(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2018 년 10 월 25 일 (25.10.2018)

WIPO | PCT

(10) 국제공개번호
WO 2018/194298 A2

(51) 국제특허분류:
C08F 220/32 (2006.01) *G02B 3/00* (2006.01)
C08K 5/53 (2006.01) *B29D 11/00* (2006.01)

(21) 국제출원번호: PCT/KR2018/003956

(22) 국제출원일: 2018 년 4 월 4 일 (04.04.2018)

(25) 출원언어: 한국어

(26) 공개언어: 한국어

(30) 우선권정보:
10-2017-0051781 2017 년 4 월 21 일 (21.04.2017) KR

(71) 출원인: **주식회사 케이오씨솔루션 (KOC SOLUTION CO., LTD)** [KR/KR]; 34122 대전시 유성구 엑스포로 339 번길 10-26 (문지동), Daejeon (KR).

(72) 발명자: **장동규 (JANG, Dong Gyu)**; 35205 대전시 서구 청사로 281,222-804 (둔산동, 샘머리아파트), Daejeon (KR). **노수균 (ROH, Soo Gyun)**; 34021 대전시 유성구 관평1로 12, 706-405(관평동, 대덕테크노밸리 아파트), Daejeon (KR). **홍길표 (HONG, Gil Pyo)**; 31049 충청남도 천안시 서북구 성거읍 봉주로 120, 110-302(삼환나우빌아파트), Chungcheongnam-do (KR).

(74) 대리인: **유병선 (YOU, Byung Sun)**; 35213 대전시 서구 월평북로 95, 610호 (월평동, 만년오피스텔), Daejeon (KR).

(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

공개:

— 국제조사보고서 없이 공개하며 보고서 접수 후 이를 별도 공개함 (규칙 48.2(g))

(54) **Title:** RESIN COMPOSITION FOR EPOXY ACRYL-BASED MEDIUM-REFRACTIVE OPTICAL LENS AND PREPARATION METHOD THEREFOR

(54) **발명의 명칭:** 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물 및 그 제조방법

(57) **Abstract:** The present invention relates to an epoxy acryl-based optical lens and, particularly, to a resin composition for an epoxy acryl-based medium-refractive optical lens having a solid-phase refractive index of 1.53-1.58 and favorable transparency, Abbe's number, thermal stability, light resistance, and compressive strength, and to a preparation method therefor. The present invention provides a resin composition for an epoxy acryl-based medium-refractive optical lens having a solid-phase refractive index of 1.53-1.58, the resin composition containing: 50-70 wt% of bisphenol A epoxy acrylate, which is obtained by reaction of bisphenol A diglycidyl ether having a chlorine content of 100-1,700 ppm and an acrylic acid; 21-45 wt% of methyl methacrylate; and 1-17 wt% of a reactive diluent. According to the present invention, a resin composition for an epoxy acryl-based medium-refractive optical lens having improved compressive strength and favorable transparency, Abbe's number, thermal stability, and light resistance in a medium-refractive lens having a refractive index of 1.53-1.58 can be obtained by controlling the chlorine content in bisphenol A diglycidyl ether and containing a large amount of MMA in the composition. The epoxy acryl-based medium-refractive optical lens according to the present invention substitutes for an existing medium-refractive optical lens, and thus can be widely used in various fields.

(57) **요약서:** 본 발명은 에폭시 아크릴계 광학렌즈에 관한 것으로, 특히 고상 굴절률 1.53~1.58의 투명성, 아베수, 열안정성, 내광성 및 압축강도가 좋은 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물 및 그 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에서는, 염소 함량이 100~1,700ppm인 비스페놀 A 디글리시딜 에테르와 아크릴산을 반응시켜 얻은 비스페놀 A 에폭시아크릴레이트를 50~70중량%와, 메틸메타크릴레이트 21~45중량%와, 반응성 희석제 1~17중량%를 포함하는, 고상 굴절률 1.53~1.58의 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물이 제공된다. 본 발명에 따르면, 비스페놀 A 디글리시딜 에테르의 염소 함량을 제어하고 조성물 중에 MMA를 다량 함유시킴으로써 굴절률 1.53~1.58의 중굴절 렌즈에서 압축강도를 향상시키면서 투명성.아베수.열안정성.내광성 또한 좋은 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물을 얻을 수 있다. 본 발명에 따른 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈는 기존의 중굴절 광학렌즈를 대체하여 다양한 분야에서 널리 이용될 수 있다.

WO 2018/194298 A2

명세서

발명의 명칭: 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물 및 그 제조방법

기술분야

[1] 본 발명은 에폭시 아크릴계 광학렌즈에 관한 것으로, 특히 굴절률 1.53~1.58의 투명성, 아베수, 열안정성, 내광성 및 압축강도가 좋은 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[2] 1936년에 소개된 아크릴산계 수지인 PMMA(polymethyl-methacrylate)를 이용한 렌즈는 아크릴 렌즈로도 불리며, 아베수 57로 높은 투명도를 지니고 있으나, 굴절률이 1.49로 낮고, 비슷한 굴절률의 CR-39에 비해 내열성과 표면강도가 낮은 단점이 있다.

[3] 일본 DISO사에서는 1992년 테트라브로모비스페놀 A 디아크릴레이트(diacrylate of tetrabromobisphenol A)에 스티렌과 같은 반응성 희석제를 혼합하여 처음으로 아크릴계 고굴절 수지를 개발하였으나, 이를 이용한 렌즈는 열안정성과 내광성이 부족하여 실용화되지 못하였다.

[4] 이후 일본 공개특허 특개평6-49133 및 특개평7-206974에서는 테트라브로모비스페놀 A 디아크릴레이트에 디비닐벤젠, 스티렌, 벤질메타크릴레이트, 이소시아네이트 등을 혼합하여 렌즈를 제조하는 방법을 제시하였다. 이들 광학렌즈는 내광성 및 내열성이 개선되었으나, 열안정성이 낮아 하드 코팅시 색상변화가 일어나는 문제점이 있었다.

[5] 이러한 문제점을 해결하기 위하여 대한민국 공개특허 10-2004-0083942에서는 테트라브로모비스페놀 A 디아크릴레이트에 스티렌, 메틸스티렌과 같은 반응성 희석제를 혼합하고 여기에 산성 인산에스테르를 첨가함으로써 안경렌즈의 열안정성과 내광성을 크게 향상시킨 굴절률 1.58-1.61의 렌즈를 제시하고 있다. 이러한 에폭시 아크릴계 렌즈는 높은 굴절률을 가지면서도 아베수가 높고, 투명성, 경량성, 내열성 등의 광학 특성이 우수하며, 재료의 가격이 저렴하다는 장점이 있다.

[6] 그러나 에폭시 아크릴레이트계 렌즈를 제조할 때에, 원인을 알 수 없는 이유로 열안정성, 투명성, 내광성이 떨어지는 경우가 있다. 또한, 점도 및 반응 속도를 조절해 줄 반응성 희석제가 필요한데, 이러한 반응성 희석제로는 종래에 스티렌, 디비닐벤젠, 알파메틸스티렌, 알파메틸스티렌다이머, 벤질메타아크릴레이트, 클로로스티렌, 브로모스티렌, 메톡시스티렌, 디벤질말레이트 등을 단독으로 또는 2종 이상 혼합하여 사용하고 있다. 이러한 희석제의 선택은 렌즈의 생산성 및 광학특성에 영향을 미치고 생산비에도 영향을 주게 된다. 예를 들면, 현재 빈번하게 그리고 수지 중에 높은 함유량으로 포함되는 스티렌은, 강도를

떨어뜨리는 원인이 된다.

[7]

[8] 한편, 종래에 중굴절률 범위의 광학렌즈로는 폴리에틸렌글리콜 비스알릴카르보네이트, 폴리메틸메타아크릴레이트, 디알릴프탈레이트, 폴리스티렌, 폴리카보네이트 등의 다양한 수지가 사용되고 있다.

[9] 유럽특허 06905 A2에서는 스티렌 15~50중량부에 아크릴산과 비스페놀A 타입의 에폭시수지 반응물 5~40중량부, 아크릴산과 비스-테트라-브로모 비스페놀A 타입의 에폭시수지 반응물 5~40중량부, 여기에 디비닐벤젠, 디알릴 디 페네이트(phenate), 비닐톨루엔 및 클로로스티렌 5~20중량부를 혼합한 광학수지 조성물을 제공하고 있는데, 열안정성이 부족한 문제점이 있다.

[10] 일본공개특허 소화53-7787호에서는, 디알릴이소프탈레이트 85중량%와 디에틸렌글리콜비스알릴카보네이트 15중량%를 중합시킨 광학렌즈를 제공하고 있는데, 이 렌즈의 경우 렌즈의 두께를 얇게 하는 데는 성공했지만 여전히 내충격성이 약한 문제점을 가지고 있다.

[11] 일본공개특허 소화62-235901 및 소화64-45412와 일본특허 평성1-60494에서도, 변성 디알릴프탈레이트와 디벤질푸마레이트로 이루어진 공중합체에 의해 제조된 플라스틱 렌즈 및 디알릴프탈레이트와 메틸아크릴레이트로 이루어진 공중합체에 의해 제조된 플라스틱 렌즈를 제공하고 있는데, 이들 또한 내충격성이 낮은 문제점이 있다.

[12] 대한민국 등록특허공보 10-0431434에서는 디알릴 에스테르 올리고머, 디알킬말리에이트, 디에틸렌글리콜 비스알릴카보네이트 및 디알릴아디페이트로 이루어진, 1.53~1.55 범위의 중굴절렌즈용 모노머 조성물을 개시하고 있다. 이는 기존 중굴절 렌즈에 비해 광안정성과 내충격성에서 개선된 물성을 갖고 있으나, 아베수와 투명성이 떨어지고 내열성이 낮은 문제가 있다.

[13] 에폭시 아크릴계 렌즈의 경우 투명성, 아베수 등의 광학특성이 좋으므로, 내열성, 내광성, 압축강도 면에서 품질을 올리고 생산비를 낮출 수 있으면 굴절률 1.53~1.58 정도의 중굴절 렌즈에서 다른 소재의 렌즈 대비 경쟁력을 가질 수 있다.

[14]

[15] [선행기술문헌]

[16] [특허문헌]

[17] (특허문헌 1) 일본 공개특허공보 소화53-7787

[18] (특허문헌 2) 일본 공개특허공보 소화62-235901

[19] (특허문헌 3) 일본 공개특허공보 소화64-45412

[20] (특허문헌 4) 일본 특허공보 평성1-60494

[21] (특허문헌 5) 유럽 특허 06905

[22] (특허문헌 6) 대한민국 등록특허공보 10-0431434

[23] (특허문헌 7) 대한민국 등록특허공보 10-0496911

[24] (특허문헌 8) 대한민국 등록특허공보 10-0498896

[25] (특허문헌 9) 대한민국 공개특허공보 10-2015-0071170

발명의 상세한 설명

기술적 과제

[26] 본 발명에서는 에폭시 아크릴레이트계 렌즈를 제조할 때에, 종종 발생하는 원인을 알 수 없는 투명성·열안정성 및 내광성 저하의 문제가 비스페놀 A 디글리시딜 에테르(BPDE)의 제조과정에서 발생하는 염소의 함량과 관계가 있음을 밝히고 이 문제를 해결하는 것을 목적으로 한다.

[27] 메틸메타아크릴레이트는 종래 스티렌이나 디비닐벤젠, 알파메틸스티렌, 알파메틸스티렌다이머 등과 함께 반응성 희석제로 사용되고 있으나 수지 중에 20중량% 이상으로 사용할 경우 백화, 중합불균형 등 여러 측면에서 물성에 문제가 있어 대부분 소량으로만 사용되고 있다. 그러나 메틸메타아크릴레이트를 다량으로 사용할 경우 스티렌을 사용하는 경우에 비해 압축강도가 좋아지므로 생산비의 추가 없이 강도를 향상시킬 수 있는 장점이 있다. 본 발명에서는 메틸메타아크릴레이트를 렌즈 수지 조성물 중에 20중량% 이상의 다량으로 포함하면서도 투명성·아베수·열안정성·내광성이 모두 좋고 압축강도가 뛰어나며 경제적인 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[28]

과제 해결 수단

[29] 상기와 같은 목적을 달성하기 위해 본 발명에서는,

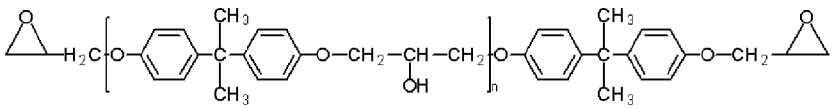
[30] 아래 화학식 1로 표시되고 염소 함량이 100~1,700ppm인 비스페놀 A 디글리시딜 에테르와 아크릴산을 반응시켜 얻은 아래 화학식 2로 표시되는 비스페놀 A 에폭시아크릴레이트 50~70중량%와,

[31] 메틸메타크릴레이트 21~45중량%와,

[32] 반응성 희석제 1~17중량%를 포함하는, 고상 굴절률 1.53~1.58의 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물을 제공한다.

[33] [화학식 1]

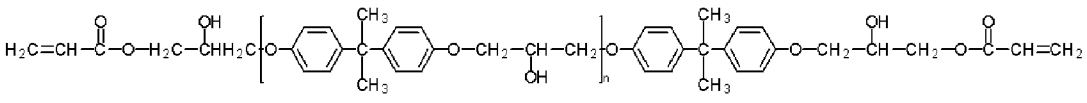
[34]



[35] 여기서 n = 0~15 이다.

[36] [화학식 2]

[37]



[38] 여기서 n = 0~15 이다.

[39]

[40] 상기 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물은 내부이형제를 더 포함할 수 있다.

[41] 또한, 상기 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물은 조성물 중 0.01~5중량%로 열안정제를 더 포함할 수 있다.

[42] 본 발명에서는,

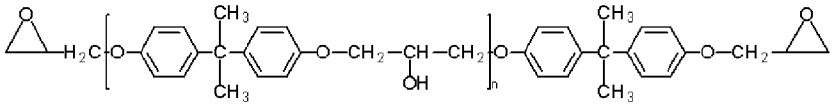
[43] 아래 화학식 1로 표시되고 염소 함량이 100~1,700ppm인 비스페놀 A 디글리시딜 에테르와 아크릴산을 반응시켜 얻은 아래 화학식 2로 표시되는 비스페놀 A 에폭시아크릴레이트 50~70중량%와,

[44] 메틸메타크릴레이트 21~45중량%와,

[45] 반응성 희석제 1~17중량%를 포함하는 광학렌즈용 수지 조성물을 주형에서 중합시켜 얻은 고상 굴절률 1.53~1.58의 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈를 제공한다.

[46] [화학식 1]

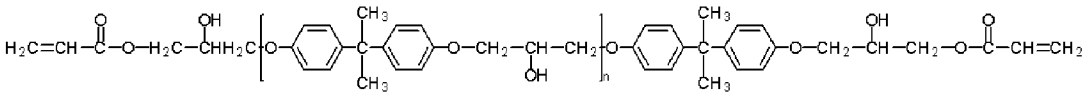
[47]



[48] 여기서 n = 0~15 이다.

[49] [화학식 2]

[50]



[51] 여기서 n = 0~15 이다.

[52]

[53] 또한, 본 발명에서는

[54] 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물을 몰드에 넣고 중합하는 단계를 포함하는 아크릴계 중굴절 광학렌즈의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[55] 본 발명에서는, 비스페놀 A 디글리시딜 에테르의 염소 함량을 제어하여 얻은 비스페놀 A 에폭시아크릴레이트를 함유하고 MMA를 다량 함유함으로써 고상 굴절률 1.53~1.58의 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈에서 낮은 생산비로 압축강도를 크게 향상시키고 투명성, 아베수, 열안정성, 내광성 또한 우수한 에폭시 아크릴계 광학렌즈용 수지 조성물을 제공한다.

[56]

발명의 실시를 위한 최선의 형태

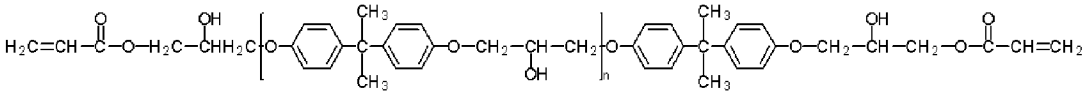
[57] 본 발명의 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물은,

[58] 아래 화학식 2로 표시되는 비스페놀 A 에폭시아크릴레이트(BPDA)와;

메틸메타크릴레이트(MMA) 및 반응성 희석제를 포함한다.

[59] [화학식 2]

[60]



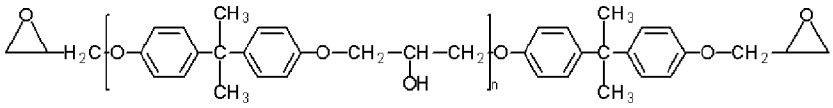
[61] 여기서 n = 0~15 이다.

[62]

[63] 상기 비스페놀 A 에폭시아크릴레이트는, 아래 화학식 1로 표시되는 비스페놀 A 디글리시딜 에테르와 아크릴산을 반응시켜 얻는다.

[64] [화학식 1]

[65]



[66] 여기서 n = 0~15 이다.

[67]

[68] 본 발명자들은, 에폭시 아크릴레이트계 렌즈를 제조할 때에 종종 발생하는 원인을 알 수 없는 투명성·열안정성 및 내광성 저하의 문제가 비스페놀 A 디글리시딜 에테르(BPDE)의 제조과정에서 발생하는 염소의 함량과 관계가 있음을 알게 되었다. 본 발명에서 상기 비스페놀 A 디글리시딜 에테르(BPDE)의 바람직한 염소 함량은 100~1,700ppm이며, 더욱 바람직하게는 200~1,500ppm이다. BPDE 중의 염소 함량은 물 및 암모니아수로 세척하는 과정을 통해 제거 또는 줄일 수 있다. BPDE 중의 염소 함량은 100ppm 미만도 좋으나, 100ppm 미만으로 염소 함량을 줄이는 것이 용이하지 않음에 비해, 본 발명의 하기 실시예를 통해 확인할 수 있는 바와 같이, 100ppm 미만과 100~200ppm은 렌즈 품질에서 거의 차이가 없다. 따라서 렌즈 품질과 생산비를 고려할 때 BPDE의 바람직한 염소 함량은 100~1,700ppm이며, 더욱 바람직하게는 200~1,500ppm이다.

[69] 본 발명에서 비스페놀 A 디글리시딜 에테르(BPDE)의 염소 함량은, BPDE의 전염소함량(Total Cl(ppm))으로 정의되며 아래와 같은 방법으로 측정된다.

[70]

[71] 전염소함량(Total Cl(ppm))의 측정방법

[72] 탈이온화된 증류수로 깨끗하게 세척한 삼각플라스크에 비스페놀 A 디글리실 에테르 화합물을 각각 1g 및 2g을 첨가하고, 디옥산 30mL를 첨가한다. 용해한 용액에 1N KOH 2-메톡시에탄올 용액 5mL를 가하고 20분 동안 환류시켜 준다. 이후 얻어진 용액을 새로운 200mL 비이커에 옮긴다. 이 용액은 아세톤으로 녹여내고 총량 100mL으로 만든 용액에 초산 3mL를 가한 후, 0.01N $AgNO_3$ 수용액으로 전위차 적정한다.

[73] [식 1]

[74]

$$\text{전염소성분 (ppm)} = \frac{35.5\times 0.01\times(a2-a1)\times F}{(b2-b')\times 1000}\times 1000000$$

[75]

[76] a1, a2: b1, b2에 대응한 0.01N $AgNO_3$의 mL 수

[77] b1, b2: 비스페놀 A 디글리실 에테르 화합물의 채취량(g)

[78] F: 0.01 N $AgNO_3$의 factor

[79]

[80] 본 발명의 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물 중 상기 비스페놀 A 에폭시아크릴레이트(BPDA)는 50~70중량%로 포함되며, 바람직하게는 55~65중량%로 포함된다.

[81]

[82] 본 발명의 수지 조성물 중에 포함되는 메틸메타아크릴레이트(MMA)는, 스티렌이나 디비닐벤젠, 알파메틸스티렌, 알파메틸스티렌다이머 등과 함께 종래에폭시 아크릴계 광학 수지에서 반응성 희석제로 사용되어 왔다. 그러나 MMA는 스티렌이나 디비닐벤젠 등과 달리 많은 양으로 포함되지 않고 보통 3% 정도의 소량에서 많아도 20% 미만으로 사용되었다. 그 이유는 MMA가 광학렌즈용 수지 중에 20중량% 이상으로 포함되는 경우 백화, 중합불균형 등 여러 측면에서 렌즈의 물성에 문제가 생기기 때문이다. 그러나 본 발명에서는 수지 중에 MMA를 20중량% 이상의 다량으로 포함하면서도, 같이 사용하는 BPDA의 제조에 사용되는 BPDE의 염소 함량을 100~1,700ppm으로 제한하고, 동시에 수지 중 BPDA의 함량을 50~70중량%로 함으로써 투명성·아베수·열안정성·내광성을 모두 좋게 할 수 있다. 아울러 스티렌 대신 MMA를 다량 함유함으로써 생산비용의 추가 없이도 압축 강도 또한 크게 높일 수 있다. 본 발명의 수지 조성물 중 MMA는 바람직하게는 21~45중량%로 포함되며, 보다 바람직하게는 25~40중량%로 포함될 수 있다.

[83]

[84] 본 발명의 수지 조성물에 포함되는 상기 반응성 희석제는 조성물의 점도와 중합속도를 적절하게 조절하는 역할을 하는 것으로, 에폭시 아크릴계 광학렌즈용 수지에서 반응성 희석제로 사용되는 것이면 모두 사용 가능하며, 특별히 제한되지 않는다.

[85] 바람직하게는, 상기 반응성 희석제는 스티렌, 디비닐벤젠, 알파메틸스티렌, 알파메틸스티렌다이머, 벤질메타아크릴레이트, 클로로스티렌, 브로모스티렌, 메톡시스티렌, 모노벤질말레이트, 모노벤질푸말레이트, 디벤질말레이트, 디벤질푸말레이트, 메틸벤질말레이트, 디메틸말레이트, 디에틸말레이트, 디부틸말레이트, 디부틸푸말레이트, 모노부틸말레이트, 모노펜틸말레이트, 디펜틸말레이트, 모노펜틸푸말레이트, 디펜틸푸말레이트 및 디에틸렌글리콜 비스아릴카르보네이트로 구성된 군으로부터 선택된 화합물이 각각 단독으로

또는 2종 이상 함께 사용될 수 있다. 보다 바람직하게는, 상기 반응성 희석제는 스티렌, 디비닐벤젠, 알파메틸스티렌, 알파메틸스티렌다이머로 구성된 군으로부터 선택된 1종 혹은 2종 이상의 화합물이다.

[86] 본 발명의 수지 조성물에 필수적으로 포함되는 MMA가 반응성 희석제의 역할을 하기 때문에 다른 반응성 희석제는 1~17중량%로 소량 포함되는 것이 바람직하다. MMA와 다른 반응성 희석제를 포함하는 전체 반응성 희석제의 함량이 60중량%를 넘을 경우 조성물의 점도가 너무 낮아져 테이프 접착제가 녹아 나올 수 있으며, 그럴 경우 테이프 백화현상 및 주입 후 경화과정에서의 누액이 생길 수 있고, 이로 인해 렌즈에 백화 및 맥리 등이 발생할 수 있다.

[87]

[88] MMA 및 반응성 희석제를 포함하는 본 발명의 수지 조성물은 액상의 점도가 주형 중합하기에 알맞은 25℃에서 20-200cps 이고, 수지 조성물의 액상 굴절율(nD, 20℃)이 1.48-1.55, 고상 굴절율(nE, 20℃)이 1.53-1.58이다. 만약 액상의 점도가 20cps 미만이면 합성수지 가스켓으로 조립된 유리몰드에 액상 수지 조성물을 주입하여 성형할 때 조성물이 몰드 밖으로 흘러나오는 문제점이 있고, 액상의 점도가 200cps 를 초과하면 조성물을 몰드에 주입하기가 어려운 문제점이 있다. 더욱 바람직한 점도는 30~100cps이다.

[89]

[90] 본 발명의 수지 조성물은 내부이형제를 더 포함할 수 있다. 주형 중합 전에 수지 조성물 중에 내부이형제를 첨가함으로써 중합 후 이형성을 크게 향상시킬 수 있다. 내부이형제는 바람직하게는 중합성 조성물 중에 0.001~10중량%로 포함될 수 있다.

[91] 내부 이형제로는 인산에스테르 화합물, 실리콘계 계면활성제, 불소계 계면활성제, 알킬 제4급 암모늄염 등을 각각 단독으로 또는 2종 이상 함께 사용할 수 있다.

[92] 불소계 비이온 계면활성제는, 분자 내에 퍼플루오르알킬기를 가진 화합물로, 유니다인 DS-401™(일본, 다이낀 공업주식회사), 유니다인 DS-403™(일본, 다이킨 공업주식회사), 에프토프 EF 122A™(일본, 신아끼다가세이 주식회사), 에프토프 EF 126™(일본, 신아끼다가세이 주식회사), 에프토프 EF 301™(일본국, 신아끼다가세이 주식회사제) 등이 있다.

[93] 실리콘계 비이온 계면활성제는, 분자 내에 디메틸폴리실록산기를 가진 화합물로, 미국 다우사의 Q2-120A™ 등이 있다.

[94] 알킬 제4급 암모늄염은, 통상 양이온 계면활성제로서 알려져 있는 것으로, 할로겐염, 인산염, 황산염 등이 있으며, 이 중 클로라이드 염의 예로서 트리메틸세틸 암모늄 클로라이드, 트리메틸 스테아릴 암모늄 클로라이드, 디메틸에틸세틸 암모늄 클로라이드, 트리에틸데실암모늄 클로라이드, 트리옥틸메틸 암모늄 클로라이드, 데실암모늄 클로라이드 등이 있다.

[95] 바람직하게는 내부이형제로 인산에스테르 화합물을 사용할 수 있다.

인산에스테르 화합물은 인산에스테르기를 가진 화합물로서, 예를 들면, 이소프로필산 포스페이트, 디이소프로필산 포스페이트, 브틸산 포스페이트, 디브틸산 포스페이트, 옥틸산 포스페이트, 디옥틸산 포스페이트, 이소데실산 포스페이트, 디이소데실산 포스페이트, 트리데칸올산 포스페이트, 비스(트리데칸올산) 포스페이트 및 이들의 2종 이상의 혼합물 등이 있다. 인산에스테르 화합물로, 바람직하게는 폴리옥시에틸렌노닐페놀에테르 포스페이트(에틸렌옥사이드가 5몰 부가된 것 5중량%, 4몰 부가된 것 80중량%, 3몰 부가된 것 10중량%, 1몰 부가된 것 5중량%), 폴리옥시에틸렌노닐페닐 포스페이트(에틸렌옥사이드가 9몰 부가된 것 5중량%, 에틸렌옥사이드가 8몰 부가된 것 80중량%, 에틸렌옥사이드가 7몰 부가된 것 10중량%, 에틸렌옥사이드가 6몰 이하 부가된 것 5중량%), 폴리옥시에틸렌노닐페놀에테르 포스페이트(에틸렌옥사이드 11몰 부가된 것 3중량%, 10몰 부가된 것 80중량%, 9몰 부가된 것 5중량%, 7몰 부가된 것 6중량%, 6몰 부가된 것 6중량%), 폴리옥시에틸렌노닐페놀에테르 포스페이트(에틸렌옥사이드 13몰 부가된 것 3중량%, 12몰 부가된 것 80중량%, 11몰 부가된 것 8중량%, 9몰 부가된 것 3중량%, 4몰 부가된 것 6중량%), 폴리옥시에틸렌 노닐페놀에테르 포스페이트(에틸렌옥사이드가 17몰 부가된 것 3중량%, 16몰 부가된 것 79중량%, 15몰 부가된 것 10중량%, 14몰 부가된 것 4중량%, 13몰 부가된 것 4중량%), 폴리옥시에틸렌노닐페놀에테르 포스페이트(에틸렌옥사이드가 21몰 부가된 것 5중량%, 20몰 부가된 것 78중량%, 19몰 부가된 것 7중량%, 18몰 부가된 것 6중량%, 17몰 부가된 것 4중량%), 디옥틸산 포스페이트 및 젤렉유엔™(Zelec UN™)으로 구성된 군으로부터 선택되는 1종 혹은 2종 이상의 화합물을 사용할 수 있다.

[96]

[97] 본 발명의 수지 조성물은 열안정제를 더 포함할 수 있다. 열안정제는, 바람직하게는 본 발명의 수지 조성물 중에 0.01~5.00중량%로 포함될 수 있다. 열안정제를 0.01중량% 미만으로 사용할 때에는 열안정 효과가 약하며, 5.00중량%를 초과하여 사용할 때에는 경화 시 중합 불량률이 높고 경화물의 열안정성이 도리어 낮아질 수 있다.

[98] 열안정제로는, 예를 들면, 금속 지방산염계인 칼슘 스테아레이트, 바륨 스테아레이트, 아연 스테아레이트, 카드뮴 스테아레이트, 납 스테아레이트, 마그네슘 스테아레이트, 알루미늄 스테아레이트, 칼륨 스테아레이트, 아연 옥토에이트 등의 화합물 중에서 선택된 1종 혹은 2종 이상의 화합물을 사용할 수 있다.

[99] 바람직하게는, 인계인 트리페닐 포스파이트, 디페닐데실 포스파이트, 페닐디데실 포스파이트, 디페닐도데실 포스파이트, 디페닐이소데실 포스페이트, 트리노릴페닐 포스파이트, 디페닐이소옥틸 포스파이트, 트리부틸 포스파이트, 트리프로필 포스파이트, 트리에틸 포스파이트, 트리메틸

포스파이트, 트리스(모노데실 포스파이트), 트리스(모노페닐) 포스파이트 중에서 선택된 1종 혹은 2종 이상의 화합물을 사용할 수 있다. 특히 바람직하게는 디페닐이소데실 포스페이트를 사용할 수 있다.

[100] 또한, 납계인 $3PbO.PbSO_4.4H_2O$, $2PbO.Pb(C_8H_4O_4)$, $3PbO.Pb(C_4H_2O_4).H_2O$ 등의 화합물 중에서 선택된 1종 혹은 2종 이상도 사용 가능하다.

[101] 또한, 유기주석계인 디부틸틴 디아우레이트, 디부틸틴말리에이트, 디부틸틴 비스(이소옥틸말리에이트), 디옥틸말리에이트, 디부틸틴 비스(모노메틸말리에이트), 디부틸틴 비스(라우릴메르캅티드), 디부틸 비스(이소옥실메르캅토아세테이트), 모노부틸틴 트리스(이소옥틸메르캅토아세테이트), 디메틸틴비스(이소옥틸메르캅토아세테이트), 트리스(이소옥틸메르캅토아세테이트), 비옥틸틴비스(이소옥틸메르캅토아세테이트), 디부틸틴 비스(2-메르캅토에틸로레이트), 모노부틸틴트리스(2-메르캅토에티로레이트), 디메틸틴 비스(2-메르캅토에틸로이트), 모노메틸틴 트리스(2-메르캅토에틸로레이트) 등의 화합물 중에서 선택된 1종 혹은 2종 이상도 사용 가능하다.

[102] 또한, 상기 예시한 열안정제 중 계열이 다른 열안정제를 2종 이상 혼합하여 사용하는 것도 가능하다. 가장 바람직하게는, 인계의 열안정제를 사용함으로써 성형된 렌즈의 초기 색상뿐만 아니라 투명성, 충격강도, 내열성, 중합수율 등의 광학특성의 저하 없이 광학렌즈의 열안정성을 크게 향상시킬 수 있다.

[103]

[104] 본 발명의 수지 조성물은, 플라스틱 광학렌즈 분야의 통상의 기술에 따라, 이밖에도 자외선 흡수제, 유기염료, 무기안료, 착색방지제, 산화방지제, 광안정제, 촉매 등을 필요에 따라 더 포함할 수 있다.

[105]

[106] 상기한 본 발명의 수지 조성물을 몰드에 넣고 중합함으로써 본 발명에 따른 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈를 제조할 수 있다. 바람직한 실시예에 따르면, 상기 수지 조성물을 몰드에 주입한 후 몰드를 강제순환식 오븐에 넣고 30℃에서 120℃까지 서서히 가열경화시킨 후, 70±10℃ 정도로 냉각하여 몰드를 탈착하여 렌즈를 얻는다. 이때 모든 원재료는 바람직하게는, 순도 70~99.99%까지의 고순도 화합물을 사용한다. 바람직하게는, 모든 원재료의 순도를 확인하여 순도가 낮은 화합물은 정제하고 순도가 높은 화합물은 정제 없이 사용한다.

[107]

[108] 상기 제조방법으로 얻어진 아크릴계 중굴절 광학렌즈는 고상 굴절률 1.53-1.58의 중굴절 렌즈로서 기존의 중굴절렌즈를 대체하여 다양한 분야에서 이용될 수 있다. 구체적으로 플라스틱 안경렌즈, 안경렌즈에 편광필름을 장착한 3D 편광렌즈, 카메라 렌즈 등으로 이용될 수 있으며, 이외에도 프리즘, 광섬유,

광디스크 등에 사용되는 기록 매체기판이나 착색필터와 자외선 흡수 필터 등의 다양한 광학제품에 이용될 수 있다

[109]

발명의 실시를 위한 형태

[110] 이하 구체적인 실시예를 통해 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 그러나 이들 실시예는 오로지 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[111]

[112] **<u>전염소함량(Total Cl(ppm))의 측정방법</u>**

[113] 탈이온화된 증류수로 깨끗하게 세척한 삼각플라스크에 비스페놀 A 디글리실 에테르 화합물을 각각 1g 및 2g 을 첨가하고, 디옥산 30mL를 첨가하였다. 용해한 용액에 1N KOH 2-메톡시에탄올 용액 5mL를 가하고 20분 동안 환류를 시켜준 다음, 얻어진 용액을 새로운 200mL 비커에 옮겼다. 이 용액을 아세톤으로 녹여내고 총량 100mL으로 만든 후 초산 3mL를 가하고, 0.01N $AgNO_3$ 수용액으로 전위차 적정하였다.

[114] [식 1]

[115]

$$\text{전염소성분 (ppm)} = \frac{35.5\times0.01\times(a2-a1)\times F}{(b2-b')\times1000}\times 1000000$$

[116]

[117] a1, a2: b1, b2에 대응한 0.01N $AgNO_3$의 mL 수

[118] b1, b2: 비스페놀 A 디글리실 에테르 화합물의 채취량(g)

[119] F: 0.01 N $AgNO_3$의 factor3의 factor

[120]

[121] **<u>비스페놀 A 디글리시딜 에테르 화합물(BPDE)의 합성</u>**

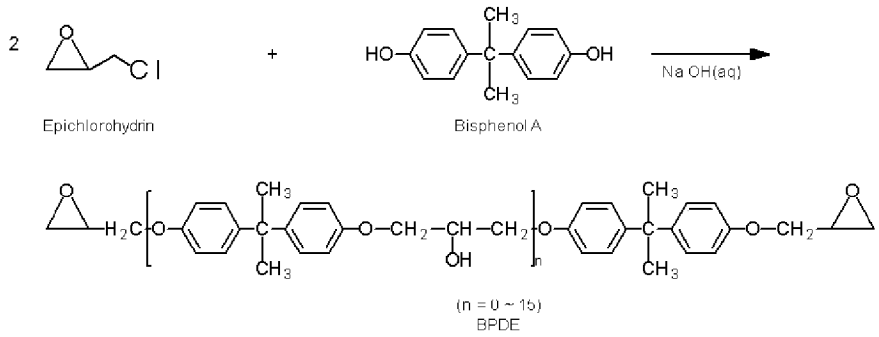
[122] **합성예 1**

[123] 반응식 1과 같은 방법으로, 3구 플라스크에 비스페놀 A (228g, 1 mol.), 에피클로로히드린 (925.3g, 10 mol.) 및 물(50g)을 첨가하고, 에피클로로히드린이 끓을 때까지 천천히 가열하고 끓기 시작할 때 가열을 멈추고, 교반하면서 가성소다(80g, 2 mol.)를 소량씩 천천히 첨가한다. 가성소다를 모두 첨가한 후, 반응혼합물을 약 50분 동안 강하게 가열하여 반응물의 점도가 증가되면 가열을 멈춘 후, 과량으로 들어간 에피클로로히드린 화합물을 감압증류하여 제거하였다. 잔여체는 톨루엔 2000g으로 한 번 추출하고, 침전물인 NaCl(aq)은 감압필트하여 제거하고, 필트액은 5% 소금 물(50g)로 1회 세척하고, 물(50g)로 3회 세척하고, 0.01% 암모니아수(50g)로 2회 세척하고 물(50g)로 5회 세척하고, 감압농축하여 점도가 있는 비스페놀 A 디글리시딜 에테르 화합물(**BPDE** 1)을 얻었다. **BPDE** 1의 전염소 함량은 100ppm이었다.

[124]

[125] **[반응식 1]**

[126]



[127]

[128] **합성예 2**

[129] 반응식 1과 같은 방법으로, 3구 플라스크에 비스페놀 A (228g, 1 mol.), 에피클로로히드린 (925.3g, 10 mol.) 및 물(50g)을 첨가하고, 에피클로로히드린이 끓을 때까지 천천히 가열하고 끓기 시작할 때 가열을 멈추고, 교반하면서 가성소다(80g, 2 mol.)를 소량씩 천천히 첨가하였다. 가성소다를 모두 첨가한 후, 반응혼합물을 약 50분 동안 강하게 가열하여 반응물의 점도가 증가되면 가열을 멈추고, 그런 다음 과량으로 들어간 에피클로로히드린 화합물을 감압증류하여 제거하였다. 잔여체는 톨루엔 2000g으로 한 번 추출하고, 침전물인 NaCl(aq)은 감압필트하여 제거하고, 필트액은 5% 소금 물(50g)로 1회 세척하고, 물로 2회 세척하고, 0.01% 암모니아수로 1회 세척하고 물로 3회 세척하고, 감압농축하여 점도가 있는 비스페놀 A 디글리시딜 에테르 화합물(**BPDE** 2)을 얻었다. **BPDE** 2의 전염소 함량은 200ppm 이었다.

[130]

[131] **합성예 3**

[132] 반응식 1과 같은 방법으로, 3구 플라스크에 비스페놀 A (228g, 1 mol.), 에피클로로히드린 (925.3g, 10 mol.) 및 물(50g)을 첨가하고, 에피클로로히드린이 끓을 때까지 천천히 가열하고 끓기 시작할 때 가열을 멈추고, 교반하면서 가성소다(80g, 2 mol.)를 소량씩 천천히 첨가하였다. 가성소다를 모두 첨가한 후, 반응혼합물을 약 50분 동안 강하게 가열하여 반응물의 점도가 증가되면 가열을 멈추고, 그런 다음 과량으로 들어간 에피클로로히드린 화합물을 감압증류하여 제거하였다. 잔여체는 톨루엔 2000g으로 한 번 추출하고, 침전물인 NaCl(aq)은 감압필트하여 제거하고, 필트액은 5% 소금 물(50g)로 1회 세척하고, 물(50g)로 2회 세척하고, 0.01% 암모니아수(50g)로 1회 세척하고, 물(50g)로 1회 세척하고 감압농축하여 점도가 있는 비스페놀 A 디글리시딜 에테르 화합물(**BPDE** 3)을 얻었다. **BPDE** 3의 전염소 함량은 500ppm다.

[133]

[134] **합성예 4**

[135] 반응식 1과 같은 방법으로, 3구 플라스크에 비스페놀 A (228g, 1 mol.),

에피클로로히드린 (925.3g, 10 mol.) 및 물(50g)을 첨가하고, 에피클로로히드린이 끓을 때까지 천천히 가열하고 끓기 시작할 때 가열을 멈추고, 교반하면서 가성소다(80g, 2 mol.)를 소량씩 천천히 첨가하였다. 가성소다를 모두 첨가한 후, 반응혼합물을 약 50분 동안 강하게 가열하여 반응물의 점도가 증가되면 가열을 멈추고, 그런 다음 과량으로 들어간 에피클로로히드린 화합물을 감압증류하여 제거하였다. 잔여체는 톨루엔 2000g으로 1회 추출하고, 침전물인 NaCl(aq)은 감압필트하여 제거하고, 필트액은 5% 소금 물(50g)로 1회 세척하고, 물로 5회 세척하고, 감압농축하여 점도가 있는 비스페놀 A 디글리시딜 에테르 화합물(**BPDE** 4)을 얻었다. **BPDE** 4의 전염소 함량은 1000ppm다.

[136]

[137] **합성예 5**

[138] 반응식 1과 같은 방법으로, 3구 플라스크에 비스페놀 A (228g, 1 mol.), 에피클로로히드린 (925.3g, 10 mol.) 및 물 (50g)을 첨가하고, 에피클로로히드린이 끓을 때까지 천천히 가열하고 끓기 시작할 때 가열을 멈추고, 교반하면서 가성소다(80g, 2 mol.)를 소량씩 천천히 첨가하였다. 가성소다를 모두 첨가한 후, 반응혼합물을 약 50분 동안 강하게 가열하여 반응물의 점도가 증가되면 가열을 멈추고, 그런 다음 과량으로 들어간 에피클로로히드린 화합물을 감압증류하여 제거하였다. 잔여체는 톨루엔 2000g으로 1회 추출하고, 침전물인 NaCl(aq)은 감압필트하여 제거하고, 필트액은 물 (50g)로 3회 세척하고, 물을 제거한 후, 감압농축하여 점도가 있는 비스페놀 A 디글리시딜 에테르 화합물(**BPDE** 5)을 얻었다. **BPDE** 5의 전염소 함량은 1700ppm 이었다.

[139]

[140] **합성 비교예 1**

[141] 반응식 1과 같은 방법으로, 3구 플라스크에 비스페놀 A (228g, 1 mol.), 에피클로로히드린 (925.3g, 10 mol.) 및 물(50g)을 첨가하고, 에피클로로히드린이 끓을 때까지 천천히 가열하고 끓기 시작할 때 가열을 멈추고, 교반하면서 가성소다(80g, 2 mol.)를 소량씩 천천히 첨가하였다. 가성소다를 모두 첨가한 후, 반응혼합물을 약 50분 동안 강하게 가열하여 반응물의 점도가 증가되면 가열을 멈추고, 그런 다음 과량으로 들어간 에피클로로히드린 화합물을 감압증류하여 제거하였다. 잔여체는 톨루엔 1500g으로 1회 추출하고, 침전물인 NaCl(aq)은 감압필트하여 제거하고, 필트액은 물(50g)로 1회 세척하고, 감압농축하여 점도가 있는 비스페놀 A 디글리시딜 에테르 화합물(**BPDE** 6)을 얻었다. **BPDE** 6의 전염소 함량은 1900ppm 이었다.

[142]

[143] **합성 비교예 2**

[144] 합성예 1과 같은 방법으로, 3구 플라스크에 비스페놀 A (228g, 1 mol.), 에피클로로히드린 (925.3g, 10 mol.) 및 물(50g)을 첨가하고, 에피클로로히드린이 끓을 때까지 천천히 가열하고 끓기 시작할 때 가열을 멈추고, 교반하면서

가성소다(80g, 2 mol.)를 소량씩 천천히 첨가하였다. 가성소다를 모두 첨가한 후, 반응혼합물을 약 50분 동안 강하게 가열하여 반응물의 점도가 증가되면 가열을 멈추고, 그런 다음 과량으로 들어간 에피클로로히드린 화합물을 감압증류하여 제거하였다. 잔여체는 톨루엔 2000g으로 1회 추출하고, 침전물인 NaCl(aq)은 감압필트하여 제거하고, 감압농축하여 점도가 있는 비스페놀 A 디글리시딜 에테르 화합물(**BPDE** 7)을 얻었다. **BPDE 7**의 전염소함량은 2500ppm 이었다.

[145]

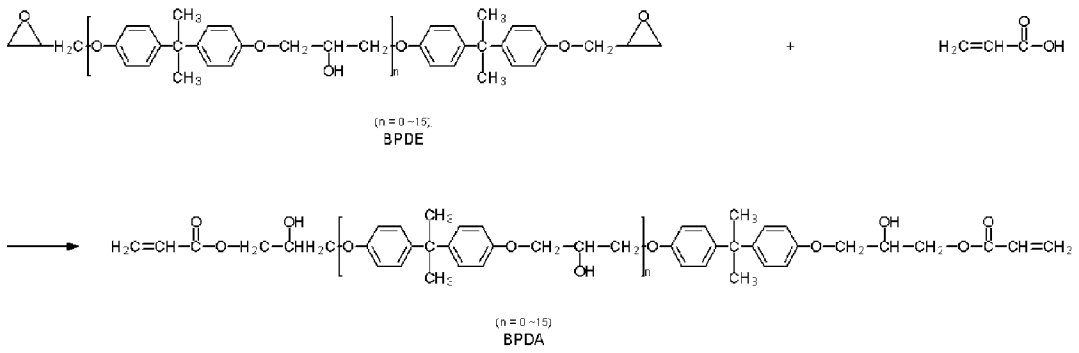
[146] **<u>에폭시 아크릴레이트 화합물(BPDA)</u>**

[147] **합성예 8**

[148] **BPDE** 1(당량 187)의 화합물에 아크릴산 (147g, 2 mol.), 디벤질메틸아민 (5g) 및 2,6-디-t-부틸-4-메틸페놀 (4g)을 첨가하고 60℃에서 105℃까지 반응온도를 서서히 올려서 20시간 동안 반응시켰으며, 당량 259의 아크릴레이트화된 반응식 2의 화합물(**BPDA 1**)을 얻었다.

[149] **[반응식 2]**

[150]



[151]

[152] **합성예 9**

[153] **BPDE** 2의 화합물과 아크릴산을 반응시키는 것을 제외하고는, 합성예 8과 동일한 방법으로 당량 259인 아크릴레이트화된 화합물(**BPDA 2**)을 얻었다.

[154]

[155] **합성예 10**

[156] **BPDE** 3의 화합물과 아크릴산을 반응시키는 것을 제외하고는, 합성예 8과 동일한 방법으로 당량 259인 아크릴레이트화된 화합물(**BPDA 3**)을 얻었다.

[157]

[158] **합성예 11**

[159] **BPDE** 4의 화합물과 아크릴산을 반응시키는 것을 제외하고는, 합성예 8과 동일한 방법으로 당량 259인 아크릴레이트화된 화합물(**BPDA 4**)을 얻었다.

[160]

[161] **합성예 12**

[162] **BPDE** 5의 화합물과 아크릴산을 반응시키는 것을 제외하고는, 합성예 8과

동일한 방법으로 당량 259인 아크릴레이트화된 화합물(**BPDA 5**)을 얻었다.

[163]

[164] **비교합성예 3**

[165] **BPDE** 6의 화합물과 아크릴산을 반응시키는 것을 제외하고는, 합성예 8과 동일한 방법으로 당량 259인 아크릴레이트화된 화합물(**BPDA 6**)을 얻었다.

[166]

[167] **비교합성예 4**

[168] **BPDE** 7의 화합물과 아크릴산을 반응시키는 것을 제외하고는, 합성예 8과 동일한 방법으로 당량 259인 아크릴레이트화된 화합물(**BPDA 7**)을 얻었다.

[169]

[170] 에폭시 아크릴계 광학렌즈의 제조

[171] **실시예 1**

[172] 에폭시 아크릴레이트 화합물(**BPDA** 1) 60g에 중합조절제인 알파메틸스티렌다이머 0.5g을 첨가하고, 반응희석제인 스티렌 5g 및 메틸메타아크릴레이트 35g을 첨가한 후, 약 30분간 교반하였다. 이후 0.45㎛이하의 여과지로 여과하고, 여기에 촉매로 V65 0.05g 및 3-M 0.12g을 첨가하고, 내부이형제인 4-PENPP 0.05g 및 8-PENPP 0.2g을 첨가하고 혼합하여 광학렌즈용 수지 조성물을 만든 다음, 아래와 같은 방법으로 광학 렌즈를 제조하고 광학렌즈의 물성을 측정하였다.

[173] (1) 위와 같이 제조된 광학렌즈용 수지 조성물을 1 시간 교반한 후, 10분간 감압탈포하고 여과한 다음, 폴리에스테르 점착테이프로 조립된 유리몰드에 주입하였다.

[174] (2) 안경 렌즈용 수지조성물이 주입된 유리 몰드를 강제 순환식 오븐에서 35℃에서 110℃까지 20시간에 걸쳐서 가열 경화시킨 후, 70℃로 냉각하여 유리몰드를 탈착하여 렌즈를 얻었다. 얻어진 렌즈는 지름 72㎜로 가공한 후 알카리 수성 세척액에 초음파 세척하고, 120℃에서 2시간 어닐링 처리하였다. 아래와 같은 방법으로 물성을 측정하여 그 결과를 **표 1**에 나타내었다.

[175]

[176] 물성 실험방법

[177] 실시예에서 제조된 광학렌즈의 물성을 아래의 실험방법으로 측정하여 그 결과를 **표 1**에 기재하였다.

[178] 1) 굴절률 및 아베수: Atago 사의 DR-M4 모델인 아베 굴절계를 사용하여 측정하였다.

[179] 2) 비중: 분석저울을 사용하고, 수중치환법에 의해 측정하였다.

[180] 3) 압축강도: 안경렌즈의 직경이 75mm이고, 중심두께가 1.2mm이며, 돗수가 8.00인 것을 LLOYD Instruments의 LR5K-Plus 만능재료시험기로 ISO 14889 및 JIS T57331의 방법에 따라 안경렌즈가 깨어질 때까지 측정하고 그 측정값을 N으로 나타내었다.

[181] 4) 열안정성: 경화된 광학렌즈를 100℃에서 10시간 동안 유지하고, 색상변화의 측정에서 APHA 값이 2 이상 변하지 않으면 ◎로 표시하고, APHA 값이 3~5으로 변하면 "○"로 표시하고, APHA 값이 6~8으로 변하면 "Δ"으로 표시하고, APHA 값이 9 이상으로 변하면 "×"로 표시하였다.

[182] 5) 투명성: 100매의 렌즈를 USHIO USH-10D인 수은 아크램프(Mercury Arc Lamp) 아래 육안으로 관찰하여, 광학렌즈의 탁함이 1개 이하가 발견되면 "◎"로 표시하고, 2~3개가 발견되면 "○"로 표시하고, 4개 이상이면 발견되면 "×"로 표시하였다.

[183] 6) 내광성: Q-Lab.사의 QUV/SE 모델 Accelerated Weathering Tester를 사용하였다. QUV 시험은 두께가 1.2mm인 평판렌즈를 UVA-340 (340nm), 광량 0.76W/m2, 4시간 BPT(Black Panel Temperature)(60℃), 4시간 condensation (50℃) 조건하에서 48시간 동안 조사한 후, 색상변화의 측정에서 APHA 값이 0~2로 변하면 "◎"로 표시하고, APHA 값이 3~5으로 변하면 "○"로 표시하고, APHA 값이 5 이상으로 변하면 "×"로 표시하였다.

[184]

[185] **실시예 2~5**

[186] 표 1의 조성대로 광학렌즈용 수지 조성물을 만드는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 광학렌즈를 제조하고, 그 물성을 측정하였으며, 결과를 **표 1**에 나타내었다.

[187]

[188] **비교예 1**

[189] 에폭시 아크릴레이트계 화합물(**BPDA** 6) 60g에 중합조절제인 알파메틸스티렌다이머 0.5g을 첨가하고, 반응성 희석제인 스티렌 5g 및 메틸메타아크릴레이트 35g을 첨가하고, 약 30분간 교반하였다. 이후 0.45㎛ 이하의 여과지로 여과하고, 여기에 촉매로 V65 0.05g 및 3-M 0.12g을 첨가하고, 내부이형제인 4-PENPP 0.05g 및 8-PENPP 0.2g을 첨가하고 혼합하여 광학렌즈용 수지 조성물을 만든 후, **실시예** 1과 같은 방법으로 광학렌즈를 제조하고, 그 물성을 측정하여 결과를 **표 1**에 기재하였다.

[190]

[191] **비교예 2~3**

[192] 표 1의 조성대로 광학렌즈용 수지 조성물을 만드는 것을 제외하고는 비교예 1과 같은 방법으로 광학렌즈를 제조하고, 그 물성을 측정하였으며, 결과를 **표 1**에 나타내었다.

[193] [표1]

구분	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	비교예 1	비교예 2	비교예 3
BPDE (염소함량, ppm)	BPDE 1(100)	BPDE 2(200)	BPDE 3(500)	BPDE 4(1,000)	BPDE 5(1,700)	BPDE 6(1,900)	BPDE 7(2,500)	BPDE 1(100)
BPDA(g)	BPDA 1(60)	BPDA 2(60)	BPDA 3(58)	BPDA 4(65)	BPDA 5(62)	BPDA 6(60)	BPDA 7(55)	BPDA 1(60)
MMA(g)	35	30	40	30	25	35	44	20
스티렌(g)	5	10	2	5	13	5	1	20
굴절률(nE ,20℃)	1.547	1.552	1.542	1.551	1.557	1.546	1.538	1.563
아베수(vE ,20℃)	39.5	38.5	39.8	39.0	38.3	39.3	40.6	38.1
투과도(%)	98	98	97	96	95	95	95	90
비중	1.21	1.22	1.21	1.22	1.23	1.21	1.19	1.25
Tg(℃)	107	105	104	103	107	90	83	106
압축강도(N)	4935	4658	4896	3988	3827	4815	1815	1738
열안정성	◎	◎	○	○	○	△	×	○
투명성	◎	◎	○	○	○	×	×	○
내광성	◎	◎	○	○	○	×	×	○

[194] **[약어]**

[195] **MMA**: 메틸메타아크릴레이트

[196] **4**-PENPP: 폴리옥시에틸렌노닐페닐 포스페이트(에틸렌옥사이드가 5몰 부가된 것 5중량%, 에틸렌옥사이드가 4몰 부가된 것 80중량%, 에틸렌옥사이드가 3몰 부가된 것 10중량%, 에틸렌옥사이드가 1몰 부가된 것 5중량%)

[197] **8**-PENPP: 폴리옥시에틸렌노닐페닐 포스페이트(에틸렌옥사이드가 9몰 부가된 것 5중량%, 에틸렌옥사이드가 8몰 부가된 것 80중량%, 에틸렌옥사이드가 7몰 부가된 것 10중량%, 에틸렌옥사이드가 6몰 이하 부가된 것 5중량%)

[198] **V65**: 2,2'-아조비스(2,4-디메틸바레노니트릴) (2,2'-azobis(2,4-dimethylvaleronitrile)

[199] **3-M**: 1,1-비스(t-부틸퍼록시)-3,3,5-트리메틸사이클로헥산

(1,1-bis(t-butylperoxy)-3,3,5 -trimethyl cyclohexane)

[200]

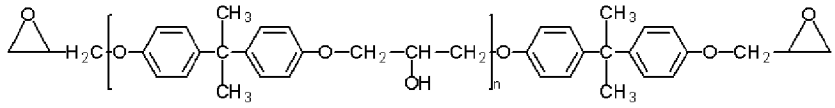
산업상 이용가능성

[201] 본 발명에 따르면 투명성, 열안정성, 내광성이 우수하고 압축강도 또한 높은 고상 굴절률 1.53~1.58의 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈를 낮은 생산비용으로 제공할 수 있다. 본 발명에 따른 광학렌즈는 기존의 중굴절 렌즈를 대체하여 관련 분야에서 널리 사용될 수 있다. 특히 플라스틱 안경렌즈, 안경렌즈에 편광필름을 장착한 3D 편광렌즈, 카메라 렌즈 분야에서 이용될 수 있으며, 이외에도 프리즘, 광섬유, 광디스크 등에 사용되는 기록 매체기판이나 착색필터와 자외선 흡수 필터 등의 다양한 광학제품에 이용될 수 있다.

청구범위

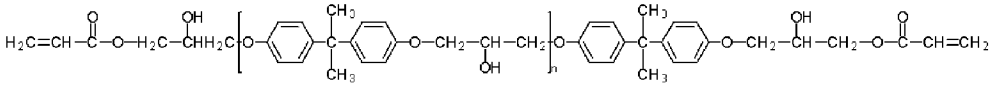
[청구항 1] 아래 화학식 1로 표시되고 염소 함량이 100~1,700ppm인 비스페놀 A 디글리시딜 에테르와 아크릴산을 반응시켜 얻은 아래 화학식 2로 표시되는 비스페놀 A 에폭시아크릴레이트 50~70중량%와,
메틸메타크릴레이트 21~45중량%와,
반응성 희석제 1~17중량%를 포함하는,
고상 굴절률 1.53~1.58의 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈용 수지 조성물.

[화학식 1]



여기서 n = 0~15 이다.

[화학식 2]



여기서 n = 0~15 이다.

[청구항 2] 제1항에 있어서,
상기 염소 함량이 200~1,500ppm인 것을 특징으로 하는 수지 조성물.

[청구항 3] 제1항에 있어서,
상기 반응성 희석제는 스티렌, 디비닐벤젠, 알파메틸스티렌,
알파메틸스티렌다이머, 벤질메타아크릴레이트, 클로로스티렌,
브로모스티렌, 메톡시스티렌, 모노벤질말레이트, 모노벤질푸말레이트,
디벤질말레이트, 디벤질푸말레이트, 메틸벤질말레이트, 디메틸말레이트,
디에틸말레이트, 디부틸말레이트, 디부틸푸말레이트, 모노부틸말레이트,
모노펜틸말레이트, 디펜틸말레이트, 모노펜틸푸말레이트,
디펜틸푸말레이트 및 디에틸렌글리콜 비스아릴카르보네이트로 구성된
군으로부터 선택된 1종 혹은 2종 이상의 화합물인 것을 특징으로 하는
수지 조성물.

[청구항 4] 제1항에 있어서,
상기 반응성 희석제는 스티렌, 디비닐벤젠, 알파메틸스티렌,
알파메틸스티렌다이머로 구성된 군으로부터 선택된 1종 혹은 2종 이상의
화합물인 것을 특징으로 하는 수지 조성물.

[청구항 5] 제1항에 있어서,
내부이형제를 더 포함하는 수지 조성물.

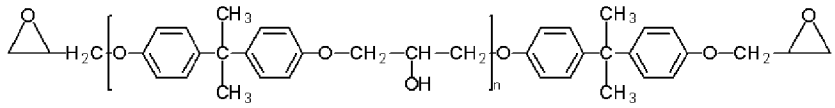
[청구항 6] 제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 조성물 중 0.01~5중량%로 열안정제를 더 포함하는 수지 조성물.

[청구항 7] 제6항에 있어서,
상기 열안정제는 트리페닐 포스파이트, 디페닐데실 포스파이트, 페닐디데실 포스파이트, 디페닐도데실 포스파이트, 디페닐이소데실 포스페이트, 트리노릴페닐 포스파이트, 디페닐이소옥틸 포스파이트, 트리부틸 포스파이트, 트리프로필 포스파이트, 트리에틸 포스파이트, 트리메틸 포스파이트, 트리스(모노데실 포스파이트), 트리스(모노페닐) 포스파이트로 구성된 군으로부터 선택된 1종 혹은 2종 이상의 화합물인 것을 특징으로 하는 수지 조성물.

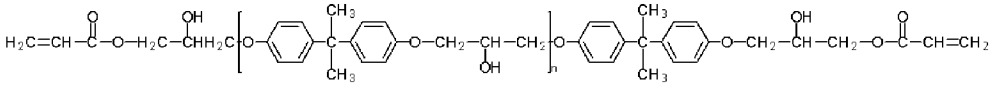
[청구항 8] 아래 화학식 1로 표시되고 염소 함량이 100~1,700ppm인 비스페놀 A 디글리시딜 에테르와 아크릴산을 반응시켜 얻은 아래 화학식 2로 표시되는 비스페놀 A 에폭시아크릴레이트 50~70중량%와,
메틸메타크릴레이트 21~45중량%와,
반응성 희석제 1~17중량%를 포함하는 광학렌즈용 수지 조성물을 주형에서 중합시켜 얻은 고상 굴절률 1.53~1.58의 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈.

[화학식 1]



여기서 n = 0~15 이다.

[화학식 2]



여기서 n = 0~15 이다.

[청구항 9] 제8항에 있어서,
상기 반응성 희석제는 스티렌, 디비닐벤젠, 알파메틸스티렌, 알파메틸스티렌다이머로 구성된 군으로부터 선택된 1종 혹은 2종 이상의 화합물인 것을 특징으로 하는 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈.

[청구항 10] 제8항 또는 제9항에 있어서,
상기 조성물 중에 0.01~5중량%로 열안정제를 더 포함하는 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈.

[청구항 11] 제10항에 있어서, 상기 열안정제는 트리페닐 포스파이트, 디페닐데실 포스파이트, 페닐디데실 포스파이트, 디페닐도데실 포스파이트, 디페닐이소데실 포스페이트, 트리노릴페닐 포스파이트, 디페닐이소옥틸 포스파이트, 트리부틸 포스파이트, 트리프로필 포스파이트, 트리에틸 포스파이트, 트리메틸 포스파이트, 트리스(모노데실 포스파이트),

트리스(모노페닐) 포스파이트로 구성된 군으로부터 선택된 1종 혹은 2종 이상의 화합물인 것을 특징으로 하는 에폭시 아크릴계 중굴절 광학렌즈.

[청구항 12] 제1항의 수지 조성물을 몰드에 넣고 중합하는 단계를 포함하는 아크릴계 중굴절 광학렌즈의 제조방법.