



(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)



1-0029816

(51)⁷ G02F 1/01

(13) B

(21) 1-2014-02240

(22) 09/12/2009

(62) 1-2011-01517

(86) PCT/US2009/067254 09/12/2009

(87) WO 2010/074969 A1 01/07/2010

(30) 61/122,902 16/12/2008 US; 12/613,827 06/11/2009 US

(45) 25/10/2021 403

(43) 25/09/2014 318

(73) TRANSITIONS OPTICAL, INC. (US)

9251 Belcher Road, Pinellas Park, Florida 33782, United States of America

(72) KNOWLES, David, B. (US); STRAIGHT, Stephen, D. (US); STEWART, Kevin, J. (US); BLACKBURN, Forrest, R. (US).

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

(54) VẬT DỤNG QUANG HỌC ĐỔI MÀU THEO ÁNH SÁNG ĐƯỢC TẠO TỪ CHẤT LIỆU ĐỔI MÀU THEO NHIỆT ĐỘ THUẬN NGHỊCH

(57) Sáng chế đề cập đến vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng bao gồm: (a) nền quang học; (b) chất liệu đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt; và (c) chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch có khả năng lọc ít nhất một phần ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy ở mức nhiệt độ trong phòng hoặc thấp hơn nhiệt độ trong phòng và trở nên ít có khả năng lọc ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy hơn ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ trong phòng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng được tạo từ chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch có khả năng lọc ánh sáng cực tím và ánh sáng nhìn thấy (“UV-Vis”) ở mức nhiệt độ phòng hoặc thấp hơn nhiệt độ phòng và trở nên ít có khả năng lọc ánh sáng UV/Vis hơn ở các nhiệt độ cao hơn nhiệt độ phòng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thay đổi màu theo ánh sáng là thuộc tính của các nhóm phân tử nhất định mà trong đó ánh sáng nhìn thấy hoặc ánh sáng cực tím dẫn đến hiện tượng đồng phân hóa thuận nghịch phân tử này thành dạng khác có phổ hấp thụ UV-nhìn thấy khác. Các hợp chất loại này đã được sử dụng rộng rãi trong các vật dụng quang học có tính đáp ứng với ánh sáng mặt trời, như, kính dùng cho mắt, kính bảo hộ, tấm kính che mặt, cửa sổ, bộ phận trong suốt của máy bay và màn hình hiển thị. Các phân tử đổi màu theo ánh sáng có thể được phân chia sơ bộ thành hai loại: loại trở lại trạng thái ban đầu của chúng ở tốc độ phụ thuộc vào nhiệt độ môi trường (các chất liệu đổi màu theo ánh sáng “thuận nghịch do nhiệt”), và loại có tính ổn định nhiệt, đòi hỏi hiện tượng hấp thụ ánh sáng có bước sóng khác trở về trạng thái ban đầu của chúng.

Rõ ràng đối với loại phân tử đổi màu theo ánh sáng mà trở về trạng thái ban đầu của chúng nhờ nhiệt, trạng thái cân bằng giữa các dạng đồng phân là chức năng của cả cường độ ánh sáng tới và nhiệt độ của nền mà trong đó chúng được chứa đựng. Đây là trường hợp các phân tử đổi màu theo ánh sáng thường được sát nhập vào các phần tử quang học như những loại được đề cập trên đây. Đó là, đối với các phân tử đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt như vậy, độ hoạt hóa của chúng (độ tạo màu) thể hiện sự đáp ứng phụ thuộc nhiệt độ. Vì các lý do, cả về thẩm mỹ và thực hành, thích hợp để giảm nhẹ sự phụ thuộc nhiệt độ này đến một mức độ nào đó.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng bao gồm: (a) nền quang học; (b) chất liệu đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt; và (c) chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch có khả năng lọc ít nhất một phần ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy ở mức nhiệt độ phòng hoặc thấp hơn nhiệt độ phòng và trở nên ít có khả năng lọc ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy hơn ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Lưu ý rằng, như được sử dụng trong bản mô tả này và các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo, các mạo từ dạng số ít bao gồm cả các đối tượng được đề cập ở số nhiều trừ khi rõ ràng và dứt khoát giới hạn vào chỉ một đối tượng được đề cập.

Vì các mục đích của bản mô tả này, trừ khi được nêu khác đi, tất cả các con số biểu đạt số lượng của các thành phần, điều kiện phản ứng, và các thông số khác được sử dụng trong bản mô tả này và các điểm yêu cầu bảo hộ được hiểu là còn được cải biến trong tất cả các trường hợp bởi thuật ngữ “khoảng chừng”. Do vậy, trừ khi nêu ngược lại, các thông số bằng số được nêu ra trong phần mô tả tính năng kỹ thuật dưới đây và các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo là những giá trị xấp xỉ mà có thể thay đổi tùy thuộc vào các thuộc tính mong muốn sẽ thu được nhờ sáng chế này. Ngay ở mức thấp nhất, và không làm hạn chế việc áp dụng nguyên lý tương đương đối với phạm vi các điểm yêu cầu bảo hộ, ít nhất mỗi thông số dạng số cần được hiểu theo con số của những chữ số có ý nghĩa được ghi và bằng cách áp dụng các kỹ thuật làm tròn số thông thường.

Tất cả các dãy số ở đây đều bao gồm tất cả các giá trị bằng số và các dãy của tất cả các giá trị bằng số trong phạm vi những dãy số đã trích dẫn. Thế nhưng, các dãy số và thông số nêu lên phạm vi rộng của sáng chế là những giá trị xấp xỉ, các giá trị bằng số được nêu ra trong các ví dụ cụ thể thì được ghi càng chính xác càng tốt. Tuy nhiên, giá trị số bất kỳ, vốn đã chứa các sai số nhất định tất yếu hình thành từ độ lệch chuẩn được phát hiện thấy trong các số đo thực nghiệm tương ứng của chúng.

Các phương án và các ví dụ khác nhau của sáng chế như được trình bày ở đây thì mỗi phương án và ví dụ được hiểu là không hạn chế đối với phạm vi của sáng chế.

Như được sử dụng trong phần mô tả và các điểm yêu cầu bảo hộ dưới đây, các thuật ngữ dưới đây có những nghĩa đã được chỉ ra:

Các thuật ngữ “trên”, “được chấp vào”, “được gắn vào”, “được liên kết vào”, “được kết dính vào”, hoặc các thuật ngữ tương tự có nghĩa là vật phẩm đã chỉ ra, ví dụ, chất liệu, màng phủ, màng hoặc lớp, hoặc được nối một cách trực tiếp với (được chồng lên trên) bề mặt đối tượng, hoặc được nối một cách gián tiếp với bề mặt đối tượng, ví dụ, thông qua một hoặc nhiều màng phủ khác, các màng mỏng hoặc các lớp (được chồng lên trên).

Thuật ngữ “thuộc về mắt” được dùng để chỉ các phần tử và thiết bị gắn liền với mắt và sự nhìn, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, mắt kính đeo mắt, ví dụ, kính đeo do tật về mắt và kính đeo không do tật về mắt, và kính lúp.

Thuật ngữ “chất lượng quang học”, khi được sử dụng, ví dụ, liên quan đến các chất liệu polyme, ví dụ, “nhựa có chất lượng quang học” hoặc “chất liệu polyme hữu cơ có chất lượng quang học” có nghĩa là chất liệu đã được chỉ ra, ví dụ, chất liệu polyme, nhựa, hoặc chế phẩm nhựa, là hoặc tạo thành nền, lớp, màng hoặc màng phủ mà có thể được sử dụng làm vật dụng quang học, như, kính dùng cho mắt, hoặc kết hợp với vật dụng quang học.

Thuật ngữ “cứng”, khi được sử dụng, ví dụ, liên quan đến nền quang học, có nghĩa là vật phẩm đã được chỉ ra là có khả năng tự chống đỡ.

Thuật ngữ “chức năng ảnh hưởng đến ánh sáng”, “thuộc tính ảnh hưởng đến ánh sáng” hoặc các thuật ngữ tương tự có nghĩa là chất liệu đã được chỉ ra, ví dụ, màng phủ, màng mỏng, nền, v.v., có khả năng cải biến bằng cách hấp thụ (hoặc lọc) bức xạ ánh sáng tới, ví dụ, bức xạ nhìn thấy, cực tím (UV) và/hoặc hồng ngoại (IR) tác động đến chất liệu này. Theo các phương án khác, chức năng ảnh hưởng đến ánh sáng có thể là phân cực ánh sáng, ví dụ, bằng phương tiện là thiết bị phân cực và/hoặc thuốc nhuộm lưỡng sắc; mức thay đổi về các thuộc tính hấp thụ ánh sáng,

ví dụ, bằng cách sử dụng nhóm mang màu có tác dụng đổi màu khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, như chất liệu đổi màu theo ánh sáng; truyền chỉ một phần của bức xạ ánh sáng tới, ví dụ, bằng cách sử dụng thuốc nhuộm màu sáng cố định như một thuốc nhuộm thông thường; hoặc bằng sự kết hợp của một hoặc nhiều chức năng ảnh hưởng đến ánh sáng như vậy.

Thuật ngữ “được làm thích ứng để có được ít nhất một thuộc tính ảnh hưởng đến ánh sáng”, khi được sử dụng, ví dụ, liên quan đến nền quang học cứng, có nghĩa là vật phẩm đã được chỉ ra có khả năng có thuộc tính ảnh hưởng đến ánh sáng được sát nhập vào hoặc được gắn vào nó. Ví dụ, nền nhựa mà được làm thích ứng để có được thuộc tính ảnh hưởng đến ánh sáng có nghĩa là nền nhựa có đủ thể tích tự do bên trong để dung chứa thuốc nhuộm đổi màu theo ánh sáng hoặc thuốc nhuộm màu sáng. Theo cách khác, bề mặt của nền nhựa này có thể có khả năng có lớp đổi màu theo ánh sáng hoặc lớp được nhuộm màu sáng, màng hoặc màng phủ được gắn vào nó, và/hoặc có khả năng có màng phân cực được gắn vào nó.

Thuật ngữ “nền quang học” có nghĩa là nền đã được chỉ ra biểu hiện trị số truyền ánh sáng (truyền ánh sáng tới) là ít nhất 4 phần trăm và biểu hiện trị số độ mờ là nhỏ hơn 1 phần trăm, ví dụ, nhỏ hơn 0,5 phần trăm, khi được đo ở 550 nanomet bằng, ví dụ, công cụ Haze Gard Plus. Các nền quang học bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các phần tử quang học như thấu kính, các lớp quang học, ví dụ, lớp nhựa quang học, màng quang học và màng phủ quang học, và các nền quang học có thuộc tính ảnh hưởng đến ánh sáng.

Thuật ngữ “trong suốt”, khi được sử dụng, ví dụ, liên quan đến nền, màng, chất liệu và/hoặc màng phủ, có nghĩa là nền, màng phủ, màng và/hoặc chất liệu đã được chỉ ra có thuộc tính truyền ánh sáng mà không có hiện tượng phát tán đáng kể nào sao cho những đối tượng ở bên kia là thấy được hoàn toàn.

Cụm từ “màng ít nhất một phần” hoặc “màng phủ ít nhất một phần” có nghĩa là lượng màng bao phủ ít nhất một phần, lên đến toàn bộ bề mặt của nền. Như được sử dụng ở đây, “màng” có thể được tạo ra bằng loại chất liệu tạo tấm hoặc loại chất liệu tạo màng phủ. Ví dụ, màng có thể là tấm polyme được làm đóng rắn ít nhất một

phần hoặc màng phủ polyme được làm đóng rắn ít nhất một phần của chất liệu đã được chỉ ra.

Thuật ngữ “đổi màu theo ánh sáng” có nghĩa là có phổ hấp thụ đối với ít nhất là bức xạ nhìn thấy mà biến đổi khi đáp ứng lại ít nhất là bức xạ quang hóa. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “chất liệu đổi màu theo ánh sáng” có nghĩa là chất bất kỳ thể hiện các thuộc tính đổi màu theo ánh sáng, tức là được làm thích ứng để có phổ hấp thụ đối với ít nhất là bức xạ nhìn thấy mà biến đổi khi đáp ứng lại ít nhất là bức xạ quang hóa. Đồng thời, như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “bức xạ quang hóa” được dùng để chỉ bức xạ điện từ có khả năng làm cho chất liệu đổi màu theo ánh sáng biến đổi từ dạng hay trạng thái này sang dạng hay trạng thái khác.

Như được đề cập trên đây, sáng chế đề cập đến vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng bao gồm (a) nền quang học; (b) chất liệu đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt; và (c) chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch có khả năng lọc ít nhất một phần ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy ở mức nhiệt độ phòng hoặc thấp hơn nhiệt độ phòng và trở nên ít có khả năng lọc ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy hơn ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng. Thuật ngữ “lọc ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy” ở đây có nghĩa là chất liệu đổi màu theo nhiệt độ có thể chặn toàn bộ hoặc giảm nhẹ (tức là, làm giảm lượng) năng suất truyền dẫn ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy.

Trong trường hợp các phân tử đổi màu theo ánh sáng được sát nhập vào các phân tử quang học như được đề cập trên đây, chính cường độ của ánh sáng UV đầy trạng thái cân bằng giữa các chất đồng phân về phía dạng hấp thụ nhìn thấy (tức là, trạng thái có màu). Vì vậy, sáng chế đề cập đến vật dụng quang học mà bao gồm một hoặc nhiều chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch có khả năng lọc ít nhất một phần ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy ở mức nhiệt độ phòng hoặc thấp hơn nhiệt độ phòng mà có tính “bổ sung” cho tình trạng phụ thuộc nhiệt độ của chất liệu đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt. Đó là, chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch mà truyền được nhiều ánh sáng hơn ở nhiệt độ ấm sẽ cho phép có thêm ánh sáng hoạt hóa các phân tử đổi màu theo ánh sáng và, vì vậy, sẽ làm giảm ảnh hưởng của nhiệt độ đối với toàn bộ trạng thái cân bằng giữa các chất đồng phân.

Cũng như vậy, chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch có tác dụng chặn (tức là, lọc) nhiều ánh sáng UV/Vis hơn ở nhiệt độ thấp sẽ cho phép có ít ánh sáng hơn hoạt hóa các phân tử đổi màu theo ánh sáng và, vì vậy, sẽ làm giảm ảnh hưởng của nhiệt độ đối với trạng thái cân bằng giữa các chất đồng phân. Bằng cách sàng lọc ra (tức là, “lọc”) ánh sáng UV/Vis ở nhiệt độ thấp và cho phép có năng suất truyền dẫn tăng ở nhiệt độ cao, các chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch này đem lại vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng có tác dụng hoạt hóa một cách đồng đều hơn (tức là, tạo màu hoặc làm tối) qua một khoảng nhiệt độ rộng.

Vì các mục đích của sáng chế, chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) có khả năng lọc ánh sáng UV/Vis trong khoảng nhỏ hơn 450 nanomet, như 300 đến 450 nanomet, hoặc từ 310 đến 430 nanomet, hoặc từ 330 đến 410 nanomet. Ngoài ra, chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) có khả năng lọc ánh sáng UV/Vis ở nhiệt độ ở mức nhiệt độ phòng hoặc thấp hơn nhiệt độ phòng, ví dụ, ở mức 25°C ($\pm 3^{\circ}\text{C}$) hoặc thấp hơn 25°C ($\pm 3^{\circ}\text{C}$), như nhiệt độ ở 0°C hoặc thấp hơn 0°C , hoặc ở 10°C hoặc thấp hơn -10°C . Đồng thời, chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) có khả năng lọc ánh sáng UV/Vis ở nhiệt độ lớn hơn -100°C , như lớn hơn -50°C , hoặc lớn hơn -30°C . Chất liệu thuận nghịch (c) có khả năng lọc ánh sáng UV/Vis ở nhiệt độ nằm trong khoảng giữa nhiệt độ bất kỳ trong số các nhiệt độ được đề cập trên đây, kể cả những nhiệt độ đã được trích dẫn.

Như được đề cập trên đây, chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) cũng ít có khả năng lọc ánh sáng UV/Vis hơn ở các nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng (tức là, ở nhiệt độ lớn hơn 25°C ($\pm 3^{\circ}\text{C}$)). Lưu ý rằng thuật ngữ “ít có khả năng lọc ánh sáng UV/Vis hơn ở các nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng” không nhất thiết loại trừ hiện tượng hấp thụ một số ánh sáng UV/Vis ở các nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng.

Theo một phương án khác của sáng chế, chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) có thể có khả năng lọc ánh sáng UV/Vis ở các nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng. Đối với một số ứng dụng, có thể lọc ánh sáng UV/Vis ở các nhiệt độ, ví dụ, lớn hơn 30°C , hoặc lớn hơn 50°C , hoặc lớn hơn 70°C . Trong vật dụng quang học của sáng chế, chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được sát nhập vào

nền mà từ đó vật dụng quang học được điều chế, và/hoặc chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được gắn với bề mặt của nền quang học. Có thể thực hiện việc sát nhập chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào nền vật dụng quang học, ví dụ, bằng cách trộn một hoặc nhiều chất liệu đổi màu theo ánh sáng với các hợp phần polyme mà từ đó nền vật dụng quang học được điều chế trước khi đúc hoặc tạo vật dụng này. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể có hoặc có thể không có tính phản ứng với các polyme được sử dụng để tạo nền. Có thể thực hiện việc gắn chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào vật dụng quang học thông qua phương tiện bất kỳ trong số một loạt các phương tiện, bao gồm, ví dụ, làm hấp thụ chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào bề mặt nền hoặc bằng cách phủ chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng trên bề mặt nền quang học để tạo màng phủ đổi màu theo ánh sáng ít nhất một phần trên nền quang học. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “hấp thụ” bao gồm việc làm thấm chất liệu đổi màu theo ánh sáng một mình vào chất liệu nền quang học, nhờ sự trợ giúp của dung môi để chuyển chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào chất liệu nền quang học polyme xốp, chuyển pha hơi, và các phương pháp chuyển khác. Một hoặc nhiều chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c), có khả năng lọc ít nhất một phần ánh sáng UV/Vis ở mức nhiệt độ phòng hoặc thấp hơn nhiệt độ phòng và trở nên ít có khả năng lọc ánh sáng UV/Vis hơn ở các nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng có thể được sát nhập vào vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng ở dạng lớp được phủ ít nhất một phần trên và được gắn vào chất liệu đổi màu theo ánh sáng; và/hoặc một hoặc nhiều chất hấp thụ UV phụ thuộc vào nhiệt độ của sáng chế có thể được đưa vào ở dạng hợp phần của chính chất liệu đổi màu theo ánh sáng.

Các chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c), có khả năng lọc ít nhất một phần ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy ở mức nhiệt độ phòng hoặc thấp hơn nhiệt độ phòng và trở nên ít có khả năng lọc ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy hơn ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng có thể bao gồm hoặc các phân tử nhỏ và/hoặc các polyme mà được làm tan trong chất liệu chủ (đó là, dung môi hoặc hệ chất kết dính dạng nhựa) và được phủ ở dạng màng ít nhất một phần trên chất liệu đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt mà đã được phủ trước lên nền quang học; hoặc các chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c), có thể được phủ “nguyên chất” (tức là, không có chất liệu chủ) một cách trực tiếp lên chất liệu đổi màu theo ánh

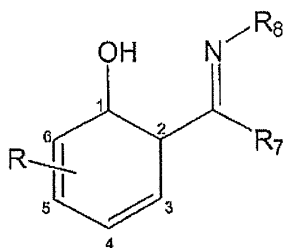
sáng, ví dụ, ở dạng màng phủ hoặc màng ít nhất một phần trên và được gắn vào chất liệu đổi màu theo ánh sáng.

Theo một phương án, các chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) có khả năng lọc ít nhất một phần ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy ở mức nhiệt độ phòng hoặc thấp hơn nhiệt độ phòng và trở nên ít hấp thụ hơn ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng bao gồm các chất đồng phân hồi biến và/hoặc các polyme đổi màu theo nhiệt độ mà trải qua hiện tượng thay đổi màu do cấu hình riêng gây ra khi đáp ứng lại nhiệt độ (như polyme xoắn).

Các chất đồng phân hồi biến là những phân tử tồn tại ở hai dạng đồng phân khác nhau mà có thể chuyển hóa qua lẫn nhau được thông qua quá trình tái sắp xếp của khả năng liên kết của các nguyên tử của chúng. Quá trình tái sắp xếp này thường bao gồm sự di chuyển của proton từ nguyên tử khác loại này sang nguyên tử khác loại khác hoặc mở cấu trúc vòng chứa các nguyên tử khác loại để tạo cấu trúc mạch. Một số hiện tượng chuyển hóa lẫn nhau khác của chất đồng phân hồi biến cũng có thể xảy ra. Trạng thái cân bằng giữa các dạng đồng phân hồi biến của phân tử có thể thay đổi tùy thuộc vào nhiệt độ cũng như dung môi hoặc tính phân cực của nền.

Các ví dụ không hạn chế về các chất đồng phân hồi biến thích hợp cho mục đích sử dụng làm chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) trong vật dụng quang học của sáng chế có thể bao gồm các chất bazơ Schiff và các chất bazơ Mannich.

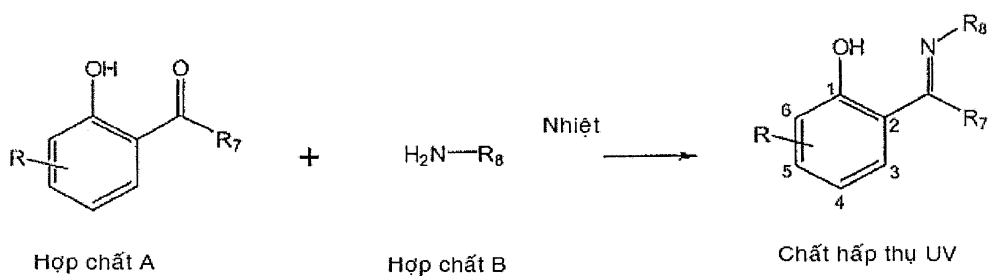
Các chất bazơ Schiff thích hợp có thể bao gồm những loại có công thức cấu tạo dưới đây I-A:



I-A

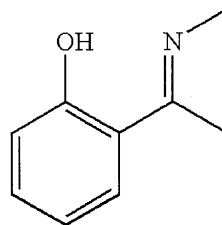
trong đó R là hydro, hydroxyl, halogen, C₁-C₁₂ alkoxy, C₁-C₁₂ alkyl, amit, amin, este, nitro, C₁-C₆ imino(C₁-C₆)alkyl, benzylimino(C₁-C₆)alkyl, aryl và aryl được thế trong đó các phần tử thế được chọn từ hydro, hydroxyl, halogen, C₁-C₁₂ alkoxy, C₁-C₁₂ alkyl, amit, amin, este, nitro, C₁-C₆ imino(C₁-C₆)alkyl, benzylimino(C₁-C₆)alkyl, và aryl hoặc hai nhóm R liền kề, ví dụ ở vị trí 5 và vị trí 6, kết hợp với nhau để tạo nhân vòng hoặc nhân dị vòng có 5 hoặc 6 cạnh; R₇ là C₁-C₁₂ alkyl, aryl hoặc aryl được thế được định nghĩa trên đây; và R₈ là C₁-C₁₂ alkyl, nhóm benzyl, hoặc nhóm benzyl được thế, có cùng phần tử thế với nhóm aryl được mô tả trên đây.

Nhìn chung, các chất bazơ Schiff này có thể được điều chế như được thể hiện dưới đây bằng cách cho, ví dụ, aldehyt hoặc keton thơm như chất được trình bày bằng hợp chất A, hồi lưu với chất ưa nhân như amin béo được trình bày ở dạng hợp chất B, trong dung dịch rượu (ví dụ, dung dịch etanol). Cụ thể hơn, hợp chất A có thể là axetophenon mang nhóm hydroxy ở vị trí *ortho* và hợp chất B có thể là amin béo hoặc amin benzylic, trong đó có những loại có cả vòng thơm được thế và vòng thơm không được thế. Vì vậy, chất hấp thụ UV phụ thuộc vào nhiệt độ thu được thường kết tinh khỏi dung dịch khi để nguội và có thể được thu thập bằng cách lọc. Rất hiếm khi, chất hấp thụ UV là ở dạng dầu, mà sau đó, có thể được phân lập thông qua các kỹ thuật tách.

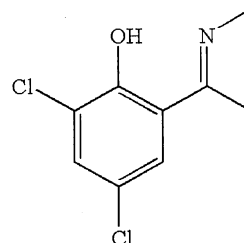


Các chất bazơ Schiff thích hợp có thể bao gồm, ví dụ, các chất liệu dưới đây:

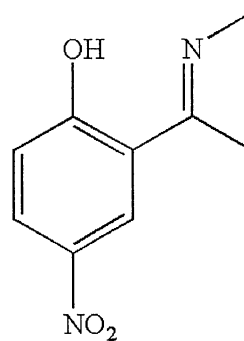
Xem ví dụ 1 dưới đây để biết về việc điều chế.



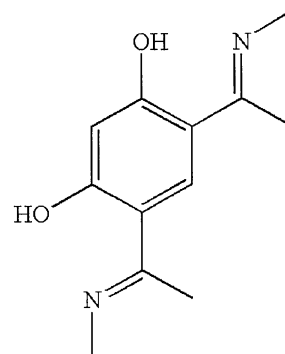
Xem ví dụ 2 dưới đây để biết về việc điều chế.



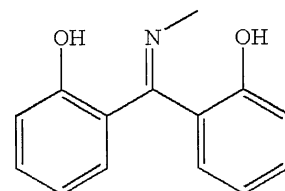
Xem ví dụ 3 dưới đây để biết về việc điều chế.



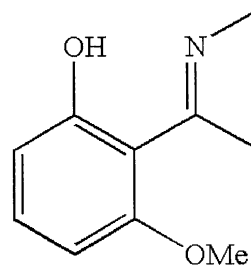
Xem ví dụ 4 dưới đây để biết về việc điều chế.



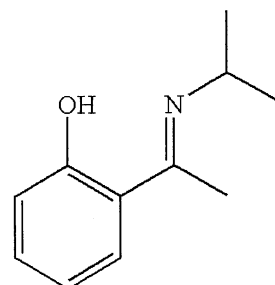
Xem ví dụ 5 dưới đây để biết về việc điều chế.



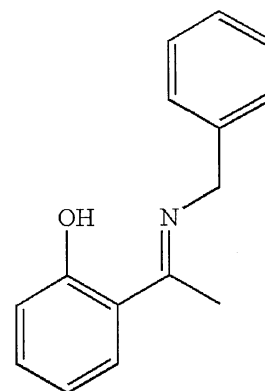
Xem ví dụ 6 dưới đây để biết về việc điều chế.



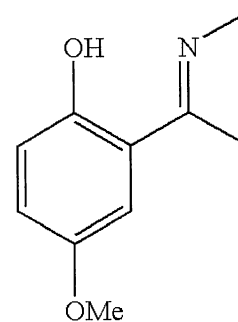
Xem ví dụ 7 dưới đây để biết về việc điều chế.



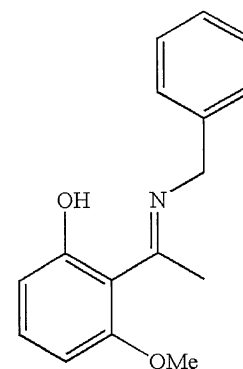
Xem ví dụ 8 dưới đây để biết về việc điều chế.



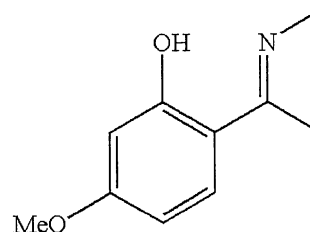
Xem ví dụ 9 dưới đây để biết về việc điều chế.



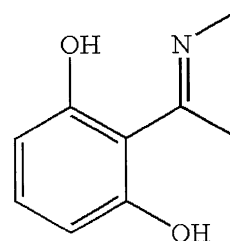
Xem ví dụ 10 dưới đây để biết về việc điều chế.



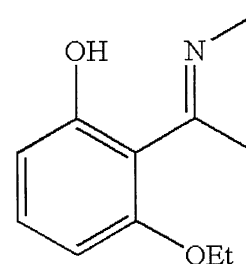
Xem ví dụ 11 dưới đây để biết về việc điều chế.



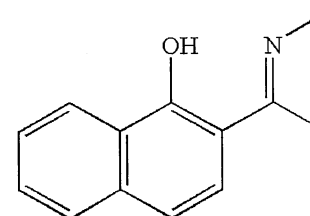
Xem ví dụ 12 dưới đây để biết về việc điều chế.



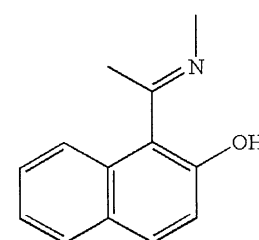
Xem ví dụ 13 dưới đây để biết về việc điều chế.



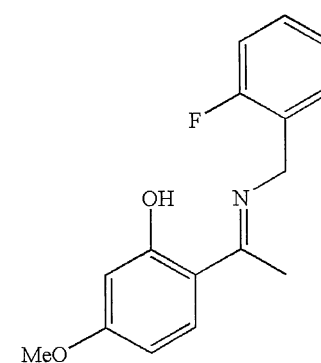
Xem ví dụ 14 dưới đây để biết về việc điều chế.



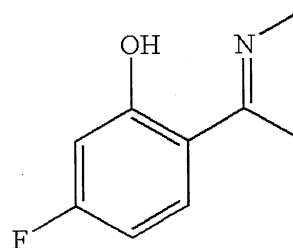
Xem ví dụ 15 dưới đây để biết về việc điều chế.



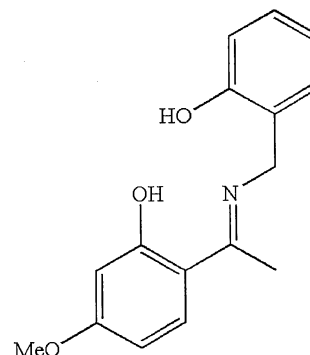
Xem ví dụ 16 dưới đây để biết về việc điều chế.



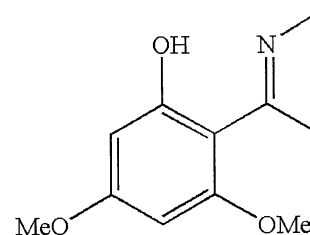
Xem ví dụ 17 dưới đây để biết về việc điều chế.



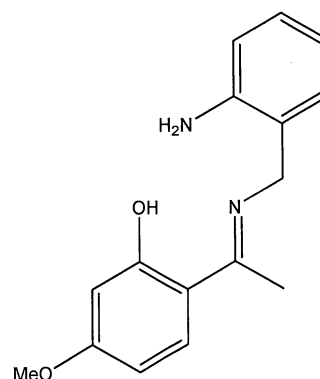
Xem ví dụ 18 dưới đây để biết về việc điều chế.



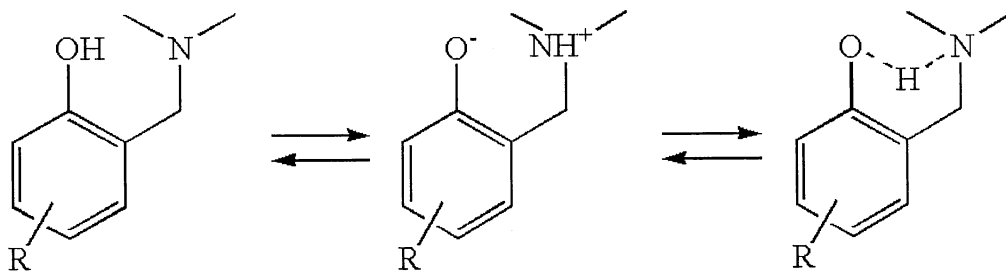
Xem ví dụ 19 dưới đây để biết về việc điều chế.



Xem ví dụ 20 dưới đây để biết về việc điều chế.



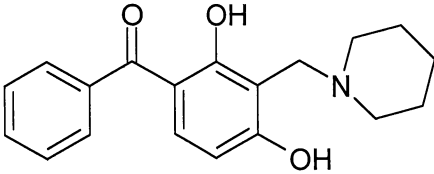
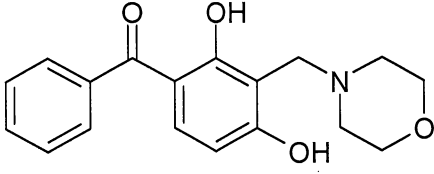
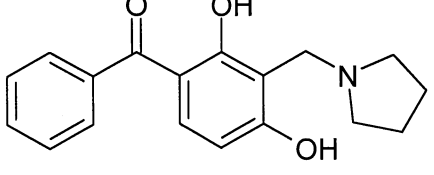
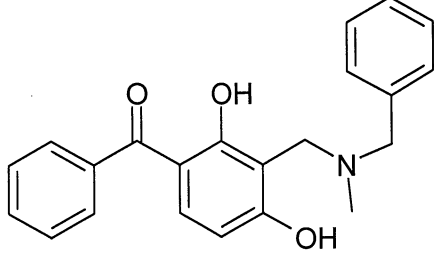
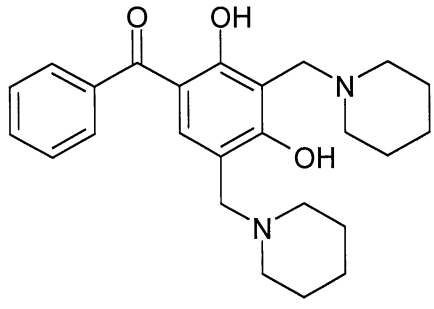
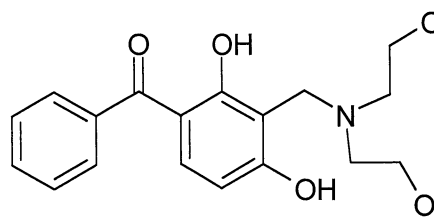
Các chất bazơ Mannich thích hợp có thể bao gồm các chất liệu như những loại được dẫn xuất từ sản phẩm cuối của phản ứng Mannich bao gồm việc alkyl hóa amino bằng proton có tính axit gần với aldehyt hoặc keton tạo ra beta-amino-carbonyl hoặc bazơ Mannich.

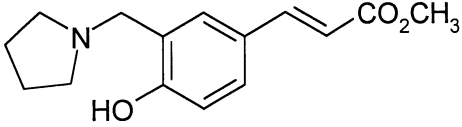
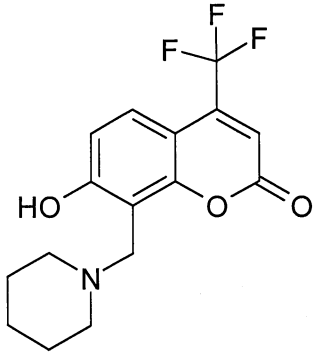
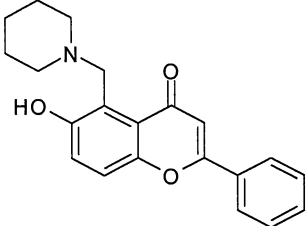


Các bazơ Mannich, bao hàm trạng thái cân bằng nội phân tử giữa loại có liên kết hydro cho proton (OH) và loại có liên kết hydro nhận proton (N) như được thể hiện trên đây. Khi nhiệt độ được hạ thấp, thì trạng thái cân bằng được chuyển sang dạng được thêm nhiều proton hơn và có thể quan sát được sự thay đổi về phổ hấp thụ. Khi mức tăng về sự hấp thụ xảy ra, thì lượng của ánh sáng UV đi qua vật dụng bị giảm. Ngược lại, khi nhiệt độ được tăng lên, thì quan sát được mức giảm về phổ hấp thụ, cho phép có lượng ánh sáng phụ thêm đi qua vật dụng.

Các dẫn xuất bazơ Mannich được liệt kê sau đây có thể được tạo ra bằng quy trình tổng quát dưới đây bằng cách sử dụng, ví dụ 2,4-dihydroxybenzophenon, làm nguyên liệu ban đầu. 2,4-dihydroxybenzophenon được đưa vào bình phản ứng được trang bị phễu bổ sung, đèn đun, thiết bị khuấy từ, bẫy Dean Stark và đầu vào nitơ/thiết bị sục khí. Toluene và/hoặc toluene/etanol được bổ sung và dung dịch này được khuấy dưới nitơ. Tính tan của 2,4-dihydroxybenzophenon thì cao hơn trong các hỗn hợp toluene/etanol ở nhiệt độ phòng. Sau đó, bổ sung lượng đẳng mol của amin. Lượng đẳng mol của formalin (dung dịch formaldehyt 37%) được bổ sung từng giọt vào hỗn hợp có tác dụng làm ấm trong suốt quá trình bổ sung. Một khi việc bổ sung hoàn thành, hỗn hợp được hồi lưu và nước được loại bỏ thông qua bẫy Dean Stark. Hỗn hợp phản ứng được kiểm tra định kỳ về chất phản ứng benzophenon còn lại bằng TLC. Một khi, bằng TLC, quan sát thấy có ít hoặc không có 2,4-dihydroxybenzophenon có mặt, thì hỗn hợp phản ứng được làm nguội. Dung môi được loại ra và sản phẩm thô được tái kết tinh. Nếu không thể hoàn tất quá trình tái kết tinh, mẫu của sản phẩm thô có thể có dạng cột. Pha động được sử dụng trong sắc ký là phụ thuộc vào tính bazơ của amin được sử dụng. Thông thường, sắc ký được thực hiện bằng cách sử dụng silicagel làm pha tĩnh và hoặc các pha động ethyl axetat/etanol hoặc clorofom/etanol để rửa giải sản phẩm bazơ Mannich.

Các chất bazơ Mannich thích hợp có thể bao gồm những loại được mô tả dưới đây:

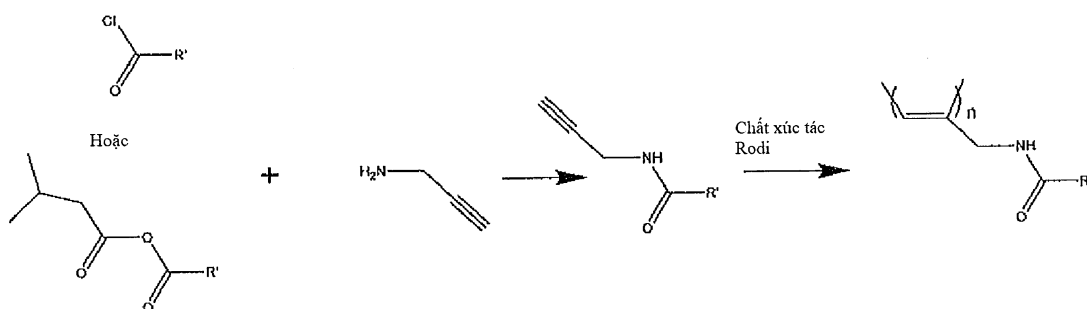
Cấu trúc bazơ Mannich	Tên hợp chất
	(3-piperidinylmethyl)-2,4-dihydroxybenzophenon
	(3-morpholinylmethyl)-2,4-dihydroxybenzophenon
	(3-pyrrolidinylmethyl)-2,4-dihydroxybenzophenon
	(3-benzylmethylaminomethyl)-2,4-dihydroxybenzophenon
	(3,5-dipiperidinylmethyl)-2,4-dihydroxybenzophenon
	(3-(bis-(2-hydroxyethyl)aminomethyl)-2,4-dihydroxybenzophenon

	Metyl-3-(pyrolidinylmetyl)-4-hydroxy xinamat
	7-hydroxy-(8-piperidinylmetyl)4-triflometylcumarin
	6-hydroxyl-5-(piperidinylmetyl) flavon

Như được đề cập trên đây, các chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) có khả năng lọc ít nhất một phần ánh sáng UV/ánh sáng nhìn thấy ở mức nhiệt độ phòng hoặc thấp hơn nhiệt độ phòng và trở nên ít hấp thụ hơn ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng cũng có thể bao gồm các polyme đổi màu theo nhiệt độ mà trải qua hiện tượng thay đổi màu do cấu hình riêng gây ra khi đáp ứng lại nhiệt độ (như polyme xoắn).

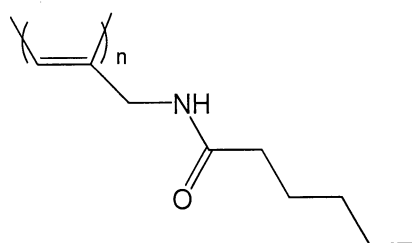
Các chất liệu như vậy có thể trải qua hiện tượng thay đổi màu do cấu hình riêng gây ra, tức là, sự thay đổi thuận nghịch, trong phổ hấp thụ UV-nhìn thấy với sự thay đổi về nhiệt độ. Mặc dù không có một cơ chế rõ ràng nào đã được thiết lập, nhưng đã có sự tin tưởng rằng các polyme đổi màu theo nhiệt độ như vậy trải qua quá trình “chuyển tiếp” thuận nghịch giữa dạng đồng phẳng (được liên hợp ở mức cao) và dạng không phẳng (ít được liên hợp hơn). Có nhiều loại ví dụ đã biết trong lĩnh vực chuyên ngành này như các polythiophen, polysilan, poly(propargyl amit) và polydiacetylen.

Các ví dụ không hạn chế về các polyme thích hợp mà chịu sự thay đổi màu do cấu hình riêng gây ra bao gồm những loại có cấu trúc dưới đây trong đó R' có thể là C₁-C₁₂ alkyl, perflu (C₁-C₁₂) alkyl, C₁-C₁₂ alkoxy, nhóm trityl, C₁-C₁₂ ete, C₁-C₁₂ ete vòng, C₁-C₁₂ lacton vòng, mạch C₁-C₁₂ alkyl được thế bằng từ 1 đến 4 vòng phenyl, nhóm benzyl, nhóm benzyl được thế, trong đó các phần tử thế benzyl được chọn từ hydro, hydroxyl, halogen, C₁-C₁₂ alkoxy, C₁-C₁₂ alkyl, amit, amin, este, nitro, C₁-C₆ imino(C₁-C₆)alkyl, benzylimino(C₁-C₆)alkyl, và aryl; và các copolyme của chúng có thể được điều chế bằng quá trình polyme hóa monome propargylamit tương ứng. Monome này được sản xuất bằng phản ứng của một axit clorua hoặc axit anhydrit mang nhóm R' với chất ưa nhân, thường là propargylamin. Polyme được điều chế bằng quá trình polyme hóa monome bằng chất xúc tác bixyclo(2,2,1)hepta-2,5-dien-rodii⁽¹⁾ tetraphenylborat.

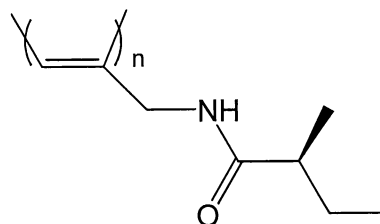


Các polyme cụ thể mà trải qua quá trình thay đổi màu do cấu hình riêng gây ra khi đáp ứng lại nhiệt độ có thể bao gồm, ví dụ, các chất liệu dưới đây:

Xem ví dụ 28 dưới đây để biết về việc điều chế.



Xem ví dụ 29 dưới đây để biết về việc điều chế.



Nền

Các nền thích hợp để sử dụng trong việc điều chế các phần tử quang học đổi màu theo ánh sáng của sáng chế ở dạng nền quang học (a) có thể bao gồm nền bất kỳ trong số các nền nhựa quang học đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và có thể bao gồm các nền không phải nhựa dẻo như thủy tinh. Các ví dụ thích hợp về các nền nhựa quang học, có thể bao gồm các monome polyol(aryl carbonat), ví dụ, các aryl diglycol carbonat như dietylen glycol bis(aryl carbonat), monome này được bán dưới nhãn hiệu CR[®]-39 bởi PPG Industries, Inc; các polyme polyure-polyuretan (polyure uretan), chất này được điều chế, ví dụ, bằng phản ứng của prepolymer polyuretan có nhóm chức isoxyanat và chất gây đóng rắn diamine, chế phẩm của một polyme như vậy được bán dưới nhãn hiệu TRIVEX[®] bởi PPG Industries, Inc; monome carbonat có nhóm đầu mút polyol(met)acryloyl; monome dietylen glycol dimetacrylat; monome phenol metacrylat được etoxy hóa; monome diisopropenyl benzen; monome trimetylol propan triacrylat được etoxy hóa; monome etylen glycol bismetacrylat; monome poly(etylen glycol) bismetacrylat; monome uretan acrylat; poly(bisphenol A dimetacrylat được etoxy hóa); poly(vinyl axetat); rượu poly(vinyllic); poly(vinyl clorua); poly(vinyliden clorua); polyetylen; polypropylen; polyuretan; polythiouretan; polycarbonat dẻo nóng, như nhựa được liên kết carbonat được dẫn xuất từ bisphenol A và phosgen, một chất liệu được bán dưới nhãn hiệu LEXAN; các polyester, như chất liệu được bán dưới nhãn hiệu MYLAR; poly(etylen terephthalat); polyvinyl butyral; poly(metyl metacrylat), như chất liệu được bán dưới nhãn hiệu PLEXIGLAS, và các polyme được điều chế bằng cách cho isoxyanat đa chức phản ứng với monome polyepisulfua hoặc polythiol, hoặc được homopolyme hóa hoặc copolyme hóa và/hoặc terpolyme hóa với polythiol, polyisoxyanat, polyisothioxyanat và tùy ý là, monome không no etylen hoặc các monome vinyl chứa nhóm thiom được halogen hóa. Cũng được dự liệu là copolyme của những monome như vậy và các hỗn hợp của các polyme và copolyme đã được mô tả này với các polyme khác, ví dụ, để tạo các sản phẩm mạng lưới đan xen.

Ngoài ra, các nền có thể có màng phủ bảo vệ, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, màng phủ chống mài mòn, như “màng cứng”, trên các bề mặt phía ngoài của chúng. Ví dụ, các nền mắt kính dùng cho mắt polycarbonat dẻo nóng có bán trên thị

trường thì thường được bán với màng phủ chống mài mòn đã được phủ sẵn lên bề mặt ngoài của nó bởi vì những bề mặt này dễ bị cào xước, mài mòn hoặc trầy xước. Một ví dụ về nền mắt kính như vậy là mắt kính polycarbonat GENTEX™ (sẵn có từ Gentex Optics). Do đó, như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “nền” bao gồm nền có màng phủ bảo vệ, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, màng phủ chống mài mòn, trên (các) bề mặt của nó.

Hơn nữa, các nền có thể là trong suốt hoặc sở hữu thuộc tính ảnh hưởng đến ánh sáng. Các nền quang học thích hợp có thể là nền không được nhuộm màu sáng, nền được nhuộm màu sáng, nền phân cực tuyến tính, nền phân cực tròn, nền phân cực bầu dục, nền đổi màu theo ánh sáng hoặc nền được nhuộm màu sáng-đổi màu theo ánh sáng. Như được sử dụng ở đây liên quan đến nền, thuật ngữ “không được nhuộm màu sáng” có nghĩa là nền hầu như không có sự thêm chất tạo màu vào (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, thuốc nhuộm thông thường) và có phổ hấp thụ đối với bức xạ nhìn thấy mà không khác đi đáng kể khi đáp ứng lại bức xạ quang hóa. Ngoài ra, liên quan đến nền, thuật ngữ “được nhuộm màu sáng” có nghĩa là các nền có sự thêm chất tạo màu vào (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, thuốc nhuộm thông thường) và phổ hấp thụ đối với bức xạ nhìn thấy không khác đi đáng kể khi đáp ứng lại bức xạ quang hóa.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “phân cực tuyến tính” liên quan đến nền được dùng để chỉ các nền mà được làm thích ứng để bức xạ phân cực tuyến tính. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “phân cực tròn” liên quan đến nền được dùng để chỉ các nền được làm thích ứng để bức xạ phân cực tròn. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “phân cực bầu dục” liên quan đến nền được dùng để chỉ các nền được làm thích ứng để bức xạ phân cực bầu dục.

Các chất liệu đổi màu theo ánh sáng

Các chất liệu đổi màu theo ánh sáng mà thích hợp cho cho việc sử dụng trong vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng của sáng chế làm chất liệu đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt (b) có thể bao gồm pyran, fulgit và oxazin. Các ví dụ cụ thể về các chất liệu đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt thích hợp có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các nhóm chất liệu dưới đây: các

cromen, ví dụ, naphtopyran, benzopyran, indenonaphtopyran và phenantropyran; các spiropyran, ví dụ, spiro(benzindolin)naphtopyran, spiro(indolin)benzopyran, spiro(indolin)naphtopyran, spiro(indolin)quinopyran và spiro(indolin)pyran; các oxazin, ví dụ, spiro(indolin)naphtoxazin, spiro(indolin)pyridobenzoxazin, spiro(benzindolin)pyridobenzoxazin, spiro(benzindolin)naphtoxazin và spiro(indolin)benzoxazin; các fulgit, các fulgimit và các hỗn hợp gồm những hợp chất đổi màu theo ánh sáng như vậy. Các hợp chất đổi màu theo ánh sáng này được mô tả trong các patent Mỹ 4,931,220 ở cột 8, dòng 52 đến cột 22, dòng 40; 5,645,767 ở cột 1, dòng 10 đến cột 12, dòng 57; 5,658,501 ở cột 1, dòng 64 đến cột 13, dòng 17; 6,153,126 ở cột 2, dòng 18 đến cột 8, dòng 60; 6,296,785 ở cột 2, dòng 47 đến cột 31, dòng 5; 6,348,604 ở cột 3, dòng 26 đến cột 17, dòng 15; và 6,353,102 ở cột 1, dòng 62 đến cột 11, dòng 64. Các spiro(indolin)pyran thì cũng được mô tả trong văn bản, Techniques in Chemistry, quyển III, "Photochromism", chương 3, Glenn H. Brown, tác giả biên tập, John Wiley và Sons, Inc., New York, 1971. Cũng vậy, vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng của sáng chế cũng có thể chứa thuốc nhuộm đổi màu theo ánh sáng-lưỡng sắc. Các hỗn hợp của chất bất kỳ trong số các chất trên đây có thể được sử dụng. Các thuốc nhuộm tạo màu thông thường và/hoặc các thuốc nhuộm đổi màu theo ánh sáng thông thường khác như đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này cũng có thể được sử dụng cùng với các chất liệu đổi màu theo ánh sáng được đề cập trên đây.

Các chất liệu đổi màu theo ánh sáng được sử dụng trong các phần tử quang học của sáng chế có thể được chấp nối vào nền quang học bằng phương pháp hấp thụ như được bàn luận trên đây. Theo cách khác, các chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được phủ lên nền quang học ở dạng chế phẩm phủ để tạo màng phủ đổi màu theo ánh sáng ít nhất một phần trên bề mặt của nền quang học. Các ví dụ không hạn chế về các màng phủ đổi màu theo ánh sáng thông thường bao gồm màng phủ chứa hợp chất bất kỳ trong số các hợp chất đổi màu theo ánh sáng thông thường mà được bàn chi tiết trên đây. Ví dụ, mặc dù không giới hạn ở đây, các màng phủ đổi màu theo ánh sáng có thể là màng phủ polyuretan đổi màu theo ánh sáng, như những loại được mô tả trong patent Mỹ 6,187,444; các màng phủ nhựa dẻo amino đổi màu theo ánh sáng, như những loại được mô tả trong các patent Mỹ 4,756,973,

6,432,544 và 6,506,488; các màng phủ polysilan đổi màu theo ánh sáng, như những loại được mô tả trong patent Mỹ 4,556,605; các màng phủ poly(met)acrylat đổi màu theo ánh sáng, như những loại được mô tả trong các patent Mỹ 6,602,603, 6,150,430 và 6,025,026, và công bố WIPO số WO 01/02449; các màng phủ polyanhydrit đổi màu theo ánh sáng, như những loại được mô tả trong patent Mỹ 6,436,525; các màng phủ polyacrylamit đổi màu theo ánh sáng như những loại được mô tả trong patent Mỹ 6,060,001; các màng phủ nhựa epoxy đổi màu theo ánh sáng, như những loại được mô tả trong các patent Mỹ 4,756,973 và 6,268,055; và các màng phủ poly(ure-uretan) đổi màu theo ánh sáng, như những loại được mô tả trong patent Mỹ 6,531,076. Các phần mô tả của các patent Mỹ được đề cập trên đây và các công bố quốc tế được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể.

Các màng phủ hỗn hợp

Cần phải nêu lên rằng, màng phủ chuyển tiếp có thể được phủ lên nền quang học, ví dụ, trước khi phủ chất liệu đổi màu theo ánh sáng. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “màng phủ chuyển tiếp” có nghĩa là màng phủ giúp ích cho việc tạo ra độ chênh lệch về các thuộc tính giữa hai màng phủ. Ví dụ, mặc dù không giới hạn ở đây, màng phủ chuyển tiếp có thể giúp ích trong việc tạo ra độ chênh lệch về độ cứng giữa màng phủ tương đối cứng (như màng phủ cứng có tính bảo vệ được đề cập trên đây, màng phủ này có thể được phủ một cách trực tiếp lên bề mặt nền quang học) và màng phủ tương đối mềm (như màng phủ đổi màu theo ánh sáng); hoặc giữa màng phủ đổi màu theo ánh sáng tương đối mềm hơn và màng phủ chống mài mòn được phủ tiếp theo. Các ví dụ không hạn chế về màng phủ chuyển tiếp có thể bao gồm màng mỏng trên cơ sở acrylat được làm đóng rắn bằng bức xạ.

Có thể phủ một hoặc nhiều màng phủ bảo vệ lên chất liệu đổi màu theo ánh sáng (ví dụ, trong trường hợp chất hấp thụ UV phụ thuộc vào nhiệt độ của sáng chế đã được bao hàm ở dạng hợp phần trong chất liệu đổi màu theo ánh sáng), hoặc trên chất hấp thụ UV phụ thuộc vào nhiệt độ mà đã được phủ lên chất liệu đổi màu theo ánh sáng. Các ví dụ không hạn chế về các màng phủ bảo vệ có thể bao gồm màng phủ chống mài mòn chứa silan hữu cơ, màng phủ chống mài mòn chứa màng mỏng trên cơ sở acrylat được làm đóng rắn bằng bức xạ, màng phủ chống mài mòn trên

cơ sở các chất liệu vô cơ như silic oxit, titan oxit và/hoặc ziricon oxit, màng phủ hữu cơ chống mài mòn thuộc loại mà có thể làm đóng rắn được bằng ánh sáng cực tím, màng phủ chắn oxy, màng phủ chắn UV, và các dạng kết hợp của chúng. Ví dụ, màng phủ bảo vệ có thể chứa màng phủ thứ nhất của màng mỏng trên cơ sở acrylat được làm đóng rắn bằng bức xạ và màng phủ thứ hai chứa silan hữu cơ. Các ví dụ không hạn chế về các sản phẩm màng phủ bảo vệ thương mại bao gồm SILVUE® 124 và các màng phủ HI-GARD®, lần lượt sẵn có từ SDC Coatings, Inc. Và PPG Industries, Inc.

Sáng chế được mô tả một cách cụ thể hơn trong những ví dụ dưới đây chỉ nhằm mục đích minh họa, vì nhiều cải biến và thay đổi khác nhau trong đó sẽ sáng tỏ đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ở phần A, việc điều chế các chất bazơ Schiff của các ví dụ 1-20 được mô tả. Ở phần B, là ghi nhận về những thay đổi về mật độ quang học của các ví dụ 1- 20 trong dung dịch. Ở phần C, việc điều chế các màng polyme của các ví dụ 21-27 được mô tả. Ở phần D, là ghi nhận về việc đo những thay đổi về mật độ quang học của các màng polyme. Ở phần E, việc điều chế các polyme đổi màu theo nhiệt độ của các ví dụ 28 và 29 được mô tả. Ở phần F, việc đo những thay đổi về mật độ quang học của các polyme đổi màu theo nhiệt độ được mô tả. Ở phần G, điều chế và thử nghiệm cụm lắp ráp của polyme của ví dụ 28 trong dung dịch trước chip được phủ chất đổi màu theo ánh sáng được mô tả.

Phần A – Điều chế bazơ Schiff

Ví dụ 1

2-Hydroxyacetophenon (0,88ml, 7,4mmol), được làm tan trong 10ml etanol trong bình phản ứng nhỏ đáy tròn. Metylamin (4ml, 8,1mmol), ở dạng dung dịch 2M trong tetrahydrofuran (THF), được bổ sung và hỗn hợp phản ứng thu được được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Hỗn hợp phản ứng trở nên có màu vàng. Sau 30 phút, hỗn hợp phản ứng được làm nguội xuống nhiệt độ phòng và dung môi được loại ra để thu được chất rắn tinh thể màu vàng. Chất rắn màu vàng này được làm tan

trong 15ml toluen và sau đó, làm bay hơi toluen để thu được sản phẩm tinh thể màu vàng (890mg, 5,89mmol). Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-2-(1-(metylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 2

3,5-Diclo-2-hydroxyaxetophenon (1,5g, 7,4mmol) được làm tan trong 10ml ethanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (4ml, 8,1mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và hỗn hợp phản ứng thu được được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng tươi. Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt ở hồi lưu trong 30 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Sau khi làm bay hơi 2ml ethanol, sản phẩm này kết tinh. Quá trình thu hồi bằng cách lọc thu được sản phẩm (0,9g, 4,1mmol) ở dạng bột màu vàng tươi. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-4,6-diclo-2-(1-(metylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 3

5-Nitro-2-hydroxyaxetophenon (1g, 5,5mmol) được làm tan trong 10ml ethanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (4ml, 8,1mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và hỗn hợp phản ứng thu được được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng tươi. Nó được gia nhiệt đến hồi lưu trong 30 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Sản phẩm kết tinh ngay khi làm lạnh xuống nhiệt độ phòng. Quá trình thu hồi bằng cách lọc thu được sản phẩm (0,95g, 5,0mmol) ở tinh thể dạng sợi màu vàng tươi. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-2-(1-(metylimino)etyl)-4-nitrophenol.

Ví dụ 4

1,1'-(4,6-dihydroxy-1,3-phenylen)bis-etanon (1g, 4,8mmol), được làm tan trong 10ml ethanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (8ml, 16mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng. Nó được gia nhiệt đến hồi lưu trong 30 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Sản phẩm kết tinh

sau khi loại bỏ một lượng nhỏ ml dung môi dưới áp suất giảm. Sản phẩm (0,3g, 1,4mmol) được phân lập bằng cách lọc ở dạng bột tinh thể mịn màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: 2,4-bis((E)-1-(metylimino)etyl)benzen-1,5-diol.

Ví dụ 5

2,2'-dihydroxy-benzophenon (1g, 4,6mmol), được làm tan trong 10ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (3ml, 6mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng. Nó được gia nhiệt đến hồi lưu trong 60 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Sản phẩm kết tinh sau khi loại bỏ một lượng nhỏ ml dung môi dưới áp suất giảm. Sản phẩm (0,7g, 3,1mmol) được phân lập bằng cách lọc ở dạng bột tinh thể mịn màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-2-(1-(metylimino)-*o*-hydroxyphenyl)phenol.

Ví dụ 6

6-metoxi-2-hydroxyaxetophenon (1g, 6mmol), được làm tan trong 10ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (4ml, 8mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng. Nó được gia nhiệt đến hồi lưu trong 60 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Dung môi là được làm bay hơi để thu được dầu mà được hóa rắn khi bổ sung một lượng nhỏ của các hexan. Sản phẩm (0,7g, 3,9mmol) được phân lập bằng cách lọc dưới dạng chất rắn màu vàng sáng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-3-metoxi-2-(1-(metylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 7

2-Hydroxyaxetophenon (1g, 7,4mmol), được làm tan trong 10ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Isopropylamin (0,75ml, 8mmol), được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng. Nó được gia nhiệt đến hồi lưu trong 45 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt

độ phòng. Dung môi là được làm bay hơi để thu được sản phẩm (1,2g, 6,7mmol) ở dạng dầu màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-2-(1-(isopropylimino)ethyl)phenol.

Ví dụ 8

2-Hydroxyaxetophenon (1g, 7,4mmol), được làm tan trong 10ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Benzylamin (0,96ml, 8,8mmol) được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng. Nó được gia nhiệt đến hồi lưu trong 30 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Khi làm nguội, tinh thể hình thành và sản phẩm (1,6g, 7,1mmol) được gom bằng cách lọc ở tinh thể dạng sợi màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-2-(1-(benzylimino)ethyl)phenol.

Ví dụ 9

5-metoxy-2-hydroxyaxetophenon (1g, 6mmol), được làm tan trong 25ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (4ml, 8mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và hỗn hợp phản ứng thu được được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng. Nó được gia nhiệt đến hồi lưu trong 40 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Quá trình làm bay hơi dung môi thu được dầu màu vàng, dầu này kết tinh khi bổ sung một lượng nhỏ hexan. Sản phẩm (0,75g, 4,2mmol) được gom bằng cách lọc dưới dạng chất rắn màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-4-metoxy-2-(1-(metylimino)ethyl)phenol.

Ví dụ 10

6-metoxy-2-hydroxyaxetophenon (1g, 6mmol) được làm tan trong 25ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Benzylamin (0,8ml, 7,2mmol), được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng. Nó được gia nhiệt đến hồi lưu trong 120 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Quá trình làm bay hơi dung môi thu được dầu màu vàng, dầu này kết tinh dần dần khi để yên để thu được sản phẩm (1,4g, 5,5mmol) dưới dạng

chất rắn màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-3-metoxi-2-(1-(benzylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 11

4-metoxi-2-hydroxyacetophenon (1g, 6mmol), được làm tan trong 25ml ethanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (4ml, 8mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng nhạt. Nó được gia nhiệt đến hồi lưu trong 150 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Quá trình làm bay hơi dung môi cho ta sản phẩm (0,8g, 4,6mmol) ở dạng tinh thể màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-5-metoxi-2-(1-(metylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 12

2,6-dihydroxyacetophenon (1g, 6,5mmol), được làm tan trong 15ml ethanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (5ml, 10mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu dưới nitơ. Dung dịch này trở nên có màu vàng nhạt. Nó được gia nhiệt đến hồi lưu trong 60 phút trước khi được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Ngay khi làm lạnh xuống nhiệt độ phòng, các tinh thể hình thành và được thu gom thông qua việc lọc và được rửa một lần bằng ethanol để thu được sản phẩm (0,6g, 3,8mmol) ở dạng tinh thể màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-3-hydroxy-2-(1-(metylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 13

6-etoxy-2-hydroxyacetophenon (1,0g, 5,5mmol), được làm tan trong khi vẫn khuấy trong 15ml ethanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (5ml, 10mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu trong 2 giờ. Sau khi hồi lưu trong hai giờ, dung dịch màu vàng được làm nguội xuống nhiệt độ phòng và dung môi được làm bay hơi, thu được dầu màu vàng, dầu này kết tinh khi để yên để thu được sản phẩm (1,0g, 5,2mmol) dưới

dạng chất rắn màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-3-etoxy-2-(1-(metylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 14

1-hydroxy-2-axetonaphton (1,0g, 5,4mmol), được làm tan trong khi vẫn khuấy trong 15ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (4ml, 8mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu trong 30 phút và được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Quá trình làm bay hơi một lượng nhỏ ml dung môi dẫn đến hiện tượng kết tinh. Sản phẩm (0,67g, 3,3mmol) được gom bằng cách lọc ở dạng chất rắn tinh thể màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-2-(1-(metylimino)etyl)-1-hydroxynaphtalen.

Ví dụ 15

2-hydroxy-1-axetonaphton (1,0g, 5,4mmol), được làm tan trong khi vẫn khuấy trong 15ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (4ml, 8mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu trong 30 phút và được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Quá trình làm bay hơi một lượng nhỏ ml dung môi dẫn đến hiện tượng kết tinh. Sản phẩm (0,67g, 3,3mmol) được gom bằng cách lọc ở dạng chất rắn tinh thể màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-1-(1-(metylimino)etyl)-2-hydroxynaphtalen.

Ví dụ 16

4-metoxy-2-hydroxyaxetophenon (1,3g, 7,8mmol), được làm tan trong khi vẫn khuấy trong 20ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. *o*-flobenzylamin (1g, 7,8mmol), được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu trong 60 phút và được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Quá trình làm bay hơi dung môi đem lại dầu màu vàng mà kết tinh từ từ khi để yên để thu được sản phẩm (2,1g, 7,7mmol). Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-5-metoxy-2-(1-(*o*-flobenzylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 17

4-flo-2-hydroxyaxetophenon (1,0g, 6,5mmol), được làm tan trong khi vẫn khuấy trong 20ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (5ml, 10mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu trong 45 phút và được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Quá trình làm bay hơi một lượng nhỏ ml dung môi và làm lạnh dung dịch trong bể đá lạnh dẫn đến hiện tượng kết tinh. Sản phẩm (0,51g, 3,1mmol) được gom bằng cách lọc ở dạng chất rắn tinh thể màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-5-flo-2-(1-(metylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 18

4-metoxi-2-hydroxyaxetophenon (1,3g, 8,1mmol), được làm tan trong khi vẫn khuấy trong 20ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. *o*-hydroxybenzylamin (1g, 8,1mmol), được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu trong 15 phút. Sau khi hồi lưu, dung dịch được làm nguội xuống nhiệt độ phòng, trong suốt thời gian này, hiện tượng kết tinh diễn ra. Sản phẩm (1,7g, 6,3mmol) được thu gom thông qua việc lọc dưới dạng bột tinh thể màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-5-metoxi-2-(1-(*o*-hydroxybenzylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 19

4,6-dimetoxi-2-hydroxyaxetophenon (1,0g, 5,1mmol) được làm tan trong khi vẫn khuấy trong 20ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. Metylamin (5ml, 10mmol), ở dạng dung dịch 2M trong THF, được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu trong 120 phút và được làm nguội xuống nhiệt độ phòng. Quá trình làm bay hơi một lượng nhỏ ml dung môi và làm lạnh dung dịch trong bể đá lạnh dẫn đến hiện tượng kết tinh. Sản phẩm (0,3g, 1,4mmol) được gom bằng cách lọc ở dạng chất rắn tinh thể màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-3,5-metoxi-2-(1-(metylimino)etyl)phenol.

Ví dụ 20

4-metoxy-2-hydroxyacetophenon (1g, 6mmol), được làm tan trong khi vẫn khuấy trong 20ml etanol trong bình phản ứng đáy tròn 100ml. *o*-aminobenzylamin (0,74g, 6mmol), được bổ sung và phản ứng được gia nhiệt đến hồi lưu trong 45 phút. Sau khi hồi lưu, dung dịch được làm nguội xuống nhiệt độ phòng và một tí ml dung môi được loại ra dưới áp suất giảm, trong suốt thời gian này, hiện tượng kết tinh diễn ra. Sản phẩm (1,2g, 6,3mmol) được thu gom thông qua việc lọc dưới dạng bột tinh thể màu vàng. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với tên gọi dưới đây: (E)-5-metoxy-2-(1-(*o*-aminobenzylimino)etyl)phenol.

Phần B - Đo những thay đổi về mật độ quang học trong dung dịch

Một vài mg chất hấp thụ UV từ các ví dụ trên đây, được làm tan trong clorofom, ngoại trừ ví dụ 12 đòi hỏi bổ sung etanol để hòa tan chất liệu này. Những thay đổi về sự hấp thụ ở $\lambda_{\max}$ ($\lambda_{\max}$) cho thấy liên quan đến nhiệt độ được đo và được ghi nhận trong bảng dưới đây. Nếu $\lambda_{\max}$ là thấp hơn 350nm, thì bước sóng cao hơn được chọn cho phép đo. Những bước sóng này được nhận diện bằng dầu hoa thị (*). Các dung dịch clorofom trống được sử dụng làm chuẩn tham chiếu. Thực hiện các lần đo mức hấp thụ trên phổ kế Cary 6000i UV/Vis quét từ 600-270nm ở 600 nm/phút với bước là 1nm và thời gian tích hợp là 0,1 giây. Hiệu chỉnh đường chuẩn 100% được sử dụng để hiệu chỉnh các biến thiên nhẹ giữa mẫu và các chùm tia tham chiếu. Sử dụng thiết bị kiểm soát nhiệt độ Peltier 6x6, các dung dịch được gia nhiệt đến 40°C hoặc được làm lạnh xuống 0°C và được làm cân bằng trong ít nhất 30 phút trước khi đo mức hấp thụ của chúng ở bước sóng được liệt kê trong bảng dưới đây. Các mẫu được khuấy một cách liên tục bằng thiết bị khuấy từ được gắn liền trong thiết bị kiểm soát nhiệt độ Peltier. Buồng mẫu được sục khí nitơ một cách liên tục để ngăn ngừa hiện tượng ngưng tụ trên các cuvet khi nhiệt độ thấp hơn 15°C. Các kết quả của tất cả các ví dụ trên đây thì được ghi nhận dưới đây ngoại trừ ví dụ 14 là ví dụ đã bị phân hủy dưới các điều kiện thử nghiệm.

Ví dụ số	$\lambda_{\max}$ (nm)	O.D. ở 40°C	O.D. ở 0°C
1	390	0,88	1,24
2	418	2,24	2,88

3	394	1,54	1,64
4	386	1,21	1,50
5	349	0,59	0,65
6	390	0,45	0,63
7	400*	0,22	0,30
8	389	0,31	0,39
9	420*	0,23	0,28
10	390	0,33	0,44
11	380	0,85	1,11
12	394	0,20	0,32
13	390	0,08	0,11
15	414	1,09	1,30
16	385 *	0,29	0,39
17	385*	0,20	0,26
18	385	0,21	0,27
19	322	0,60	0,65
20	350	0,43	0,67

Phần C – Điều chế màng polyme

Ví dụ 21

Chất hấp thụ UV của ví dụ 1 được làm tan trong dung dịch 7% trọng lượng poly(vinyl pyrolidon) (MW = 360.000) trong clorofom. 4ml dung dịch này được phủ quay lên nền thử nghiệm hình vuông có kích thước 2’’×2’’×0,25’’ (5,08 cm×5,08cm×0,635cm), nền này được tạo ra từ sản phẩm polyme hóa của monome CR-39® (sẵn có từ HOMALITE), trong 8-10 giây ở mức 1500-2000 vòng/phút và được phép hong khô qua đêm ở nhiệt độ môi trường. Trước khi phủ quay, chip này được xử lý bằng sự phóng điện văng quang từ đơn vị Tantec vận hành ở 54 kV trong 45 giây.

Ví dụ 22

Quy trình của ví dụ 21 được tuân thủ chỉ có điều chất hấp thụ UV của ví dụ 11 được làm tan trong dung dịch 15% trọng lượng poly(isobutyl metacrylat) (MW = 130.000) trong clorofom.

Ví dụ 23

Quy trình của ví dụ 21 được tuân thủ chỉ có điều chất hấp thụ UV của ví dụ 11 được làm tan trong dung dịch 7% trọng lượng poly(vinyl pyrrolidon) (MW = 360.000) trong clorofom.

Ví dụ 24

Dung dịch 7% trọng lượng của poly(vinyl pyrrolidon) (MW = 360.000) trong clorofom được trộn theo tỷ lệ trọng lượng 3:1 với dung dịch 15% trọng lượng của poly[4,4'-metylenbis(phenyl isoxyanat)-*alt*-1,4-butanediol/di(propylen glycol)/polycaprolacton] (sẵn có từ Aldrich) trong N-metylpyrrolidon. Sau đó, dung dịch này được pha loãng 20% trọng lượng bằng lượng clorofom phụ thêm và được sử dụng để làm tan 10mg chất hấp thụ UV của ví dụ 16. Quy trình phủ quay của ví dụ 21 được tuân thủ chỉ có điều sau khi phủ, mẫu được gia nhiệt trong lò ở 75°C trong 45 phút.

Ví dụ 25

Dung dịch 7% trọng lượng của poly(vinyl pyrrolidon) (MW = 360.000) trong clorofom được trộn theo tỷ lệ trọng lượng 3:1 với dung dịch 25% trọng lượng của poly(etylen glycol) (MW = 1000) trong clorofom. Sau đó, dung dịch polyme này được pha loãng bằng lượng clorofom phụ thêm là 20% trọng lượng. Sau đó, sử dụng dung dịch này để làm tan 10mg chất hấp thụ UV của ví dụ 16. Quy trình phủ quay của ví dụ 21 được tuân thủ chỉ có điều sau khi phủ, mẫu được gia nhiệt trong lò ở 75°C trong 45 phút.

Ví dụ 26

Dung dịch 7% poly(vinyl pyrrolidon) (MW = 360.000) trong clorofom được trộn theo tỷ lệ trọng lượng 3:1 với dung dịch 15% trọng lượng của poly[4,4'-metylenbis(phenyl isoxyanat)-*alt*-1,4-butanediol/di(propylen

glycol)/polycaprolacton] (sẵn có từ Aldrich) trong N-metylpyrrolidon. Sau đó, một lượng nhỏ giọt triethylamin được bổ sung và dung dịch thu được được pha loãng 20% trong lượng bằng lượng clorofom phụ thêm. Sử dụng dung dịch này để làm tan 10mg chất hấp thụ UV của ví dụ 16. Quy trình phủ quay của ví dụ 21 được tuân thủ chỉ có điều sau khi làm khan trong không khí trong 1 phút, 4ml dung dịch 15% trọng lượng của polystyren (MW = 45,000) trong toluen được phủ quay trong 8-10 giây ở mức 1500-2000 vòng/phút trên phần trên cùng của mẫu. Chip thu được được gia nhiệt trong lò ở 75°C trong 45 phút.

Ví dụ 27

Quy trình của ví dụ 21 được tuân thủ chỉ có điều chất hấp thụ UV của ví dụ 16 (10mg) được làm tan trong 10 gam dung dịch 10% trọng lượng của poly(sulfon) (MW = 16.000) trong clorofom.

Phần D - Đo những thay đổi về mật độ quang học của màng polymer

Các mẫu nền được phủ màng polyme được điều chế theo các quy trình trên đây. Lượng của chất hấp thụ UV từ các ví dụ 1, 11 và 16 được sát nhập vào các màng polyme là từ khoảng 0,1 đến 2% sao cho đạt được mật độ quang học có thể đo được, thường là từ 0,1 đến 3. Thực hiện các lần đo mức hấp thụ trên phổ kế Cary 6000i UV/Vis quét từ 600-270nm ở 600 nm/phút với bước là 1nm và thời gian tích hợp là 0,1 giây. Hiệu chỉnh đường chuẩn 100% được sử dụng. Nhiệt độ của các nền được phủ được kiểm soát bằng cách sử dụng hoặc thiết bị tuần hoàn khép kín RTE-140 hoặc RTE-220 có tác dụng kiểm soát nhiệt độ trong ngăn không khí bằng phương tiện là thiết bị bức xạ và quạt, những thiết bị này, sau đó, làm tuần hoàn không khí đã được điều hòa bên trong ngăn không khí cách nhiệt bên trong Cary 6000i. Ngăn không khí bên trong Cary được trang bị thiết bị giữ nền tự định tâm, hai cửa sổ có lỗ thoát để làm giảm mức ngưng tụ, và 2 lỗ dùng cho đầu dò RTD từ Cary. Nhiệt độ của các nền được phủ được phép làm cân bằng trong ít nhất 30 phút trước khi đo mức hấp thụ được ghi nhận dưới đây.

Ví dụ	λ max (nm)	OD ở 0°C	OD ở 40°C
21	391	0,90	0,59
22	374	0,28	0,23
23	378	1,19	0,73
24	376	0,18	0,12
25	376	0,38	0,18
26	376	0,20	0,12
27	376	0,17	0,15

Phần E – Điều chế các polyme đổi màu theo nhiệt độ

Ví dụ 28

Bước 1

Quy trình của Schrock và Osborn trong “Inorganic Chemistry”, 1970, 9, các trang 2339-2343 được sử dụng để điều chế bixyclo(2,2,1)hepta-2,5-dien-rod⁽¹⁾ tetraphenylborat như sau. Natri tetraphenylborat 284mg được làm tan trong 20ml metanol trong bình phản ứng đáy tròn trong khi vẫn khuấy. Dung dịch của 200mg dime bixyclo(2,2,1)hepta-2,5-dien-rod⁽¹⁾ clorua (sẵn có từ Aldrich) được làm tan trong diclometan được bổ sung từng giọt bằng cách sử dụng ống pipet. Các tinh thể bắt đầu hình thành và sau khi khuấy trong 10 phút, sản phẩm được thu thập thông qua việc lọc. Quá trình làm khan sản phẩm bằng cách sử dụng bơm chân không thu được 370mg bột màu nâu vàng sáng.

Bước 2

Trong bình phản ứng đáy tròn hai cổ, 200ml THF được làm lạnh trong bể đá lạnh đến 0°C. Pyridin (5ml, 66mmol), hexanoyl clorua (5,2ml, 37mmol), và propargyl amin (4ml, 91mmol) được bổ sung một cách liên tiếp. Sau khi bổ sung axit clorua, chất kết tủa hình thành. Sau 5 phút, hỗn hợp phản ứng được làm ấm đến nhiệt độ phòng và được khuấy trong 1 giờ. Loại chất kết tủa ra bằng cách lọc và thu gom chất lọc được. Chất lọc được pha loãng bằng etyl axetat và được rửa hai lần bằng HCl 1M, một lần bằng nước, và một lần bằng dung dịch natri bicarbonat, được làm khan trên MgSO₄ và được làm bay hơi để thu được 4,5g các tinh thể màu

trắng nhạt. Kế tiếp, sản phẩm này được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần phải xác định đặc điểm gì thêm.

Bước 3

Sản phẩm của bước 2 (2 gam, 13,1mmol) được làm tan trong 13ml THF trong bình phản ứng nhỏ đáy tròn có thanh khuấy. Sau khi sục bằng nitơ trong 10 phút, bixyclo(2,2,1)hepta-2,5-dien-rod⁽¹⁾ tetraphenylborat từ bước 1(60mg, 0,13mmol) được bổ sung và hỗn hợp phản ứng được khuấy trong 75 phút ở nhiệt độ phòng. Hỗn hợp phản ứng đã thay đổi màu từ vàng sáng sang cam đậm trong quá trình phản ứng. Sau đó, hỗn hợp phản ứng được rót vào 300ml hexan để kết tủa polyme. Sản phẩm poly(N-propargylhexanamit) được thu gom thông qua việc lọc và được làm khan bằng cách sử dụng bơm chân không để thu được 1,5g chất rắn dạng bông tuyết màu vàng sáng. Polyme được đặc trưng bởi ¹H NMR và GPC và được phát hiện thấy là nhất quán với cấu trúc của poly(N-propargylhexanamit).

Ví dụ 29

Bước 1

Quy trình của bước 1 của ví dụ 28 được tuân thủ.

Bước 2

(S)-(+)-2-metylbutyric axit (7,7g, 75mmol) được làm tan trong 100ml THF và N-metylmorpholin (8ml, 82,5mmol) trong bình phản ứng đáy tròn. Dung dịch được làm lạnh trong bể đá lạnh và iso-butylcloformat (10,7ml, 82,5mmol) được bổ sung. Dung dịch trở nên trắng đục. Sau 15 phút khuấy, progargylamin (6,2ml, 90mmol), được bổ sung, tạo ra phản ứng tỏa nhiệt. Sau ít phút, loại bể đá lạnh ra và hỗn hợp phản ứng được phép khuấy ở nhiệt độ phòng trong 1 giờ. Hỗn hợp phản ứng được lọc để loại bỏ chất kết tủa và chất lọc được pha loãng bằng etyl axetat. Rửa lớp hữu cơ thu được bằng HCl 1M và dung dịch natri bicarbonat bão hòa. Lớp này được làm khan trên MgSO₄ và được làm bay hơi. Chất lỏng thu được được sắc ký trên silicagel rửa giải bằng 1:1 hexan/etyl axetat. Các phân chứa sản phẩm được làm bay hơi để thu được chất rắn dạng sáp màu trắng (2,4g, 17,3mmol), mà kế tiếp, chất này được sử dụng trong bước tiếp theo.

Bước 3

Trong bình phản ứng đáy tròn chứa 15ml THF, sản phẩm của bước 2 (2,4g, 17,2mmol) được làm tan và được sục bằng nitơ trong 15 phút. Bixyclo(2,2,1)hepta-2,5-dien-rodin⁽¹⁾ tetraphenylborat từ bước 1 (76mg, 0,17mmol) được bổ sung và hỗn hợp phản ứng được khuấy ở nhiệt độ phòng trong 75 phút. Dung dịch đã thay đổi màu từ vàng sáng sang màu cam sang nâu đậm và đặc dần. Sau khi 75 phút, hỗn hợp phản ứng được rót vào 300ml hexan để kết tủa polyme. Sản phẩm được gom bằng cách lọc và được làm khan dưới áp suất giảm để thu được chất rắn màu vàng sáng. Polyme được đặc trưng bởi GPC và ¹H NMR và cho thấy sản phẩm là nhất quán với cấu trúc của poly[(S)-N-propargyl-2-metylbutanamit].

Phần F – Đo những thay đổi về mật độ quang học của các polyme đổi màu theo nhiệt độ

Một lượng nhỏ mg polyme từ các ví dụ 28 và 29 được lần lượt làm tan trong các cuvet chứa clorofom và THF. Nồng độ của các polyme được điều chỉnh sao cho mật độ quang học của chúng từ 275 đến 500nm là < 4,0. Các cuvet chứa clorofom và THF không có polyme được làm tan trong chúng cũng được điều chế cho mục đích sử dụng làm tế bào tham chiếu. Đo mức hấp thụ ở 390nm trên phổ kế Cary Model 6000i UV/Vis được trang bị thiết bị kiểm soát nhiệt độ Peltier 6 x 6. Tình trạng hấp thụ được quét từ 275-500nm ở tốc độ là 600 nm/phút trong các bước 1nm với thời gian tích hợp là 0,1 giây. Bảng dưới đây cho thấy sự thay đổi về mức hấp thụ của các polyme từ 5 đến 35°C.

Ví dụ	O.D. ở 5°C	O.D. ở 35°C
28	3,53	0,14
29	0,68	0,22

Phần G – Đo những thay đổi về mật độ quang học của cụm lắp ráp của nền đổi màu theo ánh sáng và dung dịch polyme đổi màu theo nhiệt độ

Màng phủ polyuretan đổi màu theo ánh sáng (thuộc loại được mô tả trong patent Mỹ số 6,187,444 B1) được phủ lên nền thử nghiệm có kích thước 2”×2”×0,25” (5,08cm×5,08cm×0,635cm), nền này được tạo ra từ sản phẩm polyme

hóa của monome CR-39® (sẵn có từ HOMALITE), và được làm đóng rắn bằng nhiệt. Màng phủ polyuretan đổi màu theo ánh sáng là dày xấp xỉ 20 micron. Trước khi phủ quay, nền thử nghiệm được xử lý bằng quá trình phóng điện vầng quang từ thiết bị Tantec vận hành ở 54 kV trong 45 giây. Dung dịch polyme của ví dụ 28 trong cuvet độ dài đường dẫn 1mm (25mm tròn) là được đặt trước nền được phủ đổi màu theo ánh sáng để tạo cụm lắp ráp mà được kiểm nghiệm trên bàn quang học. Về phép so sánh, dung dịch clorofom không chứa polyme, một đối chứng, cũng được đặt trước nền được phủ đổi màu theo ánh sáng được điều chế theo cùng một phương thức và được thử nghiệm trên bàn quang học bằng cách sử dụng quy trình dưới đây.

Bàn quang học được sử dụng để đo các thuộc tính quang học của mẫu. Mẫu được đặt trên bàn quang học có nguồn sáng hoạt hóa (đèn hồ quang Newport/Oriel Model 67005 300-Watt Xenon có thiết bị kiểm soát cường độ ánh sáng) được gắn cửa sập được điều khiển bằng máy vi tính tốc độ cao Uniblitz VS25 có tác dụng đóng lại tức khắc trong suốt quá trình thu thập dữ liệu sao cho ánh sáng lạc sẽ không gây nhiễu quy trình thu thập dữ liệu, bộ lọc thông dải Schott 3mm KG-2, bộ lọc này loại bỏ bức xạ bước sóng ngắn, (các) bộ lọc mật độ trung tính dùng để làm giảm cường độ và thấu kính hội tụ dùng cho việc chuẩn trực chùm tia được đặt ở góc tới 30° đến 35° với bề mặt của mẫu.

Nguồn sáng băng rộng dùng để theo dõi các phép đo đáp ứng thì được đặt theo phương thức vuông góc với bề mặt của mẫu. Tín hiệu tăng của các bước sóng nhìn thấy ngắn hơn là thu được bằng cách thu gom và kết hợp ánh sáng được lọc một cách tách biệt từ đèn halogen vonfram 100-W (được kiểm soát bằng nguồn cấp điện áp không đổi Lambda ZUP60-14) có cáp sợi quang phân hai nhánh có đầu chẻ. Ánh sáng từ một bên của đèn halogen vonfram được lọc bằng bộ lọc Schott KG1 để hấp thụ nhiệt và bộ lọc Hoya B-440 để cho phép có sự đi qua của các bước sóng ngắn hơn. Bên khác của ánh sáng thì không được lọc. Thu gom ánh sáng bằng cách tập trung ánh sáng từ mỗi bên của đèn lên trên đầu tách biệt của cáp sợi quang phân hai nhánh có đầu chẻ, và kế tiếp, được kết hợp lại thành một nguồn sáng phát ra từ đầu đơn của cáp. Đèn ống 4" được gắn vào đầu đơn của cáp để đảm bảo có sự trộn thích hợp.

Các mẫu được chạy trong ngăn không khí được kiểm soát nhiệt độ, ở 23, 35 và 5°C ($\pm 0,2^\circ\text{C}$ hoặc hơn) được duy trì bằng cách làm tuần hoàn nước đã được điều hòa (Neslab RTE-17) thông qua dạng kết hợp thiết bị bức xạ/quạt trong ngăn không khí. Cuvet “lollipop” silic oxit nóng chảy độ dài đường dẫn 1mm (Starna) chứa dung dịch của ví dụ 28 hoặc đối chứng không có polyme được dán vào phần trước của các mẫu.

Để thực hiện các phép đo, mẫu được cho tiếp xúc với $6,7 \text{ W/m}^2$ của UVA từ nguồn sáng hoạt hóa trong từ 5 đến 15 phút để hoạt hóa chất đổi màu theo ánh sáng trong màng phủ polyuretan. International Light Research Radiometer (Model IL-1700) có hệ thống thiết bị phát hiện (thiết bị phát hiện Model SED033, B Filter, và thiết bị khuếch tán) được sử dụng để xác minh mức tiếp xúc trước mỗi thử nghiệm. Sau đó, ánh sáng từ nguồn theo dõi được cho đi qua mẫu đã được phủ và được tập trung vào gương cầu tích hợp 1”, thiết bị này được nối với thiết bị đo quang phổ Ocean Optics 2000 bằng cách sử dụng cáp sợi quang một chức năng. Thông tin quang phổ, sau khi đi qua mẫu, được thu thập bằng cách sử dụng phần mềm OOIColor và Ocean Optics OOIBase32, và phần mềm độc quyền PPG.

Phổ hấp thụ được thu thập và phân tích đối với mỗi mẫu bằng cách sử dụng phần mềm Igor Pro (sẵn có từ WaveMetrics). Sự thay đổi về mức hấp thụ được tính bằng cách trừ ra số đo mức hấp thụ thời điểm 0 (tức là, chưa được hoạt hóa) đối với mẫu ở mỗi bước sóng được thử nghiệm. Các trị số hấp thụ trung bình là thu được trong vùng có đặc tính hoạt hóa trong đó đáp ứng đổi màu theo ánh sáng của màng phủ đổi màu theo ánh sáng là bão hòa hoặc gần bão hòa (tức là, các vùng trong đó mức hấp thụ được đo đã không tăng lên hoặc đã không tăng một cách đáng kể qua thời gian) đối với mỗi mẫu bằng cách tính trung bình mức hấp thụ ở mỗi khoảng thời gian giãn cách trong vùng này. Đối với mỗi bước sóng được rút ra, 5 đến 100 điểm dữ liệu được tính trung bình. Các kết quả về mật độ quang học được trình bày trong bảng dưới đây với tổn hao theo phần trăm được tính trong OD từ 5 đến 23°C và 5 đến 35°C.

Mẫu	OD ánh sáng ở 5°C	OD ánh sáng ở 23°C	OD ánh sáng ở 35°C	% tổn hao OD 5-23°C	% tổn hao OD 5-35°C
Đối chứng	1,77	1,02	0,60	42%	66%
Ví dụ 28	0,89	0,88	0,47	1%	47%

Trong khi các phương án cụ thể của sáng chế này đã được mô tả trên đây vì mục đích minh họa, sẽ sáng tỏ đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này rằng có thể tiến hành nhiều dạng biến đổi khác nhau về các chi tiết của sáng chế mà không đi trệch khỏi phạm vi của sáng chế như được xác định trong các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng bao gồm:

(a) nền quang học;

(b) chất liệu đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt; và

(c) chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch bao gồm:

chất đồng phân hỗ biến bao gồm bazơ Schiff và/hoặc bazơ Mannich, và/hoặc

polyme xoắn đổi màu theo nhiệt độ mà có thể trải qua quá trình thay đổi màu do kết cấu gây ra khi đáp ứng lại nhiệt độ, trong đó polyme xoắn đổi màu theo nhiệt độ này được chọn từ các polythiophen, các polysilan, các poly(propargyl amit), và/hoặc các polydiacetylen;

trong đó chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) lọc ánh sáng nằm trong khoảng từ 300 đến 450 nanomet.

2. Vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng theo điểm 1, trong đó chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) lọc ánh sáng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ -100°C đến 25°C.

3. Vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng theo điểm 1, trong đó chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) bao gồm chất đồng phân hỗ biến bao gồm bazơ Schiff và/hoặc bazơ Mannich.

4. Vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng theo điểm 3, trong đó chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) là chất đồng phân hỗ biến mà bao gồm bazơ Schiff chứa 2-hydroxyacetophenon và/hoặc amin béo hoặc amin benzylic.

5. Vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng theo điểm 3, trong đó chất liệu đổi màu theo nhiệt độ thuận nghịch (c) là bazơ Mannich mà bao gồm các flavon (3-piperidinylmetyl)-2,4-dihydroxybenzophenon, (3-morpholinylmetyl)-2,4-dihydroxy benzophenon, (3-pyrrolidinylmetyl)-2,4-dihydroxybenzophenon, (3-benzylmetyl aminometyl)-2,4-dihydroxybenzophenon, (3,5-dipiperidinylmetyl)-2,4-dihydroxy benzophenon, (3-bis-(2-hydroxyetyl)aminometyl)-2,4-dihydroxybenzophenon,

methyl-3-(pyrolidinylmethyl)-4-hydroxy xinamat, 7-hydroxy-(8-piperidinylmethyl)-4-triflormethylcoumarin, và/hoặc 6-hydroxyl-5-(piperidinylmethyl).

6. Vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng theo điểm 1, trong đó chất liệu đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt (b) bao gồm các pyran, các fulgit, và/hoặc các oxazin.

7. Vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng theo điểm 6, trong đó chất liệu đổi màu theo ánh sáng (b) bao gồm các naphthopyran và/hoặc các indenonaphthopyran.

8. Vật dụng quang học đổi màu theo ánh sáng theo điểm 1, trong đó vật dụng quang học là kính dùng cho mắt.