



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0028079

(51)⁷ C07F 7/18; H05K 1/03; C09J 5/00

(13) B

(21) 1-2015-04988

(22) 30/06/2014

(86) PCT/JP2014/067469 30/06/2014

(87) WO 2015/002158 A1 08/01/2015

(30) 2013-138541 02/07/2013 JP; 2013-175314 27/08/2013 JP; 2013-206978 02/10/2013 JP; 2013-266400 25/12/2013 JP

(45) 25/04/2021 397

(43) 25/04/2016 337A

(73) Shikoku Chemicals Corporation (JP)

8-537-1, Doki-cho Higashi, Marugame-shi, Kagawa 763-8504 Japan

(72) MIURA Shozo (JP); MURAI Takayuki (JP); OKUMURA Naoto (JP); TANIOKA Miya (JP); KATSUMURA Masato (JP); YAMAJI Noriaki (JP).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) HỢP CHẤT AZOL SILAN, DUNG DỊCH XỬ LÝ BỀ MẶT CHỨA HỢP CHẤT NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ BỀ MẶT SỬ DỤNG HỢP CHẤT NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất azol silan, phương pháp tổng hợp của chúng, và chất liên kết silan chứa hợp chất azol silan dưới dạng thành phần, và tạo ra dung dịch xử lý bề mặt bằng cách sử dụng hợp chất azol silan, phương pháp xử lý bề mặt, và phương pháp liên kết hai vật liệu khác nhau về tính chất của vật liệu. Hợp chất azol silan theo sáng chế là hợp chất có công thức hóa học (I-1) hoặc (II-1) cụ thể.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp chất azol silan, dung dịch xử lý bề mặt chứa hợp chất azol silan, phương pháp xử lý bề mặt sử dụng hợp chất này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong những năm gần đây, đối với các bảng dây mạch in, sự tăng lên về số lượng các lớp đã được thúc đẩy để đáp ứng việc giảm kích cỡ, độ dày và các yếu tố tương tự của các thiết bị điện tử và các linh kiện điện tử. Bảng dây mạch in đa lớp đang được sản xuất bằng cách xếp chồng bảng mạch cho lớp bên ngoài hoặc lá đồng trên bảng mạch cho lớp bên trong, mà được tạo ra có mạch gồm lá đồng hoặc tương tự trên một mặt hoặc cả hai mặt, thông qua chất tẩy trước, và tích hợp chúng.

Bằng cách này, trong bảng dây mạch in đa lớp như vậy, có vấn đề quan trọng là đảm bảo đặc tính liên kết giữa mạch đồng được tạo thành trên bảng mạch cho lớp bên trong và nhựa kết dính cách điện gồm chất tẩy trước để xếp chồng bảng mạch cho lớp bên ngoài hoặc lá đồng.

Tài liệu sáng chế 1 đề cập đến chất xử lý bề mặt lá đồng mà cải thiện đặc tính liên kết giữa lá đồng và chất tẩy trước và chất hàn chịu nhiệt của tấm mỏng mạ đồng thu được bằng cách liên kết lá đồng với chất tẩy trước.

Tài liệu trên bộc lộ việc sử dụng kết hợp hợp chất trialkoxysilan có vòng imidazol với hợp chất tetraalkoxysilan là các thành phần của chất xử lý bề mặt.

Tài liệu sáng chế 2 đề cập đến chế phẩm định hình bề mặt đồng và phương pháp xử lý bề mặt, mà có thể duy trì đặc tính bám dính giữa đồng và vật liệu cách điện như nhựa mà không cần thực hiện việc xử lý làm nhám như khắc axit bề mặt của đồng.

Tài liệu trên bộc lộ các chất liên kết silan có nhóm alkoxy, như silanol và trisilanol được ưu tiên là thành phần của chế phẩm định hình bề mặt theo quan điểm về đặc tính bám dính ưu việt với vật liệu cách điện và, trong số chúng, chất liên kết silan có nhóm mercapto được ưu tiên theo quan điểm về việc cải thiện đặc tính bám dính giữa đồng và vật liệu cách điện như nhựa epoxy.

Ngoài ra, tài liệu này đã bộc lộ dung dịch chứa chế phẩm định hình bề mặt có thể được điều chế bằng cách hòa tan chế phẩm trong dung môi hỗn hợp của nước và dung môi hữu cơ. Hơn nữa, tài liệu này cũng bộc lộ rằng sau khi đưa dung dịch vào tiếp xúc với bề mặt của đồng, việc làm khô có thể được thực hiện sau khi rửa với nước hoặc việc làm khô có thể được thực hiện mà không cần rửa với nước, và trong trường hợp đó việc thực hiện làm khô sau khi rửa với nước, màng có độ dày đồng đều có thể thu được, mặt khác, trong trường hợp việc thực hiện làm khô mà không cần rửa với nước, có thể thu được đặc tính bám dính cao với vật liệu cách điện.

Tài liệu sáng chế 3 đề cập đến phương pháp sản xuất dung dịch chất liên kết silan, dung dịch chất liên kết silan, phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nền bằng cách sử dụng chất liệu tương tự, và các phương pháp tương tự.

Tài liệu này bộc lộ rằng bằng cách trộn hợp chất silic hữu cơ với nước để đủ tạo thành các nhóm silanol và sau đó tiếp tục trộn với alcohol, tỷ lệ silanol hóa cao có thể thực hiện được, việc phủ đồng đều là có thể và đặc tính bám dính ưu việt có thể thực hiện được, và tỷ lệ silanol hóa tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100%, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80 đến 100%.

Ngoài ra, 3-mercaptopropylmetyldimethoxysilan và 3-mercaptopropyltrimethoxysilan được bộc lộ dưới dạng hợp chất silic hữu cơ.

Vấn đề của sáng chế là cải thiện đặc tính bám dính giữa vật liệu nền bao gồm hợp chất polyme hữu cơ hoặc vật liệu vô cơ và hợp chất tinh thể lỏng, và không đề cập về đặc tính bám dính trong trường hợp đồng là vật liệu nền.

Tài liệu sáng chế 4 đề cập đến chất liên kết silan và chế phẩm polyme.

Tài liệu này bộc lộ, như một thành phần của chất liên kết silan được sử dụng làm lớp lót để liên kết thủy tinh hoặc kim loại với cao su, các chất khác nhau có cấu tạo dị vòng chứa nitơ như triazol hoặc thiazol được nối với nhóm silyl như nhóm trimethoxysilyl hoặc nhóm triethoxysilyl, nhờ nhóm hữu cơ có liên kết thioete (sulfua) hoặc tương tự.

Tài liệu tình trạng kỹ thuật

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-H07-286160

Tài liệu sáng chế 2: JP-A-2009-263790

Tài liệu sáng chế 3: JP-A-2006-045189

Tài liệu sáng chế 4: JP-A-2002-363189

Tài liệu sáng chế KR 20130044533 bộc lộ các hợp chất tương tự, khác biệt ở chỗ, chúng có chứa lưu huỳnh thay cho nitơ dưới dạng dị nguyên tử thứ ba trên vòng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

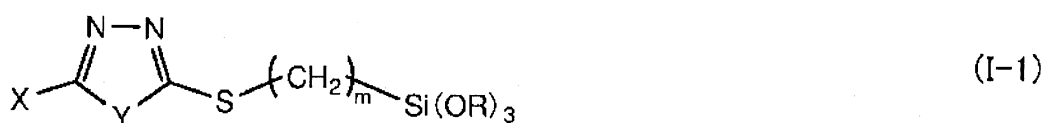
Mục đích của sáng chế là đề xuất hợp chất azol silan mới, phương pháp tổng hợp của chúng, và chất liên kết silan chứa hợp chất azol silan là thành phần, nhằm tăng cường đặc tính liên kết giữa hai vật liệu khác nhau về tính chất của vật liệu như kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, và đề xuất dung dịch xử lý bề mặt bằng cách sử dụng hợp chất azol silan, phương pháp xử lý bề mặt, và phương pháp liên kết các vật liệu khác nhau.

Nhờ các nghiên cứu chuyên sâu nhằm giải quyết các vấn đề nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng hợp chất azol silan mới có thể được tổng hợp bằng cách cho phản ứng hợp chất azol với hợp chất alkylsilan được halogen hóa hoặc hợp chất isoxyanatoalkylsilan, và các tác giả đã hoàn thành sáng chế.

Ngoài ra, nhờ các nghiên cứu chuyên sâu nhằm giải quyết các vấn đề nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng mục đích mong muốn đạt được bằng cách sử dụng hợp chất azol silan có vòng azol và liên kết thioete (-S-) hoặc liên kết disulfua (-S-S-) trong phân tử của nó, và các tác giả đã hoàn thành sáng chế.

Tức là, sáng chế bao gồm các mục từ (1) đến (33) sau đây.

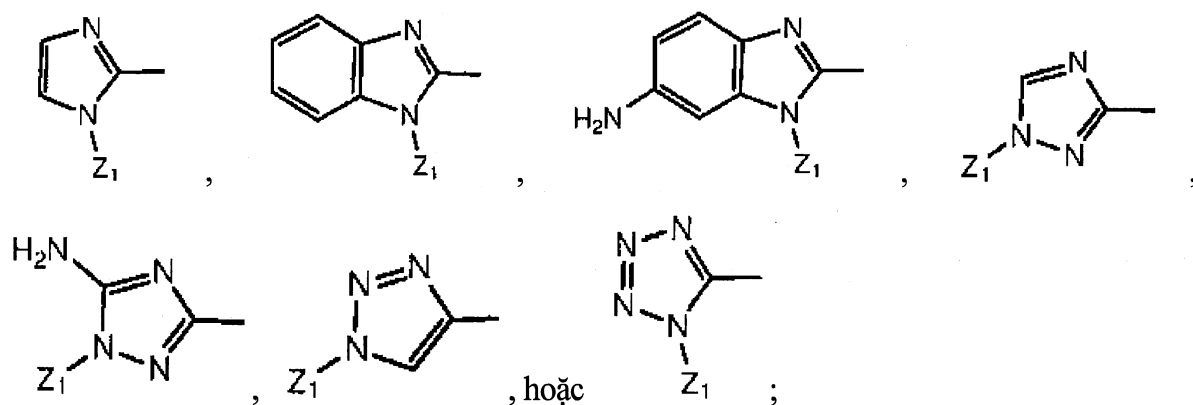
(1) Hợp chất azol silan có công thức hóa học (I-1) hoặc (II-1) sau đây:



trong công thức (I-1), X là nguyên tử hydro, -CH₃, -NH₂, -SH, hoặc -SCH₃; Y là -NH-; R là -CH₃ hoặc -CH₂CH₃; và m là số nguyên từ 1 đến 12



trong công thức (II-1), A₁ là

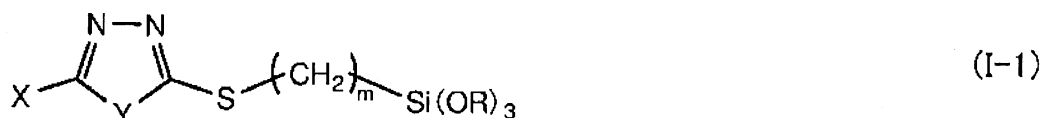


Z_1 là $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})_3$;

R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$; và

m là số nguyên từ 1 đến 12.

(2) Phương pháp tổng hợp hợp chất azol silan có công thức hóa học (I-1) sau đây:



trong công thức (I-1), X là nguyên tử hydro, $-\text{CH}_3$, $-\text{NH}_2$, $-\text{SH}$ hoặc $-\text{SCH}_3$; Y là $-\text{NH}-$; R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$; và m là số nguyên từ 1 đến 12.

Phương pháp tổng hợp bao gồm bước phản ứng hợp chất azol có công thức hóa học (I-2) sau đây với hợp chất alkylsilan được halogen hóa có công thức hóa học (I-3) sau đây với sự có mặt của tác nhân khử hydro halogenua:



trong công thức (I-2), X là nguyên tử hydro, $-\text{CH}_3$, $-\text{NH}_2$, $-\text{SH}$ hoặc $-\text{SCH}_3$; và Y là $-\text{NH}-$;

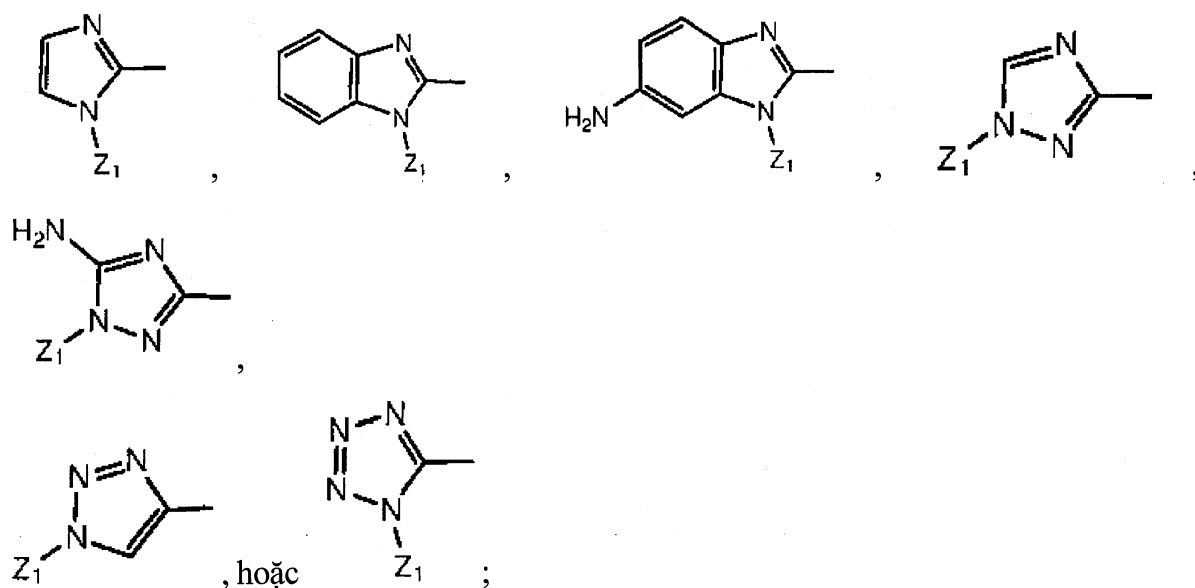


trong công thức (I-3), R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$, m là số nguyên từ 1 đến 12; và Hal là nguyên tử clo, nguyên tử brom hoặc nguyên tử iot.

(3) Phương pháp tổng hợp hợp chất azol silan có công thức hóa học (II-1) sau đây:



trong công thức (II-1), A_1 là



Z_1 là $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})_3$;

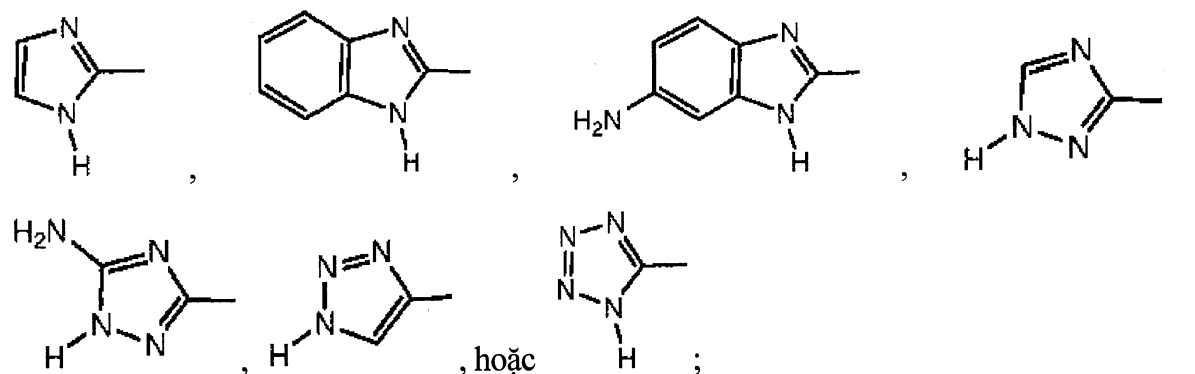
R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$; và

m là số nguyên từ 1 đến 12.

Phương pháp tổng hợp bao gồm bước cho hợp chất azol có công thức hóa học (II-2) sau đây phản ứng với hợp chất isoxyanatoalkylsilan có công thức hóa học (II-3) sau đây:

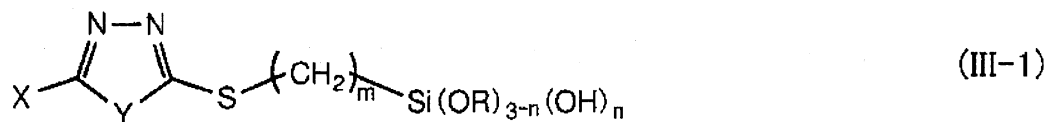


trong công thức (II-2), A_0 là



trong công thức (II-3), R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$, và m là số nguyên từ 1 đến 12.

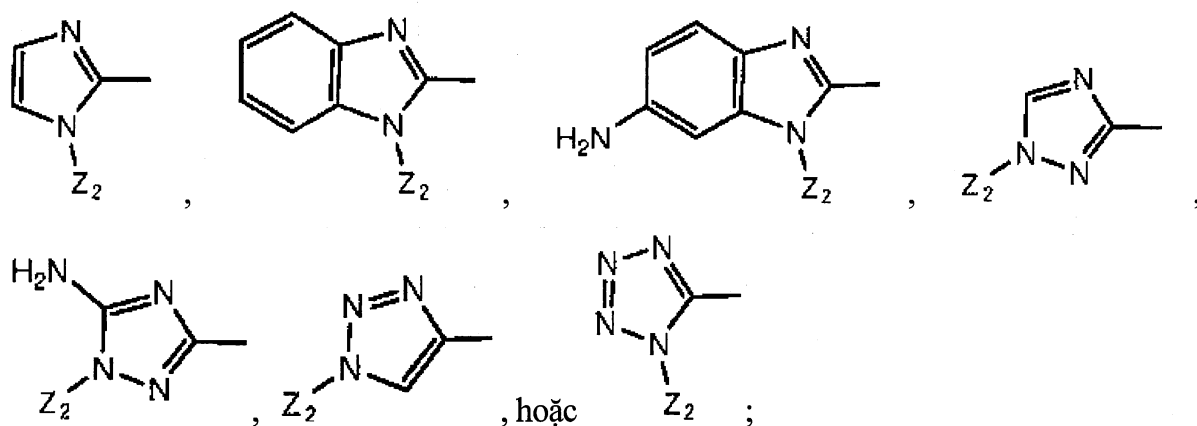
(4) Chất liên kết silan chứa hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1) hoặc (IV-1) sau đây là thành phần:



trong công thức (III-1), X là nguyên tử hydro, $-\text{CH}_3$, $-\text{NH}_2$, $-\text{SH}$ hoặc $-\text{SCH}_3$; Y là $-\text{NH}-$; R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$, m là số nguyên từ 1 đến 12; và n là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3;



trong công thức (IV-1), A_2 là



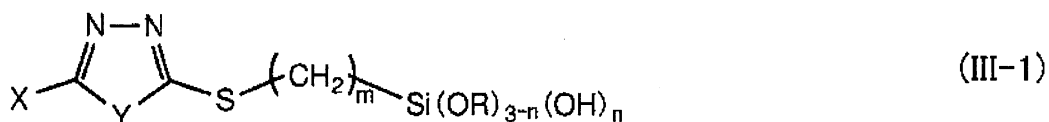
Z_2 là $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})_{3-n}(\text{OH})_n$;

R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$;

m là số nguyên từ 1 đến 12; và

n là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3.

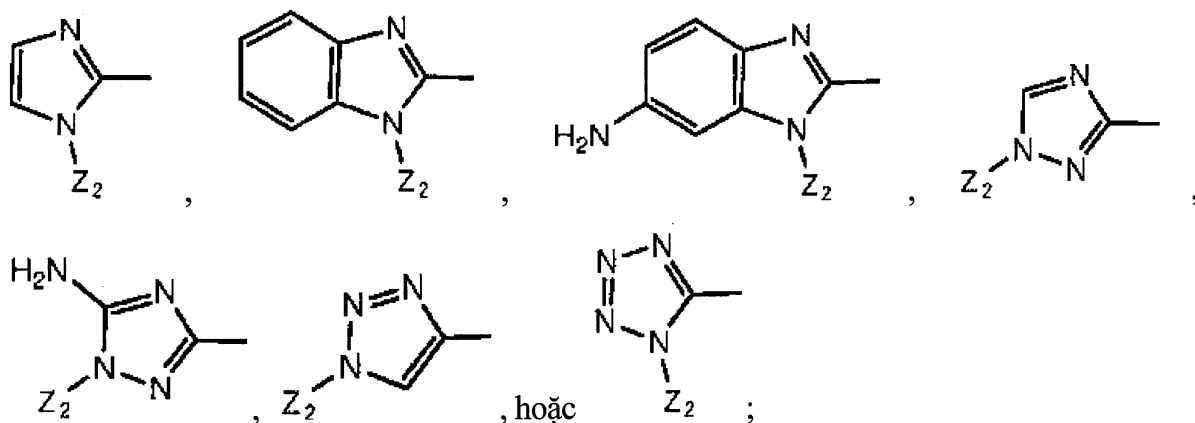
(5) Dung dịch xử lý bề mặt chứa hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1) hoặc (IV-1) sau đây:



trong công thức (III-1), X là nguyên tử hydro, $-\text{CH}_3$, $-\text{NH}_2$, $-\text{SH}$ hoặc $-\text{SCH}_3$; Y là $-\text{NH}-$; R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$, m là số nguyên từ 1 đến 12; và n là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3;



trong công thức (IV-1), A_2 là



Z_2 là $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})_{3-n}(\text{OH})_n$;

R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$;

m là số nguyên từ 1 đến 12; và

n là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3).

(6) Dung dịch xử lý bề mặt theo mục (5) nêu trên, trong đó dung dịch xử lý bề mặt này được sử dụng để xử lý bề mặt của ít nhất một bề mặt được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa.

(7) Dung dịch xử lý bề mặt theo mục (5) nêu trên, trong đó dung dịch xử lý bề mặt được sử dụng để liên kết ít nhất hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa.

(8) Dung dịch xử lý bề mặt theo mục (6) hoặc (7) nêu trên, trong đó kim loại là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có đồng, nhôm, titan, niken, thiếc, sắt, bạc, vàng, và các hợp kim của chúng.

(9) Dung dịch xử lý bề mặt theo mục (6) hoặc (7) nêu trên, trong đó kim loại là đồng hoặc hợp kim đồng.

(10) Dung dịch xử lý bề mặt theo mục (6) hoặc (7) nêu trên, trong đó vật liệu vô cơ là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có silic, gốm và thủy tinh.

(11) Dung dịch xử lý bề mặt theo mục (10) nêu trên, trong đó gốm là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có nhôm oxit, cacbua silic, nhôm nitrit, silic nitrit, và bari titanat.

(12) Dung dịch xử lý bề mặt theo mục (6) hoặc (7) nêu trên, trong đó vật liệu nhựa là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy và nhựa polyimit.

(13) Phương pháp xử lý bề mặt kim loại, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được

mô tả trong mục (5) nêu trên tiếp xúc với bề mặt kim loại.

(14) Phương pháp xử lý bề mặt kim loại theo mục (13) nêu trên, trong đó kim loại là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có đồng, nhôm, titan, niken, thiếc, sắt, bạc, vàng, và các hợp kim của chúng.

(15) Phương pháp xử lý bề mặt kim loại theo mục (13) nêu trên, trong đó kim loại là đồng hoặc hợp kim đồng.

(16) Phương pháp xử lý bề mặt kim loại theo mục (15) nêu trên, trong đó trước khi đưa dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng, dung dịch nước chứa ion đồng được đưa vào tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng.

(17) Phương pháp xử lý bề mặt kim loại theo mục (15) hoặc (16) nêu trên, trong đó sau khi đưa dung dịch xử lý bề mặt vào tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng, dung dịch nước có tính axit hoặc dung dịch nước có tính bazơ được đưa vào tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng.

(18) Phương pháp xử lý bề mặt vật liệu vô cơ, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả trong mục (5) nêu trên tiếp xúc với bề mặt vật liệu vô cơ.

(19) Phương pháp xử lý bề mặt vật liệu vô cơ theo mục (18) nêu trên, trong đó vật liệu vô cơ là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có silic, gốm và thủy tinh.

(20) Phương pháp xử lý bề mặt vật liệu vô cơ theo mục (19) nêu trên, trong đó gốm là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có nhôm oxit, cacbua silic, nhôm nitrit, silic nitrit, và bari titanat.

(21) Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nhựa, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả trong mục (5) nêu trên tiếp xúc với bề mặt của vật liệu nhựa.

(22) Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nhựa theo mục (21) nêu trên, trong đó vật liệu nhựa là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy và nhựa polyimide.

(23) Phương pháp tạo liên kết giữa kim loại và vật liệu nhựa, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả trong mục (5) nêu trên tiếp xúc với ít nhất một trong số kim loại và vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học trên ít nhất một trong số kim loại hoặc vật liệu nhựa, và liên kết kim loại và vật liệu nhựa với nhau nhờ màng hóa học.

(24) Phương pháp tạo liên kết giữa vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả trong mục (5) nêu trên tiếp xúc với ít nhất một trong số vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học trên ít nhất một trong số vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, và liên kết vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa với nhau nhờ màng hóa học.

(25) Phương pháp tạo liên kết giữa kim loại và vật liệu vô cơ, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả trong mục (5) nêu trên tiếp xúc với ít nhất một trong số kim loại và vật liệu vô cơ để tạo ra màng hóa học trên ít nhất một trong số kim loại và vật liệu vô cơ, và liên kết kim loại và vật liệu vô cơ với nhau nhờ màng hóa học.

(26) Bảng dây mạch in trong đó hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa được liên kết nhờ màng hóa học được tạo thành từ dung dịch xử lý bề mặt được mô tả trong mục (5) nêu trên.

(27) Thiết bị điện tử trong đó hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa được liên kết nhờ màng hóa học được tạo thành từ dung dịch xử lý bề mặt được mô tả trong mục (5) nêu trên.

(28) Chế phẩm cách điện chứa chất liên kết silan theo mục (4) nêu trên và vật liệu nhựa hoặc vật liệu vô cơ.

(29) Chế phẩm cách điện theo mục (28) nêu trên, trong đó vật liệu nhựa là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy và nhựa polyimide.

(30) Chế phẩm cách điện theo mục (28) nêu trên, trong đó vật liệu vô cơ là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có silic, gốm và thủy tinh.

(31) Vật liệu cách điện chứa chế phẩm cách điện được mô tả trong mục bất kỳ trong số mục từ (28) đến (30) nêu trên.

(32) Bảng dây mạch in chứa lớp cách điện thu được từ chế phẩm cách điện được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ (28) đến (30) nêu trên.

(33) Thiết bị điện tử chứa lớp cách điện thu được từ chế phẩm cách điện được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ (28) đến (30) nêu trên.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Hợp chất azol silan theo sáng chế là thích hợp cho thành phần của chất liên kết silan. Ngoài ra, vì hợp chất azol silan được sử dụng làm thành phần là chất có vòng azol,

chất liên kết silan theo sáng chế được mong đợi để sử dụng chức năng ngăn chặn kim loại khỏi sự ăn mòn, mà là đặc trưng của hợp chất azol, và sử dụng chức năng lưu hóa nhựa epoxy hoặc nhựa uretan.

Ngoài ra, theo dung dịch xử lý bề mặt chứa hợp chất azol silan theo sáng chế, đặc tính liên kết giữa hai vật liệu khác nhau về tính chất của vật liệu, cụ thể là, kim loại và vật liệu vô cơ, kim loại và vật liệu nhựa, hoặc vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, có thể được tăng cường.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

- Fig.1 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-1.
 Fig.2 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-2.
 Fig.3 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-3.
 Fig.4 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-4.
 Fig.5 là biểu đồ phổ IR của tinh thể thu được trong ví dụ 1-5.
 Fig.6 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-6.
 Fig.7 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-7.
 Fig.8 là biểu đồ phổ IR của tinh thể thu được trong ví dụ 1-8.
 Fig.9 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-9.
 Fig.10 là biểu đồ phổ IR của tinh thể thu được trong ví dụ 1-10.
 Fig.11 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-11.
 Fig.12 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-12.
 Fig.13 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-13.
 Fig.14 là biểu đồ phổ IR của vật liệu tấm dầu thu được trong ví dụ 1-14.
 Fig.15 là biểu đồ phổ IR của chất lỏng thu được trong ví dụ 2-1.
 Fig.16 là biểu đồ phổ IR của chất lỏng thu được trong ví dụ 2-2.
 Fig.17 là biểu đồ phổ IR của chất lỏng thu được trong ví dụ 2-3.
 Fig.18 là biểu đồ phổ IR của chất lỏng thu được trong ví dụ 2-4.
 Fig.19 là biểu đồ phổ IR của chất lỏng thu được trong ví dụ 2-5.
 Fig.20 là biểu đồ phổ IR của tinh thể thu được trong ví dụ 2-6.
 Fig.21 là biểu đồ phổ IR của tinh thể thu được trong ví dụ 2-7.
 Fig.22 là biểu đồ phổ IR của tinh thể thu được trong ví dụ 2-8.
 Fig.23 là biểu đồ phổ IR của chất lỏng thu được trong ví dụ 2-9.

Fig.24 là biểu đồ phổ IR của chất lỏng thu được trong ví dụ 2-10.

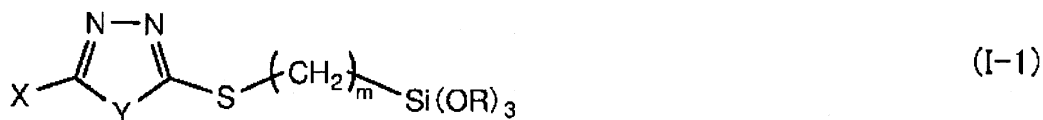
Các hình vẽ từ Fig.6 đến Fig.14 chỉ thể hiện các ví dụ tham khảo.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết sau đây.

Hợp chất azol silan

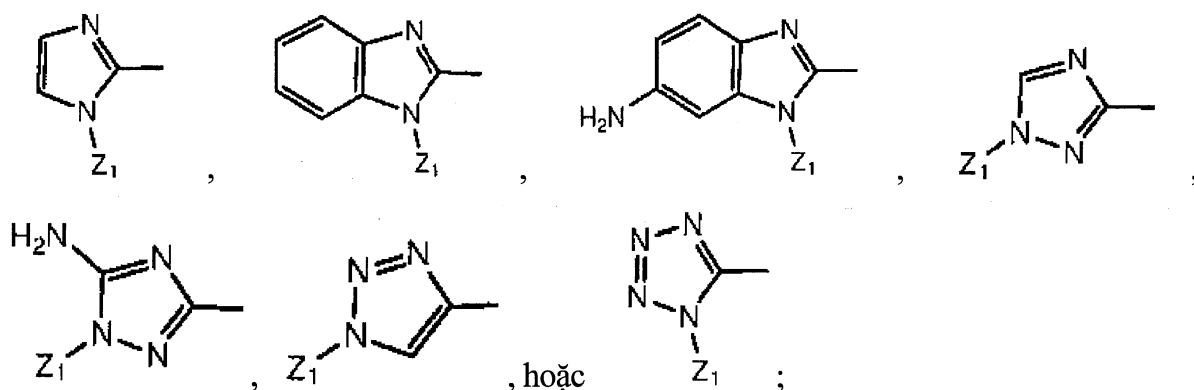
Hợp chất azol silan theo sáng chế có công thức hóa học (I-1) hoặc (II-1) sau đây.



Trong công thức (I-1), X là nguyên tử hydro, -CH₃, -NH₂, -SH hoặc -SCH₃; Y là -NH-; R là -CH₃ hoặc -CH₂CH₃; và m là số nguyên từ 1 đến 12.



Trong công thức (II-1), A₁ là



Z₁ là -CO-NH-(CH₂)_m-Si(OR)₃;

R là -CH₃ hoặc -CH₂CH₃; và

m là số nguyên từ 1 đến 12.

Hợp chất azol silan có công thức hóa học (I-1)

Các ví dụ về hợp chất azol silan có công thức hóa học (I-1) bao gồm:

3-trimetoxysilylmethylthio-1,2,4-triazol,

3-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol,

3-[3-(triethoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol,

3-[6-(triethoxysilyl)hexylthio]-1,2,4-triazol,

3-[12-(trimetoxysilyl)dodexylthio]-1,2,4-triazol,

3-methyl-5-[2-(triethoxysilyl)ethylthio]-1,2,4-triazol,

3-methyl-5-[4-(trimetoxysilyl)butylthio]-1,2,4-triazol,
 3-methyl-5-[10-(trimetoxysilyl)dexylthio]-1,2,4-triazol,
 3-amino-5-trietoxysilylmethylthio-1,2,4-triazol,
 3-amino-5-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol,
 3-amino-5-[6-(trimetoxysilyl)hexylthio]-1,2,4-triazol,
 3-amino-5-[12-(trimetoxysilyl)dodexylthio]-1,2,4-triazol,
 3-amino-5-[3-(trietoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol,
 3-mercapto-5-[2-(trimetoxysilyl)ethylthio]-1,2,4-triazol,
 3-mercapto-5-[5-(trimetoxysilyl)pentylthio]-1,2,4-triazol,
 3-mercapto-5-[8-(trimetoxysilyl)octylthio]-1,2,4-triazol,
 3-methylthio-5-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol,
 3-methylthio-5-[10-(trimetoxysilyl)dexylthio]-1,2,4-triazol, và
 3-methylthio-5-[4-(trietoxysilyl)butylthio]-1,2,4-triazol (chúng là các trường hợp mà Y là -NH-).

Hợp chất azol silan có công thức hóa học (I-1) (sau đây, còn được gọi là hợp chất azol silan (I-1)) có thể thu được bằng cách cho hợp chất azol có công thức hóa học (I-2) sau đây (sau đây, còn được gọi là hợp chất azol (I-2)) phản ứng với hợp chất alkylsilan được halogen hóa có công thức hóa học (I-3) sau đây (sau đây, còn được gọi là hợp chất alkylsilan được halogen hóa (I-3)).



Trong công thức (I-2), X và Y có cùng ý nghĩa như được mô tả ở trên.

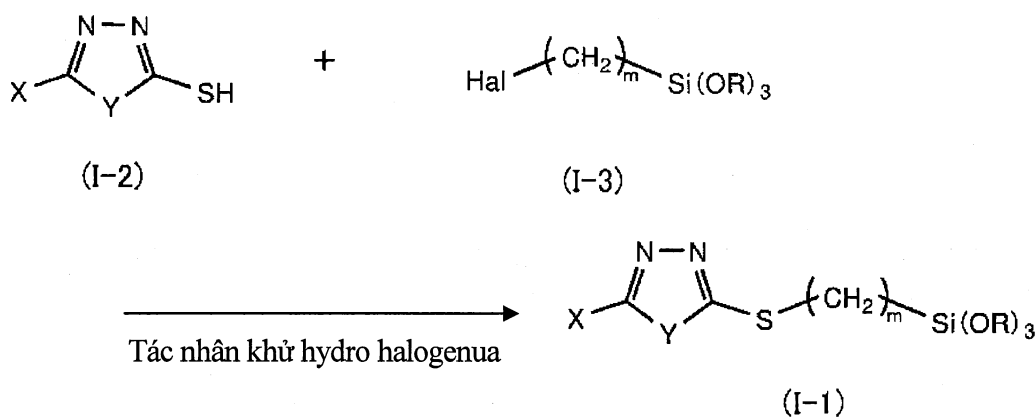


Trong công thức (I-3), R và m có cùng ý nghĩa như được mô tả ở trên; và Hal là nguyên tử clo, nguyên tử brom hoặc nguyên tử iot.

Cụ thể, như được thể hiện trong sơ đồ phản ứng (A), hợp chất azol silan (I-1) có thể được tổng hợp thông thường ở hiệu suất cao bằng cách cho phản ứng hợp chất azol (I-2), mà là tiền chất tương ứng, với hợp chất alkylsilan được halogen hóa (I-3) với sự có mặt của

tác nhân khử hydro halogenua theo lượng thích hợp của dung môi phản ứng ở nhiệt độ phản ứng thích hợp trong khoảng thời gian phản ứng thích hợp.

Sơ đồ phản ứng (A)



Trong các công thức từ (I-1) đến (I-3), X, Y, R, Hal và m có cùng ý nghĩa như được mô tả ở trên.

Các ví dụ về hợp chất azol (I-2), mà đóng vai trò là tiền chất, gồm có:

- 3-mercapto-1,2,4-triazol,
- 3-metyl-5-mercapto-1,2,4-triazol,
- 3-amino-5-mercapto-1,2,4-triazol,
- 3,5-dimercapto-1,2,4-triazol,
- 3-mercapto-5-methylthio-1,2,4-triazol,

Các ví dụ về hợp chất alkylsilan được halogen hóa (I-3) gồm có:

- clometyltrimetoxysilan,
- clometyltriethoxysilan,
- 2-cloetyltrimetoxysilan,
- 2-cloetyltriethoxysilan,
- 3-clopropyltrimetoxysilan,
- 3-clopropyltriethoxysilan,
- 3-bromopropyltrimetoxysilan,
- 3-bromopropyltriethoxysilan,
- 3-iodopropyltrimetoxysilan,
- 3-iodopropyltriethoxysilan,
- 4-bromobutyltrimetoxysilan,
- 4-bromobutyltriethoxysilan,

5-bromopentyltrimetoxysilan,
 5-bromopentyltriethoxysilan,
 6-bromohexyltrimetoxysilan,
 6-bromohexyltriethoxysilan,
 8-bromooctyltrimetoxysilan,
 8-bromooctyltriethoxysilan,
 10-bromodexyltrimetoxysilan,
 10-bromodexyltriethoxysilan,
 12-bromododecyltrimetoxysilan, và
 12-bromododecyltriethoxysilan.

Dung môi phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn nó là dung môi trơ đối với hợp chất azol (I-2) và hợp chất alkylsilan được halogen hóa (I-3), và các ví dụ của chúng gồm có các dung môi hydrocacbon như hexan, toluen và xylen; các dung môi ete như dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và xyclopentyl metyl ete; các dung môi este như etyl axetat và butyl axetat; các dung môi ancol như metanol và etanol; các dung môi amit như N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit và N-metylpyrrolidon; các dung môi keton như axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, và xyclohexanon; axetonitril, dimetylsulfoxit, và hexametylphosphoramit.

Các ví dụ về tác nhân khử hydro halogenua gồm có: các ancoxít của kim loại kiềm như natri metoxit, natri etoxit, kali metoxit, và kali tert-butoxide; các carbonat có tính kiềm như natri carbonat, natri hydro carbonat và kali hydro carbonat; các bazơ hữu cơ như diazabixycloundecen; và natri hydrua.

Phản ứng giữa hợp chất azol (I-2) và hợp chất alkylsilan được halogen hóa (I-3) theo sáng chế diễn ra theo hóa học lượng pháp như được thể hiện trong sơ đồ phản ứng (A), nhưng được ưu tiên là lượng sử dụng (lượng nạp) của hợp chất alkylsilan được halogen hóa với lượng sử dụng (lượng nạp) của hợp chất azol được thiết lập ở tỷ lệ thích hợp nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,2 lần theo mol trong việc xem xét các yếu tố như các loại vật liệu ban đầu và dung môi phản ứng được sử dụng và quy mô phản ứng, cũng như nhiệt độ phản ứng và thời gian phản ứng.

Khi lượng nạp của hợp chất alkylsilan được halogen hóa lớn hơn 1,2 lần theo mol, có khả năng là hợp chất được polyme hóa để được gel hóa, ngược lại khi nó nhỏ hơn 0,8 lần

theo mol, có khả năng là độ tinh khiết của sản phẩm được giảm hoặc công đoạn phân tách sản phẩm trở nên cồng kềnh.

Ngoài ra, vì tác nhân khử hydro halogenua được sử dụng với mục đích trung hòa hydrogen halogenua bằng cách được tạo ra trong phản ứng của hợp chất azol với hợp chất alkylsilan được halogen hóa, lượng sử dụng (lượng nạp) của chúng có thể là bằng mol hoặc lớn hơn với lượng sử dụng của hợp chất alkylsilan được halogen hóa.

Nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn là nó ở trong khoảng nhiệt độ mà nhóm mercapto của hợp chất azol phản ứng với hợp chất alkylsilan được halogen hóa, và nhiệt độ phản ứng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 100°C.

Thời gian phản ứng được xác định một cách thích hợp theo nhiệt độ phản ứng được thiết lập, và thời gian phản ứng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 phút đến 10 giờ, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 5 giờ.

Hợp chất azol silan có công thức hóa học (II-1)

Các ví dụ về hợp chất azol silan có công thức hóa học (II-1) gồm có:

- 2,2'-dithiobis[1-(trimetoxysilyl)methylcarbonyl]-1H-imidazol,
- 2,2'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbonyl]-1H-imidazol},
- 2,2'-dithiobis{1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbonyl]-1H-imidazol},
- 2,2'-dithiobis{1-[6-(triethoxysilyl)hexylcarbonyl]-1H-imidazol},
- 2,2'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbonyl]-1H-benzimidazol},
- 2,2'-dithiobis{1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbonyl]-1H-benzimidazol},
- 2,2'-dithiobis{1-[12-(trimetoxysilyl)dodecylcarbonyl]-1H-benzimidazol},
- 2,2'-dithiobis{5-amino-1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbonyl]-1H-benzimidazol},
- 2,2'-dithiobis{5-amino-1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbonyl]-1H-benzimidazol},
- 2,2'-dithiobis{5-amino-1-[2-(triethoxysilyl)ethylcarbonyl]-1H-benzimidazol},
- 3,3'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbonyl]-1H-1,2,4-triazol},
- 3,3'-dithiobis{1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbonyl]-1H-1,2,4-triazol},
- 3,3'-dithiobis{1-[4-(trimetoxysilyl)butylcarbonyl]-1H-1,2,4-triazol},
- 3,3'-dithiobis{5-amino-1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbonyl]-1H-1,2,4-triazol},
- 3,3'-dithiobis{5-amino-1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbonyl]-1H-1,2,4-triazol},
- 3,3'-dithiobis{5-amino-1-[10-(triethoxysilyl)decylcarbonyl]-1H-1,2,4-triazol},

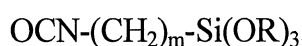
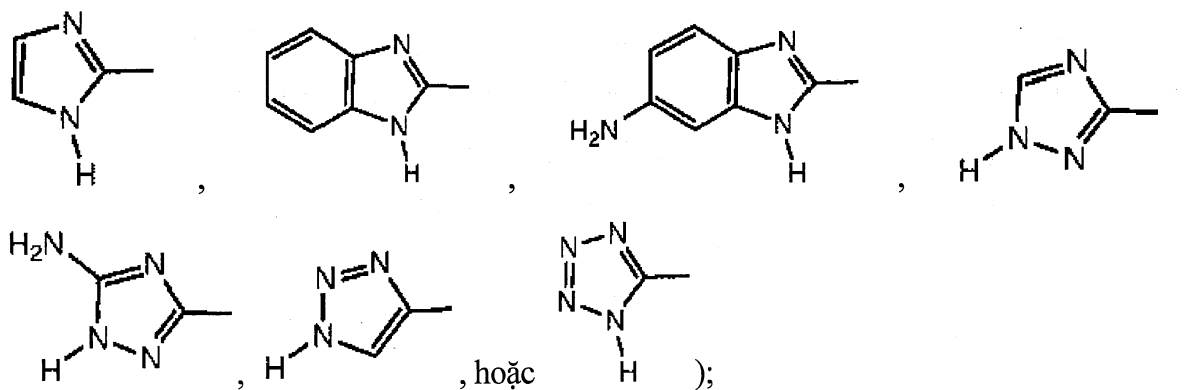
4,4'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,3-triazol},
 4,4'-dithiobis{1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,3-triazol},
 4,4'-dithiobis{1-[5-(trimetoxysilyl)pentylcarbamoyl]-1H-1,2,3-triazol},
 5,5'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-tetrazol},
 5,5'-dithiobis{1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-tetrazol}, và
 5,5'-dithiobis{1-[8-(triethoxysilyl)octylcarbamoyl]-1H-tetrazol}.

Hợp chất azol silan có công thức hóa học (II-1) (sau đây, còn được gọi là hợp chất azol silan (II-1)) có thể thu được bằng cách cho phản ứng hợp chất azol có công thức hóa học (II-2) sau đây (sau đây, còn được gọi là hợp chất azol (II-2)) với hợp chất isoxyanatoalkylsilan có công thức hóa học (II-3) sau đây (sau đây, còn được gọi là hợp chất isoxyanatoalkylsilan (II-3)).



(II-2)

Trong công thức (II-2), A_0 là

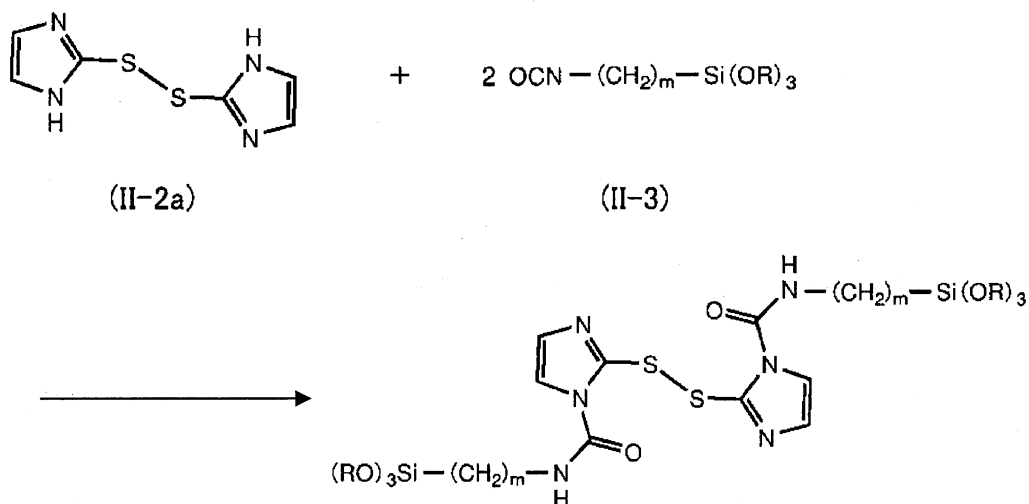


(II-3)

Trong công thức (II-3), R là $-CH_3$ hoặc $-CH_2CH_3$, và m là số nguyên từ 1 đến 12.

Cụ thể, như được thể hiện trong sơ đồ phản ứng (B), hợp chất azol silan (II-1) có thể được tổng hợp thông thường ở hiệu suất cao bằng cách cho phản ứng hợp chất azol (II-2), mà là tiền chất tương ứng, với hợp chất isoxyanatoalkylsilan (II-3) theo lượng thích hợp của dung môi phản ứng ở nhiệt độ phản ứng thích hợp trong khoảng thời gian phản ứng thích hợp. Sơ đồ phản ứng (B) là ví dụ trong đó 2,2'-dithiodi(1H-imidazol) (Hợp chất azol (II-2a)) được sử dụng làm hợp chất azol (II-2).

Sơ đồ phản ứng (B)



Trong các công thức (II-1a) và (II-3), R và m có cùng ý nghĩa như được mô tả ở trên.

Các ví dụ về hợp chất azol (II-2), mà đóng vai trò là tiền chất, gồm có:

- 2,2'-dithiodi(1H-imidazol),
- 2,2'-dithiodi(1H-benzimidazol),
- 2,2'-dithiobis(5-amino-1H-benzimidazol),
- 3,3'-dithiodi(1H-1,2,4-triazol),
- 3,3'-dithiobis(5-amino-1H-1,2,4-triazol),
- 4,4'-dithiodi(1H-1,2,3-triazol), và
- 5,5'-dithiodi(1H-tetrazol).

Các ví dụ về hợp chất isoxyanatoalkylsilan (II-3) gồm có:

- isoxyanatometyltrimetoxysilan,
- isoxyanatometyltriethoxysilan,
- 2-isoxyanatoetyltrimetoxysilan,
- 2-isoxyanatoetyltriethoxysilan,
- 3-isoxyanatopropyltrimetoxysilan,
- 3-isoxyanatopropyltriethoxysilan,
- 4-isoxyanatobutyltrimetoxysilan,
- 4-isoxyanatobutyltriethoxysilan,
- 5-isoxyanatopentyltrimetoxysilan,
- 5-isoxyanatopentyltriethoxysilan,
- 6-isoxyanatohexyltrimetoxysilan,

6-isoxyanatohexyltriethoxysilan,
 8-isoxyanatooctyltrimethoxysilan,
 8-isoxyanatooctyltriethoxysilan,
 10-isoxyanatodexyltrimethoxysilan,
 10-isoxyanatodexyltriethoxysilan,
 12-isoxyanatododecyltrimethoxy silan, và
 12-isoxyanatododecyltriethoxysilan.

Dung môi phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn nó là dung môi trơ đối với hợp chất azol (II-2) và hợp chất isoxyanatoalkylsilan (II-3), và các ví dụ của chúng gồm có các dung môi hydrocacbon như pentan, hexan, heptan, toluen, và xylen; các dung môi ete như diethyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và xyclopentyl methyl ete; các dung môi este như ethyl axetat và butyl axetat; các dung môi amit như formamit, dimethylformamit, dimethylaxetamit, pyrrolidon, và N-methylpyrrolidon; các dung môi keton như axeton, methyl ethyl keton, methyl isobutyl keton, và xyclohexanon; và dimethylsulfoxit.

Phản ứng giữa hợp chất azol (II-2) và hợp chất isoxyanatoalkylsilan (II-3) theo sáng chế diễn ra theo hóa học lượng pháp như được minh họa bằng ví dụ trong sơ đồ phản ứng (B), nhưng nó được ưu tiên là lượng sử dụng (lượng nạp) của hợp chất isoxyanatoalkylsilan với lượng sử dụng (lượng nạp) của hợp chất azol được thiết lập ở tỷ lệ thích hợp nằm trong khoảng từ 1,6 đến 2,4 lần theo mol trong việc xem xét các yếu tố như các loại vật liệu ban đầu và dung môi phản ứng được sử dụng và quy mô phản ứng, cũng như nhiệt độ phản ứng và thời gian phản ứng.

Khi lượng nạp hợp chất isoxyanatoalkylsilan lớn hơn 2,4 lần theo mol, có khả năng là hợp chất được polyme hóa để được gel hóa, ngược lại khi hợp chất này nhỏ hơn 1,6 lần theo mol, có khả năng là độ tinh khiết của sản phẩm bị giảm hoặc công đoạn phân tách sản phẩm trở nên công kềnh.

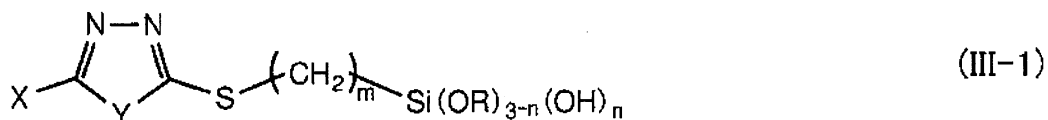
Nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể miễn là nhiệt độ này nằm trong khoảng nhiệt độ mà endocyclic nitrogen (-NH-) của hợp chất azol phản ứng với nhóm isoxyanato (-NCO) của hợp chất isoxyanatoalkylsilan, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng nhiệt độ từ 5 đến 60°C.

Thời gian phản ứng được xác định một cách thích hợp theo nhiệt độ phản ứng được

thiết lập, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 phút đến 20 giờ, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 15 giờ.

Chất liên kết silan

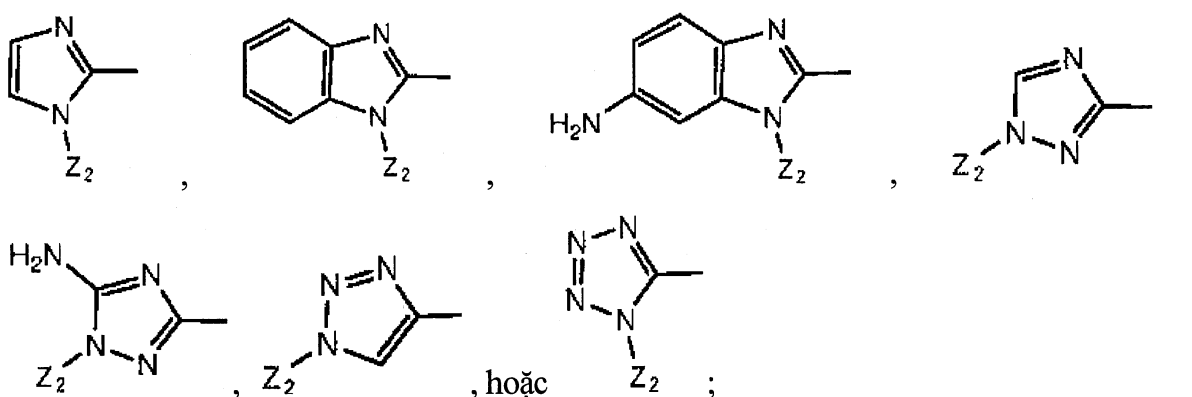
Chất liên kết silan theo sáng chế chứa hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1) hoặc (IV-1) sau đây là thành phần.



Trong công thức (III-1), X là nguyên tử hydro, $-\text{CH}_3$, $-\text{NH}_2$, $-\text{SH}$ hoặc $-\text{SCH}_3$; Y là $-\text{NH}-$; R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$, m là số nguyên từ 1 đến 12; và n là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3;



Trong công thức (IV-1), A_2 là



Z_2 là $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})_{3-n}(\text{OH})_n$;

R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$;

m là số nguyên từ 1 đến 12; và

n là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3.

Trong trường hợp bằng cách sử dụng chất liên kết silan chứa hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1) hoặc (IV-1) là thành phần, phương pháp bổ sung chất nguyên chất hoặc bằng cách hòa tan nó trong dung môi hữu cơ hoặc dung môi tương tự với vật liệu nền như trong trường hợp sử dụng chất liên kết silan thông thường, hoặc phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nền với nó, có thể được chấp nhận.

Các ví dụ về phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nền gồm có: (a) phương pháp phun, trên vật liệu nền, dung dịch xử lý bề mặt được điều chế bằng cách pha loãng lượng thích hợp chất liên kết silan với dung môi hữu cơ, (b) phương pháp phun, trên vật liệu nền, dung dịch xử lý bề mặt được điều chế bằng cách pha loãng chất liên kết silan với nước và dung môi hữu cơ, (c) phương pháp phun, trên vật liệu nền, dung dịch xử lý bề mặt được điều chế bằng cách pha loãng chất liên kết silan với nước, (d) phương pháp ngâm vật liệu nền trong dung dịch xử lý bề mặt được điều chế bằng cách pha loãng chất liên kết silan với dung môi hữu cơ, (e) phương pháp ngâm vật liệu nền trong dung dịch xử lý bề mặt được điều chế bằng cách pha loãng chất liên kết silan với nước và dung môi hữu cơ, và (f) phương pháp ngâm vật liệu nền trong dung dịch xử lý bề mặt được điều chế bằng cách pha loãng chất liên kết silan với nước.

Các ví dụ về dung môi hữu cơ gồm có: các dung môi hydrocacbon như benzen, toluen, xylen, heptan, hexan, xyclohexan, và n-octan; các dung môi hydrocacbon halogen hóa như diclometan, dicloetan, cacbon tetraclorea, cloform, clobenzen, diclobenzen, và triclobenzen; các dung môi keton như axeton, metyl etyl keton và metyl isobutyl keton; các dung môi ete như dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, etylen glycol monometyl ete (metyl cellosolve), etylen glycol monoetyl ete (etyl cellosolve), etylen glycol monobutyl ete (butyl cellosolve), và dietylen glycol monobutyl ete; và các dung môi rượu như metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol, rượu n-butyl, sec-butyl ancol, rượu tert-butyl, etylen glycol, dietylen glycol, và propylen glycol.

Các ví dụ về vật liệu nền được sử dụng theo sáng chế gồm có: các vật liệu nền dạng hạt, dạng hình kim, dạng sợi, dạng tấm, và vô định hình được tạo thành từ kim loại, vật liệu vô cơ, vật liệu nhựa và tương tự.

Các ví dụ về kim loại gồm có: đồng, nhôm, titan, niken, thiếc, sắt, bạc, vàng, và các hợp kim của chúng.

Đối với các ví dụ cụ thể về hợp kim, hợp kim đồng không bị giới hạn cụ thể miễn nó là hợp kim chứa đồng, và các ví dụ của chúng gồm có các hợp kim dựa trên Cu-Ag, hợp kim dựa trên Cu-Te, hợp kim dựa trên Cu-Mg, hợp kim dựa trên Cu-Sn, hợp kim dựa trên Cu-Si, hợp kim dựa trên Cu-Mn, hợp kim dựa trên Cu-Be-Co, hợp kim dựa trên Cu-Ti, hợp kim dựa trên Cu-Ni-Si, hợp kim dựa trên Cu-Zn-Ni, hợp kim dựa trên Cu-Cr, hợp kim dựa

trên Cu-Zr, hợp kim dựa trên Cu-Fe, hợp kim dựa trên Cu-Al, hợp kim dựa trên Cu-Zn, và hợp kim dựa trên Cu-Co.

Ngoài ra, các ví dụ về các hợp kim khác gồm có hợp kim nhôm (hợp kim Al-Si), hợp kim niken (hợp kim Ni-Cr), và các hợp kim sắt (hợp kim Fe-Ni hoặc thép không gỉ).

Trong số các kim loại này, đồng và hợp kim đồng được ưu tiên.

Các ví dụ về vật liệu vô cơ gồm có: silic, gốm, vật liệu vô cơ được sử dụng làm chất đệm, và thủy tinh.

Các ví dụ cụ thể của chúng gồm có: silic; các hợp chất silic như cacbua silic, silic oxit, thủy tinh, đất diatomit, canxi silicat, đá tan, bi thủy tinh, đất màu trắng được hoạt hóa bằng serixit, và bentonit; các oxit như nhôm oxit, kẽm oxit, sắt oxit, magie oxit, thiếc oxit, và titan oxit; các hydroxit như magie hydroxit, nhôm hydroxit và magie carbonat có tính bazo; các carbonat như canxi carbonat, kẽm carbonat, hydrotanxit, và magie carbonat; các sulfat như bari sulfat và đá vôi; các titanat như bari titanat; và các nitrit như nhôm nitrit và silic nitrit.

Trong số các vật liệu vô cơ, silic, gốm (nhôm oxit, cacbua silic, nhôm nitrit, silic nitrit, và bari titanat) và thủy tinh được ưu tiên.

Các ví dụ về vật liệu nhựa gồm có: nhựa acrylat, nhựa epoxy, nhựa polyimit, nhựa bismaleimit, nhựa maleimit, nhựa xyanat, nhựa polyphenylen ete, nhựa polyphenylen oxit, nhựa olefin, nhựa chứa flo, nhựa polyeteimit, nhựa polyete ete keton, và nhựa tinh thể lỏng, và có thể là sự kết hợp của chúng bằng cách trộn hoặc thay đổi với nhau.

Trong số các vật liệu nhựa này, nhựa acrylat, nhựa epoxy và nhựa polyimit được ưu tiên.

Bằng cách áp dụng việc xử lý bề mặt với vật liệu nền, có thể cải thiện độ bám dính (đặc tính liên kết, đặc tính bám dính) giữa các vật liệu nền khác nhau về tính chất của vật liệu.

Để tăng cường hiệu quả của việc xử lý, vật liệu nền được xử lý bề mặt có thể được đưa vào xử lý nhiệt.

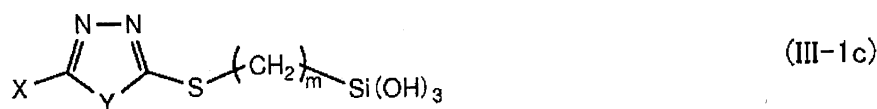
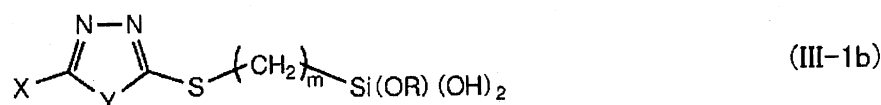
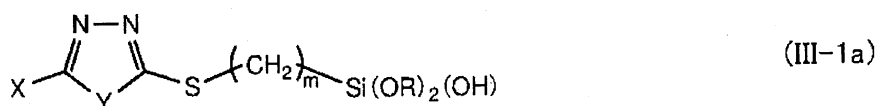
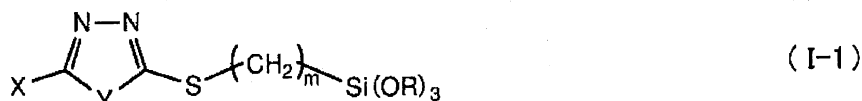
Dung dịch xử lý bề mặt

Dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế là dung dịch xử lý bề mặt chứa hợp chất azol

silan có công thức hóa học (III-1) hoặc (IV-1) làm chất liên kết silan.

Dung dịch xử lý bề mặt chứa hợp chất azol silan trong công thức hóa học (III-1)

Dung dịch xử lý bề mặt của nhóm thứ nhất theo sáng chế (sau đây, còn được gọi đơn giản là dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế) chứa hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1) (sau đây, còn được gọi là hợp chất azol silan (III-1)) làm chất liên kết silan, và hợp chất azol silan bao gồm các hợp chất azol silan có công thức hóa học (I-1) và các công thức hóa học từ (III-1a) đến (III-1c).



Trong các công thức (I-1) và từ (III-1a) đến (III-1c), X, Y, R và m có cùng ý nghĩa như được mô tả ở trên.

Tức là, hợp chất azol silan (I-1) là hợp chất azol silan (thể trialkoxy) mà n là 0 trong công thức hóa học (III-1).

Tương tự, hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1a) (sau đây, còn được gọi là hợp chất azol silan (III-1a)) là hợp chất azol silan trường hợp n là 1; hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1b) (sau đây, còn được gọi là hợp chất azol silan (III-1b)) là hợp chất azol silan trường hợp n là 2; và hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1c) (sau đây, còn được gọi là hợp chất azol silan (III-1c)) là hợp chất azol silan trường hợp n là 3.

Các hợp chất azol silan từ (III-1a) đến (III-1c) là các loại được tạo ra bằng cách thủy phân hợp chất azol silan (I-1) có mặt trong dung dịch xử lý bề mặt, và chúng phù hợp với thành phần của chất liên kết silan cũng như hợp chất azol silan (I-1) mà là thể trialkoxy.

Ngoài ra, các hợp chất azol silan từ (III-1a) đến (III-1c) có thể được sử dụng bằng cách tách chiết từ dung dịch xử lý bề mặt, ví dụ, bằng cách loại bỏ hàm lượng dễ bay hơi từ dung dịch xử lý bề mặt.

Trong thực tế của sáng chế, được ưu tiên sử dụng hợp chất azol silan (I-1) làm vật liệu thô được ưu tiên để điều chế dung dịch xử lý bề mặt.

Các ví dụ về hợp chất azol silan (I-1) là giống như các ví dụ được mô tả ở trên.

Dung dịch xử lý bề mặt trong nhóm thứ nhất theo sáng chế được điều chế bằng cách trộn hợp chất azol silan (I-1) với nước hoặc dung môi hữu cơ, và nước có thể được sử dụng cùng với dung môi hữu cơ.

Đối với phương pháp điều chế dung dịch xử lý bề mặt, dung môi hữu cơ có thể được bổ sung sau khi trộn hợp chất azol silan với nước, dung dịch hỗn hợp của nước và dung môi hữu cơ có thể được bổ sung vào hợp chất, hoặc nước có thể được bổ sung sau khi trộn hợp chất với dung môi hữu cơ.

Để làm nước được sử dụng để điều chế dung dịch xử lý bề mặt, nước tinh khiết như nước trao đổi ion hoặc nước cất được ưu tiên.

Các ví dụ về dung môi hữu cơ tốt hơn là gồm có, ví dụ, ngoài metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol, butanol, etylen glycol, propylen glycol, glycerin, dietylen glycol, etylen glycol monometyl ete, etylen glycol monoetyl ete, etylen glycol monobutyl ete, propylen glycol monometyl ete, propylen glycol monoetyl ete, propylen glycol monobutyl ete, dietylen glycol monometyl ete, dietylen glycol monoetyl ete, dietylen glycol monobutyl ete, axeton, metyl etyl keton, tetrahydrofuran, và dioxan, còn có dung môi có thể trộn lẫn với nước, như axetonitril, dimetylformamit, dimetylaxetamit, dimetyl sulfoxit, axit formic, axit axetic, axit propionic, trietylamin, và pyridin.

Trong thực tế của sáng chế, hai hoặc nhiều loại được chọn từ đó có thể được sử dụng kết hợp.

Dung dịch xử lý bề mặt chứa hợp chất azol silan có công thức hóa học (IV-1)

Dung dịch xử lý bề mặt trong nhóm thứ hai theo sáng chế (sau đây, còn được gọi đơn giản là dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế) chứa hợp chất azol silan có công thức hóa học (IV-1) (sau đây, còn được gọi là hợp chất azol silan (IV-1)) làm chất liên kết silan.

Hợp chất azol silan bao gồm:

hợp chất azol silan (II-1) mà Z_2 là $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})_3$ trong công thức hóa học (IV-1);

hợp chất azol silan trong trường hợp của $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})_2(\text{OH})$ (sau đây, được gọi là hợp chất azol silan (IV-1a));

hợp chất azol silan trong trường hợp của $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})(\text{OH})_2$ (sau đây, được gọi là hợp chất azol silan (IV-1b)), và

hợp chất azol silan trong trường hợp của $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OH})_3$ (sau đây, được gọi là hợp chất azol silan (IV-1c)).

Tức là, hợp chất azol silan (II-1) là hợp chất azol silan trường hợp n là 0 trong công thức hóa học (IV-1).

Tương tự, hợp chất azol silan (IV-1a) là hợp chất azol silan trong trường hợp n là 1; hợp chất azol silan (IV-1b) là hợp chất azol silan trong trường hợp n là 2; và hợp chất azol silan (IV-1c) là hợp chất azol silan trong trường hợp n là 3.

Các hợp chất azol silan từ (IV-1a) đến (IV-1c) là các loại được tạo ra bằng cách thủy phân hợp chất azol silan (II-1) có mặt trong dung dịch xử lý bề mặt, và chúng thích hợp đối với thành phần của chất liên kết silan cũng như hợp chất azol silan (II-1) mà là thể trialkoxy. Các hợp chất azol silan từ (IV-1a) đến (IV-1c) có thể được sử dụng bằng cách tách chiết từ dung dịch xử lý bề mặt, ví dụ, bằng cách loại bỏ hàm lượng dễ bay hơi từ dung dịch xử lý bề mặt.

Trong thực tế của sáng chế, việc sử dụng hợp chất azol silan (II-1) được ưu tiên làm vật liệu thô để điều chế dung dịch xử lý bề mặt.

Các ví dụ về hợp chất azol silan (II-1) là giống như các ví dụ được mô tả ở trên.

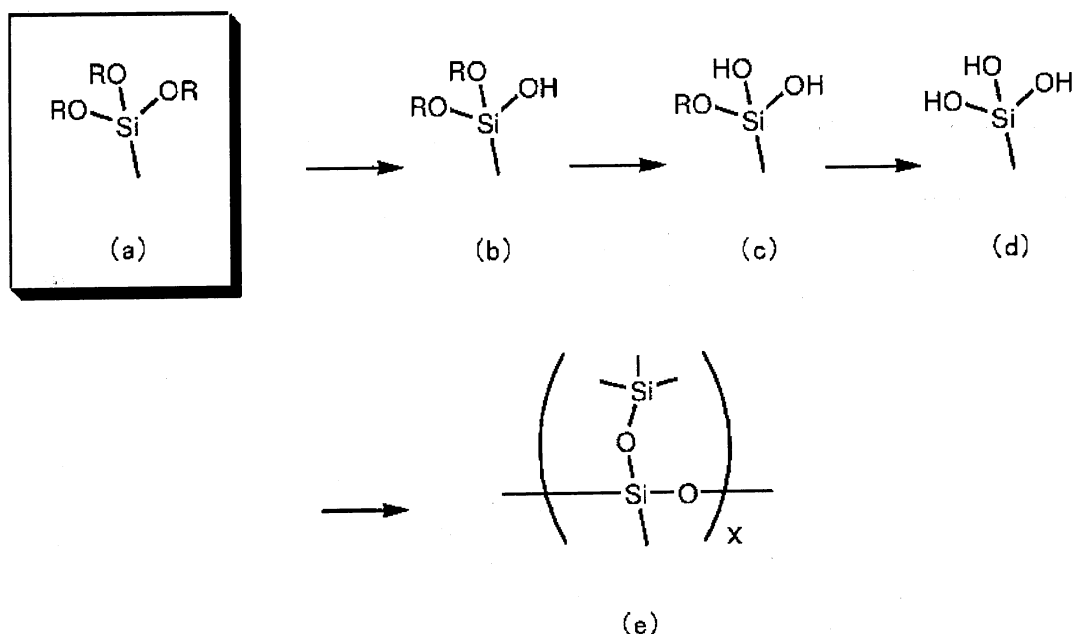
Dung dịch xử lý bề mặt của nhóm thứ hai theo sáng chế được điều chế theo cách giống như theo dung dịch xử lý bề mặt trong nhóm thứ nhất ngoại trừ việc sử dụng hợp chất azol silan (II-1) thay vì hợp chất azol silan (I-1).

Quy trình thủy phân của hợp chất azol silan

Các hợp chất azol silan (I-1) và (II-1) theo sáng chế được thủy phân nhờ cho tiếp xúc với nước, như được mô tả ở trên, và phương án thủy phân được thể hiện trong sơ đồ (C).

Sơ đồ (C) thể hiện phương án mà nhóm silyl được chứa trong các hợp chất azol silan (I-1), (III-1a) và (III-1b) và các hợp chất azol silan (II-1), (IV-1a) và (IV-1b) được thủy phân, tức là, phương án mà nhóm trialkoxysilyl được nạp tăng dần vào nhóm dialkoxysilyl, nhóm dihydroxyalkoxysilyl, và nhóm trihydroxysilyl.

Sơ đồ (C)



Thông thường, đã biết rằng chất có nhóm alkoxysilyl trong phân tử của nó đóng vai trò làm chất liên kết silan.

Chẳng hạn như, trích dẫn sự liên kết giữa đồng và vật liệu nhựa làm ví dụ, hợp chất azol silan được sử dụng trong việc thực hành sáng chế có vòng azol và nhóm alkoxysilyl (-Si-OR) trong phân tử của chúng và vòng azol tương tác với nhựa và đồng để tạo thành liên kết hóa học.

Ngoài ra, nhóm alkoxysilyl được đưa vào thủy phân để chuyển thành nhóm hydroxysilyl (-Si-OH) và nhóm hydroxysilyl liên kết hóa học với đồng oxit nằm rải rác trên bề mặt của đồng.

Do đó, bằng cách đưa dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với đồng, màng hóa học được tạo dẫn xuất từ hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1) hoặc (IV-1) được tạo thành do các sự liên kết của vòng azol và nhóm hydroxysilyl trên bề mặt của đồng, và trong trường hợp tạo thành lớp nhựa bao gồm vật liệu nhựa trên bề mặt của màng hóa học, đặc

tính liên kết giữa đồng và vật liệu nhựa có thể được tăng cường so với trường hợp tạo thành trực tiếp lớp nhựa trên bề mặt của đồng.

Trong thực tế của sáng chế, nồng độ của ít nhất một hợp chất được chọn từ các hợp chất azol silan được mô tả bởi các công thức hóa học (III-1) và (IV-1) trong dung dịch xử lý bề mặt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10% theo trọng lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5% theo trọng lượng, được tính toán về nồng độ của các hợp chất azol silan (I-1) và (II-1) mà là các thể trialkoxy.

Trong trường hợp mà nồng độ nhỏ hơn 0,001% theo trọng lượng, hiệu quả cải thiện đặc tính liên kết là không đủ, ngược lại trong trường hợp mà nồng độ vượt quá 10% theo trọng lượng, hiệu quả cải thiện đặc tính liên kết trở nên gần như ổn định và việc tiếp tục gia tăng lượng hợp chất azol silan được sử dụng là không kinh tế.

Bằng cách này, các hợp chất azol silan từ (III-1a) đến (III-1c) và từ (IV-1a) đến (IV-1c) có nhóm hydroxysilyl được tạo ra trong dung dịch xử lý bề mặt dần dần phản ứng với nhau để thực hiện việc cô đặc khử nước, và nhóm hydroxysilyl tạo thành liên kết siloxan (Si-O-Si) (xem sơ đồ (C)) nhờ đó được chuyển thành oligome khó tan trong nước (hợp chất azol silan có nhóm có công thức hóa học (e) trong sơ đồ (C)). x trong nhóm có công thức hóa học (e) là số nguyên biểu thị số lượng các đơn vị lặp lại.

Khi lượng silan oligome được tạo ra trong dung dịch xử lý bề mặt lớn, chất không hòa tan được kết tủa (dung dịch xử lý trở thành trắng đục) và có thể được gắn vào bề xử lý, các ống được nối với bề xử lý, và các cảm biến để phát hiện nhiệt độ và mức chất lỏng của dung dịch xử lý, mà được ngâm trong dung dịch xử lý, do đó có khả năng kìm hãm việc xử lý bề mặt trơn nhẵn.

Để tránh điều này, trong trường hợp sử dụng nước trong việc điều chế dung dịch xử lý bề mặt, việc đưa dung môi hữu cơ vào dung dịch xử lý bề mặt được ưu tiên, làm chất hòa tan đối với silan oligome khó tan trong nước.

Hàm lượng dung môi hữu cơ tốt hơn là tỷ lệ nằm trong khoảng từ 0,1 đến 90 phần theo trọng lượng, và tốt hơn nữa là tỷ lệ nằm trong khoảng từ 1 đến 50 phần theo trọng lượng, dựa trên 100 phần theo trọng lượng của nước.

Trong việc điều chế dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế, axit như axit axetic hoặc axit clohydric hoặc chất kiềm như natri hydroxit hoặc ammoniac có thể được sử dụng để

tăng tốc sự thủy phân của các hợp chất azol silan (I-1) và (II-1).

Tương tự, chất tạo ion halogenua như ion clorua, ion bromua hoặc ion iodua hoặc ion kim loại như ion đồng, ion sắt hoặc ion kẽm có thể được sử dụng để cải thiện tính ổn định của dung dịch xử lý bề mặt và tính đồng nhất của màng hóa học.

Ngoài ra, chất tạo liên kết với đã biết có thể được sử dụng theo sự kết hợp miễn là hiệu quả của sáng chế không bị suy giảm. Các ví dụ về chất tạo liên kết với đã biết gồm có chất liên kết silan có nhóm thiol (nhóm mercapto), nhóm vinyl, nhóm epoxy, nhóm (meth)acrylic, nhóm amino, hoặc nhóm clopropyl.

Các ví dụ về chất liên kết silan này gồm có:

các hợp chất mercaptosilan như 3-mercaptopropyltrimetoxysilan và 3-mercaptopropylmetyldimetoxysilan;

các hợp chất vinylsilan như vinyltriclosilan, vinyltrimetoxysilan và vinyltriethoxysilan;

các hợp chất styrylsilan như p-styryltrimetoxysilan;

các hợp chất epoxysilan như 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan, 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan, 3-glyxidoxypropylmetyldietoxysilan, và 3-glyxidoxypropyltriethoxysilan;

các hợp chất acryloxysilan như 3-acryloxypropyltrimetoxysilan;

các hợp chất metacryloxysilan như metacryloxypropylmetyldimetoxysilan, metacryloxypropyltrimetoxysilan, metacryloxypropylmetyldietoxysilan, và metacryloxypropyltriethoxysilan;

các hợp chất aminosilan như N-2-(aminoetyl)-3-aminopropylmetyldimetoxysilan, N-2-(aminoetyl)-3-aminopropyltrimetoxysilan, N-2-(aminoetyl)-3-aminopropyltriethoxysilan, 3-aminopropyltrimetoxysilan, 3-aminopropyltriethoxysilan, 3-triethoxysilyl-N-(1,3-dimetyl-butylidene)propylamin, N-phenyl-3-aminopropyltrimetoxysilan, và N-(vinylbenzyl)-2-aminoetyl-3-aminopropyltrimetoxysilan;

các hợp chất ureidosilan như 3-ureidopropyltriethoxysilan;

các hợp chất clopropylsilan như 3-clopropyltrimetoxysilan;

các hợp chất sulfuasilan như bis(triethoxysilylpropyl)tetrasulfua; và

các hợp chất isoxyanatosilan như 3-isoxyanatopropyltriethoxysilan.

Ngoài ra, các chất tạo liên kết với nhôm, các chất tạo liên kết với titan, các chất tạo

liên kết với zircon, và các chất tạo liên kết với tương tự cũng có thể được lấy làm ví dụ.

Phương pháp xử lý

Phương pháp đưa dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế tiếp xúc với bề mặt của vật liệu nền không bị giới hạn cụ thể, và các phương pháp như phun, ngâm hoặc phủ có thể được chấp nhận theo cách giống như trong trường hợp của chất liên kết silan được mô tả ở trên.

Thời gian (thời gian xử lý) để cho tiếp xúc dung dịch xử lý bề mặt với vật liệu nền tốt hơn là nằm trong khoảng từ một giây đến 10 phút và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 giây đến 3 phút. Trong trường hợp mà thời gian nhỏ hơn một giây, độ dày màng của màng hóa học được tạo thành trên bề mặt của vật liệu nền là mỏng và lực bám dính giữa các vật liệu khác nhau về tính chất của vật liệu không thể thu được đầy đủ, ngược lại ngay cả khi thời gian lâu hơn 10 phút, không có sự khác biệt đáng kể về độ dày màng của màng hóa học được quan sát và sự cải thiện về đặc tính liên kết cũng không thể được mong đợi.

Ngoài ra, nhiệt độ của dung dịch xử lý bề mặt khi đưa dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với bề mặt của vật liệu nền tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 50°C, và nhiệt độ này có thể được xác định thích hợp theo mối quan hệ với thời gian được mô tả ở trên.

Sau khi đưa dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế tiếp xúc với vật liệu nền, việc làm khô có thể được thực hiện sau khi rửa với nước hoặc việc làm khô có thể được thực hiện mà không cần rửa với nước.

Việc làm khô tốt hơn là được thực hiện ở nhiệt độ từ nhiệt độ trong phòng đến 150°C.

Nước được sử dụng để rửa với nước tốt hơn là nước tinh khiết như nước trao đổi ion hoặc nước cất, nhưng phương pháp và thời gian rửa với nước không bị giới hạn cụ thể và nó có thể được thực hiện bằng các phương pháp phun, ngâm hoặc các phương pháp tương tự, trong khoảng thời gian thích hợp.

Trước khi đưa dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng, dung dịch nước chứa ion đồng có thể được đưa vào tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng. Nguồn ion đồng trong dung dịch nước chứa ion đồng không bị giới hạn cụ thể miễn là muối đồng được hòa tan trong nước và các ví dụ của chúng gồm có các muối đồng như đồng sulfat, đồng nitrat, đồng clorua, đồng format, và đồng

axetat. Để làm hòa tan muối đồng trong nước, amoniac, axit hydrocloric hoặc các chất tương tự có thể được bổ sung.

Sau khi đưa dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế vào tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng, dung dịch có tính kiềm hoặc tính axit chứa nước có thể được đưa vào tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng. Dung dịch nước có tính axit và dung dịch nước có tính bazơ không bị giới hạn cụ thể. Các ví dụ về dung dịch nước có tính axit gồm có dung dịch chứa nước chứa axit vô cơ như sulfuric axit, axit nitric hoặc axit hydrocloric, hoặc dung dịch chứa nước chứa axit hữu cơ như axit formic, axit axetic, axit lactic, axit glycolic, hoặc axit amino. Các ví dụ về dung dịch nước có tính bazơ gồm có dung dịch chứa nước chứa chất kiềm kim loại hydroxit như natri hydroxit hoặc kali hydroxit, hoặc amin như ammoniac, etanolamin hoặc monopropylamin.

Dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế có thể được sử dụng để xử lý bề mặt gồm ít nhất một vật liệu nên được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa được mô tả ở trên. Bằng cách xử lý bề mặt của vật liệu nên bằng cách sử dụng dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế, màng hóa học được tạo thành trên bề mặt của vật liệu nên sao cho đặc tính liên kết với các vật liệu khác có thể được tăng cường.

Theo sáng chế, hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa được mô tả ở trên có thể được liên kết bằng cách sử dụng dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế. Bằng cách liên kết hai vật liệu nhờ lớp màng hóa học được tạo thành bởi dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế, vì độ bám dính tương hỗ có thể được tăng cường, ngay cả các vật liệu khác nhau về tính chất của vật liệu có thể được liên kết chắc hơn.

Phương pháp liên kết

Đối với phương pháp liên kết, có thể được tiến hành bằng phương pháp đã biết. Các ví dụ về phương pháp liên kết gồm có phương pháp trong đó dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế được đưa vào tiếp xúc với bề mặt của vật liệu nên bao gồm kim loại, vật liệu vô cơ hoặc vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học, và vật liệu nền khác được liên kết với một phần hoặc toàn bộ màng hóa học được tạo thành bằng cách sử dụng các phương pháp như phủ, liên kết hoặc trộn bằng áp lực, bằng cách sử dụng chất dính kết hoặc tấm dính kết (màng), hoặc bằng sự kết hợp của chúng.

Ngoài ra, có thể đề cập đến phương pháp trong đó dung dịch xử lý bề mặt theo

sáng chế được đưa vào tiếp xúc với các bề mặt của hai vật liệu nền được chọn từ kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học trên mỗi bề mặt của hai vật liệu nền, và hai vật liệu nền được liên kết bằng cách sử dụng các phương pháp như phủ, liên kết hoặc trộn bằng áp lực, bằng cách sử dụng chất dính kết hoặc tấm dính kết (màng), hoặc bằng sự kết hợp của chúng.

Bằng cách sử dụng dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế, hai vật liệu, cụ thể là, hai vật liệu khác nhau về tính chất của vật liệu, có thể được liên kết, do đó dung dịch này có thể được sử dụng thích hợp trong các linh kiện điện hoặc các linh kiện điện tử hoặc thiết bị điện tử khác nhau như bảng dây mạch in.

Theo sáng chế, dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế có thể được sử dụng thích hợp với vật liệu nền được tạo thành từ kim loại, cụ thể là đồng hoặc hợp kim đồng. Ví dụ, thích hợp để xử lý bề mặt đồng hoặc hợp kim đồng đối với mục đích tăng cường đặc tính liên kết (đặc tính bám dính) giữa mạch đồng (lớp dây đồng) và chất tẩy trước hoặc chất chịu hàn (lớp nhựa cách điện), và đặc tính liên kết giữa lớp dây đồng và lớp nhựa cách điện có thể được tăng cường trong bảng dây mạch in có lớp nhựa cách điện tiếp xúc với lớp dây đồng.

Bảng dây mạch in có thể được tạo ra bằng cách đưa dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế tiếp xúc với bề mặt của dây đồng, sau đó là rửa với nước và làm khô, và sau đó tạo thành lớp nhựa cách điện trên bề mặt của dây đồng. Phương pháp tiếp xúc là giống như phương pháp được mô tả ở trên, và ngâm dây đồng trong dung dịch xử lý bề mặt, phun dung dịch xử lý vào dây đồng hoặc tương tự được ưu tiên vì sự đơn giản và chắc chắn.

Ngoài ra, phương pháp rửa với nước không bị giới hạn cụ thể, và việc ngâm dây đồng trong nước rửa hoặc phun nước rửa vào dây đồng được ưu tiên vì sự đơn giản và chắc chắn.

Đối với sự tạo thành lớp nhựa cách điện, phương pháp đã biết, ví dụ, phương pháp dính kết vật liệu nhựa nửa lưu hóa hoặc các phương pháp phủ vật liệu nhựa dạng lỏng chứa dung môi có thể được sử dụng. Sau đó, thông qua lỗ được tạo thành để dẫn tới dây phía trên và dây phía dưới. Bằng cách lặp lại quy trình, bảng dây mạch in đa lớp có thể được tạo ra.

Dây đồng có thể là một dây đồng được tạo ra bằng phương pháp bất kỳ như phương pháp mạ không điện cực, phương pháp mạ điện, phương pháp bay hơi, phương pháp

pháp mạ phun, hoặc phương pháp nạm, và có thể chứa bên trong thông qua lỗ, qua lỗ, thiết bị đầu cuối kết nối hoặc thiết bị tương tự.

“Đồng” theo sáng chế là cái được sử dụng trong việc sử dụng và ở dạng như lá (lá đồng điện phân hoặc lá đồng được cán), màng mạ (màng mạ đồng không điện cực hoặc mạ đồng điện phân màng), sợi dây, thanh, ống, hoặc tấm, mà được sử dụng trong các thiết bị điện tử như bảng dây mạch in và khung dây dẫn, đồ trang trí hoặc các vật liệu xây dựng. Trong trường hợp của dây đồng gần đây mà các dòng tín hiệu điện tần số cao đi qua dây đồng này, bề mặt của đồng là bề mặt trơn nhẵn có độ nhám trung bình là $0,1\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn được ưu tiên.

Chế phẩm cách điện

Mỗi hợp chất azol silan (III-1) và (IV-1) theo sáng chế có thể tạo ra chế phẩm cách điện bằng cách đưa mỗi hợp chất này vào vật liệu nhựa hoặc vật liệu vô cơ làm chất liên kết silan.

Ngoài ra, chế phẩm cách điện có thể thu được bằng cách hòa tan mỗi hợp chất azol silan (III-1) và (IV-1) theo sáng chế trong dung môi hữu cơ hoặc các dung môi tương tự và trộn nó với vật liệu nhựa hoặc vật liệu vô cơ.

Hàm lượng của hợp chất azol silan theo sáng chế trong chế phẩm cách điện tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10% theo trọng lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5% theo trọng lượng. Trong trường hợp mà hàm lượng của hợp chất azol silan theo sáng chế nhỏ hơn 0,001% theo trọng lượng trong chế phẩm cách điện, hiệu quả cải thiện đặc tính liên kết là không đủ, ngược lại, trong trường hợp mà nồng độ vượt quá 10% theo trọng lượng, hiệu quả cải thiện đặc tính liên kết trở nên gần như ổn định và việc tiếp tục gia tăng lượng hợp chất azol silan được sử dụng là không kinh tế.

Chế phẩm cách điện có thể được tạo ra bằng phương pháp đã biết. Ví dụ, chế phẩm cách điện có thể được tạo ra bằng cách hòa tan hợp chất azol silan theo sáng chế trong dung môi hữu cơ và trộn với vật liệu nhựa dạng rắn hoặc dạng lỏng. Ngoài ra, hợp chất azol silan theo sáng chế được bổ sung trực tiếp vào và được trộn với vật liệu nhựa dạng lỏng để tạo ra chế phẩm cách điện.

Chế phẩm cách điện theo sáng chế tạo ra vật liệu cách điện có độ bền cao sao cho vật liệu này có thể được sử dụng thích hợp trong các linh kiện điện hoặc linh kiện điện tử

hoặc thiết bị điện tử như bảng dây mạch in.

Bằng cách này, JP-A-2009-19266 bộc lộ sáng chế đề cập đến phương pháp để tạo thành màng của chất liên kết silan, bao gồm bước phủ chất lỏng chứa chất liên kết silan trên bề mặt kim loại, bước làm khô bề mặt kim loại được phủ chất lỏng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25 đến 150°C trong khoảng thời gian 5 phút hoặc trong khoảng thời gian ngắn hơn, và bước rửa với nước bề mặt kim loại đã làm khô.

Ngoài ra, tài liệu trên đã bộc lộ rằng trên bề mặt kim loại, lớp kim loại dính kết, như thiếc, có thể được tạo thành trước với dung dịch ngâm mạ, để xử lý bề mặt.

Dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế có thể được sử dụng làm chất lỏng chứa chất liên kết silan được mô tả ở trên. Các chất được mô tả trong công bố patent được kết hợp bằng cách viện dẫn vào phần mô tả.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả cụ thể có dựa trên các ví dụ và các ví dụ so sánh, nhưng sáng chế không nên được hiểu là bị giới hạn thêm vào đó.

Các thử nghiệm tổng hợp của nhóm thứ nhất: Hợp chất azol silan có công thức hóa học (I-1)

Các hợp chất azol và các hợp chất alkylsilan được halogen hóa được sử dụng trong các thử nghiệm tổng hợp là như sau.

Hợp chất azol

- 3-Mercapto-1,2,4-triazol: sản phẩm của Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltd.
- 3-Amino-5-mercapto-1,2,4-triazol: giống như trên
- 5-Metyl-1,3,4-thiadiazol-2-thiol: giống như trên
- 5-Metyl-2-mercapto-1,3,4-thiadiazol: giống như trên
- 2-Amino-5-mercapto-1,3,4-thiadiazol: giống như trên
- 2,5-Dimercapto-1,3,4-thiadiazol: giống như trên
- 2-Mercapto-5-methylthio-1,3,4-thiadiazol: giống như trên

Hợp chất alkylsilan được halogen hóa

- 3-Iodopropyltrimetoxysilan: sản phẩm của Sigma-Aldrich Co.
- 3-Clopropyltriethoxysilan: Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.
- 6-Bromohexyltrimetoxysilan: được tổng hợp theo phương pháp được mô tả trong “D.

Zhang và đồng tác giả, Tetrahedron 2007, 63 (23), pp. 5076-5082”.

- 5-Bromopentyltrimetoxysilan: Giống như trên
- 8-Bromooctyltrimetoxysilan: Giống như trên

Ví dụ 1-1: Tổng hợp 3-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol

Huyền phù bao gồm 3,0g (30mmol) 3-mercapto-1,2,4-triazol và 50ml metanol khan được làm nguội xuống nhiệt độ 10°C, thêm vào đó 5,8g (30mmol) dung dịch natri metoxit metanol 28% để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 8,7g (30mmol) 3-iodopropyltrimetoxysilan và 10ml metanol khan ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 10 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 27 đến 30°C trong khoảng thời gian 3 giờ và 30 phút.

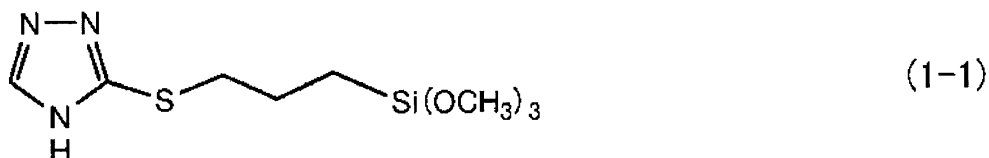
Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 12,5g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 40ml dietyl ete, và phần chiết được lọc và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 7,3g (27mmol, hiệu suất là 92,3%) chất dầu có màu vàng nâu nhẹ.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

· $^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) δ : 11,94 (br. s, 1H), 8,21 (s, 1H), 3,56 (s, 9H), 3,16 (t, 2H), 1,85 (m, 2H), 0,80 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.1.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-1).



Ví dụ 1-2: Tổng hợp 3-[3-(triethoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol

Huyền phù bao gồm 3,0g (30mmol) 3-mercapto-1,2,4-triazol và 50ml etanol khan được làm nguội xuống nhiệt độ 10°C, thêm vào đó 10,2g (30mmol) dung dịch natri etoxit etanol 20% để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 6,74g

(30mmol) 3-clopropyltriethoxysilan và 10ml etanol khan ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 10 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ 78°C trong khoảng thời gian 6 giờ.

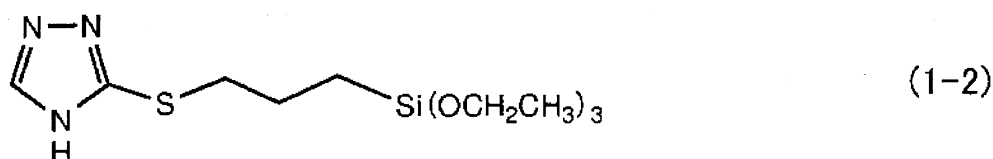
Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 10,8g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 40ml diethyl ete, và phần chiết được lọc và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 7,8g (25mmol, hiệu suất là 85,7%) chất dầu có màu vàng nâu nhẹ.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 10,34 (br. s, 1H), 8,10 (s, 1H), 3,83 (q, 6H), 3,17 (t, 2H), 1,86 (m, 2H), 1,22 (t, 9H), 0,80 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.2.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-2).



Ví dụ 1-3: Tổng hợp 3-amino-5-[3-(trimethoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol

Huyền phù bao gồm 6,96g (60mmol) 3-amino-5-mercapto-1,2,4-triazol và 100ml metanol khan được làm nguội xuống nhiệt độ 10°C, thêm vào đó 3,24g (60mmol) natri metoxit (dạng rắn) để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 17,42g (60mmol) 3-iodopropyltrimethoxysilan và 20ml metanol khan ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 30 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 27 đến 30°C trong khoảng thời gian 3 giờ và 30 phút.

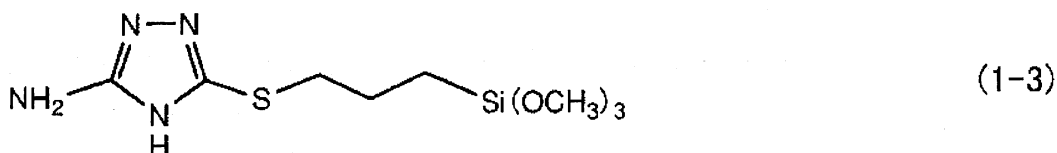
Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 26,4g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 100ml diethyl ete, và phần chiết được lọc và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 9,20g (33mmol, hiệu suất là 55,1%) chất dầu có màu vàng nâu nhẹ.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d_6) δ : 11,85 (br. s, 1H), 6,01 (br. s, 2H), 3,46 (s, 9H), 2,93 (t, 2H), 1,67 (quint, 2H), 0,69 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.3.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-3).



Ví dụ 1-4: Tổng hợp 3-amino-5-[6-(trimetoxysilyl)hexylthio]-1,2,4-triazol

Huyền phù bao gồm 3,48g (30mmol) 3-amino-5-mercapto-1,3,4-triazol và 50ml metanol khan được làm nguội xuống nhiệt độ 10°C , thêm vào đó 5,8g (30mmol) dung dịch natri metoxit metanol 28% để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 9,4g (30mmol) 6-bromohexyltrimetoxysilan và 10ml metanol khan ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 10 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ 60°C trong khoảng thời gian 6 giờ.

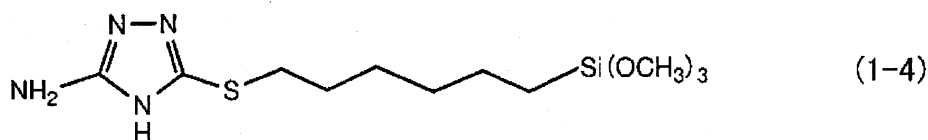
Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 14,2g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 40ml dietyl ete, và phần chiết được lọc và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 5,3g (16mmol, hiệu suất là 52%) chất dầu có màu vàng nâu nhẹ.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d_6) δ : 5,94 (s, 2H), 3,45 (s, 9H), 2,93 (t, 2H), 1,59 (m, 2H), 1,4-1,2 (m, 6H), 0,57 (m, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.4.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-4).



Ví dụ 1-5: Tổng hợp 3-amino-5-[3-(triethoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol

Huyền phù bao gồm 3,48g (30mmol) 3-amino-5-mercapto-1,2,4-triazol và 50ml etanol khan được làm nguội xuống nhiệt độ 10°C, thêm vào đó 10,2g (30mmol) dung dịch natri etoxit etanol 20% để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 6,74g (30mmol) 3-clopropyltriethoxysilan và 10ml etanol khan ở cùng nhiệt độ trong khoảng thời gian 10 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ 78°C trong khoảng thời gian 6 giờ.

Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 10,8g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 40ml dietyl ete, và phần chiết được lọc và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 7,8g (25mmol, hiệu suất là 85,7%) các tinh thể có màu vàng nâu nhẹ.

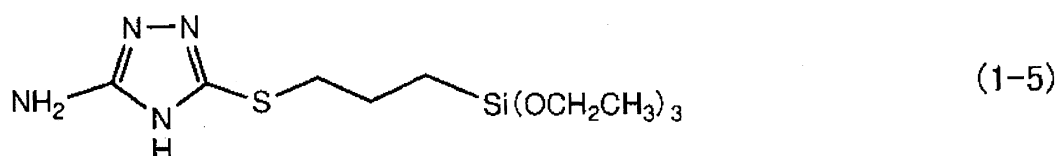
Điểm nóng chảy và dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của tinh thể thu được là như sau.

Điểm nóng chảy: nằm trong khoảng nhiệt độ từ 56 đến 57°C

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 11,21 (br. s, 1H), 5,06 (s, 2H), 3,81 (q, 6H), 3,06 (t, 2H), 1,81 (m, 2H), 1,21 (t, 9H), 0,77 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của tinh thể như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.5.

Từ dữ liệu phổ này, tinh thể thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-5).



Ví dụ 1-6 (ví dụ tham khảo): Tổng hợp 5-metyl-2-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,3,4-thiadiazol

Huyền phù bao gồm 7,9g (60mmol) 5-metyl-1,3,4-thiadiazol-2-thiol và 100ml

metanol khan được làm nguội xuống nhiệt độ 10°C, thêm vào đó 11,6g (60mmol) dung dịch natri metoxit metanol 28% để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 17,4g (60mmol) 3-iodopropyltrimetoxysilan và 20ml metanol khan ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 30 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 34 đến 40°C trong khoảng 4 giờ.

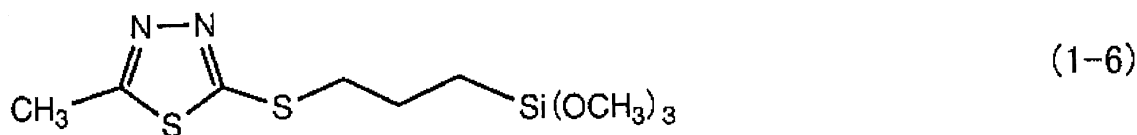
Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 26,5g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 80ml dietyl ete, và phần chiết được lọc và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 16,9g (60mmol, hiệu suất là 99,9%) chất dầu có màu vàng nâu nhẹ.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 3,56 (s, 9H), 3,31 (t, 2H), 2,71 (s, 3H), 1,92 (m, 2H), 0,80 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.6.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-6).



Ví dụ 1-7 (ví dụ tham khảo): Tổng hợp 5-metyl-2-[5-(trimetoxysilyl)pentylthio]-1,3,4-thiadiazol

Huyền phù bao gồm 3,3g (25mmol) 2-mercapto-5-metyl-1,3,4-thiadiazol và 40ml metanol khan được làm nguội xuống nhiệt độ 10°C, thêm vào đó bổ sung 4,8g (25mmol) dung dịch natri metoxit metanol 28% để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 6,8g (25mmol) 5-bromopentyltrimetoxysilan và 10ml metanol khan ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 10 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ 60°C trong khoảng thời gian 6 giờ.

Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 10,4g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 40ml dietyl ete, và phần chiết được lọc và được cô đặc

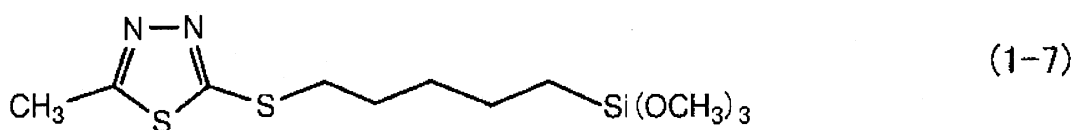
dưới áp suất giảm để thu được 6,1g (19mmol, hiệu suất là 75,7%) chất dầu có màu vàng nâu nhẹ.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) δ : 3,47 (s, 9H), 3,24 (t, 2H), 2,69 (s, 3H), 1,71 (m, 2H), 1,5-1,3 (m, 4H), 0,60 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.7.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-7).



Ví dụ 1-8 (ví dụ tham khảo): Tổng hợp 2-amino-5-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,3,4-thiadiazol

Bổ sung 3,24g (60mmol) natri metoxit (dạng rắn) vào huyền phù bao gồm 8,0g (60mmol) 2-amino-5-mercapto-1,3,4-thiadiazol và 90ml metanol khan ở nhiệt độ trong phòng để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 17,4g (60mmol) 3-iodopropyltrimetoxysilan và 17ml metanol khan trong khoảng thời gian 30 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 37 đến 40°C trong khoảng thời gian 5 giờ.

Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 27,1g chất nhớt màu trắng thu được được bổ sung 100ml dietyl ete, sau đó là khuấy, và sau đó loại bỏ chất không hòa tan được bằng cách lọc, phần lọc được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 17,5g (59mmol, hiệu suất là 98,7%) các tinh thể có màu vàng nâu nhẹ.

Điểm nóng chảy và dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của tinh thể thu được là như sau.

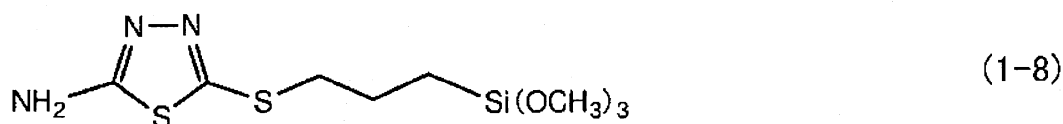
Điểm nóng chảy: 42°C

$^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) δ : 7,28 (br. s, 2H), 3,47 (s, 9H), 3,03 (t, 2H), 1,69 (quint, 2H), 0,72 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của tinh thể như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.8.

Từ dữ liệu phổ này, tinh thể thu được được xác định là hợp chất azol silan mong

muốn có công thức hóa học (1-8).



Ví dụ 1-9 (ví dụ tham khảo): Tổng hợp 2-amino-5-[8-(trimethoxysilyl)octylthio]-1,3,4-thiadiazol

Huyền phù bao gồm 3,33g (25mmol) 2-amino-5-mercapto-1,3,4-thiadiazol và 40ml metanol khan được làm nguội xuống nhiệt độ 10°C, thêm vào đó bổ sung 4,8g (25mmol) dung dịch natri metoxit metanol 28% để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 7,80g (25mmol) 8-bromooctyltrimethoxysilan và 10ml metanol khan ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 10 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ 60°C trong khoảng thời gian 6 giờ.

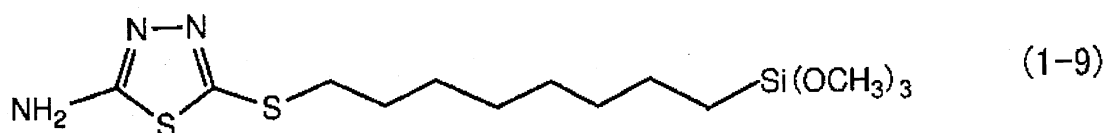
Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 11,9g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 40ml dietyl ete, và phân chiết được lọc và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 4,1g (12mmol, hiệu suất là 45,0%) chất dầu có màu vàng nâu nhẹ.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) δ : 7,25 (s, 2H), 3,45 (s, 9H), 3,03 (t, 2H), 1,62 (m, 2H), 1,4-1,2 (m, 10H), 0,57 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.9.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-9).



Ví dụ 1-10 (ví dụ tham khảo): Tổng hợp 2-amino-5-[3-(triethoxysilyl)propylthio]-1,3,4-thiadiazol

Huyền phù bao gồm 3,99g (30mmol) 2-amino-5-mercapto-1,3,4-thiadiazol và 50ml etanol khan được làm nguội xuống 10°C, thêm vào đó bổ sung 10,2g (30mmol) dung dịch

natri etoxit etanol 20% để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 6,74g của (30mmol) 3-clopropyltriethoxysilan và 10ml etanol khan ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 10 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ 78°C trong khoảng thời gian 6 giờ.

Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 11,6g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 40ml diethyl ete, và phần chiết được lọc và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 9,1g (26mmol, hiệu suất là 89,8%) các tinh thể có màu vàng nâu nhẹ.

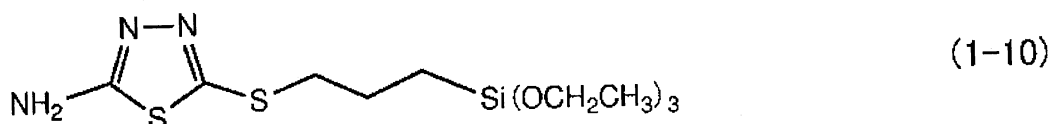
Điểm nóng chảy và dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của tinh thể thu được là như sau.

Điểm nóng chảy: từ 66 đến 68°C

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 5,82 (s, 2H), 3,81 (q, 6H), 3,14 (t, 2H), 1,85 (m, 2H), 1,21 (t, 9H), 0,77 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của tinh thể như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.10.

Từ dữ liệu phổ này, tinh thể thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-10).



Ví dụ 1-11 (ví dụ tham khảo): Tổng hợp 2-mercapto-5-[3-(trimethoxysilyl)propylthio]-1,3,4-thiadiazol

Bổ sung 3,24g (60mmol) natri metoxit (dạng rắn) vào huyền phù bao gồm 9,0g (60mmol) 2,5-dimercapto-1,3,4-thiadiazol và 90ml metanol khan được ở nhiệt độ trong phòng để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 17,4g (60mmol) 3-iodopropyltrimethoxysilan và 17ml metanol khan ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15 đến 17°C trong điều kiện làm nguội bằng nước trong khoảng thời gian 30 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 42 đến 44°C trong khoảng thời gian 4 giờ.

Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 27,5g chất nhớt màu trắng thu được được bổ sung 100ml diethyl ete, sau đó là khuấy, và sau đó loại bỏ chất không hòa

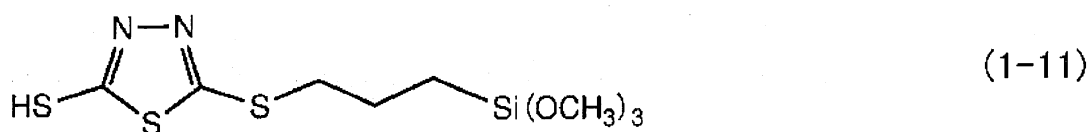
tan được bằng cách lọc, phần lọc được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 16,7g (53mmol, hiệu suất là 89,1%) chất dầu có màu vàng nhạt.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 12,01 (br. s, 1H), 3,58 (s, 9H), 3,15 (t, 2H), 1,87 (quint, 2H), 0,79 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.11.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-11).



Ví dụ 1-12 (ví dụ tham khảo): Tổng hợp 2-mercapto-5-[3-(triethoxysilyl)propylthio]-1,3,4-thiadiazol

Huyền phù bao gồm 4,50g (30mmol) 2,5-dimercapto-1,3,4-thiadiazol và 50ml etanol khan được làm nguội xuống nhiệt độ 10°C , thêm vào đó bổ sung 10,2 g (30mmol) dung dịch natri etoxit etanol 20% để hòa tan chúng, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 6,74g (30mmol) 3-clopropyltriethoxysilan và 10ml etanol khan ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 10 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ 78°C trong khoảng thời gian 6 giờ.

Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 14,8g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 40ml diethyl ete, và phần chiết được lọc và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 9,0g (25mmol, hiệu suất là 84,6%) chất dầu có màu vàng nâu nhẹ.

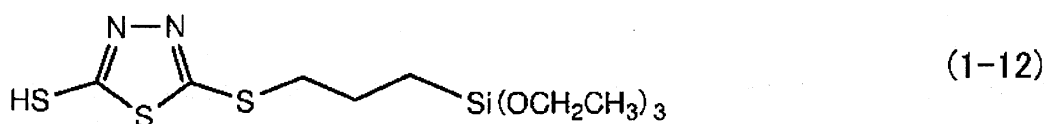
Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 8,79 (s, 1H), 3,83 (q, 6H), 3,15 (t, 2H), 1,88 (m, 2H), 1,23 (t, 9H), 0,77 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.12.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong

muốn có công thức hóa học (1-12).



Ví dụ 1-13 (ví dụ tham khảo): Tổng hợp 2-metylthio-5-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,3,4-thiadiazol

Bổ sung 3,75g (69,4mmol) natri metoxit (dạng rắn) vào huyền phù bao gồm 11,4g (69,4mmol) 2-mercapto-5-metylthio-1,3,4-thiadiazol và 120ml metanol khan ở nhiệt độ trong phòng để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch bao gồm 20,1g (69,3mmol) 3-iodopropyltrimetoxysilan và 20ml metanol khan trong khoảng thời gian 30 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 34 đến 37°C trong khoảng thời gian 5 giờ.

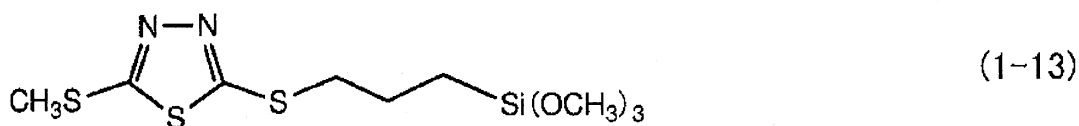
Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, với 32,6g chất nhớt màu trắng thu được được bổ sung 130ml dietyl ete, sau đó là khuấy, và sau đó loại bỏ chất không hòa tan được bằng cách lọc, phần lọc được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 22,5g (68,9mmol, hiệu suất là 99,3%) chất dầu có màu vàng nhạt.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 3,57 (s, 9H), 3,30 (t, 2H), 2,76 (s, 3H), 1,91 (quint, 2H), 0,80 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.13.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-13).



Ví dụ 1-14 (ví dụ tham khảo): Tổng hợp 2-metylthio-5-[3-(triethoxysilyl)propylthio]-1,3,4-thiadiazol

Huyền phù bao gồm 4,93g (30mmol) 2-mercapto-5-metylthio-1,3,4-thiadiazol và 50ml etanol khan được làm nguội xuống nhiệt độ 10°C, thêm vào đó 10,2g (30mmol) 20% dung dịch natri etoxit etanol để tạo thành dung dịch đồng nhất, sau đó là trở về nhiệt độ trong phòng và khuấy trong khoảng thời gian 30 phút, và thêm nhỏ giọt vào đó dung dịch

bao gồm 6,74g (30mmol) 3-clopropyltriethoxysilan và 10ml ethanol khan ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 10 phút, sau đó là tiếp tục khuấy ở nhiệt độ 78°C trong khoảng thời gian 6 giờ.

Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 15,4g chất nhớt màu trắng thu được được chiết ba lần bằng 40ml diethyl ete, và phần chiết được lọc và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 9,8g (26mmol, hiệu suất là 88,6%) chất dầu có màu vàng nâu nhẹ.

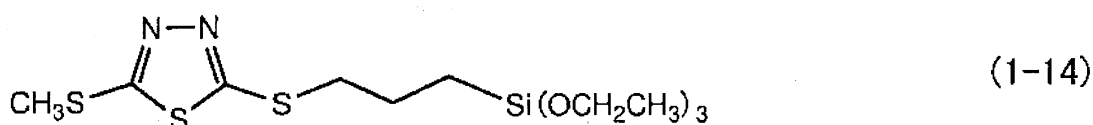
Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất dầu thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 3,82 (q, 6H), 3,30 (t, 2H), 2,75 (s, 3H), 1,90 (m, 2H), 1,21 (t, 9H), 0,78 (t, 2H).

Dữ liệu phổ IR của chất dầu như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.14.

Từ dữ liệu phổ này, chất dầu thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (1-14).

Hợp chất này là ví dụ tham khảo.



Các thử nghiệm tổng hợp của nhóm thứ hai: Hợp chất azol silan có công thức hóa học (II-1)

Các hợp chất azol và các hợp chất isoxyanatopropylsilan được sử dụng trong các thử nghiệm tổng hợp là như sau.

Hợp chất azol

· 2,2'-Dithiodi(1H-imidazol): được tổng hợp theo phương pháp được mô tả trong WO 2012/031183.

· 2,2'-Dithiodi(1H-benzimidazol): được tổng hợp theo phương pháp được mô tả trong JP-A-2013-14752.

· 3,3'-Dithiodi(1H-1,2,4-triazol): được tổng hợp theo phương pháp được mô tả trong WO 2012/031183.

· 3,3'-Dithiobis(5-amino-1H-1,2,4-triazol): Giống như trên

· 4,4'-Dithiodi(1H-1,2,3-triazol): Giống như trên

Hợp chất Isoxyanatopropylsilan

- 3-Isoxyanatopropyltrimetoxysilan: sản phẩm của Momentive Performance Các vật liệu Japan LLC.
- 3-Isoxyanatopropyltriethoxysilan: sản phẩm của Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.

Ví dụ 2-1: Tổng hợp 2,2'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-imidazol}

Bổ sung 2,0g (10mmol) 2,2'-dithiodi(1H-imidazol) vào 45g dimetylformamit khan và được hòa tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Thêm nhỏ giọt vào đó 4,1g (20mmol) 3-isoxyanatopropyltrimetoxysilan.

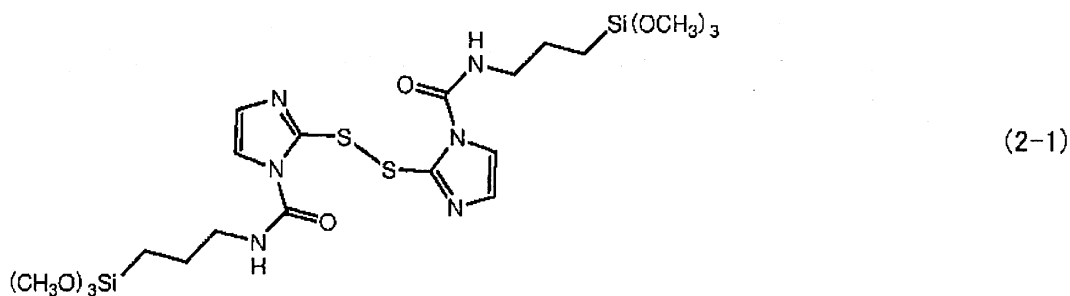
Sau khi được để lắng tỏa nhiệt, dung dịch phản ứng được khuấy ở nhiệt độ 40°C trong khoảng thời gian 6 giờ và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 6,5g (10mmol, hiệu suất là 100%) chất lỏng màu nâu.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất lỏng thu được là như sau.

· $^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) δ : 8,72 (t, 2H), 7,79 (d, 2H), 6,97 (d, 2H), 3,48 (s, 18H), 3,3-3,2 (m, 4H), 1,6-1,5 (m, 4H), 0,65 (t, 4H).

Dữ liệu phổ IR của chất lỏng như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.15.

Từ dữ liệu phổ này, chất lỏng thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (2-1).



Ví dụ 2-2: Tổng hợp 2,2'-dithiobis{1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-imidazol}

Bổ sung 1,0g (5mmol) 2,2'-dithiodi(1H-imidazol) vào 26g dimetylformamit khan và được hòa tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Thêm nhỏ giọt vào đó 2,5 g (10mmol) 3-isoxyanatopropyltriethoxysilan.

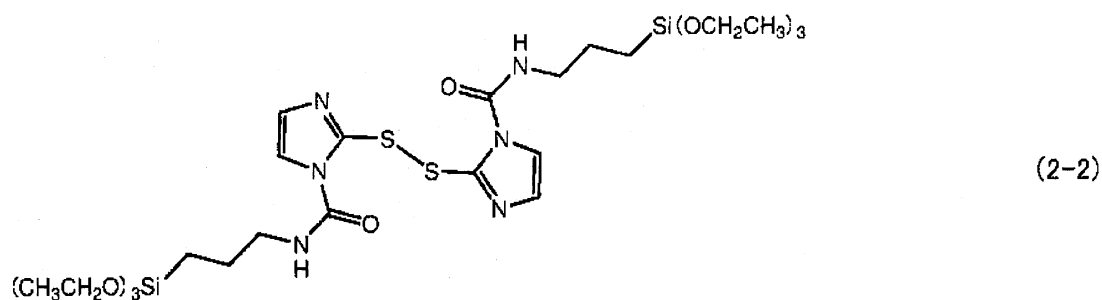
Sau khi được để lắng tỏa nhiệt, dung dịch phản ứng được khuấy ở nhiệt độ 40°C trong khoảng thời gian 6 giờ và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 3,5g (5mmol, hiệu suất là 100%) chất lỏng màu nâu.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất lỏng thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) δ : 8,75 (t, 2H), 7,79 (d, 2H), 6,98 (d, 2H), 3,77 (q, 12H), 3,3-3,2 (m, 4H), 1,7-1,5 (m, 4H), 1,15 (t, 18H), 0,62 (t, 4H).

Dữ liệu phổ IR của chất lỏng như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.16.

Từ dữ liệu phổ này, chất lỏng thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (2-2).



Ví dụ 2-3: Tổng hợp 2,2'-dithiobis{1-[3-(trimethoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-benzimidazol}

Bổ sung 2,5 g (8,4mmol) 2,2'-dithiodi(1H-benzimidazol) vào 16g dimethylformamit khan và được hòa tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Thêm nhỏ giọt vào đó 3,5g (17mmol) 3-isoxyanatopropyltrimethoxysilan.

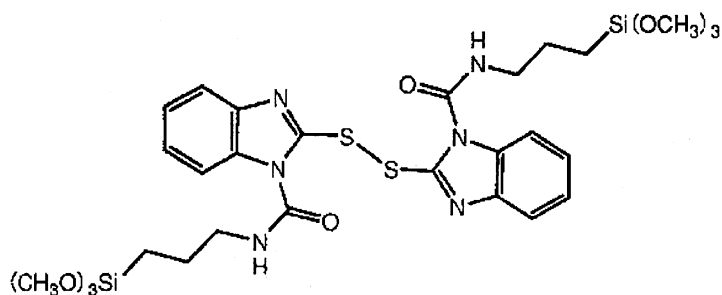
Sau khi được để lắng tỏa nhiệt, dung dịch phản ứng được khuấy ở nhiệt độ 40°C trong khoảng thời gian 4 giờ và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 6,1g (8,4mmol, hiệu suất là 100%) chất lỏng màu nâu.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất lỏng thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) δ : 8,55 (s, 2H), 8,07 (d, 2H), 7,72 (d, 2H), 7,4-7,2 (m, 4H), 3,49 (s, 18H), 3,4-3,2 (m, 4H), 1,8-1,6 (m, 4H), 0,68 (t, 4H).

Dữ liệu phổ IR của chất lỏng như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.17.

Từ dữ liệu phổ này, chất lỏng thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (2-3).



(2-3)

Ví dụ 2-4: Tổng hợp 2,2'-dithiobis{1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-benzimidazol}

Bổ sung 1,0g (3,3mmol) 2,2'-dithiodi(1H-benzimidazol) vào 10g dimetylformamit khan và được hòa tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Thêm nhỏ giọt vào đó 1,7 g (6,8mmol) 3-isoxyanatopropyltriethoxysilan.

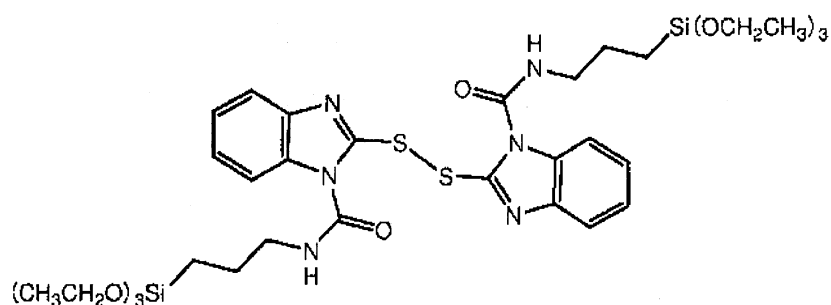
Sau khi được để lắng tỏa nhiệt, dung dịch phản ứng được khuấy ở nhiệt độ 40°C trong khoảng thời gian 4 giờ và được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 2,6g (3,3mmol, hiệu suất là 100%) chất lỏng màu nâu.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất lỏng thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) δ : 8,56 (s, 2H), 8,08 (d, 2H), 8,73 (d, 2H), 7,5-7,3 (m, 4H), 3,77 (q, 12H), 3,4-3,2 (m, 4H), 1,8-1,6 (m, 4H), 1,16 (t, 18H), 0,67 (t, 4H).

Dữ liệu phổ IR của chất lỏng như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.18.

Từ dữ liệu phổ này, chất lỏng thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (2-4).



(2-4)

Ví dụ 2-5: Tổng hợp 3,3'-dithiobis{1-[3-(trimethoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,4-triazol}

Bổ sung 4,02g (20,1mmol) 3,3'-dithiodi(1H-1,2,4-triazol) vào 150g dimetylformamit khan và được hòa tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Thêm nhỏ giọt vào đó 9,49g (46,2mmol) 3-isoxyanatopropyltrimethoxysilan. Sau 10 phút sau, thêm vào

đó bổ sung 0,92g (9,1mmol) triethylamin, sau đó là khuấy ở nhiệt độ 60°C trong khoảng thời gian 8 giờ.

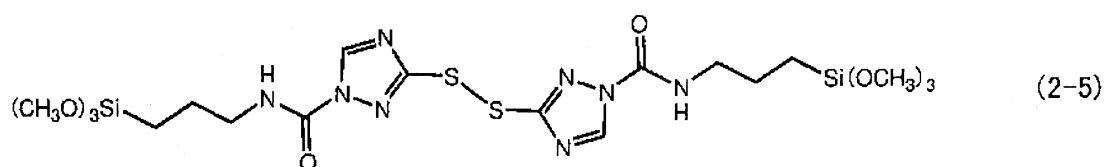
Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 12,3g (20,1mmol, hiệu suất là 100%) chất lỏng có màu vàng nhạt.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất lỏng thu được là như sau.

· $^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) δ : 9,20 (s, 2H), 8,78 (t, 2H), 3,47 (s, 18H), 3,21 (q, 4H), 1,60 (m, 4H), 0,59 (t, 4H).

Dữ liệu phổ IR của chất lỏng như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.19.

Từ dữ liệu phổ này, chất lỏng thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (2-5).



Ví dụ 2-6: Tổng hợp 3,3'-dithiobis{1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,4-triazol}

Bổ sung 1,0g (5mmol) 3,3'-dithiodi(1H-1,2,4-triazol) vào 24g dimetylformamit khan và được hòa tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Thêm nhỏ giọt vào đó 2,5g (10mmol) 3-isoxyanatopropyltriethoxysilan. Sau 20 phút sau, thêm vào đó 0,2g (2mmol) triethylamin, sau đó là khuấy ở nhiệt độ 40°C trong khoảng thời gian 6 giờ. Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 3,7g các tinh thể thô. Chúng được tái kết tinh từ etanol để thu được 2,6g (3,7mmol, hiệu suất là 75,0%) các tinh thể màu trắng.

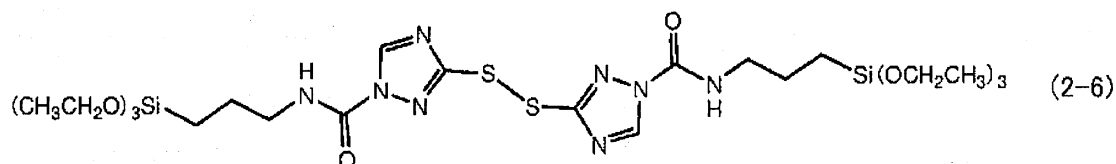
Điểm nóng chảy và $^1\text{H-NMR}$ dữ liệu phổ của tinh thể thu được là như sau.

· Điểm nóng chảy: từ 91 đến 93°C

· $^1\text{H-NMR}$ (DMSO- d_6) δ : 9,20 (s, 2H), 8,79 (t, 2H), 3,75 (q, 12H), 3,3-3,2 (m, 4H), 1,6-1,5 (m, 4H), 1,16 (t, 18H), 0,57 (t, 4H).

Dữ liệu phổ IR của tinh thể như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.20.

Từ dữ liệu phổ này, tinh thể thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (2-6).



Ví dụ 2-7: Tổng hợp 3,3'-dithiobis{5-amino-1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,4-triazol}

Bổ sung 2,00g (8,7mmol) 3,3'-dithiobis(5-amino-1H-1,2,4-triazol) vào 45g dimethylformamit khan và được hòa tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Thêm nhỏ giọt vào đó 3,56g (17,3mmol) 3-isoxyanatotrimetoxypopylsilan. Sau 5 phút sau, thêm vào đó bổ sung 0,3g (3mmol) trietylamin, sau đó là khuấy ở nhiệt độ 55°C trong khoảng thời gian 5 giờ.

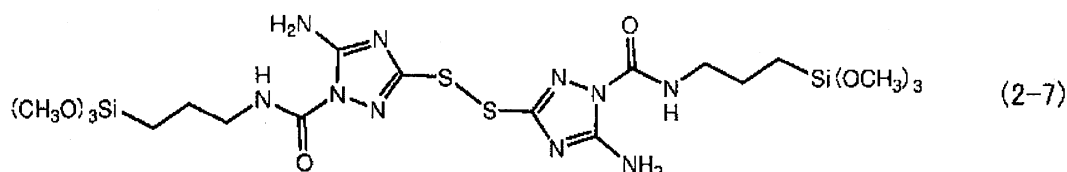
Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và 12,8g chất được cô đặc thu được được tái kết tinh hai lần từ metanol khan, và được làm khô dưới áp suất giảm để thu được 3,65 g (5,7mmol, hiệu suất là 65,5%) các tinh thể màu trắng.

Điểm nóng chảy và dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của tinh thể thu được là như sau.

- Điểm nóng chảy: từ 143 đến 144,3°C
- $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 8,22 (t, 2H), 7,43 (br. s, 4H), 3,47 (s, 18H), 3,15 (q, 4H), 1,57 (quint, 4H), 0,57 (t, 4H).

Dữ liệu phổ IR của tinh thể như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.21.

Từ dữ liệu phổ này, tinh thể thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (2-7).



Ví dụ 2-8: Tổng hợp 3,3'-dithiobis{5-amino-1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,4-triazol}

Bổ sung 1,0g (4,3mmol) 3,3'-dithiobis(5-amino-1H-1,2,4-triazol) vào 13g dimethylformamit khan và được hòa tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Thêm nhỏ giọt vào đó 2,1g (8,6mmol) 3-isoxyanatopropyltriethoxysilan. Sau 20 phút sau, thêm vào đó

0,2g (2mmol) trietylamin, sau đó là khuấy ở nhiệt độ 40°C trong khoảng thời gian 6 giờ. Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 3,2g các tinh thể thô.

Các tinh thể được tái kết tinh từ etanol để thu được 2,1g (2,9mmol, hiệu suất là 67,4%) các tinh thể màu trắng.

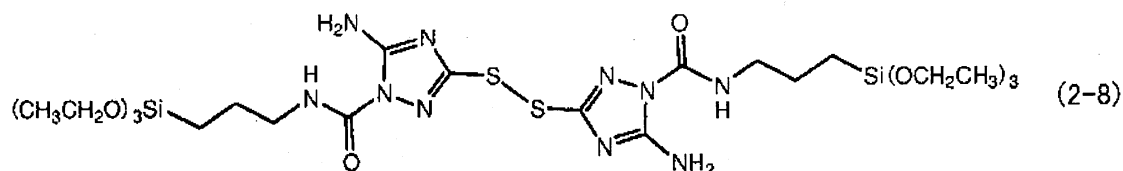
Điểm nóng chảy và dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của tinh thể thu được là như sau.

· Điểm nóng chảy: từ 164 đến 165°C

· $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 8,23 (t, 2H), 7,44 (s, 4H), 3,74 (q, 12H), 3,2-3,1 (m, 4H), 1,6-1,5 (m, 4H), 1,15 (s, 18H), 0,53 (t, 4H).

Dữ liệu phổ IR của tinh thể như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.22.

Từ dữ liệu phổ này, tinh thể thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (2-8).



Ví dụ 2-9: Tổng hợp 4,4'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,3-triazol}

Bổ sung 8,67g (43,3mmol) 4,4'-dithiodi(1H-1,2,3-triazol) vào 50g dimetylformamit khan và được hòa tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Thêm nhỏ giọt vào đó 18,7g (91,1mmol) 3-isoxyanatopropyltrimetoxysilan. Sau 20 phút sau, thêm vào đó bổ sung 1,84 g (18,2mmol) trietylamin, sau đó là khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 15 giờ.

Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm, và chất lỏng cô đặc được rửa bằng 130ml hexan và được làm khô dưới áp suất giảm để thu được 26,0g (42,6mmol, hiệu suất là 98,3%) chất lỏng màu nâu.

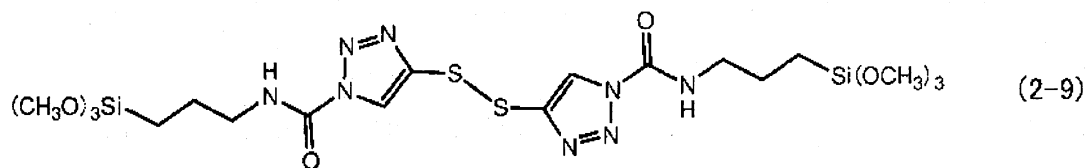
Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất lỏng thu được là như sau.

· $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 8,99 (t, 2H), 8,43 (s, 2H), 3,47 (s, 18H), 3,26 (q, 4H), 1,63 (m, 4H), 0,62 (t, 4H).

Dữ liệu phổ IR của chất lỏng như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.23.

Từ dữ liệu phổ này, chất lỏng thu được được xác định là hợp chất azol silan mong

muốn có công thức hóa học (2-9).



Ví dụ 2-10: Tổng hợp 4,4'-dithiobis{1-[3-(triethoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,3-triazol}

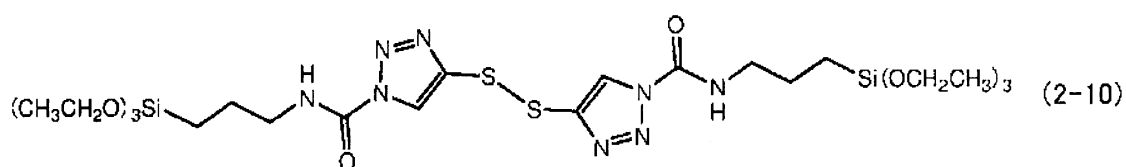
Bổ sung 1,0g (5mmol) 4,4'-dithiodi(1H-1,2,3-triazol) vào 10g dimetylformamit khan và được hòa tan bằng cách khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Thêm nhỏ giọt vào đó 2,5g (10mmol) 3-isoxyanatopropyltriethoxysilan. Sau 20 phút sau, thêm vào đó bổ sung 0,1g (1mmol) trietylamin, sau đó là khuấy ở nhiệt độ 40°C trong khoảng thời gian 8 giờ. Dung dịch phản ứng được cô đặc dưới áp suất giảm để thu được 3,5g (5mmol, hiệu suất là 100%) chất lỏng màu nâu.

Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất lỏng thu được là như sau.

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ : 8,99 (t, 2H), 8,45 (s, 2H), 3,75 (q, 12H), 3,4-3,2 (m, 4H), 1,7-1,6 (m, 4H), 1,16 (t, 18H), 0,59 (t, 4H).

Dữ liệu phổ IR của chất lỏng như được thể hiện trong biểu đồ được thể hiện trên Fig.24.

Từ dữ liệu phổ này, chất lỏng thu được được xác định là hợp chất azol silan mong muốn có công thức hóa học (2-10).



Thử nghiệm đánh giá đặc tính liên kết

Các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (g) đặc tính liên kết cho kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa được thực hiện trong các ví dụ được mô tả dưới đây là như sau. Đối với đơn vị trong công thức được mô tả dưới đây, “phần” có nghĩa là “phần theo trọng lượng” trừ khi có quy định khác.

Thử nghiệm đánh giá (a) đặc tính liên kết

(1) Mẫu thử

Lá đồng điện phân (độ dày: 18 μm) được sử dụng làm mẫu thử.

(2) Xử lý mẫu thử

Việc xử lý mẫu thử được thực hiện theo các bước từ i đến iii sau đây:

- i: Làm sạch axit/1 phút. (nhiệt độ trong phòng), và rửa với nước
- ii: Làm sạch axit/1 phút. (nhiệt độ trong phòng), rửa với nước và làm khô/1 phút. (100°C)
- iii: Ngâm trong dung dịch xử lý bề mặt/1 phút. (nhiệt độ trong phòng), rửa với nước và làm khô/1 phút. (100°C)

(3) Liên kết nhựa với mẫu thử

Trên bề mặt S của mẫu thử đã xử lý được cán mỏng và được ép chất tẩm trước được ngâm tẩm vào vải thủy tinh (cấp độ FR-4) để gắn nhựa vào mẫu thử, để chế tạo bảng dây mạch in.

(4) Đánh giá đặc tính liên kết

Mẫu thử có độ rộng là 10mm được chuẩn bị từ bảng dây mạch in theo “JIS C6481 (1996)” và được đưa vào xử lý bằng nồi áp suất (121°C/ độ ẩm 100% /100 giờ), và sau đó độ bền bong tróc lá đồng được đo.

Thử nghiệm đánh giá (b) về đặc tính liên kết

Đặc tính liên kết của nhựa với đồng được đánh giá theo phương thức giống như trong Thử nghiệm đánh giá (a) ngoại trừ “việc cán mỏng nhựa cho bảng nối dây lắp ráp (tên thương mại “GX-13” được sản xuất bởi Ajinomoto Fine-Techno Co., Ltd.)” trên bề mặt S của mẫu thử thay vì “việc cán mỏng và ép chất tẩm trước được ngâm tẩm vào nhựa epoxy vải thủy tinh (cấp độ FR-4)”.

Thử nghiệm đánh giá (c) về đặc tính liên kết

(1) Mẫu thử

Để làm mẫu thử của bảng dây mạch in, sử dụng bảng tẩm mỏng mạ đồng hai mặt (vật liệu nền: FR4, board độ dày: 1,0mm, độ dày lá đồng: 18μm, chiều dọc 120mm × chiều ngang 110mm) được đưa vào mạ đồng điện phân (plating độ dày: 20 μm).

(2) Xử lý mẫu thử

Được thực hiện theo các bước từ i đến iv sau đây:

- i: Làm sạch axit/1 phút. (nhiệt độ trong phòng), và rửa với nước
- ii: Khắc vi mô bằng hydro peroxit và axit sulfuric/1 phút (nhiệt độ trong phòng), và rửa với nước.
- iii: Làm sạch axit/1 phút. (nhiệt độ trong phòng), rửa với nước và làm khô/1 phút. (100°C)
- iv: Ngâm trong dung dịch xử lý bề mặt/1 phút. (nhiệt độ trong phòng), rửa với nước và làm khô/1 phút. (100°C)

(3) Sự tạo thành lớp nhựa trên mẫu thử

Trên mẫu thử đã xử lý được phủ chất chịu hàn (tên thương mại “PSR-4000AUS308” được sản xuất bởi Taiyo Ink Mfg Co., Ltd.), được làm khô (80°C/30 phút) và được lưu hóa sau (150°C/60 phút) để tạo thành lớp nhựa (màng phủ) có độ dày là 13µm.

(4) Đánh giá đặc tính liên kết

Theo tiêu chuẩn “JIS K5400-8.5 (1990)”, màng phủ được tạo thành trên mẫu thử được cắt chéo theo dạng lưới 1mm x 1mm (100 ô vuông) và được đưa vào xử lý bằng nồi áp suất (121°C/độ ẩm 100% /100 giờ), và sau đó thử nghiệm làm bong tróc bằng băng keo được tiến hành để đo số lượng các ô vuông trong đó màng phủ không bị bong tróc. Ngoài ra, mức độ hư hại của màng phủ được quan sát bằng mắt thường.

Tiêu chí đánh giá đặc tính liên kết được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

Mức độ hư hại của màng phủ	Đánh giá
Mỗi đường cắt là mịn và trơn nhẵn ở cả hai mép, và không quan sát thấy sự bong tróc ở chỗ giao nhau của các đường cắt và ở mỗi ô vuông.	A
Sự bong tróc nhẹ được quan sát ở chỗ giao nhau của các đường cắt, nhưng quan sát thấy sự bong tróc ở mỗi ô vuông, và diện tích của các phần khuyết là 5% hoặc nhỏ hơn toàn bộ diện tích ô vuông.	B
Sự bong tróc được quan sát ở cả hai mép của đường cắt và ở chỗ giao nhau của chúng, và diện tích của các phần khuyết nằm trong khoảng từ 5 đến 15% toàn bộ diện tích ô vuông.	C
Độ rộng bong tróc do đường cắt là rộng, và diện tích của các phần khuyết nằm trong khoảng từ 15 đến 35% toàn bộ diện tích ô vuông.	D
Độ rộng bong tróc do các đường cắt là rộng hơn độ rộng Đánh giá D, và diện tích của các phần khuyết nằm trong khoảng từ 35 đến 65% toàn bộ diện tích ô vuông.	E
Diện tích bong tróc là 65% hoặc lớn hơn toàn bộ diện tích ô vuông.	F

Thử nghiệm đánh giá (d) về đặc tính liên kết

(1) Mẫu thử

Nhôm lá (độ dày: 50µm) được sử dụng để làm mẫu thử.

(2) Xử lý mẫu thử

Việc xử lý mẫu thử được thực hiện theo các bước từ i đến ii sau đây.

i: Làm sạch axit/1 phút. (nhiệt độ trong phòng), và rửa với nước

ii: Ngâm trong dung dịch xử lý bề mặt/1 phút. (nhiệt độ trong phòng), rửa với nước và làm

khô/1 phút. (100°C)

(3) Liên kết nhựa vào mẫu thử

Trên mẫu thử đã xử lý được cán mỏng và được ép chất tẩm trước được ngâm tẩm vào nhựa epoxy vải thủy tinh (cấp độ FR-4) để gắn nhựa vào mẫu thử, để chế tạo bảng dây mạch in.

(4) Đánh giá đặc tính liên kết

Mẫu thử có độ rộng 10mm được chuẩn bị từ bảng dây mạch in theo tiêu chuẩn “JIS C6481 (1996)” và sau đó độ bền bong tróc của lá nhôm được đo.

Thử nghiệm đánh giá (e) đặc tính liên kết

(1) Mẫu thử

Để làm mẫu thử, chất tẩm trước được ngâm tẩm vào nhựa epoxy vải thủy tinh (mức độ FR-4) được sử dụng.

(2) Xử lý mẫu thử

Trên bề mặt mẫu thử được thực hiện việc xử lý với dung dịch xử lý bề mặt bằng hệ thống phun.

(3) Liên kết lá đồng vào mẫu thử

Trên mẫu thử đã xử lý được cán mỏng và được ép bề mặt S của lá đồng điện phân (độ dày: 35µm) để gắn đồng vào mẫu thử, để chế tạo bảng dây mạch in.

(4) Đánh giá đặc tính liên kết

Mẫu thử có độ rộng 10mm được tạo ra từ bảng dây mạch in theo tiêu chuẩn “JIS C6481 (1996)” và sau đó độ bền bong tróc của lá đồng được đo.

Thử nghiệm đánh giá (f) đặc tính liên kết

(1) Điều chế chế phẩm nhựa

Việc điều chế chế phẩm nhựa được thực hiện theo các bước từ i đến iii sau đây:

i: Bổ sung 10 phần bari sulfat vào 100 phần dung dịch xử lý bề mặt, sau đó là khuấy trong khoảng thời gian 5 phút.

ii: Bari sulfat mà trên đó hợp chất azol silan được hỗ trợ được lọc, và được làm khô bằng lò ở nhiệt độ 100°C trong khoảng thời gian một giờ.

iii: Với 100 phần chất chịu hàn trước khi lưu hóa được bổ sung một phần bari sulfat trong bước ii, sau đó là khuấy trong khoảng thời gian 30 phút để điều chế chế phẩm nhựa.

(2) Chế tạo bảng dây mạch in

Chế phẩm nhựa thu được được phủ trên S bề mặt của lá đồng điện phân (độ dày:

35 μ m) và được làm nóng bằng lò ở nhiệt độ 150°C trong khoảng thời gian một giờ để chế tạo bảng dây mạch in trong đó vật liệu được lưu hóa của chế phẩm nhựa được gắn vào lá đồng.

(3) Đánh giá đặc tính liên kết

Mẫu thử có độ rộng là 10mm được tạo ra từ bảng dây mạch in theo tiêu chuẩn “JIS C6481 (1996)” và sau đó độ bền bong tróc của lá đồng được đo.

Thử nghiệm đánh giá (g) đặc tính liên kết

(1) Điều chế chế phẩm nhựa

Bổ sung một phần sản phẩm thủy phân vào 100 phần chất chịu hàn trước khi lưu hóa được được mô tả dưới đây, sau đó là khuấy trong khoảng thời gian 30 phút để điều chế chế phẩm nhựa.

(2) Chế tạo bảng dây mạch in

Chế phẩm nhựa thu được được phủ trên bề mặt S của lá đồng điện phân (độ dày: 35 μ m) và được đưa vào làm khô (80°C/30 phút.) và lưu hóa sau (150°C/60 phút.) để chế tạo bảng dây mạch in trong đó vật liệu được lưu hóa của chế phẩm nhựa được gắn vào lá đồng.

(3) Đánh giá đặc tính liên kết

Mẫu thử có độ rộng 10mm được tạo ra từ bảng dây mạch in theo tiêu chuẩn “JIS C6481 (1996)” và sau đó độ bền bong tróc của lá đồng được đo.

Thử nghiệm đánh giá của nhóm thứ nhất: Dung dịch xử lý bề mặt chứa hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1)

Các vật liệu thô chính được sử dụng trong thử nghiệm đánh giá của nhóm thứ nhất là như sau.

Vật liệu thô chính

- 3-[3-(Trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol (xem Ví dụ 1-1)
- 3-Amino-5-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol (xem Ví dụ 1-3)
- 3-Amino-5-[6-(trimetoxysilyl)hexylthio]-1,2,4-triazol (xem Ví dụ 1-4)
- 5-Metyl-2-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,3,4-thiadiazol (xem Ví dụ 1-6 (ví dụ tham khảo))
- Hợp chất imidazol silan (phương pháp tổng hợp của chúng được thể hiện trong ví dụ tham khảo 1)
- 3-Aminopropyltrimetoxysilan (tên thương mại “KBM-903” được sản xuất bởi Shin-Etsu

Chemical Co., Ltd.)

· Etylen glycol monobutyl ete (thuốc thử, được được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

· Chất chịu hàn (nhựa acrylat epoxy, tên thương mại “PSR-4000AUS308” được sản xuất bởi Taiyo Ink Mfg Co., Ltd.)

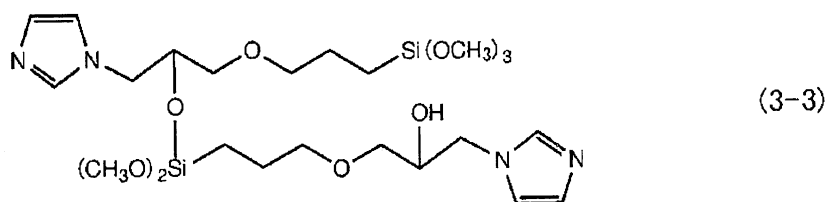
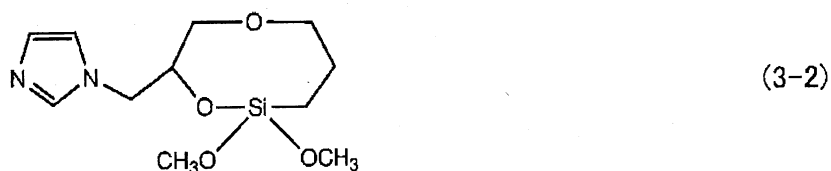
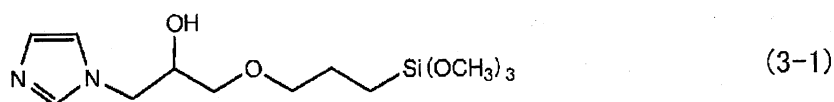
Ví dụ tham khảo 1

Tổng hợp hợp chất imidazol silan

Imidazol 3,4g (0,05 mol) được nấu chảy ở nhiệt độ 95°C, và thêm nhỏ giọt vào đó 11,8g (0,05 mol) 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan trong khoảng thời gian 30 phút có khuấy trong môi trường khí argon. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, phản ứng được tiếp tục tiếp diễn ở nhiệt độ 95°C trong khoảng thời gian một giờ.

Sản phẩm phản ứng thu được là chất lỏng nhớt màu cam rõ ràng (được trích dẫn từ JP-A-H05-186479).

Ghi chú: Theo JP-A-H05-186479, sản phẩm phản ứng là hỗn hợp của các hợp chất imidazol silan được mô tả bởi các công thức hóa học (3-1) đến (3-3).



Ví dụ 3-1:

Bổ sung 200g etylen glycol monobutyl ete và sau đó 790g nước vào 10g 3-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol làm thành phần chất liên kết silan, sau đó là khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 2 giờ, để điều chế dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý A).

Đối với dung dịch xử lý A, khẳng định được rằng nhóm metoxysilyl của hợp chất azol silan đã được thủy phân thành nhóm hydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện.

Sau đó, thành phần dễ bay hơi trong dung dịch xử lý A bị loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được sản phẩm thủy phân của hợp chất azol silan. Đối với sản phẩm thủy phân thu được, thử nghiệm đánh giá (g) đặc tính liên kết được thực hiện.

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 3-2:

Dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý B) được điều chế theo cách giống như trong ví dụ 3-1 ngoại trừ việc sử dụng “3-amino-5-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol” thay vì “3-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol”.

Đối với dung dịch xử lý B, khẳng định được rằng nhóm metoxysilyl của hợp chất azol silan đã được thủy phân thành nhóm hydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện.

Sau đó, thành phần dễ bay hơi trong dung dịch xử lý B bị loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được sản phẩm thủy phân của hợp chất azol silan. Đối với sản phẩm thủy phân thu được, thử nghiệm đánh giá (g) đặc tính liên kết được thực hiện.

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 3-3:

Dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý C) được điều chế theo cách giống như trong ví dụ 3-1 ngoại trừ việc sử dụng “3-amino-5-[6-(trimetoxysilyl)hexylthio]-1,2,4-triazol” thay vì “3-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol”.

Đối với dung dịch xử lý C, khẳng định được rằng nhóm metoxysilyl của hợp chất azol silan đã được thủy phân thành nhóm hydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện.

Sau đó, thành phần dễ bay hơi trong dung dịch xử lý C bị loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được sản phẩm thủy phân của hợp chất azol silan. Đối với sản phẩm thủy phân thu được, thử nghiệm đánh giá (g) đặc tính liên kết được thực hiện.

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ 3-4:

Dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý D) được điều chế theo cách giống như trong ví dụ 3-1 ngoại trừ việc sử dụng “5-metyl-2-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,3,4-thiadiazol” thay vì “3-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol”.

Đối với dung dịch xử lý D, khẳng định được rằng nhóm metoxysilyl của hợp chất azol silan đã được thủy phân thành nhóm hydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện.

Sau đó, thành phần dễ bay hơi trong dung dịch xử lý D bị loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được sản phẩm thủy phân của hợp chất azol silan. Đối với sản phẩm thủy phân thu được, thử nghiệm đánh giá (g) đặc tính liên kết được thực hiện.

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ so sánh 3-1:

Dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý E) được điều chế theo cách giống như trong ví dụ 3-1 ngoại trừ việc sử dụng “hợp chất imidazol silan” thay vì “3-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol”.

Đối với dung dịch xử lý E, khẳng định được rằng nhóm metoxysilyl của imidazol silan đã được thủy phân thành nhóm hydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện.

Sau đó, thành phần dễ bay hơi trong dung dịch xử lý E bị loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được sản phẩm thủy phân của hợp chất imidazol silan. Đối với sản phẩm thủy phân thu được, thử nghiệm đánh giá (g) đặc tính liên kết được thực hiện.

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ so sánh 3-2:

Dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý F) được điều chế theo cách giống như trong ví dụ 3-1 ngoại trừ việc sử dụng “3-aminopropyltrimetoxysilan” thay vì “3-[3-(trimetoxysilyl)propylthio]-1,2,4-triazol”.

Đối với dung dịch xử lý F, khẳng định được rằng nhóm metoxysilyl của 3-aminopropyltrimetoxysilan đã được thủy phân thành nhóm hydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện.

Sau đó, thành phần dễ bay hơi trong dung dịch xử lý F bị loại bỏ dưới áp suất giảm

để thu được sản phẩm thủy phân của 3-aminopropyltrimetoxysilan. Đối với sản phẩm thủy phân thu được, thử nghiệm đánh giá (g) về đặc tính liên kết được thực hiện.

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 2.

Ví dụ so sánh 3-3:

Nếu không sử dụng chất liên kết silan, 200g etylen glycol monobutyl ete và 790g của nước được trộn lẫn, sau đó là khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 2 giờ, để điều chế dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý G).

Đối với dung dịch xử lý (G), các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện và các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 2.

Ngoài ra, thử nghiệm đánh giá (g) đặc tính liên kết được thực hiện mà không cần bổ sung bất kỳ thứ gì vào chất chịu hàn. Kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2

Thử nghiệm đánh giá đặc tính liên kết									
		(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	
		Độ bền bong tróc (kN/m)		Mức độ hư hại màng phủ	Độ bền bong tróc (kN/m)				
Ví dụ	3-1	Dung dịch xử lý A	0,84	0,66	A	0,56	0,71	0,70	0,75
	3-2	Dung dịch xử lý B	0,83	0,71	A	0,52	0,69	0,70	0,79
	3-3	Dung dịch xử lý C	0,75	0,50	B	0,44	0,61	0,55	0,71
	3-4	Dung dịch xử lý D	0,61	0,44	C	0,40	0,49	0,47	0,55
Ví dụ so sánh	3-1	Dung dịch xử lý E	0,13	0,11	F	0,11	0,12	0,12	0,12
	3-2	Dung dịch xử lý F	0,11	0,15	F	0,12	0,11	0,10	0,15
	3-3	Dung dịch xử lý G	0,13	0,22	F	0,10	0,14	0,14	0,15

Thử nghiệm đánh giá nhóm thứ hai: Dung dịch xử lý bề mặt chứa hợp chất azol silan có công thức hóa học (IV-1))

Các vật liệu thô chính được sử dụng trong thử nghiệm đánh giá nhóm thứ hai là như sau.

Vật liệu thô chính

- 2,2'-Dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-imidazol} (xem Ví dụ 2-1)
- 3,3'-Dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,4-triazol} (xem Ví dụ 2-5)
- 3,3'-Dithiobis{5-amino-1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,4-triazol} (xem Ví dụ 2-7)
- 4,4'-Dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,3-triazol} (xem Ví dụ 2-9)
- Hợp chất imidazol silan (giống như được mô tả ở trên)
- 3-aminopropyltrimetoxysilan (giống như được mô tả ở trên)
- Etylen glycol monobutyl ete (giống như được mô tả ở trên)
- Chất chịu hàn (giống như được mô tả ở trên)

Ví dụ 4-1:

Bổ sung 200g etylen glycol monobutyl ete và sau đó 790g nước vào 10g 2,2'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-imidazol} làm thành phần chất liên kết silan, sau đó là khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng thời gian 2 giờ, để điều chế dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý H).

Đối với dung dịch xử lý H, khẳng định được rằng nhóm metoxysilyl của hợp chất azol silan đã được thủy phân thành nhóm hydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện.

Sau đó, thành phần dễ bay hơi trong dung dịch xử lý H bị loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được sản phẩm thủy phân của hợp chất azol silan. Đối với sản phẩm thủy phân thu được, thử nghiệm đánh giá (g) đặc tính liên kết được thực hiện.

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ 4-2:

Dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý J) được điều chế theo cách giống như trong ví dụ 4-1 ngoại trừ việc sử dụng “3,3'-dithiobis{1-[3-

(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,4-triazol}” thay vì “2,2'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-imidazol}”.

Đối với dung dịch xử lý J, khẳng định được rằng nhóm metoxysilyl của hợp chất azol silan đã được thủy phân thành nhóm hydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện.

Sau đó, thành phần dễ bay hơi trong dung dịch xử lý J bị loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được sản phẩm thủy phân của hợp chất azol silan. Đối với sản phẩm thủy phân thu được, thử nghiệm đánh giá (g) về đặc tính liên kết được thực hiện.

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ 4-3:

Dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý K) được điều chế theo cách giống như trong ví dụ 4-1 ngoại trừ việc sử dụng “3,3'-dithiobis{5-amino-1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,4-triazol}” thay vì “2,2'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-imidazol}”.

Đối với dung dịch xử lý K, khẳng định được rằng nhóm metoxysilyl của hợp chất azol silan đã được thủy phân thành nhóm hydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện.

Sau đó, thành phần dễ bay hơi trong dung dịch xử lý K bị loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được sản phẩm thủy phân của hợp chất azol silan. Đối với sản phẩm thủy phân thu được, thử nghiệm đánh giá (g) đặc tính liên kết được thực hiện.

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ 4-4:

Dung dịch xử lý bề mặt (sau đây được gọi là dung dịch xử lý L) được điều chế theo cách giống như trong ví dụ 4-1 ngoại trừ việc sử dụng “4,4'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-1,2,3-triazol}” thay vì “2,2'-dithiobis{1-[3-(trimetoxysilyl)propylcarbamoyl]-1H-imidazol}”.

Đối với dung dịch xử lý L, khẳng định được rằng nhóm metoxysilyl của hợp chất azol silan đã được thủy phân thành nhóm hydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá từ (a) đến (f) đặc tính liên kết được thực hiện.

Sau đó, thành phần dễ bay hơi trong dung dịch xử lý L bị loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được sản phẩm thủy phân của hợp chất azol silan. Đối với sản phẩm thủy

phân thu được, thử nghiệm đánh giá (g) về đặc tính liên kết được thực hiện.

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ 4-5:

Thử nghiệm đánh giá (a) về đặc tính liên kết được thực hiện theo cách giống như trong ví dụ 4-1 ngoại trừ trước khi xử lý bề mặt lá đồng bằng Dung dịch xử lý H, lá đồng được ngâm (nhiệt độ trong phòng/30 giây.) trong dung dịch đồng axetat 3% chứa nước, được rửa với nước và được làm khô (100°C/1 phút.).

Kết quả thu được thu được như được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ 4-6:

Các thử nghiệm đánh giá (a) và (c) về đặc tính liên kết được thực hiện theo cách giống như trong ví dụ 4-1 ngoại trừ sau khi xử lý bề mặt lá đồng with Dung dịch xử lý H, lá đồng được ngâm (nhiệt độ trong phòng/1 phút.) dung dịch axit axetic 10% chứa nước, được rửa với nước và được làm khô (100°C/1 phút.).

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ so sánh 4-1:

Dữ liệu thử nghiệm của Ví dụ so sánh 3-1 được kết hợp và được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ so sánh 4-2:

Dữ liệu thử nghiệm của Ví dụ so sánh 3-2 được kết hợp và được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ so sánh 4-3:

Dữ liệu thử nghiệm của Ví dụ so sánh 3-3 được kết hợp và được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ so sánh 4-4:

Thử nghiệm đánh giá (a) về đặc tính liên kết được thực hiện theo cách giống như trong ví dụ so sánh 3-3 ngoại trừ trước khi xử lý bề mặt lá đồng bằng dung dịch xử lý G, lá đồng được ngâm (nhiệt độ trong phòng/30 giây.) trong dung dịch đồng axetat 3% chứa nước, được rửa với nước và được làm khô (100°C/1 phút.).

Kết quả thu được thu được như được thể hiện trong bảng 3.

Ví dụ so sánh 4-5:

Các thử nghiệm đánh giá (a) và (c) về đặc tính liên kết được thực hiện theo cách

giống như trong ví dụ so sánh 3-3 ngoại trừ sau khi xử lý bề mặt lá đồng bằng dung dịch xử lý G, lá đồng được ngâm (nhiệt độ trong phòng/1 phút.) dung dịch axit axetic 10% chứa nước, được rửa với nước và được làm khô (100°C/1 phút.).

Các kết quả thử nghiệm thu được như được thể hiện trong bảng 3.

Bảng 3

		(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	
		Độ bền bong tróc (kN/m)		Mức độ hư hại của màng phủ	Độ bền bong tróc (kN/m)				
Ví dụ	4-1	Dung dịch xử lý H	0,43	0,40	C	0,31	0,66	0,62	0,72
	4-2	Dung dịch xử lý J	0,83	0,71	A	0,55	0,70	0,66	0,81
	4-3	Dung dịch xử lý K	0,75	0,50	B	0,51	0,58	0,59	0,70
	4-4	Dung dịch xử lý L	0,61	0,44	C	0,38	0,51	0,48	0,61
	4-5	Dung dịch xử lý H	0,48						
	4-6	Dung dịch xử lý H	0,44		B				
Ví dụ so sánh	4-1	Dung dịch xử lý E	0,13	0,11	F	0,11	0,12	0,12	0,12
	4-2	Dung dịch xử lý F	0,11	0,15	F	0,12	0,11	0,10	0,15
	4-3	Dung dịch xử lý G	0,13	0,22	F	0,10	0,14	0,14	0,15
	4-4	Dung dịch xử lý G	0,13						
	4-5	Dung dịch xử lý G	0,13		F				

Mặc dù sáng chế đã được mô tả chi tiết và bằng cách tham chiếu đến các phương án cụ thể, sáng chế này là rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này mà có thể có thêm các sự thay đổi và các cải biến khác mà không vượt quá phạm vi của sáng chế. Sáng chế này được hưởng quyền ưu tiên của đơn patent Nhật Bản (Số 2013-138541) nộp ngày mùng 2 tháng Bảy, 2013, đơn patent Nhật Bản (Số 2013-175314) nộp ngày 27 tháng Tám, 2013, đơn patent Nhật Bản (Số 2013-206978) nộp ngày 2 tháng Mười, 2013, và đơn patent Nhật Bản (Số 2013-266400) nộp ngày 25 tháng Mười Hai, 2013, và nội dung của chúng được kết hợp trong bản mô tả này bằng cách viện dẫn.

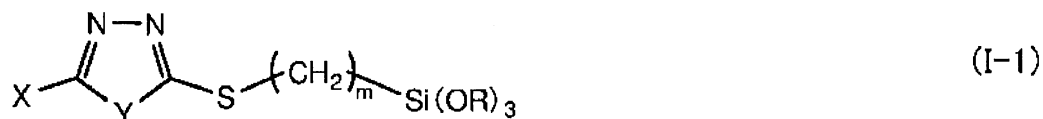
Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Do hợp chất azol silan theo sáng chế có thể tạo ra chất liên kết silan mà có chức năng ngăn chặn kim loại khỏi sự ăn mòn, mà là đặc trưng của hợp chất azol, và chức năng lưu hóa nhựa epoxy hoặc nhựa uretan được bổ sung, nó được mong đợi để dùng trong vật liệu hỗn hợp như bảng dây mạch in được tạo ra bằng cách kết hợp số lượng lớn các loại vật liệu khác nhau.

Theo sáng chế, do đặc tính liên kết (đặc tính bám dính) của kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa có thể được đảm bảo đầy đủ, bề mặt của vật liệu nền có thể được duy trì ở trạng thái trơn nhẵn mà không làm nhám nó. Do đó, sáng chế có thể góp phần lớn vào việc thực hiện thu nhỏ kích thước, giảm độ dày, tần suất lớn hơn, mật độ lớn hơn, hoặc các yếu tố tương tự trong bảng dây mạch in đa lớp sao cho khả năng áp dụng công nghiệp lớn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

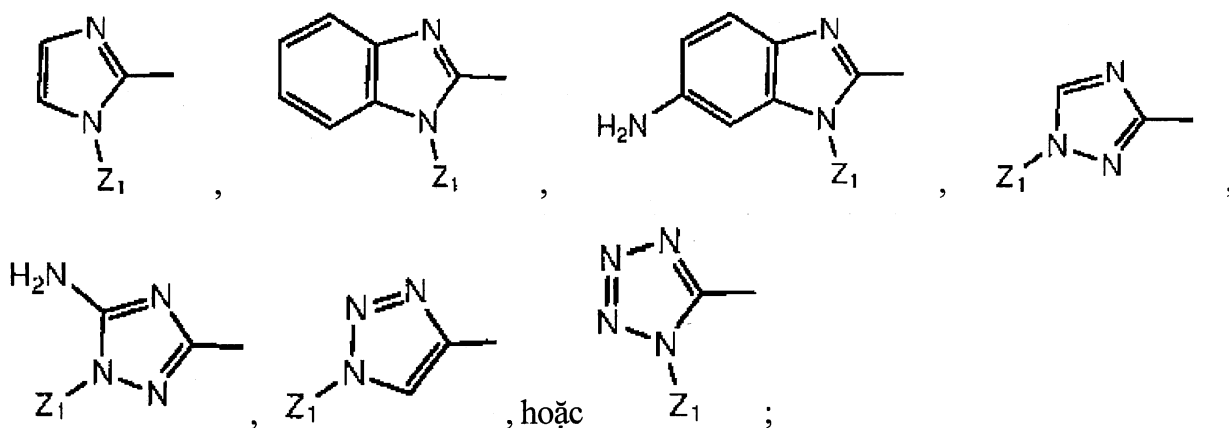
1. Hợp chất azol silan có công thức hóa học (I-1) hoặc (II-1) sau đây:



trong công thức (I-1), X là nguyên tử hydro, -CH₃, -NH₂, -SH, hoặc -SCH₃; Y là -NH;
R là -CH₃ hoặc -CH₂CH₃; và m là số nguyên từ 1 đến 12;



trong công thức (II-1), A₁ là

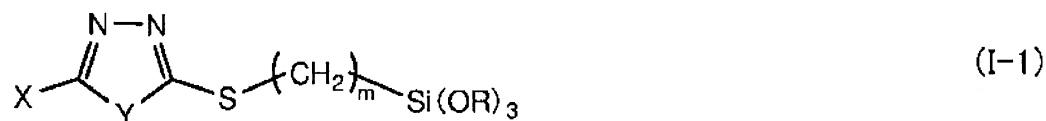


Z₁ là -CO-NH-(CH₂)_m-Si(OR)₃;

R là -CH₃ hoặc -CH₂CH₃; và

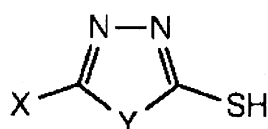
m là số nguyên từ 1 đến 12.

2. Phương pháp tổng hợp hợp chất azol silan có công thức hóa học (I-1) sau đây:



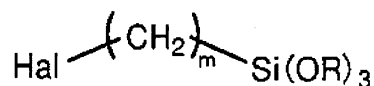
trong công thức (I-1), X là nguyên tử hydro, -CH₃, -NH₂, -SH hoặc -SCH₃; Y là -NH;
R là -CH₃ hoặc -CH₂CH₃; và m là số nguyên từ 1 đến 12;

trong đó phương pháp tổng hợp bao gồm cho hợp chất azol có công thức hóa học (I-2) sau đây phản ứng với hợp chất alkylsilan được halogen hóa có công thức hóa học (I-3) sau đây với sự có mặt của tác nhân khử hydro halogenua:



(I-2)

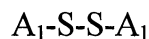
trong công thức (I-2), X là nguyên tử hydro, $-\text{CH}_3$, $-\text{NH}_2$, $-\text{SH}$ hoặc $-\text{SCH}_3$; và Y là $-\text{NH}-$;



(I-3)

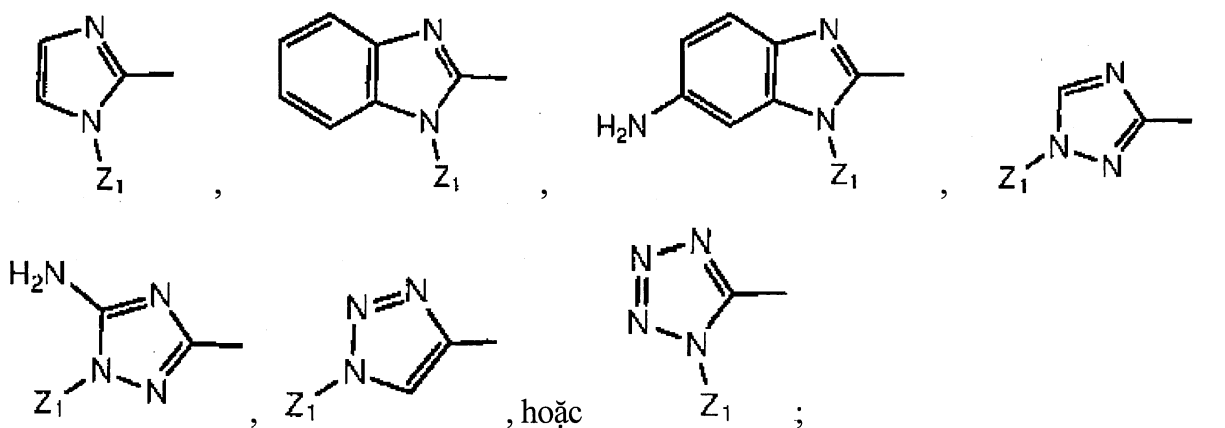
trong công thức (I-3), R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$, m là số nguyên từ 1 đến 12; và Hal là nguyên tử clo, nguyên tử brom hoặc nguyên tử iot.

3. Phương pháp tổng hợp hợp chất azol silan có công thức hóa học (II-1) sau đây:



(II-1)

trong công thức (II-1), A_1 là

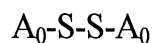


Z_1 là $-\text{CO-NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})_3$;

R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$; và

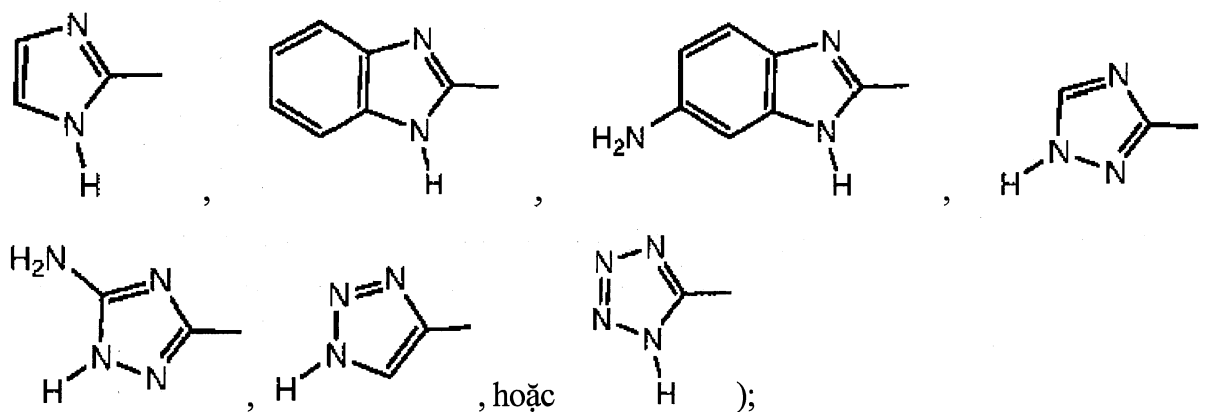
m là số nguyên từ 1 đến 12;

trong đó phương pháp tổng hợp bao gồm cho hợp chất azol có công thức hóa học (II-2) sau đây phản ứng với hợp chất isoxyanatoalkylsilan có công thức hóa học (II-3) sau đây:



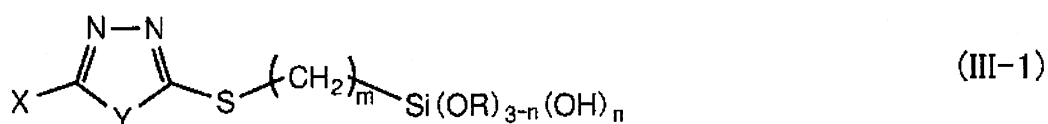
(II-2)

trong công thức (II-2), A_0 là



trong công thức (II-3), R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$, và m là số nguyên từ 1 đến 12.

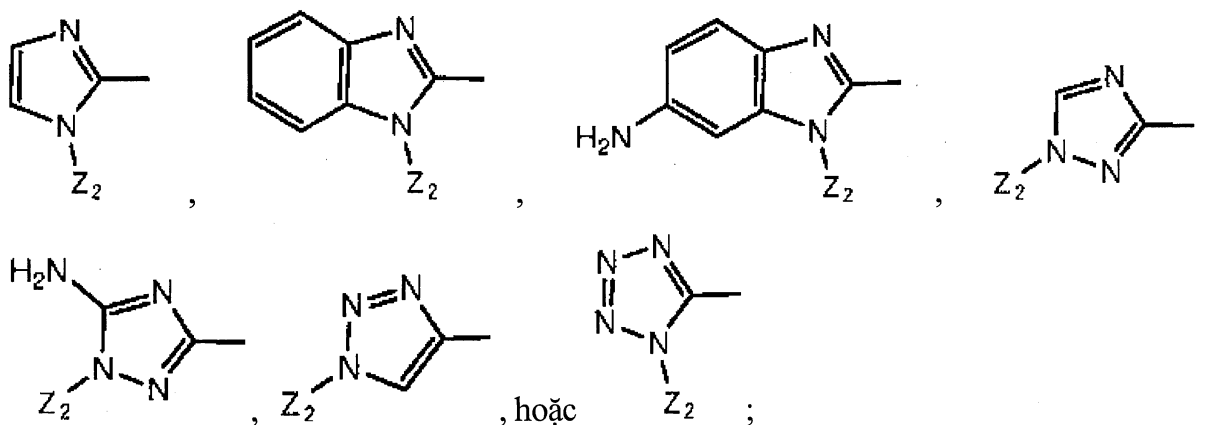
4. Chất liên kết silan bao gồm hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1) hoặc (IV-1) sau đây dưới dạng thành phần:



trong công thức (III-1), X là nguyên tử hydro, $-\text{CH}_3$, $-\text{NH}_2$, $-\text{SH}$ hoặc $-\text{SCH}_3$; Y là $-\text{NH}_2$; R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$, m là số nguyên từ 1 đến 12; và n là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3;



trong công thức (IV-1), A_2 là



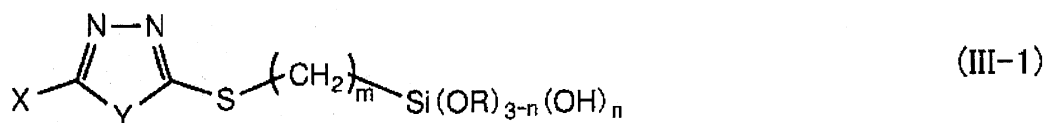
Z_2 là $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})_{3-n}(\text{OH})_n$;

R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$;

m là số nguyên từ 1 đến 12; và

n là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3.

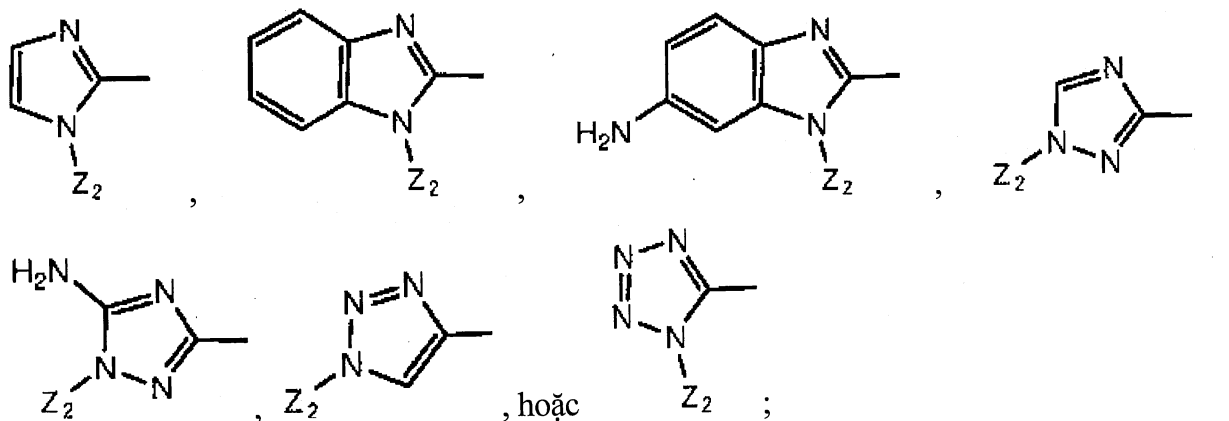
5. Dung dịch xử lý bề mặt bao gồm hợp chất azol silan có công thức hóa học (III-1) hoặc (IV-1) sau đây:



trong công thức (III-1), X là nguyên tử hydro, $-\text{CH}_3$, $-\text{NH}_2$, $-\text{SH}$ hoặc $-\text{SCH}_3$; Y là $-\text{NH}-$; R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$, m là số nguyên từ 1 đến 12; và n là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3;



trong công thức (IV-1), A_2 là



Z_2 là $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m-\text{Si}(\text{OR})_{3-n}(\text{OH})_n$;

R là $-\text{CH}_3$ hoặc $-\text{CH}_2\text{CH}_3$;

m là số nguyên từ 1 đến 12; và

n là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3.

6. Dung dịch xử lý bề mặt theo điểm 5, trong đó dung dịch xử lý bề mặt này được sử dụng để xử lý bề mặt của ít nhất một bề mặt được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa.

7. Dung dịch xử lý bề mặt theo điểm 5, trong đó dung dịch xử lý bề mặt này được sử dụng để liên kết ít nhất hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa.

8. Dung dịch xử lý bề mặt theo điểm 6 hoặc 7, trong đó kim loại là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có đồng, nhôm, titan, niken, thiếc, sắt, bạc, vàng, và các hợp kim của chúng.

9. Dung dịch xử lý bề mặt theo điểm 6 hoặc 7, trong đó kim loại là đồng hoặc hợp kim đồng.

10. Dung dịch xử lý bề mặt theo điểm 6 hoặc 7, trong đó vật liệu vô cơ là ít nhất một loại được

chọn từ nhóm gồm có silic, gốm và thủy tinh.

11. Dung dịch xử lý bề mặt theo điểm 10, trong đó gồm là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có nhôm oxit, cacbua silic, nhôm nitrit, silic nitrit, và bari titanat.

12. Dung dịch xử lý bề mặt theo điểm 6 hoặc 7, trong đó vật liệu nhựa là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy và nhựa polyimit.

13. Phương pháp xử lý bề mặt kim loại, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 5 tiếp xúc với bề mặt kim loại.

14. Phương pháp xử lý bề mặt kim loại theo điểm 13, trong đó kim loại là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có đồng, nhôm, titan, niken, thiếc, sắt, bạc, vàng, và các hợp kim của chúng.

15. Phương pháp xử lý bề mặt kim loại theo điểm 13, trong đó kim loại là đồng hoặc hợp kim đồng.

16. Phương pháp xử lý bề mặt kim loại theo điểm 15, trong đó trước khi đưa dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng, dung dịch nước chứa ion đồng được đưa vào tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng.

17. Phương pháp xử lý bề mặt kim loại theo điểm 15 hoặc 16, trong đó sau khi đưa dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng, dung dịch nước có tính axit hoặc dung dịch nước có tính bazơ được đưa vào tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng.

18. Phương pháp xử lý bề mặt vật liệu vô cơ, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 5 vào tiếp xúc với bề mặt vật liệu vô cơ.

19. Phương pháp xử lý bề mặt vật liệu vô cơ theo điểm 18, trong đó vật liệu vô cơ là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có silic, gốm và thủy tinh.

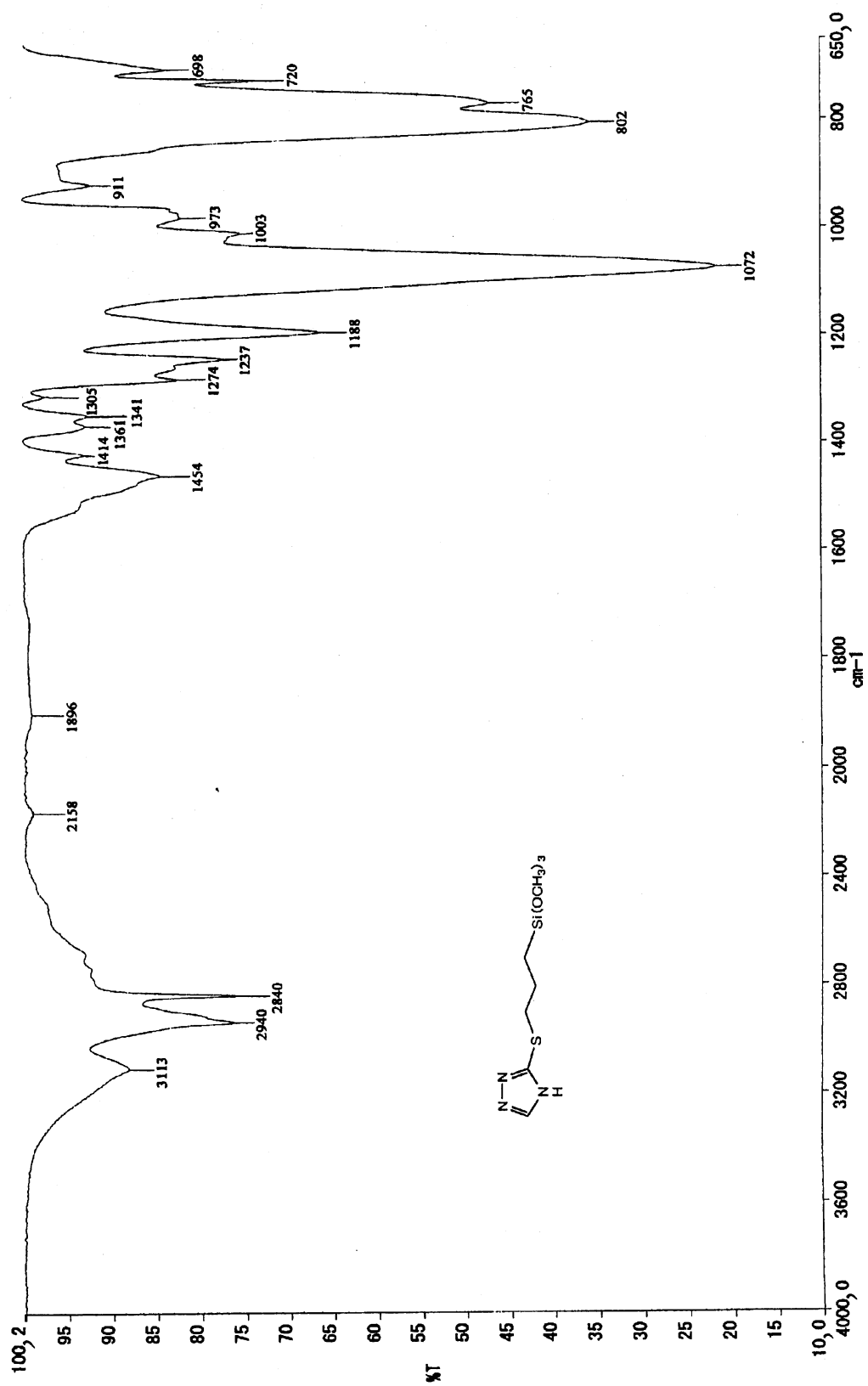
20. Phương pháp xử lý bề mặt vật liệu vô cơ theo điểm 19, trong đó gồm là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có nhôm oxit, cacbua silic, nhôm nitrit, silic nitrit, và bari titanat.

21. Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nhựa, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 5 tiếp xúc với bề mặt của vật liệu nhựa.

22. Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nhựa theo điểm 21, trong đó vật liệu nhựa là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy và nhựa polyimit.

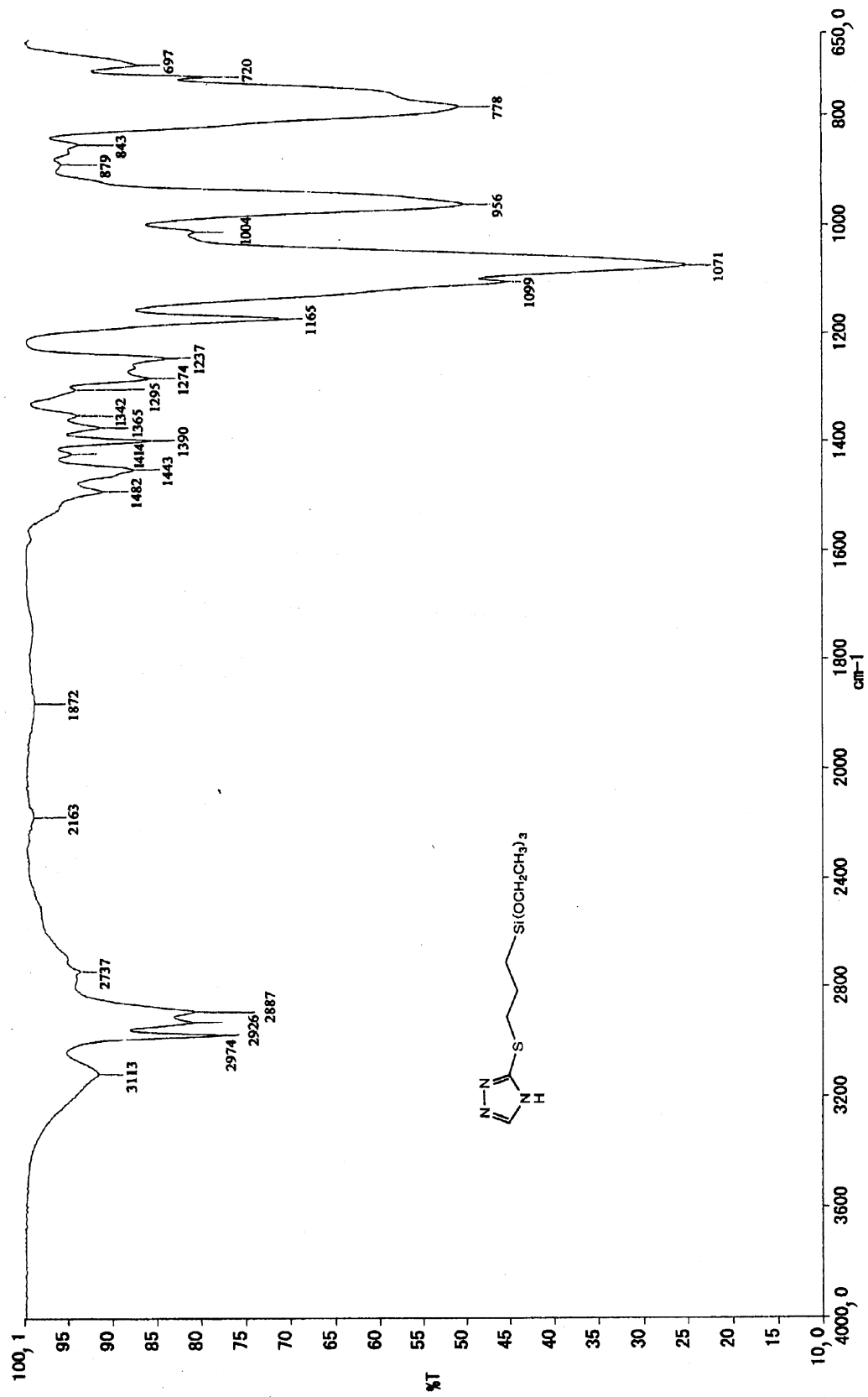
23. Phương pháp tạo liên kết giữa kim loại và vật liệu nhựa, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 5 tiếp xúc với ít nhất một trong số kim loại và vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học trên ít nhất một trong số kim loại và vật liệu nhựa, và liên kết kim loại và vật liệu nhựa với nhau nhờ màng hóa học.
24. Phương pháp tạo liên kết giữa vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 5 tiếp xúc với ít nhất một trong số vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học trên ít nhất một trong số kim loại vô cơ và vật liệu nhựa, và liên kết vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa với nhau nhờ màng hóa học.
25. Phương pháp tạo liên kết giữa kim loại và vật liệu vô cơ, bao gồm việc đưa dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 5 tiếp xúc với ít nhất một trong số kim loại và vật liệu vô cơ để tạo ra màng hóa học trên ít nhất một trong số kim loại và vật liệu vô cơ, và liên kết kim loại và vật liệu vô cơ với nhau nhờ màng hóa học.
26. Bảng dây mạch in, trong đó hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa được liên kết thông qua màng hóa học được tạo ra từ dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 5.
27. Thiết bị điện tử, trong đó hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa được liên kết thông qua màng hóa học được tạo ra từ dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 5.
28. Chế phẩm cách điện bao gồm chất liên kết silan theo điểm 4 và vật liệu nhựa hoặc vật liệu vô cơ.
29. Chế phẩm cách điện theo điểm 28, trong đó vật liệu nhựa là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy và nhựa polyimide.
30. Chế phẩm cách điện theo điểm 28, trong đó vật liệu vô cơ là ít nhất một loại được chọn từ nhóm gồm có silic, gốm và thủy tinh.
31. Vật liệu cách điện bao gồm chế phẩm cách điện theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 28 đến 30.
32. Bảng dây mạch in bao gồm lớp cách điện thu được từ chế phẩm cách điện theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 28 đến 30.
33. Thiết bị điện tử bao gồm lớp cách điện thu được từ chế phẩm cách điện theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 28 đến 30.

FIG.1



2/24

FIG.2



3/24

FIG.3

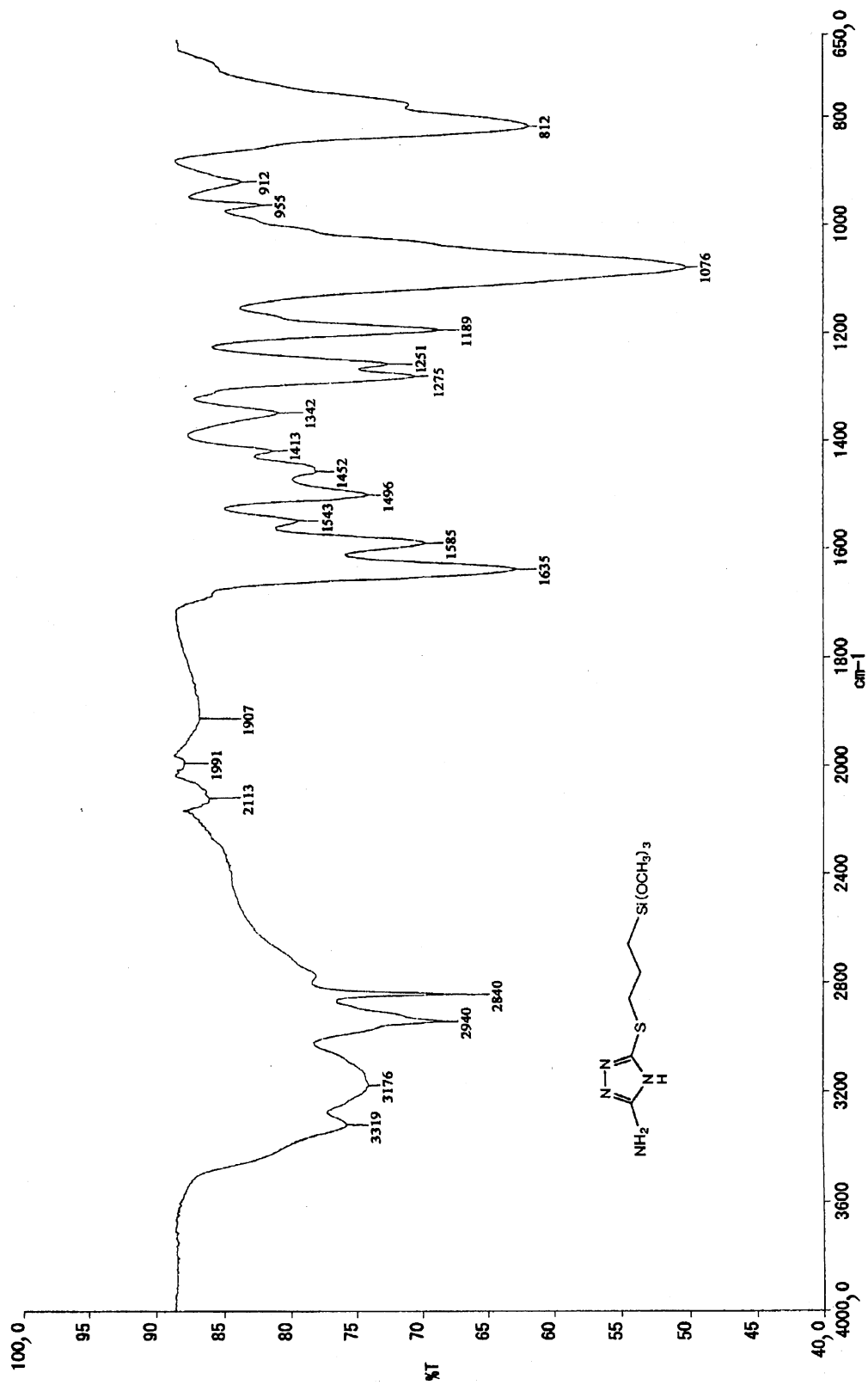
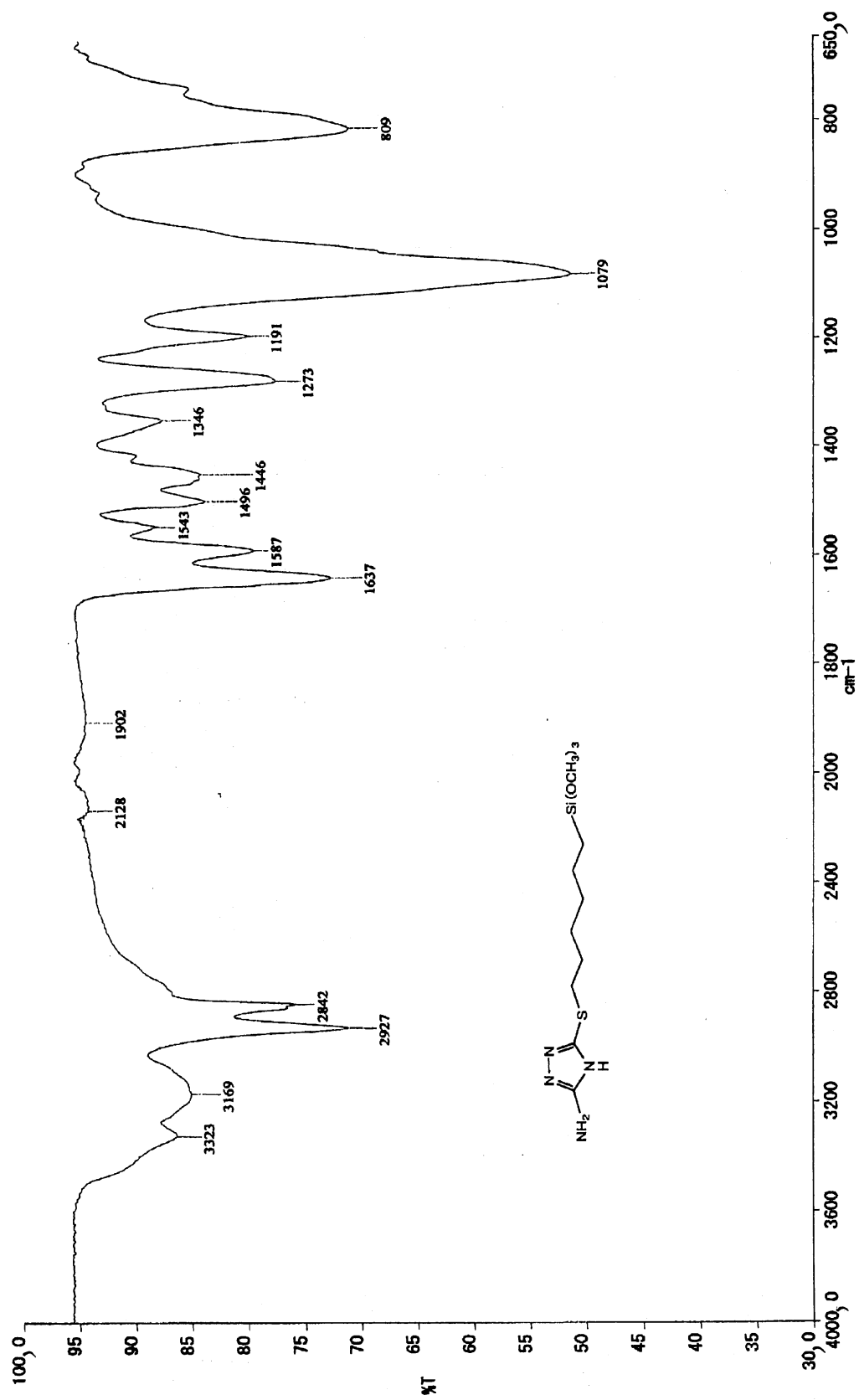
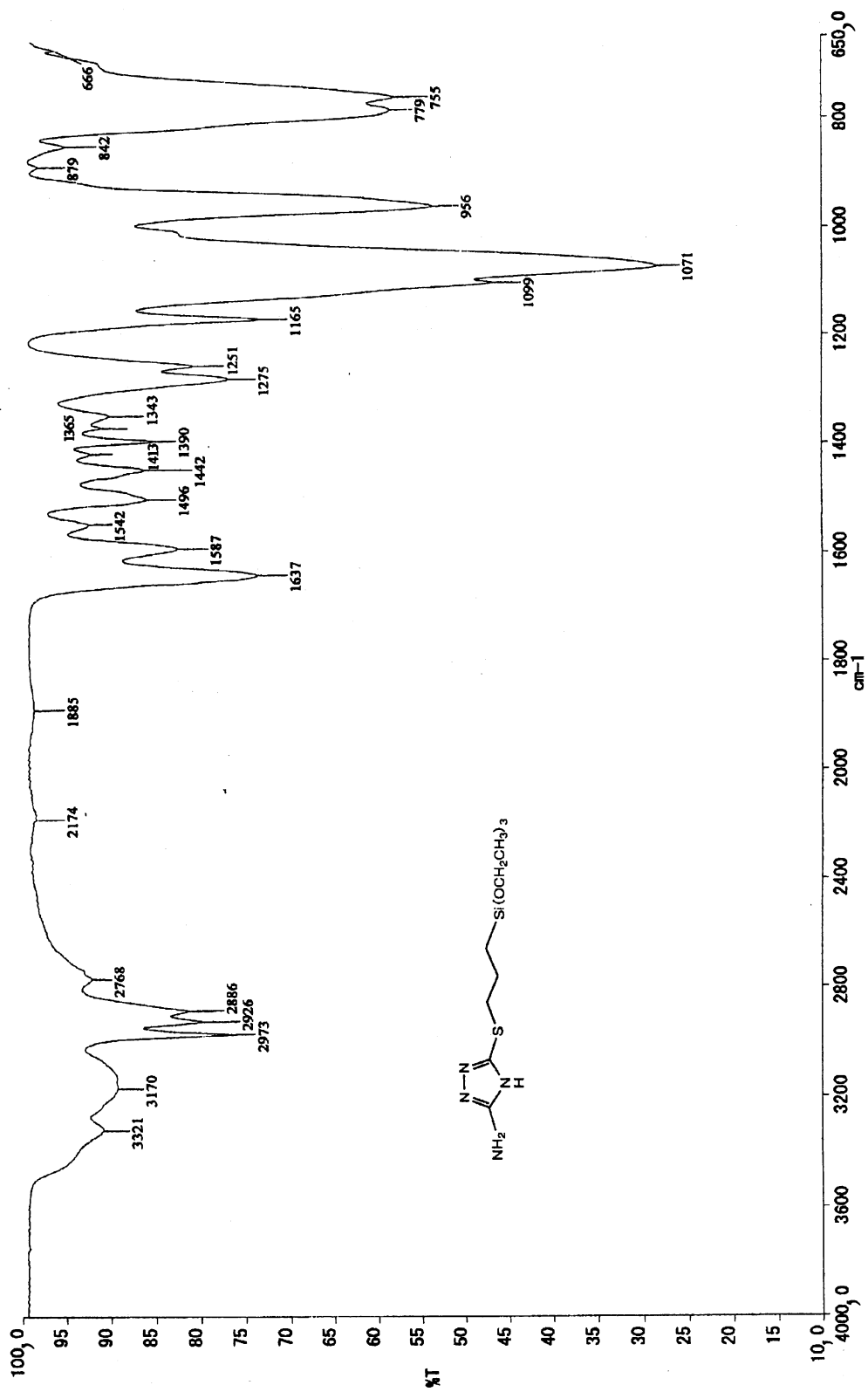


FIG.4



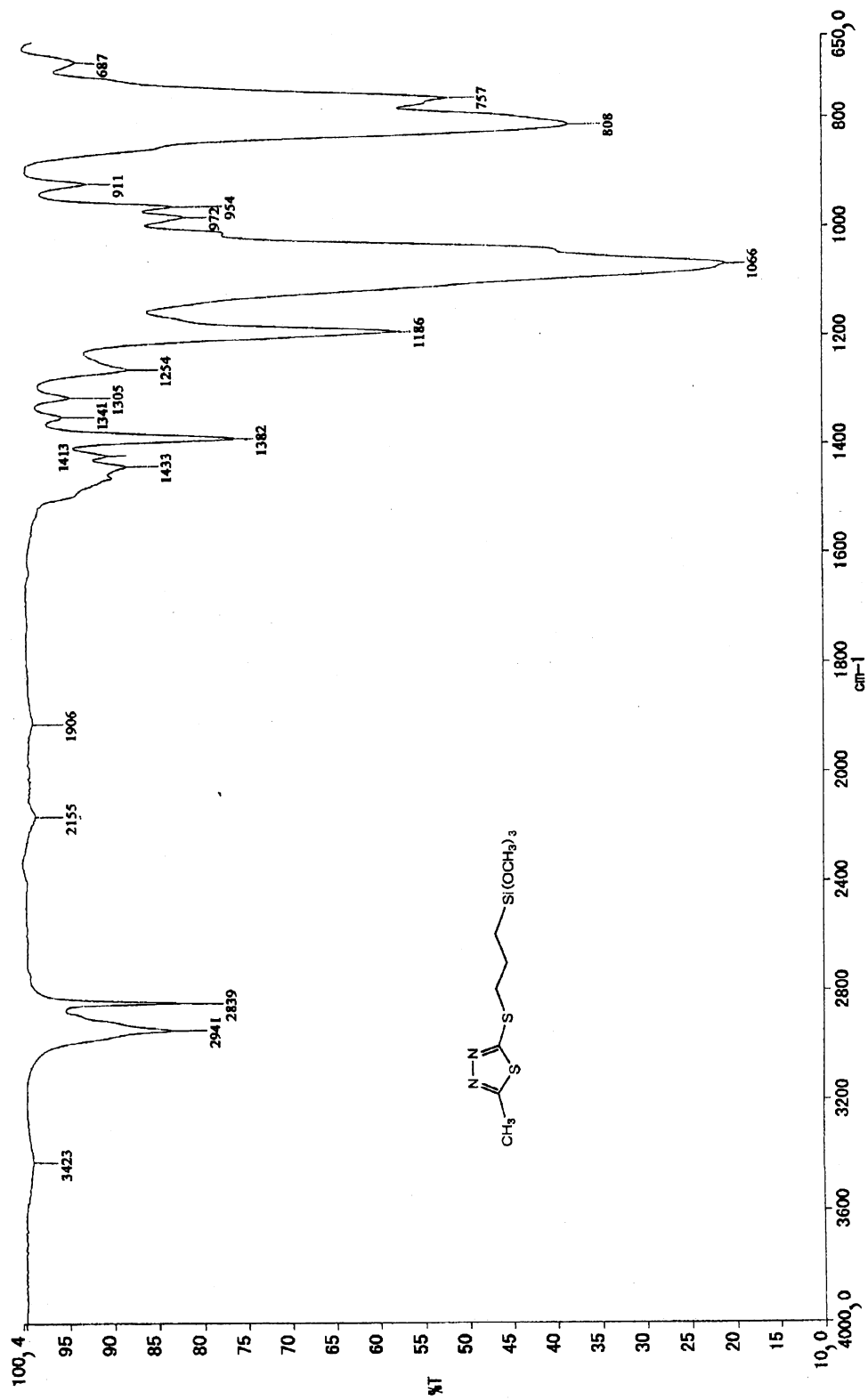
4/24

FIG.5



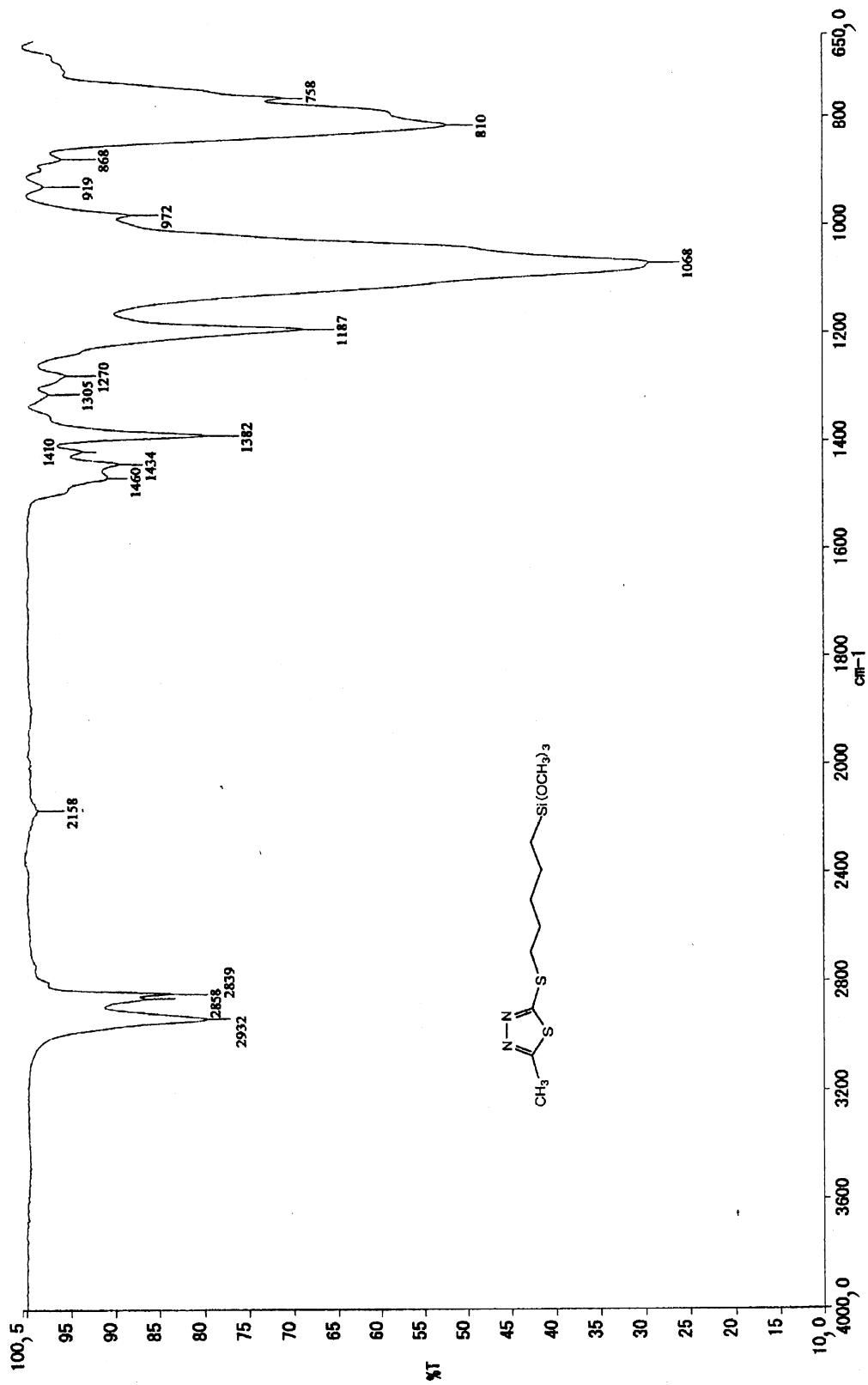
6/24

FIG.6



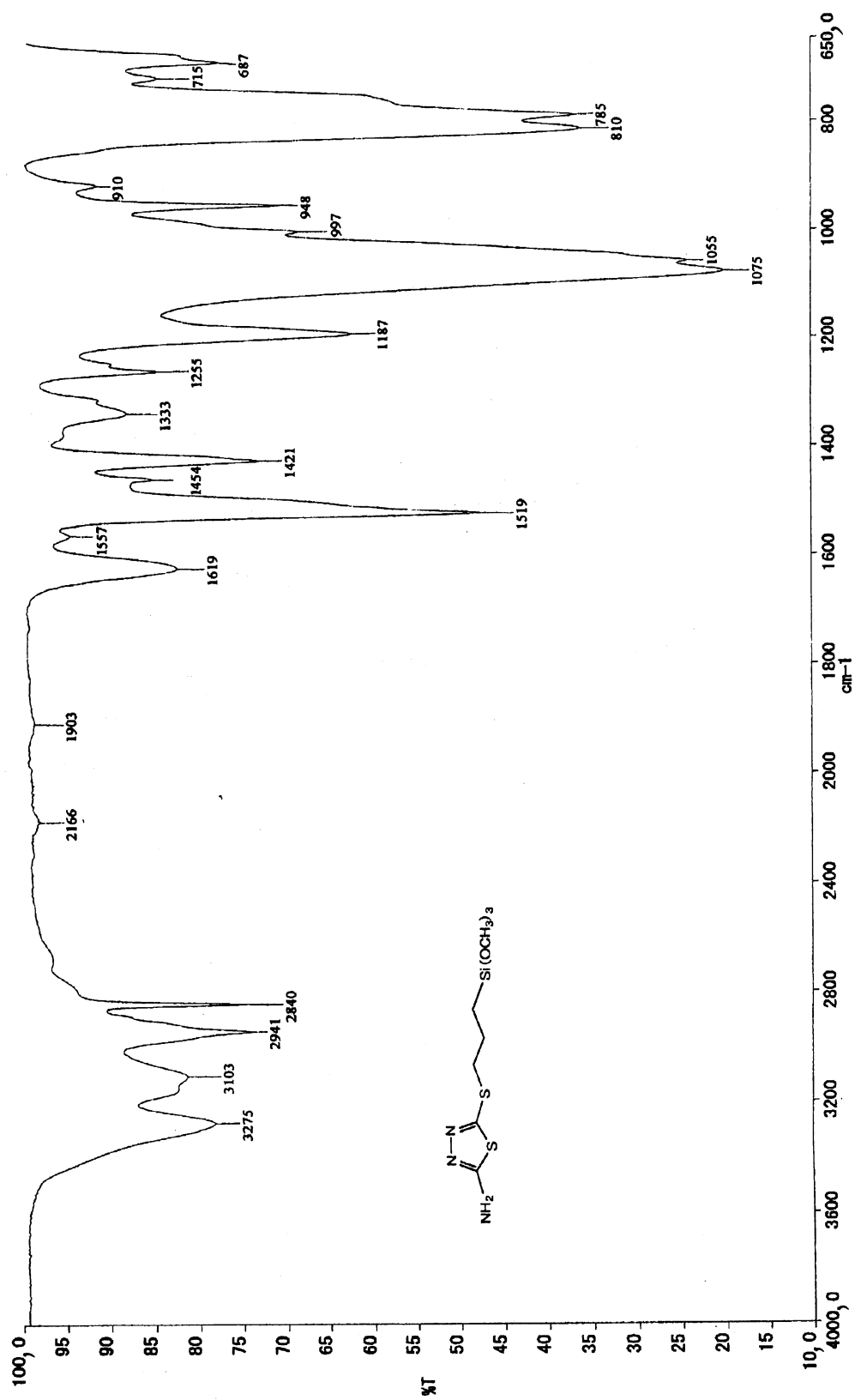
7/24

FIG.7



8/24

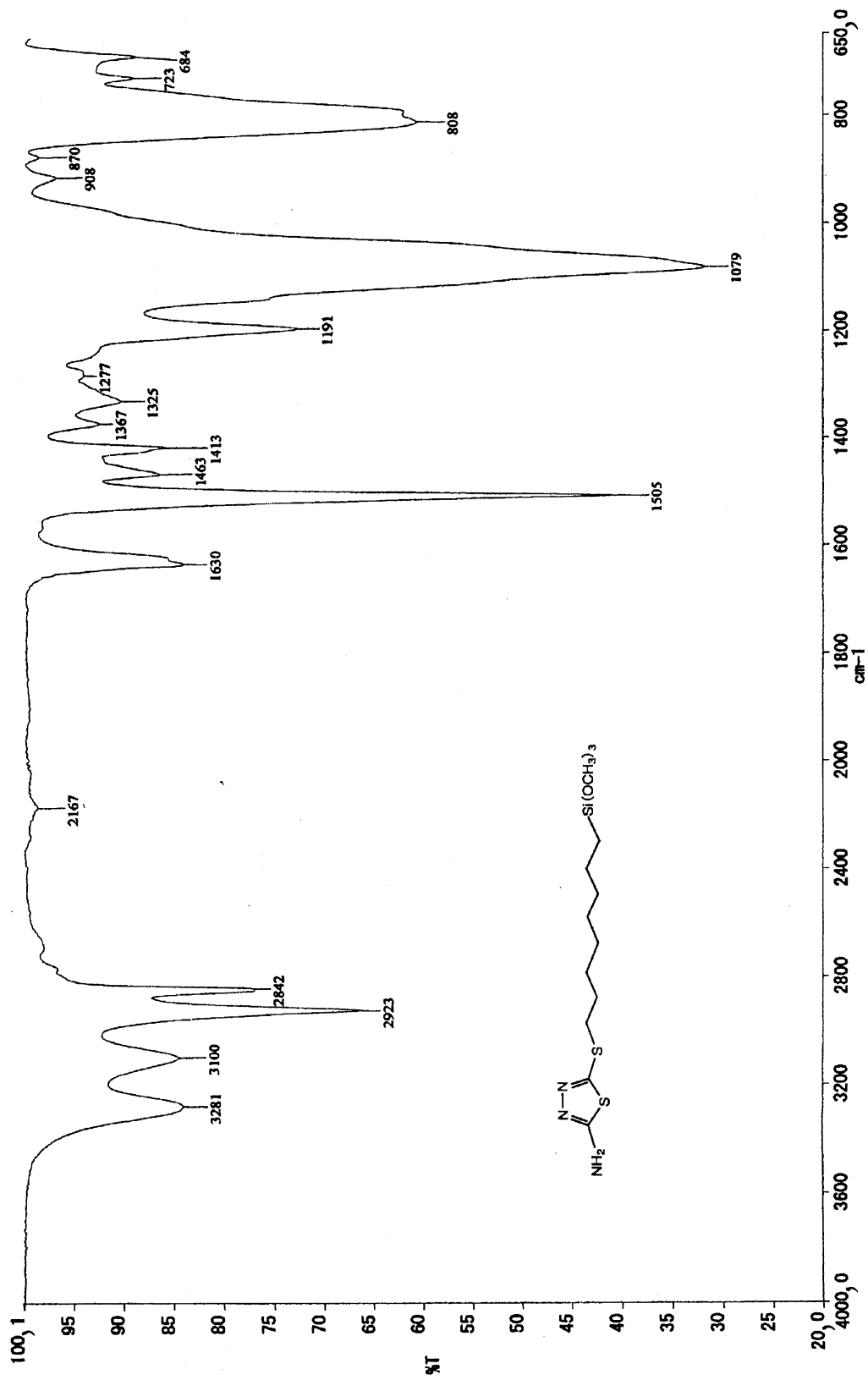
FIG.8



28079

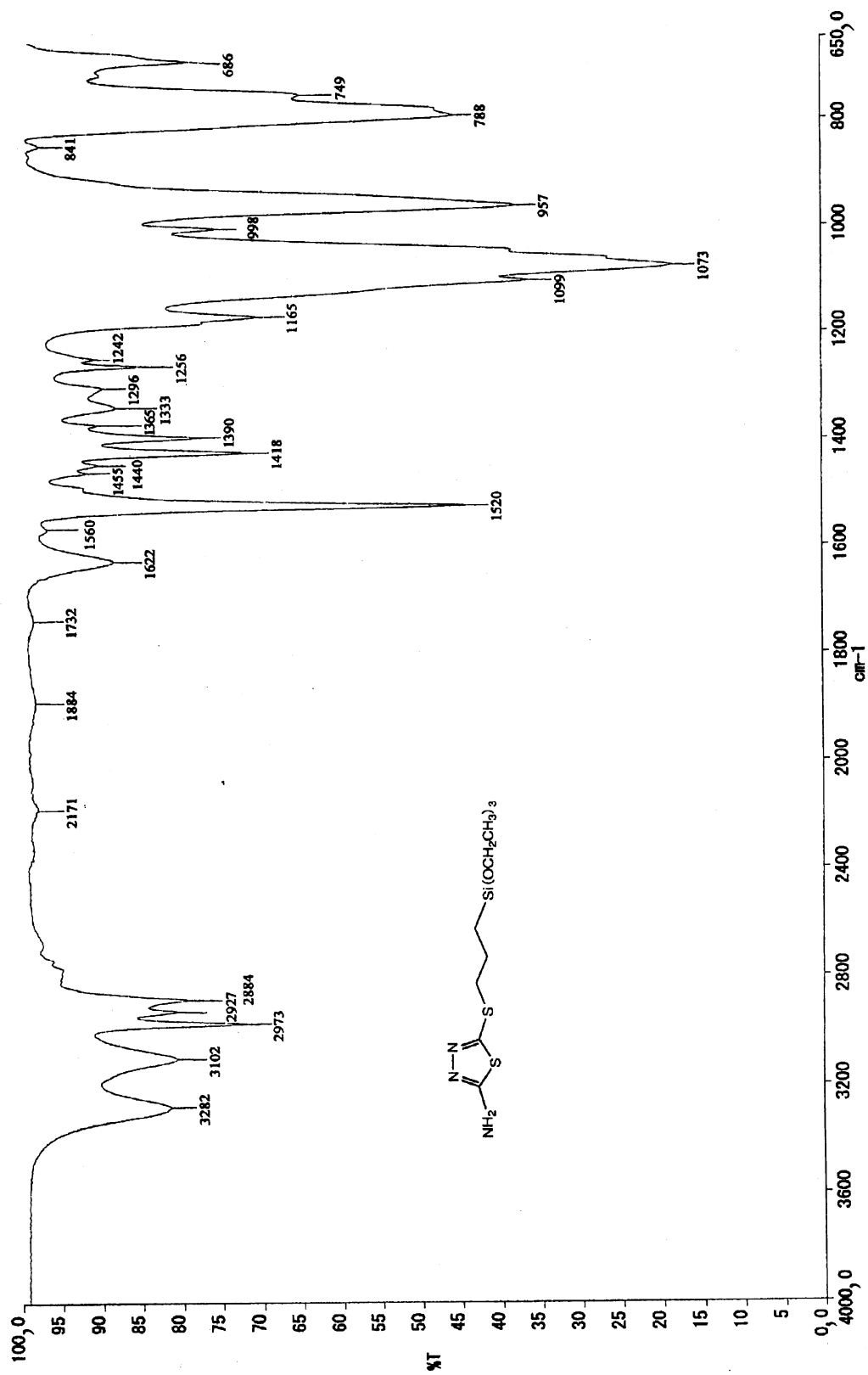
9/24

FIG.9



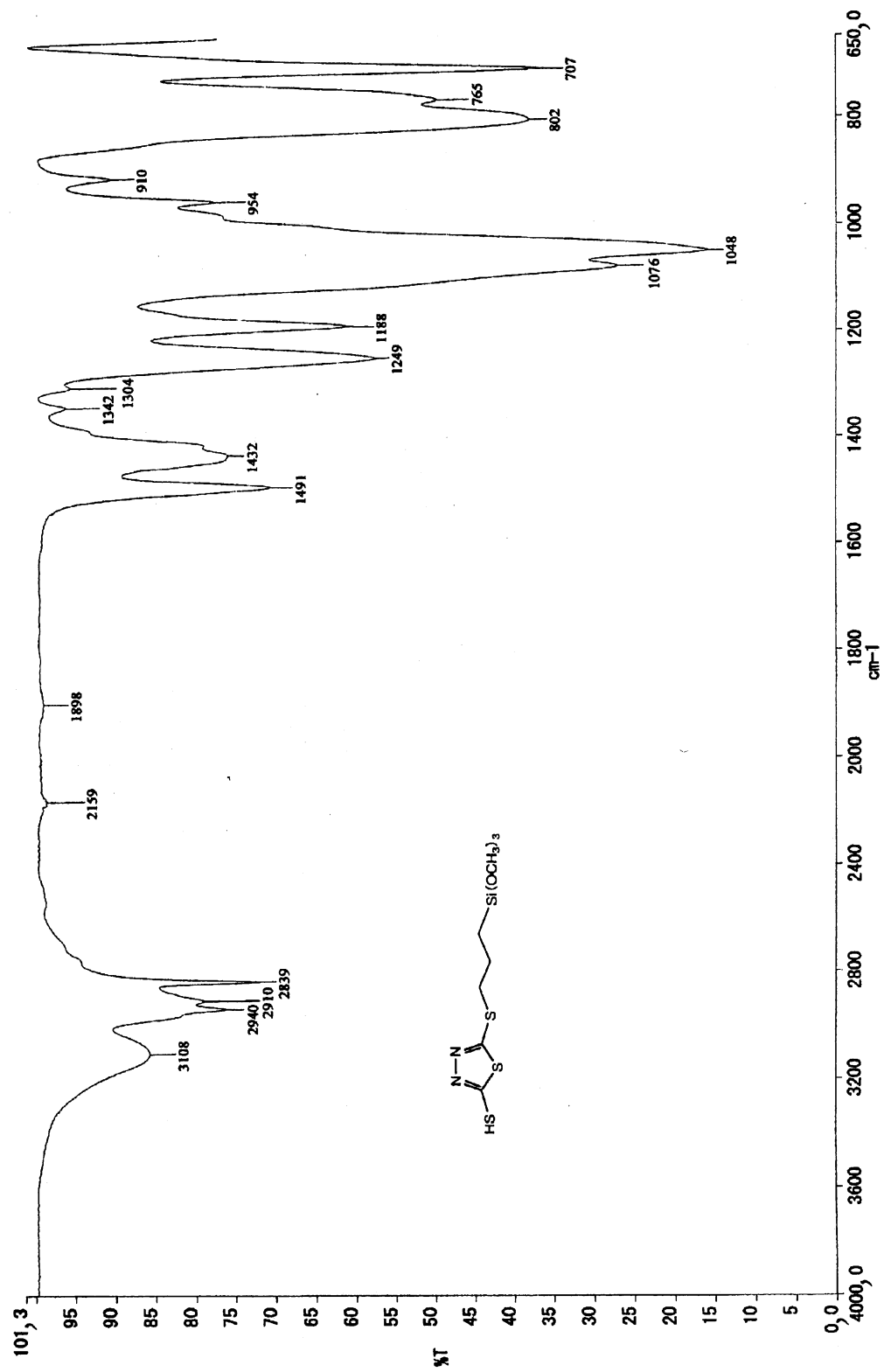
10/24

FIG.10



11/24

FIG.11



12/24

FIG.12

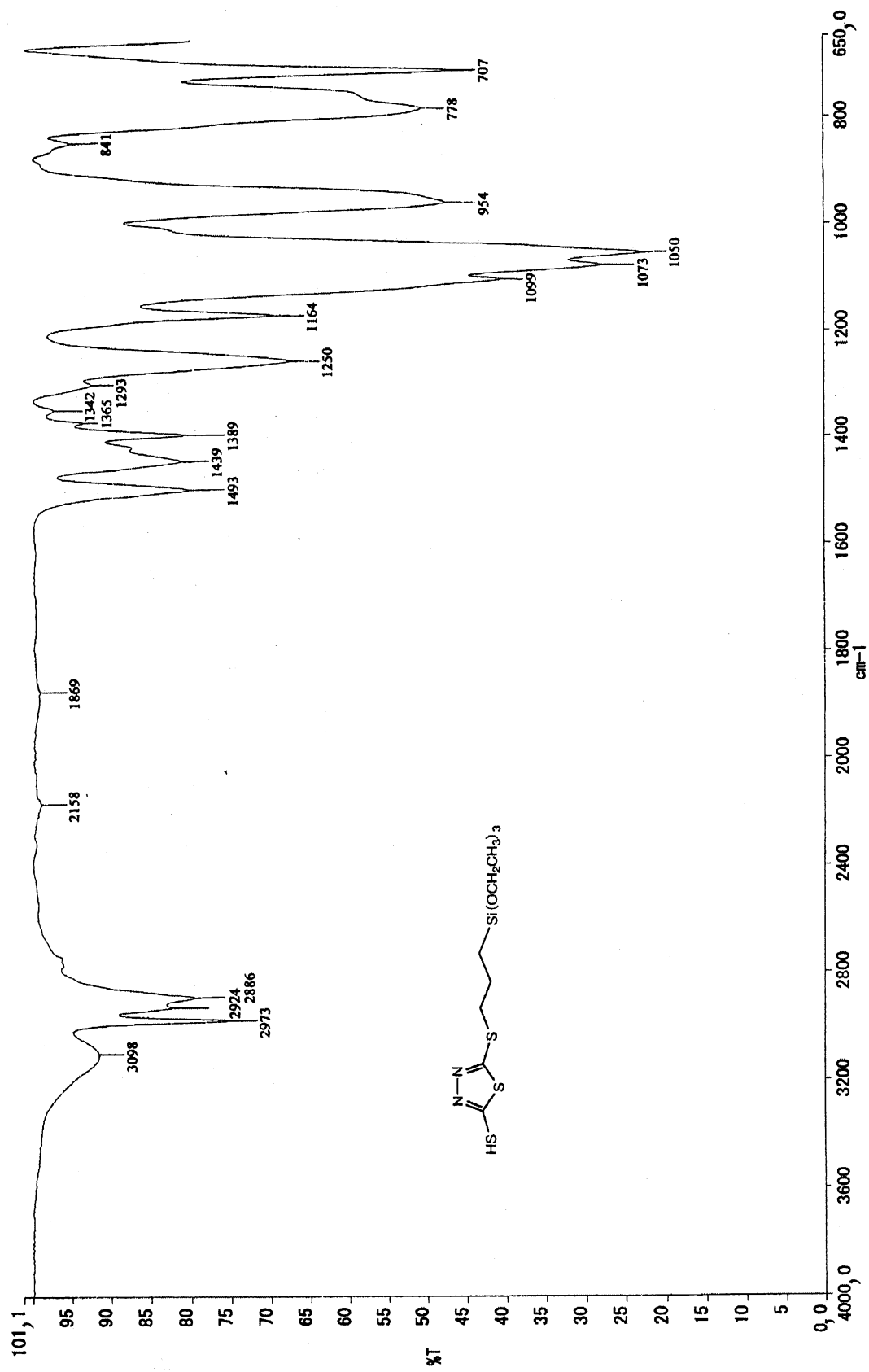


FIG.13

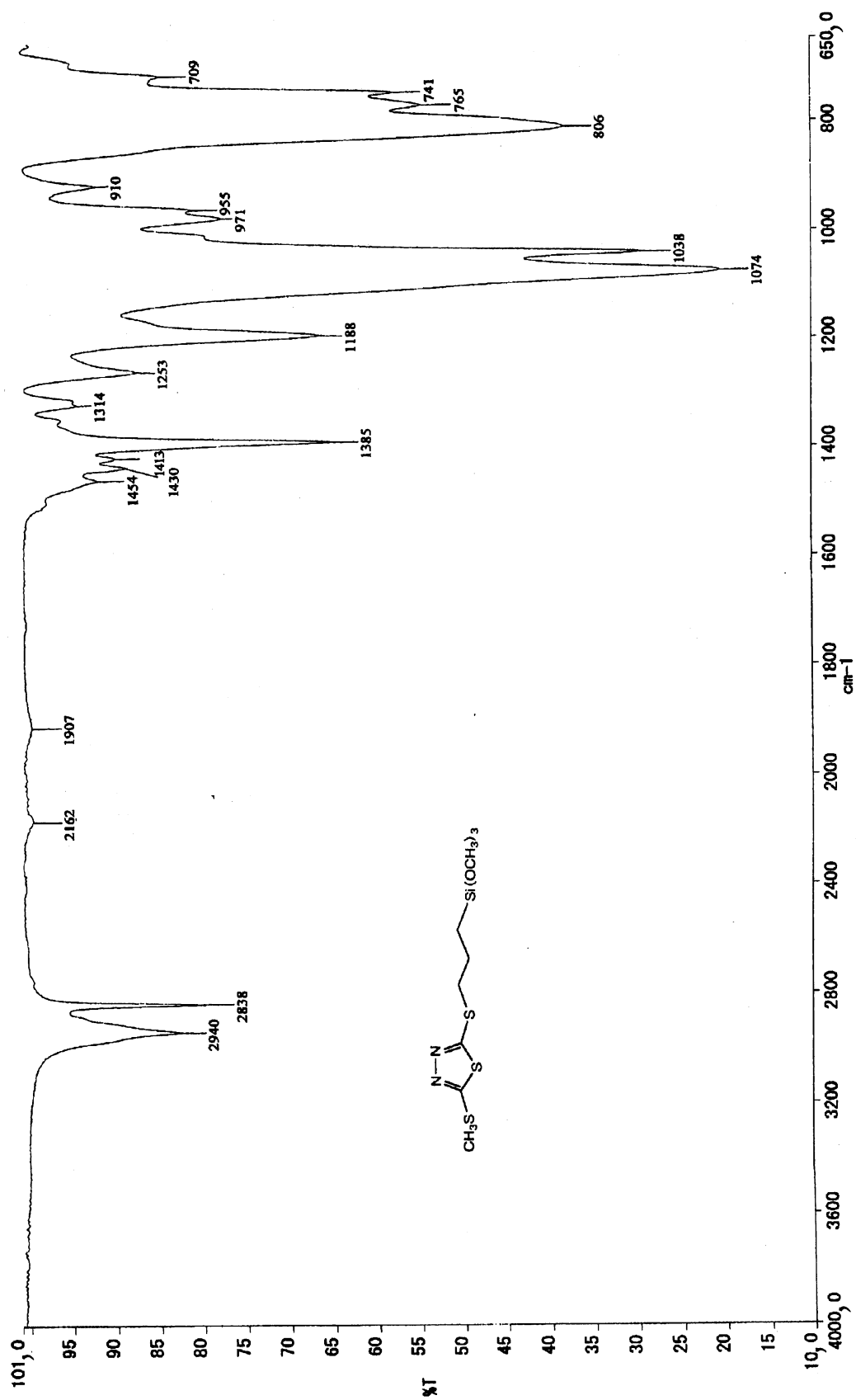
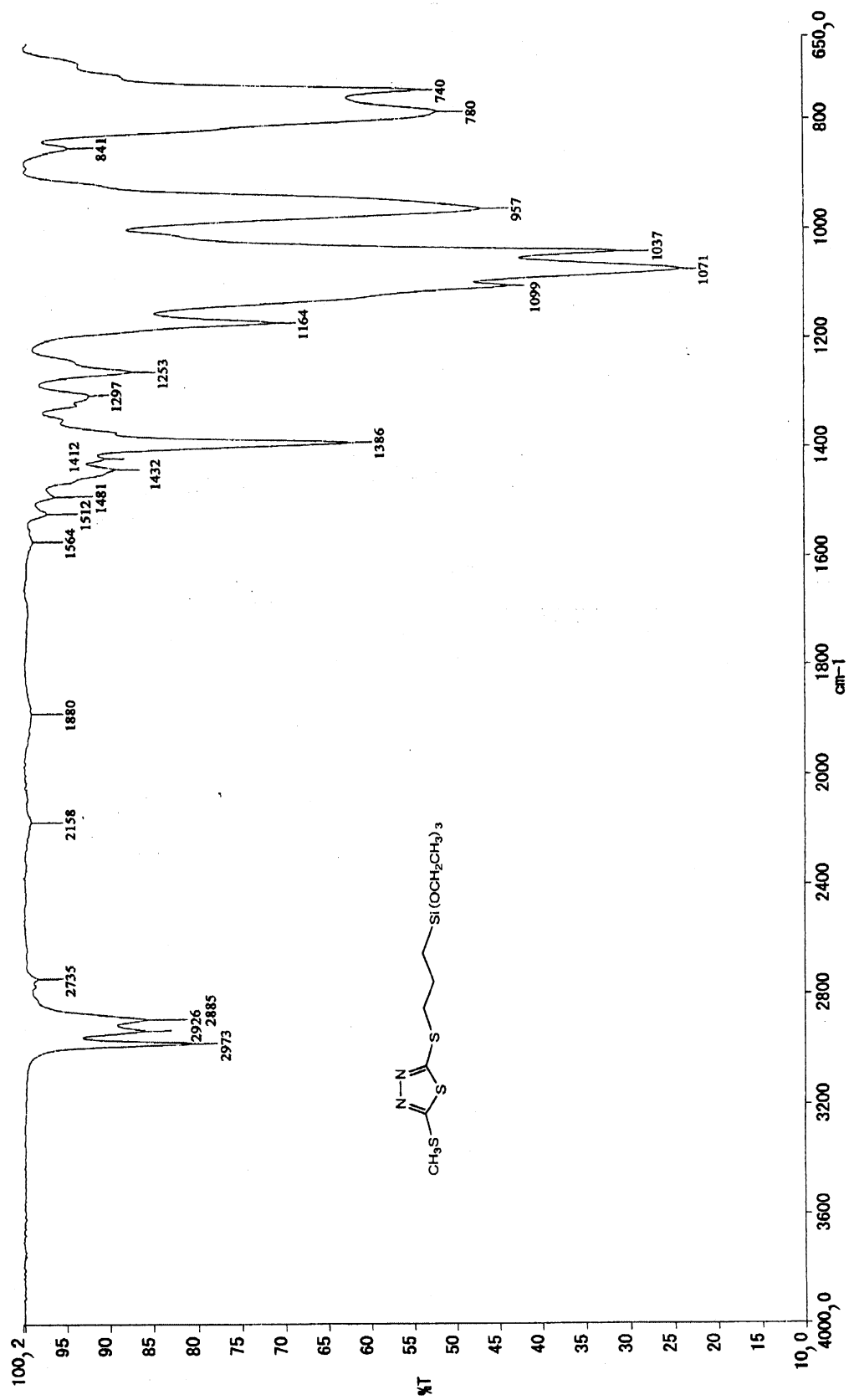


FIG.14



28079

15/24

FIG.15

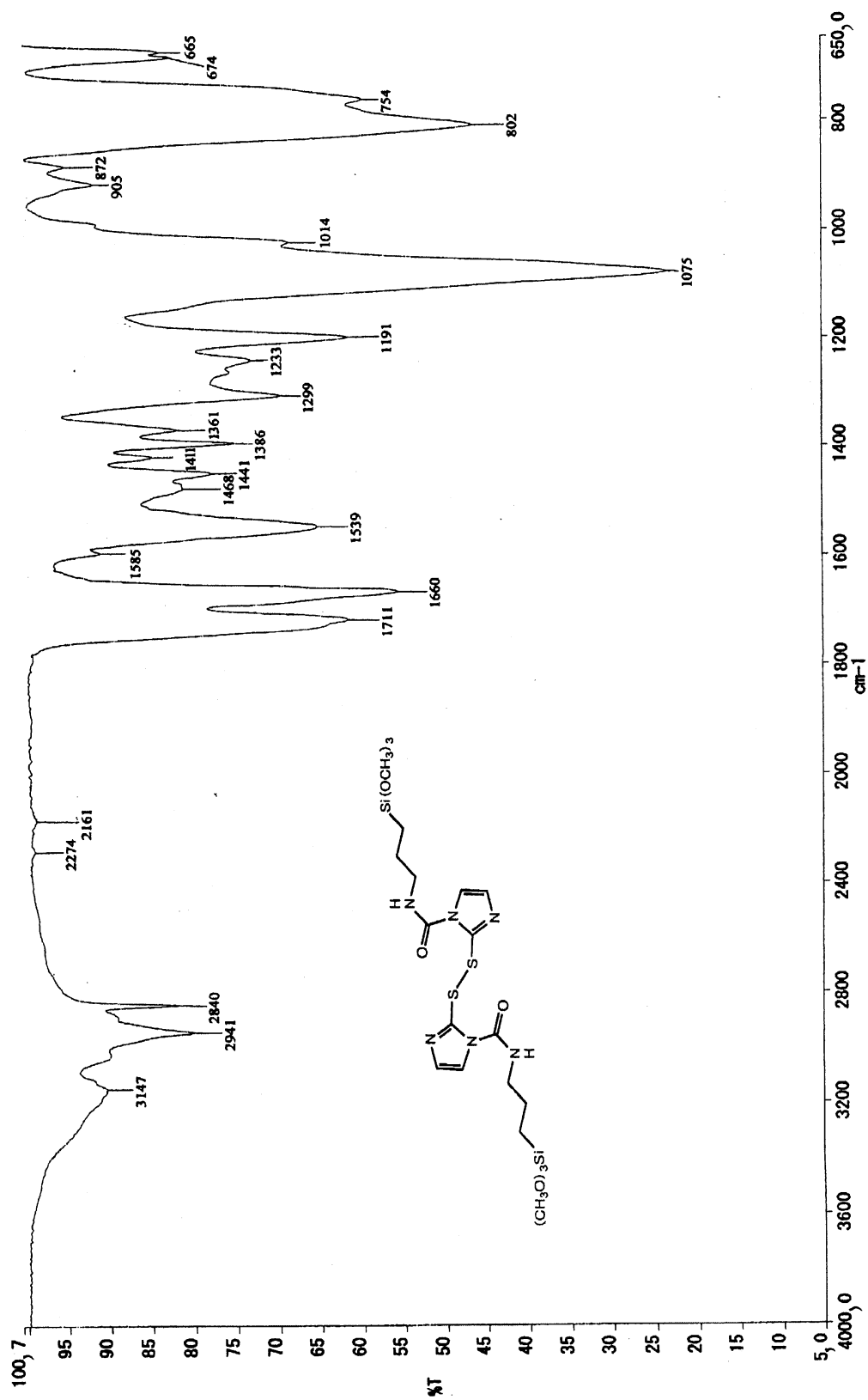
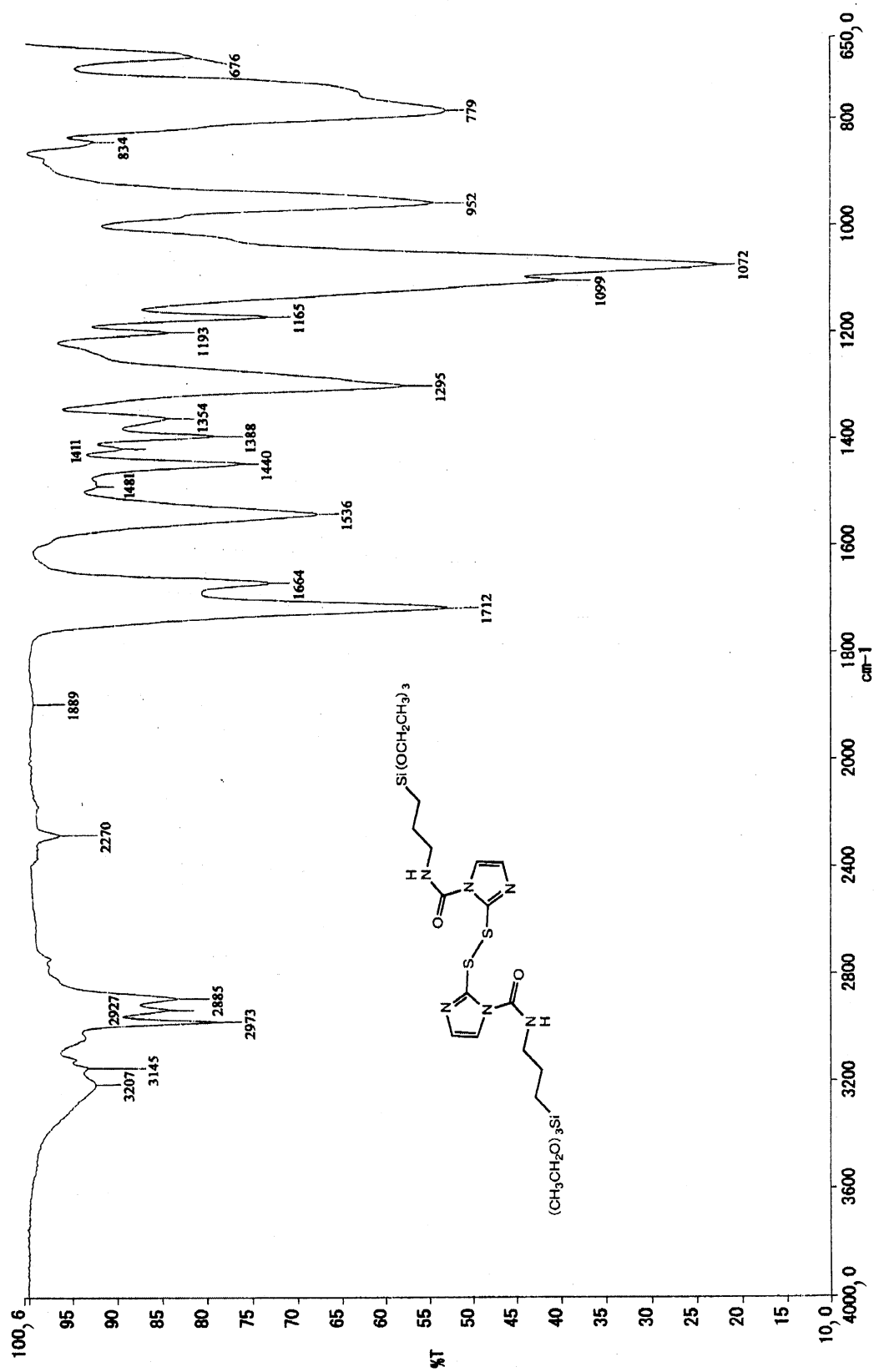
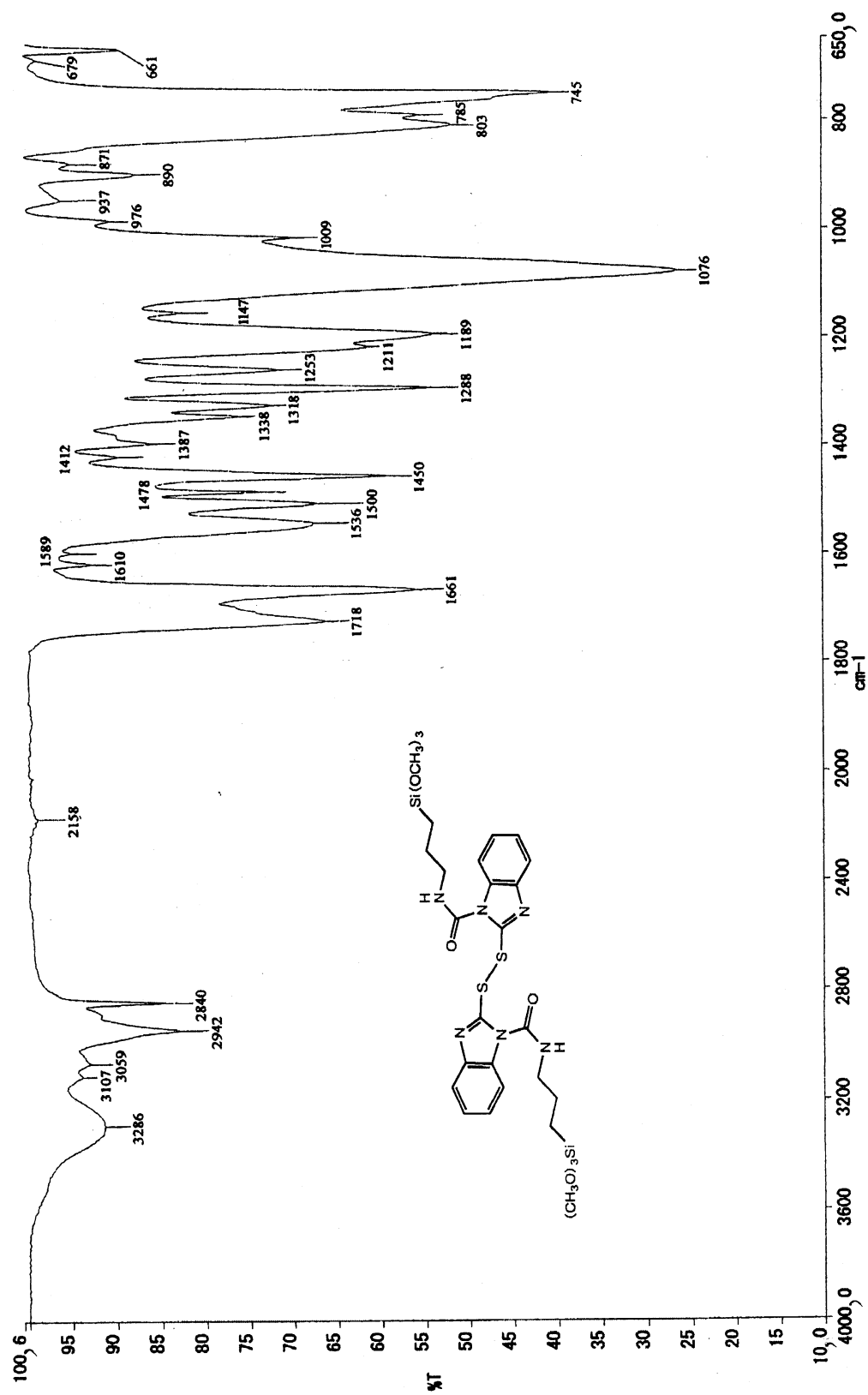


FIG.16



17/24

FIG.17



28079

18/24

FIG.18

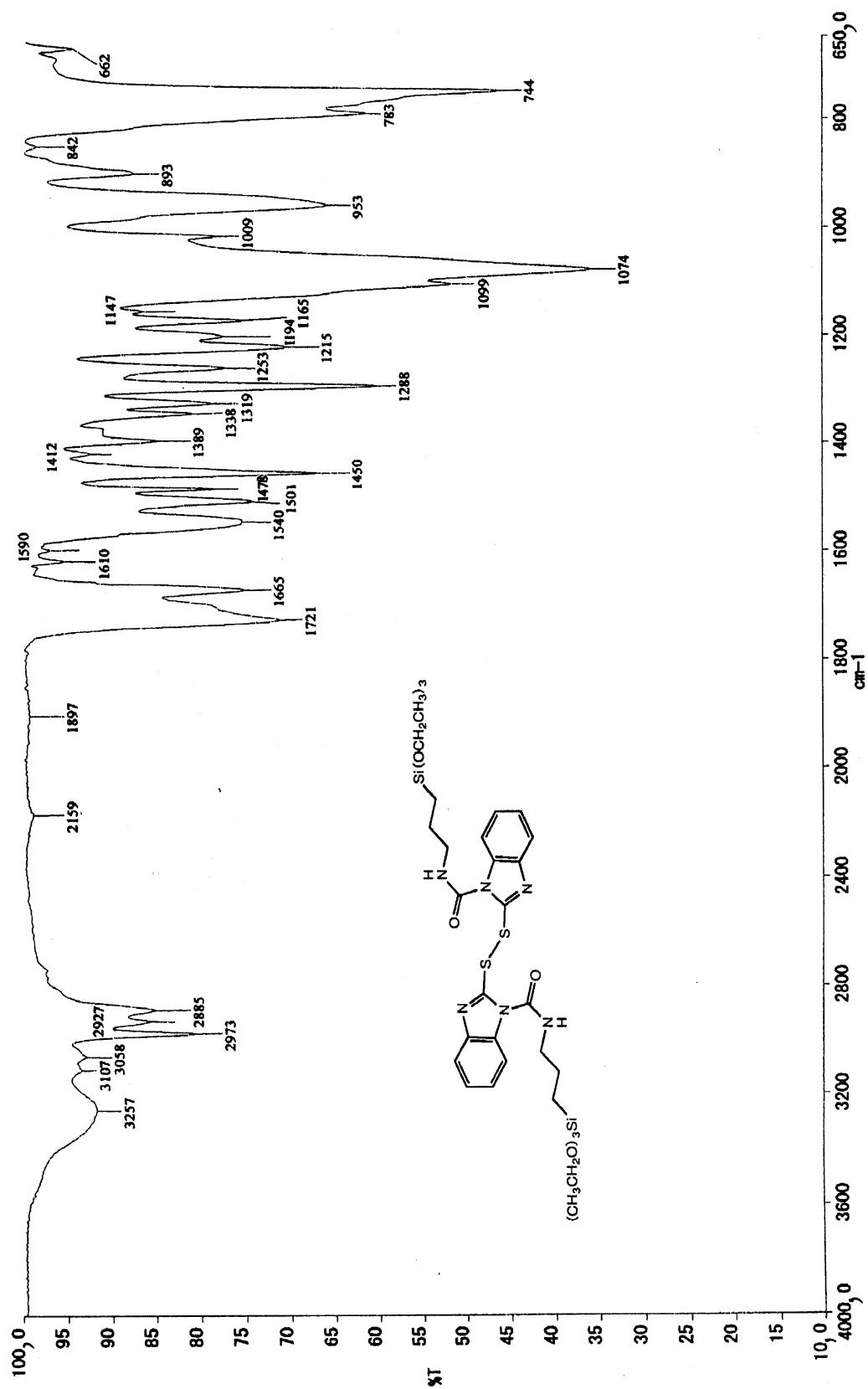


FIG.19

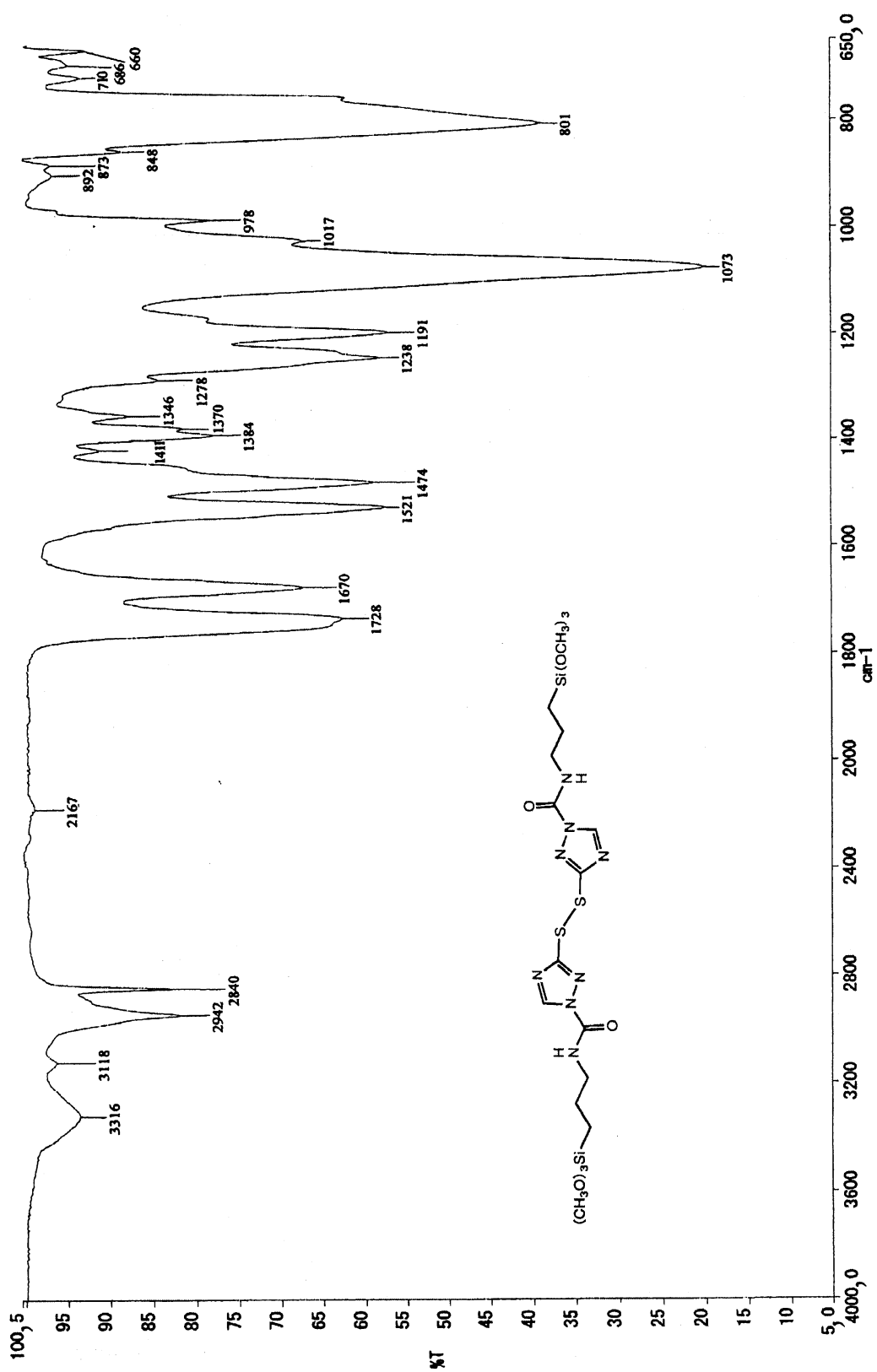


FIG.20

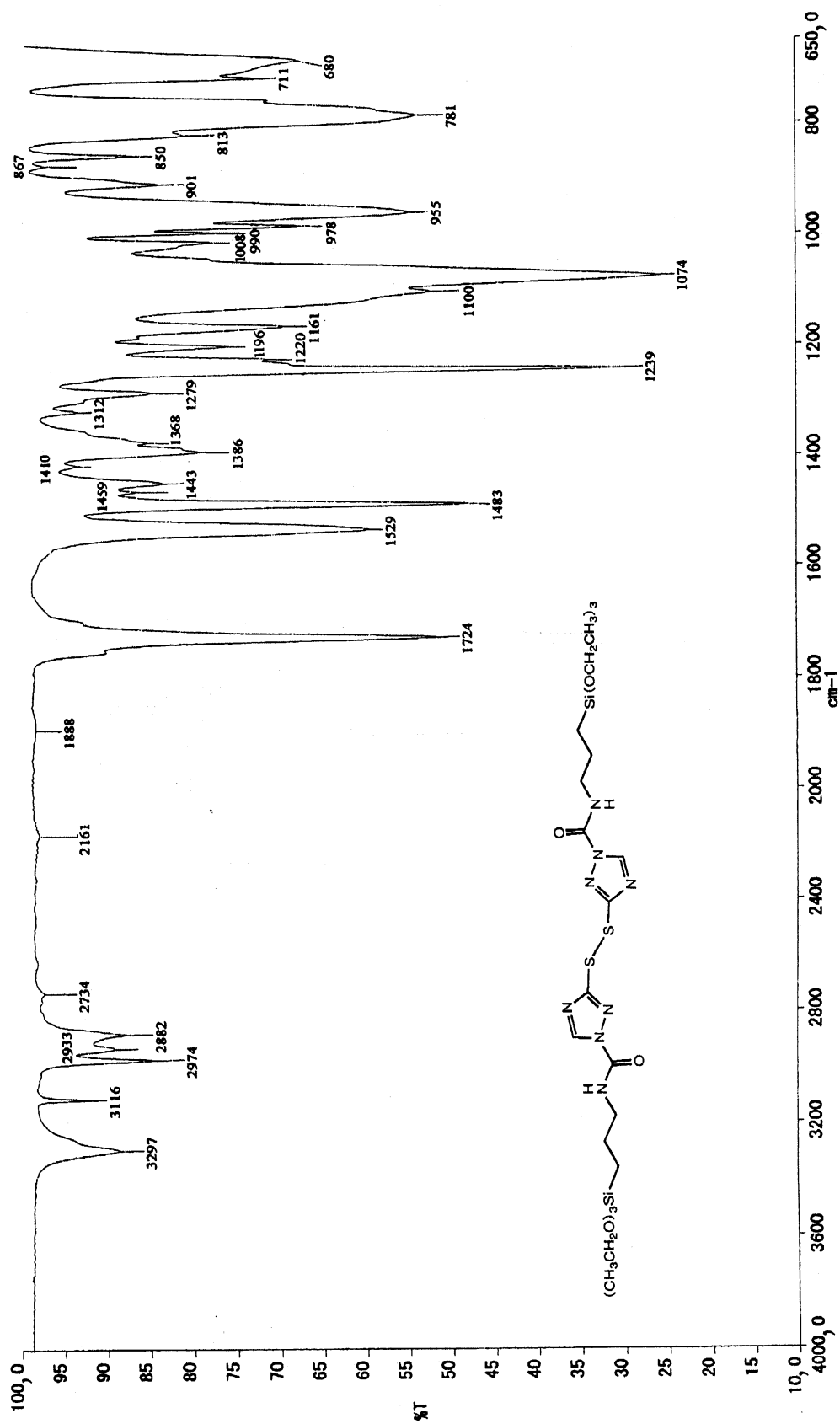


FIG.21

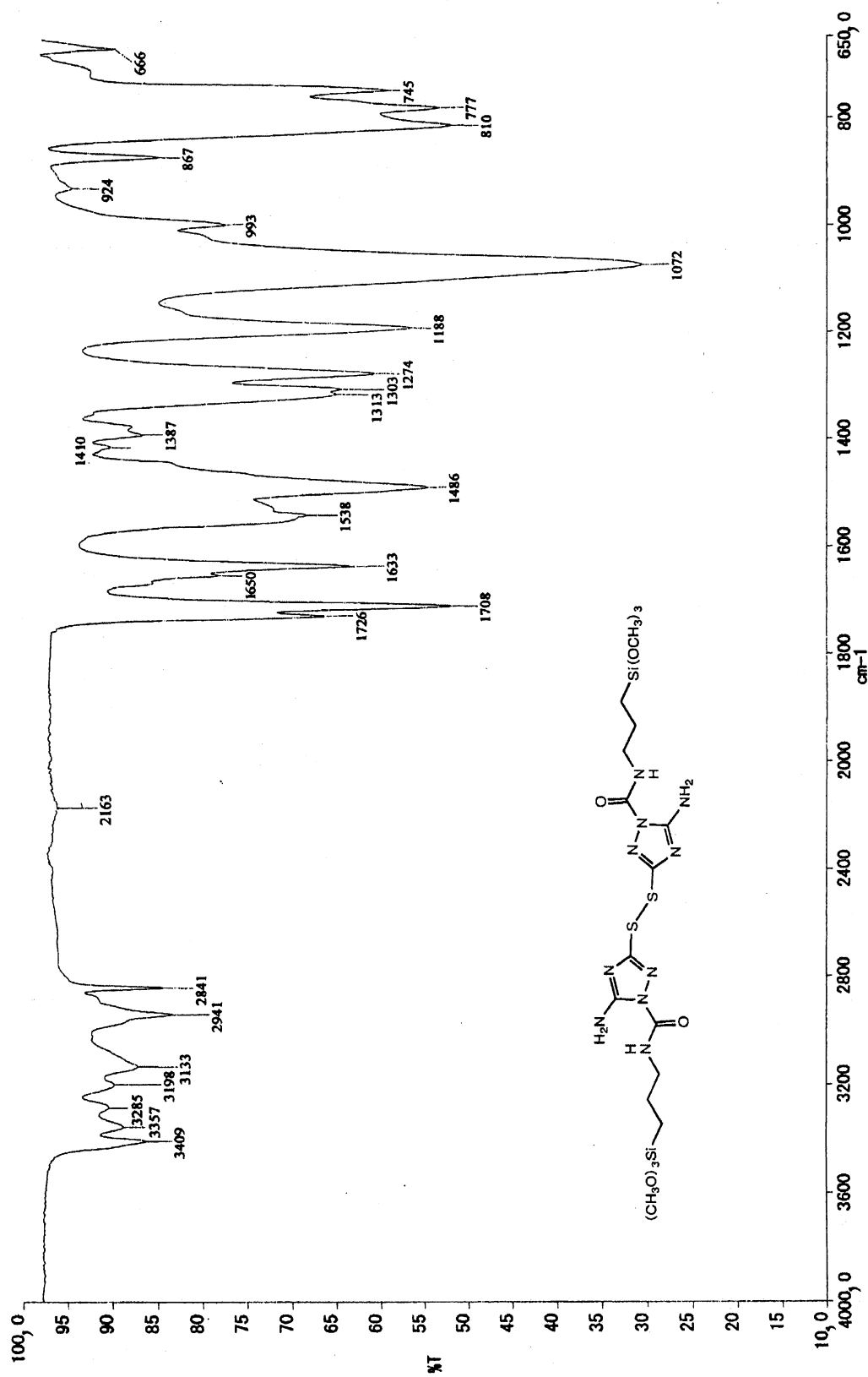
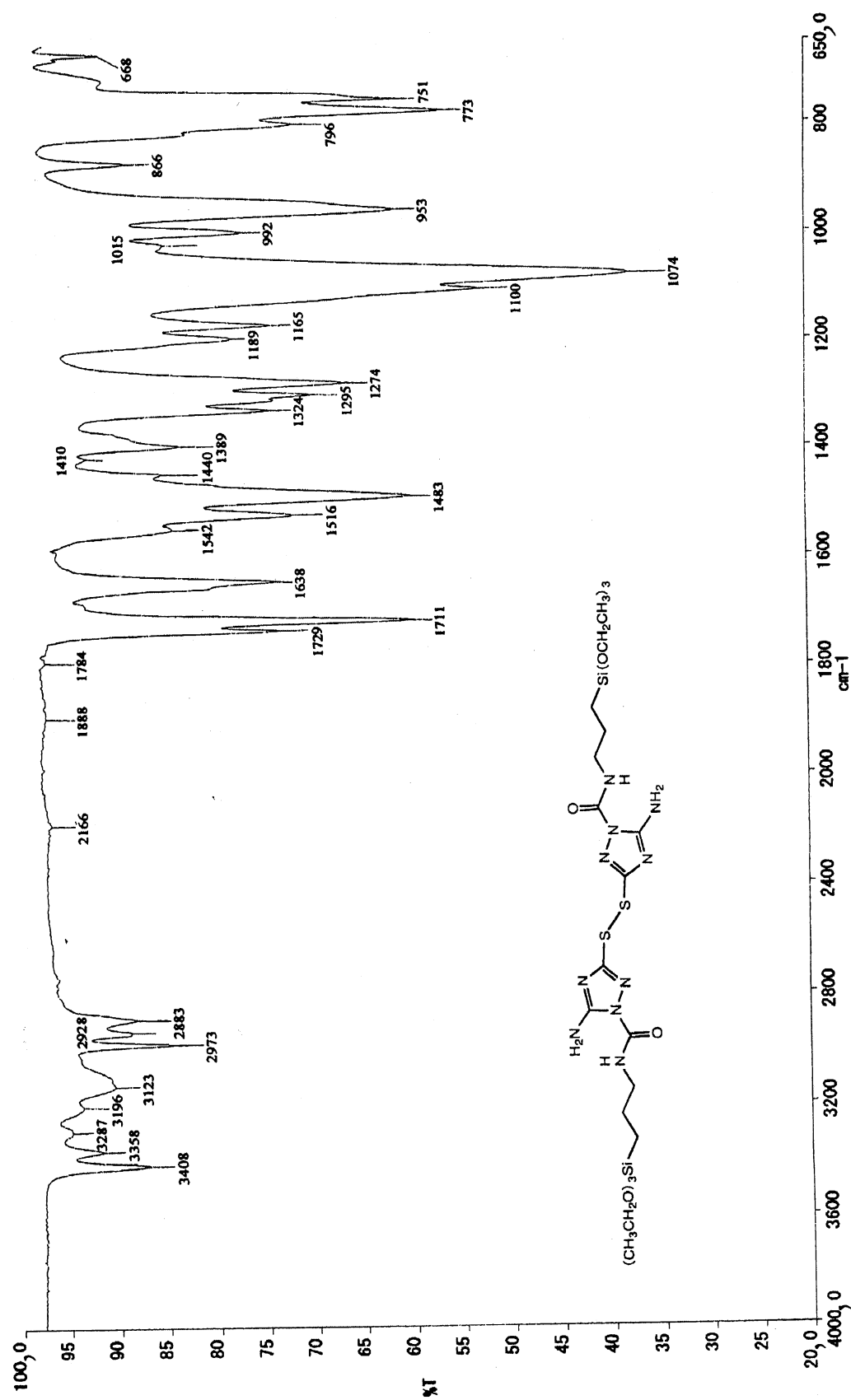
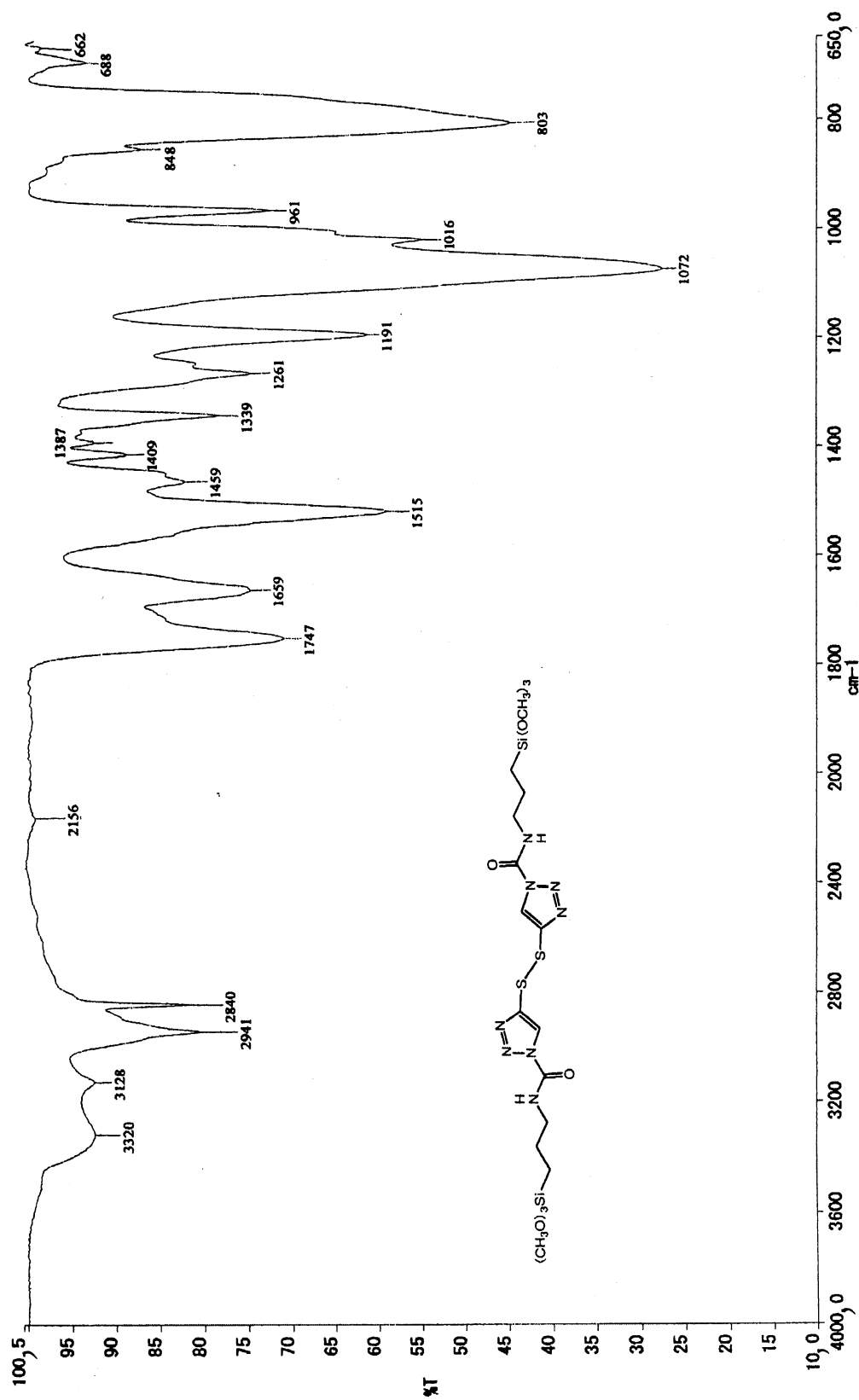


FIG.22



23/24

FIG. 23



24/24

FIG. 24

