



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

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

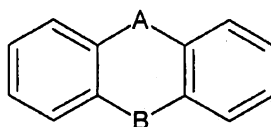
(11) 
1-0020818

(51)⁷ **C07D 209/86, C07C 13/62, 251/66, (13) B**
323/47, 49/665, 49/792, 49/84, C07D
221/18, 307/93, 333/22, 333/78, 487/14,
495/04, C08F 4/00

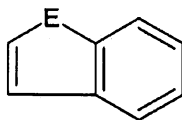
(21) 1-2013-03686	(22) 24.05.2012
(86) PCT/CA2012/050340 24.05.2012	(87) WO2012/159213 29.11.2012
(30) 61/489,892 25.05.2011 US	
61/489,910 25.05.2011 US	
(45) 25.04.2019 373	(43) 26.05.2014 314
(73) AMERICAN DYE SOURCE, INC. (CA) 555, Morgan Blvd, Baie d'Urfe, Québec H9X 3T6 Canada	
(72) NGUYEN, My T. (CA), TREMBLAY-MORIN, Jean-Philippe (CA), GAUDREAU, Philippe (CA)	
(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)	

(54) **HỢP CHẤT CHỨA NHÓM OXIM ESTE VÀ/HOẶC NHÓM AXYL**

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất chứa nhóm có công thức I tùy ý được thế được ngưng tụ với một hoặc hai nhóm có công thức II tùy ý được thế, trong đó mỗi gốc A và E độc lập là -CH₂-, -NH-, -O-, -S- hoặc -C(=O)-, và B là một liên kết, -CH₂-, -NH-, -O-, -S- hoặc -C(=O)-, hợp chất này chứa ít nhất một nhóm axyl và/hoặc nhóm oxim este gắn trực tiếp hoặc gián tiếp vào nó. Hợp chất này thích hợp được dùng trong nhiều ứng dụng, trong đó có ứng dụng làm chất khơi mào quang.



Công thức I,



Công thức II.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp chất chứa ít nhất một nhóm oxim este và/hoặc nhóm axyl. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến hợp chất trên cơ sở inden đã được ngưng tụ với floren và các chất dẫn xuất của chúng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chế phẩm nhạy ánh sáng hoặc các chế phẩm có thể quang polyme hóa thường bao gồm, ví dụ, hợp chất có thể polyme hóa chứa liên kết không no kiểu etylen và chất khơi mào quá trình quang polyme hóa. Các chế phẩm nhạy ánh sáng hoặc các chế phẩm có thể quang polyme hóa này được polyme hóa và hóa rắn khi được chiếu ánh sáng, và do đó được sử dụng, ví dụ, trong mực để xếp chữ trên phim hoặc mực quang hóa rắn, đĩa in nhạy ánh sáng, chất cản lọc màu, nhựa nền màu đen và nhiều loại chất cản quang, kể cả chất cản màu màng khô.

Trong những năm gần đây, nhu cầu về các chế phẩm nhạy ánh sáng hoặc các chế phẩm có thể quang polyme hóa nhạy với các nguồn ánh sáng có bước sóng ngắn (365nm hoặc 405nm) ngày càng gia tăng, và do đó nhu cầu về chất khơi mào quá trình quang polyme hóa nhạy với các nguồn ánh sáng này cũng tăng lên.

Các chất khơi mào quá trình quang polyme hóa còn được gọi các chất khơi mào quang gốc tự do. Khi tiếp xúc với ánh sáng có bước sóng thích hợp với các chất khơi mào, các chất này tạo ra các gốc tự do, và do đó khơi mào quá trình polyme hóa gốc tự do đối với các hợp chất có thể polyme hóa được có ở xung quanh chất khơi mào này.

Việc các chất khơi mào quang này thể hiện tính nhạy tốt đối với ánh sáng, đặc biệt là trong vùng cực tím (UV) của quang phổ, ít bạc màu khi sử dụng và tính ổn định tốt đối với nhiệt độ (để bảo quản và xử lý) là điều mong muốn.

Một vài hợp chất hữu cơ chứa nhóm axyl và/hoặc nhóm oxim este được biết là chất khơi mào quang gốc tự do. Chúng được sử dụng ở các chất cản lọc màu do sự hấp thụ của chúng trong vùng phóng xạ cực tím (nằm trong khoảng từ 300nm đến 450nm). Irgacure OXE-01™ và OXE-02™ (được sản xuất bởi BASF, Đức) là các chất khơi mào quang đã biết cho một vài ứng dụng, kể cả các chất cản lọc màu. Một số hợp chất trên

cơ sở triazin cũng được biết là chất khơi mào quang hữu dụng.

WO 2008/138724 đề cập đến hợp chất oxim este trên cơ sở các dẫn xuất carbazol cụ thể, và việc sử dụng chúng làm chất quang khơi mào trong chế phẩm có thể quang polyme hóa.

WO 2008/138732 đề cập đến hợp chất oxim este chứa ít nhất hai nhóm oxim este làm nhóm thế trên các trên hệ hợp chất thơm, bao gồm hợp chất dị vòng, và việc sử dụng chúng làm chất quang khơi mào trong các chế phẩm có thể quang polyme hóa.

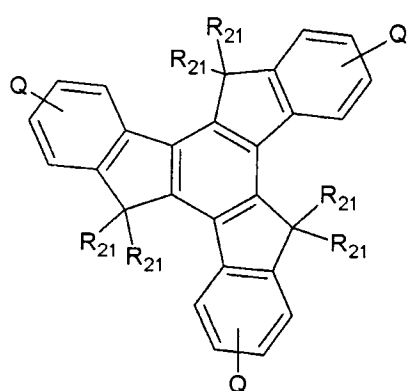
WO 2009/019173 đề cập đến hợp chất oxim este bao gồm N-alkylcarbazol đã được axyl hóa và việc sử dụng chúng làm chất quang khơi mào trong các chế phẩm có thể quang polyme hóa.

US 2010/0188765 A1 cũng đề cập đến hợp chất oxim este chứa ít nhất hai nhóm oxim este làm nhóm thế trên các trên hệ hợp chất thơm, bao gồm hợp chất dị vòng, và việc sử dụng chúng làm chất khơi mào trong các chế phẩm có thể quang polyme hóa.

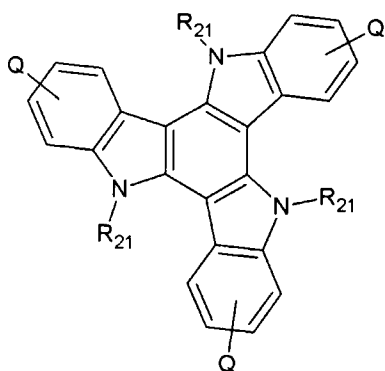
Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất:

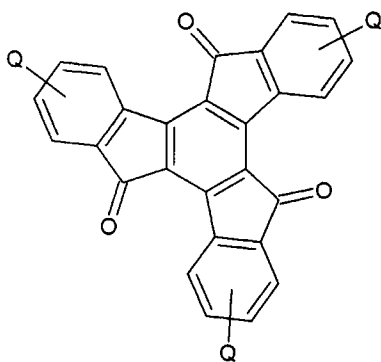
1. Hợp chất có công thức sau:



Công thức 1,



Công thức 2, hoặc



Công thức 3,

trong đó:

mỗi Q độc lập là 1 đến 4:

- hydro;
 - -E₁;
 - -LK-E₁;
 - -LK-(E₁)₂;
 - C₁-C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
 - C₁-C₁₂ haloalkyl;
 - C₄-C₈ xycloalkenyl;
 - C₂-C₁₂ alkynyl;
 - phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mỗi gốc tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;
 - benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphthyloxycarbonyl, mỗi gốc tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₁₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi -O-, -(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-;
 - -NR₁₆R₁₇; và/hoặc
 - thiophen carbonyl hoặc pyrrolidinyl, mỗi gốc tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl,
- và

mỗi nhóm R₂₁ độc lập là:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;

- C₁–C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
 - C₄–C₈ xycloalkenyl;
 - C₂–C₁₂ alkynyl; hoặc
 - phenyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁–C₆ alkyl, nitril, alkyloxy, -COOR₁₆, và/hoặc C₂–C₁₂ alkylcarboxyl, và/hoặc hai R₂₁ được gắn vào cùng một nguyên tử cacbon là =O hoặc =E₂, trong đó:
 - E₁ là nhóm oxim este có công thức -CR₆=N-O-(C=O)-R₇, =E₂ là nhóm oxim este có công thức =N-O-(C=O)-R₇,
 - LK- là alkylen, xycloalkylen, alkenylen, xycloalkenylen, alkynylen, xycloalkynylen, arylen, -S-arylen, -NH-arylen hoặc -N(aryl)-arylen được thế tùy ý, mà mỗi nhóm này tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxi, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit và/hoặc nhóm este, trong đó R₆ là:
 - hydro;
 - C₁–C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều:
 - phenyl,
 - halogen,
 - -NR₉R₁₀,
 - -O-L, và/hoặc
 - -S-L;
 - C₄–C₁₀ xycloalkyl, C₂–C₁₂ alkenyl, C₄–C₁₀ xycloalkenyl, C₂–C₁₂ alkynyl hoặc C₄–C₁₀ xycloalkenyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng alkyl và/hoặc -O-L; hoặc
 - phenyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều:
 - C₁–C₆ alkyl,
 - halogen,
 - nitril,
 - alkyloxy,
 - -COOR₁₀, và/hoặc
 - C₂–C₁₂ alkylcarboxyl,
- trong đó mỗi nhóm R₉ và R₁₀ độc lập là hydro, C₁–C₁₂ alkyl; C₄–C₁₀ xycloalkyl; C₁–C₁₂ alkenyl; C₄–C₁₀ xycloalkenyl; C₂–C₁₂ alkynyl; C₄–C₁₀ xycloalkynyl; C₁–C₁₂ haloalkyl

hoặc aryl được thế tùy ý, và

R_7 là alkyl, xycloalkyl, alkenyl hoặc xycloalkenyl, mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng aryl hoặc halogen, hoặc R_7 là aryl được thế tùy ý bằng alkyl hoặc halogen,

L là nguyên tử hydro hoặc C_1 - C_6 alkyl,

R_{16} và R_{17} độc lập là:

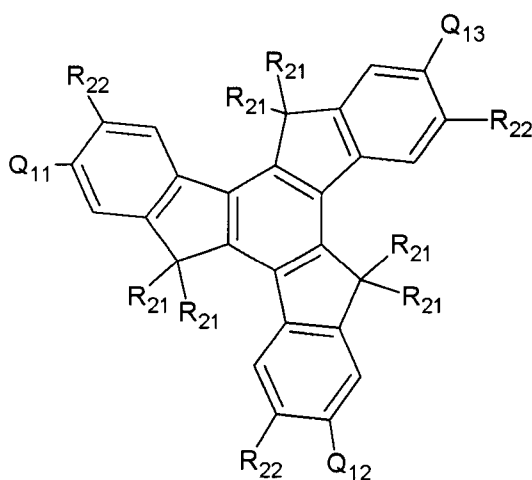
- hydro,
- C_1 - C_{12} alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều $-NR_{19}R_{20}$, $-O-L$ và/hoặc $-S-L$;
- C_4 - C_{10} xycloalkyl;
- C_4 - C_{10} xycloalkenyl;
- C_2 - C_{12} alkynyl;
- C_1 - C_{12} haloalkyl; hoặc
- phenyl hoặc benzoyl, mỗi gốc tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C_1 - C_6 alkyl,

halogen, nitril, alkyloxy, $-COOR_{19}$ và/hoặc C_2 - C_{12} alkylcarboxyl nhóm, và

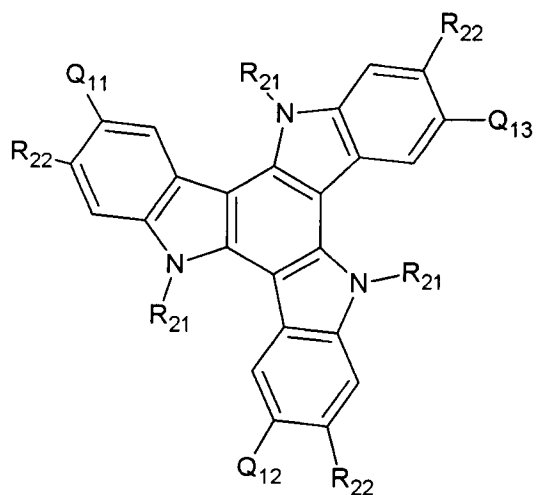
R_{19} và R_{20} độc lập là hydro, C_1 - C_{12} alkyl; C_1 - C_{12} haloalkyl; C_4 - C_8 xycloalkenyl hoặc C_2 - C_{12} alkynyl,

với điều kiện hợp chất này chứa ít nhất một nhóm oxim este hoặc nhóm axyl, và với điều kiện nếu R_{21} được gắn vào nguyên tử nitơ và R_{21} là $-E_1$ thì $-E_1$ không phải là $-CR_6=N-O-(C=O)-R_7$.

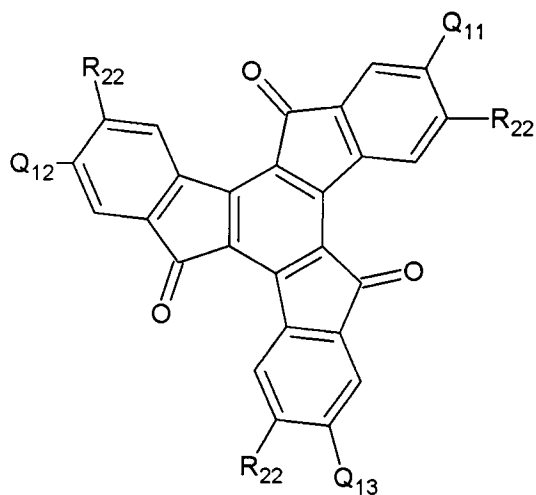
2. Hợp chất theo mục 1, hợp chất này có công thức sau:



Công thức 1',



Công thức 2', hoặc



Công thức 3',

trong đó:

mỗi gốc Q₁₁, Q₁₂ và Q₁₃ độc lập là:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;
- C₁-C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;
- benzoyl, naphtoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphtyloxycarbonyl, mỗi gốc tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀,

halogen, phenyl, $-\text{COOR}_{19}$, $-\text{CONR}_{19}\text{R}_{20}$, $-\text{CN}$, $-\text{NO}_2$ và/hoặc $\text{C}_3\text{-C}_{10}$ xycloalkyl, trong đó $\text{C}_3\text{-C}_{10}$ xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi $-\text{O}-$, $-(\text{C}=\text{O})-$ hoặc $-\text{N}(\text{R}_{19})-$;

- $-\text{NR}_{16}\text{R}_{17}$; hoặc

- thiophen carbonyl hoặc pyrrolidinyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều $\text{C}_1\text{-C}_6$ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, $-\text{COOR}_{19}$, và/hoặc $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ alkylcarboxyl, mỗi nhóm R_{22} độc lập là:

- hydro;

- $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều $-\text{NR}_{19}\text{R}_{20}$, $-\text{O-L}$ và/hoặc $-\text{S-L}$;

- $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ haloalkyl;

- $\text{C}_4\text{-C}_8$ xycloalkenyl;

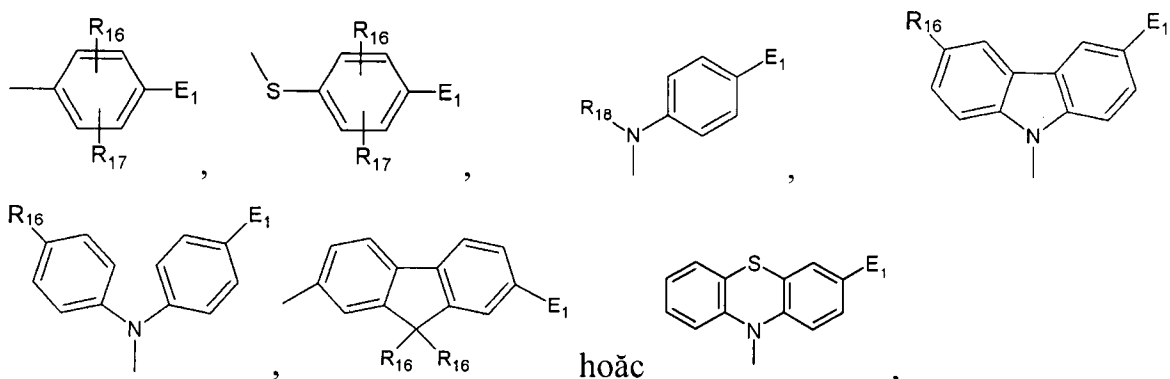
- $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ alkynyl;

- phenyl hoặc $-\text{N}(\text{R}_{19})\text{-phenyl}$, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều $\text{C}_1\text{-C}_6$ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, $-\text{COOR}_{19}$ và/hoặc $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ alkylcarboxyl; hoặc

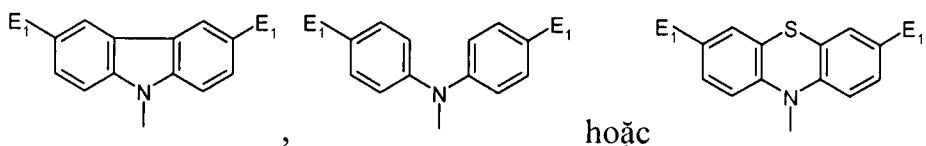
- benzoyl, naphtoyl, phenyloxycarbonyl hoặc naphtyloxycarbonyl, mỗi gốc tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều $\text{C}_1\text{-C}_{20}$ alkyl, $\text{C}_1\text{-C}_4$ haloalkyl, $-\text{SR}_{19}$, $-\text{OR}_{19}$, $-\text{NR}_{19}\text{R}_{20}$, halogen, phenyl, $-\text{COOR}_9$, $-\text{CONR}_{19}\text{R}_{20}$, $-\text{CN}$, $-\text{NO}_2$ và/hoặc $\text{C}_3\text{-C}_{10}$ xycloalkyl, trong đó $\text{C}_3\text{-C}_{10}$ xycloalkyl bị ngắt mạch bởi $-\text{O}-$, $-(\text{C}=\text{O})-$ hoặc $-\text{N}(\text{R}_{19})-$,

trong đó R_{16} , R_{17} , R_{19} , R_{20} , R_{21} , L , $-\text{LK}-$ và $-\text{E}_1$ như được xác định theo mục 1, với điều kiện hợp chất này chứa ít nhất một nhóm oxim este hoặc nhóm axyl, và với điều kiện nếu R_{21} được gắn vào nguyên tử nitơ thì R_{21} không phải là $-\text{E}_1$.

3. Hợp chất theo mục 1 hoặc mục 2, trong đó $-\text{LK-E}_1$ là nhóm có công thức:



và $-\text{LK-(E}_1)_2$ là nhóm có công thức:



trong đó R_{18} là hydro hoặc C_1-C_{12} alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều -O-L và/hoặc -S-L, và

trong đó L, R_{16} và R_{17} được xác định theo mục 1.

4. Hợp chất theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 3, trong đó

- mỗi nhóm Q, Q_1 , Q_2 và Q_3 , nếu có mặt, là một $-E_1$ có công thức $-CR_6=N-O-(C=O)-R_7$, trong đó R_6 là C_1-C_{12} alkyl tùy ý được thế bằng -O-L, trong đó L là C_1-C_6 alkyl, và R_7 là C_1-C_{12} alkyl;

- tất cả các R_{22} , nếu có mặt, là hydro; và

- tất cả các R_{21} , nếu có mặt, là hydro hoặc C_1-C_{12} alkyl.

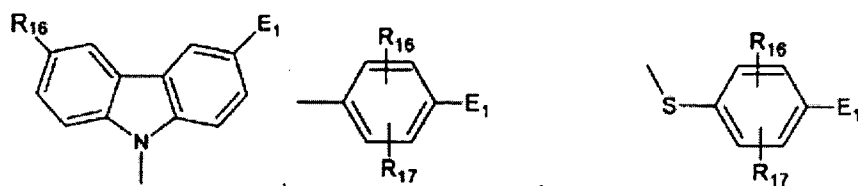
5. Hợp chất theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 3, trong đó:

- mỗi gốc Q, Q_{11} , Q_{12} , và Q_{13} , nếu có mặt, là một -LK- E_1 , trong đó E_1 có công thức $-CR_6=N-O-(C=O)-R_7$, trong đó R_6 là C_1-C_{12} alkyl tùy ý được thế bằng -O-L, trong đó L là C_1-C_6 alkyl, và R_7 là C_1-C_{12} alkyl;

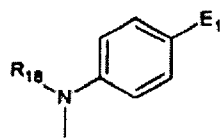
- tất cả các R_{22} , nếu có mặt, là hydro;

- tất cả các R_{21} , nếu có mặt, là hydro hoặc C_1-C_{12} alkyl; và

- LK là nhóm có công thức:



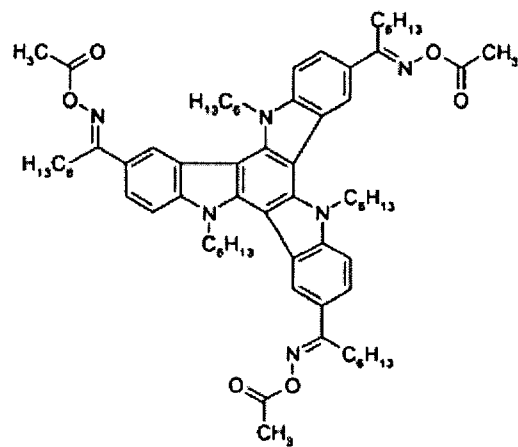
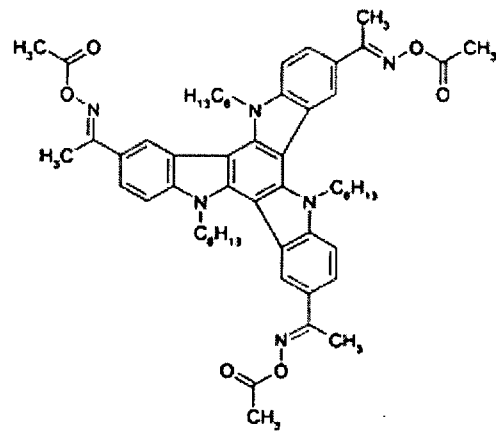
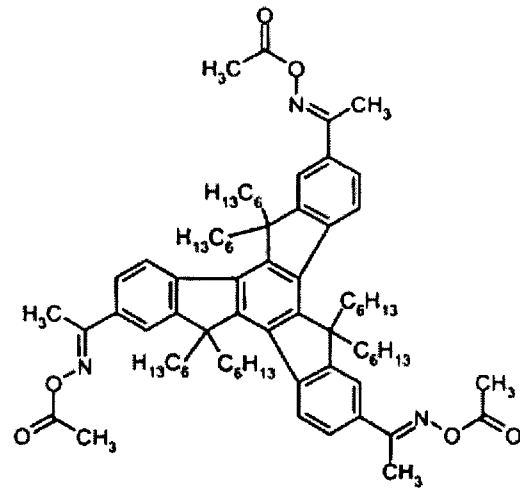
hoặc

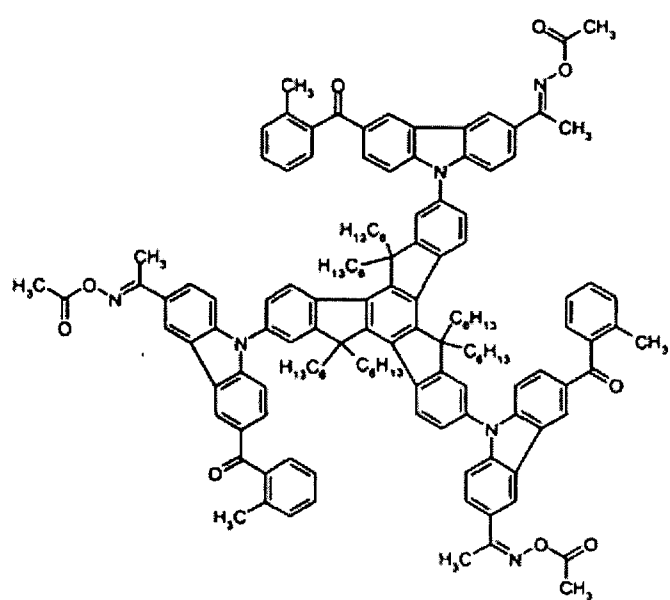
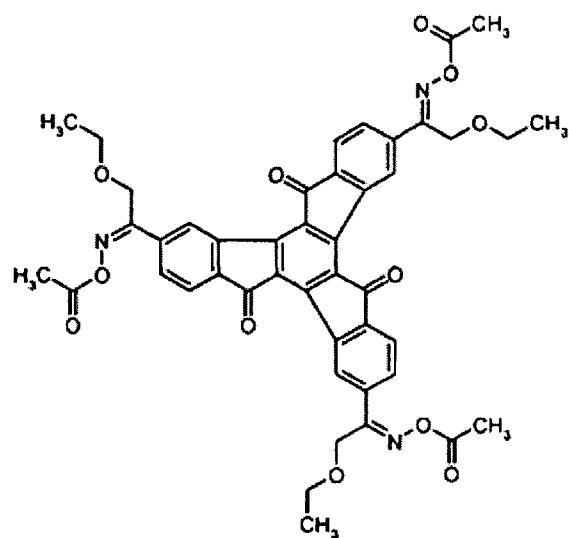


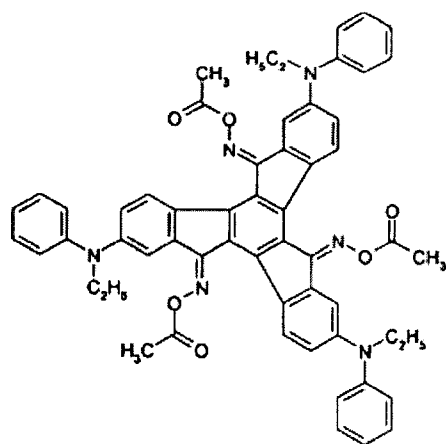
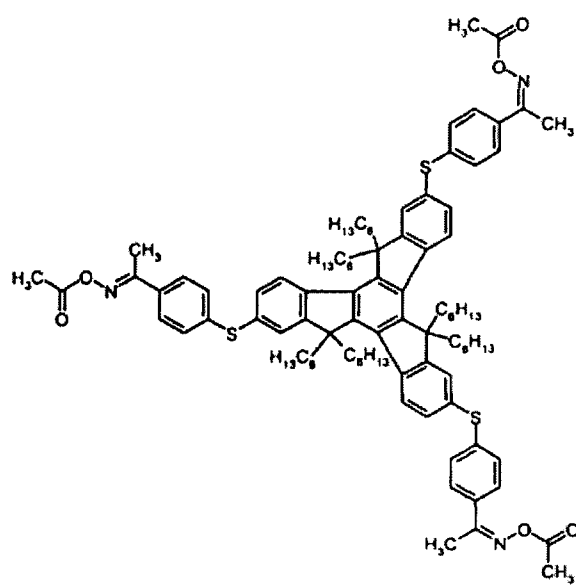
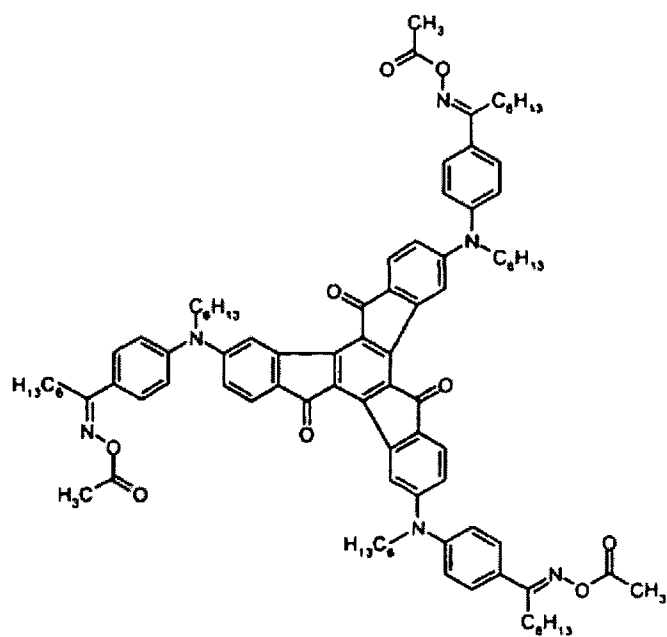
trong đó R_{16} là hydro hoặc benzoyl được thế bằng C_1-C_6 alkyl, R_{17} là hydro, và R_{18} là C_1-C_{12} alkyl.

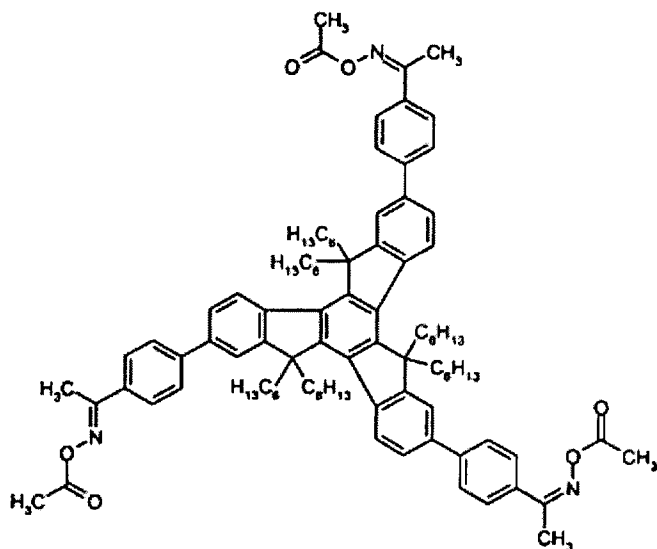
6. Hợp chất theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 3, trong đó mỗi gốc Q_{11} , Q_{12} và Q_{13} , nếu có mặt, là hydro; mỗi gốc Q và R_{22} , nếu có mặt, là một nhóm có công thức $-N(R_{19})$ -phenyl, trong đó R_{19} là C_1-C_{12} alkyl, và mỗi cặp gốc R_{21} mà được gắn vào cùng một nguyên tử cacbon là $=E_2$, trong đó R_7 là C_1-C_{12} alkyl.

7. Hợp chất theo mục bất kỳ trong số các mục từ 1 đến 3, hợp chất này có công thức sau:

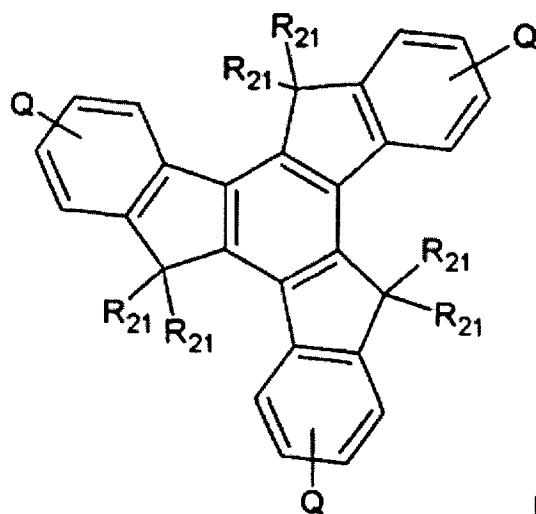






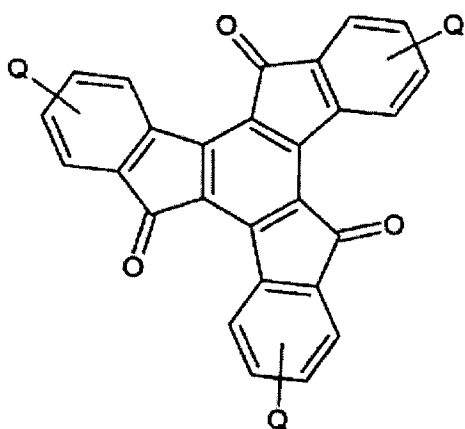


8. Hợp chất có công thức:



Công thức 1

hoặc



Công thức 3,

trong đó:

mỗi nhóm Q độc lập là 1 đến 4:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;
- benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphthyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₁₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi -O-, -(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-;
- -NR₁₆R₁₇; và/hoặc
- thiophen carbonyl hoặc pyrrolidinyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl, và mỗi nhóm R₂₁ độc lập là:

- hydro;
 - -E₁;
 - -LK-E₁;
 - -LK-(E₁)₂;
 - C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
 - C₄-C₈ xycloalkenyl;
 - C₂-C₁₂ alkynyl; hoặc
 - phenyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, nitril, alkyloxy, -COOR₁₆ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl,
- và/hoặc hai nhóm R₂₁ được gắn vào cùng một nguyên tử cacbon là =O,
- trong đó:

-E₁ là nhóm axyl có công thức -C(=O)-R₃₀, trong đó R₃₀ là alkyl được thế tùy ý, xycloalkyl, alkenyl, xycloalkenyl, alkynyl, xycloalkynyl, hoặc aryl, mà mỗi nhóm này tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxi, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit và/hoặc nhóm este, và

-LK- là một nhóm alkylen, xycloalkylen, alkenylen, xycloalkenylen, alkynylen, xycloalkynylen, arylen, -S-arylen, -NH-arylen hoặc N(aryl)-arylen được thế tùy ý, mà mỗi nhóm này tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxi, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit và/hoặc nhóm este,

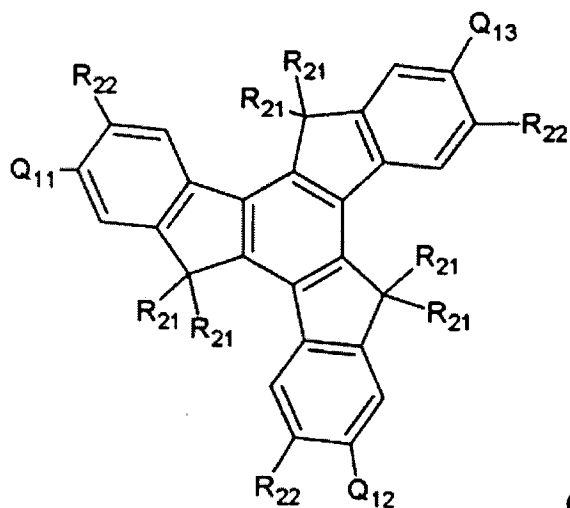
L là nguyên tử hydro hoặc C₁-C₆ alkyl,

R₁₆ và R₁₇ độc lập là:

- hydro,
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₄-C₁₀ xycloalkyl;
- C₄-C₁₀ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- C₁-C₁₂ haloalkyl; hoặc
- phenyl hoặc benzoyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc nhóm C₂-C₁₂ alkylcarboxyl, và

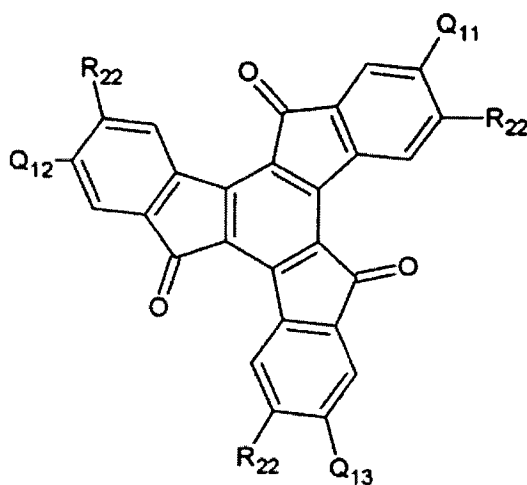
R₁₉ và R₂₀ độc lập là hydro, C₁-C₁₂ alkyl; C₁-C₁₂ haloalkyl; C₄-C₈ xycloalkenyl; hoặc C₂-C₁₂ alkynyl, với điều kiện hợp chất này chứa ba nhóm axyl.

9. Hợp chất theo mục 8, hợp chất này có công thức:



Công thức 1'

hoặc



Công thức 3',

trong đó:

mỗi nhóm Q₁₁, Q₁₂ và Q₁₃ độc lập là:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;

• benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphthyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C_1 - C_{20} alkyl, C_1 - C_4 haloalkyl, $-SR_{19}$, $-OR_{19}$, $-NR_{19}R_{20}$, halogen, phenyl, $-COOR_{19}$, $-CONR_{19}R_{20}$, $-CN$, $-NO_2$ và/hoặc C_3 - C_{10} xycloalkyl, trong đó C_3 - C_{10} xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi $-O-$, $-(C=O)-$ hoặc $-N(R_{19})-$;

• $-NR_{16}R_{17}$; hoặc

• thiophen carbonyl hoặc pyrrolidinyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C_1 - C_6 alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, $-COOR_{19}$, và/hoặc C_2 - C_{12} alkylcarboxyl, mỗi nhóm R_{22} độc lập là:

• hydro;

• C_1 - C_{12} alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều $-NR_{19}R_{20}$, $-O-L$ và/hoặc $-S-L$;

• C_1 - C_{12} haloalkyl;

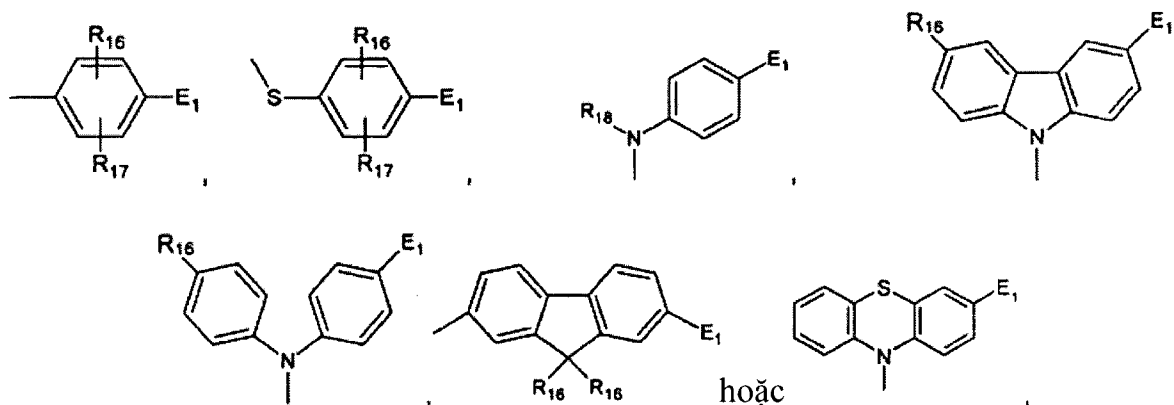
• C_4 - C_8 xycloalkenyl;

• C_2 - C_{12} alkynyl;

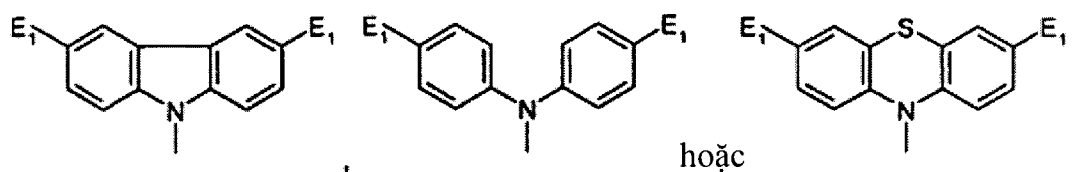
• phenyl hoặc $-N(R_{19})$ -phenyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C_1 - C_6 alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, $-COOR_{19}$, và/hoặc C_2 - C_{12} alkylcarboxyl; hoặc

• benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphthyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C_1 - C_{20} alkyl, C_1 - C_4 haloalkyl, $-SR_{19}$, $-OR_{19}$, $-NR_{19}R_{20}$, halogen, phenyl, $-COOR_9$, $-CONR_{19}R_{20}$, $-CN$, $-NO_2$ và/hoặc C_3 - C_{10} xycloalkyl, trong đó C_3 - C_{10} xycloalkyl bị ngắt mạch bởi $-O-$, $-(C=O)-$ hoặc $-N(R_{19})-$, trong đó R_{16} , R_{17} , R_{19} , R_{20} , R_{21} , L , $-LK-$ và $-E_1$ như được xác định trong điểm 8, với điều kiện là hợp chất này chứa ba nhóm axyl.

10. Hợp chất theo mục 8 hoặc mục 9, trong đó $-LK-E_1$ là:



và -LK-(E₁)₂ là:



trong đó R₁₈ là hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -O-L và/hoặc -S-L, và

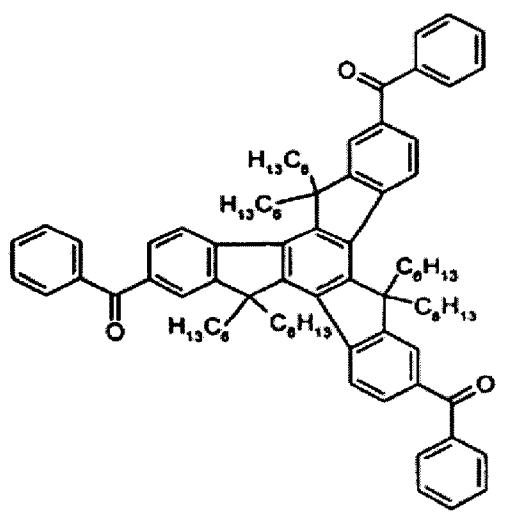
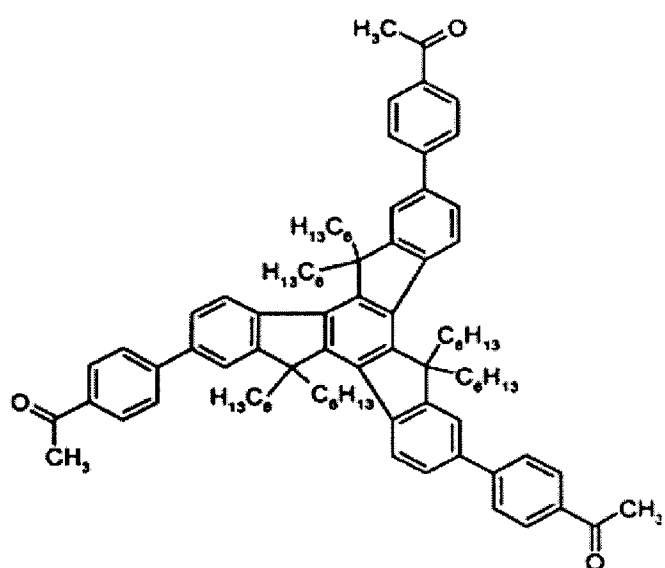
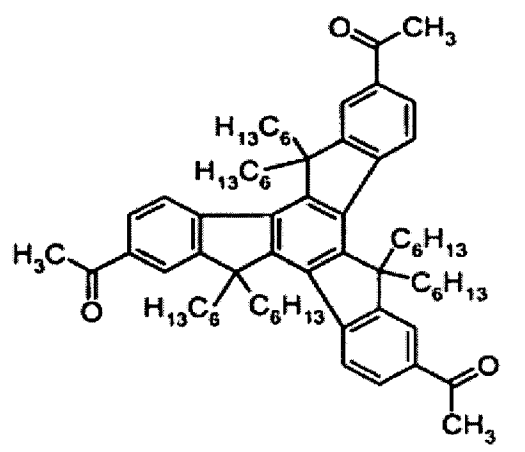
trong đó L, R₁₆ và R₁₇ như được xác định trong điểm 8.

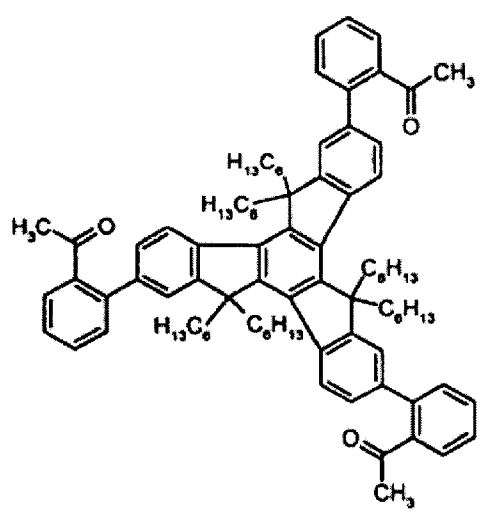
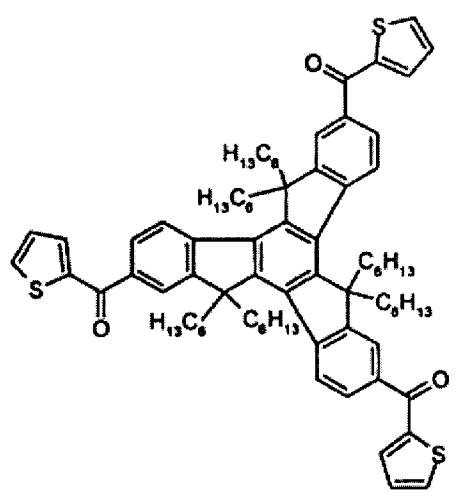
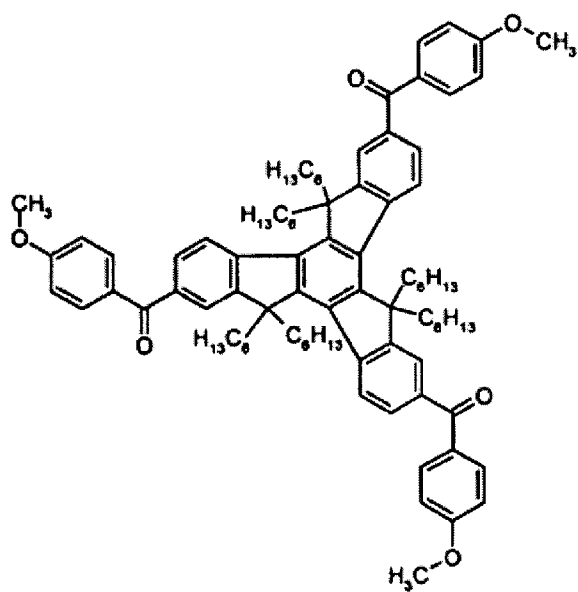
11. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 10, trong đó:

- mỗi nhóm Q, Q₁₁, Q₁₂ và Q₁₃, khi có mặt, là một nhóm -LK-E₁ hoặc -E₁, trong đó E₁ có công thức -C(=O)-R₃₀, trong đó R₃₀ là C₁-C₁₂ alkyl mạch thẳng, phenyl, phenyl được thế bằng alkyl hoặc alkyloxy hoặc thiophenyl;
- tất cả các nhóm R₂₂, khi có mặt, là hydro;
- tất cả các nhóm R₂₁, khi có mặt, là C₁-C₁₂ alkyl, và
- -LK- là 2-phenylen hoặc 4-phenylen,

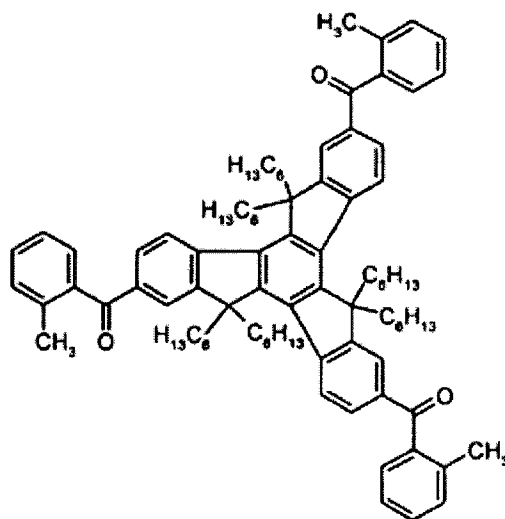
với điều kiện là hợp chất này chứa ba nhóm nhóm axyl.

12. Hợp chất theo mục bất kỳ trong số các mục từ 8 đến 10, hợp chất này có công thức:





hoặc



Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Bản mô tả bao gồm các hình vẽ kèm theo dưới đây.

Hình 1 là sơ đồ phản ứng tạo ra 3-axetyloxim-O-axetat-6,12-dietyl-12-metyl-6,12-dihydro-6-aza-indeno[1,2-b]florein;

Hình 2 là sơ đồ phản ứng tạo ra 7-axetyloxim-O-axetat-10-etyl-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florein;

Hình 3 là sơ đồ phản ứng tạo ra 9-axetyloxim-O-axetat-2-metoxi-12,12-dietyl-6,12-dihydro-6-thia-indeno[1,2-b]florein;

Hình 4 là sơ đồ phản ứng tạo ra 7-axetyloxim-O-axetat-12,12-dimetyl-10,12-dihydro-10-oxo-indeno[2,1-b]florein;

Hình 5 là sơ đồ phản ứng tạo ra 8-axetyloxim-O-axetat-11,13,13-trietyl-6,6-dimetyl-11,13-dihydro-6H-11-aza-indeno[2,1-b]antraxen;

Hình 6 là sơ đồ phản ứng tạo ra 10-(4-axetyloxim-O-axetat phenyl)-7-axetyloxim-O-axetat-2-metoxy-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florein;

Hình 7 là sơ đồ phản ứng tạo ra 10-(4-axetyloxim-O-axetat phenyl)-2,7-diaxetyloxim-O-axetat-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florein;

Hình 8 là sơ đồ phản ứng tạo ra 3,9-điaxetyloxim-O-axetat-6-hexyl-6H-12-thia-6-aza-indeno[1,2-b]florein;

Hình 9 là sơ đồ phản ứng tạo ra 10-hexyl-10H-10-aza-indeno[2,1-b]florene-12-

O-axetyloxim;

Hình 10 là sơ đồ phản ứng tạo ra 7,7'-axetyloxim-O-axetat-1,1'-dimethyl-bisindeno[3,2-b:2',3'-h]-9-sec-butyl carbazol;

Hình 11 là sơ đồ phản ứng tạo ra 4,9,13-trietoxyaxetyloxim-O-triaxetat truxenon;

Hình 12 là biểu đồ thể hiện phổ cực tím-nhìn thấy được (UV-Vis) của 3,8,13-triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15-dihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]florene trioxim tri-O-axetat;

Hình 13 là biểu đồ thể hiện phổ cực tím-nhìn thấy được (UV-Vis) của Carba-05, Truxe-08, Truxe-07 và Truxe-12;

Hình 14 là biểu đồ thể hiện mức hấp thụ cực tím-nhìn thấy được (UV-Vis) tương đối của Truxe-04 (INDENO 332), Truxe-13 (INDENO 336), Truxe-14 (INDENO 332B), Truxe-15 (INDENO 338) và Truxe-16 (INDENO 333);

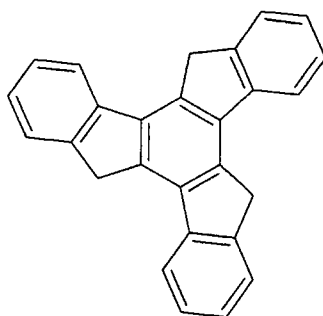
Hình 15 là biểu đồ thể hiện mức độ tiêu thụ oxy của màng làm sạch oxy chứa INDENO 332 dưới dạng hàm số của thời gian; và

Hình 16 là biểu đồ thể hiện mức độ tiêu thụ oxy của màng làm sạch oxy chứa INDENO 336 dưới dạng hàm số của thời gian.

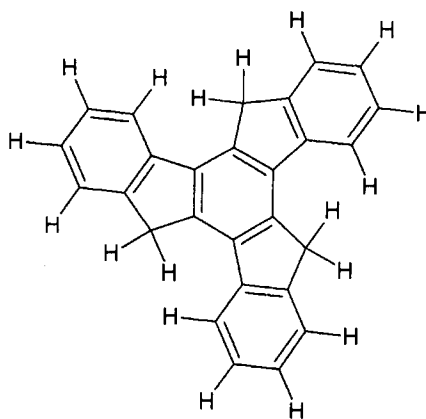
Mô tả chi tiết sáng chế

Hợp chất theo sáng chế

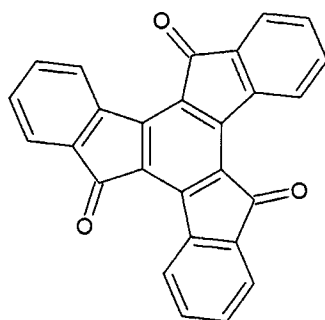
Để dễ hiểu hơn, thuật ngữ "truxen" nêu trong bản mô tả được dùng để chỉ hợp chất có công thức sau:



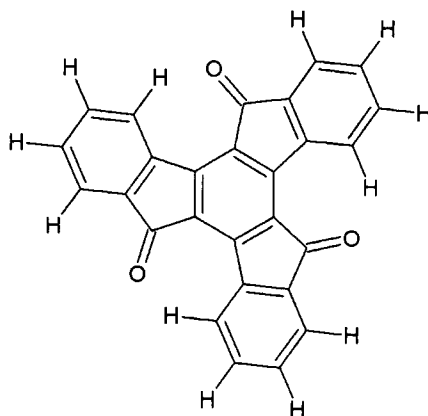
hoặc với tất cả các nguyên tử hydro được thể hiện:



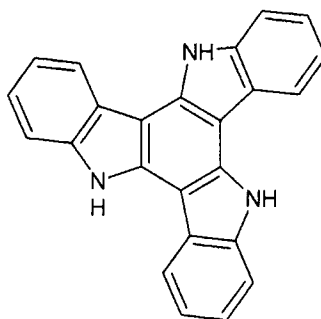
Thuật ngữ truxenon được dùng trong bản mô tả này để chỉ hợp chất có công thức sau:



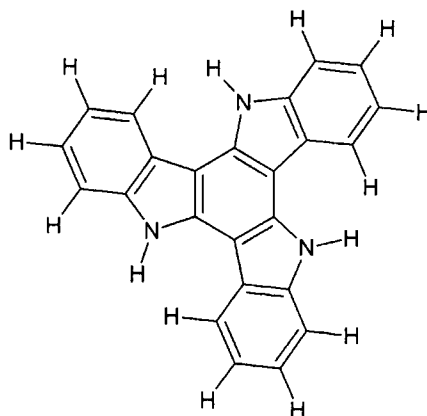
hoặc với tất cả các nguyên tử hydro được thể hiện theo công thức:



Ở đây, thuật ngữ "triazatruxen" được dùng để chỉ hợp chất còn được gọi là 5,10,15-triazatruxen có công thức sau:



hoặc với tất cả các nguyên tử hydro được thể hiện:



Truxen, truxenon, và triazatruxen có số CAS lần lượt 548-35-6, 4430-15-3 và 109005-10-9.

Các hợp chất theo sáng chế có ít nhất một nhóm oxim este và/hoặc nhóm axyl gắn trực tiếp hoặc gián tiếp gắn vào nó. Thuật ngữ "gắn vào nó" có nghĩa là một hoặc hai nguyên tử hydro trên nguyên tử cacbon hoặc nguyên tử nitơ của hợp chất này được thế bằng nhóm oxim este hoặc nhóm axyl.

Các nhóm oxim este và các nhóm axyl có thể được gắn trực tiếp hoặc gián tiếp. Thuật ngữ "được gắn trực tiếp hoặc gián tiếp" có nghĩa là có thể có nhóm liên kết (-LK-) giữa nhóm này và hợp chất. Nếu nhóm liên kết đó có mặt, thì nhóm này được coi là gắn gián tiếp, nếu không thì nó được gắn trực tiếp.

-LK- là alkylen, xycloalkylen, alkenylen, xycloalkenylen, alkynylen, xycloalkynylen, arylen, -S-arylen, -NH-arylen, hoặc -N(aryl)-arylen đã được thế một cách tùy ý, mỗi gốc tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxy, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit, và/hoặc nhóm este. Bản chất của các phần tử thế của các gốc này là không quan trọng đối với sáng chế chừng nào chúng không ngăn cản hợp chất theo sáng chế hoạt động như chất khơi mào quang. Các phần tử thế này có thể thế nguyên tử hydro bất kỳ của các nhóm này, kể cả nguyên tử hydro đã được gắn vào nguyên tử nitơ trong nhóm -NH-arylen. Theo các phương án, các phần tử thế này là một hoặc nhiều:

- mạch polyetylen glycol,
- C₁-C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều:
 - -NR₈R₉,
 - -O-L,

- -S-L, và/hoặc
 - phenyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều: C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, COOR₁₀, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;
- C₄-C₁₀ xycloalkyl, C₂-C₁₂ alkenyl, C₄-C₁₀ xycloalkenyl, C₂-C₁₂ alkynyl, C₄-C₁₀ xycloalkynyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng alkyl và/hoặc -O-L, và/hoặc
- aryl, như phenyl, biphenyl và naphthyl, hoặc aryloyl, như benzoyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều:
 - C₁-C₆ alkyl,
 - halogen,
 - nitril,
 - alkyloxy,
 - -COOR₁₀, và/hoặc
 - C₂-C₁₂ alkylcarboxyl.

trong đó L là nguyên tử hydro hoặc C₁-C₆ alkyl, and trong đó mỗi nhóm R₈, R₉ và R₁₀ là một nguyên tử hydro độc lập, C₁-C₁₂ alkyl; C₄-C₁₀ xycloalkyl; C₁-C₁₂ alkenyl; C₄-C₁₀ xycloalkenyl; C₂-C₁₂ alkynyl; C₄-C₁₀ xycloalkynyl; C₁-C₁₂ haloalkyl; hoặc aryl, được thế tùy ý chẳng hạn phenyl và naphthyl được thế hoặc không được thế. Theo các phương án, aryl được thế tùy ý được thế bằng alkyl hoặc alkyloxy..

Trong các phương án khi nhóm liên kết -LK- dùng để gắn nhóm axyl, thì -LK- là arien, như phenylen.

Ở đây, thuật ngữ nhóm oxim este là -CR₆=N-O-(C=O)-R₇ hoặc =N-O-(C=O)-R₇, trong đó R₆ và R₇ là các phần tử thế giống nhau hoặc khác nhau.

R₆ là:

- hydro;
- C₁-C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều:
 - phenyl,
 - halogen,
 - -NR₉R₁₀,
 - -O-L, và/hoặc
 - -S-L;
- C₄-C₁₀ xycloalkyl, C₂-C₁₂ alkenyl, C₄-C₁₀ xycloalkenyl, C₂-C₁₂ alkynyl,

hoặc C₄–C₁₀ xycloalkenyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng alkyl và/hoặc -O-L; hoặc

- phenyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều:
 - C₁–C₆ alkyl,
 - halogen,
 - nitril,
 - alkyloxy,
 - -COOR₁₀, và/hoặc
 - C₂–C₁₂ alkylcarboxyl,

trong đó L, R₈, R₉ và R₁₀ được xác định như trên.

Theo các phương án, R₆ là alkyl tùy ý được thế bằng –O-C₁–C₆ alkyl. Trong các phương án cụ thể hơn, R₆ là metyl hoặc butyl. Theo các phương án, R₆ là metyl.

Trong các nhóm oxim este, nhóm R₇ có liên quan đến việc tạo ra các gốc tự do. Do đó, nó không bao gồm các nguyên tử oxy, nitơ hoặc lưu huỳnh vì các nguyên tử này có thể tiêu các gốc tự do này. Ngoài ra, mặc dù các nhóm R₇ nhỏ hơn là không cần thiết, chúng được ưu tiên vì chúng có tốc độ phân tán cao hơn và do đó khiến polyme hóa nhanh hơn.

R₇ là alkyl, xycloalkyl, alkenyl, hoặc xycloalkenyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng aryl hoặc halogen, hoặc R₇ là aryl tùy ý được thế bằng alkyl hoặc halogen. Trong các phương án cụ thể, R₇ là C₁–C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng phenyl; C₄–C₁₀ xycloalkyl; hoặc phenyl tùy ý được thế bằng C₁–C₆ alkyl. Theo các phương án, R₇ là C₁–C₁₂ alkyl; C₄–C₁₀ xycloalkyl; hoặc phenyl. Theo các phương án, R₇ là metyl.

Có hai cách trong đó nhóm oxim este được gắn. Trước hết, nếu nhóm oxim este thay thế cho hai nguyên tử hydro đã được gắn vào cùng một nguyên tử cacbon, thì nhóm oxim este này có thể là =N-O-(C=O)-R₇, trong đó nguyên tử nitơ (=N) được gắn trực tiếp qua liên kết đôi vào nguyên tử cacbon mà nguyên tử cacbon này mang hai nguyên tử hydro. Thứ hai, nếu nhóm oxim este chỉ thế một nguyên tử hydro trên nguyên tử nitơ hoặc nguyên tử cacbon, thì nhóm oxim este sẽ là –CR₆=N-O-(C=O)-R₇. Trong trường hợp này, nhóm oxim este có thể được gắn trực tiếp vào nguyên tử mà mang nguyên tử hydro, hoặc nó có thể được gắn vào nhóm liên kết (-LK-) mà chính nhóm này đã được gắn vào nguyên tử đó (tức là nó có thể được gắn gián tiếp).

Cần phải lưu ý rằng sẽ là tốt hơn nếu nguyên tử cacbon đầu tiên của nhóm oxim este (tức là nguyên tử cacbon mang nhóm R_6 và là nguyên tử được gạch chân dưới đây $\text{-}\underline{\text{C}}\text{R}_6\text{=N-O-(C=O)-R}_7$) được gắn vào cùng nguyên tử cacbon, hơn là gắn vào nguyên tử nitơ, để làm tăng mức độ bền nhiệt của hợp chất này. Do đó, khi nhóm oxim este thể nguyên tử hydro trên nguyên tử nitơ, thì nhóm liên kết nên được sử dụng một cách tối ưu. Ngoài ra, trong tất cả các trường hợp mà trong đó nhóm liên kết được sử dụng, thì nguyên tử của nhóm liên kết này mà liên kết với nguyên tử cacbon đầu tiên của nhóm oxim este như nêu trên tối ưu là nguyên tử cacbon. Theo cách khác, bản chất của nhóm liên kết là không quan trọng đối với sáng chế.

Trong bản mô tả này, nhóm axyl là nhóm có công thức -C(=O)-R_{30} , trong đó R_{30} là phần tử thế.

R_{30} là alkyl, xycloalkyl, alkenyl, xycloalkenyl, alkynyl, xycloalkynyl, hoặc aryl tùy ý được thế, mỗi nhóm tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxy, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit, và/hoặc nhóm este. Bản chất của các phần tử thế của các gốc này là không quan trọng đối với sáng chế chừng nào chúng không ngăn cản hợp chất theo sáng chế hoạt động như chất khơi mào quang. Theo các phương án, các phần tử thế này là một hoặc nhiều phần tử trong số các phần tử dưới đây:

- mạch polyetylen glycol,
- $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều:
 - $\text{-NR}_8\text{R}_9$,
 - -O-L ,
 - -S-L , và/hoặc
 - phenyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều: $\text{C}_1\text{-C}_6$ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, COOR_{10} , và/hoặc $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ alkylcarboxyl;
- $\text{C}_4\text{-C}_{10}$ xycloalkyl, $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ alkenyl, $\text{C}_4\text{-C}_{10}$ xycloalkenyl, $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ alkynyl, $\text{C}_4\text{-C}_{10}$ xycloalkynyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng alkyl và/hoặc -O-L , và/hoặc
- aryl, như phenyl, thiophenyl, biphenyl và naphtyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều:
 - $\text{C}_1\text{-C}_6$ alkyl,
 - halogen,
 - nitril,

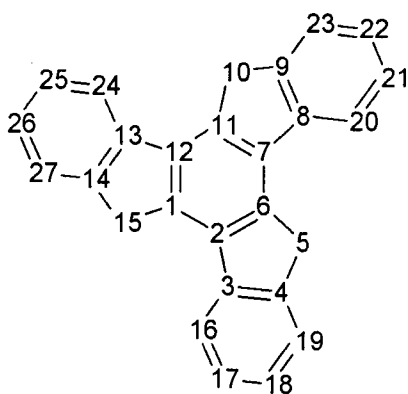
- alkyloxy,
- $-\text{COOR}_{10}$, và/hoặc
- $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ alkylcarboxyl.

trong đó L , R_8 , R_9 và R_{10} được xác định như nêu trên.

Theo phương án, R_{30} là alkyl, phenyl hoặc thiophenyl mạch thẳng, tất cả tùy ý được thế bằng alkyl mạch thẳng hoặc bằng $-\text{O-L}$.

Theo phương án, R_{30} là metyl, 2-metylphenyl, phenyl, thiophenyl, hoặc 4-metoxypheyl.

Để đơn giản, cách đánh số sau sẽ được áp dụng khi bàn luận về cấu trúc chung của truxen, truxenon, triazatruxen hoặc các dẫn xuất của nó:



Tuy nhiên, cần phải lưu ý rằng việc đánh số theo các nguyên tắc chung về danh pháp hóa học sẽ được áp dụng khi gọi tên các hợp chất cụ thể (ví dụ, trong phần "Mô tả các phương án minh họa" dưới đây).

Ngoài ra, các nhân khác nhau trong hợp chất theo sáng chế sẽ được viện dẫn đến như sau: nhân phenyl trung tâm (tức là nhân phenyl chứa các nguyên tử cacbon số 1 đến 2, 6 đến 7, và 11 đến 12), ba nhân trung gian có năm cạnh (tức là các nhân có năm cạnh này được tạo ra lần lượt từ các nguyên tử cacbon số 2 đến 6, các nguyên tử cacbon số 7 đến 11, và nguyên tử cacbon số 1, và 12 đến 15), và ba nhân phenyl bên ngoài (tức là các nhân phenyl được tạo ra lần lượt từ nguyên tử cacbon số 3 đến 4 và 16 đến 19, từ nguyên tử cacbon số 8 đến 9 và 20 đến 23, và từ nguyên tử cacbon số 13 đến 14 và 24 đến 27).

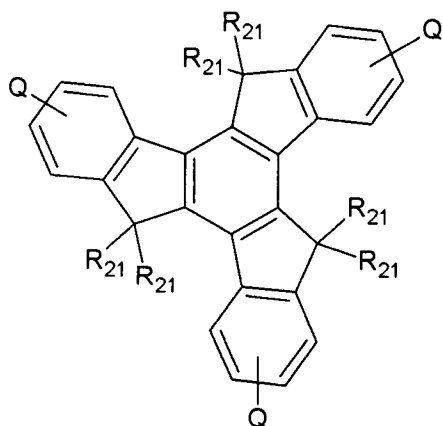
Theo các phương án, truxen, triazatruxen, truxenon hoặc chất dẫn xuất của chúng có một, hai, ba, bốn, năm hoặc sáu nhóm oxim este hoặc ba nhóm axyl gắn trực tiếp hoặc gián tiếp vào nó. Theo các phương án, các hợp chất này chứa một, hai, ba,

bốn, năm nhóm oxim este hoặc nhiều hơn và/hoặc sáu, năm, bốn, ba, hai nhóm oxim este hoặc ít hơn.

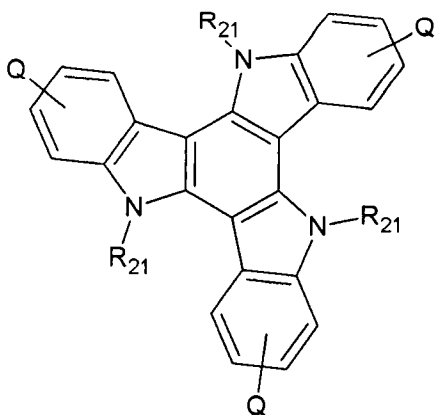
Theo các phương án, một số nhóm hoặc tất cả các nhóm oxim este hoặc các nhóm axyl được gắn trực tiếp hoặc gián tiếp vào các nhân phenyl bên ngoài của truxen, truxenon, triazatruxen hoặc chất dẫn xuất của chúng. Nói cách khác, một số nhóm hoặc tất cả các nhóm oxim este hoặc các nhóm axyl được gắn trực tiếp hoặc gián tiếp vào nguyên tử cacbon số 16 đến 19, 20 đến 23, và 24 đến 27.

Theo cùng một phương án hoặc theo các phương án khác nhau, một số nhóm hoặc tất cả các nhóm oxim este hoặc các nhóm axyl được gắn trực tiếp hoặc gián tiếp vào các nhân trung gian có năm cạnh là truxen, triazatruxen hoặc chất dẫn xuất của chúng. Nói cách khác, một số nhóm hoặc tất cả các nhóm oxim este hoặc các nhóm axyl được gắn trực tiếp hoặc gián tiếp vào cacbon hoặc, nếu có mặt các nguyên tử nitơ số 5, 10, và 15.

Quay trở lại mô tả chi tiết sáng chế, sáng chế đề xuất hợp chất có công thức:

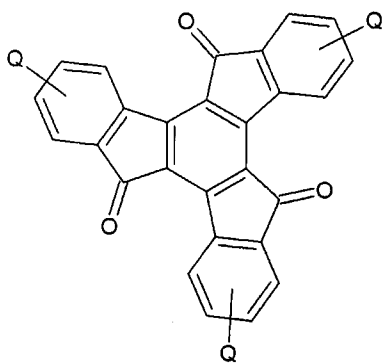


Công thức 1,



Công thức 2,

hoặc



Công thức 3, trong đó:

mỗi gốc Q độc lập là 1 đến 4 nhóm:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;
- C₁-C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;
- benzoyl, naphtoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphtyloxycarbonyl, mỗi gốc tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₁₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi -O-, -(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-;
- -NR₁₆R₁₇; và/hoặc
- thiophen carbonyl hoặc pyrrolidinyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl, và

mỗi gốc R₂₁ độc lập là:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;

- C_1-C_{12} alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều phenyl, $-NR_{19}R_{20}$, $-O-L$ và/hoặc $-S-L$;
- C_4-C_8 xycloalkenyl;
- C_2-C_{12} alkynyl; hoặc
- phenyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C_1-C_6 alkyl, nitril, alkyloxy, $-COOR_{16}$, và/hoặc C_2-C_{12} alkylcarboxyl,

và/hoặc hai R_{21} mà được gắn vào cùng một nguyên tử cacbon đều là $=O$ hoặc $=E_2$,

trong đó:

- E_1 là nhóm oxim este có công thức $-CR_6=N-O-(C=O)-R_7$, $=E_2$ là nhóm oxim este có công thức $=N-O-(C=O)-R_7$,

- $LK-$ là alkylen được thế tùy ý, xycloalkylen, alkenylen, xycloalkenylen, alkynylen, xycloalkynylen, arylen, $-S$ -arylen, $-NH$ -arylen, hoặc $-N(aryl)$ -arylen, mà mỗi nhóm này tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxi, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit, và/hoặc nhóm este,

trong đó trong đó R_6 là:

- hydro;
- C_1-C_{12} alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều:
 - phenyl,
 - halogen,
 - $-NR_9R_{10}$,
 - $-O-L$, và/hoặc
 - $-S-L$;
- C_4-C_{10} xycloalkyl, C_2-C_{12} alkenyl, C_4-C_{10} xycloalkenyl, C_2-C_{12} alkynyl, hoặc C_4-C_{10} xycloalkenyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng alkyl và/hoặc $-O-L$; hoặc
- phenyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều:
 - C_1-C_6 alkyl,
 - halogen,
 - nitril,
 - alkyloxy,
 - $-COOR_{10}$, và/hoặc

- C₂-C₁₂ alkylcarboxyl,

trong đó mỗi nhóm R₉ và R₁₀ độc lập là hydro, C₁-C₁₂ alkyl; C₄-C₁₀ xycloalkyl; C₁-C₁₂ alkenyl; C₄-C₁₀ xycloalkenyl; C₂-C₁₂ alkynyl; C₄-C₁₀ xycloalkynyl; C₁-C₁₂ haloalkyl; hoặc aryl được thế tùy ý, và

R₇ là alkyl, xycloalkyl, alkenyl, hoặc xycloalkenyl, mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng aryl hoặc halogen, hoặc R₇ là aryl được thế tùy ý bằng alkyl hoặc halogen,

- L là nguyên tử hydro hoặc C₁-C₆ alkyl,
- R₁₆ và R₁₇ độc lập là:
 - hydro,
 - C₁-C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
 - C₄-C₁₀ xycloalkyl;
 - C₄-C₁₀ xycloalkenyl;
 - C₂-C₁₂ alkynyl;
 - C₁-C₁₂ haloalkyl; hoặc
 - phenyl hoặc benzoyl, mỗi gốc tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều nhóm C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl,
- R₁₉ và R₂₀ độc lập là hydro, C₁-C₁₂ alkyl; C₁-C₁₂ haloalkyl; C₄-C₈ xycloalkenyl; hoặc C₂-C₁₂ alkynyl,

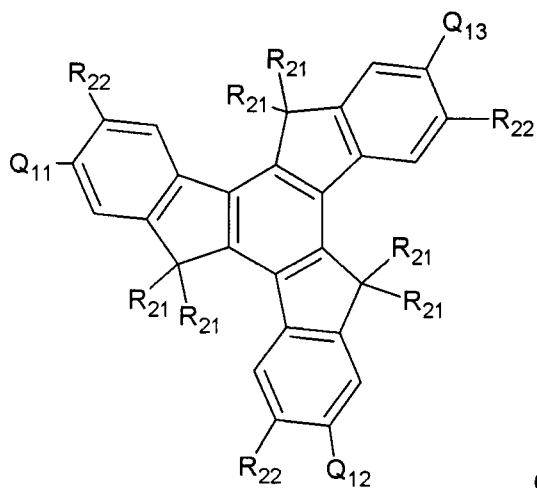
với điều kiện hợp chất này chứa ít nhất một nhóm oxim este hoặc nhóm axyl, và với điều kiện nếu R₂₁ được gắn vào nguyên tử nitơ và R₂₁ là -E₁, thì -E₁ không là -CR₆=N-O-(C=O)-R₇.

Thuật ngữ "mỗi R₂₁ độc lập là [danh mục các phần tử thế] và/hoặc hai R₂₁ được gắn vào cùng nguyên tử cacbon là =O hoặc =E₂" có nghĩa là một vài nhóm hoặc tất cả các nhóm R₂₁ có thể là các phần tử thế đã được liệt kê trong khi một vài hoặc tất cả các cặp R₂₁ đã được gắn vào cùng một nguyên tử cacbon có thể là =O hoặc =E₂.

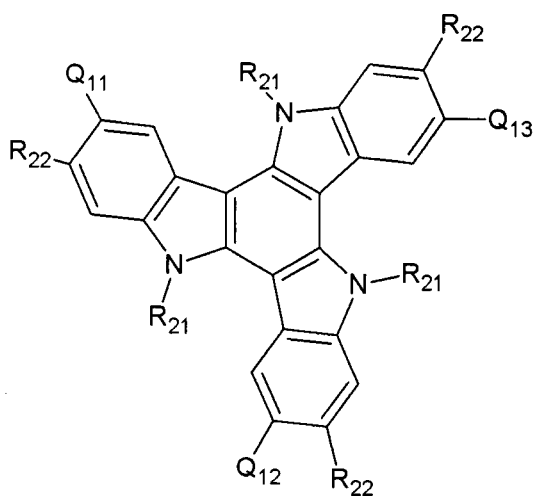
Ngoài ra, "mỗi gốc Q độc lập là 1 đến 4 [danh mục các phần tử thế]" có nghĩa là mỗi gốc Q có thể là 1, 2, 3 hoặc 4 phần tử thế, mỗi phần tử thế được chọn độc lập từ danh mục này. Ngoài ra, thuật ngữ này có nghĩa là các phần tử thế cho mỗi gốc Q được chọn độc lập từ các phần tử thế đã chọn cho các nhóm Q khác.

Theo các phương án, nếu mỗi gốc Q là một phần tử thế, thì các phần tử thế này lần lượt được gắn vào nguyên tử cacbon số 17 hoặc 18, nguyên tử cacbon số 21 hoặc 22, và nguyên tử cacbon số 25 hoặc 26.

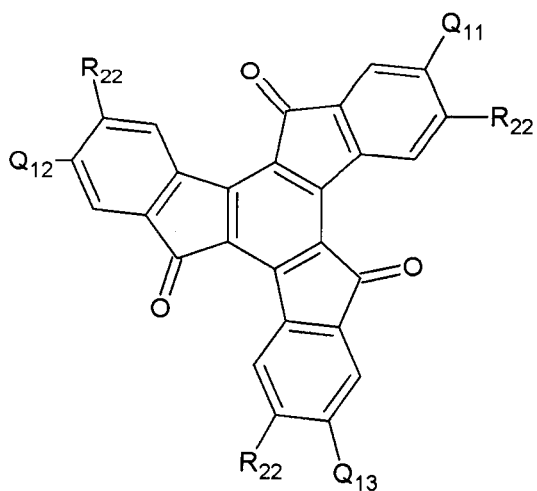
Theo các phương án, hợp chất này có công thức sau:



Công thức 1',



Công thức 2', hoặc



Công thức 3', trong đó

mỗi Q₁₁, Q₁₂ và Q₁₃ độc lập là:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;
- C₁-C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;
- benzoyl, naphtoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphtyloxycarbonyl, mỗi gốc trong số này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₁₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi -O-, -(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-;
- -NR₁₆R₁₇; và/hoặc
- thiophen carbonyl hoặc pyrrolidinyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl,

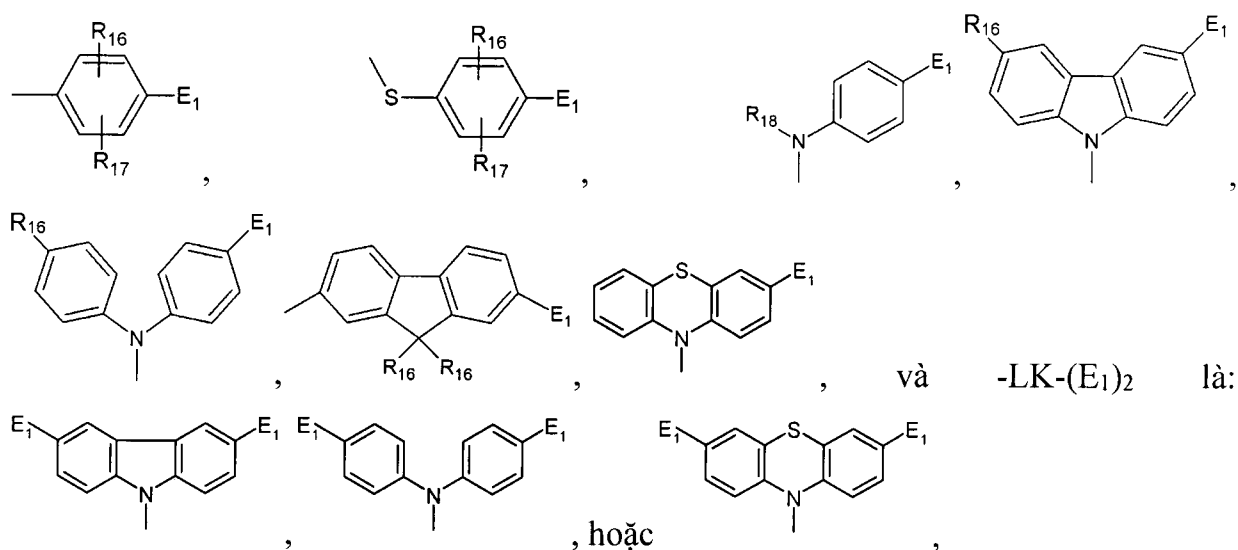
mỗi nhóm R₂₂ độc lập là:

- hydro;
- C₁-C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mỗi gốc này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl; hoặc
- benzoyl, naphtoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphtyloxycarbonyl, mỗi nhóm trong số này tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₁₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl bị ngắt mạch bởi -O-, -

(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-,

trong đó R₁₆, R₁₇, R₁₉, R₂₀, R₂₁, L, -LK-, và -E₁ như được xác định ở trên, với điều kiện hợp chất này chứa ít nhất một nhóm oxim este hoặc nhóm axyl, và với điều kiện nếu R₂₁ được gắn vào nguyên tử nitơ R₂₁ không phải là -E₁.

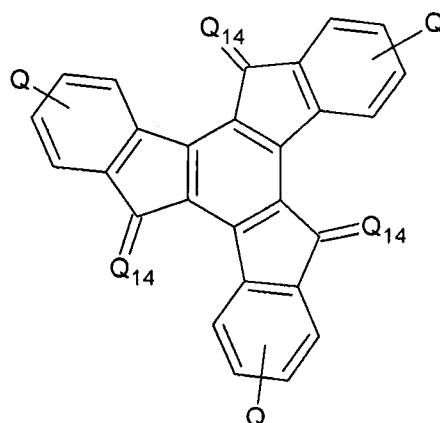
Theo các phương án cụ thể hơn của các hợp chất nêu trên, -LK-E₁ là nhóm có công thức:



trong đó R₁₆ và R₁₇ được xác định như nêu trên và trong đó R₁₈ là hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều -O-L và/hoặc -S-L, L như được xác định như nêu trên.

Cũng cần phải lưu ý rằng theo các phương án khác, (các) nhóm E₁ có thể được gắn ở các vị trí khác nhau của nhóm liên kết nêu trên.

Để chắc chắn hơn, thuật ngữ "hai R₂₁ mà được gắn vào cùng một nguyên tử cacbon là =O hoặc =E₂" có nghĩa là, ví dụ, than Công thức 1 nêu trên thể hiện các hợp chất có công thức sau:



trong đó $=Q_{14}$ là $=O$ hoặc $=E_2$. Cần lưu ý rằng trong số các hợp chất có công thức 1, 1', 2, 2', 3 và 3' nêu trên, chỉ các hợp chất có công thức 1 và 1' có cặp nhóm R_{21} được gắn vào cùng một nguyên tử cacbon là có thể trở thành Q_4 .

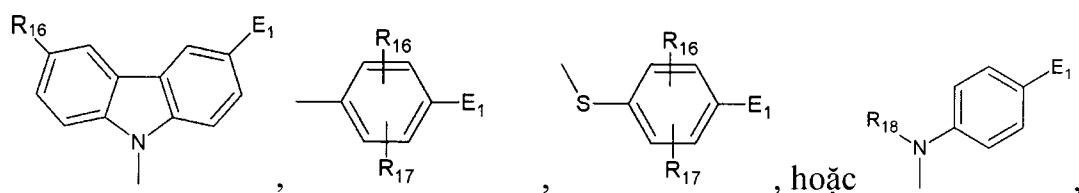
Theo các phương án khác của các công thức 1, 1', 2, 2', 3 và 3' nêu trên, hợp chất này chứa một hoặc nhiều nhóm oxim este, nhưng không chứa nhóm axyl nào.

Theo các phương án của các công thức 1, 1', 2, 2', 3 và 3' nêu trên:

- mỗi gốc Q , Q_1 , Q_2 , và Q_3 , nếu có mặt, là một $-E_1$ có công thức $-CR_6=N-O-(C=O)-R_7$, trong đó R_6 là C_1-C_{12} alkyl tùy ý được thế bằng $-O-L$, trong đó L là C_1-C_6 alkyl, và R_7 là C_1-C_{12} alkyl;
- tất cả các gốc R_{22} , nếu có mặt, là hydro; và
- tất cả các gốc R_{21} , nếu có mặt, là hydro hoặc C_1-C_{12} alkyl.

Theo các phương án khác của các công thức nêu trên 1, 1', 2, 2', 3 và 3':

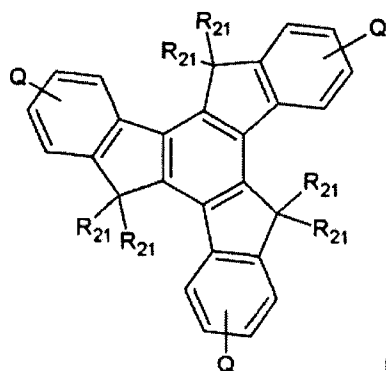
- mỗi gốc Q , Q_{11} , Q_{12} , và Q_{13} , nếu có mặt, là một $-LK-E_1$, trong đó E_1 có công thức $-CR_6=N-O-(C=O)-R_7$, trong đó R_6 là C_1-C_{12} alkyl tùy ý được thế bằng $-O-L$, trong đó L là C_1-C_6 alkyl, và R_7 là C_1-C_{12} alkyl;
- tất cả các gốc R_{22} , nếu có mặt, là hydro;
- tất cả các gốc R_{21} , nếu có mặt, là hydro hoặc C_1-C_{12} alkyl; và
- LK là



trong đó R_{16} là hydro hoặc benzoyl được thế bằng C_1-C_6 alkyl, R_{17} là hydro và R_{18} là C_1-C_{12} alkyl.

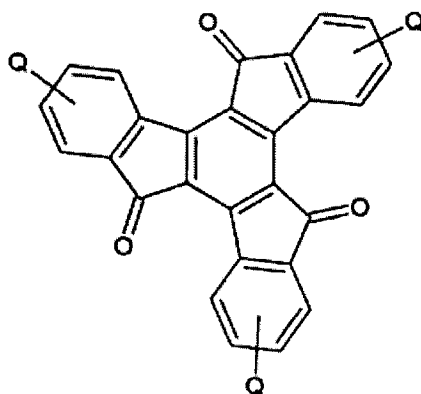
Theo các phương án khác có công thức 1 và 1' nêu trên, mỗi gốc Q_{11} , Q_{12} , và Q_{13} , nếu có mặt, là hydro, mỗi gốc Q và R_{22} , nếu có mặt, là một $-N(R_{19})$ -phenyl, trong đó R_{19} là C_1-C_{12} alkyl, và mỗi cặp R_{21} gắn vào cùng một nguyên tử cacbon là $=E_2$, trong đó R_7 là C_1-C_{12} alkyl.

Theo các phương án, sáng chế đề xuất hợp chất có công thức:



Công thức 1,

hoặc



Công thức 3,

trong đó:

mỗi nhóm Q độc lập là từ 1 đến 4:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;
- benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphthyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₁₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi -O-, -

(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-;

- -NR₁₆R₁₇; và/hoặc
- thiophen carbonyl hoặc pyrrolidinyl, mà mỗi nhóm được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl, và

mỗi nhóm R₂₁ độc lập là:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl; hoặc
- phenyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, nitril, alkyloxy, -COOR₁₆, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl,

và/hoặc hai nhóm R₂₁ gắn vào cùng một nguyên tử cacbon là =O,

trong đó:

-E₁ là một nhóm axyl có công thức -C(=O)-R₃₀, trong đó R₃₀ là alkyl được thế tùy ý, xycloalkyl, alkenyl, xycloalkenyl, alkynyl, xycloalkynyl, hoặc aryl, mà mỗi nhóm tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxi, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit, và/hoặc nhóm este, và -LK- là một nhóm alkylen được thế tùy ý, xycloalkylen, alkenylen, xycloalkenylen, alkynylen, xycloalkynylen, arylen, -S-arylen, -NH-arylen, hoặc N(aryl)-arylen, mà mỗi nhóm tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxi, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit, và/hoặc nhóm este,

L là nguyên tử hydro hoặc C₁-C₆ alkyl,

R₁₆ và R₁₇ độc lập là:

- hydro,
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₄-C₁₀ xycloalkyl;

- C₄-C₁₀ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- C₁-C₁₂ haloalkyl; hoặc
- phenyl hoặc benzoyl, mà mỗi nhóm được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc nhóm C₂-C₁₂ alkylcarboxyl, và

R₁₉ và R₂₀ độc lập là hydro, C₁-C₁₂ alkyl; C₁-C₁₂ haloalkyl; C₄-C₈ xycloalkenyl; hoặc C₂-C₁₂ alkynyl,

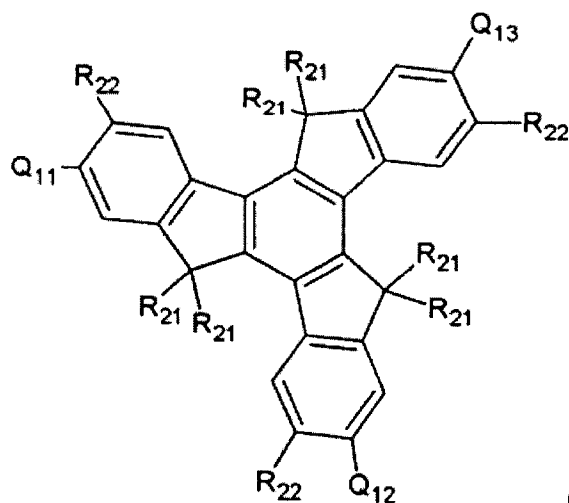
với điều kiện hợp chất có chứa ba nhóm axyl.

Trong bản mô tả này, “mỗi nhóm R₂₁ độc lập là [danh sách các phân tử thế] và/hoặc hai nhóm R₂₁ gắn với cùng nguyên tử cacbon là =O” có nghĩa là một số hoặc tất cả các nhóm R₂₁ có thể là các phân tử thế được liệt kê trong khi một số hoặc tất cả các cặp R₂₁ gắn vào nguyên tử cacbon thông thường có thể là =O.

Tương tự “mỗi nhóm Q độc lập là từ 1 đến 4 [danh sách các phân tử thế] có nghĩa là mỗi nhóm Q có thể là 1, 2, 3 hoặc 4 phân tử thế, được chọn độc lập từ danh sách. Tương tự, nó có nghĩa là các nhóm thế với mỗi Q được chọn lựa một cách độc lập từ các nhóm thế được chọn cho các nhóm Q còn lại.

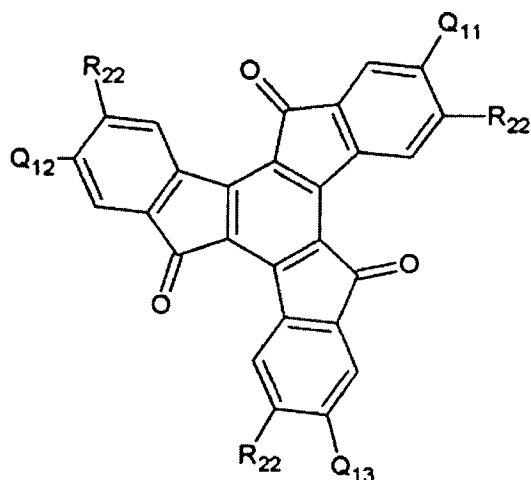
Trong các phương án, khi mỗi Q là một phân tử thế, các phân tử thế được gắn vào các nguyên tử cacbon số 17 hoặc 18, các nguyên tử cacbon số 21 hoặc 22, và các nguyên tử cacbon số 25 hoặc 26, tương ứng.

Theo các phương án, hợp chất có công thức



Công thức 1',

hoặc



Công thức 3',

trong đó:

mỗi nhóm Q_{11} , Q_{12} và Q_{13} độc lập là:

- hydro;
- $-E_1$;
- $-LK-E_1$;
- $-LK-(E_1)_2$;
- C_1-C_{12} alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều $-NR_{19}R_{20}$, $-O-L$ và/hoặc $-S-L$;
- C_1-C_{12} haloalkyl;
- C_4-C_8 xycloalkenyl;
- C_2-C_{12} alkynyl;
- phenyl hoặc $-N(R_{19})$ -phenyl, mà mỗi nhóm được thế bằng một hoặc nhiều C_1-C_6 alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, $-COOR_{19}$, và/hoặc C_2-C_{12} alkylcarboxyl;
- benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphthyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C_1-C_{20} alkyl, C_1-C_4 haloalkyl, $-SR_{19}$, $-OR_{19}$, $-NR_{19}R_{20}$, halogen, phenyl, $-COOR_{19}$, $-CONR_{19}R_{20}$, $-CN$, $-NO_2$ và/hoặc C_3-C_{10} xycloalkyl, trong đó C_3-C_{10} xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi $-O-$, $-(C=O)-$ hoặc $-N(R_{19})-$;
- $-NR_{16}R_{17}$; hoặc
- thiophen carbonyl hoặc pyrrolidiny, mà mỗi nhóm được thế bằng một hoặc nhiều C_1-C_6 alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, $-COOR_{19}$, và/hoặc C_2-C_{12} alkylcarboxyl,

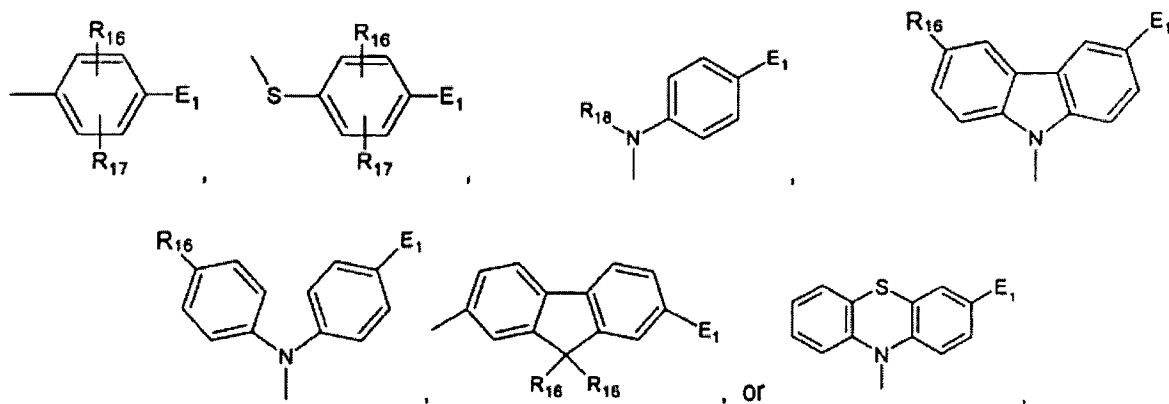
mỗi nhóm R_{22} độc lập là:

- hydro;

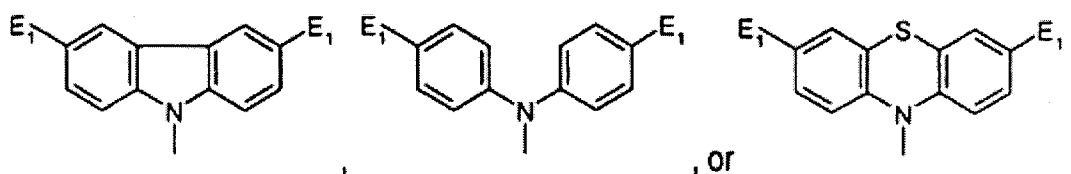
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mà mỗi nhóm được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉, và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl; hoặc
- benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphtyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl bị ngắt mạch bởi -O-, -(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-,

trong đó R₁₆, R₁₇, R₁₉, R₂₀, R₂₁, L, -LK- và -E₁ như được xác định trong điểm 8, với điều kiện là hợp chất có chứa ba nhóm axyl.

Theo các phương án cụ thể của các hợp chất nêu trên, -LK-E₁ là:



và -LK-(E₁)₂ là:

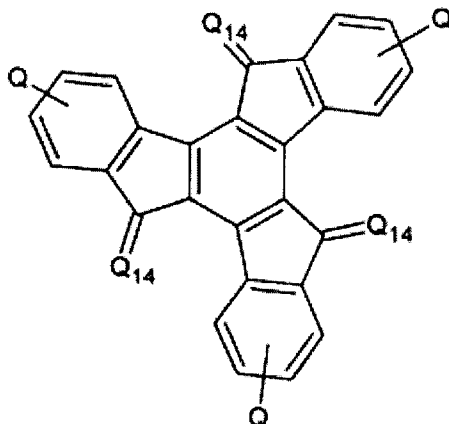


trong đó R₁₆ và R₁₇ như đã xác định ở trên và trong đó R₁₈ là hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl

được thể tùy ý bằng một hoặc nhiều -O-L và/hoặc -S-L, như được xác định ở trên.

Cần phải lưu ý rằng theo các phương án khác, (các) nhóm E₁ có thể gắn vào các vị trí khác nhau của các phân tử nội được trình bày ở trên.

Gần đây hơn, “hai nhóm R₂₁ gắn vào cùng một nguyên tử cacbon là =O” ở trên có nghĩa là, ví dụ, ngoài công thức 1 ở trên có thể là các hợp chất có công thức:



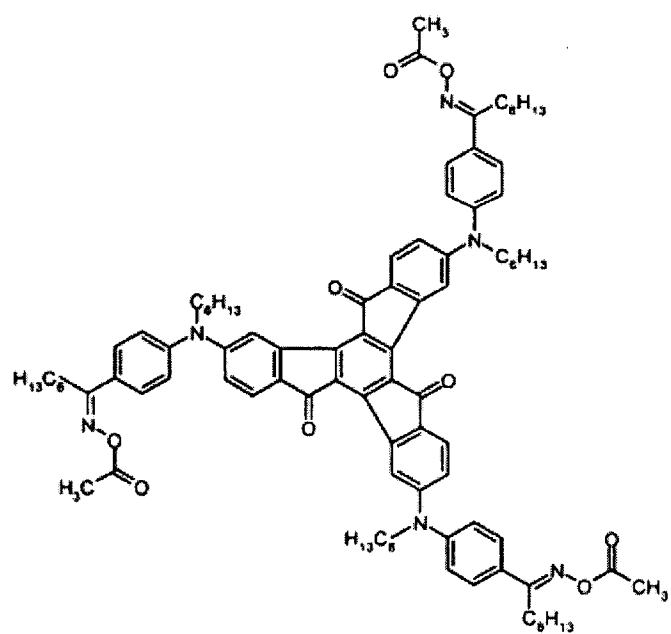
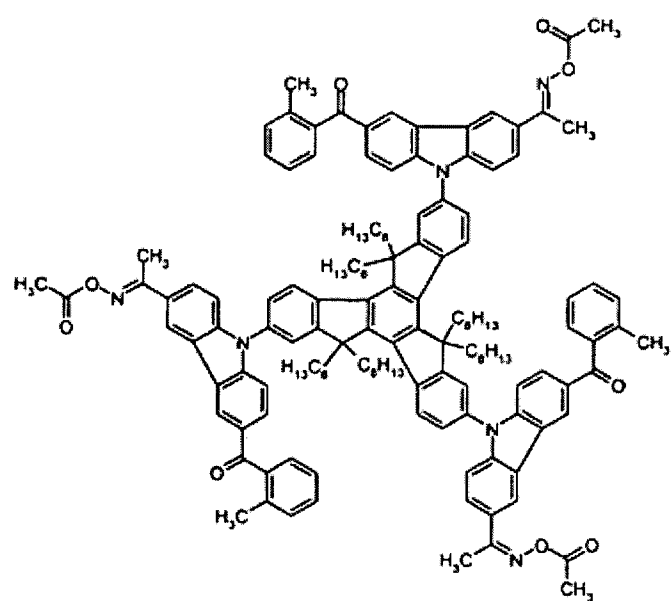
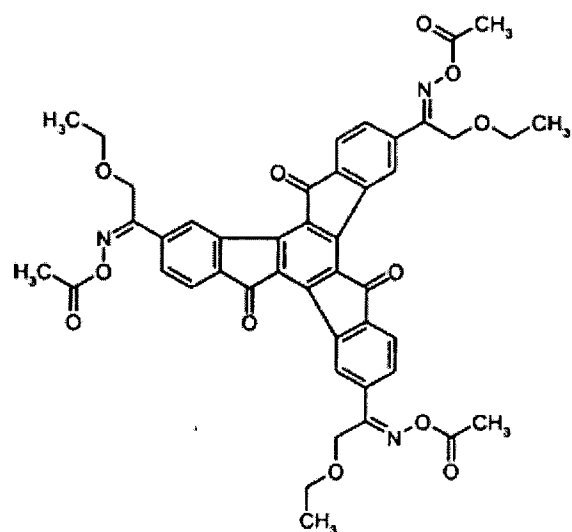
trong đó =Q₁₄ là =O. Cần phải lưu ý rằng trong số các công thức 1, 1', 3 và 3' ở trên, chỉ có các công thức 1 và 1' có các cặp R₂₁ gắn với nguyên tử C thông thường là nguyên tử có thể trở thành Q₁₄.

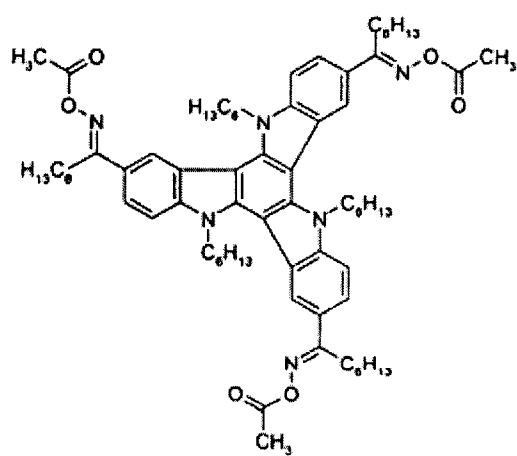
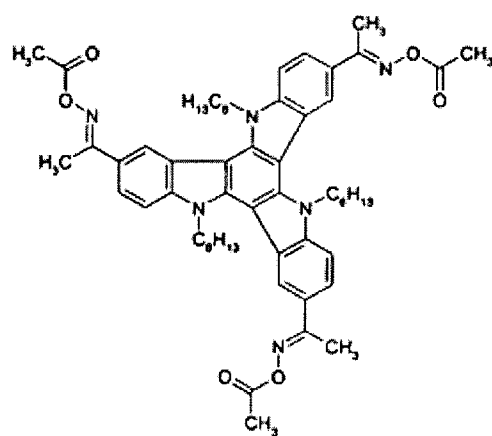
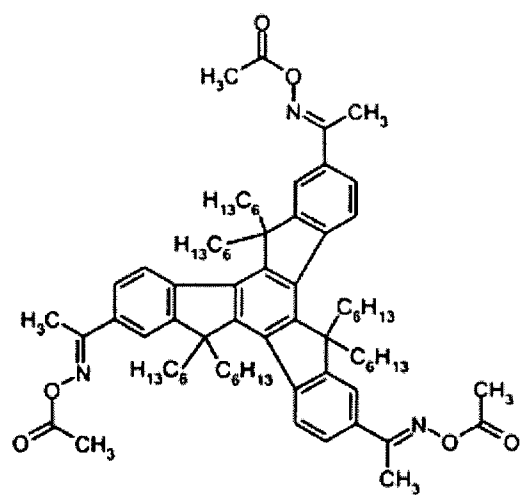
Theo các phương án khác của các công thức 1, 1', 3 và 3' ở trên, hợp chất có chứa ba nhóm axyl, nhưng không chứa nhóm oxim este.

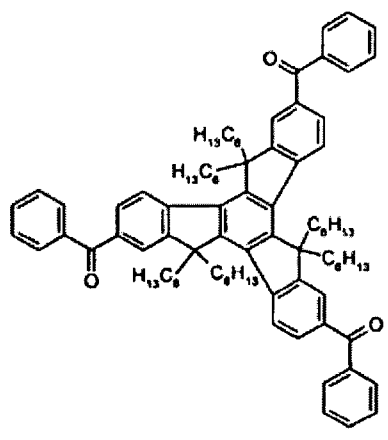
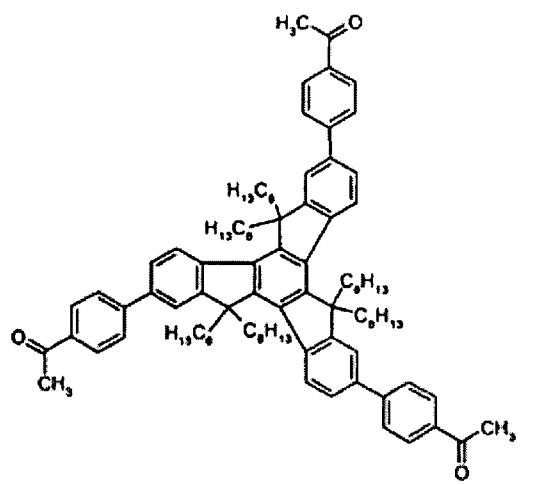
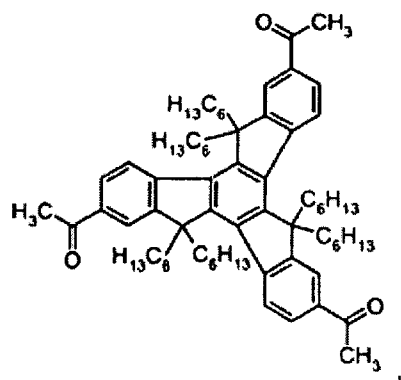
Theo các hương án ở trên các công thức 1, 1', 3 và 3':

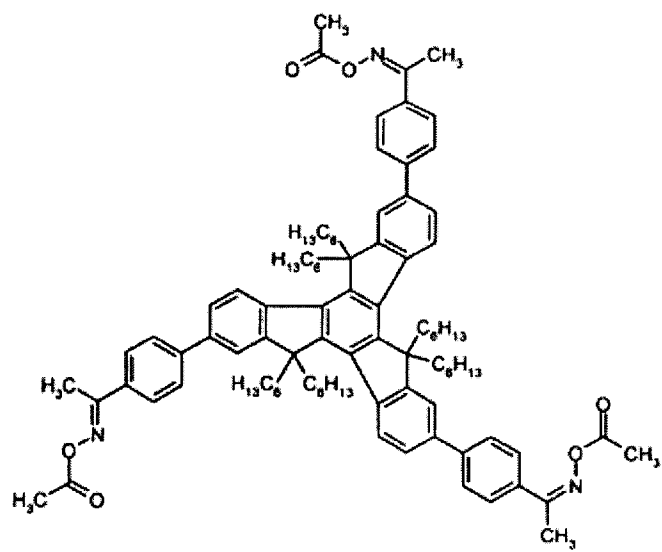
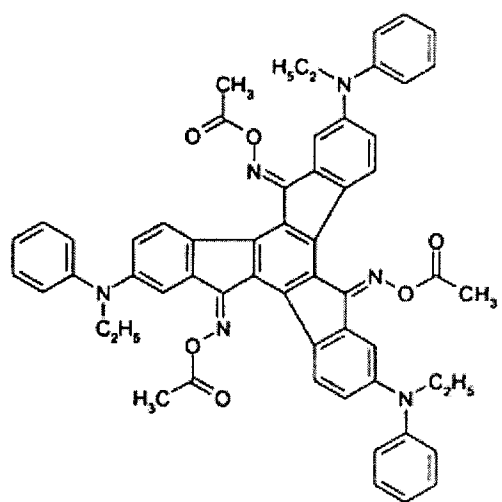
- mỗi nhóm Q, Q₁₁, Q₁₂, và Q₁₃, khi có mặt, là một nhóm -LK- E₁ hoặc -E₁, trong đó E₁ có công thức -C(=O)-R₃₀, trong đó R₃₀ là C₁-C₁₂ alkyl mạch thẳng, phenyl, phenyl được thế với alkyl hoặc alkyloxy, hoặc thiophenyl;
- tất cả các nhóm R₂₂, khi có mặt, là hydro;
- tất cả các nhóm R₂₁, khi có mặt, là C₁-C₁₂ alkyl, và
- -LK- là 2-phenylen hoặc 4-phenylen,

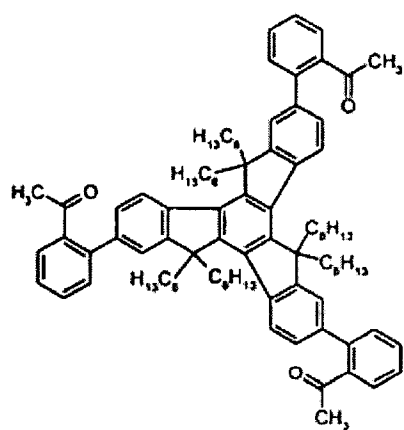
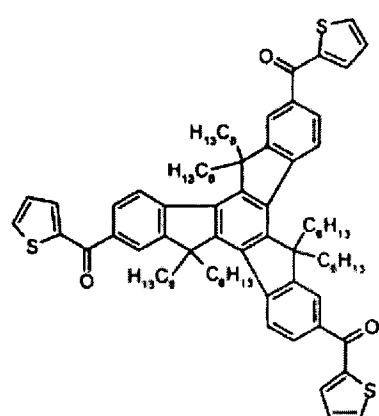
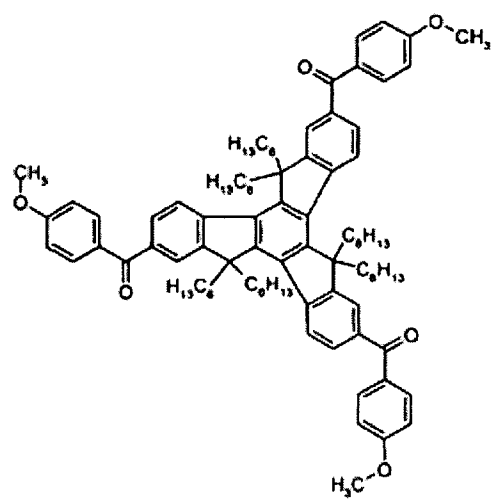
Theo các phương án, hợp chất này có công thức sau:

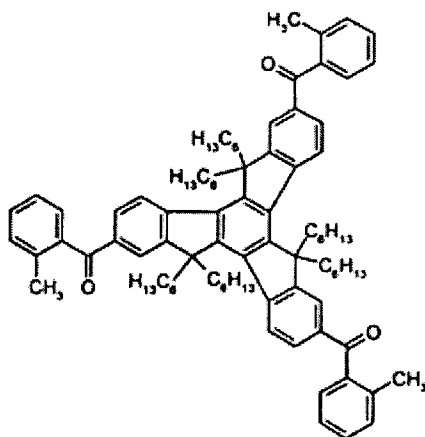












Sử dụng hợp chất theo sáng chế

Các hợp chất theo sáng chế có thể dùng làm chất khơi mào quang. Các hợp chất này hấp thụ tia cực tím (UV) và sau đó giải phóng ra các gốc tự do. Do vậy, chúng có thể được dùng trong các chế phẩm nhạy ánh sáng hoặc các chế phẩm có thể quang polyme hóa. Ngoài hợp chất theo sáng chế, các chế phẩm này thường chứa hợp chất có thể polyme hóa chứa gốc tự do. Các hợp chất có thể polyme hóa chứa gốc tự do này thường là hợp chất có thể polyme hóa chứa liên kết không no kiểu etylen. Các chế phẩm này cũng thường chứa các thành phần khác, mà là đã biết đối với chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này và sẽ chọn lọc chúng tùy theo ứng dụng dự kiến của chế phẩm có thể polyme hóa được.

Các chế phẩm nhạy ánh sáng hoặc các chế phẩm có thể quang polyme hóa và các hợp chất có thể polyme hóa được đề dùng theo sáng chế này là đã biết đối với chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví dụ không giới hạn phạm vi của sáng chế về các chế phẩm này bao gồm mực xếp chữ trên phim hoặc mực quang hóa rắn (kể cả mực để in phun mực (ví dụ mực in phun hóa rắn UV), kỹ thuật làm ảnh bản kẽm, và in nổi bằng khuôn mềm), tấm in nhạy ánh sáng, chất cản lọc màu, nhựa nền màu đen, tấm in đá, và nhiều loại chất cản quang, kể cả chất cản màu màng khô. Các hợp chất theo sáng chế còn có thể dùng làm chất khơi mào quang trong các chế phẩm cho màng làm sạch oxy.

Các hợp chất theo sáng chế có thể thay thế chất khơi mào quang được dùng trong các chế phẩm nhạy ánh sáng hoặc các chế phẩm có thể quang polyme hóa đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Cụ thể, các hợp chất theo sáng chế có thể được dùng trong chất cản lọc màu

như các hợp chất đã được bộc lộ trong tài liệu: Kura et al., "New Oxime Ester Photoinitiators for Color Filter Resists", Radtech Report, May/June 2004, các trang 30-35.

Các hợp chất theo sáng chế cũng có thể được dùng trong các chế phẩm có thể quang polyme hóa đã được bộc lộ ở các trang 7-61 của công bố đơn quốc tế số WO 2006/018405 và ở các trang 22-65 của công bố đơn quốc tế số WO 02/100903. Các hợp chất này cũng có thể được dùng trong chế phẩm đã được bộc lộ trong US 6,949,678.

Cần phải lưu ý, chẳng hạn, rằng các chế phẩm có thể quang polyme hóa này, ngoài hợp chất theo sáng chế và hợp chất có thể polyme hóa, có thể còn bao gồm các chất khơi mào quang đã biết và các chất phụ gia khác như các chất ức chế nhiệt, các hợp chất chứa đồng, các chất kiểu sáp, lớp không thấm oxy, các chất làm ổn định ánh sáng, các amin để thúc đẩy quá trình quang polyme hóa, các tác nhân chuyển mạch, các chất bắt ánh sáng, các tác nhân liên kết ngang, các chất đồng khơi mào, các chất nhuộm màu có thể khử bằng ánh sáng, các chất cải thiện tính trơn chảy, các chất thúc đẩy bám dính, các chất hoạt động bề mặt, các tác nhân làm sáng quang học, các sắc tố, chất màu, tác nhân thấm ướt, các tác nhân hỗ trợ làm đều màu, các chất phân tán, các tác nhân tránh kết tụ, các chất chống oxy hóa, các chất độn, các vi cầu, các loại sợi thủy tinh, các chất kết dính, v.v..

Các chế phẩm có thể quang polyme hóa có thể được dùng cho các mục đích khác nhau, ví dụ, làm mực in, như mực in lưới, mực in phun, mực để in opset hoặc mực để in nổi bằng khuôn mềm, làm tác nhân vật liệu phủ trong, làm vật liệu phủ màu trắng hoặc làm vật liệu phủ có màu, ví dụ, cho gỗ hoặc kim loại, làm lớp bột bao, làm vật liệu bao, cho nhiều loại bao gồm giấy, gỗ, kim loại hoặc nhựa, làm vật liệu bao hóa rắn dưới tác dụng của ánh sáng ban ngày để đánh dấu các công trình xây dựng và đánh dấu đường, cho các kỹ thuật chụp ảnh lại, cho các nguyên vật liệu ghi toàn ảnh, cho các kỹ thuật ghi ảnh hoặc để tạo ra các đĩa in mà có thể được hiện hình bằng các dung môi hữu cơ hoặc bằng các dung dịch kiềm trong nước, để tạo ra khuôn mẫu để in lưới, làm các chế phẩm nhồi dùng trong nha khoa, làm các chất kết dính, làm các chất kết dính áp hợp, làm các loại nhựa dạng lớp, làm chất cản màu dùng trong kỹ thuật khắc, chất cản màu dùng trong chất hàn, các chất cản màu mạ điện, hoặc chất các cản màu lâu dài, cả màng lỏng và màng khô, làm chất điện môi có thể tái cấu trúc theo cách

quang học, cho các bảng mạch in và các mạch điện, làm chất cản màu để sản xuất bộ lọc màu cho nhiều loại ứng dụng hiển thị hoặc để tạo ra các cấu trúc trong quy trình sản xuất tấm màn hình plasma và màn hình điện phát quang, (ví dụ như đã được bộc lộ trong patent Mỹ số US 5,853,446; patent Châu Âu số EP 863,534; các patent Nhật bản số JP 09-244230-A; JP 10-62980-A; JP 08-171863-A; patent Mỹ số US 5,840,465; patent Châu Âu số EP 855,731; các patent Nhật bản số JP 05-271576-A; và JP 05-67405-A) để sản xuất nguyên vật liệu lưu giữ dữ liệu toàn ký (holographic data storage - HDS), để sản xuất các công tắc quang học, các mạng quang học (mạng giao thoa), các mạch ánh sáng, để tạo ra vật thể ba chiều bằng cách hóa rắn khối (hóa rắn bằng UV trong khuôn trong suốt) hoặc theo kỹ thuật in đá lập thể, như được mô tả, ví dụ, trong patent Mỹ số US 4,575,330, để tạo ra các loại vật liệu composit (ví dụ polyeste styren, mà có thể, nếu muốn, chứa sợi thủy tinh và/hoặc các loại sợi khác và các thành phần phụ trợ khác) và các chế phẩm lớp dày khác, để bao hoặc bọc kín các chi tiết điện tử và các mạch tích hợp, hoặc làm lớp bao cho các sợi quang, hoặc để tạo ra các thấu kính quang học, ví dụ các kính tiếp xúc hoặc các thấu kính Fresnel. Các chế phẩm theo sáng chế còn là thích hợp để sản xuất thiết bị y tế, các thiết bị phụ trợ hoặc vật liệu cấy dưới da. Ngoài ra, các chế phẩm theo sáng chế là thích hợp để chuẩn bị gel có các tính chất hướng nhiệt, ví dụ như đã được bộc lộ trong patent Đức số DE 19700064 và patent châu Âu số EP 678,534.

Ngoài ra, các chất khơi mào quang có thể được sử dụng làm các chất khơi mào cho quá trình polyme hóa nhũ tương, quá trình polyme hóa ngọc trai hoặc quá trình polyme hóa huyền phù, làm polyme hóa các chất khơi mào để cố định các trạng thái đã được sắp xếp của các monome và oligome tinh thể lỏng, hoặc làm chất khơi mào để cố định thuốc nhuộm trên các nguyên liệu hữu cơ. Các hợp chất này cũng có thể được sử dụng cho quy trình polyme hóa bột bao có thể hóa rắn do bức xạ. Các hợp chất này còn có thể được dùng trong các chế phẩm cản màu âm tính, thích hợp để sản xuất các dạng bản in để in nổi, in phẳng, kỹ thuật khắc ảnh trên bản kẽm hoặc các dạng bản in lưới, để sản xuất bản sao in nổi, ví dụ, để sản xuất văn bản ở dạng bản in chữ Bray (chữ nổi cho người mù), để sản xuất tem, để dùng trong quy trình khía rãnh theo phương pháp hóa học hoặc làm chất vi cản màu trong quá trình sản xuất mạch tích hợp. Các chế phẩm này còn có thể được sử dụng làm lớp bao hoặc lớp điện môi có thể lấy ảnh mẫu được, nguyên liệu bao nang và bao cách ly trong quá trình sản xuất các

mạch điện tử siêu nhỏ dùng cho máy tính, bảng in và các chi tiết điện hoặc điện tử khác. Các lớp đỡ có thể có, và các điều kiện xử lý đối với các cơ chất bao này có thể thay đổi.

Các chế phẩm này cũng có thể là các chế phẩm nhựa phản ứng nhiệt nhạy quang mà có thể được dùng để tạo ra mẫu chất cản màu dùng trong chất hàn. Các chế phẩm này có thể dùng làm nguyên liệu để sản xuất các bảng mạch in, chế tác chính xác của vật kim loại, khắc các vật thủy tinh và các vật đá, phần nổi của các vật nhựa, và chuẩn bị các đĩa in. Chất cản màu dùng trong chất hàn là chất mà được sử dụng khi hàn một phần nhất định vào bảng mạch in nhằm mục đích tránh chất hàn nóng chảy bám dính vào các phần không liên quan và các mạch bảo vệ.

Các chế phẩm này là thích hợp để sản xuất các bộ lọc màu hoặc các hệ khả năng màu, như đã được bộc lộ, ví dụ, trong patent châu Âu số EP 320,264. Các bộ lọc màu thường được dùng trong quy trình sản xuất các màn hình tinh thể lỏng (LCD), các hệ chiếu hình và bộ phận cảm biến ảnh. Các bộ lọc màu có thể được dùng, ví dụ, cho màn hình và thiết bị quét ảnh trong các máy thu hình, các màn hình video hoặc máy tính, trong công nghệ màn hình phẳng v.v.

Các chế phẩm nhạy quang có thể còn được dùng để sản xuất các vật đệm, mà chúng kiểm soát khoảng trống giữa các tế bào của phần tinh thể lỏng trong tấm màn hình tinh thể lỏng. Các chế phẩm nhạy quang cũng thích hợp để sản xuất các mảng thấu kính cỡ micron được dùng trong các tấm màn hình tinh thể lỏng, các bộ phận cảm biến ảnh và các vật tương tự. Các chế phẩm này cũng thích hợp đối với các bước in ảnh trên đá được áp dụng trong quá trình sản xuất các tấm màn hình plasma (PDP), đặc biệt là đối với quy trình tạo ảnh của thanh chắn, lớp phospho và các điện cực. Các chế phẩm này còn được dùng trong quy trình sản xuất các nguyên vật liệu một lớp hoặc nhiều lớp cho việc ghi ảnh hoặc tái tạo ảnh (bản sao, sao chụp), mà có thể là đơn sắc hoặc đa sắc. Hơn thế nữa, các nguyên vật liệu này là thích hợp đối với hệ chứng có màu. Các hợp chất theo sáng chế còn là thích hợp làm chất khơi mào quang trong ứng dụng lưu giữ dữ liệu toàn ký. Các chất khơi mào quang là thích hợp để chuẩn bị các vật quang học (ví dụ cấu trúc dẫn sóng quang học) hoặc môi trường ghi toàn ký ví dụ chứa polyme và chất khơi mào quang hữu cơ. Như đã nêu trên, các chất khơi mào quang còn là thích hợp để tạo ra các đĩa in. Việc sử dụng các chất khơi mào quang mới này cho các vật định hình hóa rắn làm bằng các chế phẩm composit cũng đáng quan

tâm. Các hợp chất theo sáng chế có thể được dùng để sản xuất toàn ảnh, cấu trúc dẫn sóng, công tắc quang học, trong đó ưu điểm là ở sự phát triển chênh lệch về chỉ số khúc xạ giữa vùng được bức xạ và vùng không được bức xạ.

Các hợp chất theo sáng chế cũng có thể được dùng trong các chế phẩm nhựa nhạy quang đã được bộc lộ trong đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số US 2010/0210749 và trong các chế phẩm có thể hóa rắn được, các chế phẩm có thể quang polyme hóa, các bộ lọc màu và các đối tượng tương tự như đã được bộc lộ trong đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số US 2009/0023085, ví dụ, ở các đoạn từ [0130] đến [0342] và ở các đoạn từ [0407] đến [0607].

Các hợp chất theo sáng chế cũng có thể được dùng trong các chế phẩm nhạy quang đã được bộc lộ trong patent Mỹ số US 7,556,910 và các chế phẩm có thể quang polyme hóa theo patent Mỹ số US 6,051,367.

Do đó, theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất việc sử dụng các hợp chất làm chất khơi mào quang trong các chế phẩm cản lọc màu. Cụ thể hơn, các chế phẩm cản lọc màu này có thể, theo các phương án, chứa:

- khoảng từ 1% đến 5% trọng lượng hợp chất theo sáng chế hoặc hỗn hợp của chúng;
- polyme hòa tan có kiềm tính;
- oligome có hoạt tính phản ứng;
- sắc tố; và
- một hoặc nhiều chất phụ gia tùy ý.

Do đó, khía cạnh khác của sáng chế liên quan đến việc sử dụng các hợp chất theo sáng chế trong chế phẩm bao để tạo ra các đĩa in opset để in đá, mà có thể tạo ảnh kỹ thuật số bằng tia laze có bước sóng phát xạ nằm trong khoảng từ 350nm đến 410nm. Cụ thể hơn, các chế phẩm bao này có thể, theo các phương án, chứa:

- khoảng từ 1% đến 5% trọng lượng hợp chất theo sáng chế hoặc hỗn hợp của chúng;
- nhựa polyme kết dính;
- oligome có hoạt tính phản ứng;
- một hoặc nhiều chất tạo màu; và
- một hoặc nhiều chất phụ gia tạo màng tùy ý

Chế phẩm bao này có thể được bao lên nền nhôm đã được anot hóa có trọng lượng lớp bao nằm trong khoảng từ 0,8 gam đến 3,0 gam cho mỗi mét vuông.

Theo nhiều phương án, các hợp chất theo sáng chế dễ được điều chế. Ví dụ, một số hợp chất trong số này dễ được tinh chế bằng cách kết tinh, nhờ đó không cần sắc ký cực nhanh. Ngoài ra, nhiều hợp chất trong số này hòa tan trong một hoặc nhiều rượu vốn là các dung môi tương đối thân thiện với môi trường. Ngoài ra, nhiều hợp chất trong số này là không màu, khiến chúng trở nên hữu dụng trong nhiều loại ứng dụng. Các hợp chất khác có màu nhạt và hữu dụng hơn, ví dụ, trong nhựa nền màu đen và các ứng dụng khác không phụ thuộc vào màu sắc. Ngoài ra, nhiều hợp chất theo sáng chế không mất màu khi sử dụng.

Thuật ngữ “alkyl” được dùng trong bản mô tả này, trừ khi được nêu rõ theo cách khác, để chỉ gốc C_{1-12} hydrocarbyl mạch nhánh hoặc mạch thẳng no hóa trị một có công thức $-C_nH_{2n+1}$. Tương tự, các thuật ngữ “alkenyl” và “alkynyl” có nghĩa là các gốc hydrocarbyl hóa trị một mạch thẳng hoặc mạch nhánh C_{1-12} không no (lần lượt có (các) liên kết đôi và liên kết ba).

Thuật ngữ “alkylen” được dùng trong bản mô tả này, trừ khi được nêu rõ theo cách khác, để chỉ gốc hydrocarbyl C_{1-12} mạch nhánh hoặc mạch thẳng no hóa trị hai có công thức $-C_nH_{2n}-$. Tương tự, “alkenylen” và “alkynylen” có nghĩa là C_{1-12} mạch thẳng hoặc mạch nhánh không no (lần lượt có (các) liên kết đôi và liên kết ba) các gốc hydrocarbyl hóa trị hai.

Các thuật ngữ “aryl” và “arylen” được dùng trong bản mô tả này, trừ khi được nêu rõ theo cách khác, lần lượt chỉ các gốc thơm hóa trị một và hóa trị hai chứa 1 đến bốn nhân thơm. Các nhân này có thể được ngưng tụ hoặc đã được gắn vào nhau thông qua liên kết cộng hóa trị.

Thuật ngữ “khoảng” được dùng trong bản mô tả này với nghĩa thông thường của nó. Theo các phương án, thuật ngữ này có thể có nghĩa là cộng hoặc trừ 5% trị số bằng số mà nó biểu thị.

Thuật ngữ “chứa” được dùng trong bản mô tả này là thuật ngữ có nghĩa bỏ ngoặc “bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở”.

Các đối tượng khác, các ưu điểm và các dấu hiệu khác của sáng chế sẽ trở nên

rõ ràng khi tham khảo phần mô tả không giới hạn phạm vi của sáng chế về các phương án cụ thể của nó, được thể hiện bằng các ví dụ có dựa vào các hình vẽ kèm theo.

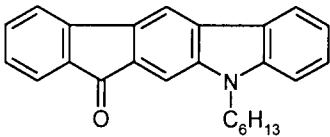
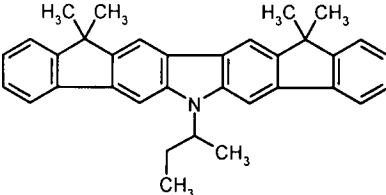
Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được minh họa chi tiết hơn bằng các ví dụ không giới hạn dưới đây.

Thuật ngữ

Các hợp chất sau được sử dụng trong các ví dụ dưới đây:

Công thức	Mô tả
	6,12-diethyl-12-metyl-6,12-dihydro-6-aza-indeno[1,2-b]florene (99%); có sẵn tại Tập đoàn Mylan, thành phố Trà Vinh, Việt nam cung cấp.
	10-etyl-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene (99%); có sẵn tại Tập đoàn Mylan, thành phố Trà Vinh, Việt nam.
	2-metoxy-12,12-dietyl-6,12-dihydro-6-thia-indeno[1,2-b]florene (99%); có sẵn tại Tập đoàn Mylan, thành phố Trà Vinh, Việt nam.
	12,12-dimetyl-10,12-dihydro-10-oxo-indeno[2,1-b]florene (98%); do Tập đoàn Mylan, Việt nam cung cấp.
	11,13,13-trietyl-6,6-dimetyl-11,13-dihydro-6H-11-aza-indeno[2,1-b]antraxen (98%); có sẵn tại Tập đoàn Mylan, thành phố Trà Vinh, Việt nam.
	2-metoxy-10-phenyl-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene (99%); có sẵn tại Tập đoàn Mylan, thành phố Trà Vinh, Việt nam.
	6-Hexyl-12-thia-6-aza-indeno[1,2-b]florene (99%); có sẵn tại Tập đoàn Mylan, thành phố Trà Vinh, Việt nam.

	10-Hexyl-10H-10-aza-indeno[2,1-b]florene-12-one (99%); có sẵn tại Tập đoàn Mylan, thành phố Trà Vinh, Việt nam.
	1,1'-dimethyl-bisindeno[3,2-b:2',3'-h]-9-sec-butyl carbazole (99%); có sẵn tại Tập đoàn Mylan, thành phố Trà Vinh, Việt nam.

Màu xanh cơ bản 4 (BG4): Chất màu do Spectra Colors, USA cung cấp

BYK 307: Chất hoạt động bề mặt polysiloxan đã được cải biến bằng polyetylen glycol, có sẵn tại BYK Chemie, USA.

TRUXE-6H: 5,5',10,10',15,15'-Hexahexyltruxen (98%), có sẵn tại American Dye Source, Inc., Canada.

TRUXA-3H: 5,10,15-Trihexyl-10,15-dihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]florene (98%), có sẵn tại American Dye Source, Inc., Canada.

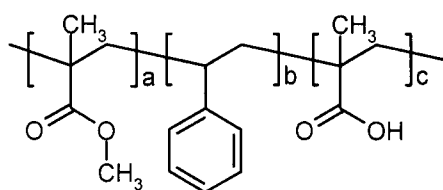
TRUXE-3Br: 2,7,12-Tribromo-5,5,10,10,15,15-hexahexyltruxen, có sẵn tại American Dye Source, Inc., Canada.

TRUXE-3F: 4,9,14-Trifluorotruxenon (98%), có sẵn tại American Dye Source, Inc., Canada

TRUX-2Br: 2,2-dibromo-5-floindan-1-one (97 %), có sẵn tại American Dye Source, Inc., Canada

Silan: γ -Metacryloxypropyl trietoxysilan, do Sigma Aldrich, Canada cung cấp

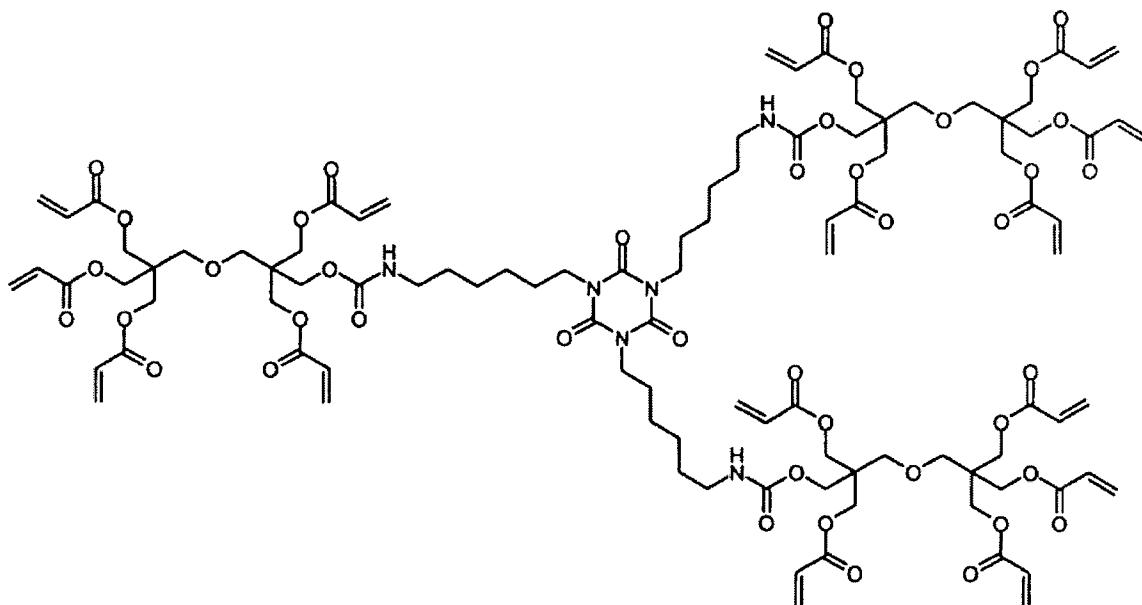
BR07-001: Nhựa polyme kết dính hòa tan có kiềm tính (phân tử lượng (MW) = 37.000g/mol) có sẵn tại American Dye Source, Inc., Canada và có công thức sau:



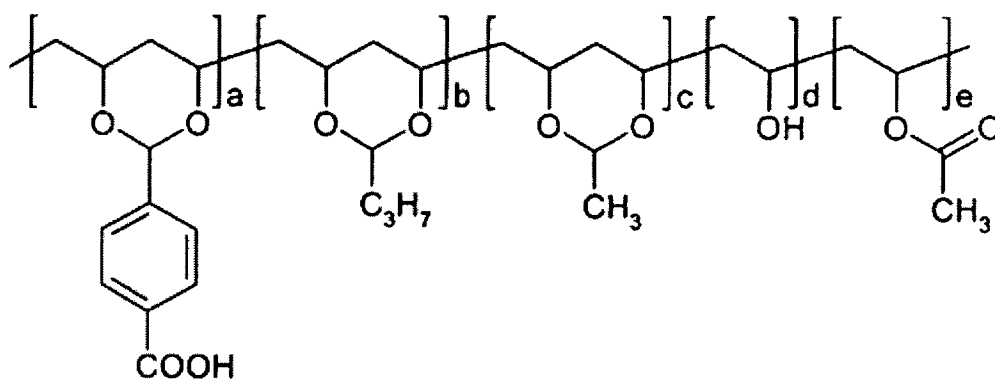
(a= 0,45, b= 0,25 và c=0,30).

UR07-015: Oligome có hoạt tính phản ứng, có sẵn tại American Dye Source, Inc.,

Canada và có công thức sau:



AC07-001: chất phân tán copolyme axetal (phân tử lượng (MW) = 47.000g/mol), có sẵn tại American Dye Source, Inc., Canada và có công thức sau:

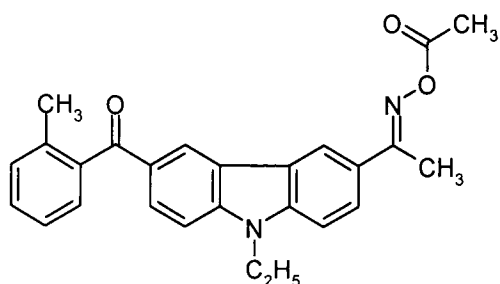


(a= 0,30, b=

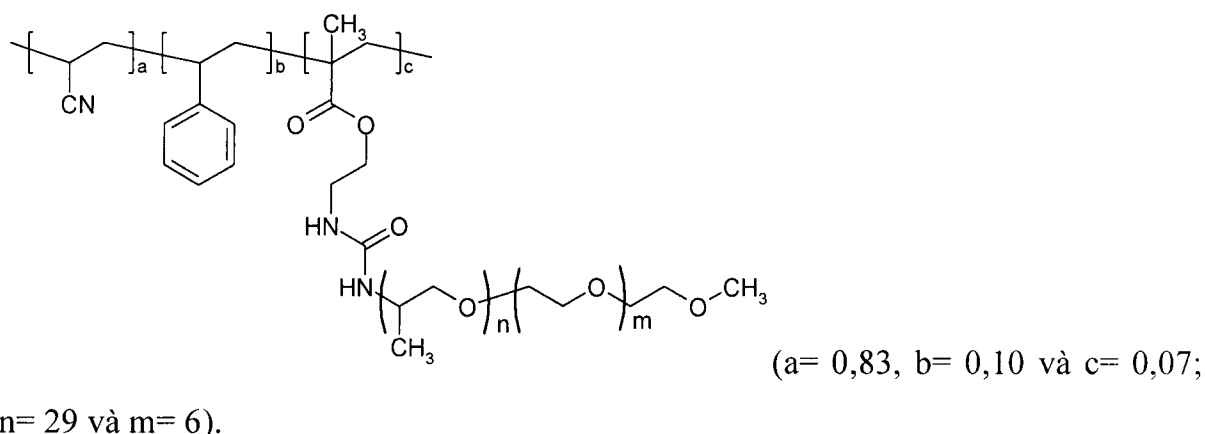
0,50, c= 0,15, d= 0,03 và e= 0,02).

AC12-001: Copolyme axetal chứa nhóm bên xyclohexenyl (a= 0,5, b=0,48 và c=0,02). có sẵn tại Tập đoàn Mylan, Trà Vinh, Việt nam.

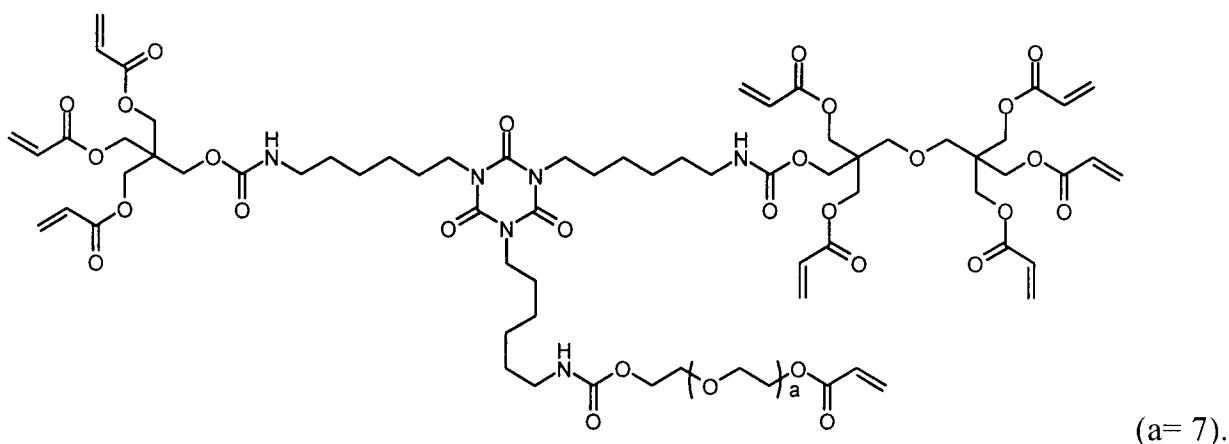
Irgacure OXE-02: Chất khơi mào quang được sản xuất bởi BASF, Đức và có công thức sau:



BR10-010: Hạt polyme, 20% được phân tán trong hỗn hợp isopropanol / nước (theo tỷ lệ 80/20) (cỡ hạt = 150nm; chỉ số đa phân tán = 0,08), do America Dye Source, Inc., Canada cung cấp và có công thức sau:



UR07-009: Oligome có hoạt tính phản ứng (60% trong dung dịch 1,3-đioxolan), có sẵn tại American Dye Source, Inc., Canada và có công thức sau:



COBAN: Muối coban (II) oleat, do Sigma Aldrich, Ontario, Canada cung cấp.

ADD-2204: 2,4,6-Trimethylbenzoyl-diphenyl-phosphinoxit, do Axeto Corporation, New York, USA cung cấp.

ADD-9984: N-vinylcaprolactam, do Sigma Adrich, Ontario, Canada cung cấp.

ADD-9991: 1,6-hexandiol điacrylat, do Sigma Adrich, Ontario, Canada cung cấp.

ADD-9992: 2-phenoxyetyl acrylat, do TCI America, USA cung cấp.

ADD-9995: Neopentyl glycol điacrylat đã được propoxylat hóa, do Sartomer, USA cung cấp.

ADD-2614: 3-Metacryloxypropyltrimetoxysilan, do Polysciences, USA cung cấp.

POL-0138: Polyeste uretan acrylat béo, do Tập đoàn Mylan, Trà Vinh, Việt nam cung cấp.

POL-1001: Oligome monoacrylat thơm, do Tập đoàn Mylan, Trà Vinh, Việt nam cung cấp.

cấp.

POL-0137: Chất làm ổn định cho mực có thể hóa rắn hoàn toàn, do Tập đoàn Mylan, Trà Vinh, Việt nam cung cấp.

600-B307: Chất phụ gia bề mặt silicon, do Tập đoàn Mylan, Trà Vinh, Việt nam cung cấp.

COL-1829: Sắc tố Xanh 15:4 –được phân tán 25% trong ADD-9995, do Tập đoàn Mylan, Trà Vinh, Việt nam cung cấp.

ADD-9993: Trimethylxyclohexan acrylat, do Sigma Aldrich, Ontario, Canada cung cấp.

Yellow-150: Dịch phân tán sắc tố vàng chứa 7,5g sắc tố vàng 150 CI (do Hangzhou Multicolor Chemical Company, China cung cấp), 2,5g AC07-001 và 40g xyclohexanon. Hỗn hợp này được phân tán trong thời gian 24 giờ bằng cách sử dụng máy nghiền kiểu bi. Hỗn hợp này được lọc bằng bộ lọc có lỗ cỡ 5µm và xyclohexanon được bổ sung vào để tạo ra 15% trọng lượng rắn.

Red-254: Dịch phân tán sắc tố đỏ chứa 7,5g sắc tố đỏ 254 CI (Hostapern Red D2G 70 LV 2647, do Clarian, Germany cung cấp), 2,5g AC07-001 và 40g xyclohexanon. Hỗn hợp này được phân tán trong thời gian 24 giờ bằng cách sử dụng máy nghiền kiểu bi. Hỗn hợp này được lọc bằng bộ lọc có lỗ cỡ 5µm và xyclohexanon được bổ sung vào để tạo ra 15% trọng lượng rắn.

Green-36: Dịch phân tán sắc tố xanh lá cây chứa 7,5g sắc tố xanh lá cây 36 CI (Heliogen Green K9360, được sản xuất bởi BASF, Đức), 2,5g AC07-001 và 40g xyclohexanon. Hỗn hợp này được phân tán trong thời gian 24 giờ bằng cách sử dụng máy nghiền kiểu bi. Hỗn hợp này được lọc bằng bộ lọc có lỗ cỡ 5µm và xyclohexanon được bổ sung vào để tạo ra 15% trọng lượng rắn.

Blue-15: Dịch phân tán sắc tố xanh da trời chứa 7,5g sắc tố xanh da trời 15:6 CI (do Hangzhou Multicolor Chemical Company, China cung cấp), 2,5g AC07-001, và 40g xyclohexanon. Hỗn hợp này được phân tán trong thời gian 24 giờ bằng cách sử dụng máy nghiền kiểu bi. Hỗn hợp này được lọc bằng bộ lọc có lỗ cỡ 5µm và xyclohexanon được bổ sung vào để tạo ra 15% trọng lượng rắn.

Black-250: Dịch phân tán muội than chứa 7,5g muội than (Special Black 250, do Degussa, USA cung cấp), 7,5g AC07-001 và 40g xyclohexanon. Hỗn hợp này được phân tán trong thời gian 24 giờ bằng cách sử dụng máy nghiền kiểu bi. Hỗn hợp này

được lọc bằng bộ lọc có lỗ cỡ 5µm và xyclohexanon được bổ sung vào để tạo ra 15% trọng lượng rắn.

Chất dẫn cản màu: Chất dẫn cản màu được điều chế bằng cách hòa tan 6,0g BR07-001, 6,0g UR07-015, 1,0g Silan trong 102g xyclohexanon.

Quy trình tổng hợp và xác định tính chất của hợp chất theo sáng chế

Ví dụ 1.1 - 3-Axetyloxim-O-axetat-6,12-dietyl-12-metyl-6,12-dihydro-6-aza-indeno[1,2-b]florein

Quy trình tổng hợp 3-axetyloxim-O-axetat-6,12-dietyl-12-metyl-6,12-dihydro-6-aza-indeno[1,2-b]florein được thực hiện theo phản ứng sơ đồ thể hiện trên Hình 1.

(a) Tổng hợp 3-axetyl-6,12-dietyl-12-metyl-6,12-dihydro-6-aza-indeno[1,2-b]florein:

Nhôm clorua (3,43g, 25,6mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch điclotetan (80ml), trong đó 6,12-dietyl-12-metyl-6,12-dihydro-6-aza-indeno[1,2-b]florein (5,95g, 20,0mmol) và axetyl clorua (1,83ml, 25,7mmol) được hòa tan ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau khi khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm, hỗn hợp phản ứng này được rót vào nước đá-nước. Sản phẩm được chiết hai lần bằng điclotetan. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa bằng nước muối, và làm khô trên MgSO₄. Điclotetan được loại bỏ trong chân không cao và sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(b) Tổng hợp 3-axetyloxim-6,12-dietyl-12-metyl-6,12-dihydro-6-aza-indeno[1,2-b]florein:

3-Axetyl-6,12-dietyl-12-metyl-6,12-dihydro-6-aza-indeno[1,2-b]florein (3,39g, 10,0mmol) được bổ sung vào dung dịch hỗn hợp chứa 100ml 1,3-dioxan, natri axetat (1,06g, 13,0mmol), hydroxylamoni clorua (0,83g, 12,0mmol) và nước (60ml). Hỗn hợp phản ứng này được hồi lưu qua đêm, làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô trên MgSO₄, và cô để tạo ra cặn, mà được làm khô tiếp trong lò chân không ở 40°C. Sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm (3,22g, hiệu suất 92%).

(c) Tổng hợp 3-axetyloxim-O-axetat-6,12-dietyl-12-metyl-6,12-dihydro-6-aza-indeno[1,2-b]florein:

Triethylamin (1,7ml, 12,2mmol) và axetyl clorua (915 μ l, 12,8mmol) được bổ sung từ từ vào 100ml dung dịch tetrahydrofuran chứa 3-axetyloxim-6,12-diethyl-12-metyl-6,12-dihydro-6-aza-indeno[1,2-b]florene (3,54g, 10,0mmol) ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau 3 giờ khuấy ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng ethyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô bằng MgSO₄, và cô bằng chân không làm bay hơi để tạo ra cặn, mà được tinh chế theo phương pháp sắc ký cực nhanh trên silicagel bằng ethyl axetat và hexan làm chất rửa giải. Dung môi được loại bỏ bằng cách áp dụng cách làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm ở dạng bột màu trắng với hiệu suất 32% và độ tinh khiết 99%.

Ví dụ 1.2 - 7-Axetyloxim-O-axetat-10-etyl-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene

Quy trình tổng hợp 7-axetyloxim-O-axetat-10-etyl-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene được thực hiện theo phản ứng sơ đồ thể hiện trên Hình 2.

(a) Tổng hợp 7-axetyl-10-etyl-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene:

Nhôm clorua (3,43g, 25,6mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch điclorometan (80ml), trong đó 10-etyl-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene (5,95g, 20,0mmol) và axetyl clorua (1,83ml, 25,7mmol) được hòa tan ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau khi khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm, hỗn hợp phản ứng này được rót vào nước đá-nước. Sản phẩm được chiết hai lần bằng điclorometan. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa bằng nước muối, và làm khô trên MgSO₄. Điclorometan được loại bỏ trong chân không cao và sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(b) Tổng hợp 7-axetyloxim-10-etyl-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene:

7-Axetyl-10-etyl-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene (3,39g, 10,0mmol) được bổ sung vào dung dịch hỗn hợp chứa 100ml 1,3-dioxan, natri axetat (1,06g, 13,0mmol), hydroxylamoni clorua (0,83g, 12,0mmol) và nước (60ml). Hỗn hợp phản ứng này được hồi lưu qua đêm, làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và

sau đó được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô trên MgSO_4 , và cô để tạo ra cặn, mà được làm khô tiếp trong lò chân không ở 40°C . Sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm (3,22g, hiệu suất 92%).

(c) Tổng hợp 6-axetyloxim-O-axetat-1,1-diethyl indeno-[2,3-b]-9-ethyl carbazol:

Triethylamin (1,7ml, 12,2mmol) được bổ sung từ từ vào 100ml dung dịch tetrahydrofuran chứa 7-axetyloxim-10-ethyl-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene (3,54g, 10,0mmol) và axetyl clorua ($915\mu\text{l}$, 12,8mmol) ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau 3 giờ khuấy ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô bằng MgSO_4 , và cô bằng chân không làm bay hơi để tạo ra cặn, mà được tinh chế theo phương pháp sắc ký cực nhanh trên silicagel bằng etyl axetat và hexan làm chất rửa giải. Dung môi được loại bỏ bằng cách áp dụng cách làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm ở dạng bột màu trắng với hiệu suất 32% và độ tinh khiết 99%.

Ví dụ 1.3 - 9-Axetyloxim-O-axetat-2-metoxi-12,12-diethyl-6,12-dihydro-6-thia-indeno[1,2-b]florene

Quy trình tổng hợp 9-axetyloxim-O-axetat-2-metoxi-12,12-diethyl-6,12-dihydro-6-thia-indeno[1,2-b]florene được thực hiện theo phản ứng sơ đồ thể hiện trên Hình 3.

(a) Tổng hợp 9-axetyl-2-metoxi-12,12-diethyl-6,12-dihydro-6-thia-indeno[1,2-b]florene:

Nhôm clorua (3,43g, 25,6mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch điclorometan (100ml), trong đó 2-metoxi-12,12-diethyl-6,12-dihydro-6-thia-indeno[1,2-b]florene (6,60g, 20,0mmol) và axetyl clorua (1,83ml, 25,7mmol) được hòa tan ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau khi khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm, hỗn hợp phản ứng này được rót vào nước đá-nước. Sản phẩm được chiết hai lần bằng điclorometan. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa bằng nước muối, và làm khô trên MgSO_4 . Điclorometan được loại bỏ trong chân không cao và sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(b) Tổng hợp 9-axetyloxim-2-metoxy-12,12-dietyl-6,12-dihydro-6-thia-indeno[1,2-b]florene:

9-Axetyl-2-metoxy-12,12-dietyl-6,12-dihydro-6-thia-indeno[1,2-b]florene (3,56g, 10,0mmol) được bổ sung vào dung dịch hỗn hợp chứa 100ml 1,3-dioxan, natri axetat (1,06g, 13,0mmol), hydroxylamoni clorua (0,83g, 12,0mmol) và nước (60ml). Hỗn hợp phản ứng này được hồi lưu qua đêm, làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô trên MgSO_4 , và cô để tạo ra cặn, mà được làm khô tiếp trong lò chân không ở 40°C . Sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(c) Tổng hợp 9-axetyloxim-O-axetat-2-metoxy-12,12-dietyl-6,12-dihydro-6-thia-indeno[1,2-b]florene:

Trietylamin (1,7ml, 12,2mmol) được bổ sung từ từ vào 100ml dung dịch tetrahydrofuran chứa 9-axetyloxim-2-metoxy-12,12-dietyl-6,12-dihydro-6-thia-indeno[1,2-b]florene (3,87g, 10,0mmol) và axetyl clorua (915 μl , 12,8mmol) ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau 3 giờ khuấy ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô bằng MgSO_4 , và cô để tạo ra cặn, mà được tinh chế theo phương pháp sắc ký cực nhanh bằng cách sử dụng etyl axetat-hexan làm chất rửa giải. Dung môi được loại bỏ bằng cách áp dụng cách làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm ở dạng bột màu trắng với hiệu suất 32% và độ tinh khiết 99%.

Ví dụ 1.4 - 7-Axetyloxim-O-axetat-12,12-dimetyl-10,12-dihydro-10-oxo-indeno[2,1-b]florene

Quy trình tổng hợp 7-axetyloxim-O-axetat-12,12-dimetyl-10,12-dihydro-10-oxo-indeno[2,1-b]florene được thực hiện theo sơ đồ được thể hiện trên Hình 4.

(a) Tổng hợp 7-butyryl-12,12-dimetyl-10,12-dihydro-10-oxo-indeno[2,1-b]florene:

Nhôm clorua (3,43g, 25,6mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch diclometan (80ml), trong đó 12,12-dimetyl-10,12-dihydro-10-oxo-indeno[2,1-b]florene (5,68g, 20,0mmol) và axetyl clorua (1,83ml, 25,7mmol) được hòa tan ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau khi khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm, hỗn hợp phản ứng này được rót

vào nước đá-nước. Sản phẩm được chiết hai lần bằng điclorometan. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa bằng nước muối, và làm khô trên MgSO_4 . Điclorometan được loại bỏ trong chân không cao và sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(b) Tổng hợp 7-butyryloxim-12,12-dimetyl-10,12-dihydro-10-oxo-indeno[2,1-b]florein:

7-Butyryl-12,12-dimetyl-10,12-dihydro-10-oxo-indeno[2,1-b]florein (3,26g, 10,0mmol) được bổ sung vào dung dịch hỗn hợp chứa 100ml 1,3-dioxan, natri axetat (1,06g, 13,0mmol), hydroxylamoni clorua (0,83g, 12,0mmol) và nước (60ml). Hỗn hợp phản ứng này được hồi lưu qua đêm, làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô trên MgSO_4 , và cô để tạo ra cặn, mà được làm khô tiếp trong lò chân không ở 40°C . Sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(c) Tổng hợp 7-butyryloxim-O-axetat-12,12-dimetyl-10,12-dihydro-10-oxo-indeno[2,1-b]florein:

Trietylamin (1,7ml, 12,2mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch tetrahydrofuran (100ml) chứa 7-butyryloxim-12,12-dimetyl-10,12-dihydro-10-oxo-indeno[1,2-b]florein (3,41g, 10,0mmol) và axetyl clorua (915 μl , 12,8mmol) ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau 3 giờ khuấy ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô bằng MgSO_4 , và cô bằng chân không làm bay hơi để tạo ra cặn, mà được tinh chế theo phương pháp sắc ký cực nhanh trên silicagel bằng etyl axetat và hexan làm chất rửa giảis. Dung môi được loại bỏ bằng cách áp dụng cách làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm ở dạng bột màu trắng với hiệu suất 37% và độ tinh khiết 99%.

Ví dụ 1.5 - 8-Axetyloxim-O-axetat-11,13,13-trietyl-6,6-dimetyl-11,13-dihydro-6H-11-aza-indeno[2,1-b]antraxen

Quy trình tổng hợp 8-axetyloxim-O-axetat-11,13,13-trietyl-6,6-dimetyl-11,13-dihydro-6H-11-aza-indeno[2,1-b]antraxen được thực hiện theo sơ đồ được thể hiện trên Hình 5.

(a) Tổng hợp 8-axetyl-11,13,13-trietyl-6,6-dimetyl-11,13-dihydro-6H-11-aza-indeno[2,1-b]antraxen

Nhôm clorua (3,43g, 25,6mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch diclometan (80ml), trong đó 11,13,13-trietyl-6,6-dimetyl-11,13-dihydro-6H-11-aza-indeno[2,1-b]antraxen (6,80g, 20,0mmol) và axetyl clorua (1,83ml, 25,7mmol) được hòa tan ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau khi khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm, hỗn hợp phản ứng này được rót vào nước đá-nước. Sản phẩm được chiết hai lần bằng diclometan. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa bằng nước muối, và làm khô trên MgSO₄. Diclometan được loại bỏ trong chân không cao và sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(b) Tổng hợp 8-axetyloxim-11,13,13-trietyl-6,6-dimetyl-11,13-dihydro-6H-11-aza-indeno[2,1-b] antraxen

8-Axetyl-11,13,13-trietyl-6,6-dimetyl-11,13-dihydro-6H-11-aza-indeno[2,1-b]antraxen (3,82g, 10,0mmol) được bổ sung vào dung dịch hỗn hợp chứa 100ml 1,3-dioxan, natri axetat (1,06g, 13,0mmol), hydroxylamoni clorua (0,83g, 12,0mmol) và nước (60ml). Hỗn hợp phản ứng này được hồi lưu qua đêm, làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô trên MgSO₄, và cô để tạo ra cặn, mà được làm khô tiếp trong lò chân không ở 40°C. Sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(c) Tổng hợp 8-axetyloxim-O-axetat-11,13,13-trietyl-6,6-dimetyl-11,13-dihydro-6H-11-aza-indeno[2,1-b]antraxen

Trietylamin (1,7ml, 12,2mmol) được bổ sung từ từ vào 100ml dung dịch tetrahydrofuran chứa 8-axetyloxim-11,13,13-trietyl-6,6-dimetyl-11,13-dihydro-6H-11-aza-indeno[1,2-b]antraxen (3,97g, 10,0mmol) và axetyl clorua (915μl, 12,8mmol) ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau 3 giờ khuấy ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô bằng MgSO₄, và cô bằng chân không làm bay hơi để tạo ra cặn, mà được tinh chế theo phương pháp sắc ký cực nhanh trên silicagel bằng etyl axetat và hexan làm chất rửa giải. Dung môi được loại bỏ bằng cách áp dụng cách làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm ở dạng bột màu trắng với hiệu suất

46% và độ tinh khiết 99%.

Ví dụ 1.6 - 10-(4-axetyloxim-O-axetat phenyl)-7-axetyloxim-O-axetat-2-metoxy-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene

Quy trình tổng hợp 10-(4-axetyloxim-O-axetat phenyl)-7-axetyloxim-O-axetat-2-metoxy-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene được thực hiện theo sơ đồ được thể hiện trên Hình 6.

(a) Tổng hợp 10-(4-axetyl phenyl)-7-axetyl-2-metoxy-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene:

Nhôm clorua (8,00g, 60,0mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch diclometan (120ml), trong đó 2-metoxy-10-phenyl-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene (7,47g, 20,0mmol) và axetyl clorua (3,56ml, 50,0mmol) được hòa tan ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau khi khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm, hỗn hợp phản ứng này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng và rót vào nước đá-nước. Sản phẩm được chiết hai lần bằng diclometan. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa bằng nước muối, và làm khô trên MgSO₄. Diclometan được loại bỏ trong chân không cao và sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(b) Tổng hợp 10-(4-axetyloxim phenyl)-7-axetyloxim-2-metoxy-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene:

10-(4-axetylphenyl)-7-axetyl-2-metoxy-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene (4,58g, 10,0mmol) được bổ sung vào dung dịch hỗn hợp chứa 120ml 1,3-dioxan, natri axetat (2,46g, 30,0mmol), hydroxylamoni clorua (2,08g, 30,0mmol) và nước (80ml). Hỗn hợp phản ứng này được hồi lưu qua đêm, làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô trên MgSO₄, và cô để tạo ra cặn, mà được làm khô tiếp trong lò chân không ở 40°C. Sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(c) Tổng hợp 10-(4-axetyloxim-O-axetat phenyl)-7-axetyloxim-O-axetat-2-metoxy-12,12-dihexyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene:

Triethylamin (4,18ml, 30,0mmol) được bổ sung từ từ vào 100ml dung dịch

tetrahydrofuran chứa 10-(4-axetyloxim phenyl)-7-axetyloxim-2-metoxi-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene (4,88g, 10,0mmol) và axetyl clorua (2,13ml, 30,0mmol) ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau 5 giờ khuấy ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô bằng MgSO₄, và cô bằng chân không làm bay hơi để tạo ra cặn, mà được tinh chế theo phương pháp sắc ký cực nhanh trên silicagel bằng etyl axetat và hexan làm chất rửa giải. Dung môi được loại bỏ bằng cách áp dụng cách làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm ở dạng bột màu trắng với hiệu suất 56% và độ tinh khiết 99%.

Ví dụ 1.7 - 10-(4-axetyloxim-O-axetat phenyl)-2,7-diaxetyloxim-O-axetat-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene:

Quy trình tổng hợp 10-(4-axetyloxim-O-axetat phenyl)-2,7-diaxetyloxim-O-axetat-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene được thực hiện theo sơ đồ được thể hiện trên Hình 7.

(a) Tổng hợp 10-(4-axetyl phenyl)-2,7-diaxetyl-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene:

Nhôm clorua (12,0g, 90,0mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch diclometan (120ml), trong đó 10-etyl-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]flo (7,20g, 20,0mmol) và axetyl clorua (6,40ml, 90,0mmol) được hòa tan ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau khi hồi lưu qua đêm, hỗn hợp phản ứng này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng và rót vào nước đá-nước. Sản phẩm được chiết hai lần bằng diclometan. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa bằng nước muối, và làm khô trên MgSO₄. Diclometan được loại bỏ trong chân không cao và sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(b) Tổng hợp 10-(4-axetyloxim phenyl)-2,7-diaxetyloxim-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene:

10-(4-axetylphenyl)-2,7-diaxetyl-12,12-diethyl-10,12-dihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florene (4,86g, 10,0mmol) được bổ sung vào dung dịch hỗn hợp chứa 150ml 1,3-dioxan, natri axetat (4,92g, 60,0mmol), hydroxylamoni clorua (4,17g, 60,0mmol) và nước (100ml). Hỗn hợp phản ứng này được hồi lưu qua đêm, làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl

axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô trên MgSO_4 , và cô để tạo ra cặn, mà được làm khô tiếp trong lò chân không ở 40°C . Sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(c) Tổng hợp 10-(4-axetyloxim-O-axetat phenyl)-2,7-điaxetyloxim-O-axetat-12,12-dihexyl-10,12-đihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florein:

Trietylamin (8,36ml, 60,0mmol) được bổ sung từ từ vào 100ml dung dịch tetrahydrofuran chứa 10-(4-axetyloxim phenyl)-2,7-điaxetyloxim-12,12-dihexyl-10,12-đihydro-10-aza-indeno[2,1-b]florein (5,31g, 10,0mmol) và axetyl clorua (4,27ml, 60,0mmol) ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau 3 giờ khuấy ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô bằng MgSO_4 , và cô bằng chân không làm bay hơi để tạo ra cặn, mà được tinh chế theo phương pháp sắc ký cực nhanh trên silicagel bằng etyl axetat và hexan làm chất rửa giải. Dung môi được loại bỏ bằng cách áp dụng cách làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm ở dạng bột màu trắng với hiệu suất 45% và độ tinh khiết 99%.

Ví dụ 1.8 - 3,9-điaxetyloxim-O-axetat-6-hexyl-6H-12-thia-6-aza-indeno[1,2-b]florein

Quy trình tổng hợp 3,9-điaxetyloxim-O-axetat-6-hexyl-6H-12-thia-6-aza-indeno[1,2-b]florein được thực hiện theo sơ đồ được thể hiện trên Hình 8.

(a) Tổng hợp 3,9-điaxetyl-6-hexyl-6H-12-thia-6-aza-indeno[1,2-b]florein:

Nhôm clorua (8,00g, 60,0mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch điclotetan (120ml) trong đó 6-hexyl-6H-12-thia-6-aza-indeno[1,2-b]florein (5,75g, 20,0mmol) và axetyl clorua (3,56ml, 50,0mmol) được hòa tan ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau khi khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm, hỗn hợp phản ứng này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng và rót vào nước đá-nước. Sản phẩm được chiết hai lần bằng điclotetan. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa bằng nước muối, và làm khô trên MgSO_4 . Điclotetan được loại bỏ trong chân không cao và sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(b) Tổng hợp 3,9-điaxetyloxim-6-hexyl-6H-12-thia-6-aza-indeno[1,2-b]florein:

3,9-điaxetyl-6-hexyl-6H-12-thia-6-aza-indeno[1,2-b]florein (3,71g, 10,0mmol) được bổ sung vào dung dịch hỗn hợp chứa 120ml 1,3-dioxan, natri axetat (3,28g,

40,0mmol), hydroxylamoni clorua (2,78g, 40,0mmol) và nước (80ml). Hỗn hợp phản ứng này được hồi lưu qua đêm, làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô trên MgSO_4 , và cô để tạo ra cặn, mà được làm khô tiếp trong lò chân không ở 40°C . Sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(c) Tổng hợp 3,9-điaxetyloxim-O-axetat-6-hexyl-6H-12-thia-6-aza-indeno[1,2-b]florein:

Triethylamin (5,78ml, 40,0mmol) được bổ sung từ từ vào 100ml dung dịch tetrahydrofuran chứa 3,9-điaxetyloxim-6-hexyl-6H-12-thia-6-aza-indeno[1,2-b]florein (4,01g, 10,0mmol) và axetyl clorua (3,45ml, 40,0mmol) ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau 3 giờ khuấy ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô bằng MgSO_4 , và cô bằng chân không làm bay hơi để tạo ra cặn, mà được tinh chế theo phương pháp sắc ký cực nhanh trên silicagel bằng etyl axetat và hexan làm chất rửa giảis. Dung môi được loại bỏ bằng cách áp dụng cách làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm ở dạng bột màu trắng với hiệu suất 68% và độ tinh khiết 99%.

Ví dụ 1.9 - 10-Hexyl-10H-10-aza-indeno[2,1-b]florein-12-O-axetyloxim

Quy trình tổng hợp 10-hexyl-10H-10-aza-indeno[2,1-b]florein-12-O-axetyloxim được thực hiện theo sơ đồ được thể hiện trên Hình 9.

(a) Tổng hợp 10-hexyl-10H-10-aza-indeno[2,1-b]florein-12-oxim:

10-Hexyl-10H-10-aza-indeno[2,1-b]florein-12-on (2,83g, 10,0mmol) và hydroxylamoni clorua (3,35g, 40,0mmol) được hòa tan trong 120ml 1,3-đioxan. Pyridin (3,96, 50mmol) được bổ sung vào dung dịch qua xi lanh. Hỗn hợp phản ứng này được khuấy qua đêm. Dung môi được loại bỏ bằng chân không làm bay hơi và sau đó được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước và nước muối, làm khô trên MgSO_4 , và cô để tạo ra cặn, mà được làm khô tiếp trong lò chân không ở 40°C . Sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(b) Tổng hợp 10-hexyl-10H-10-aza-indeno[2,1-b]florene-12-O-axetyloxim:

Triethylamin (3,40ml, 24,4mmol) được bổ sung từ từ vào 80ml dung dịch tetrahydrofuran chứa 10-hexyl-10H-10-aza-indeno[2,1-b]florene-12-oxime (2,98g, 10,0mmol) và axetyl clorua (1,83ml, 25,6mmol) ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau 3 giờ khuấy ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô bằng MgSO₄, và cô bằng chân không làm bay hơi để tạo ra cặn, mà được tinh chế theo phương pháp sắc ký cực nhanh trên silicagel bằng etyl axetat và hexan làm chất rửa giải. Dung môi được loại bỏ bằng cách áp dụng cách làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm ở dạng bột màu trắng với hiệu suất 86% và độ tinh khiết 99%.

Ví dụ 1.10 - 7,7'-Axetyloxim-O-axetat-1,1'-dimetyl-bisindeno[3,2-b:2',3'-h]-9-sec-butyl carbazol

Quy trình tổng hợp 7,7'-axetyloxim-O-axetat-1,1'-dimetyl-bisindeno[3,2-b:2',3'-h]-9-sec-butyl carbazol được thực hiện theo sơ đồ được thể hiện trên Hình 10.

(a) Tổng hợp 7,7'-axetyl-1,1'-dimetyl-bisindeno[3,2-b:2',3'-h]-9-sec-butyl carbazol:

Nhôm clorua (8,00g, 60,0mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch điclorometan (150ml), trong đó 1,1'-dimetyl-bisindeno[3,2-b:2',3'-h]-9-sec-butyl carbazol (9,12g, 20,0mmol) và axetyl clorua (3,56ml, 50,0mmol) được hòa tan ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau khi khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm, hỗn hợp phản ứng này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng và rót vào nước đá-nước. Sản phẩm được chiết hai lần bằng điclorometan. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa bằng nước muối, và làm khô trên MgSO₄. Điclorometan được loại bỏ trong chân không cao và sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(b) Tổng hợp 7,7'-axetyloxim-1,1'-dimetyl-bisindeno[3,2-b:2',3'-h]-9-sec-butyl carbazol:

7,7'-Axetyl-1,1'-dimetyl-bisindeno[3,2-b:2',3'-h]-9-sec-butyl carbazol (5,40g, 10,0mmol) được bổ sung vào dung dịch hỗn hợp chứa 120ml 1,3-dioxan, natri axetat (2,46g, 30,0mmol), hydroxylamoni clorua (2,08g, 30,0mmol) và nước (80ml). Hỗn hợp phản ứng này được khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm, làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat.

Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô trên MgSO_4 , và cô để tạo ra cặn, mà được làm khô tiếp trong lò chân không ở 40°C . Sản phẩm thu được bằng cách đó được sử dụng cho bước tiếp theo không cần tinh chế thêm.

(c) Tổng hợp 7,7'-axetyloxim-O-axetat-1,1'-dimetyl-bisindeno[3,2-b:2',3'-h]-9-sec-butyl carbazol:

Trietylamin (4,18ml, 30,0mmol) được bổ sung từ từ vào 100ml dung dịch tetrahydrofuran chứa 7,7'-axetyloxim-1,1'-dimetyl-bisindeno[3,2-b:2',3'-h]-9-sec-butyl carbazol (5,70g, 10,0mmol) và axetyl clorua (2,13ml, 30,0mmol) ở 0°C trong khí quyển nitơ. Sau 5 giờ khuấy ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước. Sản phẩm được chiết bằng etyl axetat. Lớp hữu cơ kết hợp được rửa hai lần bằng nước, làm khô bằng MgSO_4 , và cô bằng chân không làm bay hơi để tạo ra cặn, mà được tinh chế theo phương pháp sắc ký cực nhanh trên silicagel bằng etyl axetat và hexan làm chất rửa giải. Dung môi được loại bỏ bằng cách áp dụng cách làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm ở dạng bột màu trắng với hiệu suất 76% và độ tinh khiết 99%.

Ví dụ 1.11 và các ví dụ tiếp theo

Các quy trình tổng hợp các chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.11 và các ví dụ tiếp theo được thực hiện trong đồ thủy tinh đã được sấy khô trên ngọn lửa, mà có lắp thanh khuấy cơ, bình ngưng nước, thanh kim loại làm nóng, cửa vào khí nitơ và bộ phận kiểm soát nhiệt độ. Các sản phẩm thu được và các chất trung gian được xác định tính chất bằng quang phổ kết FTIR (Perkin Elmer, mẫu Spectrum 100), NMR (Nicolet 500 MHz), quang phổ kế cực tím-nhìn thấy được (UV-Vis) (Perkin Elmer, mẫu Lambda 25), DSC (TA Instruments, mẫu Q2000), TGA (TA Instrument, mẫu Q500), và sắc ký lỏng cao áp (Waters, mẫu Breeze 2).

Ví dụ 1.11 - 2,7,12 Triaxetyloxim-O-axetat-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen

Quy trình tổng hợp 2,7,12 triaxetyloxim-O-axetat-5,5',10,10',15,15'-hexahexyl truxen được thực hiện như sau.

(a) Tổng hợp 2,7,12-triaxetyloxim-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen:

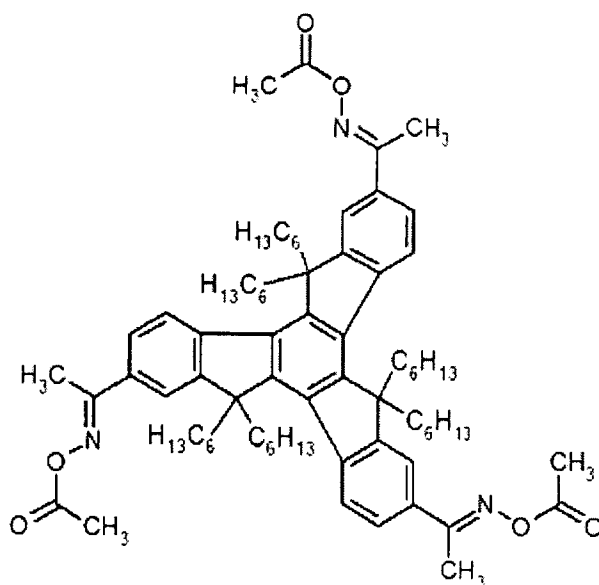
2,7,12-Triaxetyl-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen (điều chế được theo Ví dụ 1,16 dưới đây) được hòa tan trong 180ml đioxan trong bình loại dung tích 500ml.

Natri axetat (283mg) và hydroxylamin HCl (256mg) được hòa tan trong 60ml nước trong bình loại dung tích 100ml. Dung dịch này được bổ sung vào dung dịch triaxetylhexahexyltruxen, mà sau đó được đun nóng ở nhiệt độ hồi lưu qua đêm. Hầu hết dioxan được loại bỏ ở điều kiện áp suất thấp (sản phẩm kết tủa), sau đó 300ml nước được bổ sung vào. Huyền phù này được khuấy trong 30 phút ở nhiệt độ trong phòng, và sau đó được lọc để tạo ra 950mg (91%) bột màu hơi vàng.

^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ : 8,51-8,46 (m, 3H); 8,12-8,07 (m, 3H); 7,84-7,79 (m, 3H); 3,05-2,92 (m, 6H); 2,70-2,60 (m, 9H); 2,65-2,57 (m, 6H); 2,32-2,17 (m, 36H); 1,05-0,82 (m, 18H); 0,65-0,49 (m, 12H).

(b) Tổng hợp 2,7,12-triaxetyloxim-O-axetat-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen:

2,7,12-Triaxetyloxim-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen được hòa tan trong 60ml THF trong bình loại dung tích 100ml đã được sấy khô trên ngọn lửa trong khí quyển N_2 . Dung dịch này được làm lạnh đến 0°C trong bể nước đá. Triethylamin (225ul) được bổ sung vào, và sau đó axetyl clorua (120ul) được bổ sung từ từ vào. Chất kết tủa màu trắng tạo thành. Phản ứng này được theo dõi theo phương pháp sắc ký lớp mỏng (TLC) bằng cách sử dụng 15% EtOAc trong hexan. Sau 2 giờ ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp phản ứng được chiết bằng cách sử dụng EtOAc và nước, làm khô trên MgSO_4 , một cách cẩn thận được sấy khô trong chân không, và sau đó được tạo huyền phù trong metanol. Huyền phù này được xử lý bằng siêu âm trong 30 phút và sau đó được lọc để tạo ra 235mg (32%, sắc ký lỏng cao áp độ tinh khiết +99%) bột màu trắng.



^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ 8,42 (d, $J = 8,5$ Hz, 3H); 7,88 (dd, $J^1 = 1,7$ Hz, $J^2 = 8,4$ Hz, 3H); 7,82 (d, $J = 1,7$ Hz, 3H); 2,97-2,91 (m, 6H); 2,54 (s, 9H); 2,35 (s, 9H); 2,18-2,11 (m, 6H); 0,98-0,80 (m, 36H); 0,62 (t, $J = 7,2$ Hz, 18H); 0,52-0,45 (m, 12H).

Ví dụ 1.12 - 3,8,13-Triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15-dihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c] floren trioxim tri-O-axetat (2E)

Quy trình tổng hợp 3,8,13-triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15-dihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno [1,2-a;1',2'-c] floren trioxim tri-O-axetat được thực hiện như sau.

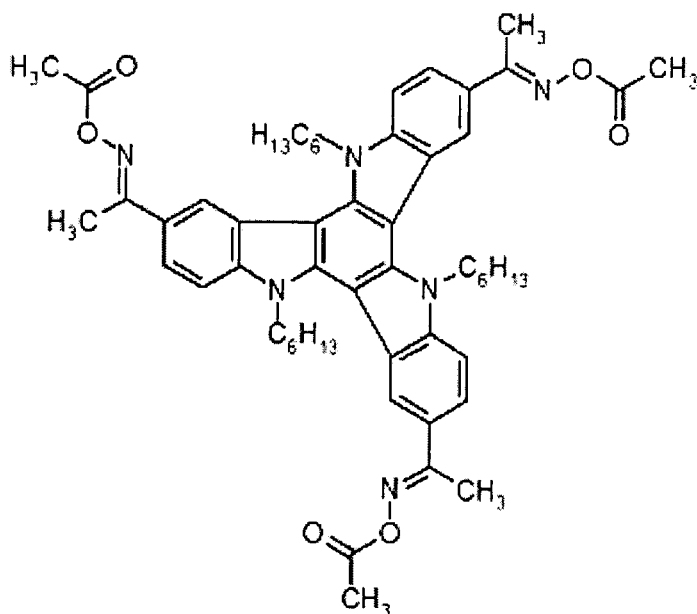
(a) Tổng hợp 3,8,13-triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15-dihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]- floren trioxim:

3,8,13-Triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15-dihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]flo (800g, 1,10mmol, từ Ví dụ 1,17 dưới đây) được hòa tan trong 1,4-dioxan (120ml) trong khí quyển nitơ. Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt nhẹ để hòa tan chất rắn. Dung dịch chứa natri axetat (285mg, 4,32mmol) và hydroxyl amoni clorua (255mg, 3,67mmol) trong nước (40ml) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, mà sau đó được hồi lưu trong thời gian 24 giờ. Phản ứng này được theo dõi theo phương pháp sắc ký lớp mỏng (TLC) bằng cách sử dụng etyl axetat (20%) và hexan (80%) làm chất rửa giải. Sau khi phản ứng đã hoàn thành, sản phẩm được làm kết tủa trong nước lạnh (200ml). Sản phẩm rắn màu be thu được bằng cách lọc trong chân không, được rửa kỹ bằng nước và làm khô trong chân không ở 30°C cho đến trọng lượng không đổi (790mg, hiệu suất 93%).

(b) Tổng hợp 3,8,13-triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15-dihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]- floren trioxim tri-O-axetat:

Axetyl clorua (167 μl , 2,34mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch tetrahydrofuran (500ml) chứa 3,8,13-triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15-dihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]floren trioxim (500mg, 0,65mmol) và trietylamin (312 μl , 2,24mmol). Hỗn hợp phản ứng này được khuấy qua đêm. Sau đó, dung môi này được làm bay hơi dưới áp suất giảm để tạo ra dầu màu nâu thẫm. Nó được tinh chế theo phương pháp sắc ký cột bằng cách sử dụng silicagel pha động và hỗn hợp gồm etyl axetat và hexan làm chất rửa giải. Dung môi được làm bay hơi trong chân không để tạo ra chất rắn màu nâu nhạt (207mg, 40%). Nhiệt độ nóng chảy và

hiệt độ phân hủy được xác định bằng dụng cụ đo nhiệt lượng quét vi phân và phân tích trọng lực nhiệt lần lượt là khoảng 124°C và 260°C.



^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ 8,71 (s, 3 H), 7,88 (d, $J = 8,6$ Hz, 3H), 7,66 (d, $J = 8,6$ Hz, 3H), 4,98 (t, $J = 7,5$ Hz, 6H), 2,60 (s, 9H), 2,36 (s, 9H), 1,95 (p, $J = 6,6$ Hz, 6H), 1,20-1,11 (m, 18H), 0,76 (t, $J = 7,1$ Hz, 9H).

Ví dụ 1.13 - 4,9,13-triethoxyaxetyl-O-triaxetattruxenon

Quy trình tổng hợp 4,9,13-triethoxyaxetyl-O-triaxetattruxenon được thực hiện theo sơ đồ được thể hiện trên Hình 11.

(a) Tổng hợp 4,9,13-triethoxyaxetyltruxenon (3B):

Nhôm trichlorua (1,47g, 11,02mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch chứa diclometan (10ml) và truxenon (3A, 1,29g, 3,35mmol). Dung dịch chuyển sang màu đỏ thẫm. Sau đó, ethoxyaxetyl clorua (1,81g, 14,75mmol) được bổ sung nhỏ giọt vào trong thời gian 2 phút. Phản ứng này được tiếp tục trong 36 giờ. Sau đó, hỗn hợp phản ứng được lọc nhanh, và cô trong chân không để thu được sản phẩm dính nhớt. Etanol khan (15ml) được bổ sung vào để tạo ra huyền phù đặc, mà được đặt trong bể âm trong 30 phút. Sản phẩm rắn được lọc, được rửa kỹ bằng etanol và làm khô trong chân không cao ở 30°C qua đêm để tạo ra chất rắn màu vàng nhạt (1,83g, hiệu suất 85%).

(b) Tổng hợp 4,9,13-triethoxyaxetyl-O-triaxetattruxenon (3C):

4,9,13-Triethoxyaxetyltruxenon (707mg, 1,10mmol) được hòa tan trong 1,4-

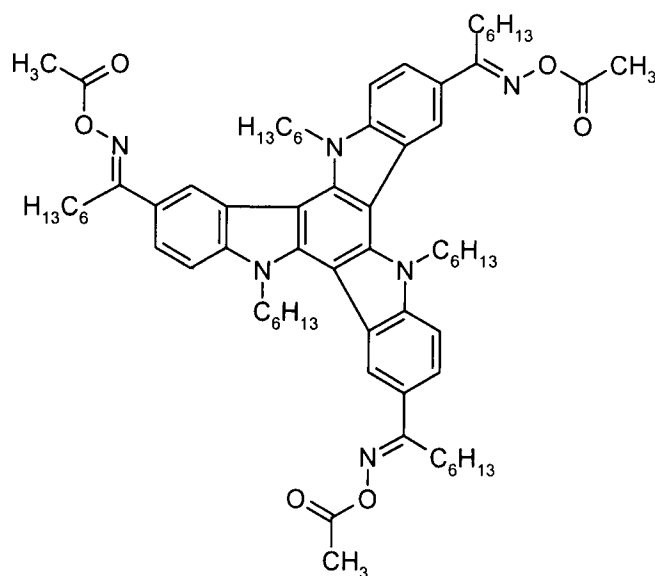
đioxan (120ml) trong khí quyển nitơ. Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt nhẹ để hòa tan chất rắn. Dung dịch chứa natri axetat (285mg, 4,32mmol) và hydroxyl amoni clorua (255mg, 3,67mmol) trong nước (40ml) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, mà sau đó được hồi lưu trong thời gian 24 giờ. Phản ứng này được theo dõi theo phương pháp sắc ký lớp mỏng (TLC) bằng cách sử dụng etyl axetat (20%) và hexan (80%) làm chất rửa giải. Sau khi phản ứng đã hoàn thành, sản phẩm được làm kết tủa trong nước lạnh (200ml). Sản phẩm rắn màu be thu được bằng cách lọc trong chân không, được rửa kỹ bằng nước và làm khô trong chân không ở 30°C cho đến trọng lượng không đổi (680mg, hiệu suất 90%).

(c) Tổng hợp 4,9,13-trietoxyaxetyloxim-O-triaxetattruxenon (3D):

Axetyl clorua (167μl, 2,34mmol) được bổ sung từ từ vào dung dịch tetrahydrofuran (500ml) chứa 4,9,13-trietoxyaxetyloximtruxenon (447mg, 0,65mmol) và triethylamin (312μl, 2,24mmol). Hỗn hợp phản ứng này được khuấy qua đêm. Sau đó, dung môi được làm bay hơi dưới áp suất giảm để tạo ra dầu màu nâu thẫm. Dầu này được tinh chế theo phương pháp sắc ký cột bằng cách sử dụng silicagel pha động và hỗn hợp gồm etyl axetat và hexan làm chất rửa giải. Dung môi được làm bay hơi trong chân không để tạo ra sản phẩm rắn màu nhạt (158mg, 30%).

Ví dụ 1.14 - 3,8,13-trihexanoyl-5,10,15-trihexyl-10,15-đihydro-5H-5,10,15-triazadiinden[1,2-a;1',2'-c] floren trioxim tri-O-axetat

Quy trình tổng hợp 3,8,13-trihexanoyl-5,10,15-trihexyl-10,15-đihydro-5H-5,10,15-triazadiinden[1,2-a;1',2'-c] floren trioxim tri-O-axetat (được thể hiện dưới đây) được thực hiện tương tự như Ví dụ 1,11 chỉ khác là axetyl clorua được thay bằng hexanoyl clorua ở bước (b).



3,8,13-Trihexanoyl-5,10,15-trihexyl-10,15-dihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]florene trioxim tri-O-acetate thu được ở dạng rắn màu trắng sản phẩm với tổng hiệu suất 28%.

^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ : 8,69 (s, 3 H), 7,83 (d, $J = 8,4$ Hz, 3H), 7,67 (d, $J = 8,7$ Hz, 3H), 5,00 (t, $J = 7,1$ Hz, 6H), 3,05 (t, $J = 7,8$ Hz, 6H), 2,35 (s, 9H), 1,95 (p, $J = 7,1$ Hz, 6H), 1,72 (p, $J = 7,6$ Hz, 6H), 1,50-1,44 (m, 6H), 1,41 (p, $J = 7,4$ Hz, 6H), 1,25-1,13 (m, 18H), 0,94 (t, $J = 7,3$ Hz, 9H), 0,76 (t, $J = 7,1$ Hz, 9H).

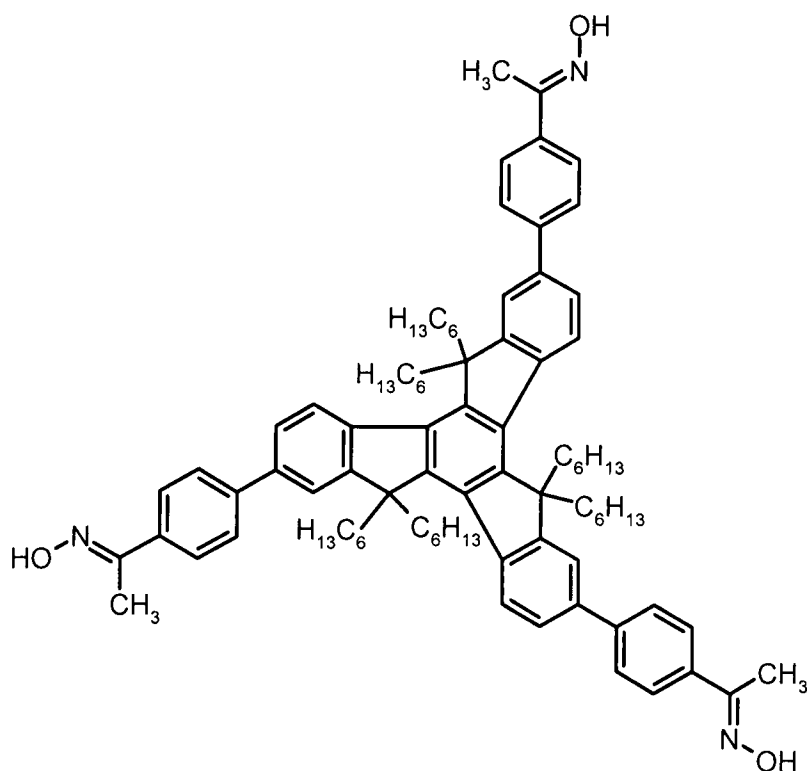
Phổ cực tím-nhìn thấy được (UV-Vis) của 3,8,13-triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15-dihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]florene trioxim tri-O-acetate được thể hiện trên Hình 12. Phổ này thể hiện các dải hấp thụ mạnh trong khoảng 300nm đến 400nm. Cụ thể hơn, phổ này thể hiện mức độ hấp thụ mạnh ở 365nm, tiếp theo là giảm đột ngột. Điều này làm gia tăng độ nhạy, trong khi tránh nhiễu màu.

Ví dụ 1.15 - 2,7,12-Tri(4-axetylphenyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyl-10,15-dihydro-5H-diindeno[1,2-a;1',2'-c]florene trioxim tri-O-acetate

(a) Tổng hợp 2,7,12-Tri(4-axetylphenyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyl-10,15-dihydro-5H-diindeno[1,2-a;1',2'-c]florene trioxim

Trong bình 3 cổ loại dung tích 100ml, 2,7,12-tri(4-axetylphenyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen (6g) được hòa tan trong dioxan (50ml) trong khí quyển nitơ. Dung dịch chứa hydroxylamoni clorua (346mg) và natri axetat (329mg) trong nước (15ml) được bổ sung vào dung dịch này. Hỗn hợp phản ứng này được hồi

lưu trong thời gian 12 giờ. Phản ứng này được theo dõi theo phương pháp sắc ký lớp mỏng (TLC) bằng cách sử dụng 5% etyl axetat trong toluen. Dung môi được làm bay hơi dưới áp suất giảm. Sau đó, nước (250ml) được bổ sung vào và hợp chất này được lọc bỏ để tạo ra chất rắn dính nhớt. Sản phẩm được tinh chế bằng cách kết tinh lại trong metanol và để ở -20°C qua đêm. Hợp chất này (được thể hiện dưới đây) được lọc để tạo ra 4g (65%) bột màu trắng.

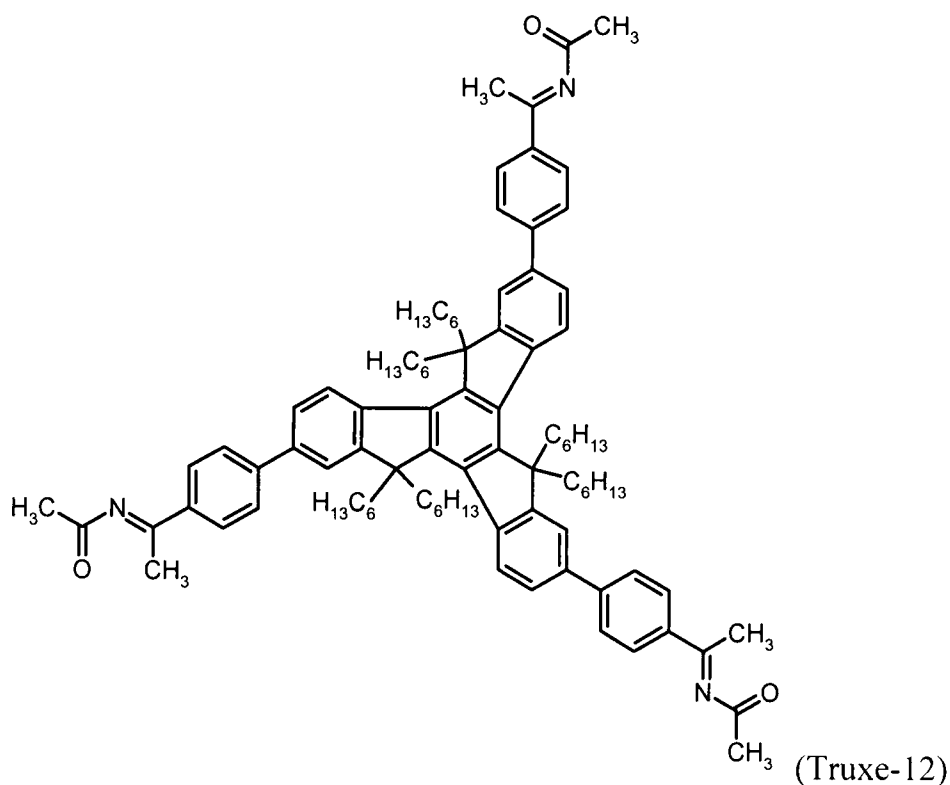


^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ 8,52-8,50 (m, 3H); 8,03-7,94 (m, 6H); 7,91-7,85 (m, 6H); 7,79-7,73 (m, 6H); 3,05 (s, 6H); 2,71 (s, 9H); 2,22 (s, 6H); 0,96-0,90 (m, 36H); 0,63-0,61 (m, 30H).

(b) 2,7,12-Tri(4-axetylphenyl)-5,5,10,10,15,15-hexahexyl-10,15-dihydro-5H-diindeno[1,2-a;1',2'-c]florene trioxime tri-O-axetat

Tetrahydrofuran khan và 2,7,12-Tri(4-axetylphenyl)-5,5,10,10,15,15-hexahexyl-10,15-dihydro-5H-diindeno[1,2-a;1',2'-c]florene trioxime (3g) được bổ sung vào bình 3 cổ loại dung tích 1l đã được sấy khô trên ngọn lửa trong khí quyển nitơ. Hỗn hợp phản ứng được để lạnh đến 0°C trong bể nước đá trước khi bổ sung triethylamin (1,1ml) vào. Hỗn hợp phản ứng này được khuấy trong thời gian 5 phút trước khi bổ sung chậm axetyl clorua (0,591ml) vào. Hỗn hợp phản ứng này được khuấy trong thời gian 2 giờ ở 0°C và được theo dõi theo phương pháp sắc ký lớp mỏng

(TLC) bằng cách sử dụng 5% etyl axetat trong toluen làm chất rửa giải. Hỗn hợp phản ứng được chiết trong etyl axetat và nước, làm khô trên magie sulphat và dung môi được làm bay hơi dưới áp suất giảm. Sau đó, metanol (500ml) được bổ sung vào sản phẩm thô và dung dịch được làm tăng nhiệt độ và lọc. Sản phẩm thô được hòa tan trong 2-propanol, dung dịch được làm tăng nhiệt độ, và được để ở -20°C trong thời gian 1 giờ, sau đó được lọc để tạo ra 2g (60%) bột màu trắng.



^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ 8,48 (d, $J = 8,4$ Hz, 3H); 7,94 (d, $J = 8,6$ Hz, 6H); 7,84 (d, $J = 8,6$ Hz, 6H); 7,74-7,72 (m, 6H); 3,08-3,01 (m, 6H); 2,50 (s, 9H); 2,34 (s, 9H) 2,24-2,15 (m, 6H); 1,03-0,85 (m, 36H); 0,64-0,58 (m, 30H).

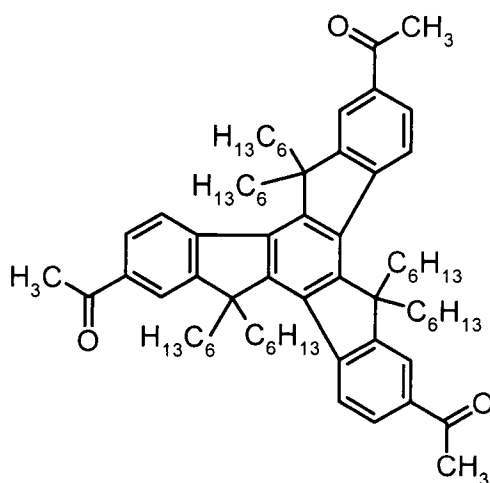
Cực tím-nhìn thấy được (UV-Vis) (THF): 338 nm. DSC: 124°C . Hồng ngoại (IR) (KBr): 2955, 2924, 2855, 1772, 1603, 1478, 1364, 1318, 1199, 984, 933, 890, 830, 808.

Hình 13 thể hiện phổ cực tím (UV) của Carba-05 (mà là Irgacure OXE-02 do BASF cung cấp), và Truxe-08, và Truxe-07 (nêu trên), và Truxe-12 (theo Ví dụ 1.15). Các phổ này đã được chuẩn tắc hóa sao cho mức hấp thụ tối đa của Carba-05 bằng 1. Trên hình này, Carba-05 là đường cong với mức hấp thụ tối đa ở 277nm và mức hấp thụ tương đối ở 365nm hoặc 0,161. Truxe-08 có hai pic hấp thụ ở 304nm và 333nm với mức hấp thụ tương đối ở 365nm bằng 0,754. Truxe-07 có một pic hấp thụ ở 325nm

và mức hấp thụ tương đối ở 365nm bằng 0,043. Cuối cùng, Truxe-12 có một pic hấp thụ ở 338nm và mức hấp thụ tương đối ở 365nm bằng 0,666. Cần lưu ý rằng Truxe-12 có mức hấp thụ cao hơn OXE-02.

Ví dụ 1.16 - 2,7,12-triaxetyl-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen (INDENO 332)

Quy trình tổng hợp 2,7,12-triaxetyl-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen được thực hiện bằng cách hòa tan 4,3 gam 5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen trong bình loại dung tích 250ml đã được sấy khô trên ngọn lửa chứa 50ml điclorometan trong khí quyển N₂. Axetyl clorua (1,83ml) được bổ sung vào, và sau đó nhôm clorua (3,27g) được bổ sung từ từ vào trong thời gian 15 phút. Hỗn hợp phản ứng này được khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm. Phản ứng này được theo dõi theo phương pháp sắc ký lớp mỏng (TLC) bằng cách sử dụng 2,5% EtOAc trong toluen làm chất rửa giải. Bước chiết được thực hiện bằng cách sử dụng điclorometan và nước. Sau đó, hỗn hợp này được làm khô trên magie sulfat. Sản phẩm thô được sấy khô một cách cẩn thận trong chân không cao, kết tủa trong metanol và sau đó được lọc để tạo ra bột màu trắng đục (5,5g, 72%).



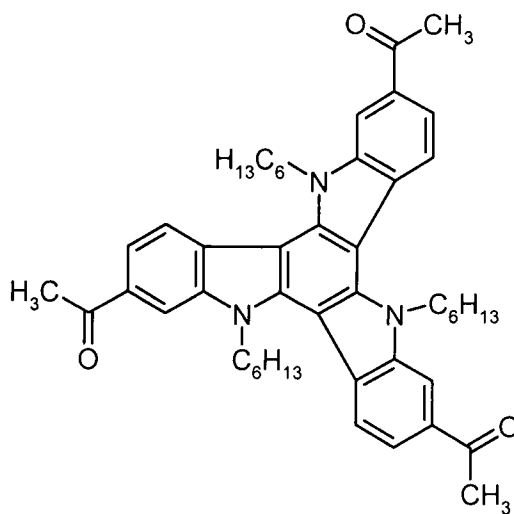
¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) δ 8,49 (d, J = 8,4 Hz, 3H); 8,12 (d, J = 1,7 Hz, 3H); 8,07 (dd, J₁ = 1,7, J₂ = 8,3 Hz, 3H); 3,00 2,94 (m, 6H); 2,76 (s, 9H); 2,25 2,19 (m, 6H); 0,98 0,79 (m, 36H); 0,61 (t, J = 7,1, 18H); 0,52 0,44 (m, 12H).

Pic hấp thụ tối đa và hệ số hấp thụ của 2,7,12-triaxetyl-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen trong dung dịch tetrahydrofuran lần lượt là 332nm và 8,66 x 10⁴ l / mol.cm. Nhiệt độ nóng chảy đo được là 217°C theo phương pháp DSC.

Ví dụ 1.17 - 3,8,13-triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15

đihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno [1,2-a;1',2'-c]-florein (INDENO 336)

Quy trình tổng hợp 3,8,13-triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15-đihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]-florein được thực hiện bằng cách bổ sung từ từ nhôm trichlorua (1,47g, 11,02mmol) vào dung dịch chứa diclometan (10ml) và 5,10,15-trihexyl-10,15-đihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]florein (2g, 3,35mmol). Dung dịch chuyển sang màu đỏ thẫm. Sau đó, axetyl clorua (750 μ l, 14,75mmol) được bổ sung nhỏ giọt vào trong thời gian 2 phút. Phản ứng này được theo dõi theo phương pháp sắc ký lớp mỏng (TLC) bằng cách sử dụng hỗn hợp gồm etyl axetat (30%) và hexan (70%) làm chất rửa giải. Sau khi phản ứng đã hoàn thành, hỗn hợp phản ứng được lọc nhanh và cô trong chân không để thu được sản phẩm màu đỏ dính nhớt. Etanol khan (15ml) được bổ sung vào để tạo ra huyền phù đặc, mà được đặt trong bể âm thanh trong 30 phút. Sản phẩm rắn được lọc, được rửa kỹ bằng etanol và làm khô trong chân không cao ở 30°C qua đêm để tạo ra chất rắn màu đỏ nhạt (1,93g, hiệu suất 80%).



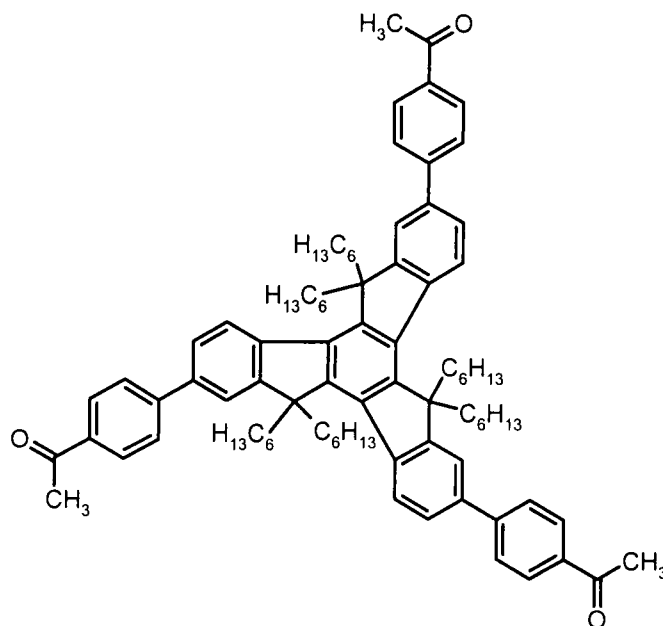
^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ 9,02 (s, 3 H), 8,13 (d, $J = 8,6$ Hz, 3H), 7,66 (d, $J = 8,5$ Hz, 3H), 5,00 (t, $J = 7,7$ Hz, 6H), 2,80 (s, 9H), 1,99 (p, $J = 7,6$ Hz, 6H), 1,33 (p, $J = 7,3$ Hz, 6H), 1,26-1,17 (m, 12H), 0,78 (t, $J = 7,1$ Hz, 9H).

Pic hấp thụ tối đa và hệ số hấp thụ của 3,8,13-triaxetyl-5,10,15-trihexyl-10,15-đihydro-5H-5,10,15-triazadiindeno[1,2-a;1',2'-c]-florein trong dung dịch tetrahydrofuran lần lượt là 336nm và $7,40 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$.

Ví dụ 1.18 - 2,7,12-tri(4-axetylphenyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen

TRUXE-03 (8,5g), axit 4-axetylphenylboronic (4,2g) và toluen (500ml) được

đưa vào trong bình loại dung tích 500ml, sục nitơ. Kali cacbonat (28g) được hòa tan trong nước (100ml) được bổ sung vào hỗn hợp này. Hỗn hợp phản ứng được sục nitơ trong thời gian 30 phút. Sau đó, paladi axetat (52mg) và triphenylphosphin (62mg) được bổ sung vào dung dịch. Hỗn hợp phản ứng này được đun nóng ở nhiệt độ hồi lưu trong thời gian 2 ngày trước khi bổ sung axit 4-axetylphenylboronic (4,2g) vào. Hỗn hợp phản ứng lại được hồi lưu một lần nữa trong thời gian 2 ngày trước lần cuối cùng bổ sung axit 4-axetylphenylboronic (4,2g) vào. Sau đó, hỗn hợp phản ứng được hồi lưu trong thời gian 4 ngày. Phản ứng này được theo dõi bằng cách sử dụng 100% toluen làm chất rửa giải. Hỗn hợp phản ứng được rửa ba lần bằng nước, làm khô trên magie sulphat và cô dưới áp suất giảm. Hỗn hợp này was nhanh passed over đệm silicagel bằng cách sử dụng 100% toluen làm chất rửa giải để tạo ra 7g (75%) sản phẩm mong muốn.



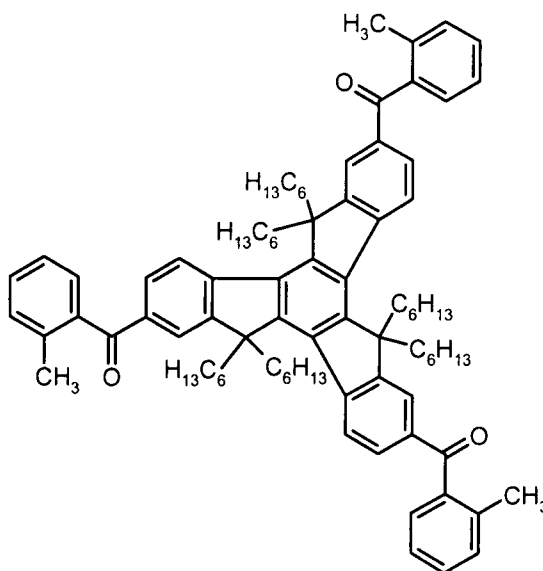
^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ 8,50 (d, $J = 8,3$ Hz, 3H); 8,14 (d, $J = 8,6$ Hz, 6H); 7,89 (d, $J = 8,5$ Hz, 6H); 7,77-7,75 (m, 6H); 3,08-3,02 (m, 6H); 2,72 (s, 9H); 2,25-2,19 (m, 6H); 1,05-0,85 (m, 36H); 0,64-0,58 (m, 30H).

Pic hấp thụ tối đa và hệ số hấp thụ của 2C trong dung dịch tetrahydrofuran lần lượt là 340nm và $12,64 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1}\text{cm}^{-1}$. Nhiệt độ nóng chảy là 85°C .

Ví dụ 1.19 - 2,7,12-tri-(o-toluloyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen (INDENO 337)

5,5',10,10',15,15'-Hexahexyltruxen (1,1g) được hòa tan trong 10ml CH_2Cl_2 trong bình loại dung tích 100ml trong khí quyển N_2 . O-Toluloyl clorua (638mg, 3,20

đương lượng) được bổ sung vào, và sau đó nhôm clorua (525mg, 3,05 đương lượng) được bổ sung từ từ vào trong thời gian 15 phút. Hỗn hợp phản ứng này được khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm. Phản ứng này được theo dõi theo phương pháp sắc ký lớp mỏng (TLC) bằng cách sử dụng 100% toluen làm chất rửa giải. Nếu cần thiết, nhôm clorua (130mg, 0,76 đương lượng) và o-toluloyl clorua (160mg, 0,80 đương lượng) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng và hỗn hợp phản ứng này được khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm. Hỗn hợp phản ứng được tối bằng cách bổ sung chậm và cẩn thận nước vào. Bước chiết được thực hiện bằng cách sử dụng CH₂Cl₂ và nước. Sau đó, hỗn hợp này được làm khô trên MgSO₄. Sản phẩm thô được tinh chế trên cột silicagel bằng cách sử dụng 50% hexan trong toluen đến 100% toluen. Dầu đặc tạo ra được nghiền trong metanol và lọc để tạo ra bột màu vàng nhạt (720mg, 46%).



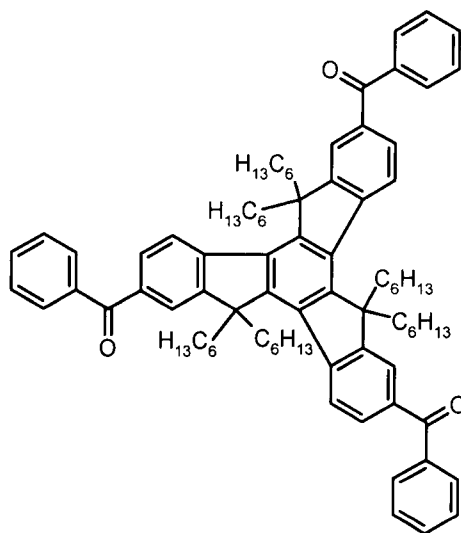
¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) δ 8,42 (d, J = 8,4 Hz, 3H), 7,99 (d, J = 1,5 Hz, 3H), 7,80 (dd, J₁ = 1,4 Hz, J₂ = 8,3 Hz, 3H), 7,47-7,41 (m, 6H), 7,35 (d, J = 7,6 Hz, 3H), 7,31 (t, J = 7,4 Hz, 3H), 2,95-2,86 (m, 6H), 2,40 (s, 9H), 2,17-2,09 (m, 6H), 0,97-0,79 (m, 36H), 0,61 (t, J = 7,0 Hz, 18H), 0,53-0,44 (m, 12H).

Pic hấp thụ tối đa và hệ số hấp thụ của 2,7,12-tri-(o-toluloyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen trong dung dịch tetrahydrofuran lần lượt là 336nm và 7,90 x 10⁴ l mol⁻¹cm⁻¹. Nhiệt độ nóng chảy là 125°C.

Ví dụ 1.20 - 2,7,12-Tri-(phenoyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen (INDENO 333)

5,5',10,10',15,15'-Hexahexyltruxen (5,0g) được hòa tan trong 50ml CH₂Cl₂ trong bình loại dung tích 100ml trong khí quyển N₂. Benzoyl clorua (2,6g, 3,20 đương

lượng) được bổ sung vào, và sau đó nhôm clorua (3,3g, 3,05 đương lượng) được bổ sung từ từ vào trong thời gian 5 phút. Hỗn hợp phản ứng này được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong hai ngày. Phản ứng này được theo dõi theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC) (pic tại thời điểm 8 phút) và TLC bằng cách sử dụng 100% toluen làm chất rửa giải. Nếu cần thiết, nhôm clorua (825mg, 0,76 đương lượng) và benzoyl clorua (650mg, 0,80 đương lượng) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng và hỗn hợp phản ứng này được khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm. Hỗn hợp phản ứng này được tôi bằng cách bổ sung nước chậm và cẩn thận vào (LƯU Ý: tỏa nhiệt mạnh). Bước chiết được thực hiện bằng cách sử dụng CH_2Cl_2 và nước. Lớp hữu cơ được rửa bằng dung dịch NaHCO_3 1M và sau đó được làm khô trên MgSO_4 . Dung dịch này được cô dưới áp suất giảm. Chất rắn như nhựa hắc ín tạo ra được nghiền trong metanol trong thời gian 1 giờ và lọc. Sau khi lọc, sản phẩm thô được kết tinh lại khỏi 2-propanol để tạo ra 3,3g (48%, 100% : 6,84g). Bước tinh chế tiếp, nếu muốn, được thực hiện trên cột silicagel bằng cách sử dụng 50% hexan trong toluen đến 100% toluen (bắt đầu với 500mg, thu hồi được 60mg, 12%).

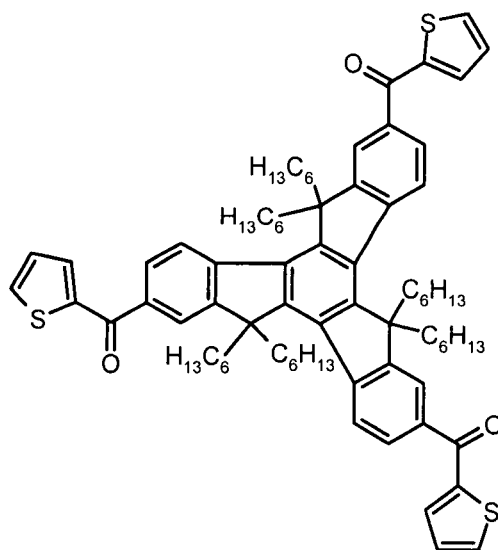


^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ 8,48 (d, $J = 8,4$ Hz, 3H), 7,96 (d, $J = 1,6$ Hz, 3H), 7,93-7,88 (m, 9H), 7,65 (tt, $J_1 = 7,5$ Hz, $J_2 = 1,3$ Hz, 3H), 7,55 (t, $J = 7,7$ Hz, 6H), 3,00-2,92 (m, 6H), 2,21-2,13 (m, 6H), 1,00-0,83 (m, 36H), 0,63 (t, $J = 7,3$ Hz, 18H), 0,58-0,50 (m, 12H).

Đỉnh hấp thụ tối đa và hệ số hấp thụ của 2,7,12-tri-(phenoyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen trong dung dịch tetrahydrofuran lần lượt là 332nm và $8,55 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1}\text{cm}^{-1}$. Nhiệt độ nóng chảy là 155°C.

Ví dụ 1.21 - 2,7,12-tri-(2-thienyloyl)-5,5',10,10',15,15'-hexaheptylruen

5,5',10,10',15,15'-Hexaheptylruen (5,0g) được hòa tan trong 50ml CH_2Cl_2 trong bình loại dung tích 100ml trong khí quyển N_2 . 2-thiophencarbonyl clorua (2,8g, 3,20 đương lượng) được bổ sung vào, và sau đó nhôm clorua (3,3g, 3,05 đương lượng) được bổ sung từ từ vào trong thời gian 5 phút. Hỗn hợp phản ứng này được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong hai ngày. Phản ứng này được theo dõi theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC) (pic ở 5 phút.) và TLC bằng cách sử dụng 100% toluen làm chất rửa giải. Nếu cần thiết, nhôm clorua (825mg, 0,76 đương lượng) và 2-thiophencarbonyl clorua (700mg, 0,80 đương lượng) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng và hỗn hợp phản ứng này được khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm. Hỗn hợp phản ứng được tối bằng cách bổ sung nước chậm và cẩn thận vào (LƯU Ý: tỏa nhiệt mạnh). Bước chiết được thực hiện bằng cách sử dụng CH_2Cl_2 và nước. Lớp hữu cơ được rửa bằng dung dịch NaHCO_3 1M và sau đó được làm khô trên MgSO_4 . Dung dịch này được cô dưới áp suất giảm. Chất rắn như nhựa hắc ín tạo ra được nghiền trong metanol trong thời gian 1 giờ và lọc. Sau khi lọc, sản phẩm thô được kết tinh lại khỏi 2-propanol để tạo ra 580mg (8%, 100% : 6,95g) hợp chất thích hợp để phân tích và 1,6g (23%) hợp chất được chấp nhận là tinh khiết. Cả hai phân đoạn chỉ thể hiện một pic theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC) nhưng phân đoạn 1,6g thể hiện một chút tạp chất theo phân tích sắc ký lớp mỏng (TLC).



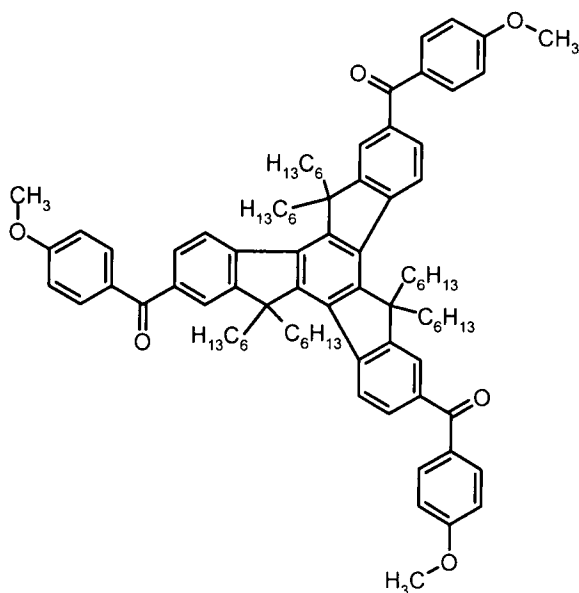
^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ 8,51 (d, J = 8,2 Hz, 3H), 8,03-7,99 (m, 6H), 7,78 (dd, J_1 = 4,9 Hz, J_2 = 1,1 Hz, 3H), 7,77 (dd, J_1 = 3,8 Hz, J_2 = 1,1 Hz, 3H), 7,24 (dd, J_1 = 4,8 Hz, J_2 = 3,8 Hz, 3H), 3,00-2,95 (m, 6H), 2,24-2,17 (m, 6H), 1,01-0,82 (m,

36H), 0,62 (t, $J = 7,0$ Hz, 18H), 0,58-0,49 (m, 12H).

Pic hấp thụ tối đa và hệ số hấp thụ của 2,7,12-tri-(2-thienyloyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen trong dung dịch tetrahydrofuran lần lượt là 338nm và $8,53 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1}\text{cm}^{-1}$. Nhiệt độ nóng chảy là 125°C.

Ví dụ 1.22 - 2,7,12-tri-(4-metoxypheoyloyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen

5,5',10,10',15,15'-Hexahexyltruxen (5,0g) được hòa tan trong 50ml CH_2Cl_2 trong bình loại dung tích 100ml trong khí quyển N_2 . 3-metoxypheoyol clorua (3,2g, 3,20 đương lượng) được bổ sung vào, và sau đó nhôm clorua (3,3g, 3,05 đương lượng) được bổ sung vào từ từ trong thời gian 5 phút. Hỗn hợp phản ứng này được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong hai ngày. Phản ứng này được theo dõi theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC) (pic tại thời điểm 6 phút) và TLC bằng cách sử dụng 2% etyl axetat trong toluen làm chất rửa giải. Nếu cần thiết, nhôm clorua (825mg, 0,76 đương lượng) và 3-metoxypheoyol clorua (800mg, 0,80 đương lượng) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng và hỗn hợp phản ứng này được khuấy ở nhiệt độ trong phòng qua đêm. Hỗn hợp phản ứng được tôi bằng cách bổ sung chậm và cẩn thận nước vào (LƯU Ý: tỏa nhiệt mạnh). Bước chiết được thực hiện bằng cách sử dụng CH_2Cl_2 và nước. Lớp hữu cơ được rửa bằng dung dịch NaHCO_3 1M sau đó được làm khô trên MgSO_4 . Dung dịch này được cô dưới áp suất giảm. Chất rắn như nhựa hắc ín tạo ra được nghiền trong metanol trong thời gian 1 giờ và lọc. Sau khi lọc, sản phẩm thô được kết tinh lại khỏi 2-propanol để tạo ra 700mg (9%, 100% : 7,37g). Bước tinh chế tiếp, nếu muốn, được thực hiện trên cột silicagel bằng cách sử dụng 100% toluen đến 10% etyl axetat trong toluen (thu hồi 30mg).

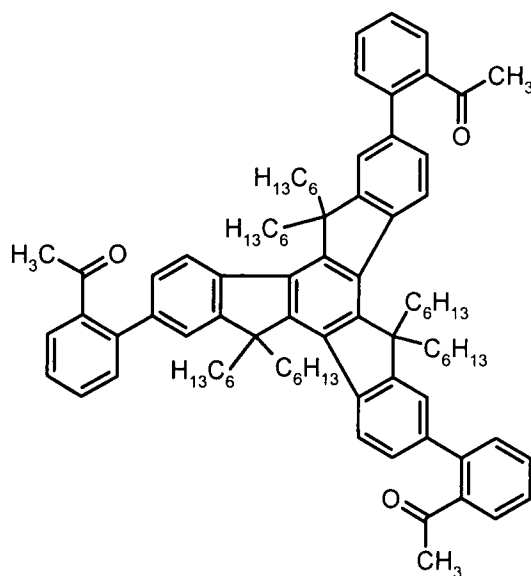


^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ 8,48 (d, $J = 8,4$ Hz, 3H), 7,95 (d, $J_1 = 1,5$ Hz, 3H), 7,93 (dd, $J_1 = 8,3$ Hz, $J_2 = 1,6$ Hz, 3H), 7,46-7,42 (m, 9H), 7,21-7,18 (m, 3H), 3,91 (s, 9H), 3,00-2,93 (m, 6H), 2,20-2,13 (m, 6H), 1,00-0,82 (m, 36H) 0,63 (t, $J = 7,0$ Hz, 18H), 0,59-0,48 (m, 12H).

Pic hấp thụ tối đa và hệ số hấp thụ của 2,7,12-tri-(4-methoxyphenyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen trong dung dịch tetrahydrofuran lần lượt là 333nm và $8,55 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Nhiệt độ nóng chảy là 137°C .

Ví dụ 1.23 - 2,7,12 tri-(2-axetylphenyl)-5,5',10,10',15,15' hexahexyltruxen

2,7,12-tribromo-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen (1,7g), axit 2-axetylphenylboronic (0,84g) và toluen (100ml) được đưa vào trong bình loại dung tích 500ml, sục nitơ. Natri cacbonat (5,6g) được hòa tan trong nước (20ml) và tetrabutylamoni bromua (100mg) được bổ sung vào hỗn hợp này. Hỗn hợp phản ứng được sục nitơ trong thời gian 30 phút. Sau đó, paladi axetat (48mg) và triphenylphosphin (60mg) được bổ sung vào dung dịch. Hỗn hợp phản ứng này được đun nóng ở nhiệt độ hồi lưu trong thời gian 2 ngày. Hỗn hợp phản ứng này được rửa bằng nước ba lần, làm khô trên magie sulphat và cô dưới áp suất giảm. Hỗn hợp này được cho qua silicagel thật nhanh bằng cách sử dụng 100% toluen, sau đó 1% đến 3% axeton trong toluen làm chất rửa giải để tạo ra 500mg (27%) sản phẩm mong muốn.



^1H NMR (500 MHz, CDCl_3) δ 8,42 (d, $J = 8,2$ Hz, 3H), 7,61-7,55 (m, 9H), 7,48-7,45 (m, 6H), 7,42 (dd, $J_1 = 8,2$ Hz, $J_2 = 1,7$ Hz, 3H), 3,04-2,96 (m, 6H), 2,15-2,07 (m, 6H), 2,01 (s, 9H), 1,00-0,80 (m, 36H), 0,60 (t, $J = 7,3$ Hz, 18H), 0,58-0,52 (m, 12H).

Pic hấp thụ tối đa và hệ số hấp thụ của 2,7,12-tri-(2-axetylphenyl)-5,5',10,10',15,15'-hexahexyltruxen trong dung dịch tetrahydrofuran lần lượt là 323nm và $9,20 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1}\text{cm}^{-1}$. Nhiệt độ nóng chảy là 136°C .

Hình 13 thể hiện mức hấp thụ cực tím-nhìn thấy được (UV-Vis) tương đối của các chất khơi mào quang theo các Ví dụ 1.16 và 1.18 đến 1.23.

Các chất cản lọc màu đỏ, xanh lá cây, xanh da trời, và đen

Các Ví dụ 2.1 đến 2.10 và Ví dụ so sánh 1

Các chất cản lọc màu đỏ, xanh lá cây và xanh da trời và nền đen với các chất khơi mào quang khác nhau được điều chế bằng cách trộn 1,0 phần chất khơi mào quang, 13 phần chất dẫn cản màu, 6,0 phần dịch phân tán sắc tố tương ứng, tức là lần lượt Red-254, Green-36, Blue-15 và Black-250, bằng cách sử dụng máy trộn có lực cắt cao trong 2 giờ. Các hỗn hợp thu được được lọc qua bộ lọc có cỡ lỗ $1\mu\text{m}$. Dung dịch sắc tố được phủ lên thủy tinh bằng cách sử dụng thiết bị phết quay, sấy khô ở 100°C trong 2 phút để tạo ra màng đồng nhất có độ dày khoảng $3\mu\text{m}$.

Màng cản màu được phơi sáng bằng cách sử dụng đèn thủy ngân áp suất rất cao 250W trong không khí với mức $1.000\text{mJ}/\text{cm}^2$ qua mặt nạ đích bậc thang độ xám 21 (Stouffer Graphic Arts T2115). Màng đã phơi được hiện hình bằng cách sử dụng dung

dịch nước kali hydroxit (độ pH =12), được rửa kỹ bằng nước đã được khử ion, và sau đó được sấy khô ở 100°C trong 30 phút. Các kết quả được tổng kết trong bảng dưới đây.

Ví dụ	Chất khơi mào quang	Độ nhạy (mJ/cm ²)			
		Đỏ	Xanh lá cây	Xanh da trời	Đen
2.1	Ví dụ 1.1	32	82	90	107
2.2	Ví dụ 1.2	32	82	90	107
2.3	Ví dụ 1.3	36	89	97	120
2.4	Ví dụ 1.4	38	91	105	115
2.5	Ví dụ 1.5	28	74	89	107
2.6	Ví dụ 1.6	18	42	51	65
2.7	Ví dụ 1.7	12	37	42	49
2.8	Ví dụ 1.8	18	46	54	67
2.9	Ví dụ 1.9	39	94	98	117
2.10	Ví dụ 1.10	15	41	49	57
Ví dụ so sánh 1	Irgacure OXE-2	34	86	98	115

Trong bảng này, trị số độ nhạy được thông báo là mức thấp nhất cần thiết để hóa rắn hoàn toàn màng cản màu. Trị số này được tính theo hệ số truyền của số bậc cao nhất còn lại sau khi hiện hình. Mong muốn rằng mức thấp nhất (mJ/cm²) cần thiết càng thấp càng tốt, mà điều này biểu thị hợp chất rất nhạy. Nói chung, chất khơi mào quang càng nhạy, thì càng cần ít thời gian để hóa rắn chế phẩm này.

Bảng trên cho thấy rằng các hợp chất theo sáng chế là nhạy như Irgacure OXE-2 và đôi khi thậm chí nhạy hơn.

Các ví dụ 2.11 đến 2.18 và các ví dụ so sánh (CE) 2 đến 5

Các chất cản màu đỏ, xanh lá cây, xanh da trời và đen được điều chế bằng cách trộn dịch phân tán sắc tố, chất dẫn cản màu và các chất khơi mào quang theo các Ví dụ 1.11 và 1.12 bằng cách sử dụng máy trộn có lực cắt cao trong 2 giờ. Hỗn hợp

thu được lọc qua bộ lọc có cỡ lỗ $1\mu\text{m}$. Dung dịch sắc tố được phủ lên thủy tinh bằng cách sử dụng thiết bị phết xoay, sấy khô ở 100°C trong 2 phút để tạo ra màng đồng nhất có độ dày khoảng $3\mu\text{m}$. Để so sánh, chất khơi mào quang có bán trên thị trường, Irgacure OXE-02, cũng được sử dụng.

Màng cản màu được phơi bằng cách sử dụng đèn thủy ngân áp suất rất cao 250W trong không khí với mức $1.000\text{mJ}/\text{cm}^2$ thông qua mặt nạ đích bậc thang độ xám 21 (Stouffer Graphic Arts T2115). Màng đã phơi được hiện hình bằng cách sử dụng dung dịch nước kali hydroxit (độ pH = 12), được rửa kỹ bằng nước đã được khử ion, và sau đó được sấy khô ở 100°C trong 30 phút. Các kết quả được tổng kết trong bảng dưới đây.

Trong bảng này, trị số được thông báo về mức độ nhạy quang là mức thấp nhất cần thiết để hóa rắn hoàn toàn màng cản màu. Trị số này được tính từ hệ số truyền của số bậc cao nhất còn lại sau khi hiện hình. Mong muốn rằng mức thấp nhất (mJ/cm^2) cần thiết càng thấp càng tốt, mà nó biểu thị hợp chất rất nhạy. Nói chung, chất khơi mào quang càng nhạy thì cần càng ít thời gian để hóa rắn chế phẩm này.

Thành phần	Ví dụ											
	(Trọng lượng rắn tính theo gam)											
	2.11	2.12	CE 2	2.13	2.14	CE 3	2.15	2.16	CE 4	2.17	2.18	CE 5
Red-254	6,0	6,0	6,0									
Green-30				5,0	5,0	5,0						
Yellow-150				1,0	1,0	1,0						
Blue-15							6,0	6,0	6,0			
Black-250										6,0	6,0	6,0
Chất dẫn cản màu	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0
Chất khơi mào quang	1,0			1,0			1,0			1,0		

theo Ví dụ 1.11												
Chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.12		1,0			1,0			1,0			1,0	
Irgacure® OXE02			1,0			1,0			1,0			1,0
Độ nhạy (mJ/cm ²)	29	25	34	74	67	86	83	75	98	97	86	115

Như có thể thấy từ phần nêu trên, các hợp chất theo sáng chế được thử, trong tất cả các trường hợp, là nhạy hơn Irgacure OXE-02.

Đĩa in opset trên đá

Ví dụ 3.1

Chế phẩm bao được điều chế bằng cách trộn 250g BR10-010, 67g UR07-009, 1,0g màu xanh lá cây cơ bản số 4, 33g Blue-15, và 5,0g chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.7, và 900g dung dịch xyclohexanon bằng cách sử dụng máy trộn có lực cắt cao trong 5 giờ. Dung dịch tạo thành được lọc qua bộ lọc có cỡ lỗ 5 μ m. Nó được phủ lên nền nhôm đã được anot hóa, mà sau đó được xử lý bằng phosphat florua (PF) bằng cách sử dụng que quần dây kim loại, sau đó được sấy khô trong lò khí nóng ở 100°C trong 5 phút.

Đĩa này được phơi bằng cách sử dụng đèn thủy ngân áp suất rất cao 250W trong không khí với mật độ năng lượng 100 mJ/cm² qua mặt nạ đích bậc thang độ xám 21 (Stouffer Graphic Arts T2115). Đĩa đã phơi được hiện hình bằng dung dịch nước chứa dung dịch xà phòng 1% bằng cách sử dụng thiết bị xử lý Tung Sung 800 ở nhiệt độ 25°C và thời gian dừng 20 giây để tạo ra ảnh có độ phân giải cao.

Đĩa đã được hiện hình được đặt trên máy nén Heidelberg 46 bằng cách sử dụng mực đen (Toyo Black) và dung dịch ống mực (UF300, do Tập đoàn Mylan, Việt nam cung cấp) và tạo ra 20.000 bản sao có chất lượng tốt.

Ví dụ 3.2

Đĩa in được chuẩn bị theo cách tương tự cách đã được bộc lộ trong Ví dụ 3.1, chỉ khác rằng chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.10 được dùng để thay thế chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.7.

Đĩa này được phơi bằng cách sử dụng đèn thủy ngân áp suất rất cao 250W trong không khí với mật độ năng lượng 100 mJ/cm^2 qua mặt nạ đích bậc thang độ xám 21 (Stouffer Graphic Arts T2115). Đĩa đã phơi được hiện hình bằng dung dịch nước chứa dung dịch xà phòng 1% bằng cách sử dụng thiết bị xử lý Tung Sung 800 ở nhiệt độ 25°C và thời gian dừng 20 giây để tạo ra ảnh có độ phân giải cao.

Đĩa đã hiện hình được đặt trên máy nén Heidelberg 46 bằng cách sử dụng mực đen (Toyo Black) và dung dịch ống mực (UF300, do Tập đoàn Mylan, Việt nam cung cấp) và tạo ra 20.000 bản sao có chất lượng tốt

Ví dụ 3.3

Chế phẩm bao được điều chế bằng cách trộn 250g BR10-010, 67g UR07-009, 1,0g màu xanh lá cây cơ bản 4, 33g Blue-15, và 5,0g chất khơi mào quang 1E (theo Ví dụ 1.11) và 900g dung dịch 2-metoxypromanol bằng cách sử dụng máy trộn có lực cắt cao trong 5 giờ. Dung dịch tạo thành được lọc qua bộ lọc có cỡ lỗ $5\mu\text{m}$. Dung dịch này được phủ lên nền nhôm đã được anot hóa, mà sau đó được xử lý bằng phosphat florua (PF) bằng cách sử dụng que quần dây kim loại, sau đó được sấy khô trong lò khí nóng ở 100°C trong 5 phút.

Đĩa này được phơi bằng cách sử dụng đèn thủy ngân áp suất rất cao 250W trong không khí với mật độ năng lượng 100mJ/cm^2 qua mặt nạ đích bậc thang độ xám 21 (Stouffer Graphic Arts T2115). Đĩa đã phơi được hiện hình bằng dung dịch nước chứa 1% dung dịch xà phòng Mr. Clean bằng cách sử dụng thiết bị xử lý Tung Sung 800 ở nhiệt độ 25°C và thời gian dừng 20 giây để tạo ra ảnh có độ phân giải cao.

Đĩa đã hiện hình được đặt lên máy nén Heidelberg 46 bằng cách sử dụng mực đen (Toyo Black) và dung dịch ống mực (UF300, do Tập đoàn Mylan, Việt nam cung cấp) để tạo ra 20.000 bản sao có chất lượng tốt.

Ví dụ 3.4

Đĩa in được chuẩn bị theo cách tương tự Ví dụ 3.3, chỉ khác chất khơi mào

quang theo Ví dụ 1.12 được sử dụng thay cho chất đó theo Ví dụ 1.11.

Đĩa này được phơi bằng cách sử dụng đèn thủy ngân áp suất rất cao 250W trong không khí với mật độ năng lượng $100\text{mJ}/\text{cm}^2$ qua mặt nạ đích bậc thang độ xám 21 (Stouffer Graphic Arts T2115). Đĩa đã phơi được hiện hình bằng dung dịch nước chứa 1% dung dịch xà phòng Mr. Clean bằng cách sử dụng thiết bị xử lý Tung Sung 800 ở nhiệt độ 25°C và thời gian dừng 20 giây để tạo ra ảnh có độ phân giải cao.

Đĩa đã hiện hình được đặt lên máy nén Heidelberg 46 bằng cách sử dụng mực đen (Toyo Black) và dung dịch ống mực (UF300, do Tập đoàn Mylan, Việt nam cung cấp) để tạo ra 20.000 bản sao có chất lượng tốt.

Mực in phun có thể hóa rắn được nhờ tia cực tím (UV)

Các ví dụ 4.1 đến 4.4

Các chế phẩm mực in phun có thể hóa rắn được nhờ bức xạ tia cực tím được thể hiện trong bảng dưới đây được điều chế bằng cách sử dụng máy trộn có lực cắt cao để tạo ra dung dịch đồng nhất. Dung dịch này được lọc qua bộ lọc propylen có cỡ lỗ $1,0\mu\text{m}$. Mực đã lọc được in lên polyeste màng với các mẫu thử khác nhau và độ phân giải 300 DPI bằng cách sử dụng đầu in Richol G4, mà phun ở nhiệt độ 50°C . Các mẫu in được hóa rắn bằng bộ phận làm hóa rắn UV-LED (Mẫu: Fireline $8\text{Watt}/\text{cm}^2$, do Phoseon Technology, Oregon, USA cung cấp) với tốc độ mười met mỗi phút. Bộ phận làm hóa rắn UV-LED được đặt 5cm quanh màng đã được in. Các mẫu in hóa rắn hoàn toàn dùng mực in phun chứa các chất khơi mào quang theo sáng chế thu được với độ phân giải cao và mức bám dính tốt vào nền polyeste.

Thành phần	Ví dụ (gam)			
	4.1	4.2	4.3	4.4
ADD-2204	3,50	3,50	3,50	3,50
ADD-9984	10,0	10,0	10,0	10,0

ADD-9991	10,0	10,0	10,0	10,0
ADD-9992	8,00	8,00	8,00	8,00
ADD-9995	10,0	10,0	10,0	10,0
ADD-2614	10,0	10,0	10,0	10,0
POL-0138	2,50	2,50	2,50	2,50
POL-1001	10,0	10,0	10,0	10,0
POL-0137	1,00	1,00	1,00	1,00
600-B307	1,00	1,00	1,00	1,00
COL-1829	8,40	8,40	8,40	8,40
ADD-9993	20,6	20,6	20,6	20,6
Chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.16	5,00	0,00	0,00	0,00
Chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.17	0,00	5,00	0,00	0,00
Chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.21	0,00	0,00	5,00	0,00
Chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.18	0,00	0,00	0,00	5,00
Tổng cộng	100	100	100	100
Độ nhớt ở nhiệt độ 25°C (cPs)	23,6	23,4	23,2	23,5

Màng dẻo làm sạch oxy

Hoạt tính làm sạch oxy của màng polyme chứa chất khơi mào quang theo sáng chế được thể hiện bằng cách theo dõi mức giảm nồng độ oxy, là kết quả của việc tiêu thụ oxy ở mẫu màng đã được chuẩn bị. Do đó, 1,0 gam mẫu màng làm bằng copolyme axetal chứa các nhóm bên xyclohexan (PACH-001), muối coban (II) oleat và chất khơi mào quang được đặt trong lọ thủy tinh. Lọ thủy tinh được bịt kín bằng nắp đậy tự làm chứa mẫu huỳnh quang oxy. Sau đó, lọ thủy tinh này được sục nitơ khí chứa khoảng 21% oxy. Tiếp đó, lọ này được bịt kín và hoạt hóa bằng cách cho tiếp xúc với tia cực tím (UV) ở bước sóng 254nm ở nhiệt độ trong phòng với mức 100mJ/cm². Mức giảm nồng độ oxy sau một khoảng thời gian được theo dõi bằng cách sử dụng hệ thấm và theo dõi oxy theo phương pháp không xâm nhập Oxysense's GEN III 5000.

Ví dụ 4.1

Một trăm phần copolyme axetal chứa nhóm benzen xyclohexan (PACH-001) được hòa tan trong 1,3-dioxan để tạo ra dung dịch đến 20%. 0,1 phần muối coban (II) oleat và 0,1 phần chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.16 được bổ sung vào dung dịch này. Khi dung dịch trở nên trong, nó được rót lên bề mặt Teflon phẳng và dung môi được để bay hơi ở nhiệt độ trong phòng. Màng polyme thu được được làm khô tiếp trong chân không qua đêm, mà tạo ra màng trong về mặt quang học có độ dày khoảng 200 μ m. Màng này được dùng để thể hiện hoạt tính làm sạch oxy sau đó. Các kết quả về mức giảm oxy theo thời gian được thể hiện trên Hình 15

Nhằm mục đích so sánh, màng PACH-001 tương tự được chuẩn bị không chứa chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.16. Hoạt tính làm sạch oxy cũng được theo dõi và thể hiện trên Hình 15.

Ví dụ 4.2

Một trăm phần PACH-001 được hòa tan trong hỗn hợp dung môi chứa tetrahydrofuran và 2-metoxi propanol với lượng ngang bằng để tạo ra dung dịch đến 20%. 0,1 phần muối coban II oleat và 0,2 phần chất khơi mào quang theo Ví dụ 1.17 được bổ sung vào dung dịch này. Sau khi dung dịch trở nên trong, nó được rót lên bề mặt Teflon phẳng và dung môi được để bay hơi ở nhiệt độ trong phòng. Màng polyme thu được được làm khô tiếp trong chân không qua đêm, mà tạo ra màng trong về mặt quang học có độ dày khoảng 200 μ m. Màng này được dùng để thể hiện hoạt tính làm sạch oxy sau đó. Các kết quả về mức giảm oxy theo thời gian được thể hiện trên Hình 16.

Kết quả của Ví dụ 4.1 và Ví dụ 4.2 cho thấy rằng các truxen chất khơi mào quang là rất hiệu quả trong các chế phẩm làm sạch oxy.

Cần phải hiểu rằng phạm vi của các điểm yêu cầu bảo hộ không bị giới hạn bởi các phương án được ưu tiên nêu trong các ví dụ, mà cần được giải thích theo cách rộng nhất phù hợp với toàn bộ phần mô tả.

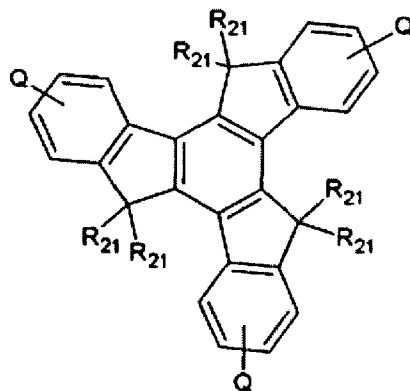
Các tài liệu viện dẫn

Nội dung của các tài liệu dưới đây được đưa hoàn toàn vào đây bằng cách viện dẫn.

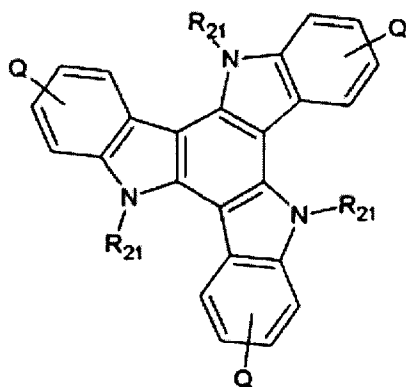
- Kura et al., "New Oxime Ester Photoinitiators for Color Filter Resists", Radtech Report, May/June 2004, p30-35;
- Odian, "Principles of Polymerization", 4th Edition, Wiley-Interscience;
- Patent châu Âu số EP 320,264;
- Patent châu Âu số EP 678,534;
- Patent châu Âu số EP 855,731;
- Patent châu Âu số EP 863,534;
- Patent Đức số DE 19700064 ;
- Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số JP 05-67405-A;
- Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số JP 05-271576-A;
- Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số JP 08-171863-A;
- Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số JP 09-244230-A;
- Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số JP 10-62980-A;
- Patent Mỹ số 3,558,309;
- Patent Mỹ số 4,255,513;
- Patent Mỹ số 4,575,330;
- Patent Mỹ số 4,776,152;
- Patent Mỹ số 5,840,465
- Patent Mỹ số 5,853,446
- Patent Mỹ số 6,051,367;
- Patent Mỹ số 6,949,678;
- Patent Mỹ số 7,449,574;
- Patent Mỹ số 7,556,910;
- Công bố đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số 2009/0023085;
- Công bố đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số 2010/0210749;
- Công bố đơn PCT số WO 02/100903; và
- Công bố đơn PCT số WO 2006/018405

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất có công thức:

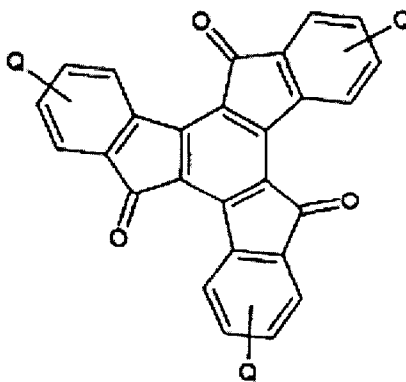


Công thức 1,



Công thức 2,

hoặc



Công thức 3,

trong đó:

mỗi Q độc lập là 1 đến 4:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;

- -LK-(E₁)₂;
 - C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
 - C₁-C₁₂ haloalkyl;
 - C₄-C₈ xycloalkenyl;
 - C₂-C₁₂ alkynyl;
 - phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;
 - benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl hoặc naphthyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₁₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi -O-, -(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-;
 - -N₁₆R₁₇; và/hoặc
 - thiophen carbonyl hoặc pyrrolidiny, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl, và mỗi nhóm R₂₁ độc lập là:
 - hydro;
 - -E;
 - -LK-E₁;
 - -LK-(E₁)₂;
 - C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
 - C₄-C₈ xycloalkenyl;
 - C₂-C₁₂ alkynyl; hoặc
 - phenyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, nitril, alkyloxy, -COOR₁₆ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl,
- và/hoặc hai nhóm R₂₁ được gắn vào cùng một nguyên tử cacbon là =O hoặc =E₂, trong đó:
- E₁ là nhóm oxim este có công thức -CR₆=N-O-(C=O)-R₇, =E₂ là nhóm oxim este có công thức =N-O-(C=O)-R₇,
 - LK- là alkylen được thế tùy ý, xycloalkylen, alkenylen, xycloalkenylen, alkynylen, xycloalkynylen, arylen, -S-arylen, -NH-arylen hoặc -N(aryl)-arylen, mà

mỗi nhóm này tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxy, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit và/hoặc nhóm este, trong đó R_6 là:

- hydro;
- C_1 - C_{12} alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều:
 - phenyl,
 - halogen,
 - $-NR_9R_{10}$,
 - $-O-L$, và/hoặc
 - $-S-L$;
- C_4 - C_{10} xycloalkyl, C_2 - C_{12} alkenyl, C_4 - C_{10} xycloalkenyl, C_2 - C_{12} alkynyl hoặc C_4 - C_{10} xycloalkenyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng alkyl và/hoặc $-O-L$; hoặc
- phenyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều:
 - C_1 - C_6 alkyl,
 - halogen,
 - nitril,
 - alkyloxy,
 - $-COOR_{10}$, và/hoặc
 - C_2 - C_{12} alkylcarboxyl,

trong đó:

mỗi nhóm R_9 và R_{10} độc lập là hydro, C_1 - C_{12} alkyl; C_4 - C_{10} xycloalkyl; C_1 - C_{12} alkenyl; C_4 - C_{10} xycloalkenyl; C_2 - C_{12} alkynyl; C_4 - C_{10} xycloalkynyl; C_1 - C_{12} haloalkyl; hoặc aryl được thế tùy ý, và

R_7 là alkyl, xycloalkyl, alkenyl, hoặc xycloalkenyl, mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng aryl hoặc halogen, hoặc R_7 là aryl được thế tùy ý bằng alkyl hoặc halogen,

L là nguyên tử hydro hoặc C_1 - C_6 alkyl,

R_{16} và R_{17} độc lập là:

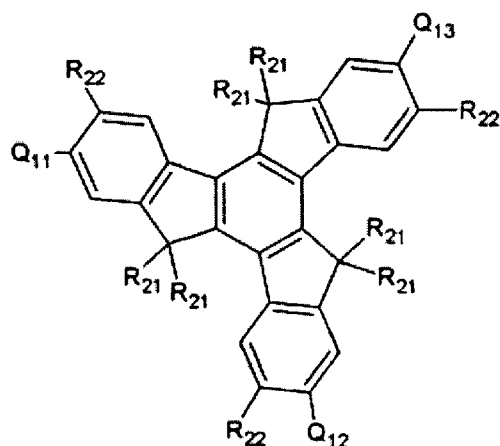
- hydro,
- C_1 - C_{12} alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều $-NR_{19}R_{20}$, $-O-L$ và/hoặc $-S-L$;
- C_4 - C_{10} xycloalkyl;
- C_4 - C_{10} xycloalkenyl;
- C_2 - C_{12} alkynyl;

- C₁-C₁₂ haloalkyl; hoặc
- phenyl hoặc benzoyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc nhóm C₂-C₁₂ alkylcarboxyl, và

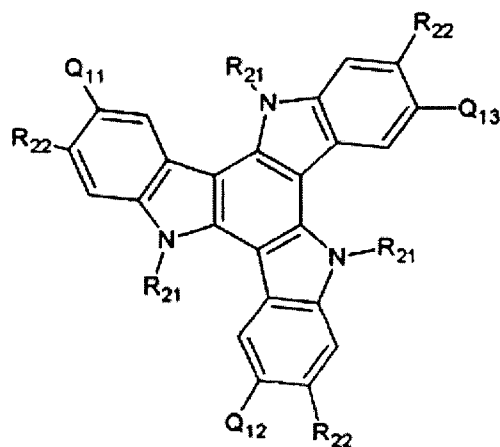
R₁₉ và R₂₀ độc lập là hydro, C₁-C₁₂ alkyl; C₁-C₁₂ haloalkyl; C₄-C₈ xycloalkenyl; hoặc C₂-C₁₂ alkynyl,

với điều kiện là hợp chất này chứa ít nhất một nhóm oxim este, và với điều kiện là khi R₂₁ được gắn vào nguyên tử nitơ thì R₂₁ không phải là -E₁.

2. Hợp chất theo điểm 1, trong đó hợp chất này có công thức:

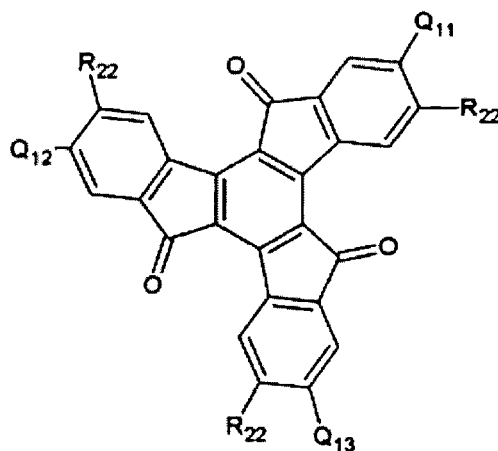


Công thức 1',



Công thức 2'

hoặc



Công thức 3',

trong đó:

mỗi nhóm Q₁₁, Q₁₂ và Q₁₃ độc lập là:

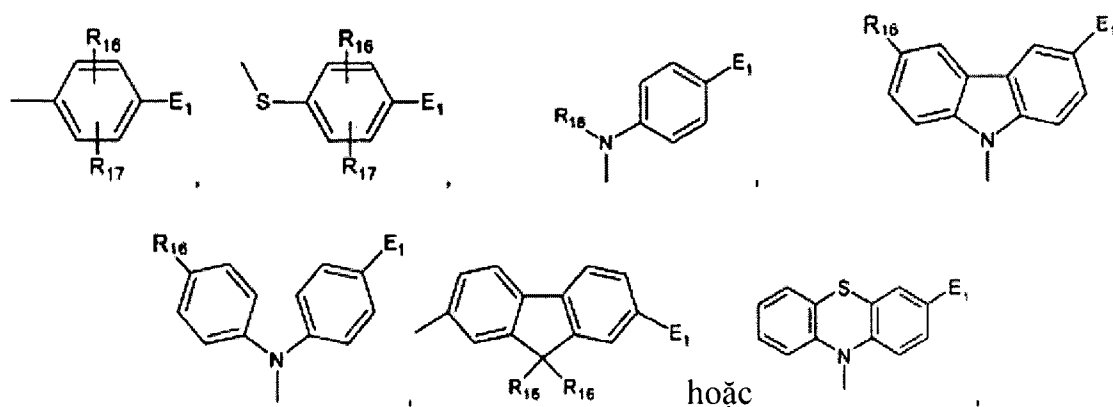
- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;
- benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl hoặc naphthyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₁₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi -O-, -(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-;
- -NR₁₆R₁₇; hoặc
- thiophen carbonyl hoặc pyrrolidinyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl,

mỗi nhóm R₂₂ độc lập là:

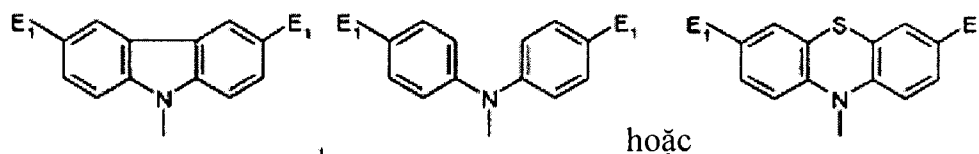
- hydro;
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;

- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl; hoặc
- benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl hoặc naphthyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl bị ngắt mạch bởi -O-, -(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-, trong đó R₁₆, R₁₇, R₁₉, R₂₀, R₂₁, L, -LK- và -E₁ như được xác định trong điểm 1, với điều kiện là hợp chất này chứa ít nhất một nhóm oxim este, và với điều kiện là khi R₂₁ được gắn với nguyên tử nitơ thì R₂₁ không phải là -E₁.

3. Hợp chất theo điểm 1 hoặc 2, trong đó -LK-E₁ là:



và -LK-(E₁)₂ là:



trong đó R₁₈ là hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -O-L và/hoặc -S-L, và trong đó L, R₁₆ và R₁₇ như được xác định trong điểm 1.

4. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó:

- mỗi nhóm Q, Q₁₁, Q₁₂ và Q₁₃, khi có mặt, là một nhóm -E₁ có công thức -CR₆=N-O-(C=O)-R₇, trong đó R₆ là C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng -O-L, trong đó L

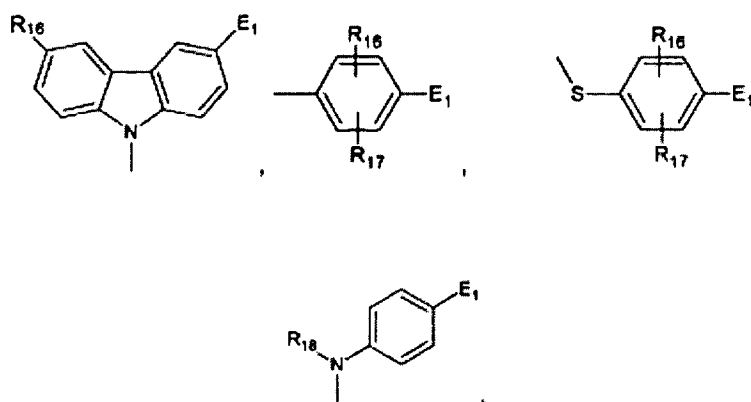
là C₁-C₆ alkyl, và R₇ là C₁-C₁₂ alkyl;

- tất cả các nhóm R₂₂, khi có mặt, là hydro; và
- tất cả các nhóm R₂₁, khi có mặt, là hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl.

5. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó:

• mỗi nhóm Q, Q₁₁, Q₁₂ và Q₁₃, khi có mặt, là -LK-E₁, trong đó E₁ có công thức -CR₆=NO-(C=O)-R₇, trong đó R₆ là C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng -O-L, trong đó L là C₁-C₆ alkyl, và R₇ là C₁-C₁₂ alkyl;

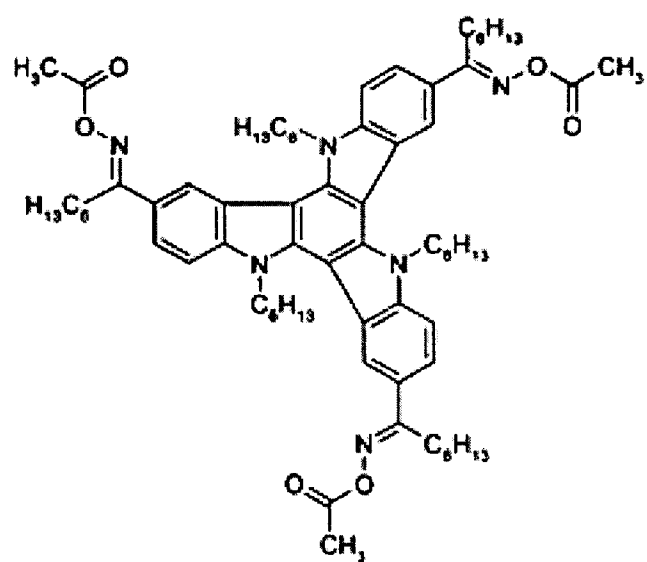
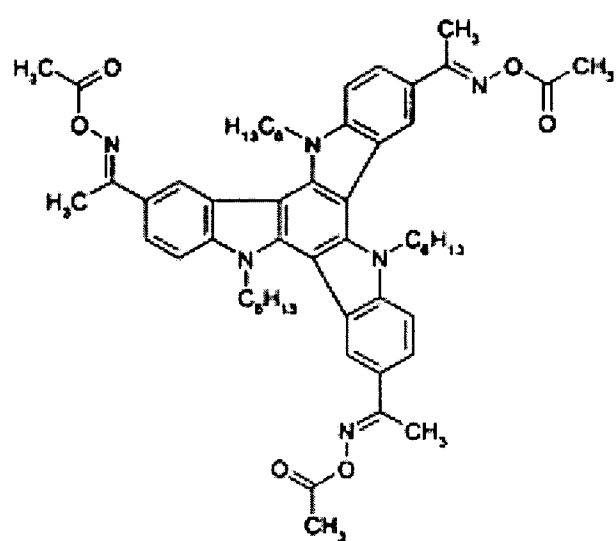
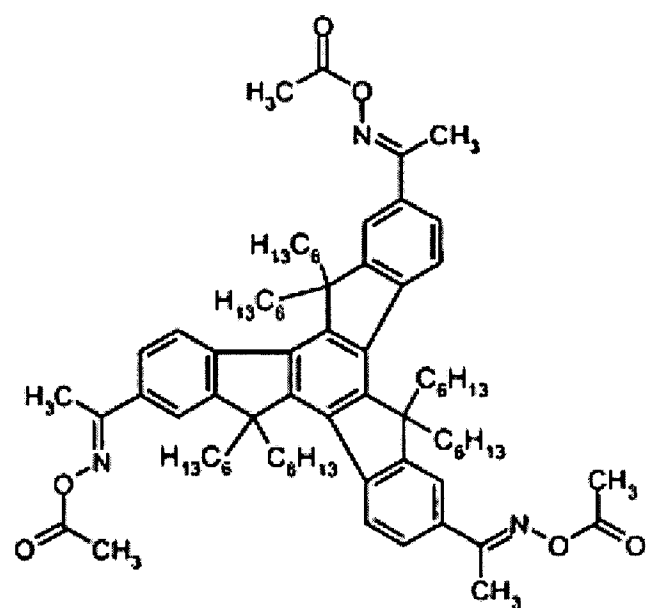
- tất cả các nhóm R₂₂, khi có mặt, là hydro;
- tất cả các nhóm R₂₁, khi có mặt, là hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl; và
- LK là

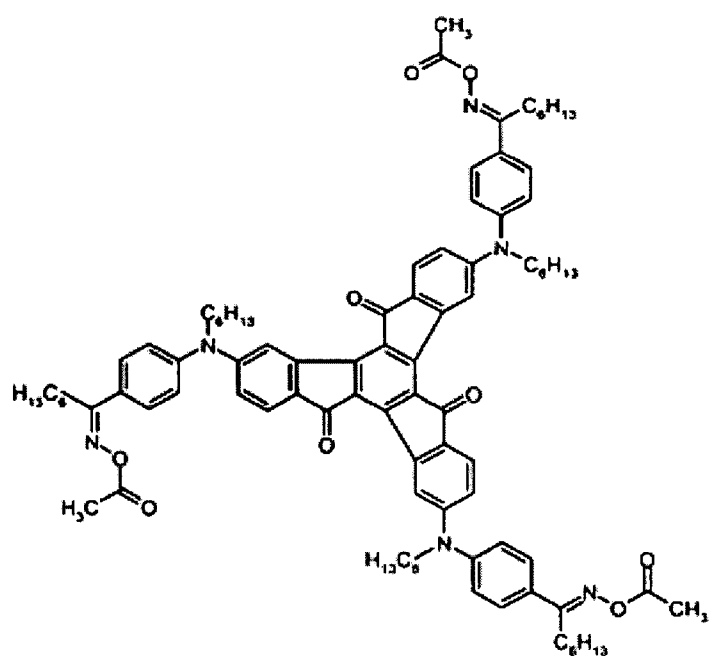
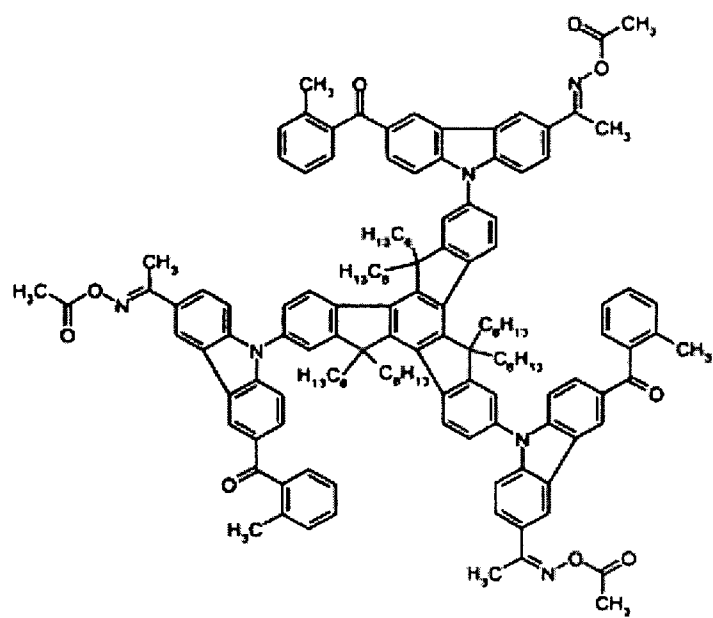
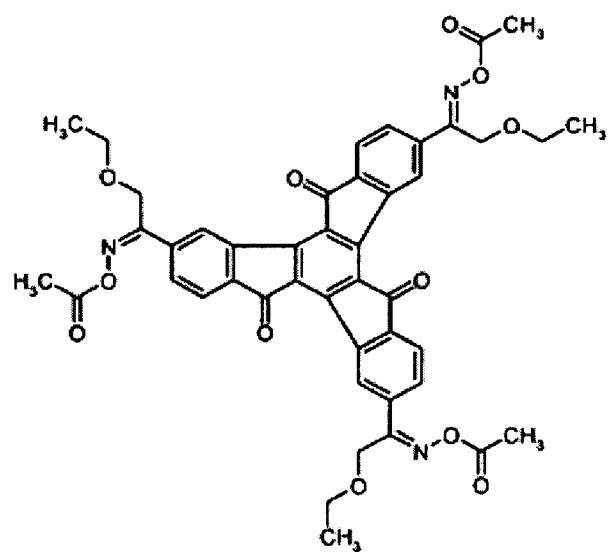


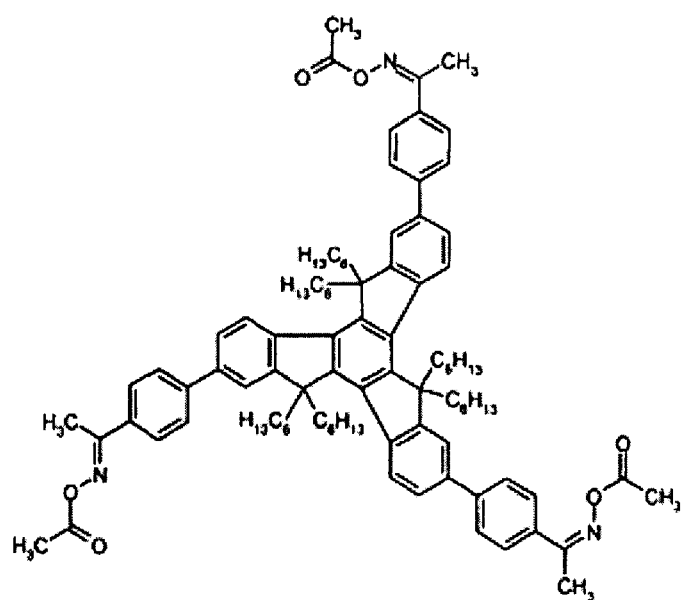
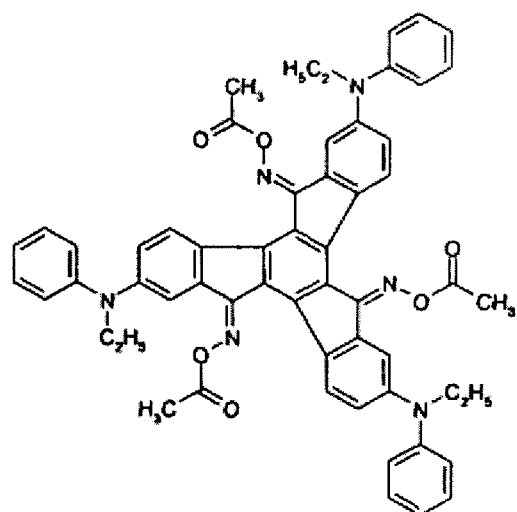
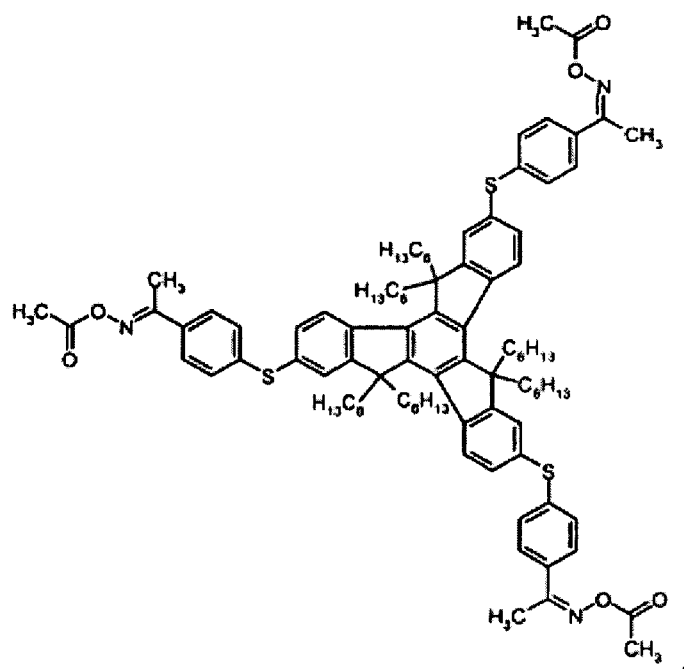
trong đó R₁₆ là hydro hoặc benzoyl được thế bằng C₁-C₆ alkyl, R₁₇ là hydro, và R₁₈ là C₁-C₁₂ alkyl.

6. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó mỗi nhóm Q₁₁, Q₁₂ và Q₁₃, khi có mặt, là hydro; mỗi nhóm Q và R₂₂, khi có mặt, là một nhóm -N(R₁₉)-phenyl, trong đó R₁₉ là C₁-C₁₂ alkyl; và mỗi cặp R₂₁ được gắn vào một nguyên tử cacbon chung là =E₂, trong đó R₇ là C₁-C₁₂ alkyl.

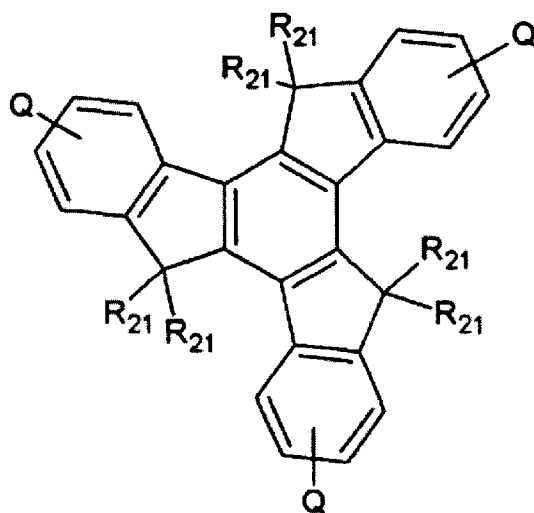
7. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hợp chất này có công thức:





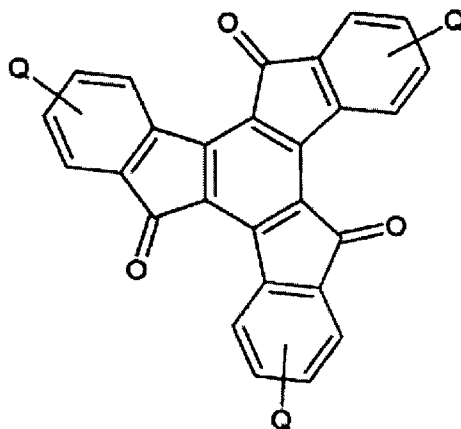


8. Hợp chất có công thức:



Công thức 1

hoặc



Công thức 3,

trong đó:

mỗi nhóm Q độc lập là 1 đến 4:

- hydro;
- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;

• benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl, hoặc naphthyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C_1 - C_{20} alkyl, C_1 - C_4 haloalkyl, $-SR_{19}$, $-OR_{19}$, $-NR_{19}R_{20}$, halogen, phenyl, $-COOR_{19}$, $-CONR_{19}R_{20}$, $-CN$, $-NO_2$ và/hoặc C_3 - C_{10} xycloalkyl, trong đó C_3 - C_{10} xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi $-O-$, $-(C=O)-$ hoặc $-N(R_{19})-$;

• $-NR_{16}R_{17}$; và/hoặc

• thiophen carbonyl hoặc pyrrolidinyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C_1 - C_6 alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, $-COOR_{19}$ và/hoặc C_2 - C_{12} alkylcarboxyl, và mỗi nhóm R_{21} độc lập là:

• hydro;

• $-E_1$;

• $-LK-E_1$;

• $-LK-(E_1)_2$;

• C_1 - C_{12} alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều $-NR_{19}R_{20}$, $-O-L$ và/hoặc $-S-L$;

• C_4 - C_8 xycloalkenyl;

• C_2 - C_{12} alkynyl; hoặc

• phenyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C_1 - C_6 alkyl, nitril, alkyloxy, $-COOR_{16}$ và/hoặc C_2 - C_{12} alkylcarboxyl,

và/hoặc hai nhóm R_{21} được gắn vào cùng một nguyên tử cacbon là $=O$,

trong đó:

$-E_1$ là nhóm axyl có công thức $-C(=O)-R_{30}$, trong đó R_{30} là alkyl, xycloalkyl, alkenyl, xycloalkenyl, alkynyl, xycloalkynyl hoặc aryl được thế tùy ý, mà mỗi nhóm này tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxy, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit và/hoặc nhóm este, và $-LK-$ là nhóm alkylen, xycloalkylen, alkenylen, xycloalkenylen, alkynylen, xycloalkynylen, arylen, $-S$ -arylen, $-NH$ -arylen hoặc $N(aryl)$ -arylen được thế tùy ý, mà mỗi nhóm này tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử oxi, nguyên tử lưu huỳnh, nguyên tử nitơ, nhóm carbonyl, nhóm carbamat, nhóm carbamit và/hoặc nhóm este,

L là nguyên tử hydro hoặc C_1 - C_6 alkyl,

R_{16} và R_{17} độc lập là:

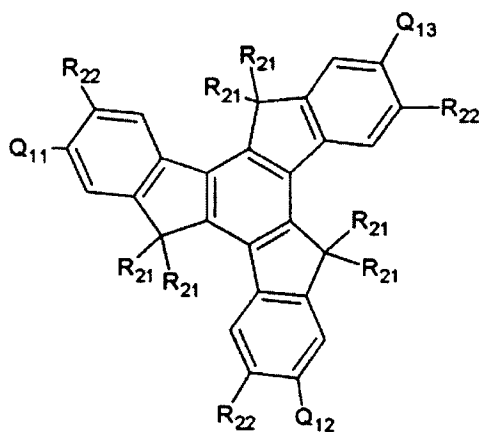
• hydro,

• C_1 - C_{12} alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều $-NR_{19}R_{20}$, $-O-L$ và/hoặc $-S-L$;

- C₄-C₁₀ xycloalkyl;
- C₄-C₁₀ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- C₁-C₁₂ haloalkyl; hoặc
- phenyl hoặc benzoyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc nhóm C₂-C₁₂ alkylcarboxyl, và

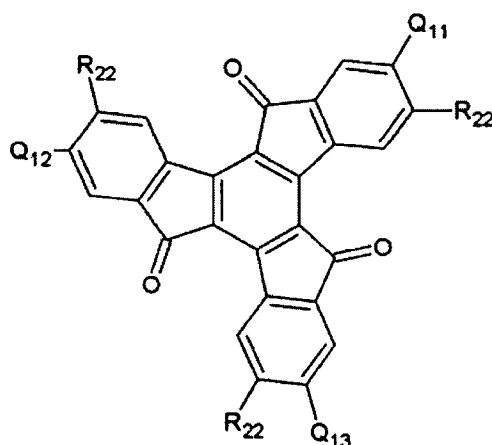
R₁₉ và R₂₀ độc lập là hydro, C₁-C₁₂ alkyl; C₁-C₁₂ haloalkyl; C₄-C₈ xycloalkenyl; hoặc C₂-C₁₂ alkynyl, với điều kiện hợp chất này chứa ba nhóm axyl.

9. Hợp chất theo điểm 8, trong đó hợp chất này có công thức:



Công thức 1'

hoặc



Công thức 3',

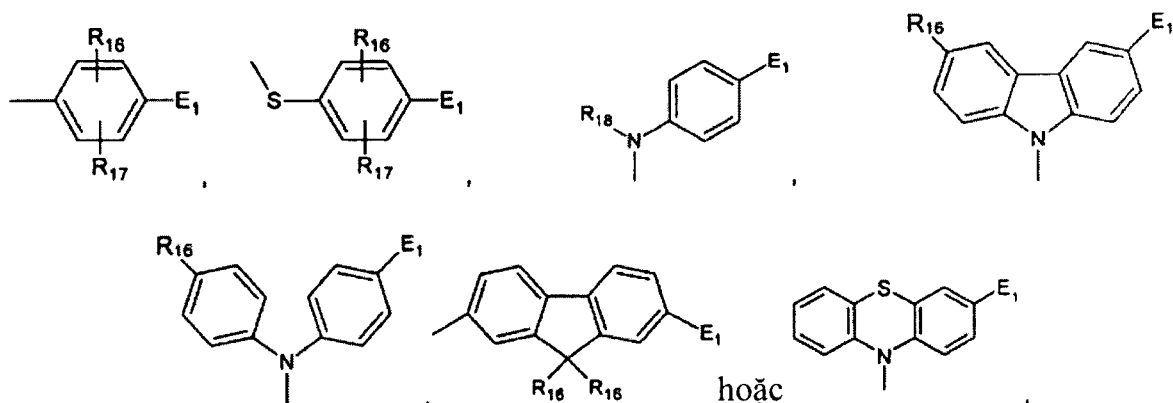
trong đó:

mỗi nhóm Q₁₁, Q₁₂ và Q₁₃ độc lập là:

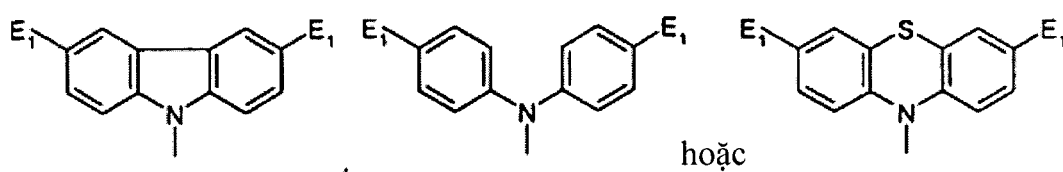
- hydro;

- -E₁;
- -LK-E₁;
- -LK-(E₁)₂;
- C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
- C₁-C₁₂ haloalkyl;
- C₄-C₈ xycloalkenyl;
- C₂-C₁₂ alkynyl;
- phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl;
- benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl hoặc naphtyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm này được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₁₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl có thể bị ngắt mạch bởi -O-, -(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-;
- -NR₁₆R₁₇; hoặc
- thiophen carbonyl hoặc pyrrolidinyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl, mỗi nhóm R₂₂ độc lập là:
 - hydro;
 - C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -NR₁₉R₂₀, -O-L và/hoặc -S-L;
 - C₁-C₁₂ haloalkyl;
 - C₄-C₈ xycloalkenyl;
 - C₂-C₁₂ alkynyl;
 - phenyl hoặc -N(R₁₉)-phenyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₆ alkyl, halogen, nitril, alkyloxy, -COOR₁₉ và/hoặc C₂-C₁₂ alkylcarboxyl; hoặc
 - benzoyl, naphthoyl, phenyloxycarbonyl hoặc naphtyloxycarbonyl, mà mỗi nhóm này được thế bằng một hoặc nhiều C₁-C₂₀ alkyl, C₁-C₄ haloalkyl, -SR₁₉, -OR₁₉, -NR₁₉R₂₀, halogen, phenyl, -COOR₉, -CONR₁₉R₂₀, -CN, -NO₂ và/hoặc C₃-C₁₀ xycloalkyl, trong đó C₃-C₁₀ xycloalkyl bị ngắt mạch bởi -O-, -(C=O)- hoặc -N(R₁₉)-, trong đó R₁₆, R₁₇, R₁₉, R₂₀, R₂₁, L, -LK- và -E₁ như được xác định trong điểm 8, với điều kiện là hợp chất này chứa ba nhóm axyl.

10. Hợp chất theo điểm 8 hoặc 9, trong đó -LK-E₁ là:



và -LK-(E₁)₂ là:



trong đó R₁₈ là hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl được thế tùy ý bằng một hoặc nhiều -O-L và/hoặc -S-L, và

trong đó L, R₁₆ và R₁₇ như được xác định trong điểm 8.

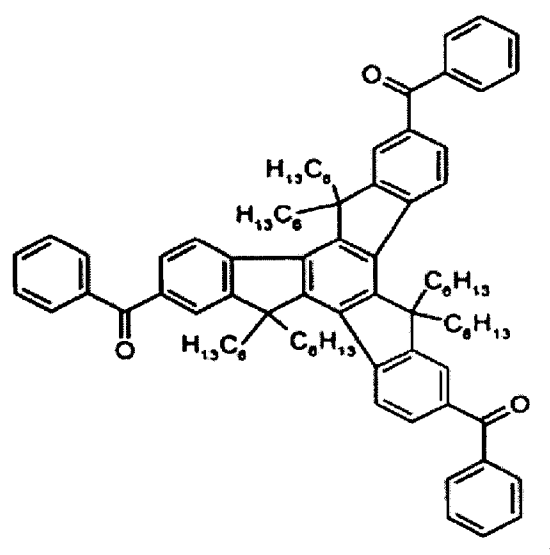
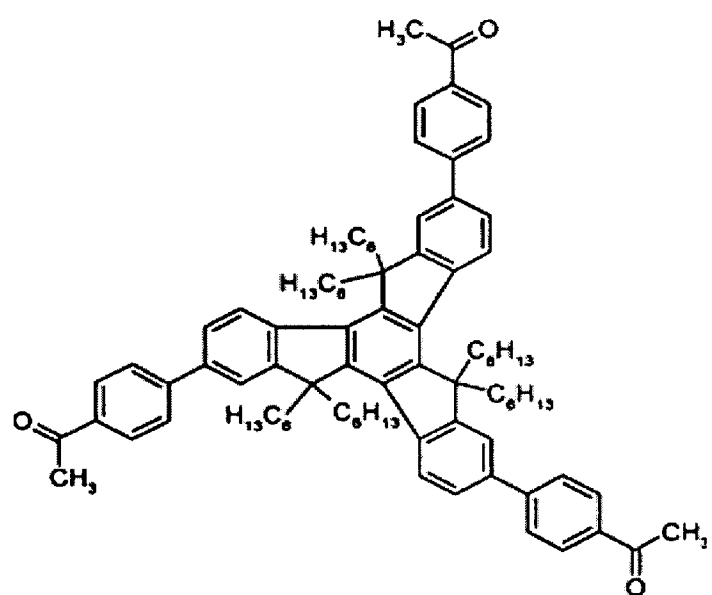
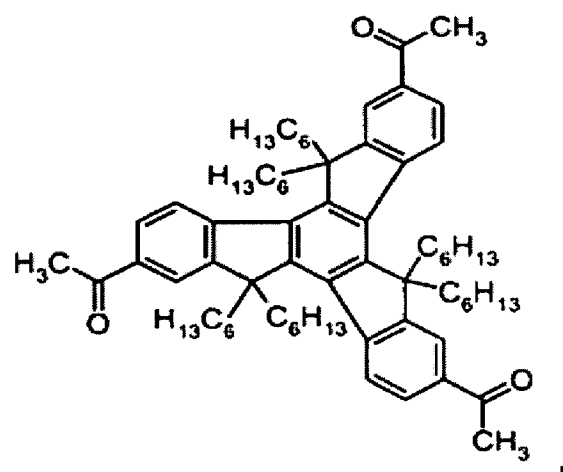
11. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 10, trong đó:

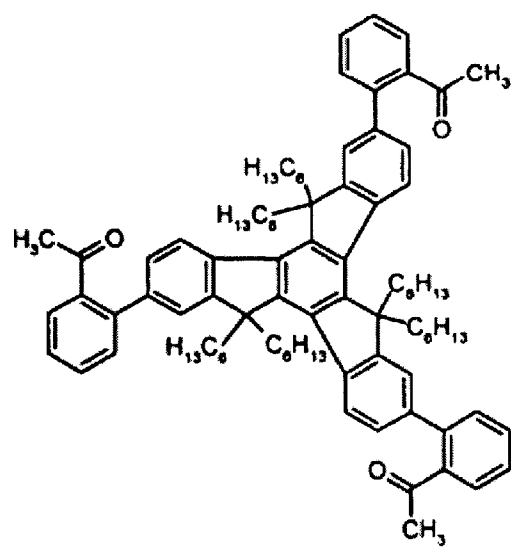
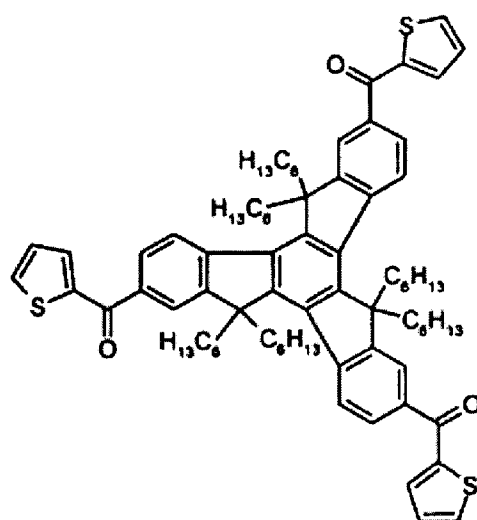
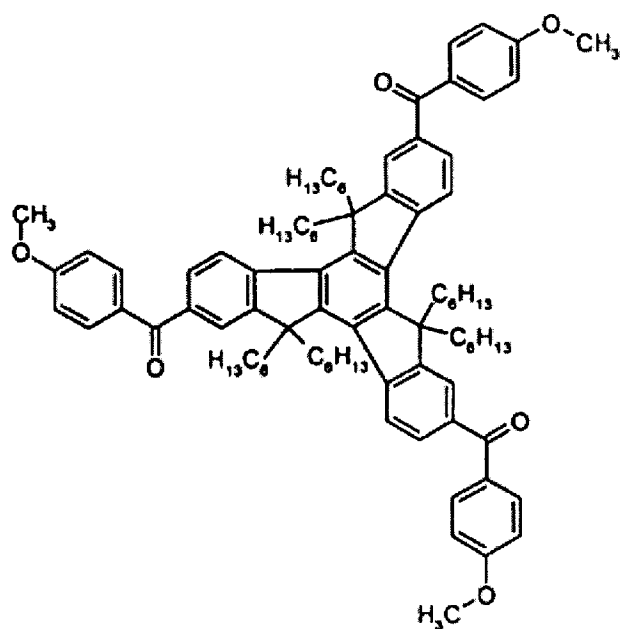
- mỗi nhóm Q, Q₁₁, Q₁₂ và Q₁₃, khi có mặt, là một nhóm -LK-E₁ hoặc -E₁, trong đó E₁ có công thức -C(=O)-R₃₀, trong đó R₃₀ là C₁-C₁₂ alkyl mạch thẳng, phenyl, phenyl được thế bằng alkyl hoặc alkyloxy hoặc thiophenyl;

- tất cả các nhóm R₂₂, khi có mặt, là hydro;
- tất cả các nhóm R₂₁, khi có mặt, là C₁-C₁₂ alkyl, và
- -LK- là 2-phenylen hoặc 4-phenylen,

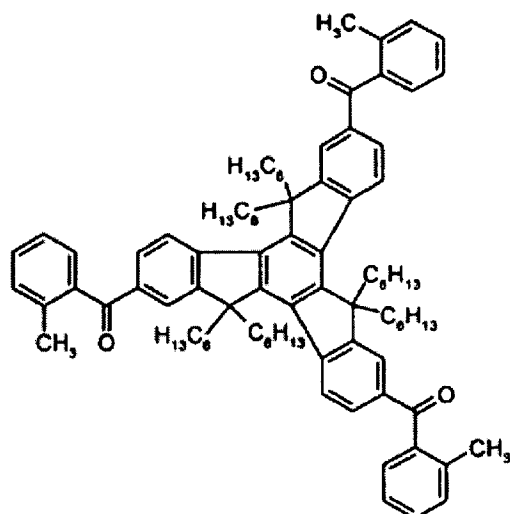
với điều kiện là hợp chất này chứa ba nhóm axyl.

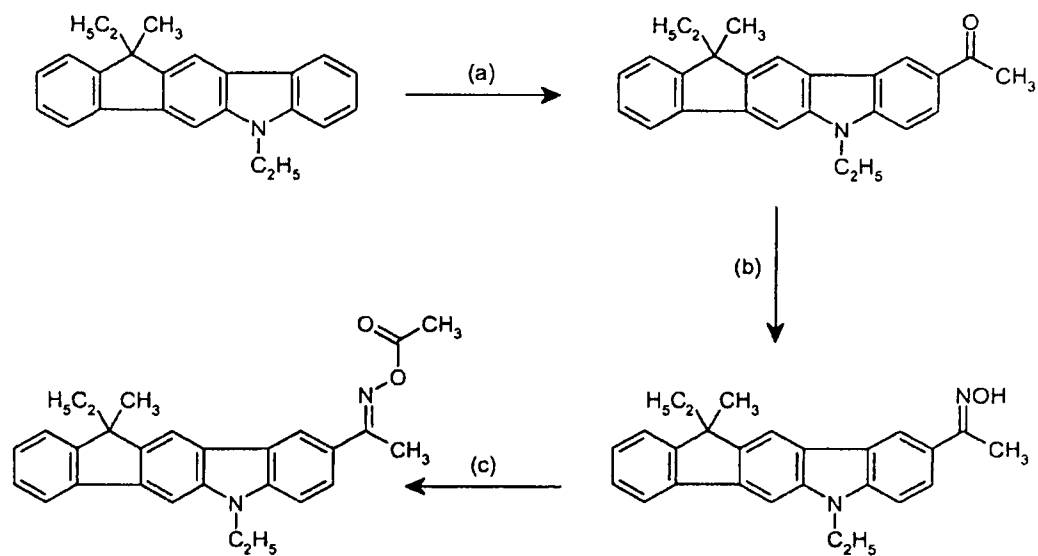
12. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 10, trong đó hợp chất này có công thức:



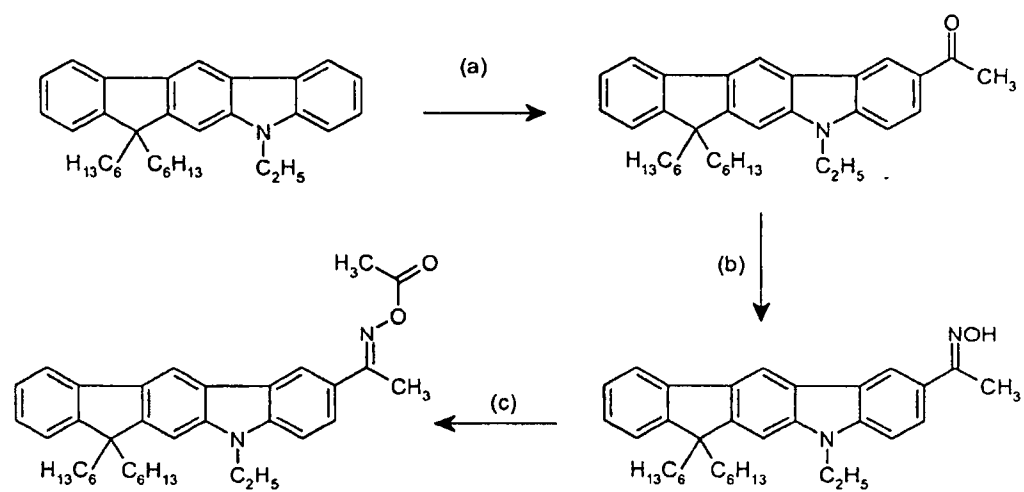


hoặc

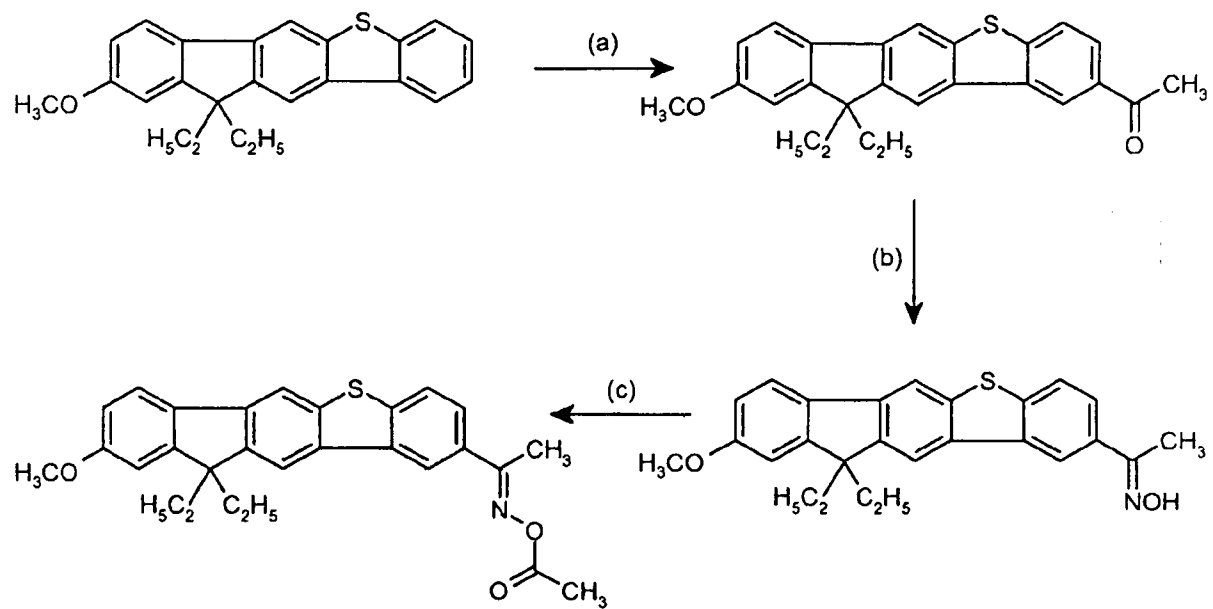




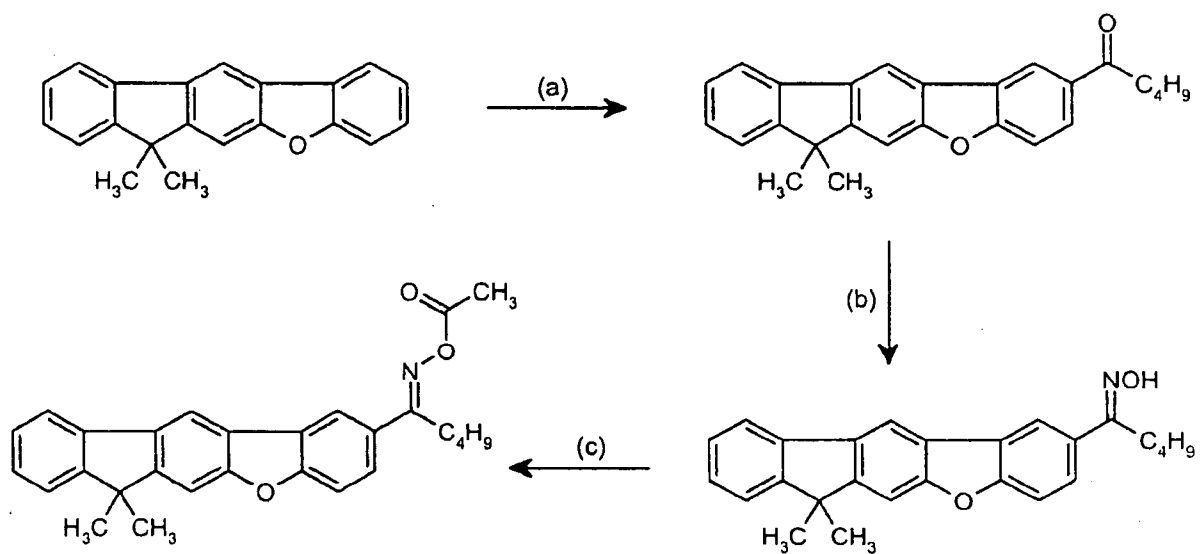
Hình 1



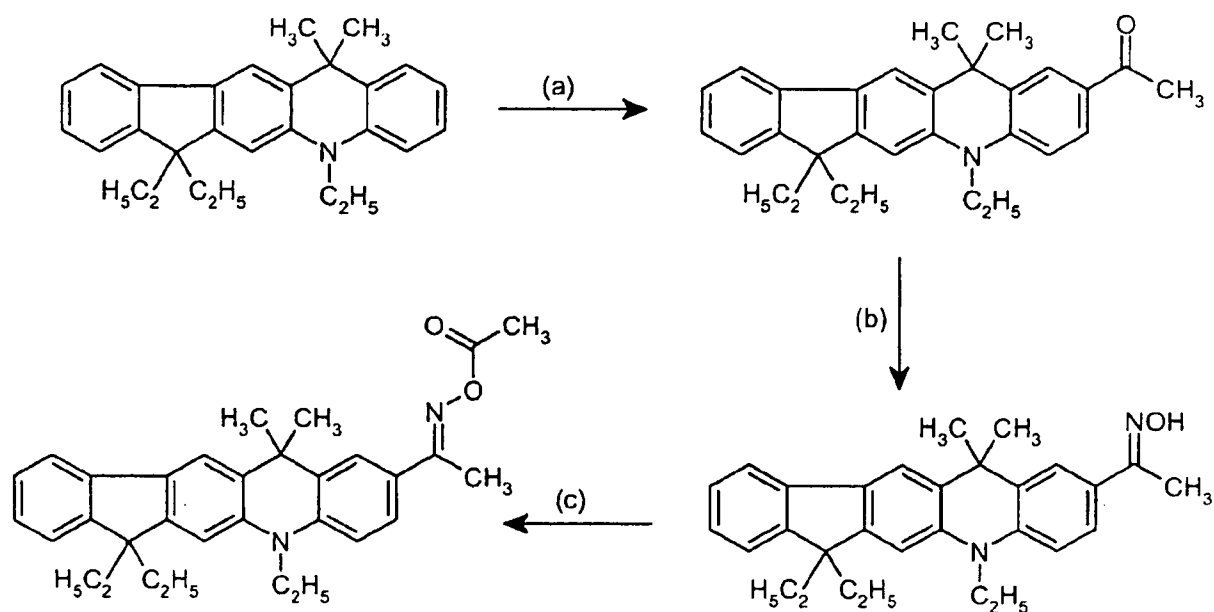
Hình 2



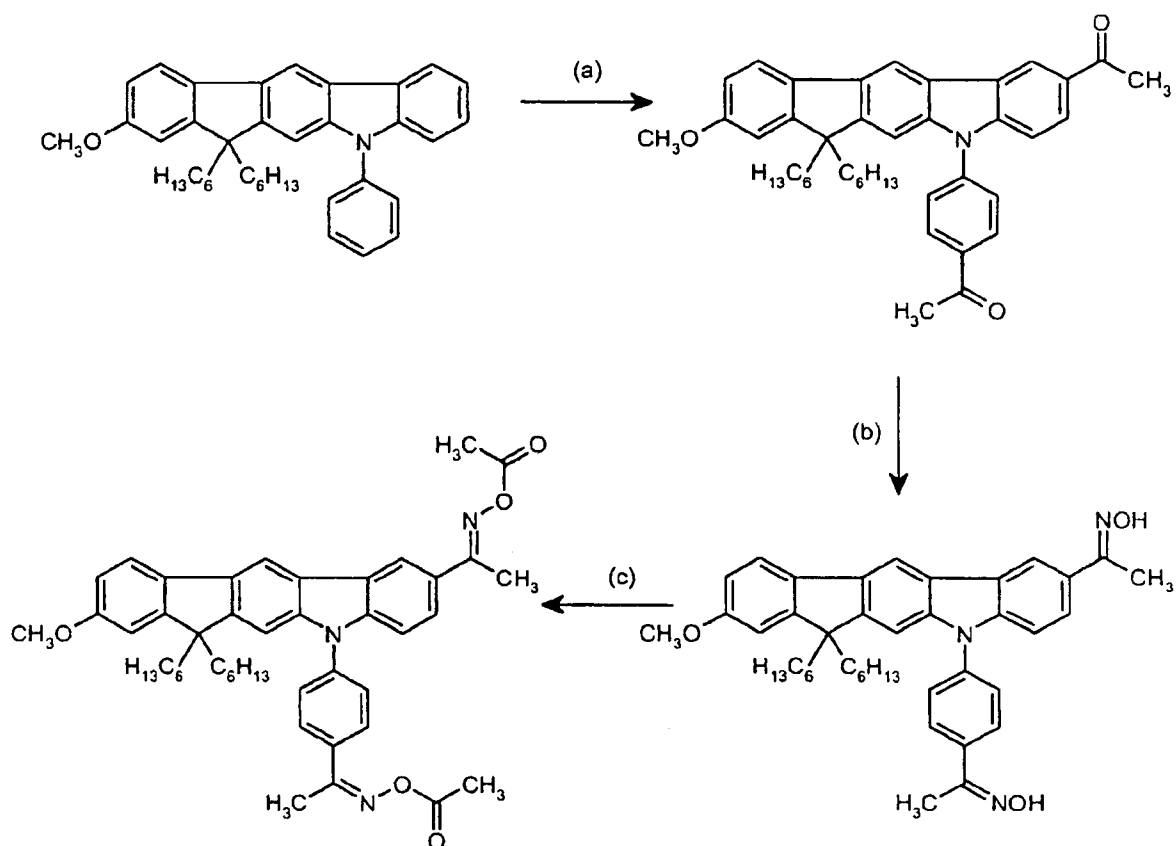
Hinh 3



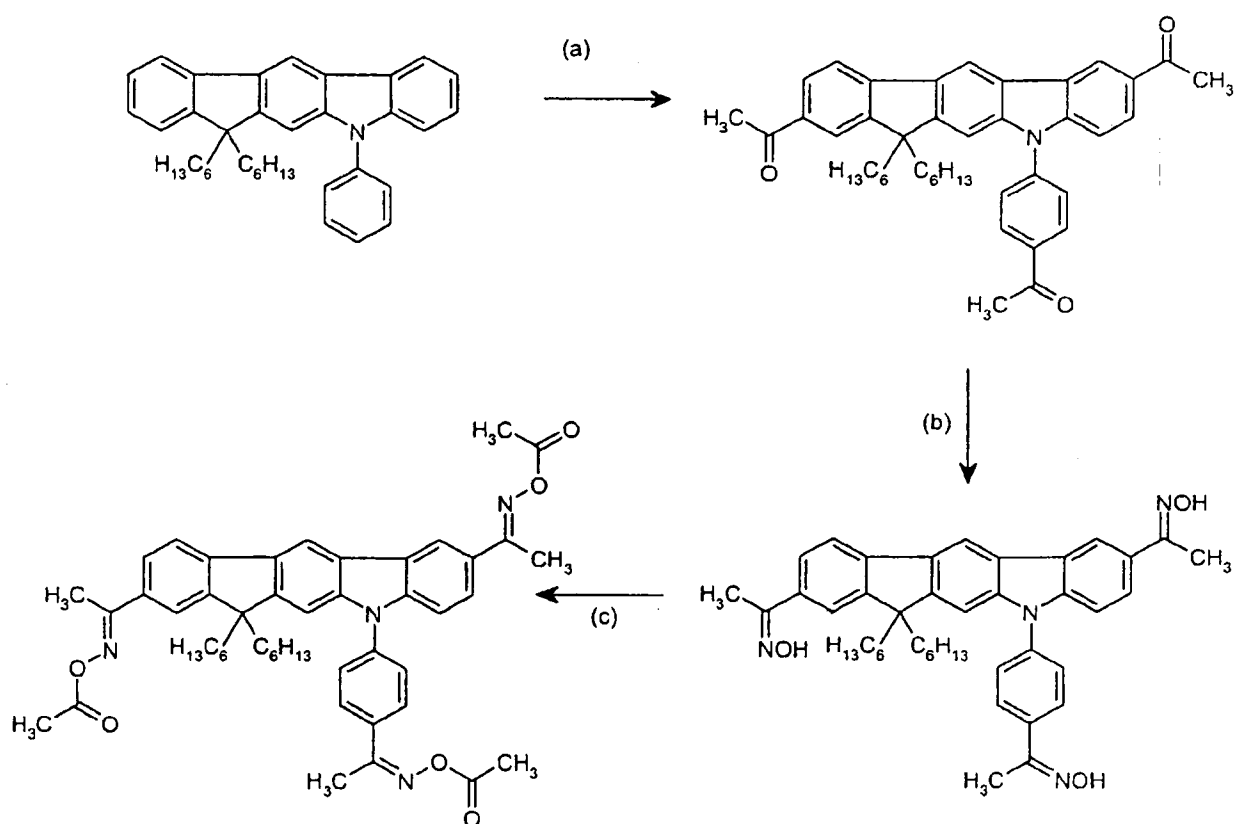
Hinh 4



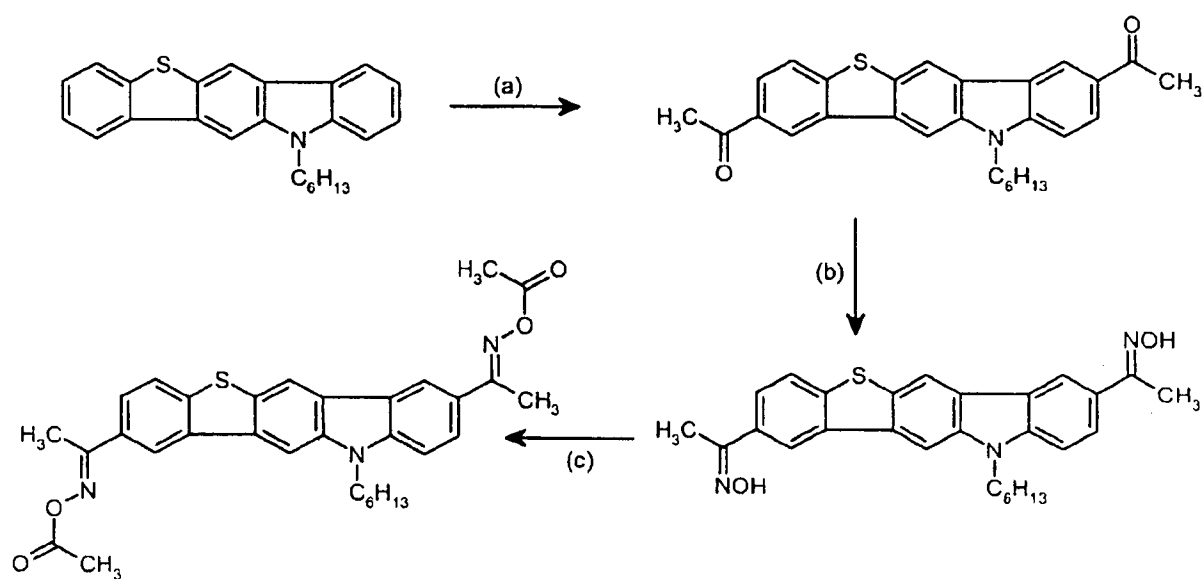
Hình 5



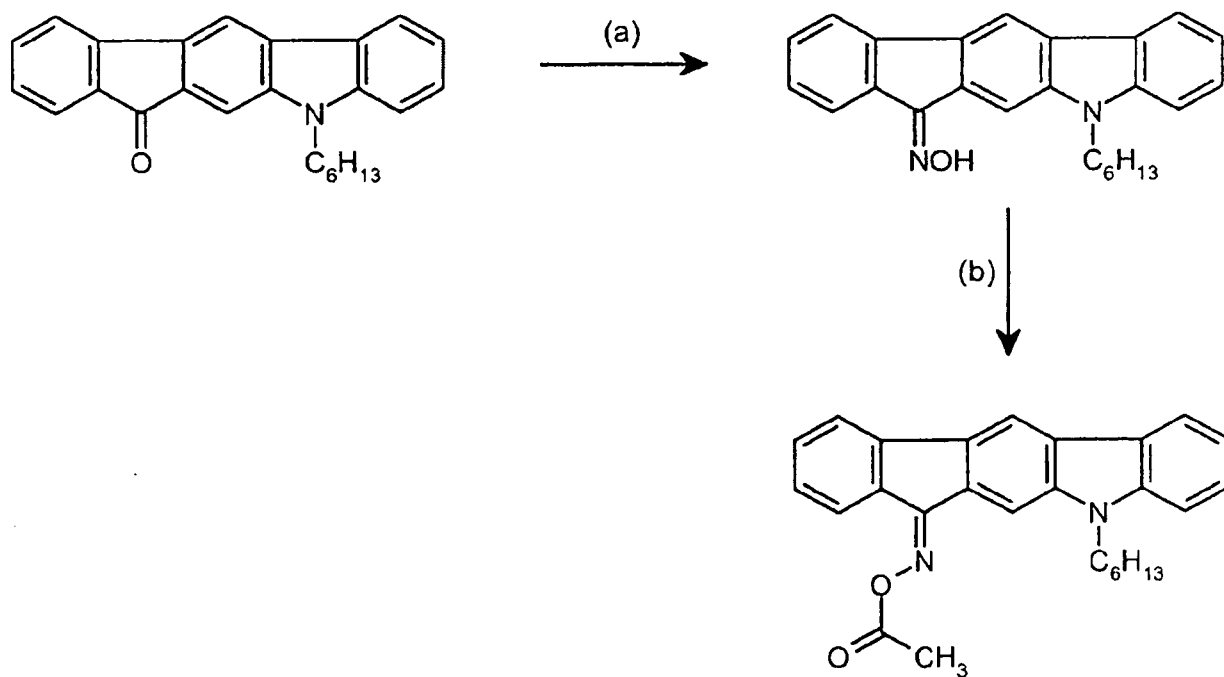
Hình 6



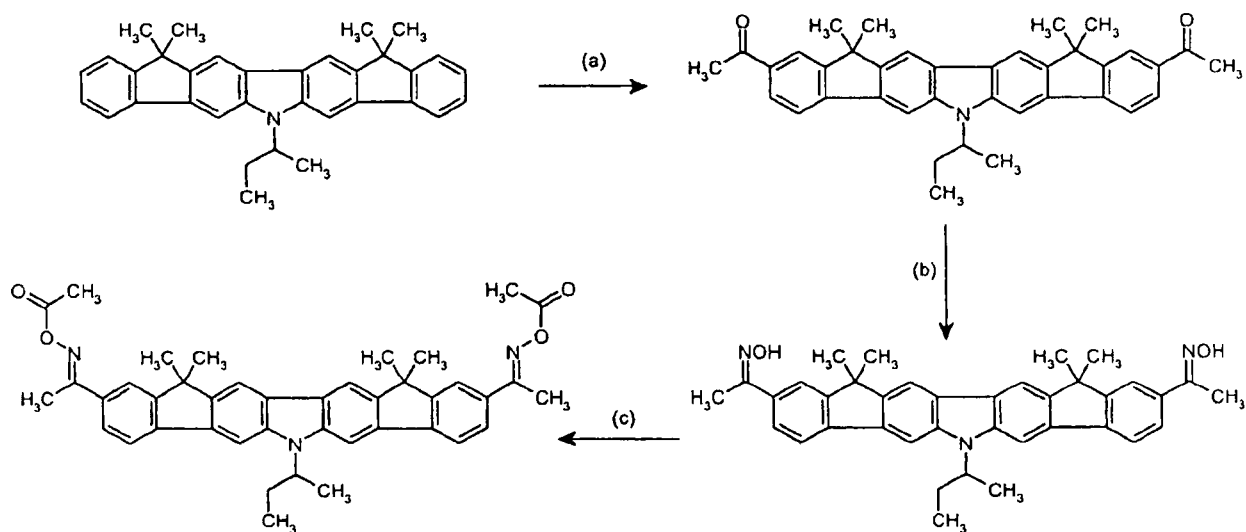
Hình 7



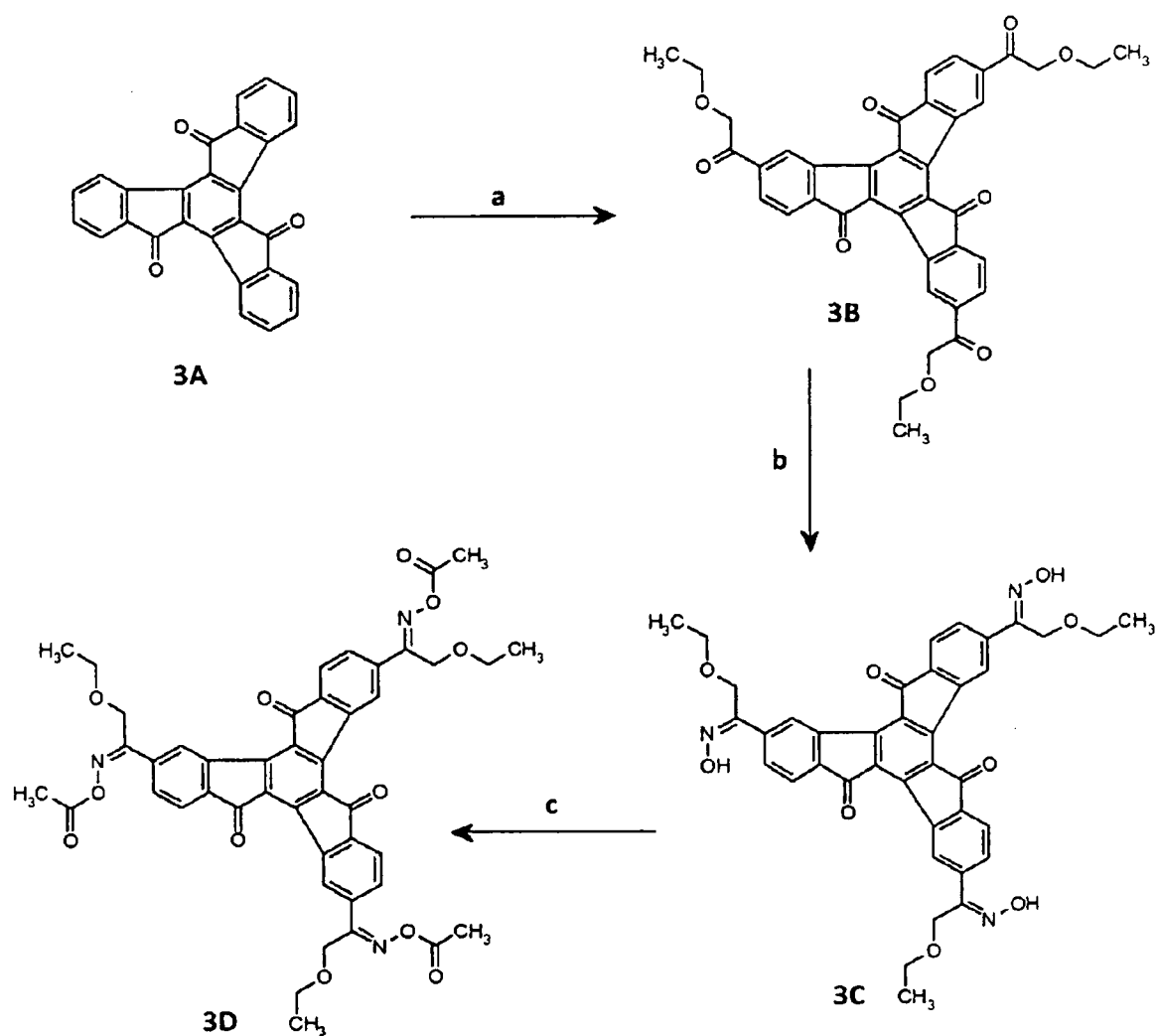
Hình 8



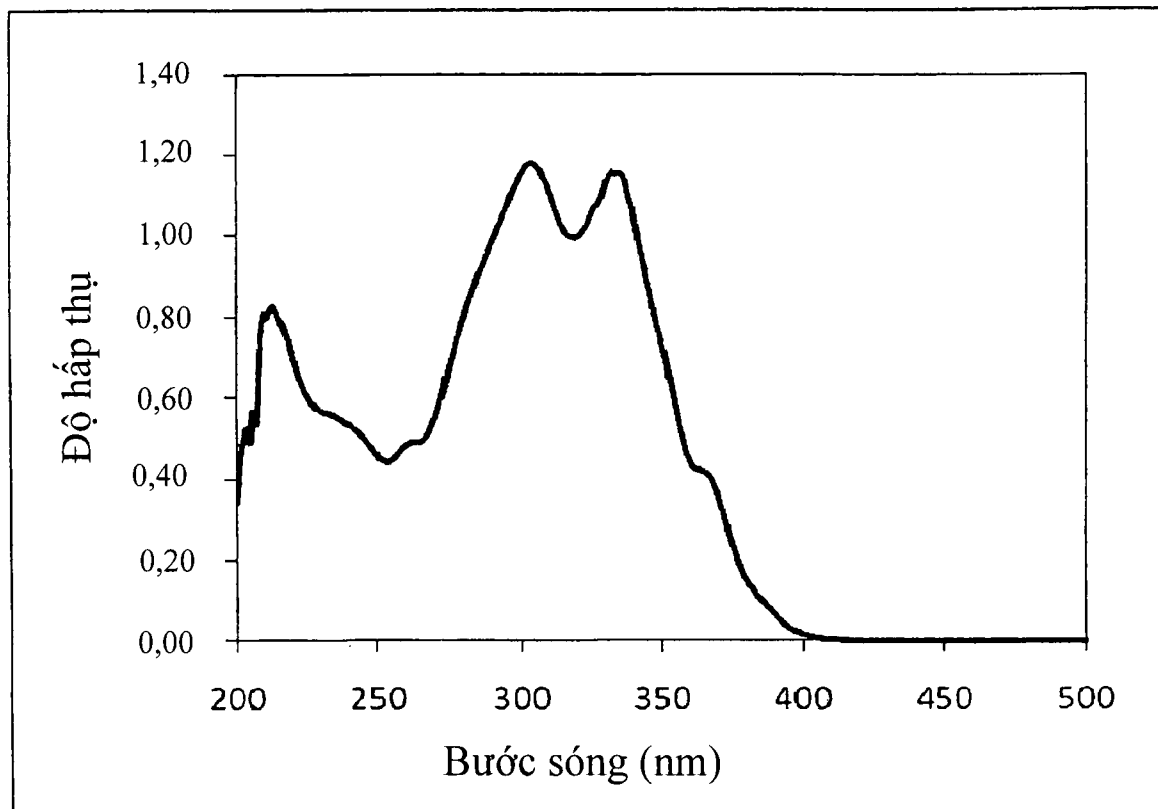
Hình 9



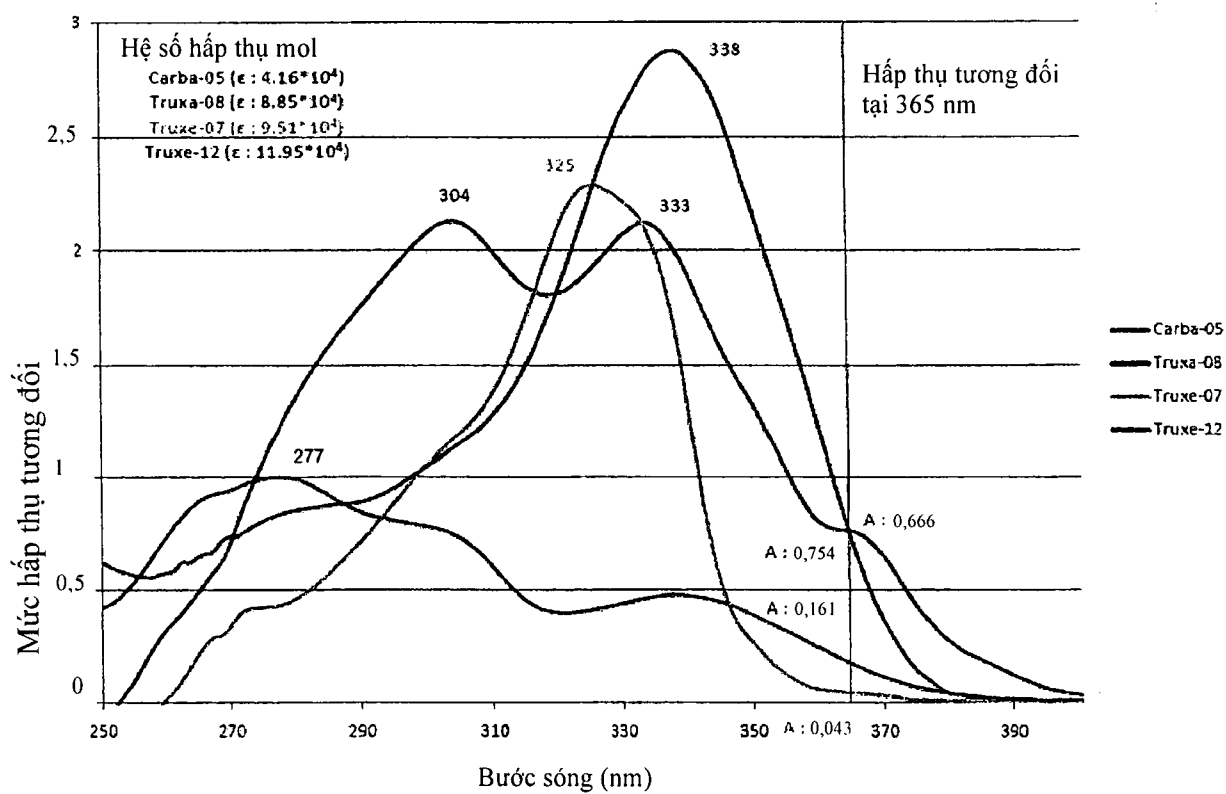
Hình 10



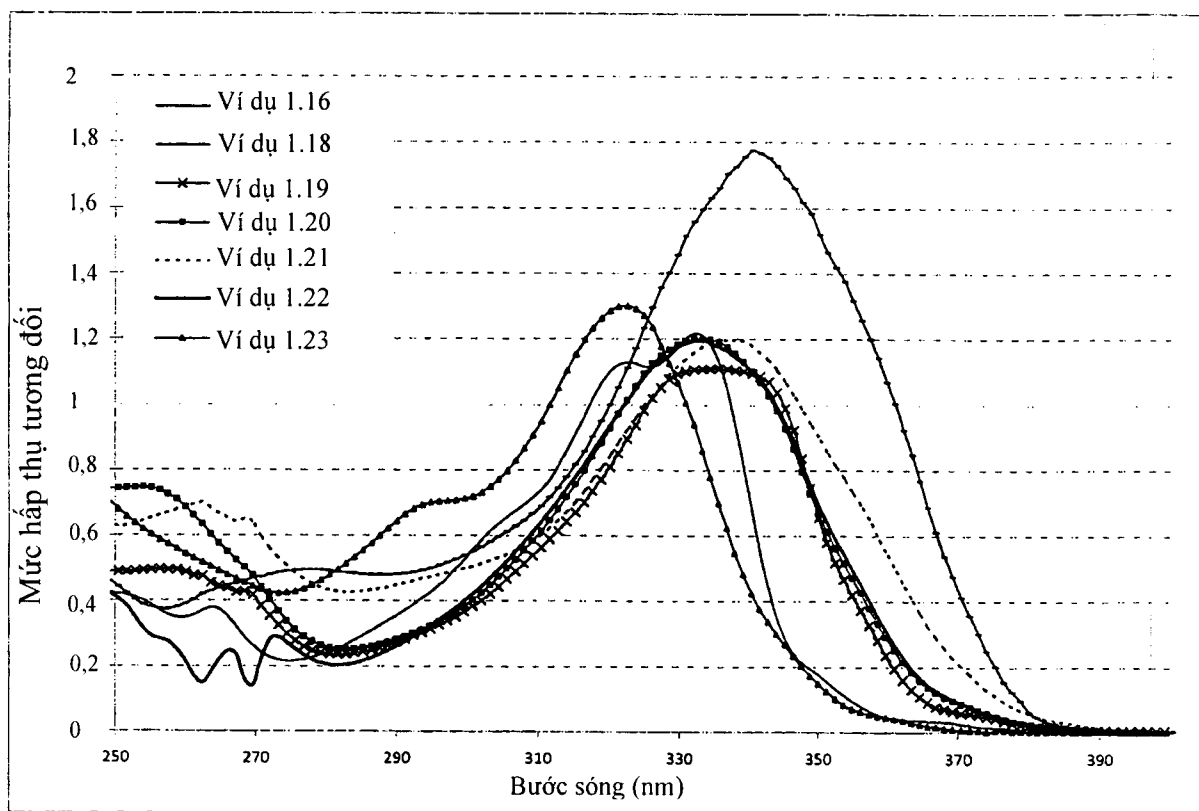
Hình 11



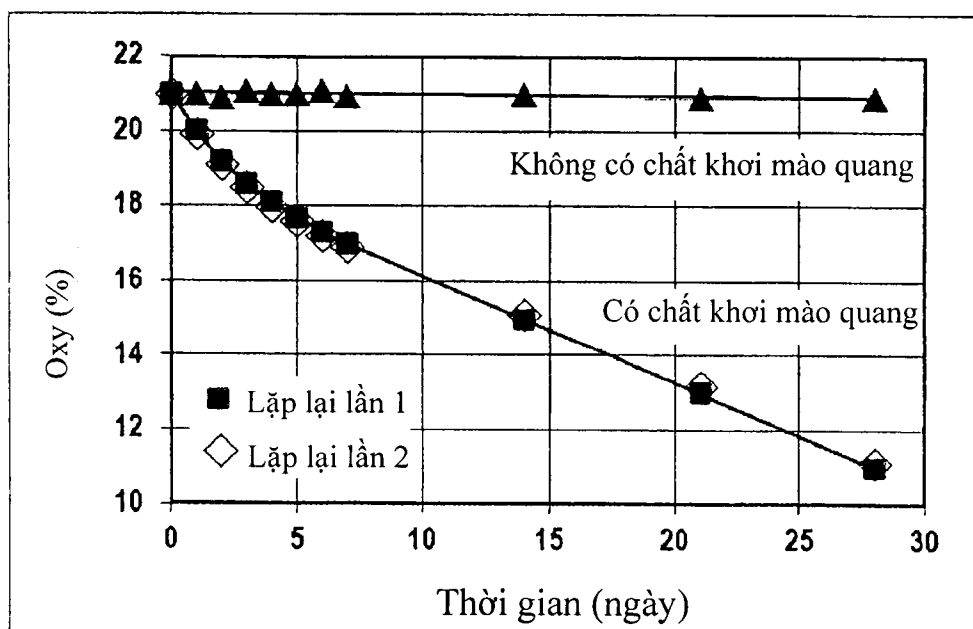
Hình 12



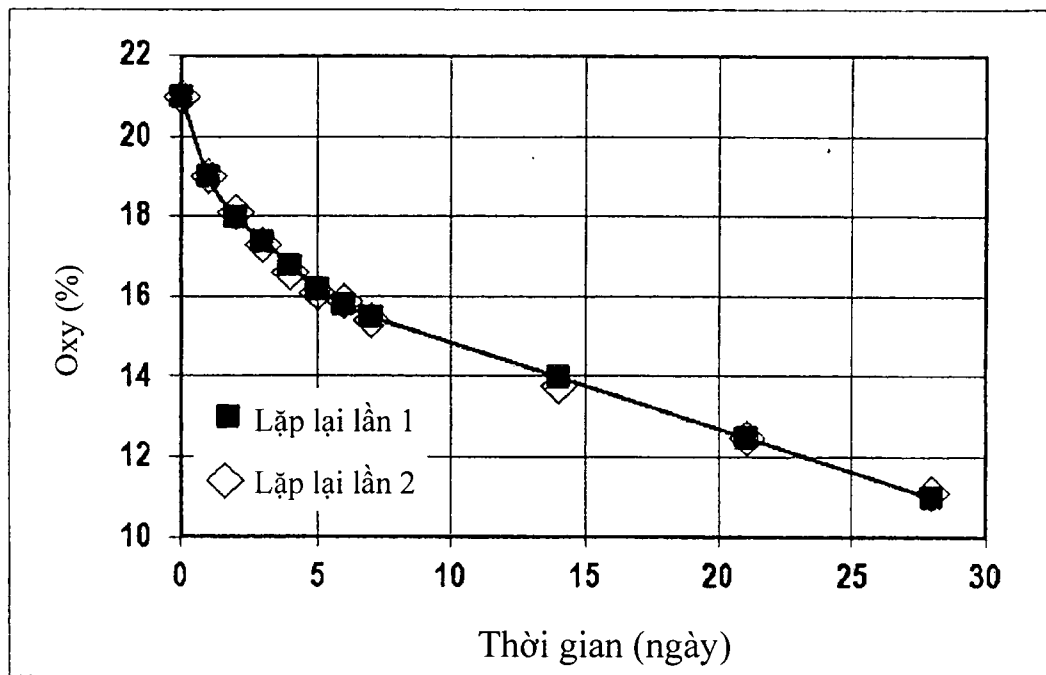
Hình 13



Hình 14



Hình 15



Hình 16