



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0048230

(51)^{2020.01} C07F 7/18; C23C 22/05; B32B 15/08 (13) B

-
- (21) 1-2020-01556 (22) 31/07/2018
(86) PCT/JP2018/028758 31/07/2018 (87) WO/2019/058773 28/03/2019
(30) 2017-182673 22/09/2017 JP
(45) 25/07/2025 448 (43) 25/08/2020 389A
(73) Shikoku Chemicals Corporation (JP)
8-537-1, Doki-cho Higashi, Marugame-shi, Kagawa 763-8504 Japan
(72) YAMAJI Noriaki (JP); MURAI Takayuki (JP); TANIOKA Miya (JP); IIDA Shusaku
(JP); KATSUMURA Masato (JP); IMAMINE Takahito (JP); TSUJINO Masahiko
(JP); MAE Tomoya (JP); HIRAO Hirohiko (JP).
(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)
-

(54) HỢP CHẤT TETRAZOL SILAN, PHƯƠNG PHÁP TỔNG HỢP HỢP CHẤT NÀY,
DUNG DỊCH XỬ LÝ BỀ MẶT BAO GỒM HỢP CHẤT NÀY VÀ PHƯƠNG
PHÁP XỬ LÝ BỀ MẶT SỬ DỤNG HỢP CHẤT NÀY

(21) 1-2020-01556

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất tetrazol silan mới, phương pháp tổng hợp hợp chất này, và tác nhân liên kết silan chứa hợp chất tetrazol silan dưới dạng thành phần; và đề cập đến dung dịch xử lý bề mặt mà sử dụng hợp chất tetrazol silan, phương pháp xử lý bề mặt, và phương pháp để dính hai vật liệu khác nhau. Hợp chất tetrazol silan theo sáng chế là hợp chất được biểu diễn bởi công thức hóa học (I). (Trong công thức (I), X, R, và n tương ứng như được định nghĩa trong bản mô tả.)



(Trong công thức (I), X là nguyên tử hydro, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc được phân nhánh có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 12, nhóm aryl, nhóm aralkyl, nhóm alkylthio có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 6, hoặc nhóm amin mà có thể có nhóm thế. n là số nguyên từ 1 đến 12. R là nhóm methyl hoặc nhóm ethyl.)

Lĩnh vực kĩ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp chất tetrazol silan mới, dung dịch xử lý bề mặt và phương pháp xử lý bề mặt sử dụng hợp chất tetrazol silan.

Tình trạng kĩ thuật của sáng chế

Hợp chất hữu cơ có nguyên tử silic trong phân tử của nó đã được sử dụng như là hợp phần của tác nhân liên kết silan. Chất như thế có các nhóm chức có các ái lực khác nhau trong phân tử, và thể hiện chức năng như là thành phần trung gian giữa các vật liệu hữu cơ và các vật liệu vô cơ mà thường không tương thích được với nhau. Do đó, đây là tác nhân cần thiết cho sự phát triển và sản xuất các vật liệu composit.

Tài liệu sáng chế 1 bộc lộ các chất khác nhau có cấu trúc trong đó vòng heterocyclic chứa nitơ như triazol hoặc thiadiazol được liên kết với nhóm silyl như nhóm trimetoxysilyl hoặc nhóm trietoxysilyl, thông qua nhóm hữu cơ có liên kết thioete (sulfua) hoặc tương tự như là thành phần của tác nhân liên kết silan được sử dụng làm chất lót để liên kết thủy tinh hoặc kim loại với cao su.

Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ 1N-trimetoxysilylpropyl-1,2,4-triazol có vai trò là hợp chất silan được sử dụng làm chất ức chế ăn mòn cho các hợp kim magiê và nhôm.

Danh sách tài liệu viện dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-2002-363189

Tài liệu sáng chế 2: US-A-2012/0021232

Bản chất kĩ thuật của sáng chế

Vấn đề kĩ thuật

Mục đích của sáng chế là đề xuất hợp chất tetrazol silan mới, phương pháp tổng hợp hợp chất này, và tác nhân liên kết silan chứa hợp chất tetrazol silan mới này dưới dạng thành phần của tác nhân này.

Ngoài ra, mục đích khác của sáng chế là đề xuất dung dịch xử lý bề mặt, phương pháp xử lý bề mặt, và phương pháp liên kết các vật liệu khác nhau, sử dụng hợp chất tetrazol silan.

Giải quyết vấn đề

Nhờ sự nghiên cứu sâu rộng để giải quyết các vấn đề được mô tả ở trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng hợp chất tetrazol silan mới có thể được tổng hợp bằng cách cho hợp chất tetrazol phản ứng với hợp chất alkylsilan được halogen hóa, và từ đó đã hoàn thành sáng chế.

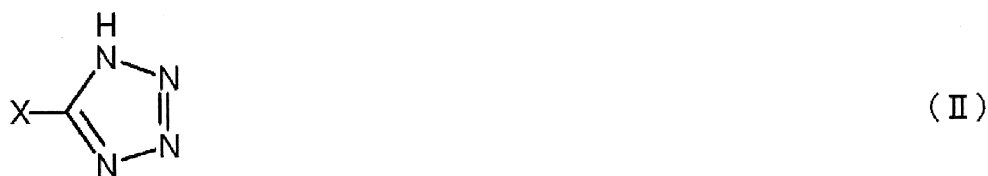
Nghĩa là, sáng chế bao gồm các mục từ [1] đến [34] dưới đây.

[1] Hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (I).



(Trong công thức (I), X là nguyên tử hydro, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc được phân nhánh có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 12, nhóm aryl, nhóm aralkyl, nhóm alkylthio có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 6, hoặc nhóm amin mà có thể có nhóm thế. n là số nguyên từ 1 đến 12. R là nhóm methyl hoặc nhóm etyl.)

[2] Phương pháp tổng hợp hợp chất tetrazol silan được mô tả theo mục [1] nêu trên, bao gồm cho hợp chất tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (II) phản ứng với hợp chất alkylsilan được halogen hóa được biểu diễn bởi công thức hóa học (III).

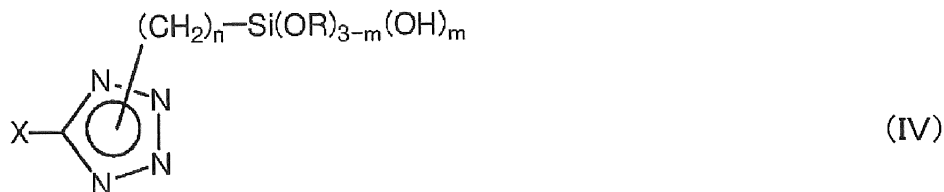


(Trong công thức (II), X có ý nghĩa giống như được mô tả ở trên.)



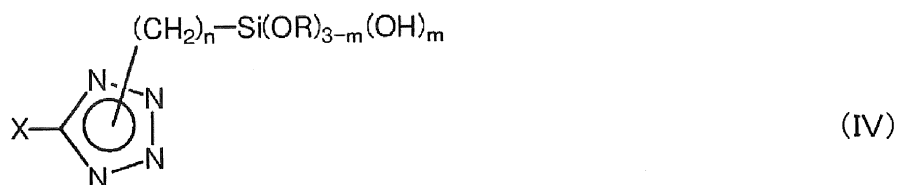
(Trong công thức (III), R và n có các ý nghĩa giống như được mô tả ở trên. Hal là nguyên tử clo, nguyên tử brom hoặc nguyên tử iod.)

[3] Tác nhân liên kết silan chứa hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (IV) sau đây dưới dạng thành phần.



(Trong công thức (IV), X là nguyên tử hydro, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc được phân nhánh có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 12, nhóm aryl, nhóm aralkyl, nhóm alkylthio có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 6, hoặc nhóm amin mà có thể có nhóm thế. n là số nguyên từ 1 đến 12. R là nhóm metyl hoặc nhóm etyl. m là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3.)

[4] Dung dịch xử lý bề mặt chứa hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (IV) dưới đây.



(Trong công thức (IV), X là nguyên tử hydro, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc được phân nhánh có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 12, nhóm aryl, nhóm aralkyl, nhóm alkylthio có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 6, hoặc nhóm amin mà có thể có nhóm thế. n là số nguyên từ 1 đến 12. R là nhóm metyl hoặc nhóm etyl. m là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3.)

[5] Dung dịch xử lý bề mặt theo mục [4] nêu trên, mà được sử dụng để xử lý bề mặt của ít nhất là một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa.

[6] Dung dịch xử lý bề mặt theo mục [4] nêu trên, mà được sử dụng để liên kết hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa.

[7] Dung dịch xử lý bề mặt theo mục [5] hoặc [6] nêu trên, trong đó kim loại là ít nhất một kim loại được chọn từ nhóm gồm có đồng, nhôm, titan, niken, thiếc, sắt, bạc, vàng, và các hợp kim của chúng.

[8] Dung dịch xử lý bề mặt theo mục [5] hoặc [6] nêu trên, trong đó kim loại là đồng hoặc hợp kim đồng.

[9] Dung dịch xử lý bề mặt theo mục [5] hoặc [6] nêu trên, trong đó vật liệu vô cơ là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có silic, gốm (ceramic), thủy tinh và muối vô cơ.

[10] Dung dịch xử lý bề mặt theo mục [9] nêu trên, trong đó gốm (ceramic) là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có nhôm oxit, silic cacbua, nhôm nitrua, silic nitrua, và bari titanat.

[11] Dung dịch xử lý bề mặt theo mục [5] hoặc [6] nêu trên, trong đó vật liệu nhựa là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy, nhựa olefin, nhựa polybenzoxazol, nhựa silicon, và nhựa polyimid.

[12] Phương pháp xử lý bề mặt của kim loại, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo mục [4] nêu trên tiếp xúc với bề mặt của kim loại.

[13] Phương pháp xử lý bề mặt của kim loại theo mục [12] nêu trên, trong đó kim loại là ít nhất một kim loại được chọn từ nhóm gồm có đồng, nhôm, titan, niken, thiếc, sắt, bạc, vàng, và các hợp kim của chúng.

[14] Phương pháp xử lý bề mặt của kim loại theo mục [12] nêu trên, trong đó kim loại là đồng hoặc hợp kim đồng.

[15] Phương pháp xử lý bề mặt của kim loại theo mục [14] nêu trên, bao gồm, trước khi cho dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với bề mặt đồng hoặc hợp kim đồng, cho dung dịch nước chứa ion đồng tiếp xúc với bề mặt đồng hoặc hợp kim đồng.

[16] Phương pháp xử lý bề mặt của kim loại theo mục [14] hoặc [15] nêu trên, bao gồm, sau khi cho dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với bề mặt đồng hoặc hợp kim đồng, cho dung dịch nước có tính axit hoặc dung dịch nước có tính kiềm tiếp xúc với bề mặt đồng hoặc hợp kim đồng.

[17] Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu vô cơ, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo mục [4] nêu trên tiếp xúc với bề mặt của vật liệu vô cơ.

[18] Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu vô cơ theo mục [17] nêu trên, trong đó vật liệu vô cơ là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có silic, gốm (ceramic), thủy tinh và muối vô cơ.

[19] Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu vô cơ theo mục [18] nêu trên, trong đó gồm (ceramic) là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có nhôm oxit, silic cacbua, nhôm nitrua, silic nitrua, và bari titanat.

[20] Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nhựa, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo mục [4] nêu trên tiếp xúc với bề mặt của vật liệu nhựa.

[21] Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nhựa theo mục [20] nêu trên, trong đó vật liệu nhựa là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy, nhựa olefin, nhựa polybenzoxazol, nhựa silicon, và nhựa polyimid.

[22] Phương pháp liên kết giữa kim loại và vật liệu nhựa, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo mục [4] nêu trên tiếp xúc với ít nhất một vật liệu trong số kim loại và vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học, và liên kết kim loại và vật liệu nhựa với nhau thông qua màng hóa học đó.

[23] Phương pháp liên kết giữa vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo mục [4] nêu trên tiếp xúc với ít nhất một vật liệu trong số vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học, và liên kết vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa với nhau thông qua màng hóa học này.

[24] Phương pháp liên kết giữa kim loại và vật liệu vô cơ, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo mục [4] nêu trên tiếp xúc với ít nhất một vật liệu trong số kim loại và vật liệu vô cơ để tạo ra màng hóa học, và liên kết kim loại và vật liệu vô cơ với nhau thông qua màng hóa học này.

[25] Bảng nối dây mạch in bao gồm hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, được liên kết thông qua màng hóa học được tạo ra từ dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo mục [4] nêu trên.

[26] Lát bán dẫn bao gồm hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, được liên kết thông qua màng hóa học được tạo ra từ dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo mục [4] nêu trên.

[27] Thiết bị điện tử bao gồm hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, được liên kết thông qua màng hóa học được tạo ra từ dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo mục [4] nêu trên.

[28] Chế phẩm cách điện chứa tác nhân liên kết silan được mô tả theo mục [3] nêu trên và vật liệu nhựa hoặc vật liệu vô cơ.

[29] Chế phẩm cách điện theo mục [28] nêu trên, trong đó vật liệu nhựa là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy, nhựa olefin, nhựa polybenzoxazol, nhựa silicon, và nhựa polyimid.

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

[31] Vật liệu cách điện chứa chế phẩm cách điện được mô tả theo mục bất kỳ trong số các mục từ [28] đến [30] nêu trên.

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

[33] Lát bán dẫn chứa lớp cách điện thu được từ chế phẩm cách điện được mô tả theo mục bất kỳ trong số các mục từ [28] đến [30] nêu trên.

[34] Thiết bị điện tử chứa lớp cách điện thu được từ chế phẩm cách điện được mô tả theo mục bất kỳ trong số các mục từ [28] đến [30] nêu trên.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Hợp chất tetrazol silan theo sáng chế là chất có vòng 1,2,3,4-tetrazol cùng với nhóm alkoxy-silylalkyl trong phân tử, và do đó có thể được dự kiến là tạo ra tác nhân liên kết silan có cả hai chức năng ngăn kim loại khỏi gỉ, mà là đặc điểm của hợp chất tetrazol (hợp chất azol), và hóa rắn nhựa epoxy hoặc nhựa uretan, khi được sử dụng dưới dạng thành phần.

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

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các phương án được mô tả dưới đây.

Ngoài ra, trong phần mô tả sáng chế, "khối lượng" có cùng ý nghĩa như "trọng lượng".

Hợp chất tetrazol silan

Hợp chất tetrazol silan của sáng chế được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) sau đây.



(Trong công thức (I), X là nguyên tử hydro, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc được phân nhánh có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 12, nhóm aryl, nhóm aralkyl, nhóm alkylthio có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 6, hoặc nhóm amin mà có thể có nhóm thế. n là số nguyên từ 1 đến 12. R là nhóm methyl hoặc nhóm etyl.)

Các ví dụ về hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) nêu trên (sau đây cũng có thể được gọi là hợp chất tetrazol silan (I)) bao gồm:

- 1-[(trimetoxysilyl)methyl]-1H-tetrazol,
- 2-[(trimetoxysilyl)methyl]-2H-tetrazol,
- 1-[2-(triethoxysilyl)ethyl]-1H-tetrazol,
- 2-[2-(triethoxysilyl)ethyl]-2H-tetrazol,
- 1-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
- 2-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
- 1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
- 2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
- 1-[4-(triethoxysilyl)butyl]-1H-tetrazol,
- 2-[4-(triethoxysilyl)butyl]-2H-tetrazol,
- 1-[5-(triethoxysilyl)pentyl]-1H-tetrazol,
- 2-[5-(triethoxysilyl)pentyl]-2H-tetrazol,
- 1-[6-(triethoxysilyl)hexyl]-1H-tetrazol,
- 2-[6-(triethoxysilyl)hexyl]-2H-tetrazol,
- 1-[8-(triethoxysilyl)octyl]-1H-tetrazol,
- 2-[8-(triethoxysilyl)octyl]-2H-tetrazol,

1-[10-(triethoxysilyl)decyl]-1H-tetrazol,
2-[10-(triethoxysilyl)decyl]-2H-tetrazol,
1-[12-(triethoxysilyl)dodecyl]-1H-tetrazol,
2-[12-(triethoxysilyl)dodecyl]-2H-tetrazol,
5-methyl-1-[2-(triethoxysilyl)ethyl]-1H-tetrazol,
5-methyl-2-[2-(triethoxysilyl)ethyl]-2H-tetrazol,
5-methyl-1-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-methyl-2-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-methyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-methyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-methyl-1-[5-(trimethoxysilyl)pentyl]-1H-tetrazol,
5-methyl-2-[5-(trimethoxysilyl)pentyl]-2H-tetrazol,
5-methyl-1-[5-(triethoxysilyl)pentyl]-1H-tetrazol,
5-methyl-2-[5-(triethoxysilyl)pentyl]-2H-tetrazol,
5-methyl-1-[6-(triethoxysilyl)hexyl]-1H-tetrazol,
5-methyl-2-[6-(triethoxysilyl)hexyl]-2H-tetrazol,
5-methyl-1-[8-(triethoxysilyl)octyl]-1H-tetrazol,
5-methyl-2-[8-(triethoxysilyl)octyl]-2H-tetrazol,
5-ethyl-1-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-ethyl-2-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-propyl-1-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-propyl-2-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-isopropyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-isopropyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-butyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-butyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-tert-butyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-tert-butyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-pentyl-1-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-pentyl-2-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-hexyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-hexyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,

5-heptyl-1-[6-(triethoxysilyl)hexyl]-1H-tetrazol,
5-heptyl-2-[6-(triethoxysilyl)hexyl]-2H-tetrazol,
5-octyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-octyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-nonyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-nonyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-decyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-decyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-undecyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-undecyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-dodecyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-dodecyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-phenyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-phenyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-(p-tolyl)-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-(p-tolyl)-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-benzyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-benzyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-phenetyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-phenetyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-methylthio-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-methylthio-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-ethylthio-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-ethylthio-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-propylthio-1-[4-(triethoxysilyl)butyl]-1H-tetrazol,
5-propylthio-2-[4-(triethoxysilyl)butyl]-2H-tetrazol,
5-isopropylthio-1-[4-(triethoxysilyl)butyl]-1H-tetrazol,
5-isopropylthio-2-[4-(triethoxysilyl)butyl]-2H-tetrazol,
5-butylthio-1-[4-(triethoxysilyl)butyl]-1H-tetrazol,
5-butylthio-2-[4-(triethoxysilyl)butyl]-2H-tetrazol,
5-pentylthio-1-[4-(triethoxysilyl)butyl]-1H-tetrazol,
5-pentylthio-2-[4-(triethoxysilyl)butyl]-2H-tetrazol,

5-hexylthio-1-[2-(trimetoxysilyl)ethyl]-1H-tetrazol,
5-hexylthio-2-[2-(trimetoxysilyl)ethyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[(trimetoxysilyl)metyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[(trimetoxysilyl)metyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[2-(triethoxysilyl)ethyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[2-(triethoxysilyl)ethyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[4-(triethoxysilyl)butyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[4-(triethoxysilyl)butyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[5-(trimetoxysilyl)pentyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[5-(trimetoxysilyl)pentyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[5-(triethoxysilyl)pentyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[5-(triethoxysilyl)pentyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[6-(triethoxysilyl)hexyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[6-(triethoxysilyl)hexyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[8-(triethoxysilyl)octyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[8-(triethoxysilyl)octyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[10-(triethoxysilyl)decyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[10-(triethoxysilyl)decyl]-2H-tetrazol,
5-amin-1-[12-(triethoxysilyl)dodecyl]-1H-tetrazol,
5-amin-2-[12-(triethoxysilyl)dodecyl]-2H-tetrazol,
5-metylamin-1-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-metylamin-2-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-etylamin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-etylamin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-phenylamin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-phenylamin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,
5-axetamid-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-axetamid-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol,

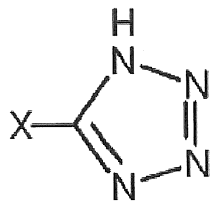
5-guanidino-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol,
5-guanidino-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol, và các chất tương tự.

Trong số các hợp chất tetrazol silan (I) này, được ưu tiên là 1-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol, 2-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol, 1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol, 2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol, 5-metyl-1-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol, 5-metyl-2-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol, 5-phenyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol, 5-phenyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol, 5-benzyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol, 5-benzyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol, 5-metylthio-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol, 5-metylthio-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol, 5-amin-1-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol, 5-amin-2-[3-(trimethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol, 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol, và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol.

Trong trường hợp mà hợp chất tetrazol silan (I) theo sáng chế được sử dụng dưới dạng thành phần của tác nhân liên kết silan được mô tả sau, các loại khác nhau của các hợp chất tetrazol silan có thể được sử dụng theo dạng kết hợp.

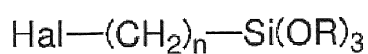
Ngoài ra, bằng cách cho hợp chất alkylsilan được halogen hóa được biểu diễn bởi công thức hóa học (III) sau đây thực hiện phản ứng, hợp chất tetrazol ở trạng thái hỗn hợp của các đồng phân như hợp chất 1H-tetrazol và hợp chất 2H-tetrazol có thể thu được và được sử dụng. Tỷ lệ trộn hợp chất 1H-tetrazol vào hợp chất 2H-tetrazol tốt hơn là từ 0:100 đến 100:0. Từ góc độ chi phí sản xuất, tỷ lệ trộn (tỷ lệ mol) tốt hơn nữa là từ 5:95 đến 95:5, và còn tốt hơn nữa là từ 30:70 đến 70:30.

Hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) theo sáng chế có thể thu được bằng cách cho hợp chất tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (II) sau đây (sau đây cũng có thể được gọi là hợp chất tetrazol (II)) phản ứng với hợp chất alkylsilan được halogen hóa được biểu diễn bởi công thức hóa học (III) sau đây (sau đây cũng có thể được gọi là hợp chất alkylsilan được halogen hóa (III)).



(II)

(Trong công thức (II), X là nguyên tử hydro, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc được phân nhánh có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 12, nhóm aryl, nhóm aralkyl, nhóm alkylthio có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 6, hoặc nhóm amin mà có thể có nhóm thế.)



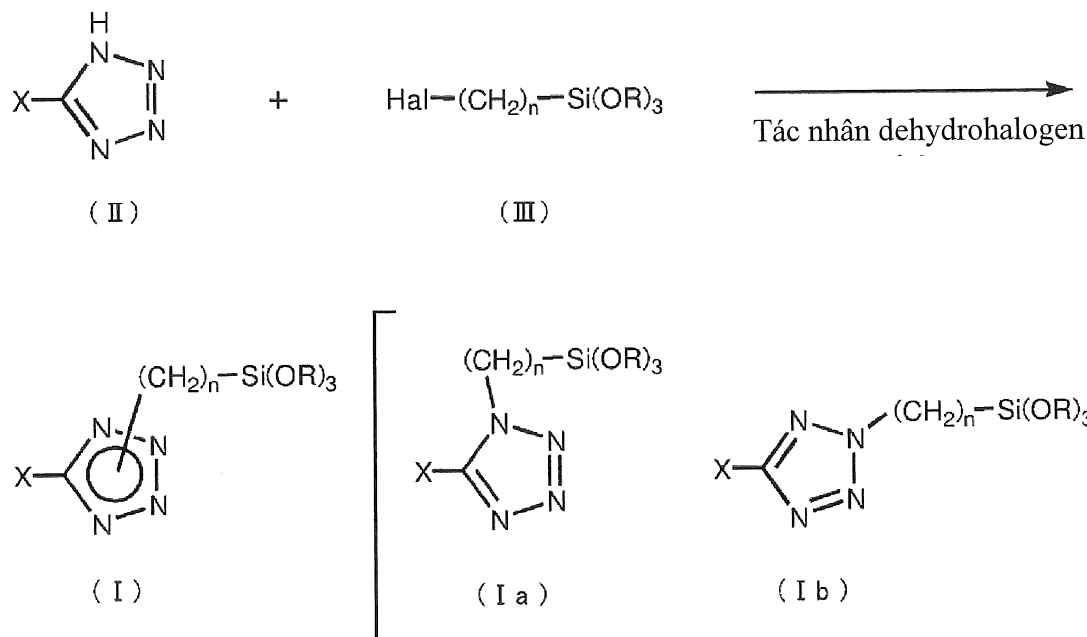
(III)

(Trong công thức (III), Hal là nguyên tử clo, nguyên tử brom hoặc nguyên tử iod. n là số nguyên từ 1 đến 12. R là nhóm methyl hoặc nhóm etyl.)

Cụ thể, như được thể hiện trong sơ đồ phản ứng (A) sau đây, nhìn chung hợp chất tetrazol silan (I) có thể được tổng hợp với hiệu suất cao bằng cách cho hợp chất tetrazol (II) phản ứng với hợp chất alkylsilan được halogen hóa (III) với sự có mặt của tác nhân dehydrohalogen hóa trong lượng dung môi phản ứng thích hợp ở nhiệt độ phản ứng thích hợp trong thời gian phản ứng thích hợp.

Trong phản ứng này, "5-X-1-(trialkoxysilyl)alkyl-1H-tetrazol" được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia) trong đó nhóm alkoxysilylalkyl được liên kết vào nguyên tử N tại vị trí 1 của vòng tetrazol và "5-X-2-(trialkoxysilyl)alkyl-2H-tetrazol" được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib) trong đó nhóm silylalkyl được liên kết vào nguyên tử N ở vị trí 2 của vòng tetrazol, được tạo ra theo cách được dự tính.

Sơ đồ phản ứng (A)



(Trong các công thức từ (I) đến (III), (Ia) và (Ib), X, R, Hal và n có các ý nghĩa giống như được mô tả ở trên.)

Các ví dụ về hợp chất tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (II) nêu trên bao gồm:

1H-tetrazol,

5-metyl-1H-tetrazol,

5-etyl-1H-tetrazol,

5-propyl-1H-tetrazol,

5-isopropyl-1H-tetrazol,

5-butyl-1H-tetrazol,

5-tert-butyl-1H-tetrazol,

5-pentyl-1H-tetrazol,

5-hexyl-1H-tetrazol,

5-heptyl-1H-tetrazol,

5-octyl-1H-tetrazol,

5-nonyl-1H-tetrazol,

5-decyl-1H-tetrazol,

5-undecyl-1H-tetrazol,

5-dodecyl-1H-tetrazol,
5-phenyl-1H-tetrazol,
5-(p-tolyl)-1H-tetrazol,
5-benzyl-1H-tetrazol,
5-phenetyl-1H-tetrazol,
5-metylthio-1H-tetrazol,
5-etylthio-1H-tetrazol,
5-propylthio-1H-tetrazol,
5-isopropylthio-1H-tetrazol,
5-butylthio-1H-tetrazol,
5-pentylthio-1H-tetrazol,
5-hexylthio-1H-tetrazol,
5-amin-1H-tetrazol,
5-metylamin-1H-tetrazol,
5-etylamin-1H-tetrazol,
5-phenylamin-1H-tetrazol,
5-axetamid-1H-tetrazol,
5-guanidino-1H-tetrazol, và các chất tương tự khác.

Các ví dụ về hợp chất alkylsilan được halogen hóa được biểu diễn bởi công thức hóa học (III) nêu trên bao gồm:

1-clometyltrimetoxysilan,
1-clometyltriethoxysilan,
2-cloetyltrimetoxysilan,
2-cloetyltriethoxysilan,
3-clopropyltrimetoxysilan,
3-clopropyltriethoxysilan,
3-brompropyltrimetoxysilan,
3-brompropyltriethoxysilan,
3-iodpropyltrimetoxysilan,
3-iodpropyltriethoxysilan,
4-brombutyltrimetoxysilan,
4-brombutyltriethoxysilan,

5-bromopentyltrimetoxysilan,
5-bromopentyltriethoxysilan,
6-bromhexyltrimetoxysilan,
6-bromhexyltriethoxysilan,
8-bromoctyltrimetoxysilan,
8-bromoctyltriethoxysilan,
10-bromdecyltrimetoxysilan,
10-bromdecyltriethoxysilan,
12-bromdodecyltrimetoxysilan,
12-bromdodecyltriethoxysilan, và các chất tương tự khác.

Dung môi phản ứng không bị giới hạn cụ thể và có thể được sử dụng chỉ cần nó là dung môi trơ đối với các nguyên liệu thô là hợp chất tetrazol (II) và hợp chất alkylsilan được halogen hóa (III), và các ví dụ của chúng bao gồm:

dung môi hydrocacbon như hexan, toluen và xylen;

dung môi ete như diethyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và xyclopentyl metyl ete;

dung môi este như etyl axetat và butyl axetat;

dung môi rượu như metanol và etanol;

dung môi amid như N,N-dimetylformamid, N,N-dimetylaxetamid và N-metylpyrolidon;

dung môi keton như axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, và xyclohexanon;

axetonitril; dimetyl sulfoxit; hexametylphosphoramid; và các chất tương tự khác.

Các ví dụ về tác nhân dehydrohalogen hóa bao gồm:

alkoxit kim loại kiềm như natri metoxit, natri etoxit, kali metoxit, và kali tert-butoxit;

cacbonat kiềm như natri cacbonat, natri hydro cacbonat và kali hydro cacbonat;

bazơ hữu cơ như diazabicycloundecen; natri hydrua; và các chất tương tự khác.

Phản ứng tổng hợp của hợp chất tetrazol silan (I) theo sáng chế diễn ra theo cách cân bằng hóa học như được thể hiện trong sơ đồ phản ứng (A). Ưu tiên là lượng sử dụng (lượng nạp vào) của hợp chất alkylsilan được halogen hóa (III) trên lượng sử dụng (lượng nạp vào) của hợp chất tetrazol (II) dưới dạng các nguyên liệu thô được thiết lập ở tỷ lệ thích hợp trong phạm vi từ 0,8 đến 1,2 lần theo số mol khi xét tới các yếu tố như như loại nguyên liệu thô và dung môi phản ứng được sử dụng và quy mô phản ứng, cũng như nhiệt độ phản ứng và thời gian phản ứng.

Trong trường hợp mà lượng nạp vào của hợp chất alkylsilan được halogen hóa (III) lớn hơn 1,2 lần theo số mol, có khả năng là hợp chất cần được polyme hóa được gel hóa, ngược lại trong trường hợp thấp hơn 0,8 lần theo số mol, có khả năng là độ tinh khiết của sản phẩm bị hạ thấp, hoạt động tách sản phẩm trở nên phức tạp, hoặc tương tự.

Ngoài ra, vì tác nhân dehydrohalogen hóa được sử dụng để nhằm trung hòa hydro halogenua được tạo ra trong phản ứng của hợp chất tetrazol (II) với hợp chất alkylsilan được halogen hóa (III), lượng sử dụng (lượng nạp vào) của chúng có thể là bằng mol hoặc nhiều hơn so với lượng sử dụng của chất alkylsilan được halogen hóa (III).

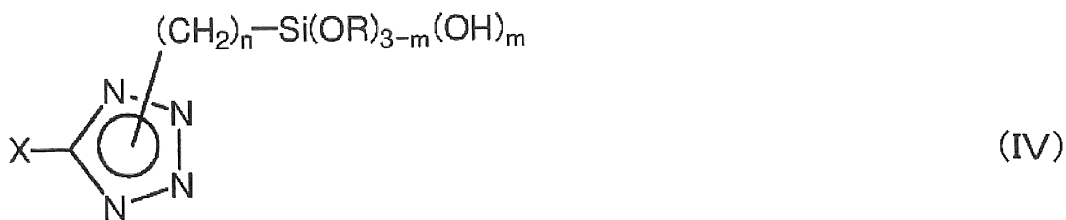
Nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là được thiết lập trong phạm vi từ 0 đến 150°C, và tốt hơn nữa là được thiết lập trong phạm vi từ 5 đến 100°C, từ góc độ thúc đẩy phản ứng một cách trơn tru (có hiệu quả).

Thời gian phản ứng được xác định thích hợp phụ thuộc vào nhiệt độ phản ứng được thiết lập, và tốt hơn là được thiết lập trong phạm vi từ 30 phút đến 24 giờ, và tốt hơn nữa là được thiết lập trong phạm vi từ 4 đến 20 giờ.

Tác nhân liên kết silan

Hợp chất tetrazol silan theo sáng chế phù hợp làm tác nhân liên kết silan.

Tác nhân liên kết silan theo sáng chế chứa hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (IV) sau đây (sau đây cũng có thể được gọi là hợp chất tetrazol silan (IV)) dưới dạng thành phần.



(Trong công thức (IV), X là nguyên tử hydro, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc được phân nhánh có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 12, nhóm aryl, nhóm aralkyl, nhóm alkylthio có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 6, hoặc nhóm amin mà có thể có nhóm thế. n là số nguyên từ 1 đến 12. R là nhóm metyl hoặc nhóm etyl. m là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3.)

Khi sử dụng tác nhân liên kết silan chứa hợp chất tetrazol silan (IV) theo sáng chế dưới dạng thành phần, có thể dùng phương pháp tương tự như trong trường hợp mà sử dụng tác nhân liên kết silan thông thường.

Các ví dụ về phương pháp được sử dụng để xử lý bề mặt (biến đổi bề mặt) của vật liệu nền bao gồm: (a) phương pháp phủ phun dung dịch xử lý được điều chế bằng cách pha loãng (hòa tan/phân tán) lượng tác nhân liên kết silan thích hợp với dung môi hữu cơ hoặc dung dịch trộn lẫn của dung môi hữu cơ và nước lên trên vật liệu nền; (b) phương pháp nhúng vật liệu nền vào trong dung dịch xử lý; và các phương pháp tương tự khác.

Ngoài ra, (c) phương pháp làm nóng tiếp vật liệu nền được xử lý bề mặt để tăng cường hiệu quả xử lý bề mặt cũng được bao gồm.

Trong trường hợp mà tác nhân liên kết silan theo sáng chế được sử dụng để xử lý bề mặt của vật liệu nền, có thể được kỳ vọng là tính ưa béo của bề mặt của vật liệu nền được tăng lên, và ái lực (tính chất liên kết, tính chất bám dính) với các nhựa và các chất tương tự khác được cải thiện.

Các ví dụ về dung môi hữu cơ bao gồm:

dung môi hydrocacbon như benzen, toluen, xylen, heptan, hexan, xyclohexan, và n-octan;

dung môi hydrocacbon được halogen hóa như diclometan, dicloetan, cacbon tetraclorea, cloroform, clobenzen, diclobenzen, và triclobenzen;

dung môi keton như axeton, metyl etyl keton và metyl isobutyl keton;

dung môi ete như dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, etylen glycol monometyl ete (methyl cellosolve), etylen glycol monoetyl ete (ethyl cellosolve), etylen glycol monobutyl ete, và dietylen glycol monobutyl ete; và

dung môi rượu như metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol, n-butyl alcohol, 2-butyl alcohol, tert-butyl alcohol, etylen glycol, dietylen glycol, và propylen glycol.

Các ví dụ về vật liệu nền bao gồm: vật liệu nền có dạng hạt, dạng kim, dạng sợi, dạng vải dệt, dạng tấm, dạng lá, dạng vô định hình, hoặc các dạng tương tự khác, được làm bằng kim loại, vật liệu vô cơ hoặc vật liệu nhựa.

Các ví dụ về kim loại bao gồm: đồng, nhôm, titan, niken, thiếc, sắt, bạc, vàng, và các hợp kim của chúng. Ưu tiên sử dụng ít nhất là một kim loại được chọn từ nhóm gồm có các kim loại này. Tấm, lá, màng mạ và dạng tương tự được làm bằng kim loại có thể được sử dụng làm vật liệu nền.

Như ví dụ cụ thể về hợp kim, hợp kim đồng không bị giới hạn cụ thể chỉ cần nó là hợp kim chứa đồng, và các ví dụ của chúng bao gồm: hợp kim Cu-Ag, hợp kim Cu-Te, hợp kim Cu-Mg, hợp kim Cu-Sn, hợp kim Cu-Si, hợp kim Cu-Mn, hợp kim Cu-Be-Co, hợp kim Cu-Ti, hợp kim Cu-Ni-Si, hợp kim Cu-Zn-Ni, hợp kim Cu-Cr, hợp kim Cu-Zr, hợp kim Cu-Fe, hợp kim Cu-Al, hợp kim Cu-Zn, hợp kim Cu-Co, và các hợp kim tương tự khác.

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

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

Các ví dụ về vật liệu vô cơ bao gồm: silic; gốm (ceramic); cacbon được sử dụng với vai trò là chất làm đầy; muối vô cơ; thủy tinh; và các vật liệu tương tự khác.

Các ví dụ cụ thể của chúng bao gồm: silic; các hợp chất silic như silic cacbua, silic dioxit, thủy tinh, đất diatomit, canxi silicat, talc, bi thủy tinh, đất trắng được hoạt hóa serixit, bentonit, muối aluminosilicat, và mica; oxit như nhôm oxit, kẽm oxit, sắt oxit, magiê oxit, thiếc oxit, và titan oxit; hydroxit như magiê hydroxit, nhôm hydroxit và magiê cacbonat bazơ; cacbonat như canxi cacbonat, kẽm cacbonat, hydrotalcit, và

magiê cacbonat; sulfat như bari sulfat và thạch cao; titanat như bari titanat; nitrua như nhôm nitrua và silic nitrua; graphit như graphit dạng vảy (graphit tự nhiên), graphit giãn nở, và graphit giãn nở (graphit tổng hợp); cacbon hoạt tính; sợi cacbon; cacbon đen; và các chất tương tự khác.

Trong số các vật liệu vô cơ, ưu tiên vật liệu được chọn từ nhóm gồm có silic, gốm (ceramic) (như nhôm oxit, silic cacbua, nhôm nitrua, silic nitrua, và bari titanat), thủy tinh, và muối vô cơ.

Các ví dụ về vật liệu nhựa bao gồm: nylon, nhựa acrylat, nhựa epoxy, nhựa olefin, nhựa polybenzoxazol, nhựa silicon, nhựa polyimid, nhựa bismaleimid, nhựa maleimid, nhựa xyanat, nhựa polyphenylen ete, nhựa polyphenylen oxit, nhựa olefin, nhựa chứa flo, nhựa polyeteimid, nhựa polyete ete keton, nhựa tinh thể lỏng, và các loại nhựa tương tự khác, và cũng bao gồm dạng kết hợp của chúng bằng cách trộn các vật liệu nêu trên hoặc biến đổi chúng với nhau.

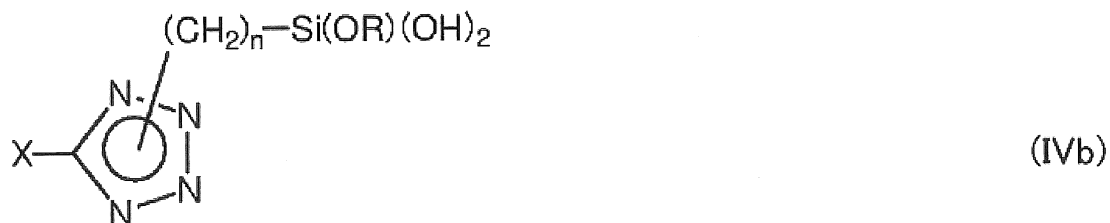
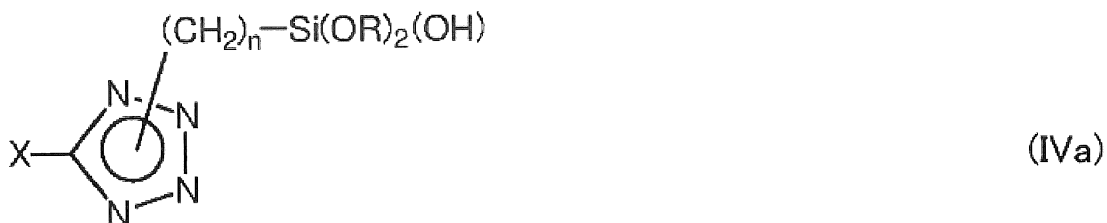
Trong số các vật liệu nhựa này, ưu tiên vật liệu được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy, nhựa olefin, nhựa polybenzoxazol, nhựa silicon, và nhựa polyimid.

Trong trường hợp mà sự xử lý bề mặt như thế được áp dụng vào vật liệu nền, có thể cải thiện ái lực (tính chất liên kết, tính chất bám dính) vào các nhựa và các vật liệu tương tự vì tính ưa béo của bề mặt của vật liệu nền được tăng lên.

Để tăng cường hiệu quả xử lý, vật liệu nền được xử lý bề mặt có thể còn được trải qua xử lý nhiệt.

Dung dịch xử lý bề mặt

Dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế là dung dịch xử lý bề mặt chứa hợp chất tetrazol silan (IV), và hợp chất tetrazol silan (IV) bao gồm các hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) và các công thức hóa học từ (IVa) đến (IVc) sau đây.



(Trong các công thức, X, R và n có các ý nghĩa giống như được mô tả ở trên.)

Nghĩa là, hợp chất tetrazol silan (I) là hợp chất tetrazol silan (trialkoxo) trong đó m là 0 trong công thức hóa học (IV) được mô tả ở trên.

Tương tự, hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (IVa) (sau đây cũng có thể được gọi là hợp chất tetrazol silan (IVa)) là hợp chất tetrazol silan trong đó m là 1; hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (IVb) (sau đây cũng có thể được gọi là hợp chất tetrazol silan (IVb)) là hợp chất tetrazol silan trong đó m là 2; và hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (IVc) (sau đây cũng có thể được gọi là hợp chất tetrazol silan (IVc)) là hợp chất tetrazol silan trong đó m là 3.

Các hợp chất tetrazol silan (IVa) đến (IVc) là các loại hợp chất được sinh ra bởi sự thủy phân của hợp chất tetrazol silan (I) có mặt trong dung dịch xử lý bề mặt, và cũng

như hợp chất tetrazol silan (I) là trialkoxy, chúng phù hợp làm thành phần của tác nhân liên kết silan. Ngoài ra, các hợp chất tetrazol silan (IVa) đến (IVc) có thể được sử dụng sau khi chiết tách từ dung dịch xử lý bề mặt bằng cách, ví dụ, loại bỏ các thành phần bay hơi ra khỏi dung dịch xử lý bề mặt.

Theo thực tiễn của sáng chế, ưu tiên sử dụng hợp chất tetrazol silan (I) làm nguyên liệu thô để điều chế dung dịch xử lý bề mặt.

Các ví dụ về hợp chất tetrazol silan (I) là như được mô tả ở trên.

Dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế có thể được điều chế bằng cách trộn hợp chất tetrazol silan (I) theo sáng chế được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) nêu trên với dung môi hữu cơ hoặc hợp chất tetrazol silan (I) với tác nhân hòa tan và nước. Các ví dụ về tác nhân hòa tan bao gồm axit, kiềm và dung môi hữu cơ. Một loại trong số các tác nhân hòa tan này có thể được sử dụng riêng lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại trong số chúng có thể được sử dụng theo dạng kết hợp.

Như với phương pháp điều chế của dung dịch xử lý bề mặt trong trường hợp mà tác nhân hòa tan và nước được sử dụng, tác nhân hòa tan có thể được bổ sung sau khi trộn hợp chất tetrazol silan với nước, dung dịch trộn lẫn của nước và tác nhân hòa tan có thể được trộn và được bổ sung vào hợp chất tetrazol silan, hoặc nước có thể được bổ sung sau khi trộn hợp chất tetrazol silan với tác nhân hòa tan.

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

Các ví dụ về axit bao gồm: axit khoáng như axit clohydric, axit sulfuric và axit nitric; axit hữu cơ như axit formic, axit axetic, axit propionic, axit butyric, axit 2-ethylbutyric, axit valeric, axit caproic, axit enanthic, axit caprylic, axit pelargonic, axit capric, axit lauric, axit myristic, axit palmitic, axit margaric, axit oleic, axit stearic, axit glycolic, axit lactic, axit gluconic, axit glyxeric, axit malonic, axit succinic, axit levulinic, axit benzoic, axit oxalic, axit tartaric, axit malic, và axit amin; và các axit tương tự khác. Một loại trong số các axit này có thể được sử dụng riêng lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại trong số chúng có thể được sử dụng theo dạng kết hợp.

Các ví dụ về kiềm bao gồm: hydroxit của kim loại kiềm, như natri hydroxit và kali hydroxit; amin như amoniac, metylamin, dimetylamin, trimetylamin, etylamin,

dietylamin, trietylamin, propylamin, isopropylamin, butylamin, pentylamin, hexylamin, heptylamin, octylamin, nonylamin, allylamin, etylendiamin, dietyltriemin, trietylentetramin, monoetanolamin, dietanolamin, trietanolamin, monopropanolamin, dipropanolamin, tripropanolamin, monoisopropanolamin, diisopropanolamin, triisopropanolamin, 2-amin-1-propanol, N,N-dimetyletanolamin, xyclohexylamin, anilin, pyrrolidin, piperidin, piperazin, và pyridin; và các bazơ tương tự khác. Một loại trong số các kiềm này có thể được sử dụng riêng lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại trong số chúng có thể được sử dụng theo dạng kết hợp.

Các ví dụ về dung môi hữu cơ bao gồm: metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol, butanol, rượu tert-butyl, etylen glycol, propylen glycol, 1,4-butanediol, glyxerin, dietylen glycol, trietylen glycol, etylen glycol monometyl ete, etylen glycol dimetyl ete, etylen glycol monoetyl ete, etylen glycol dietyl ete, etylen glycol monobutyl ete, propylen glycol monometyl ete, propylen glycol monoetyl ete, propylen glycol monobutyl ete, dietylen glycol monometyl ete, dietylen glycol dimetyl ete, dietylen glycol monoete ete, dietylen glycol dietyl ete, dietylen glycol monobutyl ete, trietylen glycol dimetyl ete, trietylen glycol dietyl ete, rượu tetrahydrofurfuryl, rượu furfuryl, axeton, tetrahydrofuran, dioxan, axetonitril, 2-pyrrolidon, formamid, dimetylformamid, dimetylaxetamid, dimetyl sulfoxit, sulfolan, dimetyl cacbonat, etylen cacbonat, N-metylpyrrolidon, γ -butyrolacton, 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon, và các dung môi hữu cơ tương tự khác. Một loại trong số các dung môi hữu cơ này có thể được sử dụng riêng lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại trong số chúng có thể được sử dụng theo dạng kết hợp.

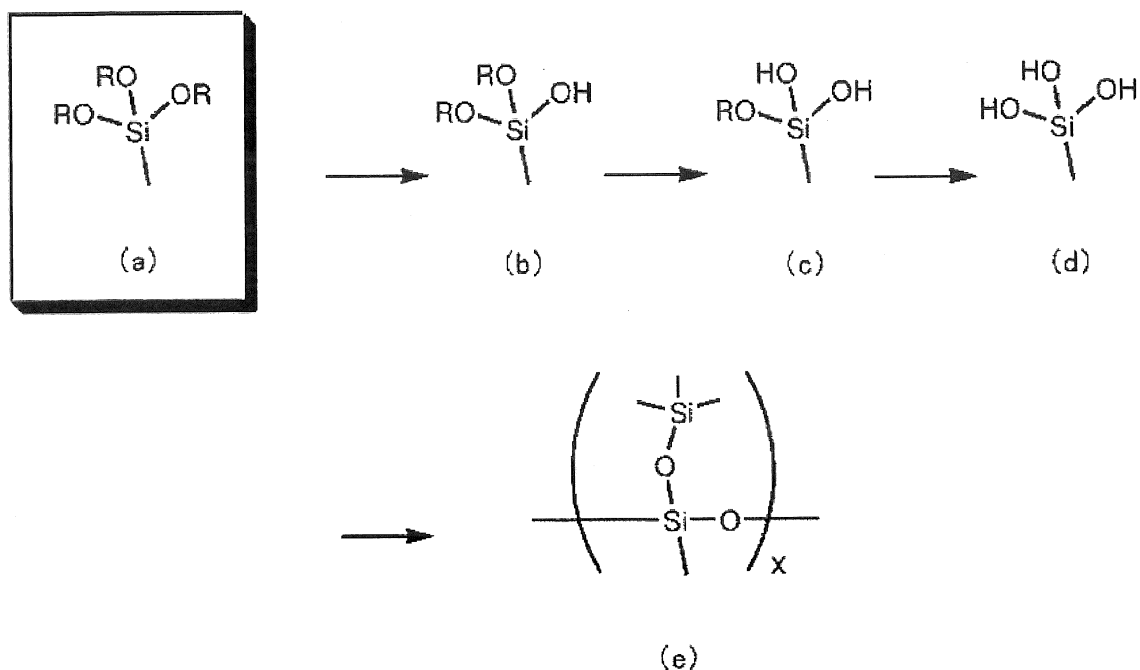
Hàm lượng của tác nhân hòa tan tốt hơn là từ 0,1 đến 50% theo khối lượng trong dung dịch xử lý bề mặt. Trong trường hợp mà hàm lượng của tác nhân hòa tan là 0,1% theo khối lượng hoặc nhiều hơn, hoạt động tăng cường độ hòa tan của hợp chất tetrazol silan trong dung dịch xử lý bề mặt là rất đáng chú ý. Hơn nữa, vì vượt quá 50% theo khối lượng là không kinh tế, tốt hơn là lấy 50% theo khối lượng làm giới hạn trên. Hàm lượng của tác nhân hòa tan tốt hơn nữa là 0,5% theo khối lượng hoặc nhiều hơn và còn tốt hơn là 1% theo khối lượng hoặc nhiều hơn, và tốt hơn nữa là 30% theo khối lượng hoặc ít hơn và còn tốt hơn nữa là 15% theo khối lượng hoặc ít hơn, trong dung dịch xử lý bề mặt.

Sự thủy phân hợp chất tetrazol silan

Hợp chất tetrazol silan (I) theo sáng chế bị thủy phân khi được cho tiếp xúc với nước như được mô tả ở trên, và phương án thủy phân được thể hiện trong sơ đồ (B).

Sơ đồ (B) biểu thị phương án trong đó nhóm silyl được bao gồm trong các hợp chất tetrazol silan (I), (IVa) và (IVb) bị thủy phân, nghĩa là, phương án mà nhóm trialkoxysilyl được thay đổi tăng dần thành nhóm dialkoxyhydroxysilyl, nhóm dihydroxyalkoxysilyl, và nhóm trihydroxysilyl.

Sơ đồ (B)



Nói chung, điều được biết đến là chất có nhóm alkoxysilyl trong phân tử của nó đóng vai trò làm tác nhân liên kết silan.

Ví dụ, khi liên kết giữa đồng và vật liệu nhựa được trích dẫn làm ví dụ, hợp chất tetrazol silan được sử dụng theo thực tiễn của sáng chế có vòng tetrazol và nhóm alkoxysilyl (-Si-OR) trong phân tử của chúng và vòng tetrazol tương tác với nhựa và đồng để tạo ra liên kết hóa học.

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

Do đó, khi dung dịch xử lý bề mặt được cho tiếp xúc với đồng, màng hóa học được bắt nguồn từ hợp chất tetrazol silan (IV) được tạo ra do liên kết của vòng tetrazol

và nhóm hydroxysilyl trên bề mặt của đồng. Và trong trường hợp mà lớp nhựa được bao gồm vật liệu nhựa được tạo ra trên bề mặt của màng hóa học, tính chất liên kết giữa đồng và vật liệu nhựa có thể được tăng cường so với trường hợp tạo trực tiếp lớp nhựa trên bề mặt của đồng.

Theo thực tiễn của sáng chế, nồng độ của hợp chất tetrazol silan (IV) trong dung dịch xử lý bề mặt tốt hơn là từ 0,001 đến 10% theo khối lượng, và tốt hơn nữa là từ 0,01 đến 5% theo khối lượng, được tính theo nồng độ của hợp chất tetrazol silan (I) mà là trialkoxy.

Trong trường hợp mà nồng độ nhỏ hơn 0,001% theo khối lượng, hiệu quả cải thiện tính chất liên kết là không đủ, ngược lại trong trường hợp mà nồng độ vượt quá 10% theo khối lượng, hiệu quả cải thiện tính chất liên kết trở nên gần như bình ổn và sẽ không kinh tế khi tăng tiếp lượng hợp chất tetrazol silan được sử dụng.

Các hợp chất tetrazol silan (IVa) đến (IVc) có nhóm hydroxysilyl, được sinh ra trong dung dịch xử lý bề mặt phản ứng dần với nhau để gây ra sự ngưng tụ tách nước, và các nhóm hydroxysilyl tạo ra liên kết siloxan (Si-O-Si) (xem sơ đồ (B)), bằng cách đó được chuyển hóa thành oligomer silan tan được trong nước cứng (hợp chất tetrazol silan có nhóm được biểu diễn bởi công thức hóa học (e) trong sơ đồ (B)). Ngẫu nhiên, X của nhóm được biểu diễn bởi công thức hóa học (e) là số nguyên biểu thị các số lượng đơn vị lặp lại.

Khi lượng oligomer silan được sinh ra trong dung dịch xử lý bề mặt trở nên lớn, có khả năng là các vật chất không tan kết tủa (dung dịch xử lý trở nên trắng đục) và bám dính vào thùng xử lý, các ống được kết nối với thùng xử lý, và các cảm biến mà được nhúng trong dung dịch xử lý và phát hiện ra mức nhiệt độ và mức chất lỏng của dung dịch xử lý, từ đó ức chế sự xử lý bề mặt nữa.

Để tránh điều này, khi điều chế dung dịch xử lý bề mặt, ưu tiên kết hợp dung môi hữu cơ vào trong dung dịch xử lý bề mặt, làm tác nhân hòa tan cho oligomer silan tan được trong nước cứng. Ngoài ra, khi điều chế dung dịch xử lý bề mặt, tốt hơn là axit hoặc kiềm được kết hợp để tăng tốc độ hòa tan hợp chất tetrazol silan. Ngẫu nhiên, vì dung môi hữu cơ cũng có chức năng làm tăng cường độ hòa tan của hợp chất tetrazol silan, tốt hơn là kết hợp ít nhất là một loại dung môi được chọn từ nhóm gồm có axit,

kiềm và dung môi hữu cơ làm tác nhân hòa tan vào trong dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế.

Tương tự, chất mà tạo ra ion halogen như ion clo, ion brom hoặc ion iod hoặc ion kim loại như ion đồng, ion sắt hoặc ion kẽm có thể được sử dụng để cải thiện độ ổn định của dung dịch xử lý bề mặt và độ đồng nhất của màng hóa học.

Ngoài ra, tác nhân liên kết đã biết có thể được sử dụng theo dạng kết hợp chỉ cần hiệu quả của sáng chế không bị suy giảm. Các ví dụ về tác nhân liên kết đã biết bao gồm tác nhân liên kết silan có nhóm thiol (nhóm mercapto), nhóm vinyl, nhóm epoxy, nhóm (met)acryl, nhóm amin, hoặc nhóm clopropyl. Ở đây, (met)acryl nghĩa là acryl hoặc metacryl.

Các ví dụ về tác nhân liên kết silan bao gồm:

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

hợp chất vinylsilan như vinyltriclosilan, vinyltrimetoxysilan và vinyltriethoxysilan;

hợp chất styrylsilan như p-styryltrimetoxysilan;

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

hợp chất acryloxysilan như 3-acryloxypropyltrimetoxysilan;

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

hợp chất aminsilan như N-2-(aminetyl)-3-aminpropylmetyldimetoxysilan, N-2-(aminetyl)-3-aminpropyltrimetoxysilan, N-2-(aminetyl)-3-aminpropyltriethoxysilan, 3-aminpropyltrimetoxysilan, 3-aminpropyltriethoxysilan, 3-triethoxysilyl-N-(1,3-dimetylbutylidene)propylamin, N-phenyl-3-aminpropyltrimetoxysilan, và N-(vinylbenzyl)-2-aminetyl-3-aminpropyltrimetoxysilan;

hợp chất ureidosilan như 3-ureidopropyltriethoxysilan;

hợp chất clopropylsilan như 3-clopropyltrimetoxysilan;

hợp chất sulfua silan như bis(trietoxysilylpropyl) tetrasulfua;

hợp chất isoxyanatosilan như 3-isoxyanatopropyltrietoxysilan; và các hợp chất tương tự khác.

Ngoài ra, tác nhân liên kết nhôm, tác nhân liên kết titan, tác nhân liên kết zircon, và các tác nhân tương tự khác cũng có thể được lấy làm ví dụ.

Phương pháp xử lý

Phương pháp cho dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế tiếp xúc với bề mặt của vật liệu nên không bị giới hạn cụ thể, và các biện pháp như phun, nhúng hoặc phủ có thể được áp dụng theo cách giống như trong trường hợp tác nhân liên kết silan được mô tả ở trên.

Thời gian (thời gian xử lý) để cho dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với vật liệu nên tốt hơn là từ 1 giây đến 10 phút và tốt hơn nữa là từ 5 giây đến 3 phút. Trong trường hợp mà thời gian xử lý ngắn hơn 1 giây, chiều dày màng của màng hóa học được tạo ra trên bề mặt của vật liệu nên là mỏng và không thể thu được đủ lực liên kết giữa các vật liệu khác nhau về chất lượng của vật liệu, ngược lại thậm chí trong trường hợp mà thời gian dài hơn 10 phút, không có sự khác biệt đáng kể về chiều dày màng của màng hóa học được quan sát thấy và không thể kỳ vọng sự cải thiện hơn nữa về tính chất liên kết.

Ngoài ra, nhiệt độ của dung dịch xử lý bề mặt khi cho dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với bề mặt của vật liệu nên tốt hơn là từ 5 đến 50°C, và nó có thể được thiết lập thích hợp phụ thuộc vào mối quan hệ với thời gian xử lý được mô tả ở trên.

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

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

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

Theo sáng chế, bề mặt của màng hóa học có thể được biến đổi bằng cách xử lý màng hóa học đã khô với plasma, laze, chùm ion, ozon, làm nóng, làm ẩm, hoặc biện pháp tương tự khác. Ngoài ra, bề mặt của kim loại có thể được làm sạch để nhằm mục đích loại bỏ dư lượng nhựa/ion, bằng cách sử dụng plasma, laze, chùm ion, đánh bóng cơ học như bàn chải đá bọt, hoặc xử lý với máy doa hoặc các biện pháp tương tự khác.

Trước khi cho dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng (sau đây, cả hai có thể được gọi đơn giản là đồng), ít nhất là một quá trình xử lý sơ bộ được chọn từ xử lý tẩy bằng axit, xử lý kiềm, xử lý nhám, xử lý chịu nhiệt, xử lý ngăn gỉ, và xử lý chuyển đổi hóa học có thể được thực hiện trên bề mặt của đồng.

Xử lý tẩy bằng axit được thực hiện để loại bỏ thành phần dầu bị dính vào bề mặt của đồng và để loại bỏ màng oxit trên bề mặt của đồng. Đối với xử lý tẩy bằng axit này, có thể sử dụng các dung dịch như dung dịch axit clohydric, dung dịch axit sulfuric, dung dịch axit nitric, dung dịch axit sulfuric-hydro peroxit, dung dịch axit hữu cơ, dung dịch axit vô cơ-dung môi hữu cơ, và dung dịch axit hữu cơ-dung môi hữu cơ.

Xử lý kiềm được thực hiện để loại bỏ các thành phần chất béo và dầu bị dính vào bề mặt của đồng và để loại bỏ phần còn sót lại của bước trước đó (ví dụ, màng can khô để tạo ra mạch đồng). Đối với xử lý kiềm này, có thể sử dụng các dung dịch như dung dịch nước hoặc dung môi hữu cơ dung dịch, chứa kim loại kiềm hydroxit như natri hydroxit hoặc kali hydroxit, amin như amoniac, etanolamin, monopropylamin, hoặc tetrametylamin hydroxit, natri cacbonat, natri hydro cacbonat, kali cacbonat, kali hydro cacbonat, amoni cacbonat, amoni hydro cacbonat, natri axetat, kali axetat, natri photphat, dinatri hydro photphat, kali photphat, dikali hydro photphat, hoặc các chất tương tự khác.

Xử lý nhám được thực hiện để tăng cường tính chất liên kết giữa đồng và nhựa do hiệu ứng neo, và bề mặt của đồng được tạo ra với hình dạng không đều, nhờ đó tính chất bám dính giữa đồng và vật liệu nhựa có thể được tăng cường. Trong xử lý nhám này, có thể sử dụng các phương pháp như phương pháp vi khắc, phương pháp mạ điện, phương pháp mạ không điện cực, phương pháp oxi hóa (oxit đen, oxit nâu), phương pháp oxy hóa/khử, phương pháp đánh bóng bằng chổi, và phương pháp làm sạch bằng phun phản lực.

Theo phương pháp vi khắc, ví dụ, có thể sử dụng tác nhân khắc axit hữu cơ-ion đồng, tác nhân khắc axit sulfuric-hydro peroxit, tác nhân khắc pesulfat, tác nhân khắc đồng clorua, và tác nhân khắc sắt clorua. Theo phương pháp mạ điện, sự không đồng đều được tạo ra trên bề mặt của đồng bằng cách lắng đọng các hạt đồng mịn trên bề mặt của đồng.

Trong xử lý chịu nhiệt, ít nhất là màng được chọn từ niken, niken-phospho, kẽm, kẽm-niken, đồng-kẽm, đồng-niken, đồng-niken-coban, và niken-coban được tạo ra trên bề mặt của đồng. Sự hình thành màng này có thể được thực hiện bằng cách sử dụng phương pháp đã biết bằng cách mạ điện, nhưng nó không bị giới hạn ở mạ điện, và không có vấn đề ngay cả khi nếu sử dụng biện pháp bay hơi lắng đọng hoặc các biện pháp khác.

Xử lý ngăn gỉ sét được thực hiện để ngăn chặn sự ăn mòn oxy hóa của bề mặt của đồng, và có thể sử dụng phương pháp tạo ra màng mạ kẽm hoặc chế phẩm hợp kim kẽm hoặc màng mạ cromat điện phân trên bề mặt của đồng. Hơn nữa, dung dịch xử lý chứa chất ức chế gỉ hợp chất hữu cơ như chất ức chế gỉ benzotriazol có thể được cho tiếp xúc với bề mặt của đồng.

Trong xử lý chuyển đổi hóa học, có thể sử dụng phương pháp tạo ra màng thiếc thụ động hoặc phương pháp tạo ra màng đồng oxit thụ động.

Trước khi cho dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế tiếp xúc với bề mặt của đồng, dung dịch nước chứa ion đồng có thể được cho tiếp xúc với bề mặt của đồng. Dung dịch nước chứa ion đồng có chức năng làm cho độ dày của màng hóa học được tạo ra đồng đều trên bề mặt của đồng.

Nguồn ion đồng trong dung dịch nước chứa ion đồng không bị giới hạn cụ thể chỉ cần nó là muối đồng tan được trong nước, và các ví dụ về các muối này bao gồm muối đồng như đồng sulfat, đồng nitrat, đồng clorua, đồng format, và đồng axetat. Để hòa tan muối đồng trong nước, amoniac, axit clohydric hoặc các chất tương tự khác có thể được bổ sung.

Sau khi cho dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế tiếp xúc với bề mặt của đồng, dung dịch nước có tính axit hoặc dung dịch nước có tính kiềm có thể được cho tiếp xúc với bề mặt của đồng. Tương tự như dung dịch nước chứa ion đồng được mô tả ở trên,

dung dịch nước có tính axit và dung dịch nước có tính kiềm cũng có chức năng tạo độ dày của màng hóa học được tạo ra trên bề mặt của đồng đồng đều.

Dung dịch nước có tính axit và dung dịch nước có tính kiềm không bị giới hạn cụ thể. Các ví dụ về dung dịch nước có tính axit bao gồm: dung dịch nước chứa axit khoáng như axit sulfuric, axit nitric hoặc axit clohydric; dung dịch nước chứa axit hữu cơ như formic, axit axetic, axit lactic, axit glycolic, axit hoặc axit amin; và các axit tương tự khác. Các ví dụ về dung dịch nước có tính kiềm bao gồm: dung dịch nước chứa kim loại kiềm hydroxit như natri hydroxit hoặc kali hydroxit, amin như amoniac, etanolamin, monopropylamin, hoặc tetrametylamin hydroxit, natri cacbonat, natri hydro cacbonat, kali cacbonat, kali hydro cacbonat, amoni cacbonat, amoni hydro cacbonat, natri axetat, kali axetat, natri photphat, dinatri hydro photphat, kali photphat, và dikali hydro photphat.

Trước khi cho dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế tiếp xúc với bề mặt của đồng, dung dịch nước chứa tác nhân liên kết đã biết có thể được cho tiếp xúc với bề mặt của đồng.

Sau khi dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế được cho tiếp xúc với bề mặt của đồng, dung dịch nước chứa tác nhân liên kết đã biết có thể được cho tiếp xúc với bề mặt của đồng.

Sau khi dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế được cho tiếp xúc với bề mặt của đồng, ví dụ, dung dịch xử lý chứa chất ức chế gỉ hợp chất hữu cơ đã biết như chất ức chế gỉ benzotriazol có thể được cho tiếp xúc với bề mặt của đồng này.

Dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế có thể được sử dụng để xử lý bề mặt của ít nhất là một vật liệu nền được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa được mô tả ở trên. Trong trường hợp mà bề mặt của vật liệu nền được xử lý bằng cách sử dụng dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế, màng hóa học được tạo ra trên bề mặt của vật liệu nền và từ đó tính chất liên kết với các vật liệu khác có thể được tăng cường.

Theo sáng chế, hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa được mô tả ở trên có thể được liên kết bằng cách sử dụng dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế. Trong trường hợp mà hai vật liệu được liên kết với nhau thông qua lớp màng hóa học được tạo ra bởi dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế, ái lực tương

hỗ có thể được tăng cường, vì vậy ngay cả với các vật liệu khác nhau về chất lượng vật liệu có thể được liên kết với nhau vững chắc hơn.

Phương pháp liên kết

Hai vật liệu được chọn từ kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa được mô tả ở trên có thể được liên kết với nhau bằng cách sử dụng dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế. Trong trường hợp mà hai vật liệu được liên kết với nhau thông qua màng được tạo ra bởi dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế, ái lực tương hỗ có thể được tăng cường, vì vậy ngay cả với vật liệu khác nhau về chất lượng vật liệu có thể được liên kết với nhau một cách vững chắc hơn. Độ dày của màng tốt hơn là từ 0,0001 đến 1 μm , và tốt hơn nữa là từ 0,001 đến 0,5 μm .

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

Ngoài ra, có thể đề cập đến phương pháp trong đó dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế được cho tiếp xúc với các bề mặt của hai vật liệu nên được chọn từ kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học trên mỗi bề mặt của hai vật liệu nền, và hai vật liệu nền được liên kết với nhau bằng cách sử dụng các biện pháp như phủ, liên kết bằng áp lực hoặc trộn, bằng cách sử dụng chất dính hoặc (màng) tấm dính, hoặc bằng cách kết hợp các biện pháp này.

Bằng cách sử dụng dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế, hai vật liệu, cụ thể, hai vật liệu khác nhau về chất lượng của vật liệu như được mô tả ở trên, có thể được liên kết với nhau, vì vậy nó có thể được sử dụng một cách phù hợp trong các linh kiện điện hoặc điện tử khác nhau và các thiết bị điện tử như lát bán dẫn hoặc bảng nối dây mạch in.

Theo sáng chế, dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế có thể được sử dụng một cách phù hợp cho vật liệu nền làm bằng kim loại, cụ thể là, đồng hoặc hợp kim đồng. Ví dụ, nó phù hợp cho việc xử lý bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng để nhằm mục

đích tăng cường tính chất liên kết (tính chất bám dính) giữa mạch đồng (lớp dây đồng) và lớp cán hàn hoặc prepreg được hóa rắn hoặc bán hóa rắn hoặc màng cán khô được hóa rắn hoặc bán hóa rắn (lớp nhựa cách điện), và tính chất liên kết giữa lớp dây đồng và lớp nhựa cách điện có thể được tăng cường trong bảng nối dây mạch in có lớp nhựa cách điện liền kề với lớp dây đồng.

Theo ví dụ sáng chế, trong lát bán dẫn, việc xử lý bề mặt của mạch bán dẫn là thích hợp để nhằm mục đích tăng cường tính chất liên kết (tính chất bám dính) giữa mạch bán dẫn được tạo ra trên lát bán dẫn và màng bảo vệ, ví dụ, màng bảo vệ cách điện như màng bảo vệ bi lỗi hoặc lớp phủ chất đệm cảm quang dương, cảm quang âm hoặc không cảm quang.

Ngoài ra, nó cũng phù hợp, ở đế bao gói (WL-CSP) trong đó lớp tái phân phối được tạo ra ở trên lát bán dẫn, để xử lý bề mặt của lớp tái phân phối mạch đồng để nhằm mục đích tăng cường tính chất liên kết (tính chất bám dính) giữa lớp phân phối lại mạch đồng và vật liệu cách điện.

Hơn nữa, nó cũng phù hợp cho việc xử lý bề mặt của mạch bán dẫn để nhằm mục đích tăng cường tính chất liên kết (tính chất bám dính) giữa kim loại mạch được tạo ra trên lát bán dẫn như IC, AP, NAND, DRAM, MCP, SiP, và MEMS hoặc trên bảng nối dây mạch in và vật liệu cách điện, ví dụ, vật liệu làm kín như chất làm kín để đúc ép chuyển như hợp chất đúc epoxy (EMC-epoxy molding compound) và chất làm kín để đúc ép, vật liệu làm đầy dưới mức- nhựa hóa rắn được dạng lỏng để làm đầy các khoảng trống giữa các bi lỗi như các bi hàn khi gắn chip dạng lật ở trên bảng mạch in hoặc nền bao gói, như làm đầy dưới mức khuôn (MUF-mold underfill), làm đầy dưới mức ống mao dẫn (CUF-capillary underfill), chất dính không dẫn điện (NCP), và màng không dẫn điện (NCF-non-conductive adhesive), hoặc hồ bột liên kết chip trần (DBP-die bond paste).

Ngoài ra, nó cũng phù hợp cho hồ bột dẫn điện, vật liệu gắn kết chip trần, vật liệu gắn chip bán dẫn, chất dính không dẫn điện, chất làm kín tinh thể lỏng, vật liệu hiển thị, chất phản xạ, sơn, chất dính, véc-ni, chất đàn hồi, mực, sáp, hoặc chất làm kín.

Các ví dụ về màng bảo vệ và vật liệu cách điện bao gồm nhựa epoxy, nhựa polyimid, nhựa polybenzoxazol, và nhựa silicon.

Bảng nối dây mạch in có thể được tạo ra bằng cách cho dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế tiếp xúc với bề mặt của dây đồng, sau đó rửa với nước và làm khô, và sau đó tạo lớp nhựa cách điện trên bề mặt của dây đồng. Phương pháp tiếp xúc là giống như được đề cập ở trên, và phương pháp nhúng dây đồng trong dung dịch xử lý bề mặt, phun dung dịch xử lý vào dây đồng và các phương pháp tương tự khác được ưu tiên bởi vì tính đơn giản và tính chắc chắn.

Ngoài ra, phương pháp rửa với nước không bị giới hạn cụ thể, và phương pháp nhúng dây đồng trong nước rửa hoặc phun nước rửa vào bề mặt dây đồng được ưu tiên bởi vì tính đơn giản và tính chắc chắn.

Đối với sự tạo ra lớp nhựa cách điện, phương pháp đã biết, ví dụ, phương pháp dính vật liệu nhựa được bán hóa rắn hoặc biện pháp phủ vật liệu nhựa lỏng chứa dung môi có thể được dùng. Sau đó, lỗ via được tạo ra để dẫn các dây phía trên và phía dưới. Bằng cách lặp lại quá trình này, bảng nối dây mạch in nhiều lớp có thể được tạo ra.

Theo phương pháp tạo mạch của bảng nối dây mạch in được mô tả ở trên, ví dụ về phương pháp bán bổ sung mà sử dụng dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế sẽ được mô tả dưới đây.

Theo phương pháp tạo nền mạch bao gồm ít nhất là một hoặc nhiều bước sau:

(a) bước chuẩn bị nền cách điện có lớp dẫn điện thứ nhất trên bề mặt thứ nhất của nền cách điện hoặc nền cách điện có lỗ xuyên và lỗ via, trên bề mặt thứ hai đối diện với bề mặt thứ nhất, và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via;

(b) bước tạo ra lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng và lớp chắn trên bề mặt thứ nhất và bề mặt thứ hai để phủ lớp dẫn điện thứ nhất trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via với lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng và lớp chắn;

(c) bước rọi sáng tạo mẫu hình cho lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và ở lân cận lỗ xuyên và lỗ via;

(d) bước loại bỏ lớp chắn trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và ở lân cận của lỗ xuyên và lỗ via;

(e) bước hiện hình và loại bỏ lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng không được hóa rắn ở trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và ở lân cận của lỗ xuyên

và lỗ via bằng cách sử dụng dung dịch loại bỏ lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng để phơi sáng lớp dẫn điện thứ nhất trên bề mặt thứ nhất, lớp dẫn điện thứ nhất trên bề mặt thứ hai và lớp dẫn điện thứ nhất ở lân cận của lỗ xuyên và lỗ via;

(f) bước tạo ra lớp dẫn điện thứ hai ở trên lớp dẫn điện thứ nhất được phơi sáng trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via bằng xử lý mạ điện phân;

(g) bước loại bỏ lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng được hóa rắn ở trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và ở lân cận của lỗ xuyên và lỗ via, để phơi sáng các lớp dẫn điện thứ nhất và thứ hai trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via;

(h) bước loại bỏ lớp dẫn điện được phơi sáng thứ nhất bằng cách khắc nhanh;

(i) bước tạo ra lớp dẫn điện thứ ba on các lớp dẫn điện thứ nhất và thứ hai trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via bằng xử lý mạ không điện cực và mạ điện phân; và

(j) bước làm mỏng lớp nhựa cách điện trên các lớp dẫn điện thứ nhất, thứ hai và thứ ba trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via,

dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế được cho tiếp xúc với ít nhất một hoặc nhiều lớp kim loại hoặc lớp cản trong số các lớp dẫn điện thứ nhất, thứ hai và thứ ba trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via, nền nhựa cách điện, các lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng được sử dụng trong lớp chống khắc và lớp chống mạ, và lớp mỏng nhựa cách điện, để từ đó tạo ra bảng nối dây mạch in.

Hơn nữa, theo phương pháp tạo mạch của bảng nối dây mạch in được mô tả ở trên, ví dụ về phương pháp trừ mà sử dụng dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế sẽ được mô tả dưới đây.

Theo phương pháp tạo ra nền mạch bao gồm ít nhất là một hoặc nhiều bước sau:

(a) bước chuẩn bị nền cách điện có lớp dẫn điện thứ nhất trên bề mặt thứ nhất của nền cách điện hoặc của nền cách điện có lỗ xuyên và lỗ via, trên bề mặt thứ hai đối diện với bề mặt thứ nhất, và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via;

(b) bước tạo ra lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng và lớp chắn trên bề mặt thứ nhất và bề mặt thứ hai để che phủ lớp dẫn điện thứ nhất trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via với lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng và lớp chắn;

(c) bước rọi sáng tạo mẫu hình cho lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và ở lân cận của lỗ xuyên và lỗ via;

(d) bước loại bỏ lớp chắn trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và ở lân cận của lỗ xuyên và lỗ via;

(e) bước hiện hình và loại bỏ lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng không được hóa rắn trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và ở lân cận của lỗ xuyên và lỗ via bằng cách sử dụng dung dịch loại bỏ lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng để phơi sáng lớp dẫn điện thứ nhất trên bề mặt thứ nhất, lớp dẫn điện thứ nhất trên bề mặt thứ hai và lớp dẫn điện thứ nhất ở lân cận của lỗ xuyên và lỗ via;

(f) bước khắc và loại bỏ lớp dẫn điện thứ nhất được phơi sáng trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via;

(g) bước loại bỏ lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng hóa rắn ở trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và ở lân cận của lỗ xuyên và lỗ via, để phơi sáng các lớp dẫn điện thứ nhất và thứ hai trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via;

(h) bước tạo ra lớp dẫn điện thứ ba ở trên các lớp dẫn điện thứ nhất và thứ hai trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via bằng xử lý mạ không điện cực và mạ điện phân; và

(i) bước làm mỏng lớp nhựa cách điện trên các lớp dẫn điện thứ nhất, thứ hai và thứ ba trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via,

dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế được cho tiếp xúc với ít nhất là một hoặc nhiều lớp kim loại hoặc các lớp chống trong số các lớp dẫn điện thứ nhất, thứ hai và thứ ba trên bề mặt thứ nhất, trên bề mặt thứ hai và trên các thành trong của lỗ xuyên và lỗ via, nền nhựa cách điện, các lớp nhựa có thể tạo liên kết ngang nhờ ánh sáng được sử

dụng trong lớp chống khắc và lớp chống mạ, và lớp mỏng nhựa cách điện, để từ đó tạo ra bảng nối dây mạch in.

Dây đồng và các lớp dẫn điện có thể được tạo ra theo phương pháp bất kỳ như phương pháp mạ không điện cực, phương pháp mạ điện phân, phương pháp bay hơi lắng đọng, phương pháp phun xạ, hoặc phương pháp nạm, và có thể chứa lỗ via trong, lỗ xuyên, cực kết nối hoặc các chi tiết tương tự khác.

"Đồng" theo sáng chế là đồng được sử dụng theo cách sử dụng và ở dạng, như lá (lá đồng điện phân, lá đồng cuộn, lá đồng được gắn nhựa, lá đồng được gắn chất mang, lá đồng vô điện, lá đồng được phun xạ, hoặc lá đồng mỏng), màng mạ (màng mạ đồng không điện hoặc màng mạ đồng điện phân), màng mỏng được tạo ra bởi phương pháp bay hơi lắng đọng, phương pháp phun xạ, phương pháp nạm hoặc các phương pháp tương tự khác, hạt, kim, sợi, dây, thanh, ống, tấm, hoặc các dạng tương tự khác, which được sử dụng trong các thiết bị điện tử như bảng nối dây mạch in và khung dẫn điện, đồ trang trí, vật liệu xây dựng, hoặc các vật liệu tương tự khác. Trong trường hợp dây đồng hiện nay mà thông qua đó các dòng tín hiệu điện cao tần, ưu tiên bề mặt của đồng là bề mặt nhẵn có độ nhám trung bình là 0,1 μm hoặc ít hơn. Bề mặt của đồng có thể được mạ với niken, kẽm, crom, thiếc, hoặc chất tương tự như xử lý sơ bộ.

Hơn nữa, lá đồng được gắn chất mang cần được xử lý với dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế là lá đồng điện phân siêu mỏng được sử dụng cho bảng nối dây mạch in bao gồm bước tạo ra mạch bằng phương pháp bất kỳ trong số các phương pháp phương pháp bán bổ sung, phương pháp trừ, phương pháp bổ sung một phần, và phương pháp bán bổ sung biến đổi, và chứa chất mang lá đồng, lớp tróc được làm mỏng ở trên chất mang lá đồng, và lớp đồng siêu mỏng được làm mỏng ở trên lớp tróc. Bề mặt của đồng có thể được trải qua ít nhất là một quá trình xử lý sơ bộ được chọn từ nhóm gồm có xử lý tẩy bằng axit, xử lý kiềm, xử lý nhám, xử lý chịu nhiệt, xử lý ngăn gỉ, và xử lý chuyển đổi hóa học.

Chế phẩm cách điện

Chế phẩm cách điện có thể được tạo ra bằng cách kết hợp tác nhân liên kết silan theo sáng chế vào trong vật liệu nhựa hoặc vật liệu vô cơ.

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

Hàm lượng của hợp chất tetrazol silan (IV) trong chế phẩm cách điện tốt hơn là từ 0,001 đến 10% theo khối lượng, và tốt hơn nữa là từ 0,01 đến 5% theo khối lượng. Trong trường hợp mà hàm lượng của hợp chất tetrazol silan (IV) nhỏ hơn 0,001% theo khối lượng trong chế phẩm cách điện, hiệu quả cải thiện tính chất liên kết là không đủ, ngược lại trong trường hợp mà nồng độ vượt quá 10% theo khối lượng, hiệu quả cải thiện tính chất liên kết trở nên gần như bình ổn và sẽ không kinh tế khi tăng tiếp lượng hợp chất tetrazol silan (IV) được sử dụng.

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

Chế phẩm cách điện theo sáng chế tạo ra vật liệu cách điện có độ bền liên kết cao vì vậy nó có thể được sử dụng một cách phù hợp trong các linh kiện điện hoặc điện tử khác nhau và các thiết bị điện tử như bảng nối dây mạch in.

Tài liệu JP-A-2009-19266 bộc lộ sáng chế đề cập đến phương pháp tạo màng tác nhân liên kết silan, mà bao gồm bước phủ chất lỏng chứa tác nhân liên kết silan lên bề mặt của kim loại, bước việc làm khô bề mặt của kim loại được phủ với chất lỏng ở nhiệt độ từ 25 đến 150°C trong 5 phút hoặc trong thời gian ngắn hơn, và bước rửa bề mặt của kim loại đã khô với nước.

Ngoài ra, điều được mô tả là ở trên bề mặt của kim loại, lớp kim loại bám dính, như thiếc, có thể được tạo ra với dung dịch mạ nhúng, với vai trò là quá trình xử lý bề mặt trước.

Dung dịch xử lý bề mặt theo sáng chế có thể được sử dụng như chất lỏng chứa tác nhân liên kết silan được mô tả ở trên. Các nội dung được mô tả trong công bố sáng chế được kết hợp bởi sự viện dẫn với vai trò như một phần của bản mô tả này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả cụ thể là với sự tham chiếu đến các ví dụ (các thử nghiệm tổng hợp, các thử nghiệm đánh giá) và các ví dụ so sánh (các thử nghiệm đánh giá), nhưng sáng chế nên được hiểu là không bị giới hạn ở những ví dụ này.

Các hợp chất tetrazol và các hợp chất alkylsilan được halogen hóa được sử dụng dưới dạng các nguyên liệu thô trong các thử nghiệm tổng hợp là như sau.

Hợp chất tetrazol

- 1H-tetrazol: được sản xuất bởi Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.
- 5-metyl-1H-tetrazol: được sản xuất bởi Toyobo Co., Ltd.
- 5-phenyl-1H-tetrazol: như trên
- 5-benzyl-1H-tetrazol: được sản xuất bởi Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.
- 5-metylthio-1H-tetrazol: được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries
- 5-amin-1H-tetrazol: được sản xuất bởi Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.

Hợp chất alkylsilan được halogen hóa

- 3-clopropyltrimetoxysilan: được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.
- 3-clopropyltrietoxysilan: được sản xuất bởi Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.

Hợp chất triazol silan được sử dụng trong ví dụ so sánh 1 (thử nghiệm đánh giá) là như sau.

Hợp chất triazol silan

- 1-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-1,2,4-triazol: được tổng hợp theo phương pháp được mô tả trong tài liệu sáng chế 2 (US-A-2012/0021232).

Ví dụ 1

Tổng hợp 1-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 2-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

Bổ sung 39,2 g (0,203 mol) dung dịch natri metoxit metanol 28% ở nhiệt độ phòng vào dung dịch gồm có 14,2 g (0,203 mol) 1H-tetrazol và 80 mL N,N-dimetylformamid được dehydrat hóa, sau đó khuấy trong 30 phút.

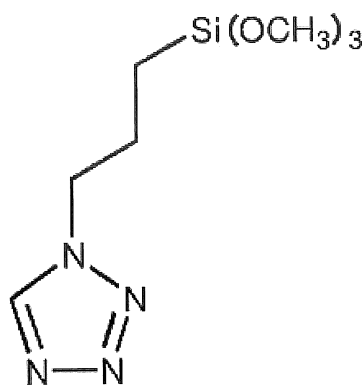
Sau đó, bổ sung nhỏ giọt 40,3 g (0,203 mol) 3-clopropyltrimetoxysilan vào đó qua 30 phút, sau đó khuấy ở 88 đến 91°C trong 4 giờ.

Hỗn hợp phản ứng ở dạng huyền phù được làm mát xuống 3°C, và vật chất không tan được loại bỏ bằng quá trình lọc. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được 44,2 g (0,190 mol, hiệu suất 93,7%) chất lỏng không màu.

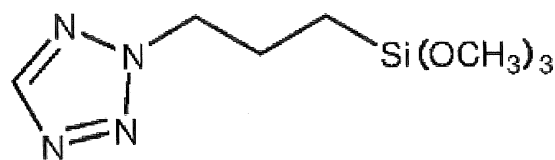
Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất lỏng thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,57(t, 2H, $J=6\text{Hz}$, $-\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,96(m, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 3,47(s, 9H, SiOCH_3), 4,43(t, 1,1H, $J=6,8\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$), 4,68(t, 0,9H, $J=6,8\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$), 8,96(s, 0,55H, C-H của vòng tetrazol), 9,41(s, 0,45H, C-H của vòng tetrazol).

Từ dữ liệu này, chất lỏng thu được được nhận dạng là hỗn hợp chứa 1-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-1) và 2-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-1) theo tỷ lệ (%mol) là 55:45.



(Ia-1)



(Ib-1)

Ví dụ 2

Tổng hợp 5-metyl-1-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-metyl-2-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

Bổ sung 9,4 g (0,174 mol) natri metoxit (dạng bột) ở nhiệt độ phòng vào dung dịch gồm có 13,9 g (0,165 mol) 5-metyl-1H-tetrazol và 85 mL N,N-dimetylformamid được dehydrat hóa, sau đó khuấy trong 30 phút.

Sau đó, bổ sung 32,9 g (0,166 mol) 3-clopropyltrimetoxysilan vào đó, sau đó khuấy ở 89 đến 92°C trong 4 giờ.

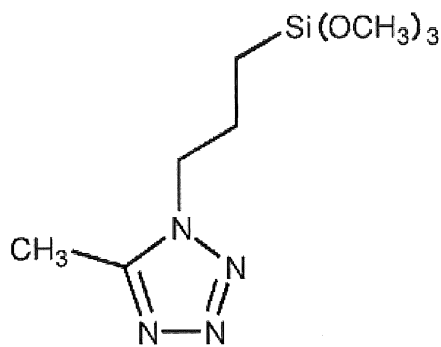
Hỗn hợp phản ứng ở dạng huyền phù được làm mát xuống 3°C, và vật chất không tan được loại bỏ bằng quá trình lọc. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được phần cô đặc.

Phần cô đặc được pha loãng (được phân tán/được hòa tan) với 150 mL isopropyl axetat và được rửa ba lần với 100 mL nước muối bão hòa, và lớp hữu cơ được làm khô qua magiê sulfat. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được 35,9 g (0,146 mol, hiệu suất 88,5%) chất lỏng không màu.

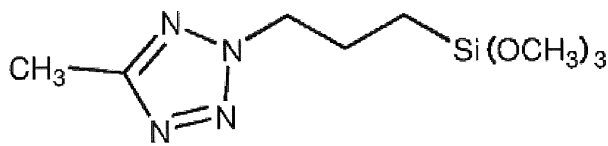
Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất lỏng thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,57(m, 2H, $-\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,86(m, 0,7H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,95(m, 1,3H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 2,45(s, 1,9H, CH_3), 2,52(s, 1,1H, CH_3), 3,48(s, 9H, SiOCH_3), 4,29(t, 1,3H, $J=7,4\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$), 4,58(t, 0,7H, $J=7,4\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$).

Từ dữ liệu này, chất lỏng thu được được nhận dạng là hỗn hợp chứa 5-metyl-1-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-2) và 5-metyl-2-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-2) theo tỷ lệ (%mol) là 35:65.



(Ia-2)



(Ib-2)

Ví dụ 3

Tổng hợp 5-phenyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-phenyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

Bổ sung 4,9 g (0,129 mol) natri hydrua (dạng dầu, 63%) ba lần ở nhiệt độ phòng vào dung dịch gồm có 18,1 g (0,124 mol) 5-phenyl-1H-tetrazol và 100 mL N,N-dimetylformamid được dehydrat hóa, sau đó khuấy trong 30 phút.

Sau đó, bổ sung 29,9 g (0,124 mol) 3-clopropyltriethoxysilan vào đó, sau đó khuấy ở 88 đến 90°C trong 4 giờ.

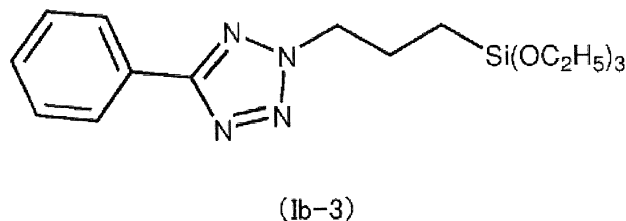
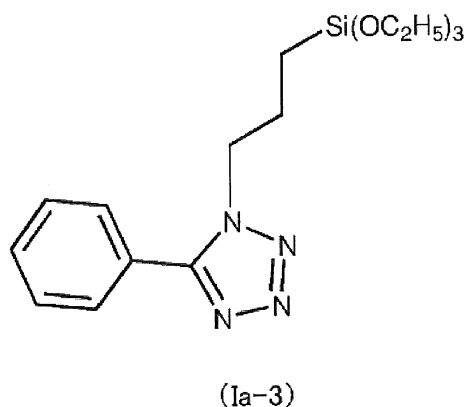
Hỗn hợp phản ứng ở dạng huyền phù được làm mát xuống 3°C, và vật chất không tan được loại bỏ bằng quá trình lọc. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được phần cô đặc.

Phần cô đặc được pha loãng (được phân tán/được hòa tan) với 150 mL isopropyl axetat và được rửa ba lần với 100 mL nước muối bão hòa, và lớp hữu cơ được làm khô qua magiê sulfat. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được 38,9 g (0,111 mol, hiệu suất 89,7%) chất lỏng màu nâu vàng nhạt.

Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất lỏng thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,59(t, 2H, $J=8\text{Hz}$, $-\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,14(t, 9H, $J=7\text{Hz}$, CH_3), 2,05(m, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 3,75(q, 6H, $J=7\text{Hz}$, $\text{Si-O-CH}_2\text{-}$), 4,52(t, 0,2H, $J=7\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$), 4,73(t, 1,8H, $J=7\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$), 7,56(m, 3H, Ph), 8,08(m, 2H, Ph).

Từ dữ liệu này, chất lỏng thu được được nhận dạng là hỗn hợp chứa 5-phenyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-3) và 5-phenyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-3) theo tỷ lệ (%mol) là 10:90.



Ví dụ 4

Tổng hợp 5-benzyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-benzyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

Bổ sung 4,2 g (0,111 mol) natri hydrua (dạng dầu, 63%) làm ba lần ở nhiệt độ phòng vào dung dịch gồm có 17,3 g (0,108 mol) 5-benzyl-1H-tetrazol và 100 mL N,N-dimetylformamid được dehydrat hóa, sau đó khuấy trong 30 phút.

Sau đó, bổ sung 26,0 g (0,108 mol) 3-clopropyltriethoxysilan vào đó, sau đó khuấy ở 88 đến 90°C trong 4 giờ.

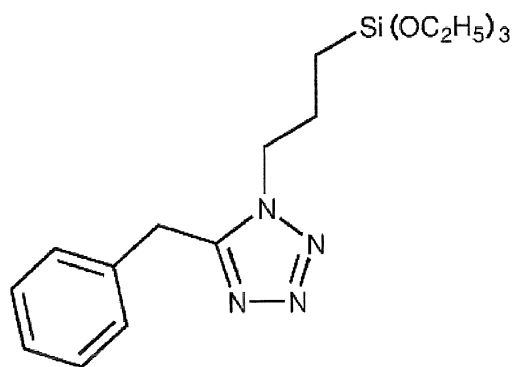
Hỗn hợp phản ứng ở dạng huyền phù được làm mát xuống nhiệt độ phòng, và vật chất không tan được loại bỏ bằng quá trình lọc. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được phần cô đặc.

Phần cô đặc được pha loãng (được phân tán/được hòa tan) với 150 mL isopropyl axetat và được rửa ba lần với 100 mL nước muối bão hòa, và lớp hữu cơ được làm khô qua magiê sulfat. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được 35,9 g (0,099 mol, hiệu suất 91,2%) chất lỏng màu nâu nhạt.

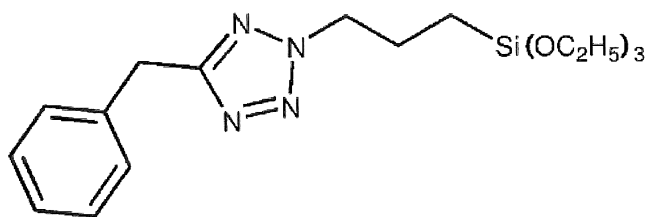
Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất lỏng thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,50(t, 2H, $J=8\text{Hz}$, $-\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,13(t, 9H, $J=7\text{Hz}$, CH_3), 1,71(m, 0,5H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,94(m, 1,5H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 3,72(q, 6H, $J=7\text{Hz}$, Si-O-CH_2), 4,23(s, 1,5H, $-\text{CH}_2\text{Ph}$), 4,32(t, 0,5H, $J=6,8\text{Hz}$, NCH_2 -), 4,36(s, 0,5H, $-\text{CH}_2\text{Ph}$), 4,61(t, 1,5H, $J=6,8\text{Hz}$, NCH_2 -), 7,28(m, 5H, Ph).

Từ dữ liệu này, chất lỏng thu được được nhận dạng là hỗn hợp chứa 5-benzyl-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-4) và 5-benzyl-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-4) theo tỷ lệ (%mol) là 25:75.



(Ia-4)



(Ib-4)

Ví dụ 5

Tổng hợp 5-methylthio-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-methylthio-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

Bổ sung 5,0 g (0,131 mol) natri hydrua (dạng dầu, 63%) trong ba lần ở nhiệt độ phòng vào dung dịch gồm có 15,0 g (0,129 mol) 5-methylthio-1H-tetrazol và 100 mL N,N-dimetylformamid được dehydrat hóa, sau đó khuấy trong 30 phút.

Sau đó, bổ sung 31,1 g (0,129 mol) 3-clopropyltriethoxysilan vào đó, sau đó khuấy ở 89 đến 92°C trong 5 giờ.

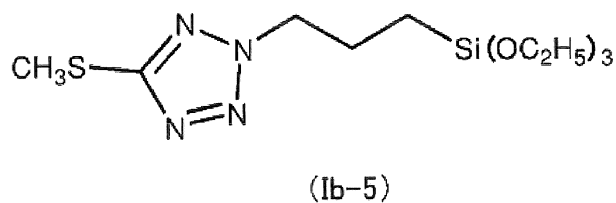
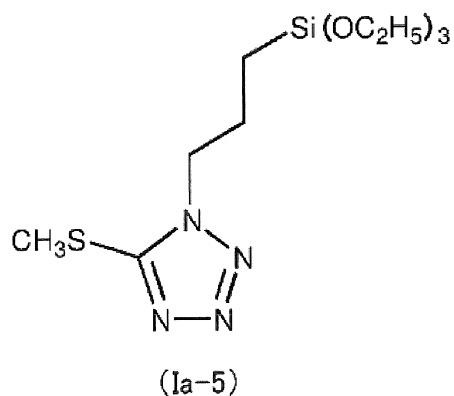
Hỗn hợp phản ứng ở dạng huyền phù được làm mát xuống nhiệt độ phòng, và vật chất không tan được loại bỏ bằng quá trình lọc. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được phần cô đặc.

Phần cô đặc được pha loãng (được phân tán/được hòa tan) với 150 mL isopropyl axetat và được rửa ba lần với 100 mL nước muối bão hòa, và lớp hữu cơ được làm khô qua magiê sulfat. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được 37,6 g (0,117 mol, hiệu suất 90,7%) chất lỏng màu vàng nhạt.

Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất lỏng thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,54(t, 2H, $J=8\text{Hz}$, $-\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,14(t, 9H, $J=7\text{Hz}$, $\text{Si-O-CH}_2\text{CH}_3$), 1,86(m, 0,5H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,96(m, 1,5H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 2,65(s, 2,2H, SCH_3), 2,76(s, 0,8H, SCH_3), 3,74(q, 6H, $J=7\text{Hz}$, Si-O-CH_2), 4,26(t, 0,5H, $J=7\text{Hz}$, NCH_2-), 4,63(s, 1,5H, $J=7\text{Hz}$, NCH_2-).

Từ dữ liệu này, chất lỏng thu được được nhận dạng là hỗn hợp chứa 5-methylthio-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-5) và 5-methylthio-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-5) theo tỷ lệ (%mol) là 25:75.



Ví dụ 6

Tổng hợp 5-amin-1-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-amin-2-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

Bổ sung 51,9 g (0,270 mol) dung dịch natri metoxit metanol 28% ở nhiệt độ phòng vào dung dịch gồm có 23,0 g (0,270 mol) 5-amin-1H-tetrazol và 200 mL N,N-dimetylformamid được dehydrat hóa, sau đó khuấy trong 30 phút.

Sau đó, bổ sung 53,7 g (0,270 mol) 3-clopropyltrimetoxysilan vào đó, sau đó khuấy ở 89 đến 92°C trong 22 giờ.

Hỗn hợp phản ứng ở dạng huyền phù được làm mát xuống 8°C, và vật chất không tan được loại bỏ bằng quá trình lọc. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được 100 g phần cô đặc.

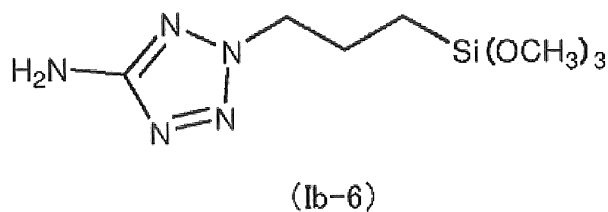
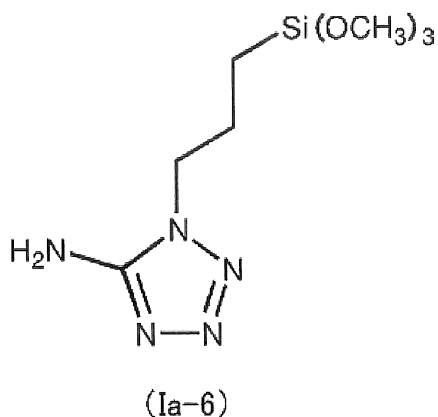
Phần cô đặc được pha loãng (được phân tán/được hòa tan) với 150 mL isopropyl axetat và được rửa ba lần với 150 mL nước muối bão hòa, và lớp hữu cơ được làm khô qua magiê sulfat. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được 58,3 g phần cô đặc dạng lỏng.

Phần cô đặc được rửa hai lần với 100 mL hexan, được làm khô dưới áp suất giảm, và được làm mát để thu được 54,7 g (0,221 mol, hiệu suất 81,9%) chất rắn dạng sáp màu trắng.

Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất rắn thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,54(t, 2H, $J=8\text{Hz}$, $-\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,75(m, 0,8H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,88(m, 1,2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 3,47(s, 9H, SiOCH_3), 4,05(t, 0,8H, $J=7\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$), 4,35(t, 1,2H, $J=7\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$), 5,98(s, 1,2H, NH_2), 6,66(s, 0,8H, NH_2).

Từ dữ liệu này, chất rắn thu được được nhận dạng là hỗn hợp chứa 5-amin-1-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-6) và 5-amin-2-[3-(trimetoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-6) theo tỷ lệ (%mol) là 40:60.



Ví dụ 7

Tổng hợp 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

Bổ sung 93,6 g (0,275 mol) dung dịch natri etoxit etanol 20% ở nhiệt độ phòng vào dung dịch gồm có 23,4 g (0,275 mol) 5-amin-1H-tetrazol và 220 mL N,N-dimetylformamid được dehydrat hóa, sau đó làm nóng đến 70°C và khuấy trong 1 giờ.

Sau đó, bổ sung nhỏ giọt 66,3 g (0,275 mol) 3-clopropyltriethoxysilan vào đó ở 70°C qua 1 giờ, sau đó khuấy ở 98 đến 100°C trong 20 giờ.

Hỗn hợp phản ứng ở dạng huyền phù được làm mát xuống 7°C, và vật chất không tan được loại bỏ bằng quá trình lọc. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được 91 g phân cô đặc.

Phân cô đặc được pha loãng (được phân tán/được hòa tan) với 220 mL isopropyl axetat và được rửa ba lần với 220 mL nước muối bão hòa, và lớp hữu cơ được làm khô qua magiê sulfat. Sau đó, các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được 73,6 g phân cô đặc dạng lỏng.

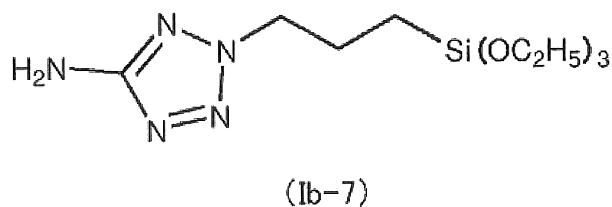
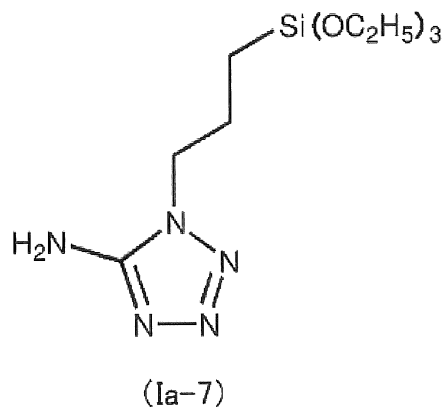
Phân cô đặc được rửa hai lần với 220 mL hexan, và các thành phần bay hơi (dung môi, v.v.) được cất loại dưới áp suất giảm, để thu được 65,8 g (0,227 mol, hiệu suất 82,7%) chất lỏng màu nâu nhạt.

Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất lỏng thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,52(t, 2H, $J=8\text{Hz}$, $-\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,14(t, 9H, $J=7\text{Hz}$, Si-O- CH_2CH_3), 1,75(m, 0,8H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,88(m, 1,2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 3,74(q, 6H, $J=7\text{Hz}$,

Si-O-CH₂), 4,06(t, 0,8H, J=7Hz, NCH₂-), 4,36(t, 1,2H, J=7Hz, NCH₂-), 5,97(s, 1,2H, NH₂), 6,65(s, 0,8H, NH₂).

Từ dữ liệu này, chất lỏng thu được được nhận dạng là hỗn hợp chứa 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-7) và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-7) theo tỷ lệ (%mol) là 40:60.



Ví dụ 8

Tổng hợp 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

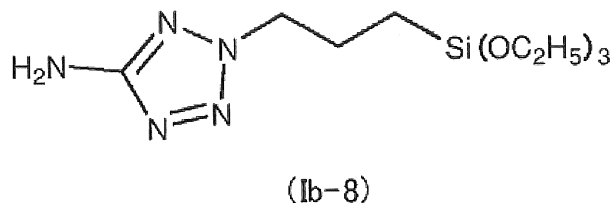
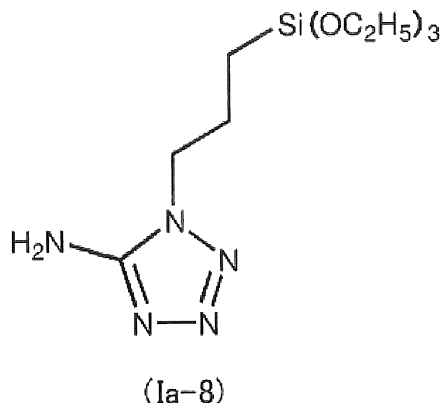
Bổ sung 300 mL hexan vào 40 g hỗn hợp chứa 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol đã thu được trong Ví dụ 7, và hỗn hợp sinh ra được làm nóng hồi lưu trong 10 phút, được đưa trở lại xuống nhiệt độ phòng, và lớp hexan nổi trên bề mặt được tách phân đoạn nhờ dốc nghiêng. Chất dạng dầu còn lại được chiết tương tự ba lần với 300 mL hexan. Các thành phần bay hơi của phần còn sót lại sau khi chiết hexan được loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được 14,1 g chất lỏng không màu.

Dữ liệu phổ ¹H NMR của chất lỏng thu được là như sau.

¹H-NMR (DMSO-d₆) δ: 0,52(t, 2H, J=8Hz, -CH₂-Si), 1,14(t, 9H, J=7Hz, Si-O-CH₂CH₃), 1,75(m, 1,2H, -CH₂CH₂-Si), 1,88(m, 0,8H, -CH₂CH₂-Si), 3,74(q, 6H, J=7Hz, Si-O-CH₂), 4,06(t, 1,2H, J=7Hz, NCH₂-), 4,36(t, 0,8H, J=7Hz, NCH₂-), 5,97(s, 0,8H, NH₂), 6,65(s, 1,2H, NH₂).

Từ dữ liệu này, chất lỏng thu được được nhận dạng là hỗn hợp chứa 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-8) và 5-

amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-8) theo tỷ lệ (%mol) là 60:40.



Ví dụ 9

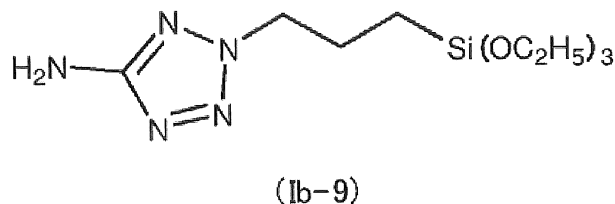
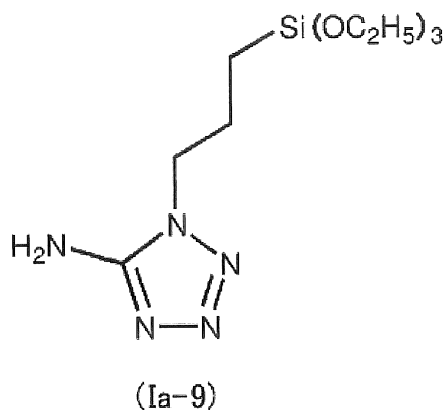
Tổng hợp 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

Bổ sung 300 mL hexan vào 40 g hỗn hợp chứa 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol đã thu được trong Ví dụ 7, và hỗn hợp sinh ra được làm nóng hồi lưu trong 10 phút, được đưa trở lại xuống nhiệt độ phòng, và lớp hexan nổi trên bề mặt được tách phân đoạn nhờ dốc nghiêng. Chất dạng dầu còn lại được chiết tương tự ba lần với hexan. Các phần chiết hexan được kết hợp và được cô đặc dưới áp suất giảm đến khoảng 300 mL, và dung dịch được cô đặc được để yên trong 1 giờ với nước làm mát. Lớp hexan nổi trên bề mặt được tách phân đoạn nhờ dốc nghiêng, và hexan được cất loại dưới áp suất giảm để thu được 8,1 g chất lỏng không màu.

Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất lỏng thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,52(t, 2H, $J=8\text{Hz}$, $-\text{CH}_2-\text{Si}$), 1,14(t, 9H, $J=7\text{Hz}$, $\text{Si}-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_3$), 1,75(m, 0,2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}$), 1,88(m, 1,8H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}$), 3,74(q, 6H, $J=7\text{Hz}$, $\text{Si}-\text{O}-\text{CH}_2$), 4,06(t, 0,2H, $J=7\text{Hz}$, NCH_2-), 4,36(t, 1,8H, $J=7\text{Hz}$, NCH_2-), 5,97(s, 1,8H, NH_2), 6,65(s, 0,2H, NH_2).

Từ dữ liệu này, chất lỏng thu được được nhận dạng là hỗn hợp chứa 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-9) và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-9) theo tỷ lệ (%mol) là 5:95.



Ví dụ 10

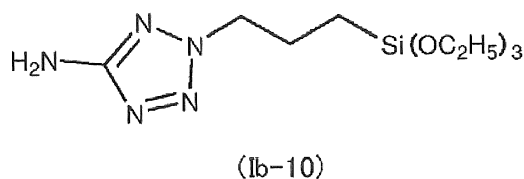
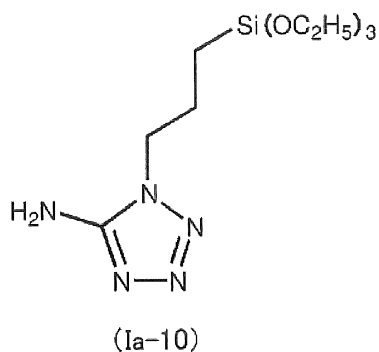
Tổng hợp 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

Bổ sung 500 mL hexan vào 40 g hỗn hợp chứa 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol đã thu được trong Ví dụ 7, và hỗn hợp sinh ra được làm nóng hồi lưu trong 10 phút, được đưa trở lại xuống nhiệt độ phòng, và lớp hexan nổi trên bề mặt được tách phân đoạn nhờ dốc nghiêng. Chất dạng dầu còn lại được chiết tương tự năm lần với 500 mL hexan. Các thành phần bay hơi phần còn sót lại sau khi chiết hexan được loại bỏ dưới áp suất giảm để thu được 7,3 g chất rắn màu trắng.

Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất rắn thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,52(t, 2H, $J=8\text{Hz}$, $-\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,14(t, 9H, $J=7\text{Hz}$, $\text{Si-O-CH}_2\text{CH}_3$), 1,75(m, 1,8H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,88(m, 0,2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 3,74(q, 6H, $J=7\text{Hz}$, Si-O-CH_2), 4,06(t, 1,8H, $J=7\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$), 4,36(t, 0,2H, $J=7\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$), 5,97(s, 0,2H, NH_2), 6,65(s, 1,8H, NH_2).

Từ dữ liệu này, chất rắn thu được được nhận dạng là hỗn hợp chứa 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-10) và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-10) theo tỷ lệ (%mol) là 95:5.



Ví dụ 11

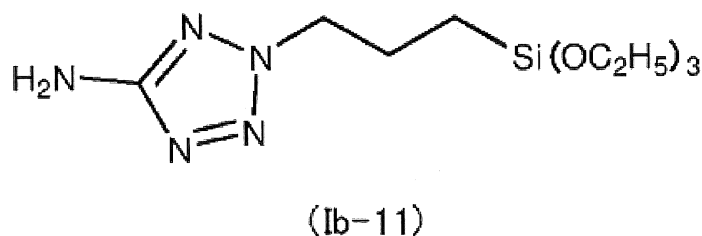
Tổng hợp 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol

Bổ sung 200 mL hexan vào 12 g hỗn hợp chứa 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol đã thu được trong Ví dụ 7, và hỗn hợp sinh ra được làm nóng hồi lưu trong 10 phút và được đưa trở lại xuống nhiệt độ phòng. Lớp hexan nổi trên bề mặt được tách phân đoạn nhờ dốc nghiêng và được để trong tủ lạnh ở -20°C qua đêm. Chất rắn kết tủa được thu lấy bằng quá trình lọc với bộ lọc thủy tinh và các thành phần bay hơi được loại bỏ khỏi sản phẩm dưới áp suất giảm, để thu được 1,5 g chất lỏng không màu.

Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất lỏng thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,52(t, 2,0H, $J=8\text{Hz}$, $-\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,14(t, 9,0H, $J=7\text{Hz}$, $\text{Si-O-CH}_2\text{CH}_3$), 1,88(m, 2,0H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 3,74(q, 6,0H, $J=7\text{Hz}$, Si-O-CH_2), 4,36(t, 2,0H, $J=7\text{Hz}$, $\text{NCH}_2\text{-}$), 5,97(s, 2,0H, NH_2).

Từ dữ liệu này, chất lỏng thu được được nhận dạng là 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ib-11).



Ví dụ 12

Tổng hợp 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol

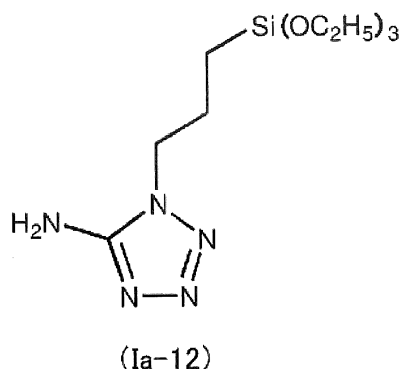
Bổ sung 400 mL hexan vào 35 g hỗn hợp chứa 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol và 5-amin-2-[3-(triethoxysilyl)propyl]-2H-tetrazol đã

thu được trong Ví dụ 7, hỗn hợp sinh ra được làm nóng hồi lưu trong 10 phút và được đưa trở lại xuống nhiệt độ phòng, và lớp hexan nổi trên bề mặt được loại bỏ theo độ nghiêng. Khi chất dạng dầu của phần chiết còn lại được để ở nhiệt độ phòng trong thời gian một ngày, có tinh thể được kết tủa. Tinh thể này được thu lấy bằng quá trình lọc thông qua bộ lọc thủy tinh, và hoạt động tương tự được lặp lại một lần nữa bằng cách sử dụng 300 mL hexan. Tinh thể thu được được làm khô dưới áp suất giảm để thu được 3,6 g tinh thể màu trắng.

Dữ liệu phổ ^1H NMR của chất rắn thu được là như sau.

^1H -NMR (DMSO- d_6) δ : 0,52(t, 2H, $J=8\text{Hz}$, $-\text{CH}_2\text{-Si}$), 1,14(t, 9H, $J=7\text{Hz}$, $\text{Si-O-CH}_2\text{CH}_3$), 1,75(m, 2H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$), 3,74(q, 6H, $J=7\text{Hz}$, Si-O-CH_2), 4,06(t, 2H, $J=7\text{Hz}$, NCH_2-), 6,65(s, 2,0H, NH_2).

Từ dữ liệu này, chất rắn thu được được nhận dạng là 5-amin-1-[3-(triethoxysilyl)propyl]-1H-tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (Ia-12).



Điều chế dung dịch xử lý bề mặt cho đồng và đánh giá tính chất liên kết

Ví dụ 13

Dung dịch xử lý bề mặt cho đồng được điều chế bằng cách sử dụng hợp chất tetrazol silan (hỗn hợp) được tổng hợp trong ví dụ 1 dưới dạng thành phần tác nhân liên kết silan.

Nghĩa là, bổ sung 200 g etylen glycol monobutyl ete vào 10 g của hợp chất tetrazol silan của hỗn hợp và sau đó, bổ sung tiếp vào đó 790 g nước, sau đó khuấy ở nhiệt độ phòng trong 2 giờ, để từ đó điều chế ra dung dịch xử lý bề mặt cho đồng (sau đây, được gọi là dung dịch xử lý A).

Đối với dung dịch xử lý A này, điều được xác nhận là nhóm trimetoxysilyl của hợp chất tetrazol silan bị thủy phân thành nhóm trihydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá tính chất liên kết từ (a) đến (c) và các thử nghiệm đánh giá vòng tróc (d) và (e) được thực hiện.

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

Các ví dụ từ 14 đến 24

Theo cách giống như trong ví dụ 13, các dung dịch xử lý bề mặt cho đồng (sau đây, được gọi là các dung dịch xử lý B, C, D, E, F, G, H, I, J, K, và L, một cách tương ứng) được điều chế ngoại trừ việc sử dụng các hợp chất tetrazol silan (các hỗn hợp) được tổng hợp trong các ví dụ 2 đến 12, thay cho hợp chất (hỗn hợp) tetrazol silan được tổng hợp trong ví dụ 1.

Đối với các dung dịch xử lý này, điều được xác nhận là nhóm trimetoxysilyl hoặc nhóm trietoxysilyl của hợp chất tetrazol silan bị thủy phân thành nhóm trihydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá tính chất liên kết từ (a) đến (c) và các thử nghiệm đánh giá vòng tróc (d) và (e) sau đây được thực hiện.

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

Ví dụ so sánh 1

Theo cách giống như trong ví dụ 13, dung dịch xử lý bề mặt cho đồng (sau đây, được gọi là dung dịch xử lý M) được điều chế ngoại trừ việc sử dụng 1-[3-(trimetoxysilyl) propyl]-1,2,4-triazol, thay cho hợp chất tetrazol silan (hỗn hợp) được tổng hợp trong ví dụ 1.

Đối với dung dịch xử lý M này, điều được xác nhận là nhóm trimetoxysilyl của hợp chất triazol silan bị thủy phân thành nhóm trihydroxysilyl, và các thử nghiệm đánh giá tính chất liên kết (a) đến (c) và các thử nghiệm đánh giá vòng tróc (d) và (e) sau đây được thực hiện.

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

Ví dụ so sánh 2

Dung dịch xử lý bề mặt cho đồng (sau đây, được gọi là dung dịch xử lý N) có chế phẩm giống như dung dịch xử lý A ngoại trừ việc không sử dụng hợp phần tác nhân

liên kết silan được điều chế, và các thử nghiệm đánh giá tính chất liên kết (a) đến (c) và các thử nghiệm đánh giá vòng tròn (d) và (e) sau đây được thực hiện.

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

Các thử nghiệm đánh giá tính chất liên kết

Thử nghiệm đánh giá tính chất liên kết (a)

(1) Mẫu thử nghiệm

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

(2) Xử lý trên mẫu thử nghiệm

Mẫu thử nghiệm được xử lý theo các bước từ i đến ii sau.

i. Rửa axit/1 phút (nhiệt độ phòng), rửa với nước, làm khô/1 phút (100°C)

ii. Nhúng trong dung dịch xử lý bề mặt/1 phút (nhiệt độ phòng), rửa với nước, việc làm khô/1 phút (100°C)

(3) Liên kết giữa mẫu thử nghiệm và nhựa

Prepreg (cấp FR-4) được tẩm với nhựa epoxy gia cường bằng sợi thủy tinh được làm mỏng và được ép ở trên bề mặt S (bề mặt bóng) của mẫu thử nghiệm được xử lý để liên kết mẫu thử nghiệm và nhựa, để từ đó chuẩn bị bảng nối dây mạch in.

(4) Đánh giá tính chất liên kết

Mẫu thử nghiệm có chiều rộng 10 mm được chuẩn bị từ bảng nối dây mạch in theo tiêu chuẩn "JIS C6481 (1996)", được trải qua xử lý trong nồi áp suất (121°C/ độ ẩm 100%/100 giờ), và sau đó độ bền tròn (kN/m) của lá đồng được đo.

Thử nghiệm đánh giá tính chất liên kết (b)

Tính chất liên kết giữa đồng và nhựa được đánh giá theo các quy trình giống như theo thử nghiệm đánh giá tính chất liên kết (a) ngoại trừ việc "cán mỏng lớp nhựa lên bảng nối dây lắp ráp (sản phẩm có tên "GX-T31", được sản xuất bởi Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc.)" thay cho việc "cán lớp mỏng và ép prepreg (cấp FR-4) được tẩm với nhựa epoxy gia cường bằng sợi thủy tinh" trên bề mặt S (bề mặt bóng) của mẫu thử nghiệm.

Thử nghiệm đánh giá tính chất liên kết (c)

(1) Mẫu thử nghiệm

Lớp mỏng tráng đồng hai mặt (vật liệu nền: FR4, độ dày tấm: 1,0 mm, lá đồng độ dày: 18 μm , chiều dài 120 mm \times chiều rộng 110 mm) được trải qua mạ đồng điện phân (độ dày mạ: 20 μm) được sử dụng làm mẫu thử nghiệm của bảng nối dây mạch in.

(2) Xử lý trên mẫu thử nghiệm

Mẫu thử nghiệm được xử lý theo các bước từ i đến ii sau đây.

i. Rửa axit/1 phút (nhiệt độ phòng), rửa với nước, việc làm khô/1 phút (100°C)

ii. Nhúng trong dung dịch xử lý bề mặt/1 phút (nhiệt độ phòng), rửa với nước, làm khô/1 phút (100°C)

(3) Sự hình thành của lớp nhựa cách điện trên mẫu thử nghiệm

Mẫu thử nghiệm được xử lý được phủ với lớp chống hàn (tên thương mại "PSR-4000AUS308", được sản xuất bởi TAIYO INK MFG. CO., LTD.), và sau đó được làm khô (80°C/30 phút) và được hóa rắn sau đó (150°C/60 phút), để từ đó tạo ra lớp nhựa cách điện dày 13 μm (màng phủ).

(4) Đánh giá tính chất liên kết

Theo tiêu chuẩn "JIS K5400-8,5 (1990)", màng phủ được tạo ra trên mẫu thử nghiệm được cắt chéo (100 ô vuông) thành lưới 1 mm \times 1 mm, và được trải qua xử lý trong nồi áp suất (121°C/100% độ ẩm/100 giờ). Sau đó, thử nghiệm làm tróc bằng băng dính được thực hiện, và số lượng các ô vuông mà ở đó màng phủ không bị tróc ra được đếm. Ngoài ra, mức độ tổn hại của màng phủ được quan sát trực quan.

Tiêu chuẩn xác định tính chất liên kết như được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

Mức độ tổn hại của màng phủ	Xác định
Mỗi đường cắt mỏng và mịn trên cả hai phía, và không tróc ra tại từng phần giao cắt của các đường cắt và ô vuông.	A
Có hơi tróc tại phần giao cắt của các đường cắt, và không có phần tróc tại ô vuông, và diện tích của khuyết tật ở trong khoảng 5% tổng diện tích ô vuông.	B
Có tróc ở trên cả hai phía của đường cắt và phần giao cắt, và diện tích của khuyết tật là từ 5 đến 15% tổng diện tích ô vuông.	C
Chiều rộng của phần tróc do đường cắt lớn, và diện tích của khuyết tật là từ 15 đến 35% tổng diện tích ô vuông.	D
Chiều rộng của phần tróc do đường cắt rộng hơn trong trường hợp xác định D, và diện tích của khuyết tật là từ 35 đến 65% tổng diện tích ô vuông.	E
Diện tích phần tróc là 65% tổng diện tích ô vuông hoặc nhiều hơn.	F

Thử nghiệm đánh giá vòng tróc (d)

(1) Mẫu thử nghiệm

Lớp mỏng tráng đồng (đồng độ dày 35 μm , độ dày tấm 1,0 mm) được sử dụng làm mẫu thử nghiệm.

(2) Xử lý trên mẫu thử nghiệm

Mẫu thử nghiệm được xử lý theo các bước từ i đến ii sau đây.

i. Rửa axit/1 phút (nhiệt độ phòng), rửa với nước

ii. Nhúng trong dung dịch xử lý bề mặt/1 phút (30°C), rửa với nước, việc làm khô/1 phút (100°C)

(3) Chuẩn bị bảng nối dây mạch in

Lớp chống hàn (tên thương mại "PSR-4000AUS308", được sản xuất bởi TAIYO INK MFG. CO., LTD.) được phủ vào bề mặt của đồng của mẫu thử nghiệm, và sau đó thực hiện các bước từ iii đến iv sau đây, để từ đó chuẩn bị bảng nổi dây mạch in trong đó sản phẩm hóa rắn của lớp chống hàn có lỗ mở bằng đồng (đường kính lỗ mở: 150 μm , 5 lỗ) và mẫu thử nghiệm (lớp mỏng tráng đồng) được liên kết với nhau.

iii. Bước phơi sáng (420 mJ/cm^2 , sử dụng HMW-680, được sản xuất bởi ORC MANUFACTURING CO., LTD.), bước hiện hình (dung dịch nước có 1% theo khối lượng natri cacbonat /90 giây (30°C))

iv. Làm khô ($80^\circ\text{C}/30$ phút), sau đó hóa rắn ($150^\circ\text{C}/60$ phút)

(4) Xử lý mạ

Đối với lỗ mở bằng đồng của bảng nổi dây mạch in, bước v sau đây được thực hiện bằng cách sử dụng xúc tác paladi (tên sản phẩm "ICP Nicolon Axela", được sản xuất bởi OKUNO CHEMICAL INDUSTRIES CO., LTD.), mạ niken (tên sản phẩm "ICP Nicolon GM", được sản xuất bởi OKUNO CHEMICAL INDUSTRIES CO., LTD.) và mạ vàng (tên sản phẩm "OL II", được sản xuất bởi KOJIMA CHEMICALS CO., LTD.) với vai trò là dung dịch mạ, để từ đó thực hiện xử lý mạ vàng.

v. Khắc mềm/1 phút (30°C), rửa với nước, xúc tác paladi/2 phút (nhiệt độ phòng), mạ niken/35 phút (75°C), mạ vàng/5 phút (80°C)

(5) Đánh giá khả năng vòng tròn

Đối với lỗ mở bằng đồng được mạ vàng (đường kính lỗ mở 150 μm) của bảng nổi dây mạch in thu được, chiều rộng (đơn vị: μm) của vòng tròn (phần tròn của lớp chống hàn) do sự thâm nhập của dung dịch hóa học được đo với kính hiển vi quang học SZ-61 (được sản xuất bởi OLYMPUS). Phép đo được thực hiện trong 5 lỗ, và trị số trung bình của chúng được tính.

Thử nghiệm đánh giá vòng tròn (e)

(1) Mẫu thử nghiệm

Lớp mỏng tráng đồng (đồng độ dày 35 μm , độ dày tấm 1,0 mm) được sử dụng làm mẫu thử nghiệm.

(2) Xử lý trên mẫu thử nghiệm

Mẫu thử nghiệm được xử lý theo các bước từ i đến ii sau đây.

i. Rửa axit/1 phút (nhiệt độ phòng), rửa với nước

ii. Nhúng trong dung dịch xử lý bề mặt/1 phút (30°C), rửa với nước, việc làm khô/1 phút (100°C)

(3) Chuẩn bị bảng nối dây mạch in

Nhựa dùng cho bảng nối dây lắp ráp (tên sản phẩm "GX-T31", được sản xuất bởi Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc.) được tạo lớp mỏng ở trên bề mặt của đồng của mẫu thử nghiệm và sau đó được hóa rắn bằng nhiệt, để từ đó chuẩn bị bảng nối dây mạch in trong đó sản phẩm hóa rắn với nhựa lắp ráp và mẫu thử nghiệm (lớp mỏng tráng đồng) được liên kết với nhau. Sau đó, các lỗ mở bằng đồng (đường kính lỗ mở 50 μm , 100 lỗ) được tạo ra bởi quá trình xử lý laze.

(4) Xử lý mạ

Xử lý mạ đồng hóa học được thực hiện trên các lỗ mở bằng đồng của bảng nối dây mạch in bằng cách sử dụng hệ thống đồng OPC được sản xuất bởi OKUNO CHEMICAL INDUSTRIES CO., LTD., và mạ đồng via được thực hiện tiếp trên các lỗ mở bằng cách sử dụng hệ thống Top Lucina được sản xuất bởi OKUNO CHEMICAL INDUSTRIES CO., LTD.

(5) Đánh giá khả năng tạo vòng tròn

Đối với lỗ mở bằng đồng được mạ đồng (đường kính lỗ mở 50 μm) của bảng nối dây mạch in thu được, chiều rộng (đơn vị: μm) của vòng tròn (phần tròn của nhựa lắp ráp) do sự thâm nhập của dung dịch hóa học được đo với máy xử lý mặt cắt ngang FIB JIB4000 (được sản xuất bởi JEOL Ltd.) và kính hiển vi điện tử JSM7610F (được sản xuất bởi JEOL Ltd.). Phép đo được thực hiện trong 5 lỗ, và trị số trung bình của chúng được tính.

Bảng 2

	Ví dụ số của hợp chất	(a) độ bền trúc (kN/m)	(b) độ bền trúc (kN/m)	(c) tôn hại của màng phủ	(d) chiều rộng vòng trúc (μm)	(e) chiều rộng vòng trúc (μm)	
Ví dụ	13	Dung dịch xử lý A	0,88	0,77	B	44	31
	14	Dung dịch xử lý B	0,65	0,61	B	33	40
	15	Dung dịch xử lý C	0,40	0,45	A	30	52
	16	Dung dịch xử lý D	0,41	0,41	A	35	61
	17	Dung dịch xử lý E	0,59	0,49	B	24	43
	18	Dung dịch xử lý F	0,91	0,74	A	18	0
	19	Dung dịch xử lý G	0,90	0,78	A	18	0
	20	Dung dịch xử lý H	0,90	0,78	A	17	0
	21	Dung dịch xử lý I	0,91	0,76	A	14	0
	22	Dung dịch xử lý J	0,88	0,77	A	16	0
	23	Dung dịch xử lý K	0,92	0,78	A	16	0
	24	Dung dịch xử lý L	0,87	0,75	A	15	0
ví dụ so sánh	1	Dung dịch xử lý M	0,21	0,11	F	96	77
	2	Dung dịch xử lý N	0,17	0,12	F	108	105

Theo các kết quả thử nghiệm được thể hiện trong bảng 2, điều được nhận ra là dung dịch xử lý bề mặt cho đồng, mà sử dụng hợp chất tetrazol silan theo sáng chế làm thành phần tác nhân liên kết silan, có hiệu quả ưu việt trong việc cải thiện lực liên kết giữa đồng và nhựa và chống vòng tróc.

Cụ thể trong trường hợp hợp chất tetrazol silan có nhóm amin hoặc nhóm metyl và hợp chất tetrazol silan không được thế, hiệu quả cải thiện lực liên kết giữa đồng và nhựa và chống tạo vòng tróc là rất đáng chú ý. Trong số đó, trong trường hợp hợp chất tetrazol silan có nhóm amin, lực liên kết và chống vòng tróc được mô tả ở trên được cải thiện đáng kể.

Mặc dù sáng chế đã được mô tả chi tiết và bằng sự tham chiếu đến các phương án cụ thể, rõ ràng là đối với những người có trình độ trong lĩnh vực kỹ thuật mà có thể bổ sung thêm các thay đổi và biến thể khác mà không xa rời khỏi tinh thần và phạm vi của sáng chế. Sáng chế này được dựa trên Đơn patent Nhật Bản (Số 2017-182673) được nộp ngày 22 tháng chín, 2017, và toàn bộ nội dung của chúng được kết hợp vào bản mô tả này bằng sự viện dẫn. Ngoài ra, tất cả các phần viện dẫn được nêu ra trong bản mô tả này được kết hợp toàn bộ.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Vì hợp chất tetrazol silan theo sáng chế có thể tạo ra tác nhân liên kết silan có cả hai chức năng là ngăn kim loại khỏi gỉ, mà là đặc điểm của hợp chất azol, và hóa rắn nhựa epoxy hoặc nhựa uretan, nó được dự kiến là được dùng trong vật liệu composit như bảng nối dây mạch in được tạo ra bằng cách kết hợp các loại vật liệu khác nhau.

Theo sáng chế, vì có thể đảm bảo đủ tính chất liên kết (tính chất bám dính) của kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, nên bề mặt của vật liệu nền có thể được duy trì ở trạng thái nhẵn mà không bị làm nhám. Do đó, sáng chế có thể đóng góp lớn vào việc hiện thực hóa sự thu nhỏ, làm giảm độ dày, tần số cao hơn, mật độ cao hơn, hoặc các hiệu quả tương tự khác ở bảng nối dây mạch in nhiều lớp, vì vậy khả năng áp dụng trong công nghiệp là rất lớn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (I):



trong công thức (I), X là nhóm alkyl mạch thẳng có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 12, nhóm phenyl, nhóm benzyl, nhóm alkylthio có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 6, hoặc nhóm amin; n là số nguyên từ 1 đến 12; và R là nhóm metyl hoặc nhóm etyl.

2. Phương pháp tổng hợp hợp chất tetrazol silan được mô tả theo điểm 1, bao gồm cho hợp chất tetrazol được biểu diễn bởi công thức hóa học (II) phản ứng với hợp chất alkylsilan được halogen hóa được biểu diễn bởi công thức hóa học (III):

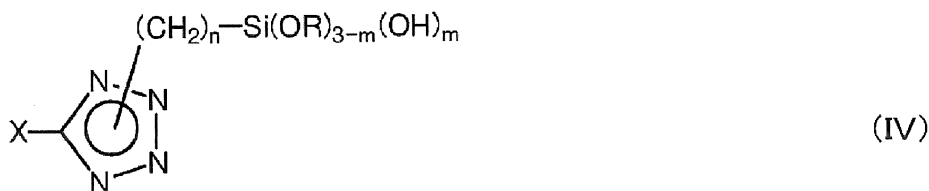


trong công thức (II), X có ý nghĩa giống như được mô tả ở trên; và



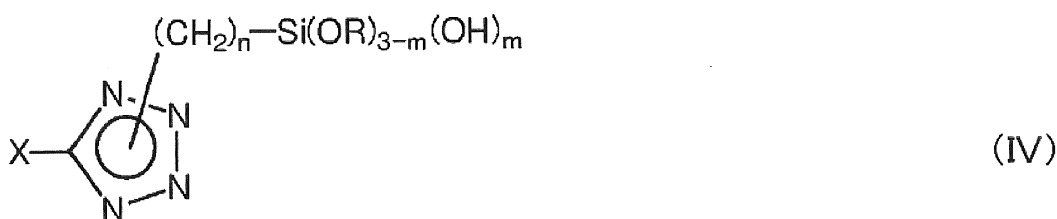
trong công thức (III), R và n có các nghĩa giống như được mô tả ở trên; và Hal là nguyên tử clo, nguyên tử brom hoặc nguyên tử iod.

3. Tác nhân liên kết silan bao gồm hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (IV) dưới đây dưới dạng thành phần:



trong công thức (IV), X nhóm alkyl mạch thẳng có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 12, nhóm phenyl, nhóm benzyl, nhóm alkylthio có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 6, hoặc nhóm amin; n là số nguyên từ 1 đến 12; R là nhóm metyl hoặc nhóm etyl; và m là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3.

4. Dung dịch xử lý bề mặt bao gồm hợp chất tetrazol silan được biểu diễn bởi công thức hóa học (IV) dưới đây:



trong công thức (IV), X là nhóm alkyl mạch thẳng có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 12, nhóm phenyl, nhóm benzyl, nhóm alkylthio có số lượng nguyên tử cacbon từ 1 đến 6, hoặc nhóm amin; n là số nguyên từ 1 đến 12; R là nhóm metyl hoặc nhóm etyl; và m là 0 hoặc số nguyên từ 1 đến 3.

5. Phương pháp xử lý bề mặt của kim loại, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 4 tiếp xúc với bề mặt của kim loại.

6. Phương pháp xử lý bề mặt của kim loại theo điểm 5, trong đó kim loại ít nhất là một kim loại được chọn từ nhóm gồm có đồng, nhôm, titan, niken, thiếc, sắt, bạc, vàng, và các hợp kim của chúng.

7. Phương pháp xử lý bề mặt kim của loại theo điểm 5, trong đó kim loại là đồng hoặc hợp kim đồng.

8. Phương pháp xử lý bề mặt của kim loại theo điểm 7, bao gồm, trước khi cho dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng, cho dung dịch nước chứa ion đồng tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng.

9. Phương pháp xử lý bề mặt của kim loại theo điểm 7 hoặc 8, bao gồm, sau khi cho dung dịch xử lý bề mặt tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng, cho dung dịch nước có tính axit hoặc dung dịch nước có tính kiềm tiếp xúc với bề mặt của đồng hoặc hợp kim đồng.

10. Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu vô cơ, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 4 tiếp xúc với bề mặt của vật liệu vô cơ.

11. Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu vô cơ theo điểm 10, trong đó vật liệu vô cơ ít nhất là một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có silic, gốm (ceramic), thủy tinh và muối vô cơ.

12. Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu vô cơ theo điểm 11, trong đó gốm (ceramic) ít nhất là một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có nhôm oxit, silic cacbua, nhôm nitrua, silic nitrua, và bari titanat.

13. Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nhựa, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 4 tiếp xúc với bề mặt của vật liệu nhựa.

14. Phương pháp xử lý bề mặt của vật liệu nhựa theo điểm 13, trong đó vật liệu nhựa ít nhất là một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy, nhựa olefin, nhựa polybenzoxazol, nhựa silicon, và nhựa polyimid.

15. Phương pháp liên kết giữa kim loại và vật liệu nhựa, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 4 tiếp xúc với ít nhất là một trong số kim loại và vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học, và liên kết kim loại và vật liệu nhựa với nhau thông qua màng hóa học.

16. Phương pháp liên kết giữa vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 4 tiếp xúc với ít nhất là một trong số vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa để tạo ra màng hóa học, và liên kết vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa với nhau thông qua màng hóa học.

17. Phương pháp liên kết giữa kim loại và vật liệu vô cơ, bao gồm bước cho dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 4 tiếp xúc với ít nhất là một vật liệu trong số kim loại và vật liệu vô cơ để tạo ra màng hóa học, và liên kết kim loại và vật liệu vô cơ với nhau thông qua màng hóa học.

18. Bảng nối dây mạch in bao gồm hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, được liên kết thông qua màng hóa học được tạo ra từ dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 4.

19. Lát bán dẫn bao gồm hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, được liên kết thông qua màng hóa học được tạo ra từ dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 4.
20. Thiết bị điện tử bao gồm hai vật liệu được chọn từ nhóm gồm có kim loại, vật liệu vô cơ và vật liệu nhựa, được liên kết thông qua màng hóa học được tạo ra từ dung dịch xử lý bề mặt được mô tả theo điểm 4.
21. Chế phẩm cách điện bao gồm tác nhân liên kết silan được mô tả theo điểm 3 và vật liệu nhựa hoặc vật liệu vô cơ.
22. Chế phẩm cách điện theo điểm 21, trong đó vật liệu nhựa ít nhất là một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có nhựa acrylat, nhựa epoxy, nhựa olefin, nhựa polybenzoxazol, nhựa silicon, nhựa và nhựa polyimid.
23. Chế phẩm cách điện theo điểm 21, trong đó vật liệu vô cơ ít nhất là một vật liệu được chọn từ nhóm gồm có silic, gốm (ceramic), thủy tinh và muối vô cơ.
24. Vật liệu cách điện bao gồm chế phẩm cách điện được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 21 đến 23.
25. Bảng nối dây mạch in bao gồm lớp cách điện thu được từ chế phẩm cách điện được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 21 đến 23.
26. Lát bán dẫn bao gồm lớp cách điện thu được từ chế phẩm cách điện được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 21 đến 23.
27. Thiết bị điện tử bao gồm lớp cách điện thu được từ chế phẩm cách điện được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 21 đến 23.