



(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)



1-0047356

(51)^{2020.01} G03F 7/031; C07D 233/00

(13) B

(21) 1-2021-03971

(22) 25/11/2019

(86) PCT/CN2019/120524 25/11/2019

(87) WO2020/108421 04/06/2020

(30) 201811451262.4 30/11/2018 CN

(45) 25/06/2025 447

(43) 25/10/2021 403A

(73) CHANGZHOU ZHENGJIE INTELLIGENT MANUFACTURE TECHNOLOGY
CO., LTD. (CN)

Qianjia Industry, Yaoguan Town Changzhou, Jiangsu 213100, China

(72) QIAN, Bin (CN).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) CHẤT HOẠT HÓA QUANG HỌC LAI HEXAARYLBIIIMIDAZOL, CHẾ PHẨM
NHỰA CẢM QUANG, VÀ TẦM MỎNG NHỰA NHẠY QUANG CHỨA CHÚNG

(21) 1-2021-03971

(57) Sáng chế đề cập đến chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol, có cấu trúc như được đại diện bởi công thức (I), và bao gồm hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn, tức là, 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3. Tổng hàm lượng phần trăm khối lượng của hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn trong chất hoạt hóa quang học lai là 92% hoặc lớn hơn. Ar₁, Ar₂, Ar₃, Ar₄, Ar₅, và Ar₆ trong công thức (I) mỗi nhóm độc lập là aryl được thế hoặc không được thế. Chế phẩm nhựa nhạy quang bao gồm chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol có tính tương hợp tốt, độ nhạy quang rất tốt, và lượng nhỏ chất thải đang hiện hình, và có thể được sử dụng rộng rãi dưới các dạng màng khô và màng ướt.

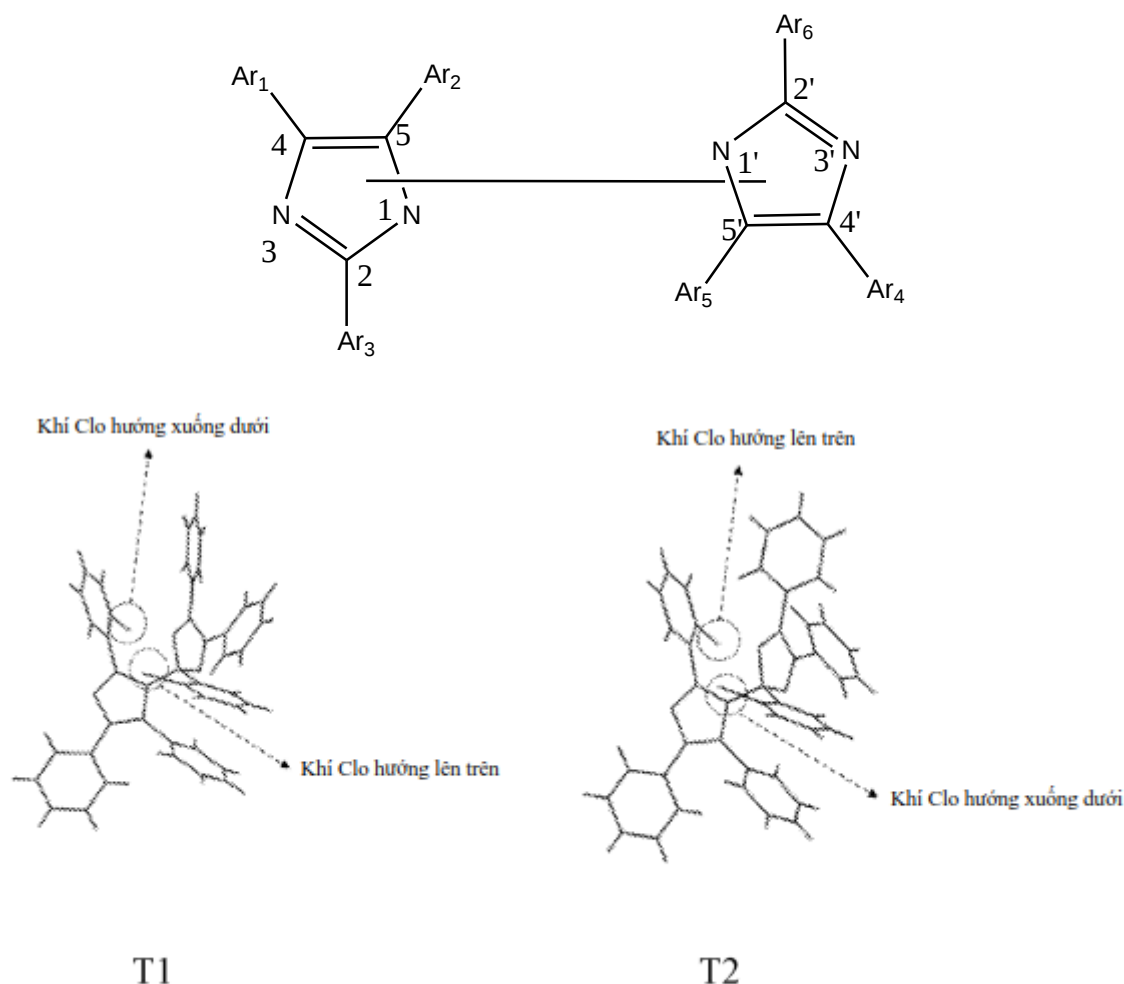


Fig. 2

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến việc xử lý quang hóa, và đặc biệt đề cập đến chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol, chế phẩm nhựa nhạy quang bao gồm chất hoạt hóa quang học và việc sử dụng chế phẩm nhựa nhạy quang.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc sản xuất mạch vi điện tử như bảng mạch in, mạch tích hợp, điện trở màng mỏng, và ống sợi bán dẫn thường bao gồm tạo thành mẫu cản quang bằng kỹ thuật in ảnh litô. Trong kỹ thuật in ảnh litô, lớp chế phẩm nhựa nhạy quang hoặc tấm mỏng được phủ trên chất nền được phơi sáng kết hợp với mặt nạ với mẫu được xác định trước, và sau đó hiện hình bằng chất hiện hình thể hiện các khả năng hòa tan khác nhau cho vị trí được phơi sáng và vị trí không được phơi sáng, để tạo thành mẫu cản quang. Sau đó chất nền được mạ và/hoặc được khắc sử dụng mẫu cản quang làm mặt nạ để tạo thành mẫu dẫn điện mong muốn trên chất nền.

Với sự tiêu hóa của bảng mạch in được sử dụng trong các thiết bị điện tử chính xác, chế phẩm nhựa nhạy quang có độ nhạy quang cao, công suất phân giải cao, và độ phân giải cao trở thành điểm truy cập nghiên cứu. Chất hoạt hóa quang học, là một trong các thành phần rất cần thiết trong chế phẩm nhựa nhạy quang, cần phải có hiệu quả ban đầu cao, tính tương hợp tốt với hệ thống, và độ hòa tan tốt. Hợp chất hexaarylbiimidazol (HABI) là lớp rất quan trọng của chất hoạt hóa quang học gốc tự do, có thể được quang phân để tạo ra các gốc tự do đại phân tử dưới tác động của ánh sáng cực tím. Tuy nhiên, HABI và dẫn xuất của nó thường rắn, và độ hòa tan trong hệ thống là kém. Sự hòa tan và sự phân tán đủ của chất hoạt hóa quang học đề cập trực tiếp đến hiệu quả ban đầu của nó trong hệ thống nhựa.

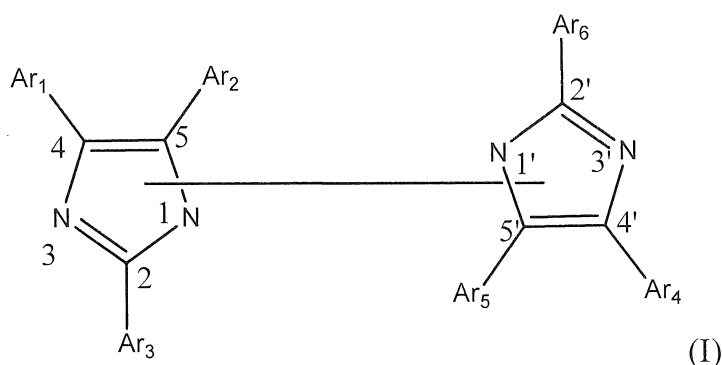
Ngoài yêu cầu cho độ hòa tan và độ nhạy quang, các nghiên cứu hiện tại cũng nhấn mạnh rằng chế phẩm nhạy quang có thể hiện hình hoặc được xử lý trong pha chứa nước. Nếu các thành phần của chế phẩm nhựa nhạy quang có độ hòa tan thấp trong chất hiện hình, các thành phần không hòa tan có khả năng phân tán kém đối với chất hiện

hình sẽ tăng lên đáng kể khi quá trình hiện hình được lặp lại, và các khối kết tụ (các cặn) sẽ xuất hiện. Khi quá trình hiện hình tiếp tục, các khối kết tụ sẽ gắn lại với chất nền, có thể gây ra đứt mạch và chặn đường ống của thùng hiện hình.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo quan điểm về những nhược điểm mà chế phẩm nhựa nhạy quang tồn tại sử dụng HABI và dẫn xuất của nó làm chất hoạt hóa quang học không thể có lợi về độ nhạy quang cao, độ hòa tan cao, và chất thải hiện hình thấp tại cùng thời gian khi tạo thành các mẫu cản màu, mục đích theo sáng chế đầu tiên là đề xuất chất hoạt hóa quang học lai HABI.

Chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol theo sáng chế có cấu trúc đại diện bởi công thức (I), và bao gồm hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3, trong đó tổng hàm lượng phần trăm khối lượng của hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn trong chất hoạt hóa quang học lai là 92% hoặc lớn hơn,



Ar₁, Ar₂, Ar₃, Ar₄, Ar₅, và Ar₆ trong công thức (I) là giống nhau hoặc khác nhau, và mỗi nhóm độc lập là aryl được thế hoặc không được thế. Aryl đề cập đến nhóm chức bất kỳ hoặc phần tử thế có nguồn gốc từ vòng thơm đơn giản, ví dụ: phenyl, o-tolyl, 1-naphthyl (or α -naphthyl), 2-naphthyl, và tương tự.

Mục đích theo sáng chế cũng là đề xuất chế phẩm nhựa nhạy quang bao gồm chất hoạt hóa quang học lai nêu trên, và việc sử dụng chế phẩm này trong sản xuất bảng mạch in, mẫu bảo vệ, mẫu dẫn điện, khung dẫn điện, ống sợi bán dẫn, và tương tự.

Chế phẩm nhựa nhạy quang bao gồm chất hoạt hóa quang học lai nêu trên hexaarylbiimidazol có tính tương hợp tốt, độ nhạy quang rất tốt, và ít chất thải đang hiện hình, và có thể được sử dụng rộng rãi ở dạng màng khô và màng ướt.

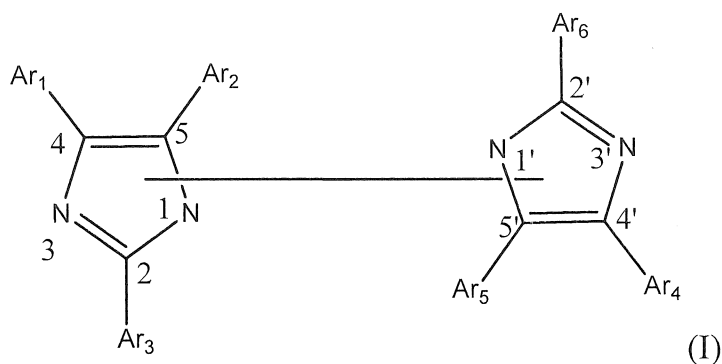
Mô tả chi tiết sáng chế

Dựa trên các mục đích theo sáng chế, mỗi khía cạnh sẽ được mô tả chi tiết hơn bên dưới.

Các thuật ngữ “cặn” và “chất thải hiện hình” trong phần mô tả này đề cập đến chất được tích lũy trong chất hiện hình, không hòa tan trong chất hiện hình và sẽ lắng đọng lại trên chất nền đã hiện hình, do đó làm giảm hiệu quả của chất hiện hình.

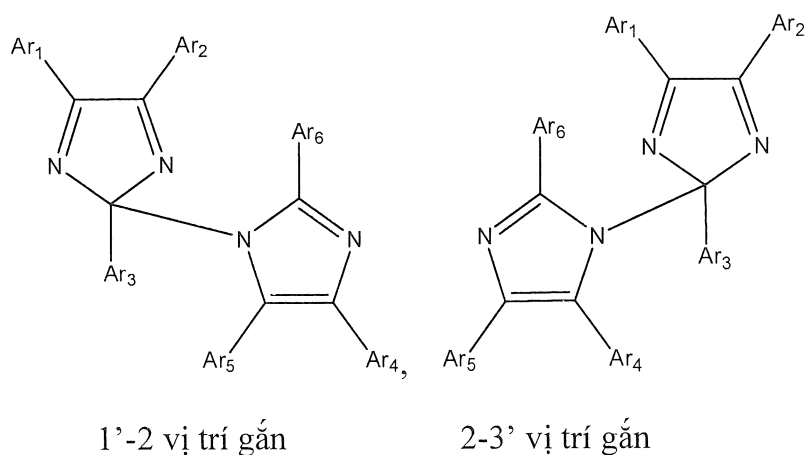
Chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol

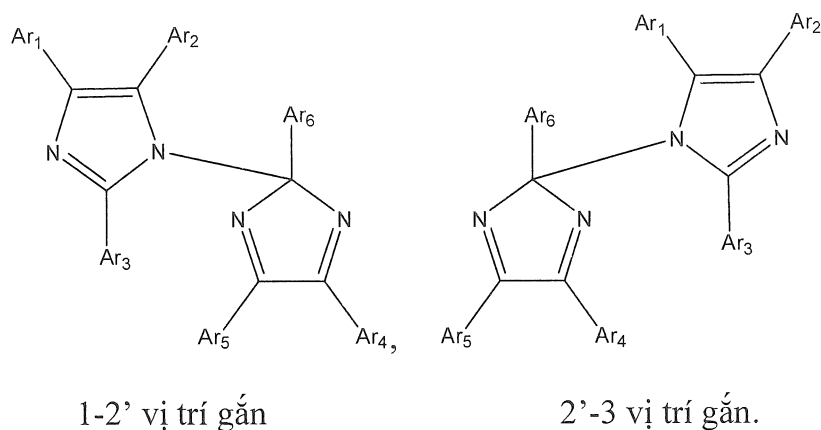
Chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol theo sáng chế có cấu trúc đại diện bởi công thức (I), và bao gồm hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3, trong đó tổng hàm lượng phần trăm khối lượng của hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn trong chất hoạt hóa quang học lai là 92% hoặc lớn hơn,



Ar₁, Ar₂, Ar₃, Ar₄, Ar₅, và Ar₆ trong công thức (I) là giống nhau hoặc khác nhau, và mỗi nhóm độc lập là aryl được thế hoặc không được thế.

Đặc biệt là, hợp chất biimidazol đáp ứng cấu trúc như được đại diện bởi công thức (I) và có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 có các cấu trúc sau:





Aryl được thế có thể được thế đơn hoặc được thế đa.

Tốt hơn là, phần tử thế trên aryl có thể là halogen, nitro, xyano, amino, hydroxy, C₁-C₂₀ alkyl hoặc alkenyl, C₁-C₈ alkoxy, trong đó metylen trong mỗi biến độc lập (tức là, mỗi phần tử thế) có thể được thế tùy ý bằng O, S, hoặc imino.

Tốt hơn nữa là, phần tử thế trên aryl có thể là flo, clo, brom, nitro, xyano, amino, hydroxy, C₁-C₁₀ alkyl hoặc alkenyl, C₁-C₅ alkoxy, trong đó metylen trong mỗi biến độc lập có thể được thế tùy ý bằng O, S, hoặc imino.

Tốt hơn nữa là, ít nhất một trong số Ar₁, Ar₂, Ar₃, Ar₄, Ar₅, và Ar₆ là aryl bao gồm phần tử thế halogen. Phần tử thế halogen có thể cải thiện hiệu ứng bạc màu trong quá trình hóa cứng để nâng cao khả năng nhận biết của mắt điện tử trong quá trình hiện hình (lưu ý: lớp nhựa nhạy quang sẽ thay đổi màu sắc khi phơi sáng, và tạo thành sự khác biệt về màu sắc với khu vực không được phơi sáng, để có thể nhận dạng được bằng mắt điện tử. Sáng chế có thể làm cho sự khác biệt về màu sắc rõ ràng hơn), do đó cải thiện chất lượng của sản phẩm theo sáng chế. Đặc biệt tốt hơn là, phần tử thế halogen là clo.

HABI được đề cập trong đơn này nghĩa là hexaaryldiimidazol, được tạo thành bởi sự kết hợp của hai triarylimidazol (có thể là tương tự hoặc khác nhau, phụ thuộc vào phần tử thế trên aryl). Do hiệu ứng cảm điện của phần tử thế trên vòng thơm, mật độ mây điện π của vòng thơm được giảm, và hiệu ứng cảm điện thúc đẩy sự biến dạng của vòng thơm, và trung tâm liên hợp trên vòng imidazol được thay đổi, vậy nên aryl được thế và imidazol không ở trong cùng mặt phẳng (triarylimidazol là trong trạng thái cong). Khi hai imidazol cuối cùng được kết hợp, gắn N và C có các cấu hình không gian khác nhau, ảnh hưởng lớn đến hiệu suất của HABI.

Ngoài 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', 2'-3 như được đề cập bên trên, chất hoạt hóa quang học HABI nhạy quang cũng có vị trí gắn 1-4', 1-5', 3-4', 3-5', 1-1', 1-3', 3-1', 3-3', 4-1', 4-3', 5-1', và 5-3'. Tuy nhiên, nghiên cứu của tác giả sáng chế đã tìm ra rằng, chỉ khi 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 tồn tại và tổng số hàm lượng chiếm 92% hoặc lớn hơn tổng hàm lượng của HABI, HABI có thể hiển thị độ hòa tan và độ nhạy quang tối ưu. Độ hòa tan của chất đơn có vị trí bất kỳ trong số các vị trí gắn này ít hơn nhiều so với hỗn hợp theo sáng chế, và nếu tổng hàm lượng của 4 vị trí gắn này nhỏ hơn 92%, độ nhạy quang rõ ràng sẽ trở nên thấp hơn.

Đối với chất hoạt hóa quang học lai HABI theo sáng chế, tốt hơn là tổng hàm lượng phần trăm khối lượng của hợp chất biimidazol đáp ứng cấu trúc như được đại diện bởi công thức (I) và có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 trong chất hoạt hóa quang học lai là 95% hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt hơn là gồm hợp chất biimidazol đáp ứng cấu trúc như được đại diện bởi công thức (I) và có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3.

Diễn hình là, trong các tài liệu trước, CN1292892A đề cập chất hoạt hóa quang học HABI được sử dụng trong hệ thống quang polyme hóa lớp nhạy quang, tức là, 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphephenyl)-4',5'-diphenyl-1,2-diimidazol, thường được gọi là "TCDM-HABI". Tài liệu tham khảo này đề cập rằng việc sử dụng HABI bao gồm ít nhất một phần tử thế ưa nước (như metoxy) có thể làm giảm rất nhiều lượng cặn trong chất hiện hình được tái chế. Tuy nhiên, tác giả sáng chế phát hiện ra rằng 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphephenyl)-4',5'-diphenyl-1,2'-diimidazol đơn hoặc 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphephenyl)-4',5'-diphenyl-1',2-diimidazol có độ hòa tan rất thấp trong butanon hoặc PGMEA. Ví dụ, độ hòa tan của 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphephenyl)-4',5'-diphenyl-1,2'-diimidazol trong PGMEA nhỏ hơn 3%. Đối với chế phẩm nhựa nhạy quang được điều chế bằng hai HABI đơn này, lượng cặn trong chất hiện hình trong quá trình hiện hình còn lâu mới đạt được kết quả mong đợi. Ngạc nhiên là, khi 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphephenyl)-4',5'-diphenyl-1,2'-diimidazol, 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphephenyl)-4',5'-diphenyl-2',3-diimidazol, 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphephenyl)-4',5'-diphenyl-2,3'-diimidazol, và 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphephenyl)-4',5'-diphenyl-1',2-diimidazol được trộn, độ hòa tan của hỗn hợp trong dung môi được cải thiện rất nhiều. Tốt hơn là, việc sử dụng hỗn hợp trong chế phẩm nhựa nhạy quang có

thể làm giảm đáng kể lượng cặn trong chất hiện hình được tái chế, sao cho chất hiện hình có thể được lặp lại trong nhiều lần và có hiệu quả được sử dụng.

Chất hoạt hóa quang học HABI là loại chất hoạt hóa quang học đã biết trong lĩnh vực lớp nhạy quang, và có thể được điều chế bằng cách kết hợp oxy hóa thông qua triphenylimidazol hoặc hợp chất triphenylimidazol được thế. Quy trình điều chế cụ thể có thể đề cập đến ví dụ phần mô tả trong các tài liệu như US3784557, US4622286, và US4311783 v.v. (được hoàn toàn kết hợp dưới đây bằng cách tham chiếu). Trên cơ sở công nghệ hiện có, quá trình kết tinh lại dung môi có thể được bổ sung để thu được dễ dàng chất hoạt hóa quang học lai HABI đáp ứng các yêu cầu chế phẩm nêu trên theo sáng chế. Dung môi có thể là một hoặc chế phẩm của hai hoặc nhiều hơn của toluen, metanol, etyl axetat, diclometan, và nước.

Chế phẩm nhựa nhạy quang

Ngoài chất hoạt hóa quang học lai HABI được đề cập bên trên, chế phẩm nhựa nhạy quang theo sáng chế cũng thường bao gồm: polyme tan trong kiềm; hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen; chất hoạt hóa quang học và/hoặc chất làm nhạy khác; và các chất phụ trợ tùy ý.

Polyme tan trong kiềm

Polyme tan trong kiềm có thể tạo ra chức năng tạo màng đối với chế phẩm nhựa nhạy quang. Polyme có các đặc điểm như vậy có thể được sử dụng không giới hạn cụ thể làm polyme tan trong kiềm.

Ví dụ, polyme tan trong kiềm thích hợp có thể là (met)acrylic polyme, styrenic polyme, epoxy polyme, polyuretan (met)acrylat polyme béo, polyuretan (met)acrylat polyme thơm, nhựa amit, nhựa amit epoxy, nhựa alkyd, nhựa phenolic, v.v..

Hơn nữa, polyme tan trong kiềm có thể thu được bằng cách polyme hóa gốc của monome có thể polyme hóa. Các ví dụ về monome có thể polyme hóa bao gồm: dẫn xuất styren có thể polyme hóa được thế tại vị trí α hoặc vòng thơm, như styren, vinyltoluen, α -metylstyren, p-metylstyren, p-etylstyren, và p-clostyren; acrylamit dẫn xuất, như acrylamit và diaxeton acrylamit; dẫn xuất ete của rượu vinylic, như acrylonitril và vinyl n-butyl ete; dẫn xuất axit (met)acrylic, như axit (met)acrylic, axit α -bromo(met)acrylic, axit α -clo(met)acrylic, axit β -furyl(met)acrylic, và axit β -

styryl(met)acrylic; (met)acrylat, như alkyl (met)acrylat, benzyl (met)acrylat, phenoxyetyl methacrylat, tetrahydrofurfuryl (met)acrylat, dimethylaminoetyl (met)acrylat, diethylaminoetyl (met)acrylat, glyxidyl (met)acrylat, 2,2,2-trifloetyl (met)acrylat, 2,2,3,3-tetraflopropyl (met)acrylat, 2-etylhexyl (met)acrylat, tetrahydrofurfuryl (met)acrylat, dimethylaminoetyl (met)acrylat, diethylaminoetyl (met)acrylat, và glyxidyl (met)acrylat; axit maleic, maleic anhydrit, và axit maleic monoeste như monometyl maleat, monoetyl maleat, và monoisopropyl maleat; axit fumaric, axit xinamic, axit α -xyanoxinamic, axit itaconic, axit crotonic, axit propanolic, N-vinylcaprolactam; N-vinylpyrrolidon, v.v.. Các monome này có thể polyme hóa có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Hơn nữa, từ quan điểm của việc hiện hình đặc tính và việc dính của kiềm, tốt hơn là để sử dụng polyme tan trong kiềm bao gồm carboxy. Polyme tan trong kiềm bao gồm carboxy có thể là nhựa acrylic bao gồm axit (met)acrylic làm đơn vị monome, đưa nhóm carboxyl bằng cách sử dụng axit (met)acrylic làm đơn vị monome; và có thể là copolyme cũng bao gồm alkyl (met)acrylat làm đơn vị monome ngoài axit (met)acrylic; và cũng có thể là copolyme cũng bao gồm monome có thể polyme hóa ngoài axit (met)acrylic và alkyl (met)acrylat (như monome có nhóm không no kiểu etylen) làm đơn vị monome ngoài axit (met)acrylic.

Hơn nữa, polyme tan trong kiềm bao gồm carboxy có thể được thu bằng polyme hóa gốc của monome bao gồm carboxy có thể polyme hóa và monome có thể polyme hóa khác, và đặc biệt là (met)acrylat polyme được tạo thành bởi copolyme hóa (met)acrylat, axit carboxylic không no kiểu etylen, và monome khác có thể copolyme hóa. (met)acrylat có thể là metyl (met)acrylat, etyl (met)acrylat, propyl (met)acrylat, butyl (met)acrylat, pentyl (met)acrylat, hexyl (met)acrylat, heptyl (met)acrylat, octyl (met)acrylat, 2-etylhexyl (met)acrylat, nonyl (met)acrylat, dexyl (met)acrylat, undexyl (met)acrylat, dodexyl(met)acrylat, xyclohexyl (met)acrylat, benzyl (met)acrylat, diethylaminoetyl (met)acrylat, dimethylaminoetyl (met)acrylat, hydroxyetyl (met)acrylat, hydroxypropyl (met)acrylat, furfuryl (met)acrylat, glyxidyl (met)acrylat, v.v.. Các (met)acrylat này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn. Axit carboxylic không no kiểu etylen có thể là axit acrylic, axit methacrylic, axit butenoic, axit maleic, axit fumaric, và axit itaconic, đặc biệt tốt hơn là axit acrylic và

axit methacrylic. Các axit carboxylic không no kiểu etylen này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn. Comonome có thể polyme hóa khác có thể là (met)acrylamit, n-butyl (met)acrylat, styren, vinyl naphtalen, (met)acrylonitril, vinyl axetat, vinyl xyclohexan, v.v.. Các monome có thể copolyme hóa khác có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Polyme tan trong kiềm có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn. Đối với polyme tan trong kiềm được sử dụng trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn, hai hoặc nhiều polyme tan trong kiềm gồm các thành phần copolyme hóa khác nhau, hai hoặc nhiều polyme tan trong kiềm với các khối lượng phân tử trung bình khối khác nhau, và hai hoặc nhiều polyme tan trong kiềm có sự phân tán khác nhau, v.v. có thể được lấy làm ví dụ.

Trong chế phẩm nhựa nhạy quang theo sáng chế, khối lượng phân tử trung bình khối của polyme tan trong kiềm không bị giới hạn cụ thể, nhưng dưới sự xem xét toàn diện về độ bền cơ học và đặc tính hiện hình kiềm, khối lượng phân tử trung bình khối tốt hơn là 15000-200000, tốt hơn nữa là 30000-150000, và đặc biệt tốt hơn là 30000-120000. Khi khối lượng phân tử trung bình khối lớn hơn 15000, tính kháng chất hiện hình sau khi tiếp xúc có xu hướng được cải thiện hơn nữa. Khi khối lượng phân tử trung bình khối là nhỏ hơn 200000, thời gian hiện hình có xu hướng trở nên ngắn hơn, và tính tương hợp với các thành phần khác như chất hoạt hóa quang học có thể được duy trì. Khối lượng phân tử trung bình khối của polyme tan trong kiềm được đo bằng kỹ thuật sắc ký thẩm thấu gel (GPC), và được thu bằng cách chuyển đổi sử dụng đường cong tiêu chuẩn của polystyren tiêu chuẩn.

Hơn nữa, từ quan điểm về đặc tính hiện hình kiềm, giá trị axit của polyme tan trong kiềm tốt hơn là 50-300 mgKOH/g, tốt hơn nữa là 50-250 mgKOH/g, tốt hơn nữa 70-250 mgKOH/g, và đặc biệt tốt hơn là 100-250 mgKOH/g. Khi giá trị axit của polyme tan trong kiềm là nhỏ hơn 50 mgKOH/g, rất khó để đảm bảo tốc độ hiện hình thích hợp. Khi nó vượt quá 300 mgKOH/g, độ kết dính bị giảm, dễ xảy ra hiện tượng đoạn mạch, và có khả năng có vấn đề như độ ổn định lưu trữ bị giảm của chế phẩm và độ nhớt tăng.

Sự phân bố khối lượng phân tử [khối lượng phân tử trung bình khối (M_w)/khối lượng phân tử trung bình số (M_n)] của nhựa tan trong kiềm tốt hơn là 1,5-6,0, và đặc

biệt tốt hơn là 1,8-3,7. Khi sự phân bố khối lượng phân tử nằm trong phạm vi này, đặc tính đang hiện hình là rất tốt.

Dựa trên 100 phần khối lượng đối với tổng hàm lượng của chế phẩm nhựa nhạy quang, hàm lượng của polyme tan trong kiềm trong chế phẩm tốt hơn là 20-70 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là 30-60 phần khối lượng. Khi hàm lượng của polyme tan trong kiềm là 20 phần khối lượng hoặc lớn hơn, có thể đảm bảo rằng chế phẩm nhựa nhạy quang có độ bền được cải thiện để xử lý mạ, xử lý khắc, v.v.. Khi hàm lượng là nhỏ hơn 70 phần khối lượng, có lợi để cải thiện độ nhạy của chế phẩm nhựa nhạy quang.

Hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen

Hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen có thể thúc đẩy sự tạo thành màng của chế phẩm nhựa nhạy quang.

Hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen không bị giới hạn cụ thể, miễn là hợp chất có thể quang polyme hóa có ít nhất một liên kết không no kiểu etylen trong phân tử. Ví dụ, các ví dụ bao gồm: hợp chất thu được bằng cách phản ứng axit carboxylic chưa no α,β với polyol, hợp chất (met)acrylat dựa trên bisphenol A, hợp chất thu được bằng cách phản ứng axit carboxylic chưa no α,β với hợp chất bao gồm glycidyl, uretan monome như hợp chất (met)acrylat có liên kết uretan trong phân tử, nonylphenoxypolyetylenoxy (met)acrylat, γ -clo- β -hydroxypropyl- β' -(met)acryloyloxyetyl-phtalat, β -hydroxyetyl- β' -(met)acryloyloxyetyl-phtalat, β -hydroxypropyl- β' -(met)acryloyloxyetyl-phtalat, hợp chất axit phtalic, alkyl (met)acrylat, v.v.. Các hợp chất này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Đối với hợp chất đề cập bên trên thu được bằng cách phản ứng axit carboxylic chưa no α,β với polyol, các ví dụ có thể bao gồm: polyetylen glycol di(met)acrylat với giá trị etylenoxy là 2-14, propylen oxit di(met)acrylat với giá trị propylenoxy là 2-14, polyetylenoxy·polypropylenoxy glycol di(met)acrylat với giá trị etylenoxy là 2-14 và giá trị propylenoxy là 2-14, trimetylolpropan di(met)acrylat, trimetylolpropan tri(met)acrylat, trimetylolpropan tri(met)acrylat được cải biến EO, PO được cải biến trimetylolpropan tri(met)acrylat, EO, PO được cải biến trimetylolpropan tri(met)acrylat, tetrametylolmetan tri(met)acrylat, tetrametylolmetan tetra(met)acrylat,

dipentaerythritol penta(met)acrylat, dipentaerythritol hexa(met)acrylat, polypropylen glycol mono(met)acrylat, polyetylen glycol mono(met)acrylat, tripropylen glycol di(met)acrylat, v.v.. Các hợp chất này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn. Trong phần mô tả này, “EO” là etylen oxit, và hợp chất được cải biến EO đề cập đến hợp chất có cấu trúc khối của nhóm oxyetylen. “PO” là propylen oxit, và hợp chất cải biến PO đề xuất hợp chất có cấu trúc khối của nhóm oxypropylen.

Đối với hợp chất (met)acrylat dựa trên bisphenol A được đề cập bên trên, các ví dụ có thể bao gồm: 2,2-bis(4-((met)acryloyloxypolyetoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxypolypropoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxypolybutoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxypolyetoxypolypropoxy)phenyl)propan, v.v.. Đối với 2,2-bis(4-((met)acryloyloxypolyetoxy)phenyl)propan được đề cập bên trên, các ví dụ có thể bao gồm: 2,2-bis(4-((met)acryloyloxydiethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxytriethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxytetraethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxypentaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxyhexaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxyheptaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxyoctaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxynonaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxydecaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxyundecaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxydodecaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxytridecaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxytetradecaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxypentadecaethoxy)phenyl)propan, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxyhexadecaethoxy)phenyl)propan, v.v.. Số lượng của các nhóm oxyetylen trong một phân tử của phân tử 2,2-bis(4-((met)acryloyloxypolyetoxy)phenyl)propan được đề cập bên trên tốt hơn là 4-20, và tốt hơn nữa là 8-15. Các hợp chất này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Đối với hợp chất (met)acrylat được đề cập bên trên có liên kết uretan trong phân tử, các ví dụ có thể bao gồm: sản phẩm phản ứng bổ sung của (met)acrylic monome có nhóm OH tại vị trí β với hợp chất diisoxyanat (isophoron diisoxyanat, 2,6-toluen diisoxyanat, 2,4-toluen diisoxyanat, và 1,6-hexametylen diisoxyanat), tris((met)acryloyloxytetraetylendiol isoxyanat)hexametylen isoxyanurat, uretan

di(met)acrylat được cải biến EO, uretan di(met)acrylat được cải biến PO, uretan di(met)acrylat được cải biến EO,PO, v.v.. Các hợp chất này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Đối với nonylphenoxypolyetylenoxyacrylat được đề cập bên trên, các ví dụ có thể bao gồm: nonylphenoxytetraetylenoxyacrylat, nonylphenoxypentaetylenoxy acrylat, nonylphenoxyhexaetylenoxyacrylat, nonylphenoxyheptaetylenoxyacrylat, nonylphenoxyoctaetylenoxyacrylat, nonylphenoxynonaetylenoxyacrylat, nonylphenoxydecaetylenoxyacrylat, nonylphenoxyundecaetylenoxyacrylat, v.v.. Các hợp chất này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Đối với hợp chất axit phtalic được đề cập bên trên, các ví dụ có thể bao gồm: γ -clo- β -hydroxypropyl- β' -(met)acryloyloxyetyl phtalat, β -hydroxyalkyl- β' -(met)acryloyloxyalkyl phtalat, v.v.. Các hợp chất này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Đối với alkyl (met)acrylat được đề cập bên trên, các ví dụ có thể bao gồm: metyl (met)acrylat, etyl (met)acrylat, n-propyl (met)acrylat, isopropyl (met)acrylat, n-butyl (met)acrylat, sec-butyl (met)acrylat, tert-butyl (met)acrylat, 2-ethylhexyl (met)acrylat, phenyl (met)acrylat, isobornyl (met)acrylat, hydroxymetyl (met)acrylat, hydroxyetyl (met)acrylat, hydroxypropyl (met)acrylat, 2-hydroxyetyl (met)acrylat, 2-hydroxypropyl (met)acrylat, benzyl (met)acrylat, pentyl (met)acrylat, tetrahydrofurfuryl (met)acrylat, isooctyl (met)acrylat, nonylphenol (met)acrylat etoxylat hóa, propylen glycol polypropylen ete di(met)acrylat, 1,9-nonanediol di(met)acrylat, 1,10-decanediol di(met)acrylat, polytetrahydrofurandiol di(met)acrylat được etoxylat hóa, được etoxylat hóa polypropylen glycol di(met)acrylat, v.v.. Trong số chúng, metyl (met)acrylat, etyl (met)acrylat, trimetylolpropan tri(met)acrylat, trimetylolpropan tri(met)acrylat được etoxylat hóa, pentaerythritol tri(met)acrylat, pentaerythritol tetra(met)acrylat được etoxylat hóa, dipentaerythritol penta(met)acrylat, và dipentaerythritol hexaacrylat được ưu tiên hơn. Các hợp chất này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

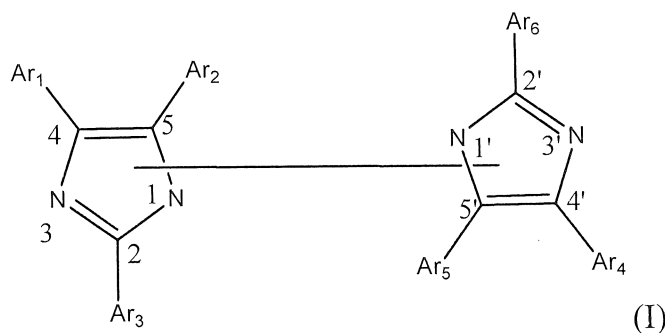
Từ quan điểm cải thiện độ phân giải, kháng bước mạ, và việc bám dính, hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen tốt hơn là hợp chất (met)acrylat có liên kết uretan trong phân tử và hợp chất (met)acrylat dựa trên bisphenol A. Từ quan điểm rằng độ nhạy

và độ phân giải có thể được cải thiện, hợp chất (met)acrylat dựa trên bisphenol A được ưu tiên. Ví dụ là, đối với sản phẩm có sẵn trên thị trường của hợp chất (met)acrylat dựa trên bisphenol A, 2,2-bis(4-((met)acryloyloxypolyetoxy)phenyl)propan (ví dụ, được sản xuất bằng Shin-nakamura Chemical Co. Ltd., BPE-200), polyetoxy bisphenol A methacrylat (ví dụ, được sản xuất bằng Shin-nakamura Chemical Co. Ltd., BPE-5000; được sản xuất bằng Hitachi Chemical Co., Ltd., FA-321M), và 2,2-bis(4-((met)acryloyloxypolybutoxy)phenyl)propan (ví dụ, Shin-nakamura Chemical Co. Ltd., BPE-1300) được bao gồm.

Trong 100 phần khối lượng của chế phẩm nhựa nhạy quang, hàm lượng của hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen tốt hơn là 20-50 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là 25-45 phần khối lượng. Khi hàm lượng của hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen là nhiều hơn 20 phần khối lượng, độ nhạy và độ phân giải chế phẩm nhựa nhạy quang sẽ được cải thiện hơn nữa; và khi hàm lượng này là nhỏ hơn 50 phần khối lượng, việc tạo thành màng đối với chế phẩm nhựa nhạy quang là dễ hơn, và độ bền đối với quá trình xử lý kỹ thuật khắc được cải thiện hơn nữa.

Chất hoạt hóa quang học lai HABI

Như được đề cập bên trên, chất hoạt hóa quang học lai HABI theo sáng chế có cấu trúc đại diện bởi công thức (I), và bao gồm hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3, trong đó tổng hàm lượng phần trăm khối lượng của hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn trong chất hoạt hóa quang học lai là 92% hoặc lớn hơn, tốt hơn là 95% hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt hơn là 100%,

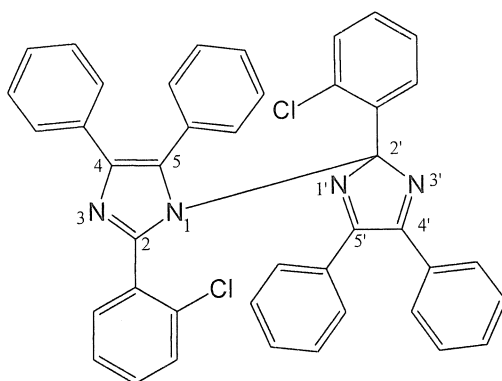


Ar₁, Ar₂, Ar₃, Ar₄, Ar₅, và Ar₆ trong công thức (I) là giống nhau hoặc khác nhau, và mỗi nhóm độc lập là aryl được thế hoặc không được thế.

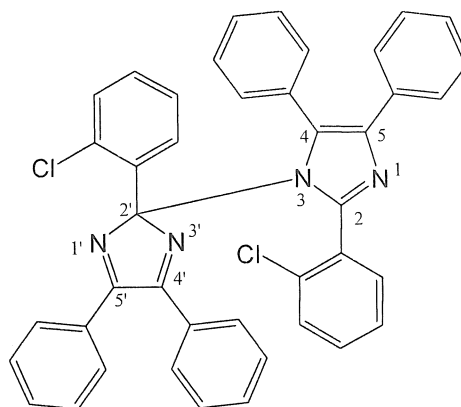
Trong phạm vi của các đặc tính bên trên, chất hoạt hóa quang học lai HABI theo

sáng chế có thể được chọn từ hoặc bao gồm:

Hợp chất A1:

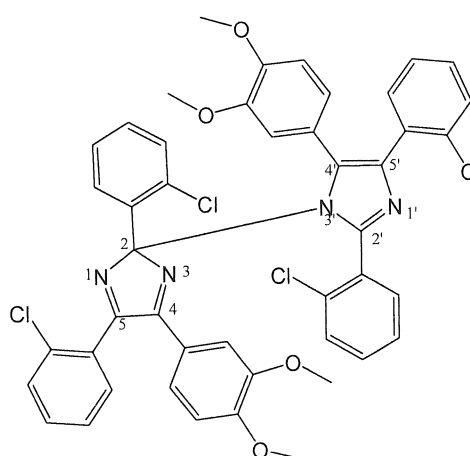


A1-1

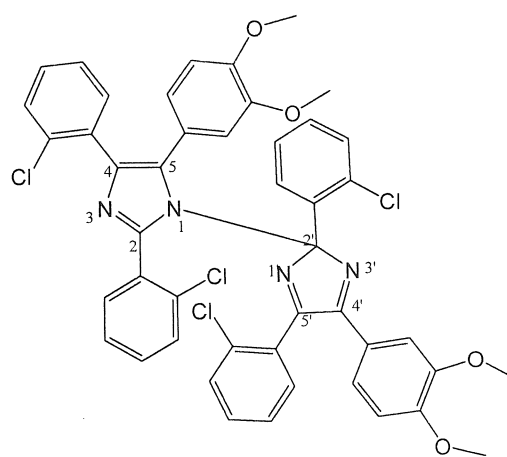


A1-2

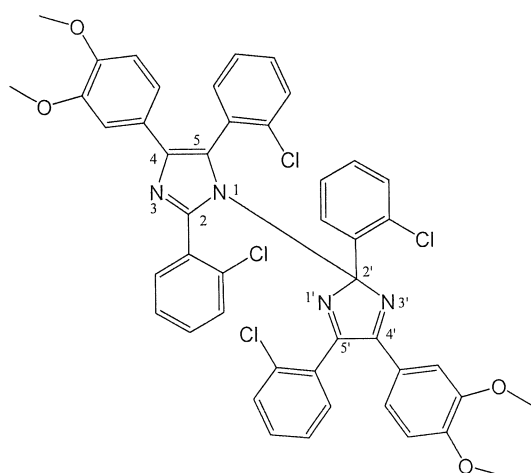
Hợp chất A2:



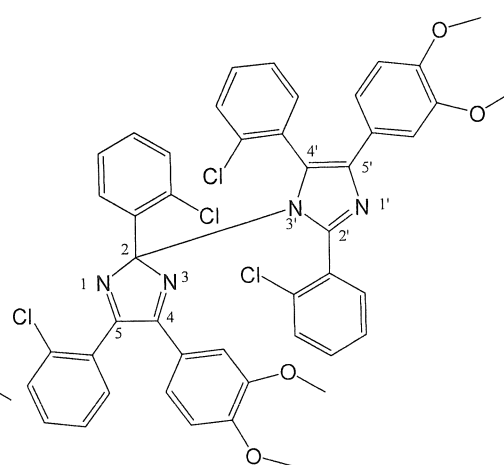
A2-1



A2-2

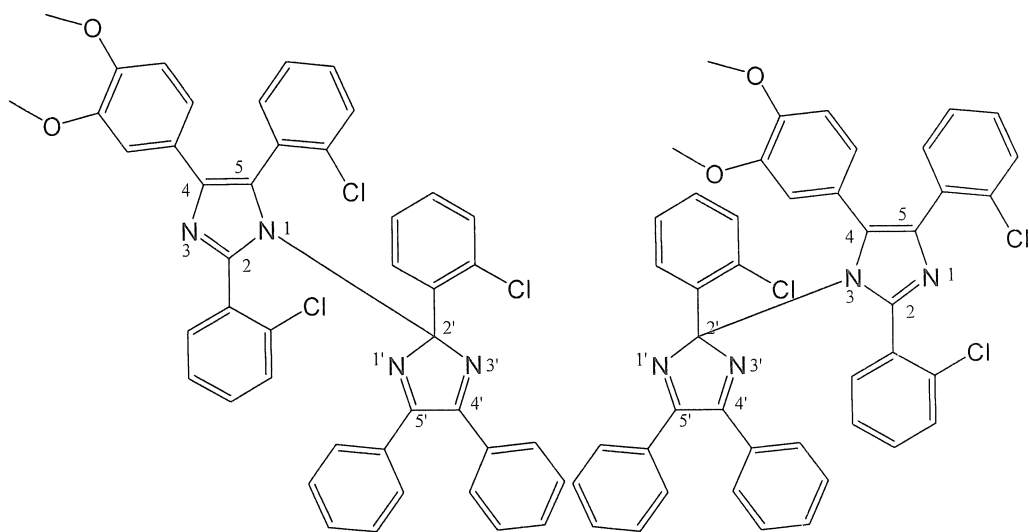


A2-3



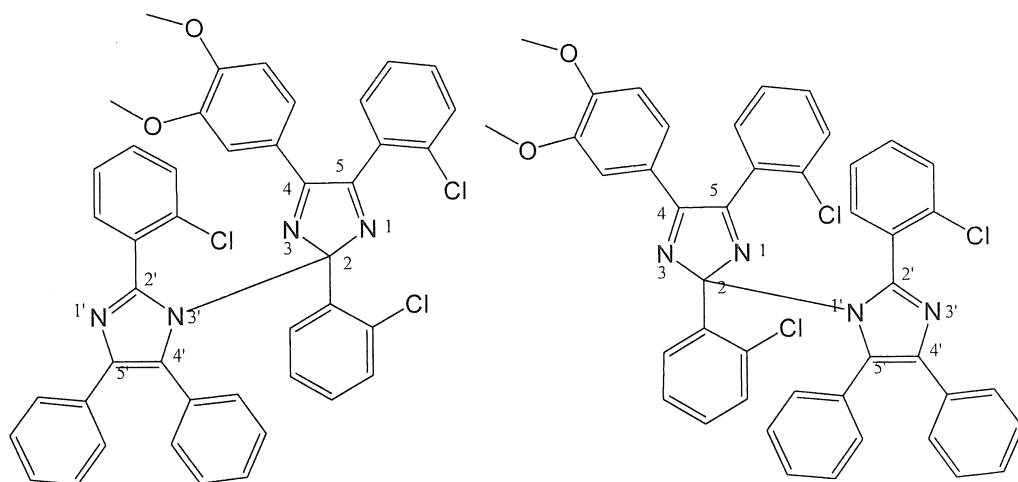
A2-4

Hợp chất A3:



A3-1

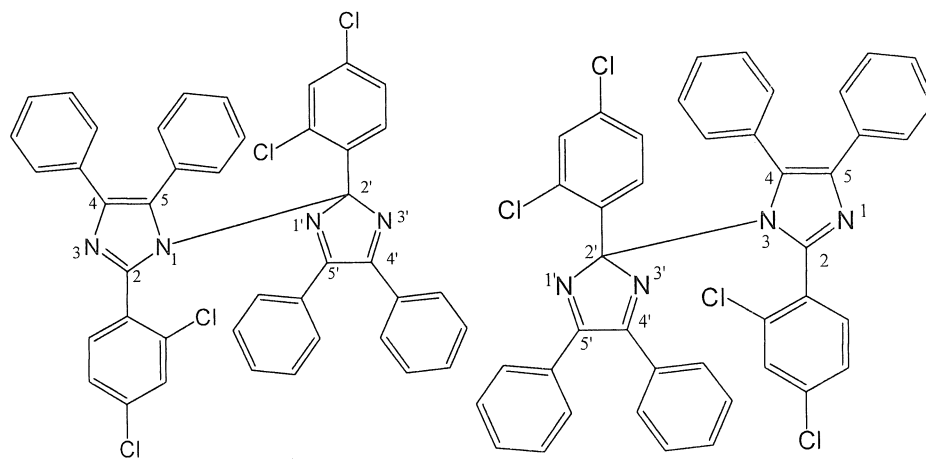
A3-2



A3-3

A3-4

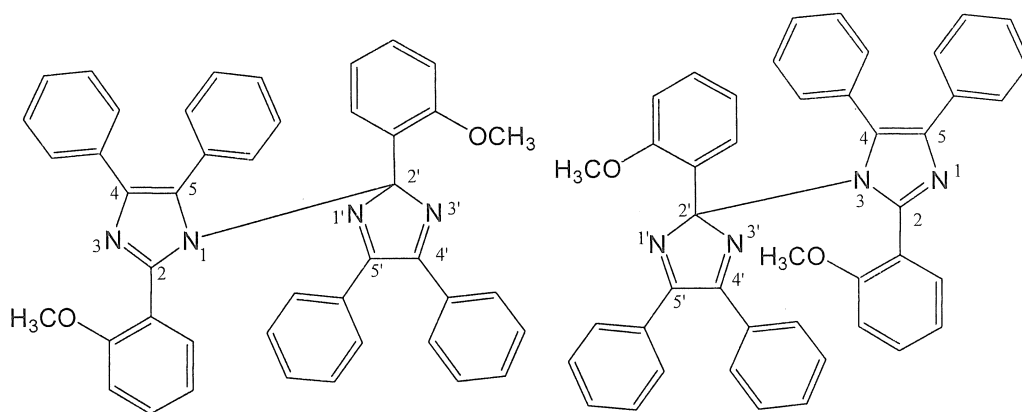
Hợp chất A4:



A4-1

A4-2

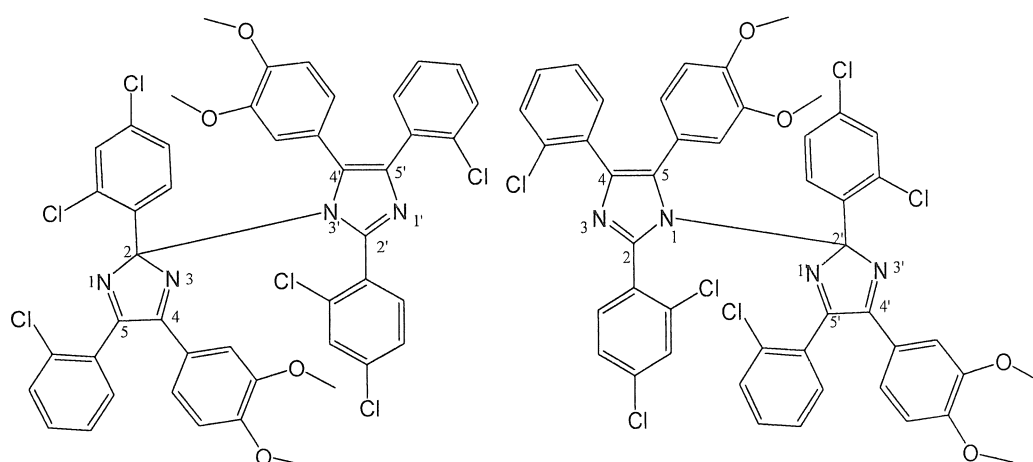
Hợp chất A5



A5-1

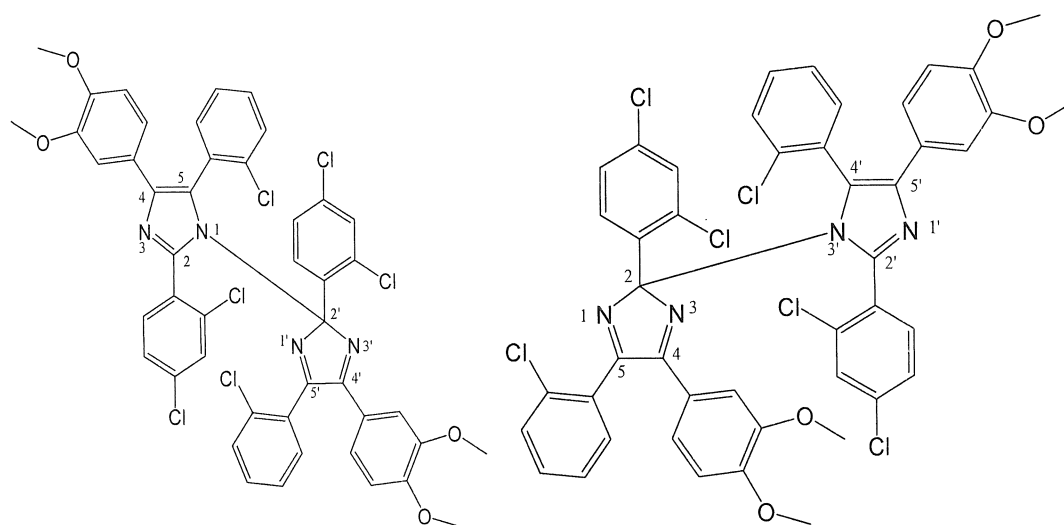
A5-2

Hợp chất A6



A6-1

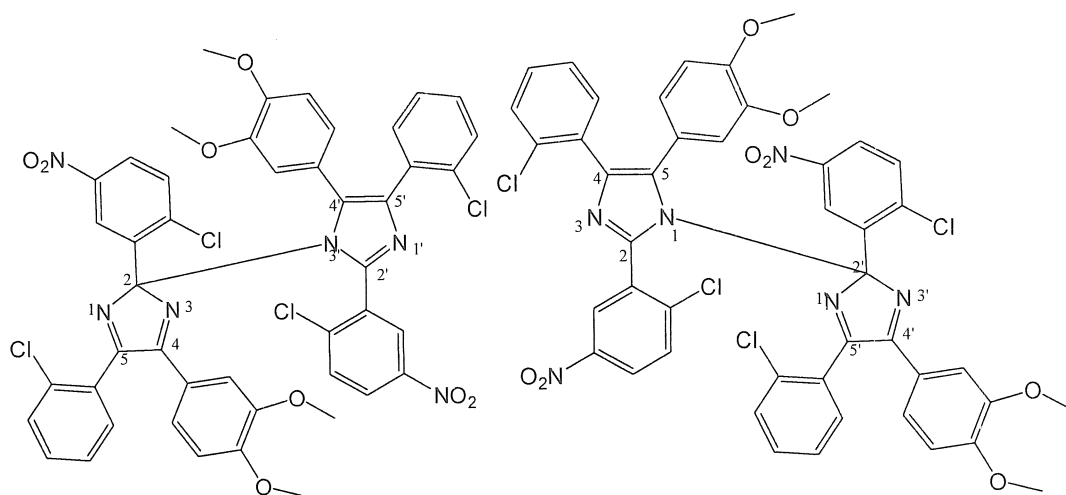
A6-2



A6-3

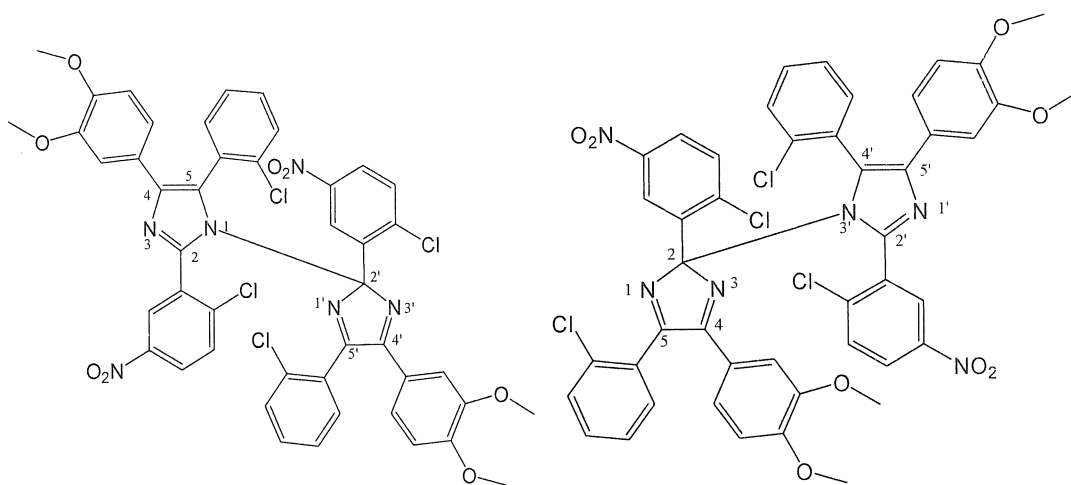
A6-4

Hợp chất A7



A7-1

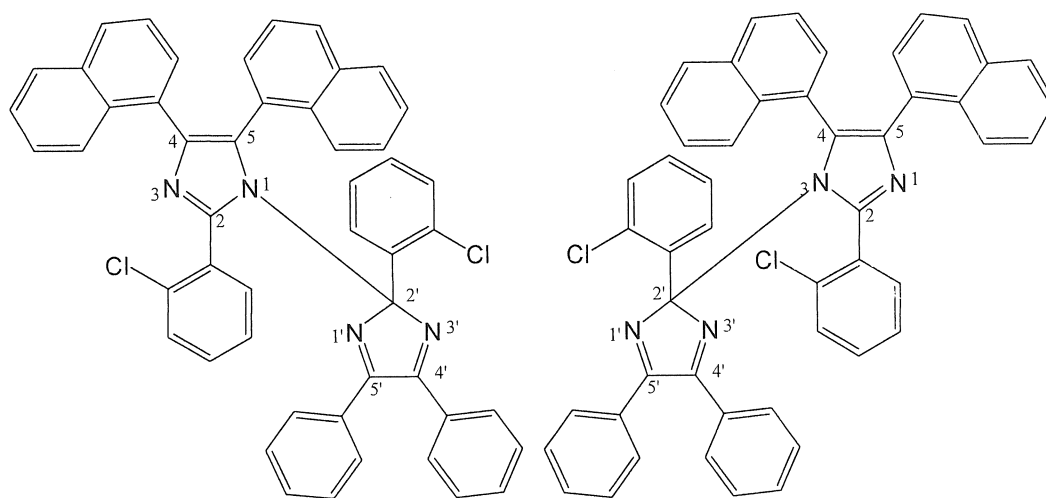
A7-2



A7-3

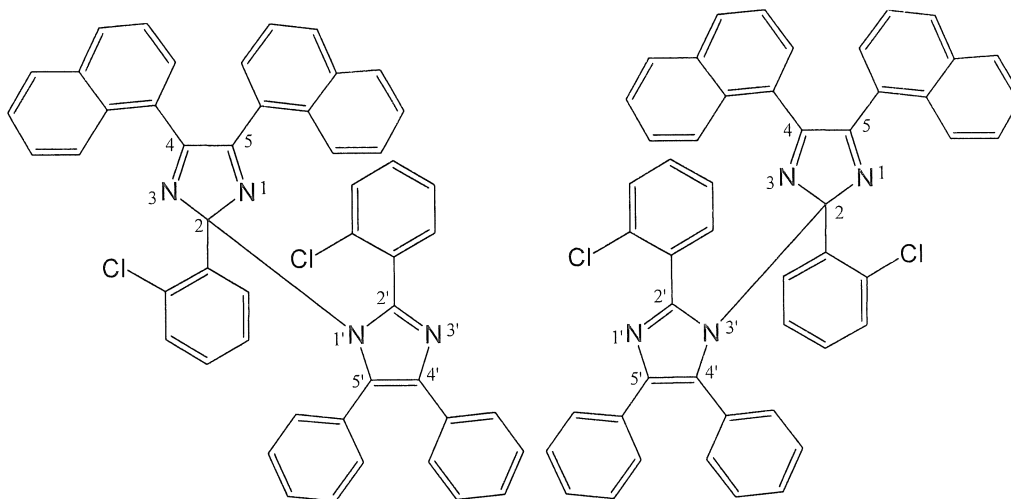
A7-4

Hợp chất A8



A8-1

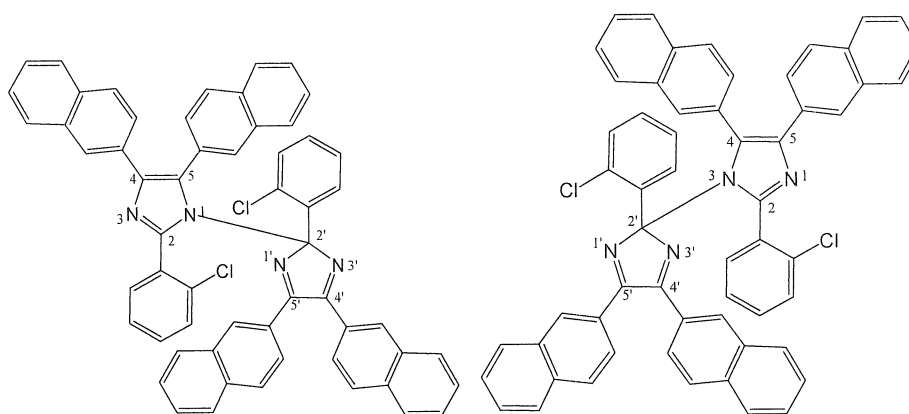
A8-2



A8-3

A8-4

Hợp chất A9



A9-1

A9-2

Trong chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol theo sáng chế, các hợp chất như hợp chất A1 và hợp chất A2 có thể tồn tại một mình, hoặc có thể được sử dụng trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Trong 100 phần khối lượng của chế phẩm nhựa nhạy quang, chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol theo sáng chế tốt hơn là 1-10 phần khối lượng. Trong phạm vi hàm lượng này, chế phẩm có thể thể hiện tốt tính tương hợp hệ thống và thực hiện hóa cứng rất tốt.

Chất hoạt hóa quang học và/hoặc chất làm nhạy khác

Chế phẩm nhựa nhạy quang theo sáng chế có thể cũng bao gồm các chất hoạt hóa quang học và/hoặc chất làm nhạy khác, để làm tăng tính tương hợp, độ nhạy quang, và độ phân giải của hệ thống nhựa nhạy quang thông qua hiệu ứng kết hợp/ hiệp đồng.

Các chất hoạt hóa quang học và/hoặc chất làm nhạy khác có thể bao gồm (nhưng không bị giới hạn ở) biimidazol, pyrazolin, keton thơm, anthraquinon, benzoin và benzoin alkyl ete, oxim este, triazin, triphenylamin, coumarin, thioxanthon, acridin, và chất hoạt hóa quang học khác đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các chất hoạt hóa quang học khác có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, hợp chất biimidazol bao gồm: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-diimidazol, 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-1,1'-diimidazol, 2,2',5-tris(2-flophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-diimidazol, 2,2'-bis(2,4-diclophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-diimidazol, 2,2'-bis(2-flophenyl)-4-(o-clophenyl)-5-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-diimidazol, 2,2'-bis(2-flophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-diimidazol, 2,2'-bis(2-metoxyphenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-diimidazol, 2,2'-bis(2-clo-5-nitrophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-5,5'-bis(o-clophenyl)-diimidazol, 2,2'-bis(2-clo-5-nitrophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-5-(o-clophenyl)-4',5'-diphenyl-diimidazol, 2,2'-bis(2,4-diclophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-5,5'-bis(o-clophenyl)-diimidazol, 2-(2,4-diclophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-2',5-bis(o-clophenyl)-4',5'-diphenyl-diimidazol, 2-(2,4-diclophenyl)-2'-(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-diimidazol, 2,2'-bis(2,4-diclophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-diimidazol, và chất tương tự của nó. Các hợp chất biimidazol này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, hợp chất pyrazolin bao gồm: 1-phenyl-3-(4-tert-butylstyryl)-5-(4-tert-butylphenyl)pyrazolin, 1-phenyl-3-biphenyl-5-(4-tert-butylphenyl)pyrazolin, (9) trimetylol pyrazolin este được etoxylat hóa, (10) bisphenol A pyrazolin este được etoxylat hóa, và chất tương tự của nó. Các hợp chất pyrazolin có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, hợp chất keton thơm bao gồm: axetophenon, 2,2-dimetoxy-2-phenylaxetophenon, 2,2-dietoxy-2-phenylaxetophenon, 1,1-dicloaxetophenon, benzophenon, 4-benzoyl diphenyl sulfua, 4-benzoyl-4'-metyl diphenyl sulfua, 4-benzoyl-4'-etyl diphenyl sulfua, 4-benzoyl-4'-propyl diphenyl sulfua, 4,4'-bis(diethylamino)benzophenon, 4-tolylthiobenzophenon, 2,4,6-trimetylbenzophenon, 4-metylbenzophenon, 4,4'-bis(dimethylamino)benzophenon, 4,4'-bis(metyl,

etylaminobenzophenon, axetophenon dimetyl ketal, benzil dimetyl ketal, α,α' -dimetylbenzil ketal, α,α' -dietoxyaxetophenon, 2-hydroxy-2-metyl-1-phenylaxeton, 1-hydroxycyclohexylbenzophenon, 2-hydroxy-2-metyl-1-p-hydroxyetyl ete phenylaxeton, 2-metyl 1-(4-metylthiophenyl)-2-morpholin 1-axeton, 2-benzyl-2-dimetylamin-1-(4-morpholinphenyl) 1-butanon, phenylbis(2,4,6-trimetylbenzoyl)phosphin oxit, 2,4,6(trimetylbenzoyl)diphenylphosphin oxit, 2-hydroxy-1-{3-[4-(2-hydroxy-2-metyl-propionyl))-phenyl]-1,1,3-trimetyl-inden-5-yl}-2-metylaxeton, và 2-hydroxy-1-{1-[4-(2-hydroxy-2-metyl-propionyl))-phenyl]-1,3,3-trimetyl-inden-5-yl}-2-metylaxeton, 1-(4-isopropylphenyl)-2-hydroxy-2-metylpropan-1-on, 4-(2-hydroxyetoxy)-phenyl-(2-hydroxy-2-propyl)on, và chất tương tự của nó. Các hợp chất keton thơm này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, hợp chất anthraquinon bao gồm: 2-phenylanthraquinon, 2,3-diphenylanthraquinon, 1-cloanthraquinon, 2-metylanthraquinon, 2,3-dimetylanthraquinon, 2-etylanthracen-9,10-dietyl este, 1,2,3-trimetylanthracen-9,10-dioctyl este, 2-etylanthracen-9,10-bis(4-clobutyric axit metyl este), 2-(3-((3-etyloxetan-3-yl)metoxy)-3-oxopropyl)anthracen-9,10-dietyl este, 9,10-dibutoxyanthracen, 9,10-dietoxy-2-etylanthracen, 9,10-bis(3-clopropoxy)anthracen, 9,10-bis(2-hydroxyetylthio)anthracen, 9,10-bis(3-hydroxy-1-propylthio)anthracen, và chất tương tự. Dẫn xuất anthraquinon này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, hợp chất benzoin và benzotrong alkyl ete bao gồm: benzoinmetyl ete, benzoinetyl ete, benzoin phenyl ete, và chất tương tự. Các hợp chất benzoin và benzoin alkyl ete này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, các hợp chất oxim este bao gồm: 1-(4-phenylthiophenyl)-n-octan-1,2-dion-2-benzoic axit oxim este, 1-(6-(2-metylbenzoyl)-9-etylcarbazol-3-yl)-etan-1-on-axetic axit oxim este, 1-(6-(2-metylbenzoyl)-9-etylcarbazol-3-yl)-butan-1-on-axetic axit oxim este, 1-(6-(2-metylbenzoyl)-9-etylcarbazol-3-yl)-propan-1-on-axetic axit oxim este, 1-(6-(2-metylbenzoyl)-9-etylcarbazol-3-yl)-1-xyclohexyl-metan-1-on-axetic axit oxim este, 1-(6-(2-metylbenzoyl)-9-etylcarbazol-3-yl)-3-xyclopentyl-propan-1-on-axetic axit oxim este, 1-(4-phenylthiophenyl)-(3-xyclopentyl)-propan-1,2-dion-2-

benzoic axit oxim este, 1-(4-phenylthiophenyl)-(3-xyclohexyl)-propan-1,2-dion-2-xyclohexylformic axit cc este, 1-(6-(2-metylbenzoyl)-9-etylcarbazol-3-yl)-(3-xyclopentyl)-propan-1,2-dion-2-axetic axit oxim este, 1-(6-orthometylbenzoyl-9-etylcarbazol-3-yl)-(3-xyclopentyl)-propan-1,2-dion-2-benzoic axit oxim este, 1-(4-benzoyldiphenyl sulfua)-(3-xyclopentylaxeton)-1-oxim axetat, 1-(6-orthometylbenzoyl-9-etylcarbazol-3-yl)-(3-xyclopentylaxeton)-1-oximxyclohexyl format, 1-(4-benzoyldiphenyl sulfua)-(3-xyclopentylaxeton)-1-oximxyclohexyl format, 1-(6-orthometylbenzoyl-9-etylcarbazol-3-yl)-(3-xyclopentyl)-propan-1,2-dion-2-orthometylbenzoic axit oxim este, 1-(4-phenylthiophenyl)-(3-xyclopentyl)-propan-1,2-dion-2-xyclohexylformic axit oxim este, 1-(4-cc-diphenyl sulfua-4'-yl)-3-xyclopentylpropan-1-on-axetic axit oxim este, 1-(4-benzoyldiphenyl sulfua)-(3-xyclopentyl)-propan-1,2-dion-2-oxim axetat, 1-(6-nitro-9-etylcarbazol-3-yl)-3-xyclohexylpropan-1-on-axetic axit oxim este, 1-(6-orthometylbenzoyl-9-etylcarbazol-3-yl)-3-xyclohexylpropan-1-on-axetic axit oxim este, 1-(6-CC-9-etylcarbazol-3-yl)-(3-xyclohexylaxeton)-1-oxim axetat, 1-(6-furanfuroyl-9-etylcarbazol-3-yl)-(3-xyclopentylaxeton)-1-oxim axetat, 1,4-diphenylpropan-1,3-dion-2-axetic axit oxim este, 1-(6-furoyl-9-etylcarbazol-3-yl)-(3-xyclohexyl)-propan-1,2-dion-2-axetic axit oxim este, 1-(4-phenylthiophenyl)-(3-xyclohexyl)-propan-1,2-dion-2-axetic axit oxim este, 1-(6-furanfuroyl-9-etylcarbazol-3-yl)-(3-xyclohexylaxeton)-1-oxim axetat, 1-(4-phenylthiophenyl)-(3-xyclohexyl)-propan-1,2-dion-3-benzoic axit oxim este, 1-(6-thenoyl-9-etylcarbazol-3-yl)-(3-xyclohexyl)-propan-1,2-dion-2-axetic axit oxim este, 2-((benzoyloxy)imino)-1-phenylpropan-1-on, 1-phenyl-1,2-propandion-2-(oxoacetyl)oxim, 1-(4-phenylthiophenyl)-2-(2-metylphenyl)-etan-1,2-dion-2-axetic axit oxim este, 1-(9,9-dibutyl-7-nitrofluoren-2-yl)-3-xyclohexylpropan-1-on-axetic axit oxim este, 1-(4-(4-(thiophene-2-formyl)phenylthio)phenyl)-3-xyclopentylpropan-1,2-dion-2-axetic axit oxim este, 1-(9,9-dibutyl-2-yl)-3-xyclohexylpropylpropan-1,2-dion-2-axetic axit oxim este, 1-(6-(2-(benzoyloxyimino)-3-xyclohexylpropyl-9-etylcarbazol-3-yl)octan-1,2-dion-2-benzoic axit oxim este, 1-(7-nitro-9,9-diallylfluoren-2-yl)-1-(2-metylphenyl)keton-axetic axit oxim este, 1-(6-(2-metylbenzoyl)-9-etylcarbazol-3-yl)-3-xyclopentylpropan-1-on-benzoic axit oxim este, 1-(7-(2-metylbenzoyl)-9,9-dibutylfluoren-2-yl)-3-xyclohexylpropan-1,2-dion-2-axetic axit oxim este, 1-(6-(furan-2-formyl)-9-etylcarbazol-3-yl)-3-xyclohexylpropan-1,2-dion-2-etoxymethyl oxim este,

và chất tương tự của nó. Các hợp chất oxim este này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, các hợp chất triazin bao gồm: 2-(4-ethylbiphenyl)-4,6-bis(triclometyl)-1,3,5-triazin, 2-(3,4-metylenoxyphenyl)-4,6-bis(triclometyl)-1,3,5-triazin, axit 3-{4-[2,4-bis(triclometyl)-s-triazin-6-yl]phenylthio}propionic, 1,1,1,3,3,3-hexafluoroisopropyl-3-{4-[2,4-bis(triclometyl)-s-triazin-6-yl]phenylthio}propionat, etyl-2-{4-[2,4-bis(triclometyl)-s-triazin-6-yl]phenylthio}axetat, 2-etoxyetyl-2-{4-[2,4-bis(triclometyl)-s-triazin-6-yl]phenylthio}axetat, xyclohexyl-2-{4-[2,4-bis(triclometyl)-s-triazin-6-yl]phenylthio}axetat, benzyl-2-{4-[2,4-bis(triclometyl)-s-triazin-6-yl]phenylthio}axetat, axit 3-{clo-4-[2,4-bis(triclometyl)-s-triazin-6-yl]phenylthio}propionic, 3-{4-[2,4-bis(triclometyl)-s-triazin-6-yl]phenylthio}propionat, 2,4-bis(triclometyl)-6-p-metoxystyryl-s-triazin, 2,4-bis(triclometyl)-6-(1-p-dimetylaminophenyl)-1,3-butadienyl-s-triazin, 2-triclometyl-4-amino-6-p-metoxystyryl-s-triazin, và chất tương tự của nó. Các hợp chất triazin này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, các hợp chất triphenylamin bao gồm: N,N-bis-[4-(2-styryl-1-yl)-phenyl]-N,N-bis(2-etyl-6metylphenyl)-1,1-diphenyl-4,4-diamin, N,N-bis-[4-(2-styryl-1-yl)-4'-metylphenyl]-N,N-bis(2-etyl-6metylphenyl)-1,1-diphenyl-4,4-diamin, và chất tương tự của nó. Các hợp chất triphenylamin có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, các hợp chất coumarin bao gồm: 3,3'-carbonylbis(7-dietylaminocoumarin), 3-benzoyl-7-dietylaminocoumarin, 3,3'-carbonylbis(7-metoxycoumarin), 7-(dietylamin)-4-metylcoumarin, 3-(2-benzothiazole)-7-(dietylamin)-4-metylcoumarin, 7-(dietylamin)-4-metyl-2H-1-benzopyran-2-on(7-(dietylamin)-4-metylcoumarin), 3-benzoyl-7-metoxycoumarin, và chất tương tự của nó. Các hợp chất coumarin có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, các hợp chất thioxanthon bao gồm: thioxanthon, 2,4-dimetylthioxanthon, 2,4-dietylthioxanthon, 2,4-diisopropylthioxanthon, 2-clothioxanthon, 1-clo-4-propoxythioxanthon, isopropylthioxanthon, diisopropylthioxanthon, và chất tương tự.

Các hợp chất thioxanthone có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, các hợp chất acridin bao gồm: 9-phenylacridin, 9-p-methylphenylacridin, 9-m-methylphenylacridin, 9-o-clophenylacridin, 9-orthoflophenylacridin, [4-(9-acridinyl)phenoxy] axetat của 2-etyl-2-(hydroxymetyl)-1,3-propandiol ete xycloetan ete (tức là, PAD107, được sản xuất bởi CHANGZHOU TRONLY NEW ELECTRONIC MATERIALS CO., LTD.), 1,7-bis(9-acridinyl)heptan, 9-etylacridin, 9-(4-bromophenyl)acridin, 9-(3-clophenyl)acridin, 1,7-bis(9-acridin)heptan, 1,5-bis(9-acridin)pentane, 1,3-bis(9-acridin)propan, và chất tương tự của nó. Các hợp chất acridin này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Tốt hơn là, trong 100 phần khối lượng của chế phẩm nhựa nhạy quang, hàm lượng của chất hoạt hóa quang học và/hoặc chất làm nhạy khác không nhiều hơn 8 phần khối lượng.

Chất phụ trợ

Ngoài các thành phần được đề cập bên trên, tùy ý, chế phẩm nhựa nhạy quang theo sáng chế có thể bao gồm hơn nữa lượng thích hợp của các chất phụ trợ khác nếu cần. Ví dụ là, chất phụ trợ có thể là chất màu (như xanh malachit), chất sinh màu nhẹ (như tribromophenyl sulfon, tím tinh thể không màu), thuốc nhuộm, chất độn, chất dẻo hóa, chất ổn định, chất trợ phủ, chất thúc đẩy dễ khuôn, v.v..

Ví dụ là, chất màu, thuốc nhuộm và chất sinh màu nhẹ được đề cập bên trên có thể là: thuốc nhuộm hữu cơ như tris(4-dimetylaminophenyl)metan, tris(4-dimetylaminophenyl)metan, chất màu fluoran, toluensulfonic axit monohydrat, Basic Fuchsin, phtaloxyanin như xanh phtaloxyanin và xanh da trời phtaloxyanin, auramin bazơ, parafuchsin, tím tinh thể, metyl da cam, xanh da trời Nile 2B, xanh da trời victoria, xanh malachit, xanh kim cương, xanh da trời cơ bản 20, Brilliant Green, Eosin, Etyl Violet, Erythrosine Natri B, Metyl Green, phenolphthalein, alizarin đỏ S, thymolphthalein, tím metyl 2B, quinadin đỏ, thạch natri bengal màu hoa hồng, mitaniel vàng, thymolsulfophthalein, xylolol xanh da trời, metyl da cam, da cam IV, dithizon, 2,7-diclofluorescein, parametyl đỏ, congo đỏ, benzopurpurin 4B, α -naphthyl đỏ, phenaxetin, tím metyl, xanh da trời tinh khiết victoria BOH, rhodamin 6G, diphenylamin,

dibenzylanilin, triphenylamin, dietylanilin, diphenyl-p-phenylendiamin, p-toluidin, benzotriazol, metyl benzotriazol, 4,4'-biphenyldiamin, o-cloanilin, tím tinh thể trắng, xanh malachit trắng, anilin trắng, tím metyl trắng, và chất màu dựa trên azo, cũng như thuốc nhuộm vô cơ như titan dioxit, v.v.. Xét về độ tương phản tốt, tốt hơn là để sử dụng tris(4-dimetylaminophenyl)metan (tức là, tím tinh thể leuco, LCV). Các chất màu, thuốc nhuộm, và chất sinh màu nhẹ này có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, chất độn được đề cập bên trên có thể là: chất độn như silic, alumin, talc, canxi cacbonat, và bari sulfat (ngoại trừ thuốc nhuộm vô cơ được đề cập bên trên), v.v.. Chất độn có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, chất dẻo hóa được đề cập bên trên có thể là: phtalat như dibutyl phtalat, diheptyl phtalat, dioctyl phtalat, và diallyl phtalat; glycol este như trietylen glycol diacetat và tetraetylen glycol diacetat; sulfonamid như p-toluensulfonamid, benzensulfonamid, và n-butylbenzensulfonamid; triphenyl phosphat, trimetyl phosphat, trietyl phosphat, triphenyl phosphat, tritolyl phosphat, trixylyl phosphat, tolyl diphenyl phosphat, trixylyl phosphat, 2-naphtyl diphenyl phosphat, tolyl di-2,6-xylyl phosphat, phosphat thơm cô đặc, tris(clopropyl) phosphat, tris(tribromo-neopentyl) phosphat, phosphat cô đặc bao gồm halogen, trietylen glycol dicaprylat, trietylen glycol di(2-ethylhexanoat), tetraetylen glycol diheptanoat, dietyl sebacat, dibutyl suberat, tris(2-etyletyl) phosphat, Brij 30 $[C_{12}H_{25}(OCH_2CH_2)_4OH]$, và Brij 35 $[C_{12}H_{25}(OCH_2CH_2)_{20}OH]$, v.v.. Chất dẻo hóa có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, chất ổn định được đề cập bên trên có thể là: hydroquinon, 1,4,4-trimetyl-diazobixyclo(3,2,2)-non-2-en-2,3-dioxit, 1-phenyl-3-pyrazolidinon, p-metoxyphe-nol, alkyl và hydroquinon và quinon được thể bởi aryl, tert-butylcatechol, 1,2,3-benzentriol, đồng resinat, naphtylamin, β -naphtol, đồng (I) clorua, 2,6-di-tert-butyl-p-cresol, phenothiazin, pyridin, nitrobenzen, dinitrobenzen, p-toluquinon, và chloranil, v.v.. Chất ổn định có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Cần nhắc về độ an toàn và độ linh hoạt, chất trợ phủ được đề cập bên trên có thể là: axeton, metanol, rượu metyl, rượu etyl, rượu isopropyl, metyl etyl keton, propylen

glycol monometyl ete axetat, etyl lactat, xyclohexanon, γ -butyrolacton, diclometan, v.v..
 Chất trợ phủ có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Ví dụ là, đối với chất thúc đẩy đỡ khuôn được đề cập bên trên, các ví dụ có thể là: axit benzensulfonic, axit toluensulfonic, axit xylensulfonic, axit phenolsulfonic, axit alkyl (như metyl, propyl, heptyl, octyl, dexyl, dodexyl) benzen sulfonic, v.v.. Chất thúc đẩy đỡ khuôn có thể được sử dụng một mình hoặc trong tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn.

Tốt hơn là, trong 100 phần khối lượng của chế phẩm nhựa nhạy quang, hàm lượng của chất phủ trợ không nhiều hơn 10 phần khối lượng.

Việc sử dụng

Chế phẩm nhựa nhạy quang theo sáng chế có thể được điều chế thành màng khô (tức là, tấm mỏng nhựa nhạy quang), và được sử dụng để sản xuất bảng mạch in, mẫu bảo vệ, mẫu dẫn điện, khung dẫn điện, ống sợi bán dẫn, để tạo thành các mẫu cần trên các chất nền khác nhau thông qua các quy trình khác nhau.

Chế phẩm nhựa nhạy quang theo sáng chế cũng có thể được phủ lên chất nền tương ứng trong mỗi bước sản xuất tương ứng bằng lớp phủ màng ướt, nghĩa là, áp dụng làm màng ướt đối với việc tạo ra bảng mạch in, mẫu bảo vệ, mẫu dẫn điện, khung dẫn điện, và ống sợi bán dẫn, để tạo thành các mẫu cần trên các chất nền khác nhau thông qua các quy trình khác nhau.

Sử dụng màng khô

Màng khô theo sáng chế (tức là, tấm mỏng nhựa nhạy quang) bao gồm: lớp nhựa nhạy quang được tạo thành chế phẩm nhựa nhạy quang và lớp nền đỡ lớp nhựa nhạy quang.

Thông thường, điều chế màng khô bao gồm: phủ chế phẩm nhựa nhạy quang lên bề đỡ và làm khô bề để tạo thành lớp nhựa nhạy quang; tùy ý, dán màng phủ (lớp bảo vệ) khi cần. Tốt hơn là, điều kiện làm khô là làm khô ở nhiệt độ 60-100°C trong 0,5-15 phút. Độ dày của lớp nhựa nhạy quang tốt hơn là 5-95 μm , tốt hơn nữa là 10-50 μm , tốt hơn nữa là 15-30 μm . Nếu độ dày của lớp nhựa nhạy quang là nhỏ hơn 5 μm , độ cách điện kém, và nếu độ dày của lớp nhựa nhạy quang vượt quá 95 μm , độ phân giải có thể kém.

Các ví dụ cụ thể có thể là các loại khác nhau của màng dẻo, như polyetylen terephthalat, polyetylen naphtalat, polypropylen, polyetylen, xenluloza axetat, polyalkyl methacrylat, methacrylat copolyme, polyvinyl clorua, polyrượu vinylic, polycacbonat, polystyren, xenlophan, vinyl clorua copolyme, polyamit, polyimit, vinyl clorua-vinyl axetat copolyme, polytetrafloetylen, polytrifloetylen, và chất tương tự của nó làm bộ đỡ. Ngoài ra, vật liệu composit gồm hai hoặc nhiều hơn vật liệu như được đề cập bên trên cũng có thể được sử dụng. Tốt hơn là để sử dụng polyetylen terephthalat có độ truyền sáng rất tốt. Độ dày của bộ đỡ tốt hơn là 5-150 μm , và tốt hơn nữa là 10-50 μm .

Lớp phủ của chế phẩm nhựa nhạy quang không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ, các phương pháp thông thường như sơn phun, lớp lót lăn, lớp lót quay, lớp lót rãnh, lớp lót nén, lớp lót màn, lớp lót chất màu, lớp lót dây, lớp lót lưới, lớp lót lăn, lớp lót dao, sơn phun, và lớp lót nhúng có thể được sử dụng.

Hơn nữa, sáng chế đề xuất việc sử dụng màng khô được đề cập bên trên trong sản xuất bảng mạch in, bao gồm:

- (1) Quy trình cán mỏng: cán mỏng tấm mỏng nhựa nhạy quang lên tấm mỏng được phủ đồng hoặc chất nền dẻo;
- (2) Quy trình phơi sáng: phơi sáng lớp nhựa nhạy quang trong tấm mỏng nhựa nhạy quang bằng cách chiếu xạ ánh sáng có hoạt tính ở dạng ảnh để thực hiện quang hóa cứng của vị trí được phơi sáng;
- (3) Quy trình hiện hình: loại bỏ vị trí không được phơi sáng của lớp nhựa nhạy quang sử dụng chất hiện hình, để tạo thành mẫu bảo vệ;
- (4) Mẫu dẫn điện quy trình hình thành: khắc hoặc mạ phần của bề mặt của tấm mỏng được phủ đồng hoặc chất nền dẻo không được phủ bằng mẫu bảo vệ;
- (5) Quy trình tách ra: tách mẫu bảo vệ ra khỏi tấm mỏng được phủ đồng hoặc chất nền dẻo.

Hơn nữa, sáng chế đề cập đến việc sử dụng màng khô trong sản xuất mẫu bảo vệ được đề cập bên trên, bao gồm quy trình cán mỏng, quy trình phơi sáng, và quy trình hiện hình như được mô tả bên trên, với ngoại trừ rằng tấm mỏng nhựa nhạy quang có thể được cán mỏng lên các chất nền khác nhau của vật liệu khác nhau trong quy trình cán mỏng.

Hơn nữa, sáng chế đề cập đến việc sử dụng màng khô được đề cập bên trên trong sản xuất mẫu dẫn điện, bao gồm quy trình cán mỏng, quy trình phơi sáng, quy trình hiện hình, và mẫu dẫn điện quy trình hình thành như được mô tả bên trên, với ngoại trừ là cán mỏng tấm mỏng nhựa nhạy quang lên lá kim loại hoặc tấm cách nhiệt tráng kim loại trong quy trình cán mỏng.

Hơn nữa, sáng chế đề cập đến việc sử dụng màng khô được đề cập bên trên trong sản xuất khung dẫn điện, bao gồm quy trình cán mỏng, quy trình phơi sáng, quy trình hiện hình, và mẫu dẫn điện quy trình hình thành như được mô tả bên trên, với ngoại trừ là cán mỏng tấm mỏng nhựa nhạy quang lên lá kim loại trong quy trình cán mỏng, và khác phần không được phủ bằng mẫu bảo vệ trong mẫu dẫn điện quy trình hình thành.

Hơn nữa, sáng chế đề cập đến việc sử dụng màng khô được đề cập bên trên trong sản xuất ống sợi bán dẫn, bao gồm quy trình cán mỏng, quy trình phơi sáng, quy trình hiện hình, và mẫu dẫn điện quy trình hình thành như được mô tả bên trên, với ngoại trừ là cán mỏng tấm mỏng nhựa nhạy quang lên mặt phiên với mạch tích hợp quy mô lớn trong quy trình cán mỏng, và mặt phần không được phủ bằng mẫu bảo vệ trong mẫu dẫn điện quy trình hình thành.

Sử dụng màng ướt

Chế phẩm nhựa nhạy quang theo sáng chế có thể được phủ trực tiếp lên chất nền bằng phương pháp màng ướt, cần được sử dụng trong sản xuất bảng mạch in, mẫu bảo vệ, mẫu dẫn điện, khung dẫn điện, ống sợi bán dẫn, v.v..

Không bị giới hạn, chế phẩm nhựa nhạy quang có thể được phủ lên chất nền bằng phương pháp thông thường như lớp lót lẫn, sơn dao, sơn phun, và lớp mạ nhúng, và được làm khô để tạo thành lớp nhựa nhạy quang.

Sau khi lớp nhựa nhạy quang được tạo thành trên chất nền, các quy trình sau đó như quy trình phơi sáng, quy trình hiện hình, mẫu dẫn điện quy trình hình thành, và quy trình tách ra, tất cả có thể được thực hiện bằng cách tham chiếu đến phương pháp trong ứng dụng màng khô.

Các bước tạo quy trình

Trong quy trình phơi sáng, các ví dụ về việc phơi sáng có thể bao gồm phương pháp phơi sáng mặt nạ (phương pháp trong đó mẫu mặt nạ có điện tích âm hoặc dương

của mẫu dây diện phát ra ánh sáng có hoạt tính ở dạng ảnh), và phương pháp phơi sáng hình chiếu. Phương pháp phơi sáng bản vẽ trực tiếp trong đó ánh sáng có hoạt tính được chiếu xạ ở dạng ảnh (như phương pháp phơi sáng tạo ảnh trực tiếp bằng laze và phương pháp phơi sáng tạo quang số) cũng có thể được sử dụng. Đối với nguồn sáng của ánh sáng có hoạt tính, nguồn sáng được biết rõ có thể được sử dụng, ví dụ nguồn sáng phát ra tia cực tím hiệu quả như đèn hồ quang than, đèn hồ hơi thủy ngân, đèn báo áp suất cực cao, đèn báo áp suất cao, đèn xenon, laze khí như argon laze, laze rắn như laze YAG, laze bán dẫn, và laze xanh da trời-tím dựa trên gali nitrit. Ngoài ra, nguồn sáng phát ra ánh sáng nhìn thấy, như chiếu rọi để chụp ảnh và đèn huỳnh quang, cũng có thể được sử dụng.

Đối với chế phẩm nhựa nhạy quang theo sáng chế, loại nguồn sáng của ánh sáng có hoạt tính không bị giới hạn cụ thể, và lượng phơi sáng tốt hơn là $10\text{-}1000\text{ mJ/cm}^2$.

Trong quy trình hiện hình, vị trí không được phơi sáng của lớp nhựa nhạy quang được loại bỏ bằng chất hiện hình. Khi là lớp nền trên lớp nhựa nhạy quang, bộ đỡ có thể được loại bỏ đầu tiên bằng cách sử dụng kim tuốt tự động hoặc tương tự, và sau đó vị trí không được phơi sáng có thể được loại bỏ sử dụng chất hiện hình như dung dịch nước kiềm, chất hiện hình chứa nước, hoặc dung môi hữu cơ. Các ví dụ về dung dịch nước kiềm có thể là 0,1-5% khối lượng dung dịch natri cacbonat, 0,1-5% khối lượng dung dịch kali cacbonat, 0,1-5% khối lượng dung dịch natri hydroxit, v.v.. Giá trị pH tốt hơn là 9-11. Chất hoạt động bề mặt, chất khử bọt, dung môi hữu cơ, và tương tự cũng có thể được bổ sung vào dung dịch nước kiềm. Phương pháp hiện hình có thể là các phương pháp thông thường như ngâm, phun, và làm sạch.

Trong quy trình khắc, mẫu cản quang (tức là, mẫu bảo vệ) được tạo thành trên chất nền được sử dụng làm mặt nạ, để khắc và loại bỏ lớp dẫn điện không được phủ của chất nền để tạo thành mạch, do đó tạo thành mẫu dẫn điện. Phương pháp đối với quy trình khắc có thể được chọn theo lớp dẫn điện được loại bỏ. Ví dụ, ví dụ về dung dịch khắc có thể bao gồm dung dịch đồng oxit, dung dịch sắt oxit, dung dịch khắc kiềm, và dung dịch khắc dựa trên hydro peroxit.

Trong quy trình mạ, mẫu cản quang được tạo thành trên chất nền được sử dụng làm mặt nạ, để mạ đồng, hợp kim hàn, và tương tự lên tấm cách điện không được bao phủ của chất nền để hình thành mạch. Sau quy trình mạ, mẫu cản quang được loại bỏ để

tạo thành mẫu dẫn điện. Phương pháp được sử dụng trong quy trình mạ có thể là quy trình xử lý mạ điện hoặc xử lý mạ hóa học, và xử lý mạ hóa học là được ưu tiên. Các ví dụ về mạ hóa học có thể bao gồm: mạ đồng như mạ đồng sulfat và mạ đồng pyrophosphat, mạ chất hàn như mạ chất hàn cổ thắt cao, mạ nickel như mạ bể Watt (nickel sulfat-nickel clorua) và mạ nickel sulfamat, và mạ vàng như mạ vàng cứng và mạ vàng mềm.

Sự loại bỏ của mẫu cản quang có thể là dung dịch chứa nước là nhiều kiềm hơn dung dịch nước kiềm được sử dụng trong quy trình hiện hình. Đối với ví dụ của dung dịch nước kiềm mạnh, ví dụ, 1-10% khối lượng dung dịch nước natri hydroxit có thể được sử dụng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là sắc ký lỏng hiệu năng cao của hợp chất a1.

Fig. 2 là quang phổ cấu trúc của T1 thu được bằng nhiễu xạ đơn tinh thể.

Fig. 3 là so sánh của các kết quả thử nghiệm độ nhạy quang của các hợp chất a1, a2, a3, a8, a9, và a10.

Mô tả chi tiết sáng chế

Ở dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn nữa bằng cách tham chiếu đến các ví dụ cụ thể, nhưng không được hiểu là giới hạn phạm vi bảo hộ theo sáng chế.

1. Chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol

1.1. Điều chế chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol a1

Dưới sự bảo vệ của nitơ, 31,8 g 2-(o-clophenyl)-4,5-diphenyl-imidazol (M1), 51,3 g 2,5-bis(o-clophenyl)-4-(4,5-dimetoxyphenyl)-imidazol (M2), 4,2 g 30% xút lỏng, 4,0 g tetrabutylamoni bromua, và 300 g toluen được bổ sung vào bình 4 cổ 1L, được gia nhiệt và được khuấy. Ở nhiệt độ 60-65°C, 85 g natri hypochlorit (11% dung dịch nước) được bổ sung nhỏ giọt. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, phản ứng được thực hiện trong điều kiện bảo quản nhiệt. Việc lấy mẫu được thực hiện bằng HPLC đối với đối chứng trung tâm, cho đến khi cả M1 và M2 đều nhỏ hơn 1%. Khi phản ứng được hoàn thành, bảo quản nhiệt được dừng lại.

Sau khi phản ứng dưới điều kiện bảo quản nhiệt được hoàn thành, nó được rửa

bốn lần bằng 100 g nước tinh khiết, và sau đó lớp nước được chiết bằng 20 g toluen một lần. Lớp hữu cơ được chưng cất dưới điều kiện áp suất giảm. 70 g metanol được bổ sung vào vật liệu thu được bằng cách chưng cất, được gia nhiệt, và được khuấy, cho đến khi dung dịch trong. Sau đó dung dịch trong được bổ sung nhỏ giọt vào dung dịch tái kết tinh tạo thành 30 g metanol và 50 g nước tinh khiết. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được lọc, được rửa, và được làm khô, để thu được 79,1 g sản phẩm a1.

Sản phẩm được phân tích sử dụng sắc ký lỏng hiệu năng cao.

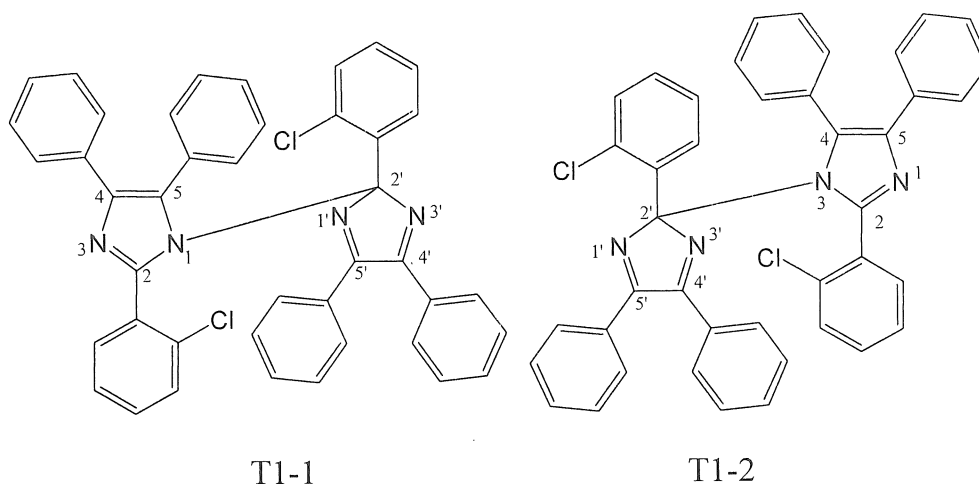
Fig. 1 là sắc ký lỏng hiệu năng cao của sản phẩm a1. Kết quả phân tích thể hiện rằng, tổng hàm lượng của pic sản phẩm đối với 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 là 92,5%.

Sản phẩm a1 là hỗn hợp chứa hai monoimidazol khác nhau (cụ thể là M1 và M2) thu được thông qua tự liên kết và liên kết tương hỗ, bao gồm T1, T2, và T3. Để xác minh chính xác cấu trúc và chế phẩm của sản phẩm, các thành phần a1-1, a1-2, và a1-3 được xác minh và phân tích tương ứng.

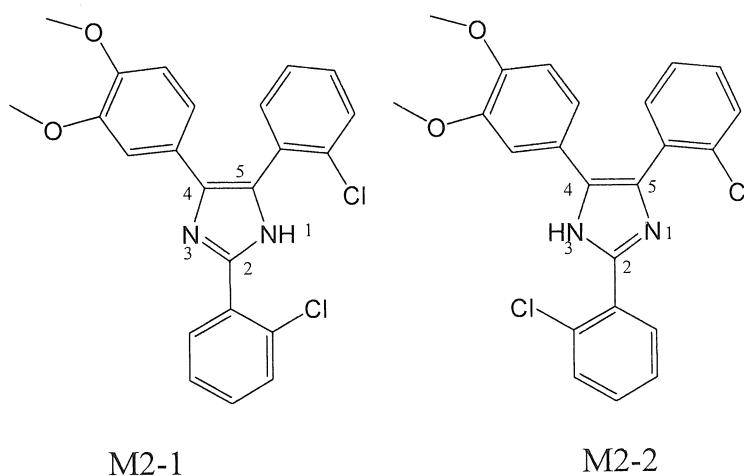
Bằng cách tự liên kết, kỹ thuật sắc ký cột, và tách sắc ký đối với monoimidazol, T1, T2, và T3 tinh khiết thu được và các cấu trúc của chúng được xác nhận tương ứng.

Mặc dù T1 chỉ có 1 pic trong sắc ký lỏng, có hai pic trong nhiễu xạ tinh thể đơn (xem Fig. 2). Kết hợp với đặc điểm cấu trúc, có thể được xác định rằng sản phẩm chính của việc liên kết hai monoimidazol là hỗn hợp trong đó N bao gồm hydro trên một imidazol được kết nối với C lên vị trí 2 của imidazol khác. Do đó, cấu trúc của T1 đề cập đến 1-2' và 2'-3 vị trí gắn được mô tả trong sáng chế.

Imidazol để tổng hợp T1 là M1, là imidazol đối xứng. Do đó, 1-2' và 2'-3 thu được bằng cách liên kết tương tự về tính phân cực, và khó để tách thông qua sắc ký lỏng. Hơn nữa, do cấu trúc đối xứng của M1, đối với cấu trúc của sản phẩm thu được bằng cách tự liên kết, các cấu trúc của 1-2' và 1'-2 là tương tự, và các cấu trúc của 2'-3 và 3-2' là cũng tương tự. Vì vậy, cấu trúc chính của T1 là sản phẩm của vị trí gắn 1-2' và 3-2'. Công thức cấu tạo được hiển thị như sau, lần lượt là. T1-1: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-1,2'-diimidazol, và T1-2: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-2',3-diimidazol:



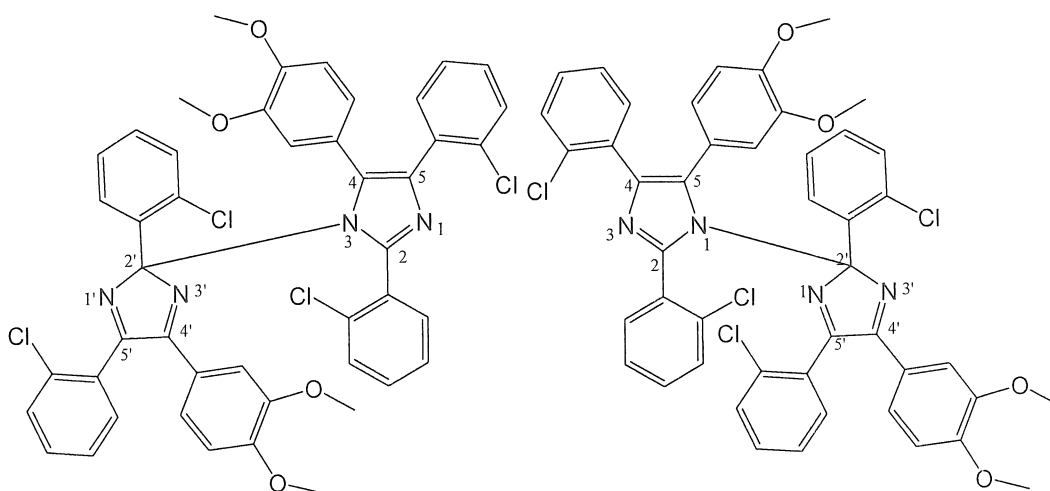
Tương tự, T2 tinh khiết thu được bằng cách tách được phân tích. Cấu trúc chính là sản phẩm của 4 vị trí gắn. LCMS được thực hiện để xác nhận cấu trúc. Bằng phần mềm đi kèm với thiết bị, pic mảnh phân tử 849 và 850 được thu trong phân tích khối phổ. Khối lượng phân tử của sản phẩm là 848, phù hợp với T+1 và T+2. Được chứng minh rằng bốn sản phẩm này có các cấu trúc tương tự và khối lượng phân tử tương tự. Monoimidazol M2 để tổng hợp T2 là imidazol bất đối xứng. M2 có hai cấu hình, tức là, M2-1 và M2-2, như được thể hiện bên dưới:



T2 được tổng hợp bằng cách kết hợp monoimidazol bất đối xứng. Về mặt lý thuyết, có 8 cấu trúc chính được gắn bằng các vị trí gắn 1-2 và 2-3, nhưng đối với monoimidazol tự liên kết, các cấu trúc 1-2' và 1'-2 là tương tự, và 2'-3 và 3-2' cũng là tương tự. Do đó, đối với T2, có 4 cấu trúc chính được đính kèm vị trí gắn 1-2 và 2-3, và chế phẩm của chúng như sau:

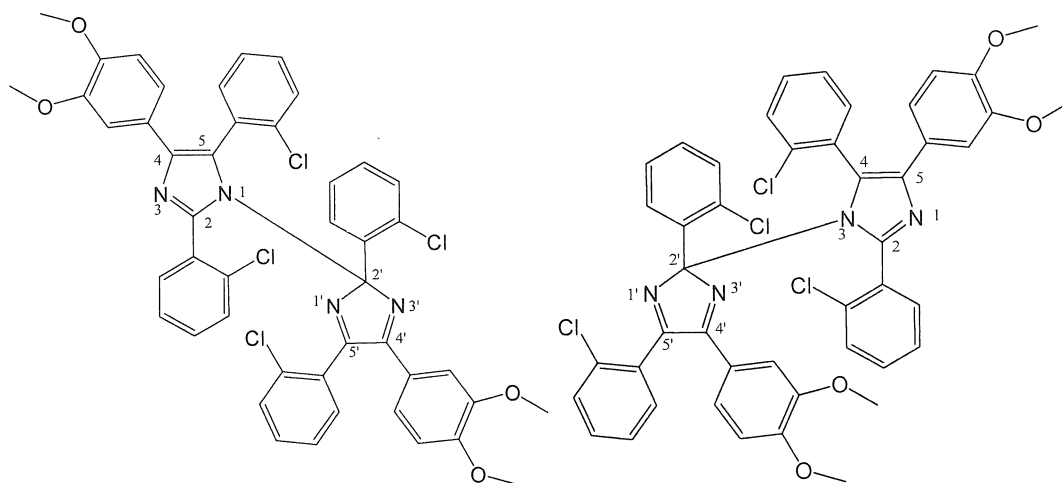
T2-1: 2,2',5,5'-tetra(o-clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-2',3-diimidazol,
 T2-2: 2,2',4,5'-tetra(o-clophenyl)-4',5-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T2-3:

2,2',5,5'-tetra(o-clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T2-4:
 2,2',4,5'-tetra(o-clophenyl)-4',5-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-2',3-diimidazol. Các cấu trúc được hiển thị bên dưới:



T2-1

T2-2

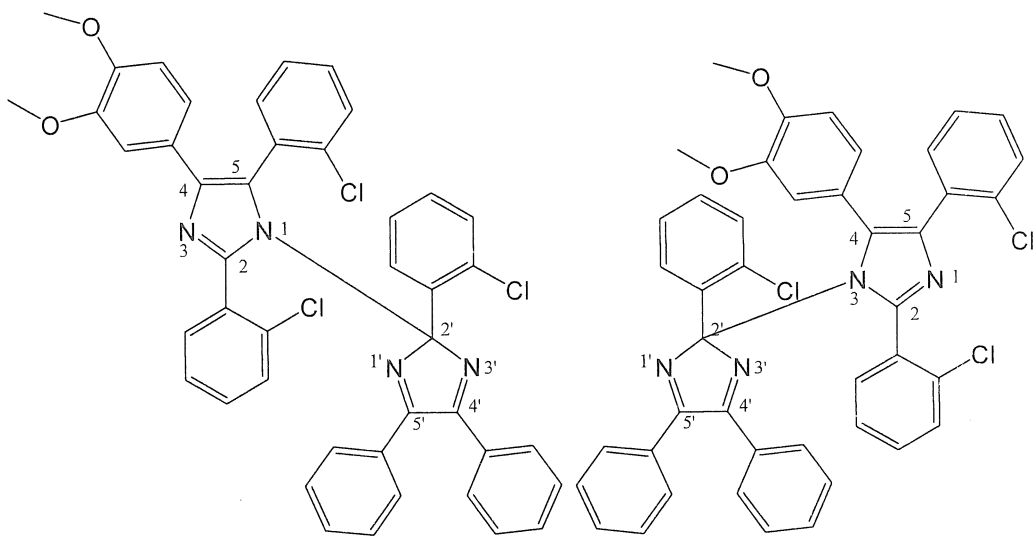


T2-3

T2-4

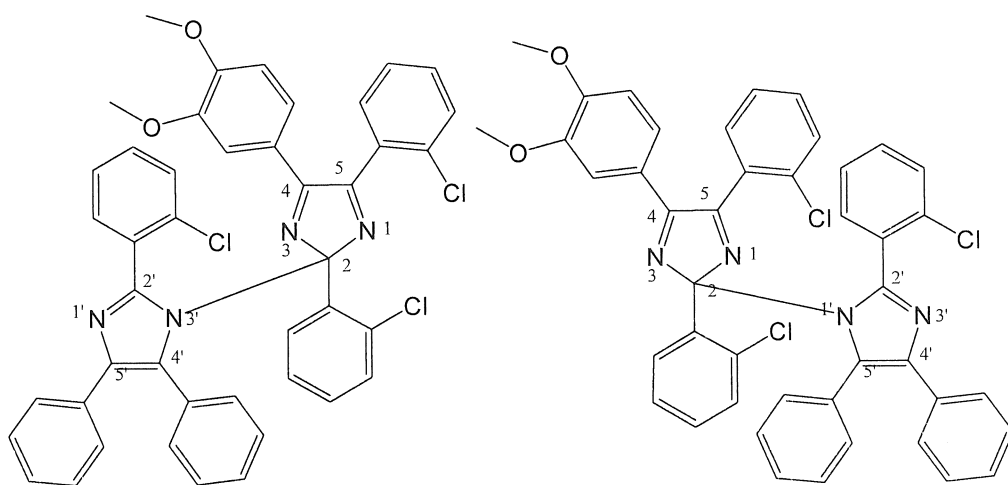
T3 được tổng hợp bằng liên kết tương hỗ của M1 và M2. Cấu trúc chính của T3 tinh khiết thu được bằng cách tách trong sắc ký lỏng là sản phẩm của 4 vị trí gắn. LCMS được thực hiện để xác nhận cấu trúc. Bằng phần mềm đi kèm với thiết bị, các pic mảnh phân tử 755 và 756 được thu trong phân tích phổ khối. Khối lượng phân tử của sản phẩm là 754, phù hợp với T+1 và T+2. Được chứng minh rằng bốn sản phẩm có cấu trúc tương tự và khối lượng phân tử tương tự. T3 thu được thông qua liên kết imidazol M1 đối xứng và imidazol M2 bất đối xứng, và có bốn cấu trúc chính của vị trí gắn 1-2 và 2-3. Chế phẩm là như sau:

T3-1: 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-1,2'-diimidazol, T3-2: 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-2',3'-diimidazol, T3-3: 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-2,3'-diimidazol, T3-4: 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-1',2'-diimidazol. Công thức cấu tạo là như sau:



T3-1

T3-2



T3-3

T3-4

Dựa trên việc phân tích thử nghiệm bên trên, được xác định rằng sản phẩm a1 gồm T1 (T1-1, T1-2), T2 (T2-1, T2-2, T2-3, T2-4), và T3 (T3-1, T3-2, T3-3, T3-4), trong đó hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 trong a1 là 92,5%.

1.2. Điều chế a2-a10

a2-a10 được điều chế riêng, và các điều kiện của mỗi sản phẩm được thể hiện trong bảng 1 bên dưới.

Bảng 1

Thành phần	STT	Thành phần cụ thể	Độ hòa tan trong butanon
Chất hoạt hóa quang học HABI	a1	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T2, và T3) trong a1 là 92,5%	154%
	a2	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T2, và T3) trong a2 là 95,6%	142%
	a3	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T2, và T3) trong a3 là 98,3%	138%
	a4	Gồm T1, T2-3, và T3, với hàm lượng trong a4 là 95,2%	9,8%
	a5	Gồm T1, T2, và T3-4, với hàm lượng trong a5 là 95,8%	11,2%
	a6	T2-3 là thành phần chính, với hàm lượng trong a6 là 94,5%	1,6%
	a7	T3-4 là thành phần chính, với hàm lượng trong a7 là 96,3%	8,4%
	a8	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T2, và T3) trong a8 là 88,5%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	111,7%
	a9	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T2, và T3) trong a9 là 83,0%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	105,3%
	a10	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T2, và T3) trong a10 là 76,1%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	95,8%

Từ số liệu độ hòa tan trong bảng nêu trên, có thể thấy rằng, độ hòa tan của HABI tinh khiết (a6 và a7) với cấu trúc đơn là rất kém, và độ hòa tan có thể không được cải thiện ngay cả khi nó được trộn với HABI khác (a4 và a5). Chỉ khi trong chất hoạt hóa quang học lai HABI theo sáng chế có 4 vị trí gắn tại thời điểm có cấu trúc với các phân tử thể tương tự, độ hòa tan tối ưu thể hiện trong sáng chế có thể đạt được.

1.3. Thử nghiệm độ nhạy quang

Vì rất khó để kiểm tra độ nhạy quang do độ hòa tan kém của T2-3 hoặc T3-4 tinh khiết, chỉ số liệu độ nhạy quang của a1, a2, a3, a8, a9, và a10 được thử nghiệm.

Theo chế phẩm thể hiện trong 2, chế phẩm nhựa nhạy quang của các ví dụ so sánh 1-6 được điều chế, để kiểm tra độ nhạy quang. Đơn vị đối với liều lượng của mỗi chất trong bảng là g.

Bảng 2

Thành phần	Ví dụ so sánh					
	1	2	3	4	5	6
TMPTA	7,10770	7,10770	7,10770	7,10770	7,10770	7,10770
NPG	0,00180	0,00180	0,00180	0,00180	0,00180	0,00180
PGMEA	2,84310	2,84310	2,84310	2,84310	2,84310	2,84310
a1	0,04734					
a2		0,04734				
a3			0,04734			
a8				0,04734		
a9					0,04734	
a10						0,04734

Trong bảng 1 nêu trên, TMPTA được mua từ Tianjin Beilian Fine Chemicals Development Co., Ltd., NPG được mua từ Shenzhen Pengshunxing Technology Co., Ltd., và PGMEA được mua từ Jinan Huifengda Chemical Co., Ltd..

Các mẫu được điều chế theo chế phẩm nêu trên. Sau khi trộn đều, 1,0 mg mẫu được trải trên đáy của nồi nung, và sau đó đưa vào thân lò nhiệt lượng kế quét vi sai (mẫu: DSC8000, nhà sản xuất: PerkinElmer) để kiểm tra.

Giá trị pic đại diện cho sự tỏa nhiệt tối đa (mw/mg). Tỏa nhiệt càng lớn, độ nhạy quang càng cao. Độ dốc đại diện cho tỷ lệ hóa cứng. Độ dốc càng nhỏ, độ nhạy quang càng cao.

Các kết quả được thể hiện trong Fig. 3. Các kết quả thử nghiệm độ nhạy quang là như sau: a10 (76,1%) < a9 (83,0%) $\approx$ a8 (88,5%) < a1 (92,5%) $\approx$ a2 (95,6%) $\approx$ a3 (98,3). Được xác nhận hơn nữa rằng, tổng khối lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 trong chất hoạt hóa quang học lai sẽ ảnh hưởng độ nhạy quang. Khi hàm lượng cao hơn 92%, độ nhạy quang được cải thiện.

1.4. Điều chế a11

Dưới sự bảo vệ của nitơ, 50 g 2-(4-clophenyl)-5-(6-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-imidazol (M3), 51 g 2,5-bis(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-imidazol (M2), 5,6 g 30% xút lỏng, 4,0 g tetrabutylamoni bromua, và 300 g toluen được bổ sung vào bình 4 cổ 1L, được gia nhiệt và được khuấy. Ở nhiệt độ 60-65°C, 90 g natri hypochlorit (11% dung dịch nước) được bổ sung nhỏ giọt. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, phản ứng được thực hiện trong điều kiện bảo quản nhiệt. Việc lấy mẫu được thực hiện bằng HPLC đối với đối chứng trung tâm, cho đến khi cả M2 và M3 đều nhỏ hơn 1%. Khi phản ứng được hoàn thành, bảo quản nhiệt được dừng lại.

Sau khi phản ứng dưới điều kiện bảo quản nhiệt được hoàn thành, nó được rửa bốn lần bằng 100 g nước tinh khiết, và sau đó lớp nước được chiết bằng 20 g toluen một lần. Lớp hữu cơ được chưng cất dưới điều kiện áp suất giảm. 70 g metanol được bổ sung vào vật liệu thu được bằng cách chưng cất, được gia nhiệt, và được khuấy, cho đến khi dung dịch trong. Sau đó dung dịch trong được bổ sung nhỏ giọt vào dung dịch tái kết tinh tạo thành 30 g metanol và 50 g nước tinh khiết. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được rửa, được tháo cạn, và được làm khô, để thu được 98 g của sản phẩm a11.

Kết quả phân tích hiển thị rằng, tổng hàm lượng của pic sản phẩm đối với 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 là 92,5%.

Sản phẩm a11 là hỗn hợp chứa hai monoimidazol khác nhau (cụ thể là M2 và M3) thu được thông qua tự liên kết và liên kết tương hỗ, bao gồm T2, T4, và T5. Để xác minh chính xác cấu trúc và chế phẩm của sản phẩm, các thành phần T2, T4, và T5 được xác minh và được phân tích tương ứng.

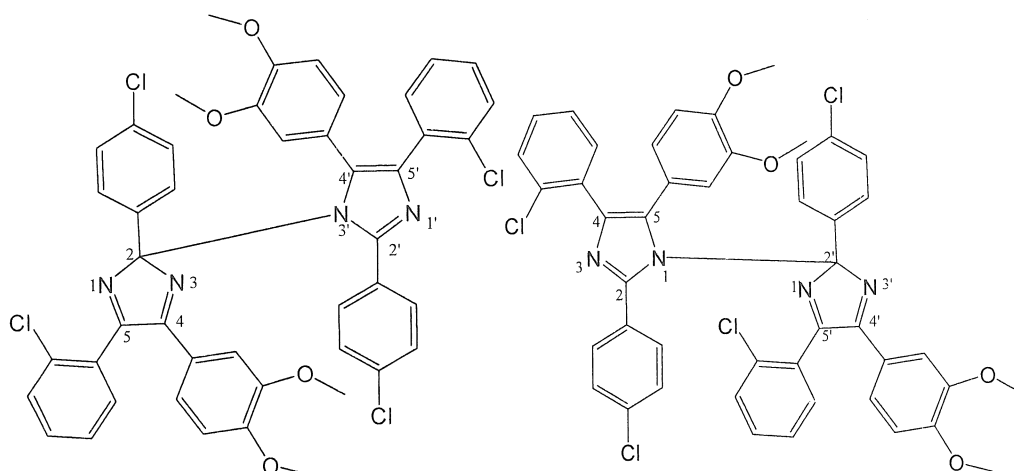
Bằng cách tự liên kết, kỹ thuật sắc ký cột, và tách sắc ký đối với monoimidazol, T2, T4, và T5 được thu và các cấu trúc của chúng được xác nhận tương ứng.

Cấu trúc của T2 phù hợp với cấu trúc trong hợp chất a1.

T4 được tổng hợp bằng cách tự liên kết monoimidazol M3 bất đối xứng. Có 4 cấu trúc chính được gắn bằng vị trí gắn 1-2 và 2-3, và chế phẩm của chúng là như sau:

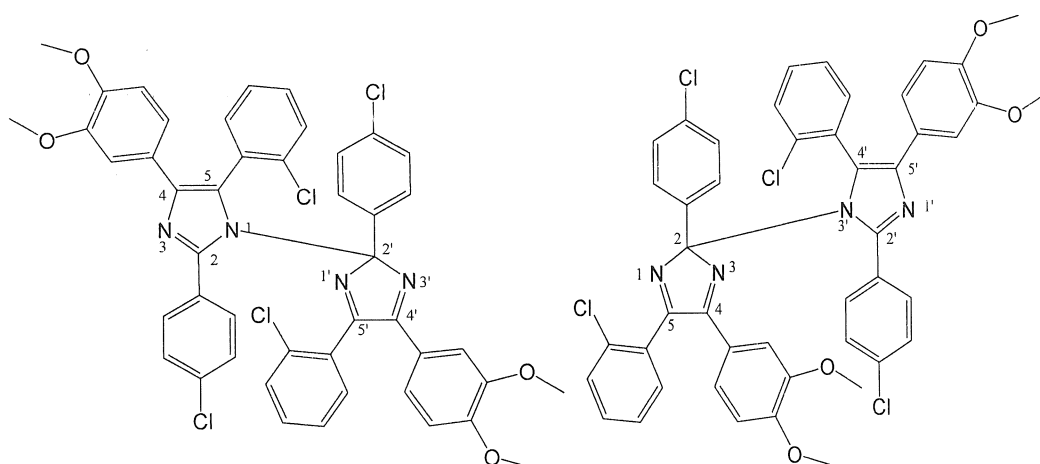
T4-1: 2,2'-bis(4-clophenyl)-5,5'-bis(o-clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-2,3'-diimidazol, T4-2: 2,2'-bis(4-clophenyl)-4,5'-bis(o-clophenyl)-4',5-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T4-3: 2,2'-bis(4-clophenyl)-5,5'-bis(o-

clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T4-4: 2,2'-bis(4-clophenyl)-4',5'-bis(o-clophenyl)-4,5'-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-2,3'-diimidazol. Công thức cấu tạo được hiển thị bên dưới:



T4-1

T4-2



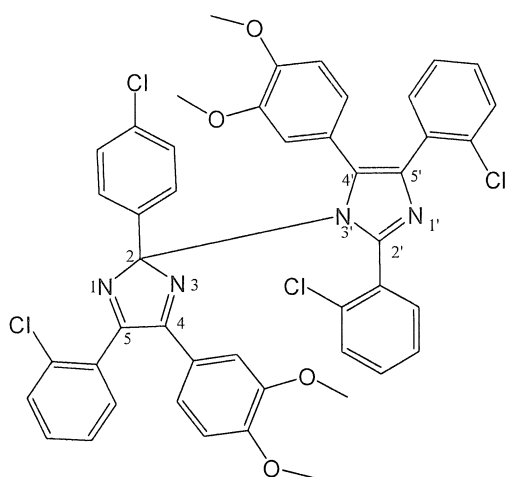
T4-3

T4-4

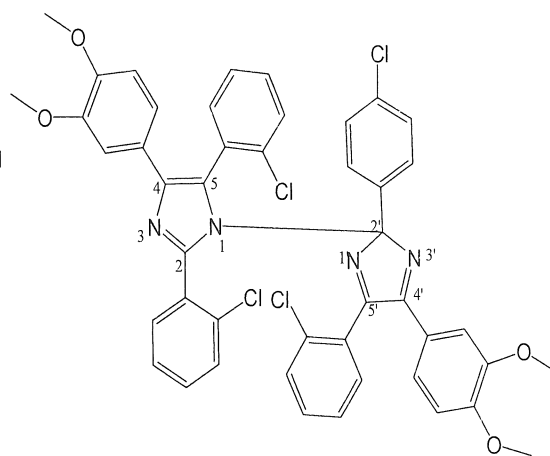
LCMS được thực hiện để xác nhận hơn nữa cấu trúc, và quang phổ cho 4 cấu trúc nhất quán. Bằng phần mềm đi kèm với thiết bị, các pic mảnh phân tử 849 và 850 được thu trong phân tích phổ khối. Khối lượng phân tử của sản phẩm là 848, phù hợp với T+1 và T+2. Được chứng minh rằng bốn pic sản phẩm này hiển thị các cấu trúc tương tự và khối lượng phân tử tương tự.

T5 được tổng hợp bằng liên kết tương hỗ của M2 bất đối xứng và M3 bất đối xứng. Có 4 cấu trúc chính được gán bằng vị trí gắn 1-2 và 2-3, và chế phẩm của chúng là như sau:

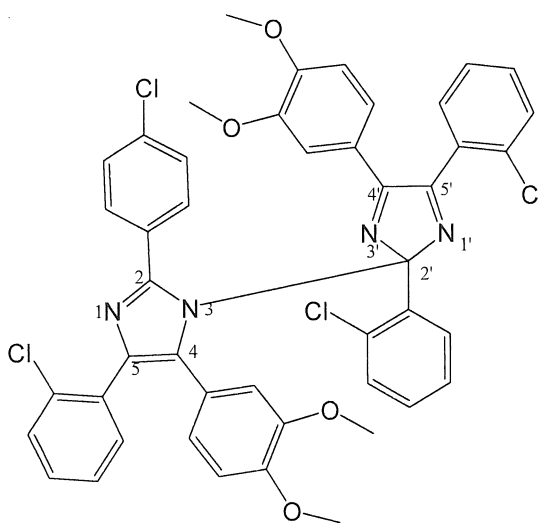
T5-1: 2-(4-clophenyl)-2',5,5'-tris(o-clophenyl)- 4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-2,3'-diimidazol, T5-2: 2'-(4-clophenyl)-2,5,5'-tris(o-clophenyl)- 4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T5-3: 2-(4-clophenyl)-2',5,5'-tris(o-clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-2',3'-diimidazol, T5-4: 2'-(4-clophenyl)-2,5,5'-tris(o-clophenyl)- 4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-1',2'-diimidazol. Công thức cấu tạo được hiển thị bên dưới:



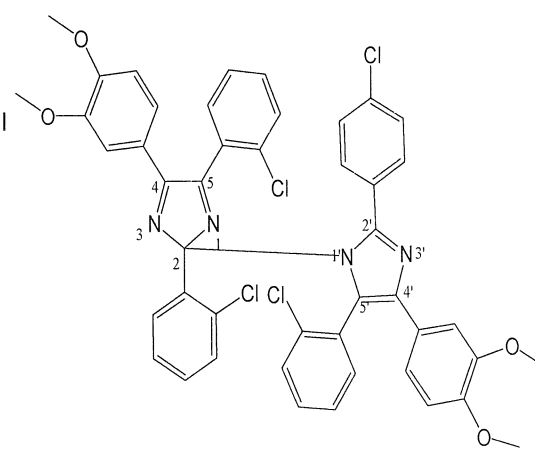
T5-1



T5-2



T5-3



T5-4

LCMS được thực hiện để xác nhận hơn nữa cấu trúc, và quang phổ cho 4 cấu trúc nhất quán. Bằng phần mềm đi kèm với thiết bị, các pic mảnh phân tử 849 và 850 được thu trong phân tích phổ khối. Khối lượng phân tử của sản phẩm là 848, phù hợp với T+1 và T+2. Được chứng minh rằng bốn pic sản phẩm này hiển thị các cấu trúc tương tự và khối lượng phân tử tương tự.

Dựa trên việc phân tích thử nghiệm bên trên, được xác định rằng sản phẩm a11 gồm T2 (T2-1, T2-2, T2-3, T2-4), T4 (T4-1, T4-2, T4-3, T4-4), và T5 (T5-1, T5-2, T5-3, T5-4), trong đó hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 trong a11 là 92,5%.

a12-a20 được điều chế riêng, và các điều kiện của mỗi sản phẩm được thể hiện trong bảng 3 bên dưới.

Bảng 3

Thành phần	STT	Thành phần cụ thể	Độ hòa tan trong butanon
Chất hoạt hóa quang học HABI	a11	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T2, T4, và T5) trong a11 là 92,5%	53,2%
	a12	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T2, T4, và T5) trong a12 là 95,3%	52,1%
	a13	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T2, T4, và T5) trong a13 là 98,2%	50,9%
	a14	Gồm T2, T4, và T5-3, với hàm lượng trong a14 là 93,3%	8,4%
	a15	Gồm T2, T4-4, và T5, với hàm lượng trong a15 là 94,0%	7,2%
	a16	T4-4 là thành phần chính, với hàm lượng là 96,7%	0,8%
	a17	T5-3 là thành phần chính, với hàm lượng là 96,1%	1,5%
	a18	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T2, T4, và T5) trong a18 là 87,7%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	45,8%
	a19	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T2, T4, và T5) trong a19 là 83,0%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	46,1%
	a20	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T2, T4, và T5) trong a20 là 76,5%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	49,2%

Số liệu độ hòa tan trong bảng bên trên hơn nữa hiển thị rằng, độ hòa tan của HABI tinh khiết (a16 và a17) với cấu trúc đơn là rất kém, và độ hòa tan có thể không được cải thiện ngay cả khi nó được trộn với HABI khác (a14 và a15). Chỉ khi trong chất

hoạt hóa quang học lai HABI theo sáng chế có 4 vị trí gắn tại thời điểm có cấu trúc với các phần tử thể tương tự, độ hòa tan tối ưu thể hiện trong sáng chế có thể đạt được.

1.5. Điều chế a21

Dưới sự bảo vệ của nitơ, 35 g 2-(o-clophenyl)-4,5-diphenyl-imidazol (M1), 39 g 2-(2,4-diclophenyl)-4,5-diphenyl-imidazol (M4), 5,6 g 30% xút lỏng, 4,0 g tetrabutylamoni bromua, và 250 g toluen được bổ sung vào bình 4 cổ 1L, được gia nhiệt và được khuấy. Ở nhiệt độ 60-65°C, 87 g natri hypochlorit được bổ sung nhỏ giọt. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, phản ứng được thực hiện trong điều kiện bảo quản nhiệt. Việc lấy mẫu được thực hiện bằng HPLC đối với đối chứng trung tâm, cho đến khi cả M1 và M4 đều nhỏ hơn 1%. Khi phản ứng được hoàn thành, việc bảo quản nhiệt được dừng lại.

Sau khi phản ứng dưới điều kiện bảo quản nhiệt được hoàn thành, nó được rửa bốn lần bằng 100 g nước tinh khiết, và sau đó lớp nước được chiết bằng 20 g toluen một lần. Lớp hữu cơ được chưng cất dưới điều kiện áp suất giảm. 60 g metanol được bổ sung vào vật liệu thu được bằng cách chưng cất, được gia nhiệt, và được khuấy, cho đến khi dung dịch trong. Sau đó dung dịch trong được bổ sung nhỏ giọt vào dung dịch tái kết tinh tạo thành 30 g metanol và 50 g nước tinh khiết. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được rửa, được tháo cạn, và được làm khô, để thu được 66 g của sản phẩm a21.

Kết quả phân tích hiển thị rằng, tổng hàm lượng của pic sản phẩm đối với 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 là 92,1%.

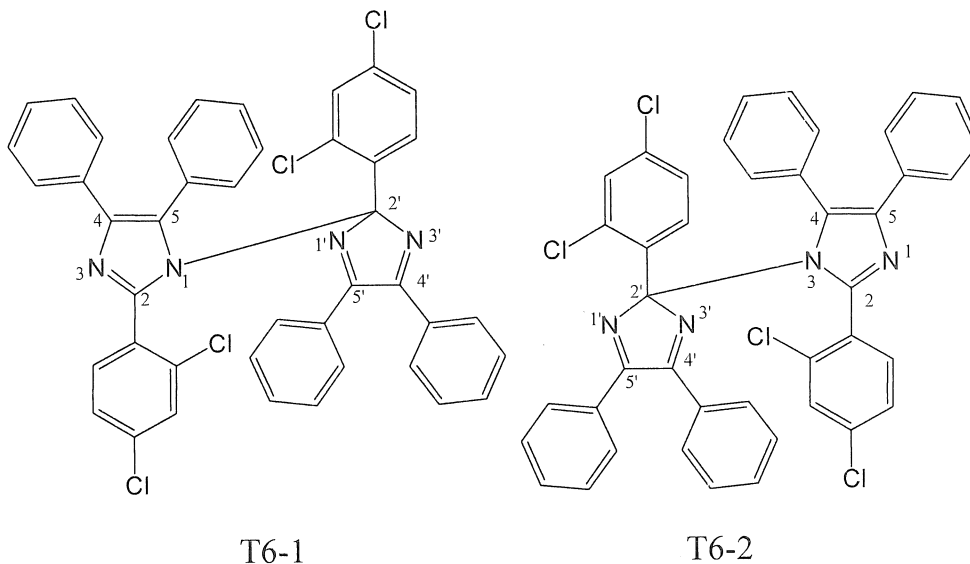
Sản phẩm a21 là hỗn hợp chứa hai monoimidazol đối xứng khác nhau (cụ thể là M1 và M4) thu được thông qua tự liên kết và liên kết tương hỗ, bao gồm T1, T6, và T7. Để xác minh chính xác cấu trúc và chế phẩm của sản phẩm, các thành phần T1, T6, và T7 được xác minh và được phân tích tương ứng.

Bằng cách tự liên kết, kỹ thuật sắc ký cột, và tách sắc ký đối với monoimidazol, T1, T6, và T7 được thu và các cấu trúc của chúng được xác nhận tương ứng.

Cấu trúc của T1 phù hợp với cấu trúc trong hợp chất a1.

T6 có hai cấu trúc, nhưng chỉ một pic trong sắc ký lỏng. Chế phẩm cấu trúc của nó tương tự với T1. T6 được thu bằng cách tự liên kết của imidazol đối xứng. Do đó, 1-

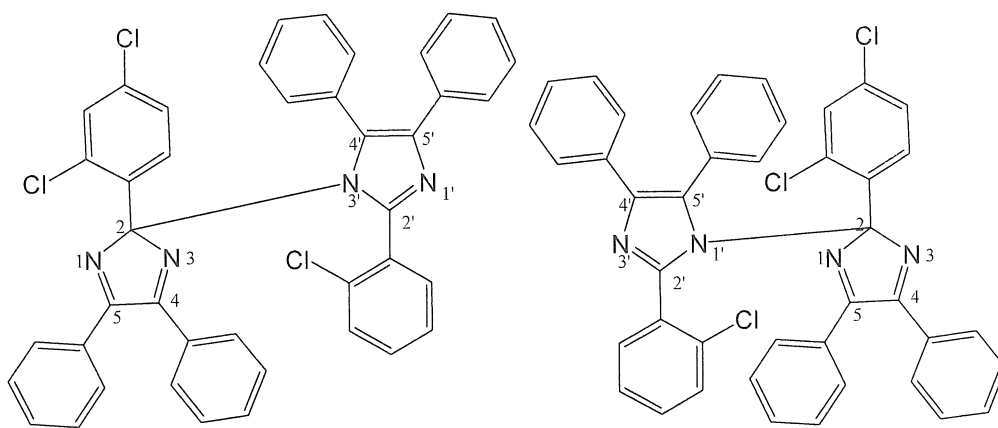
2' và 2'-3 thu được bằng cách liên kết tương tự trong tính phân cực, và rất khó để tách thông qua sắc ký lỏng. Công thức cấu tạo được hiển thị như sau. T6-1: 2,2'-bis(2,4-diclophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-1,2'-diimidazol, và T6-2: 2,2'-bis(2,4-diclophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-2',3'-diimidazol:



T6 thu được bằng cách tách được phân tích. LCMS được thực hiện để xác nhận hơn nữa cấu trúc. Bằng phần mềm đi kèm với thiết bị, 729 và 730 các pic mảnh phân tử được thu trong phân tích phổ khối. Khối lượng phân tử của sản phẩm là 728, phù hợp với T+1 và T+2. Được chứng minh rằng hai pic sản phẩm này hiển thị các cấu trúc tương tự và khối lượng phân tử tương tự.

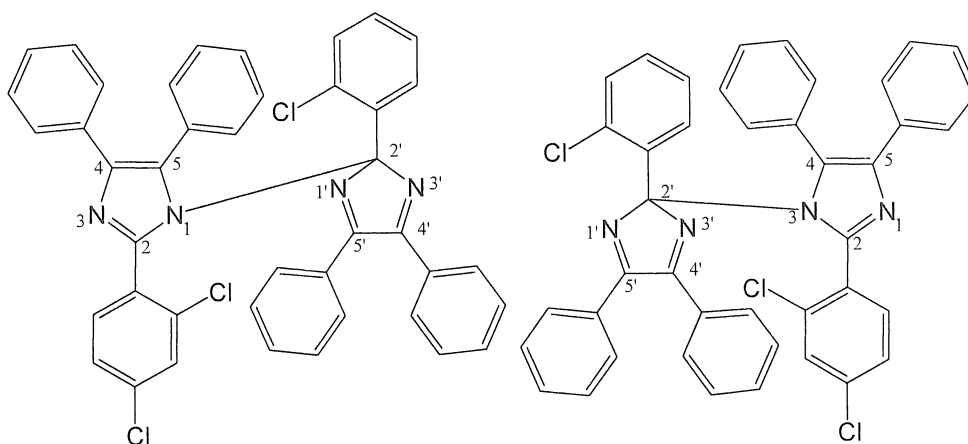
T7 được tổng hợp bằng liên kết tương hỗ của M1 đối xứng và M4 đối xứng. Có 4 cấu trúc chính được gắn bằng vị trí gắn 1-2 và 2-3, và chế phẩm của chúng là như sau:

T7-1: 2-(2,4-diclophenyl)-2'-(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-2,3'-diimidazol, T7-2: 2-(2,4-diclophenyl)-2'-(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-1',2'-diimidazol, T7-3: 2-(2,4-diclophenyl)-2'-(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-1,2'-diimidazol, T7-4: 2-(2,4-diclophenyl)-2'-(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-2',3'-diimidazol. Công thức cấu tạo được hiển thị bên dưới:



T7-1

T7-2



T7-3

T7-4

T7 thu được bằng cách tách được phân tích. LCMS được thực hiện để xác nhận hơn nữa cấu trúc. Bằng phần mềm đi kèm với thiết bị, các pic mảnh phân tử 695 và 696 được thu trong phân tích phổ khối. Khối lượng phân tử của sản phẩm là 694, phù hợp với T+1 và T+2. Được chứng minh rằng bốn pic sản phẩm này hiển thị các cấu trúc tương tự và khối lượng phân tử tương tự.

Dựa trên việc phân tích thử nghiệm bên trên, được xác định rằng sản phẩm a21 gồm T1 (T1-1, T1-2), T6 (T6-1, T6-2), và T7 (T7-1, T7-2, T7-3, T7-4), trong đó hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 trong a21 là 92,1%.

a22-a30 được điều chế riêng, và các điều kiện của mỗi sản phẩm được thể hiện trong bảng 4 bên dưới.

Bảng 4

Thành phần	STT	Thành phần cụ thể	Độ hòa tan trong butanon
Chất hoạt hóa quang học HABI	a21	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T6, và T7) trong a21 là 92,1%	64,1%
	a22	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T6, và T7) trong a22 là 95,4%	64,0%
	a23	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T6, và T7) trong a23 là 98,1%	63,5%
	a24	Gồm T1, T6, và T7-1, với hàm lượng trong a24 là 94,8%	12,3%
	a25	Gồm T1, T6, và T7-2, với hàm lượng trong a25 là 95,3%	11,5%
	a26	T7-1 là thành phần chính, với hàm lượng là 95,5%	3,6%
	a27	T7-2 là thành phần chính, với hàm lượng là 96,2%	2,8%
	a28	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T6, và T7) trong a28 là 87,2%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	60,8%
	a29	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T6, và T7) trong a29 là 82,7%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	61,2%
	a30	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T6, và T7) trong a30 là 76,0%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	63,1%

Số liệu độ hòa tan trong bảng nêu trên hơn nữa hiển thị rằng, độ hòa tan của HABI tinh khiết (a26 và a27) với cấu trúc đơn là rất kém, và độ hòa tan có thể không được cải thiện ngay cả khi nó được trộn với HABI khác (a24 và a25). Chỉ khi trong chất hoạt hóa quang học lai HABI theo sáng chế có 4 vị trí gắn tại thời điểm có cấu trúc với các phân tử thể tương tự, độ hòa tan tối ưu thể hiện trong sáng chế có thể đạt được.

1.5. Điều chế a31

Dưới sự bảo vệ của nito, 35 g 2-(o-clophenyl)-4,5-diphenyl-imidazol (M1), 44 g 2-(o-clophenyl)-4,5-bis(2-naphtyl)-imidazol (M5), 5,6 g 30% xút lỏng, 4,0 g tetrabutylamoni bromua, và 300 g toluen được bổ sung vào bình 4 cổ 1L, được gia nhiệt và được khuấy. Ở nhiệt độ 60-65°C, 97 g natri hypochlorit được bổ sung nhỏ giọt. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, phản ứng được thực hiện trong điều kiện bảo quản

nhệt. Việc lấy mẫu được thực hiện bằng HPLC đối với đối chứng trung tâm, cho đến khi cả M1 và M5 đều nhỏ hơn 1%. Khi phản ứng được hoàn thành, bảo quản nhiệt được dừng lại.

Sau khi phản ứng dưới điều kiện bảo quản nhiệt được hoàn thành, nó được rửa bốn lần bằng 100 g nước tinh khiết, và sau đó lớp nước được chiết bằng 20 g toluen một lần. Lớp hữu cơ được chưng cất dưới điều kiện áp suất giảm. 60 g metanol được bổ sung vào vật liệu thu được bằng cách chưng cất, được gia nhiệt, và được khuấy, cho đến khi dung dịch trong. Sau đó dung dịch trong được bổ sung nhỏ giọt vào dung dịch tái kết tinh tạo thành 30 g metanol và 50 g nước tinh khiết. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, hỗn hợp được rửa, được tháo cạn, và được làm khô, để thu được 76 g sản phẩm a31.

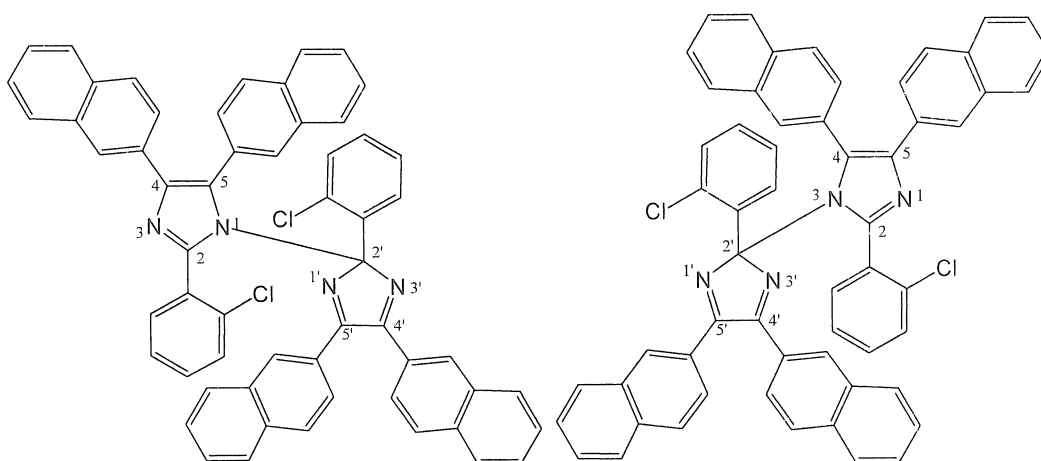
Kết quả phân tích hiển thị rằng, tổng hàm lượng của pic sản phẩm đối với 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 là 92,7%.

Sản phẩm a31 là hỗn hợp chứa hai monoimidazol đối xứng khác nhau (cụ thể là M1 và M5) thu được thông qua việc tự liên kết và liên kết tương hỗ, bao gồm T1, T8, và T9. Để xác minh chính xác cấu trúc và chế phẩm của sản phẩm, các thành phần T1, T8, và T9 được xác minh và được phân tích tương ứng.

Bằng cách tự liên kết, kỹ thuật sắc ký cột, và tách sắc ký đối với monoimidazol, T1, T8, và T9 được thu và các cấu trúc của chúng được xác nhận tương ứng.

Cấu trúc của T1 phù hợp với cấu trúc trong hợp chất a1.

T8 có hai cấu trúc, nhưng chỉ một pic trong sắc ký lỏng. Chế phẩm cấu trúc của nó tương tự với T1. T8 được thu bằng cách tự liên kết của imidazol đối xứng (M5). Do đó, 1-2' và 2'-3 thu được bằng cách liên kết tương tự về tính phân cực, và rất khó để tách thông qua sắc ký lỏng. Công thức cấu tạo được hiển thị như sau. T8-1: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetra(2-naphtyl)-1,2'-diimidazol, và T8-2: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetra(2-naphtyl)-2',3'-diimidazol:



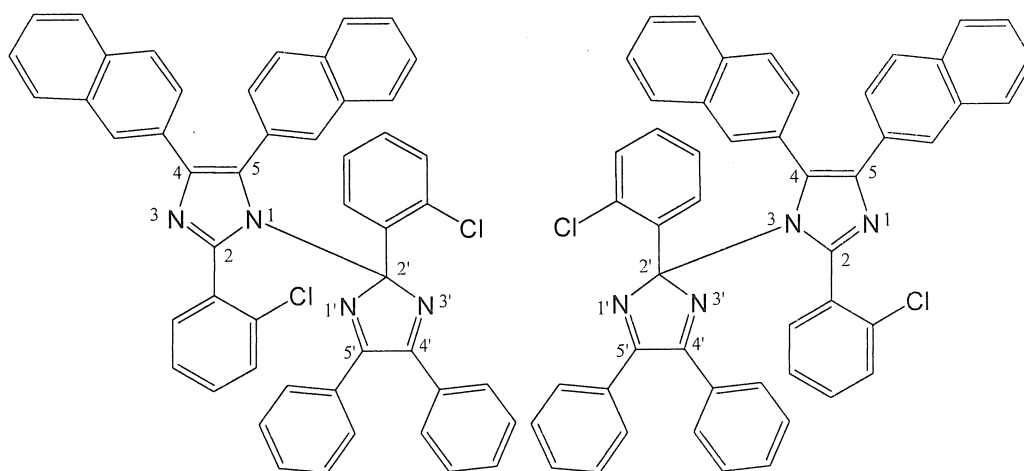
T8-1

T8-2

T8 thu được bằng cách tách được phân tích. LCMS được thực hiện để xác nhận hơn nữa cấu trúc. Bằng phần mềm đi kèm với thiết bị, các pic mảnh phân tử 860 và 861 được thu trong phân tích phổ khối. Khối lượng phân tử của sản phẩm là 859, phù hợp với T+1 và T+2. Được chứng minh rằng hai pic sản phẩm này hiển thị các cấu trúc tương tự và khối lượng phân tử tương tự.

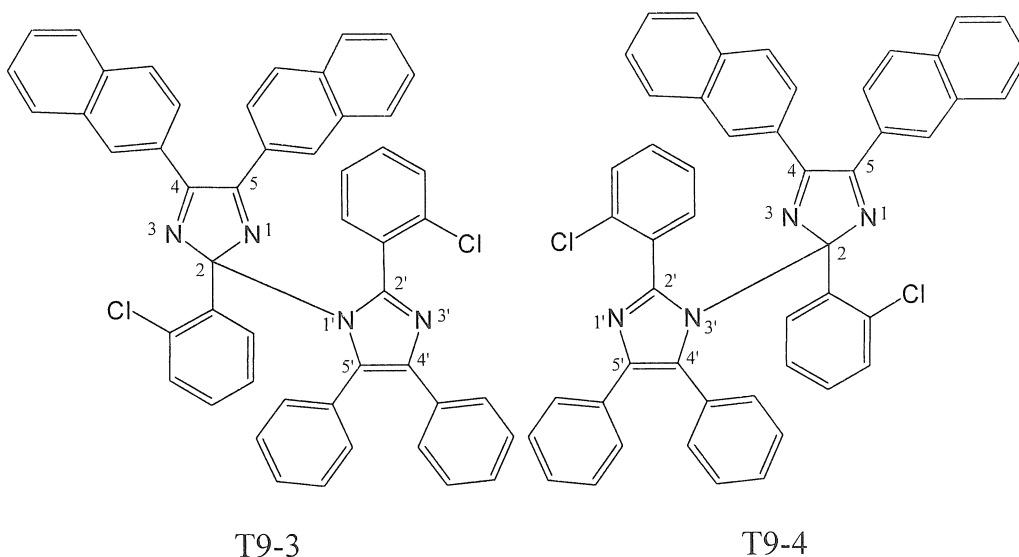
T9 được tổng hợp bằng liên kết tương hỗ của M1 đối xứng và M5 đối xứng. Có 4 cấu trúc chính được gắn bằng vị trí gắn 1-2 và 2-3, và chế phẩm của chúng là như sau:

T9-1: 2,2'-bis(o-clophenyl)- 4,5-bis(2-naphtyl)-4'5'-diphenyl-1,2'-diimidazol, T9-2: 2,2'-bis(o-clophenyl)- 4,5-bis(2-naphtyl)-4'5'-diphenyl-2',3'-diimidazol, T9-3: 2,2'-bis(o-clophenyl)- 4,5-bis(2-naphtyl)-4'5'-diphenyl-1',2'-diimidazol, T9-4: 2,2'-bis(o-clophenyl)- 4,5-bis(2-naphtyl)-4'5'-diphenyl-2,3'-diimidazol. Công thức cấu tạo là như sau:



T9-1

T9-2



T9 thu được bằng cách tách được phân tích. LCMS được thực hiện để xác nhận hơn nữa cấu trúc. Bằng phần mềm đi kèm với thiết bị, các pic mảnh phân tử 760 và 761 được thu trong phân tích phổ khối. Khối lượng phân tử của sản phẩm là 759, phù hợp với T+1 và T+2. Được chứng minh rằng bốn pic sản phẩm này hiển thị các cấu trúc tương tự và khối lượng phân tử tương tự.

Dựa trên việc phân tích thử nghiệm bên trên, được xác định rằng sản phẩm a31 gồm T1 (T1-1, T1-2), T8 (T8-1, T8-2), và T9 (T9-1, T9-2, T9-3, T9-4), trong đó hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 trong a21 là 92,7%.

a32-a40 được điều chế riêng, và các điều kiện của mỗi sản phẩm được thể hiện trong bảng 5 bên dưới.

Bảng 5

Thành phần	STT	Thành phần cụ thể	Độ hòa tan trong butanon
HABI chất hoạt hóa quang học	a31	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T8, và T9) trong a31 là 92,7%	82,2%
	a32	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T8, và T9) trong a32 là 95,7%	80,0%
	a33	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T8, và T9) trong a33 là 98,3%	78,8%
	a34	Gồm T1, T8, và T9-2, với hàm lượng trong a34 là 95,0%	10,5%

a35	Gồm T1, T8, và T9-3, với hàm lượng trong a35 là 95,6%	9,2%
a36	T9-2 là thành phần chính, với hàm lượng là 94,9%	4,0%
a37	T9-3 là thành phần chính, với hàm lượng là 96,5%	2,9%
a38	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T8, và T9) trong a38 là 87,0%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	64,3%
a39	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T8, và T9) trong a29 là 82,5%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	67,8%
a40	Hàm lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 (gồm T1, T8, và T9) trong a40 là 77,3%, trong đó tạp chất có các vị trí gắn ngoài 4 vị trí gắn bên trên	68,1%

Số liệu độ hòa tan trong nêu trên bảng hơn nữa hiển thị rằng, độ hòa tan của HABI tinh khiết (a36 và a37) với cấu trúc đơn là rất kém, và độ hòa tan có thể không được cải thiện ngay cả khi nó được trộn với HABI khác (a34 và a35). Chỉ khi trong chất hoạt hóa quang học lai HABI theo sáng chế có 4 vị trí gắn tại thời điểm có cấu trúc với các phân tử thể tương tự, độ hòa tan tối ưu thể hiện trong sáng chế có thể đạt được.

2. Điều chế chế phẩm nhựa nhạy quang

Theo thành phần được thể hiện trong bảng 5-7, các thành phần được trộn đều để điều chế chế phẩm nhựa nhạy quang. Trừ khi được chỉ định khác, các phần thể hiện trong bảng là toàn bộ phần khối lượng.

Bảng 6

	Ví dụ			Ví dụ so sánh						
	1	2	3	1	2	3	4	5	6	7
a1	2									
a2		2								
a3			2							
a4				2						
a5					2					
a6						2				
a7							2			
a8								2		
a9									2	
a10										2

B1	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
B2	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
C1	35	35	35	35	35	35	35	35	35	35
C2	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
D1	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
D2	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
D3	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
E1	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
E2	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
E3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
E4	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
E5	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17
E6	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30

Bảng 7

	Ví dụ			Ví dụ so sánh						
	4	5	6	8	9	10	11	12	13	14
a11	2									
a12		2								
a13			2							
a14				2						
a15					2					
a16						2				
a17							2			
a18								2		
a19									2	
a20										2
B1	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
B2	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
C1	35	35	35	35	35	35	35	35	35	35
C2	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
D1	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
D2	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
D3	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
E1	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
E2	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
E3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
E4	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
E5	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17
E6	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30

Bảng 8

	Ví dụ			Ví dụ so sánh						
	7	8	9	15	16	17	18	19	20	21
a21	2									
a22		2								
a23			2							
a24				2						
a25					2					
a26						2				
a27							2			
a28								2		
a29									2	
a30										2
B1	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
B2	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
C1	35	35	35	35	35	35	35	35	35	35
C2	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
D1	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
D2	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
D3	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
E1	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
E2	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
E3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
E4	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
E5	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17
E6	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30

Bảng 9

	Ví dụ			Ví dụ so sánh						
	10	11	12	22	23	24	25	26	27	28
a31	2									
a32		2								
a33			2							
a34				2						
a35					2					
a36						2				
a37							2			
a38								2		
a39									2	

a40										2
B1	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
B2	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
C1	35	35	35	35	35	35	35	35	35	35
C2	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
D1	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
D2	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
D3	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
E1	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
E2	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
E3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
E4	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
E5	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17	0,17
E6	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30

Ý nghĩa của ký hiệu của mỗi thành phần trong các bảng 6-9 được thể hiện trong bảng 10.

Bảng 10

Thành phần	STT	Thành phần cụ thể
Hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen	B1	FA-321M: bisphenol A dimethacrylat được cải biến EO, với lượng cộng EO trung bình là 10 mol (Hitachi Chemical Co., Ltd.)
	B2	APG400: polypropylen glycol diacrylat, với số đơn vị cấu trúc propylenoxy trung bình là 7 (Shin-nakamura Chemical Co. Ltd.)
Polyme tan trong kiềm	C1	Tự làm
	C2	Acrylic copolyme, có chế phẩm chứa methyl methacrylat/axit methacrylic/n-butyl acrylat (tỷ lệ khối 70/20/10), đương lượng axit là 334, và khối lượng phân tử trung bình khối là 120.000
Các chất hoạt hóa quang học và/hoặc chất làm nhạy khác	D1	2-(4-Etylbiphenyl)-4,6-bis(triclometyl)-1,3,5-triazin (CHANGZHOU TRONLY NEW ELECTRONIC MATERIAL CO., LTD.)
	D2	9-phenylacridin (CHANGZHOU TRONLY NEW ELECTRONIC MATERIAL CO., LTD.)
	D3	9,10-bis(3-clopropoxy)anthraxen (CHANGZHOU TRONLY NEW ELECTRONIC MATERIAL CO., LTD.)
Chất phụ trợ	E1	Xanh malachit (Hangzhou Hairui Chemical Co., Ltd.)
	E2	Tím tinh thể Leuco (Hangzhou Hairui Chemical Co., Ltd.)
	E3	5-carboxy-1,2,3-benzotriazol (Alpha Chemical Co., Ltd.)

	E4	2,6-di-tert-butyl-p-cresol (Hangzhou Hairui Chemical Co., Ltd.)
	E5	Polyoxypropylen oxyetylen glyXerol ete (Haisen Chemical Co., Ltd.)
	E6	Axeton

Bảng 10 hiển thị việc điều chế polyme tan trong kiềm C1. Dưới khí nitơ, 500 g dung môi đã trộn được điều chế từ metyl xenlosolve và toluen tại tỷ lệ khối là 3:2 được bổ sung vào bình được trang bị với máy khuấy, máy làm lạnh hồi lưu, nhiệt kế, và phễu giọt, và được khuấy và được gia nhiệt đến 80°C. 100 g axit methacrylic, 200 g etyl methacrylat, 100 g etyl acrylat, 100 g styren, và 0,8 g azobisisobutyronitril được trộn để điều chế dung dịch, được bổ sung nhỏ giọt vào bình từ từ trong 4 giờ. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, phản ứng được tiếp tục trong 2 giờ. Sau đó, 100 g dung môi đã trộn (có chế phẩm tương tự như nêu trên) được hòa tan bằng 1,2 g azobisisobutyronitril được bổ sung nhỏ giọt trong 10 phút. Sau khi hoàn thành việc bổ sung nhỏ giọt, phản ứng được tiến hành ở nhiệt độ 80°C trong thêm 3 giờ nữa, sau đó được gia nhiệt và được tiếp tục ở nhiệt độ 90°C trong 2 giờ. Sau khi phản ứng hoàn toàn, polyme tan trong kiềm C1 được thu bằng cách lọc, với khối lượng phân tử trung bình khối là khoảng 80.000.

3. Đánh giá hiệu năng

3.1. Phương pháp đánh giá

Sử dụng phương pháp ứng dụng màng khô làm ví dụ, các đặc tính ứng dụng khác nhau của chế phẩm nhựa nhạy quang thể hiện trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được đề cập bên trên được thử nghiệm.

Sản xuất màng khô

Chế phẩm nhựa nhạy quang được khuấy cẩn thận, được phủ đều lên mặt của màng polyetylen glycol terephtalat dày 25µm làm lớp nền sử dụng máy sơn lót thanh, và được làm khô trong máy sấy ở nhiệt độ 95°C trong 5 phút, để tạo thành lớp nhựa nhạy quang dày 40µm. Sau đó, màng polyetylen dày 15µm làm lớp bảo vệ được bám dính lên bề mặt của lớp nhựa nhạy quang mà trên đó màng polyetylen glycol terephtalat không được cán mỏng, để thu được màng khô.

San bằng bề mặt chất nền

Đối với chất nền, tấm mỏng được phủ đồng được cán mỏng dày 1,2mm với lá đồng được cuộn dày 35 μ m được sử dụng, và bề mặt được mài lăn bóng ướt (Scotch-Brite (đã được đăng kí nhãn hiệu) HD#600 được sản xuất bằng 3M, vượt qua hai lần).

Cán mỏng

Lớp bảo vệ màng polyetylen được bóc ra khỏi màng khô, và sau đó được cán mỏng lên tấm mỏng được phủ đồng được gia nhiệt trước đến nhiệt độ 60°C ở nhiệt độ cuộn là 105°C sử dụng máy cán ép nóng (AL-70 từ Asahi Kasei Co., Ltd.). Áp suất khí là 0,35 MPa, và tốc độ cán mỏng là 1,5 m/phút.

Phơi sáng

Mặt nạ được đặt trên màng polyetylen glycol terephthalat làm bộ đỡ, và được phơi sáng sử dụng đèn thủy ngân siêu cao áp (HMW-201KB được sản xuất bằng ORCMANUFACTURINGCO., LTD.).

Hiện hình

Màng polyetylen glycol terephthalat được bóc ra. Sử dụng chất hiện hình kiểm (chất hiện hình đối với màng khô được sản xuất bằng FujiKikoCo., Ltd.), 1% khối lượng dung dịch nước Na₂CO₃ ở nhiệt độ 30°C được phun lên lớp nhựa nhạy quang. Vị trí không được phơi sáng của lớp nhựa nhạy quang được hòa tan và được loại bỏ trong khoảng thời gian dài gấp đôi thời gian hiện hình tối thiểu. Thời gian ngắn nhất được yêu cầu để hòa tan hoàn toàn lớp nhựa nhạy quang trong vị trí không được phơi sáng là thời gian hiện hình tối thiểu.

3.2. Hàm lượng đánh giá

(1) Tính tương hợp

Chế phẩm nhựa nhạy quang được khuấy cẩn thận, được phủ đều lên bề mặt của màng polyetylen glycol terephthalat dày 25 μ m làm lớp nền sử dụng máy sơn lót thanh. Hỗn hợp được làm khô trong máy sấy ở nhiệt độ 95°C trong 5 phút, để tạo thành lớp nhựa nhạy quang. Bề mặt của lớp nhựa nhạy quang sau đó được kiểm tra trực quan và được xếp hạng như sau:

◇: Bề mặt đều;

◆: Các chất không hòa tan kết tủa trên bề mặt.

(2) Độ nhạy quang

Lớp nhựa nhạy quang được phơi sáng trong 15 phút, sử dụng bảng phơi sáng từng bước 21 điểm được sản xuất bằng Stouffer với độ sáng 21 cấp thay đổi từ trong suốt sang đen, để đánh giá độ nhạy quang của nó. Sau khi phơi sáng, nó được hiện hình trong khoảng thời gian dài gấp đôi thời gian hiện hình tối thiểu. Theo mức độ phơi sáng trong đó cấp trong bảng phơi sáng từng bước là 8 trong trường hợp của màng cản quang hoàn toàn còn sót lại, được xếp hạng như sau:

- : Mức độ phơi sáng là 20 mJ/cm^2 hoặc nhỏ hơn;
- ◎: Mức độ phơi sáng là 20 mJ/cm^2 - 50 mJ/cm^2 (ngoại trừ điểm cuối);
- : Mức độ phơi sáng là 50 mJ/cm^2 hoặc lớn hơn.

(3) Độ phân giải

Sau khi phơi sáng và hiện hình sử dụng mạng che quang với mẫu dây dẫn của dòng/khoảng trắng=10:10-150:150 (đơn vị: μm), độ phân giải của màng khô được đo. Độ phân giải đề cập đến giá trị tối thiểu của mẫu sau khi vị trí không được phơi sáng được loại bỏ hoàn toàn khỏi mẫu cản quang được tạo thành bởi hiện hình sau khi phơi sáng.

- : Giá trị độ phân giải là $30 \mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn;
- ◎: Giá trị độ phân giải là $30 \mu\text{m}$ - $50 \mu\text{m}$ (ngoại trừ điểm cuối);
- : Giá trị độ phân giải là $50 \mu\text{m}$ hoặc lớn hơn.

(4) Tính ưa nước

Tính ưa nước được đánh giá bằng lượng kết tủa sau khi hòa tan lớp nhựa nhạy quang.

Chế phẩm nhựa nhạy quang được khuấy cẩn thận, được phủ đều lên bề mặt của màng polyetylen glycol terephthalat dày $25 \mu\text{m}$ làm lớp nền sử dụng máy sơn lót thanh. Nó được làm khô trong máy sấy ở nhiệt độ 95°C trong 4 phút, để tạo thành lớp nhựa nhạy quang với độ dày của lớp là khoảng $30,5 \mu\text{m}$ và khối lượng lớp là khoảng 3,2 g.

20 g natri cacbonat được hòa tan trong 2L nước, và 1,5 ml Pluronic RPG3110 (BASF, Mt. Olive, NJ, chất thử này là polyoxyetylen và chất dẻo hóa polyoxypropylen

copolyme), để điều chế chất hiện hình. Màng được đề cập bên trên với lớp nhựa nhạy quang được đặt vào 100 g chất hiện hình, và để yên cho đến khi lớp nhựa được hòa tan. Lượng kết tủa được xác định theo các cấp sau:

0 = Lượng kết tủa là nhỏ hơn 0,005 g;

1 = Lượng nhỏ các chất màu vàng nhạt phân tán mịn, và lượng kết tủa là 0,005-0,01 g;

5 = Có lượng trung bình các chất màu vàng nhạt (thường mịn hơn), và lượng kết tủa là 0,05-0,08 g;

10 = Có lượng lớn các lớp rắn màu vàng nhạt (thường ở dạng mảnh), và lượng kết tủa là 0,1 g hoặc lớn hơn.

(5) Đặc tính hiện hình

Sau khi hiện hình, mẫu lớp nhạy quang được quan sát bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM), để đánh giá đặc tính hiện hình.

Đặc tính hiện hình được đánh giá theo tiêu chí sau:

□: Không có dư lượng nào được quan sát thấy trong vị trí không được phơi sáng;

△: Lượng nhỏ của dư lượng được quan sát trong vị trí không được phơi sáng, nhưng lượng dư được chấp nhận;

×: Lượng dư đáng kể được quan sát trong vị trí không được phơi sáng.

3.3. Các kết quả đánh giá

Các kết quả đánh giá được hiển thị trong bảng 11.

Bảng 9

Mục đánh giá	Ví dụ												Ví dụ so sánh		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
Tính tương hợp	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◆
Độ nhạy quang	16/○	16/○	15/○	19/○	19/○	18/○	26/◎	25/◎	25/◎	26/○	25/○	24/○	16/○	18/○	16/○
Độ phân giải	28/○	28/○	26/○	30/○	30/○	28/○	28/○	28/○	26/○	28/○	28/○	26/○	28/○	28/○	32/◎
Tính ưa nước	Cấp 0	Cấp 0	Cấp 0	Cấp 0	Cấp 0	Cấp 0	Cấp 1	Cấp 1	Cấp 1	Cấp 0	Cấp 1	Cấp 1	Cấp 5	Cấp 5	Cấp 10
Đặc tính hiện hình	□	□	□	□	□	□	△	□	□	△	□	□	△	△	×
Ví dụ so sánh															
Mục đánh giá	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Tính tương hợp	◆	◇	◇	◇	◆	◇	◆	◆	◇	◇	◇	◇	◆	◆	◆
Độ nhạy quang	16/○	25/◎	28/◎	28/◎	20/○	19/○	20/○	18/○	26/◎	28/◎	30/◎	28/◎	26/◎	26/◎	27/◎
Độ phân giải	30/○	36/◎	36/◎	34/◎	32/◎	30/○	30/○	28/○	32/◎	34/◎	34/◎	30/○	32/◎	38/◎	38/◎
Tính ưa nước	Cấp 10	Cấp 0	Cấp 0	Cấp 1	Cấp 5	Cấp 5	Cấp 10	Cấp 10	Cấp 0	Cấp 1	Cấp 1	Cấp 5	Cấp 10	Cấp 10	Cấp 10

Đặc tính hiện hình	×	□	□	□	×	×	×	×	□	△	×	×	×
--------------------------	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

Mục đánh giá	Ví dụ												
	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28			
Tính tương hợp	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇	◇			
Độ nhạy quang	34/◎	34/◎	35/◎	27/○	28/○	28/○	26/◎	35/◎	35/◎	36/○			
Độ phân giải	34/◎	34/◎	36/◎	30/○	30/○	28/○	28/○	32/◎	36/◎	36/◎			
Tính ưa nước	Cấp 1	Cấp 0	Cấp 0	Cấp 5	Cấp 10	Cấp 10	Cấp 10	Cấp 1	Cấp 1	Cấp 0			
Đặc tính hiện hình	□	□	□	×	×	×	×	□	□	□			

Chất hoạt hóa quang học lai HABI theo sáng chế có tính tương hợp rất tốt khi được áp dụng cho chế phẩm nhựa nhạy quang, và chế phẩm có độ nhạy quang cao, độ phân giải tốt và đặc tính hiện hình, cũng như tính ưa nước rất tốt. Do đó, chất hiện hình có thể được tái chế, và màn lọc sẽ không bị chặn bằng chất thải hiện hình. Được so sánh với chế phẩm nhựa nhạy quang của các ví dụ so sánh 1-28, sáng chế thể hiện lợi thế hiệu năng ứng dụng toàn diện đáng chú ý.

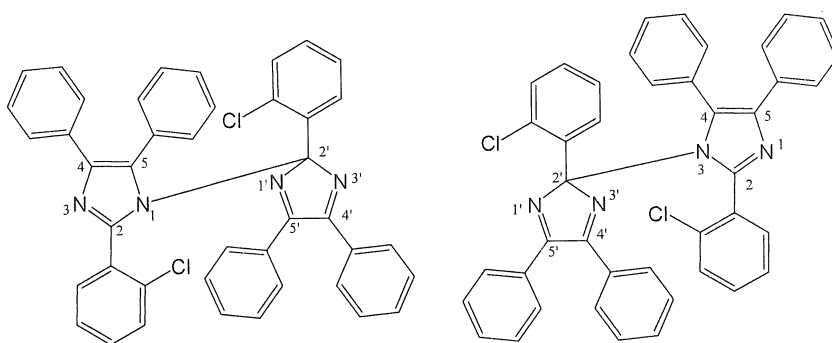
Các ví dụ được đề cập bên trên là các phương án được ưu tiên theo sáng chế, nhưng các phương án theo sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ được đề cập bên trên. Các thay đổi, cải biến, tổ hợp và sự đơn giản hóa khác được thực hiện mà không ra khỏi tinh thần và nguyên tắc theo sáng chế nên có cách thay thế tương đương, và nên được bao gồm trong phạm vi bảo hộ theo sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol, bao gồm hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3, trong đó tổng hàm lượng phần trăm khối lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn này trong chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol là 92% hoặc lớn hơn,

hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn là T1, T2, T3; trong đó

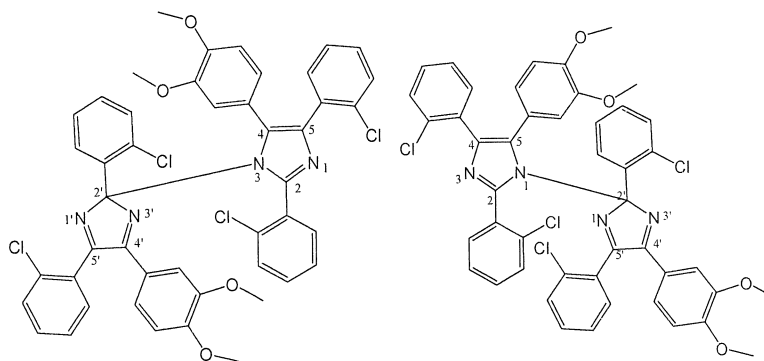
T1 có hai cấu trúc chính, là T1-1: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-1,2'-diimidazol, và T1-2: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-2',3'-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo được thể hiện như sau:



T1-1

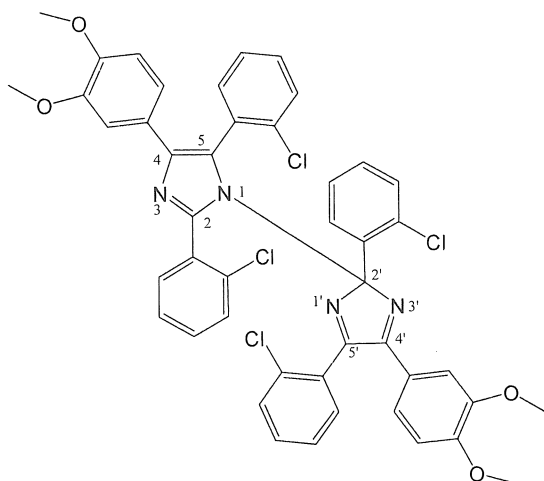
T1-2

T2 có bốn cấu trúc chính, trong đó các thành phần là: T2-1: 2,2',5,5'-tetra(o-clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-2',3'-diimidazol, T2-2: 2,2',4,5'-tetra(o-clophenyl)-4',5-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T2-3: 2,2',5,5'-tetra(o-clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T2-4: 2,2',4,5'-tetra(o-clophenyl)-4',5-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-2',3'-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo được thể hiện dưới đây:

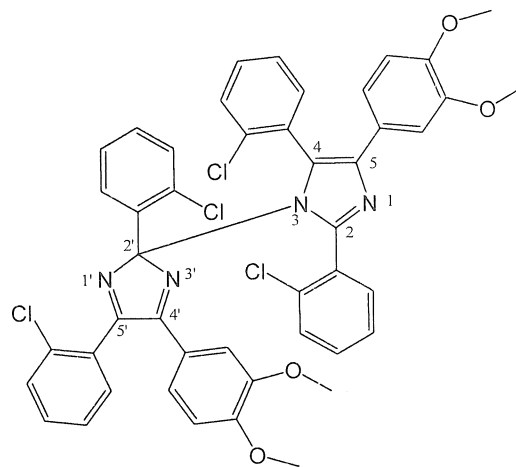


T2-1

T2-2

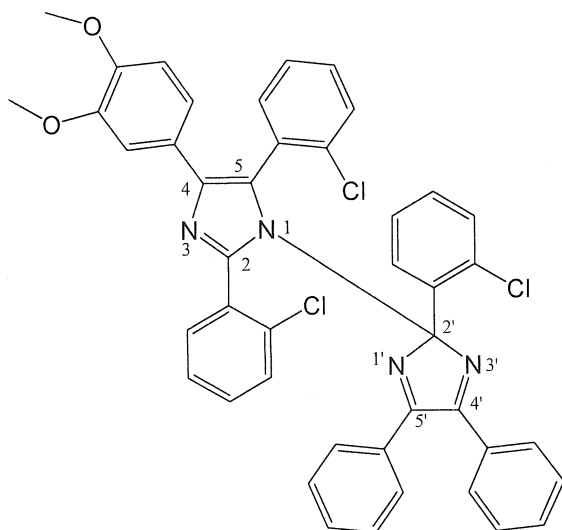


T2-3

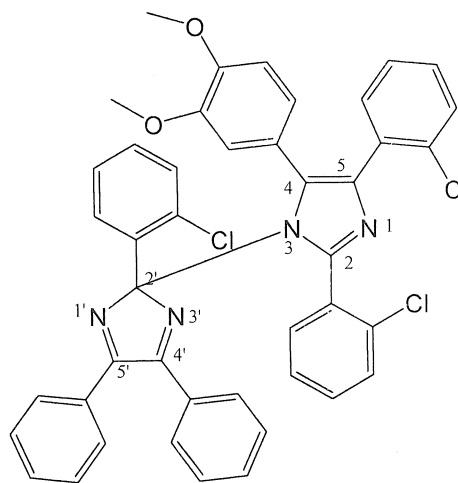


T2-4

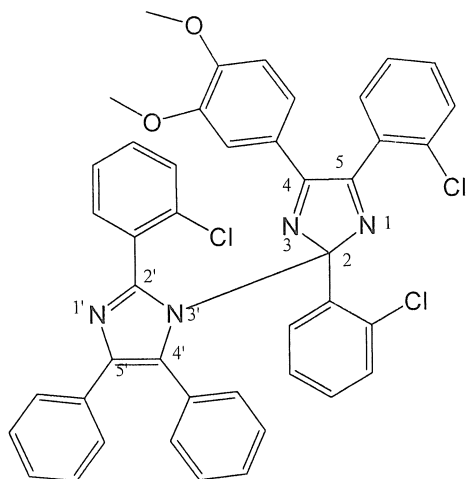
T3 có bốn cấu trúc chính, trong đó các thành phần là: T3-1: 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-1,2'-diimidazol, T3-2: 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-2',3-diimidazol, T3-3: 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-2,3'-diimidazol, T3-4: 2,2',5-tris(o-clophenyl)-4-(3,4-dimetoxyphenyl)-4',5'-diphenyl-1',2-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo như sau:



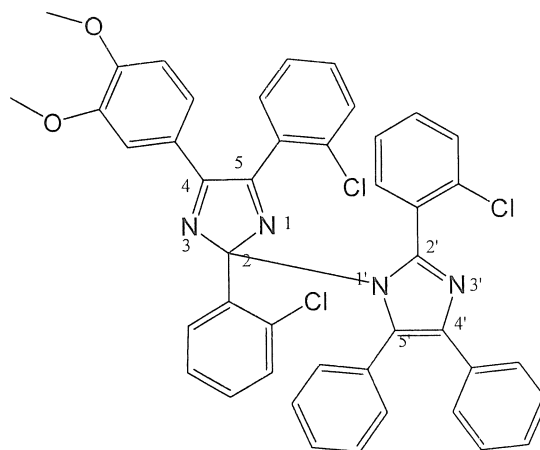
T3-1



T3-2



T3-3

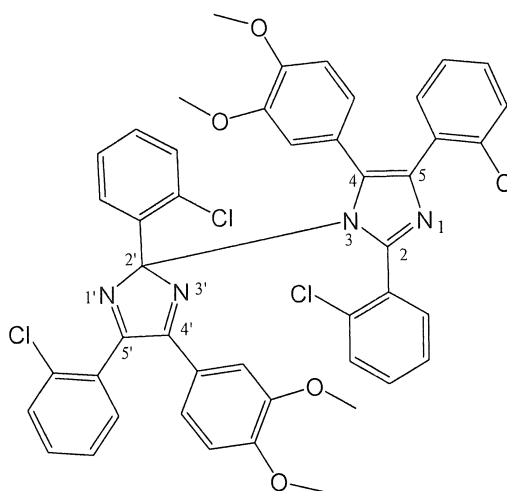


T3-4.

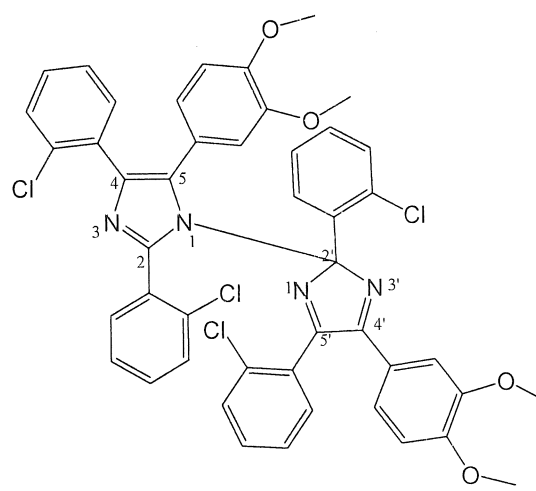
2. Chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol, bao gồm hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3, trong đó tổng hàm lượng phần trăm khối lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn này trong chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol là 92% hoặc lớn hơn,

hợp chất biimidazol bao gồm bốn vị trí gắn là T2, T4, và T5; trong đó

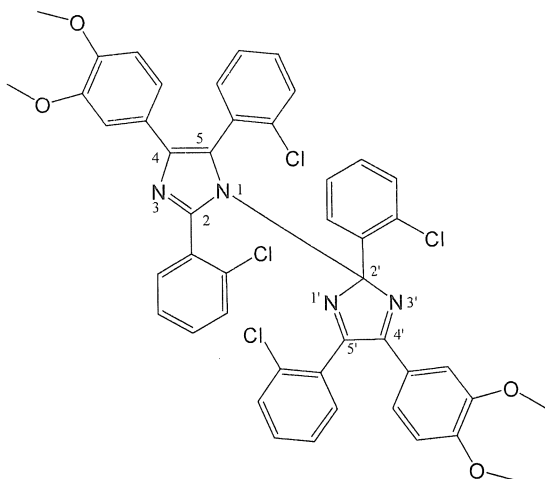
T2 có bốn cấu trúc chính, trong đó các thành phần là: T2-1: 2,2',5,5'-tetra(o-clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-2',3-diimidazol, T2-2: 2,2',4,5'-tetra(o-clophenyl)-4',5-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T2-3: 2,2',5,5'-tetra(o-clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T2-4: 2,2',4,5'-tetra(o-clophenyl)-4',5-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-2',3-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo được thể hiện bên dưới:



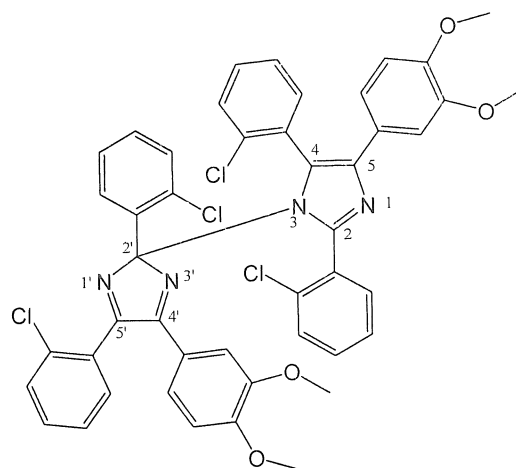
T2-1



T2-2

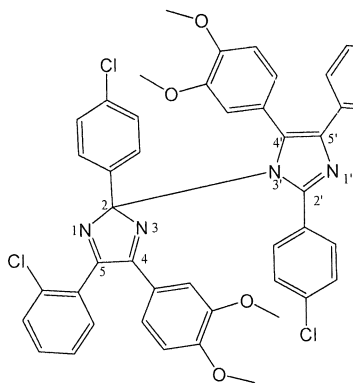


T2-3

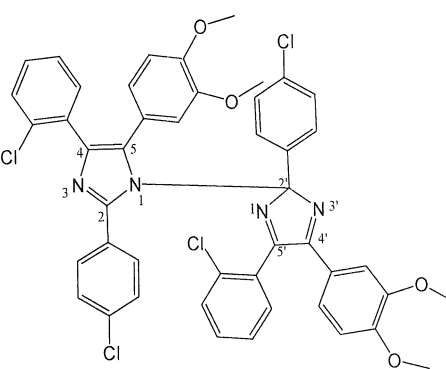


T2-4

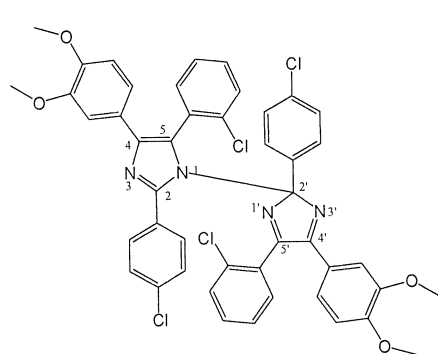
T4 có bốn cấu trúc chính, trong đó các thành phần là: T4-1: 2,2'-bis(4-clophenyl)-5,5'-bis(o-clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-2,3'-diimidazol, T4-2: 2,2'-bis(4-clophenyl)-4,5'-bis(o-clophenyl)-4',5-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T4-3: 2,2'-bis(4-clophenyl)-5,5'-bis(o-clophenyl)-4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T4-4: 2,2'-bis(4-clophenyl)-4',5-bis(o-clophenyl)-4,5'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-2,3'-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo được thể hiện bên dưới:



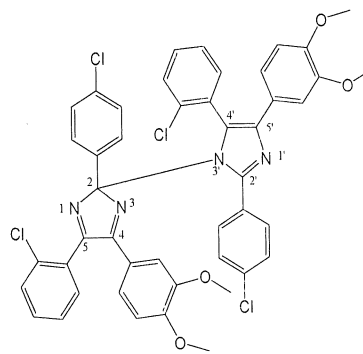
T4-1



T4-2

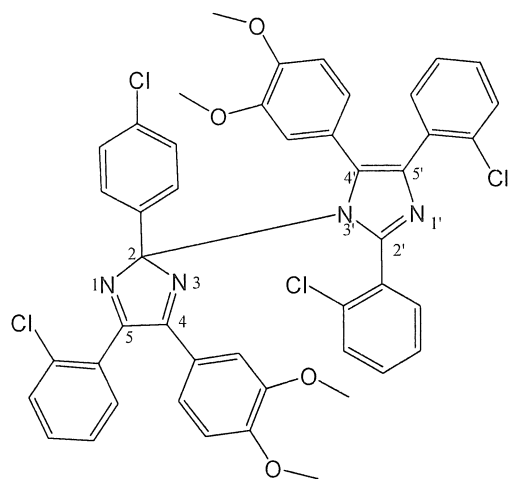


T4-3

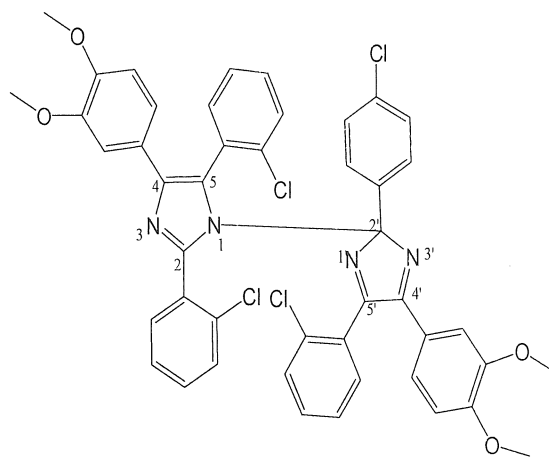


T4-4

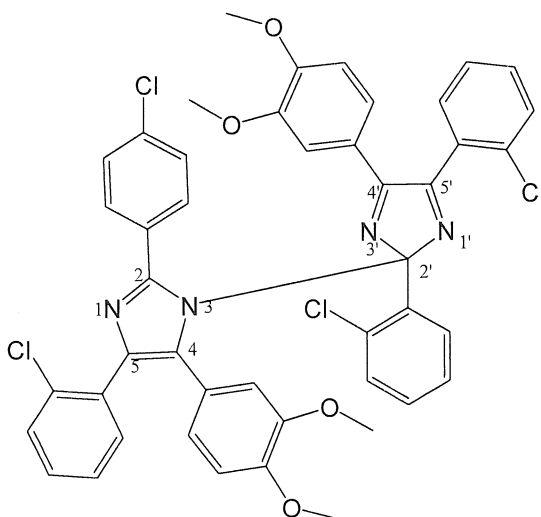
T5 có bốn cấu trúc chính, trong đó các thành phần là: T5-1: 2-(4-clophenyl)-2',5,5'-tris(o-clophenyl)- 4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-2,3'-diimidazol, T5-2: 2'-(4-clophenyl)-2,5,5'-tris(o-clophenyl)- 4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-1,2'-diimidazol, T5-3: 2-(4-clophenyl)-2',5,5'-tris(o-clophenyl)- 4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-2',3'-diimidazol, T5-4: 2'-(4-clophenyl)-2,5,5'-tris(o-clophenyl)- 4,4'-bis(3,4-dimetoxyphenyl)-1',2-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo được thể hiện bên dưới:



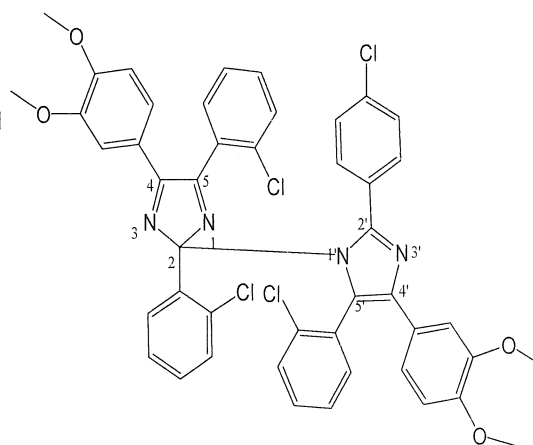
T5-1



T5-2



T5-3

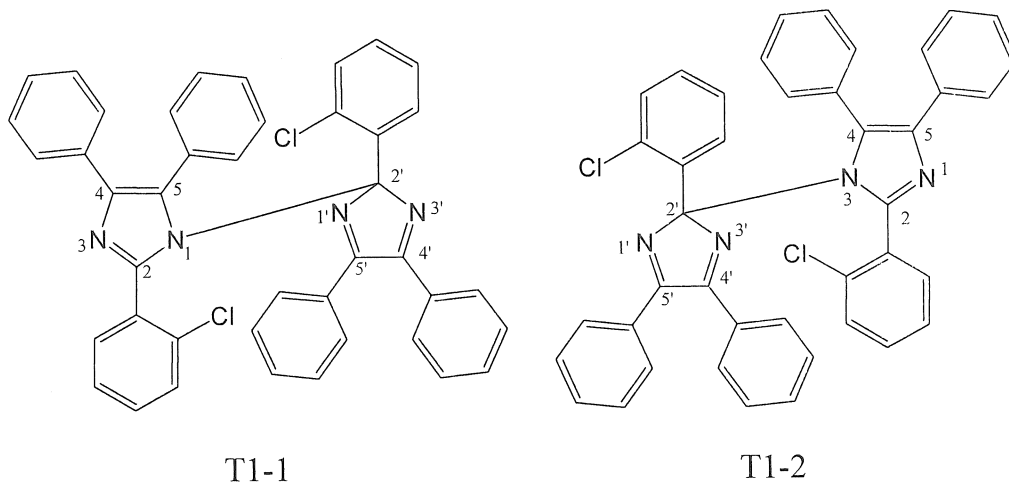


T5-4.

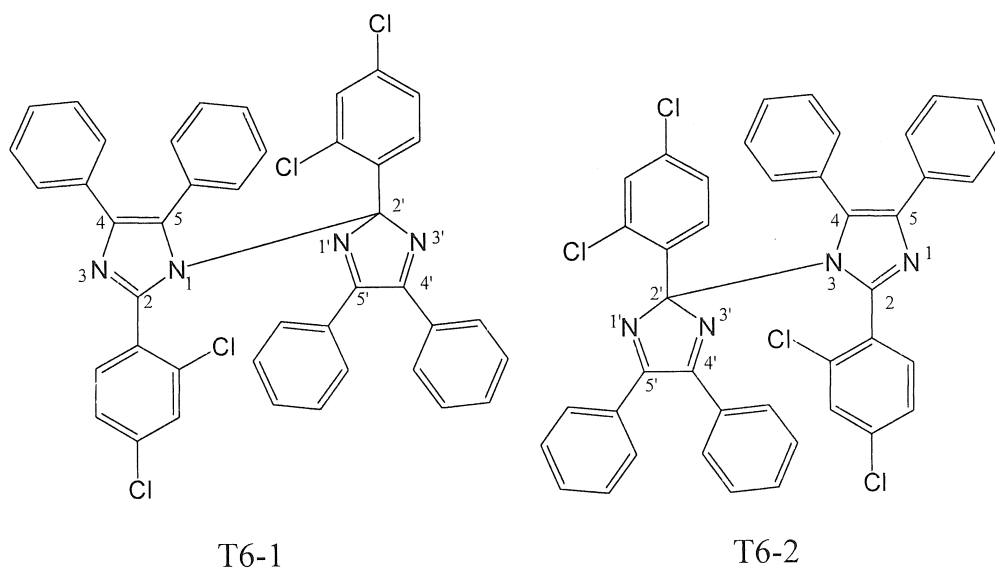
3. Chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol, bao gồm hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3, trong đó tổng hàm lượng phần trăm khối lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn này trong chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol là 92% hoặc lớn hơn,

hợp chất biimidazol bao gồm bốn vị trí gắn là T1, T6, và T7; trong đó

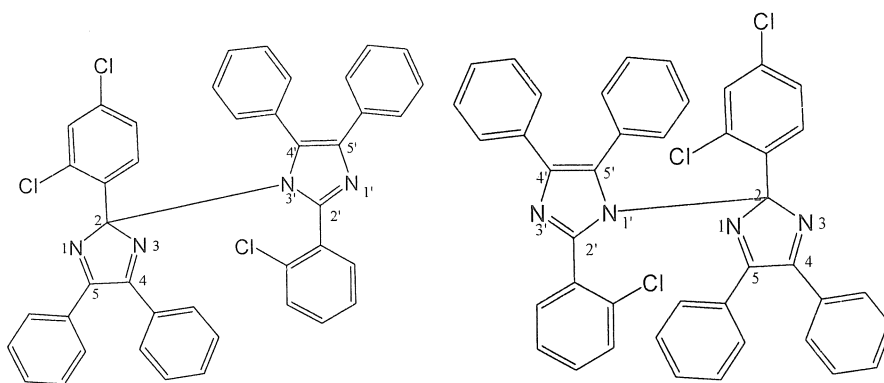
T1 có hai cấu trúc chính là T1-1: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-1,2'-diimidazol, và T1-2: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-2',3'-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo được thể hiện như sau:



T6 có hai cấu trúc chính là: T6-1: 2,2'-bis(2,4-diclophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-1,2'-diimidazol, và T6-2: 2,2'-bis(2,4-diclophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-2',3'-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo được thể hiện bên dưới:

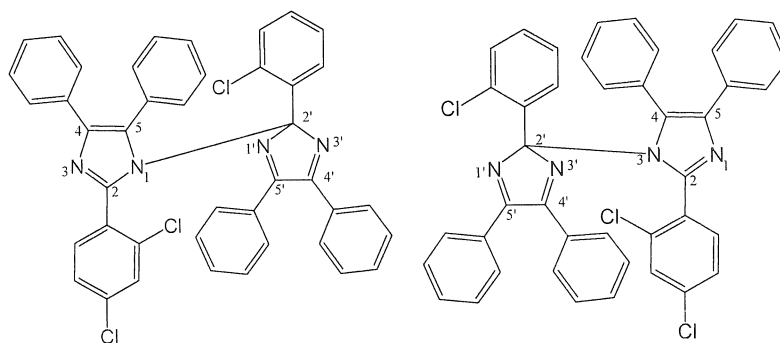


T7 có bốn cấu trúc chính, trong đó thành phần là: T7-1: 2-(2,4-diclophenyl)-2'-(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-2,3'-diimidazol, T7-2: 2-(2,4-diclophenyl)-2'-(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-1',2'-diimidazol, T7-3: 2-(2,4-diclophenyl)-2'-(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-1,2'-diimidazol, T7-4: 2-(2,4-diclophenyl)-2'-(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-2',3'-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo như sau:



T7-1

T7-2



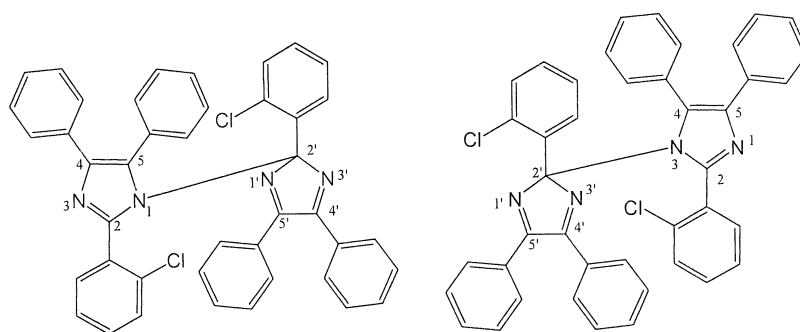
T7-3

T7-4.

4. Chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol, bao gồm hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3, trong đó tổng hàm lượng phần trăm khối lượng của hợp chất biimidazol gồm 4 vị trí gắn này trong chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol là 92% hoặc lớn hơn,

hợp chất biimidazol bao gồm bốn vị trí gắn là T1, T8, và T9; trong đó

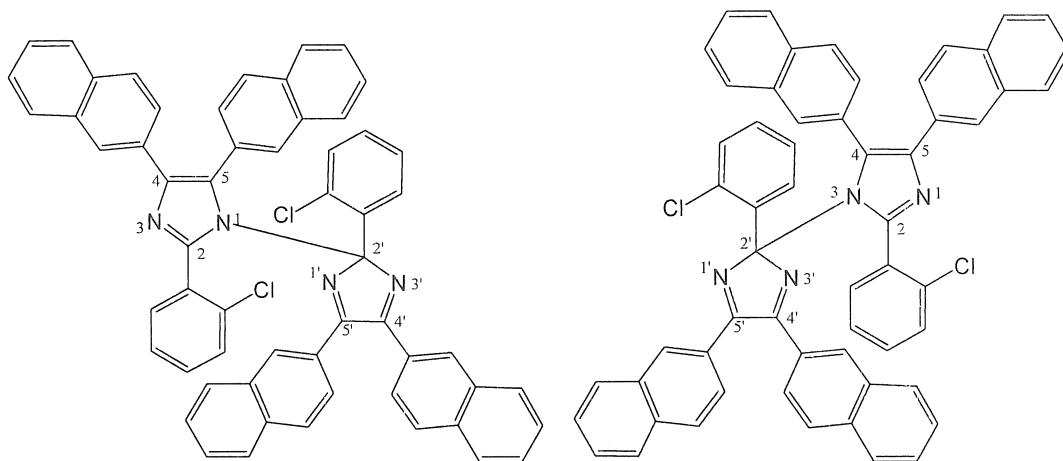
T1 có hai cấu trúc chính là T1-1: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-1,2'-diimidazol, và T1-2: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetraphenyl-2',3'-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo được thể hiện như sau:



T1-1

T1-2

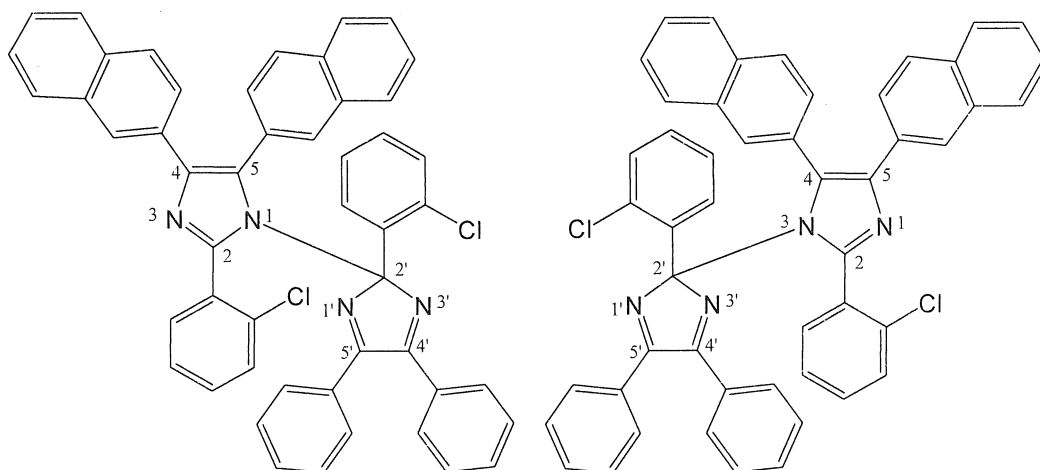
T8 có hai cấu trúc chính là: T8-1: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetra(2-naphtyl)-1,2'-diimidazol, và T8-2: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,4',5,5'-tetra(2-naphtyl)-2',3-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo được thể hiện bên dưới:



T8-1

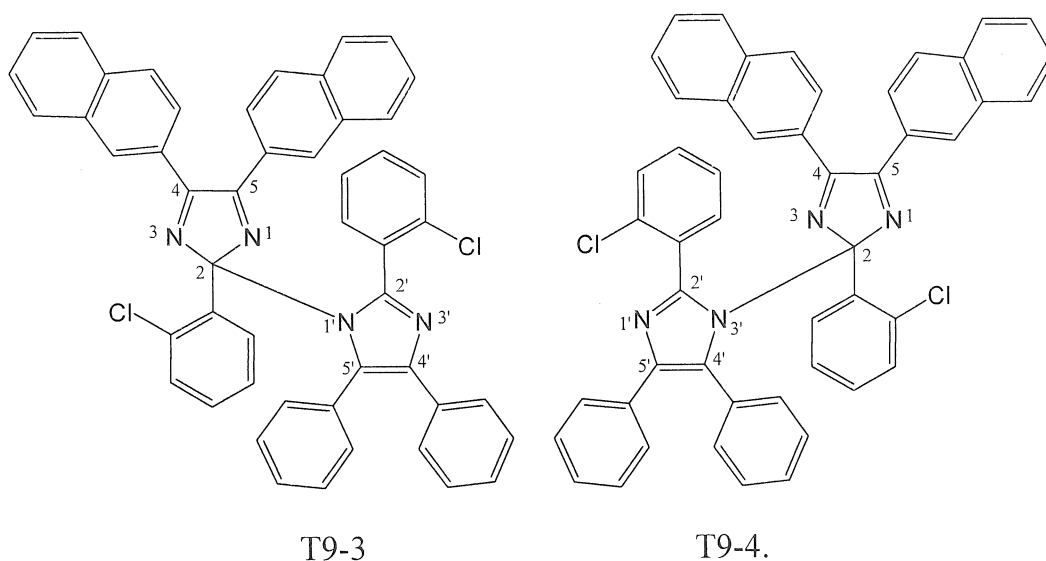
T8-2

T9 có bốn cấu trúc chính, trong đó các thành phần là: T9-1: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,5-bis(2-naphtyl)-4'5'-diphenyl-1,2'-diimidazol, T9-2: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,5-bis(2-naphtyl)-4'5'-diphenyl-2',3-diimidazol, T9-3: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,5-bis(2-naphtyl)-4'5'-diphenyl-1',2-diimidazol, T9-4: 2,2'-bis(o-clophenyl)-4,5-bis(2-naphtyl)-4'5'-diphenyl-2,3'-diimidazol, tương ứng, công thức cấu tạo là như sau:



T9-1

T9-2



5. Chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, đặc trưng ở chỗ: tổng hàm lượng phần trăm khối lượng của hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3 trong chất hoạt hóa quang học lai là 95% hoặc lớn hơn.

6. Chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, đặc trưng ở chỗ gồm hợp chất biimidazol có 4 vị trí gắn 1'-2, 2-3', 1-2', và 2'-3.

7. Chế phẩm nhựa nhạy quang, bao gồm chất hoạt hóa quang học lai hexaarylbiimidazol theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6.

8. Chế phẩm nhựa nhạy quang theo điểm 7, trong đó chế phẩm này còn bao gồm: polyme tan trong kiềm, hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen, chất hoạt hóa quang học và/hoặc chất làm nhạy khác, và chất phụ trợ tùy ý.

9. Chế phẩm nhựa nhạy quang theo điểm 8, đặc trưng ở chỗ: polyme tan trong kiềm được chọn từ (met)acrylic polyme, styrenic polyme, epoxy polyme, polyuretan (met)acrylat polyme béo, polyuretan (met)acrylat polyme thơm, nhựa amit, nhựa amit epoxy, nhựa alkyd, và nhựa phenolic.

10. Chế phẩm nhựa nhạy quang theo điểm 8 hoặc 9, đặc trưng ở chỗ: polyme tan trong kiềm là polyme tan trong kiềm chứa carboxy.

11. Chế phẩm nhựa nhạy quang theo điểm 10, đặc trưng ở chỗ: polyme tan trong kiềm chứa carboxy là (met)acrylat polyme được tạo thành bởi quá trình copolyme hóa của

(met)acrylat, axit carboxylic không no kiểu etylen, và monome có thể copolyme hóa khác.

12. Chế phẩm nhựa nhạy quang theo điểm 8, đặc trưng ở chỗ: hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen là hợp chất có thể quang polyme hóa có ít nhất một liên kết không no kiểu etylen trong phân tử.

13. Chế phẩm nhựa nhạy quang theo điểm 12, đặc trưng ở chỗ: hợp chất có liên kết đôi không no kiểu etylen được chọn từ hợp chất (met)acrylat có liên kết uretan trong phân tử và hợp chất (met)acrylat gốc bisphenol A.

14. Chế phẩm nhựa nhạy quang theo điểm 8, đặc trưng ở chỗ: chất hoạt hóa quang học khác được chọn từ ít nhất một trong số chất hoạt hóa quang học biimidazol, pyrazolin, keton thơm, anthraquinon, benzoin và benzoin alkyl ete, oxim este, triazin, triphenylamin, coumarin, thioxanthon, và acridin.

15. Chế phẩm nhựa nhạy quang theo điểm 8, đặc trưng ở chỗ: chất phụ trợ được chọn từ ít nhất một trong số chất màu, chất sinh màu nhẹ, thuốc nhuộm, chất độn, chất dẻo hóa, chất ổn định, chất trợ phủ, và chất thúc đẩy đỡ khuôn.

16. Tấm ép nhựa nhạy quang, bao gồm: lớp nhựa nhạy quang được tạo thành bởi chế phẩm nhựa nhạy quang theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 15, và lớp nền đỡ lớp nhựa nhạy quang.

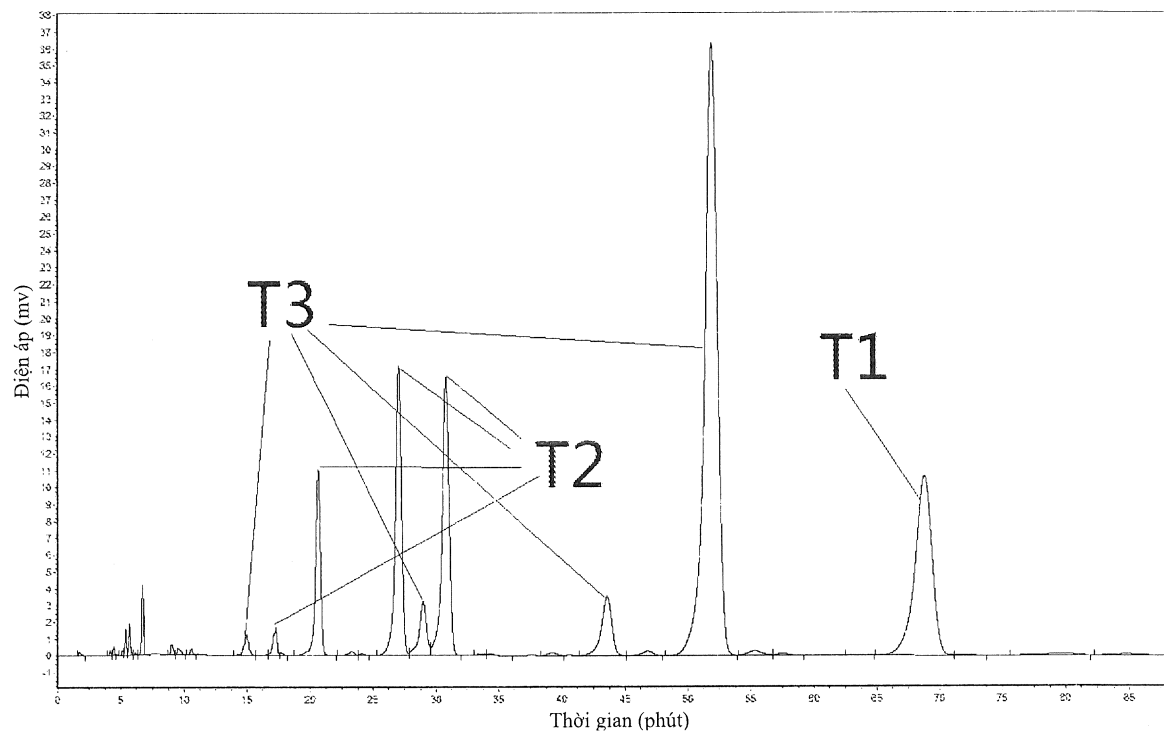


Fig. 1

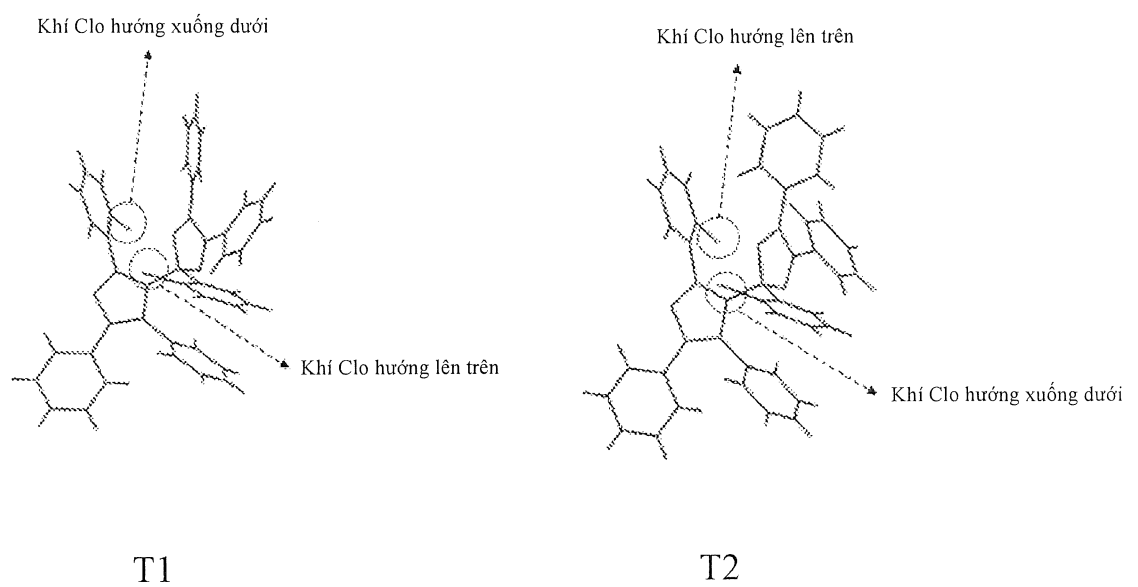


Fig. 2

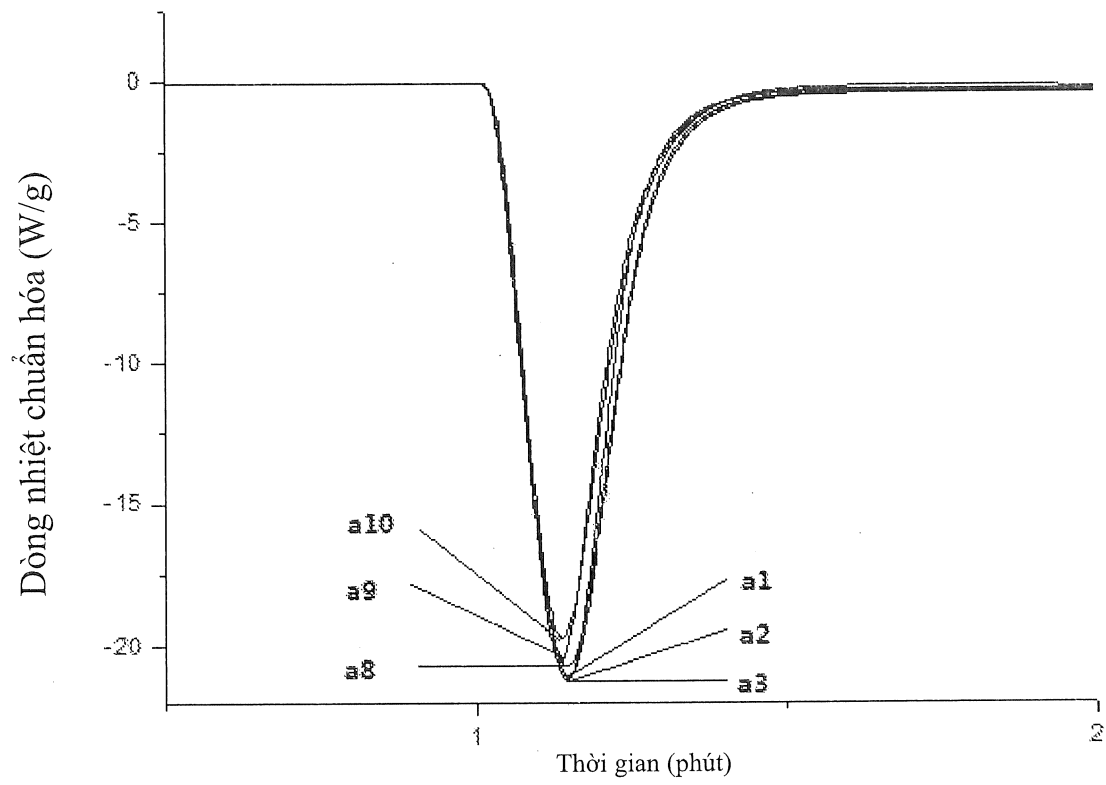


Fig. 3