



(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)



1-0024789

(51)⁷ C07D 311/26; C07D 407/10; C07D
405/10

(13) B

(21) 1-2013-01812

(22) 08/12/2011

(86) PCT/US2011/063878 08/12/2011

(87) WO2012/082506 21/06/2012

(30) 61/459,689 16/12/2010 US; 13/313,178 07/12/2011 US

(45) 25/08/2020 389

(43) 25/11/2013 308A

(73) TRANSITIONS OPTICAL, INC. (US)

9251 Belcher Road, Pinellas Park, Florida 33782, US

(72) HE, Meng (US); DABIDEEN, Darrin R. (US); DAI, Xiao-Man (US); XIAO, Wenjing (US); XU, Ruisong (US); MONDAL, Sujit (US); KUMAR, Anil (US); CHOPRA, Anu (US).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

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

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất bao gồm cấu trúc indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran. Hợp chất này có thể hữu dụng nhờ tính chất đổi màu theo ánh sáng của nó và được sử dụng trong một số chế phẩm đổi màu theo ánh sáng. Chế phẩm này còn có thể bao gồm các chế phẩm đổi màu theo ánh sáng và/hoặc vật liệu khác. Ngoài ra, hợp chất và/hoặc chế phẩm này có thể thích hợp để sản xuất một số vật dụng đổi màu theo ánh sáng. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất một số hợp chất, chế phẩm và vật dụng đổi màu theo ánh sáng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp chất đổi màu theo ánh sáng, thiết bị và chi tiết được chế tạo bằng cách sử dụng hợp chất đổi màu theo ánh sáng này.

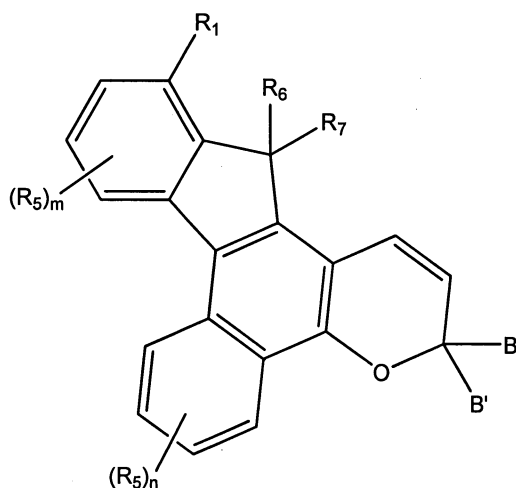
Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hợp chất đổi màu theo ánh sáng thông thường có ít nhất hai trạng thái, trạng thái thứ nhất có phổ hấp thụ thứ nhất và trạng thái thứ hai có phổ hấp thụ thứ hai mà khác biệt với phổ hấp thụ thứ nhất, và có khả năng chuyển đổi giữa hai trạng thái phản ứng với ít nhất bức xạ quang hóa. Hơn nữa, hợp chất đổi màu theo ánh sáng thông thường có thể thuận nghịch do nhiệt. Nghĩa là, hợp chất đổi màu theo ánh sáng thông thường có khả năng chuyển đổi giữa trạng thái thứ nhất và trạng thái thứ hai khi phản ứng với ít nhất bức xạ quang hóa và trở lại trạng thái thứ nhất khi phản ứng với năng lượng nhiệt. Như được sử dụng ở đây, “bức xạ quang hóa” nghĩa là bức xạ điện từ, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, bức xạ nhìn thấy và tử ngoại mà có khả năng gây ra phản ứng. Cụ thể hơn là, hợp chất đổi màu theo ánh sáng thông thường có thể trải qua quá trình chuyển đổi khi phản ứng với bức xạ quang hóa từ một chất đồng phân này sang một chất đồng phân khác, với mỗi đồng phân có phổ hấp thụ đặc trưng, và có thể còn trở lại chất đồng phân thứ nhất khi phản ứng với năng lượng nhiệt (tức là, thuận nghịch do nhiệt). Ví dụ, hợp chất đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt thông thường có khả năng chuyển đổi từ trạng thái thứ nhất, ví dụ, “trạng thái trong suốt” sang trạng thái thứ hai, ví dụ, “trạng thái có màu” khi phản ứng với bức xạ quang hóa và trở lại trạng thái “trong suốt” khi phản ứng với năng lượng nhiệt.

Có lợi nếu đề xuất được hợp chất đổi màu theo ánh sáng, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, hợp chất đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt, và có thể thể hiện các tính chất đổi màu theo ánh sáng hữu dụng trong ít nhất một trạng thái, và có thể được sử dụng trong nhiều ứng dụng khác nhau để tạo ra tính chất đổi màu theo ánh sáng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến hợp chất có công thức II sau:



công thức II

trong đó:

R_1 được chọn từ halogen, alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, alkynyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế, alkoxy, perhaloalkoxy, carboxy, amino, amino tùy ý được thế, xyano, nitro, sulfonyl, sulfonat, alkylcacbonyl, và alkoxycacbonyl;

R_5 mỗi lần xuất hiện, độc lập được chọn từ nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ formyl, alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, aminocacbonyl, arylcacbonyl, aryloxycacbonyl, aminocacbonyloxy, alkoxycacbonylamino, aryloxycacbonylamino, axit boric, este của axit boric, xycloalkoxycacbonylamino, heteroxycloalkyloxy cacbonylamino, heteroaryloxycacbonylamino, alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, alkynyl tùy ý được thế, halogen, xycloalkyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế, alkoxy tùy ý được thế, heteroalkyl tùy ý được thế, heteroxycloalkyl tùy ý được thế, và amino tùy ý được thế;

m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 3;

n là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 4;

mỗi R_6 và R_7 độc lập được chọn từ hydro, hydroxy và nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ heteroalkyl tùy ý được thế, alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, alkynyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế, xycloalkyl tùy ý được thế, heteroxycloalkyl tùy ý được thế, halogen, amino tùy ý được thế, carboxy, alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, alkoxy tùy ý được thế, và aminocacbonyl, hoặc R_1 và R_2 có thể cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ tạo thành nhóm được chọn từ oxo, xycloalkyl tùy ý được thế, và heteroxycloalkyl tùy ý được thế; và

mỗi B và B' độc lập được chọn từ hydro, halogen, và nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ metanloxyenyl, alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, alkynyl tùy ý được thế, heteroalkyl tùy ý được thế, alkoxy tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế, heteroxycloalkyl tùy ý được thế, và xycloalkyl tùy ý được thế, hoặc trong đó B và B' cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ tạo thành nhóm được chọn từ xycloalkyl tùy ý được thế và heteroxycloalkyl tùy ý được thế.

Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm đổi màu theo ánh sáng và vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm ít nhất một hợp chất có công thức II.

Mô tả chi tiết sáng chế

Như được sử dụng trong bản mô tả, các từ ngữ, cụm từ và ký hiệu sau thường có nghĩa như được nêu dưới đây, trừ khi phạm vi mà ngữ cảnh chúng được sử dụng để chỉ theo cách khác. Các thuật ngữ và chữ viết tắt sau đây để chỉ nghĩa trong suốt bản mô tả:

Nét gạch ngang (“—”) mà không nằm giữa hai ký tự hoặc ký hiệu được sử dụng để chỉ điểm gắn cho nhóm thế. Ví dụ, —CONH₂ được gắn qua nguyên tử cacbon.

“Alkyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc hydrocacbon hóa trị một mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no thu được bằng cách loại bỏ một nguyên tử hydro khỏi nguyên tử cacbon đơn của alkan, alken, hoặc alkyn gốc. Ví dụ về nhóm alkyl bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, metyl; etyl như etanyl, etenyl, và etynyl; propyl như propan-1-yl, propan-2-yl, prop-1-en-1-yl, prop-1-en-2-yl, prop-2-en-1-yl (allyl), prop-1-yn-1-yl, prop-2-yn-1-yl, v.v.; butyl như butan-1-yl, butan-2-yl, 2-metyl-propan-1-yl, 2-metyl-propan-2-yl, but-1-en-1-yl, but-1-en-2-yl, 2-metyl-prop-1-en-1-yl, but-2-en-1-yl, but-2-en-2-yl, buta-1,3-dien-1-yl, buta-1,3-dien-2-yl, but-1-yn-1-yl, but-1-yn-3-yl, but-3-yn-1-yl, v.v.; và nhóm tương tự.

Thuật ngữ “alkyl” đề cập cụ thể đến nhóm bao gồm có độ hoặc mức độ bão hòa bất kỳ, tức là, nhóm chỉ có liên kết đơn cacbon-cacbon, nhóm có một hoặc nhiều liên kết đôi cacbon-cacbon, nhóm có một hoặc nhiều liên kết ba cacbon-cacbon, và nhóm có hỗn hợp liên kết cacbon-cacbon đơn, đôi và ba. Thuật ngữ “alkanyl”, “alkenyl”, và “alkynyl” được sử dụng tùy theo mức độ bão hòa được dự định. Theo một số phương án, nhóm alkyl bao gồm từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, trong một số phương án, từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, trong một số phương án, từ 1 đến 8 hoặc từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, và trong một số phương án từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.

“Axyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc $-C(O)R^{30}$ mà R^{30} là hydro, alkyl, heteroalkyl, xycloalkyl, heteroxycloalkyl, xycloalkylalkyl, heteroxycloalkylalkyl, aryl, heteroaryl, arylalkyl, hoặc heteroarylalkyl mà có thể được thế, như được xác định ở đây. Ví dụ về nhóm axyl bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, formyl, axetyl, xyclohexylcacbonyl, xyclohexylmetylcacbonyl, benzoyl, benzylcacbonyl, và nhóm tương tự.

“Alkoxy” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc $-OR^{31}$ mà R^{31} là alkyl, xycloalkyl, xycloalkylalkyl, aryl, hoặc arylalkyl mà có thể được thế, như được xác định ở đây. Theo một số phương án, nhóm alkoxy có từ 1 đến 18 nguyên tử cacbon. Ví dụ về nhóm alkoxy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, metoxy, etoxy, propoxy, butoxy, xyclohexyloxy và nhóm tương tự.

“Alkoxyacarbonyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc $-C(O)OR^{31}$ mà R^{31} là alkyl, xycloalkyl, xycloalkylalkyl, aryl, hoặc arylalkyl mà có thể được thế, như được xác định ở đây.

“Amino” đề cập đến gốc $-NH_2$.

“Aminocarbonyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc có công thức $-NC(O)R^{60}$ mà mỗi R^{60} được chọn từ hydro, alkyl, alkyl được thế, alkoxy, alkoxy được thế, xycloalkyl, xycloalkyl được thế, heteroxycloalkyl, heteroxycloalkyl được thế, aryl, aryl được thế, heteroaryl, heteroaryl được thế, arylalkyl, arylalkyl được thế, heteroarylalkyl.

“Aryl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc hydrocacbon thơm hóa trị một thu được bằng cách loại bỏ một nguyên tử hydro từ nguyên tử cacbon đơn của hệ vòng thơm gốc. Aryl là vòng thơm cacbon có 5 và 6 cạnh, ví dụ, benzen; hệ vòng hai vòng mà ít nhất một vòng là vòng cacbon và vòng thơm, ví dụ, naphtalen, indan và tetralin; và hệ vòng ba vòng mà ít nhất một vòng là vòng cacbon và vòng thơm, ví dụ, fluoren. Aryl là hệ vòng nhiều vòng có ít nhất một vòng thơm cacbon được ngưng tụ với ít nhất một vòng thơm cacbon, vòng xycloalkyl, hoặc vòng heteroxycloalkyl. Ví dụ, aryl bao gồm vòng thơm cacbon có 5 và 6 cạnh được ngưng tụ với vòng heteroxycloalkyl có từ 5 đến 7 cạnh chứa một hoặc nhiều nguyên tử khác loại được chọn từ N, O và S. Đối với hệ vòng hai vòng ngưng tụ này mà ở đó chỉ một trong các vòng là vòng thơm cacbon, điểm gắn có thể là tại vòng thơm cacbon hoặc vòng heteroxycloalkyl. Ví dụ về nhóm aryl bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, nhóm thu

được từ axeantrylen, axenaphtylen, axephenantrylen, antraxen, azulen, benzen, crysen, coronen, fluoranten, fluoren, hexaxen, hexaphen, hexalen, as-indaxen, s-indaxen, indan, inden, naphtalen, octaxen, octaphen, octalen, ovalen, penta-2,4-dien, pentaxen, pentalen, pentaphen, perylen, phenalen, phenantren, pixen, pleiaden, pyren, pyrantren, rubixen, triphenylen, trinaphtalen và hợp chất tương tự. Theo một số phương án, nhóm aryl có thể bao gồm từ 5 đến 20 nguyên tử cacbon và trong một số phương án, từ 5 đến 12 nguyên tử cacbon. Tuy nhiên, aryl không bao gồm hoặc bao gồm heteroaryl bằng cách bất kỳ được xác định riêng ở đây. Do đó, hệ vòng nhiều vòng mà một hoặc nhiều vòng thơm cacbon được ngưng tụ với vòng thơm heteroxycloalkyl là heteroaryl, không là aryl, như được xác định ở đây.

“Arylalkyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc alkyl không vòng mà một trong các nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử cacbon, thông thường là nguyên tử cacbon cuối hoặc sp^3 , được thay thế bằng nhóm aryl. Ví dụ về nhóm arylalkyl bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, benzyl, 2-phenyletan-1-yl, 2-phenylethen-1-yl, naptylmetyl, 2-naptyletan-1-yl, 2-naptylethen-1-yl, naphtobenzyl, 2-naphtophenyletan-1-yl và hợp chất tương tự. Thuật ngữ arylalkanyl, arylalkenyl, hoặc arylalkynyl được sử dụng khi gốc alkyl cụ thể được dự định. Theo một số phương án, nhóm arylalkyl là C_{7-30} arylalkyl, ví dụ, gốc alkanyl, alkenyl, hoặc alkynyl của nhóm arylalkyl là C_{1-10} và gốc aryl là C_{6-20} và trong một số phương án, nhóm arylalkyl là C_{7-20} arylalkyl, ví dụ, gốc alkanyl, alkenyl, hoặc alkynyl của nhóm arylalkyl là C_{1-8} và gốc aryl là C_{6-12} .

“Carboxamidyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc có công thức $-C(O)NR^{60}R^{61}$ mà mỗi R^{60} và R^{61} độc lập là hydro, alkyl, alkyl được thế, alkoxy, alkoxy được thế, xycloalkyl, xycloalkyl được thế, heteroxycloalkyl, heteroxycloalkyl được thế, aryl, aryl được thế, heteroaryl, heteroaryl được thế, arylalkyl, arylalkyl được thế, heteroarylalkyl, hoặc heteroarylalkyl được thế, hoặc R^{60} và R^{61} cùng với nguyên tử nitơ mà chúng được liên kết tạo thành heteroxycloalkyl, heteroxycloalkyl được thế, heteroaryl, hoặc vòng heteroaryl được thế.

“Hợp chất” đề cập đến hợp chất có công thức cấu trúc II ở đây và bao gồm hợp chất cụ thể bất kỳ trong các công thức mà cấu trúc được bộc lộ ở đây. Hợp chất có thể được nhận biết hoặc bằng cấu trúc hóa học và/hoặc tên hóa học của chúng. Khi cấu trúc hóa học và tên hóa học mâu thuẫn, cấu trúc hóa học xác định việc nhận biết hợp chất.

Hợp chất được mô tả ở đây có thể chứa một hoặc nhiều tâm bất đối xứng và/hoặc liên kết đôi và do đó có thể tồn tại là chất đồng phân lập thể như chất đồng phân liên kết đôi (tức là, đồng phân hình học), chất đồng phân đối ảnh, hoặc chất đồng phân không đối quang. Do đó, cấu trúc hóa học bất kỳ trong phạm vi của bản mô tả được bộc lộ, trong toàn bộ hoặc từng phần, có cấu trúc tương tự bao gồm tất cả chất đồng phân đối ảnh và chất đồng phân lập thể có thể của hợp chất được minh họa bao gồm dạng tinh khiết đồng phân lập thể (ví dụ, tinh khiết hình học, tinh khiết đồng phân đối ảnh, hoặc tinh khiết đồng phân không đối quang) và hỗn hợp đồng phân đối ảnh và đồng phân lập thể. Hỗn hợp đồng phân đối ảnh và đồng phân lập thể có thể được phân tách thành chất đồng phân đối ảnh hoặc chất đồng phân lập thể thành phần của chúng sử dụng kỹ thuật phân tách hoặc kỹ thuật tổng hợp bất đối xứng được biết đến đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Đối với mục đích của bản mô tả, “hợp chất bất đối xứng” là hợp chất có ít nhất một tâm bất đối xứng (tức là, ít nhất một nguyên tử bất đối xứng, cụ thể là ít nhất một nguyên tử C bất đối xứng), có trục bất đối xứng, mặt phẳng bất đối xứng hoặc cấu trúc xoắn. “Hợp chất đối xứng” là hợp chất mà không phải là bất đối xứng.

Hợp chất có công thức II bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, chất đồng phân quang học của hợp chất có công thức II, raxemat của chúng và các hỗn hợp khác của chúng. Theo phương án này, chất đồng phân đối ảnh hoặc chất đồng phân lập thể đơn, tức là, dạng hoạt tính quang học, có thể thu được bằng việc tổng hợp không đối xứng hoặc bằng việc hòa tan raxemat. Việc hòa tan raxemat có thể đạt được, ví dụ, bằng các phương pháp thông thường như kết tinh có chất hòa tan, hoặc phép sắc ký, bằng cách sử dụng, ví dụ, cột sắc ký lỏng hiệu năng cao không đối xứng (HPLC). Tuy nhiên, trừ khi thay đổi trạng thái, nên được giả định rằng công thức II bao gồm tất cả biến thể bất đối xứng của hợp chất được mô tả ở đây, bao gồm chất đồng phân, raxemat, chất đồng phân đối ảnh, chất đồng phân không đối quang và các hỗn hợp khác của chúng. Ngoài ra, hợp chất có công thức II bao gồm dạng Z và E (ví dụ, dạng cis và trans) của hợp chất có liên kết đôi. Theo phương án mà hợp chất có công thức II tồn tại trong nhiều dạng tautome khác nhau, hợp chất được đề xuất trong bản mô tả bao gồm tất cả dạng tautome của hợp chất.

Nếu có thể, hợp chất có công thức II cũng có thể tồn tại ở một vài dạng tautome bao gồm dạng enol, dạng keto và hỗn hợp của chúng. Do đó, cấu trúc hóa học được mô tả

ở đây bao gồm tất cả dạng tautome có thể của hợp chất được minh họa. Hợp chất có thể tồn tại ở dạng không được solvat hóa cũng như dạng được solvat hóa, bao gồm dạng được hydrat hóa và là N-oxit. Nói chung, hợp chất có thể được hydrat hóa, solvat hóa, hoặc N-oxit. Một số hợp chất có thể tồn tại ở dạng vô định hình hoặc dạng đơn tinh thể hoặc đa tinh thể. Nói chung, tất cả các dạng vật lý là tương đương cho việc sử dụng được dự định ở đây và được dự định nằm trong phạm vi được đề xuất trong bản mô tả. Hơn nữa, khi cấu trúc từng phần của hợp chất được minh họa, dấu sao (*) chỉ điểm gắn của cấu trúc từng phần với gốc của phân tử.

“Xycloalkyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc alkyl vòng no hoặc không no. Khi mức độ bão hòa được dự định, thuật ngữ “xycloalkanyl” hoặc “xycloalkenyl” được sử dụng. Ví dụ về nhóm xycloalkyl bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, nhóm thu được từ xyclopropan, xyclobutan, xyclopentan, xyclohexan và hợp chất tương tự. Theo một số phương án, nhóm xycloalkyl là C_{3-15} xycloalkyl và trong một số phương án, C_{3-12} xycloalkyl hoặc C_{5-12} xycloalkyl.

“Xycloalkylalkyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc alkyl không vòng mà một trong các nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử cacbon, thông thường là nguyên tử cacbon cuối hoặc sp^3 , được thế bằng nhóm xycloalkyl. Khi gốc alkyl cụ thể được dự định, thuật ngữ xycloalkylalkanyl, xycloalkylalkenyl, hoặc xycloalkylalkynyl được sử dụng. Theo một số phương án, nhóm xycloalkylalkyl là C_{7-30} xycloalkylalkyl, ví dụ, gốc alkanyl, alkenyl, hoặc alkynyl của nhóm xycloalkylalkyl là C_{1-10} và gốc xycloalkyl là C_{6-20} và trong một số phương án, nhóm xycloalkylalkyl là C_{7-20} xycloalkylalkyl, ví dụ, gốc alkanyl, alkenyl, hoặc alkynyl của nhóm xycloalkylalkyl là C_{1-8} và gốc xycloalkyl là C_{4-20} hoặc C_{6-12} .

“Halogen” đề cập đến nhóm flo, clo, brom, hoặc iot.

“Heteroalkyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến nhóm alkyl mà một hoặc nhiều nguyên tử cacbon (và nguyên tử hydro kết hợp bất kỳ) độc lập được thay thế bằng nhóm nguyên tử khác loại giống hoặc khác nhau. Theo một số phương án, nhóm heteroalkyl có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon. Ví dụ về nhóm nguyên tử khác loại bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, $-O-$, $-S-$, $-S-S-$, $-NR^{38}-$, $=N-N=$, $-N=N-$, $-N=N-NR^{39}R^{40}$, $-PR^{41}-$, $-P(O)_2-$, $-POR^{42}-$, $-O-P(O)_2-$, $-SO-$, $-SO_2-$, $-SnR^{43}R^{44}-$ và hợp chất tương tự, trong đó mỗi R^{38} , R^{39} , R^{40} , R^{41} , R^{42} , R^{43} và R^{44} độc lập là hydro, alkyl, alkyl được thế, aryl, aryl được thế, arylalkyl, arylalkyl được thế,

xycloalkyl, xycloalkyl được thế, heteroxycloalkyl, heteroxycloalkyl được thế, heteroalkyl, heteroalkyl được thế, heteroaryl, heteroaryl được thế, heteroarylalkyl, hoặc heteroarylalkyl được thế. Khi mức độ bão hòa được dự định, thuật ngữ “heteroalkanyl,” “heteroalkenyl,” hoặc “heteroalkynyl” được sử dụng. Theo một số phương án, mỗi R^{38} , R^{39} , R^{40} , R^{41} , R^{42} , R^{43} và R^{44} độc lập được chọn từ hydro và C_{1-3} alkyl.

“Heteroaryl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc vòng thơm dị vòng hóa trị một thu được bằng cách loại bỏ một nguyên tử hydro từ nguyên tử đơn của hệ vòng thơm dị vòng gốc. Heteroaryl là hệ vòng nhiều vòng có ít nhất một vòng thơm được ngưng tụ với ít nhất một vòng khác mà có thể là vòng thơm hoặc không thơm mà ít nhất một nguyên tử vòng là nguyên tử khác loại. Heteroaryl là vòng thơm có từ 5 đến 12 cạnh, như vòng đơn vòng có từ 5 đến 7 cạnh chứa một hoặc nhiều, ví dụ, từ 1 đến 4, hoặc trong một số phương án, từ 1 đến 3, nguyên tử khác loại được chọn từ N, O và S, có nguyên tử vòng còn lại là cacbon; và vòng heteroxycloalkyl hai vòng chứa một hoặc nhiều, ví dụ, từ 1 đến 4, hoặc trong một số phương án, từ 1 đến 3, nguyên tử khác loại được chọn từ N, O và S, với nguyên tử vòng còn lại là cacbon và trong đó ít nhất một nguyên tử khác loại ở vòng thơm. Ví dụ, heteroaryl bao gồm heteroxycloalkyl có từ 5 đến 7 cạnh, vòng thơm được ngưng tụ với vòng xycloalkyl có từ 5 đến 7 cạnh. Đối với việc ngưng tụ này, hệ vòng heteroaryl hai vòng mà chỉ một trong các vòng chứa một hoặc nhiều nguyên tử khác loại, điểm gắn có thể ở vòng thơm dị vòng hoặc vòng xycloalkyl. Theo một số phương án, khi tổng số nguyên tử N, S và O trong nhóm heteroaryl vượt quá một, nguyên tử khác loại không liền kề nhau. Theo một số phương án, tổng số nguyên tử N, S và O trong nhóm heteroaryl không nhiều hơn hai. Theo một số phương án, tổng số nguyên tử N, S và O trong dị vòng thơm không nhiều hơn một. Heteroaryl không bao gồm hoặc đan xen với aryl, như được xác định ở đây.

Ví dụ về nhóm heteroaryl bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, nhóm thu được từ acridin, arsinol, carbazol, β -carbolin, croman, cromen, xinnolin, furan, imidazol, indazol, indol, indolin, indolizin, isobenzofuran, isocromen, isoindol, isoindolin, isoquinolin, isothiazol, isoxazol, naphthyridin, oxadiazol, oxazol, perimidin, phenanthridin, phenantrolin, phenazin, phtalazin, pteridin, purin, pyran, pyrazin, pyrazol, pyridazin, pyridin, pyrimidin, pyrol, pypyrol, quinazolin, quinolin, quinolizin, quinoxalin, tetrazol, thiadiazol, thiazol, thiophen, triazol, xanten và hợp chất tương tự. Theo một số phương án, nhóm heteroaryl là heteroaryl có từ 5 đến 20 cạnh và trong một số phương án

là heteroaryl có từ 5 đến 12 cạnh hoặc là heteroaryl có từ 5 đến 10 cạnh. Theo một số phương án, nhóm heteroaryl là nhóm thu được từ thiophen, pyrol, benzothiophen, benzofuran, indol, pyridin, quinolin, imidazol, oxazol và pyrazin.

“Heteroarylalkyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc alkyl không vòng mà một trong số nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử cacbon, thông thường là nguyên tử cacbon cuối hoặc sp^3 , được thay thế bằng nhóm heteroaryl. Khi gốc alkyl cụ thể được dự định, thuật ngữ heteroarylalkanyl, heteroarylalkenyl, hoặc heteroarylalkynyl được sử dụng. Theo một số phương án, nhóm heteroarylalkyl là heteroarylalkyl có từ 6 đến 30 cạnh, ví dụ, alkanyl, alkenyl, hoặc gốc alkynyl của heteroarylalkyl là từ 1 đến 10 cạnh và gốc heteroaryl là heteroaryl có từ 5 đến 20 cạnh và trong một số phương án, heteroarylalkyl có từ 6 đến 20 cạnh, ví dụ, alkanyl, alkenyl, hoặc gốc alkynyl của heteroarylalkyl là từ 1 đến 8 cạnh và gốc heteroaryl là heteroaryl có từ 5 đến 12 cạnh.

“Heteroxycloalkyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc alkyl vòng no một phần hoặc không no mà một hoặc nhiều nguyên tử cacbon (và nguyên tử hydro liên kết bất kỳ) độc lập được thay thế bởi nguyên tử khác loại giống hoặc khác nhau. Ví dụ về nguyên tử khác loại để thay thế nguyên tử cacbon bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, N, P, O, S, Si, v.v. Khi mức độ bão hòa được dự định, thuật ngữ “heteroxycloalkanyl” hoặc “heteroxycloalkenyl” được sử dụng. Ví dụ về nhóm heteroxycloalkyl bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, nhóm thu được từ epoxit, azirin, thiiran, imidazolidin, morpholin, piperazin, piperidin, pyrazolidin, pyrrolidin, quinuclidin và hợp chất tương tự.

“Heteroxycloalkylalkyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc alkyl không vòng mà một trong số nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử cacbon, thông thường là nguyên tử cacbon cuối hoặc sp^3 , được thay thế bằng nhóm heteroxycloalkyl. Khi gốc alkyl cụ thể được dự định, thuật ngữ heteroxycloalkylalkanyl, heteroxycloalkylalkenyl, hoặc heteroxycloalkylalkynyl được sử dụng. Theo một số phương án, nhóm heteroxycloalkylalkyl là heteroxycloalkylalkyl có từ 6 đến 30 cạnh, ví dụ, alkanyl, alkenyl, hoặc gốc alkynyl của heteroxycloalkylalkyl có từ 1 đến 10 cạnh và gốc heteroxycloalkyl là heteroxycloalkyl có từ 5 đến 20 cạnh và trong một số phương án, là heteroxycloalkylalkyl có từ 6 đến 20 cạnh, ví dụ, gốc alkanyl, alkenyl, hoặc alkynyl

của heteroxycloalkylalkyl có từ 1 đến 8 cạnh và gốc heteroxycloalkyl là heteroxycloalkyl có từ 5 đến 12 cạnh.

“Hệ vòng thơm gốc” đề cập đến hệ vòng mạch vòng hoặc đa vòng không no có hệ điện tích π (pi) liên hợp. Được bao gồm trong định nghĩa “hệ vòng thơm gốc” là hệ vòng được ngưng tụ mà một hoặc nhiều các vòng là vòng thơm và một hoặc nhiều các vòng được no hoặc không no, như, ví dụ, fluoren, indan, inden, phenalen, v.v.. Ví dụ về vòng thơm gốc bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, axeantrylen, axenaphtylen, axephenantrylen, antraxen, azulen, benzen, crysen, coronen, fluoranten, fluoren, hexaxen, hexaphen, hexalen, *as*-indaxen, *s*-indaxen, indan, inden, naphtalen, octaxen, octaphen, octalen, ovalen, penta-2,4-dien, pentaxen, pentalen, pentaphen, perylen, phenalen, phenantren, pixen, pleiaden, pyren, pyrantren, rubixen, triphenylen, trinaphtalen và hợp chất tương tự.

“Hệ vòng thơm dị vòng gốc” đề cập đến hệ vòng thơm gốc mà một hoặc nhiều nguyên tử cacbon (và nguyên tử hydro liên kết bất kỳ) độc lập được thay thế bằng nguyên tử khác loại giống hoặc khác nhau. Ví dụ về nguyên tử khác loại để thay thế nguyên tử cacbon bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, N, P, O, S, Si, v.v. Được bao gồm cụ thể trong định nghĩa “hệ vòng thơm dị vòng gốc” là hệ vòng được ngưng tụ mà một hoặc nhiều các vòng là vòng thơm và một hoặc nhiều các vòng được no hoặc không no, như, ví dụ, arsindol, benzodioxan, benzofuran, croman, cromen, indol, indolin, xanten, v.v. Ví dụ về hệ vòng thơm dị vòng gốc bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, arsindol, carbazol, β -carbolin, croman, cromen, xinnolin, furan, imidazol, indazol, indol, indolin, indolizin, isobenzofuran, isocromen, isoindol, isoindolin, isoquinolin, isothiazol, isoxazol, naphthyridin, oxadiazol, oxazol, perimidin, phenanthridin, phenantrolin, phenazin, phtalazin, pteridin, purin, pyran, pyrazin, pyrazol, pyridazin, pyridin, pyrimidin, pyrol, pyrolizin, quinazolin, quinolin, quinolizin, quinoxalin, tetrazol, thiadiazol, thiazol, thiophen, triazol, xanten và hợp chất tương tự.

“Perhaloalkyl” là tập hợp của alkyl được thế mà mỗi nguyên tử hydro được thay thế bằng nguyên tử halogen giống hoặc khác nhau. Ví dụ về perhaloalkyl bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, $-\text{CF}_3$, $-\text{CF}_2\text{CF}_3$ và $-\text{C}(\text{CF}_3)_3$.

“Perhaloalkoxy” là tập hợp của alkoxy được thế mà mỗi nguyên tử hydro của R^{31} được thế bằng nguyên tử halogen giống hoặc khác nhau. Ví dụ về perhaloalkoxy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, $-\text{OCF}_3$, $-\text{OCF}_2\text{CF}_3$ và $-\text{OC}(\text{CF}_3)_3$.

“Nhóm bảo vệ” đề cập đến nhóm nguyên tử mà khi được gắn với nhóm phản ứng trong mặt nạ phân tử, khử, hoặc ngăn chặn khả năng phản ứng. Ví dụ về nhóm bảo vệ có thể được thấy trong tài liệu: Wuts and Greene, “Protective Groups in Organic Synthesis,” John Wiley & Sons, 4th ed, 2006; Harrison và đồng tác giả, “Compendium of Organic Synthetic Methods,” tập 1-11, John Wiley & Sons 1971-2003; Larock “Comprehensive Organic Transformations,” John Wiley & Sons, 2nd ed. 2000; và Paquette, “Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis,” John Wiley & Sons, 11th ed. 2003. Ví dụ về nhóm bảo vệ amino bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, formyl, axetyl, trifloaxetyl, benzyl, benzyloxycarbonyl (CBZ), *tert*-butoxycarbonyl (Boc), trimethylsilyl (TMS), 2-trimethylsilyl-ethanesulfonyl (SES), nhóm trityl và trityl được thế, alkyloxycarbonyl, 9-fluorenylmethyloxycarbonyl (Fmoc), nitro-veratryloxycarbonyl (NVOC) và nhóm tương tự. Ví dụ về nhóm bảo vệ hydroxy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các nhóm mà nhóm hydroxy hoặc được acrylat hóa hoặc alkylat hóa như benzyl và trityl ete cũng như alkyl ete, tetrahydropyranyl ete, trialkylsilyl ete và allyl ete.

“Silyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc có công thức $-\text{SiR}^{30}\text{R}^{31}\text{R}^{31}$ mà mỗi R^{30} , R^{31} và R^{31} độc lập được chọn từ alkyl, alkoxy và phenyl, mà mỗi nhóm này có thể được thế, như được xác định ở đây.

“Siloxyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc có công thức $-\text{OSiR}^{30}\text{R}^{31}\text{R}^{31}$ mà mỗi R^{30} , R^{31} và R^{31} độc lập được chọn từ alkyl, alkoxy và phenyl, mà mỗi nhóm này có thể được thế, như được xác định ở đây.

“Được thế” đề cập đến nhóm mà một hoặc nhiều nguyên tử hydro độc lập được thay thế bằng nhóm thế giống hoặc khác nhau. Ví dụ về nhóm thế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, $-\text{R}^{64}$, $-\text{R}^{60}$, $-\text{O}^-$, $(-\text{OH})$, $=\text{O}$, $-\text{OR}^{60}$, $-\text{SR}^{60}$, $-\text{S}^-$, $=\text{S}$, $-\text{NR}^{60}\text{R}^{61}$, $=\text{NR}^{60}$, $-\text{CX}_3$, $-\text{CN}$, $-\text{CF}_3$, $-\text{OCN}$, $-\text{SCN}$, $-\text{NO}$, $-\text{NO}_2$, $=\text{N}_2$, $-\text{N}_3$, $-\text{S}(\text{O})_2\text{O}^-$, $-\text{S}(\text{O})_2\text{OH}$, $-\text{S}(\text{O})_2\text{R}^{60}$, $-\text{OS}(\text{O})_2\text{O}^-$, $-\text{OS}(\text{O})_2\text{R}^{60}$, $-\text{P}(\text{O})(\text{O}^-)_2$, $-\text{P}(\text{O})(\text{OR}^{60})(\text{O}^-)$, $-\text{OP}(\text{O})(\text{OR}^{60})(\text{OR}^{61})$, $-\text{C}(\text{O})\text{R}^{60}$, $-\text{C}(\text{S})\text{R}^{60}$, $-\text{C}(\text{O})\text{OR}^{60}$, $-\text{C}(\text{O})\text{NR}^{60}\text{R}^{61}$, $-\text{C}(\text{O})\text{O}^-$, $-\text{C}(\text{S})\text{OR}^{60}$, $-\text{NR}^{62}\text{C}(\text{O})\text{NR}^{60}\text{R}^{61}$, $-\text{NR}^{62}\text{C}(\text{S})\text{NR}^{60}\text{R}^{61}$, $-\text{NR}^{62}\text{C}(\text{NR}^{63})\text{NR}^{60}\text{R}^{61}$, $-\text{C}(\text{NR}^{62})\text{NR}^{60}\text{R}^{61}$, $-\text{S}(\text{O})_2$, $\text{NR}^{60}\text{R}^{61}$, $-\text{NR}^{63}\text{S}(\text{O})_2\text{R}^{60}$, $-\text{NR}^{63}\text{C}(\text{O})\text{R}^{60}$ và $-\text{S}(\text{O})\text{R}^{60}$ mà mỗi $-\text{R}^{64}$ độc lập là halogen; mỗi R^{60} và R^{61} độc lập là hydro, alkyl, alkyl được thế, alkoxy, alkoxy được thế, xycloalkyl, xycloalkyl được thế, heteroxycloalkyl, heteroxycloalkyl được thế, aryl, aryl được thế, heteroaryl, heteroaryl được thế, arylalkyl, arylalkyl được thế, heteroarylalkyl, hoặc heteroarylalkyl được thế, hoặc R^{60} và R^{61} cùng với nguyên tử nitơ mà chúng được liên

kết tạo ra heteroxycloalkyl, heteroxycloalkyl được thế, heteroaryl, hoặc vòng heteroaryl được thế và R^{62} và R^{63} độc lập là hydro, alkyl, alkyl được thế, aryl, aryl được thế, arylalkyl, arylalkyl được thế, xycloalkyl, xycloalkyl được thế, heteroxycloalkyl, heteroxycloalkyl được thế, heteroaryl, heteroaryl được thế, heteroarylalkyl, hoặc heteroarylalkyl được thế, hoặc R^{62} và R^{63} cùng với nguyên tử mà chúng được liên kết tạo ra một hoặc nhiều heteroxycloalkyl, heteroxycloalkyl được thế, heteroaryl, hoặc vòng heteroaryl được thế. Theo một số phương án, amin bậc ba hoặc nitơ thơm có thể được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử oxy để tạo thành oxit nitơ tương ứng.

“Sulfonat” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc lưu huỳnh có công thức $-S(O)_2O^-$.

“Sulfonyl” đứng riêng rẽ hoặc là một phần của nhóm thế khác đề cập đến gốc lưu huỳnh có công thức $-S(O)_2R^{60}$ mà R^{60} có thể được chọn từ hydro, alkyl, alkyl được thế, alkoxy, alkoxy được thế, xycloalkyl, xycloalkyl được thế, heteroxycloalkyl, heteroxycloalkyl được thế, aryl, aryl được thế, heteroaryl, heteroaryl được thế, arylalkyl, arylalkyl được thế, heteroarylalkyl và heteroarylalkyl được thế.

Trong một số phương án, aryl được thế và heteroaryl được thế bao gồm một hoặc nhiều nhóm thế sau: F, Cl, Br, C_{1-3} alkyl, alkyl được thế, C_{1-3} alkoxy, $-S(O)_2NR^{50}R^{51}$, $-NR^{50}R^{51}$, $-CF_3$, $-OCF_3$, $-CN$, $-NR^{50}S(O)_2R^{51}$, $-NR^{50}C(O)R^{51}$, C_{5-10} aryl, C_{5-10} aryl được thế, C_{5-10} heteroaryl, C_{5-10} heteroaryl được thế, $-C(O)OR^{50}$, $-NO_2$, $-C(O)R^{50}$, $-C(O)NR^{50}R^{51}$, $-OCHF_2$, C_{1-3} axyl, $-SR^{50}$, $-S(O)_2OH$, $-S(O)_2R^{50}$, $-S(O)R^{50}$, $-C(S)R^{50}$, $-C(O)O^-$, $-C(S)OR^{50}$, $-NR^{50}C(O)NR^{51}R^{52}$, $-NR^{50}C(S)NR^{51}R^{52}$ và $-C(NR^{50})NR^{51}R^{52}$, C_{3-8} xycloalkyl và C_{3-8} xycloalkyl được thế, trong đó mỗi R^{50} , R^{51} và R^{52} độc lập được chọn từ hydro và C_1 - C_4 alkyl.

Như được sử dụng trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ này, mao từ xác định và không xác định bao gồm đối tượng tham chiếu số nhiều trừ khi được giới hạn cụ thể và rõ ràng đến một đối tượng tham chiếu.

Trừ khi có quy định khác, tất cả các số thể hiện số lượng các thành phần, các điều kiện phản ứng và các tính chất khác hoặc thông số được sử dụng trong bản mô tả được hiểu như được thay đổi trong tất cả các trường hợp bằng thuật ngữ “khoảng.” Do đó, trừ khi có quy định khác, nên được hiểu rằng các con số được đưa ra trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ sau đây là giá trị xấp xỉ. Ít nhất và không có ý định giới hạn việc áp dụng dụng học thuyết tương đương cho phạm vi yêu cầu bảo hộ, các con số nên được hiểu trên

phương diện các con số có nghĩa báo cáo và việc áp dụng của kỹ thuật làm tròn thông thường.

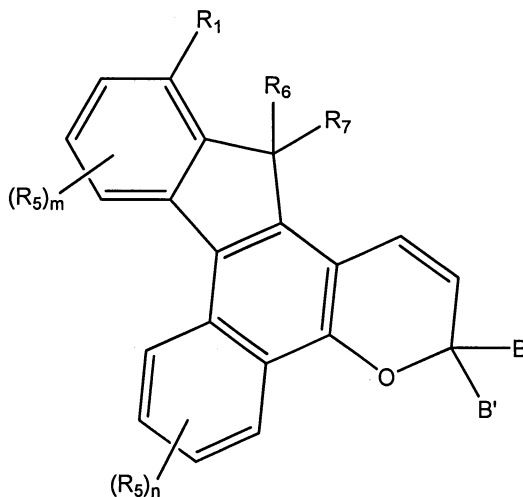
Tất cả khoảng số ở đây bao gồm tất cả các giá trị số và khoảng của tất cả các giá trị số nằm trong khoảng được trích dẫn của các giá trị số. Hơn nữa, trong khi các khoảng số và thông số đưa ra phạm vi rộng của bản mô tả là giá trị xấp xỉ như được mô tả trên đây, các giá trị số được đưa ra trong phần ví dụ được báo cáo chính xác nhất có thể. Tuy nhiên, nên được hiểu rằng các giá trị số này vốn đã chứa sai số gây ra do thiết bị đo và/hoặc kỹ thuật đo.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “tế bào tinh thể lỏng” đề cập đến cấu trúc chứa vật liệu tinh thể lỏng mà có khả năng sắp xếp theo trật tự. Tế bào tinh thể lỏng hoạt động là tế bào mà vật liệu tinh thể lỏng mà có khả năng chuyển đổi giữa trạng thái được sắp xếp và trạng thái không được sắp xếp hoặc giữa hai trạng thái được sắp xếp nhờ tác dụng của ngoại lực, như điện trường hoặc từ trường. Tế bào tinh thể lỏng thụ động là tế bào mà vật liệu tinh thể lỏng duy trì trạng thái được sắp xếp. Một ví dụ không giới hạn về chi tiết hoặc thiết bị chứa tế bào tinh thể lỏng hoạt động là màn hình tinh thể lỏng.

Cụm từ “lớp phủ ít nhất một phần” nghĩa là lượng lớp phủ bao phủ từ một phần đến toàn bộ bề mặt của nền. Cụm từ “lớp phủ được lưu hóa ít nhất một phần” đề cập đến lớp phủ mà các thành phần có thể lưu hóa hoặc liên kết chéo được lưu hóa ít nhất một phần, được liên kết chéo và/hoặc được phản ứng. Trong các phương án không giới hạn thay thế, lượng của thành phần được phản ứng, có thể biến đổi trong khoảng rộng, ví dụ, từ 5% đến 100% tất cả các thành phần có thể lưu hóa, liên kết chéo và/hoặc có thể phản ứng.

Cụm từ “màng hoặc lớp phủ chống mài mòn ít nhất một phần” đề cập đến lớp phủ hoặc màng mà thể hiện hệ số chống mài mòn Bayer ít nhất từ 1,3 đến 10,0 theo phương pháp thử nghiệm tiêu chuẩn ASTM F-735 cho sự chống mài mòn của nhựa trong và lớp phủ bằng cách sử dụng phương pháp cát dao động. Cụm từ “lớp phủ chống phản xạ ít nhất một phần” là lớp phủ mà ít nhất một phần làm tăng bản chất chống phản xạ của bề mặt mà nó được áp dụng bằng cách làm tăng phần trăm hệ số truyền so với bề mặt không được phủ. Việc cải thiện phần trăm hệ số truyền có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 9 phần trăm đối với bề mặt không được xử lý. Theo một cách khác, phần trăm hệ số truyền của bề mặt được xử lý có thể nằm trong khoảng phần trăm lớn hơn bề mặt được xử lý đến 99,9.

Như được mô tả trên, hợp chất đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt thông thường được điều chỉnh để chuyển từ trạng thái thứ nhất sang trạng thái thứ hai khi phản ứng với bức xạ quang hóa và trở lại trạng thái thứ nhất khi phản ứng với năng lượng nhiệt. Cụ thể hơn là, hợp chất đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt thường có khả năng chuyển đổi từ một dạng đồng phân (ví dụ và không giới hạn, ở dạng đóng) sang một dạng chất đồng phân khác (ví dụ và không giới hạn, ở dạng mở) khi phản ứng với bức xạ quang hóa và trở lại dạng đóng khi được tiếp xúc với năng lượng nhiệt. Như được đề cập ở trên, sáng chế đề cập đến hợp chất có công thức II:



công thức II.

Đề cập đến công thức II, R_1 được chọn từ halogen, alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, alkynyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế, alkoxy, perhaloalkoxy, carboxy, amino, amino tùy ý được thế, xyano, nitro, sulfonyl, sulfonat, alkylcacbonyl và alkoxycacbonyl, như được mô tả dưới đây.

Tham chiếu nữa đến công thức II, R_5 mỗi lần xuất hiện, độc lập được chọn từ nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ formyl, alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, aminocacbonyl, arylcacbonyl, aryloxycacbonyl, aminocacbonyloxy, alkoxycacbonylamino, aryloxycacbonylamino, axit boric, este của axit boric, xycloalkoxycacbonylamino, heteroxycloalkyloxycacbonylamino, heteroaryloxy cacbonylamino, alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, alkynyl tùy ý được thế, halogen, xycloalkyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế, alkoxy tùy ý được thế, heteroalkyl tùy ý được thế, heteroxycloalkyl tùy ý được thế và amino tùy ý được thế. Ngoài ra, m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 3, như nằm trong

khoảng từ 0 đến 2; và n là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 4, như nằm trong khoảng từ 0 đến 3, hoặc nằm trong khoảng từ 0 đến 2.

Ngoài ra, đề cập đến công thức II trên đây, mỗi R_6 và R_7 độc lập được chọn từ hydro, hydroxy và nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ heteroalkyl tùy ý được thể, alkyl tùy ý được thể, alkenyl tùy ý được thể, alkynyl tùy ý được thể, aryl tùy ý được thể, heteroaryl tùy ý được thể, xycloalkyl tùy ý được thể, heteroxycloalkyl tùy ý được thể, halogen, amino tùy ý được thể, carboxy, alkylcarbonyl, alkoxycarbonyl, alkoxy tùy ý được thể và aminocarbonyl, hoặc R_1 và R_2 có thể cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ để tạo thành nhóm được chọn từ oxo, xycloalkyl tùy ý được thể và heteroxycloalkyl tùy ý được thể.

Mỗi nhóm thể B và B' độc lập được chọn từ hydro, halogen và nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ metanloxyenyl, alkyl tùy ý được thể, alkenyl tùy ý được thể, alkynyl tùy ý được thể, heteroalkyl tùy ý được thể, alkoxy tùy ý được thể, aryl tùy ý được thể, heteroaryl tùy ý được thể, heteroxycloalkyl tùy ý được thể và xycloalkyl tùy ý được thể, hoặc trong đó B và B' cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ để tạo thành nhóm được chọn từ xycloalkyl tùy ý được thể và heteroxycloalkyl tùy ý được thể.

Ví dụ, đề cập đến công thức II, R_1 có thể được chọn từ C_1 - C_6 alkanyl tùy ý được thể, như C_1 - C_4 alkanyl tùy ý được thể; C_2 - C_6 alkenyl tùy ý được thể, như C_2 - C_4 alkenyl tùy ý được thể; C_2 - C_6 alkynyl tùy ý được thể, như C_2 - C_4 alkynyl tùy ý được thể; phenyl tùy ý được thể; C_1 - C_6 alkoxy, như C_1 - C_4 alkoxy; C_1 - C_6 perhaloalkoxy, như C_1 - C_4 perhaloalkoxy; C_1 - C_6 perhaloalkyl, như C_1 - C_4 perhaloalkyl; clo; flo; xyano; nitro; C_1 - C_6 alkylcarbonyl, như C_1 - C_4 alkylcarbonyl; và C_1 - C_6 alkoxycarbonyl, như C_1 - C_4 alkoxycarbonyl.

Tương tự, R_5 mỗi lần xuất hiện, độc lập có thể được chọn từ formyl, alkylcarbonyl, alkoxycarbonyl, aminocarbonyl, arylcarbonyl, aryloxy carbonyl, alkyl tùy ý được thể, este của axit boric, halogen, xycloalkyl tùy ý được thể, aryl tùy ý được thể, alkoxy tùy ý được thể, heteroalkyl tùy ý được thể, heteroxycloalkyl tùy ý được thể và amino tùy ý được thể.

Hơn nữa, mỗi R_6 và R_7 độc lập có thể được chọn từ hydro, hydroxy và nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ heteroalkyl tùy ý được thể, alkyl tùy ý được thể, aryl tùy ý được thể, heteroaryl tùy ý được thể, xycloalkyl tùy ý được thể, halogen, amino tùy ý được thể, carboxy, alkylcarbonyl, alkoxycarbonyl, alkoxy tùy

ý được thế và aminocacbonyl hoặc R_1 và R_2 có thể cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ tạo thành nhóm được chọn từ oxo, xycloalkyl tùy ý được thế và heteroxycloalkyl tùy ý được thế. Trong ví dụ cụ thể, mỗi R_6 và R_7 độc lập được chọn từ hydro, hydroxy và nhóm bất đối xứng được chọn từ heteroalkyl tùy ý được thế, alkyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, xycloalkyl tùy ý được thế, halogen, carboxy, alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, alkoxy tùy ý được thế và aminocacbonyl hoặc R_1 và R_2 có thể cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ để tạo thành nhóm được chọn từ oxo và xycloalkyl tùy ý được thế.

Tương tự, mỗi B và B' độc lập được chọn từ hydro, halogen, nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, heteroalkyl tùy ý được thế, alkoxy tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế và xycloalkyl tùy ý được thế, hoặc trong đó B và B' cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ tạo thành nhóm được chọn từ xycloalkyl tùy ý được thế và heteroxycloalkyl tùy ý được thế. Trong ví dụ cụ thể, mỗi B và B' độc lập có thể được chọn từ hydro, nhóm bất đối xứng được chọn từ alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế và xycloalkyl tùy ý được thế, hoặc trong đó B và B' cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ để tạo thành nhóm được chọn từ xycloalkyl tùy ý được thế.

Theo phương án cụ thể của sáng chế, sáng chế đề cập đến hợp chất có công thức II trên đây, R_1 được chọn từ metyl, etyl, metoxy, etoxy, $-OCF_3$, $-OCF_2CF_3$, CF_3 , CF_2CF_3 , clo, flo, xyano, nitro, axetyl, propionyl, metoxycacbonyl, etoxycacbonyl; phenyl, phenyl được thế bằng một hoặc nhiều nhóm, mỗi nhóm độc lập được chọn từ alkoxy, halogen, amino, perhaloalkoxy, alkylcacbonyl, carboxy và alkoxycacbonyl;

R_5 mỗi lần xuất hiện, độc lập được chọn từ metyl, etyl, brom, clo, flo, metoxy, etoxy và CF_3 ;

mỗi R_6 và R_7 độc lập được chọn từ metyl, etyl, propyl và butyl; và

mỗi B và B' độc lập được chọn từ phenyl được thế bằng một hoặc nhiều nhóm độc lập được chọn từ aryl, heteroaryl, heteroxycloalkyl, alkyl, alkenyl, alkynyl, alkoxy, halogen, amino, alkylcacbonyl, carboxy và alkoxycacbonyl.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất theo sáng chế có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở:

3,3-bis(4-metoxyphenyl)-10,12-diclo-13,13-trimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran; 3,3-bis(4-metoxyphenyl)-6,7-dimetoxy-10,12-bis(triflometyl)-13,13-trimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran; 3,3-bis(4-

metoxyphenyl)-10,12-dibromo-6,7-dimethoxy-11,13,13-trimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran; 3-(4-butoxyphenyl)-3-(4-methoxyphenyl)-10,12-dibromo-6-triflometyl-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran; 3,3-bis(4-flophenyl)-10,12-dibromo-13,13-trimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran; 3,3-bis(4-methoxyphenyl)-10,12-dibromo-13,13-trimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran; 3-(4-flophenyl)-3-(4-(piperidin-1-yl)phenyl)-10,12-dibromo-13,13-trimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran; 3-phenyl-3-(4-morpholinophenyl)-10,11,12-trimethoxy-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran; 3-(4-methoxyphenyl)-3-(4-morpholinophenyl)-5,7-diflo-10,11,12-trimethoxy-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran; 3-phenyl-3-(4-morpholinophenyl)-6,7-dimethoxy-12-triflometyl-13,13-dimethyl-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran; và/hoặc 3,3-bis(4-methoxyphenyl)-6,7,10,12-tetramethoxy-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran.

Hợp chất bất kỳ được mô tả trên đây có thể hữu ích ở dạng riêng rẽ, ở dạng hỗn hợp, hoặc ở dạng kết hợp với các hợp chất, chế phẩm, và/hoặc vật liệu khác.

Các phương pháp để thu được hợp chất mới được mô tả ở đây sẽ rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, các quy trình phù hợp được mô tả, ví dụ, trong sơ đồ phản ứng và ví dụ dưới đây và trong tài liệu tham khảo được trích dẫn ở đây.

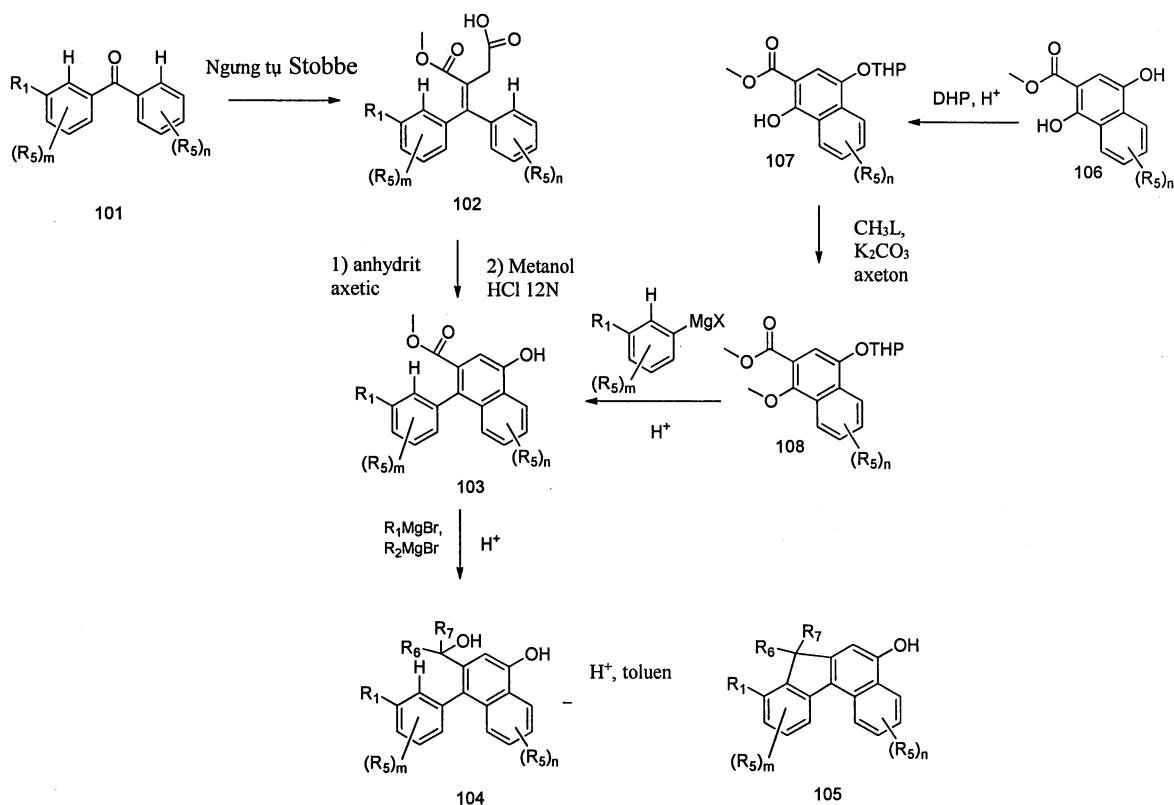
Trong sơ đồ và ví dụ dưới đây, các chữ viết tắt sau có ý nghĩa như sau. Nếu một chữ viết tắt không được định nghĩa, nó mang ý nghĩa được chấp nhận theo cách thông thường.

Bi(OTf) ₃	=	bismut triflat
DHP	=	3,4-dihydro-2H-pyran
DCM	=	diclometan
DBSA	=	axit dodecylbenzensulfonic
DMF	=	N,N-dimetylformamit
DMSO	=	dimetylulfoxit
EtMgBr	=	etyl magie bromua
Et ₂ O	=	dietylete
g	=	gam
h	=	giờ
HPLC	=	phép sắc ký lỏng hiệu năng cao

(iPr) ₂ NH	=	diisopropyl amin
HOAc	=	axit axetic
LDA	=	lithi diisopropylamit
M	=	mol (nồng độ phân tử)
MeLi	=	metyl lithi
mg	=	miligam
min	=	phút
mL	=	mililit
mmol	=	milimol
mM	=	milimol
NatOBu	=	Natri <i>tert</i> -butoxit
N	=	đương lượng (tiêu chuẩn)
ng	=	nanogam
nm	=	nanomet
nM	=	nanomol
NMP	=	<i>N</i> -metyl pyrrolidon
NMR	=	cộng hưởng từ nhân
PPTS	=	pyridin <i>p</i> -toluensulfonat
pTSA	=	<i>p</i> -toluenaxit sulfonic
THF	=	tetrahyrdofuran
TLC	=	phép sắc ký lớp mỏng
t-BuOH	=	t-butanol
(Tf) ₂ O	=	triflometanaxit sulfonic anhydrit
μL	=	microlit
μM	=	micromol

Như được mô tả trong sơ đồ được phác thảo hơn nữa dưới đây, hợp chất 105 là hợp chất trung gian mà có thể dùng làm cơ sở điều chế thuốc nhuộm lưỡng sắc được mô tả ở đây. Ví dụ, nó có thể được điều chế như được thể hiện trong sơ đồ 1, 2, 3, 4 và 5. Khi được điều chế, chức năng nhóm hydroxy của hợp chất 105 có thể được sử dụng để tạo thành pyran như được thấy trong sơ đồ 6.

Sơ đồ 1



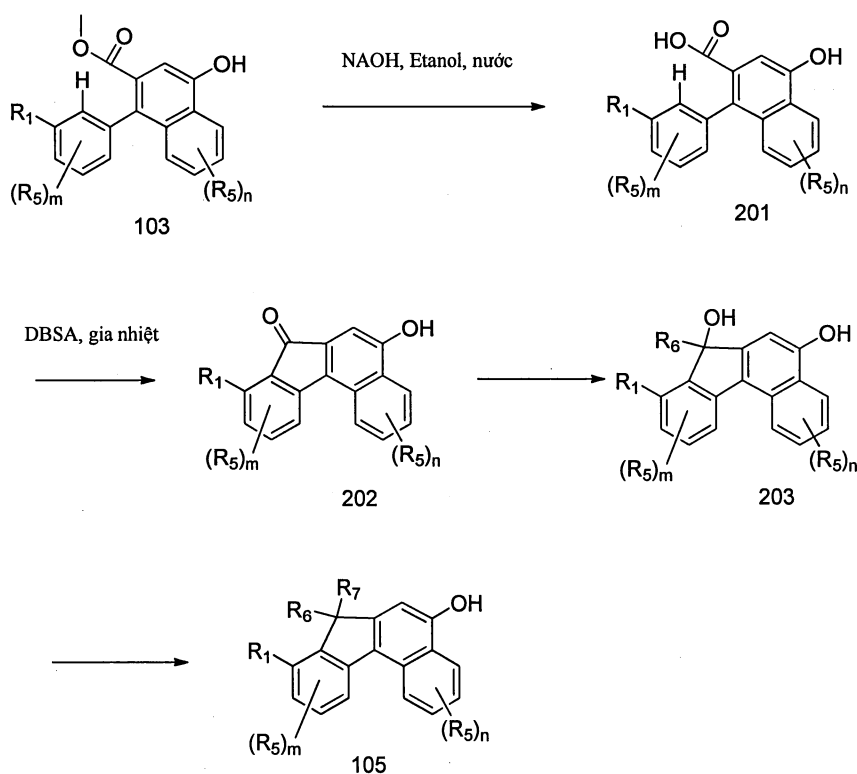
Sơ đồ 1 thể hiện một phương pháp điều chế hợp chất 105. R_6 và R_7 có thể được chọn từ nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng tùy ý được thể như heteroalkyl, alkyl, perfluoroalkyl, alkenyl, alkynyl, aryl, heteroaryl, xycloalkyl và heteroxycloalkyl.

Aryl keton 101 có thể được mua hoặc được điều chế bằng phương pháp Friedel-Crafts hoặc phương pháp Grignard hoặc Cuperate đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, xem tài liệu: Friedel-Crafts and Related Reactions, George A. Olah, Interscience Publishers, 1964, tập 3, chương XXXI (Aromatic Ketone Synthesis); “Regioselective Friedel-Crafts Acylation of 1,2,3,4-Tetrahydroquinolin and Related Nitrogen Heterocycles: Effect on NH Protective Groups and Ring Size” của Ishihara, Yugi và đồng tác giả, J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1, từ trang 3401 đến 3406, 1992; “Addition of Grignard Reagents to Aryl Acid Chlorides: An efficient synthesis of aryl ketons” của Wang, Xiao-jun và đồng tác giả, Organic Letters, tập 7, số 25, 5593-5595, 2005 và tài liệu tham khảo được trích dẫn ở đây, mà các phần được đề cập liên quan đến phương pháp tổng hợp nêu trên được kết hợp trong bản mô tả này bằng cách viện dẫn. Phản ứng Stobbe của aryl keton 101 với dimethyl succinat có kali t-butoxit tạo thành sản phẩm ngưng tụ của hợp chất 102 mà trải qua phản ứng đóng vòng trong anhydrit axetic, sau đó là metanol phân để tạo thành sản phẩm hợp chất 103.

Hợp chất 103 có thể cũng được điều chế từ phản ứng thế vòng thơm ái nhân qua trung gian este bắt đầu từ hợp chất 106 bằng phương pháp đã được biết với chuyên gia trong lĩnh vực này, ví dụ, như được mô tả nữa trong tài liệu: Synthesis, January 1995, từ trang 41 đến 43; The Journal of Chemistry Society Perkin Transaction 1, 1995, từ trang 235 đến 241 và bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 7,557,208 B2 mà các phần được đề cập liên quan đến phương pháp tổng hợp này được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn.

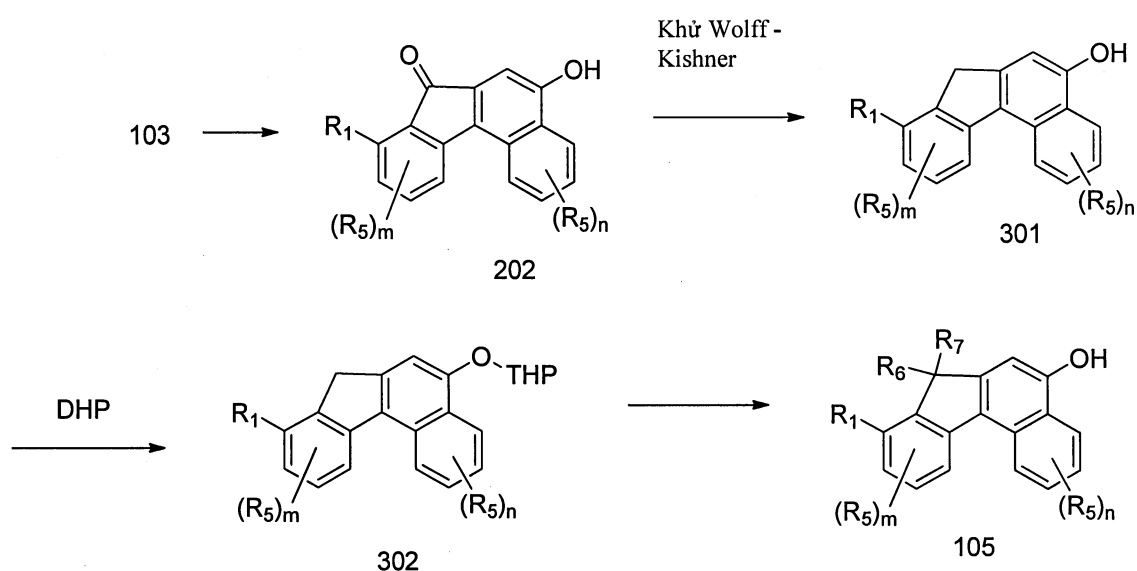
Khi được điều chế, hợp chất 103 còn có thể được chuyển hóa thành sản phẩm được ngưng tụ indeno của hợp chất 105 với nhiều phép thế khác nhau trên cầu liên kết cacbon qua các phản ứng nhiều bước khác nhau mà có thể thấy được trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 5,645,767; 5,869,658; 5,698,141; 5,723,072; 5,961,892; 6,113,814; 5,955,520; 6,555,028; 6,296,785; 6,555,028; 6,683,709; 6,660,727; 6,736,998; 7,008,568; 7,166,357; 7,262,295; 7,320,826 và 7,557,208 mà các phần được đề cập liên quan đến nhóm thế trên cầu liên kết cacbon được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Như được thể hiện trong sơ đồ 1 minh họa hợp chất 103 phản ứng với thuốc thử Grignard, sau đó là phản ứng đóng vòng để thu được hợp chất 105.

Sơ đồ 2



Sơ đồ 2 minh họa phương pháp thứ hai để chuyển hóa hợp chất 103 thành hợp chất 105. Sau khi thủy phân hợp chất 103, sau đó là phản ứng đóng vòng thu được hợp chất 202. Cacbonyl của hợp chất 202 có thể phản ứng với chất ái nhân, như thuốc thử Grignard, thuốc thử organo lithi, hoặc perfloalkyl trimetysilan để tạo thành hợp chất 203. R_6 có thể được chọn từ nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng tùy ý được thể như heteroalkyl, alkyl, perfloalkyl, alkenyl, alkynyl, aryl, heteroaryl, xycloalkyl và heteroxycloalkyl. Nhóm hydroxyl của hợp chất 203 có thể dễ dàng chuyển hóa thành R_7 mà có thể được chọn từ halogen và nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng tùy ý được thể như alkoxy, silanoxy, heteroaryloxy và aryloxy.

Sơ đồ 3

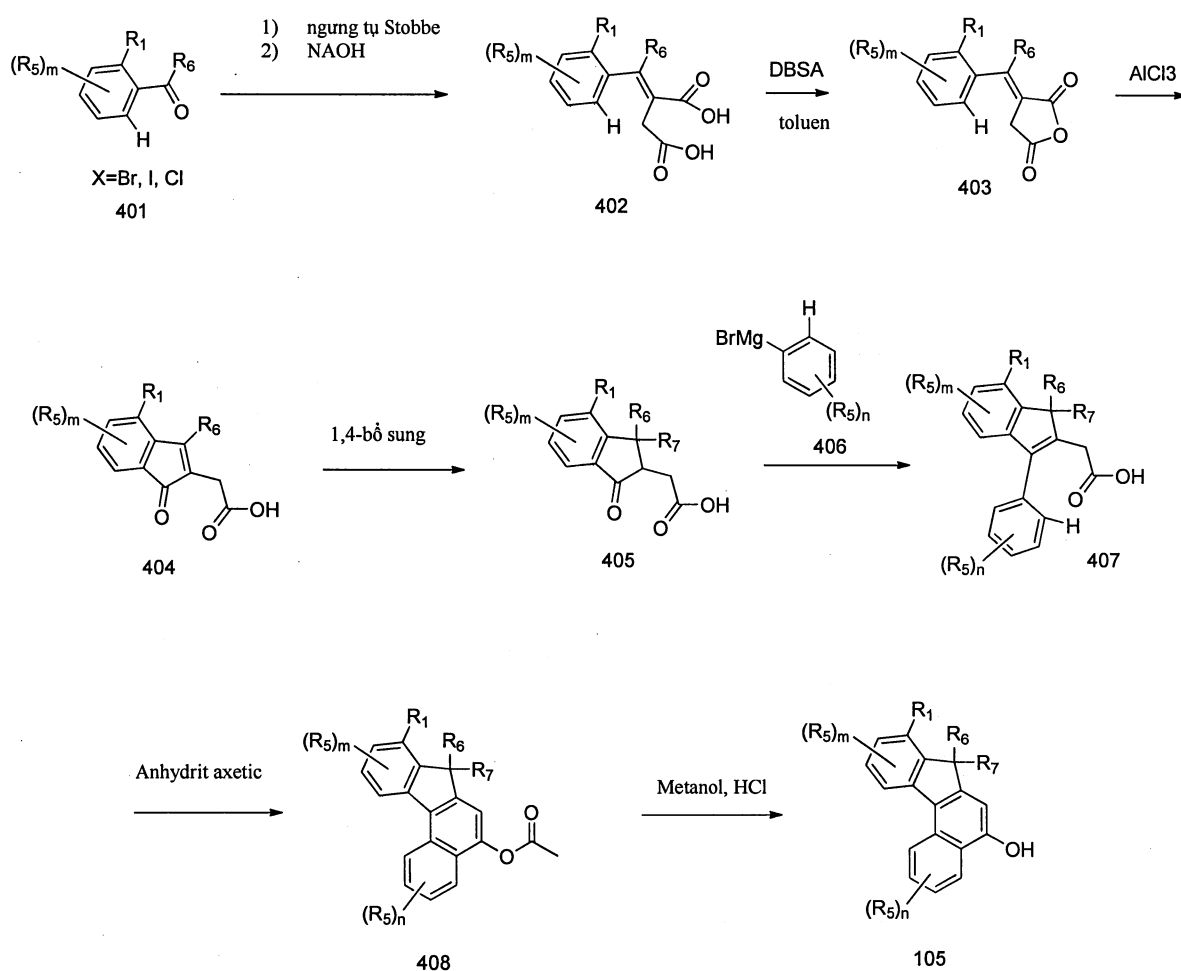


Sơ đồ 3 minh họa phương pháp thứ ba để chuyển hóa hợp chất 103 thành hợp chất 105. Hợp chất 202 trong sơ đồ 2 có thể được khử thành 301 bằng cách sử dụng quy trình khử Wolff-Kishner hoặc bằng phương pháp biến đổi từ phương pháp này. Các ví dụ có thể được tìm thấy trong tài liệu: "Practical procedures for the preparation of N-tert-butylidimethylilylhydrozones and their use in modified Wolff-Kishner reductions and in synthesis of vinyl halides và gem-dihalides" của Myers, Andrew. G. và đồng tác giả, 126, 5436-5445, 2004 và tài liệu tham khảo ở đây mà các phần được đề cập liên quan đến quy trình khử Wolff-Kishner được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Sau khi bảo vệ hydroxy, hợp chất 302 có cacbon-gem rất ái nhân một lần khử proton hóa bằng bazơ giống như LDA hoặc thuốc thử Grignard metyl. Đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, hợp chất được khử proton 302 có thể được chuyển hóa thành

R₆ và R₇ bằng cách cho chúng phản ứng với chất ái điện tử như alkyl halit, cacbon dioxit, axit clorua, nitril và các dẫn xuất cloformat. Do đó, hợp chất 105 có thể được điều chế với R₆ và R₇ được chọn từ hydro, nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng tùy ý được thể được chọn từ heteroalkyl, alkyl, xycloalkyl, carboxy, alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, aminocacbonyl, arylcacbonyl, aryloxycacbonyl, hoặc R₆ và R₇ có thể cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ để tạo thành nhóm được chọn từ oxo, xycloalkyl tùy ý được thể và heteroxycloalkyl tùy ý được thể.

Sơ đồ 4 và 5 tóm tắt hai phương pháp mới để điều chế hợp chất 105 mà không được cho là đã được bộc lộ trước đây.

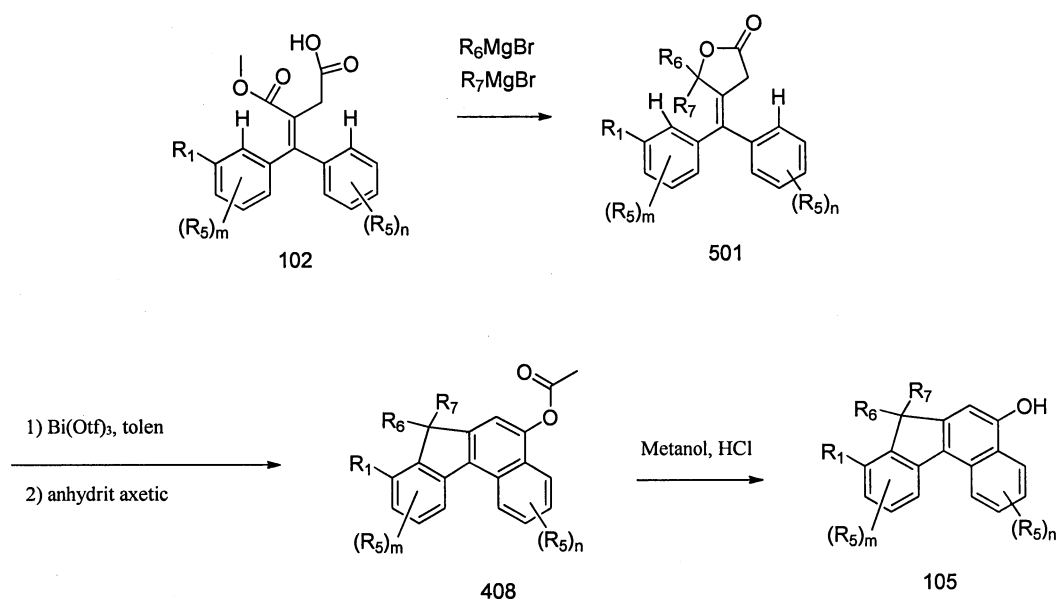
Sơ đồ 4



Sơ đồ 4 bắt đầu từ aryl keton 401. R₆ có thể được chọn từ hydro, nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng tùy ý được thể như heteroalkyl, alkyl, perfloalkyl, alkenyl, alkynyl, aryl, heteroaryl, xycloalkyl và heteroxycloalkyl.

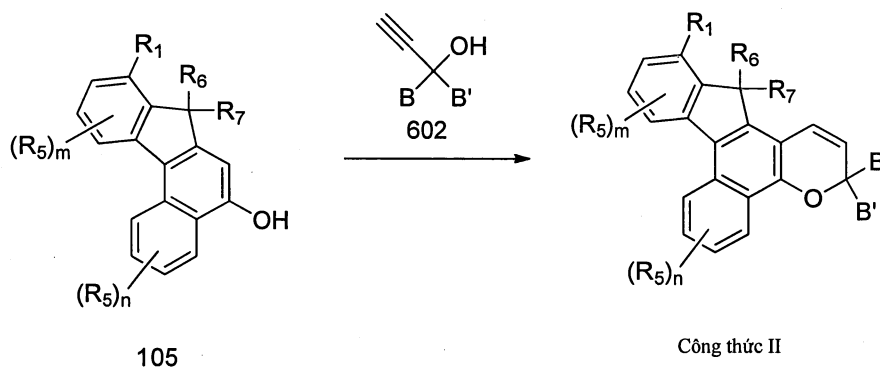
Sau khi phản ứng Stobbe với dimetyl succinat, hợp chất 402 được chuyển hóa thành anhydrit 403. Anhydrit này có thể được chuyển thành axit indenon 404 có sử dụng nhôm clorua. Phản ứng 1,4-bổ sung có thể được thực hiện có sử dụng chất ái nhân giống như thuốc thử hữu cơ kim loại, amin, rượu và thiol. Phản ứng tạo thành axit indano 405. R_7 có thể được chọn từ hydro, nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng tùy ý được thể như heteroalkyl, alkyl, alkenyl, alkynyl, aryl, heteroaryl, xycloalkyl, heteroxycloalkyl, amino, alkoxy và thiol. Hợp chất 405 có thể phản ứng với thuốc thử Grignard 406 để tạo thành hợp chất 407 sau khi tăng tính axit. Hợp chất 407 trải qua phản ứng đóng vòng trong anhydrit axetic, sau đó là metanol phân để tạo thành sản phẩm 408 mà có thể được chuyển hóa thành hợp chất 105 bằng cách thủy phân.

Sơ đồ 5



Sơ đồ 5 bắt đầu từ sản phẩm Stobbe 102 mà phản ứng với thuốc thử Grignard để tạo thành hợp chất 501. R_6 và R_7 có thể được chọn từ nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng tùy ý được thể như heteroalkyl, alkyl, perfloalkyl, alkenyl, alkynyl, aryl, heteroaryl, xycloalkyl và heteroxycloalkyl. Sau khi xử lý với bismut triflat trong toluen và sau đó là anhydrit axetic, hai phản ứng đóng vòng theo thứ tự xảy ra trong cùng bình phản ứng. Phản ứng hiệu quả tạo thành hợp chất 408 mà có thể được chuyển hóa thành hợp chất 105.

Sơ đồ 6



Sơ đồ 6 minh họa phương pháp chuyển hóa hợp chất 105 thành hợp chất có công thức II. Vòng pyran có công thức II được tạo thành bằng cách liên hợp với rượu propargyl 602. Mỗi B và B' độc lập có thể được chọn từ hydro, halogen và nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng tùy ý được thế như metanloxyenyl, alkyl hoặc perfluoroalkyl, alkenyl, alkynyl, heteroalkyl, alkoxy, perfluoroalkoxy, aryl, heteroaryl, heterocycloalkyl và xycloalkyl, hoặc trong đó B và B' cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ để tạo thành nhóm như xycloalkyl tùy ý được thế và heterocycloalkyl tùy ý được thế.

Hợp chất được mô tả ở đây có thể hữu ích dùng làm vật liệu đổi màu theo ánh sáng, như hợp chất đổi màu theo ánh sáng thuận nghịch do nhiệt và/hoặc chế phẩm theo nhiều phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây. Các hợp chất này có thể hữu dụng trong nhiều ứng dụng để tạo thành đổi màu theo ánh sáng và, nếu có thể, các tính chất lưỡng sắc.

Chế phẩm đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế có thể bao gồm ít nhất một trong các hợp chất được mô tả ở đây và tùy ý với ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng khác. Chế phẩm đổi màu theo ánh sáng có thể được chọn từ nhiều vật liệu khác nhau. Ví dụ về các vật liệu này có thể được chọn từ:

- (a) hợp chất đổi màu theo ánh sáng đơn;
- (b) hỗn hợp gồm các hợp chất đổi màu theo ánh sáng;
- (c) vật liệu bao gồm ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng như nhựa polyme hoặc dung dịch monome hữu cơ ;
- (d) vật liệu như monome hoặc polyme mà ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng được liên kết hóa học;
- (e) vật liệu (c) hoặc (d) còn bao gồm lớp phủ để hầu như ngăn chặn được sự tiếp xúc của ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng với vật liệu bên ngoài;

(f) polyme đổi màu theo ánh sáng; hoặc

(g) hỗn hợp của chúng.

Sáng chế còn đề xuất vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm vật liệu hữu cơ và hợp chất/chế phẩm đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế được liên kết với ít nhất một phần vật liệu hữu cơ chủ. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “được liên kết với” có nghĩa tiếp xúc trực tiếp với đối tượng hoặc tiếp xúc gián tiếp với đối tượng qua một hoặc nhiều cấu trúc hoặc vật liệu khác, ít nhất một trong số chúng tiếp xúc trực tiếp với đối tượng. Hơn nữa, hợp chất đổi màu theo ánh sáng có thể được liên kết với ít nhất một phần của chất chủ bằng cách kết hợp vật liệu chủ hoặc bằng cách ghép lên trên vật liệu chủ, ví dụ, là phần của lớp phủ hoặc lớp. Ngoài hợp chất đổi màu theo ánh sáng, chế phẩm đổi màu theo ánh sáng còn có thể bao gồm ít nhất một chất phụ gia được chọn từ thuốc nhuộm, chất thúc đẩy quá trình liên kết, chất chống oxy hóa, chất phụ gia tăng cường động học, chất khơi mào quang hóa, chất khơi mào nhiệt, chất ức chế polyme hóa, dung môi, chất làm ổn định ánh sáng, ví dụ, chất hấp thụ ánh sáng tử ngoại và chất làm ổn định amin cản trở không gian, chất làm ổn định nhiệt, chất giải phóng khuôn, chất kiểm soát lưu biến, chất làm bằng, chất loại bỏ gốc tự do, chất gel hóa và chất thúc đẩy sự kết dính.

Các ví dụ không giới hạn về vật liệu hữu cơ chủ mà có thể được sử dụng cùng với nhiều phương án không giới hạn khác nhau được bộc lộ ở đây bao gồm vật liệu tinh thể lỏng và vật liệu polyme.

Các ví dụ về vật liệu polyme bao gồm homopolyme và copolyme, được điều chế từ monome và hỗn hợp monome được bộc lộ trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 5,962,617 và bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 5,658,501 từ cột 15, dòng 28 đến cột 16, dòng 17, trong đó phần mô tả về vật liệu polyme trong các bằng độc quyền sáng chế Mỹ này được kết hợp một cách cụ thể ở đây bằng cách viện dẫn, vật liệu oligome, vật liệu monome hoặc hỗn hợp hoặc tổ hợp của chúng. Vật liệu polyme có thể là vật liệu polyme dẻo nhiệt hoặc rắn nhiệt, có thể là trong suốt hoặc trong về mặt quang học và có thể có chỉ số khúc xạ được yêu cầu bất kỳ. Các ví dụ không giới hạn về monome và polyme được mô tả bao gồm: polyol(allyl cacbonat) monome, ví dụ, allyl diglycol cacbonat như dietylen glycol bis(allyl cacbonat), mà monome được bán dưới nhãn hiệu CR-39 bởi PPG Industries, Inc.; polyurea-polyuretan (polyurea-uretan) polyme, mà được điều chế, ví dụ, bằng phản ứng của polyuretan prepolymer và chất lưu hóa diamin, chế phẩm đối với

polyme này được bán dưới nhãn hiệu TRIVEX bởi PPG Industries, Inc.; cacbonat monome được kết thúc bằng polyol(met)acryloyl; dietylen glycol dimetacrylat monome; phenol metacrylat monome được etoxyl hóa; diisopropenyl benzen monome; trimetylol propan triacrylat monome được etoxyl hóa; etylen glycol bismetacrylat monome; poly(etylen glycol) bismetacrylat monome; uretan acrylat monome; poly(bisphenol A dimetacrylat được etoxyl hóa); poly(vinyl axetat); poly(rượu vinylic); poly(vinyl clorua); poly(vinyliden clorua); polyetylen; polypropylen; polyuretan; polytiouretan; polycacbonat dẻo nhiệt, như nhựa cacbonat được liên kết thu được từ bisphenol A và phosgen, vật liệu này được bán dưới nhãn hiệu LEXAN; polyeste, như vật liệu được bán dưới nhãn hiệu MYLAR; poly(etylen terephthalat); polyvinyl butyral; poly(metyl metacrylat), như vật liệu được bán dưới nhãn hiệu PLEXIGLAS và polyme được điều chế bằng cách phản ứng isoxyanat đa chức với polythiol hoặc polyepisulfua monome, hoặc được homopolyme hóa hoặc cùng và/hoặc terpolyme hóa với polythiol, polyisoxyanat, polyisothioxyanat và tùy ý monome không no được etylen hóa hoặc vinyl monome chứa vòng thơm được halogen hóa. Cũng được dự định là copolyme của monome này và hỗn hợp của polyme được mô tả và copolyme với các polyme khác, ví dụ, để tạo thành copolyme khối hoặc sản phẩm có mạng lưới đan xen. Vật liệu polyme cũng có thể là vật liệu tự liên kết.

Polyme có thể được là copolyme khối hoặc không khối. Copolyme khối này có thể bao gồm khối cứng và khối mềm. Hơn nữa, polyme có thể là copolyme không khối (tức là, copolyme mà không có khối lớn của gốc monome cụ thể), như copolyme ngẫu nhiên, copolyme thay thế, copolyme tuần hoàn và copolyme thống kê. Phần mô tả cũng nhằm đến bao gồm copolyme của nhiều hơn hai dạng khác nhau của gốc copolyme.

Vật liệu hữu cơ chủ có thể được chọn từ polyacrylat, polymetacrylat, poly(C₁-C₁₂) alkyl metacrylat, polyoxy(alkylen metacrylat), poly (phenol metacrylat được alkoxy hóa), xenluloza axetat, xenluloza triaxetat, xenluloza axetat propionat, xenluloza axetat butyrat, poly(vinyl axetat), poly(rượu vinylic), poly(vinyl clorua), poly(vinyliden clorua), poly(vinylpyrrolidon), poly((met)acrylamit), poly(dimetyl acrylamit), poly(hydroxyetyl metacrylat), poly((met) axit acrylic), polycacbonat dẻo nhiệt, polyeste, polyuretan, polytiouretan, poly(etylen terephthalat), polystyren, poly(alpha metyltyren), copoly(styren-metylmetacrylat), copoly(styren-acrylonitril), polyvinylbutyral và polyme của thành phần nhóm bao gồm monome polyol(alyl cacbonat), acrylat monome một chức, monome

metacrylat một chức, monome acrylat đa chức, monome metacrylat đa chức, monome dietylen glycol dimetacrylat, monome diisopropenyl benzen, monome rượu polyhydric được alkoxy hóa và monome dialylden pentaerythritol.

Ngoài ra, vật liệu hữu cơ chủ có thể là homopolyme hoặc copolyme của các monome được chọn từ acrylat, metacrylat, metyl metacrylat, etylen glycol bis metacrylat, bisphenol A dimetacrylat được etoxyl hóa, vinyl axetat, vinylbutyral, uretan, thiouretan, dietylen glycol bis(alyl cacbonat), dietylen glycol dimetacrylat, diisopropenyl benzen và trimetylol propan triacrylat được etoxyl hóa. Vật liệu polyme thường bao gồm vật liệu tinh thể lỏng, vật liệu tự liên kết, polycacbonat, polyamit, polyimit, poly(met)acrylat, polyxyclic alken, polyuretan, poly(urea)uretan, polythiouretan, polytio(urea)uretan, polyol(alyl cacbonat), xenluloza axetat, xenluloza diaxetat, xenluloza triaxetat, xenluloza axetat propionat, xenluloza axetat butyrat, polyanken, polyalkylen-vinyl axetat, poly(vinylaxetat), poly(rượu vinylic), poly(vinyl clorua), poly(vinylformal), poly(vinylaxetal), poly(vinyliden clorua), poly(etylen terephtalat), polyeste, polysunfon, polyolefin, copolyme của chúng, và/hoặc hỗn hợp của chúng.

Hơn nữa, vật liệu hữu cơ chủ có thể tạo thành chi tiết quang học hoặc một phần của chúng. Các ví dụ không giới hạn về chi tiết quang học bao gồm bộ phận dùng trong nhãn khoa, bộ phận hiển thị, cửa sổ và gương. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “quang học” nghĩa là thuộc về hoặc liên quan đến ánh sáng và/hoặc sự nhìn. Ví dụ, mặc dù không có giới hạn ở đây, theo nhiều phương án không giới hạn khác nhau, chi tiết hoặc thiết bị quang học có thể được chọn từ chi tiết và thiết bị nhãn khoa, chi tiết và thiết bị hiển thị, cửa sổ, gương, vật liệu bao gói như giấy bọc và chi tiết và thiết bị tế chứa bào tinh thể lỏng hoạt động và thụ động.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “nhãn khoa” nghĩa là thuộc về hoặc liên quan đến mắt và sự nhìn. Các ví dụ không giới hạn về bộ phận dùng trong nhãn khoa bao gồm kính hiệu chỉnh và kính không hiệu chỉnh, bao gồm kính đơn điểm nhìn hoặc đa điểm nhìn mà có thể là kính đa điểm nhìn phân đoạn hoặc không phân đoạn (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, kính hai tiêu cự, kính ba tiêu cự và kính tăng tầm nhìn của mắt), cũng như các thành phần khác được sử dụng để hiệu chỉnh, bảo vệ, hoặc tăng cường (bên ngoài hoặc ngược lại) sự nhìn, bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở, kính áp tròng, kính nội thị, kính lúp và kính bảo vệ hoặc kính che mặt. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “hiển thị” nghĩa là sự thể hiện thông tin có thể đọc được bằng máy hoặc có thể nhìn thấy ở dạng từ

ngữ, số, ký hiệu, thiết kế hoặc hình vẽ. Các ví dụ không giới hạn về bộ phận hiển thị và thiết bị bao gồm màn chiếu, màn hình và vật dụng an toàn, bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở, bộ phận đánh dấu an toàn và đánh dấu xác nhận. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “cửa sổ” nghĩa là khoảng hở phù hợp để cho phép sự truyền bức xạ qua. Các ví dụ không giới hạn về cửa sổ bao gồm kính ảnh trong máy bay và ô tô, kính lọc, màn chắn và bộ chuyển quang học. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “gương” nghĩa là bề mặt mà phản xạ phần lớn ánh sáng tới.

Ví dụ, vật liệu hữu cơ chủ có thể là bộ phận dùng trong nhãn khoa và cụ thể hơn là, kính mắt.

Hơn nữa, được dự định rằng các hợp chất đổi màu theo ánh sáng được mô tả ở đây có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp với ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ bổ sung khác có ít nhất một giá trị tối đa của độ hấp thụ được hoạt hóa nằm trong khoảng từ 300nm đến 1000nm, bao gồm (hoặc chất chứa cùng loại). Ví dụ, hợp chất đổi màu theo ánh sáng được bộc lộ ở đây có thể được kết hợp với ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ thông thường khác sao cho tổ hợp của hợp chất đổi màu theo ánh sáng khi được hoạt hóa thể hiện màu sắc mong muốn. Các ví dụ không giới hạn về hợp chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ thông thường phù hợp bao gồm pyran, oxazin, fulgit và fulgimit được mô tả dưới đây.

Các ví dụ không giới hạn về pyran đổi màu theo ánh sáng bổ sung thuận nghịch do nhiệt bao gồm benzopyran, naphthopyran, ví dụ, naphtho[1,2-b]pyran, naphtho[2,1-b]pyran, naphthopyran được ngưng tụ indeno, như được bộc lộ trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 5,645,767 và naphthopyran dị vòng được ngưng tụ, như được bộc lộ trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 5,723,072, 5,698,141, 6,153,126 và 6,022,497, do đó được kết hợp bằng cách viện dẫn sự bộc lộ của naphthopyran này; spiro-9-fluoreno[1,2-b]pyran; phenantropyran; quinopyran; floanthenopyran; spiropyran, ví dụ, spiro(benzindolin)naphthopyran, spiro(indolin)benzopyran, spiro(indolin)naphthopyran, spiro(indolin)quinopyran và spiro(indolin)pyran. Các ví dụ cụ thể hơn về naphthopyran và chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ bổ sung được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 5,658,501, do đó các phần được đề cập được kết hợp cụ thể bằng cách viện dẫn. Spiro(indolin)pyran cũng được mô tả trong tài liệu: Techniques in Chemistry, Volumn III, “Photochromism”, chapter 3, Glenn H. Brown, Editor, John Wiley và Sons, Inc., New York, 1971, do đó các phần được đề cập được kết hợp bằng cách viện dẫn.

Các ví dụ không giới hạn về oxazin đổi màu theo ánh sáng bổ sung thuận nghịch do nhiệt 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)fluorantenoxazin và spiro(indolin)quinoxazin.

Các ví dụ không giới hạn khác về fulgit đổi màu theo ánh sáng bổ sung thuận nghịch do nhiệt bao gồm: fulgimit và 3-furyl và 3-thienyl fulgit và fulgimit mà được bọc lộ trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 4,931,220 (trong đó các phần đề cập đến fulgimit này do đó được kết hợp cụ thể bằng cách viện dẫn) và hỗn hợp vật liệu/ hợp chất đổi màu theo ánh sáng bất kỳ nêu trên.

Ví dụ, được dự định rằng hợp chất đổi màu theo ánh sáng được bọc lộ ở đây có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp với hợp chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ thông thường khác (như được mô tả trên đây), số lượng hoặc tỷ lệ sao cho vật liệu hữu cơ chủ mà được kết hợp vào hợp chất đổi màu theo ánh sáng, hoặc vật liệu hữu cơ chủ được phủ lên trên nó có thể thể hiện một màu sắc hoặc các màu sắc mong muốn trong trạng thái được hoạt hóa hoặc “bị mất màu”. Do đó, lượng hợp chất đổi màu theo ánh sáng được sử dụng không giới hạn miễn sao lượng này đủ để tạo hiệu quả đổi màu theo ánh sáng mong muốn. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “lượng đổi màu theo ánh sáng” đề cập đến lượng hợp chất đổi màu theo ánh sáng cần thiết để tạo hiệu quả đổi màu theo ánh sáng.

Sáng chế cũng đề xuất vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm nền và lớp phủ ít nhất một phần chứa chế phẩm phủ có lượng đổi màu theo ánh sáng của hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế được liên kết với ít nhất một phần của ít nhất một bề mặt của chúng của nền. Hơn nữa, mặc dù không giới hạn ở đây, ít nhất một phần của lớp phủ ít nhất một phần có thể ít nhất được thiết lập một phần. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “thiết lập” nghĩa là điều chỉnh theo hướng mong muốn.

Ví dụ, theo phương án không giới hạn nêu trên, chế phẩm phủ có thể được chọn từ, không chỉ giới hạn ở, chế phẩm phủ polyme, sơn và mực. Hơn nữa, ngoài hợp chất đổi màu theo ánh sáng được bọc lộ ở đây, chế phẩm phủ theo nhiều phương án không giới hạn khác nhau còn có thể bao gồm ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ thông thường khác có ít nhất bao gồm một giá trị tối đa của độ hấp thụ được hoạt hóa nằm trong khoảng từ 300nm đến 1000nm.

Các ví dụ không giới hạn về nền phù hợp mà chế phẩm phủ bao gồm lượng đổi màu theo ánh sáng của hợp chất đổi màu theo ánh sáng có thể được phủ bao gồm thủy tinh, khối xây, vải dệt, gốm, kim loại, gỗ, giấy và vật liệu hữu cơ polyme. Các ví dụ không giới hạn về vật liệu hữu cơ polyme phù hợp được nêu trên.

Hơn nữa, sáng chế còn đề xuất chi tiết quang học bao gồm nền và lớp phủ ít nhất một phần bao gồm ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế được liên kết với ít nhất một phần của nền. Các ví dụ không giới hạn về chi tiết quang học bao gồm, bộ phận dùng trong nhãn khoa, bộ phận hiển thị, cửa sổ và gương. Ví dụ, chi tiết quang học có thể là bộ phận dùng trong nhãn khoa và nền có thể là nền nhãn khoa được chọn từ kính hiệu chỉnh và kính không hiệu chỉnh, kính được tạo thành từng phần và kính không số.

Mặc dù không giới hạn ở đây, chi tiết quang học có thể bao gồm lượng hợp chất đổi màu theo ánh sáng bất kỳ cần thiết để đạt được tính chất quang học mong muốn, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, tính chất đổi màu theo ánh sáng và tính chất lưỡng sắc.

Các ví dụ không giới hạn khác về nền mà thích hợp để sử dụng kết hợp với phương án không giới hạn nêu trên bao gồm nền không màu, nền màu, nền đổi màu theo ánh sáng, nền đổi màu theo ánh sáng màu, nền phân cực tuyến tính, nền phân cực tròn, nền phân cực dạng elip, nền phản xạ và đĩa sóng hoặc nền ức chế, ví dụ, đĩa sóng một phần tư và đĩa sóng một phần hai. Như được sử dụng ở đây, liên quan đến nền thuật ngữ “không màu” nghĩa là nền mà cơ bản là không có chất phụ gia tạo màu (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, thuốc nhuộm thông thường) và có phổ hấp thụ đối với bức xạ nhìn thấy mà không thay đổi đáng kể phản ứng với bức xạ quang hóa. Hơn nữa, liên quan đến nền thuật ngữ “màu” nghĩa là nền có chất phụ gia tạo màu (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, thuốc nhuộm thông thường) và phổ hấp thụ cho bức xạ nhìn thấy mà không thay đổi đáng kể phản ứng với bức xạ quang hóa.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “phân cực tuyến tính” liên quan đến nền đề cập đến nền được làm thích ứng với bức xạ phân cực tuyến tính (tức là, hạn chế dao động của vector điện tích của sóng ánh sáng theo một hướng). Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “phân cực tròn” liên quan đến nền đề cập đến nền được làm thích ứng với bức xạ phân cực tròn. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “phân cực dạng elip” liên quan đến nền đề cập đến nền mà phù hợp với bức xạ phân cực dạng elip. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “đổi màu theo ánh sáng” liên quan đến nền đề cập đến nền có phổ hấp thụ cho

bức xạ nhìn thấy mà thay đổi phản ứng với ít nhất bức xạ quang hóa và là thuận nghịch do nhiệt. Hơn nữa, Như được sử dụng ở đây, liên quan đến nền, thuật ngữ “đổi màu theo ánh sáng màu” nghĩa là nền chứa chất phụ gia tạo màu cũng như hợp chất đổi màu theo ánh sáng và có phổ hấp thụ cho bức xạ nhìn thấy mà thay đổi phản ứng với ít nhất bức xạ quang hóa và là thuận nghịch do nhiệt. Do đó, ví dụ, nền đổi màu theo ánh sáng màu có thể có đặc tính màu thứ nhất của chất tạo màu và đặc tính màu thứ hai của tổ hợp của chất tạo màu và hợp chất đổi màu theo ánh sáng khi được tiếp xúc với bức xạ quang hóa.

Sáng chế cũng đề cập đến chi tiết quang học bao gồm nền và lớp phủ ít nhất một phần bao gồm ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế được liên kết với ít nhất một phần của nền. Như được mô tả trên đây, chi tiết quang học theo sáng chế có thể là bộ phận hiển thị, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, màn chiếu, màn hình và chi tiết bảo vệ. Ví dụ, chi tiết quang học có thể là bộ phận hiển thị bao gồm nền thứ nhất có bề mặt thứ nhất, nền thứ hai có bề mặt thứ hai, trong đó bề mặt thứ hai của nền thứ hai đối diện và cách từng phần bề mặt của nền thứ nhất sao cho xác định khoảng cách; và vật liệu lỏng bao gồm ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế đối diện trong khoảng cách được xác định bằng bề mặt thứ nhất của nền thứ nhất và bề mặt thứ hai của nền thứ hai.

Nền thứ nhất và thứ hai độc lập có thể được chọn từ nền không màu, nền màu, nền đổi màu theo ánh sáng, nền đổi màu theo ánh sáng màu, nền phân cực tuyến tính, nền phân cực tròn, nền phân cực dạng elip và nền phản xạ và nền ức chế.

Sáng chế cũng đề xuất chi tiết bảo vệ bao gồm nền và ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo sáng chế được liên kết với ít nhất một phần của nền. Ví dụ không giới hạn về chi tiết bảo vệ bao gồm bộ phận đánh dấu bảo vệ và đánh dấu xác nhận mà được liên kết với ít nhất một phần của nền, như và không chỉ giới hạn ở: thẻ vào và giấy phép, ví dụ, vé, thẻ ra vào, chứng minh nhân dân hoặc thẻ thành viên, thẻ ghi nợ v.v.; văn kiện thương lượng và không thương lượng, ví dụ, hồi phiếu, séc, trái phiếu, hóa đơn, giấy gửi tiền, cổ phiếu, v.v.; các tài liệu chính phủ, ví dụ, tiền tệ, giấy phép, chứng minh nhân dân, thẻ lợi nhuận, thị thực, hộ chiếu, bằng cấp chính quy, văn bản pháp lý v.v.; các mặt hàng tiêu thụ, ví dụ, phần mềm, đĩa cứng (“CD”), đĩa hình kỹ thuật số (“DVD”), máy móc, mặt hàng điện tử, mặt hàng thể thao, xe ô tô, v.v.; thẻ tín dụng; và thẻ ghi tên hàng hóa, nhãn hiệu và bao gói.

Mặc dù không giới hạn ở đây, chi tiết bảo vệ có thể được liên kết với ít nhất một phần của nền được chọn từ nền trong suốt và nền phản xạ. Theo một cách khác, trong đó nền phản xạ được yêu cầu, nếu nền không phản xạ hoặc đủ phản xạ đối với ứng dụng được dự định, vật liệu phản xạ có thể được phủ lên ít nhất một phần của nền trước khi bộ phận đánh dấu bảo vệ được phủ trên đó. Ví dụ, lớp phủ nhôm phản xạ có thể được phủ lên ít nhất một phần của nền trước khi tạo thành chi tiết bảo vệ trên đó. Vĩn hơn nữa, chi tiết bảo vệ có thể được liên kết với ít nhất một phần của nền được chọn từ nền không màu, nền màu, nền đổi màu theo ánh sáng, nền đổi màu theo ánh sáng màu, nền phân cực tuyến tính, nền phân cực tròn và nền phân cực dạng elip.

Hơn nữa, chi tiết bảo vệ nêu trên còn có thể bao gồm một hoặc nhiều các lớp phủ khác hoặc tấm để tạo thành chi tiết bảo vệ phản xạ nhiều lớp có đặc tính phụ thuộc góc nhìn như được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 6,641,874 mà các phần được đề cập liên quan đến màng đa phản xạ từ đó được kết hợp cụ thể bằng cách viện dẫn ở đây.

Vật dụng đổi màu theo ánh sáng và chi tiết quang học được mô tả trên đây có thể được tạo thành bằng phương pháp đã được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Mặc dù không giới hạn ở đây, được dự định rằng hợp chất đổi màu theo ánh sáng được bộc lộ ở đây có thể được liên kết với nền hoặc vật liệu chủ bằng cách kết hợp vào trong vật liệu chủ hoặc phủ lên trên vật liệu chủ hoặc nền, như ở dạng lớp phủ.

Ví dụ, hợp chất đổi màu theo ánh sáng có thể được kết hợp vào vật liệu hữu cơ chủ bằng cách hòa tan hoặc phân tán hợp chất đổi màu theo ánh sáng trong vật liệu chủ, ví dụ, đúc nó vào vị trí bằng cách bổ sung hợp chất đổi màu theo ánh sáng vào vật liệu chủ monome trước khi polyme hóa, việc tẩm hợp chất đổi màu theo ánh sáng vào vật liệu chủ bằng cách nhúng vật liệu chủ vào dung dịch nóng chứa hợp chất đổi màu theo ánh sáng hoặc bằng cách truyền nhiệt. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “nhúng” bao gồm việc thấm qua của riêng hợp chất đổi màu theo ánh sáng vào vật liệu chủ, dung môi hỗ trợ việc truyền hợp chất đổi màu theo ánh sáng vào polyme xốp, truyền pha bay hơi và các phương pháp truyền khác.

Ngoài ra, hợp chất đổi màu theo ánh sáng được bộc lộ ở đây có thể được phủ lên vật liệu hữu cơ chủ hoặc nền khác ở dạng một phần của chế phẩm phủ (như được mô tả trên đây) hoặc tấm bao gồm hợp chất đổi màu theo ánh sáng. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “lớp phủ” nghĩa là màng được đỡ thu được từ chế phẩm có thể chảy được mà

có thể hoặc không thể có độ dày giống nhau. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “tấm” nghĩa là màng trước tạo thành có độ dày thường giống nhau và có khả năng tự đỡ. Trong trường hợp này, chất hấp thụ ánh sáng tử ngoại có thể được trộn với vật liệu đổi màu theo ánh sáng trước khi bổ sung vào lớp phủ hoặc tấm hoặc chất hấp thụ có thể được chồng lên, ví dụ, chồng lên, là lớp phủ hoặc màng giữa vật dụng đổi màu theo ánh sáng và ánh sáng tới.

Phương pháp không giới hạn để phủ chế phẩm phủ chứa hợp chất đổi màu theo ánh sáng được bộc lộ ở đây bao gồm các phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này để phủ lớp phủ, như, phủ quay, phủ phun, phủ phun và quay, phủ màng chắn, phủ dòng, phủ nhúng, ép phun, đúc, phủ cuộn, phủ dây và ép trên. Lớp phủ (mà có thể ở dạng chế phẩm phủ) bao gồm hợp chất đổi màu theo ánh sáng có thể được phủ lên khuôn và nền có thể được tạo thành trên đầu lớp phủ (tức là, ép trên). Ngoài ra hoặc theo cách khác, chế phẩm phủ mà không có hợp chất đổi màu theo ánh sáng trước tiên có thể được phủ lên nền hoặc vật liệu hữu cơ chủ bằng cách sử dụng kỹ thuật bất kỳ nêu trên và sau đó tấm hợp chất đổi màu theo ánh sáng như được mô tả trên đây.

Các ví dụ không giới hạn về chế phẩm phủ của màng tạo thành polyme mà có thể bao gồm vật liệu đổi màu theo ánh sáng như sau: lớp phủ tinh thể lỏng lưỡng sắc hoặc đổi màu theo ánh sáng, như được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 7,256,921 từ cột 2, dòng 60 đến cột 94, dòng 23; lớp phủ polyuretan đổi màu theo ánh sáng, như được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 6,187,444 từ cột 3, dòng 4 đến cột 12, dòng 15; lớp phủ nhựa aminoplat đổi màu theo ánh sáng, như được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 6,432,544 từ cột 2, dòng 52 đến cột 14, dòng 5 và 6,506,488 từ cột 2, dòng 43 đến cột 12, dòng 23; lớp phủ polysiloxan đổi màu theo ánh sáng, như được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 4,556,605 từ cột 2, dòng 15 đến cột 7, dòng 27; lớp phủ poly(met)acrylat đổi màu theo ánh sáng, như được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 6,602,603 từ cột 3, dòng 15 đến cột 7, dòng 50, 6,150,430 từ cột 8, dòng 15 đến 38 và 6,025,026 từ cột 8, dòng 66 đến cột 10, dòng 32; lớp phủ đổi màu theo ánh sáng polyanhydrit, như được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 6,436,525 từ cột 2, dòng 52 đến cột 11, dòng 60; lớp phủ polyacrylamit đổi màu theo ánh sáng như được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 6,060,001 từ cột 2, dòng 6 đến cột 5, dòng 40; lớp phủ nhựa epoxy đổi màu theo ánh sáng, như được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 6,268,055 từ cột 2, dòng 63 đến cột 15, dòng 12; và lớp phủ

poly(urea-uretan) đổi màu theo ánh sáng, như được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 6,531,076 từ cột 2, dòng 60 đến cột 10, dòng 49. Việc bộc lộ trong các bằng độc quyền sáng chế Mỹ nêu trên liên quan đến polyme tạo màng, từ đó được kết hợp bằng cách viện dẫn.

Phương pháp không giới hạn để phủ tấm bao gồm hợp chất đổi màu theo ánh sáng được bộc lộ ở đây lên nền bao gồm, ví dụ, ít nhất một trong số các phương pháp: cán mỏng, nóng chảy, đúc trong khuôn và liên bám kết dính tấm polyme lên ít nhất một phần của nền. Như được sử dụng ở đây, việc đúc trong khuôn bao gồm nhiều kỹ thuật đúc khác nhau, như, nhưng không chỉ giới hạn ở: ép trên, trong đó tấm được đặt trong khuôn và nền được tạo thành (ví dụ, bằng cách đúc) lên trên ít nhất một phần của nền; và ép phun, trong đó nền được tạo thành xung quanh tấm. Hơn nữa, được dự định rằng hợp chất đổi màu theo ánh sáng có thể được phủ lên tấm là lớp phủ, được kết hợp vào tấm bằng cách thấm hoặc bằng phương pháp phù hợp khác, trước khi phủ lên tấm lên nền hoặc sau đó.

Tấm polyme có thể bao gồm chế phẩm polyme của nhiều polyme khác nhau bất kỳ, bao gồm cả polyme rắn nhiệt và polyme dẻo nhiệt. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “polyme” được dự định bao gồm cả polyme và oligome, cũng như cả homopolyme và copolyme. Polyme này có thể bao gồm, ví dụ, polyme acrylic, polyme polyeste, polyme polyuretan, polyme poly(urea)uretan, polyme polyamin, polyme polyepoxit, polyme polyamit, polyme polyete, polyme polysiloxan, polyme polysulfit, copolyme của chúng và hỗn hợp của chúng. Các polyme thông thường có thể là polyme bất kỳ của các loại này được tạo ra bằng phương pháp bất kỳ đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Polyme được sử dụng để tạo thành tấm polyme cũng có thể bao gồm các nhóm chức bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, nhóm axit carboxylic, nhóm amin, nhóm epoxit, nhóm hydroxyl, nhóm thiol, nhóm carbamat, nhóm amit, nhóm urea, nhóm isoxyanat (bao gồm nhóm isoxyanat tạo khối) nhóm mercaptan, nhóm không no etylen, ví dụ, nhóm acrylat), nhóm vinyl và tổ hợp của chúng. Hỗn hợp thích hợp của nhựa tạo màng cũng có thể được sử dụng trong điều chế chế phẩm phủ. Nếu chế phẩm polyme mà tấm polyme được tạo thành bao gồm nhóm chức chứa polyme (như nhóm chức chứa polyme nêu trên bất kỳ), chế phẩm polyme còn có thể bao gồm vật liệu có nhóm chức phản ứng với polyme này. Phản ứng có thể được đơn giản hóa, ví dụ, bằng nhiệt, khơi

màu quang học, oxi hóa, và/hoặc kỹ thuật lưu hóa bức xạ. Hỗn hợp gồm polyme bất kỳ nêu trên cũng được dự định.

Các ví dụ không giới hạn khác về polyme thích hợp sử dụng để tạo thành tấm polyme theo sáng chế là copolyme khối dẻo nhiệt của polyalkyl(met)acrylat và polyamit được mô tả trong đơn sáng chế Mỹ số 2004/0068071 A1 từ đoạn [0020] đến đoạn [0042], các đoạn cụ thể được kết hợp bằng cách viện dẫn ở đây; và đơn sáng chế Mỹ số 6,096,375 từ cột 18, dòng 8 đến cột 19, dòng 5, các đoạn cụ thể được kết hợp bằng cách viện dẫn ở đây.

Tấm polyme có thể bao gồm polyme đàn hồi, ví dụ polyme đàn hồi dẻo nhiệt. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “polyme đàn hồi” nghĩa là polyme mà có mức độ co giãn và đàn hồi cao sao cho có khả năng biến dạng thuận nghịch ít nhất một phần hoặc kéo giãn. Trong một số trường hợp, khi được kéo giãn, phân tử nhựa đàn hồi được sắp xếp thẳng hàng và có thể chấp nhận theo khía cạnh sắp xếp tinh thể; và khi giải phóng, chất đàn hồi này ở một chừng mực nhất định có thể trở lại trạng thái không được sắp xếp ban đầu. Đối với mục đích của sáng chế, polyme đàn hồi có thể bao gồm polyme dẻo nhiệt, polyme đàn hồi dẻo nhiệt và polyme rắn nhiệt để xuất polyme trong phần mô tả được đề xuất nêu trên đối với “polyme đàn hồi”.

Polyme đàn hồi có thể bao gồm nhiều dạng đàn hồi bất kỳ đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này, bao gồm nhưng không giới hạn ở, copolyme của polyme bất kỳ nêu trên. Trong phương án theo sáng chế, polyme đàn hồi có thể bao gồm copolyme khối có ete và/hoặc liên kết este trong trục chính của polyme. Ví dụ về copolyme khối phù hợp có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, copolyme khối poly (amit-ete), copolyme khối poly (este-ete), copolyme khối poly (ete-uretan), copolyme khối poly (ester-uretan), và/hoặc copolyme khối poly (ete-urea). Ví dụ cụ thể thích hợp về polyme đàn hồi này có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, polymer có giá trị thương mại dưới nhãn hiệu DESMOPAN® và TEXIN® từ Bayer Material Science; ARNITEL® từ Royal DSM; và PEBAX® từ Atofina Chemicals hoặc Cordis Corporation.

Hơn nữa, như được mô tả trên đây, hợp chất đổi màu theo ánh sáng được bộc lộ ở đây có thể được kết hợp hoặc sử dụng riêng rẽ hoặc trong tổ hợp của ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng hữu cơ thông thường khác, mà cũng có thể được sử dụng hoặc được kết hợp vào vật liệu chủ và nền như được mô tả trên đây. Lớp phủ bổ sung có thể được phủ lên vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm lớp phủ đổi màu theo ánh sáng

khác, lớp phủ chống phản xạ, lớp phủ phân cực tuyến tính, lớp phủ chuyển tiếp, lớp phủ lót, lớp phủ kết dính, lớp phủ gương và lớp phủ bảo vệ bao gồm lớp phủ chống sương mù, lớp phủ ngăn oxy và lớp phủ hấp thụ ánh sáng tử ngoại.

Các phương án được mô tả ở đây được minh họa bổ sung bằng ví dụ không giới hạn dưới đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế đã được mô tả với việc đề cập đến các nội dung chi tiết cụ thể về các phương án cụ thể của chúng. Không được dự định rằng các nội dung chi tiết này làm giới hạn phạm vi của sáng chế ngoại trừ phạm vi được bao gồm trong yêu cầu bảo hộ đi kèm.

Phần 1 mô tả quy trình điều chế của ví dụ 1-12 và ví dụ so sánh (CE) 1-6. Phần 2 mô tả việc thử nghiệm tính chất đổi màu theo ánh sáng của các hợp chất thu được trong các ví dụ và ví dụ so sánh.

Phần 1 – Quy trình điều chế trong các ví dụ 1-12 và các ví dụ so sánh 1-6

Ví dụ 1

Bước 1

3-Bromo-4'-methylbenzophenon (50g), dimethyl succinat (34,5g) và toluen (1L) được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị bộ phận khuấy cơ học, phễu bổ sung chất rắn và bình chứa nitơ. Khuấy hỗn hợp tại nhiệt độ trong phòng đến khi chất rắn hòa tan. Bổ sung chất rắn kali t-butoxit (22,4g) qua phễu bổ sung chất rắn và khuấy hỗn hợp tại nhiệt độ trong phòng trong 4 giờ. Rót hỗn hợp phản ứng thu được vào 1L nước và lớp nước thu được mà chứa sản phẩm được thu gom. Chiết lớp toluen bằng 200mL nước. Rửa dung dịch nước được kết hợp bằng toluen. HCl (2N, 20mL) được bổ sung vào dung dịch nước. Dầu màu vàng kết tủa. Hỗn hợp thu được được chiết bằng etyl axetat, làm khan trên magie sulfat, cô đặc và làm khô trong chân không. Chất dạng dầu trong suốt có màu vàng (55g) thu được là sản phẩm. Sản phẩm này được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

Bước 2

Dầu trong màu vàng, hỗn hợp của sản phẩm axit Stobbe thu được từ bước 1, (55g) và anhydrit axetic (300mL) được trộn và hồi lưu trong bình phản ứng được trang bị bộ phận ngưng tụ. Sau một giờ, loại bỏ anhydrit axetic bằng cách làm bay hơi chân không và 55 gam dầu thu được là sản phẩm. Nó được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

Bước 3

Bổ sung metanol (300mL) và HCl (12N, 1mL) vào bình phản ứng chứa 55 gam dầu thu được từ bước 2. Hỗn hợp được hồi lưu trong bốn giờ. Loại bỏ metanol bằng cách làm bay hơi chân không. Hòa tan dầu được thu hồi trong metylen clorua, rửa bằng nước bão hòa natri bicacbonat, làm khan trên magie sulfat, cô đặc và làm khô trong chân không. Dầu thu được (51g) được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

Bước 4

Sản phẩm (51g) thu được trong bước 3 được hòa tan trong 500mL tetrahydrofuran khan (THF) trong bình cầu đáy tròn được làm khô trong lò được trang bị phễu nhỏ giọt và thanh khuấy từ. Hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng và dung dịch toluen/THF (1:1) 1,4M của metyl magie bromua được bổ sung từng giọt. Sau khi bổ sung, hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong 16 giờ. Hỗn hợp phản ứng được rót vào 2L nước đá. Chỉ số pH của hỗn hợp được điều chỉnh đến ~2 bằng cách sử dụng HCl (12N). Bổ sung etyl axetat (500mL). Phân tách lớp hữu cơ thu được, làm khan trên magie sulfat, cô đặc và làm khô trong chân không. Sản phẩm thu hồi được (50g dầu) được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

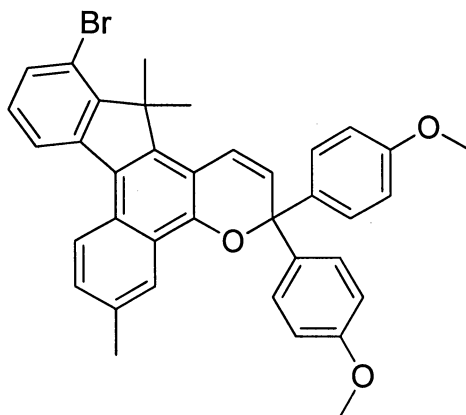
Bước 5

Sản phẩm thu được từ bước 4 (50g) và xylene (300mL) được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị thanh khuấy từ. Axit p-toluen sulfonic (1g) được bổ sung và thu được hỗn hợp hồi lưu trong tám giờ. Loại bỏ xylene bằng cách làm bay hơi chân không và hòa tan sản phẩm dầu thu được trong etyl axetat, rửa bằng nước, làm khan trên magie sulfat và cô đặc. Một phần nhỏ sản phẩm (50g dầu) chứa bốn chất đồng phân naphтол được quan sát từ HPLC. Sản phẩm (1,8g) được tinh chế bằng cách sử dụng CombiFlash Rf từ Teledyne ISCO. Sau khi làm bay hơi thu được ba thành phần. Phép phân tích NMR cho thấy sản phẩm có cấu trúc phù hợp với: 8-bromo-3,7,7-trimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol (0,32g, sản phẩm mong muốn); 4-bromo-7,7,9-trimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol (0,08g); và hỗn hợp (0,36g) của 10-bromo-3,7,7-trimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol (55% trọng lượng hỗn hợp) và 2-bromo-7,7,9-trimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol (45% trọng lượng hỗn hợp).

Bước 6

Naphтол mong muốn thu được từ bước 5, 8-bromo-3,7,7-trimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5ol (0,3g) được đặt trong bình phản ứng. 0,23 gam 1,1-bis(4-metoxyphenyl)prop-2-yn-1-ol, một số tinh thể của axit p-toluen sulfonic và metylen

clorua (10 ml) được bổ sung vào bình. Hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong một giờ. Tinh chế sản phẩm bằng cách sử dụng CombiFlash Rf từ Teledyne ISCO. Chất rắn màu xám thu được là sản phẩm (0,45g). Phép phân tích NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3,3-bis(4-metoxyphenyl)-12-bromo-6,13,13-trimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran như có công thức sau.



Ví dụ 2

Bước 1

Phoi magie (5,38g) và THF (50ml) được đặt trong bình khô được trang bị phễu nhỏ giọt chứa hỗn hợp 1-bromo-3,5-diclobenzen (50g) và THF (300ml). 30 mililit dung dịch trong phễu nhỏ giọt được bổ sung vào bình. Một số giọt dibromoetan được bổ sung vào bình để hỗ trợ khơi mào phản ứng. Sau vài phút, dung môi trong bình phản ứng bắt đầu sôi. Dung dịch còn trong phễu nhỏ giọt được bổ sung từng giọt. Nước đá được sử dụng từng đợt để làm lạnh hỗn hợp phản ứng. Sau khi bổ sung, hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong hai giờ. Benzonitril (22,82g) được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng. Hỗn hợp hồi lưu trong hai ngày. Bổ sung HCl 3N (300mL). Hỗn hợp được khuấy trong bốn giờ và được chiết bằng cách sử dụng etyl axetat. Lớp hữu cơ thu được trong phễu phân tách và cô đặc. Dầu thu được (49g) được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

Bước 2

Sản phẩm thu được từ bước 1 (47g), dimetyl succinat (36g) và toluen (500mL) được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị bộ phận khuấy cơ học, phễu bổ sung chất rắn và bình chứa nitơ. Hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng đến khi chất rắn hòa tan. Chất rắn kali t-butoxit (23,1g) được bổ sung qua phễu bổ sung chất rắn và hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong bốn giờ. Rót hỗn hợp phản ứng thu được vào 1L nước và lớp nước thu được mà chứa sản phẩm được thu gom. Lớp toluen được chiết

bằng 200mL nước. Rửa dung dịch nước được kết hợp bằng toluen. HCl (3N) được bổ sung vào dung dịch nước để điều chỉnh độ pH đến 5. Chiết hỗn hợp thu được bằng etyl axetat, làm khan trên magie sulfat, cô đặc và làm khô trong chân không. Thu được sản phẩm ở dạng dầu thu. Nó được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

Bước 3

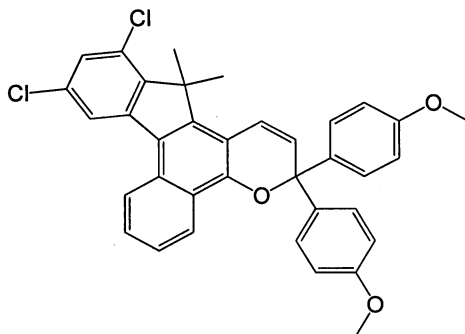
Dầu thu được từ bước 2, hỗn hợp gồm các sản phẩm axit Stobbe và anhydrit axetic (200mL) được trộn và được hồi lưu trong bình phản ứng được trang bị bộ phận ngưng tụ. Sau một giờ, anhydrit axetic được loại bỏ bằng cách làm bay hơi chân không và dầu thu được được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

Bước 4

Bổ sung metanol (500mL) và HCl (12N, 1ml) vào bình phản ứng chứa dầu thu được từ bước 3. Hỗn hợp hồi lưu trong hai giờ. Metanol được loại bỏ bằng cách làm bay hơi chân không. Dầu được thu hồi hòa tan trong metylen clorua, được rửa bằng nước bão hòa natri bicacbonat, làm khan trên magie sulfat, cô đặc và làm khô trong chân không. Thu được dầu trong (48g). Etyl axetat/hexan (1/9) được sử dụng để kết tinh sản phẩm. Tinh thể màu trắng (12g) thu được là loại chất đồng phân không mong muốn. Dịch cái được cô đặc. Thu được dầu (31g). NMR chỉ ra rằng phần chính của sản phẩm trong dầu có cấu trúc phù hợp với methyl 1-(3,5-diclophenyl)-4-hydroxy-2-naphtoat.

Bước 5

Các quy trình từ bước 4 đến bước 6 của ví dụ 1 được tuân theo ngoại trừ methyl 1-(3,5-diclophenyl)-4-hydroxy-2-naphtoat (31g) từ bước 4 được sử dụng là vật liệu bắt đầu. Chất rắn màu không trắng (10g) thu được là sản phẩm. Phép phân tích NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3,3-bis(4-metoxypheyl)-10,12-diclo-13,13-trimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ 3

Bước 1

Phoi magie (13,5g) được đặt vào bình đáy tròn được trang bị thanh khuấy từ và bộ phận ngưng tụ. 4-Bromo-1,2-dimethoxybenzen (100g) hòa tan trong tetrahydrofuran khan (200mL). Một phần (30mL) của dung dịch này được bổ sung vào phoi magie có khuấy. Bổ sung dibromoetan (1mL). Sau vài phút, hỗn hợp bắt đầu sôi. Bình được đặt vào bồn đá để kiểm soát nhiệt độ giữa 5-10°C. Phần còn lại của dung dịch 4-bromo-1,2-dimethoxybenzen được bổ sung từng giọt vào hỗn hợp phản ứng và được khuấy trong 3 giờ. Nhiệt độ giảm xuống 0°C và bis[2- (N,N-dimethylamino)ethyl]ete (82g) được bổ sung từ từ trong khoảng năm phút. Hỗn hợp được khuấy trong 20 phút. 3,5-Bis(trifluoromethyl)benzoyl chloride (141g) được pha loãng bằng THF (200mL) và bổ sung từ từ trong khoảng năm phút. Hỗn hợp được khuấy trong 18 giờ tại nhiệt độ trong phòng. Nước (1,5L) được bổ sung từ từ để làm dừng phản ứng. HCl 3N được sử dụng để điều chỉnh độ pH đến 2. Lớp nước thu được được chiết bằng ethyl acetate (EtOAc) (1L). Lớp hữu cơ tạo thành được thu, làm khô bằng magie sulfate khan và cô đặc để thu được dầu. Dầu được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

Bước 2

Dầu thu được trong bước 1 (157g), dimethyl succinate (80g) và THF (1L) được đặt trong bình ba cổ 3L được trang bị bộ phận khuấy cơ học. Kali t-butoxide (52g) được bổ sung từng mẻ trong khoảng 30 phút. Hỗn hợp thu được được khuấy trong 2 giờ. Hỗn hợp phản ứng được bổ sung vào nước đá (1,5L) có 10% trọng lượng NaCl và được khuấy trong 20 phút. Hỗn hợp được axit hóa đến pH 4 bằng cách sử dụng HCl 3N. Chiết lớp nước thu được bằng EtOAc (1L). Lớp hữu cơ được thu gom, làm khô bằng magie sulfate khan và cô đặc để thu được dầu. Dầu được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo. NMR cho thấy sản phẩm mong muốn chính có cấu trúc phù hợp với axit 4-(3,5-bis(trifluoromethyl)phenyl)-4-(3,4-dimethoxyphenyl)-3-(methoxycarbonyl)but-3-enoic.

Bước 3

Dầu thu được trong bước 2, axit 4-(3,5-bis(trifluoromethyl)phenyl)-4-(3,4-dimethoxyphenyl)-3-(methoxycarbonyl)but-3-enoic (197g) và anhydrit acetic (270g) hòa tan trong CH₂Cl₂ (1L). Bismut triflate (18,2 g) được bổ sung và hỗn hợp phản ứng được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong 30 phút. Hỗn hợp phản ứng được lọc và phần lọc cô đặc để cung cấp chất rắn màu tối. Sản phẩm tái kết tinh từ isopropanol (0,5L). Tinh thể được thu bằng cách lọc chân không và làm khô để cung cấp chất rắn màu trắng (135g).

NMR cho thấy sản phẩm có cấu trúc phù hợp với methyl 4-axetoxy-1-(3,5-bis(triflormetyl)phenyl)-6,7-dimetoxy-2-naphthoat.

Bước 4

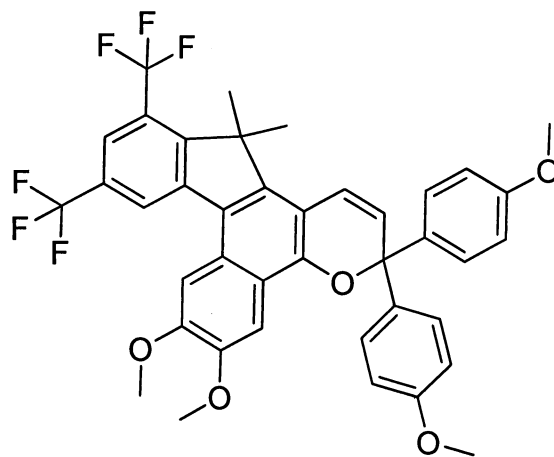
Sản phẩm thu được từ bước 3 (135g) được hòa tan trong THF (1L) và metylmagie clorua (525mL, 22% trọng lượng trong THF) được bổ sung từng giọt tại nhiệt độ từ 0°C đến 5°C. Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ trong phòng và khuấy trong 3 giờ. Hỗn hợp phản ứng được rót vào nước đá (1,5L) có 10% trọng lượng NaCl. Hỗn hợp được khuấy trong 15 phút và axit hóa đến độ pH 4 bằng cách sử dụng HCl 3N. Hỗn hợp được chiết bằng EtOAc (1L). Lớp hữu cơ được thu và rửa bằng 10% trọng lượng dung dịch nước NaHCO₃ (0,5L). Lớp hữu cơ được thu gom, làm khan bằng MgSO₄ khan và cô đặc tới phần cặn dạng dầu. Metanol (0,5L) được bổ sung vào phần cặn để tạo ra chất kết tủa. Chất kết tủa được thu bằng cách lọc chân không và làm khô (101g). NMR cho thấy sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 4-(3,5-bis(triflormetyl)phenyl)-6,7-dimetoxy-3-(prop-1-en-2-yl)naphthalen-1-ol.

Bước 5

Hỗn hợp gồm sản phẩm thu được từ bước 4 (180g) mà đã được lặp lại để tạo ra thêm nguyên liệu, bismut triflat (13,12g) và xylen (1,8L) được đặt trong bình đáy tròn (3L) được trang bị bộ phận ngưng tụ và thanh khuấy từ. Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt để hồi lưu trong 18 giờ. Hỗn hợp phản ứng được làm mát xuống nhiệt độ trong phòng, lọc và phần lọc cô đặc để thu được phần cặn dạng dầu. Phần cặn được tinh chế bằng nút silicagel sử dụng hỗn hợp hexan: etyl axetat 3:1 làm dung môi rửa giải. Phần đoạn chứa sản phẩm mong muốn được gom lại và cô đặc để thu được chất rắn (105g). NMR cho thấy sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-8,10-bis(triflormetyl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol.

Bước 6

Các quy trình từ bước 6 của ví dụ 1 được tuân theo ngoại trừ 2,3-dimetoxy-7,7-dimetyl-8,10-bis(triflormetyl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol từ bước 5 được sử dụng thay cho 8-bromo-3,7,7-trimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol. Chất rắn màu không trắng (10g) thu được là sản phẩm. Phép phân tích NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3,3-bis(4-metoxypheyl)-6,7-dimetoxy-10,12-bis(triflormetyl)-13,13-trimetyl-3H,13H indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau:



Ví dụ 4

Bước 1

Phoi magie (3,9g) và THF (50ml) được đặt trong bình khô được trang bị phễu nhỏ giọt, mà chứa dung dịch THF (800ml) 2,4,6-tribromotoluen (53g). Một phần mười dung dịch trong phễu nhỏ giọt được bổ sung vào bình. Sau vài phút, dung môi trong bình phản ứng với bắt đầu sôi. Bồn đá được sử dụng. Dung dịch còn trong phễu nhỏ giọt được bổ sung từng giọt tại nhiệt độ 0°C trong khoảng nửa giờ. Hỗn hợp thu được được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong một giờ. Nhiệt độ được làm mát xuống 0°C và bis[2- (N,N-dimethylamino)etyl]ete (28,4g) được bổ sung và khuấy trong một giờ. 3,4-dimethoxybenzoyl clorua (35,5g) được bổ sung vào trong một phần. Hỗn hợp thu được được khuấy trong 18 giờ tại nhiệt độ trong phòng. Nước (500mL) được bổ sung vào hỗn hợp. HCl 12N được sử dụng để điều chỉnh độ pH đến 2. DCM được bổ sung vào hỗn hợp (500mL). Lớp hữu cơ được thu gom, rửa bằng nước, natri bicacbonat nước bão hòa, làm khan trên magie sulfat và cô đặc. Thu được dầu màu vàng (65g). Dầu này được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

Bước 2

Sản phẩm thu được từ bước 1 (65g), dimetyl succinat (30g) và toluen (500ml) được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị bộ phận khuấy cơ học, phễu nhỏ giọt và bình chứa nitơ. Hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng đến khi chất rắn hòa tan. Dung dịch toluen của kali t-pentoxit (25% trọng lượng, 87,4g) được bổ sung qua phễu nhỏ giọt và hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong hai giờ. Hỗn hợp phản ứng thu được được rót vào 1L nước và lớp nước mà chứa sản phẩm được thu. Lớp toluen được chiết bằng 200ml nước. Dung dịch nước được kết hợp được rửa bằng toluen. HCl (12N) được bổ sung vào dung dịch nước đến khi độ pH được điều chỉnh đến 5. Dầu màu

vàng kết tủa. Hỗn hợp thu được được chiết bằng etyl axetat, làm khan trên magie sulfat, cô đặc và làm khô trong chân không. Chất dạng dầu trong suốt có màu vàng (35g) thu được là sản phẩm. Nó được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

Bước 3

Dầu màu vàng, hỗn hợp gồm các sản phẩm axit Stobbe từ bước 2 (35g), bismut triflat (2,1g), diclometan (200ml) và anhydrit axetic (27g) được bổ sung vào bình phản ứng, được trộn và khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong một giờ. Hỗn hợp cô đặc bằng cách làm bay hơi chân không. Bổ sung metanol (500mL) và HCl (12N, 2mL) vào dầu được thu hồi và hỗn hợp thu được hồi lưu trong 4 giờ. Hỗn hợp sau đó được cô đặc thành dầu. Dầu này được tinh chế bằng cách tách trên cột dạng nút, sau đó là tái kết tinh từ hệ dung môi 1/4 (tỷ lệ trọng lượng) của etyl axetat/hexan. Tinh thể màu trắng (5g) thu được là sản phẩm. NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với metyl 1-(3,5-dibromo-4-methylphenyl)-4-hydroxy-6,7-dimethoxy-2-naphthoat.

Bước 4

Sản phẩm (1,5g) thu được từ bước 3 hòa tan trong 30mL THF khan trong bình cầu đáy tròn được làm khô trong lò được trang bị phễu nhỏ giọt và thanh khuấy từ. Hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng. Dung dịch THF 3M chứa metyl magie bromua (7mL) được bổ sung từng giọt. Sau khi bổ sung, hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong 18 giờ. Hỗn hợp phản ứng sau đó được rót vào 100mL nước. Độ pH của hỗn hợp được điều chỉnh đến 5 bằng cách sử dụng HCl (12N). Etyl axetat (100mL) được bổ sung. Lớp hữu cơ thu được phân tách, làm khan trên magie sulfat, cô đặc để thu được chất rắn. Chất rắn màu trắng được thu hồi được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

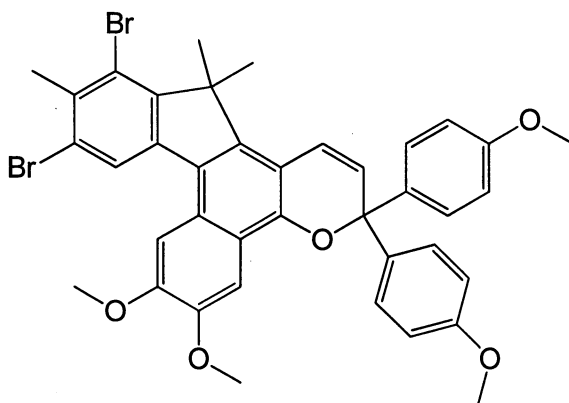
Bước 5

Sản phẩm thu được từ bước 4, toluen (100mL) và bismut triflat (0,04g) được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị thanh khuấy từ. Hỗn hợp thu được hồi lưu trong bốn giờ. Hỗn hợp phản ứng được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm. Mẫu nhỏ của hỗn hợp được rút ra và đi qua cột dạng nút. Sau khi cô đặc thu được chất rắn màu trắng. NMR chỉ ra rằng chất rắn màu trắng có cấu trúc phù hợp với 8,10-dibromo-2,3-dimethoxy-7,7,9-trimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol.

Bước 6

1,1-bis (4-methoxyphenyl)prop-2-yn-1-ol (0,8g), một số tinh thể của axit p-toluen sulfonic được bổ sung vào sản phẩm trong toluen từ bước 5. Sau khi khuấy trong một giờ

tại nhiệt độ trong phòng, tất cả dung môi bay hơi. Sản phẩm được thu hồi được tinh chế bằng CombiFlash, sau đó là tái kết tinh từ dietyl ete. Tinh thể màu trắng (0,95g) thu được là sản phẩm. NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3,3-bis(4-metoxypheyl)-10,12-dibromo-6,7-dimetoxy-11,13,13-trimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ 5

Bước 1

Bình phản ứng 2L có tribromobenzen (100g) và thanh khuấy từ làm khô trong lò chân không tại nhiệt độ 80°C trong bốn giờ. Bổ sung THF khan (500mL). Sau khi hòa tan, bồn đá NaCl bão hòa được sử dụng dụng bằng cách sử dụng NaCl (1Kg) và đá (2,45Kg). Isopropyl magie clorua 3M (160mL) được bổ sung từng giọt tại tốc độ mà kiểm soát nhiệt độ bên trong xuống ~ 0°C vào bình phản ứng. Việc bổ sung kết thúc trong khoảng 30 phút. Hỗn hợp được khuấy trong nửa giờ tại cùng nhiệt độ. Sau khi giảm nhiệt độ -20 đến 0°C, bis[2-(N,N-dimethylamino)etyl]ete (61g) được bổ sung từ từ trong khoảng năm phút và dung dịch thu được được khuấy trong 20 phút. Hỗn hợp gồm 4-triflometylbenzoyl clorua (73g) và THF (100mL) được bổ sung vào cùng bình tại cùng nhiệt độ trong năm phút. Hỗn hợp được khuấy trong 18 giờ. Nước (100mL) được bổ sung từ từ để làm dừng phản ứng. HCl 3N được sử dụng để điều chỉnh độ pH đến 2. Lớp THF được thu bằng phễu phân tách, rửa bằng 5% NaOH/nước và NaCl/nước, làm khô và cô đặc. Metanol (300ml) được bổ sung vào dầu thu được. Sau khi cọ xát với que trộn, tinh thể màu trắng được sinh ra do cọ xát. Chúng được thu bằng cách lọc chân không. NMR thể hiện tinh thể màu trắng thu được (87g) có cấu trúc phù hợp với 3,5-dibromo-4'-triflometylbenzophenon.

Bước 2

Hỗn hợp gồm sản phẩm thu được từ bước 1 (75g), dimetyl este succinic (32,2g) và toluen (800ml) được đặt trong bình ba cổ 5L được trang bị bộ phận khuấy cơ học. Chất rắn kali t-butoxit (22,6 g) được bổ sung từng mẻ trong nửa giờ. Sự phát sinh nhiệt và một lượng lớn chất kết tủa xuất hiện. Sau hai giờ, dừng phản ứng bằng cách bổ sung nước (500mL). Độ pH của hỗn hợp được điều chỉnh đến 2 bằng cách sử dụng HCl 3N. Sau khi khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong 10 phút, lớp hữu cơ được thu bằng cách sử dụng phễu phân tách, rửa bằng NaCl/HCl, làm khan trên MgSO₄. Sau khi thu gom, hexan được bổ sung vào sản phẩm. Tinh thể màu trắng được sinh ra do cặn xát được thu gom bằng cách lọc chân không. NMR cho thấy sản phẩm thu được (62 gam) có cấu trúc phù hợp với axit (E)-4-(3,5-dibromophenyl)-3-(metoxycacbonyl)-4-(4(triflometyl)phenyl)but-3-enoic.

Bước 3

Chất rắn lantan khan (III) clorua (100g) được nghiền thành bột mịn và sau đó trộn với lithi clorua (52g) và THF khan (1l) trong bình ba cổ 5L được trang bị bộ phận khuấy cơ học, phễu nhỏ giọt và bộ phận ngưng tụ. Hỗn hợp hồi lưu trong vài giờ đến khi hòa tan. Sản phẩm thu được từ bước 2 (106g) mà được lặp lại để sản xuất bổ sung vật liệu hòa tan trong hỗn hợp. Hỗn hợp sau đó được làm mát đến -15°C. Dung dịch Grignard của methyl magie clorua 3M (238mL) được đặt trong phễu nhỏ giọt. Trước tiên, 30% của Grignard nhỏ giọt chậm vào hỗn hợp. Quan sát sự phát sinh bóng khí. Sau khi nhiệt độ giảm trở lại -15°C, Grignard còn lại nhỏ giọt vào hỗn hợp trong hai phút. Sau 30 phút, dừng phản ứng bằng cách bổ sung nước (1L) chậm vào hỗn hợp. Độ pH được điều chỉnh đến 4 bằng cách sử dụng axit axetic. Hỗn hợp chuyển sang trong suốt với việc tạo thành hai lớp. Lớp nước được gạn. Lớp hữu cơ thu gom được rửa bằng NaCl/nước bốn lần và sau đó cô đặc để làm khô. Thu được chất rắn màu vàng nhạt sáng. Chất rắn này hòa tan lại trong toluen. Tiến hành lọc trên cột dạng nút silicagel để loại bỏ tạp chất lớp bazơ. Cột dạng nút ngắn được rửa bằng toluen. Dung dịch trong suốt được cô đặc đến khô. Sản phẩm rắn màu trắng được thu và sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm. Mẫu sản phẩm được tái kết tinh từ metanol và NMR cho thấy tinh thể được tinh chế có cấu trúc phù hợp với (E)-4-((3,5-dibromophenyl)(4-(triflometyl)phenyl)metylen)-5,5-dimetyldihydrofuran-2(3H)-on.

Bước 4

Hỗn hợp gồm sản phẩm thu được từ bước 3, toluen (500mL), bismut triflat (20g) và axit axetic (0,24g) được bổ sung vào bình phản ứng và khuấy để hồi lưu trong một giờ. Hỗn hợp phản ứng được làm mát xuống nhiệt độ trong phòng và anhydrit axetic (100mL) được bổ sung. Hỗn hợp được gia nhiệt để hồi lưu trong 1 giờ. Hỗn hợp được làm mát xuống nhiệt độ trong phòng và lọc qua cột dạng nút silicagel. Cột dạng nút này được rửa giải bằng toluen đến khi tất cả sản phẩm được rửa giải. Dung dịch trong suốt thu được cô đặc đến khô. Axeton (50mL) được bổ sung vào chất rắn thu được để tạo ra huyền phù đặc. Metanol (250mL) được bổ sung vào huyền phù đặc này và được làm mát để hỗ trợ quá trình kết tinh. Tinh thể được thu bằng cách lọc chân không. Tinh thể màu trắng (58g) thu được sau khi làm khô. NMR cho thấy sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 8,10-dibromo-7,7-dimetyl-3-(triflometyl)-7H-benzo[c]fluoren-5-yl axetat.

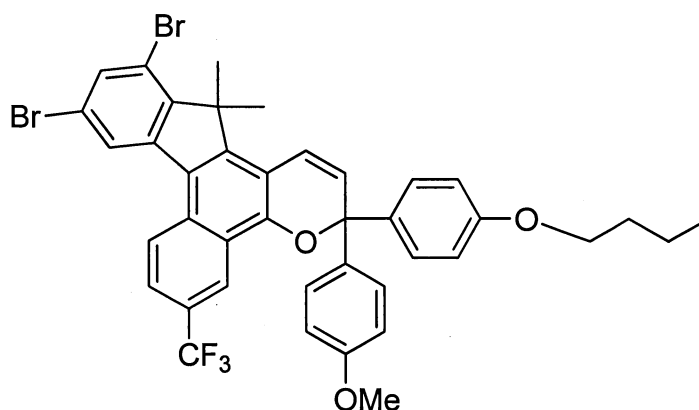
Bước 5

Metanol (20mL) và tetrahydrofuran (10mL) được bổ sung vào bình chứa sản phẩm thu được từ bước 4 (2,42g). Axit clohydric đậm đặc (1mL) được bổ sung và dung dịch được gia nhiệt để hồi lưu trong 4 giờ. Dung môi bị loại bỏ trong điều kiện chân không và phần cặn được tinh chế bằng cách đi qua nút silicagel bằng cách sử dụng 4:1 (tỷ lệ trọng lượng) của hexan/hỗn hợp etyl axetat làm dung môi rửa giải. Phần đoạn chứa sản phẩm mong muốn được thu và cô đặc để tạo ra chất rắn màu kem (1,63g). Phép phân tích NMR cho chất rắn màu kem cho thấy cấu trúc phù hợp với 8,10-dibromo-7,7-dimetyl-3-(triflometyl)-7H-benzo[c]fluoren-5-ol.

Bước 6

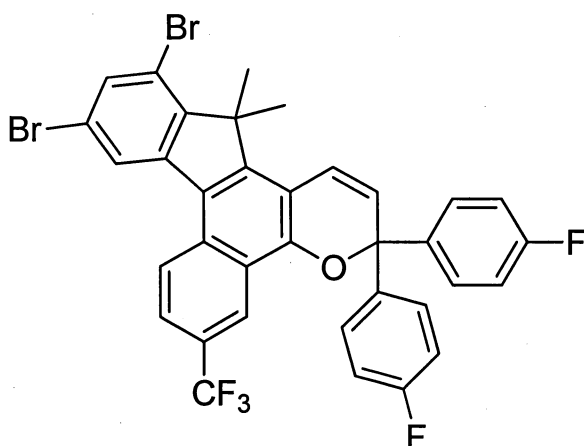
1-(4-butoxyphenyl)-1-(4-metoxyphenyl)prop-2-yn-1-ol (28,00g) và 4-axit dodexylbenzensulfonic (2,40g) được bổ sung vào dung dịch clorofom (100mL) của sản phẩm thu được từ bước 5 (36,24g) mà được lặp lại để sản xuất thêm nguyên liệu. Dung dịch được gia nhiệt để hồi lưu trong 8 giờ. Hỗn hợp phản ứng cô đặc dưới áp suất giảm để cung cấp phần cặn dạng dầu. Phần cặn được tinh chế bằng phép sắc ký cột bằng cách sử dụng 9:1 (tỷ lệ trọng lượng) hexan/hỗn hợp etyl axetat làm dung môi rửa giải. Phần đoạn chứa sản phẩm mong muốn được thu gom và cô đặc thành phần cặn dạng dầu. Phần cặn tái kết tinh từ diclometan và metanol. Tinh thể được thu bằng cách lọc chân không và làm khô để thu được chất rắn màu xám (20,00g). Phép phân tích NMR về chất rắn màu xám chỉ ra rằng cấu trúc phù hợp với 3-(4-butoxyphenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-10,12-

dibromo-6-triflometyl-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ 6

Các quy trình từ ví dụ 5 được tuân theo ngoại trừ trừ 1,1-bis(4-flophenyl)prop-2-yn-1-ol được sử dụng thay cho 1-(4-butoxyphenyl)-1-(4-metoxyphephenyl)prop-2-yn-1-ol trong bước 6. Tinh thể màu không trắng thu được là sản phẩm. Phép phân tích NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3,3-bis(4-flophenyl)-10,12-dibromo-13,13-trimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ 7

Bước 1

Magie (2g) được đặt trong bình khô được trang bị phễu nhỏ giọt mà chứa hỗn hợp gồm tribromobenzen (27,5g) và THF (200ml). 20mL dung dịch trong phễu nhỏ giọt được bổ sung vào bình. Một vài giọt dibromoetan cũng được bổ sung vào bình để hỗ trợ khơi mào phản ứng. Sau vài phút, dung môi trong bình phản ứng bắt đầu sôi. Phần còn lại của dung dịch trong phễu nhỏ giọt được bổ sung từng giọt. Nước đá được sử dụng từng đợt để làm mát hỗn hợp phản ứng. Sau khi bổ sung, hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong

phòng trong hai giờ. Tại nhiệt độ 0°C, bis[2-(N,N-dimetylamino)etyl]ete (14g) được bổ sung. Khuấy trong 30 phút. Sau đó benzoyl clorua (12,3g) được bổ sung vào một phần. Hỗn hợp được khuấy trong bốn giờ tại nhiệt độ 0°C. Nước (500ml) được bổ sung vào hỗn hợp. HCl 3N được sử dụng để điều chỉnh độ pH đến ~ 5. Etyl axetat được bổ sung vào hỗn hợp (500ml). Lớp hữu cơ được thu gom, rửa bằng nước một lần, rửa bằng natri bicacbonat một lần, làm khan trên magie sulfat và cô đặc. Sản phẩm thô được tinh chế bằng cột dạng nút. Dầu nhớt (8g) thu được là sản phẩm. NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3,5 dibromobenzophenon. Cùng phản ứng được tăng bổ sung sao cho thu được 30 gam sản phẩm.

Bước 2

Sản phẩm thu được từ bước 1 (30g), dimetyl succinat (17g) và toluen (500ml) được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị bộ phận khuấy cơ học, phễu bổ sung chất rắn và bình chứa nitơ. Hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng đến khi chất rắn hòa tan. Chất rắn kali t-butoxit (11g) được bổ sung qua phễu bổ sung chất rắn và hỗn hợp được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong hai giờ. Rót hỗn hợp phản ứng thu được vào 1L nước và lớp nước mà chứa sản phẩm được thu. Lớp toluen được chiết bằng 200 ml nước. Rửa dung dịch nước được kết hợp bằng toluen. HCl (3N) được bổ sung vào dung dịch nước để điều chỉnh độ pH đến 5. Hỗn hợp thu được được chiết bằng etyl axetat, làm khan trên magie sulfat, cô đặc và làm khô trong chân không. Chất rắn màu vàng sáng thu được là sản phẩm. Nó được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

Bước 3

Trộn hỗn hợp gồm các sản phẩm axit Stobbe từ bước 2 và anhydrit axetic (200ml) trộn và hồi lưu trong bình phản ứng được trang bị bộ phận ngưng tụ. Sau hai giờ, anhydrit axetic bị loại bỏ bằng cách làm bay hơi chân không và dầu thu được được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

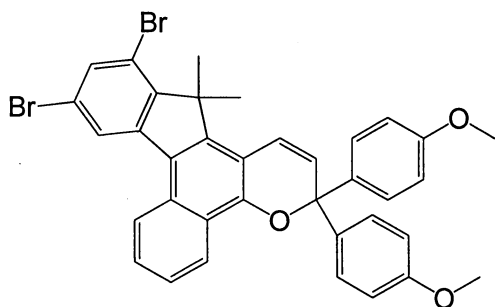
Bước 4

Metanol (200mL) và HCl (12N, 2ml) được bổ sung vào bình phản ứng chứa dầu thu được từ trước. Hỗn hợp hồi lưu trong hai giờ. Metanol bị loại bỏ bằng cách làm bay hơi chân không. Dầu được thu gom được hòa tan trong etyl axetat, rửa bằng natri bicacbonat nước bão hòa, làm khan trên magie sulfat, cô đặc đến khi tinh thể màu trắng bắt đầu xuất hiện từ dung dịch nóng. Hỗn hợp được làm mát xuống nhiệt độ trong phòng. Tinh thể màu trắng được thu và làm khô (8,8g). NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 2,4-dibromo-7,7-dimetyl-7H-benzo[c]fluoren-5-ol mà là loại đồng phân

không mong muốn đối với hợp chất của ví dụ này. Chất đồng phân mong muốn vẫn trong dịch cái mà cô đặc và làm khô trong chân không. Dầu màu nâu nhạt (19g) thu được và được sử dụng trực tiếp trong bước tiếp theo.

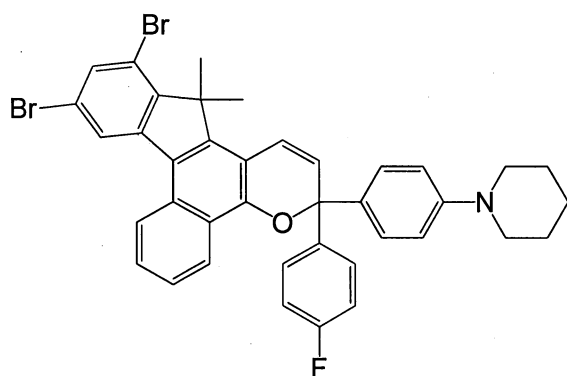
Bước 5

Các quy trình từ bước 4 đến bước 6 của ví dụ 1 được tuân theo ngoại trừ sản phẩm thô thu được từ bước 4 được sử dụng làm vật liệu khởi đầu. Tinh thể màu không trắng thu được là sản phẩm. Phép phân tích NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3,3-bis(4-metoxypheyl)-10,12-dibromo-13,13-trimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ 8

Các quy trình từ bước 1 đến bước 5 của ví dụ 7 được tuân theo ngoại trừ 1-(4-flophenyl)-1-(4-(piperidin-1-yl)phenyl)prop-2-yn-1-ol được sử dụng thay cho 1,1-bis(4-metoxypheyl)prop-2-yn-1-ol trong bước cuối cùng. Tinh thể màu trắng nhạt thu được là sản phẩm. Phép phân tích NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3-(4-flophenyl)-3-(4-(piperidin-1-yl)phenyl)-10,12-dibromo-13,13-trimetyl-3H, 13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ 9

Bước 1

Phenylmagie bromua/dung dịch dietyl ete (3M, 10mL) được bổ sung vào bình phản ứng hai cổ 2L được trang bị phễu bổ sung và bộ phân khuấy từ. Bình được đặt trong bồn đá. Tetrametyl etylen diamin (58ml)/THF (100ml) được bổ sung từ từ vào bình. Hỗn

hợp được khuấy trong vòng một giờ. 3,4,5-trimethoxybenzoyl clorua (69g)/THF (200ml) nhỏ giọt vào bình trong 30 phút. Mẻ làm mát bị loại bỏ một giờ sau khi bổ sung. Khuấy hỗn hợp thu được tại nhiệt độ trong phòng qua đêm. Rót hỗn hợp đục màu vàng thu được vào nước đá (1L). HCl cô đặc (37%, 200mL) được bổ sung từ từ vào hỗn hợp. Hỗn hợp thu được sau đó được chiết bằng etyl axetat hai lần (400mL + 200mL). Lớp phía trên được rửa bằng nước và nước muối. Dung dịch hữu cơ thu gom được kết hợp và làm khan trên Na_2SO_4 . Một phần etyl axetat tách ra và hexan được bổ sung vào dung dịch được cô đặc. Sản phẩm rắn chứa 3,4,5-trimethoxybenzophenon kết tủa và lọc ra (74g).

Bước 2

Sản phẩm thu được từ bước 1 (74g), chất rắn kali t-butoxit (69g) và toluen (900mL) được bổ sung vào bình phản ứng hai cổ 2L được trang bị bộ phận khuấy cơ học dưới bình chứa nitơ. Dimethyl succinat (70g) trong toluen (100mL) được bổ sung vào bình qua phễu bổ sung và hỗn hợp thu được được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong 20 giờ. Hỗn hợp phản ứng được rót vào 600mL nước. Lớp nước dưới cùng mà chứa sản phẩm được thu. HCl (12N, 50mL) được bổ sung vào dung dịch nước. Dầu màu vàng kết tủa. Hỗn hợp thu được được chiết bằng etyl axetat (800mL). Lớp hữu cơ trên cùng được rửa bằng nước và nước muối, sau đó làm khan trên natri sulfat, cô đặc và làm khô trong chân không. Chất dạng dầu trong suốt có màu vàng (112g) thu được là sản phẩm. Phép nghiên cứu phổ lượng chỉ ra rằng trọng lượng phân tử mong muốn là 368. Sản phẩm được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

Bước 3

Dầu trong suốt màu vàng (112g), hỗn hợp gồm các sản phẩm axit Stobbe thu được từ bước 2 hòa tan trong anhydrit axetic (150mL) trong bình phản ứng một cổ dung tích 1L được trang bị bộ phận ngưng tụ. Hỗn hợp được gia nhiệt trong điều kiện hồi lưu trong 15 giờ. Anhydrit axetic bị loại bỏ bằng cách làm bay hơi chân không và 152 gam dầu thu được là sản phẩm. Nó được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

Bước 4

Metanol (500mL) và HCl (12N, 5mL) được bổ sung vào bình phản ứng 1L chứa 150 gam dầu thu được từ bước 3. Hỗn hợp được gia nhiệt trong điều kiện hồi lưu trong năm giờ. Metanol được tách loại bằng cách làm bay hơi chân không. Phần chất dạng dầu được tinh chế bằng phép sắc ký để thu được 107 gam sản phẩm dạng dầu. 70 gam sản phẩm rắn kết tủa khỏi hỗn hợp dạng dầu. Phép nghiên cứu phổ lượng cho thấy trọng lượng phân tử mong muốn là 368. Sản phẩm rắn khô trong bình chân không.

Bước 5

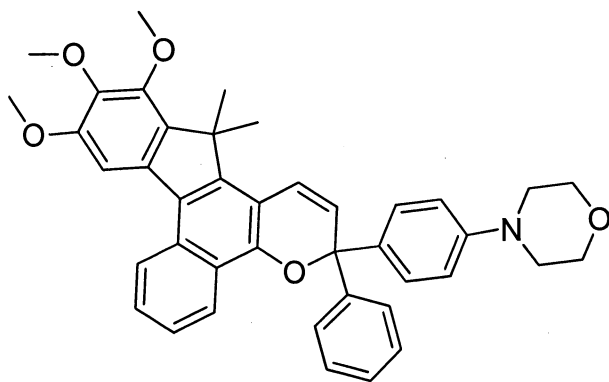
Sản phẩm rắn (35g) thu được từ bước 4 hòa tan trong 500mL tetrahydrofuran khan (THF) trong bình cầu đáy tròn được làm khô trong lò, được trang bị phễu bổ sung và thanh khuấy từ. Bình được đặt trong bồn đá và dung dịch THF 3M của metyl magie clorua (180mL) được bổ sung từng giọt. Sau khi bổ sung, hỗn hợp được gia nhiệt trong điều kiện hồi lưu trong hai giờ. Hỗn hợp phản ứng được làm mát xuống nhiệt độ trong phòng và rót vào 400mL nước đá. Hỗn hợp được axit hóa bằng HCl (12N, 70mL). Hỗn hợp thu được được chiết bằng etyl axetat hai lần (400 +200mL). Lớp hữu cơ trên cùng được kết hợp, làm khan trên natri sulfat, cô đặc và làm khô trong chân không. Sản phẩm thô (35g dầu) được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

Bước 6

Sản phẩm thu được từ bước 5 (35g) và xylene (80mL) được bổ sung vào bình phản ứng 500mL được trang bị bẫy Dean-Stark, bộ phận ngưng nước và thanh khuấy từ. Bismut (III) triflometansulfonat (0,1g) được bổ sung và hỗn hợp thu được được gia nhiệt trong điều kiện hồi lưu trong bốn giờ. Hỗn hợp phản ứng cô đặc và phần cặn được lọc qua nút silicagel. Sản phẩm (30g) thu được là dầu màu không vàng. Sản phẩm được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

Bước 7

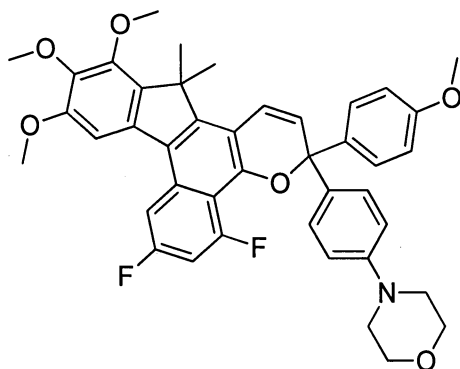
Naphtol dạng dầu từ bước 6 (5g) và axit dodexyl benzen sulfonic (một giọt) hòa tan trong CHCl_3 (50mL) trong bình phản ứng 250mL. 1-phenyl-1'-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol (4,5g) được bổ sung vào bình. Hỗn hợp được gia nhiệt trong điều kiện hồi lưu trong 2 giờ. Hỗn hợp phản ứng được tinh chế bằng phép sắc ký. Hai sản phẩm rắn được tách. Phép phân tích NMR chỉ ra rằng một trong các sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3-phenyl-3-(4-morpholinophenyl)-10,11,12-trimethoxy-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ 10

Các quy trình từ ví dụ 9 được tuân theo ngoại trừ 3,5-diflophenyl magie bromua được sử dụng thay cho phenylmagie bromua trong bước 1 và 1-(4-methoxyphenyl)-1'-(4-

morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol được sử dụng thay cho 1-phenyl-1'-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol trong bước 7. Tinh thể màu không trắng thu được là sản phẩm. Phép phân tích NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3-(4-metoxypheyl)-3-4-morpholinophenyl)-5,7-diflo-10,11,12-trimetoxy-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ 11

Bước 1

3-Flometylbenzoyl clorua (51g) và veratrol (38g) được hòa tan trong CH_2Cl_2 (500mL) trong bình phản ứng ba cổ 2L được trang bị bộ phận khuấy từ. Bình được đặt trong bồn đá. AlCl_3 khan (41g) được bổ sung từ từ vào bình qua phễu bổ sung chất rắn. Khí clohydric sinh ra từ phản ứng được hấp thụ bằng dung dịch nước NaOH. Bồn đá được loại bỏ khi hoàn thành việc bổ sung. Khuấy hỗn hợp thu được tại nhiệt độ trong phòng qua đêm. Hỗn hợp đục màu vàng được rót vào nước đá (500mL). HCl đậm đặc (37%, 100mL) được bổ sung từ từ vào hỗn hợp. Hỗn hợp thu được sau đó được chiết bằng CH_2Cl_2 (600mL). Lớp dưới cùng được rửa bằng nước và nước muối và làm khan trên Na_2SO_4 . Dung môi tách trong điều kiện chân không. Sản phẩm dạng dầu (90g) chứa 3-triflometyl-3',4'-dimetoxypbenzophenon được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

Bước 2

Sản phẩm thu được từ bước 1 (90g) và dimetyl succinat (34mL) hòa tan trong THF khan (270mL) trong bình phản ứng ba cổ 1L được trang bị bộ phận khuấy cơ học dưới điều kiện môi trường khí nitơ. Chất rắn kali t-butoxit (30g) được bổ sung từ từ vào bình qua phễu bổ sung. Hỗn hợp thu được được khuấy tại nhiệt độ trong phòng trong 20 giờ. Hỗn hợp phản ứng được rót vào 600mL nước. Lớp nước dưới cùng mà chứa sản phẩm được thu. HCl (12N, 50mL) được bổ sung vào dung dịch nước. Dầu màu vàng kết tủa. Hỗn hợp thu được được chiết hai lần bằng etyl axetat (250mL + 200mL). Lớp hữu cơ trên cùng được kết hợp, rửa bằng nước và nước muối, sau đó làm khan trên natri sulfat,

cô đặc và làm khô trong chân không. Chất dạng dầu trong suốt có màu vàng (78g) thu được là sản phẩm. Sản phẩm được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

Bước 3

Dầu trong suốt màu vàng (78g), hỗn hợp gồm các sản phẩm axit Stobbe thu được từ bước 2 được hòa tan trong anhydrit axetic (200mL) trong bình phản ứng một cổ 1L được trang bị bộ phận ngưng tụ. Hỗn hợp được gia nhiệt trong điều kiện hồi lưu trong bốn giờ. Anhydrit axetic bị loại bỏ bằng cách làm bay hơi chân không và sản phẩm dạng dầu thu được là sản phẩm. Nó được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

Bước 4

Metanol (200mL) và HCl (12N, 6mL) được bổ sung vào bình phản ứng 500mL chứa sản phẩm thu được từ bước 3. Hỗn hợp được gia nhiệt trong điều kiện hồi lưu trong bốn giờ. Metanol được loại bỏ bằng cách làm bay hơi chân không. Phần chất dạng dầu còn lại được tinh chế bằng phép sắc ký để tạo 64 gam sản phẩm dạng dầu. Nó được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

Bước 5

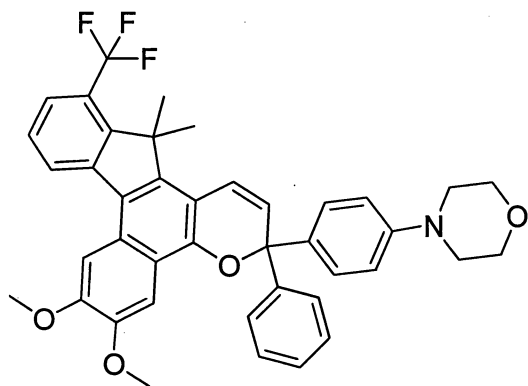
Dung dịch THF 3M của metyl magie clorua (135mL) được bổ sung vào bình khô dung tích 1L được trang bị phễu bổ sung và thanh khuấy từ. Bình này được đặt trong bồn đá. Sản phẩm dạng dầu (30g) từ bước 4 hòa tan trong 200mL THF khan trong bình làm khô. Trước tiên dung dịch được bổ sung vào bình từng giọt. Hỗn hợp được khuấy qua đêm tại nhiệt độ trong phòng. Hỗn hợp phản ứng được rót vào 400mL nước đá. Hỗn hợp được axit hóa bằng HCl (12N, 80mL). Hỗn hợp thu được được chiết bằng etyl axetat hai lần (300mL +100mL). Lớp hữu cơ trên cùng tổ hợp, làm khan trên natri sulfat, cô đặc và làm khô trong chân không. Sản phẩm (35g dầu) được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

Bước 6

Sản phẩm thu được từ bước 5 (35g) và xylene (120mL) được bổ sung vào bình phản ứng 500mL được trang bị bể Dean-Stark, bộ phận ngưng nước và thanh khuấy từ. Bismut triflometyl sulfonamat (0,1g) được bổ sung và gia nhiệt hỗn hợp thu được trong điều kiện hồi lưu trong ba giờ. Hỗn hợp phản ứng cô đặc và phần cặn được lọc qua nút silicagel. Sản phẩm (28g) thu được là dầu màu không vàng. Sản phẩm được sử dụng trong bước tiếp theo mà không cần tinh chế thêm.

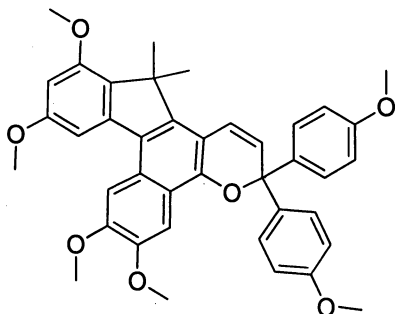
Bước 7

Naphtol dạng dầu từ bước 6 (4g) và pyridinium p-toluensulfonat (0,5g) hòa tan trong CHCl_3 (30mL) trong bình phản ứng 250mL. 1-phenyl-1'-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol (3g) được bổ sung vào bình. Hỗn hợp được gia nhiệt trong điều kiện hồi lưu trong hai giờ. Hỗn hợp phản ứng được tinh chế bằng phép sắc ký. Sản phẩm rắn (2g) được tái kết tinh từ phân đoạn chính. Phép phân tích NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3-phenyl-3-(4-morpholinophenyl)-6,7-dimethoxy-12-trifluoromethyl-13,13-dimethyl-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ 12

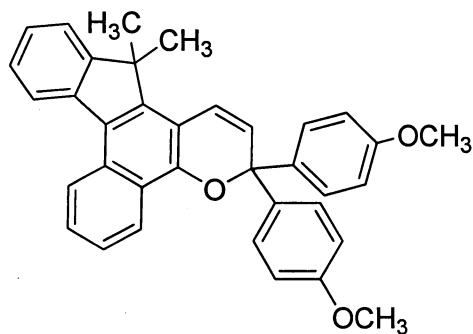
Các quy trình từ ví dụ 11 được tuân theo ngoại trừ 3,5-dimethoxybenzoyl clorua được sử dụng thay cho 3-fluoromethylbenzoyl clorua trong bước 1 và 1,1'-bis(4-methoxyphenyl)prop-2-yn-1-ol được sử dụng thay cho 1-phenyl-1'-(4-morpholinophenyl)prop-2-yn-1-ol trong bước 7. Tinh thể màu không trắng thu được là sản phẩm. Phép phân tích NMR chỉ ra rằng sản phẩm có cấu trúc phù hợp với 3,3-bis(4-methoxyphenyl)-6,7,10,12-tetramethoxy-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ so sánh 1 (CE-1)

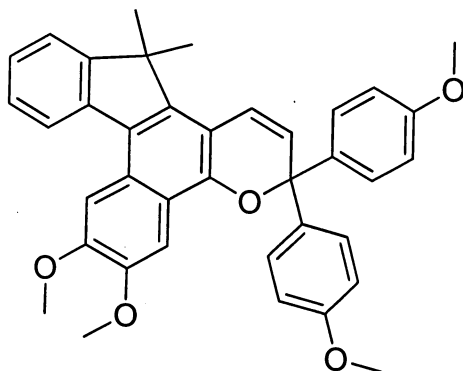
CE-1 được điều chế theo phương pháp nêu trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 5,645,767 mà được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn và được báo cáo là 3,3-bis-(4-

metoxyphenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



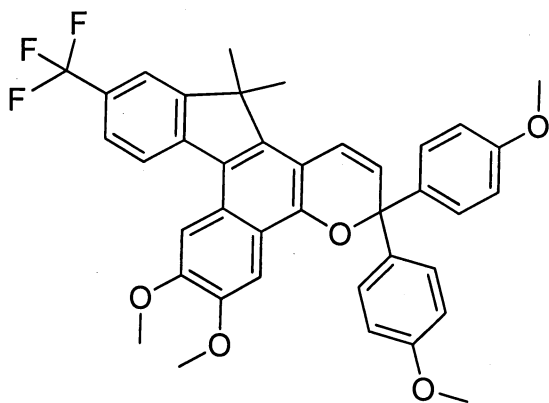
Ví dụ so sánh 2 (CE-2)

CE-2 được điều chế theo phương pháp nêu trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 6,296,785 mà được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn và được báo cáo là 3,3-bis-(4-methoxyphenyl)-6,7-dimethoxy-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



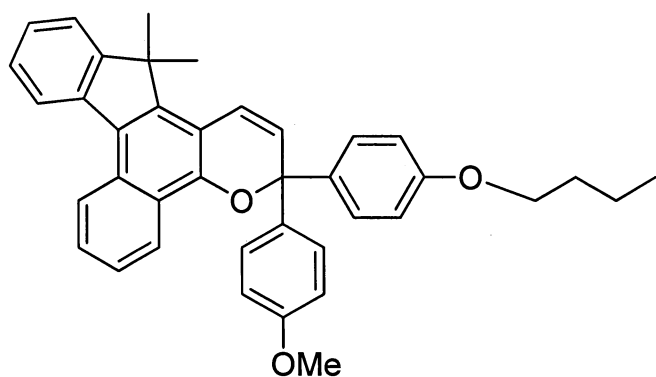
Ví dụ so sánh 3 (CE-3)

CE-3 được điều chế theo quy trình của ví dụ 1 trong công bố đơn sáng chế Mỹ số 2008/0103301 mà được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn và được báo cáo là 3,3-bis-(4-methoxyphenyl)-6,7-dimethoxy-11-triflometyl-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



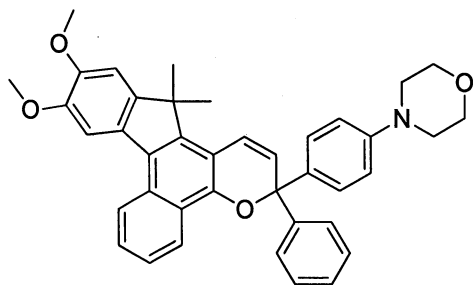
Ví dụ so sánh 4 (CE-4)

CE-4 được điều chế theo phương pháp nêu trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 5,645,7670 mà được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn và được báo cáo là 3-(4-butoxyphenyl)-3-(4-methoxyphenyl)-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho [1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



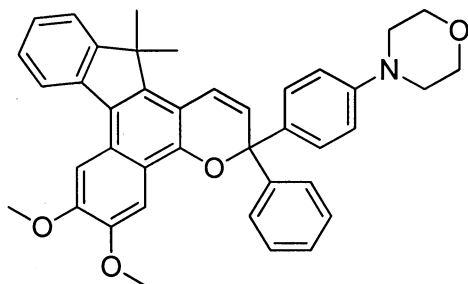
Ví dụ so sánh 5 (CE-5)

CE-5 được điều chế theo phương pháp nêu trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 5,645,767 mà được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn và được báo cáo là 3-phenyl-3-(4-morpholinophenyl)-10,11-dimethoxy-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Ví dụ so sánh 6 (CE-6)

CE-6 được điều chế theo phương pháp nêu trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 5,645,767 mà được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn và được báo cáo là 3-phenyl-3-(4-morpholinophenyl)-6,7-dimethoxy-13,13-dimethyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphtho[1,2-b]pyran có công thức minh họa sau.



Phần 2 – Thử nghiệm tính chất đổi màu theo ánh sáng

Phần 2A – Chuẩn bị mẫu thử hình vuông

Thử nghiệm được thực hiện với hợp chất được mô tả trong ví dụ 1 đến ví dụ 12 và CE 1 đến CE 6 theo cách sau. Lượng hợp chất được tính toán để thu được dung dịch $1,5 \times 10^{-3}$ mol được bổ sung vào bình chứa 50 gam hỗn hợp monome của bốn phần bisphenol A dimetacrylat được etoxyl hóa (BPA 2EO DMA), một phần poly (etylen glycol) 600 dimetacrylat và 0,033 phần trăm theo trọng lượng 2,2'-azobis (2-metyl propionitril) (AIBN). Mỗi hợp chất được hòa tan vào hỗn hợp monome bằng cách khuấy và gia nhiệt nhẹ, nếu cần thiết. Sau khi thu được dung dịch trong suốt, mẫu được khử khí trong lò chân không trong vòng từ năm đến mười phút tại 25 torr (3333,05Pa). Bằng cách sử dụng bơm, mẫu được rót vào khuôn tấm phẳng có kích thước trong $2,2\text{mm} \pm 0,3\text{mm} \times 6\text{inch} (15,24\text{cm}) \times 6\text{inch} (15,24\text{cm})$. Khuôn được bịt kín và được đặt trong dòng khí nằm ngang, lò có thể đặt chương trình để nâng nhiệt độ từ 40°C đến 95°C trong khoảng năm giờ, giữ nhiệt độ tại 95°C trong ba giờ, giảm dần nhiệt độ xuống 60°C trong khoảng hai giờ và sau đó giữ tại 60°C trong 16 giờ. Sau khi lưu hóa, khuôn được mở và tấm polyme được cắt thành mẫu thử hình vuông 2 inch (5,1cm) bằng cách sử dụng cưa có lưỡi kim cương.

Phần 2B – Thử nghiệm phản ứng

Trước khi thử nghiệm phản ứng trên bản thí nghiệm quang học, mẫu thử hình vuông đổi màu theo ánh sáng thu được từ phần 2A được tiếp xúc với ánh sáng tử ngoại có bước sóng 365nm trong khoảng 30 phút tại khoảng cách khoảng 14cm từ nguồn sáng để làm cho vật liệu đổi màu theo ánh sáng chuyển đổi từ dạng ở trạng thái cơ bản sang dạng ở trạng thái được hoạt hóa và sau đó được đặt trong bình 75°C trong khoảng 20

phút để cho phép vật liệu đổi màu theo ánh sáng trở lại dạng ở trạng thái cơ bản. Mẫu thử hình vuông sau đó được làm mát xuống nhiệt độ trong phòng, được tiếp xúc với ánh sáng huỳnh quang trong phòng trong ít nhất hai giờ và sau đó được đẩy lại (nghĩa là, trong môi trường tối) trong ít nhất hai giờ trước khi thử nghiệm trên bàn thí nghiệm quang học được duy trì tại 73°F (23°C). Bàn thí nghiệm này được lắp đèn hồ quang xenon 300w, màn chắn được điều khiển từ xa, bộ phận lọc Melles Griot KG2 mà làm biến đổi bước sóng tử ngoại và bức xạ và hoạt động như bồn nhiệt, bộ phận lọc mật độ trung tính và bộ phận giữ mẫu, được bố trí trong bồn nước, trong đó mẫu thử hình vuông được đưa vào. Chùm ánh sáng chuẩn trực từ đèn vonfram được đi qua mẫu hình vuông ở góc nhỏ (xấp xỉ 30°). Sau khi đi qua mẫu này, ánh sáng từ đèn vonfram được hướng đến mặt cầu thu mà ánh sáng được pha trộn và trên máy đo quang phổ Ocean Optics S2000 mà phổ của chùm đo được thu và được phân tích. $\lambda_{\text{max-vis}}$ là bước sóng trong phổ nhìn thấy mà sự hấp thụ tối đa của dạng ở trạng thái được hoạt hóa của hợp chất đổi màu theo ánh sáng trong mẫu thử hình vuông xuất hiện. $\lambda_{\text{max-vl}}$ là bước sóng được xác định bằng cách thử nghiệm mẫu thử hình vuông đổi màu theo ánh sáng trong máy đo quang phổ nhìn thấy ánh sáng tử ngoại Varian Cary 300; nó có thể cũng được tính toán từ phổ thu được bằng máy đo quang phổ S2000 trên bàn thí nghiệm quang học.

$\Delta\text{OD}/\text{Min}$ mà đặc trưng cho độ nhạy của hợp chất đổi màu theo ánh sáng phản ứng với tia tử ngoại, được đo trong năm (5) giây đầu tiên tiếp xúc với ánh sáng tử ngoại, sau đó tiếp xúc trên cơ sở mỗi phút. Mật độ quang học bão hòa (ΔOD bão hòa) xảy ra dưới điều kiện giống nhau trừ khi việc tiếp xúc với ánh sáng tử ngoại được duy trì trong toàn bộ 30 phút. Chu kỳ mất màu là khoảng thời gian tính bằng giây đối với ΔOD của dạng hoạt hóa của hợp chất đổi màu theo ánh sáng trong mẫu thử hình vuông để đạt được một nửa ΔOD được đo sau ba mươi phút, hoặc sau khi bão hòa hoặc gần bão hòa đạt được, tại nhiệt độ trong phòng sau khi loại bỏ nguồn ánh sáng hoạt hóa, ví dụ, bằng cách đóng màn chắn.

Hợp chất của ví dụ 3, 4, 11 và 12 và ví dụ so sánh 2, 3 và 6 thể hiện sự hấp thụ tối đa kép trong phổ nhìn thấy (lamda tối đa có thể nhìn thấy) trong vùng màu sắc khác biệt. Đối với mỗi lamda tối đa có thể nhìn thấy, mật độ quang học tương ứng ($\Delta\text{OD}/\text{Min}$ và ΔOD bão hòa) cũng như chu kỳ mất màu được lập bảng trong bảng 1 đối với hai nhóm (A và B) của sự hấp thụ tối đa.

Các kết quả được liệt kê trong bảng I. Ví dụ so sánh 1 tương tự về cấu trúc và nên được so sánh với ví dụ 1, 2 và 7. Ví dụ so sánh 2 và 3 tương tự về cấu trúc và nên được so sánh với ví dụ 3 và 4. Ví dụ so sánh 4 tương tự về cấu trúc và nên được so sánh với ví dụ 5. Ví dụ so sánh 5 tương tự về cấu trúc và nên được so sánh với ví dụ 9. Ví dụ so sánh 6 tương tự về cấu trúc và nên được so sánh với ví dụ 11. Ví dụ 6 và 8 có nhóm thế khác biệt là B và B'. Ví dụ 10 và 12 có nhóm thế khác biệt là R₅.

Bảng 1 – Kết quả thử nghiệm thể hiện đổi màu theo ánh sáng

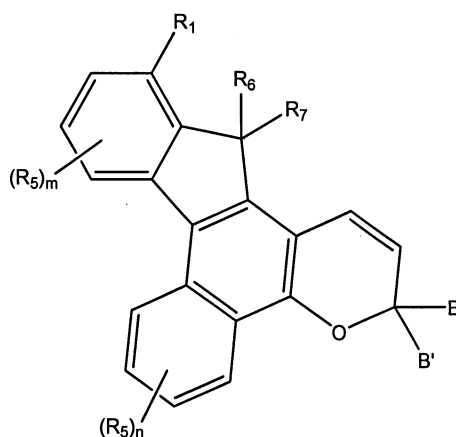
Ví dụ số	$\lambda_{\text{max-vis}}$ (nm)	Mật độ $\Delta\text{OD}/\text{Min}$	ΔOD bão hòa	T $\frac{1}{2}$ (giây)
1	558	0,50	0,56	74
2	590	0,40	0,29	39
3A	459	0,40	0,30	39
3B	572	0,25	0,19	39
4A	457	0,42	0,59	93
4B	572	0,26	0,38	93
5	565	0,23	0,09	14
6	531	0,40	0,25	33
7	553	0,55	0,41	41
8	608	0,41	0,29	37
9	593	0,72	1,5	210
10	573	0,70	0,85	110
11A	490	0,34	0,60	153
11B	590	0,35	0,62	149
12A	448	0,50	1,10	279
12B	574	0,33	0,77	308
CE 1	558	0,67	0,86	121
CE 2-A	451	0,61	1,27	236
CE 2-B	574	0,35	0,72	251
CE 3-A	455	0,45	0,68	107
CE 3-B	572	0,25	0,41	107
CE 4	557	0,53	0,85	140
CE 5	605	0,52	1,56	448
CE 6A	484	0,40	1,24	471
CE 6B	594	0,38	1,16	470

Cần hiểu rằng bản mô tả minh họa các khía cạnh của sáng chế để hiểu rõ ràng sáng chế. Một số khía cạnh của sáng chế là rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, và, do đó, không tạo điều kiện thuận lợi để hiểu rõ hơn về sáng chế đã không được thể hiện để đơn giản hóa bản mô tả này. Mặc dù sáng chế đã được mô tả

kết hợp với các phương án cụ thể, sáng chế không chỉ giới hạn ở những phương án cụ thể đã được bộc lộ nhưng được dự định bao gồm cả các biến thể mà nằm trong phạm vi của sáng chế, như được xác định bởi phần yêu cầu bảo hộ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất có công thức II:



công thức II

trong đó:

R_1 được chọn từ bromo, perhaloalkyl, alkenyl tùy ý được thế, alkynyl tùy ý được thế, aryl, heteroaryl, perhaloalkoxy, carboxy, amino, amino tùy ý được thế, xyano, nitro, sulfonyl, sulfonato, alkylcacbonyl, và alkoxycacbonyl;

R_5 mỗi khi xuất hiện, độc lập được chọn từ nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ formyl, alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, aminocacbonyl, aminocacbonyloxy, alkoxycacbonylamino, axit boronic, este của axit boronic, alkyl, alkenyl, alkynyl, halogen, cycloalkyl, aryl, heteroaryl, alkoxy, heteroalkyl, heterocycloalkyl, amino, và perhaloalkyl;

m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 3;

n là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 4;

mỗi R_6 và R_7 độc lập được chọn từ hydro, hydroxy và nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ heteroalkyl tùy ý được thế, alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, alkynyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế, xycloalkyl tùy ý được thế, heteroxycloalkyl tùy ý được thế, halogen, amino tùy ý được thế, carboxy, alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, alkoxy tùy ý được thế và aminocacbonyl, hoặc R_6 và R_7 có thể cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ tạo thành nhóm được chọn từ oxo, xycloalkyl tùy ý được thế và heteroxycloalkyl tùy ý được thế; và

mỗi B và B' độc lập được chọn từ hydro, halogen và nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ metanloxyenyl, alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, alkynyl tùy ý được thế, heteroalkyl tùy ý được thế, alkoxy tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế, heteroxycloalkyl tùy ý được thế và xycloalkyl tùy ý được thế, hoặc trong đó B và B' cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ để tạo thành nhóm được chọn từ xycloalkyl tùy ý được thế và heteroxycloalkyl tùy ý được thế.

2. Hợp chất theo điểm 1, trong đó:

R₁ được chọn từ C₂-C₆ alkenyl tùy ý được thế, C₂-C₆ alkynyl tùy ý được thế, phenyl, C₁-C₆ perhaloalkoxy, C₁-C₆ perhaloalkyl, brom, xyano, nitro, C₁-C₆ alkylcacbonyl và C₁-C₆ alkoxycacbonyl;

R₅ mỗi lần xuất hiện, độc lập được chọn từ formyl, alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, aminocacbonyl, alkyl este của axit boric, halogen, xycloalkyl, aryl, alkoxy, heteroalkyl, heteroxycloalkyl, amino và perhaloalkyl;

m và n là số nguyên độc lập được chọn nằm trong khoảng từ 0 đến 2;

mỗi R₆ và R₇ độc lập được chọn từ hydro, hydroxy và nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ heteroalkyl tùy ý được thế, alkyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế, xycloalkyl tùy ý được thế, halogen, amino tùy ý được thế, carboxy, alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, alkoxy tùy ý được thế và aminocacbonyl hoặc R₆ và R₇ có thể cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ tạo thành nhóm được chọn từ oxo, xycloalkyl tùy ý được thế và heteroxycloalkyl tùy ý được thế; và

mỗi B và B' độc lập được chọn từ hydro, halogen, nhóm đối xứng hoặc bất đối xứng được chọn từ alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, heteroalkyl tùy ý được thế, alkoxy tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế và xycloalkyl tùy ý được thế, hoặc trong đó B và B' cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ tạo thành nhóm được chọn từ xycloalkyl tùy ý được thế và heteroxycloalkyl tùy ý được thế.

3. Hợp chất theo điểm 2, trong đó:

R₁ được chọn từ C₂-C₄ alkenyl tùy ý được thế, C₂-C₄ alkynyl tùy ý được thế, phenyl, C₁-C₄ perhaloalkoxy, C₁-C₄ perhaloalkyl, brom, xyano, nitro, C₁-C₄ alkylcacbonyl và C₁-C₄ alkoxycacbonyl;

R₅ mỗi lần xuất hiện, độc lập được chọn từ alkylcacbonyl, alkoxycacbonyl, aminocacbonyl, alkyl este của axit boric, halogen, xycloalkyl, aryl, alkoxy, heteroxycloalkyl, amino và perhaloalkyl;

m và n là số nguyên độc lập được chọn nằm trong khoảng từ 0 đến 2;

mỗi R_6 và R_7 độc lập được chọn từ hydro, hydroxy và nhóm đối xứng được chọn từ heteroalkyl tùy ý được thế, alkyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, xycloalkyl tùy ý được thế, halogen, carboxy, alkylcarbonyl, alkoxy carbonyl, alkoxy tùy ý được thế và aminocarbonyl hoặc có thể cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ tạo thành nhóm được chọn từ oxo và xycloalkyl tùy ý được thế; và

mỗi B và B' độc lập được chọn từ hydro, nhóm đối xứng được chọn từ alkyl tùy ý được thế, alkenyl tùy ý được thế, aryl tùy ý được thế, heteroaryl tùy ý được thế và xycloalkyl tùy ý được thế, hoặc trong đó B và B' cùng với nguyên tử xen giữa bất kỳ tạo thành nhóm được chọn từ xycloalkyl tùy ý được thế.

4. Hợp chất theo điểm 3, trong đó:

R_1 được chọn từ $-OCF_3$, $-OCF_2CF_3$, CF_3 , CF_2CF_3 , brom, xyano, nitro, axetyl, propionyl, metoxycarbonyl, etoxycarbonyl và phenyl;

R_5 độc lập được chọn từ metyl, etyl, brom, clo, flo, metoxy, etoxy và CF_3 ;

mỗi R_6 và R_7 độc lập được chọn từ metyl, etyl, propyl và butyl; và

mỗi B và B' độc lập được chọn từ phenyl được thế bằng một hoặc nhiều nhóm độc lập được chọn từ aryl, heteroaryl, heteroxycloalkyl, alkyl, alkenyl, alkynyl, alkoxy, halogen, amino, alkylcarbonyl, carboxy và alkoxy carbonyl.

5. Hợp chất theo điểm 1, được chọn từ:

3,3-bis(4-metoxyphenyl)-12-bromo-6,13,13-trimetyl-3H,13H-indeno

[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran;

3,3-bis(4-metoxyphenyl)-6,7-dimethoxy-10,12-bis(triflometyl)-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran;

3,3-bis(4-metoxyphenyl)-10,12-dibromo-6,7-dimethoxy-11,13,13-trimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran;

3-(4-butoxyphenyl)-3-(4-metoxyphenyl)-10,12-dibromo-6-triflometyl-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran;

3,3-bis(4-flophenyl)-10,12-dibromo-6-triflometyl-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran;

3,3-bis(4-metoxyphenyl)-10,12-dibromo-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran;

3-(4-flophenyl)-3-(4-(piperidin-1-yl)phenyl)-10,12-dibromo-13,13-dimetyl-3H,13H-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran; và/hoặc
3-phenyl-3-(4-morpholinophenyl)-6,7-dimetoxi-12-triflometyl-13,13-dimetyl-indeno[2',3':3,4]naphto[1,2-b]pyran.

6. Hợp chất theo điểm 1, trong đó hợp chất này là hợp chất đổi màu theo ánh sáng.
7. Chế phẩm đổi màu theo ánh sáng chứa hợp chất theo điểm 6 và tùy ý ít nhất một hợp chất đổi màu theo ánh sáng bổ sung, trong đó mỗi hợp chất đổi màu theo ánh sáng bổ sung có ít nhất một giá trị tối đa của độ hấp thụ được hoạt hóa nằm trong khoảng từ 300nm đến 1000nm.
8. Chế phẩm đổi màu theo ánh sáng chứa ít nhất một hợp chất theo điểm 6 được kết hợp vào ít nhất một phần vật liệu hữu cơ, trong đó vật liệu hữu cơ này là vật liệu polyme, vật liệu oligome, vật liệu monome hoặc hỗn hợp hoặc tổ hợp của chúng.
9. Chế phẩm đổi màu theo ánh sáng theo điểm 8, trong đó vật liệu polyme này bao gồm vật liệu tinh thể lỏng, vật liệu tự liên kết, polycarbonat, polyamit, polyimit, poly(met)acrylat, alken đa vòng, polyuretan, poly(urea)uretan, polytiouretan, polytio(urea)uretan, polyol(alyl cacbonat), xenluloza axetat, xenluloza diaxetat, xenluloza triaxetat, xenluloza axetat propionat, xenluloza axetat butyrat, polyanken, polyalkylen-vinyl axetat, poly(vinylaxetat), poly(rượu vinylic), poly(vinyl clorua), poly(vinylformal), poly(vinylaxetal), poly(vinyliden clorua), poly(etylen terephtalat), polyeste, polysulphon, polyolefin, copolyme của chúng, và/hoặc hỗn hợp của chúng.
10. Chế phẩm đổi màu theo ánh sáng theo điểm 8, trong đó chế phẩm đổi màu theo ánh sáng này còn chứa ít nhất một chất phụ gia được chọn từ thuốc nhuộm, chất thúc đẩy quá trình liên kết, chất chống oxy hóa, chất phụ gia tăng cường động học, chất khơi mào quang hóa, chất khơi mào nhiệt, chất ức chế polyme hóa, dung môi, chất làm ổn định ánh sáng, chất làm ổn định nhiệt, chất giải phóng khuôn, chất kiểm soát lưu biến, chất làm bằng, chất loại bỏ gốc tự do, chất gel hóa và chất thúc đẩy sự kết dính.
11. Chế phẩm phủ chứa hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo điểm 6, vật liệu tinh thể lỏng, vật liệu tự liên kết và vật liệu tạo màng.
12. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm nền và hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo điểm 6, trong đó hợp chất đổi màu theo ánh sáng này được liên kết với ít nhất một phần của nền.

13. Chi tiết quang học chứa hợp chất đổi màu theo ánh sáng theo điểm 6, trong đó chi tiết quang học này được chọn từ ít nhất một trong số bộ phận dùng trong nhãn khoa, bộ phận hiển thị, cửa sổ, gương, vật liệu bao gói và bộ phận tế bào tinh thể lỏng hoạt tính hoặc bị động.

14. Chi tiết quang học theo điểm 13, trong đó bộ phận dùng trong nhãn khoa được chọn từ kính hiệu chỉnh, kính không hiệu chỉnh, kính áp tròng, kính nội thị, kính lúp, kính bảo vệ, hoặc kính che mặt.

15. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 12, trong đó nền bao gồm vật liệu polyme và vật liệu đổi màu theo ánh sáng được kết hợp vào ít nhất một phần của vật liệu polyme này.

16. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 15, trong đó hợp chất đổi màu theo ánh sáng được trộn với ít nhất một phần vật liệu polyme, được liên kết với ít nhất một phần vật liệu polyme, và/hoặc tẩm vào ít nhất một phần vật liệu polyme.

17. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 12, trong đó vật dụng đổi màu theo ánh sáng này bao gồm lớp phủ hoặc màng được liên kết với ít nhất một phần nền, lớp phủ hoặc màng này chứa hợp chất đổi màu theo ánh sáng.

18. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 17, trong đó nền này được tạo thành từ vật liệu hữu cơ, vật liệu vô cơ, hoặc tổ hợp của chúng.

19. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 12, trong đó vật dụng này còn bao gồm ít nhất một phần lớp phủ bổ sung được chọn từ lớp phủ đổi màu theo ánh sáng, lớp phủ chống phản xạ, lớp phủ phân cực tuyến tính, lớp phủ chuyển tiếp, lớp phủ lót, lớp phủ kết dính, lớp phủ phản xạ, lớp phủ chống sương mù, lớp phủ ngăn oxy, lớp phủ hấp thụ ánh sáng tử ngoại và lớp phủ bảo vệ.

20. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng bao gồm:

nền;

ít nhất một phần lớp phủ của vật liệu liên kết;

ít nhất ít nhất một phần lớp phủ bổ sung của vật liệu tinh thể lỏng; và

ít nhất một hợp chất đổi màu theo điểm 6 liên kết với nền nêu trên.

21. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 20, trong đó vật dụng này còn bao gồm ít nhất một chất phụ gia được chọn từ nhóm bao gồm thuốc nhuộm lưỡng sắc, thuốc nhuộm không lưỡng sắc, chất thúc đẩy quá trình liên kết, chất chống oxy hóa, chất phụ gia tăng cường động học, chất khơi mào quang hóa, chất khơi mào nhiệt, chất ức chế polyme hóa,

dung môi, chất làm ổn định ánh sáng, chất làm ổn định nhiệt, chất giải phóng khuôn, chất kiểm soát lưu biến, chất làm bằng, chất loại bỏ gốc tự do, chất gel hóa và chất thúc đẩy sự kết dính.

22. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 20, trong đó nên được chọn từ thủy tinh, thạch anh và vật liệu hữu cơ polyme.

23. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 20, trong đó ít nhất vật liệu liên kết bao gồm lưới polyme có thể định hướng bằng cách tiếp xúc với ít nhất một trong số từ trường, điện trường, bức xạ hồng ngoại phân cực tuyến tính, bức xạ tử ngoại phân cực tuyến tính, bức xạ nhìn thấy phân cực tuyến tính và lực cắt.

24. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 20, trong đó vật liệu tinh thể lỏng này là polyme tinh thể lỏng.

25. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 20, trong đó vật dụng này còn bao gồm ít nhất một lớp phủ lót, lớp phủ chuyển tiếp, lớp phủ bảo vệ hoặc tổ hợp của chúng.

26. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 25, trong đó lớp phủ chuyển tiếp bao gồm polyme acrylat.

27. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 25, trong đó lớp phủ bảo vệ bao gồm ít nhất một dẫn xuất silixan.

28. Vật dụng đổi màu theo ánh sáng theo điểm 27, trong đó ít nhất một lớp phủ lót bao gồm polyuretan.