

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2006-237**
(22) Přihlášeno: **10.04.2006**
(40) Zveřejněno: **30.05.2007**
(**Věstník č. 5/2007**)
(47) Uděleno: **23.04.2007**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **30.05.2007**
(**Věstník č. 22/2007**)

(11) Číslo dokumentu:

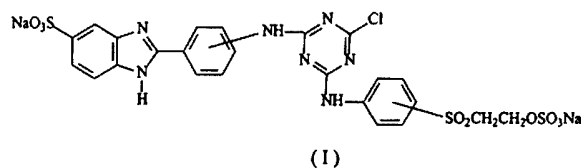
298 042

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:
C07D 403/12 (2006.01)
C07D 235/06 (2006.01)
C07D 251/50 (2006.01)
D06M 13/358 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:
US 6 153 174 B; EP 717 140 A; EP 728 749 A; EP 818 450 A.

(73) Majitel patentu:
Výzkumný ústav organických syntéz a. s., Pardubice,
CZ
(72) Původce:
Kubáč Lubomír Ing., Pardubice, CZ
Akrman Jiří Ing. CSc., Lázně Bohdaneč, CZ
Dvorský Drahomír Ing. CSc., Dvůr Králové nad Labem,
CZ
Grüner Pavel Ing., Dvůr Králové nad Labem, CZ
(74) Zástupce:
KUDRLIČKA & SEDLÁK Advokátní, patentová a
známková kancelář, Ing. Jiří Sedlák, Husova 5, České
Budějovice, 37001



(54) Název vynálezu:
**Reaktivní, UV záření absorbující
fenybenzimidazolové sloučeniny, způsob jejich
výroby, jejich použití, a způsob zvýšení UV
ochranného faktoru celulóзовých textilií
působením těchto sloučenin**

(57) Anotace:
Reaktivní, UV záření absorbující fenybenzimidazolové
sloučeniny obecného vzorce I se vyrábějí kondenzací
kyanurchloridu s dvěma různými aromatickými primárními
aminy ve dvou stupních ve vodném prostředí bez použití
organického rozpouštědla. Způsob zvýšení UV ochranného
faktoru celulóзовých textilií spočívá v tom, že se na ně působí
výše popsanou sloučeninou s následným zpracováním v
roztoku opticky zjasňujících prostředků, s výhodou v pracím
prostředku, popř. společně s reaktivním barvivem. Sloučeniny
se vyznačují vysokou fixací na celulóзовých vláknech,
světlostálostí, stálostí v praní a vysokou absorpcí UV záření v
širokém pásmu spektra. Vykazují synergický efekt s opticky
zjasňujícími prostředky při ochraně před slunečním UV
zářením a nesnižují bělicí efekt těchto prostředků. Také
vykazují synergický efekt s reaktivními barvivy při ochraně
před slunečním UV zářením.

CZ 298042 B6

Reaktivní, UV záření absorbující fenylobenzimidazolové sloučeniny, způsob jejich výroby, jejich použití, a způsob zvýšení UV ochranného faktoru celulóзовých textilií působením těchto sloučenin

5

Oblast techniky

Vynález se týká nových reaktivních, UV záření absorbujících fenylobenzimidazolových sloučenin, jejich použití a způsobu zvýšení UV ochranného faktoru celulóзовých textilií, jakož i způsobu jejich výroby.

10

Dosavadní stav techniky

Řešení problematiky ochrany lidské kůže před nepříznivými účinky UV složky slunečního záření se v posledních letech stalo důležitým zdravotním problémem. Ochrana lidské kůže byla dříve řešena pouze opalovacími krémy, ale po zjištění vysoké propustnosti některých druhů textilií se tato problematika posunula směrem ke svrchnímu ošacení. Pokud má textilie vysoké procento pórů, což je v letním období naprosto běžné, pak také ve značné míře propouští UV záření. U lidí, kteří jsou dlouhodobě vystaveni slunečnímu záření, pak hrozí překročení jejich minimální erytemální dávky a následkem toho i rakovina kůže, přestože jsou zdánlivě chráněni svrchním oděvem.

20

Stupeň ochrany nositele textilie se vyjadřuje číselně pomocí slunečního ochranného faktoru, podobně jako účinnost slunečních krémů. Ultrafialový sluneční ochranný faktor UPF (Ultraviolet Protection Factor) je definován podílem tzv. minimální erytemové dávky (MED) potřebné k vyvolání prahového erytému pro kůži chráněnou před slunečním zářením a MED pro kůži nechráněnou. Erytém se projevuje zrudnutím pokožky, popřípadě spálením. U nositele textilie s typem pokožky charakterizované například MED = 30 minut poskytuje ošacení textilií s UPF = 12 dostatečnou ochranu po dobu 6 hodin pobytu na slunci. Dermatologové doporučují oblečení s ochranným faktorem nejméně 14 až 17, zejména pro dětské, pracovní a sportovní oblečení. Běžné nebarvené textilie např. z bavlny mají hodnotu UPF v rozmezí 3 až 7 v závislosti na jejich hustotě. Textilie vybarvené sytými odstíny nebo hustě tkané textilie sice vykazují dostatečně vysoký UV ochranný faktor, ale takové oblečení neposkytuje požadovaný komfort při nošení v horkém letním období.

35

Stanovení UPF se dnes provádí jednak metodou *in vivo* přímo na lidech, což je postup běžný pro opalovací krémy. Pro textilie byl však vzhledem k vysoké náročnosti této metody vyvinut postup *in vitro*. Tato metoda je postavena na měření propustnosti UV záření při různých vlnových délkách a vychází z exaktně stanoveného celkového účinku dané části spektra na lidský organismus. Tento účinek je jednak dán spektrálním zastoupením energie slunečního záření a také spektrální erytemální účinnost UV záření. Pro výpočet UPF pak platí vztah:

40

$$UPF = \frac{\int_{280\text{ nm}}^{400\text{ nm}} S_{\lambda} \cdot E_{\lambda} \cdot d\lambda}{\int_{280\text{ nm}}^{400\text{ nm}} S_{\lambda} \cdot E_{\lambda} \cdot T_{\lambda} \cdot d\lambda} \quad /$$

45

kde S_{λ} je spektrální zastoupení energie slunečního záření,

E_{λ} je spektrální erytemální účinnost UV záření

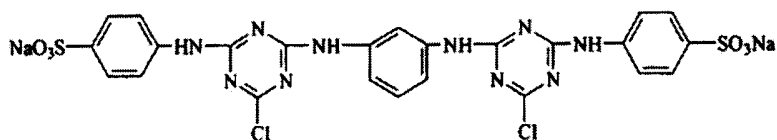
T_{λ} je spektrální propustnost objektu (textilie) při λ (v nm).

UPF běžných textilií lze klasifikovat také slovně, kde platí čtyřstupňové hodnocení:

	UPF 10 až 19	středně dobrá ochrana
	UPF 20 až 29	dobrá ochrana
5	UPF 30 až 49	velmi dobrá ochrana
	UPF 50 a více	výborná ochrana.

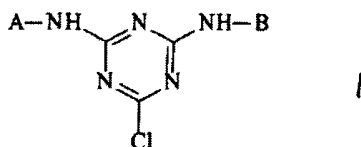
U nebarvených textilií s plošnou hustotou menší než 200 g/m² je nutné řešit propustnost pro UV záření aplikací ochranného prostředku na textilie, jak je to popsáno v patentu EP 655061 (Rapelle PTY Limited, Austrálie). Konečně dostupné UV absorbéry, určené do kosmetiky nebo pro stabilizaci polymerů, nejsou většinou na textil použitelné, protože nejsou ve vodě rozpustné a vzniká problém způsobu aplikace na textilií. Sluneční ochranné prostředky by měly být na textilním vlákne pevně vázané a odolné k vyprání, protože u oblečení se předpokládá opakovaná údržba praním.

Patent firmy Sandoz GB 2287467 popisuje reaktivní UV absorbéry na úpravu textilu na bázi 1,3,5-triazinu. Prostředky se připraví snadno kondenzací 1,3,5-trichlortriazinu s aromatickými aminy, jako je například 1,3-fenyldiamin a sodná sůl kyseliny sulfanilové.



Prostředky se aplikují na textilií z vodného roztoku. Prostředky jsou díky chlortriazinové reaktivní skupině vázány skutečnou chemickou vazbou k textilnímu materiálu obsahujícímu hydroxylové nebo aminové skupiny (přírodní nebo regenerované celulózy, přírodní a regenerované proteinová vlákna a syntetické polyamidy) a jsou odolné k vyprání. Prostředky se dobře fixují na textilním substrátu, nicméně triazinová skupina absorbuje UV záření pouze v oblasti vlnových délek 280–315 nm (oblast UV-B). Tyto prostředky nepokrývají oblast UV-A záření (obor vlnových délek 320–400 nm) a úroveň sluneční ochrany není dostačující, protože UV-A záření prochází tkaninou.

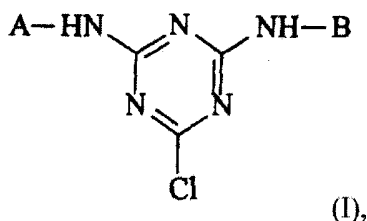
V patentech firmy CIBA EP 704444, EP 728749, US 5700394 a EP 717140 se popisují různé kondenzáty 1,3,5-trichlortriazinu obecného vzorce



kde A je radikál UV absorbéru a B je radikál UV absorbéru nebo radikál ve vodě solubilizující skupiny. Příklady excelentních radikálů UV absorbérů, které pokrývají UV-A i UV-B oblast slunečního záření, jsou podle patentů firmy CIBA aminy na bázi oxaldianilidu nebo hydroxyfenzylbenzotriazolů nebo hydroxybenzofenonu.

Kondenzáty trichlorotriazinu s aminoderiváty hydroxyfenzylbenzotriazolů nebo hydroxybenzofenonů absorbují přes velkou část UV oblast slunečního záření a upravené textilie mají podstatně nižší propustnost pro ultrafialové záření. Při aplikaci 3% prostředku na bavlněnou tkaninu se zvýší sluneční ochranný faktor z hodnoty 5 na hodnotu 30 a vyšší.

Patent EP 717140 popisuje metodu zpracování textilních vláken UV absorbérem vzorce I



- 5 kde A je radikál UV absorbéru, B je radikál UV absorbéru nebo ve vodě solubilizující skupina a X je fluor nebo chlor. V patentových nárocích je UV absorbující radikál specifikován jako vybraný z různě substituovaných radikálů alkylbenzoátů, 2-hydroxy-4-alkoxy-benzofenonů, 2-hydroxybenzofenonů a 2-hydroxyfenyl-2(H)-benzotriazolů. V příkladech je popsána příprava UV absorbéru vzorce I reakcí sloučenin A-NH₂ a B-NH₂ s trihalotriazinem. V popisu patentu je
10 uvedeno, že výchozí aminy A-NH₂ a B-NH₂ jsou známé sloučeniny a jsou snadno dostupné.

Patentový spis US 6 153 174 se týká kosmetických kompozic jejichž podstatou jsou synergicky účinné směsi UV filtrů. Mezi mnoha sloučeninami je uvedena jako UV filtr také 2-fenylbenzimidazolsulfonová kyselina a její soli.

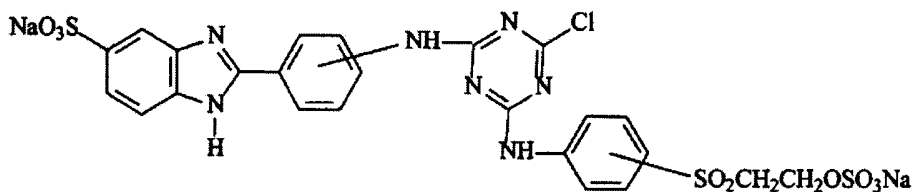
- 15 2-fenylbenzimidazolsulfonová kyselina není UV absorbér povahy výchozího aminu A-NH₂ podle patentu EP 717140 a nemůže být použit pro přípravu UV absorbéru vzorce I, protože nemůže reagovat s trihalotriazinem.

- 20 Nevýhody patentových UV absorbérů na bázi kondenzátů triazinu a derivátů hydroxybenzofenonu nebo benzotriazinu jsou, že mírně zbarvují bavlněné textilie a způsobují šednutí bělených textilií. Šedý až nažloutlý odstín se navíc prohlubuje při praní působením alkálie z pracích prášků. Oblečení tak přestává být jasně bílé a ztrácí svou užitnou hodnotu.

- 25 Účinné UV absorbéry na bázi kondenzátů 1,3,5-trichlortriazinu a amino derivátů hydroxyfenylbenzotriazolu nebo hydroxybenzofenonu nebo oxaldianilidu způsobují šednutí i textilií, které byly vyběleny opticky zjasňujícími prostředky (OZP). Tento jev je způsobem interferencí UV absorbéru z OZP na tkanině. Sluneční ochranné prostředky zhasí fluorescence OZP a textilie přestává být jasně bílá, ale získává svůj původní nažloutlý odstín. Nemožnost opticky zjasnit tkaninu se sluneční úpravou je vážná nevýhoda.
30

Podstata vynálezu

- 35 Výše uvedené nevýhody do značné míry odstraňují reaktivní, UV záření absorbující fenylbenzimidazolové sloučeniny podle vynálezu. Tyto sloučeniny jsou charakterizovány obecným vzorcem I

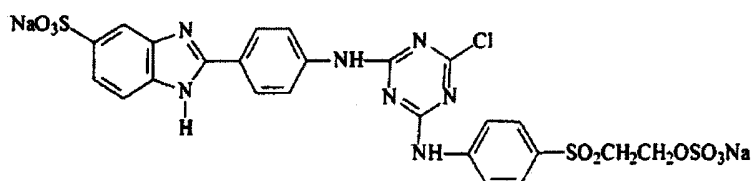


(I).

40

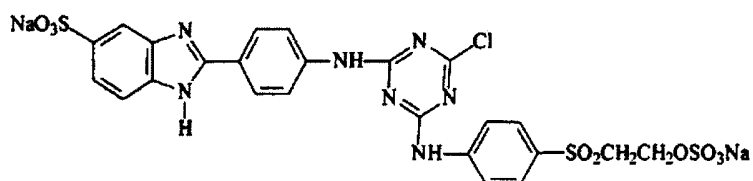
Jedná se o nové sloučeniny, například vzorců UV absorbér I, UV absorbér II a UV absorbér III.

UV absorbér I – má nejvyšší stupeň vyčerpání a poskytuje tkanině nejvyšší ochranný faktor:

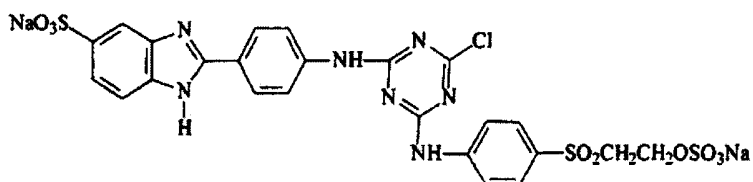


5

UV absorbér II – představuje další výhodné provedení:

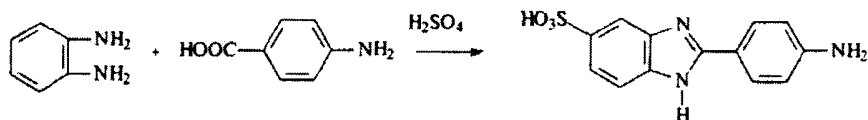


10 UV absorbér III – představuje další výhodné provedení:



Předmětem vynálezu je rovněž způsob výroby výše popsaných sloučenin. Popsané fenylbenzimidazolové ochranné prostředky pro celulózové textilie se syntetizují kondenzací kyanurchloridu s dvěma různými aromatickými primárními aminy ve dvou stupních ve vodném prostředí bez použití organického rozpouštědla, s výhodou dvoustupňovou kondenzací kyanurchloridu s derivátem (aminofenyl)-1H-benzimidazolu a s derivátem (aminofenyl)sulfatoethylsulfonu ve vodném prostředí. Doporučené deriváty (aminofenyl)sulfatoethylsulfonu jsou (4-aminofenyl)-1-sulfatoethylsulfon (PAFSES) nebo (3-aminofenyl)-1-sulfatoethylsulfon (MAFSES). Deriváty PARSES a MAFSES jsou komerčně dodávané produkty.

Doporučené deriváty (aminofenyl)-1H-benzimidazolu jsou 4-aminofenyl-1H-benzimidazol-5-sulfonová kyselina a 3-aminofenyl-1H-benzimidazol-5-sulfonová kyselina. Jedná se o nové sloučeniny které je možno snadno připravit kondenzací 1,2-fenylendiaminu s 4-aminobenzoovou kyselinou nebo s 3-aminobenzoovou kyselinou v prostředí koncentrované kyseliny sírové.



30 Předmětem vynálezu je dále použití výše popsané sloučeniny (UV absorbéru) k šetření celulózových textilií, s výhodou společně s reaktivním barvivem v množství od 0,05 do 8 % z hmotnosti textilie.

35 Způsob zvýšení UV ochranného faktoru celulózových textilií spočívá v tom, že se na ně působí výše popsanou sloučeninou.

Reaktivní fenylbenzimidazolový UV absorbér podle vynálezu se snadno aplikuje na textilii z vodného roztoku, protože obsahuje minimálně dvě sulfoskupiny a je ve vodě rozpustný. Chlor-tiazinová skupina je schopná reakce s celulózu kovalentní vazbou. Kovalentní vazby s celulózo-vým vláknem je schopná také (aminofenyl)sulfatoethylsulfonová skupina. Kovalentní vazba mezi
 5 vláknem a ochranným slunečním prostředkem zabezpečí odolnost UV absorbéru proti vyprání z upravené textilie podobně jako u bifunkčních reaktivních barviv. Prostředky jsou kromě bavlny použitelné na viskóзовé, polyamidové, lněné a vlněné materiály.

Po vyprání textilie ošetřené navrženým typem UV absorbéru v pracím prášku, s výhodou s obsahem opticky zjasňujících přípravků (OZP) dojde k několikanásobnému zvýšení UPF faktoru (100 a více), aniž by se ztratil jasně bílý odstín takovéto textilie. OZP používané v běžných pracích prášcích totiž absorbují v oblasti 360 až 400 nm a tím je pokryta zbývající část UV-A záření. Kombinací navrženého reaktivního UV absorbéru s OZP používané v běžných pracích prášcích se docílí žádoucího synergického efektu aniž by byl ovlivněn vizuální vzhled ošetřené textilie.
 15 Stejný efekt je docílen pokud je OZP již fixováno přímo na vlákne.

Popisovanou sloučeninu (UV absorbér) lze použít také společně s barvivem při barvení celulózo-vých textilií běžnými reaktivními barvivy. Proces barvení těchto textilií je identický s procesem fixace popisovaného UV absorbéru a oba procesy je lze spojit dohromady. Reaktivní UV absorbér neovlivňuje odstín barvené textilie a díky synergickému efektu řádově zvyšuje UPF takto ošetřené textilie. Tento proces je pak obzvláště vhodný pro světlé odstíny, kdy koncentrace barvi-
 20 va vázaného na vlákne je nízká a hodnota UPF je nižší než 50.

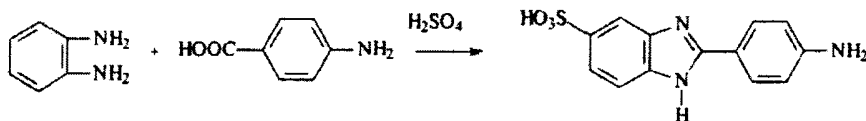
Výhoda sloučeniny podle vynálezu spočívá v tom, že účinně absorbují UV záření v oblasti 290 až 360 nm, tedy celou část UV-B slunečního záření, které je propouštěno zemskou atmosférou a převážnou část UV-A záření. Popsané sloučeniny tak výrazně zvýší UPF faktor ošetřené tex-
 25 tilie. UPF faktor se zvýší z hodnoty 5 až 10 na hodnotu více než 40 v závislosti na koncentraci přípravku v lázni. Ošetřená textilie poskytuje výbornou ochranu před UV složkou slunečního záření. Přípravek je navíc dobře fixován a úprava textilie proti UV záření vykazuje vysokou stá-
 30 lost na světle i v praní.

Příklady provedení vynálezu

Rozumí se, že dále popsané a zobrazené konkrétní příklady uskutečnění vynálezu jsou představo-vány pro ilustraci, nikoli jako omezení příkladů provedení vynálezu na uvedené příklady. Odbor-níci znalí stavu techniky najdou nebo budou schopni zjistit za použití rutinního experimentování větší či menší počet ekvivalentů ke specifickým uskutečněním vynálezu, která jsou zde speciálně
 35 popsána. I tyto ekvivalenty budou zahrnuty v rozsahu následujících patentových nároků.

Příklady 1 Příprava reaktivního fenylbenzimidazolového UV absorbéru I

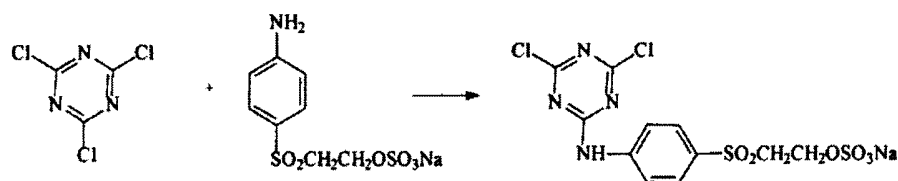
a) Příprava 4-aminofenyl-1H-benzimidazol-5-sulfonové kyseliny



Provede se kondenzace 1,0 mol 1,2-fenyldiaminu s 1,0 mol 4-aminobenzoové kyseliny v pro-
 středí 96% kyseliny sírové při teplotě 125 až 165 °C. Při této teplotě se reakční směs míchá po
 45 dobu 7 hodin. Pak se směs ochladí, naředí vodou a vzniklá suspenze se míchá další 3 hodiny. Suspenze se pak zfiltruje a promyje zředěnou kyselinou sírovou a následně vodou. Koláč se usuší

a obdrží se 205 g 4-aminofenyl-1H-benzimidazol-5-sulfonové kyseliny (výtěžek 71 %). Jedná se o novou sloučeninu. Sloučenina je charakteristická absorpcí v UV oblasti spektra s maximem 318 nm.

5 b) První kondenzace – příprava kondenzátu kyanurchlorid-PAFSES

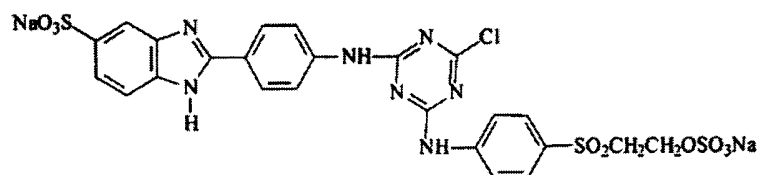


10 Připraví se suspenze 1,0 mol kyanurchloridu ve směsi ledu, vody a dispergátoru o teplotě 0 až 10 °C. Do této směsi se nadávkuje 2,0 l vodného roztoku PAFSES o koncentraci 0,5 mol/l. Během reakce se udržuje pH na hodnotě 1,7 až 3,5 dávkováním roztoku uhličitanu sodného o koncentraci 1,25 mol.l⁻¹. Celková doba reakce je 8 hodin při teplotě 0 až 25 °C. Po ukončení kondenzace se upraví pH suspenze na hodnotu 5,0 až 6,0 přidavkem roztoku uhličitanu sodného o koncentraci 1,25 mol.l⁻¹.

15

c) Druhá kondenzace – příprava reaktivního fenylbenzimidazolového UV absorbéru

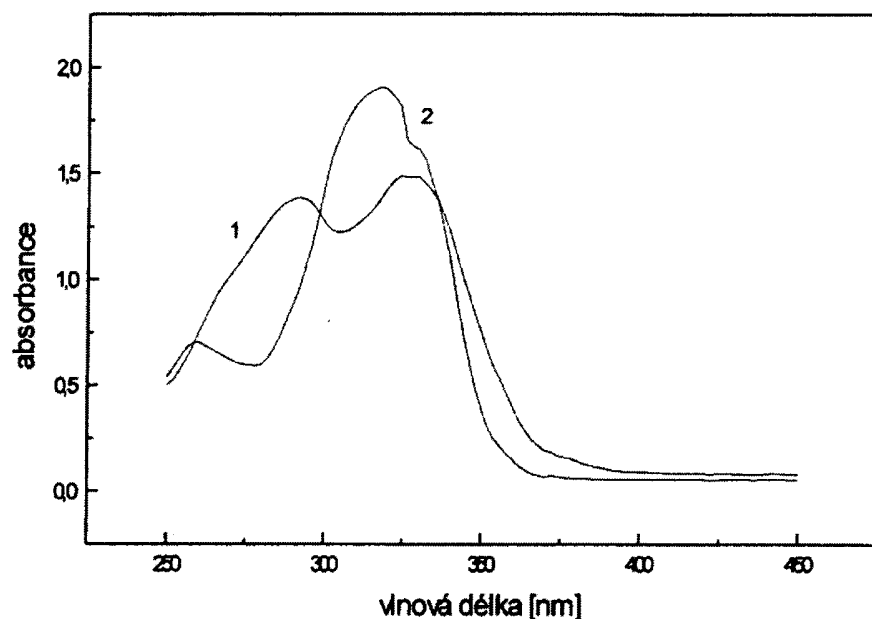
20 K 1,0 mol suspenze kondenzátu kyanurchlorid-PAFSES z bodu b) se při teplotě 25 až 35 °C přidá 1 l vodného roztoku sodné soli 4-aminofenyl-1H-benzimidazol-5-sulfonové kyseliny o koncentraci 1 mol.l⁻¹. Reakční směs se pak míchá při teplotě 50 až 70 °C po dobu 6 hodin při pH o hodnotě 6,5 až 7,5. Reakční směs se pak při teplotě 60 až 70 °C míchá dalších 6 hodin. Bezbarvý roztok se nakonec zklерuje. Připraví se tak 10 litrů vodného roztoku reaktivního fenylbenzimidazolového UV absorbéru o struktuře I o koncentraci 7,2 %.



UV absorbér I

25

Sloučeniny je charakteristická UV spektrem vodného roztoku, ve kterém jsou dvě absorpční maxima při vlnových délkách 292 a 326 nm.



Jedná se o bezbarvou látku, která se při zahřívání rozkládá a nemá žádnou fyzikální teplotu tání. Tyto látky vytváří asociáty, které se v NMR spektrem projevují širokými pásy.

5

Obrázek:

1 – UV spektrum 4-aminofenyl-1H-benzimidazol-5-sulfonové kyseliny, roztok sodné soli 25 mg/l vody, kyveta 1 cm

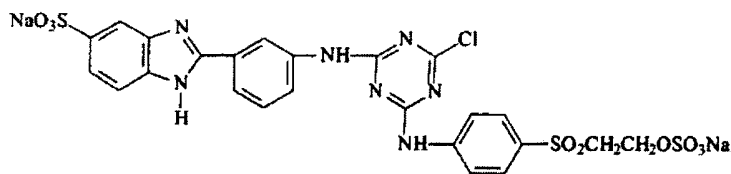
10

2 – UV spektrum UV absorbéru I, roztok ve vodě 25 mg/l, kyveta 1 cm

Příklad 2 Příprava reaktivního fenylbenzimidazolového UV absorbéru II

15

Syntéza reaktivního UV absorbéru byla opakována podle Příkladu 1 s tím rozdílem, že místo 4-aminobenzoové kyseliny byla použita 3-aminobenzoová kyselina a byl připraven UV absorbér o struktuře II.



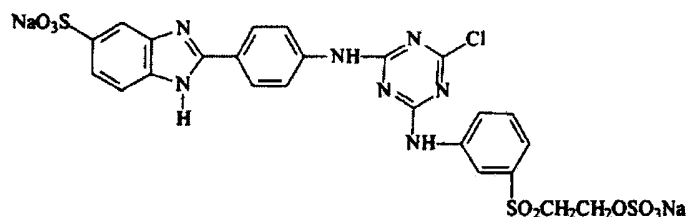
UV absorbér II

20

Příklad 3 Příprava reaktivního fenylbenzimidazolového UV absorbéru III

25

Syntéza reaktivního UV absorbéru byla opakována podle Příkladu 1 s rozdílem, že místo (4-aminofenyl)-1-sulfatoethylsulfonu (PAFSES) byl použit -(3-aminofenyl)-1-sulfatoethylsulfon (MAFSES) a byl připraven UV absorbér o struktuře III.



UV absorbér III

Příklad 4 Aplikace fenylobenzimidazolového UV absorbérů na celulóзовou textilií

- Pro testování reaktivního UV absorbérů byly vybrány vzorky opticky zjasněné silně bavlněné pleteniny, celofánové fólie a bělené bavlněné batistové tkaniny. Od každého materiálu bylo odváženo 5 g. Textilie byly předem vyprány v horké vodě s přidáním povrchově aktivní látky. Potom byly ponořeny do 75 ml lázně obsahující 0,10 g testovaného UV absorbérů při teplotě 50 až 70 °C na dobu 20 minut. Pak bylo do lázně přidáno 3,75 g chloridu sodného a po prodlevě 1,5 g uhličitanu sodného bezvodého. Materiál byl opláchnut destilovanou vodou, vyprán ve vodném roztoku povrchově aktivní látky a na závěr znovu opláchnut vodou. Vyčerpaná lázeň oprachové vody a prací lázeň byly spojeny a spektrofotometricky byl stanoven obsah UV absorbérů. Byl vypočítán stupeň fixace, tj. podíl UV absorbérů vázaného na celulóзовém materiálu k množství absorbérů přidávaného do lázně.

- Ošetřené suché materiály byly vizuálně porovnány s původními neupravenými materiály. Propustnost materiálů v ultrafialovém světle vlnových délek 290 až 400 nm byla změřena na UV-VIS spektrofotometru Varian Solascreen 50 s nástavcem pro měření plošných vzorků Fabric Protection Factor accessory. Z hodnot propustnosti byl stanoven sluneční ochranný faktor UPF materiálů podle normy Australian/New Zealand Standard 4399: 1996, Sun protective clothing – Evaluation and classification. Výsledky pozorování jsou v tabulkách I a II.

Tabulka I: Stupeň fixace prostředků a vzhledu upravených materiálů

UV ochranný prostředek	Stupeň fixace	Tkanina batist bělená vzhled	Pletenina zjasněná vzhled
UV absorbér I	91 %	bílá	zářivě bílá
UV absorbér II	85 %	bílá	zářivě bílá
UV absorbér III	62 %	bílá	zářivě bílá

- Účinnost opticky zjasňujícího prostředku na obou textiliích nebyla úpravou reaktivního UV absorbérů ovlivněna a upravené textilie si zachovaly konstantní stupeň bělosti. Stupeň fixace na materiálu je velmi vysoký, zejména pro UV absorbér I.

Tabulka II: Sluneční ochranný faktor

UV ochranný prostředek	Tkanina batist bělená		Pletenina zjasněná		Celofánová fólie	
	Původní UPF	UPF po úpravě	Původní í UPF	UPF po úpravě	Původní í UPF	UPF po úpravě
UV absorbér I	3	36	3	41	1	78
UV absorbér II	3	19	3	22	1	20
UV absorbér III	3	15	3	17	1	15

- 5 Všechny tři UV ochranné prostředky podstatně zvyšují sluneční ochranný faktor UPF bavlněné tkaniny, pleteniny i celofánové fólie.

- 10 **Příklad 5 Vliv OZP na UPF celulózové textilie ošetřené fenybenzimidazolovým reaktivním UV absorbérem**

- 15 Bavlněný jednolící úplet hmotnosti 160 g.m^{-2} v množství 5 kg byl po předúpravě běžným postupem dále zpracováván na provozním aparátu v lázni obsahující 2 % z hmotnosti textilie. UV absorbéru vzorce I. Poměr lázně byl 1:15, teplota 60°C . Po 10 minutách bylo do lázně přidáno 50 g.l^{-1} síranu sodného a po dalších 15 minutách 5 g.l^{-1} uhličitanu sodného a 0,7 g.l^{-1} hydroxidu sodného. Teplota lázně byla udržována na 60°C ještě 35 minut. Poté následovaly dva proplachy vodou a zpracování v lázni obsahující prací tenzid při teplotě 80°C a následně další oplach vodou. Část materiálu byla při teplotě 60°C zpracována 0,5 % z hmotnosti textilie opticky zjasňujícím přípravkem na bázi 4,4'-diamino-2,2'-stilbendisulfonové kyseliny po dobu 20 minut.
- 20 Po ukončení byly úplety spektrofotometricky vyhodnoceny a byl změřen faktor UPF. Současně byl změřen stupeň bělosti. Výsledky jsou shrnuty v tabulce číslo III.

- 25 **Tabulka č. III Vliv směsi OZP a UV absorbéru na UPF a stupeň bělosti**

Zpracováváný úplet	UPF	Stupeň bělosti
Původní po předúpravě	15,3	65,70
Původní po zjasnění OZP	30,5	102,88
Po úpravě UV absorbérem	102,5	64,20
Po úpravě UV absorbérem a zjasnění OZP	328,2	100,95

- 30 Z výsledků je zřejmý velmi výrazný synergický účinek kombinace úpravy daného úpletu reaktivním UV absorbérem v kombinaci s OZP. Současně bylo prokázáno, že posuzovaný reaktivní UV absorbér má zcela nepatrný vliv na stupeň bělosti úpletu.

Příklad 6 Stálost úpravy fenylobenzimidazolového reaktivního UV absorbéru na bavlněných textiliích v praní a na světle

- 5 Na bubnovém barvicím aparátu bylo zpracováno 20 kg triček vyrobených z jednolícího celobavlněného předupraveného a vyběleného úpletu lázní absorbujícího 400 g UV absorbéru odpovídajícího vzorci I ve 300 ml vody. Gradientem $2\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ byla pracovní lázeň zahřata na $55\text{ }^{\circ}\text{C}$ při otáčkách bubnu 15 min^{-1} , době reverzace 30 s a zabarvení 3 s. Poté byl nadávkován bezvodý Na_2SO_4 v koncentraci 50 g/l a po dalších 15 minutách bylo do lázně přidáno ještě 4 g/l meta-
- 10 křemičitanu sodného. Při stejné teplotě byl substrát zpracován ještě 30 min.

Po vypuštění lázně následoval oplach vodou. Dále byl materiál v tomtéž zařízení odstředěn. Následovalo dvakrát opakované praní a odstředění.

- 15 Upravovaný substrát byl usušen při teplotě $80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Stálost úpravy byla hodnocena jak z hlediska údržby praním, tak stabilitou na světle a je uvedena v tabulce III. Expozice UV zářením byla provedena na zařízení ATLAS-SUNTEST při teplotě černého panelového teploměru max. $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ a maximálním zapojením UV složky. Ozařováno do stupně stálosti 6. Stálost v praní $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ podle normy EN 20105-C03. Mírou stability jsou hodnoty faktoru UPF.

20

Tab. III. Hodnoty faktoru UPF při expozici světlem a po praní

UPF původní	UPF po úpravě	UPF po expozici na světlo	UPF po 5. praní	UPF po 10. praní
7	95	92	91	85

25

Stálost úpravy je v podmínkách spotřebitelského užívání a údržby praním velmi dobrá.

Příklad 7 Jednolázňový postup barvení a úpravy

30

Bavlněný předupravený pracovní kepr hmotnosti 202 g.m^{-2} byl na fuláru preparován s přívazkem 80% pracovní lázně obsahující 2 g/l. Reaktive Blue 221, UV absorbéru I a 5 g/l NaOH.

35

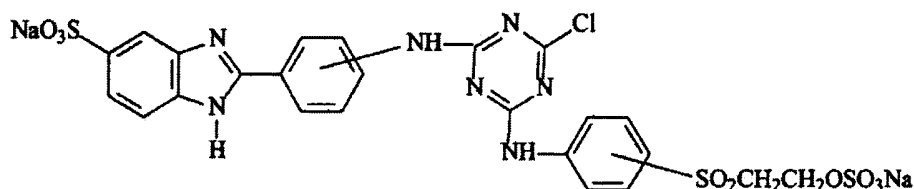
Tkanina byla po průchodu fulárem navinuta do nábalu a zakryta PE fólií. Za stálého otáčení byl nábal ponechán 12 hodin při teplotě $25\text{ }^{\circ}\text{C}$. Následuje praní na pracím stroji se 7 pracovními oddíly o teplotě vody 20 až $90\text{ }^{\circ}\text{C}$. Po průchodu kontinuálním pracím strojem byla tkanina usušena na sušicím rámu při $120\text{ }^{\circ}\text{C}$. Bylo současně dosaženo vybarvení světlého modrého odstínu a úpravy textilie vůči UV záření. Ochranný faktor UPF původní tkaniny 17. Ochranný faktor po úpravě a současném barvení je 315. Ochranný faktor stejně barvené textilie bez přídavku UV absorbéru byl 55. Tyto výsledky ukazují na synergický efekt ochranné před UV zářením při kombinaci reaktivního barviva a UV absorbéru I.

40

45

PATENTOVÉ NÁROKY

- 5 1. Reaktivní, UV záření absorbující fenylobenzimidazolové sloučeniny obecného vzorce I



(I).

- 10 2. Způsob výroby sloučenin podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se ve vodném prostředí kondenzuje kyanurchlorid ve dvou stupních se 4-aminofenyl-1H-benzimidazol-5-sulfonovou kyselinou nebo 3-aminofenyl-1H-benzimidazol-5-sulfonovou kyselinou a se 4-aminofenyl-sulfatoethylsulfonem nebo s 3-aminofenyl-sulfatoethylsulfonem nebo jejich solemi, s výhodou sodnými nebo draselnými.
- 15 3. Použití sloučeniny podle nároku 1 k ošetření celulóзовých textilií.
4. Použití sloučeniny podle nároku 1 k ošetření celulóзовých textilií společně s reaktivním barvivem v množství od 0,05 % do 8 % z hmotnosti textilie.
- 20 5. Způsob zvýšení UV ochranného faktoru celulóзовých textilií, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se na ně působí sloučeninou podle nároku 1.
6. Způsob podle nároku 5, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se celulóзовá textilie následně zpracuje v roztoku opticky zjasňujících prostředků.
- 25 7. Způsob podle nároku 5, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se celulóзовá textilie následně vypere v pracím přípravku s obsahem opticky zjasňujících prostředků.
- 30 8. Způsob podle nároku 5, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se textilie zpracuje lázní obsahující sloučeninu podle nároku 1 a reaktivní barvivo v množství od 0,05 % do 8 % z hmotnosti textilie.

Konec dokumentu
