



(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) 
1-0022671

(51)⁷ **H01L 51/00, C09K 11/00, C09D 5/22**

(13) **B**

(21) 1-2018-05307

(22) 28.11.2018

(45) 27.01.2020 382

(43) 27.05.2019 374

(73) **CÔNG TY CỔ PHẦN TEMRADAR (VN)**

40 Phạm Ngọc Thạch, phường 6, quận 3, thành phố Hồ Chí Minh

(72) **Nguyễn Trần Hà (VN)**

(54) **PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO VẬT LIỆU POLYME PHÁT SÁNG TRÊN NỀN VẬT LIỆU POLYME NHIỆT RẮN**

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp chế tạo vật liệu polyme phát sáng trên nền vật liệu polyme nhiệt rắn, phương pháp này bao gồm các công đoạn: a) biến tính vật liệu rắn lân quang nhằm tăng khả năng phát sáng và thời gian lưu sáng; b) phối trộn các loại polyme nhiệt rắn tạo hệ đồng nhất có tính chiết suất quang học cao; c) phối trộn bột lân quang được biến tính với hỗn hợp polyme nhiệt rắn; và d) thực hiện quá trình polyme hóa đóng rắn cho hỗn hợp polyme - bột lân quang. Việc sử dụng bột phát sáng được biến tính và polyme nhiệt rắn được biến tính giúp tạo thành một hệ vật liệu phát sáng đồng nhất có thời gian lưu sáng lâu và cường độ phát sáng cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp chế tạo vật liệu polyme phát quang trên nền vật liệu polyme (nhựa) nhiệt rắn có tính chiết suất quang học cao ứng dụng làm vật liệu phát quang cho các bảng báo phát sáng trong điều kiện không ánh sáng sau khi hấp thụ năng lượng bức xạ ngoài trời.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hiện tại vật liệu phát sáng polyme được nhiều nước nghiên cứu và phát triển vì một số ưu điểm như sau:

- + khả năng phát sáng sau khi nhận năng lượng kích thích từ năng lượng mặt trời;
- + thời gian phát sáng cho phép người sử dụng trong thời gian 3-6 tiếng;
- + là thiết bị sơ tán, ví dụ, biển báo chỉ dẫn phát lân quang có độ sáng cao được thiết lập với tiêu chí chứng nhận khắt khe phù hợp với hệ thống kiểm định tại Trung tâm Thiết bị cháy và An toàn của nhiều quốc gia trên thế giới.

Hiện tại polyme lân quang được ứng dụng trong các nền vật liệu như sau:

- Sơn lân quang:

Bảng 1. Các loại sơn lân quang

Loại sơn	Phương pháp gia công	Cường độ phát sáng
a) <i>Acrylic</i>	Sơn quét, phun	< 100 mcd/m ²
b) <i>Sơn Polyuretan</i>	Sơn quét, Phun	< 100 mcd/m ²
c) <i>Sơn alkyd</i>	Sơn quét, phun	< 100 mcd/m ²

- Nhựa nhiệt dẻo (thermal plastic):

Bảng 2. Các loại nhựa nhiệt dẻo lân quang

Loại sơn	Phương pháp gia công	Cường độ phát sáng
a) <i>Polyethylene (PE)</i>	Ép phun, đùn thổi	$< 50 \text{ mcd/m}^2$
b) <i>Polypropylene (PP)</i>	Ép phun, đùn thổi	$< 50 \text{ mcd/m}^2$
c) <i>Polyvinyl chloride</i>	Ép phun, đùn thổi	$< 50 \text{ mcd/m}^2$

- Nhựa nhiệt rắn (thermoset resin):

Bảng 3. Các loại nhựa nhiệt rắn lân quang

Loại sơn	Phương pháp gia công	Cường độ phát sáng
a) <i>Polyurethane</i>	Ép phun, đúc áp lực	$< 200 \text{ mcd/m}^2$
b) <i>Polyester</i>	Ép phun, đúc áp lực	$< 200 \text{ mcd/m}^2$
c) <i>Cao su silicon</i>	Ép phun, đùn thổi	$< 200 \text{ mcd/m}^2$

Sáng chế của Mỹ số văn bằng US 5,607,621 A mô tả vật liệu nhựa tổng hợp bao gồm khoảng 5-20% khối lượng của chất lân quang aluminat phot pho (aluminate phosphors) để chế tạo vật liệu polyme phát sáng lân quang.

Sáng chế của Mỹ số văn bằng US 5,976,411 A mô tả nhựa nhiệt dẻo hoặc nhiệt rắn và bột lân quang được tạo ra bằng phương pháp đùn. Sáng chế này sử dụng nhựa nhiệt dẻo và nhựa nhiệt rắn với hàm lượng chất lân quang sử dụng trong hỗn hợp nhựa từ 1% đến 50% khối lượng của hỗn hợp và phụ gia thêm vào hỗn hợp nhựa từ 0,001% đến 20%. Sáng chế chỉ ra polycarbonat (polycarbonate) được đề cập là phù hợp nhất cho việc tạo ra vật liệu polyme phát sáng.

Sáng chế của Mỹ số văn bằng US 6,375,864 B1, mô tả về thành phần và phương pháp chế tạo vật liệu polyme phát sáng được tạo ra trên cơ sở bột lân quang và nhựa tổng hợp bằng cách hòa tan chất màu phát sáng trong nhựa tổng hợp.

Đơn sáng chế Nhật Bản (với số công bố JP2000-034 414 A), mô tả polyme dạng nửa trong suốt chứa 1-4% khối lượng của chất lân quang. Tài liệu sáng chế này cho rằng thông thường việc sử dụng bột lân quang với kích thước hạt khác nhau từ 10-100 micromet và kích thước hạt trung bình là 10-20 micromet. Sáng chế đã chỉ ra mối tương quan giữa kích thước hạt cho quá trình duy trì tính chất phát sáng và tính chất trong suốt của vật liệu. Với sự kết hợp chất lân quang trong mô tả sáng chế cho nền nhựa polycarbonat, các tính chất vật lý cần thiết của polycarbonat bị mất. Nguyên nhân do hạt lân quang aluminat cứng và gây ra sự xoắn trong quá trình gia công bằng phương pháp đùn.

Tóm lại, trong tất cả các sáng chế đối chứng và tình trạng đã biết, vật liệu polyme phát sáng có cường độ chiếu sáng thấp hơn 200 mcd/m^2 sau khi hoạt động 60 phút chiếu xạ. Như vậy, cần tạo ra vật liệu polyme phát sáng với cường độ chiếu sáng phải lớn hơn 200 mcd/m^2 trong thời gian 60 phút chiếu xạ.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến việc chế tạo vật liệu polyme nhiệt rắn phát quang từ nền nhựa nhiệt rắn. Sáng chế còn đề cập đến việc phối trộn các loại hỗn hợp nhựa bằng các phản ứng hóa học để tạo thành một hỗn hợp nhựa đồng nhất có tính chiết suất quang học cao.

Đặc biệt, sáng chế đề cập đến phương pháp biến tính vật liệu rắn lân quang nhằm tăng khả năng phát sáng và thời gian lưu sáng.

Điểm khác biệt của sáng chế trong việc chế tạo vật liệu polyme nhiệt rắn phát sáng là sử dụng bột phát sáng được biến tính và polyme nhiệt rắn được biến tính nhằm tạo thành một hệ vật liệu phát sáng đồng nhất có thời gian lưu sáng lâu từ 8-12 tiếng, và cường độ phát sáng cao (sau 60 phút chiếu xạ, cường độ sáng (I) của vật liệu là: $I > 200 \text{ mcd/m}^2$).

Sáng chế đề xuất phương pháp chế tạo vật liệu polyme (polymer) phát sáng trên nền vật liệu polyme nhiệt rắn bao gồm các công đoạn:

a) biến tính vật liệu rắn lân quang nhằm tăng khả năng phát sáng và thời gian lưu sáng;

b) phối trộn các loại polyme nhiệt rắn tạo ra hỗn hợp polyme nhiệt rắn đồng nhất có tính chiết suất quang học cao;

c) phối trộn bột lân quang được biến tính với hỗn hợp polyme nhiệt rắn, công đoạn này bao gồm: trộn hỗn hợp polyme nhiệt rắn và bột lân quang được biến tính với tỉ lệ khối lượng hỗn hợp polyme nhiệt rắn/khối lượng bột lân quang được biến tính là khoảng 1-1,3 với dung môi toluen, sau đó gia nhiệt ở 50°C và khuấy trong khoảng thời gian đủ để tạo thành hỗn hợp đồng nhất;

d) thực hiện polyme hóa đóng rắn cho hỗn hợp polyme – bột lân quang.

Mô tả chi tiết các phương án thực hiện sáng chế

Sau đây sáng chế sẽ được mô tả chi tiết theo một phương án thực hiện ưu tiên nhằm làm rõ bản chất, chứ không nhằm mục đích giới hạn sáng chế. Theo đó, phương pháp chế tạo vật liệu polyme phát quang trên nền vật liệu polyme (nhựa) nhiệt rắn theo sáng chế bao gồm các công đoạn sau:

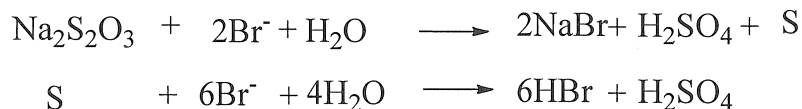
a) biến tính vật liệu rắn lân quang nhằm tăng khả năng phát sáng và thời gian lưu sáng, công đoạn này bao gồm:

(a1) tổng hợp hợp chất tri(4-bromophenyl)amin (tris(4-bromophenyl)amine) theo quy trình sau:

cho các chất triphenylamin (triphenylamine) (1 g, 4,08 mmol), dung môi THF đủ để hòa tan các chất phản ứng, NBS (2,17 g, 12,2 mmol) với tỉ lệ khối lượng NBS/triphenylamin là 1:3 vào bình phản ứng và khuấy, phản ứng này được thực hiện trong môi trường khí N₂ và gia nhiệt phản ứng ở 50°C để NBS tan hết, sau đó duy trì trong khoảng thời gian để phản ứng xảy ra hoàn toàn,

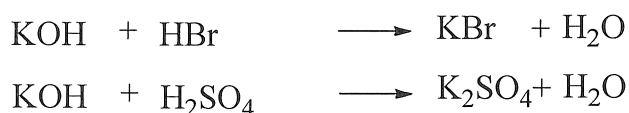
dừng phản ứng bằng nước cất và cho điclorometan (dichloromethane) vào để dung dịch phân làm hai lớp, tiếp theo thu lớp hữu cơ phía dưới,

cho dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 10% vào trong hỗn hợp hữu cơ và khuấy cho đến khi phản ứng xảy ra hoàn toàn, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sẽ phản ứng với NBS còn dư hòa tan trong hỗn hợp theo các phương trình phản ứng:



hỗn hợp phản ứng sau 15 phút sẽ phân thành hai lớp dung dịch trong suốt, loại bỏ lớp dung dịch trên bằng phiếu trích ly và thu hồi lớp dung dịch phía dưới, và lặp lại nếu cần để loại bỏ hoàn toàn NBS còn dư;

rửa lớp hỗn hợp dung dịch hữu cơ thu hồi phía dưới với dung dịch KOH 10% trong một khoảng thời gian để phản ứng hoàn toàn, dung dịch sẽ phân làm hai lớp, sau đó thu hồi lớp phía dưới, phương trình phản ứng như sau:



sau đó cô quay hỗn hợp hữu cơ cho bay hơi dung môi, cho kết tinh hỗn hợp trong heptan (heptane) lạnh trong khoảng thời gian đủ để kết tinh hoàn toàn rồi lọc thu hồi kết tủa, sản phẩm tạo ra là tri(4-bromophenyl)amin có dạng rắn màu trắng;

(a2) phối trộn bột lân quang với tri(4-bromophenyl)amin được tạo ra với hàm lượng 2% bằng máy nghiền bi hành tinh trong một khoảng thời gian đủ để biến tính hoàn toàn bột lân quang và tạo thành bột lân quang được biến tính;

b) phối trộn các loại polyme nhiệt rắn tạo ra hỗn hợp polyme nhiệt rắn đồng nhất có tính chiết suất quang học cao, công đoạn này bao gồm:

chuẩn bị cho phản ứng: sử dụng polyol với trọng lượng phân tử 100.000 g/mol được phối trộn với diphenylmetan diisocyanat (diphenylmethane diisocyanate) với tỉ lệ khối lượng 1:1, hỗn hợp polyme được khuấy phân tán ở nhiệt độ phòng bằng thiết bị khuấy phân tán 5000 vòng/phút để tăng sự đồng nhất của hệ phản ứng;

c) phối trộn bột lân quang được biến tính với hỗn hợp polyme nhiệt rắn, công đoạn này bao gồm: trộn hỗn hợp polyme nhiệt rắn và bột lân quang được biến tính với tỉ lệ khối lượng hỗn hợp polyme nhiệt rắn/khối lượng bột lân quang được biến tính là khoảng 1-1,3 với dung môi toluen, sau đó gia nhiệt ở 50°C và khuấy trong khoảng thời gian đủ để tạo thành hỗn hợp đồng nhất;

d) thực hiện polyme hóa đóng rắn cho hỗn hợp polyme – bột lân quang, công đoạn này bao gồm:

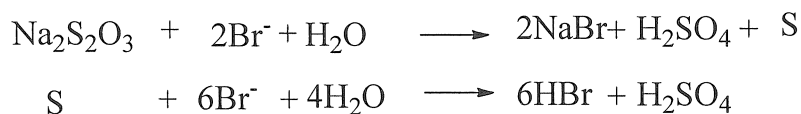
đặt hỗn hợp đồng nhất của bột lân quang được biến tính với hỗn hợp polyme nhiệt rắn trong điều kiện phản ứng bằng cách duy trì nhiệt độ phản ứng ở 0-4°C và giữ hệ phản ứng trong môi trường phản ứng chỉ có khí N₂ và khuấy liên tục để thực hiện phản ứng nối mạng không gian tạo polyme nhiệt rắn polyuretan (polyurethane), trong đó phản ứng giữa các nhóm chứa polyol với diisocyanat (diisocyanate) theo tỉ lệ đương lượng nhóm chức 1:1, phản ứng được thực hiện trong khoảng thời gian để phản ứng polyme hóa đóng rắn hoàn.

Theo một phương án làm ví dụ, phương pháp chế tạo vật liệu polyme phát quang trên nền vật liệu polyme (nhựa) nhiệt rắn theo sáng chế có thể bao gồm các công đoạn:

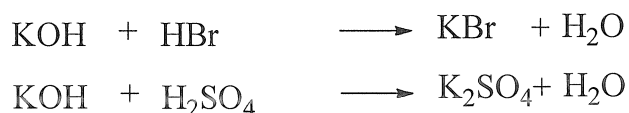
a) Chuẩn bị vật liệu rắn lân quang được biến tính nhằm tăng khả năng phát sáng và thời gian lưu sáng:

Bình cầu 3 cổ 100 ml được rửa sạch và tráng qua với acetone rồi sấy khô ở 70 °C. Hút chân không bình cầu 3 cổ 100 ml và hơi lửa 3 lần rồi để nguội và xả khí N₂ vào bình cầu. Cho triphenylamin (triphenylamine) (1 g, 4,08 mmol) vào bình cầu phản ứng rồi cho cá từ vào. Tiếp theo dùng kim tiêm hút 10 ml THF cho vào cổ phụ của bình cầu. Sau đó cân NBS (2,17 g, 12,2 mmol) với tỉ lệ 1:3 so với triphenylamin cho vào bình cầu. Phản ứng thực hiện môi trường khí N₂ ở 0°C khoảng 2h rồi chạy TLC thấy xuất hiện 2 chấm chạy ngang nhau trên tấm TLC cho thấy phản ứng chưa xảy ra. Vì vậy, tiến hành gia nhiệt phản ứng ở 50°C để NBS tan ra hết. Bình cầu từ màu vàng sang trong suốt không màu. Khoảng 1,5 h cho chạy TLC thấy phản ứng hoàn toàn. Rồi dùng phản ứng bằng nước cất và cho diclometan (dichloromethane) vào thì dung dịch phân làm 2 lớp. Ta thu lớp hữu cơ phía dưới.

Dùng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 10% được cho vào trong hỗn hợp hữu cơ và khuấy từ trong 15 phút. Lúc này $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sẽ phản ứng với NBS còn dư hòa tan trong hỗn hợp.



Hỗn hợp phản ứng sau 15 phút sẽ phân thành 2 lớp dung dịch trong suốt. Lớp dung dịch trên sẽ được loại bỏ bằng phiếu trích ly và thu hồi lớp dung dịch phía dưới. Cứ như vậy làm 2 lần nữa. Sau khi đã rửa với $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 10% 3 lần rồi thì lớp hỗn hợp dung dịch hữu cơ thu hồi phía dưới lại rửa với dung dịch KOH 10% trong 10 phút. Sau đó dung dịch sẽ phân làm 2 lớp rồi thu hồi lớp phía dưới.



Sau đó cô quay hỗn hợp hữu cơ cho bay hơi dung môi. Cho kết tinh hỗn hợp trong heptane lạnh khoảng 30 phút rồi lọc thu hồi kết tủa. Sản phẩm có dạng rắn màu trắng (tris(4-bromophenyl)amine), tiếp theo lấy mẫu chạy TLC với dung môi heptane/ethyl acetate (7/3) so với chất ban đầu triphenylamin.

Bột lân quang được phối trộn với tris(4-bromophenyl)amine với hàm lượng 2% bằng thiết bị nghiền bi hành tinh. Đầu tiên cho 100 g bột lân vào cối nghiền bi hành tinh, tiếp theo cho 2 g hợp chất tris(4-bromophenyl)amine và nghiền để tạo hỗn hợp bột đồng nhất, hỗn hợp được nghiền trong thời gian 1 h– 1 h30 phút. Đây là quá trình làm biến tính bột lân quang.

b) Phối trộn các loại nhựa nhiệt rắn tạo hệ đồng nhất:

Chuẩn bị phản ứng: sử dụng polyol với trọng lượng phân tử khoảng 100.000 g/mol được phối trộn với diphenylmetan diisocyanat (diphenylmethane diisocyanate) với tỉ lệ khối lượng 1:1, hỗn hợp polyme được khuấy phân tán ở nhiệt độ phòng bằng thiết bị khuấy phân tán 5000 rpm/phút để tăng sự đồng nhất của hệ phản ứng;

c) Phối trộn giữa bột lân quang và hỗn hợp nhựa nhiệt rắn với tỷ lệ tối ưu:

- Bình cầu 3 cổ 100ml được rửa sạch, tráng qua với acetone, cho vào tủ sấy 70°C , để nguội. Cho cá từ vào bình cầu, hai cổ phụ được bịt chặt bằng nút cao su, cổ chính được nối với hệ thống hút chân không và ống xả khí argon, lắp bình cầu vào hệ thống phản ứng, nối ống cao su thông với máy bơm và bình khí argon. Bật hệ thống bơm chân không và đốt nóng bình cầu ba lần để chắc chắn bình cầu không còn khí, hơi ẩm, tiếp theo cho khí argon vào, hoàn thành hệ thống phản ứng.

- Hỗn hợp nhựa có khối lượng 30 g được cân trong ống nghiệm rồi đưa trực tiếp vào bình cầu qua cổ phụ. Sau đó dùng kim tiêm hút dung môi toluen (10ml) cho vào bình cầu qua cổ phụ. Tiếp theo, cho 23 g bột lân quang biến tính vào và tiếp tục khuấy ở 50°C trong 12h.

d) Thực hiện quá trình polyme hóa đóng rắn cho hỗn hợp nhựa – bột lân quang:

Chuẩn bị hệ thống phản ứng:

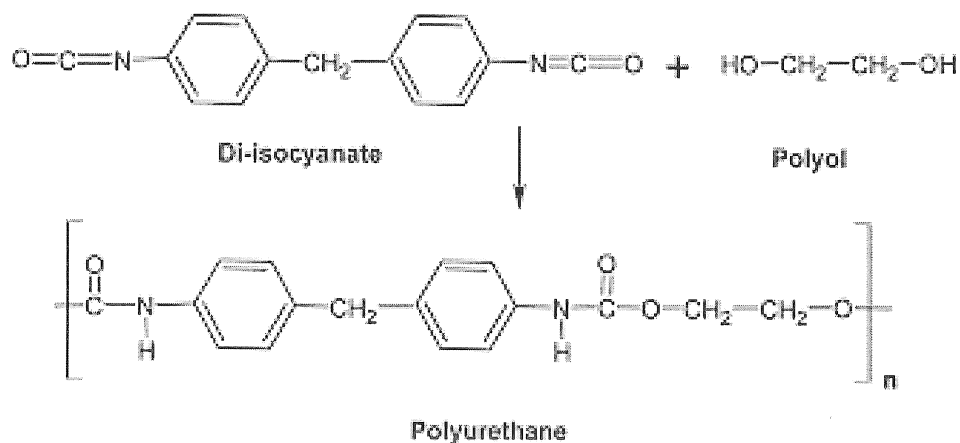
Cho nước đá vào thau để duy trì nhiệt độ phản ứng ở $0-4^{\circ}\text{C}$ (có thể cho acetone vào để giữ cho nhiệt độ ở 0°C). Bình cầu 3 cổ 100 ml được rửa sạch, tráng qua với acetone, cho vào tủ sấy 70°C , để nguội. Cho cá từ vào bình cầu, hai cổ phụ được bịt chặt bằng nút cao su, cổ chính được nối với hệ thống hút chân không và ống xả khí N_2 , lắp bình cầu vào hệ thống phản ứng, nối ống cao su thông với máy bơm và bình khí N_2 . Bật hệ thống bơm chân không và đốt nóng bình cầu ba lần để chắc chắn bình cầu không còn khí, hơi ẩm, tiếp theo cho khí N_2 vào, hoàn thành hệ thống phản ứng.

Đặt hỗn hợp đồng nhất của bột lân quang được biến tính với hỗn hợp polyme nhiệt rắn trong điều kiện phản ứng bằng cách duy trì nhiệt độ phản ứng ở $0-4^{\circ}\text{C}$ và giữ hệ phản ứng trong môi trường phản ứng chỉ có khí N_2 và khuấy liên tục để thực hiện phản ứng nối mạng không gian tạo polyme nhiệt rắn polyuretan (polyurethane), trong đó phản ứng giữa các nhóm chứa polyol với diisocyanat (diisocyanate) theo tỉ lệ đương lượng nhóm chức 1:1, phản ứng được thực hiện trong khoảng thời gian để phản ứng polyme hóa đóng rắn hoàn.

Phản ứng tạo nhựa nhiệt rắn polyuretan:

Polyol với trọng lượng phân tử khoảng 100.000 g/mol (được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu GPC) được phối trộn với diphenylmetan diisocyanat

(diphenylmethane diisocyanate) với tỉ lệ khối lượng 1:1. Hỗn hợp nhựa được khuấy phân tán ở nhiệt độ phòng bằng thiết bị khuấy phân tán 5000 rpm/phút nhằm tăng sự đồng nhất của hệ phản ứng. Hỗn hợp nhựa sau đó phản ứng nối mạng không gian tạo nhựa nhiệt rắn polyuretan. Phương trình mô tả phản ứng tạo nhựa PU được trình bày như phương trình phản ứng 1 dưới đây:



(Phương trình phản ứng 1: Phản ứng tạo nhựa polyuretan (PU))

- Quá trình polyme hóa đóng rắn của hỗn hợp nhựa – bột lân quang được thực hiện bằng phản ứng giữa hỗn hợp epoxy (hoặc polyols) với điamin (diamine) (hoặc diisocyanat (diisocyanate) theo tỉ lệ đương lượng nhóm chức là 1:1, giữa các nhóm epoxy và các amin mạch dài. Thời gian thực hiện quá trình polyme hóa đóng rắn là 48 tiếng

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Ví dụ 1: Sử dụng 1,01g (6,012 mmol) của 3-hexylthiophene cho vào bình cầu phản ứng, ở nhiệt độ 0°C trong môi trường khí N_2 . Sau đó dùng kim tiêm bơm dung môi THF (11ml) vào bình cầu qua cổ phụ. NBS (1,148g; 6,45mmol) được cân trong ống nghiệm rồi đưa trực tiếp vào bình cầu qua cổ phụ. Phản ứng được khuấy từ trong trong 1 giờ 40 phút. Sau phản ứng, dung dịch phản ứng được rửa qua dung dịch nước muối $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 10% và KOH 10%. Dung dịch được chiết xuất bằng dung môi diethyl ete (diethyl ether). Sau đó dung môi được loại bằng phương pháp cô quay chân không thu lại được hỗn hợp thô, sau đó hỗn hợp thô được chưng cất tại $120-135^\circ\text{C}$ thu được hợp chất tinh khiết 2-bromo-3-hexylthiophene.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp chế tạo vật liệu polyme phát sáng trên nền vật liệu polyme nhiệt rắn bao gồm các công đoạn:

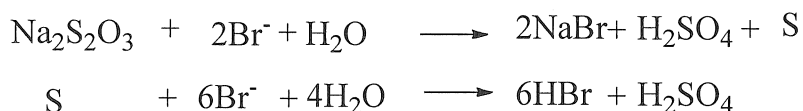
a) biến tính vật liệu rắn lân quang nhằm tăng khả năng phát sáng và thời gian lưu sáng, công đoạn này bao gồm:

(a1) tổng hợp hợp chất tri(4-bromophenyl)amin (tris(4-bromophenyl)amine) theo quy trình sau:

cho các chất triphenylamin (triphenylamine) (1 g, 4,08 mmol), dung môi THF đủ để hòa tan các chất phản ứng, NBS (2,17 g, 12,2 mmol) với tỉ lệ khối lượng NBS/triphenylamin là 1:3 vào bình phản ứng và khuấy, phản ứng này được thực hiện trong môi trường khí N₂ và gia nhiệt phản ứng ở 50°C để NBS tan hết, sau đó duy trì trong khoảng thời gian để phản ứng xảy ra hoàn toàn,

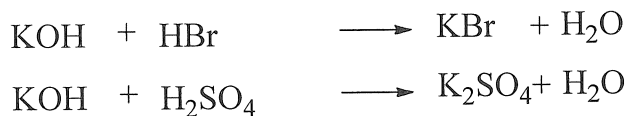
dừng phản ứng bằng nước cất và cho điclorometan (dichloromethane) vào để dung dịch phân làm hai lớp, tiếp theo thu lớp hữu cơ phía dưới,

cho dung dịch Na₂S₂O₃ 10% vào trong hỗn hợp hữu cơ và khuấy trong thời gian để phản ứng xảy ra hoàn toàn, Na₂S₂O₃ sẽ phản ứng với NBS còn dư hòa tan trong hỗn hợp theo các phương trình phản ứng:



hỗn hợp phản ứng sau 15 phút sẽ phân thành hai lớp dung dịch trong suốt, loại bỏ lớp dung dịch trên bằng phiễu trích ly và thu hồi lớp dung dịch phía dưới, và lặp lại nếu cần để loại bỏ hoàn toàn NBS còn dư;

rửa lớp hỗn hợp dung dịch hữu cơ thu hồi phía dưới với dung dịch KOH 10% trong một khoảng thời gian để phản ứng hoàn toàn, dung dịch sẽ phân làm hai lớp, sau đó thu hồi lớp phía dưới, phương trình phản ứng như sau:



cô quay hỗn hợp hữu cơ cho bay hơi dung môi, cho kết tinh hỗn hợp trong heptan (heptane) lạnh trong khoảng thời gian đủ để kết tinh hoàn toàn rồi lọc thu hồi kết tủa, sản phẩm tạo ra là tri(4-bromophenyl)amin có dạng rắn màu trắng;

(a2) phối trộn bột lân quang với tri(4-bromophenyl)amin được tạo ra với hàm lượng 2% bằng máy nghiền bi hành tinh trong một khoảng thời gian đủ để biến tính hoàn toàn bột lân quang và tạo thành bột lân quang được biến tính;

b) phối trộn các loại polyme nhiệt rắn tạo ra hỗn hợp polyme nhiệt rắn đồng nhất có tính chiết suất quang học cao, công đoạn này bao gồm:

chuẩn bị cho phản ứng: sử dụng polyol với trọng lượng phân tử 100.000 g/mol được phối trộn với diphenylmetan diisocyanat (diphenylmethane diisocyanate) với tỉ lệ khối lượng 1:1, hỗn hợp polyme được khuấy phân tán ở nhiệt độ phòng bằng thiết bị khuấy phân tán 5000 rpm/phút để tăng sự đồng nhất của hệ phản ứng;

c) phối trộn bột lân quang được biến tính với hỗn hợp polyme nhiệt rắn, công đoạn này bao gồm: trộn hỗn hợp polyme nhiệt rắn và bột lân quang được biến tính với tỉ lệ khối lượng hỗn hợp polyme nhiệt rắn/khối lượng bột lân quang được biến tính là khoảng 1-1,3 với dung môi toluen, sau đó gia nhiệt ở 50°C và khuấy trong khoảng thời gian đủ để tạo thành hỗn hợp đồng nhất;

d) thực hiện polyme hóa đóng rắn cho hỗn hợp polyme – bột lân quang, công đoạn này bao gồm:

đặt hỗn hợp đồng nhất của bột lân quang được biến tính với hỗn hợp polyme nhiệt rắn trong điều kiện phản ứng bằng cách duy trì nhiệt độ phản ứng ở 0-4°C và giữ hệ phản ứng trong môi trường phản ứng chỉ có khí N₂ và khuấy liên tục để thực hiện phản ứng nối mạng không gian tạo polyme nhiệt rắn polyuretan (polyurethane), trong đó phản ứng giữa các nhóm chứa polyol với diisocyanat (diisocyanate) theo tỉ lệ đương lượng nhóm chức 1:1, phản ứng được thực hiện trong một khoảng thời gian để phản ứng polyme hóa đóng rắn hoàn,

trong đó vật liệu polyme phát sáng trên nền vật liệu polyme nhiệt rắn được tạo ra có thời gian lưu sáng khoảng từ 8-12 tiếng, cường độ phát sáng của vật liệu sau khoảng 60 phút được chiếu sáng là: $I > 200 \text{ mcd/m}^2$.