimerización no uniforme. La presente invención se ha conseguido basándose en este hallazgo.

- 5 De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona una resina para un material óptico a base de tiouretano que se produce mediante el método.

De acuerdo con otro aspecto más de la presente invención, se proporciona una lente óptica que incluye la resina. La lente óptica es, en particular, una lente para gafas.

10

Efectos ventajosos

De acuerdo con la presente invención, se puede producir una lente a base de politiouretano sin opacidad usando un compuesto de politiol que tiene un pH que se ajusta dentro del intervalo de 3,1 a 7 y un compuesto de organoestaño como catalizador, a pesar del uso de un compuesto de poliisocianato seleccionado entre diisocianato de isofoforona, 4,4'-diisocianato de dicitclohexilmetano (H_{12} MDI), y diisocianato de 1,6-hexametileno. Además, el ajuste del pH reduce la variación en la velocidad de polimerización que resulta de la acidez del compuesto de politiol superando el problema de falta de polimerización uniforme. Por otra parte, se puede eliminar un ácido inorgánico, tal como ácido clorhídrico, que permanece durante el transcurso de la producción del compuesto de politiol, evitando así el peligro de corrosión de un reactor de acero inoxidable y de un filtro. De acuerdo con la presente invención, el ajuste del pH puede incrementar la velocidad de reacción al tiempo que mantiene las características de un catalizador de organoestaño sin deteriorar el grado de actividad del catalizador. Por tanto, se puede producir un material óptico a base de politiouretano que no adolece de blanqueamiento ni de polimerización no uniforme.

25 Descripción de las realizaciones

La presente invención se refiere a la producción de un compuesto de politiol cuyo pH se ajusta a un intervalo predeterminado, siendo así adecuado para su uso en una composición de resina para una lente óptica. El compuesto de politiol no provoca ni blanqueamiento ni polimerización no uniforme, que son problemas de la técnica anterior.

30

El blanqueamiento es el principal responsable de la alta proporción de defectos de las resinas a base de politiouretano. Basándose en el hallazgo de que el pH de un compuesto de politiol como componente principal de una lente a base de politiouretano está asociado a la velocidad de reacción del compuesto de politiol, la presente invención pretende producir una resina sin blanqueamiento. El pH del compuesto de politiol se ajusta de la forma siguiente. En primer lugar, en la producción de un compuesto de politiol, normalmente la capa orgánica se lava con un ácido inorgánico y se lava varias veces con una solución básica acuosa para ajustar el pH al menos a 7 (tratamiento alcalino). A continuación, el disolvente diluido se concentra y se filtra para obtener el compuesto de politiol que tiene un pH de 3,1 a 7. Como alternativa, se añade una solución básica al compuesto de politiol tratado para obtener el compuesto de politiol que tiene un pH de 3,1 a 7. Si el compuesto de politiol tiene un pH de 2 a 3, se produce un blanqueamiento severo. Si el compuesto de politiol tiene un pH que es igual o superior a 7, se produce una polimerización no uniforme severa. En contraste, cuando el compuesto de politiol tiene un pH de 3,1 a 7, no se produce ni blanqueamiento ni polimerización no uniforme. Más preferentemente, el compuesto de politiol tiene un pH en el intervalo de 3,5 a 6. Dentro de este intervalo, el compuesto de politiol no adolece de blanqueamiento ni de polimerización no uniforme.

45

No existe restricción en cuanto al estado de la sustancia básica usada para tratar el politiol. Por ejemplo, la sustancia básica puede ser un gas, un líquido, un sólido o una de sus mezclas. En particular son adecuadas las aminas, incluyendo amoniaco acuoso. Ejemplos representativos de las aminas incluyen: compuestos de aminas primarias monofuncionales, tales como etilamina, n-propilamina, isopropilamina, n-butilamina, sec-butilamina, t-butilamina, pentilamina, hexilamina, heptilamina, octilamina, decilamina, laurilamina, miristilamina, 3-pentilamina, 2-etilhexilamina, 1,2-dimetilhexilamina, alilamina, aminometilbencicloheptano, ciclopentilamina, ciclohexilamina, 2,3-dimetilciclohexilamina, aminometilciclohexano, anilina, bencilamina, fenetilamina, 2-, 3- y 4-metilbencilamina, o-, m- y p-metilnilina, o-, m- y p-etilnilina, aminomorfolina, naftilamina, furfurilamina, α -aminodifenilmetano, toluidina, aminopiridina, aminofenol, aminoetanol, 1-aminopropanol, 2-aminopropanol, aminobutanol, aminopentanol, aminohexanol, metoxietilamina, 2-(2-aminoetoxi)etanol, 3-etoxipropilamina, 3-propoxipropilamina, 3-butoxipropilamina, 3-isopropoxipropilamina, 3-isobutoxipropilamina, y 2,2-dietoxietilamina; compuestos de poliaminas primarias, tales como etilendiamina, 1,2- y 1,3-diaminopropano, 1,2-, 1,3- y 1,4-diaminobutano, 1,5-diaminopentano, 1,6-diaminohexano, 1,7-diaminoheptano, 1,8-diaminooctano, 1,10-diaminodecano, 1,2-, 1,3- y 1,4-diaminociclohexano, o-, m- y p-diaminobenceno, 3,4- y 4,4'-diaminobenzofenona, 3,4- y 4,4'-diaminodifeniléter, 4,4'-diaminodifenilmetano, 4,4'-diaminodifenilsulfuro, 3,3'- y 4,4'-diaminodifenilsulfona, 2,7-diaminofluoreno, 1,5-, 1,8- y 2,3-diaminonaftaleno, 2,3-, 2,6- y 3,4-diaminopiridina, 2,4- y 2,6-diaminotolueno, m- y p-xililendiamina, isofoforondiamina, diaminometilbencicloheptano, 1,3- y 1,4-diaminometilciclohexano, 2- y 4-aminopiperidina, 2- y 4-aminometilpiperidina, 2- y 4-aminoetilpiperidina, N-aminoetilmorfolina, y N-aminopropilmorfolina; compuestos de aminas secundarias monofuncionales, tales como dietilamina, dipropilamina, di-n-butilamina, di-sec-butilamina, diisobutilamina, di-n-pentilamina, di-3-pentilamina, dihexilamina, dioctilamina, di(2-etilhexil)amina, metilhexilamina,

65

dialilamina, N-metilalilamina, piperidina, pirrolidina, difenilamina, N-metilamina, N-etilamina, dibencilamina, N-metilbencilamina, N-etilbencilamina, dicitclohexilamina, N-metilnilina, N-etilnilina, dinaftilamina, 1-metilpiperazina, y morfolina; y compuestos de poliaminas secundarias y terciarias, tales como N,N'-dimetiletilendiamina, N,N'-dimetil-1,2-diaminopropano, N,N'-dimetil-1,3-diaminopropano, N,N'-dimetil-1,2-diaminobutano, N,N'-dimetil-1,3-diaminobutano, N,N'-dimetil-1,4-diaminobutano, N,N'-dimetil-1,5-diaminopentano, N,N'-dimetil-1,6-diaminohexano, N,N'-dimetil-1,7-diaminoheptano, N,N'-dietiletilendiamina, N,N'-dietil-1,2-diaminopropano, N,N'-dietil-1,3-diaminopropano, N,N'-dietil-1,2-diaminobutano, N,N'-dietil-1,3-diaminobutano, N,N'-dietil-1,4-diaminobutano, N,N'-dietil-1,5-diaminopentano, N,N'-dietil-1,6-diaminohexano, N,N'-dietil-1,7-diaminoheptano, piperazina, 2-metilpiperazina, 2,5-dimetilpiperazina, 2,6-dimetilpiperazina, homopiperazina, 1,1-di-(4-piperidil)metano, 1,2-di-(4-piperidil)etano, 1,3-di-(4-piperidil)propano, 1,4-di-(4-piperidil)butano, y tetrametilguanidina. Estas aminas se pueden usar solas o como mezcla de dos o más de las mismas. Además de estas aminas, también se pueden usar soluciones básicas, tales como soluciones alcalinas acuosas.

Como compuesto de isocianato que reacciona con el compuesto de politiol, se usa un compuesto de poliisocianato barato para fines generales, que contribuye a reducir los costes de producción de un material óptico de tiouretano. El compuesto de isocianato es diisocianato de isofozona, 4,4-diisocianato de dicitclohexilmetano (H_{12} MDI), diisocianato de 1,6-hexametileno, o sus mezclas.

También se puede usar una mezcla del compuesto de isocianato con otro compuesto de iso(tio)cianato. Ejemplos de dichos compuestos de iso(tio)cianato incluyen: compuestos de isocianato alifáticos, tales como diisocianato de 2,2-dimetilpentano, diisocianato de 2,2,4-trimetilhexano, diisocianato de buteno, 1,4-diisocianato de 1,3-butadieno, diisocianato de 2,4,4-trimetilhexametileno, 1,6,11-undecatriisocianato, triisocianato de 1,3,6-hexametileno, 1,8-diisocianato de 4-isocianatometiloctano, bis(isocianatoetil)carbonato, y bis(isocianatoetil)éter; compuestos alicíclicos de isocianato, tales como diisocianato de isofozona, 1,2-bis(isocianatometil)ciclohexano, 1,3-bis(isocianatometil)ciclohexano, 1,4-bis(isocianatometil)ciclohexano, diisocianato de dicitclohexilmetano, diisocianato de ciclohexano, diisocianato de metilciclohexano, isocianato de dicitclohexildimetilmetano, e isocianato de 2,2-dimetildicitclohexilmetano; compuestos aromáticos de isocianato, tales como bis(isocianatoetil)benceno, bis(isocianatopropil)benceno, bis(isocianatobutil)benceno, bis(isocianatometil)naftaleno, bis(isocianatometil)difeniléter, diisocianato de fenileno, diisocianato de etilfenileno, diisocianato de isopropilfenileno, diisocianato de dimetilfenileno, diisocianato de dietilfenileno, diisocianato de diisopropilfenileno, triisocianato de trimetilbenceno, triisocianato de benceno, diisocianato de bifenilo, diisocianato de toluidina, diisocianato de 4,4-difenilmetano, 4,4-diisocianato de 3,3-dimetildifenilmetano, 4,4-diisocianato de bibencilo, bis(isocianatofenil)etileno, 4,4-diisocianato de 3,3-dimetoxibifenilo, diisocianato de hexahidrobenceno, y 4,4-diisocianato de hexahidro-difenilmetano; compuestos alifáticos de isocianato que contienen azufre, tales como bis(isocianatoetil)sulfuro, bis(isocianatopropil)sulfuro, bis(isocianatohehexil)sulfuro, bis(isocianatometil)sulfona, bis(isocianatometil)disulfuro, bis(isocianatopropil)disulfuro, bis(isocianatometil)metano, bis(isocianatoetiltio)metano, bis(isocianatoetiltio)etano, bis(isocianatometil)etano, y 1,5-diisocianato de 2-isocianatometil-3-tiapentano; compuestos aromáticos de isocianato que contienen azufre, tales como 2,4-diisocianato de difenilsulfuro, 4,4-diisocianato de difenilsulfuro, 4,4-diisocianato de 3,3-dimetoxi-dibenciltioéter, bis(4-isocianatometilbenceno)sulfuro, 3,3-diisocianato de 4,4-metoxibencenotioetilenglicol, 4,4-diisocianato de difenildisulfuro, 5,5-diisocianato de 2,2-dimetildifenildisulfuro, 5,5-diisocianato de 3,3-dimetildifenildisulfuro, 6,6-diisocianato de 3,3-dimetildifenildisulfuro, 5,5-diisocianato de 4,4-dimetildifenildisulfuro, 4,4-diisocianato de 3,3-dimetoxidifenildisulfuro, y 3,3-diisocianato de 4,4-dimetoxidifenildisulfuro; y compuestos heterocíclicos de isocianato que contienen azufre, tales como 2,5-diisocianatotiofeno, 2,5-bis(isocianatometil)tiofeno, 2,5-diisocianatotetrahidrotiofeno, 2,5-bis(isocianatometil)tetrahidrotiofeno, 3,4-bis(isocianatometil)tetrahidrotiofeno, 2,5-diisocianato de 1,4-ditiano, 2,5-bis(isocianatometil)-1,4-ditiano, 4,5-diisocianato de 1,3-ditiolano, 4,5-bis(isocianatometil)-1,3-ditiolano, y 4,5-bis(isocianatometil)-2-metil-1,3-ditiolano. Estos compuestos de iso(tio)cianato se pueden usar solos o como mezclas de dos o más de los mismos.

El compuesto de politiol preferentemente se selecciona del grupo que consiste en 4-mercaptometil-1,8-dimercapto-3,6-ditiaoctano, 2,3-bis(2-mercaptoetiltio)propano-1-tiol, 2,2-bis(mercaptometil)-1,3-propanoditio, bis(2-mercaptoetil)sulfuro, tetraquis(mercaptometil)metano; 2-(2-mercaptoetiltio)propano-1,3-ditio, 2-(2,3-bis(2-mercaptoetiltio)propiltio)etanotio, bis(2,3-dimercaptopropanil)sulfuro, bis(2,3-dimercaptopropanil)disulfuro, 1,2-bis(2-mercaptoetiltio)-3-mercaptopropano, 1,2-bis(2-(2-mercaptoetiltio)-3-mercaptopropiltio)etano, bis(2-(2-mercaptoetiltio)-3-mercaptopropil)sulfuro, 2-(2-mercaptoetiltio)-3-2-mercapto-3-[3-mercapto-2-(2-mercaptoetiltio)-propiltio]propiltio-propano-1-tio, éster de 2,2-bis(3-mercaptopropioniloximetil)-butilo, 2-(2-mercaptoetiltio)-3-(2-(2-[3-mercapto-2-(2-mercaptoetiltio)-propiltio]etiltio)etiltio)propano-1-tio, (4R,11S)-4,11-bis(mercaptometil)-3,6,9,12-tetratiatetradecano-1,14-ditio, (S)-3-(R-2,3-dimercaptopropiltio)propano-1,2-ditio, (4R,14R)-4,14-bis(mercaptometil)-3,6,9,12,15-pentatiaheptano-1,17-ditio, (S)-3-((R-3-mercapto-2-(2-mercaptoetiltio)propil)tio)propiltio)-2-(2-mercaptoetiltio)propano-1-tio, 3,3'-ditiobis(propano-1,2-ditio), (7R,11S)-7,11-bis(mercaptometil)-3,6,9,12,15-pentatiaheptadecano-1,17-ditio, (7R,12S)-7,12-bis(mercaptometil)-3,6,9,10,13,16-hexatiaoctadecano-1,18-ditio, 5,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 4,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 4,8-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, pentaeritritol tetraquis(3-mercaptopropionato), trimetilolpropano tris(3-mercaptopropionato), pentaeritritol tetraquis(2-mercaptoacetato), bispentaeritritol-eterhexaquis(3-mercaptopropionato), 1,1,3,3-tetraquis(mercaptometiltio)propano, 1,1,2,2-tetraquis(mercaptometiltio)etano, 4,6-bis(mercaptometiltio)-1,3-ditiano, 2-(2,2-bis(mercaptodimetiltio)etil)-1,3-

ditietano, y sus mezclas.

También se puede usar una combinación del compuesto de politiol tratado con la sustancia básica y uno o más compuestos de politiol sin tratar con la sustancia básica.

5 Para unas mejores propiedades ópticas de la resina óptica de politiouretano, es necesario controlar la resistencia al impacto y la gravedad específica de la resina óptica de politiouretano y la viscosidad de los monómeros. Para ello, se puede añadir un modificador de resina reactivo a la composición de resina.

10 Como modificador de resina se puede añadir un compuesto olefínico. Ejemplos de dichos compuestos olefínicos incluyen, pero no están limitados a: compuestos de (met)acrilato tales como acrilato de bencilo, metacrilato de bencilo, acrilato de butoxietilo, metacrilato de butoximetilo, acrilato de ciclohexilo, metacrilato de ciclohexilo, acrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroximetilo, acrilato de glicidilo, metacrilato de glicidilo, acrilato de fenoxietilo, metacrilato de fenoxietilo, metacrilato de fenilo, diacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, diacrilato de dietilenglicol, dimetacrilato de dietilenglicol, diacrilato de trietilenglicol, dimetacrilato de trietilenglicol, diacrilato de tetraetilenglicol, dimetacrilato de tetraetilenglicol, diacrilato de polietilenglicol, dimetacrilato de polietilenglicol, diacrilato de neopentilglicol, dimetacrilato de neopentilglicol, acrilato de bisglicidiletetilenglicol, metacrilato de bisglicidiletetilenglicol, diacrilato de bisfenol A, dimetacrilato de bisfenol A, 2,2-bis(4-acriloxietoxifenil)propano, 2,2-bis(4-metacriloxietoxifenil)propano, 2,2-bis(4-acriloxidietoxifenil)propano, 2,2-bis(4-metacriloxidietoxifenil)propano, diacrilato de bisfenol F, dimetacrilato de bisfenol F, 1,1-bis(4-acriloxietoxifenil)metano, 1,1-bis(4-metacriloxietoxifenil)metano, 1,1-bis(4-acriloxidietoxifenil)metano, 1,1-bis(4-metacriloxidietoxifenil)metano, diacrilato de dimetilol triciclohexano, triacrilato de trimetilol propano, trimetacrilato de trimetilol propano, diacrilato de glicerol, dimetacrilato de glicerol, triacrilato de pentaeritritol, tetraacrilato de pentaeritritol, tetrametacrilato de pentaeritritol, tioacrilato de metilo, tiometacrilato de metilo, tioacrilato de fenilo, tiometacrilato de bencilo, ditioldiacrilato de xilileno, dimetacrilato de xililendiol, diacrilato de sulfuro de mercaptoetilo, y dimetacrilato de sulfuro de mercaptoetilo; compuestos alílicos, tales como alil glicidil éter, ftalato de dialilo, tereftalato de dialilo, isoftalato de dialilo, carbonato de dialilo, y carbonato de bisalildietilenglicol; compuestos vinílicos, tales como estireno, cloroestireno, metilestireno, bromoestireno, dibromoestireno, divinilbenceno, y 3,9-divinilspirobi(m-dioxano). Estos compuestos olefínicos se pueden usar solos o como mezclas de dos o más de los mismos.

30 En la presente invención se pueden usar el compuesto de isocianato y el compuesto de politiol, como materias primas, y el modificador de resina en cantidades tales que la relación molar de los grupos funcionales $(\text{NCO}+\text{NCS})/(\text{SH}+\text{OH})$ normalmente se encuentre en el intervalo de 0,5 a 3,0, preferentemente de 0,6 a 2,0, más preferentemente de 0,8 a 1,5.

35 La composición de resina de la presente invención opcionalmente además puede incluir uno o más aditivos seleccionados entre agentes de liberación internos, absorbentes de luz UV, colorantes, estabilizantes, y agentes de soplado. Por ejemplo, la resina para un material óptico a base de uretano se puede producir mediante la inyección de la composición de resina, que incluye el compuesto de politiol, el compuesto de poliisocianato y opcionalmente los aditivos, en un molde, y el curado de la composición de resina en el molde. A la composición de resina además se le pueden añadir uno o más compuestos copolimerizables con la resina de uretano. Ejemplos de dichos compuestos copolimerizables incluyen compuestos epoxi, compuestos tioepoxi, compuestos que tienen grupos vinílicos o insaturados, y compuestos metálicos.

45 El compuesto de isocianato, el compuesto de politiol y el catalizador y los aditivos normalmente se mezclan a una temperatura no superior a 25 °C para preparar la composición de resina para una lente óptica. En algunos casos, se prefiere una temperatura muy inferior a 25 °C en vista de la vida útil de la composición de resina. Si el catalizador y los aditivos no son fácilmente solubles en los monómeros, se pueden disolver en el isocianato, el tiol o en una mezcla de los monómeros mediante precalentamiento.

50 La resina de politiouretano de la presente invención se produce mediante polimerización por colada. En primer lugar, la composición polimerizable de acuerdo con la presente invención se inyecta en un molde, que se mantiene mediante una junta o una cinta. En muchos casos, se prefiere realizar una desgasificación a presión reducida, filtración a presión o a presión reducida, etc., dependiendo de las propiedades físicas necesarias a obtener para la lente de plástico. Las condiciones de polimerización pueden variar enormemente dependiendo de la composición polimerizable, el tipo y la cantidad de catalizador, la forma del molde etc. La polimerización se realiza a una temperatura de -50 a 150 °C aproximadamente durante 1 a 50 horas, pero no está limitada a estas condiciones. El curado preferentemente se realiza durante 1 a 48 horas manteniendo la temperatura o elevando lentamente la temperatura en el intervalo de 10 a 150 °C.

60 Si es necesario, la resina de politiouretano obtenida se puede tratar, por ejemplo, mediante recocido. El tratamiento térmico normalmente se realiza a una temperatura de 50 a 150 °C, preferentemente de 90 a 140 °C, más preferentemente de 100 a 130 °C.

65 La resina de politiouretano de la presente invención se puede moldear en diversas formas cambiando el molde después de la polimerización por colada. Los productos moldeados se pueden usar en diversas aplicaciones ópticas,

incluyendo lentes para gafas, lentes para cámaras, y diodos de emisión de luz (LED). La resina de poliuretano de la presente invención es particularmente adecuada para su uso en materiales ópticos y dispositivos ópticos, tales como lentes para gafas, lentes para cámaras, y diodos de emisión de luz.

- 5 Sobre una o las dos superficies de una lente de plástico se pueden formar capas de revestimiento usando la resina de poliuretano de la presente invención. Como capas de revestimiento, se puede hacer mención a capas de imprimación, capas de revestimiento duras, capas antirreflectantes, capas de película o revestimiento anti-turbidez, capas antiincrustantes, y capas para repeler el agua. Estas capas de revestimiento se pueden usar individualmente o se pueden usar en combinación para formar una estructura multicapa. Cuando se pretende formar las capas de revestimiento sobre las dos superficies de una lente de plástico, las capas de revestimiento pueden ser iguales o diferentes entre sí.

- 15 El material óptico compuesto de la resina a base de uretano de acuerdo con la presente invención se caracteriza por menos blanqueamiento o burbujas de la cinta. Además, el material óptico se puede producir con un alto rendimiento. El material óptico de la presente invención opcionalmente se puede tratar física o químicamente, por ejemplo, mediante pulido superficial, tratamiento anti-estático, tratamiento de revestimiento duro, tratamiento de revestimiento antirreflectante, tratamiento de coloración o fotocromico, con el fin de conferir propiedades antirreflectantes, dureza, resistencia al desgarro, resistencia química, anti-turbidez o un aspecto elegante al material óptico. La resina de uretano de la presente invención tiene un alto índice de refracción que indica una baja dispersidad, es ventajosa en términos de resistencia térmica y durabilidad, y presenta una buena resistencia al impacto a pesar de su peso ligero. La resina de uretano es satisfactoria en cuanto al color. Debido a estas ventajas, la resina de uretano de la presente invención es adecuada para su uso en materiales ópticos, tales como lentes y prismas, y puede tener aplicaciones particulares en lentes, incluyendo lentes para gafas y lentes para cámaras.

25 Ejemplos

La presente invención se explica con detalle con referencia a los siguientes ejemplos. No obstante, estos ejemplos se proporcionan únicamente con fines ilustrativos y no se pretende que limiten el ámbito de la invención.

30 Métodos de ensayo

Se evaluó la vida útil, el blanqueamiento de la resina, la polimerización no uniforme y el comportamiento de las lentes (índice de refracción, número de Abbe y resistencia térmica) con los siguientes métodos de ensayo.

- 35 Se observó un cambio la viscosidad a 30 °C usando un viscosímetro (SV-10, A&D Company Limited), y el tiempo necesario para alcanzar una viscosidad de 300 mPa·s se define como vida útil.

- 40 El blanqueamiento de la resina se evaluó como transparencia de la resina. La resina obtenida se irradió con un proyector en un lugar oscuro. La turbidez de la lente y la presencia de materiales opacos se determinan mediante observación visual. Se consideró que la lente era 'o' (sin blanqueamiento) cuando no se observó turbidez ni materiales opacos y se consideró que era 'x' (blanqueamiento) cuando se observó turbidez y materiales opacos.

- 45 La polimerización no uniforme (estriación) se evaluó observando si se producía deformación óptica en la lente después de que la lente se irradiase con una lámpara de arco de mercurio (USH-102D, USHIO). Se consideró que la lente era 'o' (sin polimerización no uniforme) cuando se observó un patrón no heterogéneo en un radio de 300 mm desde el centro de la lente y se consideró que era 'x' (polimerización no uniforme) cuando se observó un patrón heterogéneo en un radio de 30 mm desde el centro de la lente.

- 50 El índice de refracción (nE) y el número de Abbe se midieron usando refractómetros de Abbe (IT y DR-M4, Atago) a 20 °C.

La temperatura de transición vítrea (Tg) se determinó midiendo con un método de penetración (carga 20 g, punta de perforación de 0,5 mm Φ, velocidad de calentamiento 5 °C/min) (TMAQ400, TA instruments) en nitrógeno de alta pureza.

55 Ejemplo de síntesis 1

- 60 532 g de 2-mercaptoetanol y 1010 g de hidróxido sódico (solución acuosa al 25 %) se mezclaron para preparar una solución homogénea, y a continuación se añadieron gota a gota 300 g de epiclorhidrina a la solución a 40 °C o inferior. Después de completar la adición gota a gota, la mezcla se agitó adicionalmente a 45 °C durante 1 hora. La mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente, y se le añadieron 2040 g de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 35 % y 926 g de tiourea. La mezcla se calentó con agitación a 108 °C durante 4 horas. A continuación, la mezcla resultante se enfrió a 30 °C o inferior, y se le añadió gota a gota 2000 g de una solución acuosa de amoniaco al 25 % mientras se mantenía la temperatura a 30 °C o inferior. Después de completar la adición gota a gota, se realizó la hidrólisis a una temperatura interna de 65 °C durante 1 hora. A continuación, la mezcla de reacción se extrajo en una capa orgánica con 1000 g de tolueno. La capa orgánica se lavó con 500 ml de una solución acuosa de ácido

clorhídrico al 35 %, se lavó una vez con 1000 g de agua, y se sometió a tratamiento alcalino con una solución acuosa de amoníaco al 0,5 % (1000 g). La capa acuosa se descartó y la capa orgánica se concentró a presión reducida, dando 760 g de 2,3-bis(2-mercaptoetiltilio)propano-1-tiol (GST) que tiene un pH de 4,0.

5 Ejemplo de síntesis 2

532 g de 2-mercaptoetanol y 1010 g de hidróxido sódico (solución acuosa al 25 %) se mezclaron para preparar una solución homogénea, y a continuación se añadieron gota a gota 300 g de epiclorhidrina a la solución a 40 °C o inferior. Después de completar la adición gota a gota, la mezcla se agitó adicionalmente a 45 °C durante 1 hora. La mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente, y se le añadieron 2040 g de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 35 % y 926 g de tiourea. La mezcla se calentó con agitación a 108 °C durante 4 horas. A continuación, la mezcla resultante se enfrió a 30 °C o inferior, y se le añadió gota a gota 2000 g de una solución acuosa de amoníaco al 25 % mientras se mantenía la temperatura a 30 °C o inferior. Después de completar la adición gota a gota, se realizó la hidrólisis a una temperatura interna de 65 °C durante 1 hora. A continuación, la mezcla de reacción se extrajo en una capa orgánica con 1000 g de tolueno. La capa orgánica se lavó con 500 ml de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 35 % y se lavó una vez con 1000 g de agua. La capa acuosa se descartó. La capa orgánica se concentró a presión reducida, y se le añadió amoníaco acuoso, dando 763 g de 2,3-bis(2-mercaptoetiltilio)propano-1-tiol (GST) que tiene un pH de 4,5.

20 Ejemplo de síntesis 3

Se añadieron lentamente gota a gota 560 g de epiclorhidrina a una mezcla de 295 g de etanoditol y 10 ml de trietilamina a una temperatura de reacción ajustada a 40 °C mientras se mantiene la temperatura a 45 °C. Después de completar la adición gota a gota, la mezcla se agitó adicionalmente durante 1 hora. A la solución se le añadió lentamente gota a gota una solución homogénea de 473 g de 2-mercaptoetanol y 968 g de NaOH acuoso al 25 % mientras se mantiene la temperatura a 45 °C. Después de completar la adición gota a gota, la mezcla se agitó adicionalmente a 45 °C durante 1 hora. La mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente, y se le añadieron 1577 g de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 35 % y 1013 g de tiourea. La mezcla se calentó con agitación a 108 °C durante 4 horas. A continuación, la mezcla resultante se enfrió a 30 °C o inferior, y se le añadió gota a gota 1500 g de una solución acuosa de amoníaco al 25 % mientras se mantenía la temperatura a 30 °C o inferior. Después de completar la adición gota a gota, se realizó la hidrólisis a una temperatura interna de 65 °C durante 1 hora. A continuación, la mezcla de reacción se extrajo en una capa orgánica con 1000 g de tolueno. La capa orgánica se lavó con 500 ml de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 35 % y se lavó una vez con 1000 g de agua. La capa acuosa se descartó. La capa orgánica se concentró a presión reducida, y se le añadió amoníaco acuoso, dando 1203 g de 1,2-bis(2-(2-mercaptoetiltilio)-3-mercaptopropiltilio)etano (ETS-4) que tiene un pH de 5,0.

Ejemplo de síntesis comparativo 1

532 g de 2-mercaptoetanol y 1010 g de hidróxido sódico (solución acuosa al 25 %) se mezclaron para preparar una solución homogénea, y a continuación se añadieron gota a gota 300 g de epiclorhidrina a la solución a 40 °C o inferior. Después de completar la adición gota a gota, la mezcla se agitó adicionalmente a 45 °C durante 1 hora. La mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente, y se le añadieron 2040 g de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 35 % y 926 g de tiourea. La mezcla se calentó con agitación a 108 °C durante 4 horas. A continuación, la mezcla resultante se enfrió a 30 °C o inferior, y se le añadió gota a gota 2000 g de una solución acuosa de amoníaco al 25 % mientras se mantenía la temperatura a 30 °C o inferior. Después de completar la adición gota a gota, se realizó la hidrólisis a una temperatura interna de 65 °C durante 1 hora. A continuación, la mezcla de reacción se extrajo en una capa orgánica con 1000 g de tolueno. La capa orgánica se lavó con 500 ml de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 35 % y se lavó una vez con 1000 g de agua. La capa acuosa se descartó y la capa orgánica se concentró a presión reducida, dando 755 g de 2,3-bis(2-mercaptoetiltilio)propano-1-tiol (GST) que tiene un pH de 2,8.

Ejemplo de síntesis comparativo 2

532 g de 2-mercaptoetanol y 1010 g de hidróxido sódico (solución acuosa al 25 %) se mezclaron para preparar una solución homogénea, y a continuación se añadieron gota a gota 300 g de epiclorhidrina a la solución a 40 °C o inferior. Después de completar la adición gota a gota, la mezcla se agitó adicionalmente a 45 °C durante 1 hora. La mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente, y se le añadieron 2040 g de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 35 % y 926 g de tiourea. La mezcla se calentó con agitación a 108 °C durante 4 horas. A continuación, la mezcla resultante se enfrió a 30 °C o inferior, y se le añadió gota a gota 2000 g de una solución acuosa de amoníaco al 25 % mientras se mantenía la temperatura a 30 °C o inferior. Después de completar la adición gota a gota, se realizó la hidrólisis a una temperatura interna de 65 °C durante 1 hora. A continuación, la mezcla de reacción se extrajo en una capa orgánica con 1000 g de tolueno. La capa orgánica se lavó con 500 ml de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 35 % y se lavó una vez con 1000 g de agua. La capa acuosa se descartó. La capa orgánica se concentró a presión reducida, y se le añadió amoníaco acuoso, dando 769 g de 2,3-bis(2-mercaptoetiltilio)propano-1-tiol (GST) que tiene un pH de 7,5.

Ejemplo 1

Se homogeneizaron 56 g de diisocianato de isoforona, 44 g de 2,3-bis(2-mercaptoetiltio)propano-1-tiol (GST) que tiene un pH de 4,0, 0,1 g de dicloruro de dibutilestano, HTAQ (20 ppm) y PRD (10 ppm) como colorantes orgánicos, 1,5 g de HOPBT como absorbente UV, y 0,1 g de un agente de liberación interno (Zelec UN, STEPAN) y se disolvieron a 20 °C. La solución homogénea se desgasificó a 400 Pa durante 1 h, se filtró a través de un filtro de PTFE de 1 µm, y se inyectó en un molde que consiste en un molde de vidrio y una cinta. El molde se colocó en un horno de polimerización y se calentó gradualmente de 25 °C a 130 °C durante 21 horas, y se polimerizó. Después de que la polimerización hubo concluido, el molde se extrajo del horno. La capacidad de liberación de la resina del molde era buena. La resina obtenida se recoció a 130 °C durante 4 horas. Las propiedades físicas de la resina obtenida tenían un índice de refracción (nE) de 1,610, un número de Abbe de 39, y una resistencia térmica (Tg) de 116 °C. Se determinó el estado de la solución antes de la inyección en el molde mediante observación visual. No se observaron anomalías como resultado de confirmar la presencia de impurezas después de la liberación del molde. No se observó blanqueamiento y se comprobó que la resina tiene una calidad estable. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 1.

Ejemplos 2-6

Se prepararon las composiciones que se muestran en la Tabla 1 de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se usaron para producir lentes. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo 1

Se homogeneizaron 56 g de diisocianato de isoforona, 44 g de 2,3-bis(2-mercaptoetiltio)propano-1-tiol (GST) que tiene un pH de 2,8, 0,1 g de dicloruro de dibutilestano, HTAQ (20 ppm) y PRD (10 ppm) como colorantes orgánicos, 1,5 g de HOPBT como absorbente UV, y 0,1 g de un agente de liberación interno (Zelec UN, STEPAN) y se disolvieron a 20 °C. La solución homogénea se desgasificó a 400 Pa durante 1 h, se filtró a través de un filtro de PTFE de 1 µm, y se inyectó en un molde que consiste en un molde de vidrio y una cinta. El molde se colocó en un horno de polimerización y se calentó gradualmente de 25 °C a 130 °C durante 21 horas, y se polimerizó. Después de que la polimerización hubo concluido, el molde se extrajo del horno. La capacidad de liberación de la resina del molde era buena. La resina obtenida se recoció a 130 °C durante 4 horas. Las propiedades físicas de la resina obtenida eran de un índice de refracción (nE) de 1,602, un número de Abbe de 39, y una resistencia térmica (Tg) de 116 °C. Se determinó el estado de la solución antes de la inyección en el molde mediante observación visual. No se observaron anomalías como resultado de confirmar la presencia de impurezas después de la liberación del molde, pero se observó un blanqueamiento severo. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo 2

Se prepararon las composiciones que se muestran en la Tabla 1 de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1 y se usaron para producir lentes. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 1.

TABLA 1

		Ejemplo n.º						Ejemplo Comparativo n.º	
		1	2	3	4	5	6	1	2
Composición de monómero (g)	GST (pH 4,0)	44,00		47,04					
	GST (pH 4,5)				48,45		44,00		
	ETS-4 (pH 5,0)		48,90			52,09			
	GST (pH 2,8)							44,00	
	GST (pH 7,5)								44,00
	IPDI	56,00	51,10	30,15	18,63	27,28	56,00	56,00	56,00
	HDI			22,81	32,90	20,64			
Agente de liberación (g)	Zelec UN	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Absorbente UV (g)	HOPBT	15	15	15	15	15	15	15	15
Iniciador de polimerización (g)	BTC	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Colorantes	HTAQ	20	20	20	20	20	20	20	20

orgánicos (ppm)	PRD	10	10	10	10	10	10	10	10
Propiedades físicas de las lentes	Índice de refracción (NE, 20 °C)	1,601	1,611	1,608	1,609	1,614	1,601	1,60	1,601
	Número de Abbe	39	38	38	38	38	38	38	38
	Temperatura de transición vítrea (Tg, °C)	116	115	97	82	96	116	116	116
	Polimerización no uniforme	○	○	○	○	○	○	○	×
	Blanqueo	○	○	○	○	○	○	×	○

Como se puede observar de los resultados en la Tabla 1, el uso de los compuestos de politiol de la presente invención (pH 3,1 a 7) tratados con amoníaco acuoso como solución básica o a los cuales se le añadió la solución básica pudo prevenir la aparición de blanqueamiento, que es un problema que se da con el uso del compuesto de politiol que tiene un pH de 2,8 y el compuesto de organoestaño como catalizador. Además, los compuestos de politiol son muy miscibles con los isocianatos y se pueden usar para producir resinas de poliuretano adecuadas para su uso como resinas transparentes para lentes ópticas. En particular, los compuestos de politiol eran muy miscibles con los isocianatos, experimentaron pequeñas variaciones en la velocidad de polimerización, y se podían usar para producir lentes ópticas sin blanqueamiento sustancial. Si los valores de pH de los compuestos de politiol de los Ejemplos 1 y 2 no se hubiesen ajustado con la solución básica orgánica o inorgánica, tal como hidróxido alcalino o amina (incluyendo sólidas y gaseosas), los compuestos de politiol se hubieran polimerizado lentamente y tendrían vidas útiles prolongadas. No obstante, el ajuste del pH de los compuestos de tiol mediante el tratamiento con la solución básica mejora la miscibilidad de los compuestos de politiol con los isocianatos, incrementa en cierta medida las velocidades de polimerización de los compuestos de politiol, y podría resolver los problemas de blanqueamiento y polimerización no uniforme. Estos resultados dan lugar a la conclusión de que los compuestos de politiol cuyos valores de pH se ajustan con la solución básica son muy miscibles y son adecuados para su uso en la producción de resinas de poliuretano con una calidad estable.

Abreviaturas

Monómeros

IPDI: Diisocianato de isoforona

HDI: 1,6-diisocianato de hexametileno

GST: 2,3-Bis(2-mercaptoetiltio)propano-1-tiol

ETS-4: 1,2-Bis(2-(2-mercaptoetiltio)-3-mercaptopropiltio)etano

Agente de liberación

Zelec UN: Compuesto de fosfato (Zelec UN™, Stepan)

Absorbente UV

HOPBT: 2-(2'-hidroxi-5'-t-octilfenil)benzotriazol

Colorantes orgánicos

HTAQ: 1-hidroxi-4-(p-toluidina)antraquinona

PRD: colorante de perinona

Iniciador de la polimerización

BTC: Dicloruro de dibutilestaño

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de una resina para un material óptico a base de tiouretano, comprendiendo el método

(a) preparar un compuesto de politiol que tiene un pH de 3,1 a 7 incluyendo ajustar el pH de un compuesto de politiol, en donde el producto se obtiene a partir de una capa orgánica que se consigue después del lavado con un ácido inorgánico y a continuación el lavado con una solución básica acuosa, y

(b) mezclar el compuesto de politiol que tiene un pH de 3,1 a 7 con un compuesto de poliisocianato y un compuesto de organoestaño como catalizador para preparar una composición de resina, seguido de polimerización por colada, en donde el compuesto de poliisocianato es al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en diisocianato de isoforona, 4,4'-diisocianato de dicitclohexilmetano (H_{12} MDI), diisocianato de hexametileno y sus mezclas.

2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el pH del compuesto de politiol se ajusta de 3,1 a 7 mediante la adición de una sustancia básica orgánica o inorgánica.

3. El método de acuerdo con la reivindicación 2, en el que la sustancia básica orgánica o inorgánica es amoniaco, amoniaco gaseoso, una amina primaria, una amina secundaria, una amina terciaria, una amina cuaternaria, una poliamina, una solución alcalina acuosa o una de sus mezclas.

4. El método de acuerdo con la reivindicación 2, en el que la sustancia básica orgánica o inorgánica se selecciona del grupo que consiste en: compuestos de aminas primarias monofuncionales, que incluyen amoniaco, amoniaco gaseoso, etilamina, n-propilamina, isopropilamina, n-butilamina, sec-butilamina, t-butilamina, pentilamina, hexilamina, heptilamina, octilamina, decilamina, laurilamina, miristilamina, 3-pentilamina, 2-etilhexilamina, 1,2-dimetilhexilamina, alilamina, aminometilbicioheptano, ciclopentilamina, ciclohexilamina, 2,3-dimetilciclohexilamina, aminometilciclohexano, anilina, bencilamina, fenetilamina, 2-, 3- y 4-metilbencilamina, o-, m- y p-metilnilina, o-, m- y p-etilnilina, aminomorfolina, naftilamina, furfurilamina, α -aminodifenilmetano, toluidina, aminopiridina, aminofenol, aminoetanol, 1-aminopropanol, 2-aminopropanol, aminobutanol, aminopentanol, aminohexanol, metoxietilamina, 2-(2-aminoetoxi)etanol, 3-etoxipropilamina, 3-propoxipropilamina, 3-butoxipropilamina, 3-isopropoxipropilamina, 3-isobutoxipropilamina y 2,2-dietoxietilamina; compuestos de poliaminas primarias, incluyendo etilendiamina, 1,2- y 1,3-diaminopropano, 1,2-, 1,3- y 1,4-diaminobutano, 1,5-diaminopentano, 1,6-diaminohexano, 1,7-diaminoheptano, 1,8-diaminooctano, 1,10-diaminodecano, 1,2-, 1,3- y 1,4-diaminociclohexano, o-, m- y p-diaminobenceno, 3,4- y 4,4'-diaminobenzofenona, 3,4- y 4,4'-diaminodifeniléter, 4,4'-diaminodifenilmetano, 4,4'-diaminodifenilsulfuro, 3,3'- y 4,4'-diaminodifenilsulfona, 2,7-diaminofluoreno, 1,5-, 1,8- y 2,3-diaminonaftaleno, 2,3-, 2,6- y 3,4-diaminopiridina, 2,4- y 2,6-diaminotolueno, m- y p-xilendiamina, isofocondiamina, diaminometilbicioheptano, 1,3- y 1,4-diaminometilciclohexano, 2- y 4-aminopiperidina, 2- y 4-aminometilpiperidina, 2- y 4-aminoetilpiperidina, N-aminoetilmorfolina y N-aminopropilmorfolina; compuestos de aminas secundarias monofuncionales, que incluyen dietilamina, dipropilamina, di-n-butilamina, di-sec-butilamina, diisobutilamina, di-n-pentilamina, di-3-pentilamina, dihexilamina, dioctilamina, di(2-etilhexil)amina, metilhexilamina, dialilamina, N-metilalilamina, piperidina, pirrolidina, difenilamina, N-metilamina, N-etilamina, dibencilamina, N-metilbencilamina, N-etilbencilamina, dicitclohexilamina, N-metilnilina, N-etilnilina, dinaftilamina, 1-metilpiperazina y morfolina; compuestos de poliaminas secundarias y terciarias, que incluyen N,N'-dimetiletiletilendiamina, N,N'-dimetil-1,2-diaminopropano, N,N'-dimetil-1,3-diaminopropano, N,N'-dimetil-1,2-diaminobutano, N,N'-dimetil-1,3-diaminobutano, N,N'-dimetil-1,4-diaminobutano, N,N'-dimetil-1,5-diaminopentano, N,N'-dimetil-1,6-diaminohexano, N,N'-dimetil-1,7-diaminoheptano, N,N'-dietiletilendiamina, N,N'-dietil-1,2-diaminopropano, N,N'-dietil-1,3-diaminopropano, N,N'-dietil-1,2-diaminobutano, N,N'-dietil-1,3-diaminobutano, N,N'-dietil-1,4-diaminobutano, N,N'-dietil-1,5-diaminopentano, N,N'-dietil-1,6-diaminohexano, N,N'-dietil-1,7-diaminoheptano, piperazina, 2-metilpiperazina, 2,5-dimetilpiperazina, 2,6-dimetilpiperazina, homopiperazina, 1,1-di-(4-piperidil)metano, 1,2-di-(4-piperidil)etano, 1,3-di-(4-piperidil)propano, 1,4-di-(4-piperidil)butano y tetrametilguanidina; y una solución alcalina acuosa; y sus mezclas.

5. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el compuesto de politiol se selecciona del grupo que consiste en 4-mercaptometil-1,8-dimercapto-3,6-ditiaoctano, 2,3-bis(2-mercaptoetiltio)-3-propano-1-tiol, 2,2-bis(mercaptometil)-1,3-propanoditio, bis(2-mercaptoetil)sulfuro, tetraquis(mercaptometil)metano; 2-(2-mercaptoetiltio)propano-1,3-ditio, 2-(2,3-bis(2-mercaptoetiltio)propiltio)etanotio, bis(2,3-dimercaptopropanil)sulfuro, bis(2,3-dimercaptopropanil)disulfuro, 1,2-bis(2-mercaptoetiltio)-3-mercaptopropano, 1,2-bis(2-(2-mercaptoetiltio)-3-mercaptopropiltio)etano, bis(2-(2-mercaptoetiltio)-3-mercaptopropil)sulfuro, 2-(2-mercaptoetiltio)-3-mercapto-2-[3-mercapto-2-(2-mercaptoetiltio)-propiltio]propiltio-propano-1-tiol, éster de 2,2-bis-(3-mercapto-propioniloximetil)-butilo, 2-(2-mercaptoetiltio)-3-(2-(2-[3-mercapto-2-(2-mercaptoetiltio)-propiltio]etiltio)etiltio)propano-1-tiol, (4R,11S)-4,11-bis(mercaptometil)-3,6,9,12-tetratiatetradecano-1,14-ditio, (S)-3-((R-2,3-dimercaptopropil)tio)propano-1,2-ditio, (4R,14R)-4,14-bis(mercaptometil)-3,6,9,12,15-pentatiaheptano-1,17-ditio, (S)-3-((R-3-mercapto-2-(2-mercaptoetil)tio)propil)tio)propil)tio)-2-((2-mercaptoetil)tio)propano-1-tio, 3,3'-ditiobis(propano-1,2-ditio), (7R,11S)-7,11-bis(mercaptometil)-3,6,9,12,15-pentatiaheptadecano-1,17-ditio, (7R,12S)-7,12-bis(mercaptometil)-3,6,9,10,13,16-hexatiaoctadecano-1,18-ditio, 5,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 4,7-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, 4,8-dimercaptometil-1,11-dimercapto-3,6,9-tritiaundecano, pentaeritritol tetraquis(3-mercaptopropionato), trimetilolpropano tris(3-mercaptopropionato), pentaeritritol tetraquis(2-

mercaptoacetato), bispentaeritrol-eter-hexaquis(3-mercaptopropionato), 1,1,3,3-tetraquis(mercaptometiltio)propano, 1,1,2,2-tetraquis(mercaptometiltio)etano, 4,6-bis(mercaptometiltio)-1,3-ditiano, 2-(2,2-bis(mercaptodimetiltio)etil)-1,3-ditietano, y sus mezclas.

5 6. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición de resina además comprende uno o más compuestos de politiol no tratados con una sustancia básica.

7. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición de resina además comprende al menos un compuesto de iso(tio)cianato seleccionado del grupo que consiste en: compuestos alifáticos de isocianato, que
10 incluyen diisocianato de 2,2-dimetilpentano, diisocianato de 2,2,4-trimetilhexano, diisocianato de buteno, 1,4-diisocianato de 1,3-butadieno, diisocianato de 2,4,4-trimetilhexametileno, 1,6,11-undecatriisocianato, triisocianato de 1,3,6-hexametileno, 1,8-diisocianato de 4-isocianatometiloctano, bis(isocianatoetil)carbonato y bis(isocianatoetil)éter; compuestos alicíclicos de isocianato que incluyen 1,2-bis(isocianatometil)ciclohexano, 1,3-bis(isocianatometil)ciclohexano, 1,4-bis(isocianatometil)ciclohexano, diisocianato de ciclohexano, diisocianato de metilciclohexano, isocianato de dicitlohexildimetilmetano e isocianato de 2,2-dimetildicitlohexilmetano; compuestos
15 aromáticos de isocianato que incluyen bis(isocianatobutil)benceno, bis(isocianatometil)naftaleno, bis(isocianatometil)difeniléter, diisocianato de fenileno, diisocianato de etilfenileno, diisocianato de isopropilfenileno, diisocianato de dimetilfenileno, diisocianato de dietilfenileno, diisocianato de diisopropilfenileno, triisocianato de trimetilbenceno, triisocianato de benceno, diisocianato de bifenilo, diisocianato de toluidina, diisocianato de 4,4-difenilmetano, 4,4-diisocianato de 3,3-dimetildifenilmetano, 4,4-diisocianato de bibencilo, bis(isocianatofenil)etileno, 4,4-diisocianato de 3,3-dimetoxibifenilo, diisocianato de hexahidrobenceno y 4,4-diisocianato de hexahidro-difenilmetano; compuestos alifáticos de isocianato que contienen azufre que incluyen bis(isocianatoetil)sulfuro, bis(isocianatopropil)sulfuro, bis(isocianatohexil)sulfuro, bis(isocianatometil)sulfona, bis(isocianatometil)disulfuro, bis(isocianatopropil)disulfuro, bis(isocianatometiltio)metano, bis(isocianatoetiltio)metano, bis(isocianatoetiltio)etano, bis(isocianatometiltio)etano y 1,5-diisocianato de 2-isocianatometil-3-tiapentano; compuestos aromáticos de isocianato que contienen azufre que incluyen 2,4-diisocianato de difenilsulfuro, 4,4-diisocianato de difenilsulfuro, 4,4-diisocianato de 3,3-dimetoxi-dibenciltioéter, bis(4-isocianatometilbenceno)sulfuro, 3,3-diisocianato de 4,4-metoxibencenotioetilenglicol, 4,4-diisocianato de difenildisulfuro, 5,5-diisocianato de 2,2-dimetildifenildisulfuro, 5,5-diisocianato de 3,3-dimetildifenildisulfuro, 6,6-diisocianato de 3,3-dimetildifenildisulfuro, 5,5-diisocianato de 4,4-dimetildifenildisulfuro, 4,4-diisocianato de 3,3-dimetoxidifenildisulfuro y 3,3-diisocianato de 4,4-dimetoxidifenildisulfuro; y compuestos heterocíclicos de isocianato que contienen azufre que incluyen 2,5-diisocianatotiofeno, 2,5-bis(isocianatometil)tiofeno, 2,5-diisocianatotetrahidrotiofeno, 2,5-bis(isocianatometil)tetrahidrotiofeno, 3,4-bis(isocianatometil)tetrahidrotiofeno, 2,5-diisocianato de 1,4-ditiano, 2,5-bis(isocianatometil)-1,4-ditiano, 4,5-diisocianato de 1,3-ditiolano, 4,5-bis(isocianatometil)-1,3-ditiolano y 4,5-bis(isocianatometil)-2-metil-1,3-ditiolano.

8. Una composición de resina para un material óptico a base de tiouretano, que comprende:

(a) un compuesto de politiol que tiene un pH de 3,1 a 7;
40 (b) un compuesto de poliisocianato, en donde el compuesto de poliisocianato es al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en diisocianato de isoforona, 4,4-diisocianato de dicitlohexilmetano (H₁₂MDI), diisocianato de hexametileno y sus mezclas; y
(c) un compuesto de organoestaño como catalizador.

45 9. Una resina de material óptico a base de tiouretano producido mediante el método de acuerdo con la reivindicación 1.

10. Una lente óptica para un material óptico a base de tiouretano que comprende la resina de acuerdo con la reivindicación 9.

50 11. La lente óptica de acuerdo con la reivindicación 10, en donde la lente óptica es una lente para gafas.