



(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) 

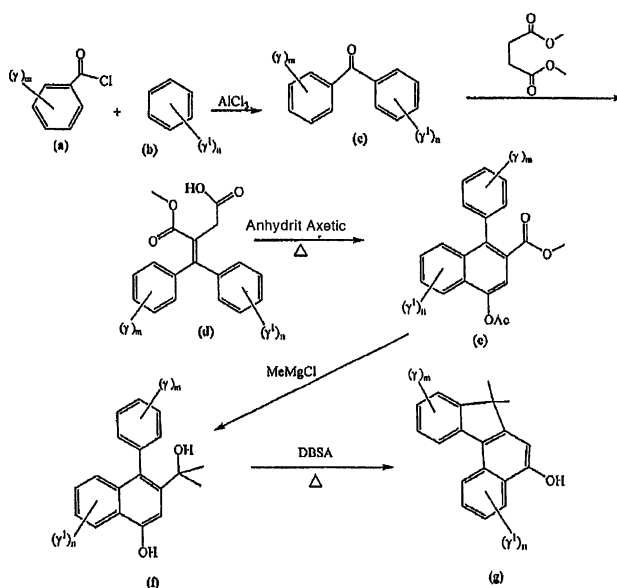
1-0021578

(51)⁷ **G03C 1/73, C07F 7/08, 7/18, C09K 9/02 (13) B**

- (21) 1-2012-01122 (22) 27.10.2010
(86) PCT/US2010/054191 27.10.2010 (87) WO2011/053615 05.05.2011
(30) 61/255,604 28.10.2009 US
12/912,133 26.10.2010 US
(45) 26.08.2019 377 (43) 27.08.2012 293
(73) TRANSITIONS OPTICAL, INC. (US)
9251 Belcher Road, Pinellas Park, Florida 33782, United States of America
(72) TOMASULO, Massimiliano (US)
(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) **CHẤT LIỆU ĐỔI MÀU THEO ÁNH SÁNG, VẬT DỤNG ĐỔI MÀU THEO ÁNH SÁNG VÀ CHẾ PHẨM PHỦ ĐỔI MÀU THEO ÁNH SÁNG CHỨA CHẤT LIỆU NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến chất liệu đổi màu theo ánh sáng bao gồm hợp chất đổi màu theo ánh sáng mà bao gồm phân tử thể đổi màu theo ánh sáng (tức là, naphthopyran được ngưng tụ indeno) và ít nhất một nhóm silan treo, nhóm này được liên kết vào phân tử thể đổi màu theo ánh sáng. Nhóm silan treo được chọn từ nhóm siloxy-silan treo cụ thể và/hoặc nhóm alkoxy-silan treo có các công thức chung (I) và/hoặc (II) như được mô tả chi tiết hơn trong bản mô tả này. Sáng chế còn đề cập đến vật dụng đổi màu theo ánh sáng, như phân tử quang học đổi màu theo ánh sáng (ví dụ, thấu kính đổi màu theo ánh sáng), và chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng (ví dụ, chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể đóng rắn được), mà bao gồm chất liệu đổi màu theo ánh sáng của sáng chế. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng của sáng chế có độ tương hợp được cải thiện với các chế phẩm mà chúng có thể được kết hợp vào, ví dụ, các chế phẩm phủ, như chế phẩm phủ uretan.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chất liệu đổi màu theo ánh sáng bao gồm hợp chất đổi màu theo ánh sáng mà bao gồm phân tử thể đổi màu theo ánh sáng được chọn từ pyran đổi màu theo ánh sáng, oxazin đổi màu theo ánh sáng và fulgit đổi màu theo ánh sáng (ví dụ, naphthopyran được ngưng tụ indeno) và ít nhất một nhóm silan treo được liên kết vào phân tử thể đổi màu theo ánh sáng. Các nhóm silan treo được chọn từ các nhóm siloxy-silan treo và/hoặc các nhóm alkoxy-silan treo nhất định. Các chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có sự kết hợp được mong muốn của các hệ số hấp thụ mol, thời gian hoạt hóa, thời gian phai màu và sự phai màu tuyến tính so với các chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể so sánh được (ví dụ, chỉ riêng các phân tử thể đổi màu theo ánh sáng của chúng). Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có độ tương thích được cải thiện với các chế phẩm mà chúng có thể được kết hợp vào, ví dụ, các chế phẩm phủ, như chế phẩm phủ uretan.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Khi đáp ứng lại các bước sóng bức xạ điện từ cụ thể (hoặc “bức xạ quang hóa”), các chất liệu đổi màu theo ánh sáng, như naphthopyran được ngưng tụ indeno, thường trải qua quá trình biến đổi từ dạng hoặc trạng thái này sang dạng khác, mà mỗi dạng có phổ hấp thụ đặc trưng hoặc phân biệt được gắn liền với nó. Thông thường, khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, thì nhiều chất liệu đổi màu theo ánh sáng được biến đổi từ dạng đóng, dạng này tương ứng với trạng thái không được hoạt hóa (hoặc mất màu, ví dụ, về cơ bản là không màu) của chất liệu đổi màu theo ánh sáng, sang dạng mở, dạng này tương ứng với trạng thái được hoạt hóa (hoặc có màu) của chất liệu đổi màu theo ánh sáng. Khi không có sự tiếp xúc với bức xạ quang hóa, thì các chất liệu đổi màu theo ánh sáng như vậy được biến đổi một cách thuận nghịch từ trạng thái được hoạt hóa (hoặc có màu), trở lại trạng thái không được hoạt hóa (hoặc mất màu). Các chế phẩm và vật dụng, như kính đeo mắt, mà chứa chất liệu đổi màu theo ánh sáng hoặc có chất liệu đổi màu theo ánh

sáng được phủ lên đó (ví dụ, ở dạng chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng) thường biểu hiện không màu (ví dụ, trong suốt) và trạng thái có màu tương ứng với trạng thái không màu và trạng thái có màu của chất liệu đổi màu theo ánh sáng được chứa trong đó hoặc được phủ lên đó,

Khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa (ví dụ, ánh sáng mặt trời), chất liệu đổi màu theo ánh sáng thường được biến đổi từ trạng thái không được hoạt hóa (hoặc mất màu) sang trạng thái được hoạt hóa (hoặc có màu) trong khoảng thời gian mà được gọi là thời gian hoạt hóa. Do đó, khi ngừng tiếp xúc với bức xạ quang hóa (ví dụ, do chắn ánh sáng mặt trời), chất liệu đổi màu theo ánh sáng thường được biến đổi từ trạng thái được hoạt hóa (hoặc có màu) sang trạng thái không được hoạt hóa (hoặc mất màu) trong khoảng thời gian mà được gọi là thời gian phai màu. Thông thường, thích hợp là thời gian hoạt hóa và thời gian phai màu gắn liền với chất liệu đổi màu theo ánh sáng trong mỗi trường hợp được giảm thiểu. Ngoài ra, thật là thích hợp khi tốc độ phai màu dần gắn liền với chất liệu đổi màu theo ánh sáng về cơ bản là tuyến tính. Với đồ đeo mắt đổi màu theo ánh sáng, như các mắt kính đổi màu theo ánh sáng, tốc độ phai màu tuyến tính cho phép mắt người đeo điều tiết dễ dàng và thuận tiện và người đeo ít để ý đến hơn khi mà mắt kính biến đổi từ trạng thái có màu sang trạng thái mất màu.

Lượng của chất liệu đổi màu theo ánh sáng cần thiết để đạt được hiệu ứng quang học mong muốn khi được kết hợp vào chế phẩm hoặc vật dụng thường phụ thuộc, ít nhất một phần, vào lượng của bức xạ quang hóa mà chất liệu đổi màu theo ánh sáng có khả năng hấp thụ trên cơ sở mỗi phân tử. Lượng của bức xạ quang hóa mà một chất liệu đổi màu theo ánh sáng cụ thể hấp thụ trên cơ sở mỗi phân tử về định lượng được gọi là hệ số hấp thụ phân tử (hoặc “hệ số tắt”) của chất liệu đổi màu theo ánh sáng. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng có hệ số hấp thụ mol tương đối cao thì nhiều khả năng biến đổi từ dạng đóng sang dạng mở khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa hơn so với chất liệu đổi màu theo ánh sáng có hệ số hấp thụ mol tương đối thấp hơn. Do đó, chất liệu đổi màu theo ánh sáng có hệ số hấp thụ mol cao hơn có thể được sử dụng ở các nồng độ thấp hơn trong các chế phẩm và vật dụng đổi màu theo ánh sáng, so với chất liệu đổi màu theo ánh sáng có hệ số hấp thụ mol thấp hơn, mà không làm hại hiệu ứng quang học mong muốn.

Trong một số ứng dụng, chất liệu đổi màu theo ánh sáng có hệ số hấp thụ mol thích hợp và tương đối cao có thể có độ hòa tan hạn chế trong chế phẩm hoặc chất liệu mà nó sẽ được kết hợp (ví dụ, chế phẩm phủ). Có như vậy, các chế phẩm hoặc chất liệu mà trong đó chất liệu đổi màu theo ánh sáng có độ hòa tan thấp, có khả năng kết hợp vào đó chỉ một lượng tương đối thấp và hạn chế của chất liệu đổi màu theo ánh sáng. Với lượng tương đối thấp và hạn chế của chất liệu đổi màu theo ánh sáng được kết hợp vào đó, chế phẩm đổi màu theo ánh sáng thu được sẽ làm giảm các thuộc tính đổi màu theo ánh sáng (ví dụ, làm giảm độ hấp thụ khi được hoạt hóa hoàn toàn), hơn là khi nhiều chất liệu đổi màu theo ánh sáng có khả năng được kết hợp vào đó. Do đó, làm tăng độ hòa tan của chất liệu đổi màu theo ánh sáng trong một chế phẩm cụ thể, như, chế phẩm phủ, có thể là thích hợp trong một số ứng dụng.

Sẽ là thích hợp khi phát triển các chất liệu đổi màu theo ánh sáng mới mà đem lại sự kết hợp thích hợp của các hệ số hấp thụ mol, thời gian hoạt hóa, thời gian phai màu và sự phai màu tuyến tính so với các chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể so sánh được. Ngoài ra, cũng sẽ thích hợp khi chất liệu đổi màu theo ánh sáng mới được phát triển như vậy có độ hòa tan được cải thiện trong các chế phẩm cụ thể, ví dụ, các chế phẩm phủ.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

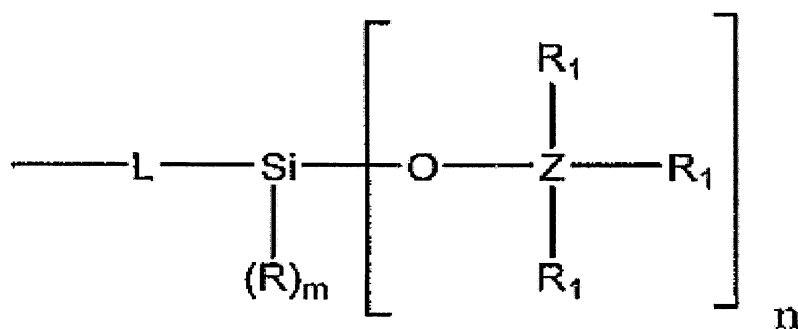
Sáng chế được đề xuất nhằm mục đích đáp ứng nhu cầu nêu trên.

Sáng chế đề cập đến chất liệu đổi màu theo ánh sáng bao gồm:

hợp chất đổi màu theo ánh sáng bao gồm phần tử thể đổi màu theo ánh sáng được chọn từ pyran đổi màu theo ánh sáng, oxazin đổi màu theo ánh sáng và fulgit đổi màu theo ánh sáng và ít nhất một nhóm silan treo được liên kết vào phần tử thể đổi màu theo ánh sáng đã nêu, mỗi nhóm silan treo được độc lập chọn từ nhóm bao gồm:

(i) các nhóm silan treo có công thức chung I dưới đây:

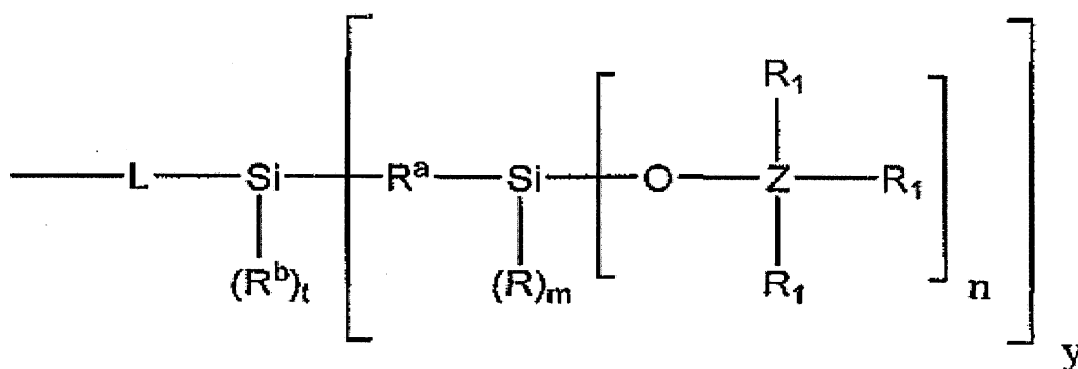
(I)



trong đó Z đối với mỗi n độc lập là Si hoặc C, R được chọn từ nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ hydrocarbyl, mỗi R₁ được độc lập chọn từ C₁-C₁₀ hydrocarbyl và C₁-C₁₀ hydrocarbyl được thế halo, m là 0 hoặc 1, n là 2 hoặc 3, với điều kiện là tổng của m và n là 3, và L là liên kết hoặc nhóm liên kết hóa trị hai bao gồm ít nhất một gốc hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm gốc hữu cơ hóa trị hai, gốc vô cơ hóa trị hai và các tổ hợp của chúng,

(ii) các nhóm silan treo có công thức chung II dưới đây:

(II)



và các tổ hợp của chúng,

trong đó mỗi Z, R, R₁, m, n và L độc lập là như được mô tả liên quan đến các công thức chung (I), R^a là nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ các gốc hữu cơ hóa trị hai, R^b được chọn từ nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ hydrocarbyl, t là 0, 1 hoặc 2, và y là 1, 2 hoặc 3, với điều kiện là tổng của t và y là 3.

Như được sử dụng trong bản mô tả này và trong các điểm yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ “bức xạ quang hóa” có nghĩa là bức xạ điện từ mà có khả năng biến đổi chất liệu đổi màu theo ánh sáng từ dạng hay trạng thái này sang dạng hay trạng thái khác.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “đổi màu theo ánh sáng” có nghĩa là có khả năng biểu hiện sự thay đổi màu thuận nghịch do ánh sáng gây ra, ví dụ, thể hiện sự thay đổi màu thuận nghịch khi đáp ứng lại ít nhất là bức xạ quang hóa. Ngoài ra, như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “chất liệu đổi màu theo ánh sáng” có nghĩa là chất bất kỳ được làm thích ứng để thể hiện các thuộc tính đổi màu theo ánh sáng, tức là, được làm thích ứng để thay đổi màu khi đáp ứng lại ánh sáng, ví dụ, bức xạ quang hóa, và chất liệu này bao gồm ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng.

Như được sử dụng trong bản mô tả này và trong các điểm yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ “phần tử thể đổi màu theo ánh sáng” và các thuật ngữ tương tự, như “gốc đổi màu theo ánh sáng” và “nền đổi màu theo ánh sáng”, có nghĩa là nhóm đổi màu theo ánh sáng mà tự nó có các thuộc tính đổi màu theo ánh sáng với sự vắng mặt của một hoặc nhiều nhóm silan treo được liên kết vào đó. Các hợp chất đổi màu theo ánh sáng của sáng chế có các thuộc tính được cải thiện (ví dụ, độ hòa tan cơ chất được cải thiện và/hoặc mật độ quang học được cải thiện và/hoặc tốc độ phai màu được cải thiện) so với chỉ một mình các phần tử thể đổi màu theo ánh sáng của chúng. Cần phải hiểu rằng ít nhất một nhóm silan treo được liên kết vào phần tử thể đổi màu theo ánh sáng của hợp chất đổi màu theo ánh sáng có thể được liên kết trực tiếp vào gốc đổi màu theo ánh sáng “lõi” (ví dụ, ở một trong các vị trí được đánh số của hợp chất đổi màu theo ánh sáng có công thức chung (III) dưới đây), hoặc, khi áp dụng được, thì được liên kết vào phần tử thể mà được liên kết trực tiếp vào gốc đổi màu theo ánh sáng lõi (ví dụ, phần tử thể R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} và/hoặc R^{12} được mô tả liên quan đến hợp chất đổi màu theo ánh sáng có công thức chung (III) dưới đây).

Thuật ngữ “phổ hấp thụ dạng đóng”, như được sử dụng trong bản mô tả này và trong các điểm yêu cầu bảo hộ, có nghĩa là phổ hấp thụ của chất liệu đổi màu theo ánh sáng ở dạng đóng hoặc trạng thái không được hoạt hóa của chất liệu đổi màu theo ánh sáng, và cụ thể hơn, (các) bước sóng của bức xạ điện từ có tác dụng làm cho chất liệu đổi màu theo ánh sáng trải qua quá trình biến đổi từ dạng đóng sang dạng mở mong muốn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp đối với quá trình điều chế chất liệu trung gian mà có thể được sử dụng trong việc tạo chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế;

Fig.2 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế naphthopyran được ngưng tụ indeno mà nhóm silan treo có thể được liên kết vào để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế;

Fig.3 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế các naphthopyran được ngưng tụ indeno có nhóm hydroxyl ở vị trí-13 của chúng, mà nhóm silan treo có thể được liên kết vào để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế;

Fig.4 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế naphthopyran được ngưng tụ indeno có nhóm metylenol ở vị trí-13 của chúng, mà nhóm silan treo có thể được liên kết vào để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế;

Fig.5 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I) được liên kết vào hydroxyl vị trí-13 của naphthopyran được ngưng tụ indeno được điều chế theo sơ đồ phản ứng tổng hợp của Fig.3;

Fig.6 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I) được liên kết vào nhóm metylenol vị trí-13 của naphthopyran được ngưng tụ indeno được điều chế theo sơ đồ phản ứng tổng hợp của Fig.4;

Fig.7 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I) được liên kết vào nhóm B của naphthopyran được ngưng tụ indeno được điều chế theo sơ đồ phản ứng tổng hợp của Fig.2;

Fig.8 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I) được liên kết vào mỗi nhóm trong các nhóm B và B' của naphthopyran được ngưng tụ indeno được điều chế theo sơ đồ phản ứng tổng hợp của Fig.2;

Fig.9 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I) được liên kết vào hydroxyl vị trí-13 của naphthopyran được ngưng tụ indeno được điều chế theo sơ đồ phản ứng tổng hợp của Fig.3;

Fig.10 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I) được liên kết vào vị trí-11 của naphthopyran được ngưng tụ indeno được điều chế theo sơ đồ phản ứng tổng hợp của Fig.2;

Fig.11 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I) được liên kết vào hydroxyl vị trí-13 của naphthopyran được ngưng tụ indeno được điều chế theo sơ đồ phản ứng tổng hợp của Fig.3; và

Fig.12 là biểu đồ dạng sơ đồ đại diện của sơ đồ phản ứng tổng hợp mô tả quá trình điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (II) được liên kết vào hydroxyl vị trí-13 của naphthopyran được ngưng tụ indeno được điều chế theo sơ đồ phản ứng tổng hợp của Fig.3.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế bao gồm hợp chất đổi màu theo ánh sáng mà bao gồm phần tử thể đổi màu theo ánh sáng được chọn từ pyran đổi màu theo ánh sáng, oxazin đổi màu theo ánh sáng và fulgit đổi màu theo ánh sáng liên kết vào đó ít nhất một silan treo được chọn từ một hoặc nhiều silan treo có các công thức chung (I) và/hoặc (II). Nhóm R của các công thức (I) và/hoặc (II) có thể trong mỗi trường hợp và đối với mỗi m được độc lập chọn từ nguyên tử hydro, C₁-C₁₀ hydrocarbyl.

Như được sử dụng trong bản mô tả này và trong các điểm yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ “hydrocarbyl” và các thuật ngữ tương tự, như “phần tử thể hydrocarbyl,” có nghĩa là: C₁-C₂₀ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh (ví dụ, C₁-C₁₀ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh); C₂-C₂₀ alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh (ví dụ, C₂-C₁₀ alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh); C₂-C₂₀ alkynyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh (ví dụ, C₂-C₁₀ alkynyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh); C₃-C₁₂ xycloalkyl (ví dụ, C₃-C₁₀ xycloalkyl); C₃-C₁₂

heteroxycloalkyl (có ít nhất một nguyên tử khác loại trong nhân vòng); C₅-C₁₈ aryl (trong đó có các nhóm aryl đa vòng) (ví dụ, C₅-C₁₀ aryl); C₅-C₁₈ heteroaryl (có ít nhất một nguyên tử khác loại trong vòng thơm); và C₆-C₂₄ aralkyl (ví dụ, C₆-C₁₀ aralkyl).

Các nhóm alkyl đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, metyl, etyl, propyl, isopropyl, butyl, isobutyl, sec-butyl, tert-butyl, pentyl, neopentyl, hexyl, heptyl, octyl, nonyl và dexyl. Các nhóm alkenyl đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, vinyl, alyl và propenyl. Các nhóm alkynyl đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, etynyl, 1-propynyl, 2-propynyl, 1-butylnyl và 2-butylnyl. Các nhóm xycloalkyl đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, phần tử thể xyclopropyl, xyclobutyl, xyclopentyl, xyclohexyl và phần tử thể xyclooctyl. Các nhóm heteroxycloalkyl đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, tetrahydrofuranyl, tetrahydropyranyl và piperidinyl. Các nhóm aryl đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, phenyl và naphtyl. Các nhóm heteroaryl đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, furanyl, pyranlyl và pyridinyl. Các nhóm aralkyl đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, benzyl và phenetyl.

Thuật ngữ hydrocarbyl như được sử dụng trong bản mô tả này và trong các điểm yêu cầu bảo hộ là kể cả các phần tử thể halohydrocarbyl (hoặc hydrocarbyl được thế halo). Nói là halohydrocarbyl (hoặc hydrocarbyl được thế halo) có nghĩa là ít nhất một nguyên tử hydro của hydrocarbyl (ví dụ, của các nhóm alkyl, alkenyl, alkynyl, xycloalkyl, aryl và aralkyl) được thay thế bằng một nguyên tử halogen được chọn từ clo, brom, flo và iot. Độ halogen hóa có thể nằm trong khoảng từ mức ít nhất một nguyên tử hydro được thay thế bằng một nguyên tử halogen (ví dụ, nhóm flometyl) đến mức halogen hóa hoàn toàn (perhalogen hóa) trong đó tất cả các nguyên tử hydro có thể thay thế được trên nhóm hydrocarbyl đã được thay thế bằng nguyên tử halogen (ví dụ, triflometyl hoặc perflometyl). Các nhóm perhalohydrocarbyl như được sử dụng trong bản mô tả này và trong các điểm yêu cầu bảo hộ bao gồm nhóm phenyl được perhalogen hóa và nhóm alkyl được perhalogen hóa.

Các nhóm R₁ của các nhóm silan treo có các công thức (I) và/hoặc (II) có thể trong mỗi trường hợp và đối với mỗi n, được độc lập chọn từ C₁-C₁₀ hydrocarbyl và C₁-C₁₀ hydrocarbyl được thế halo. Các thuật ngữ hydrocarbyl và hydrocarbyl được thế halo so với R₁ là như được mô tả trên đây trong tài liệu này liên quan đến R. Thông thường, mỗi

R của các công thức (I) và (II) được độc lập chọn từ nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh (ví dụ, metyl và etyl), và thông thường hơn là từ hydro hoặc metyl. Thông thường, mỗi R₁ của các công thức (I) và (II) được độc lập chọn từ C₁-C₁₀ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh (ví dụ, metyl hoặc etyl), và thông thường hơn là metyl. Theo một phương án của sáng chế, đối với các nhóm silan treo có các công thức (I) và (II), m là 0, n là 3 và mỗi R₁ độc lập là metyl hoặc etyl.

Nhóm R^b của nhóm silan treo có công thức (II) có thể được chọn từ nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ hydrocarbyl, thuật ngữ hydrocarbyl so với R^b là như được mô tả trên đây trong tài liệu này liên quan đến R. Thông thường, mỗi R^b của công thức (II) được chọn từ nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh (ví dụ, metyl hoặc etyl), và thông thường hơn là nguyên tử hydro hoặc metyl. Theo một phương án của sáng chế, đối với nhóm silan treo có công thức (II): t là 0 và y là 3; m là 0 và n là 3; và mỗi R₁ độc lập là metyl hoặc etyl.

Nhóm liên kết hóa trị hai L của các nhóm silan treo có các công thức (I) và (II) trong mỗi trường hợp, có thể độc lập là liên kết hoặc nhóm liên kết hóa trị hai bao gồm ít nhất một gốc hóa trị hai được chọn từ một hoặc nhiều gốc hữu cơ hóa trị hai và/hoặc một hoặc nhiều gốc vô cơ hóa trị hai. Nhóm liên kết hóa trị hai L có thể bao gồm nhiều gốc hữu cơ hóa trị hai và nhiều gốc vô cơ hóa trị hai. Như được sử dụng trong bản mô tả này và trong các điểm yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ “gốc/các gốc hữu cơ hóa trị hai” và các thuật ngữ tương tự, như “(các) nhóm hữu cơ hóa trị hai” cũng có thể được mô tả là “các gốc hydrocarbylen hóa trị hai”. Cụ thể hơn, như được sử dụng trong bản mô tả này và trong các điểm yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ “gốc/các gốc hữu cơ hóa trị hai” và các thuật ngữ tương tự, như “(các) nhóm hữu cơ hóa trị hai” có nghĩa là C₁-C₂₀ alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh được thế hoặc không được thế, C₂-C₂₀ alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh được thế hoặc không được thế, C₂-C₁₀ alkynyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₃-C₁₀ xycloalkylen được thế hoặc không được thế, C₃-C₁₀ heteroxycloalkylen được thế hoặc không được thế (có ít nhất một nguyên tử khác loại trong nhân vòng), arylen được thế hoặc không được thế (ví dụ, C₆-C₁₈ aryl, trong đó có các nhóm arylen đa vòng), heteroarylen được thế hoặc không được thế (có ít nhất một nguyên tử khác loại trong các nhân hoặc trong nhân arylen vòng).

Liên quan đến các gốc hữu cơ hóa trị hai mà từ đó nhóm liên kết hóa trị hai L có thể được chọn, các nhóm alkylen hóa trị hai đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, metylen ($-\text{CH}_2-$), etylen ($-\text{CH}_2\text{CH}_2-$), propylen ($-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$), isopropylen (ví dụ, $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)-$), butylen ($-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$), isobutylen, sec-butylen, tert-butylen, pentylen, neopentylen, hexylen, heptylen, octylen, nonylen và dextylen. Các nhóm alkenylen hóa trị hai đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, vinylen ($-\text{CH}=\text{CH}-$) và propenylen (ví dụ, $-\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}-$). Các nhóm alkynylen hóa trị hai đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, etynylen ($-\text{CC}-$), propynylen ($-\text{CC}-\text{CH}_2-$), và butynylen (ví dụ, $-\text{CC}-\text{CH}(\text{CH}_2)-$). Các nhóm xycloalkylen hóa trị hai đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, xyclopropylen, xyclobutylen, xyclopentylen, xyclohexylen và xyclooctylen. Các nhóm heteroxycloalkylen hóa trị hai đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, tetrahydrofuranylen, tetrahydropyranylen và piperidinylen. Các nhóm arylen hóa trị hai đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, phenylen, naphtylen và antraxenylen. Các nhóm heteroarylen hóa trị hai đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, furanylen, pyranylen và pyridinylen. Các nhóm aralkylen hóa trị hai đại diện bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, benzylen và phenetylen.

Thuật ngữ “được thế” liên quan đến các gốc hóa trị hai khác nhau, mà từ đó gốc hữu cơ hóa trị hai có thể được chọn, có nghĩa là ít nhất một nguyên tử hydro trong các nguyên tử hydro có thể thế được của gốc hữu cơ hóa trị hai được thế bằng nhóm khác. Ví dụ, nhóm $\text{C}_1\text{-C}_{20}$ alkylen được thế có thể được thế bằng ít nhất một phần tử thế được chọn từ nhóm alkenyl, nhóm alkynyl, nhóm xycloalkyl, nhóm heteroxycloalkyl, nhóm aryl và nhóm heteroaryl. Các ví dụ về phần tử thế của các gốc hữu cơ hóa trị hai được thế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các nhóm alkyl (ví dụ, metyl, etyl, propyl, isopropyl, butyl, isobutyl, sec-butyl, tert-butyl, pentyl, neopentyl, hexyl, heptyl, octyl, nonyl và dextyl); các nhóm alkenyl (ví dụ, vinyl, allyl và propenyl); các nhóm alkynyl (ví dụ, etynyl, 1-propynyl, 2-propynyl, 1-butylnyl và 2-butylnyl); các nhóm xycloalkyl (ví dụ, xyclopropyl, xyclobutyl, xyclopentyl, xyclohexyl và xyclooctyl); các nhóm heteroxycloalkyl (ví dụ, tetrahydrofuranyl, tetrahydropyranyl và piperidinyl); các nhóm aryl (ví dụ, phenyl, biphenyl, naphtyl và antraxenyl); các nhóm aralkyl (ví dụ, benzyl và phenetyl) và các nhóm heteroaryl (ví dụ, furanyl, pyranyl và pyridinyl); các nhóm halo

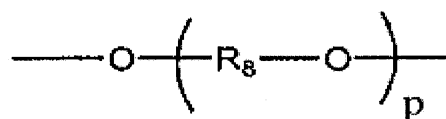
hay halogen (ví dụ, clo, brom, flo và iot); các keton (ví dụ, keton hydrocarbyl); các este của axit carboxylic (ví dụ, hydrocarbyl carboxylat); hydroxyl; thiol; các nhóm amino (ví dụ, $-\text{NH}_2$); các ete (ví dụ, hydrocarbyl ete); các thioete (ví dụ, hydrocarbyl thioete); và các tổ hợp của chúng,

Thuật ngữ “không được thế” liên quan đến các gốc hóa trị hai khác nhau, mà từ đó gốc hữu cơ hóa trị hai có thể được chọn, có nghĩa là không có hydro nào trong số các hydro có thể thế được của gốc hữu cơ hóa trị hai được thế bằng nhóm khác (ví dụ, halogen).

Các nhóm hóa trị hai bổ sung mà từ đó các gốc hữu cơ hóa trị hai, của nhóm liên kết hóa trị hai L của các nhóm silan treo có các công thức (I) và (II), có thể được chọn bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở: $-\text{N}(\text{R}_2)-$; $-\text{C}(\text{R}_3)(4)-\text{C}(\text{O})-\text{O}-$; $-\text{C}(\text{R}_5)(\text{R}_6)-\text{C}(\text{O})-\text{N}(\text{R}_7)-$; -

$\text{C}(\text{O})-\text{N}(\text{R}_7)-$; $\text{---O---}\left(\text{---R}_8\text{---O---}\right)_p$; và $-\text{R}_9-\text{O}-$. Với các gốc hữu cơ hóa trị hai bổ sung này, mỗi R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 và R_7 được độc lập chọn từ $\text{C}_1\text{-C}_{20}$ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, $\text{C}_3\text{-C}_{10}$ xycloalkyl được thế hoặc không được thế, $\text{C}_3\text{-C}_{10}$ heteroxycloalkyl được thế hoặc không được thế, aryl được thế hoặc không được thế và heteroaryl được thế hoặc không được thế. Mỗi nhóm R_3 , R_4 , R_5 và R_6 cũng có thể độc lập là hydro. Mỗi khi R_2 và R_7 là hydro, thì các nhóm liên kết hóa trị hai có liên quan, $-\text{N}(\text{R}_2)-$ và $-\text{C}(\text{O})-\text{N}(\text{R}_7)-$, được xác định đặc điểm thêm ở đây là các nhóm liên kết vô cơ hóa trị hai, như được trích dẫn và phân loại thêm dưới đây.

Liên quan đến gốc hữu cơ hóa trị hai có công thức chung dưới đây:



Nhóm R_8 , đối với mỗi p , có thể được độc lập chọn từ $\text{C}_1\text{-C}_{20}$ alkylen thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, $\text{C}_2\text{-C}_{20}$ alkenylen thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, $\text{C}_2\text{-C}_{20}$ alkynylen thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, và $\text{C}_3\text{-C}_{10}$ xycloalkylen được thế hoặc không được thế (trong đó các thuật ngữ được thế, không được thế, alkylen, alkenylen, alkynylen và xycloalkylen là như được mô tả trên đây trong tài liệu này). Chỉ số dưới “ p ” có thể là số nguyên ít nhất bằng 1, vì

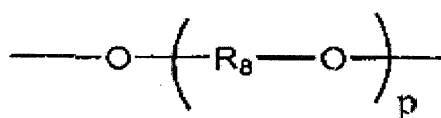
dụ, từ 1 đến 100, hoặc 1 đến 50, hoặc 1 đến 25 hoặc 1 đến 10, kể cả các con số được trích dẫn.

Liên quan đến gốc hữu cơ hóa trị hai $-R_9-O-$, R_9 có thể được chọn từ, ví dụ, C_1-C_{10} alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thể hoặc không được thể, C_2-C_{20} alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thể hoặc không được thể, C_2-C_{20} alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thể hoặc không được thể, C_3-C_{10} xycloalkylen được thể hoặc không được thể, và alylen được thể hoặc không được thể (trong đó các thuật ngữ được thể, không được thể, alkylen, alkenylen, alkynylen và xycloalkylen là như được mô tả trên đây trong tài liệu này).

Nhóm liên kết vô cơ hóa trị hai, của nhóm liên kết hóa trị hai L của các nhóm silan treo có các công thức (I) và (II), có thể được chọn từ, ví dụ, ít nhất một trong số: $-O-$; $-S-$; $Si(R_1)_2-$ mà trong đó mỗi R_1 độc lập là như được mô tả liên quan đến các công thức (I) và (II); $-NH-$; $-C(O)-$; $-C(O)-O-$; $-O-C(O)-O-$; $-C(O)-NH-$; $-NH-C(O)-O-$; $-NH-C(O)-S-$; $-NH-C(S)-O-$; và $-NR-C(S)-S-$.

Nhóm liên kết hóa trị hai R^a của nhóm silan treo có công thức chung (II) thì được chọn từ các gốc hữu cơ hóa trị hai. Các gốc hữu cơ hóa trị hai mà từ đó nhóm liên kết hóa trị hai R^a có thể được chọn bao gồm một hoặc nhiều nhóm này và các ví dụ về các gốc hữu cơ hóa trị hai như được trích dẫn trên đây trong tài liệu này liên quan đến nhóm liên kết hóa trị hai L. Ví dụ, nhóm liên kết hóa trị hai R^a có thể được chọn từ C_1-C_{10} alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, ví dụ, metylen ($-CH_2-$), etylen ($-CH_2CH_2-$), propylen ($-CH_2CH_2CH_2-$), isopropylen (ví dụ, $-CH_2CH(CH_3)-$), butylen ($-CH_2CH_2CH_2CH_2-$), isobutylen, sec-butylen, tert-butylen, pentylen, neopentylen, hexylen, heptylen, octylen, nonylen và dexylen.

Theo một phương án của sáng chế, nhóm liên kết hóa trị hai L của các nhóm silan treo có các công thức chung (I) và (II) trong mỗi trường hợp độc lập bao gồm ít nhất một gốc hóa trị hai được chọn từ $-O-$, $-S-$, $-Si(R_1)_2-$, $-N(R_2)-$, $-C(O)-$, $-C(O)-O-$, $-O-C(O)-O-$, $-C(R_3)(4)-C(O)-O-$, $-C(R_5)(R_6)-C(O)-N(R_7)-$, $-C(O)-N(R_7)-$, $-NH-C(O)-O-$, $-NH-C(O)-S-$, $-NH-C(S)-O-$, $-NH-C(S)-S-$,



, -R₉-O-, C₁-C₂₀ alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thể hoặc không được thể, C₂-C₂₀ alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thể hoặc không được thể, C₂-C₂₀ alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thể hoặc không được thể, C₃-C₁₀ xycloalkylen được thể hoặc không được thể, C₃-C₁₀ heteroxycloalkylen được thể hoặc không được thể, arylen được thể hoặc không được thể, heteroarylen được thể hoặc không được thể, và các tổ hợp của từ hai trong số chúng trở lên. Mỗi nhóm R₁, R₂, R₃, R₄, R₅, R₆, R₇, R₈ và R₉ là như được mô tả trên đây trong tài liệu này. Chỉ số dưới p là như được mô tả trên đây trong tài liệu này (ví dụ, từ 1 đến 100). Theo phương án cụ thể này, nhóm liên kết hóa trị hai R^a của công thức (II) là được chọn từ C₁-C₁₀ alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Mỗi nhóm liên kết hóa trị hai L có thể được tạo ra từ, hoặc bao gồm, gốc hữu cơ hóa trị hai đơn lẻ, gốc vô cơ hóa trị hai đơn lẻ, các tổ hợp của hai hoặc nhiều gốc hữu cơ hóa trị hai, các tổ hợp của hai hoặc nhiều gốc vô cơ hóa trị hai, hoặc các tổ hợp của một hoặc nhiều gốc hữu cơ hóa trị hai và một hoặc nhiều gốc vô cơ hóa trị hai (trong mỗi trường hợp được chọn từ, ví dụ, những nhóm này và các ví dụ về các nhóm liên kết hóa trị hai như được trích dẫn trên đây trong tài liệu này). Ví dụ, nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung dưới đây,

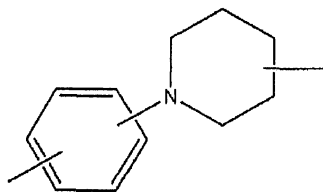


có thể được mô tả là bao gồm: gốc hữu cơ hóa trị hai -O-C(O)-; ví dụ, nhóm C₁-C₁₀ hoặc C₁-C₂₀ alkylen hóa trị hai mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thể hoặc không được thể của -R₉-; và một gốc hữu cơ hóa trị hai khác -O-C(O)-. Vì mục đích minh họa thêm, nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung dưới đây,

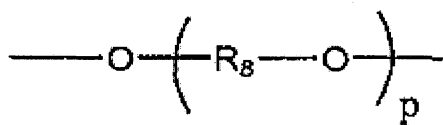


có thể được mô tả là bao gồm: gốc hữu cơ hóa trị hai -O-C(O)-; ví dụ, nhóm C₁-C₂₀ hoặc C₁-C₁₀ alkylen hóa trị hai mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thể hoặc không được thể của -R₉-; và một gốc hữu cơ hóa trị hai khác nữa -C(O)-N(R₇)-, trong đó R₇ là hydro. Một

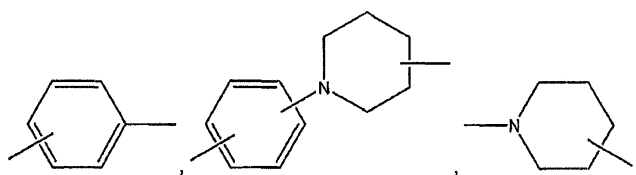
ví dụ về dạng kết hợp của gốc arylen hóa trị hai (ví dụ, phenylen) và gốc heteroxycloalkyl hóa trị hai (ví dụ, N-piperidinylen), có công thức chung dưới đây,



Theo một phương án khác nữa, nhóm liên kết hóa trị hai L, của các nhóm silan treo có các công thức chung (I) và (II), trong mỗi trường hợp độc lập bao gồm ít nhất một gốc hóa trị hai được chọn từ -O-, -Si(R₁)₂-, -C(O)-O-,

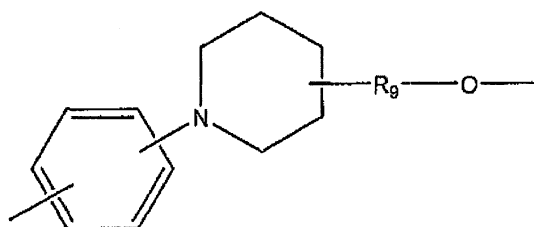
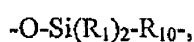
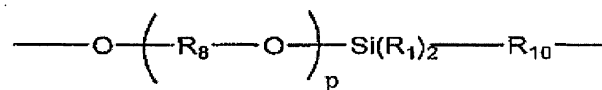
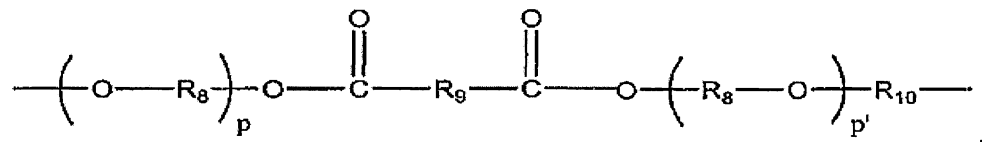
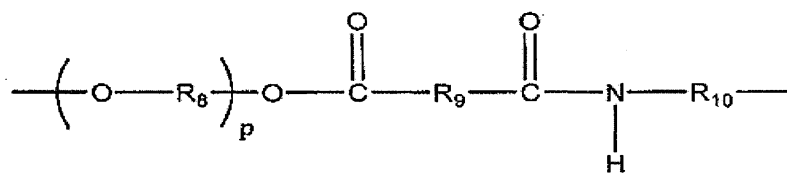


, -R₉-O-, C₁-C₁₀ alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, C₂-C₁₀ alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₂-C₁₀ alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, -O-C(O)-R₉-C(O)-O-, -O-C(O)-R₉-C(O)-NH-,

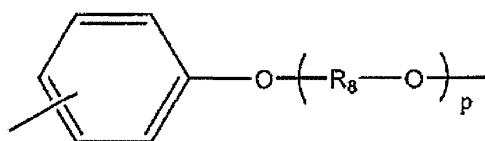


và các tổ hợp của từ hai trong số chúng trở lên. Với phương án cụ thể này, R₈ của mỗi p được độc lập chọn từ C₁-C₁₀ alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, C₂-C₁₀ alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₂-C₁₀ alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, và p là từ 1 đến 10. Mỗi nhóm R₉ hóa trị hai, theo phương án cụ thể này, được độc lập chọn từ C₁-C₁₀ alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, C₂-C₁₀ alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₂-C₁₀ alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₃-C₁₀ xycloalkylen được thế hoặc không được thế và arylen được thế hoặc không được thế.

Mỗi nhóm liên kết hóa trị hai L, của các nhóm silan treo có các công thức chung (I) và (II), còn được độc lập chọn từ,



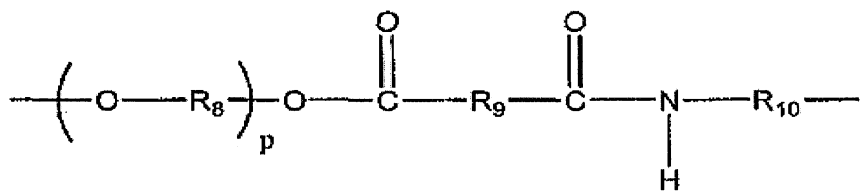
, và



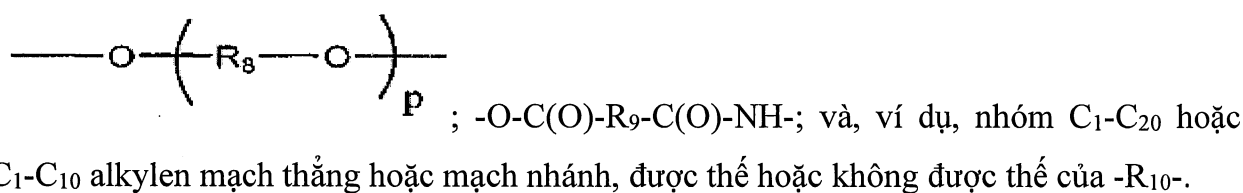
Theo phương án cụ thể này, R_8 của mỗi p được độc lập chọn từ C_1 - C_{10} alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, C_2 - C_{10} alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_2 - C_{10} alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế. Mỗi nhóm R_9 hóa trị hai, theo phương án cụ thể này, được độc lập chọn từ C_1 - C_{10} alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, C_2 - C_{10} alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_2 - C_{10} alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_3 - C_{10} xycloalkylen được thế hoặc không được thế, và arylen được thế hoặc không được thế. Mỗi nhóm R_{10} hóa trị hai được độc lập chọn từ C_1 - C_{10} alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, C_2 - C_{10} alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, C_2 - C_{10} alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_3 - C_{10} xycloalkylen được thế hoặc không được thế, và arylen được thế hoặc không được

thể. Liên quan đến các chỉ số dưới: p là từ 1 đến 10; p' là từ 1 đến 10 (ví dụ, từ 2 đến 10), và q là từ 1 đến 10.

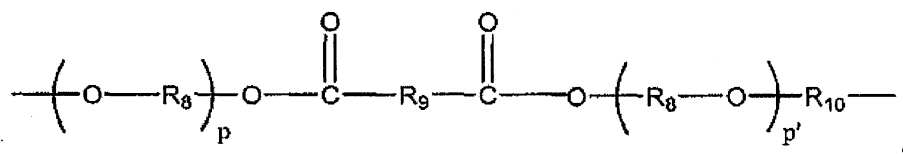
Vì mục đích minh họa thêm, mỗi nhóm liên kết hóa trị hai L có thể được tạo ra từ, hoặc bao gồm, các tổ hợp của những nhóm này và các ví dụ về các nhóm liên kết hóa trị hai như được trích dẫn trên đây trong tài liệu này, nhóm liên kết hóa trị hai dưới đây,



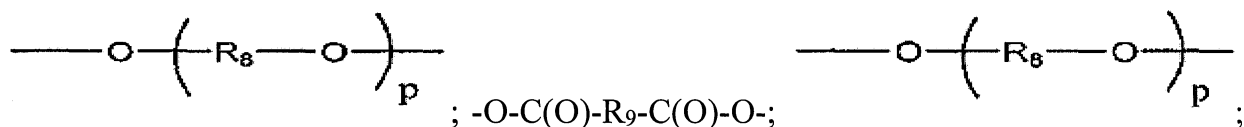
có thể được mô tả là bao gồm các gốc hóa trị hai dưới đây:



Tương tự, nhóm liên kết hóa trị hai dưới đây,



có thể được mô tả là bao gồm các gốc hóa trị hai dưới đây:



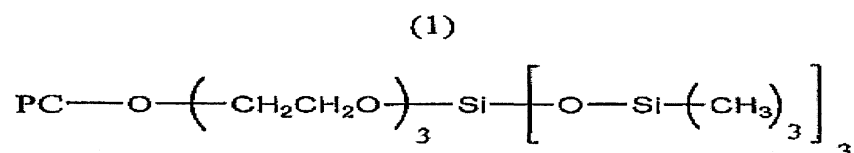
và ví dụ, nhóm C₁-C₂₀ hoặc C₁-C₁₀ alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế của -R₁₀-.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, đối với các nhóm silan treo có các công thức (I) và (II): mỗi R₁ độc lập là C₁-C₁₀ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh (ví dụ, methyl hoặc ethyl); mỗi R độc lập là nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh (ví dụ, methyl hoặc ethyl); và R^b, của công thức (II) là nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh (ví dụ, nguyên tử hydro, methyl hoặc ethyl).

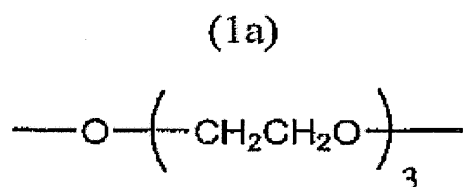
Các ví dụ không giới hạn về các nhóm silan treo, của các chất liệu đổi màu theo ánh sáng của sáng chế, được mô tả một cách chi tiết hơn ở đây liên quan đến các công

thức chung dưới đây, mà trong đó ký hiệu PC đại diện cho phần tử thể đổi màu theo ánh sáng mà các nhóm khác nhau silan treo được liên kết vào đó. Trong các công thức chung dưới đây, trong khi nhóm silan treo đơn lẻ được mô tả là được liên kết vào phần tử thể đổi màu theo ánh sáng, nhiều (ví dụ, từ 2 trở lên) nhóm silan treo, những nhóm này có thể giống hoặc khác nhau, có thể được liên kết vào phần tử thể đổi màu theo ánh sáng.

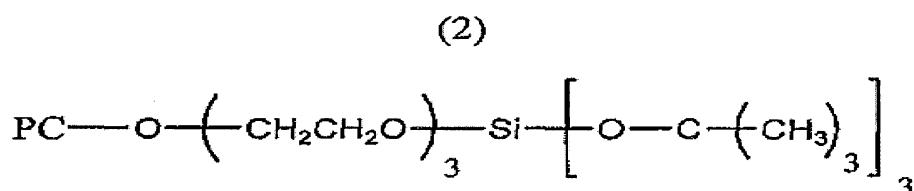
Hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (1) dưới đây:



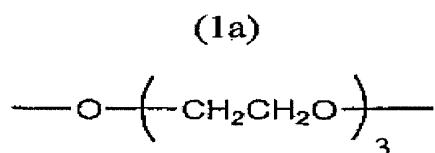
trong đó m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (1a) dưới đây:



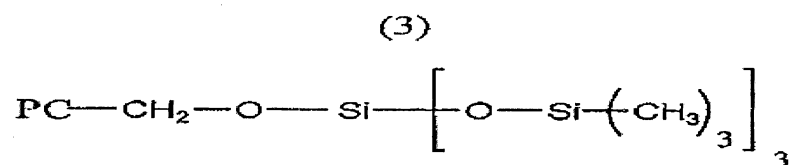
Một hợp chất đổi màu theo ánh sáng khác theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (2) dưới đây:



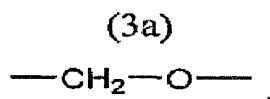
trong đó m là 0, n là 3, Z là C, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (1a) dưới đây:



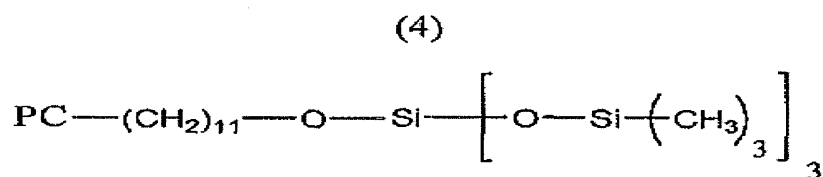
Một hợp chất đổi màu theo ánh sáng khác nữa theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (3) dưới đây:



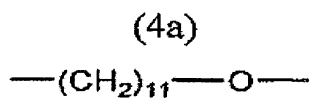
mà trong đó m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (3a) dưới đây:



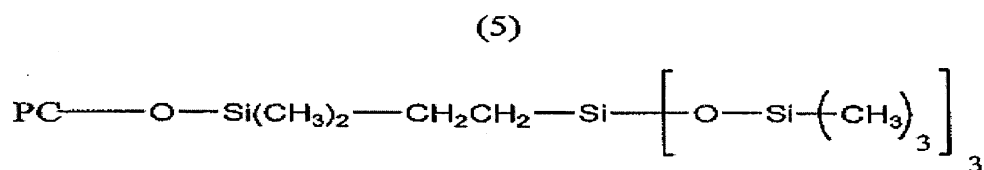
Theo một phương án, hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (4) dưới đây:



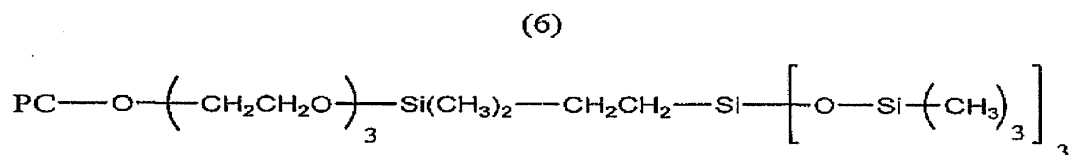
trong đó m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (4a) dưới đây:



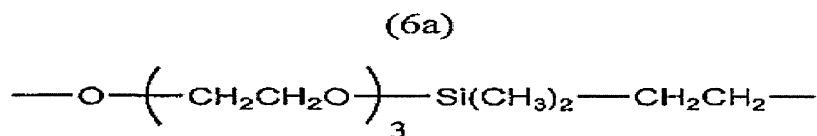
Theo phương án khác, hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (5) dưới đây, mà trong đó m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (5a) dưới đây:



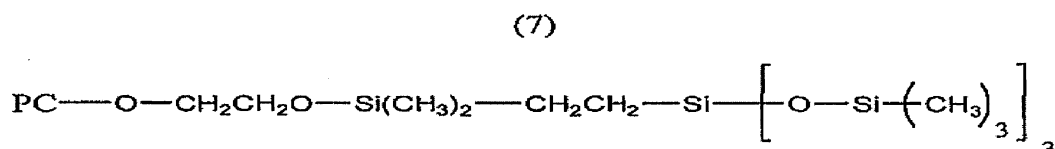
Theo một phương án khác nữa, hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (6) dưới đây:



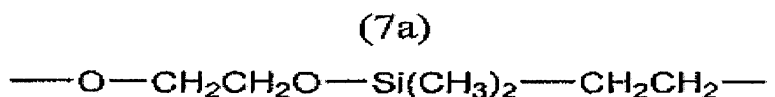
trong đó m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (6a) dưới đây:



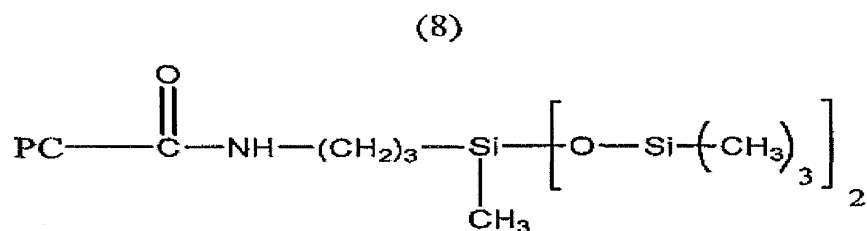
Hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (7) dưới đây:



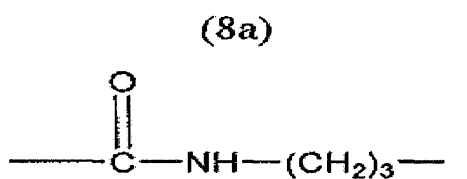
trong đó m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (7a) dưới đây:



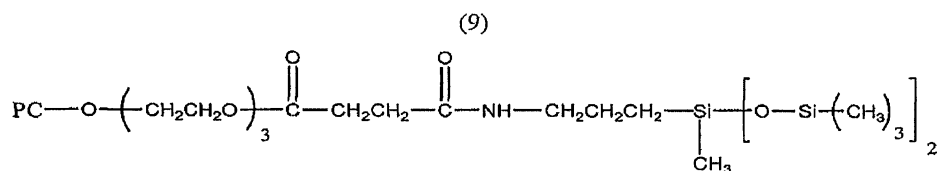
Một hợp chất đổi màu theo ánh sáng chế theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (8) dưới đây:



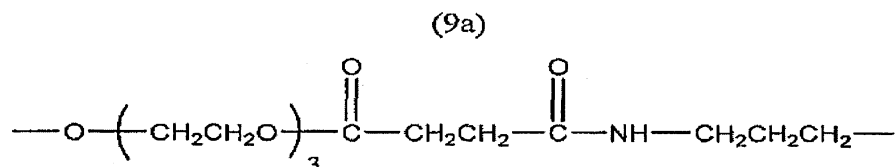
trong đó m là 1, R là metyl, a là 2, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (8a) dưới đây:



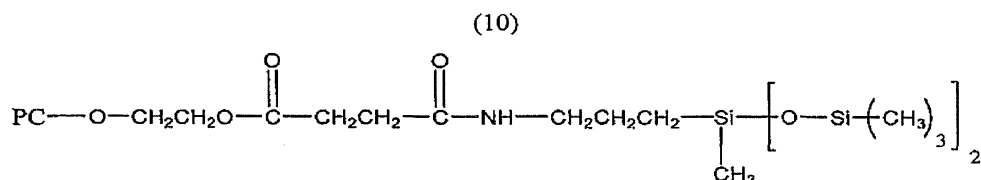
Một hợp chất đổi màu theo ánh sáng khác nữa theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (9) dưới đây:



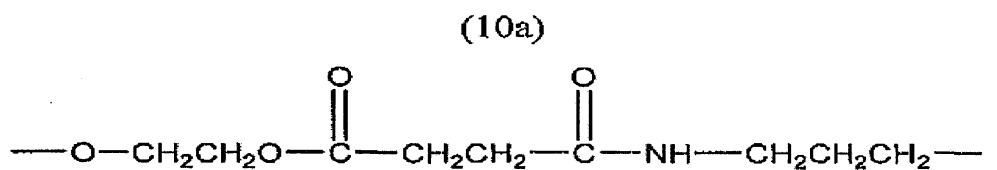
trong đó m là 1, R là methyl, n là 2, Z là Si, mỗi R₁ là methyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (9a) dưới đây:



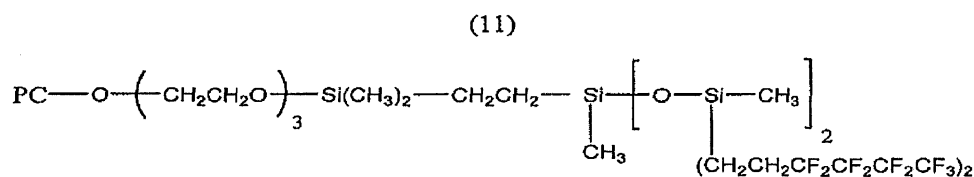
Theo một phương án, hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (10) dưới đây:



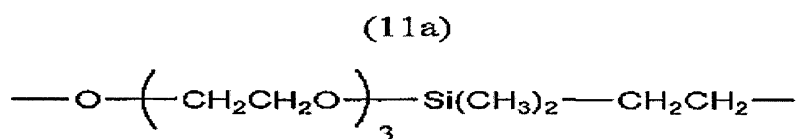
trong đó m là 1, R là methyl, n là 2, Z là Si, mỗi R₁ là methyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (10a) dưới đây:



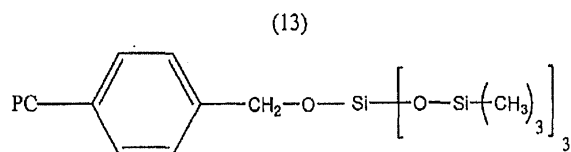
Hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (11) dưới đây:



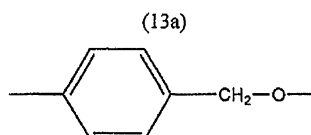
trong đó m là 1, R là methyl, n là 2, Z là Si, một R₁ là methyl, mỗi nhóm R₁ còn lại là -CH₂CH₂CF₂CF₂CF₂CF₃, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (11a) dưới đây:



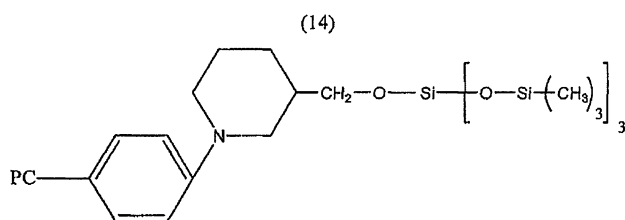
Theo phương án khác, hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (13) dưới đây:



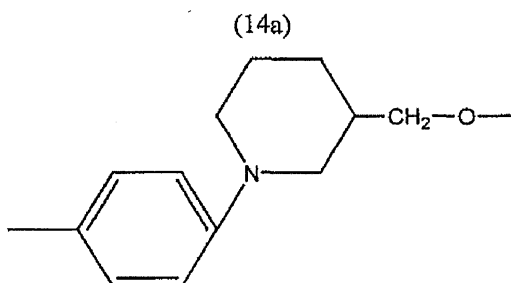
trong đó m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (13a) dưới đây:



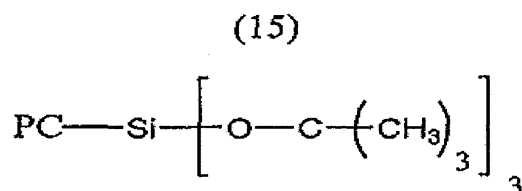
Một hợp chất đổi màu theo ánh sáng khác nữa theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (14) dưới đây:



trong đó m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (14a) dưới đây:



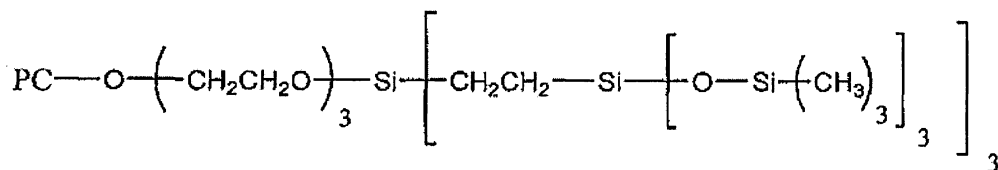
Hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (I), có công thức chung (15) dưới đây:



trong đó m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là một liên kết.

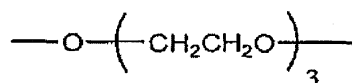
Hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (II), có công thức chung (16) dưới đây:

(16)



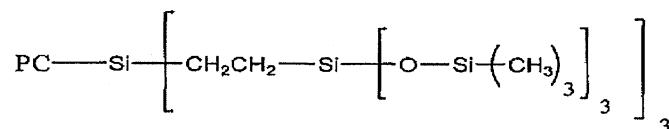
trong đó t là 0, y là 3, m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, R^a là -CH₂CH₂-, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (1a) dưới đây:

(1a)



Một hợp chất đổi màu theo ánh sáng khác nữa theo sáng chế, mà trong đó nhóm silan treo có công thức chung (II), có công thức chung (17) dưới đây:

(17)



trong đó t là 0, y là 3, m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, R^a là -CH₂CH₂-, và L là một liên kết.

Phần tử thể đổi màu theo ánh sáng của hợp chất đổi màu theo ánh sáng của sáng chế này được chọn từ pyran đổi màu theo ánh sáng (trong đó có spiropyran đổi màu theo ánh sáng), các oxazin đổi màu theo ánh sáng (trong đó có spiro-oxazin), fulgit đổi màu theo ánh sáng, và các tổ hợp (ví dụ, các hỗn hợp) của từ hai trong số chúng trở lên.

Các ví dụ về các pyran đổi màu theo ánh sáng, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở: benzopyran; naphtopyran, ví dụ, naphtol [1,2-b]pyran, naphto[2,1-b]pyran; indenonaphtopyran, như những loại được bộc lộ trong Patent Mỹ số 5,645,767 ở cột 2, dòng 16 đến cột 12, dòng 57; các naphtopyran được ngưng tụ dị vòng, như những loại được bộc lộ trong Patent Mỹ số 5,723,072 ở cột 2, dòng 27 đến cột 15, dòng 55; Patent Mỹ số 5,698,141 ở cột 2, dòng 11 đến cột 19, dòng 45, Patent Mỹ số 6,153,126 ở cột 2, dòng 26 đến cột 8, dòng 60, và Patent Mỹ số 6,022,497 ở cột 2, dòng 21 đến cột 11, dòng 46, những phần bộc lộ này thì được đưa vào đây bằng cách viện dẫn; spiro-9-floreno[1,2-

b]pyran; các phenantropyran; quinolinopyran; floanthenopyran; và các spiropyran, ví dụ, spiro(benzindolin)naphtopyran, spiro(indolin)benzopyran, spiro(indolin)naphtopyran và spiro(indolin)pyran. Các ví dụ khác nữa về các naphtopyran, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, những loại được mô tả trong Patent Mỹ số 5,658,501 ở cột 1, dòng 64 đến cột 13, dòng 17, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây. Các spiro(indolin)pyran thì cũng được mô tả trong văn bản, Techniques in Chemistry, quyển III, "Photochromism", chương 3, Glenn H. Brown, tác giả biên tập, John Wiley và Sons, Inc., New York, 1971.

Các ví dụ về oxazin đổi màu theo ánh sáng bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, benzoxazin; naphtoxazin; và spiro-oxazin, ví dụ, spiro(indolin)naphtoxazin, spiro(indolin)pyridobenzoxazin, spiro(benzindolin)pyridobenzoxazin, spiro(benzindolin)naphtoxazin, spiro(indolin)benzoxazin, spiro(indolin)floranthnoxazin, và spiro(indolin)quinoxazin.

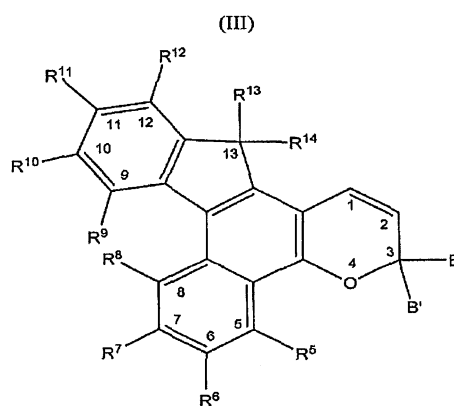
Các ví dụ về các fulgit đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, những fulgit mà được bộc lộ trong Patent Mỹ số 4,685,783 ở cột 1, dòng 57 đến cột 5, dòng 27, phần bộc lộ của tài liệu này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây.

Phần tử thể đổi màu theo ánh sáng của chất liệu đổi màu theo ánh sáng và các hợp chất theo sáng chế, có thể bao gồm các tổ hợp (ví dụ, các hỗn hợp) của hai hoặc nhiều phần tử bất kỳ trong số những nhóm này và các ví dụ về các gốc/các phần tử thể đổi màu theo ánh sáng được mô tả trên đây.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, phần tử thể đổi màu theo ánh sáng của hợp chất đổi màu theo ánh sáng là được chọn từ một hoặc nhiều naphtopyran được ngưng tụ indeno. Ít nhất một vị trí của naphtopyran được ngưng tụ indeno có nhóm silan treo có các công thức (I) và/hoặc (II) được liên kết vào đó. (Cần phải hiểu rằng vì các mục đích của sáng chế, nên ít nhất một nhóm silan treo có thể được liên kết trực tiếp vào phần tử thể đổi màu theo ánh sáng "lõi" hoặc được liên kết vào phần tử thể mà được liên kết trực tiếp vào phần tử thể đổi màu theo ánh sáng lõi như được mô tả chi tiết hơn dưới đây). Như sẽ được bàn chi tiết hơn trong tài liệu này, naphtopyran được ngưng tụ indeno thường có 10 đến 12 vị trí sẵn có mà nhóm silan treo có thể được liên kết vào, hai trong

số 10 đến 12 vị trí sẵn có của naphtopyran được ngưng tụ indeno có thể có hai nhóm silan treo được liên kết vào đó. Trong khi tất cả các vị trí sẵn có của naphtopyran được ngưng tụ indeno có thể có nhóm silan treo có các công thức (I) và/hoặc (II) được liên kết vào đó, thông thường là ít nhất một và ít hơn tất cả các vị trí sẵn có của naphtopyran được ngưng tụ indeno có nhóm silan treo được liên kết vào đó. Theo một phương án, naphtopyran được ngưng tụ indeno có 1 hoặc 2 nhóm silan treo có các công thức (I) và/hoặc (II) được liên kết vào đó.

Theo một phương án, chất liệu đổi màu theo ánh sáng bao gồm, ở dạng phân tử thể đổi màu theo ánh sáng của hợp chất đổi màu theo ánh sáng, một naphtopyran được ngưng tụ indeno, ví dụ, như có công thức chung (III) dưới đây, mà trong đó các nguyên tử vòng được đánh số như được thể hiện,



Các nhóm B và B' của naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức chung (III) thì mỗi nhóm được độc lập chọn từ các nhóm thơm được thế và không được thế, và nhóm dị vòng thơm được thế và nhóm dị vòng thơm không được thế, hoặc B và B' kết hợp lại để tạo floren-9-yliden được thế hoặc không được thế.

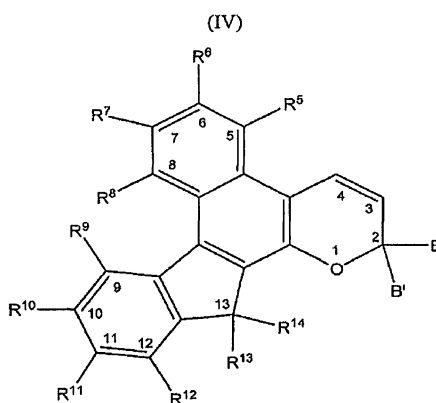
Naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức chung (III) có ít nhất một nhóm silan treo có công thức (I) và/hoặc công thức (II) được liên kết vào đó. Như được thảo luận trên đây trong bản mô tả này, mỗi nhóm B và B' của naphtopyran được ngưng tụ indeno được độc lập chọn từ các nhóm thơm, các nhóm thơm dị vòng, hoặc cùng nhau tạo nhóm floren-9-yliden. Có như vậy, (các) nhóm silan treo có thể được mô tả là: (i) được liên kết vào nhóm B và/hoặc nhóm B'; hoặc (ii) nhóm liên kết hóa trị hai L của nhóm silan treo bao gồm gốc floren-9-yliden hoặc gốc thơm dị vòng hoặc gốc thơm hóa trị hai

mà được liên kết trực tiếp vào vị trí 3 của naphthopyran được ngưng tụ indeno có công thức chung (III).

Như được đề cập trên đây, ít nhất một nhóm silan treo có thể được liên kết trực tiếp vào naphthopyran được ngưng tụ indeno ở các vị trí được ghi số trong công thức chung (III), và/hoặc ít nhất một nhóm silan treo có thể được liên kết, khi áp dụng được, vào một trong các phần tử thế (ví dụ R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} hoặc R^{12}) mà được liên kết trực tiếp vào naphthopyran được ngưng tụ indeno.

Trong khi các naphthopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo (ví dụ, 1 hoặc 2 nhóm silan treo) có các công thức chung (I) và/hoặc (II), mỗi vị trí 1 và 2 của indeno-naphthopyran, ví dụ, có công thức chung (III), thì thường không có nhóm silan treo được liên kết vào đó. Với các naphthopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế, ví dụ, như có công thức chung (III): (a) ít nhất một phần tử trong số R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} , R^{12} , R^{13} và R^{14} là nhóm silan treo có công thức (I) và/hoặc công thức (II), như được mô tả trên đây trong tài liệu này; và/hoặc (b) ít nhất một phần tử trong số B và B' liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo có công thức chung (I) và/hoặc công thức chung (II).

Naphthopyran được ngưng tụ indeno có công thức chung (III) có thể được gọi là indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Indeno-naphthopyran có thể được chọn từ một hoặc nhiều indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức chung (III), và/hoặc một hoặc nhiều indeno[1',2':4,3]naphto[2,1-b]pyran có công thức chung (IV) dưới đây, mà trong đó các nguyên tử vòng được đánh số như được thể hiện:



(R^5 đến R^{14} , các nhóm B và B' của indeno[1',2':4,3]naphto[2,1-b]pyran có công thức chung (IV) dưới đây thì mỗi nhóm là như được mô tả ở đây liên quan đến

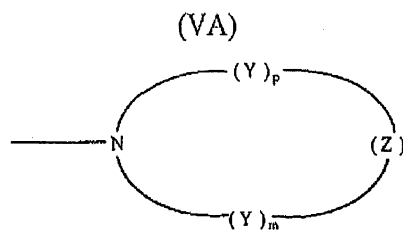
indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức chung (III). Trong khi các naphtopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo (ví dụ, 1 hoặc 2 nhóm silan treo) có các công thức chung (I) và/hoặc (II), các vị trí 3 và 4 của indeno[1',2':4,3]naphto[2,1-b]pyran có công thức chung (IV) thì mỗi vị trí thường không có nhóm silan treo được liên kết vào đó.

Trong khi indeno-naphtopyran có thể được chọn từ một hoặc nhiều indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức chung (III), và/hoặc một hoặc nhiều indeno[1',2':4,3]naphto[2,1-b]pyran có công thức chung-(IV), nó thường được chọn từ indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức chung (III).

Với các naphtopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế, ví dụ, như có các công thức chung (III) và/hoặc (IV), mỗi R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} và R^{12} có thể được độc lập chọn trong mỗi trường hợp từ: phần tử thế dễ phản ứng; phần tử thế làm tương hợp; hydro; flo; clo; C_1 - C_6 alkyl; C_3 - C_7 xycloalkyl; phenyl được thế hoặc không được thế; - OR_{10}' hoặc $-OC(=O)R_{10}'$, trong đó R_{10}' là hydro, C_1 - C_6 alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkoxy, (C_1 - C_6)alkoxy(C_2 - C_4)alkyl, C_3 - C_7 xycloalkyl, hoặc C_3 - C_7 xycloalkyl được thế mono(C_1 - C_4)alkyl. Các phần tử thế phenyl (tức là, các phần tử thế của phenyl được thế) có thể được chọn từ hydroxyl, halogen, carbonyl, C_1 - C_6 alkoxycarbonyl, xyano, halo(C_1 - C_6)alkyl, C_1 - C_6 alkyl hoặc C_1 - C_6 alkoxy.

Theo cách khác hoặc ngoài các nhóm và ví dụ được trích dẫn trên đây ra, mỗi R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} và R^{12} có thể được độc lập chọn trong mỗi trường hợp từ: - $N(R_{11}')R_{12}'$, trong đó mỗi R_{11}' và R_{12}' độc lập là hydro, C_1 - C_8 alkyl, phenyl, naphtyl, furanyl, benzofuran-2-yl, benzofuran-3-yl, thienyl, benzothien-2-yl, benzothien-3-yl, dibenzofuranyl, dibenzothienyl, benzopyridyl, florenyl, C_1 - C_8 alkylaryl, C_3 - C_{20} xycloalkyl, C_4 - C_{20} bixycloalkyl, C_5 - C_{20} trixycloalkyl hoặc C_1 - C_{20} alkoxyalkyl, trong đó nhóm aryl đã nêu là phenyl hoặc naphtyl, hoặc R_{11}' và R_{12}' kết hợp với nguyên tử nitơ để tạo vòng C_3 - C_{20} hetero-bixycloalkyl hoặc vòng C_4 - C_{20} hetero-trixycloalkyl.

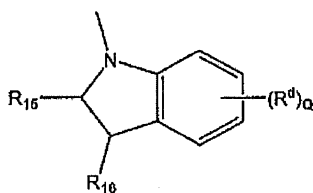
Mỗi nhóm R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} và R^{12} có thể được độc lập chọn trong mỗi trường hợp từ, phần tử thế dạng vòng chứa nguyên tử nitơ có công thức chung (hoặc cấu tạo) VA dưới đây:



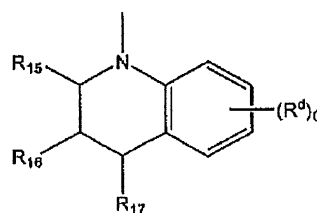
Với phân tử thể dạng vòng chứa nguyên tử nitơ có công thức chung VA, mỗi -Y- được độc lập chọn đối với mỗi lần xuất hiện từ $-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}(\text{R}_{13}')-$, $-\text{C}(\text{R}_{13}')_2$, $-\text{CH}(\text{aryl})-$, $-\text{C}(\text{aryl})_2$, và $-\text{C}(\text{R}_{13}')(\text{aryl})-$, và Z là -Y-, -O-, -S-, $-\text{S}(\text{O})-$, $-\text{SO}_2-$, $-\text{NH}-$, $-\text{N}(\text{R}_{13}')-$, hoặc $-\text{N}(\text{aryl})-$, trong đó mỗi R_{13}' độc lập là C_1 - C_6 alkyl, mỗi aryl độc lập là phenyl hoặc naphthyl, m là số nguyên 1, 2 hoặc 3, và p là số nguyên 0, 1, 2, hoặc 3 và với điều kiện là khi p là 0, thì Z là -Y-.

Ngoài ra, mỗi nhóm R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} và R^{12} có thể được độc lập chọn trong mỗi trường hợp từ phân tử thể dạng vòng chứa nguyên tử nitơ có công thức chung (VB) và/hoặc công thức chung (VC):

(VB)



(VC)



Đối với các phân tử thể dạng vòng chứa nguyên tử nitơ có các công thức chung (VB) và (VC), mỗi R_{15} , R_{16} , và R_{17} được độc lập chọn từ nguyên tử hydro, C_1 - C_6 alkyl, phenyl, hoặc naphthyl, hoặc các nhóm R_{15} và R_{16} cùng nhau tạo vòng gồm 5 đến 8 nguyên tử cacbon và mỗi R^d được độc lập chọn đối với mỗi lần xuất hiện từ C_1 - C_6 alkyl, C_1 - C_6 alkoxy, flo hoặc clo, và Q là số nguyên 0, 1, 2, hoặc 3.

Mỗi nhóm R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} và R^{12} cũng có thể được độc lập chọn trong mỗi trường hợp từ C_4 - C_{18} amin hai vòng xoắn không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần, hoặc C_4 - C_{18} amin ba vòng xoắn không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần. Các phân tử thể của các amin hai vòng xoắn và các amin ba vòng xoắn có thể được độc lập chọn trong mỗi trường hợp từ aryl, C_1 - C_6 alkyl, C_1 - C_6 alkoxy, hoặc phenyl(C_1 - C_6)alkyl.

Theo một phương án của sáng chế, R^6 và R^7 , của naphthopyran được ngưng tụ indeno, có thể cùng nhau tạo nhóm có công thức chung (VD) hoặc công thức chung (VE) dưới đây,



Với các nhóm có các công thức chung (VD) và (VE), mỗi T và T' độc lập là oxy hoặc nhóm $-NR_{11}-$, trong đó mỗi R_{11} , R_{15} , và R_{16} là như được nêu ra và được mô tả trên đây trong tài liệu này,

Mỗi nhóm R^{13} và R^{14} của naphthopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế, ví dụ, indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức chung (III), và/hoặc indeno[1',2':4,3]naphto[2,1-b]pyran có công thức chung-(IV), thì mỗi nhóm có thể được độc lập chọn từ: phần tử thế dễ phản ứng; phần tử thế làm tương hợp; hydro; hydroxy; C_1 - C_6 alkyl; hydroxy(C_1 - C_6)alkyl; C_3 - C_7 xycloalkyl; alyl; phenyl được thế hoặc không được thế; benzyl được thế hoặc không được thế; clo; flo; nhóm $-C(=O)W'$, trong đó W' là hydro, hydroxy, C_1 - C_6 alkyl, C_1 - C_6 alkoxy, các nhóm aryl, phenyl hoặc naphtyl không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần, phenoxy, phenoxy được thế mono(C_1 - C_6)alkoxy hoặc di(C_1 - C_6)alkoxy, amino, mono(C_1 - C_6)alkylamino, di(C_1 - C_6)alkylamino, phenylamino, phenylamino được thế mono-(C_1 - C_6)alkyl hoặc di-(C_1 - C_6)alkyl, hoặc phenylamino được thế mono-(C_1 - C_6)alkoxy hoặc di-(C_1 - C_6)alkoxy. Các phần tử thế nhóm phenyl, benzyl, hoặc aryl (ví dụ, các phần tử thế của các nhóm phenyl được thế, benzyl được thế và aryl được thế) thì mỗi nhóm được độc lập chọn từ C_1 - C_6 alkyl hoặc C_1 - C_6 alkoxy.

Mỗi nhóm R^{13} và R^{14} của naphthopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế này cũng có thể độc lập là nhóm $-OR_{18}$, mà trong đó R^{18} , được chọn từ C_1 - C_6 alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkoxy, C_1 - C_6 alkoxy(C_2 - C_4)alkyl, C_3 - C_7 xycloalkyl, C_3 - C_7 xycloalkyl được thế mono(C_1 - C_4)alkyl, C_1 - C_6 cloalkyl, C_1 - C_6 floalkyl, alyl, hoặc nhóm $-CH(R_{19})Y'$, trong đó R_{19} là nguyên tử hydro hoặc C_1 - C_3 alkyl và Y' là CN, CF_3 , hoặc $COOR_{20}$, trong đó R_{20} là nguyên tử hydro hoặc C_1 - C_3 alkyl, hoặc R_{18} là nhóm, -

$C(=O)W''$, trong đó W'' là hydro, C_1-C_6 alkyl, C_1-C_6 alkoxy, các nhóm aryl phenyl hoặc naphthyl không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần, phenoxy, phenoxy được thế mono- (C_1-C_6) alkyl hoặc di- (C_1-C_6) alkyl, phenoxy được thế mono- (C_1-C_6) alkoxy hoặc di- (C_1-C_6) alkoxy, amino, mono- (C_1-C_6) alkylamino, di- (C_1-C_6) alkylamino, phenylamino, phenylamino được thế mono- (C_1-C_6) alkyl hoặc di- (C_1-C_6) alkyl, hoặc phenylamino được thế mono- (C_1-C_6) alkoxy hoặc di- (C_1-C_6) alkoxy. Các phần tử thế nhóm phenyl, benzyl hoặc aryl (ví dụ, các phần tử thế của các nhóm phenyl được thế, benzyl được thế và aryl được thế) thì mỗi nhóm được độc lập chọn từ C_1-C_6 alkyl hoặc C_1-C_6 alkoxy.

Mỗi nhóm R^{13} và R^{14} của naphtopyran được ngưng tụ indeno của sáng chế cũng có thể độc lập là phenyl được thế một lần, mà trong đó phenyl có phần tử thế nằm ở vị trí para của nó. Phần tử thế của phenyl được thế một lần có thể là: gốc axit dicarboxylic hoặc dẫn xuất của chúng, gốc diamin hoặc dẫn xuất của chúng, gốc rượu amino hoặc dẫn xuất của chúng, gốc polyol hoặc dẫn xuất của chúng, $-CH_2-$, $-(CH_2)_t-$, hoặc $-[O-(CH_2)_t]_k-$, mà trong đó (t) được chọn từ số nguyên là 2, 3, 4, 5 hoặc 6, và k là số nguyên được chọn từ 1 đến 50. Phần tử thế của phenyl được thế một lần được nối kết vào nhóm aryl trên một chất liệu đổi màu theo ánh sáng khác.

Theo cách khác, và R^{13} và R^{14} có thể cùng nhau tạo nhóm oxo, nhóm vòng cacbon xoắn chứa 3 đến 6 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm dị vòng-xoắn chứa 1 đến 2 nguyên tử oxy và 3 đến 6 nguyên tử cacbon trong đó có nguyên tử cacbon xoắn. Các nhóm vòng cacbon xoắn và dị vòng-xoắn được kết vòng với 0, 1 hoặc 2 vòng benzen.

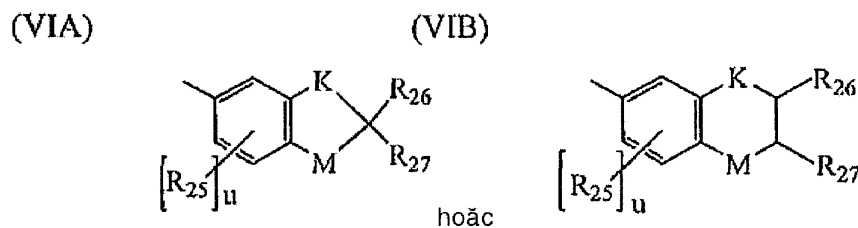
Các nhóm B và B' của naphtopyran được ngưng tụ indeno của sáng chế thì mỗi nhóm có thể được độc lập chọn từ: phenyl được thế; aryl được thế; 9-julolidinyl được thế; nhóm dị vòng thơm được thế được chọn từ pyridyl, furanyl, benzofuran-2-yl, benzofuran-3-yl, thienyl, benzothien-2-yl, benzothien-3-yl, dibenzofuranyl, dibenzothienyl, carbazoyl, benzopyridyl, indoliny, và florenyl, trong đó phần tử thế phenyl, aryl, 9-julolidinyl, hoặc phần tử thế thơm dị vòng là phần tử thế dễ phản ứng R; nhóm aryl hoặc phenyl không được thế, được thế một lần, được thế hai lần hoặc được thế ba lần; 9-julolidinyl; hoặc nhóm dị vòng thơm không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần được chọn từ pyridyl, furanyl, benzofuran-2-yl, benzofuran-3-yl, thienyl, benzothien-

2-yl, benzothien-3-yl, dibenzofuranyl, dibenzothienyl, carbazoyl, benzopyridyl, indolinyll và florenyl.

Các phần tử thế phenyl, aryl và phần tử thế thơm dị vòng (tức là, các phần tử thế của nhóm aryl, phenyl được thế và nhóm dị vòng thơm) của các nhóm B và B' thì mỗi nhóm có thể được độc lập chọn từ: hydroxyl, nhóm $-C(=O)R_{21}$, trong đó R_{21} là $-OR_{22}$, $-N(R_{23})R_{24}$, piperidino, hoặc morpholino, trong đó R_{22} là alyl, C_1 - C_6 alkyl, phenyl, phenyl được thế mono(C_1 - C_6)alkyl, phenyl được thế mono(C_1 - C_6)alkoxy, phenyl(C_1 - C_3)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkoxy, C_1 - C_6 alkoxy(C_2 - C_4)alkyl hoặc C_1 - C_6 haloalkyl, mỗi R_{23} và R_{24} độc lập là C_1 - C_6 alkyl, C_5 - C_7 xycloalkyl, phenyl hoặc phenyl được thế, các phần tử thế phenyl là C_1 - C_6 alkyl hoặc C_1 - C_6 alkoxy, và phần tử thế halo đã nêu là clo hoặc flo, aryl, mono(C_1 - C_{12})alkoxyaryl, di(C_1 - C_{12})alkoxyaryl, mono(C_1 - C_{12})alkylaryl, di(C_1 - C_{12})alkylaryl, haloaryl, C_3 - C_7 xycloalkylaryl, C_3 - C_7 xycloalkyl, C_3 - C_7 xycloalkyloxy, C_3 - C_7 xycloalkyloxy(C_1 - C_{12})alkyl, C_3 - C_7 xycloalkyloxy(C_1 - C_{12})alkoxy, aryl(C_1 - C_{12})alkyl, aryl(C_1 - C_{12})alkoxy, aryloxy, aryloxy(C_1 - C_{12})alkyl, aryloxy(C_1 - C_{12})alkoxy, mono(C_1 - C_{12})alkylaryl(C_1 - C_{12})alkyl hoặc di(C_1 - C_{12})alkylaryl(C_1 - C_{12})alkyl, mono(C_1 - C_{12})alkoxyaryl(C_1 - C_{12})alkyl hoặc di(C_1 - C_{12})alkoxyaryl(C_1 - C_{12})alkyl, mono(C_1 - C_{12})alkylaryl(C_1 - C_{12})alkoxy hoặc di(C_1 - C_{12})alkylaryl(C_1 - C_{12})alkoxy, mono(C_1 - C_{12})alkoxyaryl(C_1 - C_{12})alkoxy hoặc di(C_1 - C_{12})alkoxyaryl(C_1 - C_{12})alkoxy, amino, mono(C_1 - C_{12})alkylamino hoặc di(C_1 - C_{12})alkylamino, diarylamino, piperazino, N -(C_1 - C_{12})alkylpiperazino, N -arylpiperazino, aziridino, indolino, piperidino, morpholino, thiomorpholino, tetrahydroquinolino, tetrahydroisoquinolino, pyrrolidyl, C_1 - C_{12} alkyl, C_1 - C_{12} haloalkyl, C_1 - C_{12} alkoxy, mono(C_1 - C_{12})alkoxy(C_1 - C_{12})alkyl, acryloxy, metacryloxy hoặc halogen.

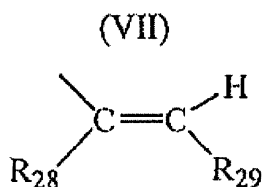
Mỗi nhóm B và B' cũng có thể độc lập là nhóm không được thế hoặc được thế một lần được chọn từ pyrazolyl, imidazolyl, pyrazolinyll, imidazolinyll, pyrolinyll, phenothiazinyll, phenoxazinyll, phenazinyll và acridinyll. Các phần tử thế của những nhóm được thế một lần này thì mỗi nhóm được độc lập chọn từ C_1 - C_{12} alkyl, C_1 - C_{12} alkoxy, phenyl hoặc halogen.

Ngoài ra, mỗi nhóm B và B' được độc lập chọn từ nhóm có các công thức chung (VIA) hoặc (VIB) dưới đây,



Một cách độc lập là, với mỗi công thức trong các công thức chung (VIA) và (VIB), thì K là -CH₂- hoặc -O-, và M là -O- hoặc nitơ được thế, với điều kiện là khi M là nitơ được thế, thì K là -CH₂-. Các phần tử thế nitơ được thế là hydro, C₁-C₁₂ alkyl, hoặc C₁-C₁₂ axyl. Mỗi R₂₅ được độc lập chọn đối với mỗi lần xuất hiện từ C₁-C₁₂ alkyl, C₁-C₁₂ alkoxy, hydroxy và halogen, và mỗi u độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 2. Mỗi nhóm R₂₆ và R₂₇ độc lập là nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl.

Mỗi nhóm B và B' có thể độc lập là nhóm có công thức chung (VII) dưới đây,



Với nhóm có công thức chung (VII), R₂₈ là nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl, và R₂₉ là nhóm không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần được chọn từ naphthyl, phenyl, furanyl và thienyl. Mỗi phần tử thế của naphthyl, phenyl, furanyl và thienyl được thế một lần hoặc được thế hai lần, trong mỗi trường hợp được độc lập chọn từ C₁-C₁₂ alkyl, C₁-C₁₂ alkoxy hoặc halogen.

Các nhóm B và B' có thể cùng nhau tạo ra một thành viên được chọn từ, floren-9-yliden, floren-9-yliden được thế một lần, hoặc floren-9-yliden được thế hai lần. Các phần tử thế của floren-9-yliden được thế một lần, và floren-9-yliden được thế hai lần có thể được độc lập chọn trong mỗi trường hợp từ C₁-C₁₂ alkyl, C₁-C₁₂ alkoxy hoặc halogen.

Như được thảo luận trên đây trong tài liệu này, các naphthopyran được ngưng tụ indeno của chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, ví dụ, như có các công thức chung (III) và/hoặc (IV): (a) ít nhất một phần tử trong số R⁵, R⁶, R⁷, R⁸, R⁹, R¹⁰, R¹¹, R¹²,

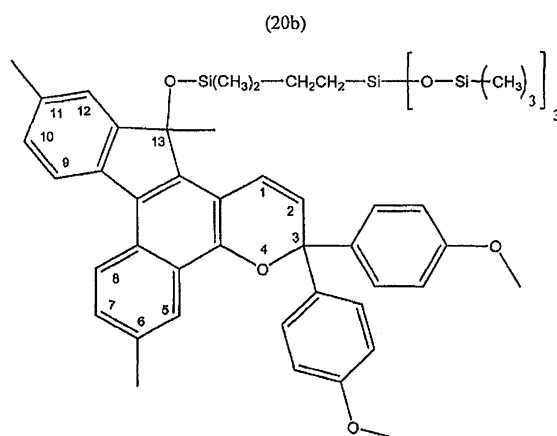
R^{13} và R^{14} là nhóm silan treo có công thức (I) và/hoặc công thức (II), như được mô tả trên đây trong tài liệu này; và/hoặc (b) ít nhất một phần tử trong số B và B' liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo có công thức (I) và/hoặc công thức (II). Thông thường, ít nhất một và, đồng thời, ít hơn tất cả các vị trí sẵn có của naphthopyran được ngưng tụ indeno có nhóm silan treo được liên kết vào đó. Theo một phương án, ví dụ, naphthopyran được ngưng tụ indeno của chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế liên kết vào đó 1 hoặc 2 nhóm silan treo có công thức (I) và/hoặc công thức (II).

Theo một phương án, với naphthopyran được ngưng tụ indeno của chất liệu đổi màu theo ánh sáng của sáng chế: (i) ít nhất một phần tử trong số R_{11} , R_{13} và R_{14} là nhóm silan treo có các công thức (I) và/hoặc (II); và/hoặc (ii) ít nhất một phần tử trong số B và B' liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo, có các công thức (I) và/hoặc (II). Naphthopyran được ngưng tụ indeno thường liên kết vào đó 1 hoặc 2 nhóm silan treo như vậy,

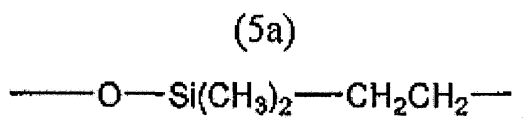
Theo một phương án cụ thể, naphthopyran được ngưng tụ indeno liên kết vào đó một (tức là, đơn lẻ) nhóm silan treo có công thức chung (I) hoặc (II). Cụ thể hơn, với naphthopyran được ngưng tụ indeno của phương án này: nhóm R^{11} là nhóm silan treo; mỗi R^5 , R^8 , R^9 , R^{10} và R^{12} là nguyên tử hydro; mỗi R^6 và R^7 được độc lập chọn từ nguyên tử hydro, C_1 - C_6 alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và $-OR_{10'}$ trong đó $R_{10'}$ là C_1 - C_6 alkyl; mỗi R^{13} và R^{14} được độc lập chọn từ C_1 - C_6 alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và C_3 - C_7 xycloalkyl; và mỗi B và B' được độc lập chọn từ aryl được thế bằng C_1 - C_6 alkoxy và aryl được thế bằng morpholino.

Theo một phương án khác nữa, naphthopyran được ngưng tụ indeno liên kết vào đó một (tức là, đơn lẻ) nhóm silan treo có công thức chung (I) hoặc (II), và, cụ thể là, nhóm R^{13} của chúng là nhóm silan treo. Các nhóm còn lại của naphthopyran được ngưng tụ indeno, mà trong đó R^{13} là nhóm silan treo được mô tả như sau: mỗi R^5 , R^8 , R^9 , R^{10} và R^{12} là nguyên tử hydro; mỗi R^6 và R^7 được độc lập chọn từ nguyên tử hydro, C_1 - C_6 alkyl, và $-OR_{10'}$ trong đó $R_{10'}$ là C_1 - C_6 alkyl, R^{11} được chọn từ nguyên tử hydro, halogen (ví dụ, flo, clo, brom hoặc iot), và C_1 - C_6 alkyl; R^{14} được chọn từ C_1 - C_6 alkyl, và C_3 - C_7 xycloalkyl; và mỗi B và B' được độc lập chọn từ aryl được thế bằng C_1 - C_6 alkoxy, và aryl được thế bằng morpholino.

Một ví dụ không giới hạn của naphtopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế mà trong đó nhóm R^{13} là nhóm silan treo, như được mô tả trên đây, có công thức chung 20b dưới đây.

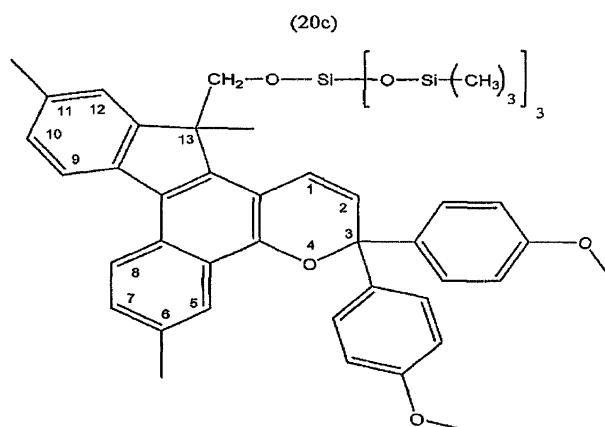


Trong công thức chung (20b), nhóm R^{13} là nhóm silan treo có công thức chung (I) mà trong đó, m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R_1 là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (5a),

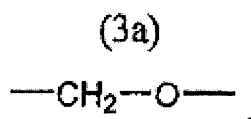


Liên quan đến công thức chung (20b), mỗi R^5 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} và R^{12} là nguyên tử hydro; mỗi R^6 , R^{11} và R^{14} là metyl; và mỗi B và B' là nhóm phenyl được thế bằng nhóm metoxy.

Một ví dụ khác nữa về naphtopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế mà trong đó nhóm R^{13} là nhóm silan treo, như được mô tả trên đây, có công thức chung 20c dưới đây.

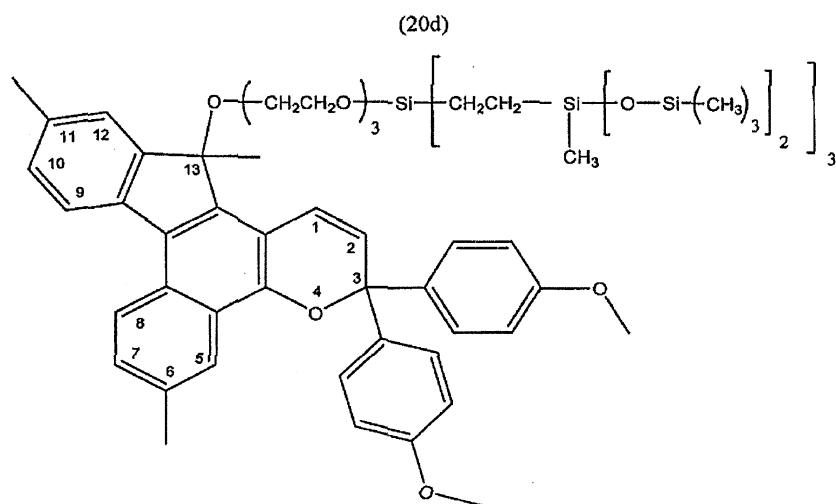


Trong công thức chung (20b), nhóm R^{13} là nhóm silan treo có công thức chung (I) mà trong đó, m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R_1 là methyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (3a),

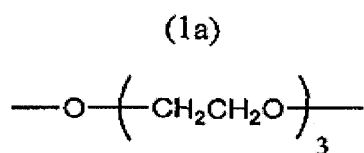


Cũng liên quan đến công thức chung (20c), mỗi R^5 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} và R^{12} là nguyên tử hydro; mỗi R^6 , R^{11} và R^{14} là methyl; và mỗi B và B' là nhóm phenyl được thế bằng nhóm metoxy.

Một ví dụ không giới hạn khác về naphtopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế mà trong đó nhóm R^{13} là nhóm silan treo, như được mô tả trên đây, có công thức chung 20d dưới đây.



Trong công thức chung (20d), nhóm R^{13} là nhóm silan treo có công thức chung (II) mà trong đó, t là 0, y là 3, m là 1, n là 2, Z là Si, R là methyl, mỗi R_1 là methyl, R^a là $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (1a),

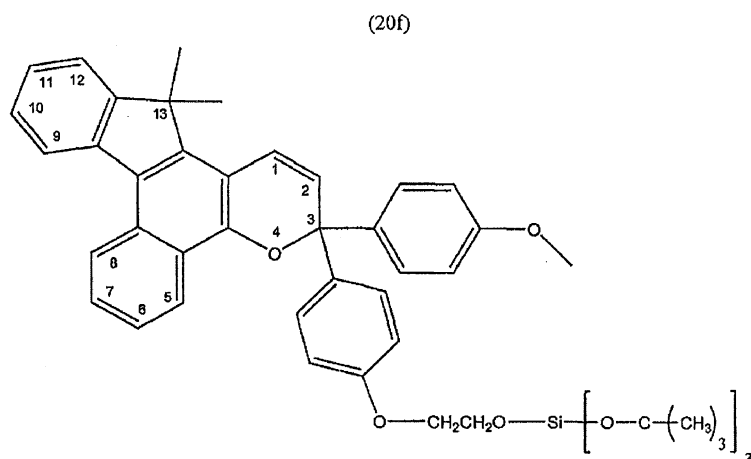


Cũng liên quan đến công thức chung (20d), mỗi R^5 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} và R^{12} là nguyên tử hydro; mỗi R^6 , R^{11} và R^{14} là methyl; và mỗi B và B' là nhóm phenyl được thế bằng nhóm metoxy.

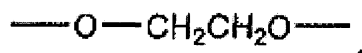
Theo một phương án của sáng chế, naphthopyran được ngưng tụ indeno liên kết vào đó một (tức là, đơn lẻ) nhóm silan treo có công thức chung (I) hoặc (II), và cụ thể, B hoặc B' có nhóm silan treo được liên kết vào đó.

Liên quan đến phương án cụ thể này, các nhóm khác nhau của naphthopyran được ngưng tụ indeno, mà trong đó B hoặc B' có nhóm silan treo được liên kết vào đó được mô tả như sau: mỗi R^5 , R^8 , R^9 , R^{10} và R^{12} là nguyên tử hydro; mỗi R^6 và R^7 được độc lập chọn từ nguyên tử hydro, halogen, C_1 - C_6 alkyl, và $-OR_{10'}$ trong đó $R_{10'}$ là C_1 - C_6 alkyl, R^{11} được chọn từ nguyên tử hydro, halogen, và C_1 - C_6 alkyl; mỗi R^{13} và R^{14} được độc lập chọn từ C_1 - C_6 alkyl, và C_3 - C_7 xycloalkyl; và mỗi B và B' được độc lập chọn từ aryl, aryl được thế bằng C_1 - C_6 alkoxy, aryl được thế bằng morpholino và aryl được thế bằng piperidiny. Một ví dụ không giới hạn khác nữa của naphthopyran được ngưng tụ indeno

theo sáng chế mà trong đó B hoặc B' có nhóm silan treo được liên kết vào đó, như được mô tả trên đây, có công thức chung 20f dưới đây.



Trong công thức chung (20f), nhóm B (hoặc phần tử thế) liên kết vào đó nhóm silan treo có công thức chung (I) mà trong đó, m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R_1 là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung dưới đây,

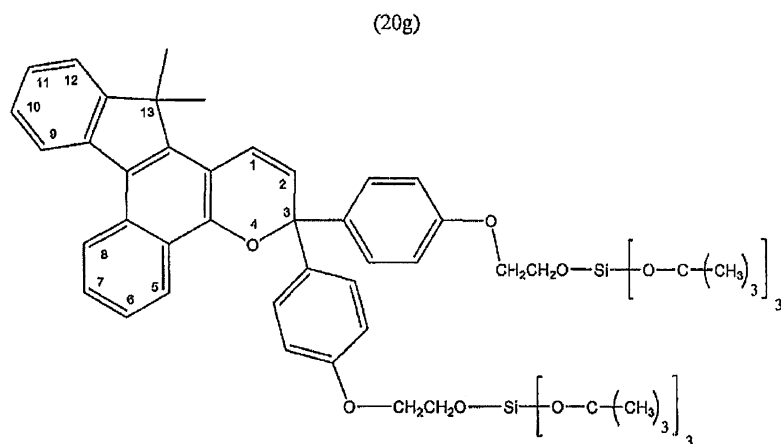


Cũng liên quan đến công thức chung (20f), mỗi R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} và R^{12} là nguyên tử hydro; mỗi R^{13} và R^{14} là metyl; B' là nhóm phenyl được thế bằng nhóm metoxy; và B là nhóm phenyl. Nhóm silan treo có công thức chung (I) được liên kết vào nhóm piperidiny của phenyl được thế piperidiny là nhóm B theo phương án cụ thể này.

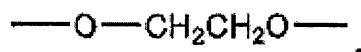
Theo một phương án của sáng chế, naphtopyran được ngưng tụ indeno liên kết vào đó hai nhóm silan treo có công thức chung (I) hoặc (II), và cụ thể, mỗi B và B' có nhóm silan treo được liên kết vào đó,

Liên quan đến phương án cụ thể này, các nhóm khác nhau của naphtopyran được ngưng tụ indeno, mà trong đó mỗi B và B' có nhóm silan treo được liên kết vào đó được mô tả như sau: mỗi R^5 , R^8 , R^9 , R^{10} và R^{12} là nguyên tử hydro; mỗi R^6 và R^7 được độc lập chọn từ nguyên tử hydro, halogen, C_1 - C_6 alkyl, và $-OR_{10'}$ trong đó $R_{10'}$ là C_1 - C_6 alkyl; R^{11} được chọn từ nguyên tử hydro, halogen (ví dụ, flo, clo, brom hoặc iot), và C_1 - C_6 alkyl; mỗi R^{13} và R^{14} được độc lập chọn từ C_1 - C_6 alkyl, và C_3 - C_7 xycloalkyl; và mỗi B và B' được độc lập chọn từ aryl, aryl được thế bằng C_1 - C_6 alkoxy, aryl được thế bằng morpholino và aryl được thế bằng piperidinyl.

Một ví dụ không giới hạn về naphtopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế mà trong đó mỗi B và B' có nhóm silan treo được liên kết vào đó, như được mô tả trên đây, có công thức chung 20g dưới đây.



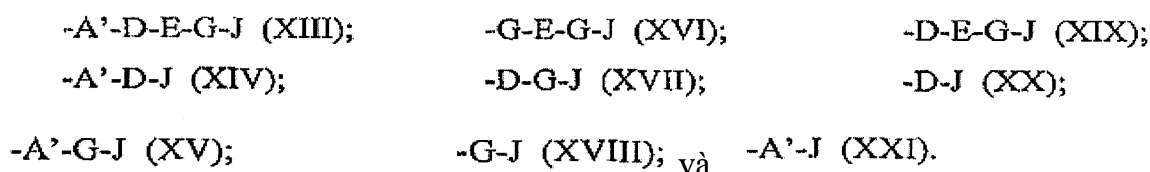
Trong công thức chung (20g), mỗi B và B' liên kết vào đó nhóm silan treo có công thức chung (I) mà trong đó và trong mỗi trường hợp, m là 0, n là 3, Z là Si, mỗi R_1 là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung dưới đây,



Cũng liên quan đến công thức chung (20g), mỗi R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} và R^{12} là nguyên tử hydro; mỗi R^{13} và R^{14} là metyl; mỗi B và B' là nhóm phenyl. Mỗi nhóm silan treo có công thức chung (I) được liên kết vào nhóm phenyl của mỗi B và B'.

Như được thảo luận trên đây, các naphthopyran được ngưng tụ indeno theo sáng chế có thể bao gồm ít nhất một trong các phần tử thế dễ phản ứng và/hoặc phần tử thế làm tương hợp. Một hoặc nhiều phần tử bất kỳ trong số các nhóm từ R^5 đến R^{14} , B và B' của naphthopyran được ngưng tụ indeno (ví dụ, có các công thức chung-III và/hoặc -IV) có thể bao gồm ít nhất một trong các phần tử thế dễ phản ứng và/hoặc phần tử thế làm tương hợp. Nếu hợp chất đổi màu theo ánh sáng bao gồm nhiều phần tử thế dễ phản ứng và/hoặc nhiều phần tử thế làm tương hợp, thì mỗi phần tử thế dễ phản ứng và mỗi phần tử thế làm tương hợp có thể được độc lập lựa chọn.

Mỗi phần tử thế dễ phản ứng và phần tử thế làm tương hợp có thể được trình bày độc lập trong mỗi trường hợp bằng một trong số:

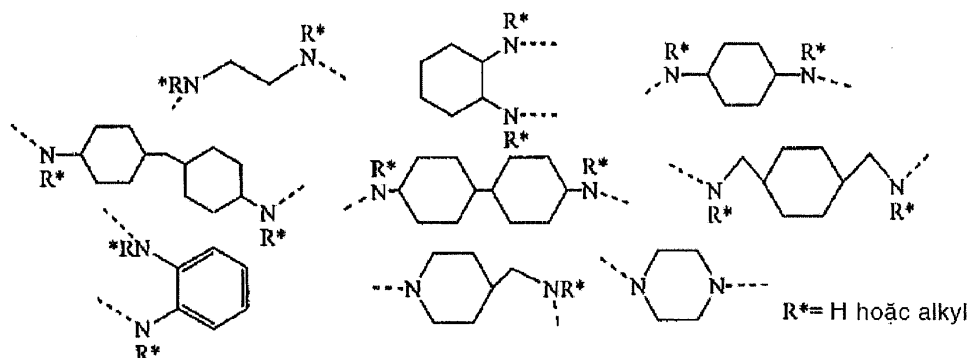


Với các công thức (XIII) đến (XXI), các ví dụ không giới hạn về các nhóm mà -A'- có thể đại diện theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây bao gồm -O-, -C(=O)-, -CH₂-, -OC(=O)- và -NHC(=O)-, với điều kiện là nếu -A'- là -O-, thì -A'- tạo ít nhất một liên kết với -J,

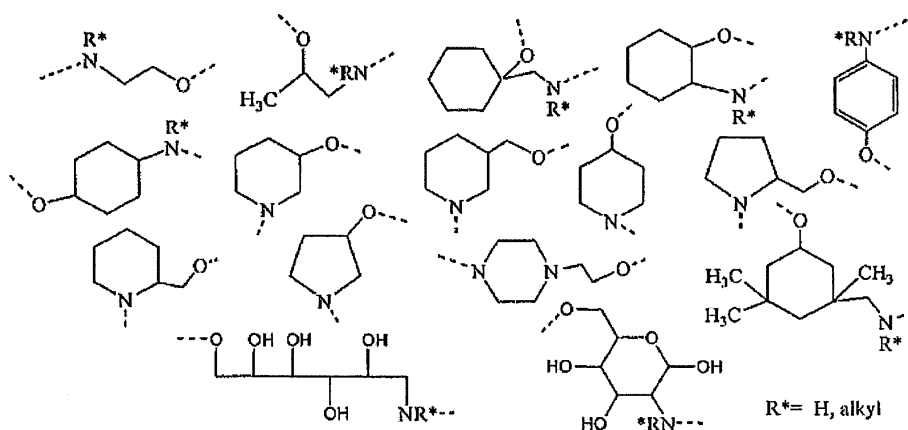
Các ví dụ không giới hạn về các nhóm mà -D- có thể đại diện theo các phương án không giới hạn khác nhau bao gồm gốc diamin hoặc dẫn xuất của chúng, trong đó nguyên tử nitơ amino thứ nhất của gốc diamin đã nêu có thể tạo liên kết với -A'-, nhóm có tác dụng mở rộng hệ liên hợp pi của naphthopyran được ngưng tụ indeno được liên kết ở vị trí 11 của nó, hoặc phần tử thế hoặc một vị trí sẵn có trên naphthopyran được ngưng tụ indeno, và nguyên tử nitơ amino thứ hai của gốc diamin đã nêu có thể tạo liên kết với -E-, -G- hoặc -J; và gốc rượu amino hoặc dẫn xuất của chúng, trong đó nguyên tử nitơ amino của gốc rượu amino đã nêu có thể tạo liên kết với -A'-, nhóm có tác dụng mở rộng hệ liên hợp pi của naphthopyran được ngưng tụ indeno được liên kết ở vị trí 11 của nó, hoặc phần tử thế hoặc một vị trí sẵn có trên naphthopyran được ngưng tụ indeno, và nguyên tử oxy rượu của gốc rượu amino đã nêu có thể tạo liên kết với -E-, -G- hoặc -J. Theo cách khác, theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây, nguyên tử nitơ amino của gốc rượu amino đã nêu có thể tạo liên kết với -E-, -G- hoặc -J, và oxy rượu đã nêu

của gốc rượu amino đã nêu có thể tạo liên kết với -A'-, nhóm có tác dụng mở rộng hệ liên hợp pi của naphthopyran được ngưng tụ indeno được liên kết ở vị trí 11 của nó, hoặc phân tử thể hoặc một vị trí sẵn có trên naphthopyran được ngưng tụ indeno.

Các ví dụ không giới hạn về các gốc diamin thích hợp mà -D- có thể đại diện bao gồm gốc diamin béo, gốc diamin béo vòng, gốc diazaxycloalkan, gốc amin azaxyclo béo, gốc diazacrown ete và gốc diamin thơm. Cụ thể hơn, các ví dụ không giới hạn và có tính minh họa về các gốc diamin mà có thể được sử dụng cùng với các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây bao gồm những loại sau:

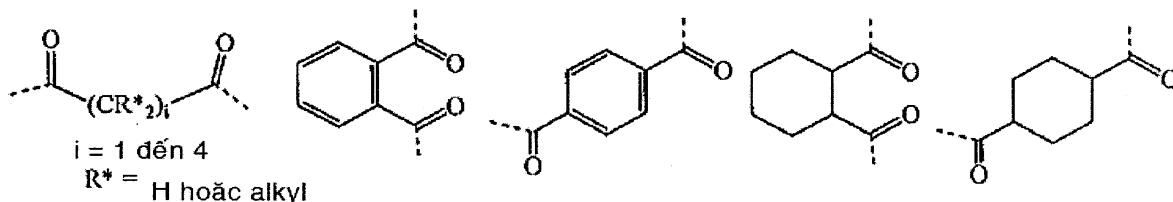


Các ví dụ không giới hạn về các gốc rượu amino thích hợp mà -D- có thể đại diện bao gồm gốc rượu amino béo, gốc rượu amino béo vòng, gốc rượu azaxyclo béo, gốc rượu diazaxyclo béo và gốc rượu amino thơm. Cụ thể hơn, các ví dụ không giới hạn và có tính minh họa về các gốc rượu amino mà có thể được sử dụng cùng với các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây bao gồm những loại sau:



Tiếp tục đề cập đến các công thức (XIII) đến (XXI) trên đây, theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây, -E- có thể đại diện cho gốc axit dicarboxylic hoặc dẫn xuất của chúng, trong đó nhóm carbonyl thứ nhất của gốc axit dicarboxylic đã

nêu có thể tạo liên kết với -G- hoặc -D-, và nhóm carbonyl thứ hai của gốc axit dicarboxylic đã nêu có thể tạo liên kết với -G-. Các ví dụ không giới hạn về các gốc axit dicarboxylic thích hợp mà -E- có thể đại diện cho bao gồm gốc axit dicarboxylic béo, gốc axit dicarboxylic vòng béo và gốc axit dicarboxylic thơm. Cụ thể hơn, các ví dụ không giới hạn và có tính minh họa về các gốc axit dicarboxylic mà có thể được sử dụng cùng với các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây bao gồm những loại sau:



Theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây, -G- có thể đại diện cho nhóm có công thức chung dưới đây:



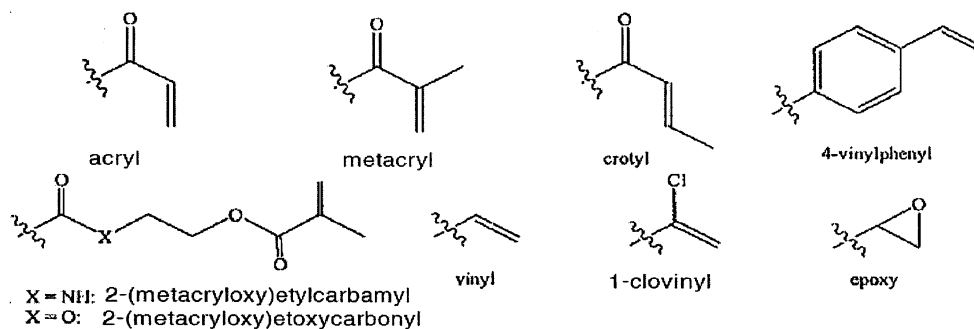
trong đó mỗi x, y và z được độc lập chọn và nằm trong khoảng từ 0 đến 50, và tổng của x, y, và z nằm trong khoảng từ 1 đến 50; gốc polyol hoặc dẫn xuất của chúng, trong đó nguyên tử oxy polyol thứ nhất của gốc polyol đã nêu có thể tạo liên kết với -A'-, -D-, -E-, hoặc phần tử thế hoặc một vị trí sẵn có trên naphthopyran được ngưng tụ indeno, và nguyên tử oxy rượu polyhydric thứ hai của polyol đã nêu có thể tạo liên kết với -E- hoặc -J; hoặc dạng kết hợp của chúng, trong đó oxy polyol thứ nhất của gốc polyol tạo liên kết với nhóm $-(OC_2H_4)_x(OC_3H_6)_y(OC_4H_8)_z-$ (tức là, để tạo nhóm $[(OC_2H_4)_x(OC_3H_6)_y(OC_4H_8)_z]-O-$), và oxy polyol thứ hai tạo liên kết với -E- hoặc -J. Các ví dụ không giới hạn về các gốc polyol thích hợp mà -G- có thể đại diện cho bao gồm gốc polyol béo, gốc polyol béo vòng và gốc polyol thơm.

Cụ thể hơn, các ví dụ không giới hạn và có tính minh họa về các rượu polyhydric mà từ đó các gốc polyol mà -G- có thể đại diện cho có thể được tạo ra theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây bao gồm (a) các rượu polyhydric trọng lượng phân tử thấp có trọng lượng phân tử trung bình nhỏ hơn 500, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, những loại được nêu trong Patent Mỹ số 6,555,028 ở cột 4, các dòng 48-50, và cột 4, dòng 55 đến cột 6, dòng 5, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây; (b) các rượu polyhydric polyeste, như, nhưng không chỉ giới hạn

ở, những loại được nêu trong Patent Mỹ số 6,555,028 ở cột 5, các dòng 7-33, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây; (c) các rượu polyhydric polyete, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, những loại được nêu trong Patent Mỹ số 6,555,028 ở cột 5, các dòng 34-50, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây; (d) các rượu polyhydric chứa amit, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, những loại được nêu trong Patent Mỹ số 6,555,028 ở cột 5, các dòng 51-62, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể; (e) các rượu polyhydric epoxy, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, những loại được nêu trong Patent Mỹ số 6,555,028 ở cột 5, dòng 63 đến cột 6, dòng 3, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây; (f) các rượu polyvinyllic polyhydric, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, những loại được nêu trong Patent Mỹ số 6,555,028 ở cột 6, các dòng 4-12, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây; (g) các rượu polyhydric uretan, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, những loại được nêu trong Patent Mỹ số 6,555,028 ở cột 6, các dòng 13-43, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây; (h) các rượu polyhydric polyacrylic, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, những loại được nêu trong Patent Mỹ số 6,555,028 ở cột 6, các dòng 43 đến cột 7, dòng 40, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây; (i) các rượu polyhydric polycarbonat, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, những loại được nêu trong Patent Mỹ số 6,555,028 ở cột 7, các dòng 41-55, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây; và (j) các hỗn hợp của những rượu polyhydric như vậy.

Cũng liên quan đến các công thức (XIII) đến (XXI), theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây, -J có thể đại diện cho nhóm -K, trong đó -K đại diện cho một nhóm như, nhưng không chỉ giới hạn ở, $-\text{CH}_2\text{COOH}$, $-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{COOH}$, $-\text{C}(\text{O})(\text{CH}_2)_w\text{COOH}$, $-\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{C}_5\text{H}_{10}\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{C}_4\text{H}_8\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{C}_3\text{H}_6\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{C}_2\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ và $-\text{SO}_3\text{H}$, trong đó “w” nằm trong khoảng từ 1 đến 18. Theo các phương án không giới hạn khác -J có thể đại diện cho hydro mà tạo liên kết với oxy hoặc nitơ của nhóm liên kết để tạo gốc có tính phản ứng như -OH hoặc -NH. Ví dụ, theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây, -J có thể đại diện cho hydro, với điều kiện là nếu -J đại diện cho hydro, thì -J được liên kết vào oxy của -D- hoặc -G-, hoặc nitơ của -D-.

Theo các phương án không giới hạn khác nữa, -J có thể đại diện cho nhóm -L hoặc gốc của nó, trong đó -L có thể đại diện cho gốc có tính phản ứng. Ví dụ, theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây -L có thể đại diện cho nhóm như, nhưng không chỉ giới hạn ở, acryl, metacryl, crotyl, 2-(metacryloxy)ethylcarbamyl, 2-(metacryloxy)etoxycarbonyl, 4-vinylphenyl, vinyl, 1-clovinyll hoặc epoxy, như được sử dụng trong bản mô tả này, các thuật ngữ acryl, metacryl, crotyl, 2-(metacryloxy)ethylcarbamyl, 2-(metacryloxy)etoxycarbonyl, 4-vinylphenyl, vinyl, 1-clovinyll, và epoxy chỉ các cấu trúc dưới đây:



Như được thảo luận trên đây, -G- có thể đại diện cho gốc của polyol, gốc này được xác định ở đây là bao gồm các carbohydrat chứa hydroxy, như những loại được nêu trong Patent Mỹ số 6,555,028 ở cột 4, dòng 56 đến cột 8, dòng 17, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây. Gốc polyol có thể được tạo ra, ví dụ và không có sự giới hạn ở đây, bằng phản ứng của một hoặc nhiều nhóm hydroxyl rượu polyhydric với tiền chất của -A'-, như axit carboxylic hoặc metylen halogenua, tiền chất của nhóm được polyalkoxy hóa, như polyalkylen glycol, hoặc phân tử thế hydroxyl của naphthopyran được ngưng tụ indeno. Rượu polyhydric có thể được trình bày bằng $q-(OH)_a$, và gốc của polyol có thể có công thức $-O-q-(OH)_{a-1}$, trong đó q là khung chính hoặc mạch chính của hợp chất polyhydroxy và "a" là ít nhất bằng 2.

Ngoài ra, như được thảo luận trên đây, một hoặc nhiều oxy polyol của -G- có thể tạo liên kết với -J (tức là, tạo nhóm -G-J). Ví dụ, mặc dầu không giới hạn ở đây, trong đó phân tử thế dễ phản ứng và/hoặc phân tử thế làm tương hợp bao gồm nhóm -G-f, nếu -G- đại diện cho gốc polyol và -J đại diện cho nhóm -K mà chứa nhóm kết thúc carboxyl, -G-J có thể được tạo ra bằng cách cho một hoặc nhiều nhóm hydroxyl rượu polyhydric phản ứng để tạo nhóm -K (ví dụ, như được bàn liên quan đến các phản ứng B và C ở cột 13,

dòng 22 đến cột 16, dòng 15 của Patent Mỹ số 6,555,028, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây) để tạo gốc polyol được carboxyl hóa, Theo cách khác, nếu -J đại diện cho nhóm -K mà chứa nhóm kết thúc sulfo hoặc sulfono, mặc dầu không giới hạn ở đây, -G-J có thể được tạo ra bằng phản ứng ngưng tụ axit một hoặc nhiều nhóm hydroxyl rượu polyhydric lần lượt với $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$; $\text{HOC}_5\text{H}_{10}\text{SO}_3\text{H}$; $\text{HOC}_4\text{H}_8\text{SO}_3\text{H}$; $\text{HOC}_3\text{H}_6\text{SO}_3\text{H}$; $\text{HOC}_2\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$; hoặc H_2SO_4 . Ngoài ra, mặc dầu không giới hạn ở đây, nếu -G- đại diện cho gốc polyol và -J đại diện cho nhóm -L được chọn từ acryl, metacryl, 2-(metacryloxy)etylcarbarnyl và epoxy, -L có thể được bổ sung bằng phản ứng ngưng tụ gốc polyol lần lượt với acryloyl clorua, metacryloyl clorua, 2-isoxyanatoetyl metacrylat hoặc epiclohydrin.

Các phương pháp tổng hợp các hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà bao gồm các naphthopyran được ngưng tụ indeno được mô tả ở đây liên quan đến các sơ đồ phản ứng tổng thể được tóm tắt và mô tả trong các Fig. từ 1 đến 12 của phần các hình vẽ. Liên quan đến Fig.1, có sự mô tả sơ đồ phản ứng dùng để điều chế các hợp chất 7H-benzo[C]florene-5-ol được thể, mà có thể được cho phản ứng thêm như được thể hiện tại Fig.2 để tạo naphthopyran được ngưng tụ indeno mà các nhóm silan treo có thể được liên kết vào đó có các công thức (I) và/hoặc (II) để tạo các hợp chất đổi màu theo ánh sáng của chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế.

Các sơ đồ phản ứng tổng hợp được mô tả trong các Fig.1-12 thì được trình bày vì mục đích minh họa, và như vậy không có ý làm hạn chế phạm vi của sáng chế.

Liên quan đến Fig.1, dung dịch của benzoyl clorua mà có thể có một hoặc nhiều phân tử thế γ , có công thức cấu tạo (a) trong Fig.1, và benzen, có công thức cấu tạo (b) trong Fig.1, chất này có thể có một hoặc nhiều phân tử thế γ^1 , trong metylen clorua được bổ sung vào bình phản ứng, các phân tử thế γ thích hợp bao gồm, ví dụ, các nhóm như được mô tả trên đây trong tài liệu này liên quan đến R^9 , R^{10} , R^{11} và R^{12} , tùy thuộc vào vị trí nào mà phân tử thế γ cụ thể được liên kết vào, hoặc tiền chất của nó (ví dụ, nhóm halogen mà sau đó có thể được thế bằng nhóm mà có thể được tùy ý cải biến thêm). Các phân tử thế γ^1 thích hợp bao gồm, ví dụ và không giới hạn, những nhóm như được mô tả trên đây trong tài liệu này liên quan đến R^5 , R^6 , R^7 và R^8 , tùy thuộc vào vị trí nào mà phân tử thế γ^1 cụ thể được liên kết vào, hoặc tiền chất của nó (ví dụ, nhóm halogen mà sau đó

có thể được thể bằng nhóm mà có thể được tùy ý cải biến thêm). Mỗi chỉ số dưới n và m có thể được độc lập chọn từ 0 đến 4.

Nhôm clorua khan xúc tác phản ứng axyl hóa Friedel-Crafts để đem lại benzophenon được thể tùy ý có công thức cấu tạo (c) trong Fig.1. Sau đó, chất liệu được cho phản ứng thông qua phản ứng Stobbe với dimetyl suxinat để tạo ra hỗn hợp của half-este, một trong những chất này có công thức cấu tạo (d) trong Fig.1. Sau đó half-este được cho phản ứng trong anhydrit axetic và toluen ở nhiệt độ cao để tạo ra, sau quá trình tái kết tinh, hỗn hợp gồm các hợp chất naphtalen được tùy ý thể, một trong những chất này có công thức cấu tạo (e) trong Fig.1. Sau đó, hỗn hợp gồm các hợp chất naphtalen được tùy ý thể được cho phản ứng với metyl magie clorua để tạo ra hỗn hợp gồm các hợp chất naphtalen được tùy ý thể, một trong những chất này có công thức cấu tạo (f) trong Fig.1. Sau đó, hỗn hợp gồm các hợp chất naphtalen được tùy ý thể được tạo vòng với axit dodexylbenzen sulfonic để đem lại hỗn hợp của các hợp chất 7H-benzo[C]florene-5-ol, một trong những chất này có công thức cấu tạo (g) trong Fig.1.

Như được mô tả trong Fig.2, có thể cho hợp chất 7H-benzo[C]florene-5-ol có công thức cấu tạo (g) phản ứng với rượu propargylic có công thức cấu tạo (11) để tạo ra naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (i) trong Fig.2.

Ngoài ra, các ví dụ không giới hạn về các phương pháp tạo naphtopyran được ngưng tụ benzofurano, các naphtopyran được ngưng tụ indolo, và/hoặc các naphtopyran được ngưng tụ benzothieno mà có thể hữu ích (với các cải biến thích hợp mà chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ nhận biết) trong việc tạo các naphtopyran được ngưng tụ benzofurano, naphtopyran được ngưng tụ indolo và/hoặc naphtopyran được ngưng tụ benzothieno theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây thì được nêu ra trong Patent Mỹ số 5,651,923 ở cột 6, dòng 43 đến cột 13, dòng 48, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây; Patent Mỹ số 6,018,059 ở: cột 6, dòng 1, đến cột 7, dòng 64, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây; và Patent Mỹ số 6,392,043 ở cột 6, dòng 5, đến cột 10, dòng 10, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể ở đây.

Việc điều chế naphtopyran được ngưng tụ indeno có nhóm hydroxyl ở vị trí 13 thì được mô tả liên quan đến Fig.3. Hợp chất naphtalen được tùy ý thể có công thức cấu tạo

(e) của Fig.1 được cho phản ứng với natri hydroxit với sự có mặt của nước và rượu, và sau đó, axit để tạo hợp chất có nhóm chức hydroxyl và hợp chất có nhóm chức axit carboxylic có công thức cấu tạo (j), sau đó, chất này được cho phản ứng với axit phosphoric dưới điều kiện nhiệt độ cao để tạo keton nhân được ngưng tụ vòng có công thức cấu tạo (k). Sau đó, keton nhân được ngưng tụ vòng có công thức cấu tạo (k) được cho phản ứng với rượu propargylic có công thức cấu tạo (h) để tạo chất trung gian keton có công thức cấu tạo (l), chất này có thể được cho phản ứng với thuốc thử Grignard để tạo ra naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (m), cấu trúc này có ở vị trí-13: nhóm hydroxyl; và nhóm R, nhóm này là gốc của thuốc thử Grignard. Theo cách khác, chất trung gian keton có công thức cấu tạo (l), có thể được cho phản ứng với lithi nhôm hydrua (LAH) để tạo naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (n), cấu trúc này có ở vị trí-13: nhóm hydroxyl; và nguyên tử hydro.

Việc điều chế naphtopyran được ngưng tụ indeno có nhóm metylol ($-\text{CH}_2\text{-OH}$) ở vị trí-13 là được mô tả liên quan đến Fig.4. Chất trung gian keton có công thức cấu tạo (1) của Fig.3 được chuyển hóa bằng phản ứng khử Wolf-Kinsher thành naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (o), cấu trúc này có hai hydro ở vị trí-13 của chúng. Naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (o) được cho phản ứng với halohydrocarbonyl được trình bày bằng RX, chất này thường là alkylhalo, với sự có mặt của n-butyl lithi để tạo naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (p), mà trong đó một trong các hydro vị trí 13 đã được thế bằng nhóm R của chất phản ứng RX. Sau đó, hydro vị trí 13 còn lại của naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (p) được chuyển hóa thành nhóm axit carboxylic bằng quá trình tiếp xúc với n-butyl lithi với sự có mặt của CO_2 , sau đó là, phản ứng este hóa để tạo naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (q) có nhóm este của axit carboxylic ở vị trí 13. Este của axit carboxylic vị trí 13 của naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (q) được khử với sự có mặt của lithi nhôm hydrua (LAH) để tạo naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (r), cấu trúc này có nhóm metylol ($-\text{CH}_2\text{-OH}$) ở vị trí-13 của chúng.

Việc điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, có công thức chung (20b) nhìn chung, được mô tả như sau, liên quan đến Fig.5. Naphtopyran được ngưng tụ

indeno (m-1) được điều chế theo sơ đồ phản ứng được trình bày trong và được mô tả liên quan đến Fig.3, có nhóm hydroxyl vị trí 13, được cho phản ứng với closilan có công thức chung (Si-1) với sự có mặt của trietyl amin (TEA) và 4-(dimethylamino)-pyridin (4-DMAP) để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có công thức chung (20b). Hợp chất đổi màu theo ánh sáng có công thức chung (20b) thì được mô tả trên đây trong tài liệu này.

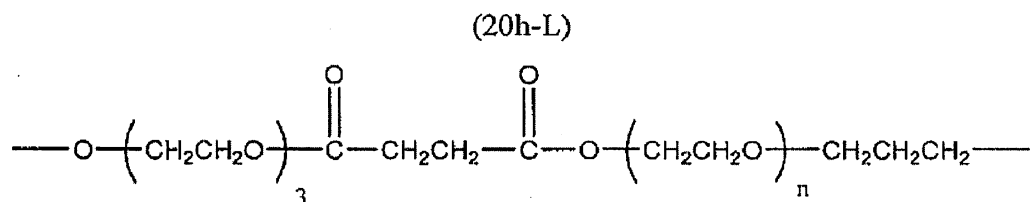
Việc điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, có công thức chung (20c) nhìn chung, được mô tả như sau, liên quan đến Fig.6. Naphtopyran được ngưng tụ indeno (r-1) được điều chế theo sơ đồ phản ứng được trình bày trong và được mô tả liên quan đến Fig.4, có nhóm metylol vị trí 13 ($-\text{CH}_2\text{-OH}$), được cho phản ứng với closilan có công thức chung (Si-2) với sự có mặt của trietyl amin (TEA) và 4-(dimethylamino)-pyridin (4-DMAP) để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có công thức chung (20c). Hợp chất đổi màu theo ánh sáng có công thức chung (20c) thì được mô tả trên đây trong tài liệu này.

Việc điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, có công thức chung (20e) nhìn chung, được mô tả như sau, liên quan đến Fig.7. Naphtopyran được ngưng tụ indeno (i-1) được điều chế theo sơ đồ phản ứng được trình bày trong và được mô tả liên quan đến Fig.2, mà trong đó B là nhóm phenyl được thế bằng nhóm 3-metylol-piperidiny, được cho phản ứng với closilan có công thức chung (Si-2) với sự có mặt của trietyl amin (TEA) và 4-(dimethylamino)-pyridin (4-DMAP) để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có công thức chung (20e). Hợp chất đổi màu theo ánh sáng có công thức chung (20e) thì được mô tả trên đây trong tài liệu này.

Việc điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, có công thức chung (20g) nhìn chung, được mô tả như sau, liên quan đến Fig.8. Naphtopyran được ngưng tụ indeno (i-2) được điều chế theo sơ đồ phản ứng được trình bày trong và được mô tả liên quan đến Fig.2, mà trong đó mỗi B và B' là 4-(2-hydroxy-etoxy)-phenyl, được cho phản ứng với closilan có công thức chung (Si-2) với sự có mặt của trietyl amin (TEA) và 4-(dimethylamino)-pyridin (4-DMAP) để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có công thức chung (20g). Hợp chất đổi màu theo ánh sáng có công thức chung (20g) thì được mô tả trên đây trong tài liệu này.

Việc điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, có công thức chung (20h) nhìn chung, được mô tả như sau, liên quan đến Fig. 9. Naphtopyran được ngưng tụ indeno (m-1) được điều chế theo sơ đồ phản ứng được trình bày trong và được mô tả liên quan đến Fig.3, có nhóm hydroxyl vị trí 13, được cho phản ứng với trietylen glycol với sự có mặt của axit paratoluensulfonic (PTSA) để tạo naphtopyran được ngưng tụ indeno trung gian có công thức cấu tạo (m-1a) có trietylglycol ete có nhóm chức hydroxyl được liên kết vào vị trí 13 của nó, sau đó, chất này được cho phản ứng với anhydrit suxinic, dưới các điều kiện được công nhận trong lĩnh vực này, để tạo chất trung gian naphtopyran được ngưng tụ indeno có nhóm chức axit carboxylic có công thức cấu tạo (m-1b). Sau đó, chất trung gian naphtopyran được ngưng tụ indeno có nhóm chức axit carboxylic có công thức cấu tạo (m-1 b) được cho phản ứng với silan có nhóm chức hydroxyl có công thức cấu tạo (Si-3), với sự có mặt của dixyclohexyl carbodiimit (DCC) và 4-(dimethylamino)-pyridin (4-DMAP), để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có công thức chung (20h).

Trong Fig. 9, hợp chất đổi màu theo ánh sáng có công thức chung (20h) bao gồm nhóm silan treo có công thức chung (I), mà trong đó, m là 1, n là 2, R là metyl, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (20h-L) dưới đây, mà trong đó n là từ 1 đến 4,

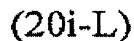


Cũng liên quan đến công thức (20h), mỗi R⁵, R⁷, R⁸, R⁹, R¹⁰ và R¹² là nguyên tử hydro; mỗi R⁶, R¹¹ và R¹⁴ là metyl; và mỗi B và B' là nhóm phenyl được thế bằng nhóm metoxy.

Việc điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, có công thức chung (20i) nhìn chung, được mô tả như sau, liên quan đến Fig.10. Naphtopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (i-3) được điều chế theo sơ đồ phản ứng được trình bày trong và được mô tả liên quan đến Fig.2, có nhóm 2,5-dioxypyrolidin-1-yl-carboxylat ở vị trí 11 của nó, được cho phản ứng với silan có nhóm chức amin có công thức chung (Si-4) với

sự có mặt của pyridin để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có công thức chung (20i).

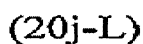
Trong Fig.10, hợp chất đổi màu theo ánh sáng có công thức chung (20i) bao gồm nhóm silan treo có công thức chung (I), mà trong đó, m là 1, n là 2, R là metyl, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (20i-L) dưới đây,



Cũng liên quan đến công thức (20i), mỗi R⁵, R⁸, R⁹, R¹⁰ và R¹² là nguyên tử hydro; mỗi R⁶ và R⁷ là metoxy; mỗi R¹³ và R¹⁴ là metyl; và mỗi B và B' là nhóm phenyl được thế bằng nhóm metoxy.

Việc điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, có công thức chung (20j) nhìn chung, được mô tả như sau, liên quan đến Fig.11. Naphthopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (m-1) được điều chế theo sơ đồ phản ứng được trình bày trong và được mô tả liên quan đến Fig.3, có nhóm hydroxy ở vị trí 13 của chúng, được cho phản ứng với 3-hydroxy-1-propen, với sự có mặt của axit paratoluensulfonic (PTSA) và metyl xyanua (MeCN) để tạo chất trung gian naphthopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (m-1c) có nhóm 1-propenoxy ở vị trí-13 của chúng. Sau đó, chất trung gian naphthopyran được ngưng tụ indeno có công thức cấu tạo (m-1c) được cho phản ứng với silan có công thức chung (Si-5), với sự có mặt của chất xúc tác platin (Pt) và toluen, để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có công thức chung (20j).

Trong Fig.11, hợp chất đổi màu theo ánh sáng có công thức chung (20j) bao gồm nhóm silan treo có công thức chung (I), mà trong đó, m là 1, n là 2, R là metyl, Z là Si, mỗi R₁ là metyl, và L là nhóm liên kết hóa trị hai có công thức chung (20j-L) dưới đây,



Cũng liên quan đến công thức (20j) của Fig.11, mỗi R⁵, R⁷, R⁸, R⁹, R¹⁰ và R¹² là nguyên tử hydro; mỗi R⁶, R¹¹ và R¹⁴ là metyl; và mỗi B và B' là nhóm phenyl được thế bằng nhóm metoxy.

Việc điều chế hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, có công thức chung (20d) nhìn chung, được mô tả như sau, liên quan đến Fig.12. Naphthopyran được ngưng tụ

indeno (m-1) được điều chế theo sơ đồ phản ứng được trình bày trong và được mô tả liên quan đến Fig.3, có nhóm hydroxyl vị trí 13, được cho phản ứng với triethylenglycol với sự có mặt của axit paratoluensulfonic (PTSA) để tạo naphthopyran được ngưng tụ indeno trung gian có công thức cấu tạo (m-1a) có triethylenglycol ete có nhóm chức hydroxyl được liên kết vào vị trí 13 của nó. Sau đó, naphthopyran được ngưng tụ indeno trung gian có công thức cấu tạo (m-1a) được cho phản ứng với trivinylcyclosilan có công thức cấu tạo (Si-6) với sự có mặt của triethylamin (TEA) và 4-(dimethylamino)-pyridin, để tạo chất trung gian naphthopyran được ngưng tụ indeno có nhóm chức tri-vinyl có công thức cấu tạo (m-1d), sau đó, chất này được cho phản ứng với silan có công thức cấu tạo (Si-5), với sự có mặt của platin (Pt) và toluen, để tạo hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có công thức chung (20d). Hợp chất đổi màu theo ánh sáng có công thức chung (20d) là như được mô tả trên đây trong tài liệu này.

Sáng chế còn đề cập đến các chế phẩm đổi màu theo ánh sáng (ví dụ, vật dụng đổi màu theo ánh sáng và chất phủ đổi màu theo ánh sáng) mà bao gồm chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế và chất liệu hữu cơ. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể được kết hợp vào ít nhất một phần của chất liệu hữu cơ, như chất liệu polyme, oligome hoặc monome, để tạo chế phẩm đổi màu theo ánh sáng, chế phẩm này có thể được sử dụng, ví dụ và không giới hạn, làm vật dụng đổi màu theo ánh sáng hoặc để tạo vật dụng đổi màu theo ánh sáng, như phần tử quang học, và chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng mà có thể được phủ lên các nền khác nhau. Như được sử dụng trong bản mô tả này, các thuật ngữ “polyme” và “chất liệu polyme” được dùng để chỉ homopolyme và copolyme (ví dụ, copolyme ngẫu nhiên, copolyme khối và copolyme xen kẽ), cũng như các hỗn hợp và các tổ hợp khác của chúng. Như được sử dụng trong bản mô tả này, các thuật ngữ “oligome” và “chất liệu oligome” được dùng để chỉ dạng kết hợp của từ hai đơn vị monome trở lên có khả năng phản ứng với (các) đơn vị monome bổ sung. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “được kết hợp vào” có nghĩa là được kết hợp về vật lý và/hoặc về hóa học với. Ví dụ, chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể được kết hợp về vật lý với ít nhất một phần của chất liệu hữu cơ, ví dụ và không giới hạn, bằng cách trộn hoặc hấp thụ chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào chất liệu hữu cơ; và/hoặc được kết hợp về hóa học với ít nhất một phần của chất liệu hữu cơ, ví dụ và không giới

hạn, bằng quá trình copolyme hóa hoặc cách khác là, liên kết chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào chất liệu hữu cơ.

Mỗi chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể được sử dụng một mình, kết hợp với các chất liệu đổi màu theo ánh sáng khác theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây, hoặc kết hợp với một chất liệu đổi màu theo ánh sáng thông thường bổ sung thích hợp. Ví dụ, các chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể được sử dụng cùng với các chất liệu đổi màu theo ánh sáng thông thường có mức hấp thụ cực đại khi được hoạt hóa trong phạm vi là từ 300 đến 1000 nanomet. Ngoài ra, chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể được sử dụng cùng với chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể polyme hóa được thông thường bổ sung hoặc chất liệu đổi màu theo ánh sáng được làm tương hợp, như, ví dụ, những loại được bộc lộ trong Patent Mỹ các số 6,113,814 (ở cột 2, dòng 39 đến cột 8, dòng 41), và 6,555,028 (ở cột 2, dòng 65 đến cột 12, dòng 56), những phần bộc lộ này thì được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể.

Các chế phẩm đổi màu theo ánh sáng của sáng chế có thể chứa hỗn hợp gồm các chất liệu đổi màu theo ánh sáng. Ví dụ, mặc dầu không giới hạn ở đây, các hỗn hợp gồm các chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được sử dụng để thu được màu được hoạt hóa cụ thể như màu xám gần trung tính hoặc màu nâu gần trung tính. Xem, ví dụ, Patent Mỹ số 5,645,767, cột 12, dòng 66 đến cột 13, dòng 19, tài liệu này mô tả các thông số xác định màu xám trung tính và màu nâu trung tính và phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể.

Sáng chế đề cập đến chế phẩm đổi màu theo ánh sáng mà bao gồm chất liệu hữu cơ, mà trong đó chất liệu hữu cơ là chất liệu polyme, chất liệu oligome và/hoặc chất liệu monome, và chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế được kết hợp vào ít nhất một phần của chất liệu hữu cơ. Theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây, chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được kết hợp vào một phần của chất liệu hữu cơ bằng ít nhất là một trong các phương pháp là trộn và liên kết chất liệu đổi màu theo ánh sáng với chất liệu hữu cơ hoặc tiền chất của nó. Như được sử dụng trong bản mô tả này liên quan đến việc kết hợp chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào chất liệu hữu cơ, các thuật ngữ “trộn” và “được trộn” có nghĩa là chất liệu đổi màu theo ánh sáng được trộn lẫn

hoặc hòa lẫn với ít nhất một phần của chất liệu hữu cơ, nhưng không được liên kết vào chất liệu hữu cơ đó. Ngoài ra, như được sử dụng trong bản mô tả này liên quan đến, việc kết hợp chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào chất liệu hữu cơ, các thuật ngữ “liên kết” hoặc “được liên kết” có nghĩa là chất liệu đổi màu theo ánh sáng được liên kết vào một phần của chất liệu hữu cơ hoặc tiền chất của nó. Ví dụ, mặc dầu không giới hạn ở đây, chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được liên kết vào chất liệu hữu cơ thông qua phần tử dễ phản ứng.

Khi chất liệu hữu cơ của các chế phẩm đổi màu theo ánh sáng của sáng chế là chất liệu polyme, thì chất liệu đổi màu theo ánh sáng của sáng chế có thể được kết hợp vào ít nhất một phần của chất liệu polyme hoặc ít nhất một phần của chất liệu monome hoặc chất liệu oligome mà từ đó chất liệu polyme được tạo ra. Ví dụ, chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây mà có phần tử dễ phản ứng có thể được liên kết vào một chất liệu hữu cơ như monome, oligome, hoặc polyme có nhóm mà gốc có tính phản ứng có thể được cho phản ứng với nhóm này, hoặc gốc có tính phản ứng có thể được cho phản ứng trong vai trò là co-monomer trong phản ứng polyme hóa mà từ đó chất liệu hữu cơ được tạo ra, ví dụ, trong quy trình copolyme hóa.

Như được thảo luận trên đây trong bản mô tả này, các chế phẩm đổi màu theo ánh sáng theo các phương án không giới hạn khác nhau của sáng chế có thể bao gồm một chất liệu hữu cơ được chọn từ chất liệu polyme, chất liệu oligome và/hoặc chất liệu monome. Các ví dụ về các chất liệu polyme mà có thể được sử dụng cùng với các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở: polyme của các monome bis(allyl carbonat); các monome dietylen glycol dimetacrylat; monome diisopropenyl benzen; monome bisphenol A dimetacrylat được etoxy hóa; monome etylen glycol bismetacrylat; monome poly(etylen glycol) bismetacrylat; monome phenol bismetacrylat được etoxy hóa; monome acrylat rượu polyhydric được alcoxy hóa, như monome trimetylol propan triacrylat được etoxy hóa; monome uretan acrylat; monome vinylbenzen; và styren. Các ví dụ không giới hạn khác về các chất liệu polyme thích hợp bao gồm các polyme của monome acrylat và/hoặc metacrylat đa chức, ví dụ, một nhóm chức, hai nhóm chức hoặc nhiều nhóm chức; poly(C₁-C₁₂ alkyl metacrylat), như

poly(metyl metacrylat); poly(oxyalkylen)dimetacrylat; poly(phenol metacrylat được alcoxyl hóa); xenluloza axetat; xenluloza triaxetat; xenluloza axetat propionat; xenluloza axetat butyrat; poly(vinyl axetat); poly(rượu vinylic); poly(vinyl clorua); poly(vinyliden clorua); polyuretan; polythiouretan; polycarbonat dẻo nóng; polyeste; poly(etylen terephthalat); polystyren; poly(alpha-metylstyren); các copolyme của styren và metyl metacrylat; các copolyme của styren và acrylonitril; polyvinylbutyral; và các polyme của dialylden pentaerytritol, cụ thể là, các copolyme với các monome rượu polyhydric (alyl carbonat), ví dụ, dietylen glycol bis(alyl carbonat), và monome acrylat, ví dụ, etyl acrylat, butyl acrylat. Cũng được dự liệu là các copolyme của các monome được đề cập trên đây, các tổ hợp, và các hỗn hợp của các polyme được đề cập trên đây và các copolyme với polyme khác, ví dụ, để tạo các sản phẩm mạng lưới đan xuyên.

Các chế phẩm đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể sở hữu tính trong suốt, mà trong trường hợp đó, (các) chất liệu hữu cơ có thể được chọn từ một hoặc nhiều chất liệu polyme trong suốt. Ví dụ, chất liệu polyme có thể là chất liệu polyme trong suốt quang học được điều chế từ nhựa polycarbonat dẻo nóng, như nhựa được dẫn xuất từ bisphenol A và phosgen, chất này thì có bán trên thị trường dưới nhãn hiệu thương mại, LEXAN®; một polyeste, như chất liệu có bán trên thị trường dưới nhãn hiệu thương mại, MYLAR®; một poly(metyl metacrylat), như chất liệu có bán trên thị trường dưới nhãn hiệu thương mại, PLEXIGLAS®; và các sản phẩm polyme hóa của monome polyol(alyl carbonat), đặc biệt là dietylen glycol bis(alyl carbonat), monome này thì có bán trên thị trường dưới nhãn hiệu thương mại CR-39®; và polyme polyurepolyuretan (polyure uretan), chất này được điều chế, ví dụ, bằng phản ứng của polyuretan oligome và chất làm đóng rắn diamin, chế phẩm của một polyme như vậy có bán trên thị trường dưới nhãn hiệu thương mại TRIVEX® bởi PPG Industries, Inc. Các ví dụ không giới hạn khác về các chất liệu polyme thích hợp bao gồm các sản phẩm polyme hóa của các copolyme của polyol (alyl carbonat), ví dụ, dietylen glycol bis(alyl carbonat), với các chất liệu monome có thể copolyme hóa được khác, như, nhưng không chỉ giới hạn ở: các copolyme với vinyl axetat, các copolyme với polyuretan có nhóm chức diacrylat đầu cuối, và các copolyme với uretan béo, phần đầu cuối của chất này chứa các nhóm chức alyl hoặc acrylyl. Các chất liệu polyme thích hợp khác nữa bao gồm, mà không giới hạn ở,

poly(vinyl axetat), polyvinylbutyral, polyuretan, polythiouretan, các polyme được chọn từ các monome dietylen glycol dimetacrylat, các monome diisopropenyl benzen, các monome bisphenol A dimetacrylat được etoxy hóa, các monome etylen glycol bismetacrylat, monome poly(etylen glycol) bismetacrylat, monome phenol bismetacrylat được etoxy hóa và monome trimetylol propan triacrylat được etoxy hóa, xenluloza axetat, xenluloza propionat, xenluloza butyrat, xenluloza axetat butyrat, polystyren và các copolyme của styren với metyl metacrylat, vinyl axetat và acrylonitril. Theo một phương án không giới hạn, chất liệu polyme có thể là nhựa quang học được PPG Industries, Inc., bán trên thị trường dưới tên-CR, ví dụ, CR-307, CR-407, và CR-607.

Theo một phương án, chất liệu hữu cơ của chế phẩm đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, là chất liệu polyme mà có thể được chọn từ poly(carbonat); các copolyme của etylen và vinyl axetat; các copolyme của etylen và rượu vinylic; các copolyme của etylen, vinyl axetat, và rượu vinylic (như những loại là kết quả của quá trình xà phòng hóa một phần các copolyme của etylen và vinyl axetat); xenluloza axetat butyrat; poly(uretan); poly(acrylat); poly(metacrylat); epoxy; các polyme có nhóm chức aminoplast; poly(anhydrit); poly(ure uretan); các polyme có nhóm chức N-alkoxymetyl(met)acrylamit; poly(siloxan); poly(silan); và các tổ hợp và các hỗn hợp của chúng.

Các vật dụng đổi màu theo ánh sáng (ví dụ, phần tử quang học) theo sáng chế, cụ thể hơn, bao gồm chất liệu đổi màu theo ánh sáng mà còn bao gồm hợp chất đổi màu theo ánh sáng liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo có công thức chung (I) và/hoặc công thức chung (II), như được mô tả trên đây trong tài liệu này. Hợp chất đổi màu theo ánh sáng của chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể bao gồm một hoặc nhiều naphthopyran được ngưng tụ indeno, ví dụ, như được mô tả trên đây trong tài liệu này liên quan đến các công thức chung (III) và/hoặc (IV).

Các ví dụ về vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, phần tử quang học, màn hiển thị, cửa sổ (hoặc các bộ phận trong suốt), gương và pin tinh thể lỏng. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “quang học” có nghĩa là đi đôi hoặc gắn liền với ánh sáng và/hoặc sự nhìn. Các phần tử quang học theo sáng chế có thể bao gồm, mà không giới hạn ở, các phần tử dùng cho mắt, các

phần tử hiển thị, cửa sổ, gương và phần tử pin tinh thể lỏng. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “thuộc về mắt” có nghĩa là đi đôi hoặc gắn liền với mắt và sự nhìn. Các ví dụ không giới hạn về các phần tử dùng cho mắt bao gồm kính đeo do tật về mắt và kính đeo không do tật về mắt, trong đó có kính một trường nhìn hoặc kính nhiều trường nhìn, các kính này có thể là kính nhiều trường nhìn được chia mảng hoặc kính nhiều trường nhìn không được chia mảng (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, kính hai tròng, kính ba tròng và kính nhiều trường nhìn do độ dày khác nhau), cũng như các phần tử khác được sử dụng để chỉnh, bảo vệ, hoặc nâng cao (về mặt thẩm mỹ hoặc mục đích khác) thị lực, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, kính lúp, kính bảo hộ, tấm kính che mặt, kính bảo hộ, cũng như, thấu kính dùng cho các công cụ quang học (ví dụ, máy ảnh và kính viễn vọng). Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “hiển thị” có nghĩa là sự trình bày thông tin có thể nhìn thấy được hoặc có thể đọc được bằng máy ở dạng chữ, số, biểu tượng, hoa văn hoặc hình vẽ. Các ví dụ không giới hạn về các phần tử hiển thị bao gồm màn hình, monitor, và các phần tử bảo mật, như dấu bảo mật. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “cửa sổ” có nghĩa là khuông hở được làm thích ứng để cho phép có sự truyền bức xạ qua đó, các ví dụ không giới hạn về cửa sổ bao gồm các bộ phận trong suốt của ô tô và máy bay, tấm chắn gió, bộ phận lọc, cửa chớp và các bộ phận bật tắt quang học.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “gương” có nghĩa là một bề mặt phản chiếu phần lớn ánh sáng tới một cách long lanh. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “pin tinh thể lỏng” được dùng để chỉ cấu trúc chứa chất liệu tinh thể lỏng mà có khả năng xếp trật tự được. Một ví dụ không giới hạn về phần tử có pin tinh thể lỏng là màn hình tinh thể lỏng.

Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, như các phần tử quang học, có thể bao gồm nền và chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà được nối kết vào ít nhất một phần của nền đó. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “được kết nối vào” có nghĩa là gắn liền với, một cách trực tiếp hoặc gián tiếp bằng phương tiện là các chất liệu hoặc cấu trúc khác.

Các vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể bao gồm, như được thảo luận trên đây, nền mà có thể bao gồm một hoặc nhiều chất liệu polyme. Chất liệu đổi màu

theo ánh sáng của sáng chế có thể được nối với ít nhất một phần của nền bằng cách: kết hợp chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào ít nhất một phần của chất liệu polyme của nền; hoặc bằng cách kết hợp chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào ít nhất một phần của chất liệu oligome hoặc chất liệu monome mà từ đó nền được tạo ra. Ví dụ, theo một phương án không giới hạn, chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được kết hợp vào chất liệu polyme của nền bằng phương pháp đúc tại chỗ hoặc bằng phương pháp hấp thụ. Phương pháp hấp thụ và phương pháp đúc tại chỗ được thảo luận một cách chi tiết hơn dưới đây trong tài liệu này.

Trong phương pháp hấp thụ, chất liệu đổi màu theo ánh sáng thường được khuếch tán vào chất liệu polyme của vật dụng được chế tạo hoặc được tạo ra trước, như nền hoặc màng mỏng/màng phủ được phủ trước. Có thể được thực hiện phương pháp hấp thụ bằng cách chìm chất liệu polyme của vật dụng được chế tạo hoặc được tạo ra trước trong dung dịch chứa chất liệu đổi màu theo ánh sáng, có hoặc không có gia nhiệt. Sau đó, mặc dầu không đòi hỏi, chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được liên kết với chất liệu polyme (ví dụ, của nền hoặc màng phủ).

Với các phương pháp đúc tại chỗ, chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được trộn với: chế phẩm polyme và/hoặc oligome trong dung dịch hoặc dạng đã nóng chảy; hoặc chế phẩm monome ở dạng lỏng, để tạo chế phẩm đổi màu theo ánh sáng có thể đúc được. Sau đó, chế phẩm đổi màu theo ánh sáng có thể đúc được thường được đưa vào khoang của khuôn (ví dụ, khuôn thấu kính). Sau đó, chế phẩm đổi màu theo ánh sáng có thể đúc được được đóng rắn trong khuôn để tạo vật dụng đổi màu theo ánh sáng.

Với các vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế mà bao gồm nền, chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được nối với ít nhất một phần của nền như là một phần của màng phủ mà được nối kết vào ít nhất một phần của nền đó. Nền này có thể là nền polyme hoặc nền vô cơ (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, nền thủy tinh). Chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được kết hợp vào ít nhất một phần của chế phẩm phủ trước khi phủ chế phẩm phủ lên nền. Theo cách khác, chế phẩm phủ có thể được phủ lên nền, ít nhất được đóng rắn một phần, và sau đó chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được hấp thụ vào ít nhất một phần của màng phủ. Như được sử dụng trong bản mô tả này, các thuật

ngữ “được đóng rắn” và “đóng rắn” bao gồm, mà không giới hạn ở, làm đóng rắn, polyme hóa, liên kết chéo, làm mát và làm khô.

Các vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể được tạo ra bằng phương pháp phủ trong khuôn (hoặc đúc trong khuôn) đã được công nhận trong lĩnh vực này. Bằng các phương pháp phủ trong khuôn, chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, chế phẩm này có thể là chế phẩm phủ lỏng hoặc chế phẩm phủ bột, được phủ lên ít nhất một phần của bề mặt trong của khuôn, và sau đó, ít nhất một phần đóng rắn. Sau đó, dung dịch polyme hoặc dạng đã nóng chảy, hỗn hợp hoặc dung dịch oligome hoặc dung dịch monome được đúc trong khoang khuôn và được tiếp xúc với chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng đã được phủ trước, và ít nhất được đóng rắn một phần, sau đó, dỡ vật dụng đổi màu theo ánh sáng thu được khỏi khuôn. Các ví dụ không giới hạn về các chất phủ bột mà trong đó các chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây có thể được dùng đến thì được nêu trong Patent Mỹ số 6,068,797 ở cột 7, dòng 50 đến cột 19, dòng 42, phần bộc lộ này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể.

Cũng có thể tạo vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế bằng các phương pháp đúc chồng được công nhận trong lĩnh vực này. Các phương pháp đúc chồng thường bao gồm việc tạo nền trong khuôn, và sau đó, tạo không gian bên trong giữa nền và bề mặt bên trong của khuôn, mà sau đó, chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng được đưa vào đó (ví dụ, được bơm) và sau đó, đóng rắn (ví dụ, xử lý đóng rắn).

Theo cách khác, các phương pháp đúc chồng có thể bao gồm việc đưa nền được tạo ra trước vào khuôn, sao cho không gian bên trong được định ranh giới giữa nền và bề mặt trong khuôn, và sau đó chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng được đưa (ví dụ, bơm) vào không gian bên trong.

Cũng có thể tạo các vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế bằng phương pháp dát lớp được công nhận trong lĩnh vực này. Với phương pháp dát lớp, màng chứa chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể được kết dính hoặc kết nối vào một phần của nền, có hoặc không có chất kết dính và/hoặc việc áp dụng nhiệt và áp suất. Sau đó, nếu muốn, nền thứ hai có thể được phủ lên nền thứ nhất và hai nền này được dát lớp lại với nhau (tức là, bằng cách áp dụng nhiệt và áp suất) để tạo phần tử trong đó màng

chứa chất liệu đổi màu theo ánh sáng được đặt vào giữa hai nền này. Các phương pháp tạo các màng mỏng chứa chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể bao gồm, ví dụ và không giới hạn ở, kết hợp chất liệu đổi màu theo ánh sáng với dung dịch polyme hoặc dung dịch oligome hoặc hỗn hợp, đúc hoặc ép trôi màng từ đó, và, nếu cần, đóng rắn ít nhất một phần màng này. Ngoài ra hoặc theo cách khác, màng có thể được tạo ra (có hoặc không có chất liệu đổi màu theo ánh sáng) và được hấp thụ bằng chất liệu đổi màu theo ánh sáng.

Chế phẩm phủ chứa chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được nối với ít nhất một phần của nền của vật dụng đổi màu theo ánh sáng bằng các phương pháp được công nhận trong lĩnh vực này, như phủ chế phẩm phủ chứa chất liệu đổi màu theo ánh sáng lên ít nhất một phần của bề mặt của nền, và đóng rắn ít nhất một phần chế phẩm phủ. Ngoài ra hoặc theo cách khác, màng phủ chứa chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được nối với nền này, ví dụ, thông qua một hoặc nhiều màng phủ bổ sung. Ví dụ, trong khi không hạn chế ở đây, theo các phương án không giới hạn khác nhau, chế phẩm phủ bổ sung có thể được phủ lên một phần của bề mặt của nền, ít nhất được đóng rắn một phần, và sau đó chế phẩm phủ chứa chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được phủ lên màng phủ bổ sung và được làm đóng rắn ít nhất một phần. Các phương pháp không hạn chế và được công nhận trong lĩnh vực này của việc phủ chế phẩm phủ lên nền thì được bàn dưới đây trong tài liệu này.

Các ví dụ về các màng phủ bổ sung và các màng mỏng mà có thể được sử dụng cùng với các vật dụng và màng phủ đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở: màng phủ lót và màng mỏng (màng này thường nằm dưới màng phủ đổi màu theo ánh sáng); màng mỏng và màng phủ bảo vệ (màng này thường được phủ trên màng phủ đổi màu theo ánh sáng), trong đó có màng mỏng và màng phủ chuyển tiếp và màng mỏng và màng phủ chống mài mòn; màng mỏng và màng phủ chống phản xạ; các màng mỏng và màng phủ đổi màu theo ánh sáng thông thường; màng mỏng và màng phủ phân cực; và các tổ hợp của chúng. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “màng mỏng hoặc màng phủ bảo vệ” được dùng để chỉ màng mỏng hoặc màng phủ mà có thể ngăn ngừa hiện tượng hao mòn hoặc mài mòn, đem lại sự chuyển tiếp về các thuộc tính từ màng phủ hoặc màng mỏng này sang màng phủ khác, bảo vệ khỏi các

ảnh hưởng của các hóa chất phản ứng polyme hóa và/hoặc bảo vệ khỏi sự suy thoái do điều kiện môi trường, như, ẩm độ, nhiệt độ, ánh sáng cực tím, oxy, v.v.

Các ví dụ về màng phủ lót và các màng mỏng mà có thể được sử dụng cùng với các màng phủ đổi màu theo ánh sáng và/hoặc với/để tạo các vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các màng phủ và màng mỏng mà bao gồm chất liên hợp, các sản phẩm thủy phân ít nhất một phần của chất liên hợp, và các hỗn hợp của chúng. Như được sử dụng trong bản mô tả này “chất liên hợp” có nghĩa là chất liệu có nhóm có khả năng phản ứng, liên kết và/hoặc kết hợp với nhóm trên bề mặt. Các chất liên hợp theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây có thể bao gồm các chất hữu cơ kim loại như silan, titanat, ziriconat, aluminat, ziricon aluminat, các sản phẩm thủy phân của chúng và các hỗn hợp của chúng. Như được sử dụng trong bản mô tả này, cụm từ “các sản phẩm thủy phân ít nhất một phần của các chất liên hợp” có nghĩa là từ một số cho đến toàn bộ các nhóm có thể thủy phân được trên chất liên kết là được thủy phân. Các ví dụ không giới hạn khác về các màng phủ lót mà thích hợp để dùng kết hợp với các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây bao gồm các màng phủ lót được mô tả trong Patent Mỹ số 6,025,026 ở cột 3, dòng 3 đến cột 11, dòng 40 và Patent Mỹ số 6,150,430 ở cột 2, dòng 39 đến cột 7, dòng 58, những phần bộc lộ này thì được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “màng mỏng và màng phủ chuyển tiếp” có nghĩa là màng mỏng hoặc màng phủ giúp ích trong việc tạo gradien về các thuộc tính giữa hai màng mỏng hoặc màng phủ, hoặc một màng mỏng và màng phủ. Ví dụ, mặc dầu không giới hạn ở đây, màng phủ chuyển tiếp có thể giúp ích trong việc tạo gradien về thuộc tính cứng giữa màng phủ tương đối cứng và màng phủ tương đối mềm. Các ví dụ không giới hạn về màng phủ chuyển tiếp bao gồm các màng mỏng trên cơ sở acrylat được làm đóng rắn bằng bức xạ như được mô tả trong Công bố Đơn yêu cầu cấp Patent Mỹ 2003/0165686 ở các đoạn 79-173, tài liệu này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn một cách cụ thể.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “màng mỏng và màng phủ chống mài mòn” được dùng để chỉ chất liệu polyme có tính bảo vệ mà thể hiện tính chống lại mài mòn lớn hơn một chất liệu tiêu chuẩn dùng để tham khảo, ví dụ, polyme được làm

từ monome CR-39® khả dụng từ PPG Industries, Inc, khi được thử nghiệm theo một phương pháp so với Phương pháp Thử nghiệm Tiêu chuẩn để xác định Tính Chống Mài mòn của các Màng phủ và Nhựa dẻo Trong suốt ASTM F-735 có sử dụng Phương pháp Cát Giao động. Các ví dụ không giới hạn về các màng phủ chống mài mòn bao gồm các màng phủ chống mài mòn chứa các silan hữu cơ, các siloxan hữu cơ, các màng phủ chống mài mòn trên cơ sở các chất liệu vô cơ, như, silic oxit, titan oxit và/hoặc ziricon oxit, và các màng phủ chống mài mòn hữu cơ mà có thể xử lý được bằng ánh sáng cực tím, màng phủ chắn oxy, màng phủ chắn UV, và các tổ hợp của chúng.

Các ví dụ không giới hạn về các màng mỏng và màng phủ chống phản xạ bao gồm màng một lớp, nhiều lớp hoặc màng mỏng của oxit kim loại, florua kim loại, hoặc các chất liệu như vậy khác, chất liệu này được lắng tụ lên các vật dụng được bọc lộ ở đây (hoặc trên các màng mỏng mà được phủ lên các vật dụng), ví dụ, thông qua phương pháp lắng tụ trong chân không, phún xạ catot, v.v. Các ví dụ không giới hạn về màng mỏng và màng phủ đổi màu theo ánh sáng thông thường bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các màng phủ và màng mỏng chứa các chất liệu đổi màu theo ánh sáng thông thường. Các ví dụ không giới hạn về các màng mỏng và màng phủ phân cực bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, màng mỏng và màng phủ chứa các hợp chất lưỡng sắc đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Các chế phẩm phủ bổ sung (ví dụ, màng phủ lót và màng phủ trên) mà có thể được sử dụng với các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế và/hoặc để tạo các vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế, có thể được phủ lên/được tạo ra: trên nền trước khi phủ màng phủ đổi màu theo ánh sáng; và/hoặc over màng phủ đổi màu theo ánh sáng được phủ trước, ví dụ, màng phủ lót có thể được tạo ra trên nền trước khi phủ chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế. Ngoài ra hoặc theo cách khác, có thể phủ màng mỏng hoặc màng phủ bổ sung (ví dụ, trong vai trò là lớp phủ trên hoặc màng phủ trên) ít nhất một phần lên chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng được phủ trước theo sáng chế. Ví dụ, có thể tạo màng phủ chuyển tiếp trên chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng được phủ trước theo sáng chế, và sau đó có thể phủ màng phủ chống mài mòn lên màng phủ chuyển tiếp.

Các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế bao gồm: hợp chất đổi màu theo ánh sáng (ví dụ, naphthopyran được ngưng tụ indeno có các công thức chung III và/hoặc IV) liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo có các công thức chung (I) và/hoặc (II) như được mô tả trên đây trong tài liệu này; chế phẩm nhựa có thể đóng rắn; và tùy ý là dung môi. Chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể ở dạng chất phủ lỏng và chất phủ bột được công nhận trong lĩnh vực này. Các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng của sáng chế có thể là các chế phẩm phủ rắn nhiệt hoặc dẻo nóng. Theo một phương án, chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng là chế phẩm phủ rắn nhiệt hoặc có thể đóng rắn được.

Chế phẩm nhựa có thể đóng rắn được của các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể đóng rắn được theo sáng chế thường bao gồm: chất phản ứng thứ nhất (hoặc hợp phần) có các nhóm chức, ví dụ, chất phản ứng polyme có nhóm chức epoxit; và một chất phản ứng thứ hai (hoặc hợp phần) là chất liên kết chéo có các nhóm chức mà có tính phản ứng với và có thể tạo liên kết cộng hóa trị với các nhóm chức của chất phản ứng thứ nhất. Mỗi chất phản ứng thứ nhất và thứ hai của chế phẩm nhựa có thể đóng rắn được của chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể đóng rắn được có thể độc lập bao gồm một hoặc nhiều loại có nhóm chức, và có mặt theo lượng đủ để đem lại các màng phủ đổi màu theo ánh sáng được làm đóng rắn có sự kết hợp thích hợp của các thuộc tính vật lý, ví dụ, độ nhẵn, độ trong quang học, độ chống chịu dung môi và độ cứng.

Các ví dụ về các chế phẩm nhựa có thể đóng rắn được mà có thể được sử dụng với các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể đóng rắn được theo sáng chế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở: chế phẩm nhựa có thể đóng rắn được chứa polyme có nhóm chức epoxit (ví dụ, các polyme (met)acrylic chứa các gốc của glycidyl (met)acrylat) và chất liên kết chéo có tính phản ứng với epoxit (ví dụ, chứa hydro hoạt tính, như hydroxyl, thiol và amin); và các chế phẩm nhựa có thể đóng rắn được chứa polyme có nhóm chức hydroxy và chất liên kết chéo có nhóm chức isoxyanat bị bịt (hoặc bị chặn).

Theo một phương án, chế phẩm nhựa có thể đóng rắn được của chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng của sáng chế là chế phẩm nhựa uretan (hoặc polyuretan) có thể đóng rắn được. Các chế phẩm nhựa uretan có thể đóng rắn được hữu ích trong các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng của sáng chế thường bao gồm: polyme có nhóm chức hydro có

hoạt tính, như polyme có nhóm chức hydroxy; và chất liên kết chéo có nhóm chức isoxyanat bị bịt (hoặc bị chặn). Các polyme có nhóm chức hydroxy mà có thể được sử dụng trong các chế phẩm như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, polyme vinyl có nhóm chức hydroxy được công nhận trong lĩnh vực này, polyeste có nhóm chức hydroxy, polyuretan có nhóm chức hydroxy và các hỗn hợp của chúng.

Các polyme vinyl có nhóm hydroxy có thể được điều chế bằng các phương pháp polyme hóa gốc tự do mà chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết. Theo một phương án của sáng chế, polyme vinyl có nhóm chức hydroxy được điều chế từ nhiều monome (met)acrylat và được gọi ở đây là “polyme (met)acrylic có nhóm chức hydroxy”.

Các polyeste có nhóm chức hydroxy hữu ích trong các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể đóng rắn được chứa chất liên kết chéo có nhóm chức isoxyanat bị bịt có thể được điều chế bằng các phương pháp được công nhận trong lĩnh vực này. Thông thường, diol và axit dicarboxylic hoặc dieste của axit dicarboxylic được cho phản ứng theo tỷ lệ sao cho đương lượng mol của các nhóm hydroxy là lớn hơn đương lượng mol của các nhóm axit carboxylic (hoặc este của các nhóm axit carboxylic) với việc loại bỏ đồng thời nước hoặc các rượu khỏi môi trường phản ứng.

Có thể điều chế các uretan có nhóm chức hydroxy bằng các phương pháp được công nhận trong lĩnh vực này, ví dụ, như được mô tả trên đây trong tài liệu này. Thông thường, một hoặc nhiều isoxyanat có hai nhóm chức được cho phản ứng với một hoặc nhiều chất liệu có hai nhóm hydro có hoạt tính (ví dụ, diol hoặc dithiol), sao cho tỷ lệ của các nhóm hydro có hoạt tính với nhóm isoxyanat là lớn hơn 1, như chuyên gia trong lĩnh vực này đã biết.

Nói là “chất liên kết chéo isoxyanat bị bịt (hoặc bị chặn)” có nghĩa là chất liên kết chéo có từ hai nhóm isoxyanat bị bịt trở lên có thể làm mất nhóm bịt (hoặc khử nhóm chặn) dưới điều kiện đóng rắn, ví dụ, ở nhiệt độ cao, để tạo nhóm isoxyanat tự do và nhóm đầu mút tự do. Tốt hơn, nếu nhóm isoxyanat tự do được tạo ra bằng cách làm mất nhóm bịt chất liên kết chéo có khả năng phản ứng và tạo liên kết cộng hóa trị về cơ bản là lâu bền với các nhóm hydro có hoạt tính của polyme có nhóm chức hydro có hoạt tính (ví dụ, với các nhóm hydroxy của polyme có nhóm chức hydroxy).

Thích hợp là nhóm đầu mút của chất liên kết chéo isoxyanat bị bịt không ảnh hưởng bất lợi cho chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể đóng rắn được khi làm mất nhóm bịt khỏi isoxyanat (tức là, khi nó trở thành nhóm đầu mút tự do). Ví dụ, thích hợp là nhóm đầu mút tự do không bị kẹt trong màng đã được đóng rắn ở dạng bột khí cũng không dẻo hóa quá mức màng đã được đóng rắn. Tốt hơn, nếu các nhóm đầu mút hữu ích theo sáng chế có đặc điểm là bền và ổn định hoặc có khả năng về cơ bản thoát hết khỏi màng phủ hình thành trước khi nó thủy tinh hóa. Thông thường, các nhóm đầu mút tự do về cơ bản thoát hết khỏi màng phủ hình thành (ví dụ, đóng rắn) trước khi nó thủy tinh hóa.

Các loại của các nhóm đầu mút của chất liên kết chéo isoxyanat bị bịt có thể được chọn từ: các hợp chất có nhóm chức hydroxy, ví dụ, rượu C₂-C₈ mạch thẳng hoặc mạch nhánh, etylen glycol butyl ete, phenol và p-hydroxy metylbenzoat; 1H-azol, ví dụ, 1H-1,2,4-triazol và 1H-2,5-dimetyl pyrazol; các lactam, ví dụ, ε-caprolactam và 2-pyrrolidinon; các ketoxim, ví dụ, 2-propcanon oxim và 2-butanon oxim. Các nhóm đầu mút thích hợp khác bao gồm, morpholin, 3-aminopropyl morpholin và N-hydroxy phtalimit.

Isoxyanat hoặc hỗn hợp gồm các isoxyanat của chất liên kết chéo isoxyanat bị bịt có hai nhóm isoxyanat trở lên (ví dụ, 3 hoặc 4 nhóm isoxyanat).

Các ví dụ về các isoxyanat thích hợp mà có thể được sử dụng để điều chế chất liên kết chéo isoxyanat bị bịt bao gồm, diisoxyanat monome, ví dụ, α, α'-xylylen diisoxyanat, α, α', α'-tetrametylxylylen diisoxyanat và 1-isoxyanat-3-isoxyanatometyl-3,5,5-trimetylxclohexan (isophoron diisoxyanat hoặc IPDI), và các dime và trime của diisoxyanat monome chứa liên kết isoxyanurat, uretidino, biruet hoặc alophanat, ví dụ, trime của IPDI.

Chất liên kết chéo isoxyanat bị bịt cũng có thể được chọn từ các sản phẩm cộng có nhóm chức isoxyanat bị bịt dạng oligome, như được sử dụng trong bản mô tả này. Nói là “sản phẩm cộng có nhóm chức isoxyanat bị bịt dạng oligome” có nghĩa là chất liệu mà về cơ bản không có phần mở rộng mạch polyme. Các sản phẩm cộng có nhóm chức polyisoxyanat bị bịt dạng oligome có thể được điều chế bằng các phương pháp được công nhận trong lĩnh vực này từ, ví dụ, hợp chất chứa từ ba nhóm hydro có hoạt tính trở lên, ví

dụ, trimethylolpropan (TMP), và monome isoxyanat, ví dụ, 1-isoxyanato-3,3,5-trimetyl-5-isoxyanatometylxclohexan (IPDI), lần lượt theo tỷ lệ mol là 1:3. Trong trường hợp TMP và IPDI, bằng cách sử dụng kỹ thuật nạp liệu thiếu và/hoặc kỹ thuật tổng hợp dung dịch loãng được công nhận trong lĩnh vực này, có thể điều chế được sản phẩm cộng dạng oligome có nhóm chức isoxyanat trung bình là 3 (ví dụ, “TMP-3IPDI”). Sau đó, ba nhóm isoxyanat tự do này đối với mỗi sản phẩm cộng TMP-3IPDI được bịt bằng nhóm đầu mút, ví dụ, rượu C₂-C₈ mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Để xúc tác phản ứng giữa nhóm isoxyanat của chất liên kết chéo polyisoxyanat bị bịt và các nhóm hydroxy của polyme có nhóm chức hydroxy, một hoặc nhiều chất xúc tác thường có mặt trong chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể đóng rắn được theo lượng là từ, ví dụ, 0,1 đến 5 phần trăm theo trọng lượng, trên cơ sở tổng các chất nhựa rắn của chế phẩm. Các loại chất xúc tác hữu ích bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các hợp chất kim loại, cụ thể là, các hợp chất thiếc hữu cơ, ví dụ, thiếc (II) octanoat và thiếc dibutyl(IV) dilaurat, và các amin bậc ba, ví dụ, diazabixyclo[2.2.2]octan.

Các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể đóng rắn được theo sáng chế, chế phẩm này bao gồm polyme có nhóm chức hydroxy và chất liên kết chéo có nhóm chức isoxyanat bị bịt, thường có polyme có nhóm chức hydroxy theo lượng là từ 55 phần trăm đến 95 phần trăm theo trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng các chất nhựa rắn của chế phẩm, ví dụ, từ 75 phần trăm đến 90 phần trăm theo trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng các chất nhựa rắn của chế phẩm. Chất liên kết chéo có nhóm chức isoxyanat bị bịt thường có mặt trong chế phẩm nhựa có thể đóng rắn được theo lượng tương ứng với mức cân bằng của các khoảng được trích dẫn này, tức là, 5 đến 45, cụ thể là 10 đến 25, phần trăm theo trọng lượng.

Với các chế phẩm nhựa uretan có thể đóng rắn được của các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể đóng rắn được của sáng chế, tỷ lệ đương lượng của các đương lượng isoxyanat trong chất liên kết chéo isoxyanat bị bịt với các đương lượng hydroxy trong polyme có nhóm chức hydroxy thường trong phạm vi là 1:3 đến 3:1, ví dụ, 1:2 đến 2:1. Trong khi có thể sử dụng tỷ lệ đương lượng nằm ngoài khoảng này, nhưng chúng thì thường ít thích hợp do những thiếu hụt về tính năng trong các màng mỏng đổi màu theo ánh sáng được xử lý đóng rắn thu được từ đó. Các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng

có thể đóng rắn được theo sáng chế mà bao gồm polyme có nhóm chức hydroxy và chất liên kết chéo có nhóm chức isoxyanat bị bật thường đóng rắn ở nhiệt độ là từ 120°C đến 190°C trong khoảng thời gian là từ 10 đến 60 phút.

Tùy ý, các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể còn bao gồm dung môi. Các ví dụ về các dung môi thích hợp bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, axetat, rượu, keton, glycol, ete, hợp chất béo, hợp chất vòng béo và hợp chất thơm. Các ví dụ về các axetat bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, etyl axetat, butyl axetat và glycol axetat. Các ví dụ về các keton bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, metyl etyl keton và metyl-N-amyl keton. Các ví dụ về các hợp chất thơm bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, toluen, naphtalen và xylen. Theo một phương án, một hoặc nhiều dung môi được bổ sung vào mỗi chất trong số chất phản ứng thứ nhất và chất phản ứng thứ hai. Các hỗn hợp dung môi thích hợp còn bao gồm, ví dụ, một hoặc nhiều axetat, propanol và các dẫn xuất của nó, một hoặc nhiều keton, một hoặc nhiều rượu và/hoặc một hoặc nhiều hợp chất thơm. Nếu có mặt, dung môi thường có mặt theo lượng là từ 5 đến 60 phần trăm theo trọng lượng, hoặc 5 đến 40 phần trăm theo trọng lượng, hoặc 10 đến 25 phần trăm theo trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng của chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng (kể cả trọng lượng dung môi).

Các chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng có thể đóng rắn được theo sáng chế có thể tùy ý chứa chất phụ gia như sáp tạo thuận lợi cho dòng chảy và thấm ướt, các chất kiểm soát dòng chảy, ví dụ, poly(2-ethylhexyl)acrylat, nhựa phụ trợ để cải biến và tối ưu hóa các thuộc tính phủ, chất chống oxy hóa và chất hấp thụ ánh sáng cực tím (UV). Các ví dụ về các chất chống oxy hóa và các chất hấp thụ ánh sáng cực tím hữu ích bao gồm những loại do Ciba-Geigy bán trên thị trường dưới các nhãn hiệu thương mại IRGANOX và TINUVIN. Những chất phụ gia tùy ý này, khi được sử dụng, thì thường có mặt theo lượng lên đến 20 phần trăm theo trọng lượng (ví dụ, từ 0,5 đến 10 phần trăm theo trọng lượng), trên cơ sở tổng trọng lượng của các chất nhựa rắn của chế phẩm nhựa có thể đóng rắn được.

Các chế phẩm, vật dụng và chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể còn bao gồm chất phụ gia được công nhận trong lĩnh vực này có tác dụng trợ giúp hay hỗ trợ trong quá trình xử lý và/hoặc trong tính năng của các chế phẩm hoặc vật dụng. Các

ví dụ không giới hạn về chất phụ gia như vậy bao gồm chất khởi đầu quang học, chất khởi đầu nhiệt, chất ức chế quá trình polyme hóa, các dung môi, các chất làm ổn định ánh sáng (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, các chất hấp thụ ánh sáng cực tím và các chất làm ổn định ánh sáng, như chất làm ổn định ánh sáng amin bị cản trở (hindered amine light stabilizers-HALS)), chất làm ổn định nhiệt, chất giúp đỡ khuôn, chất kiểm soát lưu biến, các chất san phẳng (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, chất hoạt động bề mặt), chất thu dọn gốc tự do, các chất xúc tác sự bám dính (như hexandiol diacrylat và các chất liên hợp), và các tổ hợp và các hỗn hợp của chúng.

Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể được sử dụng theo lượng (hoặc tỷ lệ) sao cho chất liệu hữu cơ hoặc nền (ví dụ, các vật dụng đổi màu theo ánh sáng và màng phủ đổi màu theo ánh sáng) mà chất liệu đổi màu theo ánh sáng kết hợp vào đó hoặc được kết nối thể hiện các thuộc tính quang học mong muốn, ví dụ, lượng và loại của các chất liệu đổi màu theo ánh sáng có thể được chọn sao cho chất liệu hữu cơ hoặc nền có thể là trong suốt hoặc không màu khi chất liệu đổi màu theo ánh sáng là ở dạng đóng (tức là, ở trạng thái mất màu hoặc trạng thái không được hoạt hóa) và có thể biểu hiện màu thu được mong muốn khi chất liệu đổi màu theo ánh sáng ở dạng mở (đó là, khi được hoạt hóa bằng bức xạ quang hóa). Lượng chính xác của chất liệu đổi màu theo ánh sáng sẽ được sử dụng trong các vật dụng và chế phẩm đổi màu theo ánh sáng khác nhau được mô tả ở đây là không nghiêm ngặt với điều kiện là sử dụng một lượng đủ để tạo ra hiệu ứng mong muốn. Lượng cụ thể của chất liệu đổi màu theo ánh sáng được sử dụng có thể phụ thuộc vào một loạt yếu tố được công nhận trong lĩnh vực này, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, đặc điểm hấp thụ của chất liệu đổi màu theo ánh sáng, màu và cường độ của màu mong muốn khi hoạt hóa, và phương pháp được sử dụng để kết hợp hoặc kết nối chất liệu đổi màu theo ánh sáng vào nền. Mặc dầu không giới hạn ở đây, theo các phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây, lượng của chất liệu đổi màu theo ánh sáng mà được kết hợp vào chất liệu hữu cơ có thể nằm trong khoảng từ 0,01 đến 40 phần trăm trọng lượng (ví dụ, từ 0,05 đến 15, hoặc từ 0,1 đến 5 phần trăm trọng lượng), trên cơ sở trọng lượng của chất liệu hữu cơ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phần 1 mô tả việc điều chế các rượu propargylic (PA) 1-23. Phần 2 mô tả việc điều chế các naphtol (1\I) 1-27. Phần 3 mô tả việc điều chế các hợp chất đổi màu theo ánh sáng trung gian, đại đa số những chất này được sử dụng làm các ví dụ so sánh (CE) 1-78. Phần 4 mô tả việc điều chế các ví dụ 1-87 sử dụng các chất liệu của các phần 1,2 và 3. Phần 5 mô tả thử nghiệm tính năng đổi màu theo ánh sáng và các kết quả của các ví dụ và các ví dụ so sánh. Phần 6 mô tả việc điều chế và thử nghiệm các màng phủ polyuretan chứa ví dụ 25 và ví dụ so sánh 78. Các kết quả được ghi nhận trong các bảng 1 và 2 cho thấy rằng các hợp chất của sáng chế đã thể hiện tính năng đổi màu theo ánh sáng được cải thiện so với các ví dụ so sánh với tính nhạy cảm cao hơn, ΔOD cao hơn ở trạng thái bão hòa và/hoặc thời gian bán phai màu nhanh hơn (“T1/2”), tức là, trị số thấp hơn.

Phần bộc lộ cụ thể của các ví dụ Patent được đề cập đến trong các phần 1-4 của các Patent Mỹ: 5,458,814; 5,645,767; 7,465,415; 7,527,754; và 7,557,208; và các Công bố đơn yêu cầu cấp patent Mỹ: 2006/0228557 và 2008/0103301 thì được đưa vào đây bằng cách viện dẫn.

Trong các phần dưới đây, các từ viết tắt được sử dụng trong bản mô tả này có nghĩa như sau:

EtOAc - etyl axetat;

DCM - diclometan;

DMP - 3,4-dihydro-2H-pyran;

DMAP hoặc 4-DMAP - 4-dimetylaminopyridin;

DMF hoặc dDMF - dimetylformamit khan;

DMSO - dimetyl sulfoxit;

h hoặc hrs – giờ;

MeCN hoặc dMeCN - axetonitril khan;

MeOH - metanol;

MS - phổ khối đo được;

NMR – Phổ cộng hưởng từ hạt nhân proton;

TEA - trietanolamin;

THF hoặc dTHF - tetrahydrophan khan;

PTSA - axit para-toluenesulfonic; và

V/V - tỷ lệ của các dung môi là trên cơ sở thể tích với thể tích.

Phần 1 – Điều chế các rượu propargylic (PA) 1-23

PA-1

Tuân thủ bước 1 của ví dụ 1 trong US 5,458,814 để điều chế 1,1-bis(4-metoxyphenyl)-2-propyn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-2

Bước 1

Quy trình của bước 1 của ví dụ 7 của US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là (4-hydroxyphenyl)(4-metoxyphenyl)metanon được sử dụng thay vì (4-flophenyl)(4-hydroxyphenyl)metanon để tạo ra (4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)(4-metoxyphenyl)metanon. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

Bước 2

Quy trình của bước 1 của ví dụ 5 của US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là (4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)(4-metoxyphenyl)metanon được sử dụng thay cho (4-flophenyl)(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)metanon để tạo ra 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-metoxyphenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm này được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-3

Bước 1

Trong bình một cổ có dung tích 0,5l, bis(4-flophenyl)metanon (20g) được hòa tan trong DMSO (40ml), piperidin 3-metanol (9,6g) được bổ sung và sau đó, TEA (1 1,5ml) được bổ sung. Hỗn hợp phản ứng được khuấy ở 70°C. Sau khi 20 giờ, phản ứng được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng, nước (0,8l) được bổ sung và hỗn hợp thu được được chiết bằng DCM (2 lần bằng 300ml đối với mỗi lần). Pha hữu cơ được gom, được rửa bằng nước (4 lần bằng 300ml đối với mỗi lần) và dung môi được làm bay hơi để tạo ra sản phẩm (25g). Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm (4-flophenyl)(4-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)metanon.

Bước 2

Quy trình của bước 1 của ví dụ 5 của US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm của bước 1 (4-flophenyl)(4-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)metanon

được sử dụng thay cho (4-flophenyl)(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)metanon để tạo ra 1-(4-flophenyl)-1-(4-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-4

Các bước 2 đến 3 của ví dụ 7 US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là (4-flophenyl)(4-metoxyphephenyl)metanon được sử dụng thay cho (4-flophenyl)(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)metanon để tạo ra 1-(4-metoxyphephenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm này được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-5

Các bước 1 đến 3 của ví dụ 7 trong US 7,465,415B2 được tuân thủ để điều chế 1-(4-(2-hydroxyetoxy)-phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)-2-propyn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm,

PA-6

Bước 1 của ví dụ 5 trong US 7,465,415B2 được tuân thủ để điều chế 1-(4-flophenyl)-1-(4'-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-2-propyn-1-ol. Sản phẩm này được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-7

Bước 1

Trong bình phản ứng 0,5l, dihydroxybenzophenon (15g) được tạo huyền phù trong nước (150ml) và dung dịch của NaOH (10,9g trong 120ml) được bổ sung trong khi vẫn khuấy. 2-cloetanol (31,7ml) được bổ sung. Hỗn hợp thu được được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu trong 2 ngày. Hỗn hợp này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được lọc. Chất rắn thu được được gom, được hòa tan trong THF (200ml) và được rửa một lần bằng KOH 1M (300ml). Lớp hữu cơ được gom và các dung môi được làm bay hơi để tạo ra 8,5g sản phẩm. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của bis(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)metanon.

Bước 2

Bình phản ứng 0,5l, được bổ sung THF (200ml), sản phẩm từ bước 1, bis(4-

(2-hydroxyetoxy)phenyl)metanon và 3,4-dihydro-2H-pyran (DHP, 5,5ml). PTSA (57mg) được bổ sung và hỗn hợp phản ứng được khuấy 12 giờ ở nhiệt độ trong phòng. Sau đó, dung môi được làm bay hơi, chất lỏng được hòa tan trong DCM (200ml), được chiết bằng K₂CO₃ 1% nước (một lần bằng 150ml) và nước muối (100ml). Sau khi làm bay hơi dung môi, sản phẩm (7,1g) được gom. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm bis(4-(2-((tetrahydro-2H-pyran-2-yl)oxy)etoxy)phenyl)metanon.

Bước 3

Sản phẩm của bước 2 được bổ sung vào bình phản ứng 1l có 100ml DMF. Hỗn hợp được làm lạnh xuống 5°C và được sục ký bằng khí axetylen trong 10 phút. Huyền phù đặc của natri axetylua (18% trọng lượng trong xylen/dầu mỏ từ Aldrich, 7ml) được bổ sung tất cả trong một lần. Hỗn hợp phản ứng được khuấy trong 0,5 giờ và sau đó, loại bể đá lạnh ra. Sau 10 giờ. Hỗn hợp được rót vào bình chứa đá lạnh (150g) và được khuấy trong 10 phút. EtOAc (300ml) được bổ sung và pha hỗn hợp được tách. Trong suốt quá trình tách pha, dung dịch bão hòa của NH₄Cl (250ml) được bổ sung. Lớp hữu cơ đã được thu hồi được rửa bằng nước (2 lần bằng 150ml đối với mỗi lần). Dung dịch thu được được cô bằng cô quay để thu được 21g sản phẩm. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm 1,1-bis(4-(2-((tetrahydro-2H-pyran-2-yl)oxy)etoxy)phenyl)prop-2-yn-1-ol.

PA-8

Các bước 1 đến 2 của PA-3 được tuân thủ, chỉ khác là 4-hydroxy piperidin được sử dụng thay vì piperidin 3-metanol để tạo ra 1-(4-flophenyl)-1-(4-(4-hydroxypiperidin-1-yl)phenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA 9

Các bước 1 đến 2 của PA-3 được tuân thủ, chỉ khác là piperidin 2-metanol được sử dụng thay vì piperidin 3-metanol để tạo ra 1-(4-flophenyl)-1-(4-(2-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-10

Các bước 1 đến 2 của PA-3 được tuân thủ, chỉ khác là (4-flophenyl)(phenyl)metanon được sử dụng thay vì bis(4-flophenyl)metanon để tạo ra 1-(4-

(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)-1-phenylprop-2-yn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-11

Các bước 1 đến 2 của PA-3 được tuân thủ, chỉ khác là piperazin-1-carbaldehyt được sử dụng thay vì piperidin 3-metanol để tạo ra 1-(4-flophenyl)-1-(4-(4-formylpiperazin-1-yl)phenyl)prop-2-yn-1-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

PA- 12

Quy trình của bước 1 của ví dụ 5 của US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là (4-bromphenyl)(phenyl)metanon được sử dụng thay cho (4-flophenyl)(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)metanon để tạo ra 1-(4-bromphenyl)-1-phenylprop-2-yn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA- 13

Các bước 1 đến 2 của PA-3 được tuân thủ, chỉ khác là 2-(piperazin-1-yl)etanol được sử dụng thay vì piperidin 3-metanol để tạo ra 1-(4-flophenyl)-1-(4-(4-(2-hydroxyetyl)piperazin-1-yl)phenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm này được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA- 14

Các bước 1 đến 2 của PA-3 được tuân thủ, chỉ khác là morpholin-2-ylmetanol được sử dụng thay vì piperidin 3-metanol để tạo ra 1-(4-flophenyl)-1-(4-(2-(hydroxymetyl)morpholino)phenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm này được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-15

Bước 1

Trong bình đã sấy khô, trong môi trường khí nitơ, 4-metoxybenzophenon (32g) được hòa tan trong axit axetic (250ml) và sau đó, Br₂ (20ml) được bổ sung từ từ. Dung dịch được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong 48 giờ. Sau đó, hỗn hợp được pha loãng bằng DCM (250ml) và được rửa bằng dung dịch K₂CO₃ nước 5% trọng lượng (200ml) và sau đó, bằng K₂CO₃ nước bão hòa (500ml). Pha hữu cơ thu được được gom và được rửa bằng 1M dung dịch nước của NaHSO₃ (300ml) và sau đó, bằng nước muối (200ml). Pha

hữu cơ được thu hồi, được làm khô trên Mg_2SO_4 và được lọc. Sau khi làm bay hơi dung môi, 38g sản phẩm được gom. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm (3-brom-4-metoxypheyl)(phenyl)metanon.

Bước 2

Quy trình của bước 1 của ví dụ 5 của US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là (3-brom-4-metoxypheyl)(phenyl)metanon được sử dụng thay cho (4-flophenyl)(4-(2-hydroxyetoxypheyl)metanon để tạo ra 1-(4-flophenyl)-1-(4-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm này được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-16

Bước 1

Quy trình của bước 1 của PA-15 được sử dụng, chỉ khác là (4-flophenyl)(4-metoxypheyl)metanon được sử dụng thay vì 4-metoxybenzophenon để thu được (3-brom-4-metoxypheyl)(4-flophenyl)metanon.

Bước 2

Các bước 2 đến 3 của ví dụ 7 của US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là ((3-brom-4-metoxypheyl)(4-flophenyl)metanon được sử dụng thay cho (4-flophenyl)(4-(2-hydroxyetoxypheyl)metanon để tạo ra 1-(3-brom-4-metoxypheyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-17

Các bước 2 đến 3 của ví dụ 7 của US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là (4-flophenyl)(4-metoxypheyl)metanon được sử dụng thay cho (4-flophenyl)(4-(2-hydroxyetoxypheyl)metanon và morpholin-2-ylmetanol được sử dụng thay vì morpholin để tạo ra 1-(4-(2-(hydroxymetyl)morpholino)phenyl)-1-(4-metoxypheyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA- 18

Bước 1 đến 2 của PA-3 được tuân thủ, chỉ khác là piperidin-4-ylmetanol được sử dụng thay vì piperidin 3-metanol để tạo ra 1-(4-flophenyl)-1-(4-(4-

(hydroxymethyl)piperidin-1-yl)phenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-19

Bước 1

Bình phản ứng 0,5l được bổ sung DMF (200ml), dihydroxybenzophenon (15g) và K_2CO_3 (29g). Hỗn hợp thu được được khuấy trong môi trường khí nitơ và allylbromua (48ml) được bổ sung. Phản ứng được khuấy trong 12 giờ ở 75°C. Hỗn hợp được lọc qua giấy lọc và chất lọc được thu gom. DCM (250ml) được bổ sung, và hỗn hợp được rửa bằng nước (5 lần bằng 400ml đối với mỗi lần). Lớp hữu cơ thu được được gom và các dung môi được làm bay hơi để tạo ra 19g sản phẩm. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của bis(4-(allyloxy)phenyl)metanon.

Bước 2

Sản phẩm của bước 1 được bổ sung vào bình phản ứng 1l có 100ml DMF. Hỗn hợp được làm lạnh xuống 5°C bằng bể đá lạnh và được sục khí bằng khí axetylen trong 10 phút. Huyền phù đặc của natri axetylua (18% trọng lượng trong xylen/dầu khoáng từ Aldrich, 22ml) được bổ sung tất cả trong một lần. Hỗn hợp phản ứng được khuấy trong 0,5 giờ và sau đó, loại bể đá lạnh ra. Sau 10 giờ. Hỗn hợp được rót vào bình chứa đá lạnh (150g) và được khuấy trong 10 phút. EtOAc (300ml) được bổ sung và pha hỗn hợp được tách. Trong suốt quá trình tách pha, dung dịch bão hòa của NH_4Cl (250ml) được bổ sung. Lớp hữu cơ đã được thu hồi được rửa bằng nước (2 lần bằng 150ml đối với mỗi lần). Dung dịch thu được được cô bằng cô quay để thu được 21g sản phẩm. Sản phẩm 1,1-bis(4-(allyloxy)phenyl)prop-2-yn-1-ol được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm. Sản phẩm này được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-20

Bước 1

Quy trình của bước 1 của PA-19 được tuân thủ, chỉ khác là (4-flophenyl)(4-hydroxyphenyl)metanon được sử dụng thay vì dihydroxybenzophenon để thu được (4-(allyloxy)phenyl)(4-flophenyl)metanon. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

Bước 2

Các bước 2 đến 3 của ví dụ 7 của US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là (4-(alyloxy)phenyl)(4-flophenyl)metanon được sử dụng thay cho (4-flophenyl)(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)metanon để tạo ra 1-(4-(alyloxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm,

PA-21

Các bước 2 đến 3 của ví dụ 13 trong US2006/0228557A1 được tuân thủ để tạo ra 1-phenyl-1-(4-(2-hydroetoxy)phenyl)-2-propyn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-22

Bước 1

Trong bình khô 500ml, sản phẩm của bước 1 của PA-2 (4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)(4-metoxyphephenyl)metanon (8g) được hòa tan trong DMF khan (100ml) và NaH (5,6g, 55% bột) được bổ sung. Hỗn hợp được khuấy trong 1 giờ trong môi trường khí nitơ và sau đó, alyl bromua (14,8ml) được bổ sung từ từ. Sau 12 giờ, phản ứng được tôi bằng cách bổ sung 50ml nước. Hỗn hợp thu được được chiết bằng DCM (200ml) và pha hữu cơ đã được gom được rửa bằng nước (5 lần bằng 250ml đối với mỗi lần). Dung môi được làm bay hơi để thu gom chất lỏng. Phân tích MS hỗ trợ trọng lượng phân tử của sản phẩm (4-(2-(alyloxy)etoxy)phenyl)(4-metoxyphephenyl)metanon (10g).

Bước 2

Quy trình của bước 1 của ví dụ 5 của US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là (4-(2-(alyloxy)etoxy)phenyl)(4-metoxyphephenyl)metanon được sử dụng thay cho (4-flophenyl)(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)metanon để tạo ra 1-(4-(2-(alyloxy)etoxy)phenyl)-1-(4-metoxyphephenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

PA-23

Bước 1

Bình phản ứng 0,5l được bổ sung DMF (200ml), (4-hydroxyphenyl)(4-metoxyphephenyl)metanon (15g) và K₂CO₃ (27g). Hỗn hợp thu được được khuấy trong môi trường khí nitơ và butylbromua (25ml) được bổ sung. Hỗn hợp phản ứng được khuấy

trong 12 giờ ở 75°C . Hỗn hợp được lọc qua giấy lọc và chất lọc được thu gom. DCM (250ml) được bổ sung, và hỗn hợp được rửa bằng nước (5 lần bằng 400ml đối với mỗi lần). Lớp hữu cơ thu được được gom và các dung môi được làm bay hơi để tạo ra 17g sản phẩm. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của (4-butoxyphenyl)(4-metoxyphenyl)metanon.

Bước 2

Quy trình của bước 1 của ví dụ 5 của US 7,465,415B2 được tuân thủ, chỉ khác là (4-butoxyphenyl)(4-metoxypbenyl)metanon được sử dụng thay cho (4-flophenyl)(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)metanon để tạo ra 1-(4-butoxyphenyl)-1-(4-metoxyphenyl)prop-2-yn-1-ol. Sản phẩm này được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

Phần 2 - Điều chế naphtol (N) 1-27

N-1

Các bước 1 đến 5 của ví dụ 1 trong US2006/0228557A1 được tuân thủ để tạo ra 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-9-brom-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-2

Các bước 1 đến 6 trong ví dụ 1 trong US2006/0228557A1 được tuân thủ để tạo ra 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-9-xyano-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-3

Bước 1 trong ví dụ 2 trong US2006/0228557A1 được tuân thủ để tạo 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-9-carboxy-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-4

Bước 4 trong ví dụ 7 trong US7465415B2 được tuân thủ để tạo 7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-5

Các bước 3 đến 6 trong ví dụ 1 trong US7527754B2 được tuân thủ để tạo ra 3,9-diflo-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-6

Sản phẩm của bước 5 của ví dụ 4 trong US 5645767 (10g) được hòa tan trong dTHF (100ml) trong bình phản ứng 1l. Dung dịch thu được được làm lạnh xuống 0°C trong bể đá lạnh. MeMgBr (65ml của 1,4M trong THF) được bổ sung thông qua phễu bổ sung và hỗn hợp phản ứng được duy trì trong bể đá lạnh trong 1 giờ và sau đó, được đun hồi lưu. Sau khi 3 giờ ở điều kiện hồi lưu, hỗn hợp phản ứng được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được tôi bằng cách bổ sung các phần phân ước nhỏ của NH₄Cl nước bão hòa (5 lần bằng 10ml đối với mỗi lần). Hỗn hợp được rót vào bình chứa đá lạnh (150g). Hỗn hợp thu được được chiết bằng EtOAc (250ml). Pha hữu cơ đã được thu hồi được rửa bằng nước muối (100ml) và sau đó, được làm khô trên Mg₂SO₄. Sau khi lọc và làm bay hơi dung môi, sản phẩm 3,7,9-trimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5,7-diol được gom (10,4g). Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-7

Quy trình của bước 1 của ví dụ 5 trong US 2006/022855YAl được sử dụng, chỉ khác là axit 4-triflornetylphenylboronic được sử dụng thay vì axit 4-flophenylboronic để tạo 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-9-(4-(triflometyl)phenyl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-8

Bước 1

Sản phẩm của N-2 (10g) 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-9-xyano-7H-benzo[c]fluoren-5-ol, DHP (5ml), PTSA (0,1g) và DCM (250ml) được gộp lại trong bình phản ứng 0,5l trong môi trường khí nitơ. Hỗn hợp được khuấy trong 4 giờ và sau đó, được rót vào dung dịch Na₂CO₃ bão hòa trong nước (150ml). Pha hữu cơ được gom và được làm khô trên Mg₂SO₄. Sau khi lọc và làm bay hơi dung môi, sản phẩm 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-5-(((tetrahydro-2H-pyran-2-yl)oxy)-7H-benzo[c]fluoren-9-carbonitril (12g) được gom và được sử dụng trong bước tiếp theo mà không phải tinh chế.

Bước 2

Sản phẩm của bước 1 (12g) được hòa tan trong *tert*-butanol (200ml) trong bình phản ứng và sau đó, KOH (4,8g) và 1-bromhexan (10g) được bổ sung. Hỗn hợp được đun hồi lưu trong 6 giờ và được làm mát xuống nhiệt độ trong phòng. Sau khi làm bay hơi

dung môi chất lỏng đã được thu hồi được hòa tan trong EtOAc (400ml) và được rửa bằng nước (3 lần bằng 150ml đối với mỗi lần). Pha hữu cơ thu được được gom và dung môi được làm bay hơi để thu được sản phẩm N-hexyl-2,3-dimethoxy-7,7-dimethyl-5-((tetrahydro-2H-pyran-2-yl)oxy)-7H-benzo[c]fluoren-9-carboxamid (12g), chất này được sử dụng nguyên như vậy cho bước tiếp theo.

Bước 3

Sản phẩm của bước 2 (12g) được hòa tan trong MeOH (250ml) trong bình phản ứng và HCl (37%, 0,5ml) được bổ sung. Hỗn hợp được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu trong 3 giờ và được làm mát xuống nhiệt độ trong phòng. Dung môi được làm bay hơi bằng cô quay và chất lỏng đã được thu hồi được hòa tan trong DCM (200ml), được rửa bằng nước (100ml) và sau đó, bằng nước muối (100ml). Pha hữu cơ thu được được tách và sau khi làm bay hơi dung môi, sản phẩm (10g) 2,3-dimethoxy-7,7-dimethyl-9-hexylcarbamoyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-9

Trong bình phản ứng đã được làm khô, piperidin-3-metanol (3g) và sản phẩm của N-8 (3g) được hòa tan trong dTHF (60ml), dung dịch được làm lạnh trong bể đá lạnh và *n*-BuLi (2M trong xyclohexan, 35ml) được bổ sung từ từ bằng cách sử dụng bơm tiêm. Hỗn hợp thu được được khuấy 15 phút trong bể đá lạnh và sau đó, được đun hồi lưu trong 3,5 giờ. Hỗn hợp này được khuấy qua đêm ở nhiệt độ trong phòng. Phản ứng được tôi bằng nước (25ml) và dung dịch NH₄Cl bão hòa trong nước (40ml). Hỗn hợp được chiết bằng EtOAc (100ml) và lớp hữu cơ được gom. Sau khi làm bay hơi dung môi, sản phẩm (3,4g) được gom. Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 2-(3-(hydroxymethyl)piperidin-1-yl)-,3-dimethoxy-7,7-dimethyl-9-hexylcarbamoyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol.

N-10

Quy trình của bước 6 của ví dụ 5 trong US7557208 được tuân thủ, chỉ khác là piperidin được sử dụng thay vì morpholin để tạo ra 3-methoxy-7,7-dimethyl-2-(piperidin-1-yl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-11

Các bước 1 đến 6 của ví dụ 1 trong US2008/0103301A1 được tuân thủ để tạo ra 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-9-(triflometyl)-7-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm,

N-12

Bước 1 của ví dụ 9 trong US2006/0228557A1 được tuân thủ để tạo 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-9-(phenyletynyl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm,

N-13

Bước 1

Quy trình của bước 1 của ví dụ 5 trong US 200610228557A1 được sử dụng, chỉ khác là axit 2-triflometylphenylboronic được sử dụng thay vì axit 4-flophenylboronic để tạo ra 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-9-(2-(triflometyl)phenyl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

Bước 2

Quy trình của bước 6 của ví dụ 5 trong US7557208 được sử dụng, chỉ khác là 3-dimetoxy-7,7-dimetyl-9-(2-(triflometyl)phenyl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol được sử dụng thay vì 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol để tạo ra 3-metoxy-7,7-dimetyl-2-(piperidin-1-yl)-9-(2-(triflometyl)phenyl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-14

Quy trình của bước 6 của ví dụ 5 trong US7557208 được sử dụng, chỉ khác là piperidin 3-metanol được sử dụng thay vì morpholin để tạo ra 2-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)-3-metoxy-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-15

Quy trình của bước 1 của ví dụ 5 trong US 2006/0228557A1 được sử dụng, chỉ khác là axit 4-xyanophenylboronic được sử dụng thay vì axit 4-flophenylboronic để tạo ra 9-(4-xyanophenyl)-2,3 -dimetoxy-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-16

Quy trình của bước 6 của ví dụ 5 trong US7557208 được sử dụng, chỉ khác là sản phẩm từ các bước 1 đến 6 của ví dụ 1 trong US2008/0 103 301 A1 được sử dụng thay vì 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol và N,N-dietylamin thay vì piperidin được sử dụng để tạo ra 2-(dietylamin)-3-metoxy-7,7-dimetyl-9-(triflometyl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-17

Quy trình của bước 6 của ví dụ 5 trong US7557208 được sử dụng, chỉ khác là sản phẩm từ bước 1 của ví dụ 6 từ US 2006/0228557A1 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-9-phenyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol được sử dụng thay vì 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol để tạo ra 3-metoxy-7,7-dimetyl-9-phenyl-2-(piperidin-1-yl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-18

Quy trình của N-21 được tuân thủ, chỉ khác là morpholin được sử dụng thay vì piperidin để tạo ra 3-metoxy-7,7-dimetyl-2-morpholino-9-phenyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-19

Sản phẩm của N-3 (1,5g) được hòa tan trong dTHF (50ml) trong bình phản ứng và được làm lạnh xuống 5°C trong bể đá lạnh. Sau đó, dung dịch của phức chất BH₃-THF 1M trong THF (12ml) được bổ sung từ từ và hỗn hợp thu được được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong môi trường khí nitơ trong 12 giờ. Nước (30ml) được bổ sung và hỗn hợp thu được được chiết bằng EtOAc (100ml). Sau khi làm bay hơi dung môi, sản phẩm 9-(hydroxymetyl)-2,3-dimetoxy-7,4-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol được gom (1,2g) và được sử dụng mà không cần phải tinh chế thêm.

N-20

Bước 1

Quy trình của các bước 1 đến 5 của ví dụ 1 trong US 5645767 được tuân thủ, chỉ khác là bis(4-metoxypheyl)metanon được sử dụng thay cho 4,4' dimetylbenzophenon để tạo ra 5-hydroxy-3,9-dimetoxy-7H-benzo[c]fluoren-7-on.

Bước 2

Sản phẩm của bước 1 (5g) được hòa tan trong dTHF (70ml) trong bình phản ứng. Dung dịch thu được được làm lạnh xuống 0°C trong bể đá lạnh. *n*-BuLi (2,5M trong Hexan, 20ml) được bổ sung và hỗn hợp phản ứng được duy trì trong bể đá lạnh trong 1 giờ và sau đó, được làm ấm lên đến nhiệt độ trong phòng. Sau 2 giờ, hỗn hợp phản ứng được tôi bằng cách bổ sung các phần phân ước nhỏ của dung dịch NH₄Cl bão hòa trong nước (40ml). Hỗn hợp được rót vào bình chứa đá lạnh (100g). Hỗn hợp thu được được chiết bằng EtOAc (150ml). Pha hữu cơ đã được thu hồi được rửa bằng nước muối (100ml) và sau đó, được làm khô trên MgSO₄. Sau khi lọc và làm bay hơi dung môi, sản phẩm 7-butyl-3,9-dimethoxy-7H-benzo[c]fluoren-5,7-diol được gom (5,5g). Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-21

Bước 1

Hỗn hợp gồm sản phẩm của bước 5 của ví dụ 4 trong US 5645767 (20g) 3,9-dimethyl-5-hydroxy-7H-benzo[C]-fluoren-7-on, hydrazin hydrat (50-60%, 130g), K₂CO₃ khan (168g) và dietylen glycol (600ml) trong bình phản ứng 2l được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu (xấp xỉ 190°C) trong 6 giờ. Dung dịch này được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và nước (350ml) được bổ sung. Hỗn hợp thu được được rót vào HCl nước (6M, 400ml) và được chiết bằng EtOAc (2 lần bằng 500ml đối với mỗi lần). Pha hữu cơ được gom và được rửa bằng nước muối (250ml). Sau khi làm bay hơi dung môi, sản phẩm 3,9-dimethyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol (15g) được gom.

Bước 2

Sản phẩm từ bước 1 (5g) được hòa tan trong dietyl ete khan (150ml) trong bình phản ứng và dung dịch thu được được làm lạnh xuống -50°C trong bể băng khô trong axeton. *n*-BuLi (2,5M trong Hexan, 17ml) được bổ sung từ từ. Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút trong bể lạnh và sau đó là, 1 giờ ở nhiệt độ trong phòng. Hỗn hợp phản ứng được rót vào băng khô được nghiền nhỏ (30g). Nước được bổ sung (40ml) và dung dịch được chỉnh đến độ pH trung tính bằng cách sử dụng HCl được pha loãng. Hỗn hợp được chiết bằng EtOAc (300ml) và pha hữu cơ được gom. Việc làm bay hơi dung môi thu được sản phẩm axit 5-hydroxy-3,9-dimethyl-7H-benzo[c]fluoren-7-carboxylic (4,5g) sản phẩm này được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần phải tinh chế thêm.

Bước 3

Sản phẩm của bước 2 (4,5g) được hòa tan trong MeOH (200ml) và 3 giọt H₂SO₄ được bổ sung. Hỗn hợp được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu trong 3 giờ và được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng. Sau khi làm bay hơi dung môi, chất lỏng thu được được hòa tan trong DCM (150ml) và được rửa bằng nước muối (50ml). Lớp hữu cơ được gom và dung môi được làm bay hơi để thu được sản phẩm metyl 5-hydroxy-3,9-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-7-carboxylat (4,5g). Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-22

Bước 1

Brom(3-metoxyphenyl)magne (1M trong THF, 98ml) được rót vào bình khô 1l và hỗn hợp này được làm lạnh trong bể đá lạnh. Bis[2-(N,N-dimethylamino)-etyl] ete (18,6ml) được bổ sung thành một phần trong khi vẫn khuấy. Sau 25 phút, dung dịch được bổ sung từ từ vào dung dịch đã được làm lạnh của 4-biphenyl carbonyl clorua (21g) trong dTHF (40ml). Sau 10 phút, bể đá lạnh được loại ra và hỗn hợp phản ứng được trộn ở nhiệt độ trong phòng trong 12 giờ. Nước (150ml) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, và độ pH được điều chỉnh đến 5 bằng HCl đậm đặc (10ml). Hỗn hợp được chiết bằng cách sử dụng EtOAc (2 lần bằng 300ml đối với mỗi lần). Sau đó, phần hữu cơ đã được thu hồi được rửa bằng nước (200ml), nước muối (200ml) và được làm khô trên Mg₂SO₄. Sau khi lọc và làm bay hơi dung môi, sản phẩm (28g) được gom. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của [1,1'-biphenyl]-4-yl(3-metoxyphenyl)metanon.

Bước 2

Các bước 1 đến 5 của ví dụ 1 trong US2006/0228557A1 được tuân thủ, chỉ khác là [1,1'-biphenyl]-4-yl(3-metoxyphenyl)metanon được sử dụng thay cho 3,4-dimetoxi-4'-bromobenzophenon để tạo ra 2-metoxi-7,7-dimetyl-9-phenyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-23

Các bước 1 đến 5 trong ví dụ 1 trong US2006/0228557A1 được tuân thủ, chỉ khác là [1,1'-biphenyl]-4-yl(3-metoxyphenyl)metanon được sử dụng thay cho 3,4-dimetoxi-4'-bromobenzophenon và trong bước 4, etyl lithi được sử dụng thay vì metyl magie clorua

để tạo ra 7,7-diethyl-2-metoxi-9-phenyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm.

N-24

Bước 1

Bình phản ứng 1l chứa anhydrit axetic (600ml) được bổ sung 7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol (150g), sau đó là bổ sung, 4-dimetylaminopyridin (DMAP) (0,2g). Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt đến 130°C và được duy trì ở nhiệt độ này trong 2 đến 3 giờ. Hỗn hợp phản ứng thu được được làm nguội xuống 120°C và được duy trì ở nhiệt độ này qua đêm và được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng trước khi được rót vào nước đá và được khuấy trong 2 giờ. Chất rắn màu trắng nhạt được tạo ra và được gom bằng cách lọc. Chất rắn đã được thu hồi được rửa bằng nước, và sau đó, bằng MeOH/nước (thể tích/thể tích, 50/50). Sản phẩm 7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-yl axetat được làm khô trong không khí để thu được 175g chất rắn và được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần phải tinh chế thêm.

Bước 2

Bình phản ứng 1l chứa 400ml DMF được bổ sung sản phẩm của bước 1 (120g) sau đó là bổ sung N-bromosuccinimide (NBS, 82g). Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt đến 90°C, được tăng cường đến 120°C nhanh chóng và trở lại 95°C và được gia nhiệt ở nhiệt độ này trong 4 giờ. Lượng NBS phụ thêm được bổ sung (8g) và hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt trong 2 giờ nữa. Hỗn hợp phản ứng thu được được rót vào nước và được chiết bằng EtOAc. Lớp hữu cơ đã được thu hồi được rửa bằng nước (3 x 200ml), được làm khô trên MgSO₄ và được cô dưới điều kiện chân không để thu được sản phẩm. Sản phẩm được làm đặc lại trong MeOH và chất rắn được thu hồi bằng cách lọc, được rửa bằng MeOH (3 x 200ml) và được làm khô để thu được chất rắn màu vàng sáng (107g). Sản phẩm 9-brom-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-yl axetat được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần phải tinh chế.

Bước 3

Bình phản ứng 1l chứa MeOH (500ml) được bổ sung sản phẩm của bước 2 (107g) sau đó là bổ sung HCl đậm đặc, 37% (3g). Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu trong 2 giờ. Các dung môi được loại khỏi hỗn hợp phản ứng thu được để thu

được 100g chất rắn. Chất rắn đã được thu hồi được làm đặc lại trong 250ml DCM/Hexan (thể tích/thể tích, 50/50) trong 10 phút ở nhiệt độ trong phòng. Huyền phù đặc được lọc và chất rắn đã được thu hồi được rửa bằng DCM/Hexan (thể tích/thể tích, 5/5) để thu được 47g sản phẩm. Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 7,7-dimetyl-9-brom-7H-benzo[c]fluoren-5-ol.

Bước 4

Sản phẩm của bước 3 (3g) và axit 4-metoxi phenyl boronic (2g) được bổ sung vào bình phản ứng 0,5l chứa dung dịch dimetoxietan (150ml) và nước (50ml) sau đó là bổ sung K_2CO_3 (3,7g) và triphenylphosphin (1,15g). Dung dịch thu được được sục bằng nitơ trong 10 phút và sau đó, paladi axetat (0,2g) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng. Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu trong môi trường khí nitơ. Sau 4 giờ, hỗn hợp phản ứng được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được rót vào 400ml nước, sau đó là chiết bằng EtOAc (2 x 150ml). Các lớp hữu cơ đã được thu hồi được gộp lại và được rửa bằng nước muối (200ml). Lớp hữu cơ này được làm khô trên Mg_2SO_4 và, sau khi lọc và làm bay hơi các dung môi đã thu được sản phẩm (3,5g), sản phẩm này được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần phải tinh chế. Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của sản phẩm 9-(4-metoxiphenyl)-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol.

N-25

Quy trình của bước 4 của N-30 được tuân thủ, chỉ khác là axit 4-dimetylaminophenyl boronic thay vì axit 4-metoxi phenyl boronic được sử dụng để tạo ra 9-(4-(dimetylaminophenyl))-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không phải tinh chế.

N-26

Quy trình của bước 4 của N-30 được tuân thủ, chỉ khác là axit 2-metoxi phenyl boronic thay vì axit 4-metoxi phenyl boronic được sử dụng để tạo ra 9-(2-metoxiphenyl)-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Sản phẩm được sử dụng mà không phải tinh chế.

N-27

Bước 1

Các bước 2 đến 5 của ví dụ 10 trong US 2006/0228557A1 được tuân thủ, chỉ khác là [1,1'-biphenyl]-4-yl(3-metoxypheyl)metanon được sử dụng thay cho 3,4-dimetoxi-4'-phenylbenzophenon để tạo ra 2-metoxi-7-oxo-9-phenyl-7H-benzo[c]fluoren-5-yl axetat.

Bước 2

Sản phẩm từ bước 1 (15g) được hòa tan trong MeOH (200ml) trong bình phản ứng và HCl (36%, 0,5ml) được bổ sung. Hỗn hợp được đun hồi lưu trong 3 giờ và được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng. Dung môi được làm bay hơi, chất lỏng thu được được hòa tan trong DCM (150ml) và được rửa bằng nước muối (80ml). Sau khi làm bay hơi dung môi, sản phẩm 5-hydroxy-2-metoxi-9-phenyl-7H-benzo[c]fluoren-7-on (14g) được gom. Sản phẩm được sử dụng mà không phải tinh chế.

Phần 3 - Điều chế các hợp chất trung gian đổi màu theo ánh sáng - các ví dụ so sánh (CE) 1-73

CE- 1

Ví dụ 5 trong US 5645767 được tuân thủ để tạo 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,11,13-trimetyl-13-hydroxy-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-2

Ví dụ 2 ở cột 86, các dòng 30 đến 51 trong US 7465415B2 được tuân thủ để tạo 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,11,13-trimetyl-13-(2-(2-(2-hydroxyetoxy)etoxy)etoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-3

Quy trình của ví dụ 2 ở cột 86, các dòng 30 đến 51 trong US 746541 5B2 được tuân thủ, chỉ khác là etylen glycol được sử dụng thay cho trietylen glycol để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,11,13-trimetyl-13-(2-hydroxyetoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-4

Quy trình từ ví dụ 2 ở cột 86, các dòng 30 đến 51 trong US 7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là rượu allylic được sử dụng thay cho trietylen glycol để tạo ra 3,3-(di(4-

metoxyphenyl)-6,11,13-trimetyl-13-(alyloxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-5

Bước 1

Trong bình phản ứng 0,5l, sản phẩm N-6 (4,6g) và sản phẩm PA-2 (6,2g) được hòa tan trong DCM (300ml). PTSA (0,15g) được bổ sung và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong 4 giờ. Hỗn hợp phản ứng được rửa bằng nước (200ml) và sau đó, dung môi được làm bay hơi. Chất lỏng thu được được tinh chế bằng sắc ký cột rửa giải bằng DCM/EtOAc (4/1, thể tích/thể tích) để thu được sản phẩm (7,3g). Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm có cấu trúc nhất quán với 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphe-nyl)- 6,11,13-trimetyl-13-hydroxy-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

Bước 2

Quy trình từ ví dụ 2 ở cột 86, các dòng 30 đến 51 trong US 7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm từ bước 1 được sử dụng thay cho 3,3-di(4-metoxyphe-nyl)-6,11,13-trimetyl-13-hydroxy-3H,13H-indeno [2,1-f]naphto[1,2-b]pyran để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphe-nyl)-6,11,13-trimetyl-13-(2-(2-(2-hydroxyetoxy)etoxy)etoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-6

Quy trình của ví dụ 2 trong US2006/0228557A1 được tuân thủ để tạo 3,3-di(4-metoxyphe-nyl)-6,7-dimetoxy-11-carboxy-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-7

Bước 1

Quy trình của CE-4 được sử dụng, chỉ khác là sản phẩm của bước 1 trong CE-5 được sử dụng thay vì 3,3-di(4-metoxyphe-nyl)-6,11,13-trimetyl-13-hydroxy-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphe-nyl)- 6,11,13-trimetyl-13-(alyloxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Bước 2

Trong bình 300ml, sản phẩm từ bước 1 (0,8g) được hòa tan trong DCM (13ml) và sau đó, monome ϵ -caprolacton (1,7ml) và chất xúc tác nhôm isopropoxit (0,1g) được bổ sung. Hỗn hợp phản ứng được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong 14 giờ. HCl nước (5%, 10ml) được bổ sung và sau khi khuấy trong 30 phút, hỗn hợp này được rửa bằng nước (20ml). Pha hữu cơ thu được được gom và dung môi được làm bay hơi. Chất lỏng được lọc qua đệm silic oxit và sau đó, được gom. Sau khi làm bay hơi dung môi, sản phẩm được hòa tan trong DCM (5ml) và được làm kết tủa bằng cách bổ sung các hexan (60ml). Sau khi lọc, sản phẩm cuối cùng (0,6g) được gom. Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với nguyên liệu ban đầu mà trong đó 5-6 đơn vị caprolacton được polyme hóa.

CE-8

Bước 1

Bình phản ứng 0,5l, sản phẩm N-21 (4,5g) và sản phẩm PA-4 (4,6g) được hòa tan trong DCM (300ml). PTSA (0,10g) được bổ sung và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong 12 giờ. Hỗn hợp phản ứng được rửa bằng nước (200ml) và dung môi được làm bay hơi. Chất lỏng thu được được tinh chế bằng sắc ký cột rửa giải bằng DCM/EtOAc (5/1, thể tích/thể tích) để thu được sản phẩm (8,0g). Sản phẩm 3-(4-morpholinophenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,11-dimetyl-13-(metoxycarbonyl)-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran được sử dụng mà không phải tinh chế trong bước tiếp theo.

Bước 2

Trong bình phản ứng khô 0,5l, sản phẩm của bước 1 (8,0g) được hòa tan trong axeton khan (250ml) và K_2CO_3 khan (10g) được bổ sung. Hỗn hợp được khuấy và 11-brom-1-undecanol (10g) được bổ sung. Hỗn hợp được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu và sau 15 giờ, được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng. Sau khi lọc, chất lọc được gom và dung môi được làm bay hơi. Chất lỏng này được tinh chế bằng sắc ký cột rửa giải bằng DCM/EtOAc 5/1. Các phần chứa sản phẩm được thu gom để thu được sản phẩm (8,0g). Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3-(4-

morpholinophenyl)-3-(4-metoxyphenyl)- 6,11-dimetyl-13-(11- hydroxyundexyl)-13-(metoxycarbonyl)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

CE-9

Bước 1

Quy trình được mô tả trong bước 7 của ví dụ 10 trong US 2006/0228557 được tuân thủ, chỉ khác là hợp chất N-20 được sử dụng thay cho 2,3-dimetoxy-7-hydroxy-7-etyl-11-phenyl-7H-benzo-[c]fluoren-5-ol để tạo ra 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11-dimetoxy-13-butyl-13-hydroxy-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Bước 2

Quy trình từ ví dụ 2 ở cột 86, các dòng 30 đến 51 trong US 7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm từ bước 1 được sử dụng thay cho 3,3-di(4-metoxyphenyl)-6,11,13-trimetyl-13-hydroxy-3H,13H-indeno [2,1-f]naphto[1,2-b]pyran và etylen glycol được sử dụng thay cho trietylen glycol để tạo ra 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11-dimetoxy-13-butyl-13-(2-hydroxyetoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-10

Quy trình được mô tả trong bước 4 của ví dụ 13 của US200610228557A1 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-5 được sử dụng thay cho 3-metoxy-9-brom-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-phenyl-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-11

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-8 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,7-dimetoxy-11- hexylcarbamoyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR,

CE- 12

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ để tạo 3-(4-

(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-13

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US746541 5B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-22 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimetyl-5-hydroxy-7H-benzo[c]fluoren để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-7-metoxy-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE- 14

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-25 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-11-(4-(dimethylamino)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE- 15

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N- 19 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 và sản phẩm PA-22 thay vì sản phẩm PA-2 để tạo ra 3-(4-(2-(alyloxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,7-dimetoxy-11-(hydroxymetyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE- 16

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-10 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6-metoxy-7-(piperidinyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE- 17

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-24 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-11-(4-metoxyphenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H

indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-18

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-25 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 và sản phẩm PA-6 thay vì sản phẩm PA-2 để tạo ra sản phẩm 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-flophenyl)-11-(4-(dimethylamino)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran, Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE- 19

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-26 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphephenyl) -11-(2-metoxyphephenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b] pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-20

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-9 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 và sản phẩm PA-22 thay vì sản phẩm PA-2 để tạo ra 3-(4-(2-(alyloxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphephenyl)-6-metoxi-7-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)-11- hexylcarbamoyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-21

Quy trình được mô tả trong bước 2 của CE-7 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm CE-47 được sử dụng thay cho 2-(4-(13-(alyloxy)-3-(4-metoxyphephenyl)-6,11,13-trimetyl-3,13-dihydrobenzo[h]indeno[2,1-f]chromen-3-yl)phenoxy)etanol. Phân tích NMR cho thấy sản phẩm có cấu trúc nhất quán với nguyên liệu ban đầu mà trong đó 9 đơn vị caprolacton được polyme hóa ở nhóm chức hydroxyl.

CE-22

Quy trình được mô tả trong bước 7 của ví dụ 10 trong US 2006/0228557A1 được tuân thủ, chỉ khác là hợp chất N-19 được sử dụng thay cho 2,3-dimetoxi-7-hydroxy-7-

ethyl-11-phenyl-7H-benzo-[c]fluoren-5-ol để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,7-dimetoxy-11-(hydroxymetyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-23

Quy trình của ví dụ 7 của US 200610228557A1 được tuân thủ để tạo 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,7-dimetoxy-11-(4-(hydroxymetyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-24

Quy trình được mô tả trong bước 7 của ví dụ 10 trong US 2006/0228557A1 được tuân thủ, chỉ khác là hợp chất N-14 được sử dụng thay cho 2,3-dimetoxy-7-hydroxy-7-ethyl-11-phenyl-7H-benzo-[c]fluoren-5-ol để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6-metoxy-7-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-25

Quy trình của bước 1 của ví dụ 12 của US 200610228557A1 được tuân thủ, để tạo ra 3,3-di(4-metoxypheyl)-6,7-dimetoxy-11-brom-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-26

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US746541 5B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-22 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimetyl-5-hydroxy-7Hbenzo[c]fluoren và sản phẩm PA-3 thay vì 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-14-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)-7-metoxy-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-27

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-22 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-

3-(4-metoxyphenyl)-7-metoxo-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-28

Bình phản ứng 0,5l, sản phẩm của bước 1 từ CE-5 (2,9g) được hòa tan trong MeOH (100ml) và sau đó, PTSA (40mg) được bổ sung. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 50°C trong 10 giờ, hỗn hợp phản ứng được rót vào nước (200ml) và được lọc để thu gom sản phẩm rắn (2,5g). Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,11,13-trimetyl-13-metoxo-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

CE-29

Trong bình phản ứng 0,3l, sản phẩm CE-28 (1,5g) và anhydrit suxinic (2,0g) được hòa tan trong toluen (50ml). 4-DMAP (30mg) được bổ sung và hỗn hợp được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu trong 4 giờ. Hỗn hợp phản ứng được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và được lọc. Chất lọc được tinh chế bằng sắc ký cột trên silicagel rửa giải bằng hexan/DCM (1/1, thể tích/thể tích) và sau đó là, bằng MeCN/DCM (1/4, thể tích/thể tích). Các phần chứa sản phẩm được gộp lại và làm bay hơi để thu được sản phẩm (1,46g). Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3-((2-((3-carboxypropanoyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,11,13-trimetyl-13-metoxo-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

CE-30

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-5 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-31

Quy trình dùng cho việc điều chế CE-29 được sử dụng, chỉ khác là CE-30 được sử dụng thay vì CE-28 để tạo ra 3-((2-((3-carboxypropanoyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-32

Quy trình của bước 7 của ví dụ 1 trong US 7527754B2 được sử dụng, chỉ khác là sản phẩm PA-10 được sử dụng thay cho 1-(flophenyl)-1-(4-piperidinophenyl)-2-propyn-1-ol để tạo ra 3-(4-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)-3-phenyl-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-33

Quy trình được sử dụng trong bước 1 CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-4 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-34

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của U57465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-18 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimetyl-5-hydroxy-7Hbenzo[c]fluoren để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-6-metoxy-7-morpholino-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-35

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-11 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,7-dimetoxy-11-(triflometyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR,

CE-36

Quy trình được mô tả trong bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm PA-3 được sử dụng thay cho 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-37

Quy trình được sử dụng cho việc điều chế CE-29 được sử dụng, chỉ khác là CE- 13 được sử dụng thay vì CE-28 để tạo ra 3-((2-(3-carboxypropanoyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-7-metoxy-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-38

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US746541 5B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-22 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimetyl-5-hydroxy-7H-benzo[c]fluoren và sản phẩm PA-8 thay vì 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-14-(4-hydroxypiperidin-1-yl)phenyl)-7-metoxy-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-39

Quy trình được mô tả trong bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm PA-8 được sử dụng thay cho 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(4-hydroxypiperidin-1-yl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-40

Bước 1

Quy trình được mô tả trong bước 7 của ví dụ 10 trong US 200610228557 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm từ bước 1 của N-20 được sử dụng thay cho 2,3-dimetoxy-7-hydroxy-7-etyl-11-phenyl-9H-benzo-[c]fluoren-5-ol để tạo ra 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11-dimetoxy-13-oxo-3H,1 3H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR,

Bước 2

Hỗn hợp gồm sản phẩm của bước 1 (4g), hydrazin hydrat (50-60%, 12g), K₂CO₃ khan (14g) và dietylen glycol (80ml) trong bình phản ứng 1l được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu (xấp xỉ 190°C) trong 5 giờ. Dung dịch được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và nước (150ml) được bổ sung. Hỗn hợp thu được được rót vào HCl nước (6M, 50ml) và được chiết bằng EtOAc (2 lần bằng 150ml đối với mỗi lần). Pha hữu cơ thu

được gom và được rửa bằng nước muối (100ml). Sau khi làm bay hơi dung môi, sản phẩm 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11-dimethoxy-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Bước 3

Sản phẩm từ bước 2 (3,2g) được hòa tan trong diethyl ete khan (100ml) trong bình phản ứng và dung dịch thu được được làm lạnh xuống -50°C trong bể của băng khô trong axeton. *n*-BuLi (2,5M trong Hexan, 2,7ml) được bổ sung từ từ. Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút trong bể lạnh và sau đó, 45 phút ở nhiệt độ trong phòng. Iodometan (1,4ml) được bổ sung và hỗn hợp được khuấy trong 2 giờ. Hỗn hợp phản ứng được tôi bằng NH_4Cl nước bão hòa (30ml). EtOAc (100ml) được bổ sung và pha hỗn hợp được tách. Lớp hữu cơ được gom, được rửa bằng nước muối (50ml) và sau đó, được làm khô trên Mg_2SO_4 . Sau khi lọc và làm bay hơi dung môi, sản phẩm (3,1g) được gom. Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11-dimethoxy-13-metyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Bước 4

Sản phẩm từ bước 3 (3,1g) được hòa tan trong diethyl ete khan (100ml) trong bình phản ứng và dung dịch thu được được làm lạnh xuống -50°C trong bể băng khô trong axeton. *n*-BuLi (2,5M trong Hexan, 2,5ml) được bổ sung từ từ. Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút trong bể lạnh và sau đó là, 1 giờ ở nhiệt độ trong phòng. Hỗn hợp phản ứng được rót vào băng khô được nghiền nhỏ (10g), nước được bổ sung (30ml) và dung dịch được chỉnh đến độ pH trung tính bằng cách sử dụng HCl được pha loãng. Sau đó, hỗn hợp được chiết bằng EtOAc (150ml) và pha hữu cơ được gom. Việc làm bay hơi dung môi thu được sản phẩm 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6, 11-dimethoxy-13-hydroxycarbonyl-13-metyl-3H,13H indeno[2,1-4f]naphto[1,2-b]pyran (3g), sản phẩm này được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần phải tinh chế thêm.

Bước 5

Sản phẩm của bước 4 (3g) được hòa tan trong etanol (150ml) trong bình phản ứng và 2 giọt H_2SO_4 được bổ sung. Hỗn hợp được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu trong 3 giờ, và sau đó, được làm mát xuống nhiệt độ trong phòng. Sau khi làm bay hơi dung môi, chất

lắng thu được được hòa tan trong DCM (100ml) và được rửa bằng nước muối (50ml). Lớp hữu cơ được gom và dung môi được làm bay hơi để thu được sản phẩm 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11-dimetoxyl-13-etoxy-carbonyl-13-metyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran (3,1g). Sản phẩm được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần phải tinh chế thêm.

Bước 6

Sản phẩm của bước 5 (3,1g) được hòa tan trong dTHF (90ml) trong bình phản ứng và dung dịch thu được được làm lạnh xuống 0°C trong bể đá lạnh. Lithi nhôm hydrua (LAH) được bổ sung từng phần (3 phần mà mỗi phần là 70mg). Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút trong bể đá lạnh và sau đó là, 2 giờ ở nhiệt độ trong phòng. Hỗn hợp phản ứng được tôi bằng NH₄Cl nước bão hòa (30ml). EtOAc (150ml) được bổ sung và pha hỗn hợp được tách. Lớp hữu cơ được gom, được rửa bằng nước muối (50ml) và sau đó, được làm khô trên Mg₂SO₄, sau khi lọc và làm bay hơi dung môi sản phẩm (2,9g) được gom. Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11-dimetoxyl-13-hydroxymetyl-13-metyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

CE-41

Bước 1

Quy trình được mô tả trong bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm PA-16 được sử dụng thay cho 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(3-brom-4-(metoxyphenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Bước 2

Dung dịch của sản phẩm từ bước 1 (0,7g) trong THF (40ml) và nước (30ml) trong bình phản ứng được bổ sung KF (0,9g) và pinacol este của vinylboronic (0,5ml) trong khi khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Hỗn hợp được loại khí trong 10 phút và sau đó, bis(triphenylphosphin)paladi(II) diclorua (0,14g) được bổ sung. Hỗn hợp được đun hồi lưu trong 12 giờ. Phản ứng được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng và EtOAc (100ml) được bổ sung. Pha hỗn hợp được tách. Pha hữu cơ thu được được gom và rửa

bằng nước muối. Sau khi làm bay hơi dung môi, chất lỏng được gom và tinh chế bằng sắc ký cột trên silicagel rửa giải bằng hexan/DCM (4/1, thể tích/thể tích). Các phần chứa sản phẩm được thu gom để thu được sản phẩm (0,4g). Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3-(3-vinyl-4-(metoxyphenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

CE-42

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-22 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimethyl-5-hydroxy-7Hbenzo[c]fluoren và sản phẩm PA-17 thay vì 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-(2-(hydroxymetyl)morpholino)phenyl)-3-(4-metoxypheyl)-7-metox-11-phenyl-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-43

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US746541 5B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-22 được sử dụng thay vì 4,9,7-dimethyl-5-hydroxy-7Hbenzo[C]fluoren và sản phẩm PA-13 thay vì 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-(4-(2-hydroxyetyl)piperazin-1-yl)phenyl)-3-(4-flophenyl)-7-metox-11-phenyl-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-44

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US746541 5B2 được tuân thủ chỉ khác là sản phẩm N-22 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimethyl-5-hydroxy-7H-benzo[c]fluoren và sản phẩm PA-20 thay vì 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-(alyloxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-7-metox-11-phenyl-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-45

Bước 1

Quy trình được mô tả trong bước 5 của ví dụ 7 của US746541 SB2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm PA-11 được sử dụng thay cho 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-

morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(4-formylpiperazin-1-yl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR,

Bước 2

Sản phẩm từ bước 1 (3,5g) được hòa tan trong 1,4-dioxan (35ml) trong bình phản ứng, và nước (25ml) được bổ sung. Hỗn hợp được đun hồi lưu cho đến khi chất liệu được hòa tan và HCl (36%, 4ml) được bổ sung. Sau 2 giờ hồi lưu, hỗn hợp được làm nguội và được rót vào cốc nhỏ 1l chứa nước KOH (0,5M, 150ml). EtOAc (300ml) được bổ sung và pha hỗn hợp được tách. Pha hữu cơ thu được được rửa bằng nước muối (100ml) và sau khi làm bay hơi dung môi, đã thu được sản phẩm (3,2g). Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3-(4-flophenyl)-3-(4-(piperazin-1-yl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

Bước 3

Quy trình được sử dụng cho việc điều chế CE-29 được sử dụng, chỉ khác là sản phẩm từ bước 2 được sử dụng thay vì CE-28 để tạo ra -(4-flophenyl)-3-(4-(4-(3-carboxypropanoyl)piperazin-1-yl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-46

Quy trình được mô tả trong bước 5 của ví dụ 4 của US7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm PA-18 được sử dụng thay cho 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(4-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-47

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-17 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimetyl-5-hydroxy-7H-benzo[c]fluoren để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-6-metoxy-7-(piperidin-1-yl)-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-48

Quy trình của của bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ chỉ khác là sản phẩm N-7 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimethyl-5-hydroxy-7H-benzo[c]fluoren và sản phẩm PA-14 thay vì 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-(2-(hydroxymetyl)morpholino)phenyl)-3-(4-flophenyl)-6,7-dimetoxy-11-(4-(triflometyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR,

CE-49

Quy trình được mô tả trong bước 5 của ví dụ 7 của US746541 5B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm PA-13 được sử dụng thay cho 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-(4-(2-hydroxyetyl)piperazin-1-yl)phenyl)-3-(4-flophenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-50

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-23 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-7-metoxy-11-phenyl-13,13-dietyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-51

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-15 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,7-dimetoxy-11-(4-xyanophenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-52

Quy trình được mô tả trong bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm PA-9 được sử dụng thay cho 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(2-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-53

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-13 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimetyl-5-hydroxy-7H-benzo[c]fluoren để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-6-metoxy-7-(piperidin-1-yl)-11-(2-(triflometyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-54

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US746541 5B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-7 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimetyl-5-hydroxy-7H-benzo[c]fluoren và sản phẩm PA-3 thay vì 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-(2-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)-3-(4-flophenyl)-6,7-dimetoxy-11-(4-(triflometyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-55

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-7 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,7-dimetoxy-11-(4-(triflometyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-56

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-12 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimetyl-5-hydroxy-7Hbenzo[c]fluoren và sản phẩm PA-3 thay vì 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-(2-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)phenyl)-3-(4-flophenyl)-6,7-dimetoxy-11-phenyletynyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-57

Quy trình được mô tả trong bước 5 của ví dụ 7 của U57465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm PA-12 được sử dụng thay cho 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-phenyl-3-(4-bromphenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-58

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-2 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 và sản phẩm PA-6 thay vì sản phẩm PA-2 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-flophenyl)-6,7-dimetoxy-11-xyano-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-59

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-2 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,7-dimetoxy-11-xyano-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-60

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-16 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6-metoxy-7-(dietylamin)-11-(triflometyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-61

Bước 1

Quy trình của bước 7 của ví dụ 1 trong US 7527754B2 được sử dụng, chỉ khác là sản phẩm PA-15 được sử dụng thay cho 1-(flophenyl)-1-(4-piperidinophenyl)-2-propyn-1-ol để tạo ra 3-phenyl-3-(3-brom-4-metoxyphenyl)-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Bước 2

Quy trình được mô tả trong bước 2 của CE-41 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm của bước 1 được sử dụng thay cho 4-(4-(3-(3-brom-4-metoxyphenyl)-13,13-dimetyl-3,13-dihydrobenzo[h]indeno[2,1-f]chromen-3-yl)phenyl)morpholin để tạo ra sản phẩm 3-phenyl-3-(3-vinyl-4-metoxyphenyl)-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR,

CE-62 và CE-63

Sản phẩm CE-61 (1,0g) được hòa tan trong dTHF (50ml) trong bình phản ứng, và dung dịch được khuấy trong môi trường khí nitơ. Dung dịch của phức chất $\text{BH}_3\text{-THF}$ (1M trong THF, 0,9ml) được bổ sung và hỗn hợp được khuấy trong 2 giờ ở nhiệt độ trong phòng. Etanol (1,5ml), 0,7ml NaOH (6M nước, 0,7ml) và H_2O_2 (30% nước, 1,3ml) được bổ sung và hỗn hợp được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu trong 1 giờ. Hỗn hợp được pha loãng bằng EtOAc (100ml) và nước muối (50ml). Lớp hữu cơ thu được được gom và tinh chế bằng sắc ký cột trên silicagel rửa giải bằng DCM/EtOAc (20/1, thể tích/thể tích). Hai sản phẩm này được thu gom. Phân tích NMR đã cho thấy rằng sản phẩm phân cực (0,1g) có cấu trúc nhất quán với CE-63: 3-phenyl-3-(3-(1-hydroxyetyl)-4-metoxyphe-nyl)- 6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran ít hơn và sản phẩm phân cực có cấu trúc nhất quán với CE-62: 3-phenyl-3-(3-(2-hydroxyetyl)-4-metoxyphe-nyl)- 6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran nhiều hơn.

CE-64

Bước 1

Quy trình được mô tả trong bước 7 của ví dụ 10 trong US 2006f0228557 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm từ bước 1 của N-20 được sử dụng thay cho 2,3-dimetox-7-hydroxy-7-etyl- 1 1-phenyl-7H-benzo-[c]fluoren-5-ol để tạo ra 3,3-(di(4-metoxyphe-nyl)- 7-metox-11-phenyl-13-oxo-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Bước 2

Các bước 2 đến 5 của CE-40 được tuân thủ, chỉ khác là 3,3-(di(4-metoxyphe-nyl)- 7-metox-11-phenyl-13-oxo-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran được sử dụng thay cho 3,3-(di(4-metoxyphe-nyl)-6,11-dimetox-13-oxo-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran để tạo ra 3,3-di(4-metoxyphe-nyl)-4-metox-11-phenyl-13-hydroxymetyl-13-metyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran: Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-65

Trong bình phản ứng 0,5l, sản phẩm N-4 (1,6g) và sản phẩm PA-7 (3,0g) được hòa tan trong 1,2-dicloetan (100ml). PTSA (0,22g) được bổ sung và hỗn hợp được khuấy ở

nhiệt độ trong phòng trong 12 giờ. Dung môi được làm bay hơi và chất lỏng thu được được hòa tan trong MeOH (80ml) và PTSA (0,5g) được bổ sung. Hỗn hợp được gia nhiệt đến điều kiện hồi lưu trong 12 giờ. Sau đó, phản ứng được làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng, dung môi được làm bay hơi, chất lỏng được hòa tan trong THF (100ml), EtOAc (200ml) được bổ sung và dung dịch được rửa bằng nước (100ml) và nước muối (100ml). Sau khi làm bay hơi các dung môi, chất lỏng được tinh chế bằng sắc ký cột rửa giải bằng metylen clorua/EtOAc (4/1, thể tích/thể tích) để thu được sản phẩm (0,8g) 3,3-bis(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR, CE-66

Bước 1

Trong bình phản ứng 0,5l trong môi trường khí nitơ, 4,4'-di-tert-butyl-2,2'dipyridyl (0,124g) và (1,5-xyclooctadien) (metoxy)iridi(I) dime (0,15g) được bổ sung. Các hexan (60ml), dimetyl isophtalat (3g) và pinacolboran (2,5ml) được nạp. Hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong môi trường khí nitơ trong 12 giờ, nước được bổ sung (20ml) và hỗn hợp được chiết bằng EtOAc (200ml). Pha hữu cơ được gom, rửa bằng nước muối (80ml) và được làm khô trên Mg₂SO₄. Chất lỏng được gom và tinh chế bằng sắc ký cột trên silicagel rửa giải bằng hexan/DCM (1/2, thể tích/thể tích). Các phần chứa sản phẩm được gom để thu được sản phẩm (1,6g). Phân tích MS đã xác nhận trọng lượng phân tử của dimetyl 5-(4,4,5,5-tetrametyl-1,3,2-dioxaborolan-2-yl)isophtalat.

Bước 2

Quy trình của bước 2 của ví dụ 12 trong US 200610228557A1 được sử dụng, chỉ khác là sản phẩm từ bước 1 được sử dụng thay vì axit 4-phenylboronic để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,7-dimetoxy-11-(3,5-bis(metoxycarbonyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Bước 3

Sản phẩm của bước 2 (0,3g) được hòa tan trong dTHF (70ml) trong bình phản ứng, và hỗn hợp được làm lạnh xuống 0°C bằng bể đá lạnh. Vitride (dung dịch 65% trên toluen, 2,5ml) được bổ sung từ từ. Bể đá lạnh được loại ra và hỗn hợp này được khuấy ở

nhệt độ trong phòng trong 12 giờ. Nước (6ml) và nước KOH (4M, 1ml) được bổ sung và hỗn hợp được chiết bằng EtOAc (150ml). Pha hữu cơ thu được được gom, được rửa bằng nước muối (50ml) và sau đó, dung môi được làm bay hơi để thu được sản phẩm (0,3g). Phân tích MS và NMR đã xác nhận sản phẩm là 3,3-di(4-metoxypheyl)-6,7-dimetoxy-11-(3,5-bis(hydroxymetyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran.

CE-67

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-9 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 và sản phẩm PA-19 thay vì sản phẩm PA-2 để tạo ra 3,3-di(4-(allyloxy)phenyl)-6-metox-7-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)-11-hexylcarbamoyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR

CE-68

Quy trình được mô tả trong CE-65 được tuân thủ, chỉ khác là N-5 được sử dụng thay cho N-4 để tạo ra 3,3-bis(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được hỗ trợ bởi phân tích NMR.

CE-69

Quy trình được sử dụng cho việc điều chế CE-29 được sử dụng, chỉ khác là sản phẩm CE-2 được sử dụng thay vì CE-28 để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,11,13-trimetyl-13-(2-(2-(2-((3-carboxypropanoyl)oxy)etoxy)etoxy)etoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-70

Bước 1

Trong bình phản ứng 0,5l trong môi trường khí nitơ, sản phẩm CE-69 (2,1g) được hòa tan trong dMeCN (50ml) và sau đó, *N*-hydroxysuxinimit (NHS, 0,38g) được bổ sung. Dung dịch này được làm lạnh xuống 0°C trong bể đá lạnh và sau đó, *N,N'*-dixyclohexylcarbodiimit (DCC, 0,68g) được hòa tan trong dMeCN (10ml) được bổ sung từ từ, hỗn hợp phản ứng được khuấy trong 1 giờ ở 0°C và loại bể đá lạnh ra. Sau 12 giờ, hỗn hợp phản ứng được lọc và chất rắn bị loại bỏ. Pha lỏng được cô và tinh chế bằng sắc

ký cột trên silicagel rửa giải bằng DCM/EtOAc (1/1, thể tích/thể tích) để thu gom sản phẩm (3g). NMR đã xác nhận sản phẩm là 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11,13-trimetyl-13-(2-(2-(2-((4-((2,5-dioxopyrrolidin-1-yl)oxy)-4-oxobutanoyl)oxy)etoxy)etoxy)etoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b] pyran.

Bước 2

Sản phẩm của bước 1 (3g) được hòa tan trong pyridin (10ml) trong bình phản ứng và 2,2'-iminodietanol (0,9g) được bổ sung. Hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong 2 ngày và dung môi được làm bay hơi và MeCN (30ml) được bổ sung. Sau khi lọc, chất rắn bị loại bỏ, chất lọc được gom và dung môi được làm bay hơi. Sản phẩm thu được được hòa tan trong DCM (100ml) được rửa bằng nước (100ml) và được tinh chế bằng sắc ký cột trên silicagel rửa giải bằng DCM/MeOH (4/1, thể tích/thể tích) để thu gom sản phẩm (2,6g). Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11,13-trimetyl-13-((16-hydroxy-14-(2-hydroxyetyl)-10,13-dioxo-3,6,9-trioxa-14-azahexadexyl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b] pyran.

CE-7 1

Quy trình được sử dụng trong bước 1 của CE-5 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-14 được sử dụng thay cho sản phẩm N-6 để tạo ra 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6-metoxo-7-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)-13,13-dimetyl-3H, 13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được hỗ trợ bởi phân tích NMR.

CE-72

Quy trình được sử dụng cho việc điều chế CE-29 được sử dụng, chỉ khác là sản phẩm CE-5 được sử dụng thay vì CE-28 để tạo ra 3-((2-((3-carboxypropanoyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,11,13-trimetyl-13-(2-(2-(2-((3-carboxypropanoyl)oxy)etoxy)etoxy)etoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-73

Quy trình được mô tả trong CE-65 được tuân thủ, chỉ khác là N-10 được sử dụng thay cho N-4 để tạo ra 3,3-bis(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-6-metoxo-7-(piperidin-1-yl)-

13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-74

Bước 1

Quy trình được mô tả trong bước 7 của ví dụ 10 trong US 2006/0228557 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm của bước 5 của ví dụ 4 trong US 5645767 được sử dụng thay cho 2,3-dimethoxy-7-hydroxy-7-ethyl-11phenyl-7H-benzo-[c]fluoren-5-ol để tạo ra 3,3-(di(4-methoxyphenyl)-6,11-dimethyl-13-oxo-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Bước 2

Các bước 2 đến 5 của CE-40 được tuân thủ, chỉ khác là 3,3-(di(4-methoxyphenyl)-6,11-dimethyl-13-oxo-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran được sử dụng thay cho 3,3-(di(4-methoxyphenyl)-6,11-dimethoxy-13-oxo-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran để tạo ra 3,3-(di(4-methoxyphenyl)-6,11-dimethyl-13-hydroxymethyl-13-methyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-75

Quy trình được mô tả trong ví dụ so sánh 4 trong US 2006/0228557 được tuân thủ để tạo 3,3-di(4-methoxyphenyl)-6,7-dimethoxy-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-76

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US746541 5B2 được tuân thủ, chỉ khác là 1,1-diphenyl-2-propyn-1-ol được sử dụng thay cho 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3,3-diphenyl-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

CE-77

Quy trình được mô tả trong CE-62 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm CE41 được sử dụng thay cho CE61 để thu được chỉ hợp phần chính. Phân tích NMR đã xác nhận sản phẩm là 3-(4-morpholinophenyl)-3-(3-(2-hydroxyetyl)-4-methoxyphenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-F]naphto[1,2-b]pyran.

CE-78

Quy trình của bước 5 của ví dụ 7 của US7465415B2 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm N-22 được sử dụng thay vì 4,7,7-dimetyl-5-hydroxy-7H-benzo[C]fluoren và sản phẩm PA-23 thay vì 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol để tạo ra 3-(4-butoxyphenyl)-3-(4-metoxyphephenyl)-7-metox-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Phần 4 - Điều chế các ví dụ (E) 1-87

E-1

Trong bình một cổ 300ml được làm khô CE-2 (1,0g) được hòa tan trong DCM (50ml) và dung dịch thu được được làm lạnh xuống 0°C trong môi trường khí nitơ. TEA (0,3ml) và 4-DMAP (18mg) được bổ sung liên tiếp. Dung dịch [tris(trimetylsiloxy)silyletyl]dimetyl-closilan (0,8ml) trong DCM (10ml) được bổ sung từng giọt. Bể đá lạnh được loại ra và sau 12 giờ HCl nước (5%, 30ml) được bổ sung. Pha hỗn hợp được tách và lớp hữu cơ đã được thu hồi được rửa bằng nước (100ml). Sau khi làm bay hơi dung môi, chất lỏng thu được được tinh chế bằng sắc ký cột đệm trên silicagel rửa giải bằng hexan/DCM (2/1, thể tích/thể tích) và sau đó, bằng hexan/DCM (1/10, thể tích/thể tích). Các phần chứa sản phẩm được thu gom để thu được sản phẩm (1,1g). Phân tích NMR cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3,3-(di(4-metoxyphephenyl)-6,11,13-trimetyl-13-((2,2,7,7-tetrametyl-4,4-bis((trimetylsilyl)oxy)-3,8,11,14-tetraoxa-2,4,7-trisilahexadecan-16-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

E-2

Quy trình được mô tả trong bước 1 đến 2 dùng cho việc điều chế CE-70 được tuân thủ, chỉ khác là 3-aminopropylmetylbis(trimetylsiloxy)-silan được sử dụng thay cho 2,2'-iminodietanol để tạo ra 3,3-(di(4-metoxyphephenyl)-6,11,13-trimetyl-13-((2,2,4-trimethyl-9,12-dioxo-4-((trimetylsilyl)oxy)-3,13,16,19-tetraoxa-8-aza-2,4-disilahenicosan-21-yl)oxy)-3,8,11,14-tetraoxa-2,4,7-trisilahexadecan-16-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-3

Trong bình một cổ 300ml được làm khô, CE-2 (1,0g) được hòa tan trong DCM (50ml) và dung dịch thu được được làm lạnh xuống 0°C trong môi trường khí nitơ, TEA (0,46ml) và 4-DMAP (18mg) được bổ sung liên tiếp. Dung dịch tris(trimetylsiloxy)dimetyl-closilan (1,1ml) trong DCM (10ml) được bổ sung từng giọt. Bể đá lạnh được loại ra và sau 12 giờ, HCl nước (5%, 30ml) được bổ sung. Pha hỗn hợp được tách và lớp hữu cơ đã được thu hồi được rửa bằng nước (100ml). Sau khi làm bay hơi dung môi, chất lỏng thu được được tinh chế bằng sắc ký cột đệm trên silicagel rửa giải bằng hexan/DCM (2/1, thể tích/thể tích) và sau đó, bằng hexan/DCM (1/10, thể tích/thể tích). Các phân chứa sản phẩm được thu gom để thu được sản phẩm (1,3g). Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3,3-(di(4-metoxyphe-nyl)-6,11,13-trimetyl-13-((2,2-dimetyl-4,4-bis((trimetylsilyl)oxy)-3,5,8,11-tetraoxa-2,4-disilatridecan-13-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran.

E-4

Quy trình được mô tả của E-1 được tuân thủ, chỉ khác là [bis(nonaflorhexyldimetylsiloxy)metyl]-silyletyldimetylclosilan được sử dụng thay cho [tris(trimetylsiloxy)silyletyl]dimetyl-closilan để tạo ra 3,3-(di(4-metoxyphe-nyl)-6,11,13-trimetyl-13-((13-((dimetyl(3,3,4,4,5,5,6,6,6-nonaflorhexyl)silyl)oxy)-18,18,19,19,20,20,21,21,21-nonaflor-10,10,13,15,15-pentametyl-3,6,9,14-tetraoxa-10,13,15-trisilahenicosyl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-5

Trong bình đã sấy khô, trong môi trường khí nitơ, CE-69 (1,2g) được hòa tan trong DCM (50ml), sau đó, 3-[hydroxy(polyetylenoxy)propyl]-heptametyltrisiloxan (0,8ml) và 4-DMAP (17mg) được bổ sung. Dung dịch được làm lạnh xuống 0°C trong bể đá lạnh và DCC (0,34g) được hòa tan trong DCM (10ml) được bổ sung từ từ vào hỗn hợp phản ứng. Hỗn hợp phản ứng được giữ trong 90 phút ở 0°C và sau đó, bể đá lạnh được loại ra. Sau 10 giờ, dung môi được làm bay hơi và chất lỏng thu được được tinh chế bằng sắc ký cột trên silicagel rửa giải bằng DCM/EtOAc (2/1, thể tích/thể tích) để thu được sản phẩm (0,4g). Phân tích NMR và MS đã xác nhận sản phẩm chứa chủ yếu 3,3-(di(4-metoxyphe-nyl)-6,11,13-trimetyl-13-((2,2,4-trimetyl-2,2,4-dioxo-4-((trimetylsilyl)oxy)-

3,8,11,14,17,20,25,28,31-nona-2,4-disilatripteracontan-33-yl)oxy)-3,8,11,14-tetraoxa-2,4,7-trisilaheptadecan-16-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran.

E-6

Quy trình được mô tả đối với E-1 được tuân thủ, chỉ khác là CE-3 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3,3-(di(4-methoxyphenyl)-6,11,13-trimethyl-13-(2-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)ethyl)dimethylsilyl)oxy)ethoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-7

Quy trình được mô tả đối với E-2 được sử dụng, chỉ khác là CE-3 được sử dụng thay vì CE-2 để tạo ra 3,3-(di(4-methoxyphenyl)-6,11,13-trimethyl-13-(2-(((4-((3-(1,1,1,3,5,5,5-heptamethyltrisiloxan-3-yl)propyl)amino)-4-oxobutanoyl)oxy)ethoxy)-3,8,11,14-tetraoxa-2,4,7-trisilaheptadecan-16-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-8

Quy trình được mô tả đối với E-1 được tuân thủ, chỉ khác là CE-1 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3,3-(di(4-methoxyphenyl)-6,11,13-trimethyl-13-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)ethyl)dimethylsilyl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR,

E-9

Trong bình đã được làm khô, CE-4 (1,4g) được hòa tan trong toluen (15ml) và bis(trimethylsiloxy)methylsilan (0,9ml) được bổ sung. Phức chất platinum (0)-1,3-divinyl-1,1,3,3-tetramethyldisiloxan (dung dịch trong xylen, Pt ~2%, 4 giọt) được bổ sung. Hỗn hợp phản ứng được khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Sau 24 giờ, dung môi được làm bay hơi và chất lỏng thu được được tinh chế bằng sắc ký cột trên silicagel rửa giải bằng DCM/Hexan (3/2, thể tích/thể tích) để thu được sản phẩm (1g). Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3,3-(di(4-methoxyphenyl)-6,11,13-trimethyl-13-(3-(1,1,1,3,5,5,5-heptamethyltrisiloxan-3-yl)propoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran.

E-10

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-8 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-morpholinophenyl)-3-(4-metoxypheyl)- 6,11-dimetyl-13-(11-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)undexyl)-13-(metoxycarbonyl)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-11

Quy trình được mô tả trong E-9 được tuân thủ, chỉ khác là CE-7 được sử dụng thay cho CE-4. Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này là nhất quán với cấu trúc của 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxypheyl)-6,11,13-trimetyl-13-(3-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)propoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran có 5-6 đơn vị monome caprolacton được polyme hóa ở nhóm chức hydroxyl.

Bước 1

Quy trình được mô tả đối với E-1 được tuân thủ, chỉ khác là trivinylclosilan được sử dụng thay cho [tris(trimetylsiloxy)silyletyl)metyl-closilan để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,11,13-trimetyl-13-((3,4-divinyl-4,7,10-trioxa-3-siladodec-1-en-12-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Bước 2

Quy trình được sử dụng trong E-9 được tuân thủ, chỉ khác là sản phẩm của bước 1 được sử dụng thay vì CE-4 và tỷ lệ được điều chỉnh để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,11,13-trimetyl-13-((7,7-bis(2-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)etyl)-2,2,4-trimetyl-4-((trimetylsilyl)oxy)-3,8,11,14-tetraoxa-2,4,7-trisilahexadecan-16-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-13

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-9 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,11-dimetoxy-13-butyl-13-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-14

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-40 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11-dimethoxy-13-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)methyl)-13-methyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được hỗ trợ bởi phân tích NMR.

E-15

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-74 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,11-dimethyl-13-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)-13-methyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-16

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-64 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 9,3-di(4-metoxyphenyl)-7-methoxy-11-phenyl-13-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)methyl)-13-methyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-17

Việc điều chế được mô tả đối với E-2 được sử dụng, chỉ khác là CE-6 được sử dụng thay vì CE-2 để tạo ra 3,3-di(4-metoxyphenyl)-6,7-dimethoxy-11-((3-((1,1,1,3,5,5,5-heptamethyltrisiloxan-3-yl)propyl)carbamoyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-18

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-22 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,7-dimethoxy-11-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)methyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-19

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-23 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3,3-(di(4-metoxyphenyl)-6,7-dimethoxy-11-(4-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)methyl)phenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H

indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-20

Quy trình được mô tả đối với E-1 được tuân thủ, chỉ khác là CE-24 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6-metox-7-(3-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)etyl)dimetylsilyl)oxy)metyl)piperidin-1-yl)-13,13-dimetyl-3H,13Hindeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-21

Trong bình phản ứng 0,3l khô, CE-25 (1,9g) được hòa tan trong dTHF (20ml). Hỗn hợp được làm lạnh ở -75°C bằng cách sử dụng bể axeton-băng khô và được khuấy dưới nitơ khô. *n*-BuLi (2M trong xyclohexan, 1,9ml) được bổ sung và sau 1 phút, tris(trimetylsiloxy)dimetyl-closilan (1,6ml) được bổ sung. Hỗn hợp phản ứng được để nguyên cho phản ứng trong bể lạnh trong 20 phút và sau đó là, ở nhiệt độ trong phòng trong 12 giờ. Nước được bổ sung (20ml) và hỗn hợp được chiết bằng EtOAc (50ml). Pha hữu cơ đã được thu hồi được rửa bằng nước muối (30ml) và dung môi được làm bay hơi. Chất lỏng thu được được tinh chế bằng sắc ký cột trên silicagel rửa giải bằng hexan/DCM (4/1, thể tích/thể tích) để thu được sản phẩm (0,7g). Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm này có cấu trúc nhất quán với 3,3-di(4-metoxypheyl)-6,7-dimetox-11-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran.

E-22

Quy trình của E-21 được tuân thủ, chỉ khác là [tris(trimetylsiloxy)silyl)etyl)dimetyl-closilan được sử dụng thay cho tris(trimetylsiloxy)dimetyl-closilan để tạo ra 3,3-di(4-metoxypheyl)-6,7-dimetox-11-((2-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)etyl)dimetylsilyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran.

Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-23

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-26 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(3-(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)metyl)piperidin-1-yl)phenyl)-7-metoxo-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-24

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-13 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-7-metoxo-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-25

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-27 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxophenyl)-7-metoxo-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-26

Việc điều chế được mô tả đối với E-2 được sử dụng, chỉ khác là CE-29 được sử dụng thay vì CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((4-((3-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)propyl)amino)-4-oxobutanoyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxophenyl)-6,11,13-trimetyl-13-metoxo-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-27

Quy trình được mô tả đối với E-1 được tuân thủ, chỉ khác là CE-30 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)etyl)dimetylsilyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxophenyl)-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-28

Việc điều chế được mô tả đối với E-2 được sử dụng, chỉ khác là CE-3 1 được sử dụng thay vì CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((4-((3-(1,1,1,3,5,5,5-heptamethyltrisiloxan-3-yl)propyl)amino)-4-oxobutanoyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-methoxyphenyl)-6,11-difluoro-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-29

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-30 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-methoxyphenyl)-6,11-difluoro-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR,

E-30

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-32 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-phenyl-3-(4-(3-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)methyl)piperidin-1-yl)phenyl)-6,11-difluoro-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-31

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-33 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-methoxyphenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được hỗ trợ bởi phân tích NMR.

E-32

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-34 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-6-methoxy-7-morpholino-11-phenyl-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-33

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-35 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxypheyl)-6,7-dimetoxy-11-(triflometyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-34

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-36 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(3-(((1,1,1,5,5,5 -hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)metyl)piperidin-1-yl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-35

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-10 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-phenyl-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-36

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-11 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxypheyl)-6,7-dimetoxy-11-hexylcarbamoyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-37

Quy trình được sử dụng trong E-9 được tuân thủ, chỉ khác là CE-15 được sử dụng thay vì CE-4 để tạo ra 3-(4-(2-(3-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)propoxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxypheyl)-6,7-dimetoxy-11-(hydroxymetyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-38

Việc điều chế được mô tả đối với E-2 được sử dụng, chỉ khác là CE-37 được sử dụng thay vì CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-(((3-(1,1,1,3,5,5,5-heptamethyltrisiloxan-3-yl)propyl)amino)-4-oxobutanoyl)oxy)ethoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-7-methoxy-11-phenyl-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-39

Quy trình được mô tả đối với việc điều chế E-3 1 được tuân thủ, chỉ khác là tri-*t*-terbutoxycyclosilan được sử dụng thay cho tris(trimethylsiloxy)dimethyl-cyclosilan để tạo ra 3-(4-(2-(((tri-*tert*-butoxysilyl)oxy)ethoxy)phenyl)-3-(4-methoxyphenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-40

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-12 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)ethoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-41

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-16 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)ethoxy)phenyl)-3-(4-methoxyphenyl)-6-methoxy-7-(piperidin-1-yl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-42

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-17 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)ethoxy)phenyl)-3-(4-methoxyphenyl)-11-(4-methoxyphenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-43

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-14 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-

yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxypheyl)-11-(4-(dimethylamino)phenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được hỗ trợ bởi phân tích NMR.

E-44

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ chỉ khác là CE-18 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-flophenyl)-11-(4-(dimethylamino)phenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-45

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-19 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxypheyl)-11-(2-metoxypheyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-46

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-39 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(4-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)piperidin-1-yl)phenyl)-7-metoxy-11-phenyl-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-47

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-40 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(4-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)piperidin-1-yl)phenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-48

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-47 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(4-(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)metyl)piperidin-1-yl)phenyl)-13,13-dimethyl-

3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-49

Quy trình được sử dụng trong E-9 được tuân thủ, chỉ khác là CE-21 được sử dụng thay vì CE-4. Phân tích NMR đã cho thấy sản phẩm là nhất quán với cấu trúc của 3-(4-(2-(3-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)propoxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphe-nyl)-6-metox-7-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)-11-hexylcarbamo-yl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có 9 đơn vị monome caprolacton được polyme hóa ở nhóm chức hydroxyl.

E-50

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-42 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)metyl)morpholino)phenyl)-3-(4-metoxyphe-nyl)-7-metox-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-51

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-43 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etyl)piperazin-1-yl)phenyl)-3-(4-flophenyl)-7-metox-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-52

Quy trình được sử dụng trong E-9 được tuân thủ, chỉ khác là CE-44 được sử dụng thay vì CE-4 và để tạo ra 3-(4-(3-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)propoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-7-metox-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-53

Việc điều chế được mô tả đối với E-2 được sử dụng, chỉ khác là CE-45 được sử dụng thay vì CE-2 để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(4-(4-((3-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)propyl)amino)-4-oxobutanoyl)piperazin-1-yl)phenyl)-13,13-

dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-54

Quy trình được sử dụng trong E-9 được tuân thủ, chỉ khác là CE-20 được sử dụng thay vì CE-4 và để tạo ra 3-(4-(2-(3-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)propoxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxypheyl)-6-metox-7-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)-11-hexylcarbarnoyl-13,13-dimetyl-3H,13H

indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-55

Quy trình được mô tả đối với E- 1 được tuân thủ, chỉ khác là CE- 13 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)etyl)dimetylsilyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-7-metox-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-56

Quy trình được mô tả đối với E-1 được tuân thủ, chỉ khác là CE-26 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(2-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)etyl)dimetylsilyl)oxy)etoxy)phenyl)-7-metox-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được hỗ trợ bởi phân tích NMR.

E-57

Quy trình được mô tả for E3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-47 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-6-metox-7-(piperidin-1-yl)-11-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-58

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-48 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-

3-yl)oxy)methyl)morpholino)phenyl)-3-(4-flophenyl)-6,7-dimethoxy-11-(4-(trifluoromethyl)phenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-59

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-49 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)ethyl)piperazin-1-yl)phenyl)-3-(4-flophenyl)-7-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran, Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-60

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ chỉ khác là CE-50 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)ethoxy)phenyl)-3-(4-methoxyphenyl)-7-methoxy-11-phenyl-13,13-diethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-61

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-51 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-4-yl)oxy)ethoxy)phenyl)-3-(4-methoxyphenyl)-6,7-dimethoxy-11-(4-cyanophenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã hỗ trợ bởi phân tích NMR.

E-62

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-52 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)methyl)piperidin-1-yl)phenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-63

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-53 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)ethoxy)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-6-methoxy-7-(piperidin-1-yl)-11-(2-

(triflometyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-64

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-54 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(3-(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)metyl)piperidin-1-yl)phenyl)-6,7-dimetoxy-1 (4 (triflometyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-65

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-55 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,7-dimetoxy-11-(4-(triflometyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-66

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-56 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-flophenyl)-3-(4-(3-(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)metyl)piperidin-1-yl)phenyl)-6,7-dimetoxy-11-(phenyletynyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR,

E-67

Quy trình mô tả việc điều chế E-22 được tuân thủ, chỉ khác là CE-57 được sử dụng thay cho CE-25 để tạo ra 3-4-((2-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)etyl)dimetylsilyl)phenyl-3-phenyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-68

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-58 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-flophenyl)-6,7-dimetoxy-11-xyano-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-69

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-59 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxypheyl) -6,7-dimetoxyl-11-cyano-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-70

Quy trình được mô tả đối với E1 được tuân thủ, chỉ khác là CE-28 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)etyl)dimetylsilyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxypheyl)- 6,11,13-trimetyl-13-metoxyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-71

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-60 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(4-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxypheyl) -6-metoxyl-7-(dietylaminol)-11-(triflometyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-72

Quy trình được sử dụng trong E-9 được tuân thủ, chỉ khác là CE-61 được sử dụng thay vì CE-4 để tạo ra 3-(3-(2-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)etyl)-4-metoxypheyl)-3-phenyl-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-73

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-62 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(3-(2-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etyl)-4-metoxypheyl)-3-phenyl-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-74

Quy trình được mô tả trong E-73 được tuân thủ, chỉ khác là tris(trimetylsiloxy)silan được sử dụng thay vì bis(trimetylsiloxy)metylsilan để tạo ra 3-(3-(2-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)etyl)-4-metoxi)phenyl)-3-phenyl-6, 11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-75

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-63 được sử dụng thay cho CE-2 để tạo ra 3-(3-(1-((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etyl)-4-metoxi)phenyl)-3-phenyl-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-76

Quy trình được sử dụng trong E-9 được tuân thủ, chỉ khác là CE-41 được sử dụng thay vì CE-4 để tạo ra 3-(3-(2-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)etyl)-4-metoxi)phenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-77

Quy trình được mô tả đối với E-1 được tuân thủ, chỉ khác là CE-5 được sử dụng thay cho CE-2 và tỷ lệ của phản ứng được điều chỉnh để tạo ra 3-(4-(2-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)etyl)dimetylsilyl)oxy)etoxy)phenyl)-3(4-etoxyphenyl)-6, 11,13-trimetyl-13-((2,2,7,7-tetrametyl-4,4-bis((trimetylsilyl)oxy)-3,8,11,14-tetraoxa-2,4,7-trisilahexadecan-16-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc đã hỗ trợ bởi phép phân tích NMR.

E-78

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-65 được sử dụng thay cho CE-2 và tỷ lệ của phản ứng được điều chỉnh để tạo ra 3,3-bis(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-79

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-66 được sử dụng thay cho CE-2 và tỷ lệ của phản ứng được điều chỉnh để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,7-dimetoxy-11-(3,S-bis(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)metyl)phenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-80

Quy trình được sử dụng trong E-9 được tuân thủ, chỉ khác là CE-67 được sử dụng thay vì CE-4 và tỷ lệ được điều chỉnh để tạo ra 3,3-bis(4-(3-(1,1,1,3,5,5,5-heptametyltrisiloxan-3-yl)propoxy)phenyl)-6-metoxo-7-(3-(hydroxymetyl)piperidin-1-yl)-11-hexylcarbamoyl-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-81

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-68 được sử dụng thay cho CE-2 và tỷ lệ của phản ứng được điều chỉnh để tạo ra 3,3-bis(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H indeno[2,1-f] naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR,

E-82

Quy trình được mô tả đối với E-1 được tuân thủ, chỉ khác là CE-69 được sử dụng thay cho CE-2 và tỷ lệ của phản ứng được điều chỉnh để tạo ra 3,3-(di(4-metoxypheyl)-6,11,13-trimetyl-13-(((11-(2-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)etyl)dimetylsilyl)oxy)etyl)-2,2,7,7-tetrametyl-12,15-dioxo-4,4-bis((trimetylsilyl)oxy)-3,8,16,19,22-pentaoxa-11-aza-2,4,7-trisilatetracosan-24-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-83

Quy trình được mô tả đối với E-3 được tuân thủ, chỉ khác là CE-73 được sử dụng thay cho CE-2 và tỷ lệ của phản ứng được điều chỉnh để tạo ra 3,3-bis(4-(2-(((1,1,1,5,5,5-hexametyl-3-((trimetylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)oxy)etoxy)phenyl)-6-

metoxy-7-(piperidin-1-yl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran.

Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-84

Việc điều chế được mô tả đối với E-2 được sử dụng, chỉ khác là CE-72 được sử dụng thay vì CE-2 và tỷ lệ của phản ứng được điều chỉnh để tạo ra 3-(4-(2-(((4-((3-(1,1,1,3,5,5,5-heptamethyltrisiloxan-3-yl)propyl)amino)-4-oxobutanoyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,11,13-trimethyl-13-((2,2,4-trimethyl-9,12-dioxo-4-((trimethylsilyl)oxy)-3,13,16,19-tetraoxa-8-aza-2,4-disilahenicosan-21-yl)oxy)-3,8,11,14-tetraoxa-2,4,7-trisilahexadecan-16-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-85

Quy trình được mô tả đối với E-1 được tuân thủ, chỉ khác là CE-71 được sử dụng thay cho CE-2 và tỷ lệ của phản ứng được điều chỉnh để tạo ra 3-(4-(2-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)ethyl)dimethylsilyl)oxy)etoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6-methoxy-7-(3-(((2-(1,1,1,5,5,5-hexamethyl-3-((trimethylsilyl)oxy)trisiloxan-3-yl)ethyl)dimethylsilyl)oxy)methyl)piperidin-1-yl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-86

Quy trình được sử dụng cho việc điều chế E-39 được tuân thủ, chỉ khác là CE-65 được sử dụng thay cho CE-33 và tỷ lệ của các chất phản ứng được điều chỉnh để tạo ra 3,3-bis(4-(2-((tri-tert-butoxysilyl)oxy)etoxy)phenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

E-87

Quy trình được mô tả đối với E-1 được tuân thủ, chỉ khác là Tri-tert-butoxycyclosilan được sử dụng thay cho [tris(trimethylsiloxy)silyl]ethyl)dimethyl-cyclosilan để tạo ra 3,3-(di(4-methoxyphenyl)-6,11,13-trimethyl-13-(((4,4-di-tert-butoxy-2,2-dimethyl-3,5,8,11-tetraoxa-4-silatri-decan-13-yl)oxy)-3,8,11,14-tetraoxa-2,4,7-trisilahexadecan-16-yl)oxy)-3H,13H indeno[2,1-f]naphtho[1,2-b]pyran. Cấu trúc này đã được xác nhận bằng phân tích NMR.

Phần 4 - Thử nghiệm tính năng đổi màu theo ánh sáng của các ví dụ (E) và Các ví dụ so sánh (CE)

Phần A - Điều chế tấm hình vuông thử nghiệm

Việc thử nghiệm được thực hiện với các hợp chất được mô tả trong các ví dụ 1-87 và các ví dụ so sánh 1-5, 7-24, 26-30, 32-36, 38-40, 42-56, 58-60, 62, 64, 66, 67, 69, 71 và 44-77 theo phương thức dưới đây. Lượng của hợp chất được tính để thu được dung dịch nồng độ mol $1,5 \times 10^{-3}$ được bổ sung vào bình phản ứng chứa 50 gam hỗn hợp monome của 4 phần bisphenol A dimetacrylat được etoxy hóa (BPA 2EO DMA), 1 phần poly(etylen glycol) 600 dimetacrylat, và 0,033 phần trăm trọng lượng 2,2'-azobis(2-metyl propionitril) (AIBN). Mỗi hợp chất được hòa tan vào hỗn hợp monome bằng cách khuấy và gia nhiệt nhẹ, nếu cần thiết. Sau khi thu được dung dịch trong suốt, mẫu được loại khí trong lò chân không trong 5-10 phút ở 25 Torr. Bằng cách sử dụng bơm tiêm, mẫu được rót vào khuôn tấm phẳng có kích thước trong là $2,2\text{mm} \pm 0,3\text{mm} \times 6\text{ in}$ (15,24cm) x 6 in (15,24cm). Khuôn được bịt kín và đặt vào lò lập trình được có dòng không khí nằm ngang tăng từ 40°C, đến 95°C. Trong khoảng thời gian giãn cách 5 giờ, giữ nhiệt độ ở 95°C. Trong 3 giờ, giảm xuống 60°C. Qua khoảng thời gian giãn cách 2 giờ và sau đó, giữ ở 60°C trong 16 giờ. Sau khi làm đông rắn, mở khuôn ra, và tấm polyme được cắt thành hình vuông thử nghiệm 2 in (5,1cm) bằng cách sử dụng cửa lưỡi kim cương.

Phần B - Thử nghiệm đáp ứng

Trước khi thử nghiệm đáp ứng trên bàn quang học, các hình vuông thử nghiệm từ phần A được điều hòa bằng cách cho chúng tiếp xúc với ánh sáng cực tím 365nm trong 10 phút ở khoảng cách là 14cm tính từ nguồn để hoạt hóa trước các hợp chất đổi màu theo ánh sáng trong các mẫu. Độ chiếu sáng UVA ở bề mặt mẫu được đo bằng phổ kế bức xạ Licor Model Li-1800 và thấy được là 22,2 W (oát) cho mỗi mét vuông. Sau đó, đặt các mẫu dưới đèn halogen (500W, 120V) trong 10 phút ở khoảng cách là 36cm tính từ đèn để làm mất màu, hoặc bất hoạt, hợp chất đổi màu theo ánh sáng trong các mẫu. Độ chiếu sáng ở mẫu được đo bằng phổ kế bức xạ Licor và thấy được là 21,9 Klux. Sau đó, các mẫu được giữ trong môi trường tối trong ít nhất 1 giờ trước khi thử nghiệm để làm nguội và tiếp tục phai màu về trạng thái ban đầu.

Bàn quang học được trang bị đèn hồ quang Xenon Newport Model #67005 300-oát, và nguồn cấp điện Model 69911, cửa sập được kiểm soát bằng máy vi tính tốc độ cao Vincent Associates (model VS25S2ZM0R3 có bộ điều khiển VMM-D4), bộ lọc thông dải Schott 3mm KG-2, bộ lọc này loại bỏ bức xạ bước sóng ngắn, (các) bộ lọc mật độ trung tính sẽ làm yếu ánh sáng từ đèn xenon, thấu kính hội tụ silic oxit nóng chảy dùng cho sự chuẩn trực chùm tia, và vật giữ mẫu/ô nước silic oxit nóng chảy dùng để duy trì nhiệt độ mẫu mà trong đó mẫu thử nghiệm sẽ được thử nghiệm được đưa vào. Nhiệt độ trong ô nước được kiểm soát bằng hệ thống tuần hoàn nước được bơm mà trong đó nước được cho đi qua các cuộn đồng mà đã được đặt vào bể của đơn vị làm lạnh. Ô nước được sử dụng để giữ các mẫu thử nghiệm chứa các tấm silic oxit nóng chảy hướng về trước và về sau để loại bỏ sự thay đổi phổ của chùm tia sáng hoạt hóa hoặc theo dõi. Nước được lọc di chuyển qua ô nước được duy trì ở $22\pm1^{\circ}\text{C}$ ($72^{\circ}\text{F}\pm2^{\circ}$) dùng cho thử nghiệm đáp ứng đổi màu theo ánh sáng. Newport Model 689456 Digital Exposure Timer được sử dụng để kiểm soát cường độ của đèn hồ quang xenon trong suốt quá trình hoạt hóa mẫu.

Nguồn sáng dải rộng dùng để theo dõi các số đo đáp ứng được đặt theo phương thức vuông góc với bề mặt của bộ lắp ráp ô. Tín hiệu tăng của các bước sóng nhìn thấy được ngắn hơn thu được bằng cách thu gom và kết hợp ánh sáng được lọc một cách tách biệt từ đèn halogen vonfram 100-W (được kiểm soát bởi nguồn điện áp ổn định Lambda UP60-14) với cáp sợi quang phân hai nhánh có đầu chẻ. Ánh sáng từ một phía của đèn halogen vonfram được lọc bằng bộ lọc Schott KG1 để hấp thụ nhiệt và bộ lọc Hoya 13-440 để cho phép sự di chuyển của các bước sóng ngắn hơn. Phía khác của ánh sáng thì hoặc được lọc bằng bộ lọc Schott KG1 hoặc không được lọc. Ánh sáng được gom bằng cách tập trung ánh sáng từ mỗi phía của đèn lên đầu mút tách biệt của cáp sợi quang phân hai nhánh có đầu chẻ, và kế tiếp, được kết hợp thành một nguồn sáng phát ra từ đầu đơn của cáp này. Ống ánh sáng 10,16cm (4") được gắn vào đầu đơn của cáp để đảm bảo có sự trộn thích hợp. Sau khi di chuyển qua mẫu, ánh sáng được tập trung vào hình cầu tích hợp 5,08cm (2-inch) và được nạp vào thiết bị đo quang phổ Ocean Optics S2000 bằng cáp sợi quang. Phần mềm đọc quyền Ocean Optics Spectrasuite và PPG được sử dụng để đo đáp ứng và kiểm soát sự hoạt động của bàn quang học.

Độ chiếu sáng dùng cho thử nghiệm đáp ứng của các mẫu trên bàn quang học được thiết lập ở bề mặt mẫu bằng cách sử dụng thiết bị đo bức xạ International Light Research Radiometer, Model IL-1700 có hệ thống thiết bị phát hiện chứa thiết bị phát hiện Model SED033, bộ lọc B và thiết bị khuếch tán. Màn hình hiển thị đầu ra của bức xạ kế được hiệu chỉnh (các trị số tác nhân được thiết lập) với thiết bị Licor 1800-02 Optical Calibration Calibrator để hiển thị các trị số diễn đạt oát cho mỗi mét vuông UVA. Độ chiếu xạ ở điểm mẫu dùng cho thử nghiệm đáp ứng ban đầu được thiết lập đến 3,0 oát cho mỗi mét vuông UVA và độ chiếu sáng xấp xỉ 8,6 Klux. Trong suốt thử nghiệm đáp ứng mẫu, nếu mẫu bị tới quá giới hạn khả năng phát hiện có thể chấp nhận được, thì độ chiếu xạ được hạ thấp xuống 1,0 oát cho mỗi mét vuông UVA hoặc mẫu này được làm lại ở nồng độ một nửa trong copolyme. Việc điều chỉnh đầu ra của đèn hồ quang xenon được lọc được thực hiện bằng cách làm tăng hoặc làm giảm dòng đến đèn thông qua thiết bị điều khiển và/hoặc bằng cách bổ sung hoặc loại bỏ bộ lọc mật độ trung tính trong đường quang. Mẫu thử nghiệm được tiếp xúc với ánh sáng hoạt hóa ở pháp tuyến 31° với bề mặt của nó trong khi vuông góc với ánh sáng theo dõi.

Các mẫu được hoạt hóa trong ô nước được kiểm soát $73^\circ\text{F}(22,8^\circ\text{C})$ trong 30 phút, sau đó, được phép phai màu dưới các điều kiện ánh sáng trong phòng cho đến khi sự thay đổi về mật độ quang học của mẫu được hoạt hóa phai màu xuống $1/4$ trạng thái tối nhất (bão hòa) của nó hoặc trong mức cực đại là 30 phút phai màu.

Sự thay đổi về mật độ quang học (AOD) từ trạng thái mất màu sang trạng thái sẫm màu được xác định bằng cách thiết lập năng suất truyền ban đầu, mở cửa sập từ đèn Xenon để cung cấp bức xạ cực tím nhằm thay đổi thấu kính thử nghiệm từ trạng thái mất màu sang trạng thái được hoạt hóa (tức là, tối màu). Dữ liệu được thu thập ở những khoảng thời gian giãn cách được chọn, đo năng suất truyền dẫn ở trạng thái được hoạt hóa, và tính sự thay đổi về mật độ quang học theo công thức: $\text{AOD} = \log(\% \text{ Tb} / \% \text{ Ta})$, trong đó % Tb là phần trăm năng suất truyền dẫn ở trạng thái mất màu, % Ta là phần trăm năng suất truyền dẫn ở trạng thái được hoạt hóa và logarit là đến cơ số 10.

$\lambda_{\text{max-vis}}$ trong miền ánh sáng nhìn thấy là bước sóng trong quang phổ nhìn thấy mà ở đó mức hấp thụ cực đại của dạng được hoạt hóa của hợp chất đổi màu theo ánh sáng xảy ra. $\lambda_{\text{max-vis}}$ được xác định bằng cách thử nghiệm hình vuông thử nghiệm đổi màu theo ánh

sáng trong thiết bị đo quang phổ Varian Cay 4000 UV-Visible hoặc thiết bị có thể so sánh được.

$\Delta OD/Min$, biểu thức này diễn đạt độ nhạy cảm của sự đáp ứng của hợp chất đổi màu theo ánh sáng với ánh sáng UV, được đo trong năm (5) giây đầu tiên của quá trình tiếp xúc UV, sau đó, được diễn đạt là trên cơ sở mỗi phút. Mật độ quang học bão hòa (ΔOD ở trạng thái bão hòa) được lấy dưới các điều kiện giống hệt ngoại trừ sự tiếp xúc UV được tiếp tục trong tổng cộng là 30 phút. Nửa thời gian phai màu là khoảng thời gian giãn cách tính bằng giây để cho ΔOD của dạng được hoạt hóa của hợp chất đổi màu theo ánh sáng trong các hình vuông thử nghiệm đạt đến một nửa ΔOD được đo sau ba mươi phút, hoặc sau khi đạt được trạng thái bão hòa hoặc gần bão hòa, ở nhiệt độ trong phòng sau khi loại bỏ nguồn của ánh sáng hoạt hóa, ví dụ, bằng cách đóng cửa sập.

Các kết quả được liệt kê trong bảng 1. Các đường đôi trong bảng 1 được sử dụng để tách các nhóm riêng biệt của các ví dụ và các ví dụ so sánh tương ứng của chúng.

Bảng 1- Các kết quả thử nghiệm tính năng đổi màu theo ánh sáng

E-Số & CE-Số	$\lambda_{max-vis}$ (nm)	Độ nhạy cảm ($\Delta OD/Min$)	ΔOD ở trạng thái bão hòa	$T^{1/2}$ (giây)
E-8	566	0,714	0,945	123
CE-1	575	0,27	0,5	119
E-1	572	0,552	0,652	84
E-3	572	0,636	0,666	74
E-4	572	0,534	0,627	83
E-12	567	0,762	0,636	56
E-87	566	0,594	0,657	76
CE-2	570	0,49	0,64	104
E-6	572	0,558	0,592	74
E-7	572	0,582	0,673	85
CE-3	572	0,486	0,641	97
E-9	572	0,57	0,778	112
CE-4	572	0,456	0,723	130
E-77	573	0,648	0,679	74
E-84	572	0,666	0,72	80
CE-5	572	0,516	0,676	99

E-17	577	0,348	0,551	129
CE-11	577	0,29	0,51	157
E-11	567	0,636	0,707	91
CE-7	572	0,492	0,742	124
E-10	596	0,546	0,515	58
CE-8	595	0,45	0,49	79
E-13	595	0,696	0,519	56
CE-9	599	0,57	0,58	90
E-35	560	0,648	0,871	129
CE-10	558	0,558	0,861	159
E-36	576	0,36	0,58	124
CE-11	577	0,29	0,51	157
E-40	586	0,66	0,76	78
CE-12	588	0,486	0,617	86
E-24	580	0,69	1,101	173
E-38	583	0,684	1,057	160
E-55	584	0,672	1,01	170
CE-13	584	0,642	1,006	151
E-43	591	0,84	0,911	173
CE-14	593	0,732	0,813	158
E-37	576	0,324	0,663	247
CE-15	577	0,306	0,74	306
E-41	571	0,108	0,432	344
CE-16	571	0,09	0,415	389
E-42	572	0,75	0,888	136
CE-17	573	0,636	0,795	138
E-44	586	0,888	1,077	285
CE-18	589	0,672	0,866	262
E-45	567	0,672	0,883	140
CE-19	572	0,594	0,827	148
E-54	487	1,128	1,711	225

CE-20	488	0,942	1,627	233
E-49	481	1,026	1,279	153
CE-21	482	1,008	1,473	182
E-18	577	0,384	0,77	222
CE-22	578	0,33	0,77	274
E-19	584	0,438	0,74	214
CE-23	586	0,36	0,70	264
E-20	590	0,09	0,403	410
CE-24	590	0,09	0,405	405
E-21	580	0,408	0,784	266
E-22	576	0,396	0,772	214
CE-75	576	0,34	0,73	285
E-23	589	0,828	1,336	187
E-56	590	0,69	1,245	198
CE-26	595	0,642	1,126	203
E-25	556	0,684	1,165	229
CE-27	557	0,636	1,1	237
E-70	572	0,552	0,76	110
CE-28	572	0,45	0,696	124
E-26	572	0,57	0,763	105
CE-29	572	0,498	0,761	124
E-27	572	0,582	0,497	54
E-28	566	0,60	0,518	55
E-29	567	0,606	0,492	51
CE-30	568	0,50	0,51	67
E-30	616	0,714	0,749	69
CE-32	618	0,55	0,70	89
E-31	557	0,66	0,878	104
E-39	558	0,648	0,868	109
CE-33	558	0,57	0,84	115
E-32	607	0,456	0,893	247
CE-34	607	0,366	0,736	236

E-33	572	0,312	0,432	90
CE-35	572	0,24	0,37	98
E-34	593	0,78	1,021	92
CE-36	600	0,61	0,94	107
E-46	586	0,744	1,302	202
CE-38	591	0,582	1,05	215
E-47	588	0,738	1,001	104
CE-39	593	0,612	0,92	114
E-14	596	0,792	0,896	164
CE-40	596	0,57	0,827	216
E-76	587	0,636	0,836	105
CE-77	588	0,57	0,717	93
E-50	579	0,756	0,036	162
CE-42	583	0,402	0,679	189
E-51	580	0,738	1,309	236
CE-43	580	0,546	1,098	284
E-52	584	0,522	0,795	169
CE-44	583	0,57	0,912	179
E-53	580	0,666	1,054	131
CE-45	580	0,57	1,041	153
E-48	592	0,762	0,977	92
CE-46	596	0,588	0,866	110
E-57	597	0,444	0,92	296
CE-47	599	0,378	0,818	298
E-58	601	0,498	0,793	180
CE-48	604	0,396	0,707	196
E-59	583	0,72	1,079	117
CE-49	583	0,552	0,982	142
E-60	557	0,78	1,031	152
CE-50	557	0,678	0,952	162

E-61	581	0,516	0,616	153
CE-51	581	0,43	0,59	186
E-62	596	0,786	0,96	67
CE-52	598	0,552	0,787	118
E-63	571	0,408	0,814	249
CE-53	572	0,378	0,802	247
E-64	612	0,564	0,751	134
CE-54	618	0,414	0,613	147
E-65	580	0,414	0,657	174
CE-55	580	0,354	0,591	191
E-66	618	0,567	0,678	125
CE-56	622	0,462	0,619	140
E-67	538	0,666	1,709	756
CE-76	532	0,41	1,5	723
E-68	572	0,342	0,44	105
CE-58	572	0,31	0,45	116
E-69	578	0,354	0,368	67
CE-59	578	0,31	0,37	78
E-71	590	0,114	0,267	178
CE-60	590	0,078	0,219	197
E-72	561	0,642	0,906	137
E-73	560	0,696	0,943	136
E-74	562	0,654	0,913	135
E-75	557	0,66	0,91	140
CE-62	561	0,576	0,872	157
E-16	556	0,762	0,907	117
CE-64	558	0,648	0,89	158
E-78	556	0,726	0,873	95
E-86	557	0,708	0,885	105
CE-33	558	0,57	0,84	115
E-79	583	0,384	0,611	206

CE-66	584	0,228	0,451	255
E-80	488	0,942	1,396	193
CE-67	488	0,912	1,688	260
E-81	572	0,66	0,472	42
CE-30	568	0,50	0,51	67
E-2	572	0,636	0,668	76
E-5	573	0,678	0,665	70
E-82	572	0,546	0,645	83
CE-69	567	0,516	0,62	85
E-85	481	0,3	1,117	350
CE-71	482	0,246	1,07	375
E-83	571	0,12	0,435	307
CE-16	571	0,09	0,415	389
E-15	565	0,702	0,796	99
CE-74	566	0,552	0,811	138

Phần 6 - Điều chế và thử nghiệm các màng phủ polyuretan có EE-25 và CE-78

Phần 6A – Điều chế màng phủ A chứa CE-78

Các chất liệu dưới đây được bổ sung theo trình tự được mô tả vào bình thích hợp được trang bị thiết bị khuấy. Phần trăm trọng lượng được liệt kê dưới đây là trên cơ sở tổng trọng lượng của dạng chế phẩm phủ.

Mê liệu 1

Chất liệu	Phần trăm trọng lượng
CE-78	1,0071
IRGANOX® 245 ⁽¹⁾	0,3357
TINUVIN® 144 ⁽²⁾	0,3357
NMP ⁽³⁾	24,8350

(1) Chất chống oxy hóa/chất làm ổn định sẵn có từ Ciba Specialty Chemicals Corp.

(2) Chất làm ổn định ánh sáng của nhóm amin bị cản trở được ghi nhận là có CAS# 63843-89-0 và sẵn có từ Ciba Specialty Chemicals.

(3) N-methylpyrrolidinon (loại kỹ thuật sinh học) sẵn có từ Aldrich của Milwaukee, Wisconsin.

Mê liệu 2

Chất liệu	Phần trăm trọng lượng
BYK® 333 ⁽⁴⁾	0,0400
K-KAT® 348 ⁽⁵⁾	0,5307
A-187 ⁽⁶⁾	2,6504

(4) Compolymer dimethylpolysiloxan được cải biến polyete, chất này là sẵn có từ BYK-Chemie của Wallingford, Connecticut.

(5) chất xúc tác uretan được ghi nhận là bismut carboxylat sẵn có từ King Industries Inc.

(6) gamma-glyxidoxypropyl trimetoxysilan, chất này là sẵn có từ Osi Specities của Paris, Pháp.

Mê liệu 3

Chất liệu	Phần trăm trọng lượng
Polyol poly(met)acrylic ⁽⁷⁾	16,2907
PC-1122 ⁽⁸⁾	15,9854
DESMODUR® PL 340 ⁽⁹⁾	9,8230
HDI Biuret BI-7960 ⁽¹⁰⁾	28,1663

(7) Polyol poly(met)acrylic được điều chế bằng quy trình dưới đây của chế phẩm D của ví dụ 1 trong Patent Mỹ 6,187,444, quy trình này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn, chỉ khác là trong mê liệu 2, styren được thay thế bằng methyl metacrylat và 0,5% theo trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng monome, của triphenyl phosphit được bổ sung.

(8) polycarbonat diol do Stahl, Mỹ bán.

(9) Polyisoxyanat béo bị chặn trên cơ sở IPDI sẵn có từ Bayer US.

(10) Hexametylen diisoxyanat bị chặn sẵn có từ Baxenden Chemical Co. của Lancashire, Anh.

Mê liệu 1 được bổ sung vào bình và được trộn trong 30 phút để hòa tan các chất rắn. Mê liệu 2 được bổ sung vào dung dịch và hỗn hợp thu được được khuấy trong xấp xỉ 5 phút.

Các chất liệu của mẻ liệu 3 được bổ sung theo trình tự được liệt kê vào vật chứa tách biệt và được trộn trước khi bổ sung nó vào bình chứa các mẻ liệu 1 và 2. Hỗn hợp thu được được khuấy trong 1 giờ.

Phần 6B- Điều chế màng phủ B chứa E-25

Các chất liệu dưới đây được bổ sung theo trình tự được mô tả vào bình thích hợp được trang bị thiết bị khuấy.

Mẻ liệu 1

Chất liệu	Phần trăm trọng lượng
E-25	1,4387
IRGANOX® 245 ⁽¹⁾	0,4796
TINUVIN® 144 ⁽²⁾	0,4796
NMP ⁽³⁾	24,1156

Mẻ liệu 2

Chất liệu	Phần trăm trọng lượng
BYK® 333 ⁽⁴⁾	0,0400
K-KAT® 348 ⁽⁵⁾	0,5307
A-187 ⁽⁶⁾	2,6504

Mẻ liệu 3

Chất liệu	Phần trăm trọng lượng
Polyol poly(met)acrylic ⁽⁷⁾	16,2907
PC-1122 ⁽⁸⁾	15,9854
IPDI PL 340 ⁽⁹⁾	9,8230
HDI Biuret BI-7960 ⁽¹⁰⁾	28,1663

Mẻ liệu 1 được bổ sung vào bình và được trộn trong xấp xỉ 30 phút để hòa tan các chất rắn. Mẻ liệu 2 được bổ sung vào dung dịch và hỗn hợp thu được được khuấy trong xấp xỉ 5 phút. Các chất liệu của mẻ liệu 3 được bổ sung theo trình tự được liệt kê vào vật chứa tách biệt và được trộn trước khi bổ sung nó vào bình chứa các mẻ liệu 1 và 2. Hỗn hợp thu được được khuấy trong 1 giờ.

Phần 6C - Điều chế dạng chế phẩm phủ bảo vệ (PCF)

PCF (Hard Coat) được điều chế như sau: mẻ liệu 1 được bổ sung vào cốc mở khô sạch và được đặt trong bể đá lạnh ở 5°C trong khi vẫn khuấy. Mẻ liệu 2 được bổ sung và hợp chất phát nhiệt làm tăng nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng đến 50°C. Nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng thu được được làm nguội xuống 20-25°C và mẻ liệu 3 được bổ sung trong khi vẫn khuấy. Mẻ liệu 4 được bổ sung để điều chỉnh độ pH từ 3 đến 5,5. Mẻ liệu 5 được bổ sung và dung dịch được trộn trong nửa giờ. Dung dịch thu được được lọc qua bộ lọc dạng nôi 0,45 micron danh định và được bảo quản ở 4°C cho đến khi sử dụng.

Mẻ liệu 1

Glyxidoxypropyltrimetoxysilan-)	32,4 gam
Metyltrimetoxysilan-)	345,5 gam

Mẻ liệu 2

Dung dịch của nước đã được khử ion (DI)	
với axit nitric (axit nitric 1g/7000g)	292 gam

Mẻ liệu 3

Dung môi DOWANOL® PM	228
----------------------	-----

Mẻ liệu 4

TMAOH (25% tetrametylamoni hydroxit trong MeOH)	0,45 gam
---	----------

Mẻ liệu 5

Chất hoạt động bề mặt BYK®-306	2,0 gam
--------------------------------	---------

Phần 6D- Điều chế các thấu kính được phủ

Thấu kính polycarbonat một trường nhìn đã hoàn chỉnh có đường kính là 70mm thu được từ Gentex Optics được sử dụng. Các thấu kính thử nghiệm được xử lý bằng phương pháp phóng điện hoa từ đơn vị Tantec EST-Electrical Service Treatment hoạt động ở 500 oát và 54 kVA trong 45 giây. Mỗi chất phủ A và chất phủ B được phủ bằng phương pháp phủ quay một cách tách biệt lên thấu kính được xử lý điện hoa và được làm đóng rắn ở 125°C trong 60 phút. Màng thu được được xử lý đóng rắn là dày xấp xỉ 20 micron. Các thấu kính đã được phủ được xử lý bằng phương pháp phóng điện hoa từ đơn vị 3DT Flexidyne hoạt động ở 20Hz và 0,70KW trong 35 giây.

Dung dịch lớp phủ cứng (xấp xỉ 2ml) được điều chế trong phần 6C được phủ quay ở tốc độ là 2.550 vòng trong mỗi phút (vòng/phút) trong 10 giây lên các nền được phủ đã được làm đóng rắn. Việc xử lý đóng rắn sau các nền được phủ được hoàn thành ở 60°C trong 30 phút.

Phần 6E - Thử nghiệm tính năng đổi màu theo ánh sáng

Tính năng đổi màu theo ánh sáng của E-25 và CE-78 trong các chế phẩm phủ được đề cập trên đây được thực hiện như sau. Các thấu kính đã được phủ được điều chế trên đây được thử nghiệm về đáp ứng đổi màu theo ánh sáng trên bàn quang học Bench for Measuring Photochromics (“BMP”) do Essilor, Ltd. Pháp sản xuất. Bàn quang học được duy trì ở nhiệt độ ổn định là 73,4°F (23°C) trong suốt quá trình thực hiện thử nghiệm.

Trước khi thử nghiệm trên bàn quang học, mỗi thấu kính đã được phủ thì được cho tiếp xúc với ánh sáng cực tím 365-nanomet trong 10 phút ở khoảng cách là 14 xentimet để hoạt hóa các chất liệu đổi màu theo ánh sáng. Độ chiếu sáng UVA (315 đến 380nm) ở thấu kính được đo bằng phổ kế bức xạ LICOR® Model Li-1800 và thấy được là 22,2 W (oát) cho mỗi mét vuông. Sau đó, thấu kính được đặt dưới đèn halogen cường độ cao 500 oát trong 10 phút ở khoảng cách là 36 xentimet để làm mất màu (bất hoạt) chất liệu đổi màu theo ánh sáng. Độ chiếu sáng ở thấu kính được đo bằng phổ kế bức xạ LICOR® và thấy được là 21,9 Klux. Sau đó, thấu kính được giữ trong môi trường tối ở nhiệt độ trong phòng (từ 70 đến 75°F, hoặc 21 đến 24°C) trong ít nhất 1 giờ trước khi thử nghiệm trên bàn quang học. Trước khi đo bàn quang học, các thấu kính được đo về mức hấp thụ cực tím ở 390 nanomet.

Bàn quang học BMP được trang bị hai đèn hồ quang xenon ORIEL® Model #66057 150 oát ở những góc vuông với nhau. Đường quang từ đèn 1 được dẫn qua bộ lọc thông dải SCHOTT® KG-2 3mm và bộ lọc mật độ trung tính thích hợp có tác dụng góp phần vào mức chiếu sáng ánh sáng nhìn thấy một phần và ánh sáng cực tím cần thiết. Đường quang từ đèn 2 được dẫn qua bộ lọc thông dải SCHOTT® KG-2 3mm, bộ lọc ngưỡng dải ngắn SCHOTT® 400nm và bộ lọc mật độ trung tính thích hợp để đem lại sự chiếu sáng ánh sáng nhìn thấy bổ sung. Thiết bị tách chùm tia Polka Dot 5,08cm x 5,08cm (2 in x 2 in) 50%, ở góc 45° với mỗi đèn được sử dụng để trộn hai chùm tia. Sự kết hợp của bộ lọc mật độ trung tính và sự kiểm soát điện áp của đèn hồ quang xenon được sử

dụng để điều chỉnh cường độ của mức chiếu xạ. Phần mềm độc quyền tức là, BMPSoft phiên bản 2.1e được sử dụng trên BMP để kiểm soát thời gian, mức chiếu xạ, ô không khí và nhiệt độ mẫu, sự đóng mở cửa sập, sự chọn lựa bộ lọc và số đo mức đáp ứng. Thiết bị đo quang phổ ZEISSG®, Model MCS 501, có dây cáp quang dùng cho việc phân tán ánh sáng qua thấu kính được sử dụng cho việc đo đáp ứng và đo màu sắc. Các số đo đáp ứng ánh sáng, cũng như đáp ứng ở bốn bước sóng được chọn, được thu thập trên mỗi thấu kính.

Đầu ra năng lượng của bàn quang học, tức là, liều lượng của ánh sáng mà thấu kính được cho tiếp xúc với, được điều chỉnh đến mức 6,7 oát cho mỗi mét vuông (W/m^2) UVA, tích hợp từ 315-380nm và độ chiếu sáng 50Klux, tích hợp từ 380-780nm. Việc đo điểm ngưỡng năng lượng này được thực hiện bằng cách sử dụng bộ dò độ chiếu xạ và thiết bị đo quang phổ Zeiss đã được hiệu chỉnh. Ô mẫu thấu kính được trang bị cửa sổ thạch anh và vật giữ mẫu tự định tâm. Nhiệt độ trong ô mẫu được khống chế ở 23°C thông qua phần mềm có Facis được cải biến, Model FX-10, thiết bị mô phỏng môi trường. Việc đo đáp ứng đổi màu theo ánh sáng động của mẫu và các lần đo màu được thực hiện bằng cách sử dụng cùng một thiết bị đo quang phổ Zeiss, có dây cáp quang dùng cho việc phân tán ánh sáng từ đèn halogen vonfram và qua mẫu. Chùm tia sáng theo dõi đã được chuẩn trực từ cáp sợi quang được duy trì vuông góc với mẫu thử nghiệm trong khi di chuyển qua mẫu và được dẫn vào cụm lắp ráp cáp sợi quang tiếp nhận được gắn vào thiết bị đo quang phổ. Điểm đặt chính xác của mẫu trong ô mẫu là nơi chùm tia hồ quang xenon hoạt hóa và chùm tia sáng theo dõi giao nhau để tạo hai vòng tròn đồng tâm của ánh sáng. Góc tới của chùm tia hồ quang xenon ở điểm đặt mẫu là $\sim 30^\circ$ tính từ đường vuông góc.

Các lần đo đáp ứng, về phương diện sự thay đổi về mật độ quang học (ΔOD) từ trạng thái không được hoạt hóa hay trạng thái mất màu đến trạng thái được hoạt hóa hay trạng thái có màu được xác định bằng cách thiết lập năng suất truyền chưa được hoạt hóa ban đầu, mở cửa sập từ (các) đèn xenon và đo năng suất truyền dẫn thông qua sự hoạt hóa ở những khoảng thời gian giãn cách được chọn. Sự thay đổi về mật độ quang học được xác định theo công thức: $\text{AOD} = \log(10)(\%T_b/\%T_a)$, trong đó $\%T_b$ là phần trăm năng suất truyền dẫn ở trạng thái mất màu, $\%T_a$ là phần trăm năng suất truyền dẫn ở trạng thái được hoạt hóa. Các lần đo mật độ quang học là trên cơ sở mật độ quang học.

Các kết quả của thử nghiệm này thì được trình bày dưới đây trong bảng 2, trong đó ΔOD ở trạng thái bão hòa là sau 15 phút hoạt hóa và trị số nửa thời gian phai màu (“ $T_{1/2}$ ”) là khoảng thời gian giãn cách tính bằng giây để ΔOD của dạng được hoạt hóa của chất liệu đổi màu theo ánh sáng trong màng phủ đạt đến một nửa ΔOD mười lăm phút ở 73,4°F (23°C), sau khi loại bỏ nguồn sáng hoạt hóa. $\Delta OD/Min$, biểu thức này diễn đạt độ nhạy cảm của đáp ứng của hợp chất đổi màu theo ánh sáng với ánh sáng UV, được đo trong năm (5) giây đầu tiên của quá trình tiếp xúc UV, sau đó, được diễn đạt là trên cơ sở mỗi phút.

Bảng 2 – Kết quả về tính năng đổi màu theo ánh sáng của E-25 & CE-78

E-số & CE-số	Độ nhạy cảm ($\Delta OD/Min$)	ΔOD ở trạng thái bão hòa	$T_{1/2}$ (giây)
E-25	0,39	0,80	144
CE-78	0,34	0,71	144

Sáng chế đã được mô tả liên quan đến các chi tiết cụ thể của các phương án cụ thể của chúng. Không nên hiểu những chi tiết như vậy là những giới hạn đối với phạm vi của sáng chế tới mức mà chúng được bao hàm trong các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

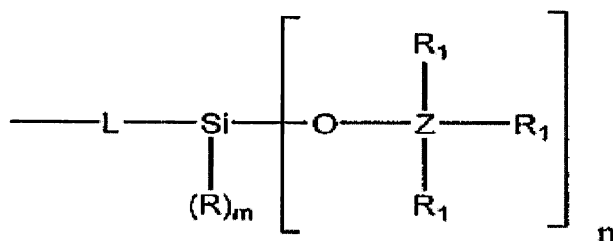
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng bao gồm:

hợp chất đổi màu theo ánh sáng bao gồm phần tử thể đổi màu theo ánh sáng được chọn từ pyran đổi màu theo ánh sáng, oxazin đổi màu theo ánh sáng, và fulgit đổi màu theo ánh sáng liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo được chọn từ nhóm bao gồm:

(i) các nhóm silan treo có công thức chung I dưới đây,

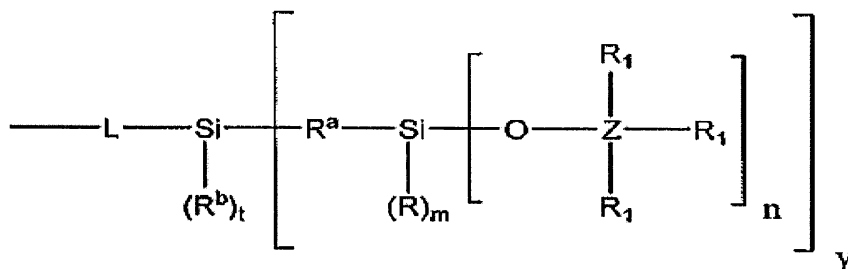
(I)



trong đó Z đối với mỗi n độc lập là Si hoặc C, R được chọn từ nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ hydrocarbyl, mỗi R₁ được độc lập chọn từ C₁-C₁₀ hydrocarbyl và C₁-C₁₀ hydrocarbyl được thế halo, m là 0 hoặc 1, n là 2 hoặc 3, với điều kiện là tổng của m và n là 3, và L là liên kết hoặc nhóm liên kết hóa trị hai bao gồm ít nhất một gốc hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hữu cơ hóa trị hai, các gốc vô cơ hóa trị hai và các tổ hợp của chúng,

(ii) các nhóm silan treo có công thức chung II dưới đây:

(II)

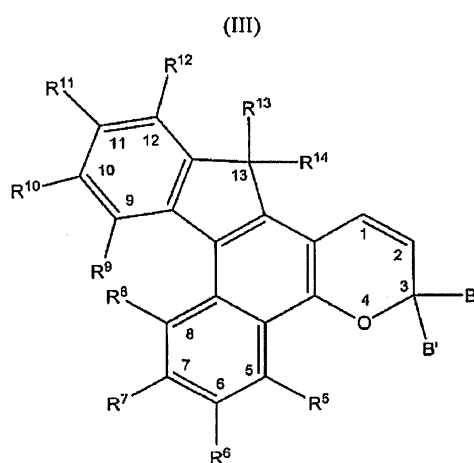


và các tổ hợp của chúng,

trong đó mỗi Z, R, R₁, m, n và L độc lập là như được mô tả liên quan đến công thức chung (I), R^a là nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ các gốc hữu cơ hóa trị hai, R^b được chọn từ nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ hydrocarbyl, t là 0, 1 hoặc 2, và y là 1, 2 hoặc 3, với điều kiện là tổng của t và y là 3.

2. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 1, trong đó các phân tử thể đổi màu theo ánh sáng là naphthopyran được ngưng tụ indeno, trong đó tốt hơn nữa là từ 1 đến ít hơn tất cả các vị trí của naphthopyran được ngưng tụ indeno này liên kết với nhóm silan treo nêu trên, và trong đó tốt hơn hết naphthopyran được ngưng tụ indeno liên kết với 1 hoặc 2 nhóm silan treo.

3. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 1, chất liệu này chứa naphthopyran được ngưng tụ indeno có công thức chung III dưới đây:



trong đó, (a) ít nhất một trong số R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} , R^{12} , R^{13} và R^{14} là nhóm silan treo, và/hoặc (b) ít nhất một trong số B và B' liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo,

trong đó mỗi nhóm silan treo được độc lập chọn từ nhóm bao gồm,

(i) các nhóm silan treo có công thức chung I,

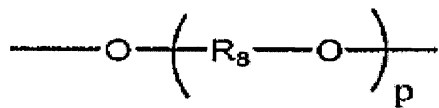
(ii) các nhóm silan treo có công thức chung II,

trong đó mỗi B và B' được độc lập chọn từ các nhóm thơm được thế và không được thế, và nhóm dị vòng thơm được thế và không được thế, hoặc B và B' kết hợp với nhau để tạo floren-9-yliden được thế hoặc không được thế, và

với điều kiện là mỗi vị trí 1 và vị trí 2 của naphthopyran được ngưng tụ indeno đã nêu là không có nhóm silan treo đã nêu được liên kết vào đó.

4. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 1 hoặc 3, trong đó nhóm liên kết hóa trị hai đã nêu của mỗi L độc lập bao gồm ít nhất một gốc hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm -O-, -S-, -Si(R_1)₂- mà trong đó mỗi R_1 độc lập là như được mô tả liên quan đến công thức (I), -N(R_2)-, -C(O)-, -C(O)-O-, -O-C(O)-O-, -C(R_3)(R_4)-C(O)-O-, -C(R_5)(R_6)-C(O)-

$N(R_7)-$, $-C(O)-N(R_7)-$, $-NH-C(O)-O-$, $-NH-C(O)-S-$, $-NH-C(S)-O-$, $-NH-C(S)-S-$,



, $-R_9-O-$, C_1-C_{20} alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh được thế hoặc không được thế, C_2-C_{20} alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_2-C_{20} alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh được thế hoặc không được thế, C_3-C_{10} xycloalkylen được thế hoặc không được thế, C_3-C_{10} heteroxycloalkylen được thế hoặc không được thế, arylen được thế hoặc không được thế, heteroarylen được thế hoặc không được thế, và các tổ hợp của hai hoặc nhiều trong số chúng,

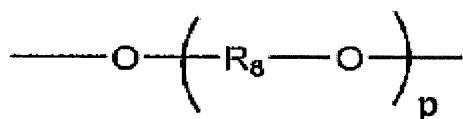
trong đó mỗi R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 và R_7 được độc lập chọn từ hydro, C_1-C_{20} alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh được thế hoặc không được thế, C_3-C_{10} xycloalkyl được thế hoặc không được thế, C_3-C_{10} heteroxycloalkyl được thế hoặc không được thế, aryl được thế hoặc không được thế, và heteroaryl được thế hoặc không được thế,

trong đó R_8 của mỗi p được độc lập chọn từ C_1-C_{20} alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_2-C_{20} alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_2-C_{20} alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, và C_3-C_{10} xycloalkylen được thế hoặc không được thế, và p là từ 1 đến 100,

trong đó R_9 là được chọn từ C_1-C_{20} alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_2-C_{20} alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_2-C_{20} alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_3-C_{10} xycloalkylen được thế hoặc không được thế, và arylen được thế hoặc không được thế, và

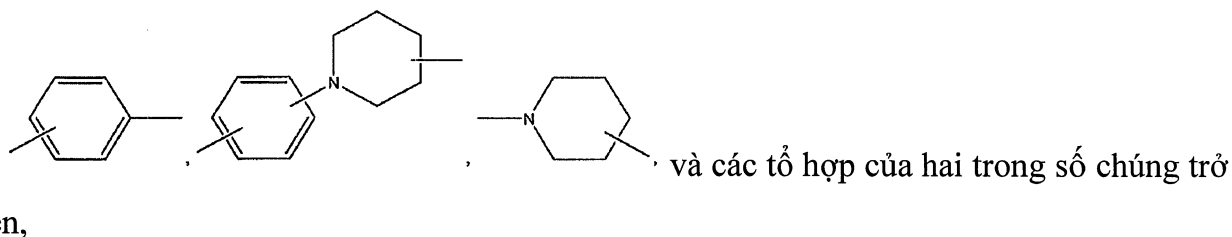
trong đó R^a được chọn từ C_1-C_{10} alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

5. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng của điểm 4, trong đó nhóm liên kết hóa trị hai đã nêu của mỗi L độc lập bao gồm ít nhất một gốc hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm $-O-$, -



$Si(R_1)_2-$, $-C(O)-O-$, , $-R_9-O-$, C_1-C_{10} alkylen mạch thẳng

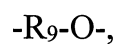
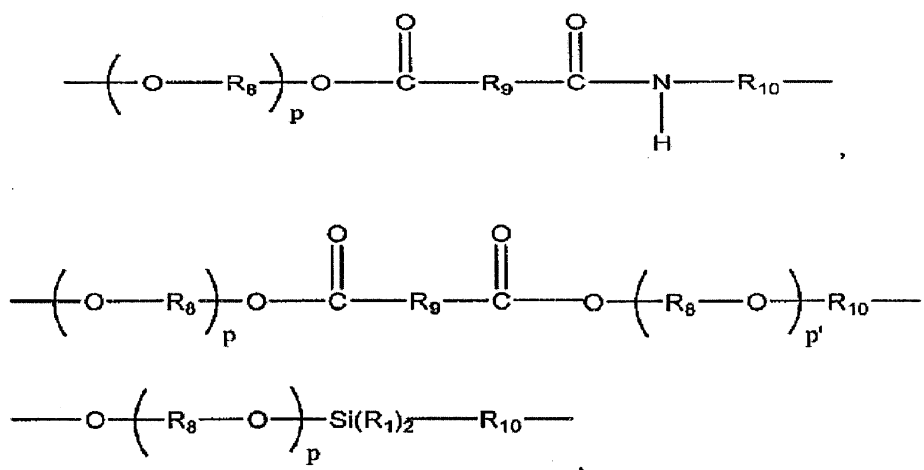
hoặc mạch nhánh được thế hoặc không được thế, C₂-C₁₀ alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₂-C₁₀ alkynylen được thế hoặc không được thế, -O-C(O)-R₉-C(O)-O-, -O-C(O)-R₉-C(O)-NH-,



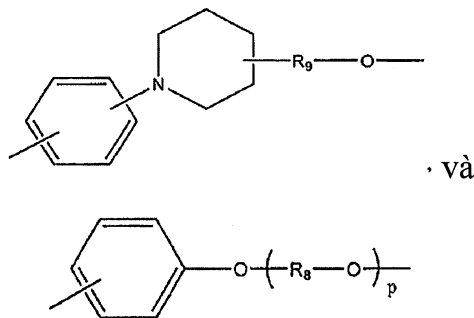
trong đó R₈ của mỗi p được độc lập chọn từ C₁-C₁₀ alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₂-C₁₀ alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₂-C₁₀ alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, và p là từ 1 đến 10, và

trong đó mỗi R₉ được độc lập chọn từ C₁-C₁₀ alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₂-C₁₀ alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₂-C₁₀ alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₃-C₁₀ xycloalkylen được thế hoặc không được thế, và arylen được thế hoặc không được thế.

6. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 5 trong đó nhóm liên kết hóa trị hai đã nêu của mỗi L độc lập được chọn từ nhóm bao gồm:



$-\text{O}-\text{Si}(\text{R}_1)_2-\text{R}_{10}-$,



trong đó R_{10} trong mỗi trường hợp độc lập được chọn từ C_1 - C_{10} alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_2 - C_{10} alkenylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_2 - C_{10} alkynylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_3 - C_{10} xycloalkylen được thế hoặc không được thế, và arylen được thế hoặc không được thế,

p' là từ 1 đến 10.

7. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 1 hoặc 3, trong đó mỗi R_1 độc lập là C_1 - C_{10} alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, mỗi R độc lập là nguyên tử hydro hoặc C_1 - C_{10} alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và R^b là nguyên tử hydro hoặc C_1 - C_{10} alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

8. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 1 hoặc 3, trong đó Z là Si.

9. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 1 hoặc 3, trong đó nhóm silan treo đã nêu là được chọn từ các nhóm silan treo có công thức chung I.

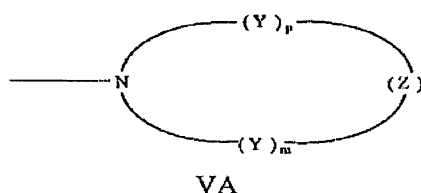
10. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 3, trong đó:

mỗi R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} và R^{12} độc lập được chọn trong mỗi trường hợp từ:

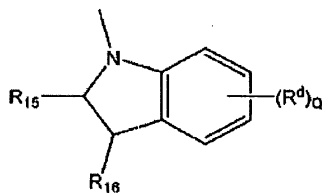
phần tử thế dễ phản ứng; phần tử thế làm tương hợp; hydro; flo; clo; C_1 - C_6 alkyl;

C_3 - C_7 xycloalkyl; phenyl được thế hoặc không được thế; $-\text{OR}_{10}'$ hoặc $-\text{OC}(=\text{O})\text{R}_{10}'$, trong đó R_{10}' là hydro, C_1 - C_6 alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkoxy, (C_1 - C_6)alkoxy(C_2 - C_4)alkyl, C_3 - C_7 xydoalkyl, hoặc C_3 - C_7 xycloalkyl được thế mono(C_1 - C_4)alkyl, và các phần tử thế phenyl đã nêu là hydroxyl, halogen, carbonyl, C_1 - C_6

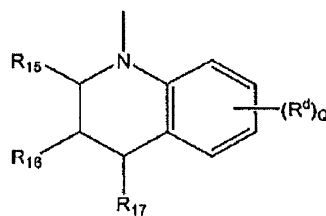
alkoxycarbonyl, xyano, halo(C₁-C₆)alkyl, C₁-C₆ alkyl hoặc C₁-C₆ alkoxy; -N(R_{11'})R_{12'}, trong đó mỗi R_{11'} và R_{12'} độc lập là hydro, C₁-C₈ alkyl, phenyl, naphtyl, furanyl, benzofuran-2-yl, benzofuran-3-yl, thienyl, benzothien-2-yl, benzothien-3-yl, dibenzofuranyl, dibenzothienyl, benzopyridyl, florenyl, C₁-C₈ alkylaryl, C₃-C₂₀ xycloalkyl, C₄-C₂₀ bixycloalkyl, C₅-C₂₀ trixycloalkyl hoặc C₁-C₂₀ alkoxyalkyl, trong đó nhóm aryl đã nêu là phenyl hoặc naphtyl, hoặc R_{11'} và R_{12'} kết hợp với nguyên tử nitơ để tạo vòng C₃-C₂₀ hetero-bixycloalkyl hoặc vòng C₄-C₂₀ hetero-trixycloalkyl; vòng chứa nguyên tử nitơ có công thức cấu tạo VA dưới đây:



trong đó mỗi -Y- được độc lập chọn đối với mỗi lần xuất hiện từ -CH₂-, -CH(R_{13'})-, -C(R_{13'})₂-, -CH(aryl)-, -C(aryl)₂-, và -C(R_{13'})(aryl)-, và Z là -Y-, -O-, -S-, -S(O)-, -SO₂-, -NH-, -N(R_{13'})-, hoặc -N(aryl)-, trong đó mỗi R_{13'} độc lập là C₁-C₆ alkyl, mỗi aryl độc lập là phenyl hoặc naphtyl, m là số nguyên 1, 2 hoặc 3, và p là số nguyên 0, 1, 2, hoặc 3 và với điều kiện là khi p là 0, thì Z là -Y-; nhóm có một trong các công thức cấu tạo VB hoặc VC dưới đây:



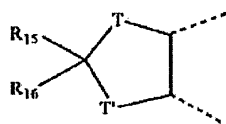
VB



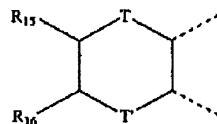
VC

trong đó mỗi R₁₅, R₁₆ và R₁₇ độc lập là nguyên tử hydro, C₁-C₆ alkyl, phenyl, hoặc naphtyl, hoặc các nhóm R₁₅ và R₁₆ cùng nhau tạo vòng gồm từ 5 đến 8 nguyên tử cacbon và mỗi R^d được độc lập chọn đối với mỗi lần xuất hiện từ C₁-C₆ alkyl, C₁-C₆ alkoxy, flo hoặc clo, và Q là số nguyên 0, 1, 2, hoặc 3; và C₄-C₁₈ amin hai vòng xoắn không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần, hoặc C₄-C₁₈ amin ba vòng xoắn không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần, trong đó các phần tử thế đã nêu độc lập là aryl, C₁-C₆ alkyl, C₁-C₆ alkoxy, hoặc phenyl(C₁-C₆)alkyl; hoặc

R^6 và R^7 cùng nhau tạo nhóm được trình bày bằng một trong số VD và VE:



(VD)



(VE)

trong đó mỗi T và T' độc lập là oxy hoặc nhóm $-NR_{11}-$, trong đó R_{11} , R_{15} , và R_{16} là như được nêu trên đây;

mỗi R^{13} và R^{14} được độc lập chọn trong mỗi trường hợp từ:

phần tử thế dễ phản ứng; phần tử thế làm tương hợp; hydro; hydroxy; C_1 - C_6 alkyl; hydroxy(C_1 - C_6)alkyl; C_3 - C_7 xycloalkyl; alyl; phenyl được thế hoặc không được thế; benzyl được thế hoặc không được thế; clo; flo; nhóm $-C(=O)W'$, trong đó W' là hydro, hydroxy, C_1 - C_6 alkyl, C_1 - C_6 alkoxy, nhóm aryl, phenyl hoặc naphtyl không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần, phenoxy, phenoxy được thế mono-(C_1 - C_6)alkoxy hoặc di-(C_1 - C_6)alkoxy, phenoxy được thế mono-(C_1 - C_6)alkoxy hoặc di-(C_1 - C_6)alkoxy, amino, mono(C_1 - C_6)alkylamino, di(C_1 - C_6)alkylamino, phenylamino, phenylamino được thế mono-(C_1 - C_6)alkyl hoặc di-(C_1 - C_6)alkyl, hoặc phenylamino được thế mono(C_1 - C_6)alkoxy hoặc di(C_1 - C_6)alkoxy; $-OR_{18}$, trong đó R_{18} là C_1 - C_6 alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkoxy, C_1 - C_6 alkoxy(C_2 - C_4)alkyl, C_3 - C_7 xycloalkyl, C_3 - C_7 xycloalkyl được thế mono(C_1 - C_4)alkyl, C_1 - C_6 cloalkyl, C_1 - C_6 floalkyl, alyl, hoặc nhóm $-CH(R_{19})Y'$, trong đó R_{19} là nguyên tử hydro hoặc C_1 - C_3 alkyl và Y' là CN, CF_3 , hoặc $COOR_{20}$, trong đó R_{20} là nguyên tử hydro hoặc C_1 - C_3 alkyl, hoặc R_{18} là nhóm, $-C(=O)W''$, trong đó W'' là nguyên tử hydro, C_1 - C_6 alkyl, C_1 - C_6 alkoxy, các nhóm aryl không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần, phenyl hoặc naphtyl, phenoxy, phenoxy được thế mono(C_1 - C_6)alkyl hoặc di(C_1 - C_6)alkyl, phenoxy được thế mono-(C_1 - C_6)alkoxy hoặc di-(C_1 - C_6)alkoxy, amino, mono(C_1 - C_6)alkylamino, di(C_1 - C_6)alkylamino, phenylamino, phenylarnino được thế mono-(C_1 - C_6)alkyl hoặc di-(C_1 - C_6)alkyl, hoặc phenylarnino được thế mono-(C_1 - C_6)alkoxy hoặc di-(C_1 - C_6)alkoxy, trong đó mỗi phần tử trong số các phần tử thế nhóm phenyl, benzyl, hoặc aryl đã nêu độc lập là C_1 - C_6 alkyl hoặc C_1 - C_6 alkoxy; hoặc phenyl được thế một lần, phenyl đã nêu có phần tử thế nằm ở vị trí para, trong đó phần tử thế là: gốc axit dicarboxylic hoặc dẫn xuất của chúng, gốc

diamin hoặc dẫn xuất của chúng, gốc rượu amino hoặc dẫn xuất của chúng, gốc polyol hoặc dẫn xuất của chúng, $-\text{CH}_2-$, $-(\text{CH}_2)_t-$, hoặc $-\text{[O}-(\text{CH}_2)_t\text{]}_k-$, trong đó t là từ số nguyên 2, 3, 4, 5 hoặc 6 và k là số nguyên từ 1 đến 50, phần tử thế được nối với nhóm aryl trên một chất liệu đổi màu theo ánh sáng khác; hoặc R^{13} và R^{14} cùng nhau tạo nhóm oxo, nhóm vòng cacbon-xoắn chứa từ 3 đến 6 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm dị vòng-xoắn chứa từ 1 đến 2 nguyên tử oxy và từ 3 đến 6 nguyên tử cacbon trong đó có nguyên tử cacbon xoắn, vòng cacbon-xoắn đã nêu và các nhóm dị vòng-xoắn được kết vòng với 0, 1 hoặc 2 vòng benzen;

mỗi B và B' độc lập là:

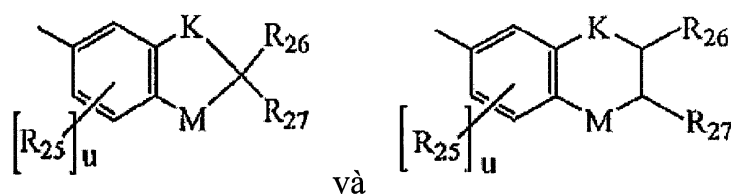
nhóm aryl mà được thế một lần bằng phần tử thế dễ phản ứng hoặc phần tử thế làm tương hợp; phenyl được thế; aryl được thế; 9-julolidinyl được thế; nhóm dị vòng thơm được thế được chọn từ pyridyl, filranyl, benzofuran-2-yl, benzofuran-3-yl, thienyl, benzothien-2-yl, benzothien-3-yl, dibenzofuranyl, dibenzothienyl, carbazoyl, benzopyridyl, indolinyl, và florenyl, trong đó phenyl, aryl, 9-julolidinyl, hoặc phần tử thế thơm dị vòng là phần tử thế dễ phản ứng R; nhóm aryl hoặc phenyl không được thế, được thế một lần, được thế hai lần hoặc được thế ba lần; 9-julolidinyl; hoặc nhóm dị vòng thơm không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần được chọn từ pyridyl, furanyl, benzofuran-2-yl, benzofuran-3-yl, thienyl, benzothien-2-yl, benzothien-3-yl, dibenzofuranyl, dibenzothienyl, carbazoyl, benzopyridyl, indolinyl và florenyl, trong đó mỗi phần tử trong các phần tử thế phenyl, aryl và phần tử thế thơm dị vòng độc lập là:

hydroxyl, nhóm $-\text{C}(=\text{O})\text{R}_{21}$, trong đó R_{21} là $-\text{OR}_{22}$, $-\text{N}(\text{R}_{23})\text{R}_{24}$, piperidino, hoặc morpholino, trong đó R_{22} là alyl, C_1 - C_6 alkyl, phenyl, phenyl được thế mono(C_1 - C_6)alkyl, phenyl được thế mono(C_1 - C_6)alkoxy, phenyl(C_1 - C_3)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkyl, phenyl(C_1 - C_3)alkyl được thế mono(C_1 - C_6)alkoxy, C_1 - C_6 alkoxy(C_2 - C_4)alkyl hoặc C_1 - C_6 haloalkyl, mỗi R_{23} và R_{24} độc lập là C_1 - C_6 alkyl, C_5 - C_7 xycloalkyl, phenyl hoặc phenyl được thế, các phần tử thế phenyl là C_1 - C_6 alkyl hoặc C_1 - C_6 alkoxy, và phần tử thế halo đã nêu là clo hoặc flo, aryl, mono(C_1 - C_{12})alkoxyaryl, di(C_1 - C_{12})alkoxyaryl, mono(C_1 - C_{12})alkylaryl, di(C_1 - C_{12})alkylaryl, haloaryl, C_3 - C_7 xycloalkylaryl, C_3 - C_7 xycloalkyl, C_3 - C_7 xycloalkyloxy, C_3 - C_7 xycloalkyloxy(C_1 - C_{12})alkyl, C_3 - C_7 xycloalkyloxy(C_1 - C_{12})alkoxy, aryl(C_1 - C_{12})alkyl, aryl(C_1 - C_{12})alkoxy,

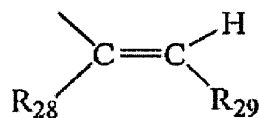
aryloxy, aryloxy(C₁-C₁₂)alkyl, aryloxy(C₁-C₁₂)alkoxy, mono(C₁-C₁₂)alkylaryl(C₁-C₁₂)alkyl hoặc di(C₁-C₁₂)alkylaryl(C₁-C₁₂)alkyl, mono(C₁-C₁₂)alkoxyaryl(C₁-C₁₂)alkyl hoặc di(C₁-C₁₂)alkoxyaryl(C₁-C₁₂)alkyl, mono(C₁-C₁₂)alkylaryl(C₁-C₁₂) hoặc di(C₁-C₁₂)alkylaryl(C₁-C₁₂)alkoxy, mono(C₁-C₁₂)alkoxyaryl(C₁-C₁₂)alkoxy hoặc di(C₁-C₁₂)alkoxyaryl(C₁-C₁₂)alkoxy, amino, mono(C₁-C₁₂)alkylamino hoặc di(C₁-C₁₂)alkylamino, diarylamino, piperazino, *N*-(C₁-C₁₂) alkylpiperazino, *N*-arylpiperazino, aziridino, indolino, piperidino, morpholino, thiomorpholino, tetrahydroquinolino, tetrahydroisoquinolino, pyrrolidyl, C₁-C₁₂ alkyl, C₁-C₁₂ haloalkyl, C₁-C₁₂ alkoxy, mono(C₁-C₁₂)alkoxy(C₁-C₁₂)alkyl, acryloxy, metacryloxy, hoặc halogen;

nhóm không được thế hoặc nhóm được thế một lần được chọn từ pyrazolyl, imidazolyl, pyrazolinyl, imidazolyl, pyrrolinyl, phenothiazinyl, phenoxazinyl, phenazinyl, và acridinyl, mỗi phần tử trong các phần tử thế đã nêu là C₁-C₁₂ alkyl, C₁-C₁₂ alkoxy, phenyl, hoặc halogen;

nhóm có một trong số công thức:



trong đó K là -CH₂- hoặc -O-, và M là -O- hoặc nitơ được thế, với điều kiện là khi M là nitơ được thế, thì K là -CH₂-, các phần tử thế nitơ được thế là nguyên tử hydro, C₁-C₁₂ alkyl, hoặc C₁-C₁₂ axyl, mỗi R₂₅ được độc lập chọn, đối với mỗi lần xuất hiện, từ C₁-C₁₂ alkyl, C₁-C₁₂ alkoxy, hydroxy, và halogen, mỗi R₂₆ và R₂₇ độc lập là nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl, và u là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 2; hoặc có công thức:



trong đó R₂₈ là nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₂ alkyl, và R₂₉ là nhóm không được thế, được thế một lần hoặc được thế hai lần được chọn từ naphtyl, phenyl, furanyl và thienyl, trong đó các phần tử thế là C₁-C₁₂ alkyl, C₁-C₁₂ alkoxy, hoặc halogen; hoặc

B và B' kết hợp để tạo ra một phần tử trong số floren-9-yliden, fluoren-9-yliden được thể một lần hoặc được thể hai lần, mỗi phần tử thể của các phần tử thể floren-9-yliden đã nêu được độc lập chọn từ C₁-C₁₂ alkyl, C₁-C₁₂ alkoxy và halogen,

với điều kiện là naphthopyran được ngưng tụ indeno đã nêu liên kết vào đó 1 hoặc 2 trong số nhóm silan treo đã nêu.

11. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 10 trong đó, (i) ít nhất một trong số R¹¹, R¹³ và R¹⁴ là nhóm silan treo đã nêu, và/hoặc (ii) ít nhất một phần tử trong số B và B' có ít nhất một nhóm silan treo được liên kết vào đó.

12. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 11, trong đó naphthopyran được ngưng tụ indeno đã nêu có:

1) một nhóm silan treo được liên kết vào đó, và

i) R¹¹ là nhóm silan treo đã nêu,

mỗi R⁵, R⁸, R⁹, R¹⁰ và R¹² là nguyên tử hydro,

mỗi R⁶ và R⁷ được độc lập chọn từ nguyên tử hydro, C₁-C₆ alkyl,

và -OR_{10'} trong đó R_{10'} là C₁-C₆ alkyl,

mỗi R¹³ và R¹⁴ được độc lập chọn từ C₁-C₆ alkyl, và C₃-C₇ xycloalkyl, và

mỗi B và B' độc lập được chọn từ aryl được thể bằng C₁-C₆ alkoxy, và aryl được thể bằng morpholino, hoặc

ii) R¹³ là nhóm silan treo đã nêu,

mỗi R⁵, R⁸, R⁹, R¹⁰ và R¹² là nguyên tử hydro,

mỗi R⁶ và R⁷ được độc lập chọn từ nguyên tử hydro, C₁-C₆ alkyl,

và -OR_{10'} trong đó R_{10'} là C₁-C₆ alkyl,

R¹¹ được chọn từ nguyên tử hydro, halogen, và C₁-C₆ alkyl,

R¹⁴ được chọn từ C₁-C₆ alkyl, và C₃-C₇ xycloalkyl, và

mỗi B và B' được độc lập chọn từ aryl, aryl được thể bằng C₁-C₆ alkoxy, aryl được thể bằng morpholino và aryl được thể bằng piperidinyl, hoặc

iii) một trong số B và B' có nhóm silan treo nêu trên liên kết vào đó,

mỗi R⁵, R⁸, R⁹, R¹⁰ và R¹² là nguyên tử hydro,

mỗi R^6 và R^7 được độc lập chọn từ nguyên tử hydro, halogen, C_1 - C_6 alkyl, và -
 $OR_{10'}$ trong đó $R_{10'}$ là C_1 - C_6 alkyl,

R^{11} được chọn từ nguyên tử hydro, halogen, và C_1 - C_6 alkyl,

mỗi R^{13} và R^{14} được độc lập chọn từ C_1 - C_6 alkyl, và C_3 - C_7 xycloalkyl, và

mỗi B và B' được độc lập chọn từ aryl, aryl được thế bằng C_1 - C_6 alkoxy, aryl được thế bằng morpholino và aryl được thế bằng piperidinyl, hoặc

2) hai nhóm silan treo được liên kết vào đó, và

mỗi của B và B' có một nhóm trong số các nhóm silan treo đã nêu được liên kết vào đó,

mỗi R^5 , R^8 , R^9 , R^{10} và R^{12} là nguyên tử hydro,

mỗi R^6 và R^7 được độc lập chọn từ nguyên tử hydro, C_1 - C_6 alkyl, và
 - $OR_{10'}$ trong đó $R_{10'}$ là C_1 - C_6 alkyl,

R^{11} được chọn từ nguyên tử hydro, halogen, và C_1 - C_6 alkyl,

mỗi R^{13} và R^{14} được độc lập chọn từ C_1 - C_6 alkyl, và C_3 - C_1 xycloalkyl, và

mỗi B và B' được độc lập chọn từ aryl, aryl được thế bằng C_1 - C_6 alkoxy, aryl được thế bằng morpholino và aryl được thế bằng piperidinyl.

13. Chất liệu đổi màu theo ánh sáng theo điểm 10 trong đó, ít nhất một phần tử trong số R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} , R^{11} , R^{12} , R^{13} và R^{14} , và B và B' bao gồm ít nhất một phần tử trong số phần tử thế dễ phản ứng và phần tử thế làm tương hợp đã nêu, trong đó mỗi phần tử thế dễ phản ứng đã nêu và phần tử thế làm tương hợp đã nêu còn được trình bày trong mỗi trường hợp bằng một trong số:

-A'-D-E-G-J;	-G-E-G-J;	-D-E-G-J;
-A' -D-J;	-D-G-J;	-D-J;
-A'-G-J;	-O-J; và	-A'-J;

trong đó:

(i) mỗi -A'- độc lập là -O-, -C(=O)-, -CH₂-, -OC(=O)- hoặc

-NHC(=O)-, với điều kiện là nếu -A'- là -O-, thì -A'- tạo ít nhất một liên kết với -J;

(ii) mỗi -D- độc lập là:

(a) gốc diamin hoặc dẫn xuất của chúng, gốc diamin đã nêu là gốc diamin béo, gốc diamin béo vòng, gốc diazaxycloalkan, gốc amin azaxyclo béo, gốc diazacrown ete hoặc

gốc diamin thơm, trong đó nguyên tử nitơ amino thứ nhất của gốc diamin đã nêu tạo liên kết với -A'-, hoặc một phần tử thể hoặc một vị trí sẵn có trên naphthopyran được ngưng tụ indeno và nguyên tử nitơ amino thứ hai của gốc diamin đã nêu tạo liên kết với -E-, -G- hoặc -J; hoặc

(b) gốc rượu amino hoặc dẫn xuất của chúng, gốc rượu amino đã nêu là gốc rượu amino béo, gốc rượu amino béo vòng, gốc rượu azaxyclo béo, gốc rượu diazaxyclo béo hoặc gốc rượu amino thơm, trong đó nitơ amino của gốc rượu amino đã nêu tạo liên kết với -A'-, hoặc phần tử thể của một vị trí sẵn có trên naphthopyran được ngưng tụ indeno, và oxy rượu của gốc rượu amino đã nêu tạo liên kết với -E-, -G- hoặc -J, hoặc nitơ amino đã nêu của gốc rượu amino đã nêu tạo liên kết với -E-, -G- hoặc -J, và oxy rượu đã nêu của gốc rượu amino đã nêu tạo liên kết với -A'-, hoặc phần tử thể hoặc một vị trí sẵn có trên naphthopyran được ngưng tụ indeno;

(iii) mỗi -E- độc lập là gốc axit dicarboxylic hoặc dẫn xuất của chúng, gốc axit dicarboxylic đã nêu là gốc axit dicarboxylic béo, gốc axit dicarboxylic béo vòng hoặc gốc axit dicarboxylic thơm, trong đó nhóm carbonyl thứ nhất của gốc axit dicarboxylic đã nêu tạo liên kết với -G- hoặc -D-, và nhóm carbonyl thứ hai của gốc axit dicarboxylic đã nêu tạo liên kết với -G-;

(iv) mỗi -G- độc lập là:

(a) $-(OC_2H_4)_x(OC_3H_6)_y(OC_4H_8)_z-O-$, trong đó mỗi x, y và z được độc lập chọn và nằm trong khoảng từ 0 đến 50, và tổng của x, y, và z nằm trong khoảng từ 1 đến 50;

(b) gốc polyol hoặc dẫn xuất của chúng, gốc polyol đã nêu là gốc polyol béo, gốc polyol béo vòng hoặc gốc polyol thơm, trong đó oxy polyol thứ nhất của gốc polyol đã nêu tạo liên kết với -A'-, -D-, -E-, hoặc phần tử thể hoặc một vị trí sẵn có trên naphthopyran được ngưng tụ indeno, và oxy polyol thứ hai của polyol đã nêu tạo liên kết với -E- hoặc -J; hoặc

(c) một dạng kết hợp của chúng, trong đó oxy polyol thứ nhất của gốc polyol tạo liên kết với nhóm $-(OC_2H_4)_x(OC_3H_6)_y(OC_4H_8)_z-$ và oxy polyol thứ hai tạo liên kết với -E- hoặc -J; và

(v) mỗi -J độc lập là:

(a) nhóm -K, trong đó -K là $-CH_2COOH$, $-CH(CH_3)COOH$, $-C(O)(CH_2)_wCOOH$,

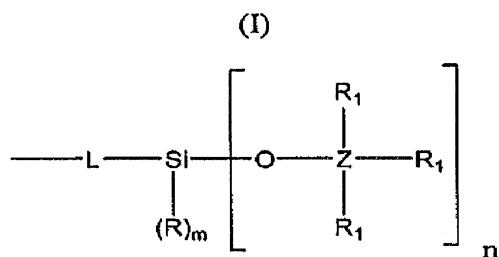
$-\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{C}_5\text{H}_{10}\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{C}_4\text{H}_8\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{C}_3\text{H}_6\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{C}_2\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ hoặc $-\text{SO}_3\text{H}$ trong đó w nằm trong khoảng từ 1 đến 18;

(b) hydro, với điều kiện là nếu -J là hydro, -J được liên kết vào oxy của -D- hoặc -G-, hoặc nitơ của -D-; hoặc

(c) nhóm -L hoặc gốc của nó, trong đó -L là acryl, metacryl, crotyl, 2-(metacryloxy)ethylcarbamyl, 2-(metacryloxy)etoxycarbonyl, 4-vinylphenyl, vinyl, 1-clovinyll hoặc epoxy.

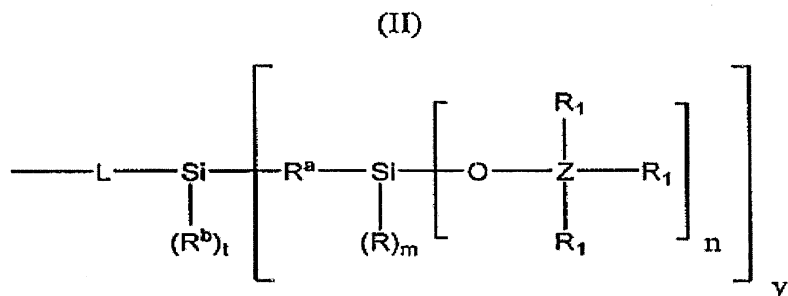
14. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng chứa chất liệu đổi màu theo ánh sáng chứa hợp chất đổi màu theo ánh sáng bao gồm phần tử thể đổi màu theo ánh sáng được chọn từ pyran đổi màu theo ánh sáng, oxazin đổi màu theo ánh sáng, và fulgit đổi màu theo ánh sáng liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo được chọn từ nhóm bao gồm:

(i) các nhóm silan treo có công thức chung I dưới đây:



trong đó Z đối với mỗi n độc lập là Si hoặc C, R được chọn từ nguyên tử hydro hoặc $\text{C}_1\text{--C}_{10}$ hydrocarbyl, mỗi R_1 được độc lập chọn từ $\text{C}_1\text{--C}_{10}$ hydrocarbyl và $\text{C}_1\text{--C}_{10}$ hydrocarbyl được thế halo, m là 0 hoặc 1, n là 2 hoặc 3, với điều kiện là tổng của m và n là 3, và L là liên kết hoặc nhóm liên kết hóa trị hai bao gồm ít nhất một gốc hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm gốc hữu cơ hóa trị hai, gốc vô cơ hóa trị hai và các tổ hợp của chúng,

(ii) các nhóm silan treo có công thức chung II dưới đây:



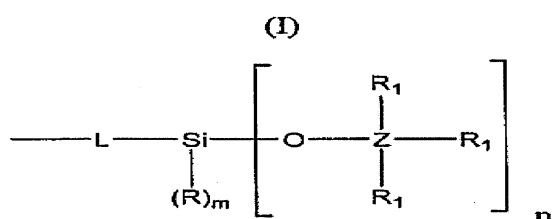
và các tổ hợp của chúng,

trong đó mỗi Z, R, R₁, m, n và L độc lập là như được mô tả liên quan đến công thức chung (I), R^a là nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ gốc hữu cơ hóa trị hai, R^b được chọn từ nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ hydrocarbyl, t là 0, 1 hoặc 2, và y là 1, 2 hoặc 3, với điều kiện là tổng của t và y là 3;

15. Chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng chứa:

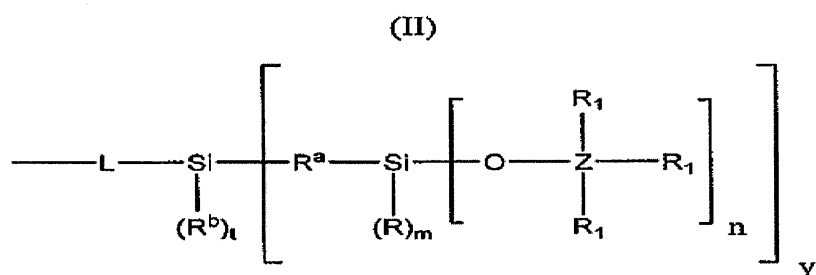
hợp chất đổi màu theo ánh sáng bao gồm phần tử thể đổi màu theo ánh sáng được chọn từ pyran đổi màu theo ánh sáng, oxazin đổi màu theo ánh sáng, và fulgit đổi màu theo ánh sáng có sự liên kết vào đó ít nhất một nhóm silan treo được chọn từ nhóm bao gồm:

(i) các nhóm silan treo có công thức chung I dưới đây:



trong đó Z đối với mỗi n độc lập là Si hoặc C, R là được chọn từ nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ hydrocarbyl, mỗi R₁ được độc lập chọn từ C₁-C₁₀ hydrocarbyl và C₁-C₁₀ hydrocarbyl được thế halo, m là 0 hoặc 1, n là 2 hoặc 3, với điều kiện là tổng của m và n là 3, và L là liên kết hoặc nhóm liên kết hóa trị hai bao gồm ít nhất một gốc hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm gốc hữu cơ hóa trị hai, gốc vô cơ hóa trị hai và các tổ hợp của chúng,

(ii) các nhóm silan treo có công thức chung II dưới đây:



và các tổ hợp của chúng,

trong đó mỗi Z, R, R₁, m, n và L độc lập là như được mô tả liên quan đến công thức chung (I), R^a là nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ gốc hữu cơ hóa trị hai, R^b được chọn từ nguyên tử hydro hoặc C₁-C₁₀ hydrocarbyl, t là 0, 1 hoặc 2, và y là 1, 2 hoặc 3, với điều kiện là tổng của t và y là 3;

chế phẩm nhựa đóng rắn; và
chế phẩm dung môi tùy ý.

16. Chế phẩm phủ đổi màu theo ánh sáng theo điểm 15, trong đó chế phẩm nhựa có thể đóng rắn nêu trên là chế phẩm nhựa uretan có thể đóng rắn được.

Fig. 1

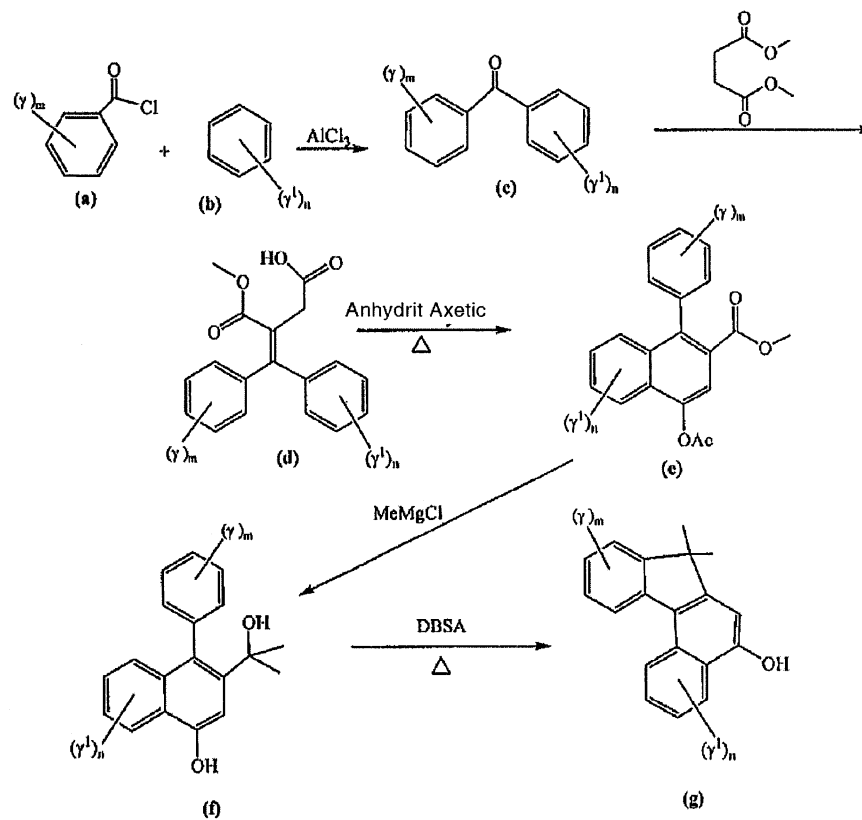
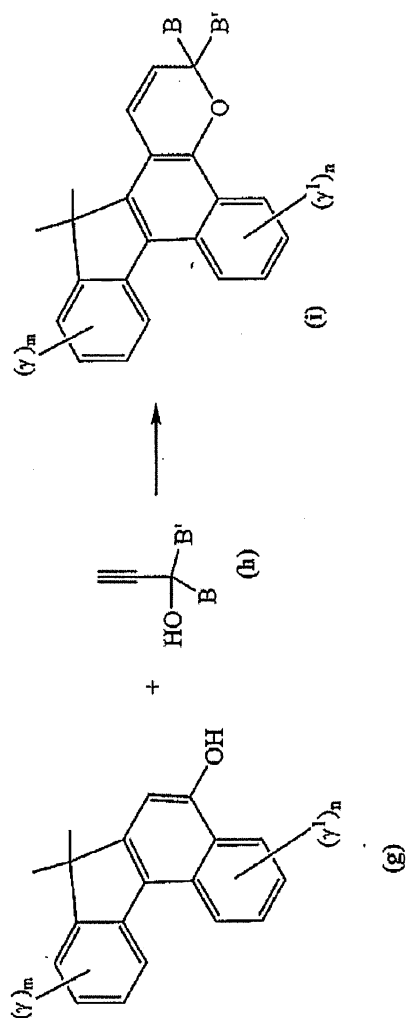
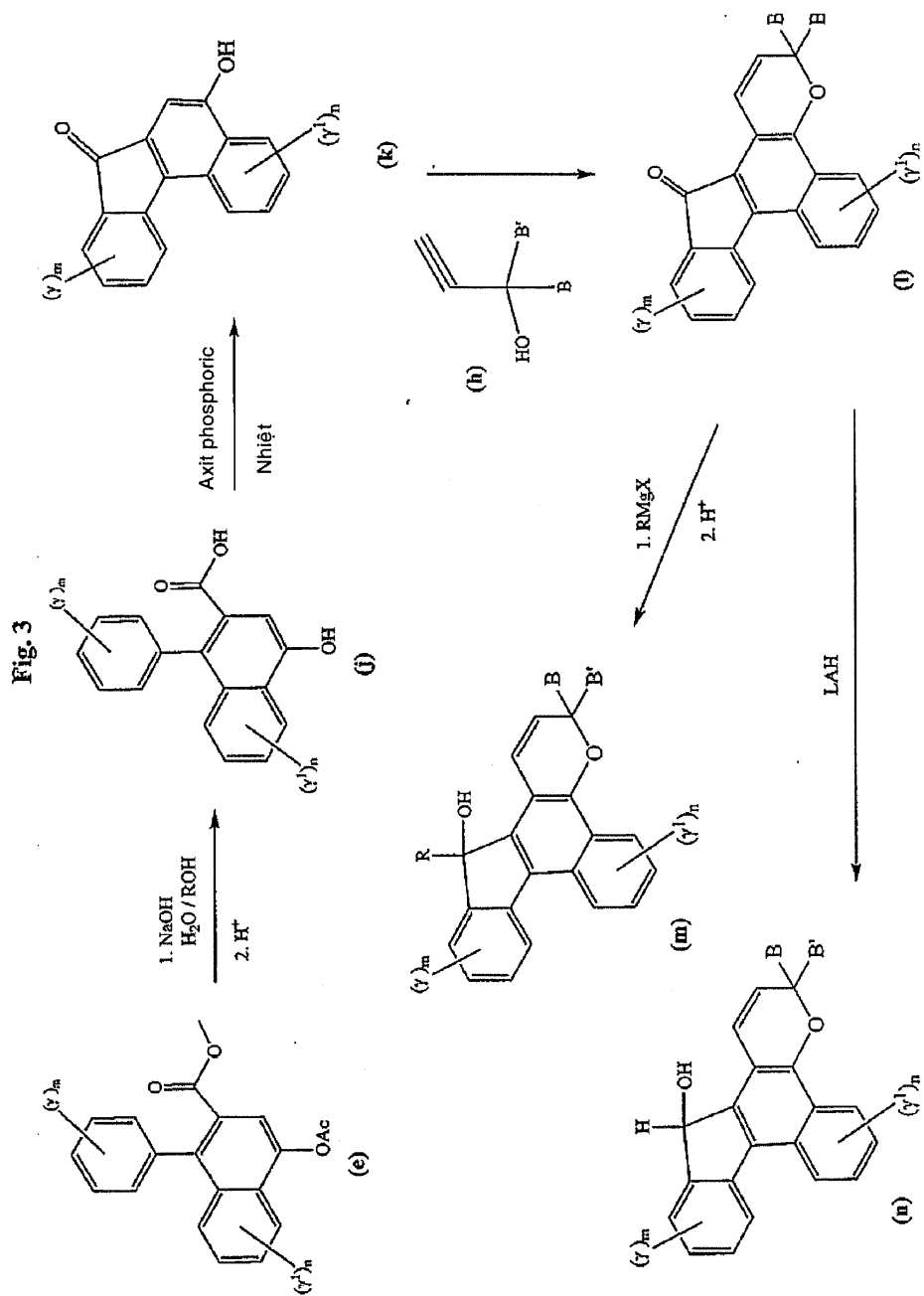


Fig. 2





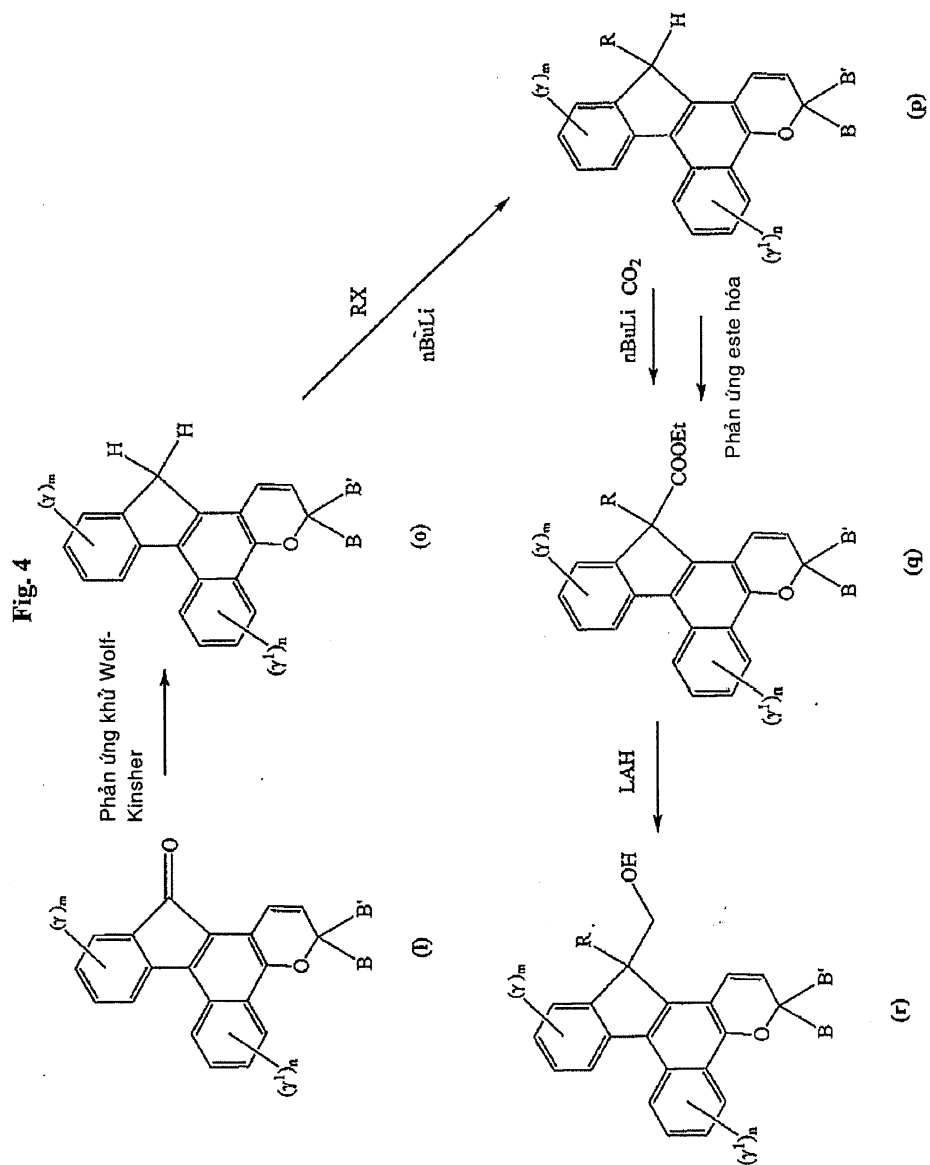


Fig. 5

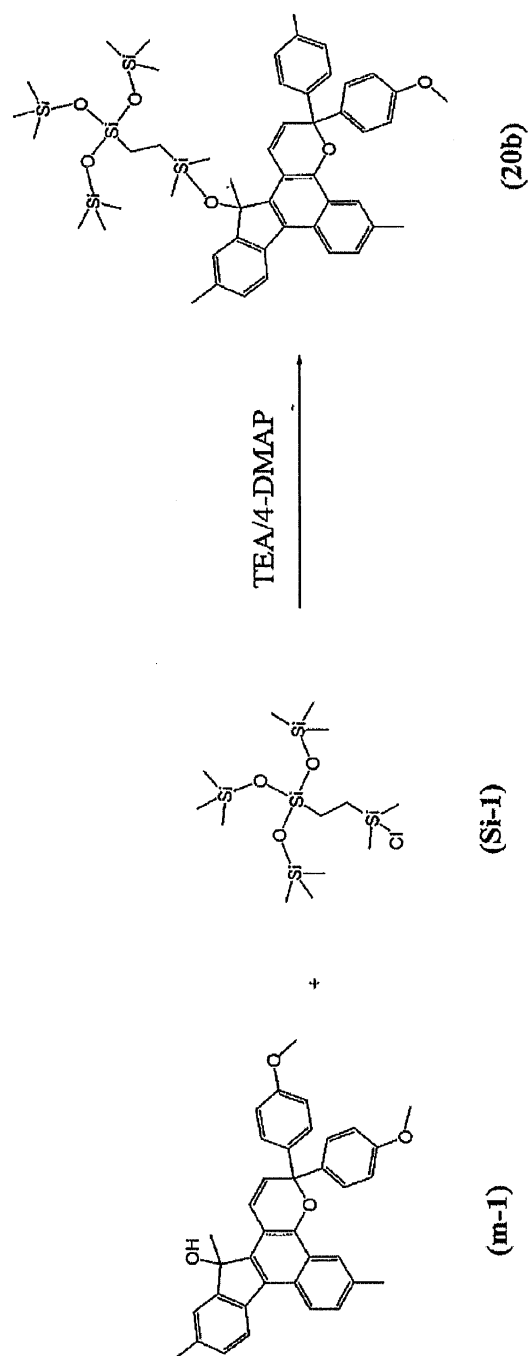


Fig. 6

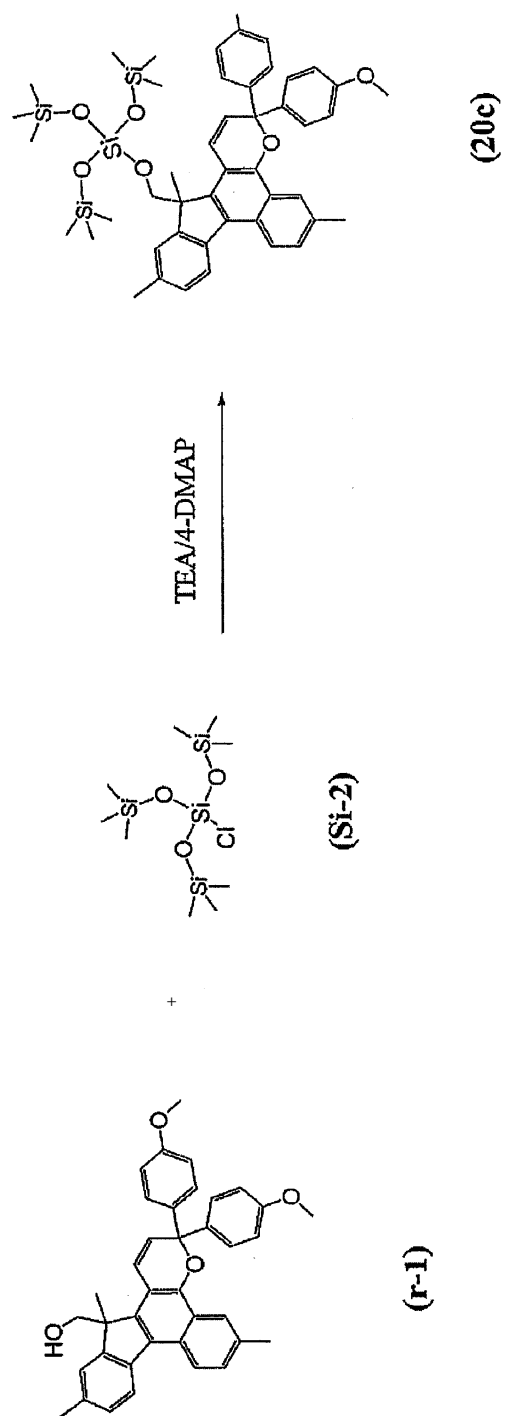


Fig. 7

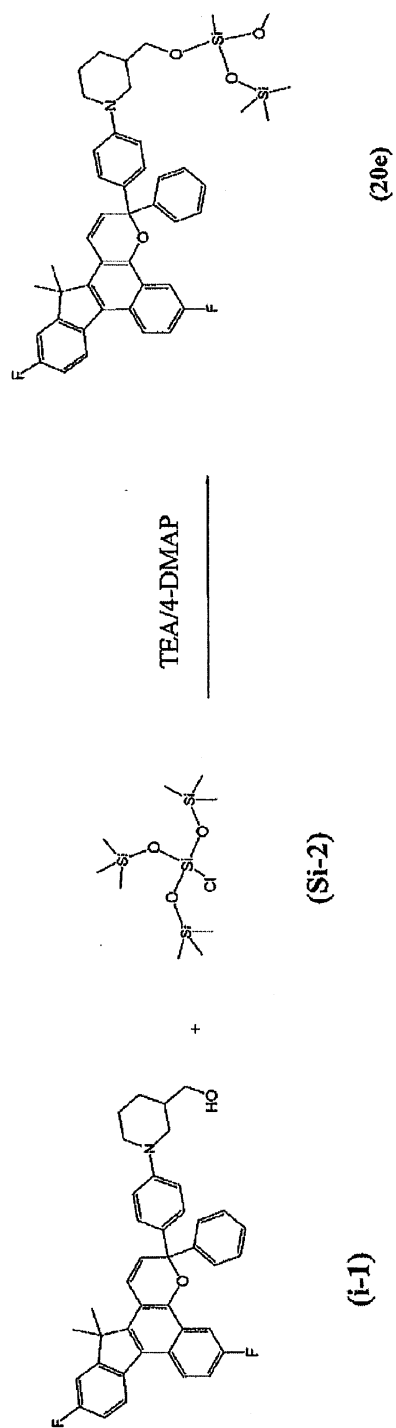


Fig. 8

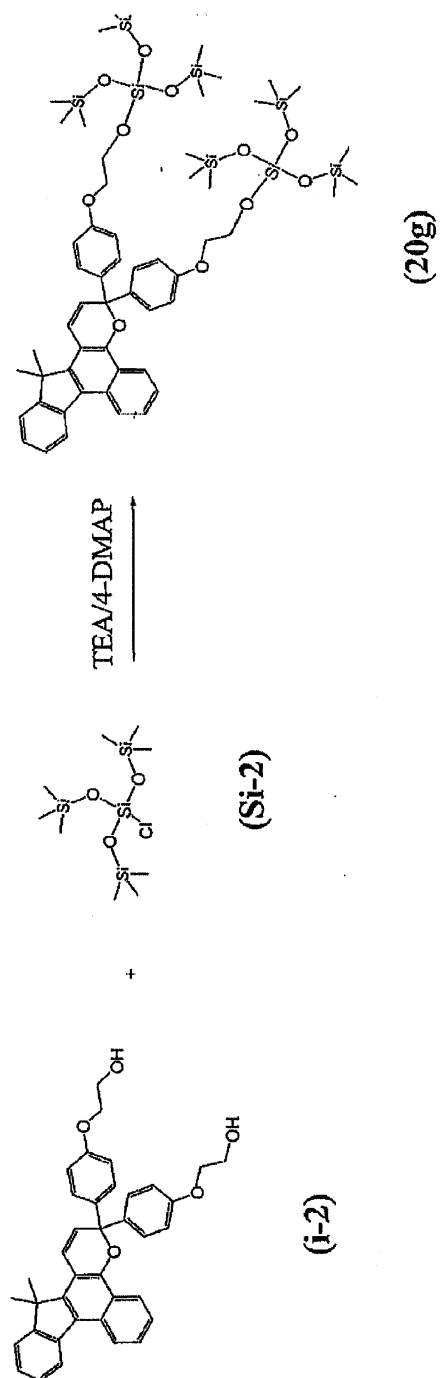


Fig. 9

