



(21)申請案號：104110691

(22)申請日：中華民國 104 (2015) 年 04 月 01 日

(51)Int. Cl. : C08K5/45 (2006.01)
G02B1/04 (2006.01)

C08J3/24 (2006.01)

(30)優先權：2014/04/14 日本
2014/04/14 日本2014-082880
2014-082881(71)申請人：日商三菱瓦斯化學股份有限公司(日本)MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC. (JP)
日本

(72)發明人：竹村絃平 TAKEMURA, KOUHEI (JP)；小西哲哉 KONISHI, TETSUYA (JP)；青木崇 AOKI, TAKASHI (JP)；堀越裕 HORIKOSHI, HIROSHI (JP)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

CN 102634024A

CN 102762637A

審查人員：黃凱煜

申請專利範圍項數：16 項 圖式數：0 共 36 頁

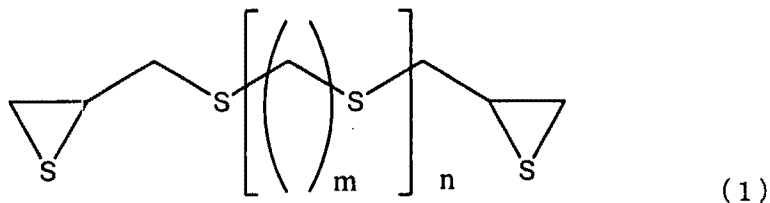
(54)名稱

光學材料用組成物及其製造方法以及由光學材料用組成物得到之光學材料

(57)摘要

依照本發明，可提供一種光學材料用組成物，其特徵為含有丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之環硫化合物。進一步地，依照本發明之較佳態樣，可提供一種光學材料用組成物，其含有：具有下述(1)式表示之構造，且丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之(a)化合物(環硫化合物)、(b)聚異氰酸酯化合物、及(c)聚硫醇化合物。

【化1】



(式中，m 表示 0~4 之整數，n 表示 0 或 1 之整數)。

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

光學材料用組成物及其製造方法以及由光學材料用組成物得到之光學材料

【技術領域】

[0001] 本發明係關於光學材料用組成物等，特別係關於塑膠透鏡、稜鏡、光纖、資訊紀錄基具、濾光片等之光學材料，尤為適於塑膠透鏡之光學材料用組成物等。

【先前技術】

[0002] 塑膠材料係輕量且富於韌性，又染色容易，因此近年來多用於各種光學材料、特別是眼鏡透鏡。光學材料，特別尤其是眼鏡透鏡所要求的性能，就物理性質而言為低比重、高透明性及低黃色度、高耐熱性、高強度等，就光學性能而言為高折射率與高阿貝數。高折射率可使透鏡薄型化、高阿貝數會減低透鏡之色像差，但折射率越上昇，阿貝數越低，因此係實施同時提高兩者的探討。此等探討中最為代表性的方法，係專利文獻 1 所示之使用環硫化合物的方法。

亦有進行以更進一步之高折射率為目標的探討，提出有專利文獻 2 或 3 所示之由硫、環硫化合物與硫醇所構成之組成物。

進一步地，有報告為了提高強度，於聚環硫化合物中導入硫代胺基甲酸酯之光學材料(專利文獻 4、5)。

但是導入硫代胺基甲酸酯時，會產生耐熱性之降低、切削加工時之臭氣產生、及稱為脈理的聚合不均，因而有報告限定組成比、或者限定黏度之方法(專利文獻 6~8)。

但是，此等含有環硫化合物之組成物，聚合硬化時有白濁的情況。因為係光學材料用途，硬化後若產生白濁，則整體成為不良，而會產生莫大的損失。因此，期望有於硬化前之階段，預測硬化後有無白濁產生，而可判斷好壞的方法。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

[0003]

[專利文獻 1] 日本特開平 9-110979 號公報

[專利文獻 2] 日本特開 2001-2783 號公報

[專利文獻 3] 日本特開 2004-137481 號公報

[專利文獻 4] 日本特開平 11-352302 號公報

[專利文獻 5] 日本特開 2001-131257 號公報

[專利文獻 6] 日本特開 2001-330701 號公報

[專利文獻 7] 日本特開 2005-220162 號公報

[專利文獻 8] 日本特開 2007-090574 號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

[0004] 本發明所欲解決之課題。係提供於聚合硬化前之階段，預測、判別硬化後有無白濁產生，而可判斷好壞的含有環硫化合物之光學材料用組成物等。

[用以解決課題之手段]

[0005] 本發明者等人鑑於如此狀況而重複努力研究之結果，藉由含有使環硫化合物溶解於丙酮時的溶液濁度值(丙酮濁度值)為 3.0ppm 以下之環硫化合物的光學材料用組成物等，解決了本課題，而完成本發明。

亦即，本發明如以下所述。

<1> 一種光學材料用組成物，其特徵為含有丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之環硫化合物。

<2> 如上述<1>之光學材料用組成物，其進一步含有硫。

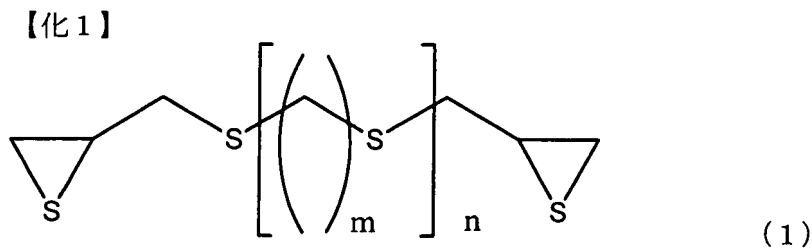
<3> 如上述<2>之光學材料用組成物，其中前述環硫化合物與前述硫係經預備性聚合。

<4> 如上述<2>或<3>之光學材料用組成物，其中前述硫之 10%以上係與環硫化合物經預備性聚合。

<5> 如上述<2>至<4>中任一項之光學材料用組成物，其進一步含有聚硫醇化合物。

<6> 如上述<1>至<5>中任一項之光學材料用組成物，其係經脫氣處理。

<7> 如上述<1>之光學材料用組成物，其中前述環硫化合物係具有下述(1)式表示之構造的(a)化合物。



(式中， m 表示 0~4 之整數， n 表示 0 或 1 之整數)。

<8> 如上述<7>之光學材料用組成物，其進一步含有 (b)聚異氰酸酯化合物、及(c)聚硫醇化合物。

<9> 如上述<8>之光學材料用組成物，其中前述(b)化合物，係選自由異佛酮二異氰酸酯、甲伸苯基二異氰酸酯、二苯基甲烷二異氰酸酯、六亞甲基二異氰酸酯、 m -伸苯二甲基二異氰酸酯、 p -伸苯二甲基二異氰酸酯、 m -四甲基伸苯二甲基二異氰酸酯、 p -四甲基伸苯二甲基二異氰酸酯、1,3-雙(異氰酸酯甲基)環己烷、1,4-雙(異氰酸酯甲基)環己烷、雙(異氰酸酯甲基)降莖烯、及 2,5-二異氰酸酯甲基-1,4-二硫雜環己烷所構成之群組之至少 1 種以上的化合物，且

前述(c)化合物，係選自由雙(2-巰基乙基)硫醚、2,5-二巰基甲基-1,4-二硫雜環己烷、1,3-雙(巰基甲基)苯、1,4-雙(巰基甲基)苯、4-巰基甲基-1,8-二巰基-3,6-二硫雜辛烷、4,8-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、4,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、5,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、1,1,3,3-肆(巰基甲基硫基)丙烷、季戊四醇肆巰基丙酸酯、季戊四醇肆

硫乙醇酸酯、三羥甲基丙烷參硫乙醇酸酯)、及三羥甲基丙烷參巰基丙酸酯所構成之群組之至少 1 種以上的化合物。

<10> 如上述<8>或<9>之光學材料用組成物，其中以(a)化合物、(b)化合物、及(c)化合物之總量為 100 重量%時，(a)化合物為 50~95 重量%、(b)化合物為 1~25 重量%、(c)化合物為 1~25 重量%，且相對於(b)化合物之 NCO 基而言，(c)化合物之 SH 基的比例，亦即[(c)化合物之 SH 基數/(b)化合物之 NCO 基數](SH 基/NCO 基)，為 1.0~2.5。

<11> 一種光學材料之製造方法，其特徵為，使如上述<1>至<10>中任一項之光學材料用組成物聚合硬化。

<12> 一種光學材料之製造方法，其係於如上述<8>至<10>中任一項之光學材料用組成物中，相對於(a)~(c)化合物之全部量而言，添加 0.0001 重量%~10 重量%之鎊鹽作為聚合觸媒，進行聚合硬化。

<13> 如上述<11>或<12>之光學材料之製造方法，其中於光學材料用組成物之聚合硬化後，施以退火處理。

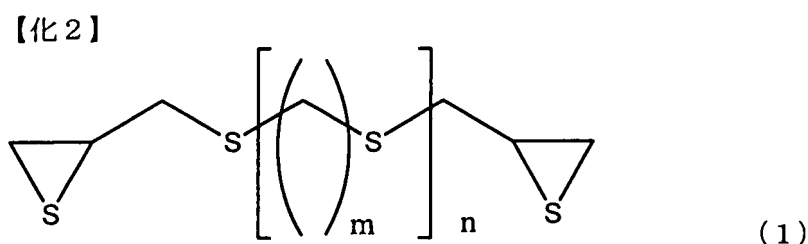
<14> 一種光學材料，其係藉由如上述<11>至<13>中任一項之光學材料之製造方法所得到。

<15> 一種光學透鏡，其係含有如上述<14>之光學材料。

<16> 一種光學材料用原料之製造方法，其係由環硫化合物製造品製造光學材料用原料之方法，其特徵為選出

丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之環硫化合物製造品，作為光學材料用原料。

<17> 如上述 <16> 之光學材料用原料之製造方法，其中前述環硫化合物，係具有下述 (1) 式表示之構造的 (a) 化合物，



(式中，m 表示 0~4 之整數，n 表示 0 或 1 之整數)。

[發明之效果]

[0006] 藉由本發明，可提供含有環硫化合物之光學材料用組成物等，其能夠進行在習知技術中為困難之於聚合硬化前之階段預測聚合硬化後有無白濁產生、判斷好壞。

【實施方式】

[0007] 說明本發明之第 1 態樣。

本發明之第 1 態樣，係一種光學材料用組成物，其特徵為含有丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之環硫化合物。

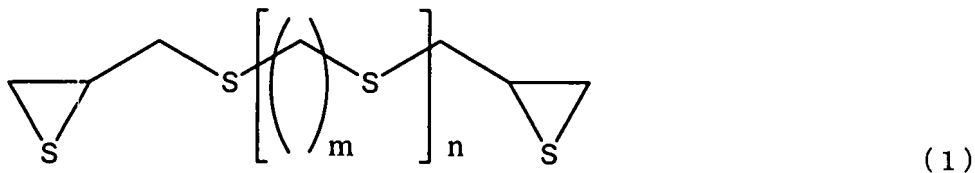
本發明之第 1 態樣(及後述之第 2 態樣)中之環硫化合物，不一定意指純品，係包含以公知方法製造之環硫化合

物製造品。亦即，本發明中之環硫化合物，亦包含含有少量雜質之環硫化合物製造品。

[0008] 本發明之第 1 態樣中使用之環硫化合物，包括全部的環硫化合物，具體例子可分為具有鏈狀脂肪族骨架、脂肪族環狀骨架、或芳香族骨架之化合物而列舉。

具有鏈狀脂肪族骨架之化合物，可列舉下述(1)式表示之化合物。

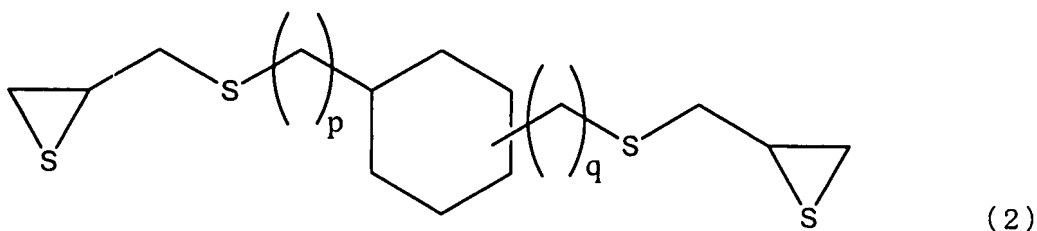
【化3】



(惟，m 為 0~4 之整數、n 表示 0 或 1 之整數)。

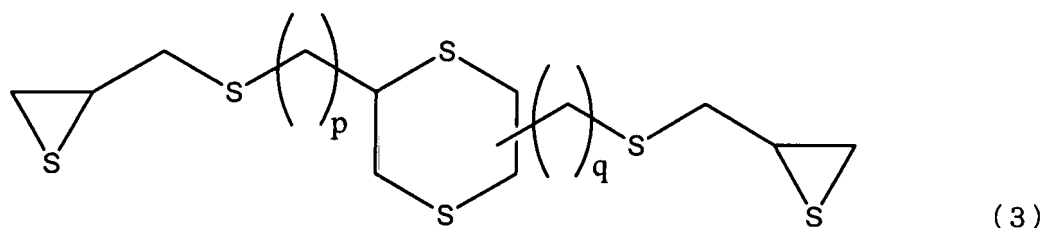
[0009] 具有脂肪族環狀骨架之化合物，可列舉下述(2)式或(3)式表示之化合物。

【化4】



(p、q 分別表示 0~4 之整數)。

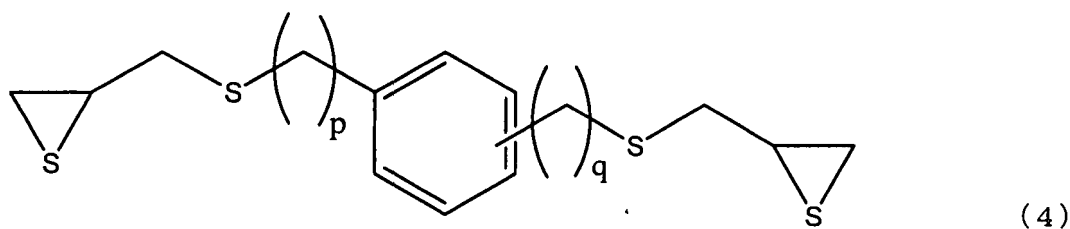
【化5】



(p、q 分別表示 0~4 之整數)。

具有芳香族骨架之化合物，可列舉下述(4)式表示之化合物。

【化6】



(p、q 分別表示 0~4 之整數)。

[0010] 其中尤較佳之化合物，係具有鏈狀脂肪族骨架之上述(1)式表示之化合物，具體而言係雙(β-環硫基丙基)硫醚、雙(β-環硫基丙基)二硫醚、雙(β-環硫基丙基)三硫醚、雙(β-環硫基丙基)硫基)甲烷、1,2-雙(β-環硫基丙基)硫基)乙烷、1,3-雙(β-環硫基丙基)硫基)丙烷、1,4-雙(β-環硫基丙基)硫基)丁烷、雙(β-環硫基丙基)硫基)乙基)硫醚。特佳之化合物，係雙(β-環硫基丙基)硫醚(上述(1)式中 $n=0$)、雙(β-環硫基丙基)二硫醚(上述(1)式中 $m=0$ 、 $n=1$)，最佳之化合物，係雙(β-環硫基丙基)硫醚(上述(1)式中 $n=0$)。

又，具有脂肪族環狀骨架之環硫化合物，可列舉 1,3 及 1,4-雙(β -環硫基丙基硫基)環己烷(上述(2)式中 $p=0$ 、 $q=0$)、1,3 及 1,4-雙(β -環硫基丙基硫基甲基)環己烷(上述(2)式中 $p=1$ 、 $q=1$)、雙[4-(β -環硫基丙基硫基)環己基]甲烷、2,2-雙[4-(β -環硫基丙基硫基)環己基]丙烷、雙[4-(β -環硫基丙基硫基)環己基]硫醚、2,5-雙(β -環硫基丙基硫基)-1,4-二硫雜環己烷(上述(3)式中 $p=0$ 、 $q=0$)、2,5-雙(β -環硫基丙基硫基乙基硫基甲基)-1,4-二硫雜環己烷等。

又，具有芳香族骨架之環硫化合物，可列舉 1,3 及 1,4-雙(β -環硫基丙基硫基)苯(上述(4)式中 $p=0$ 、 $q=0$)、1,3 及 1,4-雙(β -環硫基丙基硫基甲基)苯(上述(4)式中 $p=1$ 、 $q=1$)、雙[4-(β -環硫基丙基硫基)苯基]甲烷、2,2-雙[4-(β -環硫基丙基硫基)苯基]丙烷、雙[4-(β -環硫基丙基硫基)苯基]硫醚、雙[4-(β -環硫基丙基硫基)苯基]氧化甲硫酮(sulfine)、4,4-雙(β -環硫基丙基硫基)聯苯等。

[0011] 本發明之第 1 態樣(及後述第 2 態樣)中，係使用丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之環硫化合物。本發明之第 1 態樣(及後述第 2 態樣)中之丙酮濁度值，係指藉由下述測定方法所得之濁度值。

將環硫化合物溶解於丙酮時的溶液濁度(丙酮濁度)，係遵照 JIS K0101，以高嶺土標準液為標準，使用積分球濁度計測定。

具體而言，於環硫化合物 10g 中添加丙酮 40g，充分攪拌後靜置 10 分，進行該溶液之濁度測定。

丙酮：特級丙酮 99.5%以上(關東化學品)

濁度計：東京電色製 T-2600DA

進行此等測定，使用丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之環硫化合物。較佳係丙酮濁度值為 1.5ppm 以下、更佳為 0.8ppm 以下、特佳為 0.6ppm 以下。

丙酮濁度值超過 3.0ppm 時，如聚合硬化後之透鏡的光學材料會白濁而無法使用。因此，藉由測定濁度值，可不聚合硬化即預測、判別白濁有無產生，可判斷環硫化合物之好壞。

實際運用時，首先測定丙酮濁度值，丙酮濁度值若抑制在上述範圍內，則不產生白濁，因此判斷該環硫化合物能夠使用。

[0012] 如以上所述，本發明之第 1 態樣(及後述第 2 態樣)中，係選出丙酮濁度值 3.0ppm 以下之環硫化合物作為光學材料用原料，只要可選出丙酮濁度值 3.0ppm 以下之環硫化合物，則其選出方法並無特殊限制。例如，可如上述般直接測定丙酮濁度值而選出，亦能夠以適當濃度之環硫化合物之丙酮溶液的濁度值為參考，選出丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之環硫化合物。亦即只要係實質上可選出丙酮濁度值 3.0ppm 以下之環硫化合物的方法即可。

[0013] 本發明之第 1 態樣中，亦可於光學材料用組成物中添加硫。使用硫時，較佳為使環硫化合物與硫先預備地進行反應。該預備聚合反應之條件，較佳為於 $-10^{\circ}\text{C} \sim 120^{\circ}\text{C}$ 、0.1~240 小時；更佳為於 $0 \sim 100^{\circ}\text{C}$ 、0.1~120



小時；特佳為於 20~80°C、0.1~60 小時。為了使預備反應進行，使用觸媒係有效的，較佳之例子可列舉 2-巰基-1-甲基咪唑、三苯基膦、3,5-二甲基吡唑、N-環己基-2-苯并噻唑基氧化甲硫酮醯胺、二-五亞甲基甲硫碳醯胺四硫醚、四丁基甲硫碳醯胺二硫醚、四乙基甲硫碳醯胺二硫醚、1,2,3-三苯基胍、1,3-二苯基胍、1,1,3,3-四亞甲基胍、胺基胍脲、三甲基硫基脲、四乙基硫脲、二甲基乙基硫脲、二丁基二硫代胺基甲酸鋅、二苄基二硫代胺基甲酸鋅、二乙基二硫代胺基甲酸鋅、二甲基二硫代胺基甲酸鋅、哌可啉基二硫代胺基甲酸哌可啉鎘鹽等。進一步地，較佳為藉由此預備聚合反應，將硫預先消耗 10%以上(以反應前為 100%)、更佳為消耗 20%以上。預備反應可在大氣、氮等惰性氣體下，於常壓或加減壓之密閉下等任意環境下進行。再者，為了檢測預備反應之進行度，亦可使用液體層析或折射率計。

[0014] 作為本發明之較佳態樣而使用之硫，以環硫化合物為 100 重量份時，通常係使用 0.1~40 重量份，較佳為 0.5~30 重量份、特佳為 5~25 重量份。

[0015] 本發明之第 1 態樣中，亦可於光學材料用組成物中添加聚硫醇化合物。本發明之第 1 態樣中使用之聚硫醇化合物，係包含全部的聚硫醇化合物，具體而言，可列舉甲烷二硫醇、1,2-二巰基乙烷、2,2-二巰基丙烷、1,3-二巰基丙烷、1,2,3-三巰基丙烷、1,4-二巰基丁烷、1,6-二巰基己烷、雙(2-巰基乙基)硫醚、1,2-雙(2-巰基乙基硫基)

乙烷、1,5-二巰基-3-氧雜戊烷、1,8-二巰基-3,6-二氧雜辛烷、2,2-二甲基丙烷-1,3-二硫醇、3,4-二甲氧基丁烷-1,2-二硫醇、2-巰基甲基-1,3-二巰基丙烷、2-巰基甲基 1,4-二巰基丙烷、2-(2-巰基乙基硫基)-1,3-二巰基丙烷、1,2-雙(2-巰基乙基硫基)-3-巰基丙烷、1,1,1-參(巰基甲基)丙烷、肆(巰基甲基)甲烷、4,8-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、4,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、5,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、1,1,3,3-肆(巰基甲基硫基)丙烷、乙二醇雙(2-巰基乙酸酯)、乙二醇雙(3-巰基丙酸酯)、1,4-丁二醇雙(2-巰基乙酸酯)、1,4-丁二醇雙(3-巰基丙酸酯)、三羥甲基丙烷參(2-巰基乙酸酯)、三羥甲基丙烷參(3-巰基丙酸酯)、季戊四醇肆(2-巰基乙酸酯)、季戊四醇肆(3-巰基丙酸酯)、1,1-二巰基環己烷、1,2-二巰基環己烷、1,3-二巰基環己烷、1,4-二巰基環己烷、1,3-雙(巰基甲基)環己烷、1,4-雙(巰基甲基)環己烷、2,5-雙(巰基甲基)-1,4-二硫雜環己烷、2,5-雙(巰基乙基)-1,4-二硫雜環己烷、1,2-雙(巰基甲基)苯、1,3-雙(巰基甲基)苯、1,4-雙(巰基甲基)苯、雙(4-巰基苯基)硫醚、雙(4-巰基苯基)醚、2,2-雙(4-巰基苯基)丙烷、雙(4-巰基甲基苯基)硫醚、雙(4-巰基甲基苯基)醚、2,2-雙(4-巰基甲基苯基)丙烷等。

[0016] 以上之中較佳化合物之具體例子，可列舉雙(2-巰基乙基)硫醚、季戊四醇肆(2-巰基乙酸酯)、季戊四醇肆(3-巰基丙酸酯)、2,5-雙(巰基甲基)-1,4-二硫雜環己

烷、1,2-雙(2-巰基乙基硫基)-3-巰基丙烷、4,8-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、4,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、5,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、1,1,3,3-肆(巰基甲基硫基)丙烷、1,3-雙(巰基甲基)苯、1,4-雙(巰基甲基)苯。更佳之化合物之具體例子，係雙(2-巰基乙基)硫醚、1,3-雙(巰基甲基)苯，最佳之化合物係雙(2-巰基乙基)硫醚。

[0017] 本發明之第 1 態樣中使用之聚硫醇化合物，以環硫化合物與硫之合計為 100 重量份時，通常使用 1~30 重量份，較佳為 2~20 重量份、特佳為 3~15 重量份。

[0018] 本發明之第 1 態樣中，較佳係對於光學材料用組成物預先進行脫氣處理。脫氣處理，係於可與組成成分之一部分或全部反應的化合物、聚合觸媒、添加劑之混合前、混合時或混合後，在減壓下進行。較佳為於混合時或混合後在減壓下進行。處理條件係於 0.001~50torr 之減壓下，於 0°C~100°C 進行 1 分鐘~24 小時。減壓度較佳為 0.005~25torr、更佳為 0.01~10torr，亦可於此等範圍使減壓度可變。脫氣時間較佳為 5 分鐘~18 小時、更佳為 10 分鐘~12 小時。脫氣時之溫度，較佳為 5°C~80°C、更佳為 10°C~60°C，亦可於此等範圍使溫度可變。脫氣處理時，就提高脫氣效果而言，較佳之操作為藉由攪拌、氣體吹入、超音波等之振動等，更新光學材料用組成物之界面。藉由脫氣處理所去除之成分，主要為硫化氫等之溶存氣體

或低分子量之硫醇等之低沸點物等，但只要係會展現本發明之效果，去除之對象成分種類無特別限定。

進一步地，就更加提高本發明之光學材料之品質而言，亦佳的操作為將此等光學材料用組成物及/或混合前之各原料以具有 $0.05\sim 10\mu\text{m}$ 左右之孔徑的過濾器過濾雜質等而進行精製。

[0019] 以下，說明使本發明之第 1 態樣之光學材料用組成物聚合，以製造光學材料之方法。

作為使本發明之第 1 態樣之光學材料用組成物聚合硬化之觸媒，可使用胺、鎘鹽或磷化合物。具體例子可列舉胺、4 級銨鹽、4 級磷鹽、3 級銻鹽、2 級銻鹽、磷化合物。其中尤以與組成物之相溶性良好的 4 級銨鹽及 4 級磷鹽、磷化合物更佳，又更佳為 4 級磷鹽。更佳之化合物的具體例子，可列舉四 -n- 丁基銨溴化物、四苯基銨溴化物、三乙基苄基銨氯化物、鯨蠟基二甲基苄基銨氯化物、1-n-十二烷基吡啶鎘氯化物等之 4 級銨鹽；四 -n- 丁基磷溴化物、四苯基磷溴化物等之 4 級磷鹽；三苯基磷等之磷化合物。此等之中，又更佳之化合物係三乙基苄基銨氯化物、四 -n- 丁基磷溴化物，最佳之化合物係四 -n- 丁基磷溴化物。聚合觸媒可單獨亦可混合 2 種以上使用。

聚合觸媒之添加量，係依組成物之成分、混合比及聚合硬化方法而有變化，因此無法一概而論，但通常相對於光學材料用組成物全部量而言，係使用 $0.001\text{wt}\%$ 以上、 $5\text{wt}\%$ 以下；較佳為使用 $0.01\text{wt}\%$ 以上、 $1\text{wt}\%$ 以下；最佳



為使用 0.01wt%以上、0.5wt%以下。聚合觸媒之添加量多於 5wt%時，係有硬化物之折射率、耐熱性降低，而著色之情況。又，少於 0.001wt%時，係有未充分硬化而使耐熱性不充分的情況。

[0020] 使光學材料用組成物聚合硬化時，以可使用時間之延長或聚合發熱之分散化等為目的，亦可依需要添加聚合調整劑。聚合調整劑可列舉例如長期週期表之第 13~16 族之鹵化物。此等當中較佳之化合物，係矽、鍺、錫、銻之鹵化物，更佳之化合物係具有烷基之鍺、錫、銻之鹵化物。又更佳之化合物，具體而言係二丁基錫二鹵化物、丁基錫三鹵化物、二辛基錫二鹵化物、辛基錫三鹵化物、二丁基二鹵鍺、丁基三鹵鍺、二苯基二鹵鍺、苯基三鹵鍺、三苯基銻二鹵化物，最佳之化合物之具體例子，係二丁基錫二鹵化物。聚合調整劑可單獨亦可混合 2 種以上使用。

聚合調整劑之添加量，通常相對於光學材料用組成物全部量而言，係 0.0001~5.0wt%、較佳為 0.0005~3.0wt%、更佳為 0.001~2.0wt%。

[0021] 又，使本發明之第 1 態樣之光學材料用組成物聚合硬化而得到光學材料時，當然能夠添加公知之抗氧化劑、紫外線吸收劑、發藍劑等之添加劑，而更加提高所得材料之實用性。

抗氧化劑之較佳例子可列舉酚衍生物。其中尤佳之化合物係多元酚類、鹵素取代之酚類，更佳之化合物係兒茶

酚、五倍子酚、烷基取代之兒茶酚類，最佳之化合物係兒茶酚、五倍子酚。抗紫外線劑之較佳例子，可列舉苯并三唑系化合物。其中尤佳之化合物的具體例子，係 2-(2-羥基-5-甲基苯基)-2H-苯并三唑、5-氯-2-(3,5-二-tert-丁基-2-羥基苯基)-2H-苯并三唑、2-(3-tert-丁基-2-羥基-5-甲基苯基)-5-氯-2H-苯并三唑、2-(3,5-二-tert-戊基-2-羥基苯基)-2H-苯并三唑、2-(3,5-二-tert-丁基-2-羥基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2-羥基-4-辛基氧基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2-羥基-5-tert-辛基苯基)-2H-苯并三唑。發藍劑之較佳例子可列舉蔥醌系化合物。

[0022] 又，本發明之第 1 態樣之光學材料用組成物在聚合中容易由模具剝離的情況時，亦可使用或添加公知之外部及/或內部密合性改善劑，來控制、提高所得之硬化物與模具的密合性。密合性改善劑可列舉公知之矽烷偶合劑或鈦酸酯化合物類等，此等可單獨亦可混合 2 種以上使用。添加量，通常相對於光學材料用組成物全部量而言係 0.0001~5wt%。相反地，本發明之第 1 態樣之光學材料用組成物於聚合後不易由模具剝離時，亦可使用或添加公知之外部及/或內部脫模劑，來提高所得之硬化物由模具的脫模性。脫模劑可列舉氟系非離子界面活性劑、矽系非離子界面活性劑、磷酸酯、酸性磷酸酯、氧伸烷型酸性磷酸酯、酸性磷酸酯之鹼金屬鹽、氧伸烷型酸性磷酸酯之鹼金屬鹽、高級脂肪酸之金屬鹽、高級脂肪酸酯、石蠟、蠟、高級脂肪族醯胺、高級脂肪族醇、聚矽氧烷類、脂肪

族胺環氧乙烷加成物等，此等可單獨亦可混合 2 種以上使用。添加量，通常相對於光學材料用組成物全部量而言，係 0.0001~5wt%。

[0023] 使本發明之第 1 態樣之光學材料用組成物聚合硬化以製造光學材料之方法，更詳細敘述時為如以下所述。可將前述各組成成分、抗氧化劑、紫外線吸收劑、聚合觸媒、自由基聚合起始劑、密合性改善劑、脫模劑等之添加劑，全部在同一容器內同時攪拌下混合；可將各原料階段性地添加混合；亦可將數個成分各別混合後，進而於同一容器內再混合。各原料及副原料係以任何順序混合均可。混合時，只要設定溫度、其所需時間等基本上係各成分會充分混合的條件即可。

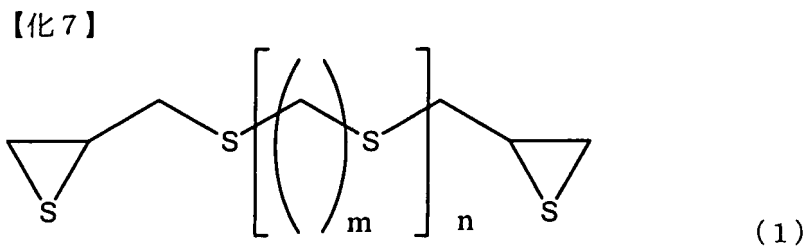
[0024] 經上述之反應、處理的光學材料用組成物，被注入玻璃或金屬製之模具，藉由加熱或紫外線等活性能量線之照射進行聚合硬化反應後，由模具中取出。如此方式地，來製造光學材料。光學材料用組成物，較佳為藉由加熱而被聚合硬化，製造光學材料。此時，硬化時間係 0.1~200 小時、通常為 1~100 小時，硬化溫度係 -10~160°C、通常為 -10~140°C。聚合能夠以於特定聚合溫度保持特定時間、0.1°C~100°C/小時之昇溫、0.1°C~100°C/小時之降溫及此等之組合來進行。又，本發明之光學材料之製造方法中，為了去除光學材料的形變，較佳的處理為於聚合結束後，對硬化物施以於 50~150°C 之溫度 10 分~5 小時左右的退火處理。可進一步依需要進行染色、硬塗覆、

耐衝擊性塗覆、抗反射、防霧性賦予等表面處理。

本發明之光學材料例如可使用作為光學透鏡。

[0025] 接著，說明本發明之第 2 態樣(較佳態樣)。

本發明之第 2 態樣，係一種光學材料用組成物，其含有：具有下述(1)式表示之構造且丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之(a)化合物(環硫化合物)、(b)聚異氰酸酯化合物、及(c)聚硫醇化合物。



(式中， m 表示 0~4 之整數， n 表示 0 或 1 之整數)。

以下，詳細說明本發明之第 2 態樣所用之原料，亦即(a)化合物、(b)聚異氰酸酯化合物、及(c)聚硫醇化合物。

本發明之第 2 態樣使用之(a)化合物，係具有上述(1)式表示之構造的化合物。(a)化合物之添加量，以(a)~(c)化合物之合計為 100 重量%時，通常係 50~95 重量%、較佳為 55~90 重量%、特佳為 60~85 重量%。(a)化合物之添加量低於 50 重量%時，係有耐熱性降低的情況，超過 95 重量%時，有強度降低的情況。

(a)化合物之具體例子，可列舉雙(β -環硫基丙基)硫醚、雙(β -環硫基丙基)二硫醚、雙(β -環硫基丙基硫基)甲烷、1,2-雙(β -環硫基丙基硫基)乙烷、1,3-雙(β -環硫基丙

基硫基)丙烷、1,4-雙(β -環硫基丙基硫基)丁烷等之環硫類。(a)化合物可單獨亦可混合 2 種以上使用。

其中尤佳之化合物，係雙(β -環硫基丙基)硫醚((1)式中 $n=0$)、雙(β -環硫基丙基)二硫醚((1)式中 $m=0$ 、 $n=1$)，最佳之化合物，係雙(β -環硫基丙基)硫醚((1)式中 $n=0$)。

[0026] 本發明之第 2 態樣所使用之(b)聚異氰酸酯化合物之添加量，以(a)~(c)化合物之合計為 100 重量%時，通常係 1~25 重量%、較佳為 2~25 重量%、特佳為 5~20 重量%。(b)化合物之添加量低於 1 重量%時，係有強度降低的情況，超過 25 重量%時，係有色調降低的情況。本發明之第 2 態樣所使用之(b)化合物，可單獨亦可混合 2 種以上使用。

(b)化合物之具體例子，可列舉二伸乙基二異氰酸酯、四亞甲基二異氰酸酯、六亞甲基二異氰酸酯、三甲基六亞甲基二異氰酸酯、環己烷二異氰酸酯、1,3-雙(異氰酸酯甲基)環己烷、1,4-雙(異氰酸酯甲基)環己烷、異佛酮二異氰酸酯、2,6-雙(異氰酸酯甲基)十氫萘、離胺酸三異氰酸酯、甲伸苯基二異氰酸酯、*o*-聯甲苯胺二異氰酸酯、二苯基甲烷二異氰酸酯、二苯基醚二異氰酸酯、3-(2'-異氰酸酯環己基)丙基異氰酸酯、異亞丙基雙(環己基異氰酸酯)、2,2'-雙(4-異氰酸酯苯基)丙烷、三苯基甲烷三異氰酸酯、雙(二異氰酸酯甲苯基)苯基甲烷、4,4',4''-三異氰酸酯-2,5-二甲氧基苯基胺、3,3'-二甲氧基聯苯胺-4,4'-二異氰酸酯、1,3-伸苯基二異氰酸酯、1,4-伸苯基二異氰酸酯、

4,4'-二異氰酸酯聯苯、4,4'-二異氰酸酯-3,3'-二甲基聯苯、二環己基甲烷-4,4'-二異氰酸酯、1,1'-亞甲基雙(4-異氰酸酯苯)、1,1'-亞甲基雙(3-甲基-4-異氰酸酯苯)、m-伸苯二甲基二異氰酸酯、p-伸苯二甲基二異氰酸酯、m-四甲基伸苯二甲基二異氰酸酯、p-四甲基伸苯二甲基二異氰酸酯、1,3-雙(2-異氰酸酯-2-丙基)苯、2,6-雙(異氰酸酯甲基)萘、1,5-萘二異氰酸酯、雙(異氰酸酯甲基)四氫二環戊二烯、雙(異氰酸酯甲基)二環戊二烯、雙(異氰酸酯甲基)四氫噁吩、雙(異氰酸酯甲基)降苸烯、雙(異氰酸酯甲基)金剛烷、硫代二乙基二異氰酸酯、硫代二丙基二異氰酸酯、硫代二己基二異氰酸酯、雙[(4-異氰酸酯甲基)苯基]硫醚、2,5-二異氰酸酯-1,4-二硫雜環己烷、2,5-二異氰酸酯甲基-1,4-二硫雜環己烷、2,5-二異氰酸酯甲基噁吩、二硫代二乙基二異氰酸酯、及二硫代二丙基二異氰酸酯。

較佳之(b)化合物，可列舉異佛酮二異氰酸酯、甲伸苯基二異氰酸酯、二苯基甲烷二異氰酸酯、六亞甲基二異氰酸酯、m-伸苯二甲基二異氰酸酯、p-伸苯二甲基二異氰酸酯、m-四甲基伸苯二甲基二異氰酸酯、p-四甲基伸苯二甲基二異氰酸酯、1,3-雙(異氰酸酯甲基)環己烷、1,4-雙(異氰酸酯甲基)環己烷、雙(異氰酸酯甲基)降苸烯、及2,5-二異氰酸酯甲基-1,4-二硫雜環己烷。特佳之(b)化合物，可列舉異佛酮二異氰酸酯 m-伸苯二甲基二異氰酸酯、1,3-雙(異氰酸酯甲基)環己烷、雙(異氰酸酯甲基)降苸烯、2,5-二異氰酸酯甲基-1,4-二硫雜環己烷。

[0027] 本發明之第 2 態樣所使用之(c)聚硫醇化合物之添加量，以(a)~(c)化合物之合計為 100 重量%時，通常係 1~25 重量%、較佳為 2~25 重量%、特佳為 5~20 重量%。(c)化合物之添加量低於 1 重量%時，係有耐氧化性降低的情況，超過 25 重量%時，係有耐熱性降低的情況。本發明之第 2 態樣所使用之(c)化合物可單獨亦可混合 2 種以上使用。

(c)化合物之具體例子，可列舉甲烷二硫醇、甲烷三硫醇、1,2-二巰基乙烷、1,2-二巰基丙烷、1,3-二巰基丙烷、2,2-二巰基丙烷、1,4-二巰基丁烷、1,6-二巰基己烷、雙(2-巰基乙基)醚、雙(2-巰基乙基)硫醚、1,2-雙(2-巰基乙基氧基)乙烷、1,2-雙(2-巰基乙基硫基)乙烷、2,3-二巰基-1-丙醇、1,3-二巰基-2-丙醇、1,2,3-三巰基丙烷、2-巰基甲基-1,3-二巰基丙烷、2-巰基甲基-1,4-二巰基丁烷、2-(2-巰基乙基硫基)-1,3-二巰基丙烷、4-巰基甲基-1,8-二巰基-3,6-二硫雜辛烷、2,4-二巰基甲基-1,5-二巰基-3-硫雜戊烷、4,8-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、4,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、5,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、1,1,1-參(巰基甲基)丙烷、肆(巰基甲基)甲烷、乙二醇雙(2-巰基乙酸酯)、乙二醇雙(3-巰基丙酸酯)、二乙二醇雙(2-巰基乙酸酯)、二乙二醇雙(3-巰基丙酸酯)、1,4-丁二醇雙(2-巰基乙酸酯)、1,4-丁二醇雙(3-巰基丙酸酯)、三羥甲基丙烷參硫乙醇酸酯、三羥甲基丙烷參巰基丙酸酯、季戊四醇肆硫

乙醇酸酯、季戊四醇肆巰基丙酸酯、1,2-二巰基環己烷、1,3-二巰基環己烷、1,4-二巰基環己烷、1,3-雙(巰基甲基)環己烷、1,4-雙(巰基甲基)環己烷、2,5-二巰基甲基-1,4-二硫雜環己烷、2,5-二巰基甲基-1,4-二硫雜環己烷、2,5-雙(2-巰基乙基硫基甲基)-1,4-二硫雜環己烷、2,5-二巰基甲基-1-噻烷、2,5-二巰基乙基-1-噻烷、2,5-二巰基甲基噻吩、1,2-二巰基苯、1,3-二巰基苯、1,4-二巰基苯、1,3-雙(巰基甲基)苯、1,4-雙(巰基甲基)苯、2,2'-二巰基聯苯、4,4'-二巰基聯苯、雙(4-巰基苯基)甲烷、2,2-雙(4-巰基苯基)丙烷、雙(4-巰基苯基)醚、雙(4-巰基苯基)硫醚、雙(4-巰基苯基)砜、雙(4-巰基甲基苯基)甲烷、2,2-雙(4-巰基甲基苯基)丙烷、雙(4-巰基甲基苯基)醚、雙(4-巰基甲基苯基)硫醚、2,5-二巰基-1,3,4-噻二唑、3,4-噻吩二硫醇、1,1,3,3-肆(巰基甲基硫基)丙烷。

此等之中較佳之具體例子，為雙(2-巰基乙基)硫醚、2,5-二巰基甲基-1,4-二硫雜環己烷、1,3-雙(巰基甲基)苯、1,4-雙(巰基甲基)苯、4-巰基甲基-1,8-二巰基-3,6-二硫雜辛烷、4,8-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、4,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、5,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、1,1,3,3-肆(巰基甲基硫基)丙烷、季戊四醇肆巰基丙酸酯、季戊四醇肆硫乙醇酸酯、三羥甲基丙烷參硫乙醇酸酯)、三羥甲基丙烷參巰基丙酸酯，更佳為雙(2-巰基乙基)硫醚、2,5-雙(2-巰基甲基)-1,4-二硫雜環己烷、4-巰基甲基-1,8-二巰基-



3,6-二硫雜辛烷、1,3-雙(巰基甲基)苯、季戊四醇肆巰基丙酸酯、季戊四醇肆硫乙醇酸酯，最佳之化合物戲雙(2-巰基乙基)硫醚、2,5-二巰基甲基-1,4-二硫雜環己烷、4-巰基甲基-1,8-二巰基-3,6-二硫雜辛烷。

[0028] 進一步地，相對於(b)化合物之 NCO 基而言，(c)化合物中之 SH 基的比例，亦即[(c)化合物之 SH 基數 / (b)化合物之 NCO 基數](SH 基 / NCO 基)，較佳為 1.0~2.5、更佳為 1.25~2.25、又更佳為 1.5~2.0。上述比例低於 1.0 時，會有硬化物著色為黃色的情況，高於 2.5 時，會有耐熱性降低的情況。

[0029] 使本發明之第 2 態樣之光學材料用組成物聚合硬化而得到光學材料時，較佳為於(a)化合物、(b)化合物、及(c)化合物中添加聚合觸媒。聚合觸媒係以鎘鹽，特別是 4 級銨鹽、4 級磷鹽、3 級銻鹽、2 級銻鹽較佳，其中尤以與光學材料用樹脂組成物之相溶性良好的 4 級銨鹽及 4 級磷鹽更佳，又更佳為 4 級磷鹽。更佳之聚合觸媒，可列舉四-n-丁基銨溴化物、三乙基苳基銨氯化物、鯨蠟基二甲基苳基銨氯化物、1-n-十二烷基吡啶鎘氯化物等之 4 級銨鹽；四-n-丁基磷溴化物、四苳基磷溴化物等之 4 級磷鹽。此等之中，又更佳之聚合觸媒，係四-n-丁基銨溴化物、三乙基苳基銨氯化物、四-n-丁基磷溴化物，最佳之聚合觸媒，係四-n-丁基磷溴化物。

聚合觸媒之添加量，係依組成物之成分、混合比及聚合硬化方法而有變化，故無法一概而論，然相對於(a)化合

物、(b)化合物、及(c)化合物之合計 100 重量%而言，通常係 0.0001 重量%~10 重量%、較佳為 0.001 重量%~5 重量%、更佳為 0.01 重量%~1 重量%、最佳為 0.01 重量%~0.5 重量%。聚合觸媒之添加量多於 10 重量%時，會有急速聚合而產生著色的情況。又，聚合觸媒之添加量少於 0.0001 重量%時，會有光學材料用樹脂組成物未充分硬化，而耐熱性不良的情況。

[0030] 又，以本發明之製造方法製造光學材料時，當然能夠於(a)化合物、(b)化合物、及(c)化合物中添加公知之抗氧化劑、紫外線吸收劑、黃變防止劑、發藍劑、顏料等添加劑，以更提高所得光學材料之實用性。

抗氧化劑之較佳例子可列舉酚衍生物。其中尤佳之化合物係多元酚類、鹵素取代之酚類，更佳之化合物係兒茶酚、五倍子酚、烷基取代之兒茶酚類，最佳之化合物係兒茶酚。

紫外線吸收劑之較佳例子係苯并三唑系化合物，特佳之化合物係 2-(2-羥基-5-甲基苯基)-2H-苯并三唑、5-氯-2-(3,5-二-tert-丁基-2-羥基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2-羥基-4-辛基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2-羥基-4-甲氧基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2-羥基-4-乙氧基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2-羥基-4-丁氧基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2-羥基-4-辛氧基苯基)-2H-苯并三唑、2-(2-羥基-5-t-辛基苯基)-2H-苯并三唑。

此等抗氧化劑及紫外線吸收劑之添加量，通常，相對

於(a)~(c)化合物之合計 100 重量%而言，各為 0.01~5 重量%。

[0031] 使本發明之第 2 態樣之光學材料用樹脂組成物聚合硬化時，能夠以延長可使用時間或聚合發熱之分散化等為目的，依需要於(a)化合物、(b)化合物、及(c)化合物中添加聚合調整劑。聚合調整劑，可列舉長期週期表之第 13~16 族之鹵化物。此等之中較佳者為矽、鍺、錫、銻之鹵化物，更佳者為具有烷基之鍺、錫、銻之鹵化物。又更佳之化合物係二丁基錫二鹵化物、丁基錫三鹵化物、二辛基錫二鹵化物、辛基錫三鹵化物、二丁基二鹵鍺、丁基三鹵鍺、二苯基二鹵鍺、苯基三鹵鍺、三苯基銻二鹵化物，最佳之化合物係二丁基錫二鹵化物。聚合調整劑可單獨亦可混合 2 種以上使用。

聚合調整劑之添加量，相對於(a)~(c)化合物之總計 100 重量%而言，係 0.0001~5.0 重量%、較佳為 0.0005~3.0 重量%、更佳為 0.001~2.0 重量%。聚合調整劑之添加量少於 0.0001 重量%時，所得之光學材料中無法確保充分的可使用時間，聚合調整劑之添加量多於 5.0 重量%時，會有光學材料用樹脂組成物未充分硬化，所得光學材料之耐熱性降低的情況。

[0032] 將如此方式所得之光學材料用樹脂組成物對塑模等之模具注模，使其聚合而作為光學材料。

本發明之第 2 態樣之光學材料用樹脂組成物注模時，就提高本發明之光學材料之品質而言，亦佳為以 0.1~5 μ m

左右之孔徑的過濾器等將雜質過濾並去除。

本發明之第 2 態樣之光學材料用樹脂組成物的聚合，通常係如以下方式進行。亦即，硬化時間通常為 1~100 小時、硬化溫度通常為 -10°C ~ 140°C 。聚合係藉由於特定聚合溫度保持特定時間之步驟、進行 0.1°C ~ $100^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 之昇溫的步驟、進行 0.1°C ~ $100^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 之降溫的步驟，或組合此等步驟來進行。

又，硬化結束後，為了去除本發明之光學材料之形變，較佳之處理為將所得之光學材料於 $50\sim 150^{\circ}\text{C}$ 之溫度進行 10 分~5 小時左右的退火處理。進一步地，亦可對所得之光學材料，依需要進行染色、硬塗覆、耐衝擊性塗覆、抗反射、防霧性賦予等之表面處理。

本發明之光學材料，例如可使用作為光學透鏡。

[實施例]

[0033] 以下藉由實施例以具體說明本發明(第 1 態樣及第 2 態樣)，但本發明不限定於此等。再者，評估係藉由以下方法進行。

丙酮濁度值：使用東京電色製 T-2600DA 濁度計，測定將環硫化合物溶解於丙酮時的溶液濁度(丙酮濁度)值。

透明性：以藉由光學材料用組成物之聚合而製造的光學材料，製作 10 枚透鏡直徑 70mm、度數 +5D 之透鏡，於暗室內、螢光燈下觀察。全部未觀測到白濁者為 E (Excellent)、9 枚未觀測到白濁者為 G(Good)、7 或 8 枚未



觀測到白濁者為 F(Fair)、未觀測到白濁者為 6 枚以下者為 P(Poor)。F 以上為合格。

(a)化合物(環硫化合物)：藉由分選，而使用丙酮濁度值為 0.49ppm、1.1ppm、2.7ppm、5.1ppm 之雙(β -環硫基丙基)硫醚。

[0034]

實施例 1A

使用丙酮濁度值為 0.49ppm 之雙(β -環硫基丙基)硫醚，遵照下述製法 A，製作本發明之光學材料用組成物及光學材料。所得之光學材料的透明性結果為良好，其係 E。結果歸納如表 1。

[0035]

實施例 2A~6A

使用丙酮濁度值為表 1 所示之值的雙(β -環硫基丙基)硫醚，藉由表 1 所示製法，製作本發明之光學材料用組成物及光學材料。結果示於表 1。

[0036]

比較例 1A~2A

使用丙酮濁度值為表 1 所示之值的雙(β -環硫基丙基)硫醚，藉由表 1 所示製法，製作光學材料用組成物及光學材料。結果示於表 1。

[0037] 再者，上述實施例及比較例中使用之光學材料組成物以及光學材料之製法的詳細，係如以下所述。

製法 A：於雙(β -環硫基丙基)硫醚 78 重量份、及硫

14 重量份中添加巰基甲基咪唑 0.5 重量份，於 60°C 進行預備聚合反應。此時硫之消耗率，HPLC 分析(GPC 模式)的結果為 50%。之後冷卻至 20°C 後，添加雙(2-巰基乙基)硫醚 7 重量份、二丁基錫二氯化物 0.2 重量份、及四甲基磷溴化物 0.03 重量份之混合液，均勻混合後進行脫氣處理，配製光學材料用組成物。然後將該光學材料用組成物對塑模注入，花費 20 小時由 20°C 加熱至 100°C 使其聚合硬化。之後進行脫模退火處理，得到光學材料。

製法 B：於雙(β -環硫基丙基)硫醚 78 重量份、及硫 14 重量份中添加巰基甲基咪唑 0.5 重量份，於 60°C 進行預備聚合反應。此時硫之消耗率，HPLC 分析(GPC 模式)的結果為 46%。之後冷卻至 20°C 後，添加 1,3-雙(巰基甲基)苯 7 重量份、二丁基錫二氯化物 0.2 重量份、及四甲基磷溴化物 0.03 重量份之混合液，均勻混合後進行脫氣處理，配製光學材料用組成物。然後將該光學材料用組成物對塑模注入，花費 20 小時由 20°C 加熱至 100°C 使其聚合硬化。之後進行脫模退火處理，得到光學材料。

[0038]

[表 1]

	環硫化合物	丙酮濁度值	製法	透明性
實施例 1A	雙(β -環硫基丙基)硫醚	0.49 ppm	A	E
實施例 2A	雙(β -環硫基丙基)硫醚	0.49 ppm	B	E
實施例 3A	雙(β -環硫基丙基)硫醚	1.1 ppm	A	G
實施例 4A	雙(β -環硫基丙基)硫醚	1.1 ppm	B	G
實施例 5A	雙(β -環硫基丙基)硫醚	2.7 ppm	A	F
實施例 6A	雙(β -環硫基丙基)硫醚	2.7 ppm	B	F
比較例 1A	雙(β -環硫基丙基)硫醚	5.1 ppm	A	P
比較例 2A	雙(β -環硫基丙基)硫醚	5.1 ppm	B	P

[0039]

實施例 1B

於丙酮濁度值 0.49ppm 之 (a) 雙 (β -環硫基丙基) 硫醚 1320g、(b) 異佛酮二異氰酸酯 340g、及 (c) 雙 (2-巰基乙基) 硫醚 340g 中，添加作為紫外線吸收劑之 2-(2-羥基-5-t-辛基苯基)-2H-苯并三唑 20g、脫模劑之 ZELEC UN(Stepan 公司製)0.2g、作為聚合觸媒之四-n-丁基鎘溴化物 2g，於 20°C 充分混合，使呈均勻。隨後於 4kPa 之真空度進行脫氣，將光學材料用樹脂組成物注入由 2 枚玻璃板與膠帶構成之塑模直徑 75mm、中心厚 7mm、邊緣厚 15mm 之半透鏡用塑模中，於 30°C 加熱 30 小時，花費 10 小時以一定速度昇溫至 100°C，最後於 100°C 加熱 1 小時使其聚合硬化。放冷後，由塑模脫模，於 110°C 進行 60 分鐘退火處

理後，目視觀察透明性。所得之光學材料之透明性評估示於表 2。再者，相對於(b)化合物之 NCO 基而言，(c)化合物之 SH 基之比例，亦即[(c)化合物之 SH 基數/(b)化合物之 NCO 基數](SH 基/NCO 基)，係 1.4。

[0040]

實施例 2B~6B

使用丙酮濁度值為表 2 所示之值的(a)化合物重複實施例 1B。所得之光學材料之透明性評估示於表 2。

[0041]

比較例 1B~2B

使用丙酮濁度值為表 2 所示之值的(a)化合物重複實施例 1B。所得之光學材料之透明性評估示於表 2。

[0042]

[表 2]

例	(a)化合物	丙酮濁度值	透明性
實施例 1B	雙(β-環硫基丙基)硫醚	0.49 ppm	E
實施例 2B	雙(β-環硫基丙基)二硫醚	0.49 ppm	E
實施例 3B	雙(β-環硫基丙基)硫醚	1.1 ppm	G
實施例 4B	雙(β-環硫基丙基)二硫醚	1.1 ppm	G
實施例 5B	雙(β-環硫基丙基)硫醚	2.7 ppm	F
實施例 6B	雙(β-環硫基丙基)二硫醚	2.7 ppm	F
比較例 1B	雙(β-環硫基丙基)硫醚	5.1 ppm	P
比較例 2B	雙(β-環硫基丙基)二硫醚	5.1 ppm	P



[0043] 上述實施例中，藉由將使用了滿足丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之條件的環硫化合物的光學材料用組成物予以聚合，可防止硬化後之白濁，實現良好的透明度。因此，依照本發明，可於聚合反應之前，預先預測聚合硬化後有無白濁產生，判斷好壞，而僅選擇性地製造良好性狀之光學材料。因此，能夠有效活用光學材料用組成物、與製造優良的光學材料。

I656155

發明摘要

※申請案號：104110691

※申請日：104年04月01日

C08K 5/45 (2006.01)

※IPC 分類：C08J 3/24 (2006.01)

G02B 1/04 (2006.01)

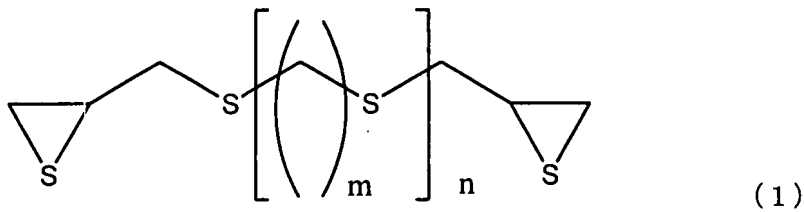
【發明名稱】(中文/英文)

光學材料用組成物及其製造方法以及由光學材料用組成物得到之光學材料

【中文】

依照本發明，可提供一種光學材料用組成物，其特徵為含有丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之環硫化合物。進一步地，依照本發明之較佳態樣，可提供一種光學材料用組成物，其含有：具有下述(1)式表示之構造，且丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之(a)化合物(環硫化合物)、(b)聚異氰酸酯化合物、及(c)聚硫醇化合物。

【化1】



(式中，m 表示 0~4 之整數，n 表示 0 或 1 之整數)。

【英文】

【代表圖】

【本案指定代表圖】：無

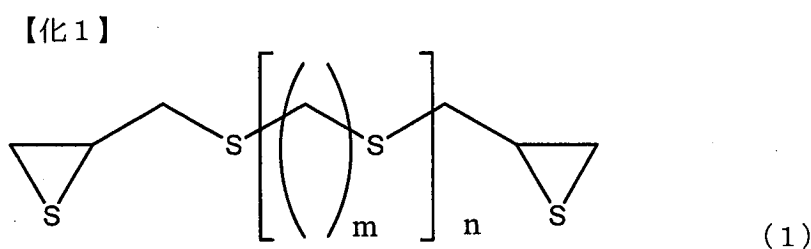
【本代表圖之符號簡單說明】：無

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：無



申請專利範圍

1. 一種光學材料用組成物，其特徵為，含有丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之環硫化合物。
2. 如請求項 1 之光學材料用組成物，其係進一步含有硫。
3. 如請求項 2 之光學材料用組成物，其中前述環硫化合物與前述硫係經預備性聚合。
4. 如請求項 2 或 3 之光學材料用組成物，其中前述硫之 10% 以上係與環硫化合物經預備性聚合。
5. 如請求項 2 或 3 之光學材料用組成物，其係進一步含有聚硫醇化合物。
6. 如請求項 1 至 3 中任一項之光學材料用組成物，其係經脫氣處理。
7. 如請求項 1 之光學材料用組成物，其中前述環硫化合物，係具有下述(1)式表示之構造的(a)化合物，



(式中， m 表示 0~4 之整數， n 表示 0 或 1 之整數)。

8. 如請求項 7 之光學材料用組成物，其係進一步含有 (b) 聚異氰酸酯化合物、及 (c) 聚硫醇化合物，以 (a) 化合物、(b) 化合物、及 (c) 化合物之總量為 100 重量%時，(a)

化合物為 50~95 重量%、(b)化合物為 1~25 重量%、(c)化合物為 1~25 重量%，且相對於(b)化合物之 NCO 基而言，(c)化合物之 SH 基的比例，亦即[(c)化合物之 SH 基數/(b)化合物之 NCO 基數](SH 基/NCO 基)，為 1.0~2.5。

9.如請求項 8 之光學材料用組成物，其中前述(b)化合物，係選自由異佛酮二異氰酸酯、甲伸苯基二異氰酸酯、二苯基甲烷二異氰酸酯、六亞甲基二異氰酸酯、m-伸苯二甲基二異氰酸酯、p-伸苯二甲基二異氰酸酯、m-四甲基伸苯二甲基二異氰酸酯、p-四甲基伸苯二甲基二異氰酸酯、1,3-雙(異氰酸酯甲基)環己烷、1,4-雙(異氰酸酯甲基)環己烷、雙(異氰酸酯甲基)降莖烯、及 2,5-二異氰酸酯甲基-1,4-二硫雜環己烷所構成之群組之至少 1 種以上的化合物，且

前述(c)化合物，係選自由雙(2-巰基乙基)硫醚、2,5-二巰基甲基-1,4-二硫雜環己烷、1,3-雙(巰基甲基)苯、1,4-雙(巰基甲基)苯、4-巰基甲基-1,8-二巰基-3,6-二硫雜辛烷、4,8-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、4,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、5,7-二巰基甲基-1,11-二巰基-3,6,9-三硫雜十一烷、1,1,3,3-肆(巰基甲基硫基)丙烷、季戊四醇肆巰基丙酸酯、季戊四醇肆硫乙醇酸酯、三羥甲基丙烷參硫乙醇酸酯、及三羥甲基丙烷參巰基丙酸酯所構成之群組之至少 1 種以上的化合物。

10.一種光學材料之製造方法，其特徵為，使如請求項 1 至 9 中任一項之光學材料用組成物聚合硬化。

11.一種光學材料之製造方法，其係於如請求項 8 或 9 之光學材料用組成物中，相對於(a)~(c)化合物之全部量而言，添加 0.0001 重量%~10 重量%之鎢鹽作為聚合觸媒，進行聚合硬化。

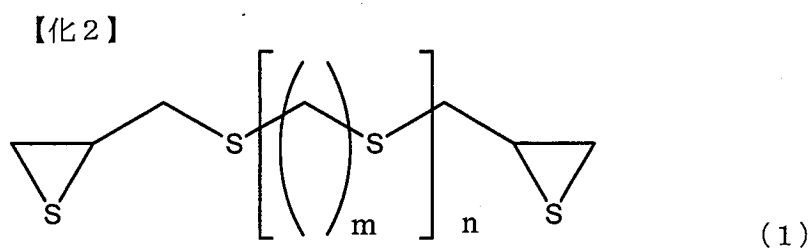
12.如請求項 10 或 11 之光學材料之製造方法，其中於光學材料用組成物之聚合硬化後，施以退火處理。

13.一種光學材料，其係藉由如請求項 10 至 12 中任一項之光學材料之製造方法所得到。

14.一種光學透鏡，其係含有如請求項 13 之光學材料。

15.一種光學材料用原料之製造方法，其係由環硫化合物製造品製造光學材料用原料之方法，其特徵為選出丙酮濁度值為 3.0ppm 以下之環硫化合物製造品，作為光學材料用原料。

16.如請求項 15 之光學材料用原料之製造方法，其中前述環硫化合物，係具有下述(1)式表示之構造的(a)化合物，



(式中，m 表示 0~4 之整數，n 表示 0 或 1 之整數)。