



(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) 
1-0021669

(51)⁷ **G03C 1/72, G03F 7/00**

(13) **B**

-
- | | | | | | |
|------|--|------------|------------|---------------|------------|
| (21) | 1-2012-02659 | (22) | 16.02.2011 | | |
| (86) | PCT/US2011/025029 | 16.02.2011 | (87) | WO2011/112327 | 15.09.2011 |
| (30) | 12/719,335 | 08.03.2010 | US | | |
| (45) | 25.09.2019 | 378 | (43) | 25.02.2013 | 299 |
| (73) | TRANSITIONS OPTICAL, INC. (US)
9251 Belcher Road, Pinellas Park, Florida 33782, United States of America | | | | |
| (72) | BOWLES, Steven E. (US), CHOPRA, Anu (US), DAUGHENBAUGH, Randy E. (US), FALER, Dennis L. (US), HALEY, M. Frank (US), LAMERS, Paul H. (US), LU, Yunyi (US), STEWART, Kevin J. (US), TAYLOR, Cathy A. (US), WANG, Feng (US), ZEZINKA, Elizabeth A. (US) | | | | |
| (74) | Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP) | | | | |
-

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT THỂ PHÂN TÁN KHÔNG CÓ NƯỚC CHỨA CÁC VI HẠT CẢM QUANG**

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất thể phân tán không có nước chứa các vi hạt polyme cảm quang, phương pháp này bao gồm các bước: a) điều chế một hoặc nhiều thể phân tán có nước chứa thành phần polyme hóa được, ít nhất một trong số thể phân tán này chứa vật liệu cảm quang, và trong đó thành phần polyme hóa được bao gồm ít nhất một nhóm chức ưa nước và/hoặc ít nhất một nhóm chức kỵ nước; b) cho thể phân tán thu được ở bước a) chịu các điều kiện đủ để tạo ra các vi hạt; c) polyme hóa ít nhất một phần thành phần polyme hóa được; d) kết hợp thể phân tán với pha hữu cơ liên tục bao gồm dung môi hữu cơ; e) loại bỏ nước khỏi thể phân tán thu được sao cho hàm lượng nước cuối của thể phân tán không có nước là nhỏ hơn 30 phần trăm theo trọng lượng, trong đó bước e) được thực hiện trước hoặc sau bước d); và f) cho các nhóm chức axit bất kỳ có trên bề mặt của các vi hạt phản ứng với nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy, ít nhất một nhóm chức thiocarbonylthio, ít nhất một nhóm chức alkoxyamin hoặc ít nhất một nhóm chức halogenua.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất thể phân tán không có nước chứa các vi hạt polyme cảm quang.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vật liệu cảm quang biểu hiện bằng cách phản ứng với bức xạ điện từ, bao gồm bức xạ hồng ngoại, bức xạ nhìn thấy và bức xạ tia cực tím, cũng như khuếch đại ánh sáng bằng phát xạ được kích thích hoặc laze. Phản ứng này có thể là một loại hiện tượng phát quang, trong đó bức xạ nhìn thấy được phát ra bởi vật liệu cảm quang sau khi phơi sáng, ví dụ như, các vật liệu huỳnh quang và lân quang, trong đó có sự thay đổi về chiều dài bước sóng của bức xạ điện từ truyền qua vật liệu, ví dụ các vật liệu vật liệu quang học phi tuyến tính hoặc vật liệu trong đó có sự thay đổi đảo ngược về màu, ví dụ các vật liệu quang sắc.

Các thể phân tán chứa nước của các vi hạt cảm quang, và các chế phẩm tạo màng chứa nước chứa chúng, có thể cho thấy rõ vài bất lợi. Ví dụ, các chế phẩm tạo màng chứa nước có xu hướng tạo ra bọt trong suốt quá trình điều chế, nhiều hơn rất nhiều so với các chế phẩm chứa dung môi. Bọt có thể làm cho việc phủ trở nên khó khăn. Việc kiểm soát độ ẩm tồn kém thường là cần thiết để phủ các chế phẩm tạo màng chứa nước, do độ ẩm tương đối có thể ảnh hưởng đến các đặc tính dòng chảy và tốc độ khô của lớp phủ. Việc lựa chọn các dung môi hữu cơ phụ trợ có thể được giới hạn ở các chế phẩm chứa nước do tốc độ bay hơi và sự tương thích kém với môi trường nước. Ngoài ra, sức căng bề mặt cao của nước có thể dẫn đến khó khăn trong việc làm ướt các lớp nền nhất định. Thiết bị sản xuất mà tiếp xúc với các chế phẩm chứa nước cần có khả năng chống ăn mòn. Điều này thường kéo theo việc sử dụng nhựa hoặc thép không gỉ đắt tiền trong môi trường sản xuất. Các chế phẩm chứa nước cũng có thể khó khăn để làm cho không chứa axit do cơ chế làm ổn định của axit trong nước. Việc sử dụng các vật liệu bao gồm các nhóm chức nhạy nước, như các nhóm epoxy, có thể là vấn đề trong các lớp phủ có nước vì các vấn đề về ngoại quan như làm

mờ màng trong môi trường ẩm ướt có thể xuất hiện. Sự phát triển của vi sinh vật cũng có thể là một vấn đề trong các chế phẩm chứa nước.

Có các sản phẩm được biết đến mà sử dụng các vật liệu cảm quang, ví dụ, các chi tiết quang học như các chi tiết bộ nhớ quang học và các chi tiết hiển thị. Mặc dù sản phẩm kết hợp các vi hạt lõi/vỏ thể hiện đặc tính cảm quang được biết đến, mong muốn là tạo ra các sản phẩm không chứa nước, trong đó các đặc tính của các vật liệu cảm quang trong các vi hạt có thể được kiểm soát, nhờ đó tránh được những hạn chế của các chế phẩm chứa nước. Cũng được mong muốn là kiểm soát các đặc tính sản phẩm như độ cứng hoặc độ kháng mài mòn, mà không ảnh hưởng bất lợi đến các thuộc tính của của các vật liệu cảm quang mà có trong các sản phẩm này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất thể phân tán không có nước chứa các vi hạt cảm quang. Phương pháp này bao gồm các bước:

- a) điều chế thể phân tán chứa nước của vật liệu cảm quang và thành phần polyme hóa được, trong đó thành phần polyme hóa được bao gồm ít nhất một nhóm chức ưa nước và ít nhất một nhóm chức kỵ nước;
- b) cho thể phân tán thu được ở bước a) chịu các điều kiện đủ để tạo ra các vi hạt;
- c) polyme hóa ít nhất một phần thành phần polyme hóa được;
- d) kết hợp thể phân tán với pha hữu cơ liên tục bao gồm dung môi hữu cơ;
- e) loại bỏ nước khỏi thể phân tán sao cho hàm lượng nước cuối của thể phân tán không có nước là nhỏ hơn 30 phần trăm theo trọng lượng, trong đó bước e) được thực hiện trước hoặc sau bước d); và
- f) cho các nhóm chức axit bất kỳ trong các vi hạt phản ứng với ít nhất một nguyên liệu phản ứng như vật liệu có ít nhất một nhóm chức epoxy, ít nhất một nhóm chức thiocarbonylthio, ít nhất một nhóm chức alkoxyamin hoặc ít nhất một nhóm chức halogenua.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất thể phân tán không có nước chứa các vi hạt cảm quang, phương pháp này bao gồm các bước:

- a) điều chế thể phân tán chứa nước của thành phần tiền polyme gần như ưa nước;

b) điều chế thể phân tán chứa nước của thành phần tiền polyme gần như kỵ nước, trong đó thể phân tán thu được ở bước a) và/hoặc bước b) còn bao gồm vật liệu cảm quang;

c) kết hợp các thể phân tán thu được ở bước a) và b) để tạo ra hỗn hợp và cho hỗn hợp chịu các điều kiện đủ để tạo ra các vi hạt;

d) polyme hóa các thành phần tiền polyme trong hỗn hợp;

e) kết hợp hỗn hợp với pha hữu cơ liên tục bao gồm dung môi hữu cơ;

f) loại bỏ nước khỏi hỗn hợp sao cho hàm lượng nước cuối nhỏ hơn 30 phần trăm theo trọng lượng; trong đó bước f) được thực hiện trước hoặc sau bước e); và

g) cho các nhóm chức axit bất kỳ trong các vi hạt phản ứng với ít nhất một nguyên liệu phản ứng, như vật liệu có ít nhất một nhóm chức epoxy, và ít nhất một nhóm chức hydroxyl, ít nhất một nhóm chức thiocarbonylthio, ít nhất một nhóm chức alkoxyamin hoặc ít nhất một nhóm chức halogenua.

Mô tả chi tiết sáng chế

Như được sử dụng trong bản mô tả này và bộ yêu cầu bảo hộ, dạng số ít "a" "an" và "the" bao gồm các vật tham chiếu dạng số nhiều trừ khi được giới hạn một cách rõ ràng và chắc chắn đến một vật tham chiếu.

Đối với các mục đích của bản mô tả này, trừ khi có chỉ định khác, tất cả các số thể hiện số lượng của các thành phần, các điều kiện phản ứng và các thông số khác được sử dụng trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ được hiểu là sẽ được cải biến trong tất cả các trường hợp bằng thuật ngữ "khoảng". Do đó, trừ khi được chỉ định ngược lại, các thông số bằng số quy định trong bản mô tả sau đây và yêu cầu bảo hộ kèm theo là các con số xấp xỉ mà có thể khác nhau tùy thuộc vào các đặc tính được mong muốn sẽ thu được bởi sáng chế. Ít nhất, và không phải là một nỗ lực để hạn chế ứng dụng của lý thuyết tương đương vào phạm vi của yêu cầu bảo hộ, mỗi thông số bằng số ít nhất sẽ được hiểu dựa trên số chữ số đáng kể được báo cáo và bằng cách áp dụng các kỹ thuật làm tròn thông thường.

Tất cả các khoảng bằng số ở đây bao gồm tất cả các trị số và các khoảng bằng số của tất cả các trị số bằng số trong khoảng được trích dẫn của các trị số bằng số. Mặc cho các khoảng và các thông số bằng số đã nói ở trên, phạm vi rộng của sáng chế là các con số xấp xỉ, các trị số bằng số đã nói trong các ví dụ cụ thể được báo cáo càng

chính xác càng tốt. Tuy nhiên, trị số bằng số bất kỳ, vốn đã chứa các sai số nhất định tất yếu do độ lệch chuẩn được thấy ở các phép đo thử nghiệm tương ứng của chúng.

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

Thuật ngữ "monome" bao gồm các đơn vị monome và oligome đơn mà bao gồm một vài đơn vị monome.

Thuật ngữ "bức xạ quang hóa" bao gồm ánh sáng với chiều dài bước sóng của bức xạ điện từ nằm trong khoảng từ khoảng sáng cực tím (ultraviolet: UV), qua khoảng sáng thấy được, và vào khoảng hồng ngoại. Bức xạ quang hóa mà có thể được sử dụng để hóa rắn các chế phẩm phủ được sử dụng theo sáng chế thường có các chiều dài bước sóng của bức xạ điện từ nằm trong khoảng từ 150 đến 2000 nanomet (nm), từ 180 đến 1000nm hoặc từ 200 đến 500nm. Ví dụ, bức xạ cực tím có chiều dài bước sóng nằm trong khoảng từ 10 đến 390nm có thể được sử dụng. Các ví dụ về các nguồn sáng cực tím thích hợp bao gồm hồ quang thủy ngân, hồ quang cacbon, đèn thủy ngân áp thấp, trung hoặc cao, hồ quang plasma dòng xoáy và diot phát quang cực tím. Đèn phát quang cực tím thích hợp là đèn hơi thủy ngân trung áp có công suất nằm trong khoảng từ 79 đến 237 oát trên xentimet ngang qua chiều dài ống đèn.

Theo sáng chế, phương pháp sản xuất thể phân tán không có nước của các vi hạt polyme cảm quang được đề xuất. Thể phân tán không chứa nước bao gồm: a) pha hữu cơ liên tục bao gồm dung môi hữu cơ; và b) các vi hạt polyme cảm quang được phân tán trong pha hữu cơ liên tục, trong đó các vi hạt bao gồm ít nhất một phần thành phần được polyme hóa có bề mặt tổng hợp và các miền bên trong, trong đó miền bề mặt bao gồm vật liệu polyme được hòa tan bằng dung môi hữu cơ, miền bên trong bao gồm vật liệu polyme không hòa tan được trong dung môi hữu cơ, và miền bề mặt và/hoặc miền bên trong là cảm quang.

Dung môi hữu cơ trong pha hữu cơ liên tục thường là dung môi phân cực và có thể bao gồm, ví dụ, một hoặc nhiều rượu, như các rượu đơn hoặc diol, bao gồm các glycol, ete, amit, nitril, este, keton và/hoặc lactam. Dung môi phân cực, theo định nghĩa, có các phân tử mà các điện cực của chúng được phân bố không đều, làm cho một đầu của mỗi phân tử dương hơn đầu kia, sao cho các chất hòa tan được hòa tan vào đó dễ tạo ra các ion. Các dung môi đặc biệt thích hợp bao gồm n-butanol, isobutanol, isopropanol, rượu benzylic, etylen glycol, dietylen glycol, propylen glycol,

rượu tetrahydrofurfuryl, ete propylen glycol monobutyl, ete etylen glycol monoheptyl, ete etylen glycol monobutyl, ete dietylen glycol butyl, ete etylen glycol monometyl, ete propylen glycol monometyl, dimetylformamit, N-metylpyrrolidon, metyl etyl keton, metyl amyl keton, dung môi TEXANOL®, được báo cáo là 2,2,4-trimetyl-1,1,3-pentandiol monoisobutyrat và có bán trên thị trường bởi Eastman Chemical Co., và các hỗn hợp của các dung môi này. Việc sử dụng dung môi hữu cơ có thể trợ giúp quy trình tạo ra các vi hạt polyme.

Các vi hạt polyme cảm quang được phân tán trong pha hữu cơ liên tục. Các vi hạt bao gồm ít nhất một phần thành phần được polyme hóa có bề mặt tổng hợp và các miền bên trong. Một hoặc cả hai miền bề mặt và miền bên trong có thể là cảm quang. Miền bề mặt bao gồm vật liệu polyme được hòa tan bằng dung môi hữu cơ và miền bên trong bao gồm vật liệu polyme không hòa tan được trong dung môi hữu cơ. Các vi hạt cảm quang thường bao gồm ít nhất một phần các vi hạt được liên kết ngang.

Các thể phân tán không có nước có thể được điều chế theo các cách khác nhau bất kỳ theo sáng chế, như được chú thích trên đây. Ví dụ, thể phân tán không có nước của các vi hạt cảm quang có thể được điều chế như sau:

a) điều chế thể phân tán chứa nước của vật liệu cảm quang và thành phần polyme hóa được, trong đó thành phần polyme hóa được bao gồm ít nhất một nhóm chức ưa nước và ít nhất một nhóm chức kỵ nước;

b) cho thể phân tán ở bước a) chịu các điều kiện đủ để tạo ra các vi hạt, như các điều kiện ứng suất cắt cao;

c) polyme hóa ít nhất một phần thành phần polyme hóa được;

d) kết hợp thể phân tán với pha hữu cơ liên tục bao gồm dung môi hữu cơ, thường là dung môi phân cực;

e) loại bỏ nước khỏi thể phân tán sao cho hàm lượng nước cuối của thể phân tán không có nước là nhỏ hơn 30 phần trăm theo trọng lượng; và

f) cho các nhóm chức axit bất kỳ trong các vi hạt phản ứng với ít nhất một nguyên liệu phản ứng như hợp chất có ít nhất một nhóm chức epoxy, ít nhất một nhóm chức hydroxyl, ít nhất một nhóm chức thiocarbonylthio, ít nhất một nhóm chức alkoxyamin, hoặc ít nhất một nhóm chức halogenua. Lưu ý rằng, bước e) có thể được thực hiện trước hoặc sau bước d).

Các thể phân tán không có nước theo sáng chế có thể bao gồm lượng nước nhỏ hơn 30 phần trăm trọng lượng.

Thành phần polyme hóa được trong thể phân tán chứa nước được điều chế ở bước a) có thể bao gồm ít nhất một monome gần như ưa nước và ít nhất một monome gần như kỵ nước, monome ưa nước và monome kỵ nước có khả năng ít nhất một phần tạo ra các vi hạt của thành phần polyme hóa được mà vật liệu cảm quang, như vật liệu quang sắc, được liên kết với nó. Ngoài ra, thể phân tán chứa nước có thể bao gồm lượng hữu hiệu của ít nhất một vật liệu cảm quang và ít nhất một thành phần polyme hóa được bao gồm ít nhất một nhóm chức ưa nước và ít nhất một nhóm chức kỵ nước, (các) vật liệu cảm quang và (các) thành phần polyme hóa được có khả năng tạo ra ít nhất một phần các vi hạt polyme cảm quang được liên kết ngang. Thành phần polyme hóa được cũng có thể bao gồm ít nhất một tiền polyme gần như ưa nước, ít nhất một tiền polyme gần như kỵ nước, và lượng hữu hiệu của ít nhất một vật liệu quang sắc hữu cơ bao gồm ít nhất một nhóm polyme hóa được, thành phần polyme hóa được có khả năng tạo ra các vi hạt polyme quang sắc. Các vi hạt polyme quang sắc thường bao gồm ít nhất một phần các vi hạt polyme được liên kết ngang.

Thành phần polyme hóa được có thể còn bao gồm vật liệu copolyme hóa được với ít nhất một monome gần như ưa nước và gần như kỵ nước, vật liệu sau đây được gọi là "vật liệu copolyme hóa được". Ngoài ra, thành phần polyme hóa được có thể sở hữu nhóm chức có khả năng phản ứng với các vật liệu liên kết ngang, để tương thích với các vật liệu chủ và để có các đặc tính được liên kết với các vi hạt polyme cảm quang được mô tả sau đây.

Cụm từ "có khả năng ít nhất một phần tạo ra các vi hạt của thành phần polyme hóa được mà vật liệu cảm quang được liên kết với nó" có nghĩa là thành phần polyme hóa được thích hợp để tự gắn vào ít nhất một phần các vi hạt được tạo ra. Sự tự gắn của các vi hạt là do sự khác nhau về tính ưa nước và tính kỵ nước được liên kết với các nhóm chức ưa nước của monome gần như ưa nước và các nhóm chức kỵ nước của monome gần như kỵ nước bao gồm thành phần polyme hóa được. Vật liệu cảm quang có thể được liên kết với các vi hạt bằng việc lựa chọn các vật liệu cảm quang ưa nước, các vật liệu cảm quang kỵ nước và/hoặc vật liệu cảm quang có đặc tính khác mà cho phép nó liên kết về mặt hóa học hoặc vật lý với các vi hạt hoặc thành phần polyme hóa được thu được.

Sau quá trình tạo ra các vi hạt, chúng thường được polyme hóa. Nghĩa là, các vi hạt ít nhất một phần được polyme hóa và tạo ra ít nhất một phần các vi hạt polyme được liên kết ngang trong đó ít nhất một phần các monome hoặc các tiền polymer trong thành phần polyme hóa được phản ứng và kết hợp để tạo ra các vật liệu polyme dạng chuỗi. Các nhóm phản ứng trên ít nhất một phần của các vật liệu polyme dạng chuỗi này phản ứng và liên kết ngang để tạo ra các mạng polyme trong đó ít nhất một phần của một số đến tất cả các chuỗi được liên kết. Các nhóm phản ứng đã nói ở trên là các nhóm hóa học có khả năng trải qua phản ứng polyme hóa đã biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví dụ về các nhóm polyme hóa được này bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, metacryloyloxy, acryloyloxy, vinyl, allyl, carboxyl, amino, mercapto, epoxy, hydroxy và isoxyanato

Các vi hạt được polyme hóa được tạo ra ở bước b) và c) có cấu trúc lõi/vỏ mà khiến cho chúng đặc biệt hữu ích để điều chế các thể phân tán không có nước của sáng chế, cụ thể, các thể phân tán không có nước phân cực. Các polyme lõi (miền bên trong) và vỏ (miền bề mặt) được liên kết cộng hóa trị với nhau. Mặt khác, sự tương thích của vỏ polyme với dung môi trong pha hữu cơ liên tục sẽ làm cho vỏ tan ra khỏi vật liệu lõi. Ngoài ra, lõi được liên kết ngang và/hoặc bao gồm vật liệu vốn đã không hòa tan được trong pha hữu cơ liên tục và vỏ bao gồm polyme mà, nếu nó không được liên kết vào lõi không hòa tan được, sẽ hoàn toàn hòa tan được trong pha hữu cơ liên tục. Sự tan được của vỏ polyme làm cho vi hạt lõi/vỏ tương thích với dung môi và sự không tan được của lõi duy trì sự nguyên vẹn của vi hạt bằng cách ngăn không cho vi hạt hòa tan hoàn toàn trong dung môi.

Khi kết hợp thể phân tán với pha hữu cơ liên tục ở bước d), thể phân tán có thể được rót vào pha hữu cơ liên tục hoặc ngược lại. Nước được loại bỏ khỏi thể phân tán bằng cách sử dụng các phương pháp đã biết, như bằng phương pháp siêu lọc, chưng cất dưới áp suất giảm hoặc bằng máy ly tâm.

Ở bước (f) của phương pháp, các nhóm chức axit bất kỳ trong các vi hạt được cho phản ứng với nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy. Nguyên liệu phản ứng chức epoxy bất kỳ có thể được sử dụng, miễn là nó không ảnh hưởng bất lợi đến các đặc tính, như tính ổn định hoặc tính tương thích, của thể phân tán không có nước hoặc các chế phẩm trong đó thể phân tán không có nước được sử dụng. Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ "hợp chất epoxy" biểu thị các hợp chất epoxy chứa

một nhóm chức glyxidyl, b-metyl glyxidyl hoặc xycloalkylen oxit. Các ví dụ không giới hạn của các hợp chất ete glyxidyl là ete metyl glyxidyl, ete n-butyl glyxidyl, ete iso-butyl glyxidyl, ete phenyl glyxidyl, ete alyl glyxidyl, ete 3-(trimetoxysilyl)propyl glyxidyl và 2,3-epoxy-1-propanol. Các ví dụ không giới hạn về este glyxidyl bao gồm glyxidyl hexanoat, glyxidyl (met)acrylat và Cardura™ E10P, este glyxidyl của axit Versatic™ 10. Các ví dụ không giới hạn về các hợp chất xycloalkylen oxit là 3-vinyl-7-oxabicyclo[4.1.0]heptan [106-86-5], alyl 4-metyl-7-oxabicyclo[4.1.0]heptan-3-carboxylat [10138-39-3], 2-etylhexyl 7-oxabicyclo[4.1.0]heptan-3-carboxylat [62256-00-2] và 2-(7-oxabicyclo[4.1.0]hept-3-yl)etyl-trimetoxysilan [3388-04-3].

Theo các phương án nhất định của sáng chế, nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức hydroxyl, ít nhất một nhóm chức thiocarbonylthio, ít nhất một nhóm chức alkoxyamin, hoặc ít nhất một nhóm chức halogenua. Trong số các nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức hydroxyl, 2,3-epoxy-1-propanol (glycidol) thường hay được sử dụng nhất.

Các chế phẩm phủ mà được điều chế bằng cách sử dụng các thể phân tán không có nước được điều chế từ phương pháp này đã được chứng minh là làm gia tăng thời hạn sử dụng, cũng như cải thiện độ chống thấm nước sau khi bôi lên lớp nền và hóa rắn.

Theo các khía cạnh nhất định của sáng chế, nguyên liệu phản ứng được sử dụng ở bước (f) có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức halogenua. Các nguyên liệu phản ứng này đã được sử dụng làm các chất khơi mào trong các quy trình polyme hóa living được mô tả dưới đây. Các nguyên liệu phản ứng này có thể được điều chế làm sản phẩm phản ứng của (1) hợp chất chức epoxy với ít nhất một nhóm hydro hoạt tính có khả năng phản ứng với axit halogenua hoặc este alkyl và (2) hợp chất chức axit halogenua hoặc este alkyl có ít nhất một nhóm chức halogenua. Ví dụ, nguyên liệu phản ứng có thể bao gồm sản phẩm phản ứng của (1) 2,3-epoxy-1-propanol (glycidol) và (2) 2-bromo-2-metylpropanoyl bromua.

Công bố đơn quốc tế số WO 97/18247 và các patent Mỹ số 5.763.548 và 5.789.487 mô tả quy trình polyme hóa gốc được gọi là quy trình polyme hóa gốc chuyển hóa nguyên tử (atom transfer radical polymerization: ATRP). Quy trình ATRP được mô tả là quy trình polyme hóa gốc được kiểm soát mà dẫn đến sự tạo ra các

(co)polyme có trọng lượng phân tử và phân bố trọng lượng phân tử có thể đoán trước. Quy trình ATRP cũng được mô tả là tạo ra các sản phẩm đồng nhất cao có cấu trúc được kiểm soát (nghĩa là, cấu trúc liên kết có thể kiểm soát, chế phẩm, v.v.). Các patent '548 và '487 và WO 97/18247 cũng mô tả các (co)polyme được điều chế bằng quy trình ATRP, mà hữu ích trong nhiều ứng dụng rộng rãi, ví dụ, với sơn và lớp phủ.

Phương pháp ATRP được mô tả làm ví dụ về "quy trình polyme hóa living," nghĩa là, quy trình polyme hóa phát triển mạch mà lan truyền về cơ bản không chuyển hóa mạch và về cơ bản không ngắt mạch. Trọng lượng phân tử của polyme được điều chế bằng quy trình ATRP có thể được kiểm soát bằng hóa học lượng pháp của các chất phản ứng, nghĩa là, sự cô đặc ban đầu của các monome và các chất khơi mào. Ngoài ra, quy trình ATRP cũng tạo ra các polyme có các đặc điểm bao gồm, ví dụ, phân bố trọng lượng phân tử hẹp, ví dụ, các trị số PDI nhỏ hơn 2,5, và cấu trúc chuỗi polyme hoàn toàn xác định, ví dụ, các copolyme khối và các copolyme xen kẽ. Khi nguyên liệu phản ứng được sử dụng ở bước (f) có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức halogenua, các vi hạt thu được có thể được sử dụng làm các chất khơi mào trong các quy trình polyme hóa đang hoạt động như quy trình ATRP, cho phép sự phát triển của các chuỗi polyme được kết cấu và tùy biến một cách cẩn thận từ các bề mặt vi hạt. Các kỹ thuật "quy trình polyme hóa living" được kiểm soát bổ sung bao gồm chuyển hóa chuỗi phân đoạn bổ sung đảo ngược (reversible addition-fragmentation chain transfer: RAFT) hoặc polyme hóa qua trung gian (nitroxide-mediated polymerization: NMP). Khi nguyên liệu phản ứng được sử dụng trong bước (f) có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức thiocarbonylthio, các vi hạt thu được có thể được sử dụng làm các chất khơi mào trong các quy trình polyme hóa RAFT. Khi nguyên liệu phản ứng được sử dụng trong bước (f) có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức alkoxyamin, các vi hạt thu được có thể được sử dụng làm các chất khơi mào trong các quy trình polyme hóa NMP.

Ngoài ra, phương pháp sản xuất thể phân tán không có nước chứa các vi hạt cảm quang theo sáng chế, có thể bao gồm các bước:

a) điều chế thể phân tán chứa nước của thành phần tiền polyme gần như ưa nước;

b) điều chế thể phân tán chứa nước của thành phần tiền polyme gần như kỵ nước, trong đó thể phân tán ở bước a) và/hoặc b) còn bao gồm vật liệu cảm quang;

c) kết hợp các thể phân tán ở bước a) và b) để tạo ra hỗn hợp và cho hỗn hợp chịu các điều kiện đủ để tạo ra các vi hạt;

d) polyme hóa các thành phần tiền polyme trong hỗn hợp;

e) kết hợp hỗn hợp với pha hữu cơ liên tục bao gồm dung môi hữu cơ, thường là dung môi phân cực;

f) loại bỏ nước khỏi hỗn hợp sao cho hàm lượng nước cuối của thể phân tán không có nước là nhỏ hơn 30 phần trăm theo trọng lượng; và

g) cho các nhóm chức axit bất kỳ trong các vi hạt phản ứng với nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức hydroxyl, ít nhất một nhóm chức thiocarbonylthio, ít nhất một nhóm chức alkoxyamin, hoặc ít nhất một nhóm chức halogenua. Bước f) có thể được thực hiện trước hoặc sau bước e).

Các vật liệu phụ cũng có thể được kết hợp vào thể phân tán không có nước, ví dụ, các thành phần thông thường trợ giúp xử lý thành phần polyme hóa được hoặc truyền các đặc tính mong muốn cho các vi hạt thu được. Các ví dụ về các thành phần này bao gồm các chất kiểm soát lưu biến, các chất hoạt động bề mặt, các chất khơi mào, các chất xúc tác, các chất ức chế hóa rắn, các chất khử, các axit, các bazơ, các chất bảo quản, liên kết ngang các vật liệu, các chất cho gốc tự do, các chất chống muối gốc tự do, các chất làm ổn định như các chất làm ổn định cực tím và nhiệt, và các chất hoạt hóa bám dính, như các silan chức hữu cơ, các siloxan, titanat và ziriconat, là các vật liệu phụ được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Các thể phân tán không có nước của sáng chế có thể tùy ý bao gồm các thuốc nhuộm màu khác như các chất tạo màu nano, các thuốc màu nano, và/hoặc các thuốc nhuộm không cảm quang. Các thuốc nhuộm màu này đặc biệt hữu ích để điều chế các chế phẩm phủ gọi là “tối đến tối hơn”. Thuật ngữ “chất tạo màu nano” có nghĩa là chất tạo màu mà đối với nó cỡ hạt bình quân của các hạt sơ cấp lên tới 100nm.

Như đã nói rõ trước đó, thể phân tán chứa nước được sử dụng để điều chế các thể phân tán không có nước của sáng chế có thể bao gồm ít nhất một thành phần polyme hóa được bao gồm ít nhất một monome gần như ưa nước và ít nhất một monome gần như kỵ nước. Như được sử dụng ở đây, các thuật ngữ "monome gần như ưa nước" và "monome gần như kỵ nước" nghĩa là các đặc tính ưa nước hoặc kỵ nước tương đối của các monome so với nhau. Monome gần như ưa nước của thành phần polyme hóa được là ưa nước hơn so với monome gần như kỵ nước. Do đó, monome

gần như kỵ nước của thành phần polyme hóa được là kỵ nước hơn so với monome gần như ưa nước. Một phương pháp để xác định đặc tính ưa nước/kỵ nước của vật liệu là Độ cân bằng ưa-kỵ nước (Hydrophilic-Lipophilic Balance: HLB) được biết đến rộng rãi. Số HLB thông thường nằm trong khoảng từ 1 đến 20, với 1 là vật liệu hòa tan được trong dầu và 20 là vật liệu hòa tan được trong nước. Bằng cách sử dụng hệ thống này, các vật liệu được chỉ rõ ở đây là gần như kỵ nước sẽ cho thấy HLB nhỏ hơn 10 trong khi các vật liệu được chỉ rõ là gần như ưa nước sẽ cho thấy HLB lớn hơn 10.

Các tỷ lệ của các monome gần như ưa nước với các monome gần như kỵ nước có thể thay đổi trong một khoảng rộng. Ví dụ, mỗi phần trăm trọng lượng của monome gần như ưa nước và monome gần như kỵ nước trong thành phần polyme hóa được có thể nằm trong khoảng từ 2 đến 98 phần trăm trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng các chất rắn thành phần polyme hóa được là 100 phần trăm. Các ví dụ về tỷ lệ các monome gần như ưa nước với các monome gần như kỵ nước là 20:80 và 50:50.

Theo các trường hợp nhất định, monome gần như ưa nước là gần như tương thích với nước, có ái lực đối với nước, và/hoặc có khả năng ít nhất một phần hạ tan trong nước bằng cách sử dụng biện pháp trộn thông thường. Các monome gần như ưa nước được sử dụng trong thành phần monome polyme hóa được của sáng chế có thể bao gồm monome ưa nước bất kỳ được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví dụ về các monome ưa nước này bao gồm các monome bao gồm nhóm chức ưa nước như: các nhóm chức axit; các nhóm chức hydroxyl; các nhóm chức nitril; các nhóm chức amino; các nhóm chức amit; các nhóm chức carbamat; các nhóm chức ion như các nhóm amoni hóa trị bốn hoặc sulfoni; hoặc các hỗn hợp của các nhóm chức này.

Mức độ ưa nước và kỵ nước của các monome được sử dụng để điều chế thành phần polyme hóa được có thể khác nhau, như được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Monome gần như kỵ nước của thành phần polyme hóa được có thể được chuyển hóa thành monome gần như ưa nước. Ví dụ, các nhóm isoxyanato trên monome kỵ nước của thành phần polyme hóa được có thể được chức hóa với các nhóm siloxan bằng cách cho các nhóm isoxyanato phản ứng với silan chức hữu cơ như aminopropyl trietoxysilan. Trên bề mặt phân tán trong nước, các nhóm có thể thủy phân, ví dụ, alkoxysilan, ít nhất một phần được thủy phân để tạo ra các nhóm silanol ưa nước. Nếu được cho phép phản ứng với rượu hoặc với chính chúng, các nhóm ưa nước

này có thể trở lại thành các nhóm kỵ nước. Quy trình chức hóa tương tự có thể được thực hiện với các nhóm isoxyanato có sẵn trên các vi hạt polyme cảm quang được polyme hóa và được liên kết ngang.

Các ví dụ về các silan chức hữu cơ thích hợp cho quy trình chuyển hóa kỵ nước thành ưa nước bao gồm: 4-aminobutyltriethoxysilan, carboxymethyltriethoxysilan, isoxyanatopropyltriethoxysilan, 3-mercaptopropyltrimethoxysilan, mercaptomethylmethyldiethoxysilan, hoặc các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ về các monome chứa nhóm chức axit ưa nước bao gồm axit acrylic, axit metacrylic, beta-carboxyethyl acrylat, axit acryloxypropionic, axit 2-acrylamit methylpropan sulfonic, các axit acrylic(3-sulfopropyl)este, axit crotonic, axit dimethylolpropionic, axit fumaric, các este mono(C₁-C₈)alkyl của axit fumaric, axit maleic, các este mono(C₁-C₈)alkyl của axit maleic, axit itaconic, các este mono(C₁-C₈)alkyl của axit itaconic và các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ về các monome chứa nhóm chức hydroxyl ưa nước bao gồm 2-hydroxyethyl metacrylat, 2-hydroxyethyl acrylat, poly(etylen glycol) acrylat, poly(etylen glycol) metacrylat, hydroxypropyl metacrylat, hydroxypropyl acrylat, hydroxybutyl metacrylat, hydroxybutyl acrylat, hydroxymethyl ethyl acrylat, hydroxymethylpropyl acrylat, dicaprolacton acrylat, dietanolamin, dimetanolamin hoặc các hỗn hợp của chúng. Các ví dụ về các monome chứa nhóm chức nitril bao gồm các metacrylonitril và acrylonitril.

Các ví dụ về các monome chứa nhóm chức amino ưa nước bao gồm alylamin, dimethylalylamin, 2-(dimethylamino)ethyl metacrylat, 2-(t-butylamino)ethyl metacrylat, 4-aminostyren, este dimethylaminoethyl vinyl, và N-(3-dimethylaminopropyl)metacrylamit.

Các ví dụ về các monome chứa nhóm chức ion ưa nước bao gồm alyltrimethylamoni clorua, 2-trimethylamoni ethyl acrylic clorua, và vinylbenzyl dimethyl sulfoni clorua.

Các ví dụ về các monome chứa nhóm chức amit ưa nước bao gồm các metacrylamit và acrylamit.

Các ví dụ về các monome chứa nhóm chức carbamat ưa nước bao gồm alyl carbamat, vinyl carbamat, sản phẩm phản ứng của hydroxyethyl carbamat và metacrylic anhydrit, và sản phẩm phản ứng của hydroxyethyl carbamat với isophoron di-isoxyanat và hydroxyethyl acrylat.

Các ví dụ về các monome chứa nhóm chức vinyl ưa nước bao gồm vinyl axetat, vinyl pyrolidon và vinyl propionat.

Theo một ví dụ của sáng chế, (các) monome kỵ nước bao gồm monome gần như không có nhóm chức ưa nước và gần như không tương thích với nước, có ít ái lực đối với nước và/hoặc chỉ có khả năng hòa tan tối thiểu trong nước bằng cách sử dụng biện pháp trộn thông thường. (Các) monome kỵ nước được sử dụng trong thành phần polyme hóa được có thể bao gồm monome kỵ nước bất kỳ được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví dụ về nhóm chức kỵ nước bao gồm các hydrocarbon có 4 hoặc nhiều hơn các nguyên tử cacbon. Các ví dụ thêm về các nhóm chức này được bao gồm trong mô tả về các monome kỵ nước sau đây.

Các ví dụ về monome kỵ nước bao gồm các monome gốc tự do polyme hóa được mà bao gồm các monome thơm vinyl, ví dụ, styren, α -metyl styren, t-butyl styren và vinyl toluen; vinyl và các vinyliden halogenua, ví dụ, vinyl clorua và vinyliden clorua; các este vinyl; các ete vinyl, vinyl butyrat, các este alkyl của các axit acrylic và metacrylic có từ 4 đến 17 nguyên tử cacbon trong nhóm alkyl, bao gồm butyl metacrylat, butyl acrylat, xyclohexyl metacrylat, 4-tert-butylxyclohexylacrylat, xyclohexyl acrylat, 2-etylhexyl metacrylat, 2-etylhexyl acrylat, butyl hexylmetacrylat, butyl hexylacrylat, isooctylmetacrylat, isooctylacrylat, isodexyl metacrylat, isodexyl acrylat, isobornyl metacrylat, isobornyl acrylat, lauryl metacrylat và lauryl acrylat; và các hỗn hợp của chúng.

Các monome kỵ nước thích hợp khác bao gồm các silan chức hữu cơ có các phần tử thế gần như không thể thủy phân, như các nhóm alkoxy có 3 hoặc nhiều hơn các nguyên tử cacbon.

Theo các ví dụ nhất định về sáng chế, thành phần polyme hóa được bao gồm ít nhất một chất liệu copolyme hóa được nghĩa là khác với ít nhất một monome gần như ưa nước và ít nhất một monome gần như kỵ nước. Ngoài ra, (các) chất liệu copolyme hóa được có thể được cho phản ứng với (các) monome gần như ưa nước để tạo ra tiền polyme gần như ưa nước và/hoặc với (các) monome gần như kỵ nước để tạo ra tiền polyme gần như kỵ nước.

(Các) chất liệu copolyme hóa được có thể là chất liệu bất kỳ mà copolyme hóa được với ít nhất một trong (các) monome gần như ưa nước và (các) monome gần như kỵ nước. Theo một ví dụ, chất liệu copolyme hóa được các là xương sống cấu trúc tạo

ra chất liệu. Các ví dụ về (các) chất liệu copolyme hóa được có thể được chọn từ: các chất liệu chứa nhóm không bão hòa về mặt etylen; các chất liệu chứa isoxyanat được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ, các sản phẩm phản ứng của isoxyanat và các nguyên liệu phản ứng tương ứng khác, ví dụ, các polyol, trong đó sản phẩm phản ứng có ít nhất một nhóm isoxyanato phản ứng; các monome chứa nhóm hydroxyl được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này; các monome chứa nhóm epoxy được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này; các monome chứa nhóm carboxy được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này; các monome chứa nhóm carbonat được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ, sản phẩm phản ứng của polyol bao gồm ít nhất một nhóm carbonat và monome vinyl và sản phẩm phản ứng của polyol bao gồm ít nhất một nhóm carbonat và isoxyanat bao gồm một nhóm isoxyanat phản ứng và ít nhất một liên kết đôi polyme hóa được như được mô tả trong Công bố Đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số US 2003/0136948 (hiện tại là patent Mỹ số 6.998.072) đoạn [0041] đến [0065], bản mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn; hoặc các hỗn hợp của các chất liệu copolyme hóa được này.

(Các) vật liệu copolyme hóa được có thể bao gồm các vật liệu chứa nhóm silyl, ví dụ các silan chức hữu cơ có ít nhất một nhóm polyme hóa được, như các silan chức hữu cơ được mô tả trước đó.

Các ví dụ về chất liệu copolyme hóa được như các monome chứa nhóm không bão hòa về mặt etylen bao gồm các monome vinyl và các monome không bão hòa về mặt etylen có nhóm chức được chọn từ hydroxyl, carboxyl, amino, mercapto, (met)acryloyloxy, ví dụ, metacryloyloxy hoặc acryloyloxy, isoxyanato hoặc các hỗn hợp của chúng, được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Theo một phương án, các chất liệu copolyme hóa được có thể có hai hoặc nhiều của nhóm polyme hóa được giống nhau hoặc hai hoặc nhiều nhóm polyme hóa được khác nhau. Theo một phương án khác, chất liệu copolyme hóa được được chọn từ các monome (met)acrylic có ít nhất một nhóm chức được chọn từ hydroxyl, amino, mercapto hoặc các hỗn hợp của chúng.

Theo một ví dụ của sáng chế, (các) monome gần như ưa nước và/hoặc (các) monome gần như kỵ nước được sử dụng trong quy trình tạo ra thành phần polyme hóa được được chọn nhờ các đặc tính được tạo ra bởi các nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của

các polyme tổng ứng trong quy trình polyme hóa, như được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, các monome mà tạo ra các polyme có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh cao hơn so với nhiệt độ trong phòng, ví dụ 23°C , có xu hướng tạo ra các polyme cứng hoặc rắn trong khi các monome mà tạo ra các polyme có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh nhỏ hơn nhiệt độ trong phòng có xu hướng mềm và dẻo. Các đặc tính của các monome được sử dụng để tạo ra môi trường vi hạt polyme có thể ảnh hưởng hiệu suất của các vật liệu cảm quang. Ví dụ, trong trường hợp vật liệu quang sắc hữu cơ mà phụ thuộc vào các thay đổi về hình dạng để cho thấy trạng thái hoạt hóa và không hoạt hóa, môi trường mềm và dẻo cho phép nhiều chuyển động hơn và có thể cho phép sự gia tăng hiệu suất hoặc môi trường cứng và rắn cho phép ít chuyển động hơn và có thể gây ra sự suy giảm hiệu suất. Việc điều chế thành phần polyme hóa được với các vật liệu có các đặc tính mà có thể ảnh hưởng đến hiệu suất của các vật liệu cảm quang khiến cho vi hạt polyme cảm quang thu được có môi trường trong đó hiệu suất của vật liệu cảm quang có thể được kiểm soát một cách độc lập với môi trường xung quanh vi hạt polyme cảm quang. Ví dụ, vi hạt polyme cảm quang tự nó có thể mềm và dẻo nhưng được bao quanh bởi hoặc được nhúng trong ma trận hoặc môi trường cứng và rắn.

Trong quy trình polyme hóa, (các) monome gần như ưa nước và (các) monome gần như kỵ nước tạo ra các polyme, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của nó có thể thay đổi trong khoảng rộng. Ví dụ, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của polyme được tạo ra trong quy trình polyme hóa của (các) monome gần như kỵ nước có thể là lớn hơn hoặc bằng với nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của polyme được tạo ra trong quy trình polyme hóa của (các) monome gần như ưa nước. Ngoài ra, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của polyme được tạo ra trong quy trình polyme hóa của (các) monome gần như kỵ nước có thể là nhỏ hơn nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của polyme được tạo ra trong quy trình polyme hóa của (các) monome gần như ưa nước.

Theo ví dụ khác của sáng chế, (các) monome gần như kỵ nước được làm thích ứng để tạo ra polyme mà trong quy trình polyme hóa có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh nhỏ hơn 23°C , ví dụ, từ nằm trong khoảng $22,9^{\circ}\text{C}$ đến -100°C hoặc nằm trong khoảng từ 22°C đến -90°C . (Các) monome gần như ưa nước có thể cũng được làm thích ứng để tạo ra polyme mà trong quy trình polyme hóa có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh

bằng hoặc lớn hơn 23°C, ví dụ, nằm trong khoảng từ 23°C đến 130°C hoặc nằm trong khoảng từ 24°C đến 100°C.

Theo các trường hợp nhất định, (các) monome gần như ưa nước và/hoặc (các) monome gần như kỵ nước có thể là các vật liệu uretan được làm thích ứng để tạo ra các phân đoạn gần như cứng và/hoặc gần như dẻo. Khái niệm của việc điều chế vật liệu uretan để tạo ra các phân đoạn cứng hoặc dẻo bằng cách lựa chọn các thành phần, ví dụ, isoxyanat và các polyol, để tạo ra loại phân đoạn thích hợp được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Xem ví dụ thảo luận về các phân đoạn rắn và mềm trong patent Mỹ số 6.187.444, ở cột 3, dòng 49 đến cột 4, dòng 46, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Phân đoạn cứng của vật liệu uretan là một phân đoạn mà đem lại cho vật liệu thu được trong đó nó được sử dụng độ cứng không dễ uốn mà không bị vỡ. Phân đoạn dẻo của vật liệu uretan là một phân đoạn mà làm cho vật liệu mềm dẻo và có khả năng được uốn hoặc di chuyển khỏi đường hoặc hoặc dạng thẳng mà không bị vỡ. Theo một ví dụ, monome gần như kỵ nước là vật liệu uretan, ví dụ, uretan (met)acrylat tiền polyme, được làm thích ứng để tạo ra phân đoạn dẻo và (các) monome gần như ưa nước là vật liệu uretan, ví dụ, tiền polyme uretan (met)acrylat, được làm thích ứng để tạo ra phân đoạn cứng. Ngoài ra, (các) monome gần như kỵ nước có thể là vật liệu uretan được làm thích ứng để tạo ra phân đoạn cứng và (các) monome gần như ưa nước là vật liệu uretan được làm thích ứng để tạo ra phân đoạn dẻo.

Các vật liệu uretan của sáng chế có thể được điều chế với các isoxyanat và các polyol, các amin và/hoặc các thiol mà có thể thay đổi trong khoảng rộng. Các vật liệu và phương pháp thích hợp là được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật về điều chế uretan.

Khi các thành phần tạo ra uretan, như các thành phần hữu cơ có các nhóm hydroxyl, mercapto và/hoặc amino và các isoxyanat, được kết hợp để tạo ra các chất liệu uretan của sáng chế, lượng tương đối của các thành phần thường được biểu hiện là tỷ lệ số lượng có sẵn của các nhóm isoxyanat phản ứng với số lượng có sẵn của các nhóm hydroxyl, mercapto và/hoặc amino phản ứng, ví dụ, tỷ lệ đương lượng của NCO:X trong đó X là OH, SH, NH và/hoặc NH₂. Ví dụ, tỷ lệ NCO:X là 1,0:1,0 thu được khi trọng lượng của một đương lượng NCO của thành phần isoxyanat được cho phản ứng với trọng lượng của một đương lượng X của thành phần chứa nhóm

hydroxyl, mercapto và/hoặc amino. Các chất liệu uretan có tỷ lệ đương lượng của NCO:X mà có thể thay đổi trong khoảng rộng. Ví dụ, tỷ lệ đương lượng của NCO:X có thể nằm trong khoảng giữa 0,3:1,0 và 3,0:1,0 và tất cả các khoảng bao gồm giữa chúng. Khi tỷ lệ này là lớn hơn 1,0:1,0, các nhóm isoxyanato dư có thể bị phong bế và/hoặc được cho phản ứng tiếp, ví dụ, với ure hoặc các silan chức hữu cơ, để tạo ra các nhóm ưa nước, như được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Các ví dụ về các thành phần isoxyanat bao gồm các isoxyanat được cải biến hoặc không được cải biến tự do, bị phong bế, ví dụ, bằng các chất phong bế thích hợp, hoặc các thành phần chứa isoxyanat bị phong bế một phần, như được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này, được chọn từ: toluen-2,4-diisoxyanat; toluen-2,6-diisoxyanat; diphenyl metan-4,4'-diisoxyanat; diphenyl metan-2,4'-diisoxyanat; para-phenylen diisoxyanat; biphenyl diisoxyanat; 3,3'-dimetyl-4,4'-diphenylen diisoxyanat; tetrametylen-1,4-diisoxyanat; hexametylen-1,6-diisoxyanat; 2,2,4-trimetyl hexan-1,6-diisoxyanat; este lysin metyl diisoxyanat; bis (isoxyanato etyl)fumarat; isophoron diisoxyanat; etylen diisoxyanat; dodecan-1,12-diisoxyanat; xyclobutan-1,3-diisoxyanat; 2-heptyl-3,4-bis(9-isoxyanatononyl)-1-pentyl-xyclohexan; xyclohexan-1,3-diisoxyanat; xyclohexan-1,4-diisoxyanat; dixyclohexylmetan-4,4-diisoxyanat hoặc metylen bis(4-xyclohexylisoxyanat); metyl xyclohexyl diisoxyanat; hexahydrotoluen-2,4-diisoxyanat; hexahydrotoluen-2,6-diisoxyanat; hexahydrophenylen-1,3-diisoxyanat; hexahydrophenylen-1,4-diisoxyanat; m-tetrametylxylen diisoxyanat; p-tetrametylxylen diisoxyanat; perhydrodiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat; perhydrodiphenylmetan-4,4'-diisoxyanat hoặc các hỗn hợp của chúng. Các triisoxyanat như biuret của diisoxyanat thích hợp bất kỳ bao gồm 1,4-tetrametylen diisoxyanat và 1,6-hexametylen diisoxyanat có thể được sử dụng. Ngoài ra, các biuret của các xycloaliphatic diisoxyanat như isophoron diisoxyanat và 4,4'-metylen-bis-(xyclohexyl isoxyanat) có thể được sử dụng. Các ví dụ về các aralkyl diisoxyanat thích hợp mà từ đó các biuret có thể được điều chế là meta-xylylen diisoxyanat và $\alpha,\alpha',\alpha',\alpha'$ -tetrametylm-meta-xylylen diisoxyanat. Các isoxyanat ba chức khác có thể cũng được sử dụng, ví dụ, các trime của isophoron diisoxyanat, triisoxyanato nonan, triphenylmetan triisoxyanat, 1,3,5-benzen triisoxyanat, 2,4,6-toluen triisoxyanat, sản phẩm cộng của trimetylol và tetrametyl xylen diisoxyanat được bán dưới tên thương mại CYTHANE

3160 bởi CYTEC Industries, và DESMODUR N 3300 và DESMODUR N 3600, là các trime của hexametylen diisoxyanat, được bán trên thị trường bởi Bayer Corporation.

Khi monome gần như ưa nước được điều chế từ các triisoxyanat (cụ thể các isoxyanurat), các thể phân tán không có nước chứa các vi hạt cảm quang được điều chế từ đó có thể được điều chế thành các lớp phủ chứa nhựa aminoplast, mà kết quả là cho thấy độ bám dính được cải thiện vào các lớp nền trong nước sôi khi được đo bằng sương mù, so với các lớp phủ tương tự được điều chế bằng các thể phân tán không có nước chứa các vi hạt cảm quang được điều chế từ các diisoxyanat. Các thuận lợi khác của các triisoxyanat bao gồm động học phai màu nhanh hơn của các vi hạt quang sắc được điều chế từ đó, so với các vi hạt quang sắc tương tự được điều chế từ các diisoxyanat. Ngoài ra, monome gần như ưa nước được điều chế từ triisoxyanat có xu hướng có tính ổn định lâu dài tốt hơn so với monome ưa nước tương tự được điều chế từ diisoxyanat.

Khi vật liệu uretan được tạo ra có mặt chất xúc tác, chất xúc tác có thể được chọn từ: các bazơ Lewis, các axit Lewis và các chất xúc tác gắn vào, như được mô tả trong Ullmann's Encyclopedia của Industrial Chemistry, 5th Edition, 1992, Volume A21, trang 673 đến 674, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các ví dụ không giới hạn về các polyol hữu cơ mà có thể được sử dụng theo sáng chế làm các thành phần tạo ra uretan có thể bao gồm (a) các polycarbonat polyol; (b) các polyol trọng lượng phân tử thấp, ví dụ, các polyol có trọng lượng phân tử trung bình khối nhỏ hơn 500, ví dụ, các diol béo, như C₂-C₁₀ các diol, triol, polyol béo và các polyol có trọng lượng phân tử thấp được alkoxylat hóa; (c) các polyeste polyol; (d) các polyete polyol; (e) các polyol chứa amit; (f) các polyacrylic polyol; (g) các epoxy polyol; (h) polyvinyl polyol; (i) các uretan polyol; hoặc (j) các hỗn hợp của chúng. Các polycarbonat polyol đã nói ở trên có thể được tạo ra bằng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, như được bộc lộ trong các patent Mỹ số 5.143.997 ở cột 3, dòng 43 đến cột 6, dòng 25, và 5.527.879 ở cột 2, dòng 10 đến cột 3, dòng 48. Ví dụ, polycarbonat thu được theo cách thông thường từ phản ứng của các rượu hoặc các phenol với phosgen hoặc từ quy trình chuyển hóa este của các rượu hoặc các phenol với dialkyl hoặc diaryl carbonat. Theo các khía cạnh cụ thể của sáng chế, các diol chức polycarbonat được sử dụng mà đã được điều chế bằng phản ứng của diol như 1,6-hexandiol, C₂ (etylen glycol) với các diol C₃₆ như neopentylglycol, butandiol, 1,10-

decandiol, butyletyl propandiol, 2-etyl-1,3-hexandiol, xyclohexandimetanol, 2,2,4-trimethylpentan-1,3-diol, Estediol 204, và/hoặc polytetrahydrofuran (M_n 250), với hoặc phosgen hoặc dimethylcarbonat. Các diol polycarbonat có $M_n < 2000$ là được ưu tiên và các diol polycarbonat có $M_n < 1000$ là được ưu tiên nhất. Việc sử dụng các diol chức polycarbonat là đặc biệt thích hợp khi các thể phân tán không có nước sẽ được sử dụng trong quy trình điều chế các chế phẩm phủ chứa dung môi mà chứa các dung môi không chứa hydroxyl; ví dụ, các este, các ete, các hydrocarbon thơm, và/hoặc các keton. Sự tương thích được cải thiện được cho thấy giữa các vi hạt và các dung môi, được chứng minh bởi sự tổ hợp hạt được làm giảm.

Các polyol khác có thể cũng được điều chế bằng các phương pháp được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, như được mô tả trong patent Mỹ số 6.187.444 ở cột 7, dòng 25 đến cột 12, dòng 15. Các mô tả này được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các polyol hữu cơ, ví dụ, các diol, triol, v.v., mà được sử dụng để điều chế vật liệu uretan của sáng chế, có thể được sử dụng để tạo ra các tiền polyme hoặc các sản phẩm cộng với các isoxyanat. Ngoài ra, các tiền polyme gần như ưa nước hoặc gần như kỵ nước có thể được điều chế bằng phản ứng của monome ưa nước, như axit dimethylol propionic, hoặc monome kỵ nước, như diol béo C_8 , với nhóm phản ứng isoxyanat của tiền polyme. Các tiền polyme này có thể là các tiền polyme uretan (met)acrylat gần như ưa nước hoặc gần như kỵ nước, ví dụ, các tiền polyme uretan acrylat, các tiền polyme uretan metacrylat hoặc hỗn hợp của chúng.

Các thể phân tán không có nước của sáng chế bao gồm lượng hữu hiệu của ít nhất một vật liệu cảm quang. Thuật ngữ “lượng hữu hiệu của vật liệu cảm quang” nghĩa là lượng vật liệu cảm quang trong thành phần polyme hóa được và vi hạt polyme cảm quang thu được mà, khi được chiếu xạ với chiều dài bước sóng thích hợp của bức xạ điện từ, tạo ra phản ứng có thể phát hiện bằng công cụ hoặc quan sát bằng mắt như sự thay đổi trong chiều dài bước sóng hoặc lượng bức xạ được phát xạ bởi vật liệu cảm quang, sự thay đổi trong chiều dài bước sóng của bức xạ đi qua vật liệu cảm quang hoặc sự thay đổi trong màu sắc quan sát được của vật liệu cảm quang. Thuật ngữ “các vật liệu cảm quang” bao gồm các vật liệu cảm quang hữu cơ, các vật liệu cảm quang vô cơ hoặc các hỗn hợp của chúng, nhưng không bao gồm các thuốc nhuộm màu như các chất tạo màu và thuốc nhuộm màu cố định và thuốc nhuộm lưỡng hướng sắc thông thường trừ khi đặc tính lưỡng hướng sắc được liên kết với vật liệu quang sắc như được

thảo luận sau đây mặc dù các thuốc nhuộm màu này có thể được bao gồm trong các thể phân tán không có nước và các chế phẩm tạo màng hóa rắn được của sáng chế. Vật liệu cảm quang có thể được chọn từ các thuốc nhuộm huỳnh quang, các thuốc nhuộm lân quang, các vật liệu quang học phi tuyến tính, các vật liệu quang sắc hoặc các hỗn hợp của chúng.

(Các) vật liệu cảm quang có thể còn bao gồm một hoặc nhiều nhóm polyme hóa được như được mô tả trước đây. Các phương pháp khác nhau để gắn các nhóm polyme hóa được vào các vật liệu cảm quang được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, xem patent Mỹ số 6.113.814 ở cột 8, dòng 42 đến cột 22, dòng 7, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Các phương pháp bổ sung mà có thể được sử dụng là các phương pháp được sử dụng để gắn các nhóm chức vào các vật liệu không cảm quang, như các phương pháp được mô tả trong patent Mỹ số 5.919.846 ở cột 2, dòng 35 đến cột 4, dòng 42. Vật liệu cảm quang có thể ít nhất một phần được gắn vào các vật liệu polyme dạng chuỗi của thành phần polyme hóa được.

Như được biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, các thuốc nhuộm huỳnh quang và lân quang phát xạ bức xạ nhìn thấy khi nguyên tử hoặc phân tử đi từ trạng thái điện tử cao hơn đến thấp hơn. Sự khác nhau giữa hai thuốc nhuộm là sự phát quang sau khi phơi sáng đến bức xạ từ thuốc nhuộm huỳnh quang xảy ra sớm hơn so với bức xạ từ thuốc nhuộm lân quang.

Các thuốc nhuộm huỳnh quang được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể được sử dụng làm các vật liệu cảm quang theo sáng chế. Xem Haugland, R.P.(1996) Molecular Probes Handbook for Florescent Probes và Research Chemicals, 6th edition. Các ví dụ về các thuốc nhuộm huỳnh quang bao gồm các antraxen, tetraxen, pentaxen, rodamin, benzophenon, cumarin, floresxein, perylen và các hỗn hợp của chúng.

Các thuốc nhuộm lân quang được biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể được sử dụng làm các vật liệu cảm quang theo sáng chế. Các ví dụ về các thuốc nhuộm lân quang thích hợp có thể bao gồm: các phức chất phối tử kim loại như tris(2-phenypyridin)iridi [Ir(ppy)₃]; 2,3,7,8,12,13,17,18-octaetyl-21H,23H-porphyrin platin (II) [PtOEP] và các thuốc nhuộm hữu cơ như eosin (2',4',5',7'-tetrabromofloresxein), 2,2'-bipyridin và erytrosin (2',4',5',7'-tetraiodofloresxein).

Các vật liệu quang học phi tuyến tính (NLO) có thể có cấu trúc tinh thể riêng biệt, mà tùy ý không đẳng trương đối với bức xạ điện từ, nhưng cũng có thể là vô định hình, ví dụ, gali arsenat, cũng như polyme kết hợp một loạt các nhóm mang màu như màu đỏ tán sắc 1 [2873-52-8] 4-(N-etyl-N-2-hydroxyetyl)amino-4'-nitroazobenzen. Như được sử dụng ở đây thuật ngữ “không đẳng trương” nghĩa là có ít nhất một đặc tính khác về trị số khi được đo theo ít nhất một hướng khác. Do đó, “các vật liệu tùy ý không đẳng trương” là các vật liệu mà có ít nhất một đặc tính tùy ý khác về trị số khi được đo theo ít nhất một hướng khác. Dựa trên bản chất không đẳng trương của các vật liệu NLO, trình tự hoặc liên kết của các vật liệu, như được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này, được sử dụng để tân dụng của trạng thái không tuyến tính của các vật liệu này. Một vài vật liệu NLO thay đổi ánh sáng đi qua chúng, phụ thuộc vào hướng, nhiệt độ, chiều dài bước sóng ánh sáng v.v. Ví dụ về đặc tính này của các vật liệu NLO là ở chỗ ánh sáng màu đỏ có chiều dài bước sóng thấp đi vào tinh thể của amoni dihydrogen phosphat mà giải phóng các photon của năng lượng tích lũy cao hơn và tồn tại dưới dạng ánh sáng màu xanh của chiều dài bước sóng cao hơn. Xem, D. Arivuoli "Fundamentals của nonlinear optical materials " PRAMANA-journal of physics Vol 57, Nos 5 &6 Nov. & Dec. 2001, trang 871-883, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các chất liệu NLO được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể được sử dụng làm các vật liệu cảm quang theo sáng chế. Xem Nalwa, H.S. và Miyata, S, Editors, Nonlinear Optics of Organic Molecules and Polymers bởi CRC, 1997 . Các ví dụ về các chất liệu NLO ngoài các chất liệu đã nói ở trên bao gồm: 4-dimetylamin-4-nitrostilben; 4-[4-(phenylazo)-1-naphtylazo]phenol; N-etyl-N-(2-hydroxyetyl)-4-(4-nitrophenylazo)anilin; và các(-)-1-(4-nitrophenyl)-2-pyrolidinmetanol.

Các vật liệu quang sắc có ít nhất hai các trạng thái, trạng thái thứ nhất có phổ hấp thụ thứ nhất và trạng thái thứ hai có phổ hấp thụ thứ hai khác với phổ hấp thụ thứ nhất, và có khả năng chuyển đổi giữa hai trạng thái phản ứng lại ít nhất bức xạ quang hóa của ít nhất hai chiều dài bước sóng khác nhau. Ví dụ, isome A của vật liệu quang sắc ở phổ hấp thụ thứ nhất, ví dụ, trạng thái “trong suốt”, được phơi ra ánh sáng của chiều dài bước sóng thứ nhất và đồng phân hóa thành isome B ở phổ hấp thụ thứ hai, ví dụ, trạng thái “được nhuộm màu”, mà khi được phơi ra ánh sáng của chiều dài bước

sóng thứ hai và khác nhau hoặc khi sự phơi ra ánh sáng của chiều dài bước sóng thứ nhất bị gián đoạn, đồng phân hóa lại thành isome A. Thông thường, các vật liệu quang sắc ở trạng thái trong suốt được xem là "không hoạt hóa" và ở trạng thái được nhuộm màu, là "hoạt hóa." Trong lớp các vật liệu quang sắc, có các vật liệu quang sắc đảo nhiệt và không đảo nhiệt. Các vật liệu quang sắc đảo nhiệt có khả năng chuyển đổi giữa trạng thái thứ nhất và thứ hai phản ứng với ít nhất bức xạ quang hóa và chuyển hóa trở lại thành trạng thái thứ nhất phản ứng với năng lượng nhiệt, ví dụ, sự tạo ra nhiệt bất kỳ, hoặc sự loại bỏ bức xạ hoạt hóa. Các vật liệu quang sắc không đảo nhiệt (hoặc đảo ảnh) được làm thích ứng để chuyển đổi các trạng thái phản ứng với bức xạ quang hóa, nhưng không với năng lượng nhiệt. Như được sử dụng ở đây "bức xạ quang hóa" nghĩa là bức xạ điện từ, như bức xạ cực tím và thấy được mà có khả năng gây ra phản ứng trong các vật liệu quang sắc.

Cải hai vật liệu quang sắc đảo nhiệt và không đảo nhiệt có thể được làm thích ứng để hiển thị cả quang sắc và lưỡng hướng sắc, ví dụ, ít nhất một phần phân cực tuyến tính, các đặc tính dưới các điều kiện thích hợp và được gọi là các vật liệu quang sắc-lưỡng hướng sắc. Như được sử dụng ở đây, "ít nhất một phần phân cực tuyến tính" nghĩa là giữ lại từ một số đến tất cả dao động của vectơ trường điện từ của sóng ánh sáng đến một hướng hoặc mặt phẳng. Như được thảo luận chi tiết hơn dưới đây, các vật dụng cảm quang bao gồm tùy ý các vật liệu không đẳng trương như các vật liệu quang học phi tuyến tính và/hoặc các vật liệu quang sắc-lưỡng hướng sắc có thể ít nhất một phần được chỉnh thẳng.

Các ví dụ không giới hạn về các vật liệu quang sắc có thể bao gồm một loạt các vật liệu quang sắc mà có thể được sử dụng làm các vật liệu cảm quang theo sáng chế. Vật liệu quang sắc thường được chọn từ vật liệu quang sắc vô cơ, vật liệu quang sắc hữu cơ hoặc hỗn hợp của chúng.

Ví dụ, vật liệu quang sắc vô cơ có thể bao gồm các mầm tinh thể của bạc halogenua, cadimi halogenua và/hoặc đồng halogenua. Các vật liệu quang sắc vô cơ khác có thể được điều chế bằng cách bổ sung europi (II) và/hoặc xeri (III) vào thủy tinh khoáng như thủy tinh soda-silic oxit. Theo một ví dụ, các vật liệu quang sắc vô cơ được bổ sung vào thủy tinh nóng chảy và được tạo thành các hạt mà được kết hợp vào chế phẩm nước của sáng chế để tạo ra các vi hạt bao gồm các hạt này. Các hạt thủy tinh có thể được tạo ra bằng bất kỳ trong một số các phương pháp khác nhau được biết

trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các vật liệu quang sắc vô cơ còn được mô tả trong Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 4th Edition, Volume 6, trang 322-325.

Như một khả năng khác, vật liệu quang sắc có thể là ít nhất một vật liệu quang sắc hữu cơ bao gồm ít nhất một trị số cực đại thẩm hút hoạt hóa nằm trong khoảng từ 300 đến 1000 nanomet, như được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Trong một ví dụ khác, vật liệu quang sắc hữu cơ bao gồm hỗn hợp chứa (a) ít nhất một vật liệu quang sắc hữu cơ có trị số cực đại λ thấy được nằm trong khoảng từ 400 đến nhỏ hơn 550 nanomet, và (b) ít nhất một vật liệu quang sắc hữu cơ có trị số cực đại λ thấy được nằm trong khoảng từ 550 đến 700 nanomet.

Vật liệu quang sắc có thể bao gồm các loại vật liệu sau: pyran, oxazin, fulgit, fulgimit, diaryleten hoặc các hỗn hợp của chúng. (Các) vật liệu quang sắc có thể là vật liệu quang sắc đảo nhiệt và/hoặc vật liệu quang sắc không đảo nhiệt. Ví dụ, (các) vật liệu quang sắc có thể được chọn từ pyran đảo nhiệt, oxazin đảo nhiệt, fulgit đảo nhiệt, fulgimit đảo nhiệt hoặc các hỗn hợp của chúng. Theo một ví dụ khác, (các) vật liệu vật liệu quang sắc là fulgit không đảo nhiệt, fulgimit không đảo nhiệt, diaryleten không đảo nhiệt hoặc hỗn hợp của chúng. Vật liệu vật liệu quang sắc cũng có thể là vật liệu vật liệu quang sắc-lưỡng hướng sắc.

Các ví dụ về pyran quang sắc mà có thể được sử dụng ở đây bao gồm benzopyran, và naphtopyran, ví dụ, naphto[1,2-b]pyran, naphto[2,1-b]pyran, và naphtopyran được ngưng tụ bằng indeno, như các pyran được bộc lộ trong patent Mỹ số 5.645.767 ở cột 2, dòng 16 đến cột 12, dòng 57, và naphtopyran được ngưng tụ bằng dị vòng, như các chất được bộc lộ trong patent Mỹ số 5.723.072 ở cột 2, dòng 27 đến cột 15, dòng 55, 5.698.141 ở cột 2, dòng 11 đến cột 19, dòng 45, 6.153.126 ở cột 2, dòng 26 đến cột 8, dòng 60, và 6.022.497 ở cột 2, dòng 21 đến cột 11, dòng 46, mô tả của chúng được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn, và spiro-9-floreno[1,2-b]pyran, phenantropyran, quinolinopyran; floansau đóopyran và spiropyran, ví dụ, spiro(benzindolin)naphtopyran, spiro(indolin)benzopyran, spiro(indolin)naphtopyran, spiro(indolin)quinolinopyran và spiro(indolin)pyran. Các ví dụ cụ thể hơn về naphtopyran và các chất hữu cơ quang sắc bổ sung được mô tả trong patent Mỹ số 5.658.501 ở cột 1, dòng 64 đến cột 13, dòng 17, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Spiro(indolin)pyran cũng được mô tả trong văn bản, Techniques in Chemistry, Volume III, "Photochromism", Chapter 3, Glenn H. Brown, Editor, John

Wiley và Sons, Inc., New York, 1971, mà cũng được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các ví dụ không giới hạn về oxazin quang sắc có thể được sử dụng bao gồm benzoxazin, naphtoxazin, và spiro-oxazin, ví dụ, spiro(indolin)naphtoxazin, spiro(indolin)pyridobenzoxazin, spiro(benzindolin)pyridobenzoxazin, spiro(benzindolin)naphtoxazin, spiro(indolin)benzoxazin, spiro(indolin)floransau dooxazin, và spiro(indolin)quinoxazin.

Các ví dụ không giới hạn về fulgit hoặc fulgimit quang sắc đảo nhiệt có thể được sử dụng bao gồm: fulgit và fulgimit, được bộc lộ trong patent Mỹ số 4.685.783 ở cột 1, dòng 57 đến cột 5, dòng 27, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn, và các hỗn hợp của các vật liệu vật liệu quang sắc/các hợp chất bất kỳ được nói trên đây.

Khi vật liệu vật liệu quang sắc bao gồm ít nhất hai hợp chất quang sắc, các hợp chất quang sắc có thể được liên kết với nhau thông qua các phân tử thể nhóm liên kết trên các hợp chất quang sắc riêng biệt. Ví dụ, các vật liệu vật liệu quang sắc có thể là các hợp chất quang sắc polyme hóa được hoặc các hợp chất quang sắc được làm thích ứng để tương thích với vật liệu chủ ("các vật liệu vật liệu quang sắc được làm tương thích"). Các ví dụ về các vật liệu vật liệu quang sắc polyme hóa được có thể được sử dụng ở đây được bộc lộ trong patent Mỹ số 6.113.814 ở cột 2, dòng 23 đến cột 23, dòng 29, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Các ví dụ về các vật liệu vật liệu quang sắc được làm tương thích có thể được sử dụng ở đây được bộc lộ trong patent Mỹ số 6.555.028 ở cột 2, dòng 40 đến cột 25, dòng 26, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Vật liệu vật liệu quang sắc polyme hóa được mà gần như ưa nước có thể được sử dụng làm monome gần như ưa nước trong thành phần polyme hóa được. Vật liệu vật liệu quang sắc polyme hóa được mà gần như kỵ nước có thể được sử dụng làm monome gần như kỵ nước trong thành phần polyme hóa được.

Các nhóm quang sắc thích hợp khác và các nhóm quang sắc bổ sung được mô tả trong các patent Mỹ số 6.080.338 ở cột 2, dòng 21 đến cột 14, dòng 43; 6.136.968 ở cột 2, dòng 43 đến cột 20, dòng 67; 6.296.785 ở cột 2, dòng 47 đến cột 31, dòng 5; 6.348.604 ở cột 3, dòng 26 đến cột 17, dòng 15; 6.353.102 ở cột 1, dòng 62 đến cột 11,

dòng 64; và 6.630.597 ở cột 2, dòng 16 đến cột 16, dòng 23. Các mô tả của các patent được nói ở trên được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các vật liệu vật liệu quang sắc thích hợp khác nữa bao gồm các vật liệu vật liệu quang sắc-luồng hướng sắc, như các vật liệu được bộc lộ trong Đơn xin cấp patent Mỹ có số công bố 20050004361, (hiện tại là patent Mỹ số 7.342.112) từ đoạn [0024] đến [00157], mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Vật liệu này có thể được sử dụng để tạo ra các đặc tính phân cực cho các vi hạt mà ít nhất một phần được chỉnh thẳng như được mô tả sau đây. Các ví dụ về này các hợp chất quang sắc-luồng hướng sắc bao gồm:

- (1) 3-phenyl-3-(4-(4-(3-piperidin-4-yl-propyl)piperidino)phenyl)-13,13-dimethyl-indeno[2',3':3,4]-naphtho[1,2-b]pyran;
- (2) 3-phenyl-3-(4-(4-(3-(1-(2-hydroxyethyl)piperidin-4-yl)propyl)piperidino)phenyl)-13,13-dimethyl-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran;
- (3) 3-phenyl-3-(4-(4-(4-butyl-phenylcarbamoyl)-piperidin-1-yl) phenyl)-13,13-dimethyl-6-methoxy-7-(4-phenyl-piperazin-1-yl)indeno[2',3':3,4] naphtho[1,2-b]pyran;
- (4) 3-phenyl-3-(4-([1,4']bipiperidiny-1'-yl)phenyl)-13,13-dimethyl-6-methoxy-7-([1,4']bipiperidiny-1'-yl)indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran;
- (5) 3-phenyl-3-(4-(4-phenyl-piperazin-1-yl)phenyl)-13,13-dimethyl-6-methoxy-7-(4-(4-hexylbenzoyloxy)-piperidin-1-yl)indeno[2',3':3,4] naphtho[1,2-b]pyran; hoặc
- (6) các hỗn hợp của các pyran này.

Ngoài các vật liệu vật liệu quang sắc đã nói trên đây, ví dụ về vật liệu vật liệu quang sắc diarylethen không đảo nhiệt được mô tả trong Đơn xin cấp patent Mỹ số 2003/0174560 từ đoạn [0025] đến [0086], và fulgit hoặc fulgimit không đảo nhiệt được mô tả trong patent Mỹ số 5,631,382 ở cột 2, dòng 35 đến cột 12, dòng 8, mô tả của chúng được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Theo các ví dụ nhất định của sáng chế, vật liệu vật liệu cảm quang bao gồm vật liệu vật liệu quang sắc bao gồm pyran được chọn từ:

- (a) 3,3-di(4-methoxyphenyl)-6,11,13-trimethyl-13-(2-(2-(2-hydroxyetoxy)etoxy)etoxy)-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran;
- (b) 3-(4-methoxyphenyl)-3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran;

(c) 3-(4-metoxyphephenyl)- 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-6,7-dimetoxy-11-triflometyl-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran;

(d) 3,3-di(4-metoxyphephenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran;

(e) 3-(4-metoxyphephenyl)- 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran; hoặc

(f) các hỗn hợp của các pyran này.

Các phương pháp tạo ra các vật liệu quang sắc có và không có ít nhất một nhóm polyme hóa được được biết đến rộng rãi bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, và không giới hạn, 3,3-di(4-metoxyphephenyl)-6,11,13-trimetyl-13-(2-(2-(2-hydroxyetoxy)etoxy)etoxy)-3H,13H-indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran (Vật liệu quang sắc A), có thể được điều chế theo quy trình ở Ví dụ 8 của patent Mỹ số 6.113.814, ví dụ này được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn, trừ việc ở Bước 7 của quy trình, trietylen glycol được sử dụng thay cho dietylen glycol.

Vật liệu quang sắc như (b) 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-3-(4-metoxyphephenyl)-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran (Vật liệu quang sắc B), có thể được điều chế bằng cách cho 7,7-dimetyl-5-hydroxy-7H-benzo[C]florephen phản ứng với 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-metoxyphephenyl)-2-propyn-1-ol bằng cách sử dụng các quy trình được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Vật liệu quang sắc như (c) 3-(4-metoxyphephenyl)- 3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-6,7-dimetoxy-11-triflometyl-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran (Vật liệu quang sắc C) có thể được điều chế theo quy trình ở Ví dụ 1 trong Đơn xin cấp patent Mỹ có số công bố 2008/0103301 trừ việc 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-metoxyphephenyl)-2-propyn-1-ol sẽ được sử dụng thay cho 1,1-bis(4-metoxyphephenyl)-2-propyn-1-ol ở Bước 6, ví dụ này được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Vật liệu quang sắc như (d) 3,3-di(4-metoxyphephenyl)- 6,11-dimetoxy-13-butyl-13-(2-hydroxyetoxy)-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran (Vật liệu quang sắc D), có thể được điều chế bằng cách sử dụng quy trình tương tự như được mô tả trên đây đối với Vật liệu quang sắc A, trừ việc 3,3-di(4-metoxyphephenyl)- 6,11-dimetoxy-13-butyl-13-hydroxy-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran và etylen glycol được cho phản ứng cùng nhau ở Bước 7 của Ví dụ 8 của patent Mỹ số 6.113.814.

Vật liệu quang sắc như (e) 3-(4-metoxyphenyl)-3-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-6,11-diflo-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran (Vật liệu quang sắc E), có thể được điều chế bằng quy trình ở Ví dụ 1 của patent Mỹ số 7.556.751 B2 trừ việc 1-(4-(2-hydroxyetoxy)phenyl)-1-(4-metoxyphenyl)-2-propyn-1-ol sẽ được sử dụng thay cho 1,1-bis(4-metoxyphenyl)-2-propyn-1-ol ở Bước 5, ví dụ này được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Vật liệu quang sắc như 3,3-di(4-metoxyphenyl)-6-metoxi-7-morpholino-13-etyl-13-(2-(2-hydroxyetoxy)etoxy)-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có thể được điều chế bằng cách cho 2-morpholino-3-metoxi-5,7-dihydroxy-7-etyl-7H-benzo[C]florene, mà có thể được điều chế theo Bước 2 ở Ví dụ 9 của patent Mỹ số 6,296,785 bằng cách sử dụng chất liệu khởi động được thể thích hợp (ví dụ này được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn) phản ứng với 1,1-bis(4-metoxyphenyl)-2-propyn-1-ol, mà có thể được điều chế theo phương pháp ở Bước 1 của Ví dụ 1 của patent Mỹ số 5.458.814 (ví dụ này được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn) bằng cách sử dụng các quy trình được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Tương tự, vật liệu quang sắc như 3-(4-flophenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,7-dimetoxi-13-etyl-13-(2-(2-hydroxyetoxy)etoxy)-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran, có thể được điều chế theo quy trình được sử dụng cho Vật liệu quang sắc A trừ việc sử dụng 3-(4-flophenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-6,7-dimetoxi-13-etyl-13-hydroxy-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran và dietylen glycol trong quy trình.

Vật liệu quang sắc như 3,3-di (4-metoxyphenyl)-6,11,13-trimetyl-13-hydroxy-3H,13H-indeno[2,1-f]naphto[1,2-b]pyran, có thể được điều chế theo phương pháp ở Ví dụ 5 của patent Mỹ số 5,645,767, ví dụ này được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các vật liệu vật liệu cảm quang được mô tả ở đây có thể được chọn từ một loạt các vật liệu. Các ví dụ bao gồm: hợp chất cảm quang đơn; hỗn hợp của các hợp chất cảm quang; vật liệu bao gồm ít nhất một hợp chất cảm quang, như nhựa polyme hoặc dung dịch monome hữu cơ; vật liệu như monome hoặc polyme mà ít nhất một hợp chất cảm quang được liên kết hóa học vào đó; polyme cảm quang, ví dụ, polyme quang sắc bao gồm các hợp chất quang sắc được liên kết cùng nhau; hoặc các hỗn hợp của chúng.

Theo một trường hợp, khi vật liệu vật liệu cảm quang là vật liệu vật liệu quang sắc hữu cơ bao gồm ít nhất một nhóm polyme hóa được và vật liệu copolyme hóa được có mặt, thành phần polyme hóa được bao gồm từ 2 đến 25 phần trăm trọng lượng của tiền polyme gần như ưa nước, từ 2 đến 25 phần trăm trọng lượng của tiền polyme gần như kỵ nước, từ 1 đến 45 phần trăm trọng lượng của vật liệu vật liệu quang sắc và từ 5 đến 95 phần trăm trọng lượng của một hoặc nhiều monome copolyme hóa được, dựa trên tổng trọng lượng các chất rắn của thành phần polyme hóa được là 100 phần trăm. Theo ví dụ khác của sáng chế, thành phần polyme hóa được bao gồm từ 10 đến 25 phần trăm trọng lượng của tiền polyme gần như ưa nước, từ 10 đến 25 phần trăm trọng lượng của tiền polyme gần như kỵ nước, từ 5 đến 15 phần trăm trọng lượng của vật liệu vật liệu quang sắc và từ 35 đến 75 phần trăm trọng lượng của một hoặc nhiều monome copolyme hóa được. Mỗi thành phần riêng lẻ của thành phần polyme hóa được có thể nằm trong khoảng tất cả các lượng bằng số giữa kết hợp các khoảng tương ứng bất kỳ của chúng bao gồm các khoảng đã nói ở trên. Thông thường, quang sắc hữu cơ có mặt ở lượng lên đến 50 phần trăm trọng lượng tổng trọng lượng của các chất rắn của thành phần polyme hóa được.

Thông thường, các thể phân tán không có nước được điều chế bằng các phương pháp của sáng chế chứa ít nhất một phần các vi hạt polyme cảm quang được liên kết ngang bao gồm ít nhất một phần thành phần được polyme hóa bao gồm bề mặt tổng hợp và các miền bên trong trong đó miền bề mặt này bao gồm ít nhất một vùng gần như ưa nước, miền bên trong này bao gồm ít nhất một vùng gần như kỵ nước, và ít nhất một trong số bề mặt và/hoặc các miền bên trong này là cảm quang. Theo các ví dụ nhất định, bề mặt và/hoặc miền bên trong mà cảm quang bao gồm lượng hữu hiệu của ít nhất một vật liệu vật liệu cảm quang được chọn từ các vật liệu huỳnh quang, các vật liệu lân quang, các vật liệu vật liệu quang học phi tuyến tính, các vật liệu vật liệu quang sắc hoặc các hỗn hợp của chúng. Theo một ví dụ khác, miền bên trong được làm thích ứng để là cảm quang. Thông thường, vật liệu vật liệu cảm quang gần như không thể chiết được và thông thường hơn, vật liệu vật liệu cảm quang là vật liệu vật liệu quang sắc.

Các vi hạt polyme ít nhất một phần được liên kết ngang được tạo ra bằng quy trình tự ghép và polyme hóa một phần của thành phần polyme hóa được trong môi trường nước. Trong suốt quy trình tự ghép của các vi hạt, các vùng gần như ưa nước

hướng ra bên ngoài và tạo ra miền bề mặt và các vùng gần như kỵ nước hướng vào bên trong và tạo ra miền bên trong. Như được sử dụng ở đây các thuật ngữ “miền bề mặt” nghĩa là vùng liền kề với phía ngoài của các vi hạt (vỏ) và “miền bên trong” bao gồm vùng liền kề với phía trong của các vi hạt (lõi), tất cả các miền này là hợp nhất.

Ít nhất một vật liệu vật liệu cảm quang có thể được làm thích ứng để gần như không thể chiết được. Vật liệu vật liệu cảm quang không thể chiết được thường là vật liệu vật liệu quang sắc, thường là vật liệu vật liệu quang sắc hữu cơ, mà có thể được thể bằng ít nhất một nhóm polyme hóa được. Gần như không thể chiết được nghĩa là vi hạt của vật liệu vật liệu cảm quang gần như không thể chiết được sẽ giải phóng ít vật liệu vật liệu cảm quang hơn so với vi hạt của vật liệu vật liệu cảm quang đồng nhất mà gần như có thể chiết được do các biện pháp để ngăn ngừa quy trình chiết không được thực hiện, ví dụ, tạo ra vật liệu vật liệu cảm quang với ít nhất một nhóm polyme hóa được có khả năng phản ứng với thành phần polyme hóa được như được mô tả sau đây.

Khả năng có thể chiết được tương đối của các vật liệu vật liệu cảm quang từ các vi hạt polyme cảm quang (bằng cách sử dụng các vật liệu vật liệu quang sắc hữu cơ làm ví dụ) có thể được thử nghiệm bằng cách bao gồm lượng hữu hiệu của các vi hạt polyme quang sắc của vật liệu vật liệu quang sắc gần như không thể chiết được, như Quang sắc A được mô tả ở đây trước đó, mà có ít nhất một nhóm polyme hóa được có khả năng phản ứng với thành phần polyme hóa được, trong một phần của chế phẩm phủ của loại tạo ra màng được sử dụng trong các ví dụ và bao gồm lượng hữu hiệu của các vi hạt polyme quang sắc của vật liệu vật liệu quang sắc gần như có thể chiết được, như Quang sắc F được mô tả ở đây trước đó, mà không có nhóm polyme hóa được có khả năng phản ứng với thành phần polyme hóa được, trong một phần chế phẩm phủ khác. Thuật ngữ “lượng hữu hiệu” trong minh họa này nghĩa là lượng đủ của các vi hạt polyme quang sắc được sử dụng để tạo ra hiệu ứng quang sắc có thể thấy rõ với mắt trần khi hoạt hóa. Các chế phẩm phủ chứa mỗi loại các vi hạt polyme quang sắc được sử dụng làm ít nhất một phần các lớp phủ cho thấu kính và ít nhất một phần được hóa rắn như được mô tả trong các ví dụ ở đây. Các thấu kính được phủ ít nhất một phần được hóa rắn cũng như thấu kính không được phủ của vật liệu tương tự mỗi cái được đo về độ thu bức xạ của chúng ở chiều dài bước sóng thích hợp, ví dụ, 390 nanomet (nm), để đo các lượng ban đầu của các vật liệu vật liệu quang sắc cũng như độ thu bức xạ của vật liệu thấu kính. Độ thu bức xạ của thấu kính không được phủ được trừ từ độ

thu bức xạ của mỗi thấu kính được phủ cho các chất làm ổn định cực tím thường có mặt trong này vật liệu thấu kính. Các thấu kính được phủ cũng như thấu kính không được phủ được nhúng vào các bình chứa riêng biệt chứa các lượng tương đương của a dung môi trong đó vật liệu vật liệu cảm quang ít nhất một phần hòa tan được, như tetrahydrofuran (THF) là dung môi được duy trì ở nhiệt độ 23°C, ví dụ, nhiệt độ trong phòng. Ở các khoảng 30 phút, mỗi các thấu kính được bỏ ra, được sấy khô và được thử nghiệm về độ thu bức xạ ở 390nm và độ thu bức xạ của thấu kính không được phủ được trừ từ mỗi thấu kính được phủ ít nhất một phần. Quy trình này được tiếp tục cho đến khi các số đo độ thu bức xạ đối với các thấu kính được phủ không thay đổi đáng kể chỉ ra rằng lượng vật liệu vật liệu cảm quang có thể chiết được đã được chiết.

Đối với các vi hạt polyme cảm quang của sáng chế, lượng vật liệu vật liệu cảm quang gần như không thể chiết được được giải phóng từ các vi hạt polyme cảm quang so với lượng vật liệu vật liệu cảm quang có thể chiết được được giải phóng bằng các vi hạt polyme cảm quang có thể khác từ ít hơn rất ít cho đến ít hơn đáng kể. Nói cách khác, các vi hạt chứa các vật liệu vật liệu cảm quang gần như không thể chiết được có thể giải phóng từ ít hơn 10% đến ít hơn 100% vật liệu vật liệu cảm quang so với các vi hạt chứa các vật liệu vật liệu cảm quang có thể chiết được.

Vật liệu Vật liệu cảm quang có thể được làm cho gần như không thể chiết được bằng cách giữ lại nhờ nó được giữ trong mạng lưới polyme thu được của vi hạt polyme (thường là vi hạt polyme ít nhất một phần được liên kết ngang) do kích cỡ của vật liệu vật liệu cảm quang; ví dụ, vật liệu vật liệu cảm quang dạng hạt, ví dụ, hạt thủy tinh bao gồm các vật liệu vật liệu cảm quang vô cơ, hoặc oligome cảm quang hoặc polyme cảm quang có trọng lượng trung bình số và/hoặc cấu hình được mong muốn là sẽ bị giữ lại bởi kích cỡ. Ngoài ra, vật liệu vật liệu cảm quang ít nhất một phần được gắn vào mạng lưới polyme bằng các liên kết cộng hóa trị, ví dụ, bằng ít nhất một nhóm chức phản ứng với bề mặt và/hoặc các miền bên trong. Thông thường, vật liệu vật liệu cảm quang được giữ bởi tổ hợp các nhân tố bao gồm kích cỡ vật lý, liên kết hydro và liên kết cộng hóa trị.

Được quan sát thấy là các vật liệu vật liệu cảm quang hữu cơ gần như không thể chiết được, ví dụ, các vật liệu vật liệu cảm quang hữu cơ, vẫn ở trong pha vật lý trong đó chúng được bổ sung vào. Ví dụ, các vật liệu vật liệu cảm quang hữu cơ gần như không

thể chiết được được liên kết với vùng gần như kỵ nước của miền bên trong không có xu hướng di chuyển vào vùng gần như ưa nước của miền bề mặt và kết tinh.

Kích cỡ của các vi hạt polyme cảm quang của sáng chế có thể thay đổi trong khoảng rộng. Ví dụ, kích cỡ của các vi hạt của sáng chế có thể nằm trong khoảng từ cỡ hạt bình quân, ví dụ, cỡ hạt bình quân khối như được xác định bởi dụng cụ cỡ hạt nhiễu xạ laze mà đo kích cỡ của các hạt giả định rằng mỗi hạt có hình cầu, tạo ra "cỡ hạt" nghĩa là đường kính của hình cầu nhỏ nhất mà hoàn toàn bọc kín hạt, nằm trong khoảng từ 10 đến 10.000 nanomet (nm) hoặc nằm trong khoảng từ 20 đến 5000nm hoặc nằm trong khoảng từ 30 đến 1500nm hoặc nằm trong khoảng từ 40 đến 1000nm hoặc nằm trong khoảng từ 50 đến 500nm hoặc nằm trong khoảng từ 60 đến 200nm. Cỡ hạt bình quân của các vi hạt polyme cảm quang có phạm vi thay đổi giữa các trị số bất kỳ đã nói trên đây, bao gồm các trị số được trích dẫn, ví dụ, từ 40 đến 120nm.

Khi cỡ hạt bình quân của các vi hạt polyme cảm quang là nhỏ hơn 50nm, kích cỡ có thể được xác định bằng các phương pháp tán xạ laze tia X hoặc cực tím, soi kính hiển vi nguyên tử, tán xạ neutron hoặc các phương pháp khác được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Khi cỡ hạt bình quân là lớn hơn 50 nanomet và lên đến 1000nm, cỡ hạt bình quân có thể được đo theo các kỹ thuật tán xạ laze thấy được đã biết hoặc nó có thể được xác định bằng cách kiểm tra bằng mắt vi ảnh điện tử của ảnh soi kính hiển vi điện tử truyền qua (transmission electron microscopy: TEM), đo đường kính của các hạt trong ảnh, và tính toán cỡ hạt bình quân dựa trên độ phóng đại của ảnh TEM. Khi cỡ hạt bình quân là lớn hơn 1000nm, kích cỡ có thể được đo bằng cách sử dụng các phương pháp kính hiển vi ánh sáng được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Các vi hạt polyme cảm quang đã nói trên đây có thể bao gồm nhóm chức mà có thể phản ứng với các vật liệu liên kết ngang. Nhóm chức này cũng khiến cho các vi hạt polyme cảm quang phản ứng với các thành phần của các vật liệu chủ, ví dụ, các vật liệu polyme hữu cơ, để làm cho các vi hạt polyme cảm quang tương thích hơn với vật liệu chủ. Thuật ngữ "tương thích hơn" nghĩa là hỗn hợp các vi hạt polyme cảm quang và vật liệu chủ sẽ ít có khả năng hơn cho thấy sự mờ hoặc đục, thường là dấu hiệu điển hình của sự thiếu tương thích. Theo một ví dụ, ít nhất một phần của nhóm chức được làm thích ứng để phản ứng là ưa nước, ví dụ, nhóm chức hydroxyl được dẫn xuất từ phản ứng của các nhóm axit trên bề mặt của các vi hạt với nhóm chức epoxy trên vật

liệu nguyên liệu phản ứng được mô tả trên đây. Các ví dụ về các nhóm chức bao gồm: các nhóm hydroxyl, epoxy, carbamat, amino, mercapto, amit và/hoặc ure.

Đối với các chất liệu liên kết ngang, các chất liệu liên kết ngang có thể được chọn từ: các chất liệu bao gồm hai hoặc nhiều vị trí không bão hòa phản ứng; các chất liệu bao gồm hai hoặc nhiều nhóm chức đã nói trên đây; các chất liệu bao gồm một hoặc nhiều vị trí không bão hòa phản ứng và một hoặc nhiều nhóm chức đã nói trên đây; hoặc các hỗn hợp của các chất liệu liên kết ngang này. Các ví dụ về các chất liệu liên kết ngang cho các chất liệu chứa nhóm chức hydroxyl, carboxyl, amit, và carbamat bao gồm các nhựa aminoplast, các nhựa phenoplast hoặc các hỗn hợp của chúng. Các ví dụ về các nhựa aminoplast được bán trên thị trường bởi CYTEC Industries, Inc., dưới nhãn hiệu CYMEL, ví dụ, CYMEL® 327, 328, 345, 350, 370 và 385 và từ Ineos dưới nhãn hiệu RESIMENE

Các polyisoxyanat và các polyisoxyanat và polyaziridin bị phong bế có thể được sử dụng làm các chất liệu liên kết ngang cho hydroxyl và các chất liệu chứa nhóm amino sơ cấp và/hoặc thứ cấp. Các ví dụ về các polyisoxyanat và các isoxyanat bị phong bế thích hợp để sử dụng làm các chất liên kết ngang cho các vi hạt cảm quang của sáng chế là các ví dụ được mô tả trong patent Mỹ số 4.546.045 ở cột 5, các dòng 16 đến 38; và trong patent Mỹ số 5.468.802 ở cột 3, các dòng 48 đến 60, mô tả của chúng được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các ví dụ về các vật liệu liên kết ngang cho hydroxyl và các nhóm amino sơ cấp và/hoặc thứ cấp bao gồm anhydrit được biết rộng rãi trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví dụ về anhydrit thích hợp để sử dụng làm các vật liệu liên kết ngang là các ví dụ được mô tả trong patent Mỹ số 4.798.746 ở cột 10, các dòng 16 to 50; và trong patent Mỹ số 4.732.790 ở cột 3, các dòng 41 đến 57, mô tả của chúng được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các ví dụ không giới hạn về các vật liệu liên kết ngang cho nhóm chức epoxy chứa các vật liệu là các polyaxit được biết đến rộng rãi trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví dụ không giới hạn về các polyaxit thích hợp để sử dụng làm các vật liệu liên kết ngang là các ví dụ được mô tả trong patent Mỹ số 4.681.811 ở cột 6, dòng 45 đến cột 9, dòng 54, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các ví dụ không giới hạn về các vật liệu liên kết ngang cho carbonat và các este tự do bao gồm các polyamin được biết đến rộng rãi trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví

dụ về các polyamin thích hợp để sử dụng làm các vật liệu liên kết ngang cho các vi hạt polyme cảm quang của sáng chế là các ví dụ được mô tả trong patent Mỹ số 4.046.729 ở cột 6, dòng 61 đến cột 7, dòng 26, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các ví dụ không giới hạn về các chất liệu liên kết ngang cho các chất liệu chứa nhóm chức hydroxyl bao gồm các siloxan, silan và/hoặc hydrolysate mỗi chất liệu là các thành phần điển hình của lớp phủ cứng tạo ra các dung dịch phủ như các dung dịch phủ Hi-Gard®, được bán bởi PPG Industries, Inc. Các ví dụ khác bao gồm các chất liệu được thể bằng silyl như tris[3(trimetoxysilyl)propyl]isocyanurat, được biết đến rộng rãi trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Khi được mong muốn và thích hợp, các hỗn hợp của các vật liệu liên kết ngang đã nói trên đây có thể được sử dụng.

Khả năng phản ứng với các vật liệu liên kết ngang và các đặc tính vật lý bổ sung, như các đặc tính được mô tả sau đây, có thể được liên kết với các vi hạt polyme cảm quang của sáng chế. Các vi hạt có thể được làm thích ứng để có các đặc tính này bằng cách kết hợp với các vật liệu có các đặc tính này trong suốt quy trình tạo ra thành phần polyme hóa được và/hoặc sau quy trình tạo ra các vi hạt polyme cảm quang ít nhất một phần được liên kết ngang.

Vi hạt polyme cảm quang có thể được làm cho có từ tính hoặc phản ứng từ bằng cách đưa vào các chất liệu từ và/hoặc oxit kim loại phản ứng từ trong suốt và/hoặc sau quy trình điều chế các vi hạt. Các ví dụ về các chất liệu này có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các oxit kim loại siêu thuận từ, các oxit kim loại thuận từ, các oxit kim loại sắt từ, ví dụ ferit, hoặc các hỗn hợp của chúng, như được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các hạt từ được bán trên thị trường bởi Dynal Biotech hoặc có thể được điều chế bằng cách sử dụng các phương pháp được công nhận trong lĩnh vực kỹ thuật này, như các phương pháp được bộc lộ trong, ví dụ, các patent Mỹ số 4.358.388 ở cột 1, dòng 42 đến cột 7, dòng 39, và 5.356.713 ở cột 1, dòng 47 đến cột 5, dòng 12, mô tả của chúng được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các vi hạt polyme cảm quang có thể dẫn điện bằng cách kết hợp các vật liệu dẫn điện vào các vi hạt polyme cảm quang. Các chất dẫn điện, như các chất dẫn cacbon, cacbon đen hoặc các sợi kim loại có thể được kết hợp trong và/hoặc sau quy

trình điều chế của các vi hạt. Lượng vật liệu dẫn điện được bổ sung có thể thay đổi trong khoảng rộng miễn là ngưỡng thấm, ví dụ, nồng độ chất độn mà tại đó các vi hạt sẽ dẫn dòng điện, được đáp ứng hoặc vượt mức. Các polyme dẫn điện có thể được kết hợp vào vi hạt bằng cách bao gồm các monome của các polyme này trong thành phần polyme hóa được. Các ví dụ về các polyme dẫn điện bao gồm: các polyme gốc polyanilin, các polyme gốc polypyrrol, các polyme gốc polythiophen, các polyme gốc polyetylenoxit hoặc các copolyme của chúng. Quy trình điều chế và việc sử dụng các vật liệu dẫn điện có thể được thực hiện bằng cách sử dụng các kỹ thuật được biết đến rộng rãi bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Xem Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Fourth Edition, Volume 9, "Electrically Conductive Polymers," trang 61-88, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Màu sắc có thể được kết hợp trong các vi hạt polyme cảm quang bằng cách đưa các thuốc nhuộm và/hoặc các chất tạo màu không cảm quang vào thành phần polyme hóa được và/hoặc các vi hạt để làm cho các vi hạt có màu. Các ví dụ về các thuốc nhuộm và các chất tạo màu không cảm quang bao gồm một loạt các vật liệu hữu cơ hoặc vô cơ được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví dụ về các thuốc nhuộm không cảm quang bao gồm các thuốc màu cố định như các thuốc màu hòa tan được và phân tán được. Các ví dụ về các chất tạo màu bao gồm các oxit kim loại hữu cơ, và các bột và các chất tạo màu hữu cơ như các chất tạo màu động vật, thực vật hoặc tổng hợp. Các thuốc nhuộm và các chất tạo màu hữu cơ không cảm quang đã nói trên đây có thể cũng có thể được polyme hóa như được thảo luận sau đây bằng cách sử dụng các vật liệu lưỡng hướng sắc làm ví dụ.

Các ví dụ về các chất tạo màu hữu cơ, có thể bao gồm quinacridon, phthaloxyanin, isoindolin, antraprimidin, antantron, flavantron, perinon, pyrantron, các dẫn xuất được thế của chúng, và các hỗn hợp của chúng. Các ví dụ về các chất tạo màu vô cơ bao gồm titan dioxit, iron oxit, crom oxit, chì cromat, cacbon đen hoặc các hỗn hợp của chúng.

Các vi hạt polyme cảm quang của sáng chế có thể được làm cho ít nhất một phần phân cực bằng cách kết hợp các vật liệu vật liệu quang sắc-lưỡng hướng sắc, như đã được mô tả trước đó, và/hoặc các vật liệu lưỡng hướng sắc thông thường và ít nhất một phần chính thẳng chúng. Các vật liệu lưỡng hướng sắc có khả năng hấp thụ một

trong hai thành phần được phân cực mặt phẳng trực giao của bức xạ được truyền mạnh hơn thành phần kia. Do đó, các vật liệu lưỡng hướng sắc có khả năng ít nhất một phần phân cực tuyến tính bức xạ được truyền. Tuy nhiên, mặc dù các vật liệu lưỡng hướng sắc có khả năng hấp thụ một cách ưu tiên một trong hai thành phần được phân cực mặt phẳng trực giao của bức xạ được truyền, nếu các phân tử của hợp chất lưỡng hướng sắc không được định vị hoặc sắp xếp một cách thích hợp, không có sự phân cực tuyến tính thuần nào của bức xạ được truyền sẽ thu được. Nghĩa là, do sự định vị ngẫu nhiên của các phân tử của vật liệu lưỡng hướng sắc, sự hấp thụ có lựa chọn của các phân tử riêng lẻ sẽ hủy lẫn nhau sao cho không có hiệu ứng phân cực tuyến tính thuần hoặc tổng thể nào đạt được. Do đó, thường cần thiết phải định vị hoặc sắp xếp một cách phù hợp, ví dụ, ít nhất một phần chỉnh thẳng, các phân tử của vật liệu lưỡng hướng sắc trong một vật liệu khác để tạo ra a nguyên tố phân cực tuyến tính thông thường. Ví dụ bằng cách kéo giãn tấm polyme để chỉnh thẳng vật liệu lưỡng hướng sắc để tạo ra bộ lọc phân cực tuyến tính hoặc thấu kính cho các kính râm, như được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Các ví dụ không giới hạn về các chất liệu lưỡng hướng sắc thông thường thích hợp có thể bao gồm azometin, indigoit, thioindigoit, meroxyanin, indan, các thuốc nhuộm quinophtalonic, perylen, phtaloperin, triphenodioxazin, indoloquinoxalin, imidazo-triazin, tetrazin, các thuốc nhuộm azo và (poly)azo, benzoquinon, naphthoquinon, antroquinon và (poly)antroquinon, antropyrimidinon, iodin và iodat. Chất liệu lưỡng hướng sắc có thể là chất liệu lưỡng hướng sắc polyme hóa được. Nghĩa là, chất liệu lưỡng hướng sắc có thể bao gồm ít nhất một nhóm polyme hóa được. Ví dụ, mặc dù không giới hạn ở đây, ít nhất một chất liệu lưỡng hướng sắc có thể có ít nhất một phân tử thế alkoxy, polyalkoxy, alkyl, hoặc polyalkyl được ngắt mạch bằng ít nhất một nhóm polyme hóa được.

Cụm từ "cho vật liệu chịu các điều kiện đủ để ít nhất một phần tạo ra các vi hạt", như được giới thiệu trong các phương pháp khác nhau để sản xuất thể phân tán không có nước của các vi hạt cảm quang, bao gồm cho vật liệu chịu các điều kiện ứng suất cắt cao để tạo hạt vật liệu vào các vi hạt. Ứng suất trượt cao có thể được thực hiện bằng các kỹ thuật ứng suất cắt cao bất kỳ được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "các điều kiện ứng suất cắt cao" nghĩa là bao gồm không chỉ các kỹ thuật ứng suất cắt cao, như các kỹ thuật va chạm chất lỏng-chất lỏng được thảo luận chi tiết dưới đây, mà còn kỹ thuật cắt tốc độ cao bằng biện pháp cơ khí. Cần hiểu rằng, nếu được mong muốn, bất kỳ phương thức áp ứng suất lên chế phẩm nước có thể được sử dụng miễn là ứng suất phù hợp được áp để thu được quy trình tạo hạt của chế phẩm nước để tạo ra các vi hạt.

Chế phẩm nước có thể được cho chịu các điều kiện ứng suất cắt thích hợp bằng việc sử dụng chất nhũ hóa MICROFLUIDIZER® được bán trên thị trường bởi Microfluidics Corporation ở Newton, Massachusetts. Chất nhũ hóa va chạm áp suất cao MICROFLUIDIZER® được mô tả chi tiết trong patent Mỹ số 4.533.254, được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Thiết bị bao gồm bơm áp suất cao (lên đến khoảng $1,4 \times 10^5$ kPa (20.000 psi)) và buồng tương tác trong đó quy trình nhũ hóa diễn ra. Theo một ví dụ, chất tiền nhũ tương của hỗn hợp được điều chế trước khi cho chịu ứng suất cắt cao. Bơm đẩy hỗn hợp vào buồng tại đó nó được tách thành ít nhất hai dòng mà đi ở tốc độ rất cao qua ít nhất hai khe hở và va chạm, dẫn đến sự tạo ra các hạt nhỏ, ví dụ, hỗn hợp "được tạo hạt".

Mỗi chế phẩm nước có thể được cho đi qua chất nhũ hóa ở áp suất giữa khoảng $3,5 \times 10^4$ và khoảng 1×10^5 kPa (5000 và 15000 psi) nhiều lần hoặc cho đến khi các vi hạt ít nhất một phần được tạo ra được tạo ra. Nhiều lần đi qua của mỗi chế phẩm nước trong chất nhũ hóa có thể dẫn đến các vi hạt có cỡ hạt bình quân nhỏ hơn và khoảng phân bố cỡ hạt hẹp hơn. Khi sử dụng chất nhũ hóa MICROFLUIDIZER® đã nói ở trên, ứng suất được áp bằng va chạm chất lỏng-chất lỏng. Như đã nói trên đây, các phương thức khác để áp ứng suất lên hỗn hợp tiền nhũ hóa có thể được sử dụng miễn là ứng suất thích hợp được áp để thu được các vi hạt ít nhất một phần được tạo ra mà có thể giảm thêm về kích cỡ bằng nhiều lần đi qua. Ví dụ, các phương pháp thay thế để áp các điều kiện ứng suất cắt cao sẽ là việc sử dụng năng lượng siêu âm, các máy trộn đều, các máy trộn roto/stator và/hoặc các bộ phân tán vòi phun.

Quy trình polyme hóa của các thành phần polyme hóa được của các vi hạt polyme cảm quang ít nhất một phần được tạo ra có thể được thực hiện bằng cách chiếu xạ chế phẩm với lượng bức xạ khởi đầu và/hoặc bổ sung vào chế phẩm lượng vật liệu khởi đầu ví dụ, chất khơi mào, có khả năng làm cho quy trình polyme hóa xảy ra bằng các phương pháp như polyme hóa gốc tự do, polyme hóa nhiệt, quang polyme hóa

hoặc kết hợp các phương pháp. Các phương pháp polyme hóa các vật liệu được sử dụng để điều chế các vi hạt polyme cảm quang của sáng chế được biết đến rộng rãi bởi các chuyên gia trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này và bất kỳ trong số các kỹ thuật được biết đến rộng rãi này có thể được sử dụng.

Ví dụ, thành phần polyme hóa được có thể ít nhất một phần được polyme hóa bằng quy trình polyme hóa nhiệt, ví dụ ở các nhiệt độ nằm trong khoảng từ 22°C đến 150°C, bằng quy trình quang polyme hóa hoặc bằng cách kết hợp hai phương pháp. Trong khi khoảng nhiệt độ đã được mô tả cho quy trình polyme hóa nhiệt của thành phần polyme hóa được trong các vi hạt ít nhất một phần được tạo ra, được nhận ra bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này rằng các nhiệt độ ngoài các nhiệt độ được bộc lộ ở đây có thể được sử dụng.

Các phương pháp để khởi động quy trình polyme hóa bằng chiếu xạ bao gồm việc sử dụng bức xạ tia cực tím, nhìn thấy, hồng ngoại, vi sóng, gama hoặc điện tử để khởi động phản ứng polyme hóa của các thành phần polyme hóa được. Điều này có thể được theo sau bằng bước nhiệt để hóa rắn các vật liệu polyme hóa được không phản ứng bất kỳ.

Quy trình polyme hóa của thành phần polyme hóa được có thể được thực hiện bằng cách bao gồm trong chế phẩm nước lượng chất liệu khởi động có khả năng sản sinh các gốc tự do, như các hợp chất peroxy hữu cơ hoặc các hợp chất azobis(organonitril), ví dụ, chất khơi mào. Các ví dụ về các hợp chất hữu cơ peroxy thích hợp, mà có thể được sử dụng làm các chất khơi mào quy trình polyme hóa nhiệt bao gồm: t-butyl hydroperoxit, các este peroxy monocarbonat, như hóa trị babutylperoxy isopropyl carbonat; các este peroxydicarbonat, như di(2-etylhexyl) peroxydicarbonat, di(butyl thứ cấp) peroxydicarbonat và diisopropylperoxydicarbonat; diaxylperoxit, như 2,4-diclobenzoyl peroxit, isobutyryl peroxit, decanoyl peroxit, lauroyl peroxit, propionyl peroxit, axetyl peroxit, benzoyl peroxit, p-clobenzoyl peroxit; peroxyeste như t-butylperoxy pivalat, t-butylperoxy octylat, và t-butylperoxyisobutytrat; metyletylketon peroxit, và axetylxcyclohexan sulfonyl peroxit. Các chất khơi mào nhiệt là các chất mà không đổi màu vi hạt polyme thu được và có thể tham gia vào hệ thống chất khơi mào oxy hóa khử mà không cần bổ sung nhiệt, như được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Xem, ví dụ, " Redox

Polymerization " bởi G.S. Misra, Prog. Polym. Sci. Vol 8, trang 61-131, 1982, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các ví dụ về các hợp chất azobis(organonitril) thích hợp, mà có thể được sử dụng làm các chất khơi mào quy trình polyme hóa nhiệt bao gồm: 2,2'-azobis(2,4-dimethylpentannitril, 1,1'-azobisxyclohexancarbonitril, azobisisobutyronitril hoặc các hỗn hợp của chúng.

Lượng chất khơi mào quy trình polyme hóa nhiệt được sử dụng để khởi động và polyme hóa các thành phần polyme hóa được có thể khác nhau và sẽ phụ thuộc vào chất khơi mào cụ thể được sử dụng. Chỉ lượng mà cần thiết để khởi động và duy trì quy trình polyme hóa phản ứng là cần thiết. Đối với các hợp chất azobis(organonitril), giữa 0,01 và 5,0 phần chất khơi mào trên 100 phần của thành phần polyme hóa được (phm) có thể được sử dụng. Thông thường, chu kỳ hóa rắn bằng nhiệt cần phải gia nhiệt các thành phần polyme hóa được có mặt chất khơi mào đến các nhiệt độ nằm trong khoảng từ nhiệt độ trong phòng lên đến 125°C trong khoảng thời gian từ 20 phút đến 2 giờ. Trong khi khoảng thời gian đã được mô tả cho quy trình polyme hóa nhiệt của các thành phần polyme hóa được trong các vi hạt ít nhất một phần ở được tạo ra, ở được nhận ra bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này rằng các khoảng thời gian ngoài các khoảng thời gian ở được bộc lộ ở đây có thể ở được sử dụng.

Quy trình quang polyme hóa của các thành phần polyme hóa được có thể được thực hiện có mặt chất khơi mào quang bằng cách sử dụng ánh sáng cực tím và/hoặc ánh sáng nhìn thấy. Các ví dụ về các chất khơi mào quang có thể được sử dụng bao gồm các chất khơi mào quang dạng chia tách và các chất khơi mào quang dạng chiết.

Các ví dụ không giới hạn về các chất khơi mào quang dạng chia tách bao gồm các axetophenon, α -aminoalkylphenon, các ete benzoin, benzoyl oxim, các axylphosphin oxit và bisaxylphosphin oxit hoặc các hỗn hợp của các chất khơi mào này. Ví dụ thương mại về chất khơi mào quang này là DAROCURE® 4265, được bán trên thị trường bởi Ciba Chemicals, Inc. Các ví dụ về các chất khơi mào quang dạng chiết bao gồm benzophenon, keton của Michler, thioxanton, antraquinon, camphorquinon, floron, ketocumarin hoặc các hỗn hợp của các chất khơi mào này.

Các chất khơi mào quang dạng chiết thường hoạt động tốt hơn khi có mặt các vật liệu như các amin và khác các vật liệu cho nguyên tử hydro được bổ sung để tạo ra các nguyên tử hydro không bền để chiết. Các chất cho hydro điển hình có hydro hoạt

tính được định vị alpha đến oxy hoặc nitơ, ví dụ, các rượu, các ete và các amin hóa trị ba, hoặc nguyên tử hydro hoạt tính được gắn trực tiếp vào lưu huỳnh, ví dụ, các thiol. Khi vắng mặt các vật liệu được bổ sung này, quy trình khơi mào quang có thể vẫn xảy ra thông qua quy trình chiết hydro từ các monome, oligome hoặc khác các thành phần của hệ thống.

Các chất khơi mào quang cation cũng có thể được sử dụng cùng với các chất khơi mào quang đã nói trên đây. Các ví dụ về các chất khơi mào cation được sử dụng với các chất khơi mào quang dạng chiết là các vật liệu cho hydro như butyryl cholin triphenylbutyl borat, hoặc các hỗn hợp của các vật liệu này. Các ví dụ khác về các chất khơi mào quang cation là các muối oni được mô tả trong patent Mỹ số 5.639.802, cột 8, dòng 59 đến cột 10, dòng 46, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Lượng chất khơi mào quy trình quang polyme hóa được sử dụng để khởi động và polyme hóa các thành phần polyme hóa được của các vi hạt ít nhất một phần được tạo ra có thể khác nhau và sẽ phụ thuộc vào chất khơi mào cụ thể được sử dụng. Chỉ lượng được yêu cầu để khởi động và duy trì phản ứng polyme hóa là cần thiết. Chất khơi mào quy trình quang polyme hóa có thể được sử dụng ở các lượng nằm trong khoảng từ 0,01% đến 5% theo trọng lượng, dựa trên trọng lượng của các thành phần polyme hóa được.

Nguồn sáng được sử dụng cho quy trình quang polyme hóa được chọn từ từ nguồn sáng phát ra ánh sáng cực tím và/hoặc ánh sáng nhìn thấy. Nguồn sáng có thể là đèn thủy ngân, đèn thủy ngân được pha tạp với FeI₃ và/hoặc GaI₃, đèn diệt khuẩn, đèn xenon, đèn vonfram, đèn halogenua kim loại hoặc kết hợp các đèn này. Thông thường, phổ thu bức xạ của chất khơi mào quang hoặc hỗn hợp chất khơi mào quang được làm cho phù hợp với công suất phổ của bóng đèn, ví dụ, bóng đèn H, bóng đèn D, bóng đèn Q và/hoặc bóng đèn V cho hiệu suất hóa rắn cao nhất. Thời gian phơi sáng có thể khác nhau phụ thuộc vào chiều dài bước sóng và cường độ nguồn sáng, chất khơi mào quang, và thành phần polyme hóa được. Các vi hạt ít nhất một phần được tạo ra cũng có thể ít nhất một phần được polyme hóa bằng cách sử dụng xử lý chùm điện tử mà không cần có mặt chất khơi mào.

Mô tả thêm về các chất khơi mào và các phương pháp polyme hóa các thành phần polyme hóa được trong các vi hạt cảm quang bằng cách sử dụng các phương pháp nhiệt và/hoặc quang polyme hóa được bộc lộ trong patent Mỹ số 6.602.603 ở cột

11, dòng 1 đến cột 13, dòng 36, và patent Mỹ số 7.001.952 ở cột 11 dòng 15 đến dòng 50, mô tả của chúng được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm tạo màng cảm quang hóa rắn được được điều chế từ (a) thành phần tạo màng bao gồm ít nhất một vật liệu có các nhóm chức phản ứng và (b) thể phân tán không có nước của các vi hạt polyme cảm quang như bất kỳ trong số các chất được mô tả trên đây. Các chế phẩm tạo màng này thường chứa dung môi; các dung môi thích hợp bao gồm các dung môi được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này của các chế phẩm phủ, ví dụ, các rượu, như butanol; các keton, như methyl amyl keton; các hydrocarbon thơm, như xylen, AROMATIC/SOLVLESSO 100, hỗn hợp các dung môi thơm được bán trên thị trường bởi Exxon Mobil Chemicals; và các ete glycol, như các ete alkylen glycol monoalkyl hoặc dialkyl; các este như alkoxyalkyl axetat; và các hỗn hợp của bất kỳ trong số các chất đã nói trên đây.

Thành phần tạo màng (a) có thể bao gồm alkoxit có công thức tổng quát là $R_xM(OR')_{z-x}$ trong đó R là gốc hữu cơ, M là silicon, nhôm, titan, và/hoặc ziricon, mỗi R' độc lập là gốc alkyl, z là hóa trị của M, và x là số nhỏ hơn z, và có thể bằng không. Các alkoxit này là hữu ích trong quy trình điều chế sol-gel, nghĩa là, các lớp phủ dung dịch-tạo gel. Các ví dụ về các gốc hữu cơ thích hợp bao gồm alkyl, vinyl, metoxyalkyl, phenyl, 3-glycidoxy propyl và 3-metacryloxy propyl. Alkoxit có thể còn được trộn và/hoặc được cho phản ứng với các hợp chất khác và/hoặc các polyme được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Cụ thể thích hợp là các chế phẩm bao gồm các siloxan được tạo ra từ ít nhất một phần thủy phân organoalkoxysilan. Các ví dụ về các hợp chất chứa alkoxit thích hợp và các phương pháp tạo ra chúng được mô tả trong các patent Mỹ số 6.355.189; 6.264.859; 6.469.119; 6.180.248; 5.916.686; 5.401.579; 4.799.963; 5.344.712; 4.731.264; 4.753.827; 4.754.012; 4.814.017; 5.115.023; 5.035.745; 5.231.156; 5.199.979; và 6.106.605. Các alkoxit này và quy trình điều chế của chúng được mô tả chi tiết trong đơn xin cấp patent Mỹ có số công bố 20060246305, đoạn [0015] đến [0023], được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Việc sử dụng các alkoxit này cho phép giảm bớt nhiều và tối thiểu hóa chênh lệch về chỉ số khúc xạ giữa chế phẩm tạo màng và lớp nền, đặc biệt khi lớp nền là lớp nền loại quang có chỉ số khúc xạ cao như được thảo luận dưới đây.

Ngoài ra, thành phần tạo màng (a) có thể bao gồm các vật liệu liên kết ngang bất kỳ được liệt kê trên đây, như aminoplast, bao gồm các aminoplast tự ngưng tụ.

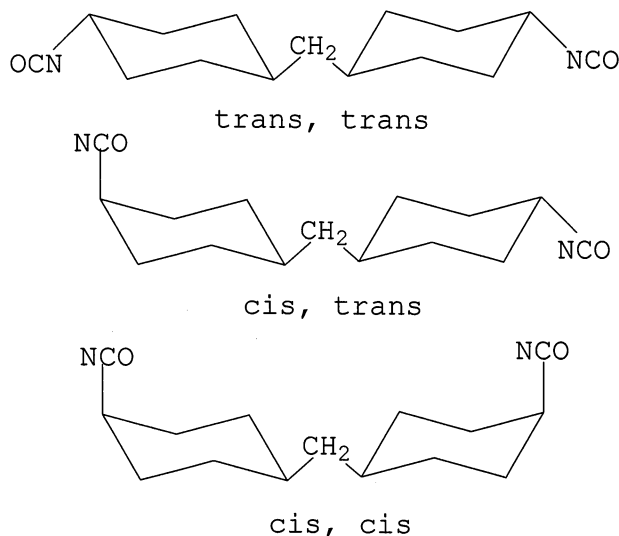
Thành phần tạo màng (a) có thể bao gồm các vật liệu polyme nhiệt rắn, các vật liệu polyme dẻo nhiệt hoặc hỗn hợp của các vật liệu polyme này. Ví dụ, thành phần tạo màng (a) có thể bao gồm vật liệu polyme nhiệt rắn được chọn từ các polyuretan, các polyol kết hợp với các polyisoxyanat phủ hoặc tự do, các poly(urea-uretan), các nhựa aminoplast, các polysiloxan, các polyanhydrit, các polyacrylamit, các nhựa epoxy hoặc các poly(met)acrylat, ví dụ, các polymetacrylat, các polyacrylat hoặc các hỗn hợp của chúng. Thành phần tạo màng (a) cũng có thể bao gồm một hoặc nhiều monome không bão hòa về mặt etylen khác nhau, hóa rắn được bằng cách sử dụng bức xạ quang hóa như bức xạ UV.

Khi thành phần tạo màng (a) bao gồm các polyol kết hợp với các polyisoxyanat phủ hoặc tự do, các polyisoxyanat hữu ích là rất nhiều và rất khác nhau. Các ví dụ có thể bao gồm các polyisoxyanat béo, các polyisoxyanat xycloaliphatic trong đó một hoặc nhiều nhóm isoxyanato được gắn trực tiếp vào vòng xycloaliphatic, các polyisoxyanat xycloaliphatic trong đó một hoặc nhiều nhóm isoxyanato không được gắn trực tiếp vào vòng xycloaliphatic, các polyisoxyanat thơm trong đó một hoặc nhiều nhóm isoxyanato được gắn trực tiếp vào vòng thơm, và các polyisoxyanat thơm trong đó một hoặc nhiều nhóm isoxyanato không được gắn trực tiếp vào vòng thơm, và các hỗn hợp của chúng. Khi polyisoxyanat thơm được sử dụng, thường phải lựa chọn chất liệu một cách cẩn thận để không làm cho polyuretan-chứa có màu (ví dụ, màu vàng).

Polyisoxyanat có thể bao gồm các diisoxyanat béo hoặc xycloaliphatic, các diisoxyanat thơm, các dime vòng và các trime vòng của chúng, và các hỗn hợp của chúng. Các ví dụ về các polyisoxyanat thích hợp có thể bao gồm Desmodur N 3300 (trime hexametylen diisoxyanat) được bán trên thị trường bởi Bayer; Desmodur N 3400 (60% dime hexametylen diisoxyanat và 40% trime hexametylen diisoxyanat). Cũng thích hợp là Trixene BL 7960, isoxyanat bị phong bế được bán trên thị trường bởi Baxenden Chemicals, Ltd. Polyisoxyanat có thể bao gồm dicyclohexylmetan diisoxyanat và các hỗn hợp đồng phân của chúng. Như được sử dụng ở đây và yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ "các hỗn hợp đồng phân" có nghĩa là hỗn hợp chứa các isome cis-cis, trans-trans, và/hoặc cis-trans của polyisoxyanat. Các ví dụ về các hỗn hợp đồng phân để sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm isome trans-trans của 4,4'-metylenbis(xyclohexyl isoxyanat), sau đây được gọi là "PICM" (paraisoxyanato

xyclohexylmetan), isome cis-trans của PICM, isome cis-cis của PICM, và các hỗn hợp của chúng.

Các isome thích hợp để sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm ba isome sau đây của 4,4'-metylenbis(xyclohexyl isoxyanat).



PICM có thể được điều chế bằng cách phosgen hóa 4,4'-metylenbis(xyclohexyl amin) (PACM) bằng các quy trình được biết đến rộng rãi trong lĩnh vực kỹ thuật này như các quy trình được bộc lộ trong các patent Mỹ số 2.644.007; 2.680.127 và 2.908.703; được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Các hỗn hợp isome PACM, khi phosgen hóa, có thể tạo ra PICM trong pha chất lỏng, pha một phần chất lỏng, hoặc pha chất rắn ở nhiệt độ trong phòng. Ngoài ra, các hỗn hợp isome PACM có thể thu được bằng quy trình hydro hóa metylendianilin và/hoặc bằng quy trình kết tinh phân đoạn của các hỗn hợp isome PACM có mặt nước và các rượu như metanol và etanol.

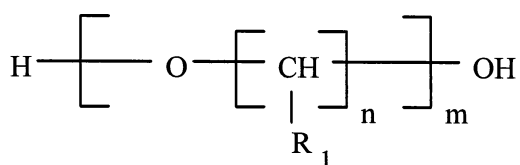
Các diisoxyanat béo và xycloaliphatic bổ sung có thể được sử dụng bao gồm 3-isoxyanato-metyl-3,5,5-trimetyl xyclohexyl-isoxyanat ("IPDI") được bán trên thị trường bởi Arco Chemical, và meta-tetrametylxylene diisoxyanat (1,3-bis(1-isoxyanato-1-metyletyl)-benzen) được bán trên thị trường bởi Cytec Industries Inc. dưới tên thương mại TMXDI® (Meta) Aliphatic Isoxyanate.

Như được sử dụng ở đây và yêu cầu bảo hộ, thuật ngữ "các diisoxyanat béo và xycloaliphatic" có nghĩa là 6 đến 100 nguyên tử cacbon được liên kết trong mạch thẳng hoặc mạch vòng có hai nhóm đầu cùng phản ứng diisoxyanat. Các diisoxyanat béo và xycloaliphatic để sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm TMXDI và các hợp chất có công thức $R-(NCO)_2$ trong đó R là nhóm béo hoặc nhóm xycloaliphatic.

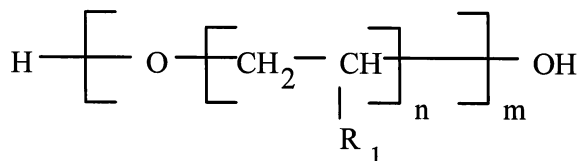
Polyol trong thành phần tạo màng (a) có thể bao gồm hợp chất có ít nhất hai nhóm hydro hoạt tính bao gồm các nhóm OH và cũng có thể bao gồm các nhóm amin sơ cấp, các nhóm amin thứ cấp, các nhóm thiol, và các hỗn hợp của chúng. Hợp chất đa chức đơn chỉ có các nhóm OH thường được sử dụng; tương tự, hợp chất đa chức đơn có các nhóm chức được trộn có thể được sử dụng.

Các vật liệu chứa OH thích hợp để sử dụng theo sáng chế trong quy trình điều chế vật liệu polyuretan trong thành phần tạo màng có thể bao gồm các polyete polyol, các polyeste polyol, các polycaprolacton polyol, các polycarbonat polyol, và các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ về các polyete polyol là các ete polyalkylen polyol mà bao gồm các rượu có công thức cấu trúc sau đây:



or



Trong đó phần tử thế R₁ là hydro hoặc alkyl thấp chứa từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon bao gồm các phần tử thế được trộn, và n thường là từ 2 đến 6 và m là từ 8 đến 100 hoặc cao hơn. Được bao gồm là các poly(oxytetrametylen) glycol, poly(oxytetraetylen) glycol, poly(oxy-1,2-propylen) glycol, và poly(oxy-1,2-butylen) glycol. Các ví dụ về các alkylen oxit có thể bao gồm etylen oxit, propylen oxit, butylen oxit, amylen oxit, aralkylen oxit, như styren oxit, các hỗn hợp của etylen oxit và propylen oxit. Các polyoxyalkylen polyol có thể được điều chế bằng các hỗn hợp chứa alkylen oxit bằng cách sử dụng quy trình alkyl hóa bằng oxy ngẫu nhiên hoặc theo từng bước.

Cũng hữu ích là các polyete polyol được tạo ra từ quy trình alkyl hóa bằng oxy các polyol khác nhau, ví dụ, các diol như etylen glycol, 1,6-hexandiol, Bisphenol A và tương tự, hoặc các polyol cao khác như trimetylolpropan, pentaerytritol, và các chất tương tự. Các polyol của nhóm chức cao mà có thể được sử dụng làm chỉ thị có thể

được tạo ra, ví dụ, bằng quy trình alkyl hóa bằng oxy các hợp chất như sucroza hoặc sorbitol. Một phương pháp alkyl hóa bằng oxy thường được sử dụng là phản ứng của polyol với alkylen oxit, ví dụ, propylen hoặc etylen oxit, có mặt chất xúc tác axit hoặc bazơ. Các polyete cụ thể bao gồm các chất được bán dưới tên TERATHANE và TERACOL, được bán trên thị trường bởi E. I. Du Pont de Nemours và Company, Inc., và POLYMEG, được bán trên thị trường bởi Q O Chemicals, Inc., một chi nhánh của Great Lakes Chemical Corp.

Các polyete glycol để sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm ete polytetrametylen glycol.

Polyol chứa polyete có thể bao gồm các copolyme khối bao gồm các khối etylen oxit-propylen oxit và/hoặc etylen oxit-butylen oxit. Pluronic R, Pluronic L62D, Tetronic R và Tetronic, được bán trên thị trường bởi BASF, có thể được sử dụng làm vật liệu polyol chứa polyete theo sáng chế.

Các polyeste glycol thích hợp có thể bao gồm các sản phẩm este hóa chứa một hoặc nhiều axit dicarboxylic có từ bốn đến mười nguyên tử cacbon, như các axit adipic, succinic hoặc sebacic, với một hoặc nhiều glycol có trọng lượng phân tử thấp có từ hai đến mười nguyên tử cacbon, như etylen glycol, propylen glycol, dietylen glycol, 1,4-butandiol, neopentyl glycol, 1,6-hexandiol và 1,10-decandiol. Các polyeste glycol có thể là các sản phẩm este hóa của axit adipic với các glycol có từ hai đến mười nguyên tử cacbon.

Các polycaprolacton glycol thích hợp để sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm các sản phẩm phản ứng của E-caprolacton với một hoặc nhiều glycol có trọng lượng phân tử thấp được liệt kê trên đây. Polycaprolacton có thể được điều chế bằng cách làm ngưng tụ caprolacton có mặt hợp chất hydro hoạt tính hai chức như nước hoặc ít nhất một trong các glycol có trọng lượng phân tử thấp được liệt kê trên đây. Các ví dụ cụ thể về các polycaprolacton glycol bao gồm các diol polyeste polycaprolacton có bán trên thị trường dưới tên CAPA® 2047 và CAPA® 2077 bởi Solvay Corp.

Các polycarbonat polyol được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và có bán trên thị trường như Ravecarb™ 107 (Enichem S.p.A.). Polycarbonat polyol có thể được tạo ra bằng cách cho phản ứng với glycol hữu cơ như diol và dialkyl carbonat, như được mô tả trong patent Mỹ số 4.160.853. Polyol có thể bao gồm polyhexametyl carbonat có mức độ polyme hóa khác nhau.

Chất liệu glycol có thể bao gồm các polyol có trọng lượng phân tử thấp như các polyol có trọng lượng phân tử nhỏ hơn 500, và các hỗn hợp tương thích của chúng. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “tương thích” nghĩa là các glycol hòa tan được vào nhau để tạo ra pha đơn. Các ví dụ về các polyol này có thể bao gồm các diol và triol có trọng lượng phân tử thấp. Nếu được sử dụng, lượng triol được chọn để tránh mức độ liên kết ngang cao trong polyuretan. Mức độ liên kết ngang cao có thể dẫn đến polyuretan hóa rắn được mà không có khả năng tạo ra bằng nhiệt độ và áp suất vừa phải. Glycol hữu cơ thường chứa từ 2 đến 16, hoặc từ 2 đến 6, hoặc từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về các glycol này có thể bao gồm etylen glycol, propylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, tetraetylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, 1,2-, 1,3- và 1,4-butandiol, 2,2,4-trimetyl-1,3-pentandiol, 2-metyl-1,3-pentandiol, 1,3- 2,4- và 1,5-pentandiol, 2,5- và 1,6-hexandiol, 2,4-heptandiol, 2-etyl-1,3-hexandiol, 2,2-dimetyl-1,3-propandiol, 1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 1,10-decandiol, 1,4-xyclohexandiol, 1,4-xyclohexandimetanol, 1,2-bis(hydroxyetyl)-xyclohexan, glyxerin, tetrametylolmetan, như pentaerytritol, trimetyloletan và trimetylolpropan; và các isome của chúng.

Vật liệu chứa OH có thể có trọng lượng trung bình khối phân tử, ví dụ, ít nhất bằng 60, hoặc ít nhất bằng 90, hoặc ít nhất bằng 200. Ngoài ra, vật liệu chứa OH có thể có trọng lượng trung bình khối phân tử, ví dụ, nhỏ hơn 10,000, hoặc nhỏ hơn 7000, hoặc nhỏ hơn 5000, hoặc nhỏ hơn 2000.

Vật liệu chứa OH để sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm các tereste được tạo ra từ ít nhất một axit dicarboxylic có trọng lượng phân tử thấp, như axit adipic.

Các polyeste glycol và các polycaprolacton glycol để sử dụng theo sáng chế có thể được điều chế bằng cách sử dụng các quy trình este hóa hoặc chuyển hóa este đã biết như được mô tả, ví dụ, trong bài báo: D. M. Young, F. Hostettler et al., "Polyesters from Lactone," Union Carbide F-40, p. 147.

Các polyeste glycol cũng có thể được điều chế từ phản ứng của 1,6-hexandiol và axit adipic; 1,10-decandiol và axit adipic; hoặc 1,10-decandiol và caprolacton.

Theo các ví dụ khác, polyol để sử dụng theo sáng chế có thể được chọn từ: (a) sản phẩm este hóa của axit adipic với ít nhất một diol được chọn từ 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol, neopentyl glycol, hoặc 1,10-decandiol; (b) sản phẩm phản ứng của E-caprolacton với ít nhất một diol được chọn từ 1,4-butan diol, 1,6-hexan diol, neopentyl

glycol, hoặc 1,10-decandiol; (c) polytetrametylen glycol; (d) các polycarbonat glycol béo, và (e) các hỗn hợp của chúng.

Thông thường trong các chế phẩm tạo màng của sáng chế, các vi hạt polyme cảm quang chứa các nhóm chức mà phản ứng với các nhóm chức phản ứng trong vật liệu trong thành phần tạo màng (a), cho phép các vi hạt trở nên hợp khối với các chế phẩm. Các nhóm chức này có thể là bất kỳ trong số các nhóm đã được thảo luận trên đây.

Các chế phẩm tạo màng của sáng chế có thể được sử dụng để phủ các lớp nền và điều chế các vật dụng được phủ cảm quang. Các lớp nền này có thể là các chi tiết quang học, như các chi tiết bộ nhớ quang học, các chi tiết hiển thị, các chi tiết thuộc mắt, các chi tiết cửa sổ hoặc các chi tiết gương.

Khi phủ lên lớp nền và hóa rắn, các chế phẩm tạo màng hóa rắn được của sáng chế thương cho thấy chỉ số khúc xạ lớn hơn 1,5, thông thường nằm trong khoảng 1,55 đến 1,65, thông thường hơn nằm trong khoảng 1,58 đến 1,60.

Lớp nền có thể bao gồm chất liệu hữu cơ polyme ít nhất một phần được hóa rắn được chọn từ các chất liệu hữu cơ polyme nhiệt rắn, các chất liệu hữu cơ polyme dẻo nhiệt hoặc hỗn hợp của các chất liệu hữu cơ polyme này. Trong các trường hợp khác, chất liệu hữu cơ polyme được chọn từ poly(C1-C12 alkyl metacrylats), poly(oxyalkylen dimetacrylat), poly(phenol metacrylat được alkoxylat hóa), xenluloza axetat, xenluloza triaxetat, xenluloza axetat propionat, xenluloza axetat butyrat, poly(vinyl axetat), poly(rượu vinylic), poly(vinyl clorua), poly(vinyliden clorua), polycarbonat dẻo nhiệt, polyeste, polyuretan, polythiouretan, polysulfithiouretan, poly(ure-uretan), poly(etylen terephthalat), polystyren, poly(alpha metylstyren), copoly(styren-metylmecacrylat), copoly(styren-acrylonitril), polyvinylbutyral hoặc các polyme được điều chế từ các monome bis(aryl carbonat), các monome acrylat đa chức, các monome metacrylat đa chức, các monome dietylen glycol dimetacrylat, các monome diisopropenyl benzen, các monome bisphenol A dimetacrylat được etoxy hóa, các monome etylen glycol bismetacrylat, các monome poly(etylen glycol) bismetacrylat, các monome phenol bis metacrylat được etoxy hóa, các monome rượu polyhydric polyacrylat được alkoxylat hóa, các monome styren, các monome uretan acrylat, các monome glycidyl acrylat, các monome glycidyl metacrylat, các monome dialylden pentaerytritol hoặc các hỗn hợp của các monome này.

Các lớp nền thích hợp để sử dụng trong quy trình điều chế các chi tiết quang học của sáng chế cho thấy chỉ số khúc xạ ít nhất bằng 1,55 và bao gồm các lớp nền không dẻo như thủy tinh. Thông thường hơn, các lớp nền thường được sử dụng trong các lớp phủ quang học được sử dụng, bao gồm các monome polyol(aryl carbonat), ví dụ, aryl diglycol carbonat như dietylen glycol bis(aryl carbonat), monome này được bán dưới nhãn hiệu CR-39 bởi PPG Industries, Inc; các polyme polyure-polyuretan (polyure uretan), được điều chế, ví dụ, bằng phản ứng của tiền polyme polyuretan và chất hóa rắn diamine, chế phẩm cho một polyme này được bán dưới nhãn hiệu TRIVEX bởi PPG Industries, Inc; monome carbonat được ngắt mạch bằng polyol(met)acryloyl; các monome dietylen glycol dimetacrylat; các monome phenol metacrylat được etoxy hóa; các monome diisopropenyl benzen; các monome trimetylol propan triacrylat được etoxy hóa; các monome etylen glycol bismetacrylat; các monome poly(etilen glycol) bismetacrylat; các monome uretan acrylat; poly(bisphenol A dimetacrylat được etoxy hóa); poly(vinyl axetat); poly(rượu vinylic); poly(vinyl clorua); poly(vinyliden clorua); polyetylen; polypropylen; polyuretan; polythiouretan; polycarbonat dẻo nhiệt, như nhựa được liên kết carbonat được dẫn xuất từ bisphenol A và phosgen, chất liệu này được bán dưới nhãn hiệu LEXAN; các polyester, như chất liệu được bán dưới nhãn hiệu MYLAR; poly(etilen terephthalat); polyvinyl butyral; poly(metyl metacrylat), như chất liệu được bán dưới nhãn hiệu PLEXIGLAS, và các polyme được điều chế bằng cách cho các isoxyanat đa chức phản ứng với polythiol hoặc các monome polyepisulfit, hoặc được homopolyme hóa hoặc co-và/hoặc terpolyme hóa với polythiol, polyisoxyanat, polyisothioxyanat và tùy ý các monome không bão hòa về mặt etylen hoặc các monome vinyl chứa chất thơm được halogen hóa. Cũng được dự tính là các copolyme của các monome này và các hỗn hợp của các polyme và các copolyme được mô tả với các polyme khác, ví dụ, để tạo ra các sản phẩm mạng lưới thấm vào nhau. Thông thường, chỉ số khúc xạ của lớp nền là ở giữa 1,55 và 1,67, thường nằm trong khoảng 1,55 đến 1,65. Thiouretan, polycarbonat, và/hoặc polyuretan ure gốc thio là các lớp nền thường được sử dụng nhất.

Các chi tiết quang học bao gồm: các chi tiết bộ nhớ quang học như các thiết bị để xử lý bộ nhớ và ảnh quang học; các chi tiết thuộc mắt như các thấu kính hiệu chỉnh, thấu kính không hiệu chỉnh, thấu kính tiếp xúc, thấu kính trong mắt, kính lúp, các thấu kính bảo vệ và kính che mắt; các chi tiết cửa sổ như giấy trong, bộ lọc, lá chắn sáng

dùng cho kết cấu, ô tô, mô tô và máy bay, và các bộ ngắt mạch quang học; các chi tiết gương; và các chi tiết hiển thị như màn hình, màn hình máy tính, pin tinh thể lỏng, các thiết bị phát sáng hữu cơ và các chi tiết bảo vệ.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “quang học” nghĩa là gắn liền với hoặc được liên kết với ánh sáng và/hoặc tầm nhìn. Các chi tiết bộ nhớ quang học có thể bao gồm các thiết bị xử lý ảnh và các thiết bị lưu trữ dữ liệu quang học. Trong các chi tiết bộ nhớ quang học này, sự tương tác của thiết bị với các tín hiệu quang học gây ra sự thay đổi trong bộ nhớ quang học của các thiết bị đó trong khoảng thời gian cho đến khi thay đổi theo dạng hình ảnh được xử lý hoặc được duy trì hoặc cho đến khi thay đổi theo dạng thông tin được duy trì cho đến khi được thay đổi thêm hoặc bị xóa bỏ. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “thuộc mắt” nghĩa là gắn liền với hoặc được liên kết với mắt và tầm nhìn. Các ví dụ về các chi tiết thuộc mắt bao gồm các thấu kính hiệu chỉnh và không hiệu chỉnh, bao gồm các thấu kính đơn thị hoặc đa thị, mà có thể là các thấu kính đa thị hoặc được phân đoạn hoặc không được phân đoạn (như các thấu kính hai tròng, các thấu kính ba tròng và các thấu kính liên tục), cũng như các chi tiết khác được sử dụng để hiệu chỉnh, bảo vệ hoặc nâng cao tầm nhìn, (để trang điểm hoặc khác), bao gồm các thấu kính tiếp xúc, các thấu kính trong mắt, kính lúp, và các thấu kính bảo vệ hoặc kính che mặt.

Như được sử dụng ở đây thuật ngữ “cửa sổ” nghĩa là khe mở được làm thích ứng để cho phép truyền bức xạ qua đó. Các ví dụ về cửa sổ bao gồm giấy trong, bộ lọc, lá chắn sáng dùng cho kết cấu, ô tô, mô tô và máy bay, và các bộ ngắt mạch quang học. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “chi tiết gương” nghĩa là bề mặt mà phản chiếu gương một phần lớn ánh sáng tới. Theo sáng chế, ánh sáng được phản chiếu có thể được cải biến bằng loại vi hạt polyme cảm quang được liên kết đến chi tiết gương.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “hiển thị” nghĩa là sự trình bày nhìn thấy hoặc đọc được bằng máy của thông tin bằng từ, số, ký hiệu, thiết kế hoặc hình vẽ. Các ví dụ về các chi tiết hiển thị và các thiết bị bao gồm màn hình, màn hình máy tính, pin tinh thể lỏng, các thiết bị phát sáng hữu cơ và các chi tiết bảo vệ. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “pin tinh thể lỏng” có nghĩa là cấu trúc chứa vật liệu tinh thể lỏng mà là vật liệu không đẳng trương có khả năng được sắp xếp. Pin tinh thể lỏng chủ động là các pin trong đó vật liệu tinh thể lỏng có khả năng được chuyển đổi giữa các trạng thái được sắp xếp và lộn xộn hoặc giữa hai trạng thái được sắp xếp bằng cách áp lên một

ngoại lực, như điện trường hoặc từ trường. Pin tinh thể lỏng bị động là các pin trong đó vật liệu tinh thể lỏng duy trì trạng thái được sắp xếp. Một ví dụ về chi tiết hoặc thiết bị pin tinh thể lỏng chủ động là màn hình tinh thể lỏng.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “sắp xếp” nghĩa là mang lại cách sắp xếp hoặc vị trí thích hợp, như bằng cách chỉnh thẳng với cấu trúc hoặc vật liệu khác, hoặc bằng một vài lực hoặc hiệu ứng khác. Do đó, như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “sắp xếp” bao gồm cả hai phương pháp tiếp xúc để sắp xếp vật liệu, như chỉnh thẳng với cấu trúc hoặc vật liệu khác, và các phương pháp không tiếp xúc để sắp xếp vật liệu, như bằng cách tiếp xúc với ngoại lực hoặc hiệu ứng. Thuật ngữ “sắp xếp” cũng bao gồm kết hợp các phương pháp tiếp xúc và không tiếp xúc.

Các ví dụ về các phương pháp của các vật liệu tinh thể lỏng ít nhất một phần sắp xếp cũng như các vật liệu không đẳng trương khác như các vật liệu vật liệu quang học phi tuyến tính, các vật liệu vật liệu quang sắc-lưỡng hướng sắc cũng như các thuốc nhuộm lưỡng hướng sắc, theo các phương án khác nhau được bộc lộ ở đây bằng cách sử dụng tinh thể lỏng vật liệu làm ví dụ, bao gồm việc cho ít nhất một phần của vật liệu tinh thể lỏng tiếp xúc với ít nhất một trong số: từ trường, điện trường, bức xạ hồng ngoại được phân cực tuyến tính, bức xạ cực tím được phân cực tuyến tính, bức xạ nhìn thấy được phân cực tuyến tính và lực cắt.

Ngoài các phương pháp đã nói trên đây để sắp xếp ít nhất một phần vật liệu tinh thể lỏng, các vật liệu tinh thể lỏng có thể ít nhất một phần được sắp xếp bằng cách chỉnh thẳng ít nhất một phần của vật liệu tinh thể lỏng với vật liệu hoặc cấu trúc khác, như dụng cụ định hướng. Như được sử dụng ở đây thuật ngữ “dụng cụ định hướng” nghĩa là cơ cấu mà có thể tạo điều kiện thuận lợi cho việc định vị một hoặc nhiều cấu trúc khác mà được cho tiếp xúc, trực tiếp và/hoặc gián tiếp, với ít nhất một phần của chúng. Thông tin thêm về các dụng cụ định hướng được bộc lộ trong Đơn xin cấp patent Mỹ số P-108.935 từ đoạn [0153] đến [0288] được nộp ngày 17 tháng 5 năm 2004, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Chi tiết quang học cũng có thể được chọn từ các chi tiết bộ nhớ quang học, các chi tiết hiển thị, các chi tiết thuộc mắt, các chi tiết cửa sổ hoặc các chi tiết gương. Chi tiết hiển thị có thể được chọn từ màn hình, màn hình máy tính, pin tinh thể lỏng, các thiết bị phát sáng hữu cơ hoặc các chi tiết bảo vệ. Chi tiết quang học có thể là thiết bị phát sáng hữu cơ "OLED" trong đó bề mặt thứ nhất là anot, bề mặt thứ hai là catot và

vật liệu được định vị giữa chúng là vật liệu phát xạ, vật liệu phát xạ này được tiếp xúc điện với anot này và catot này.

Khi dòng điện được sử dụng cho OLED, anot phun các lỗ trống và catot phun các electron vào vật liệu phát xạ bao gồm lượng hữu hiệu của các vi hạt polyme cảm quang của sáng chế. Các lỗ trống và electron được phun di chuyển về phía điện cực được nạp đối nhau. Khi electron và lỗ trống định vị trên cùng phân tử, "exciton," là cặp electron-lỗ trống được định vị có trạng thái năng lượng bị kích thích, được tạo ra. Ánh sáng được phát khi exciton nghỉ thông qua cơ chế quang phát xạ như được biết bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Xem, ví dụ, patent Mỹ số 6.687.266 ở cột 2, dòng 47 đến cột 18, dòng 59, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Các vi hạt polyme cảm quang ít nhất một phần được liên kết ngang có thể bao gồm lượng hữu hiệu của các vật liệu vật liệu cảm quang được chọn từ các vật liệu huỳnh quang, các vật liệu lân quang hoặc các hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ về các chi tiết bảo vệ bao gồm các vật dụng có lượng hữu hiệu của các vi hạt polyme cảm quang ít nhất một phần được liên kết ngang của sáng chế mà được kết hợp vào và/hoặc được liên kết đến ít nhất một phần của ít nhất một bề mặt vật dụng. Lượng hữu hiệu của các vi hạt polyme cảm quang là lượng các vi hạt mà cho phép xác nhận vật dụng. Lượng hữu hiệu của các vi hạt cảm quang có thể được định vị trong dấu hiệu xác nhận. Các ví dụ về này các chi tiết bảo vệ bao gồm: thẻ truy cập và thẻ ra vào, ví dụ, vé, phù hiệu, thẻ nhận dạng hoặc hội viên, thẻ ghi nợ, chứng từ lưu thông và chứng từ không lưu thông, ví dụ, hối phiếu, ngân phiếu, trái phiếu, tín phiếu, chứng chỉ tiền gửi, giấy chứng nhận cổ phiếu, v.v.; tài liệu chính phủ, ví dụ, tiền tệ, giấy phép, thẻ nhận dạng, thẻ tiện ích, visa, hộ chiếu, giấy chứng nhận chính thức, chứng thư, v.v., hàng tiêu dùng, ví dụ, phần mềm, đĩa compact ("đĩa CD"), đĩa video kỹ thuật số (DVD), đồ gia dụng, thiết bị điện tử dân dụng, mực xăm, đồ thể thao, xe hơi, vv, thẻ tín dụng, thẻ hàng hóa hoặc, nhãn và bao bì.

Mặc dù không giới hạn ở đây, chi tiết bảo vệ có thể được liên kết với ít nhất một phần của lớp nền được chọn từ lớp nền trong suốt và lớp nền phản chiếu. Ngoài ra, trong trường hợp lớp nền phản chiếu là cần thiết, nếu lớp nền là không phản chiếu hoặc không phản chiếu đủ cho lớp phủ được dự định, vật liệu phản chiếu có thể trước tiên được phủ cho ít nhất một phần của lớp nền trước khi dấu hiệu xác thực được áp vào đó. Ví dụ, lớp phủ nhôm ít nhất một phần phản chiếu có thể được phủ cho ít nhất

một phần của lớp nền trước khi tạo ra chi tiết bảo vệ trên đó. Ngoài ra, (các) chi tiết bảo vệ có thể được liên kết đến ít nhất một phần của lớp nền được chọn từ các lớp nền không được phủ màu, các lớp nền được phủ màu, các lớp nền quang sắc, các lớp nền quang sắc được phủ màu, lớp nền ít nhất một phần phân cực tuyến tính, các lớp nền ít nhất một phần phân cực tròn, và các lớp nền ít nhất một phần phân cực dạng elip. Các chi tiết bảo vệ có thể là các chi tiết bảo vệ ít nhất một phần phân cực tuyến tính.

Ngoài ra, chi tiết bảo vệ còn có thể bao gồm một hoặc nhiều lớp phủ hoặc tấm khác để tạo ra chi tiết bảo vệ phản chiếu đa lớp với các đặc điểm phụ thuộc góc nhìn như được mô tả trong patent Mỹ số 6.641.874 ở cột 1, dòng 6 đến cột 13, dòng 28, được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “ít nhất một phần phân cực tuyến tính” dựa trên các lớp phủ hoặc các lớp nền có nghĩa là các lớp phủ hoặc các lớp nền được làm thích ứng với bức xạ phân cực tuyến tính (ví dụ, giữ lại từ một số đến tất cả các dao động của vector từ trường của các sóng ánh sáng đến một hướng). Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “ít nhất một phần phân cực tròn” dựa trên các lớp phủ hoặc các lớp nền có nghĩa là các lớp phủ hoặc các lớp nền được làm thích ứng để phân cực tròn từ một số đến tất cả bức xạ. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “ít nhất một phần phân cực dạng elip” dựa trên các lớp phủ hoặc các lớp nền có nghĩa là các lớp phủ hoặc các lớp nền được làm thích ứng để phân cực dạng elip từ một số đến tất cả bức xạ. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “quang sắc” khi được sử dụng dựa trên các lớp phủ hoặc các lớp nền, có nghĩa là lớp phủ hoặc lớp nền có phổ hấp thụ cho bức xạ nhìn thấy mà thay đổi đáp ứng với ít nhất bức xạ quang hóa. Ngoài ra, như được sử dụng ở đây dựa trên các lớp nền, thuật ngữ “quang sắc được phủ màu” nghĩa là các lớp nền chứa sắc tố cũng như vật liệu vật liệu quang sắc, và có phổ hấp thụ đối với bức xạ nhìn thấy, cực tím và/hoặc hồng ngoại mà thay đổi đáp ứng với ít nhất bức xạ quang hóa. Do đó, ví dụ, lớp nền quang sắc được phủ màu có thể có đặc tính màu thứ nhất của sắc tố và đặc tính màu thứ hai của hỗn hợp sắc tố và vật liệu vật liệu quang sắc khi được cho tiếp xúc với bức xạ quang hóa.

Các phương pháp phủ các chế phẩm tạo màng của sáng chế bao gồm các phương pháp được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này để phủ các lớp phủ, như phủ quay, phủ phun, phủ phun và quay, phủ màn, phủ dòng, phủ nhúng, đúc phun, đúc, phủ lăn, phủ dây, và chèn đúc. Theo các phương án nhất định, ít nhất một phần lớp phủ bao

gồm các vi hạt polyme cảm quang được phủ lên lớp đúc và lớp nền được tạo ra bên trên lớp phủ hoặc lớp nền được tạo ra trước được đặt bên trên lớp phủ, ví dụ, bằng cách chèn đúc, và lớp phủ ít nhất một phần được hóa rắn. Trong ví dụ này, lớp phủ có thể được phủ dưới dạng lớp phủ lỏng hoặc bột bao gồm các vi hạt polyme cảm quang. Các vật dụng quang sắc bao gồm tấm polyme được mô tả sau đây cũng có thể được điều chế bằng cách sử dụng quy trình chèn đúc.

Lớp nền được phủ có thể còn bao gồm các lớp phủ bổ sung như lớp phủ lót, lớp phủ chống ăn mòn, lớp phủ chống phản chiếu, lớp phủ chuyển tiếp được đặt giữa lớp phủ cảm quang và lớp phủ chống ăn mòn; màng polyme ít nhất một phần phân cực hoặc lớp phủ và các hỗn hợp của chúng.

Như được chú thích trên đây, trong một vài trường hợp, lớp phủ lót được phủ lên bề mặt lớp nền trước khi phủ chế phẩm tạo màng hóa rắn được. Lớp phủ lót được đặt giữa lớp nền và chế phẩm tạo màng hóa rắn được, và có vai trò như lớp phủ chặn để ngăn ngừa sự tương tác của các thành phần lớp phủ polyme với lớp nền và ngược lại, và/hoặc như lớp bám dính để thúc đẩy sự bám dính của chế phẩm tạo màng hóa rắn được vào bề mặt lớp nền. Lớp lót có thể được phủ lên lớp nền bằng phương pháp đã biết bất kỳ, ví dụ, phương pháp phủ phun, quay, rải, màn, lăn hoặc nhúng; và có thể được phủ lên bề mặt được làm sạch và không được xử lý hoặc được làm sạch và được xử lý, ví dụ, được xử lý hóa học hoặc được xử lý plasma, của lớp nền. Các lớp phủ lót được biết đến rộng rãi bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Việc lựa chọn lớp phủ lót thích hợp sẽ phụ thuộc vào lớp nền được sử dụng, nghĩa là, lớp phủ lót phải tương thích về mặt hóa học và vật lý với bề mặt của lớp nền và chế phẩm tạo màng hóa rắn được, trong khi tạo ra các tiện ích chức năng được mong muốn cho lớp phủ lót, nghĩa là, các đặc tính ngăn chặn và bám dính.

Lớp phủ lót có thể là một hoặc một số lớp đơn phân tử dày, và có thể nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 micromet, thông thường hơn là từ 0,1 đến 2 hoặc 3 micromet. Độ dày của lớp lót có thể khác nhau giữa sự kết hợp bất kỳ của các trị số đã nói trên đây, bao gồm các trị số được trích dẫn. Một ví dụ được thiết kế về lớp phủ lót thích hợp bao gồm silan chức hữu cơ, như metacryloxypropyl trimetoxysilan, chất xúc tác của vật liệu mà tạo ra axit khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, ví dụ, các muối oni, và dung môi hữu cơ, như diglyme hoặc rượu isopropyl, như được mô tả trong patent Mỹ số 6.150.430, mô tả của nó được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Ví dụ khác về lớp phủ lót được mô tả trong patent Mỹ số 6.025.026, mô tả chế phẩm mà gần như không có organosiloxan và bao gồm các anhydrit hữu cơ có ít nhất một liên kết etylen và vật liệu chứa isoxyanat. Mô tả này cũng được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Sau khi phủ lớp lót, lớp nền có thể được rửa bằng rượu như 2-propanol và sau đó là nước, và được sấy khô trong khoảng thời gian lên đến nửa giờ ở nhiệt độ nằm trong khoảng 60°C đến 80°C.

Các lớp phủ đã nói trên đây có thể được liên kết đến ít nhất một phần của cùng bề mặt của lớp nền theo thứ tự sau đây từ bề mặt: lớp lót, cảm quang, chuyển tiếp, chống ăn mòn, màng hoặc lớp phủ phân cực, chống phản chiếu, và chống ăn mòn; hoặc lớp lót, cảm quang, chuyển tiếp, chống ăn mòn, và chống phản chiếu; hoặc cảm quang, chuyển tiếp, và phân cực; hoặc lớp lót, cảm quang, và phân cực; hoặc lớp lót, cảm quang, và chống phản chiếu. Các hỗn hợp khác nhau của các lớp phủ đã nói trên đây là có thể như được biết đến bởi các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này. Tất cả các lớp phủ đã nói trên đây có thể được phủ lên một hoặc nhiều bề mặt của lớp nền, ví dụ, cả hai bề mặt của lớp nền quang học. Lớp phủ cảm quang thường được phủ lên một bề mặt. Lớp nền có thể loại vật liệu bất kỳ được mô tả ở đây để làm lớp nền, như chi tiết quang học; ví dụ, chi tiết thuộe mắt.

Các ví dụ về các lớp phủ lót có thể được sử dụng bao gồm các lớp phủ bao gồm các chất liên kết, các sản phẩm thủy phân ít nhất một phần của các chất liên kết, và các hỗn hợp của chúng. Như được sử dụng ở đây “chất liên kết” nghĩa là vật liệu có ít nhất một nhóm có khả năng phản ứng, gắn và/hoặc liên kết với một nhóm trên ít nhất một bề mặt. Chất liên kết có thể hoạt động như là cầu nối phân tử ở bề mặt chung của ít nhất hai bề mặt mà có thể là các bề mặt tương tự hoặc không tương tự. Các chất liên kết có thể là các monome, các tiền polyme và/hoặc các polyme. Các vật liệu này bao gồm các chất hữu cơ-kim loại như các silan, titanat, ziriconat, aluminat, ziricon aluminat, các sản phẩm thủy phân của chúng và các hỗn hợp của chúng. Như được sử dụng ở đây cụm từ “các sản phẩm thủy phân ít nhất một phần của các chất liên kết” nghĩa là ít nhất một số đến tất cả các nhóm có thể thủy phân trên chất liên kết được thủy phân. Các ví dụ khác về các lớp phủ lót thích hợp để sử dụng bao gồm các lớp 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, mô tả của chúng được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “lớp phủ chuyển tiếp” nghĩa là lớp phủ trợ giúp trong việc tạo ra gradien trong các đặc tính giữa hai lớp phủ. Ví dụ, lớp phủ chuyển tiếp có thể trợ giúp trong việc tạo ra gradien trong độ cứng giữa lớp phủ cứng tương đối và lớp phủ mềm tương đối. Các ví dụ về các lớp phủ chuyển tiếp bao gồm các màng mỏng gốc acrylat được hóa rắn bằng bức xạ như được mô tả trong patent Mỹ số 7.452.611, mô tả lớp phủ được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

Các ví dụ về các lớp phủ ít nhất một phần chống ăn mòn và các lớp phủ bảo vệ khác bao gồm các lớp phủ chống ăn mòn bao gồm organosilan, organosiloxan, các lớp phủ chống ăn mòn dựa trên các vật liệu vô cơ như silic oxit, titan oxit và/hoặc ziricon oxit, các lớp phủ chống ăn mòn hữu cơ thuộc loại là các lớp phủ chặn oxy hóa rắn được dưới ánh sáng cực tím mà cải thiện độ bền mỏi của vật liệu vật liệu cảm quang, các lớp phủ chặn UV, và các hỗn hợp của chúng.

Cụm từ “lớp phủ hoặc tấm ít nhất một phần chống ăn mòn” có nghĩa là lớp phủ hoặc ít nhất một phần tấm làm từ vật liệu polyme bảo vệ mà cho thấy độ chống ăn mòn lớn hơn vật liệu tham chiếu chuẩn, ví dụ, polyme làm từ monome CR-39® được bán trên thị trường bởi PPG Industries, Inc, như được thử nghiệm trong phương pháp có thể so sánh với ASTM F-735 Phương pháp thử nghiệm chuẩn về độ chống ăn mòn của các chất dẻo và lớp phủ trong suốt bằng cách sử dụng phương pháp sóng cát dao động (Standard Test Method for Abrasion Resistance of Transparent Plastics and Coatings Using Oscillating Sand Method).

Cụm từ “lớp phủ ít nhất một phần chống phản chiếu” có nghĩa là lớp phủ ít nhất một phần cải thiện tính chất chống phản chiếu của lớp nền mà nó được phủ vào đó bằng cách làm giảm lượng ánh sáng được phản xạ bởi bề mặt của lớp nền và cho các lớp nền trong suốt bằng cách làm gia tăng phần trăm độ truyền qua so với lớp nền không được phủ. Các ví dụ về các lớp phủ chống phản chiếu bao gồm đơn lớp hoặc đa lớp của các oxit kim loại, các florua kim loại, hoặc các vật liệu khác, mà có thể kết tủa trên các vật dụng của sáng chế thông qua quy trình bay hơi chân không, phun kim loại, hoặc một vài phương pháp khác.

Các ví dụ về ít nhất các lớp phủ một phần phân cực tuyến tính bao gồm các lớp phủ bao gồm các hợp chất lưỡng hướng sắc thông thường như các hợp chất được thảo luận trước đó.

Sáng chế cụ thể hơn được mô tả trong các ví dụ sau đây, được dự định chỉ cho mục đích minh họa, do các phương án cải biến và các phương án thay thế khác nhau ở đó sẽ là rõ ràng với các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Trong Mục I, chế phẩm của các ví dụ I - 3 về các thể phân tán không có nước được cải biến của các vi hạt quang sắc và các ví dụ so sánh 1 - 3 về các thể phân tán không có nước của các vi hạt quang sắc được mô tả. Trong Mục II, các chế phẩm phủ mà kết hợp các vi hạt quang sắc của Mục I được mô tả cũng như quy trình điều chế của các thấu kính được phủ và thử nghiệm vật lý được thực hiện trên các thấu kính được phủ. Trong Mục III, thử nghiệm hiệu suất quang sắc được thực hiện trên các thấu kính được phủ được chọn được mô tả.

Tất cả nước được sử dụng trong các ví dụ và các ví dụ so sánh là nước khử ion. Sắc ký lọc gel (Gel permeation chromatography: GPC) được thực hiện bằng cách sử dụng các chuẩn polystyren với các trọng lượng phân tử được báo cáo theo trọng lượng trung bình số phân tử (M_n) (gam)/mol, trọng lượng trung bình khối phân tử (M_w) (gam)/mol, và chỉ số đa phân tán (polydispersity index: PDI). Quy trình khuấy âm được thực hiện bằng cách sử dụng thiết bị khuấy âm Fischer Scientific Model FS30D ở tần số là 42 KHz cho khoảng thời gian được chỉ định. Thử nghiệm phân trầm chất rắn được thực hiện bằng cách bổ sung lượng vật liệu đã biết vào chảo nhôm, bổ sung axeton để phân tán nó đều khắp chảo, gia nhiệt trong lò ở nhiệt độ 120°C trong 1 giờ (trừ khi được chỉ định khác), xác định chênh lệch khối từ trọng lượng ban đầu và tính toán phân trầm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Mục I – Quy trình điều chế ở các ví dụ và ví dụ so sánh

Ví dụ 1

Bước 1 – Điều chế tiền polyme uretan ưa nước

Các vật liệu sau đây được bổ sung theo thứ tự được mô tả vào bình đáy tròn bốn cổ được trang bị que đo nhiệt độ điện tử, máy khuấy cơ học, bình ngưng, và vỏ gia nhiệt.

Mê liệu	Chất liệu	Trọng lượng (gam)
A	N-metyl pyrrolidinon	120
	axit dimetylolpropionic	100,6
	triphenyl phosphit	0,9
	thiếc dibutyl dilaurat	0,9

	hydroxytoluen được butylat hóa	0,9
B	2-(dicaprolacton)etyl acrylat	258,3
C	metylen bis(4-xyclohexylisoxyanat)	393,0
D	dietanolamin	78,9
	toluen	454,9

Mẻ liệu A được khuấy trong bình ở nhiệt độ 100°C cho đến khi tất cả các chất rắn được hòa tan. Mẻ liệu B được bổ sung và nhiệt độ của hỗn hợp được điều chỉnh đến 80°C. Mẻ liệu C được bổ sung trong thời gian 15 phút và hỗn hợp thu được được giữ ở nhiệt độ 80°C trong 3 giờ. Mẻ liệu D được bổ sung và hỗn hợp được làm mát đến nhiệt độ trong phòng. sản phẩm cuối là dung dịch màu vàng sạch cực nhớt với trị số axit bằng 31,0 và hàm lượng chất rắn phần trăm là 60%. Trị số axit được đo bằng chuẩn độ bằng điện thế kế với KOH.

Bước 2 – Điều chế uretan metacrylat kỵ nước quang sắc

3,3-Di(4-metoxypheyl)-6,11,13-trimetyl-13-(2-(2-(2-hydroxyetoxy)-etoxy)etoxy)-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran (53,6g, 0,08 mol) Quang sắc A, trimetylen carbonat (146g, 1,43 mol), clorofom khan (400ml) và nhôm isopropoxit (3,3g, 0,016 mol) được bổ sung vào bình 1 cổ dung tích 1 lít bằng thanh khuấy từ, được rửa bằng nitơ khô, bịt nắp bằng màng ngăn cao su, và sau đó được cho phép khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong 24 giờ. Dung dịch hữu cơ màu tím đậm thu được được rửa bằng cách bổ sung dung dịch HCl cô đặc (16g) trong H₂O (400g) và khuấy mạnh. Khi chia tách và loại bỏ pha nước, lớp hữu cơ sau đó được rửa bằng dung dịch nước natri bicarbonat 10 % trọng lượng (400mL). Lớp hữu cơ thu hồi được được sấy khô bằng magie sulfat, được lọc, và được rót vào bình quay chân không dung tích 1 lít. Phân bố trọng lượng phân tử bằng GPC được xác định là Mn bằng 3.090, Mw bằng 3960 và PDI bằng 1,28. Sau khi quay chân không trong 1 giờ ở nhiệt độ 90°C, dầu màu tím đậm được pha loãng bằng toluen khan (200g), và 4 giọt thiếc dibutyl dilaurat và isoxyanatoethylmetacrylat (12,6g, 0,081 mol) được bổ sung vào dung dịch này. Hỗn hợp phản ứng thu được được gia nhiệt đến 76°C, được rửa bằng nitơ khô, bịt

nắp bằng màng ngăn cao su, được khuấy trong 3 giờ ở nhiệt độ 76°C, sau đó khuấy qua đêm ở nhiệt độ trong phòng.

Bước 3 – Điều chế thể phân tán chứa nước của các vi hạt quang sắc

Các chất liệu sau đây được bổ sung theo thứ tự được mô tả như sau.

Mê liệu	Chất liệu	Trọng lượng (gam)
A	Nước	124,0
	dimetyletanolamin	0,72
	butyl acrylat	16,44
	etylen glycol dimetacrylat	2,40
	Sản phẩm của Bước 1	19,20
B	Sản phẩm của Bước 2	18,91
C	Nước	10,0
	amoni sulfat sắt (1 % trọng lượng trong H ₂ O)	0,16
	t-butyl hydroperoxit	0,08
D	Nước	10,0
	natri metabisulfit	0,10

Chất tiền nhũ tương được điều chế trước tiên bằng cách lắc bình chứa chứa Mê liệu A và sau đó khuấy nó trong cốc thủy tinh. Chất tiền nhũ tương được tái tuần hoàn thông qua Microfluidizer® M110T ở áp suất 55.158 kPa trong khi Mê liệu B được bổ sung vào. Microfluidizer® M110T được bán trên thị trường bởi Microfluidics™ division của MFIC Corporation, Newton, MA. Quy trình tái tuần hoàn được tiếp tục cho đến khi nhiệt độ nhũ tương đạt 60°C, sau đó nước làm mát và đã được bổ sung vào bể chứa dung dịch bên ngoài để làm mát nhũ tương tuần hoàn đến nhiệt độ nhỏ hơn 30°C. Mê liệu C được bổ sung nhanh chóng dưới dạng hỗn hợp và sau đó Mê liệu D được bổ sung từng giọt dưới dạng hỗn hợp trong khoảng thời gian 10 phút. Cuối cùng, thể phân tán màu tím đục được bơm vào bình quay chân không dung tích 1 lít.

Bước 4 - Điều chế thể phân tán không có nước (Non-Aqueous Dispersion: NAD) của các vi hạt quang sắc

Propylen glycol (160g) được bổ sung vào bình quay chân không dung tích 1 lít chứa 2 mê nhũ tương nước của sản phẩm của Bước 3 (17,3 % trọng lượng các chất rắn): Hỗn hợp được quay chân không ở nhiệt độ 45°C và áp suất <10 mm Hg cho đến khi trọng lượng không đổi thu được trong khoảng 4 giờ. Hàm lượng phần trăm các chất rắn thu được là 32%.

Bước 5 - Chuyển hóa nhóm chức bề mặt axit thành diol

Sản phẩm của Bước 4 (110g) và 50% trọng lượng dung dịch chứa 2,3-epoxy-1-propanol trong toluen (1,6g) được bổ sung vào bình 3 cổ dung tích 2 lít được trang bị cặp nhiệt điện với lỗ rót nitơ, bình ngưng và bộ khuấy. Với điều kiện khuấy và dòng nitơ dương nhẹ, hỗn hợp được gia nhiệt đến 70°C và được khuấy trong 3,5 giờ, tại thời điểm đó trị số axit giảm từ 5,4 xuống còn 1,1. Dung dịch sau đó được quay chân không trong 30 phút ở áp suất 30mm Hg và nhiệt độ 55°C và sau đó 30 phút ở áp suất 2mm Hg và nhiệt độ 55°C. Hàm lượng các chất rắn cuối được xác định là 29,4% bằng cách sử dụng quy trình đã được mô tả trừ việc sau 1 giờ gia nhiệt trong lò ở nhiệt độ 110°C.

Ví dụ 2

Bước 1-Điều chế tiền polyme uretan ưa nước

Các vật liệu sau đây được bổ sung theo thứ tự được mô tả vào bình phản ứng được trang bị phù hợp.

Mê liệu	Chất liệu	Trọng lượng (gam)
A	2,2- axit dimetylolpropionic	6,7
	hydroxytoluen được butylat hóa	0,1
	triphenyl phosphit	0,1
	thiếc dibutyl dilaurat	0,1
	N-metyl pyrrolidinon	6,7
B	SR495B ⁽¹⁾	34,4
C	DESMODUR® N3600 ⁽²⁾	54,78
	Toluen	50,3
D	dietanolamin	10,5
	Toluen	14,19

- (1) Được báo cáo là caprolacton acrylat được bán trên thị trường bởi Sartomer Company, Inc.
- (2) Được báo cáo là nhựa polyisoxyanat béo đa chức được bán trên thị trường bởi Bayer Materials Science LLC.

Mẻ liệu A được khuấy trong bình ở nhiệt độ 55°C và trở thành dung dịch mờ đục. Mẻ liệu B được bổ sung và hỗn hợp được duy trì ở nhiệt độ 55°C. Mẻ liệu C được bổ sung trong thời gian 15 phút và hỗn hợp thu được được giữ ở nhiệt độ 55°C trong 1 giờ sau đó 3 giờ ở nhiệt độ 60°C. Dung dịch gia nhiệt được loại bỏ và Mẻ liệu D được bổ sung vào. Sản phẩm cuối là dung dịch nhớt trong suốt.

Bước 2 – Điều chế tiền polyme uretan kỵ nước

Các vật liệu sau đây được bổ sung theo thứ tự được mô tả vào bình phản ứng được trang bị thích hợp.

Mẻ liệu	Chất liệu	Trọng lượng (gam)
A	Toluen	112
B	DDI® 1410 diisoxyanat ⁽³⁾	65,45
	hydroxytoluen được butylat hóa	0,1573
	thiếc dibutyl dilaurat	0,1577
C	Quang sắc A ⁽⁴⁾	30,0
D	Toluen	10,7
E	SR495B ⁽¹⁾	64,51

(3) Được báo cáo là diisoxyanat béo được bán trên thị trường bởi Cognis.

(4) Quang sắc A là 3,3-di(4-metoxypheyl)-6,11,13-trimetyl-13-(2-(2-(2-hydroxyetoxy)etoxy)etoxy)-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran.

Mẻ liệu A được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị thích hợp. Mẻ liệu B được bổ sung và hỗn hợp được khuấy và được gia nhiệt đến nhiệt độ 90°C. Sau khi đạt 90°C, Mẻ liệu C được bổ sung thông qua phễu bổ sung và Mẻ liệu D được sử dụng để rửa phễu bổ sung. Sau khi hoàn tất việc bổ sung, hỗn hợp thu được được duy trì ở nhiệt độ 90°C trong 1,5 giờ. Hỗn hợp được làm mát đến nhiệt độ 80°C. Mẻ liệu E được bổ sung bằng cách sục khí vào hỗn hợp thông qua cột hình tháp. Hỗn hợp thu được được gia nhiệt đến nhiệt độ 80°C trong giờ. Sau khi làm mát, sản phẩm cuối được chuyển vào bình thủy tinh.

Bước 3 – Điều chế thể phân tán không có nước

Các vật liệu sau đây được bổ sung theo thứ tự được mô tả như sau.

Mê liệu	Chất liệu	Trọng lượng (gam)
A	Sản phẩm của Bước 1	18,8
	Butylacrylat	14,8
	dimetyletanolamin	0,33
	Nước	118,0
	Sản phẩm của Bước 2	18,4
	Toluen	8,8
B	Nước	12,0
	amoni sulfat sắt (1 phần trăm trọng lượng dung dịch nước)	0,16
	t-butylhydroperoxit	0,08
C	Nước	20
	natri metabisulfit	0,10
D	propylen glycol	80,0

Chất tiền nhũ tương được điều chế bằng cách khuấy Mê liệu A trong cốc thủy tinh. Chất tiền nhũ tương này được khuấy âm ở nhiệt độ trong phòng trong 10 phút. Chất tiền nhũ tương được tuần hoàn ba lần thông qua Microfluidizer® M-110P ở áp suất 86.184 kPA. Microfluidizer® M-110P được bán trên thị trường bởi Microfluidics™ division của MFIC Corporation, Newton, MA. Nhiệt độ thu được của chất tiền nhũ tương là khoảng 20-27°C. Mê liệu B được bổ sung sau đó bổ sung Mê liệu C trong thời gian 10 phút. Thử phân tán màu tím đục thu được được chuyển vào bình quay chân không và Mê liệu D được bổ sung. Thử phân tán thu được được làm bay hơi cho đến khi không còn thu được nước và trọng lượng không đổi thu được. Phần trăm chất rắn được xác định bằng 26%. Một mẫu thử phân tán không có nước (20g) được lưu giữ để so sánh.

Bước 4 – Chức hóa hóa học thử phân tán không có nước

Phần A – Điều chế chất khơi mào quy trình polyme hóa gốc chuyển hóa nguyên tử (ATRP)

Dung dịch chứa glycidol (10g, 0,135mol), pyridin (11g, 0,139mol), và clorofom (15ml) được bổ sung vào bình chứa thích hợp và được làm lạnh đến 0°C. 2-Bromo-2-metylpropanoyl bromua (28g, 0,13mol) trong clorofom (30ml) được bổ sung

từng giọt trong thời gian 15 phút dưới khí quyển khí nitơ. Dung dịch phản ứng được khuấy ở nhiệt độ trong phòng trong 14 giờ. Dung dịch được rửa ba lần bằng HCl 5 % trọng lượng trong nước. Pha hữu cơ được tách, được sấy khô trên magie sulfat, và clorofom được loại bỏ bằng cách làm bay hơi. Sản phẩm thu được là dầu sạch và có màu vàng nhẹ (26,1g). Phổ NMR cho thấy sản phẩm có cấu trúc phù hợp với oxiran-2-ylmethyl 2-bromo-2-methylpropanoat.

Phần B – Chức hóa bề mặt của thể phân tán không có nước

Bình chứa sản phẩm của Bước 3 (49g) được pha loãng bằng 25g propan-diol và được đặt dưới áp suất giảm trong 3 giờ ở nhiệt độ 55°C để loại bỏ tiếp nước. Oxiran-2-ylmethyl 2-bromo-2-methylpropanoat (0,406g) từ Phần A được bổ sung vào bình. Phản ứng thu được được khuấy ở nhiệt độ 70°C trong 2 giờ dưới nitơ trong bể chứa dầu, sau đó ở nhiệt độ 50°C trong 1 ngày.

Phần C – Polyme hóa bề mặt của thể phân tán không có nước

Sản phẩm của Phần B (27,0g) được pha loãng bằng metoxy-propanol (110ml) và isopropanol (65ml) và được trộn trong điều kiện khuấy. CuCl₂ (0,0025mg), 2,2-dipyridyl (0,03g), và n-(butoxymethyl)metacrylamit (3,0g) được bổ sung và được khử khí bằng nitơ sục trong 30 phút. Axit ascorbic (0,041g) được bổ sung và dung dịch được khuấy qua đêm ở nhiệt độ trong phòng dưới nitơ. Mẫu được cho tiếp xúc với oxy bằng cách sục khí và alumin (20g) được bổ sung. Mẫu được lọc qua nút alumin và được đặt dưới áp suất giảm để loại bỏ isopropanol và metoxy-propanol. Quy trình polyme hóa được xác nhận bằng cách theo dõi GPC của mẫu. Phần trăm chất rắn bằng 36,6%.

Ví dụ 3

Bước 1 – Điều chế tiền polyme uretan ưa nước

Các vật liệu sau đây được bổ sung theo thứ tự được mô tả vào bình phản ứng được trang bị thích hợp như bình đáy tròn bốn cổ được trang bị que đo nhiệt độ điện tử, máy khuấy cơ học, bình ngưng, và vỏ gia nhiệt

Mê liệu	Chất liệu	Trọng lượng (gam)
A	2,2- axit dimethylolpropionic	100,6
	hydroxytoluen được butylat hóa	0,9
	triphenyl phosphit	0,9
	thiếc dibutyl dilaurat	0,9

	N-metyl pyrrolidinon	120,0
B	SR495B ⁽¹⁾	258,3
C	dixyclohexylmetandiisoxyanat	393,0
D	Toluen	376,0
	dietanolamin	78,9
	Toluen	78,9

Mẻ liệu A được khuấy trong bình ở nhiệt độ 100°C cho đến khi tất cả các chất rắn được hòa tan. Mẻ liệu B được bổ sung và hỗn hợp được gia nhiệt lại đến nhiệt độ 80°C. Mẻ liệu C được bổ sung trong thời gian 15 phút và hỗn hợp thu được được giữ ở nhiệt độ 80°C trong 3 giờ và được làm mát đến nhiệt độ dưới 50°C. Mẻ liệu D được bổ sung và hỗn hợp thu được được khuấy trong 30 phút khi được làm mát đến nhiệt độ trong phòng. Sản phẩm cuối là dung dịch màu vàng sạch cực nhớt.

Bước 2 – Điều chế thể phân tán không có nước

Các vật liệu sau đây được bổ sung theo thứ tự được mô tả như sau.

Mẻ liệu	Chất liệu	Trọng lượng (gam)
A	Sản phẩm của Bước 1	28,2
	Butylacrylat	22,2
	dimetyletanolamin	0,95
	Nước	188,0
	Sản phẩm của Bước 2 của Ví dụ 2	27,6
	Toluen	13,2
B	nước	12,0
	amoni sulfat sắt (1 phần trăm trọng lượng dung dịch nước)	0,24
	t-butylhydroperoxit	0,12
C	Nước	20
	natri metabisulfit	0,15
D	propylen glycol	140,0

Chất tiền nhũ tương được điều chế bằng cách khuấy Mẻ liệu A trong cốc thủy tinh. Chất tiền nhũ tương này được khuấy âm ở nhiệt độ trong phòng trong thời gian 10 phút. Chất tiền nhũ tương được tuần hoàn ba lần qua Microfluidizer® M-110P ở áp

suất 86.184 kPA. Microfluidizer® M-110P được bán trên thị trường bởi Microfluidics™ division của MFIC Corporation, Newton, MA. Nhiệt độ thu được của chất tiền nhũ tương là khoảng 20-27°C. Mẻ liệu B được bổ sung sau đó bổ sung Mẻ liệu C trong thời gian 10 phút. Thê phân tán màu tím đục thu được được chuyển vào bình quay chân không và Mẻ liệu D được bổ sung. Thê phân tán thu được được làm bay hơi cho đến khi không còn thu được nước và thu được trọng lượng không đổi. Phần trăm chất rắn được xác định bằng 27%.

Bước 3 – Chức hóa hóa học thê phân tán không có nước

Phần A – Chức hóa bề mặt thê phân tán không có nước

Oxiran-2-ylmetyl 2-bromo-2-metylpropanoat (0,676g) từ Phần A của Ví dụ 2 và dimetyletanolamin (0,150g) được bổ sung vào bình chứa sản phẩm của Bước 2 (80g). Hỗn hợp phản ứng được khuấy ở nhiệt độ 70°C trong 3 giờ dưới nitơ trong bể dầu, sau đó ở nhiệt độ 50°C trong 1 ngày.

Phần B – Polyme hóa bề mặt thê phân tán không có nước

Sản phẩm của Phần B (15,0g) được pha loãng bằng metoxy-propanol (36ml) và isopropanol (24ml) và được trộn trong điều kiện khuấy. CuCl₂ (0,0005mg), 2,2-dipyridyl (0,014g), và n-(butoxymetyl)metacrylamit (1,2g) được bổ sung và được khử khí với nitơ sục trong 30 phút. Axit ascorbic (0,015g) được bổ sung và dung dịch được khuấy qua đêm ở nhiệt độ trong phòng dưới nitơ. Mẫu được cho tiếp xúc với oxy bằng cách sục khí và alumin (20g) được bổ sung. Mẫu được lọc qua nút alumin và được đặt dưới áp suất giảm để loại bỏ isopropanol và metoxy-propanol. Quy trình polyme hóa được xác nhận bằng cách theo dõi GPC của mẫu.

Ví dụ so sánh 1 (CE-1)

Sản phẩm của Bước 4 của Ví dụ 1 được sử dụng làm CE-1.

Ví dụ so sánh 2 (CE-2)

Sản phẩm của Bước 3 của Ví dụ 2 được sử dụng làm CE-2.

Ví dụ so sánh 3 (CE-3)

Sản phẩm của Bước 2 của Ví dụ 3 được sử dụng làm CE-3.

Mục II – Điều chế chế phẩm phủ, thấu kính được phủ và thử nghiệm vật lý

Phần A - Điều chế các chế phẩm phủ Solgel của Ví dụ 1 và CE-1

Dung dịch phủ Hi-Gard®1080 (40.0g), dung dịch phủ rắn solgel có bán trên thị trường bởi PPG Industries, Inc., được bổ sung vào hai bình chứa thích hợp. Sản phẩm

ở Ví dụ 1 (58,5g) được bổ sung vào một bình chứa và CE-1 (58,5g) được bổ sung vào bình chứa khác. Sau khi bổ sung, cả hai bình chứa được lắc trong thời gian tối thiểu là 5 giây. Chất làm ổn định ánh sáng TINUVIN® 292 (1,5g), chất làm ổn định ánh sáng amin không tự do có bán trên thị trường bởi CIBA Specialty Chemicals được bổ sung vào mỗi bình chứa. Sau khi bổ sung, cả hai bình chứa được lắc trong thời gian tối thiểu là 5 giây. Các dung dịch thu được được để yên trong 30 đến 60 phút để làm mất bọt khí có thể có được tạo ra.

Phần B – Phủ các lớp phủ từ Phần A

Các thấu kính phẳng polycarbonat Gentex® được phủ bằng PDQ® có đường kính của 76 milimet được xử lý bằng plasma oxy ở tốc độ dòng là 100 mililit (mL) mỗi phút oxy ở điện năng 120 oát trong ba phút. Mỗi thấu kính được phủ hai lần bằng lớp phủ quang sắc theo thứ tự để thu được màng thích hợp. Cả hai lớp phủ đều bằng các dung dịch chứa sản phẩm ở ví dụ 1 và CE-1 thông qua quy trình phủ quay. Mỗi lớp phủ được sử dụng khoảng 1-2ml dung dịch. Đối với lớp phủ thứ nhất, thấu kính được quay ở tốc độ 644 vòng/phút trong 8 giây. Các thấu kính được phủ sau đó được sấy khô nhanh ở nhiệt độ 80°C trong 10 phút. Lớp phủ thứ hai mỏng hơn sau đó được bôi bằng cách làm phân tán và quay ở tốc độ 1670 vòng/phút trong 8 giây. Quy trình sấy khô nhanh khác ở nhiệt độ 80°C trong 10 phút được thực hiện. Thấu kính sau đó được phủ lớp cuối bằng dung dịch phủ Hi -Gard®1080 bằng cách làm phân tán 1-2ml dung dịch và quay ở tốc độ 1067 vòng/phút trong 8 giây. Sau đó, các thấu kính được phủ đã được sấy khô nhanh được hóa rắn ở nhiệt độ 120°C trong 3 giờ. Mỗi thấu kính thu được có lớp phủ của các dung dịch từ Phần A có độ dày bằng khoảng 22 micromet.

Phần C – Thử nghiệm tính ổn định của dung dịch phủ của Phần A

Các dung dịch phủ của Phần A được lưu giữ ở nhiệt độ trong phòng và được đánh giá về ngoại quan. Ngay sau quy trình điều chế các lớp phủ, cả hai được thấy là sẽ có độ nhót bằng nhau và không được tạo gel, nghĩa là, không nhìn thấy các hạt chất rắn nhỏ trong chất lỏng. Sau 4 ngày, dung dịch phủ chứa CE-1 trở nên nhót hơn trong khi dung dịch phủ của Ví dụ 1 không thay đổi. Sau 5 ngày, dung dịch phủ chứa CE-1 trở nên được tạo gel trong khi dung dịch phủ của Ví dụ 1 không thay đổi. Sau 8 ngày, dung dịch phủ chứa CE-1 vẫn được tạo gel trong khi dung dịch phủ của Ví dụ 1 không thay đổi.

Phần D – Điều chế các lớp phủ melamin với các sản phẩm ở ví dụ 2-3 và CE-2 và CE-3

Các vật liệu sau đây được liệt kê theo khối lượng gam được bổ sung theo thứ tự được liệt kê vào bình thủy tinh kích cỡ 0,028kg chất lỏng được trộn thích hợp sau mỗi lần bổ sung vật liệu phân tán đồng đều. Sau khi hoàn tất việc bổ sung, mỗi hỗn hợp được lẫn trong thời gian tối thiểu là 4 giờ ở mặt cao nhất đặt trên trục đỉnh giá Wheaton ở nhiệt độ trong phòng.

Các chất liệu	Lớp phủ của Ví dụ 2	Lớp phủ của CE-2	Lớp phủ của Ví dụ 3	Lớp phủ của CE-3
Ví dụ 2	7,0137	---	---	---
CE-2	---	7,3141	---	---
Ví dụ 3	---	---	7,9273	---
CE-3	---	---	---	7,7530
SIU9055.0 ⁽⁶⁾	0,3549	0,2831	0,2851	0,2900
Nhựa CYMEL [®] 327 ⁽⁷⁾	2,5734	2,1023	2,0733	2,0951
TINUVIN [®] 292 ⁽⁸⁾	0,0547	0,0586	0,0485	0,0526
1-metyl-2-pyrrolidinon	---	0,3188	0,3155	0,3024

(6) Được báo cáo là ureidopropyltriethoxysilan được bán trên thị trường bởi Gelest.

(7) Được báo cáo là melamin formaldehyt được bán trên thị trường bởi Cytec.

(8) Được báo cáo là chất làm ổn định ánh sáng amin không tự do được bán trên thị trường bởi Ciba Specialty Chemicals.

Phần E – Phủ các lớp phủ từ Phần D

Các thấu kính phẳng polycarbonat Gentex[®] được phủ bằng PDQ[®] có đường kính 76 milimet được sử dụng như được cung cấp. Các thấu kính được xử lý bằng plasma oxy ở tốc độ dòng là 100 mililit (mL) mỗi phút oxy ở điện năng 100 oát trong một phút. Các thấu kính được phủ bằng các dung dịch của các ví dụ 2-3 và CE-2 & CE-3 thông qua quy trình phủ quay. Khoảng 1-2ml của dung dịch của mỗi ví dụ được phân tán lên trên thấu kính và thấu kính được quay ở tốc độ 765 vòng/phút trong 8 giây. Các thấu kính được phủ được hóa rắn trong lò không khí cưỡng bức thông qua chu trình hóa rắn như sau: 80°C trong 5 phút và 140°C trong 1 giờ và được làm mát đến nhiệt độ trong phòng. Các thấu kính được phủ được xử lý lần nữa bằng plasma oxy như được mô tả trên đây và được phủ bằng dung dịch phủ HI-GARD[®]1080, lớp phủ rắn solgel tạo ra dung dịch phủ có bán trên thị trường bởi PPG Industries, Inc., thông qua quy trình phủ quay. Khoảng 1-2ml HI-GARD 1080 được phân tán lên trên

thấu kính và thấu kính được quay ở tốc độ 1067 vòng/phút trong 8 giây. Sau đó, các thấu kính được phủ bằng dung dịch phủ HI-GARD®1080 được hóa rắn ở nhiệt độ 120°C trong 3 giờ.

Phần F – Thử nghiệm vật lý

Các thấu kính được phủ được điều chế trong Phần E được thử nghiệm về độ mờ Haze. Thử nghiệm độ mờ được thực hiện bằng cách xác định phần trăm độ mờ ban đầu của các thấu kính được điều chế trong Phần E và phần trăm độ mờ thứ cấp sau khi các thấu kính được nhúng vào nước sôi được khử ion trong 30 phút. Sau khi được nhúng trong nước sôi, các thấu kính được lau khô và được cho làm mát đến nhiệt độ trong phòng trước khi thử nghiệm. Độ mờ được đo bằng cách sử dụng công cụ Hunter Lab UltraScan XE. Lượng phần trăm độ mờ thấp hơn được chỉ ra bằng con số thấp hơn là kết quả được mong muốn.

Ví dụ #	% độ mờ ban đầu	% độ mờ thứ cấp
2	0,38	0,52
CE-2	1,06	30,18
3	0,34	1,53
CE-3	0,48	9,29

Mục III – Thử nghiệm hiệu suất quang sắc

Hiệu suất quang sắc của các thấu kính được phủ được liệt kê trong bảng dưới đây được xác định như sau. Các thấu kính được phủ được điều chế trong mục II được thử nghiệm về phản ứng quang sắc trên giá quang học Giá đo quang sắc (Bench for Measuring Photochromics: BMP) sản xuất bởi Essilor, Ltd. France. Giá quang học được giữ ở nhiệt độ không đổi là 23°C (73.4°F) trong suốt thử nghiệm.

Trước khi thử nghiệm trên giá quang học, mỗi thấu kính được phủ được cho tiếp xúc với ánh sáng cực tím 365-nanomet trong khoảng 10 phút ở khoảng cách khoảng 14 centimet để kích hoạt các vật liệu vật liệu quang sắc. Độ rọi bức xạ UVA (315 đến 380nm) ở thấu kính được đo bằng phổ kế bức xạ Licor Model Li-1800 và được thấy bằng 22,2 oát trên mét vuông. Thấu kính sau đó được đặt dưới đèn halogen 500 oát cường độ cao trong khoảng 10 phút ở khoảng cách khoảng 36 centimet để làm mất màu (không hoạt hóa) các vật liệu vật liệu quang sắc. Độ rọi ở thấu kính được đo bằng phổ kế bức xạ Licor và được thấy bằng 21,4 Klux. Các thấu kính sau đó được giữ ở môi trường tối ở nhiệt độ trong phòng (từ 21°C đến 24°C, hoặc 70°F đến 75°F) trong

ít nhất 1 giờ trước khi thử nghiệm trên giá quang học. Trước khi đo trên giá quang học, các thấu kính được đo về độ thu bức xạ cực tím ở 390 và 405nm.

Giá quang học BMP được trang bị hai đèn hồ quang 150 oát ORIEL® Model #66057 Xenon ở các góc phải với nhau. Đường truyền sáng từ Đèn 1 được dẫn hướng qua bộ lọc thông dải 3mm SCHOTT® KG-2 và các bộ lọc độ đen trung tính thích hợp mà góp phần vào mức độ UV cần thiết và độ rọi bức xạ ánh sáng một phần nhìn thấy. Đường truyền sáng từ Đèn 2 được dẫn hướng qua bộ lọc thông dải 3 mm SCHOTT® KG-2, bộ lọc ngắn 400nm dải ngắn SCHOTT® và các bộ lọc độ đen trung tính thích hợp theo thứ tự để tạo ra độ rọi ánh sáng nhìn thấy bổ sung. Bộ tách tia màu chấm tròn kích thước 5,1 cm x 5,1 cm 50%, ở 45° đến mỗi đèn được sử dụng để trộn hai tia. Sự kết hợp các bộ lọc độ đen trung tính và kiểm soát điện thế của đèn hồ quang Xenon được sử dụng để điều chỉnh cường độ của độ rọi bức xạ. Phần mềm độc quyền được sử dụng trên BMP để kiểm soát thời gian, độ rọi bức xạ, tế bào khí và nhiệt độ mẫu, lá chắn sáng, lựa chọn bộ lọc và đo phản ứng. Phổ quang kế ZEISS®, Model MCS 501, với các cáp sợi quang để phát tán ánh sáng thông qua thấu kính được sử dụng để đo phản ứng và màu sắc. Các phép đo phản ứng được thực hiện đối với các thấu kính chứa Quang sắc A nằm trong khoảng 565 đến 570nm.

Công suất đầu ra của giá quang học, nghĩa là, liều lượng ánh sáng mà thấu kính được cho tiếp xúc, được điều chỉnh đến 6,7 oát trên mét vuông (W/m^2) UVA, được lấy tích phân từ 315-380nm và độ rọi 50 Klux và được lấy tích phân từ 380-780nm. Phép đo công suất đầu ra được thực hiện bằng cách sử dụng khúc xạ kế và phần mềm được chứa trong BMP.

Các phép đo phản ứng, liên quan tới sự thay đổi trong mật độ quang (ΔOD) từ trạng thái không hoạt hóa hoặc mất màu đến trạng thái hoạt hóa hoặc có màu được xác định bằng cách thiết lập độ truyền qua không hoạt hóa ban đầu, mở ra lá chắn sáng từ (các) đèn Xenon và đo đặc độ truyền qua thông qua việc kích hoạt ở các khoảng thời gian được chọn. Sự thay đổi trong mật độ quang được xác định theo công thức: $\Delta\text{OD} = \log_{10}(\%T_b/\%T_a)$, trong đó $\%T_b$ là phần trăm độ truyền qua trong trạng thái mất màu, $\%T_a$ là phần trăm độ truyền qua trong trạng thái hoạt hóa.

Các kết quả của thử nghiệm này được trình bày dưới đây, trong đó các trị số chu kỳ bán hủy mất màu thứ nhất ("T1/2"), là các khoảng thời gian theo giây cho ΔOD của dạng hoạt hóa của các vật liệu vật liệu quang sắc trong các lớp phủ để đạt một nửa

của mười lăm phút ΔOD ở 23°C (73.4°F), sau khi loại bỏ nguồn sáng hoạt hóa. Trị số chu kỳ bán hủy mất màu thứ hai (“ $2T_{1/2}$ ”) là khoảng thời gian theo giây cho ΔOD của dạng hoạt hóa của các vật liệu vật liệu quang sắc trong các lớp phủ để đạt một phần tư của mười lăm phút ΔOD ở 23°C (73.4°F), sau khi loại bỏ nguồn sáng hoạt hóa. Trị số chu kỳ bán hủy thứ ba (“ $3T_{1/2}$ ”) là khoảng thời gian theo giây cho ΔOD của dạng hoạt hóa của các vật liệu vật liệu quang sắc trong lớp phủ để đạt một phần tám của mười lăm phút ΔOD ở 23°C (73.4°F), sau khi loại bỏ nguồn sáng hoạt hóa.

Thấu kính được phủ bằng sản phẩm ở Ví dụ #	Chu kỳ bán hủy mất màu thứ nhất (giây)	Chu kỳ bán hủy mất màu thứ hai (giây)	Chu kỳ bán hủy mất màu thứ ba (giây)
1	52	118	232
CE-1	51	114	226
2	79	250	1813
CE-2	42	100	267
3	41	94	214
CE-3	39	87	177

Sáng chế đã được mô tả dựa trên các chi tiết cụ thể của các phương án cụ thể của chúng. Không được dự định là các chi tiết này sẽ được xem là giới hạn phạm vi của sáng chế trừ trong phạm vi mà chúng được bao gồm trong bộ yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất thể phân tán không có nước chứa các vi hạt cảm quang, phương pháp này bao gồm các bước:

a) điều chế thể phân tán trong nước chứa vật liệu cảm quang và thành phần polyme hóa được, trong đó thành phần polyme hóa được này bao gồm ít nhất một nhóm chức ưa nước và ít nhất một nhóm chức kỵ nước;

b) cho thể phân tán thu được ở bước a) chịu các điều kiện đủ để tạo ra các vi hạt;

c) polyme hóa ít nhất một phần thành phần polyme hóa được nêu trên;

d) kết hợp thể phân tán thu được với pha hữu cơ liên tục bao gồm dung môi hữu cơ;

e) loại bỏ nước khỏi thể phân tán này sao cho hàm lượng nước cuối của thể phân tán không có nước nhỏ hơn 30 phần trăm theo trọng lượng, trong đó bước e) được thực hiện trước hoặc sau bước d); và

f) cho các nhóm chức axit bất kỳ trong các vi hạt phản ứng với ít nhất một nguyên liệu phản ứng.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy, ít nhất một nhóm chức thiocarbonylthio, ít nhất một nhóm chức alkoxyamin và/hoặc ít nhất một nhóm chức halogenua.

3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức hydroxyl và bao gồm 2,3-epoxy-1-propanol (glycidol).

4. Phương pháp theo điểm 2, trong đó nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức halogenua.

5. Phương pháp theo điểm 4, trong đó nguyên liệu phản ứng bao gồm sản phẩm phản ứng của (1) hợp chất chứa nhóm chức epoxy với ít nhất một nhóm hydro hoạt tính có khả năng phản ứng với axit halogenua hoặc este alkyl và (2) hợp chất có ít nhất một nhóm chức halogenua chứa nhóm chức axit halogenua hoặc este alkyl.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó nguyên liệu phản ứng bao gồm sản phẩm phản ứng của (1) 2,3-epoxy-1-propanol (glycidol) và (2) 2-bromo-2-metylpropanoyl bromua.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung môi hữu cơ là dung môi phân cực bao gồm rượu, diol, glycol, ete, amit, nitril, este, keton và/hoặc lactam.
8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nhóm chức ura nước được tạo ra từ monome gần như ura nước và nhóm chức kỵ nước được tạo ra từ monome gần như kỵ nước.
9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó monome gần như ura nước được điều chế từ triisoxyanat và/hoặc diol chứa nhóm chức polycarbonat được điều chế từ phản ứng của 1,6-hexandiol với phosgen hoặc dimetyl carbonat.
10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thành phần polyme hóa được còn bao gồm ít nhất một vật liệu copolyme hóa được khác với monome gần như ura nước hoặc monome gần như kỵ nước.
11. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước b) bao gồm việc cho thể phân tán thu được ở bước a) chịu các điều kiện ứng suất cắt cao.
12. Phương pháp sản xuất thể phân tán không có nước chứa các vi hạt cảm quang, phương pháp này bao gồm các bước:
 - a) điều chế thể phân tán trong nước chứa thành phần tiền polyme gần như ura nước;
 - b) điều chế thể phân tán trong nước chứa thành phần tiền polyme gần như kỵ nước, trong đó thể phân tán thu được ở bước a) và/hoặc bước b) còn bao gồm vật liệu cảm quang;
 - c) kết hợp các thể phân tán thu được ở bước a) và bước b) để tạo ra hỗn hợp và cho hỗn hợp này chịu các điều kiện đủ để tạo ra các vi hạt;
 - d) polyme hóa các thành phần tiền polyme có trong hỗn hợp nêu trên;
 - e) kết hợp hỗn hợp thu được với pha hữu cơ liên tục bao gồm dung môi hữu cơ;
 - f) loại bỏ nước khỏi hỗn hợp thu được sao cho hàm lượng nước cuối nhỏ hơn 30 phần trăm theo trọng lượng; trong đó bước f) được thực hiện trước hoặc sau bước e); và
 - g) cho các nhóm chức axit bất kỳ có trong các vi hạt phản ứng với nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy.
13. Phương pháp theo điểm 12, trong đó nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức hydroxyl, ít nhất một nhóm chức thiocarbonylthio, ít nhất một nhóm chức alkoxylamin hoặc ít nhất một nhóm chức halogenua.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức hydroxyl và bao gồm 2,3-epoxy-1-propanol (glycidol).
15. Phương pháp theo điểm 13, trong đó nguyên liệu phản ứng có ít nhất một nhóm chức epoxy và ít nhất một nhóm chức halogenua.
16. Phương pháp theo điểm 15, trong đó nguyên liệu phản ứng bao gồm sản phẩm phản ứng của (1) hợp chất chứa nhóm chức epoxy với ít nhất một nhóm hydro hoạt tính có khả năng phản ứng với axit halogenua hoặc este alkyl và (2) hợp chất chứa nhóm chức axit halogenua hoặc este alkyl có ít nhất một nhóm chức halogenua.
17. Phương pháp theo điểm 16, trong đó nguyên liệu phản ứng bao gồm sản phẩm phản ứng của (1) 2,3-epoxy-1-propanol (glycidol) và (2) 2-bromo-2-metylpropanoyl bromua.
18. Phương pháp theo điểm 12, trong đó vật liệu cảm quang là vật liệu quang sắc hữu cơ có ít nhất một nhóm chức polyme hóa được với thành phần tiền polyme thu được ở bước a) và/hoặc bước b).
19. Phương pháp theo điểm 12, trong đó bước c) bao gồm việc cho hỗn hợp chịu các điều kiện ứng suất cắt cao.
20. Phương pháp theo điểm 12, trong đó vật liệu cảm quang được chọn từ vật liệu huỳnh quang, vật liệu lân quang, vật liệu quang học phi tuyến tính, vật liệu quang sắc hoặc các hỗn hợp của chúng.
21. Phương pháp theo điểm 12, trong đó dung môi hữu cơ là dung môi phân cực bao gồm rượu, diol, glycol, ete, amit, nitril, este, keton và/hoặc lactam.
22. Phương pháp theo điểm 12, trong đó thành phần polyme hóa được còn bao gồm ít nhất một vật liệu copolyme hóa được khác với monome gần như ưa nước hoặc monome gần như kỵ nước.