



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 106565622 B

(45) 授权公告日 2022.02.15

(21) 申请号 201610878914.7

(51) Int.Cl.

(22) 申请日 2016.10.08

C07D 261/14 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

D06M 13/352 (2006.01)

申请公布号 CN 106565622 A

(56) 对比文件

(43) 申请公布日 2017.04.19

WO 2009/143156 A2, 2009.11.26

(30) 优先权数据

CN 102844305 A, 2012.12.26

15188785.8 2015.10.07 EP

WO 2004/050644 A2, 2004.06.17

(73) 专利权人 尚科纺织企业工业及贸易公司

Nuket Ocal et al.. "Synthesis of Novel Heterocyclic Imine Type UV Absorbers for Application on Cotton Based Textile Materials".《Journal of Chemistry》.2016, 第2016卷文章ID:6387305.

地址 土耳其布尔萨

审查员 马冲

(72) 发明人 A·阿克 N·奥科尔

H·N·埃金德米尔

A·哈米特贝利

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司 31100

代理人 陈文青 江磊

权利要求书2页 说明书8页 附图25页

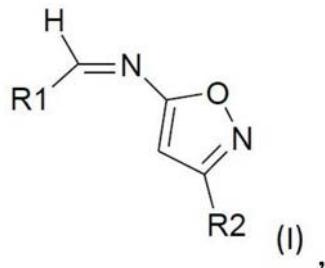
(54) 发明名称

新颖的异噁唑、它们的制备方法以及它们的用途

(57) 摘要

本发明涉及新颖的异噁唑、它们的制备方法以及它们在产业用纺织品和PPE(个人防护装备)的制造中的用途,即在防UV和抗感染纺织品和服装的制造中的用途。

1. 一种式(I)的化合物：



其中，

R₁为具有10~18个碳原子的未取代的芳族稠合多环烃；

R₂为未取代的、饱和或不饱和的、直链或支化的非环状C1~C10烃基。

2. 如权利要求1所述的化合物，其特征在于，R₁为选自萘基、蒽基和芘基的基团。

3. 如权利要求1所述的化合物，其特征在于，R₁为选自1-萘基、2-萘基、9-蒽基和1-芘基的基团。

4. 如权利要求2所述的化合物，其特征在于，R₁为选自1-萘基、2-萘基、9-蒽基和1-芘基的基团。

5. 如权利要求1~4中任一项所述的化合物，其特征在于，R₂为C1~C4烃基。

6. 如权利要求5所述的化合物，其特征在于，R₂为甲基。

7. 如权利要求1所述的化合物，其特征在于，所述化合物选自：

3-甲基-N-(1-萘基亚甲基)-5-异噁唑胺、

3-甲基-N-(2-萘基亚甲基)-5-异噁唑胺、

3-甲基-N-(9-菲基亚甲基)-5-异噁唑胺、和

3-甲基-N-(2-芘基亚甲基)-5-异噁唑胺。

8. 权利要求1~7中任一项所述的化合物中的至少一种的用途，其用于纺织品领域，用于防晒和抗感染织物的制造。

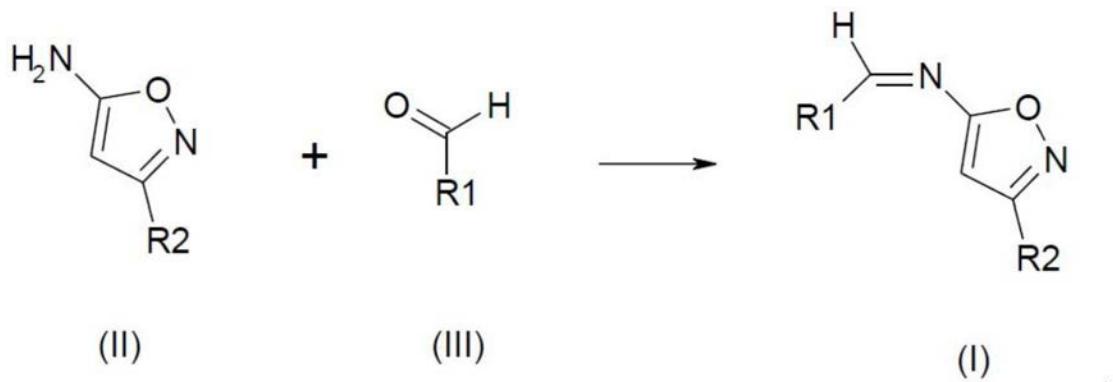
9. 如权利要求8所述的用途，其特征在于，所述织物为棉织物。

10. 如权利要求8所述的用途，其特征在于，所述织物为牛仔布。

11. 一种使织物成为防晒和抗感染织物的方法，其包括用权利要求1~7中任一项所述的化合物中的至少一种对所述织物进行处理。

12. 一种织物、服装和/或个人防护装备，其特征在于，经过权利要求1~7中任一项所述的化合物中的至少一种的处理。

13. 一种制备权利要求1~7中任一项所述的化合物的方法，其包括在具有酸性催化剂的适当的溶剂中按照以下方案使式(II)和(III)的化合物反应：



14. 如权利要求13所述的方法,其特征在于,化合物(II) /化合物(III)的摩尔比为1/1。
15. 如权利要求13所述的方法,其特征在于,所述溶剂选自甲苯和乙醇。
16. 如权利要求14所述的方法,其特征在于,所述溶剂选自甲苯和乙醇。
17. 如权利要求13~16中任一项所述的方法,其特征在于,所述酸性催化剂为对甲苯磺酸(TsOH)。
18. 如权利要求13~16中任一项所述的方法,其特征在于,反应混合物还包含一种或多种吸水剂。
19. 如权利要求17所述的方法,其特征在于,反应混合物还包含一种或多种吸水剂。

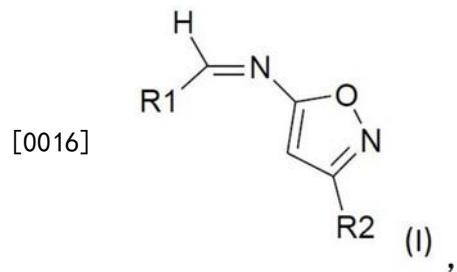
新颖的异噁唑、它们的制备方法以及它们的用途

技术背景

- [0001] 紫外辐射 (UVA和UVB) 会导致晒伤、皮肤老化、眼损伤和皮肤癌。所以避免过度暴露于阳光之下以及通过在皮肤上施用防晒霜的重要性受到广泛认同。
- [0002] 近来,防晒服装正日趋流行,所述防晒服装被称为PPE(个人防护装备)。
- [0003] 在一些情况中,PPE还能够保护身体免于感染,在穿着者与病菌之间形成一道屏障,这对于医疗卫生或生物实验室工作者而言特别有用。
- [0004] 事实上,PPE被设计成降低在危险下的暴露,这些危险由阳光或其它UV源的暴露而导致,或者由细菌、真菌、病毒等导致。
- [0005] 需要开发一种改进的用于制造PPE的织物,其能够在穿着者与环境之间形成更有效的屏障。
- [0006] **发明范围**
- [0007] 本发明的一个范围是提供新的具有异噁唑环的化合物。
- [0008] 本发明的另一个范围是提供新的能够赋予纺织品以防晒和抗感染效果的化合物。
- [0009] 本发明的另一个范围是提供被赋予防晒和抗感染效果且由本发明的新化合物制成的服装和PPE。
- [0010] 本发明的另一个范围是提供本发明的新化合物的制备方法。
- [0011] 这些以及其它范围将会通过本文所要公开的发明主题实现。
- [0012] **附图的简要说明**
- [0013] 图1~20显示了实施例的化合物的分析数据。
- [0014] 图21~25显示了未经处理的织物和经过处理的织物的UPF测试结果。

发明内容

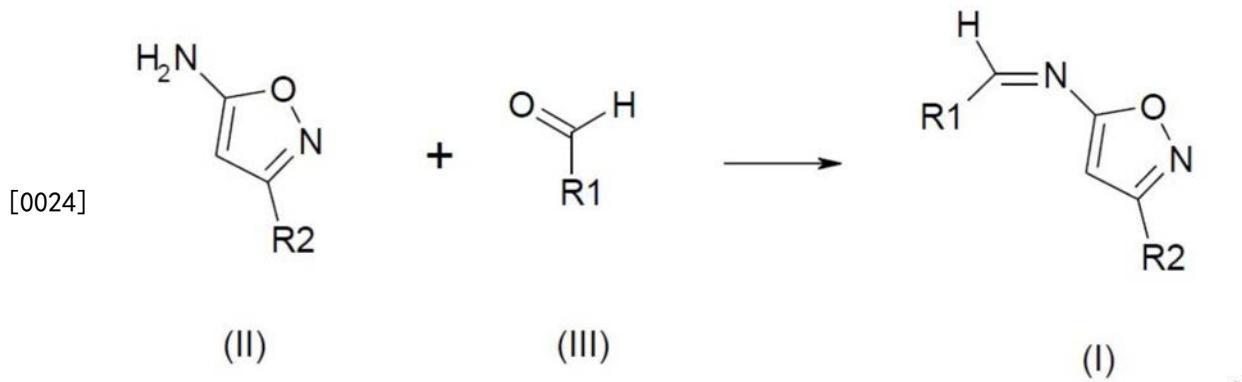
- [0015] 根据各方面中的一个,本发明涉及新的式(I)的化合物:



- [0017] 其中,
- [0018] R₁为具有10~18个碳原子的未取代的芳族稠合多环烃;
- [0019] R₂为未取代的、饱和或不饱和的、直链或支化的非环状C1~C10烷基。
- [0020] 根据一种优选的实施方式,R₁为选自萘基、蒽基和芘基的基团。尤其优选为1-萘基、2-萘基、9-蒽基和1-芘基的基团。
- [0021] 根据一种优选的实施方式,R₂为C1~C4烷基,更优选为甲基。
- [0022] 在式(I)的化合物中,根据异噁唑环的位置,可存在顺-反式立体异构。本发明包括

所有可能的立体异构体。

[0023] 本发明的化合物可通过根据以下方案的方法制备：



[0025] 上述方法代表本发明的另一个主题。

[0026] 在本发明的方法中,式 (II) 的化合物与式 (III) 的羧基醛在具有酸性催化剂的适当的溶剂中反应。

[0027] 式(II)和(III)的化合物是本领域已知的,或可通过已知方法制备。

[0028] 化合物(II)/化合物(III)的摩尔比优选约为1/1。

[0029] 优选的溶剂选自诸如甲苯这样的芳族溶剂、和诸如乙醇这样的低级醇。然而，根据本发明，可使用任何极性与优选的溶剂的极性相似的溶剂。

[0030] 为了得到酸催化剂,可向反应混合物中添加催化量的布朗斯特酸,优选为有机强酸,例如对甲苯磺酸(TsOH)。

[0031] 反应优选在50℃至反应混合物回流温度之间的温度下进行,优选在回流温度下进行。

[0032] 还优选向反应混合物中添加吸附剂以提高效率,例如添加用于除去生成的水的二氧化硅或氧化铝和分子筛。

[0033] 还优选在诸如氮气或氩气气氛这样的惰性环境中进行反应。

[0034] 反应通常在数小时内完成,例如2~6小时。然而,本领域技术人员能够跟踪可通过使用TLC(薄层层析)技术来确定的反应流程的进展和结束时间。

[0035] 作为常规加热的替代方式,可用微波对反应混合物进行辐射,优先选用诸如300~400W这样的低强度微波辐射数分钟。

[0036] 反应一旦完成,通常通过过滤来分离式(I)的化合物,且优选地按照常规方法对其进行纯化,所述常规方法例如将其与一种或多种溶剂进行搅拌并过滤,或者利用色谱技术来纯化。

[0037] 上述反应的具体实施例在本说明书的实验部分阐述。

[0038] 式(I)的化合物可用于赋予纺织品以防晒和抗感染效果。

[0039] “防晒效果”这一表述是指用其制成的纺织品和服装能够保护穿着者免受UV辐射。

[0040] “抗感染效果”这一表述是指纺织品和服装能够保护身体免受感染,形成抑制区域并消灭病菌,所述病菌包括例如细菌,特别是革兰氏(+)菌和/或真菌和/或病毒和/或原生动物和/或寄生虫。

[0041] 事实上,发现用本发明的化合物涂覆织物能够提高UPF(紫外线防护系数)标签值,

并且赋予织物以抗微生物效果,特别是抗菌效果,特别是抗革兰氏(+)菌效果。

[0042] 这是一项有价值的技术成果,其允许将经过处理的织物用于i.a.PPE的生产。

[0043] 式(I)的化合物在纺织品领域、在防晒和抗感染织物的制造和PPE的制造中的用途、以及用式(I)的化合物处理、特别是涂覆的织物、服装和PPE也是本发明的主题。

[0044] 本发明的另一个主题是一种防晒织物和抗感染织物的制造方法,其包括用式(I)的化合物处理所述织物。

[0045] 术语“处理”或“进行处理”是指用本发明的化合物对织物或服装等进行涂覆或浸泡。

[0046] 这些织物可通过将本发明的化合物溶解于合适的溶剂中,即溶解于诸如二氯甲烷这样的能够溶解式(I)的化合物的溶剂中,并将溶液加入常规的印染糊料中,然后将其施用于织物上来得到。

[0047] 可使用用于印染应用的平板网印法,其中,可在印染糊料中使用丙烯酸类和改性的聚合物树脂、以及常规的交联剂。然后可优选地使织物例如在130℃下固化3~5分钟。

[0048] 任何种类的织物都可用本发明的化合物进行涂覆,包括编织织物、结织织物和无纺织物。

[0049] 优选地,织物为棉织物,优选为100%的棉织物。

[0050] 织物还可以是牛仔布。

[0051] 为了确定UV辐射是否被纺织品阻挡或穿过纺织品,随后进行了已知的方法AATCC 183。该方法的详情在本说明书的实验部分阐述。

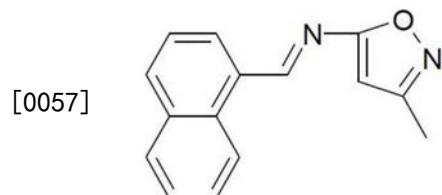
[0052] 从实验部分可以发现,用本发明的化合物处理过的织物展现出惊人的杰出的UPF,所有都远远高于为了被包括在“优异的UV防护类别”中而限定的UPF值,即UPF 40。

[0053] 为了确定纺织品织物是否具有抗微生物活性,随后进行了洗涤标准:BS EN ISO 6330 5A和抗菌测试标准:AATCC 147:2011。该方法的详情在本说明书的实验部分阐述。

[0054] 实验部分

[0055] 实施例1

[0056] 3-甲基-N-(1-萘基亚甲基)-5-异噁唑胺



[0058] 将摩尔比为1/1的5-氨基-3-甲基异噁唑和1-萘甲醛溶解于纯甲苯中,并在氮气气氛中、在存在催化量的TsOH和分子筛的条件下、于110℃下搅拌4小时。过滤沉淀物,用乙腈对其进行处理,并在超声浴中对其进行3分钟的超声处理。过滤固体并在烘箱中对其进行干燥,以得到呈黄色晶体的标题的化合物(产率58%)。

[0059] 参见图1~5。

[0060] m.p.=90~92℃;R_f=0.28(1:5,乙酸乙酯/正己烷)。

[0061] FTIR(ATR):ν=3050(芳族,=CH伸缩),2918,2849(脂族,CH伸缩),1618,1595和1562(C=C和C=N伸缩),1442,1414(脂族,平面内CH弯曲),1337(甲基,平面内CH弯曲),

1175 (C-N摆动), 732 ve 693 (单芳族, CH弯曲) cm^{-1} 。

[0062] ^1H NMR (CDCl_3 , 500MHz) : $\delta = 1.88$ (s, 3H, CH_3) , 6.38 (s, 1H, =CH) , 7.34~7.51 (m, 4H, 芳族) , 7.81 (d, $J = 8.51\text{Hz}$, 1H, 芳族) , 7.92 (dd, $J = 8.19; 11.65\text{Hz}$, 1H, 芳族) , 8.66 (d, $J = 8.51\text{Hz}$, 1H, 芳族) , 9.45 (s, 1H, =CH) ppm。

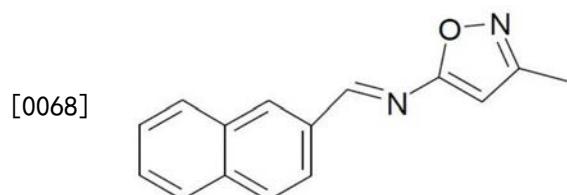
[0063] ^{13}C NMR (CDCl_3 , 125MHz) : $\delta = 12.35$ (CH_3) , 111.19 (CH) , 123.57 (CH) , 125.28 (CH) , 126.34 (CH) , 127.89 (CH) , 128.82 (CH) , 130.51 (CH) , 130.87 (CH) , 131.70 (Cq) , 133.42 (Cq) , 133.62 (Cq) , 161.21 (Cq) , 162.23 (Cq) , 165.82 (CH) ppm。

[0064] LC-MS: 236 (M^+)。

[0065] UV ($\lambda_{\text{最大}}$, CH_2Cl_2) : 385nm ($c = 1.5 \times 10^{-4}$, $A = 0.80$, $\epsilon = 5.4 \times 10^3$)

[0066] 实施例2

[0067] 3-甲基-N-(2-萘基亚甲基)-5-异噁唑胺



[0069] 将摩尔比为1/1的5-氨基-3-甲基异噁唑和2-萘甲醛溶解于纯甲苯中,并在 N_2 气氛中、在存在催化量的TsOH和分子筛的条件下、于110℃下搅拌4小时。过滤沉淀物,用纯乙醇对其进行处理,并在超声浴中对其进行3分钟的超声处理。过滤固体并在烘箱中对其进行干燥,以得到呈黄色晶体的标题的化合物(产率54%)。

[0070] 参见图6~10。

[0071] 黄色晶体; m.p=195~197℃; $R_f = 0.31$ (1:5, 乙酸乙酯/正己烷)。

[0072] FTIR (ATR) : $\nu = 3055$ (芳族, =CH伸缩) , 2927 ve 2890 (脂族, CH伸缩) , 1595和1576 ($\text{C}=\text{C}$ 和 $\text{C}=\text{N}$ 伸缩) , 1438、1411 (脂族, 平面内CH弯曲) , 1373 (甲基, 平面内CH弯曲) , 1176 (C-N摆动) , 753 ve 693 (单芳族, CH弯曲) cm^{-1} 。

[0073] ^1H NMR (CDCl_3 , 500MHz) : $\delta = 2.34$ (s, 3H, CH_3) , 6.01 (s, 1H, =CH) , 7.54~7.61 (m, 2H, 芳族) , 7.88~7.96 (m, 3H, 芳族) , 8.14 (d, $J = 9.77\text{Hz}$, 1H, 芳族) , 8.26 (s, 1H, 芳族) , 8.99 (s, 1H, =CH) ppm。

[0074] ^{13}C NMR (CDCl_3 , 125MHz) : $\delta = 12.33$ (CH_3) , 96.66 (CH) , 123.68 (CH) , 126.97 (CH) , 127.93 (CH) , 128.44 (CH) , 128.87 (CH) , 129.03 (CH) , 132.97 (Cq) , 133.36 (Cq) , 135.70 (Cq) , 138.17 (Cq) , 161.66 (Cq) , 163.42 (CH) ppm。

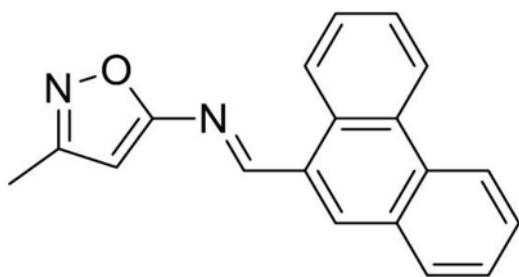
[0075] GC-MS: 236 (M^+)

[0076] UV ($\lambda_{\text{最大}}$, CH_2Cl_2) : 350nm ($c = 1.7 \times 10^{-7}$, $A = 0.875$, $\epsilon = 5.16 \times 10^6$)

[0077] 实施例3

[0078] 3-甲基-N-(9-菲基亚甲基)-5-异噁唑胺

[0079]



[0080] 将摩尔比为1/1的5-氨基-3-甲基异噁唑和2-菲甲醛溶解于纯乙醇中,并在存在分子筛的条件下回流20小时。使液相蒸发,并且通过使用硅胶作为固相和1/5:乙酸乙酯/正己烷洗脱体系的柱色谱法对其进行纯化,以得到呈黄色晶体的标题的化合物(产率42%)。

[0081] 参见图11~16。

[0082] m.p=170~171℃;R_f=0.28(1:5,乙酸乙酯/正己烷)。

[0083] FTIR (ATR): ν =3051(芳族,=CH伸缩),2917(脂族,CH伸缩),1600和1564(C=C和C=N伸缩),1526、1489、1438、1409ve 1369(脂族,平面内CH弯曲),1194(C-N摆动),745ve 711(单取代芳环,CH弯曲)cm⁻¹。

[0084] ¹H NMR (CDCl₃,500MHz): δ =2.30(s,3H,CH₃),6.09(s,1H,=CH),7.57~7.60(m,1H,芳族),7.67~7.72(m,3H,芳族),7.95(d,J=7.88Hz,1H,芳族),8.37(s,1H,芳族),8.63(d,J=8.19Hz,1H,芳族),8.69~8.71(m,1H,芳族),9.09~9.11(m,1H,芳族),9.42(s,1H,=CH)ppm。

[0085] ¹³C NMR (CDCl₃,125MHz): δ =12.20(CH₃),97.36(CAr),122.80(CAr),123.19(CAr),125.17(CAr),127.26(CAr),127.29(CAr),127.70(CAr),129.33(CAr),130.25(Cq),130.64(Cq),134.79(CAr),163.55(CH)ppm。

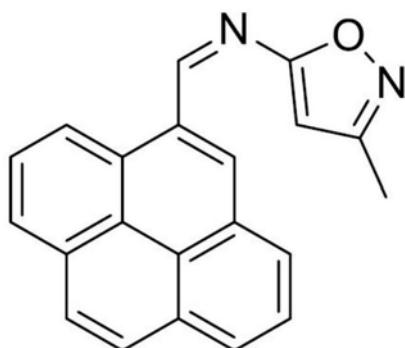
[0086] GC-MS (EI,70eV):m/z=286(M⁺)

[0087] UV ($\lambda_{\text{最大}}$,CH₂Cl₂):360nm(c=1.48×10⁻⁵,A=1.20,ε=8.1×10⁴)

[0088] 实施例4

[0089] 3-甲基-N-(2-芘基亚甲基)-5-异噁唑胺

[0090]



[0091] 在存在催化量的TsOH的条件下将摩尔比为1/1的5-氨基-3-甲基异噁唑和2-芘甲醛溶解于纯乙醇中,并在超声浴中对其进行超声处理。在添加二氧化硅之后,用360W的微波辐射对反应混合物进行5分钟的辐射。用氯仿和二氯甲烷对残留物进行洗涤。使液相蒸发,并且通过使用硅胶作为固相和1/5=乙酸乙酯/正己烷洗脱体系的柱色谱法对其进行纯化,以得到呈黄色晶体的标题的化合物(产率36%)。

[0092] 参见图17~20。

- [0093] m.p=159~162°C; $R_f=0.30$ (1:5,乙酸乙酯/正己烷)。
- [0094] FTIR (ATR) : $\nu=3040$ (芳族, =CH伸缩), 2921 ve 2851 (脂族, CH伸缩), 1584、1568和1505 (C=C和C=N伸缩), 1441、1408 (脂族, 平面内CH弯曲), 1322 (甲基, 平面内CH弯曲), 1186 (C-N摆动), 717 ve 694 (单取代芳环, CH弯曲) cm^{-1} 。
- [0095] ^1H NMR (CDCl_3 , 500MHz) : $\delta=2.31$ (s, 3H, CH_3), 6.11 (s, 1H, =CH), 8.01 (dd, $J=7.56, 9.77\text{Hz}$, 2H, 芳族), 8.13 (dd, $J=8.19, 12.29\text{Hz}$, 2H, 芳族), 8.19~8.22 (m, 3H, 芳族), 8.70 (d, $J=8.19\text{Hz}$, 1H, 芳族), 8.88 (d, $J=9.77\text{Hz}$, 1H, 芳族), 9.80 (s, 1H, =CH) ppm。
- [0096] ^{13}C NMR (CDCl_3 , 125MHz) : $\delta=12.12$ (CH_3), 96.84 (Cq), 97.28 (CAr), 98.32 (Cq), 122.01 (CAr), 124.44 (Cq), 124.89 (Cq), 126.40 (CAr), 126.61 (CAr), 126.82 (CAr), 126.96 (CAr), 127.37 (CAr), 129.77 (CAr), 129.87 (CAr), 130.05 (CAr), 130.48 (Cq), 131.18 (Cq), 131.79 (Cq), 134.71 (Cq), 161.40 (CH), 161.89 (Cq) ppm。
- [0097] UV ($\lambda_{\text{最大}}, \text{CH}_2\text{Cl}_2$) : 425nm ($c=7.78 \times 10^{-6}$, $A=1.1$, $\varepsilon=1.8 \times 10^4$)
- [0098] 实施例5
- [0099] UPF测试
- [0100] AATCC 183-2004方法
- [0101] 在分光光度计上测量已知波长区间内的穿过试样的紫外线辐射 (UV-R) 的透射率。
- [0102] 紫外线防护系数 (UPF) 以无试样的检测器处的红斑加权紫外线辐射 (UV-R) 的辐照度比存在试样的检测器处的红斑加权UV-R的辐照度的形式计算。
- [0103] 无试样的检测器处的红斑加权UV-R的辐照度等于所测光谱辐照度的波长区间之间的加合乘以相关红斑作用谱的相对光谱效率乘以适当的日光辐射光谱的UV-R加权函数乘以合适的波长区间。
- [0104] 存在试样的检测器处的红斑加权UV-R的辐照度等于所测光谱辐照度的波长区间之间的加合乘以相关红斑作用谱的相对光谱效率乘以试样的光谱透射率乘以波长区间。
- [0105] UVA和UVB辐射的阻挡百分比还以AATCC 183-2004中所述的方式计算。
- [0106] 结果
- [0107] 穿过织物AATCC 183:2014的红斑加权紫外线辐射的透射率或阻挡。
- [0108] 条件
- [0109] 测试前: 温度为 $21 \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 且相对湿度为 $65 \pm 2\%$ 。
- [0110] 测试时: 温度为 $21\text{ }^\circ\text{C}$ 且相对湿度为66%。
- [0111] 紫外线防护标签值 (按照ASTM D 6603-未经准备的试样) : 1324
- [0112] 防护分类: 优异的UV防护类别, UPF值为40或更大。
- [0113] 结果如附图所示, 其中:
- [0114] 一图21显示了未经处理的浅褐色编织织物样品的结果。
- [0115] 一图22显示了用实施例1的化合物处理过的染成黄色的编织面板样品的结果;
- [0116] 一图23显示了用实施例2的化合物处理过的淡黄色编织样布样品的结果;
- [0117] 一图24显示了用实施例3的化合物处理过的白色编织面板的结果;
- [0118] 一图25显示了用实施例4的化合物处理过的染成黄色的编织面板的结果;
- [0119] 从附图中的数据可以发现, 所有经过处理的样品都展现出优异的UV防护, 而未经处理的样品则没有做到。

[0120] 实施例6

[0121] 抗微生物测试

[0122] 使用洗涤标准:BS EN ISO 6330 5A和抗菌测试标准:AATCC 147:2011进行抗菌测试。

[0123] 结果如下所示。

抑制区域 mm 平均值	细菌生长	评价
>1		
0-1	无	效果好
0		
0	轻微	效果有限
0	中等偏严重	效果不足

0		
---	--	--

[0126] 用实施例1的化合物处理过的染成黄色的编织织物样品的测试。

抑制区域mm ⁽¹⁾	细菌生长 ⁽²⁾
0	(-)

[0128] (-) 未在接触区域中的经过处理的样品的正下方观察到细菌集落。

[0129] 抑制区域存在—效果好

[0130] ⁽¹⁾ 抑制清洁区域的宽度(单位为mm)

[0131] ⁽²⁾ (-) 经过处理的样品的正下方无细菌集落

微生物	金黄色葡萄球菌ATCC 6538革兰氏(+)
样品尺寸	25×50mm
培养温度	37℃±2℃
培养时间	18-24小时
洗涤次数	-
洗涤方法	-

[0133] 用实施例2的化合物处理过的染成淡黄色的编织织物样品的测试。

抑制区域mm ⁽¹⁾	细菌生长 ⁽²⁾
0	(-)

[0135] (-) 未在接触区域中的经过处理的样品的正下方观察到细菌集落。

[0136] 抑制区域存在—效果好

[0137] ⁽¹⁾ 抑制清洁区域的宽度(单位为mm)

[0138] ⁽²⁾ (-) 经过处理的样品的正下方无细菌集落

微生物	金黄色葡萄球菌ATCC 6538革兰氏(+)
样品尺寸	25×50mm

培养温度	37°C ± 2°C
培养时间	18-24小时
洗涤次数	-
洗涤方法	-

[0140] 用实施例3的化合物处理过的粉红色的编织织物样品的测试。

[0141]	抑制区域 mm ⁽¹⁾	细菌生长 ⁽²⁾
--------	------------------------	---------------------

[0142]	0	(-)
--------	---	-----

[0143] (-) 未在接触区域中的经过处理的样品的正下方观察到细菌集落。

[0144] 抑制区域存在—效果好

[0145] ⁽¹⁾ 抑制清洁区域的宽度(单位为mm)

[0146] ⁽²⁾ (-) 经过处理的样品的正下方无细菌集落

[0147]	微生物	金黄色葡萄球菌ATCC 6538革兰氏 (+)
	样品尺寸	25×50mm
	培养温度	37°C ± 2°C
	培养时间	18-24小时
	洗涤次数	-
	洗涤方法	-

[0148] 用实施例4的化合物处理过的染成黄色的编织织物样品的测试。

[0149]	抑制区域mm ⁽¹⁾	细菌生长 ⁽²⁾
	0	(-)

[0150] (-) 未在接触区域中的经过处理的样品的正下方观察到细菌集落。

[0151] 抑制区域存在—效果好

[0152] ⁽¹⁾ 抑制清洁区域的宽度(单位为mm)

[0153] ⁽²⁾ (-) 经过处理的样品的正下方无细菌集落

[0154]	微生物	金黄色葡萄球菌ATCC 6538革兰氏 (+)
	样品尺寸	25×50mm
	培养温度	37°C ± 2°C
	培养时间	18-24小时
	洗涤次数	-
	洗涤方法	-

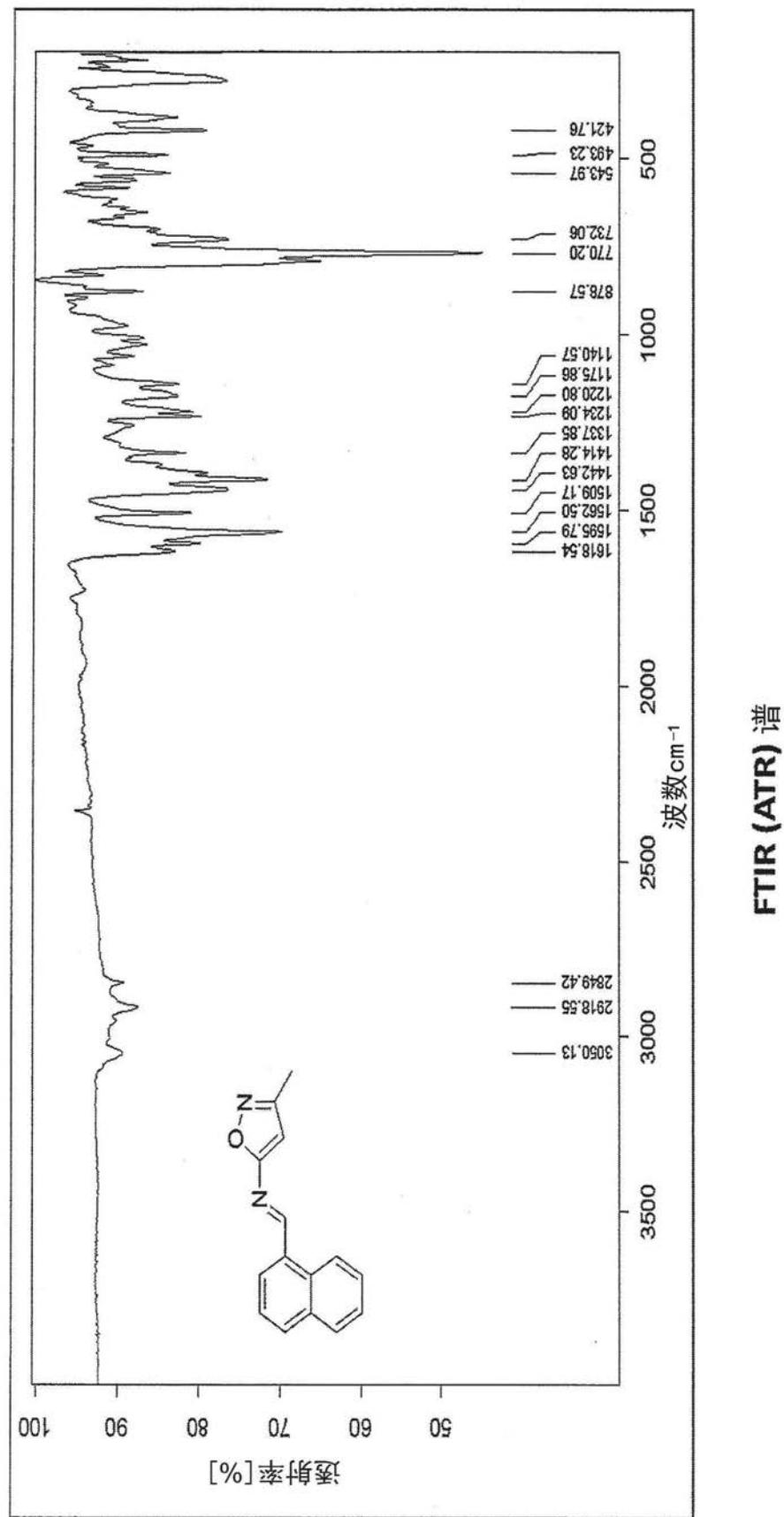
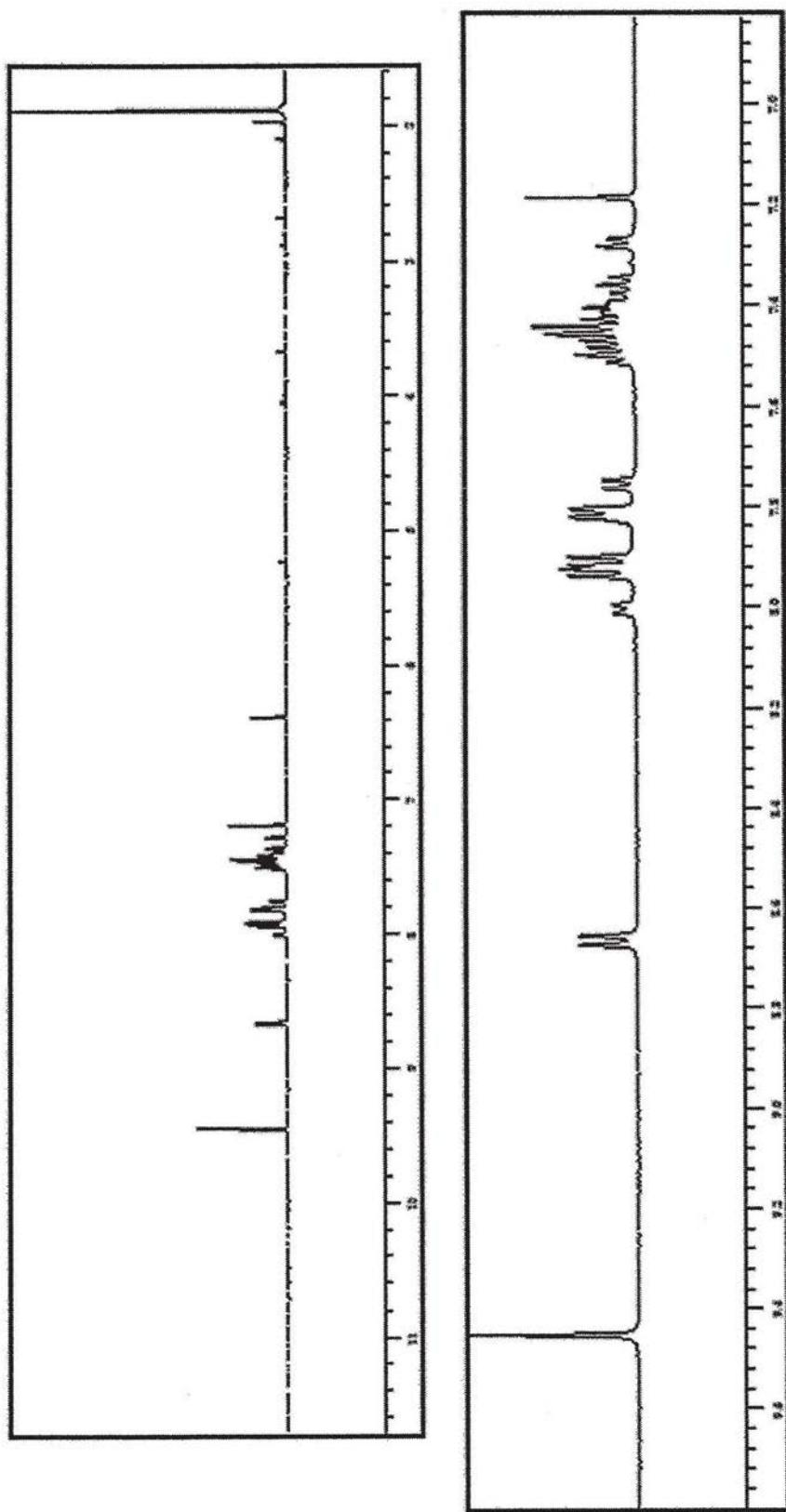


图1



^1H NMR 谱

图2

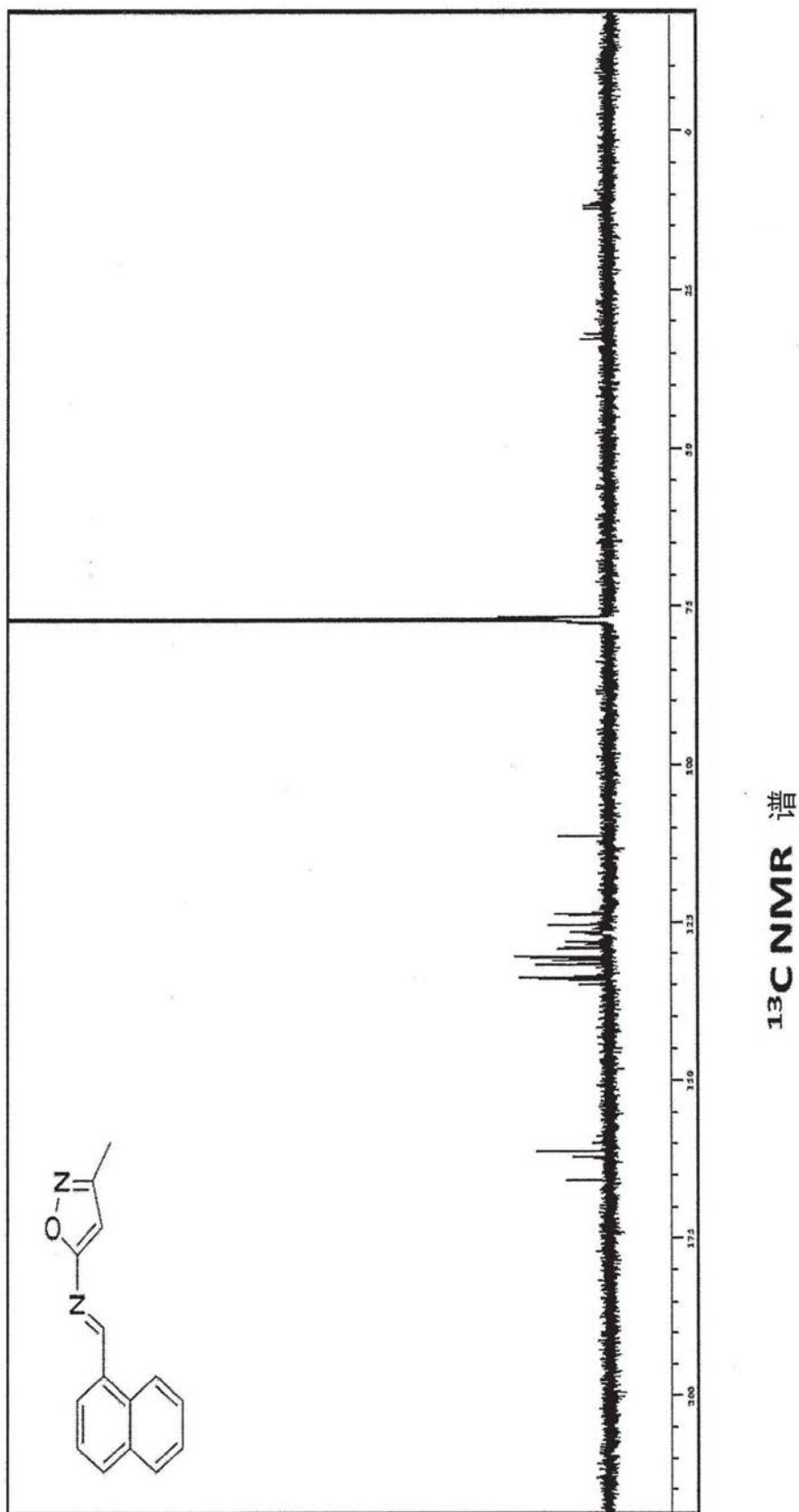
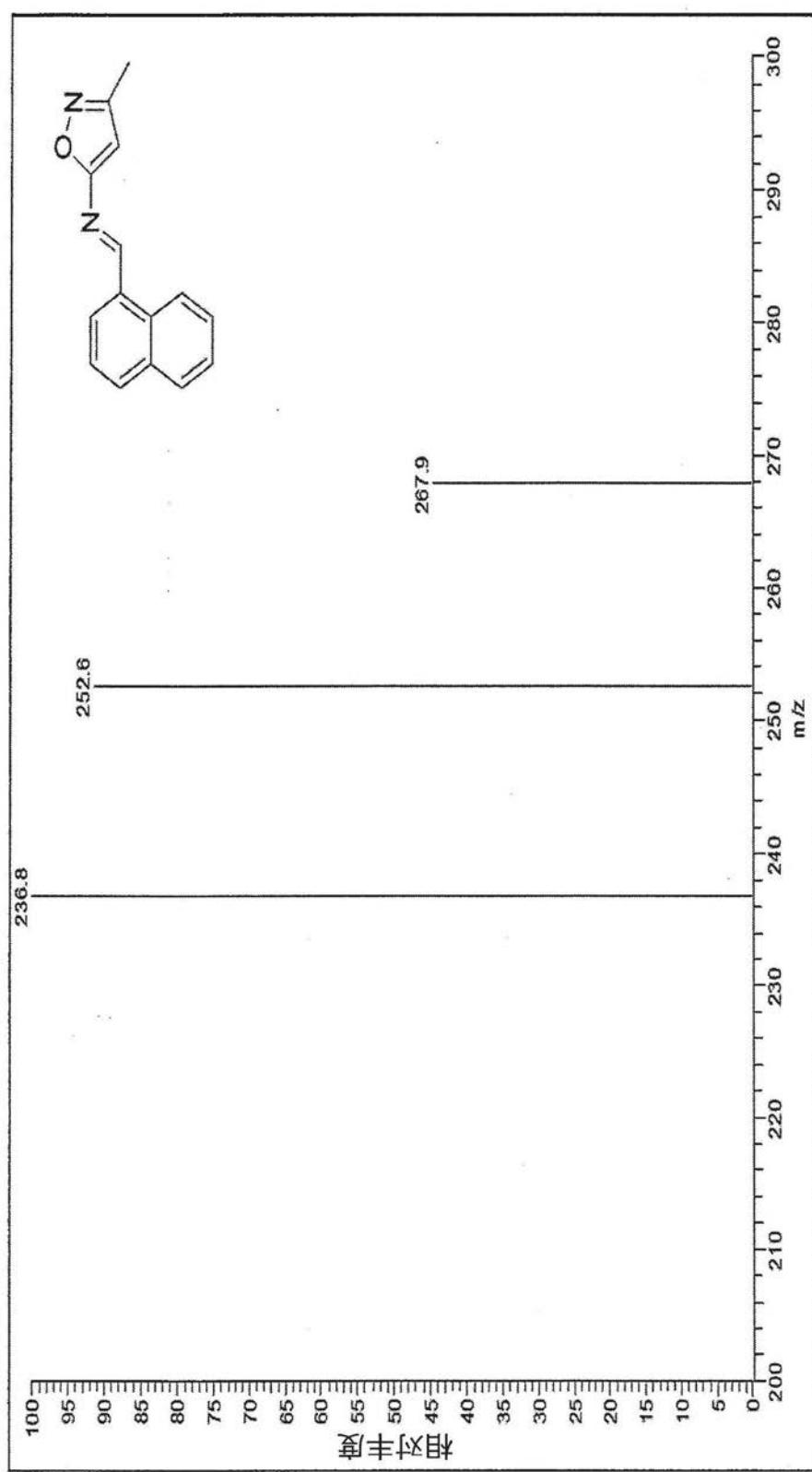


图3



GC-MS 谱

图4

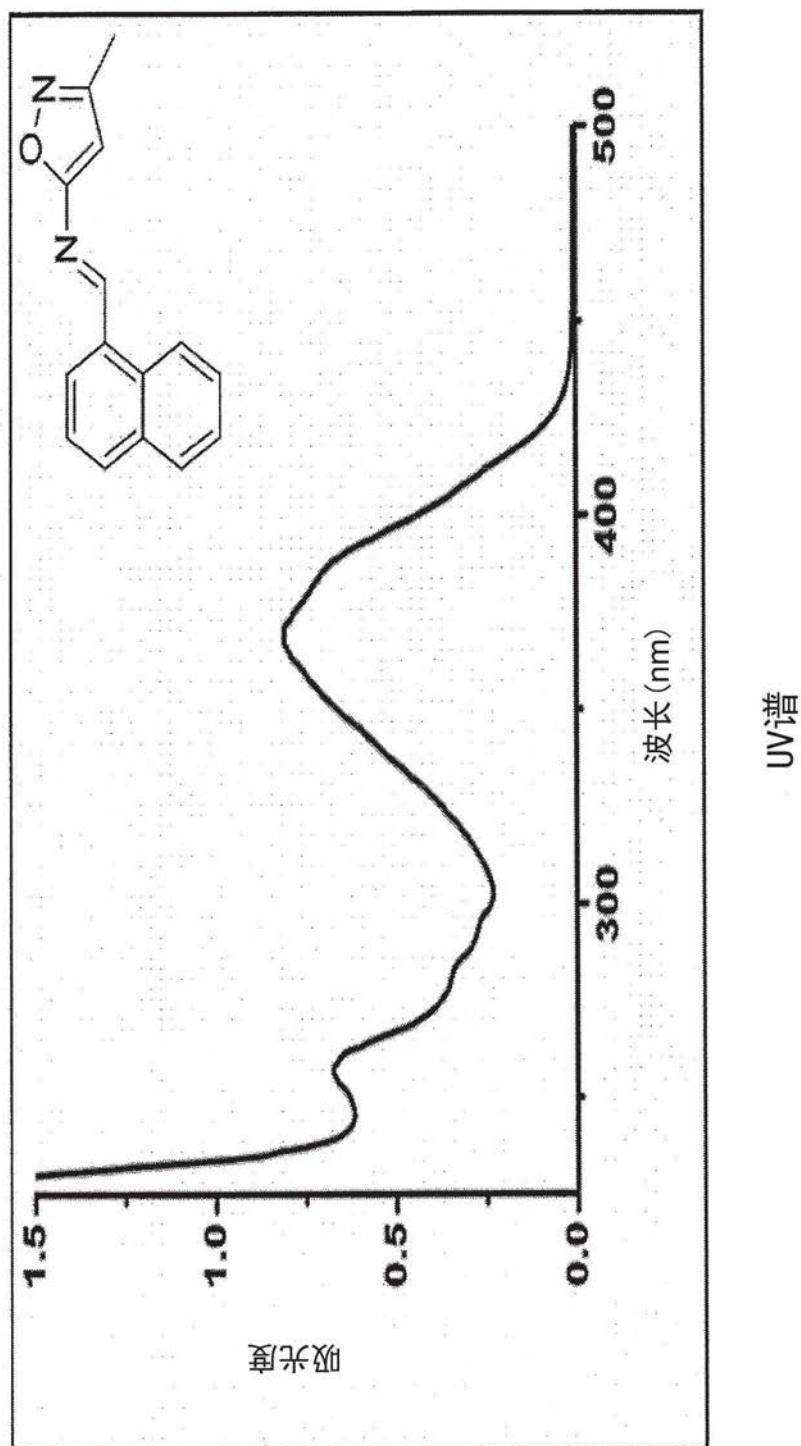
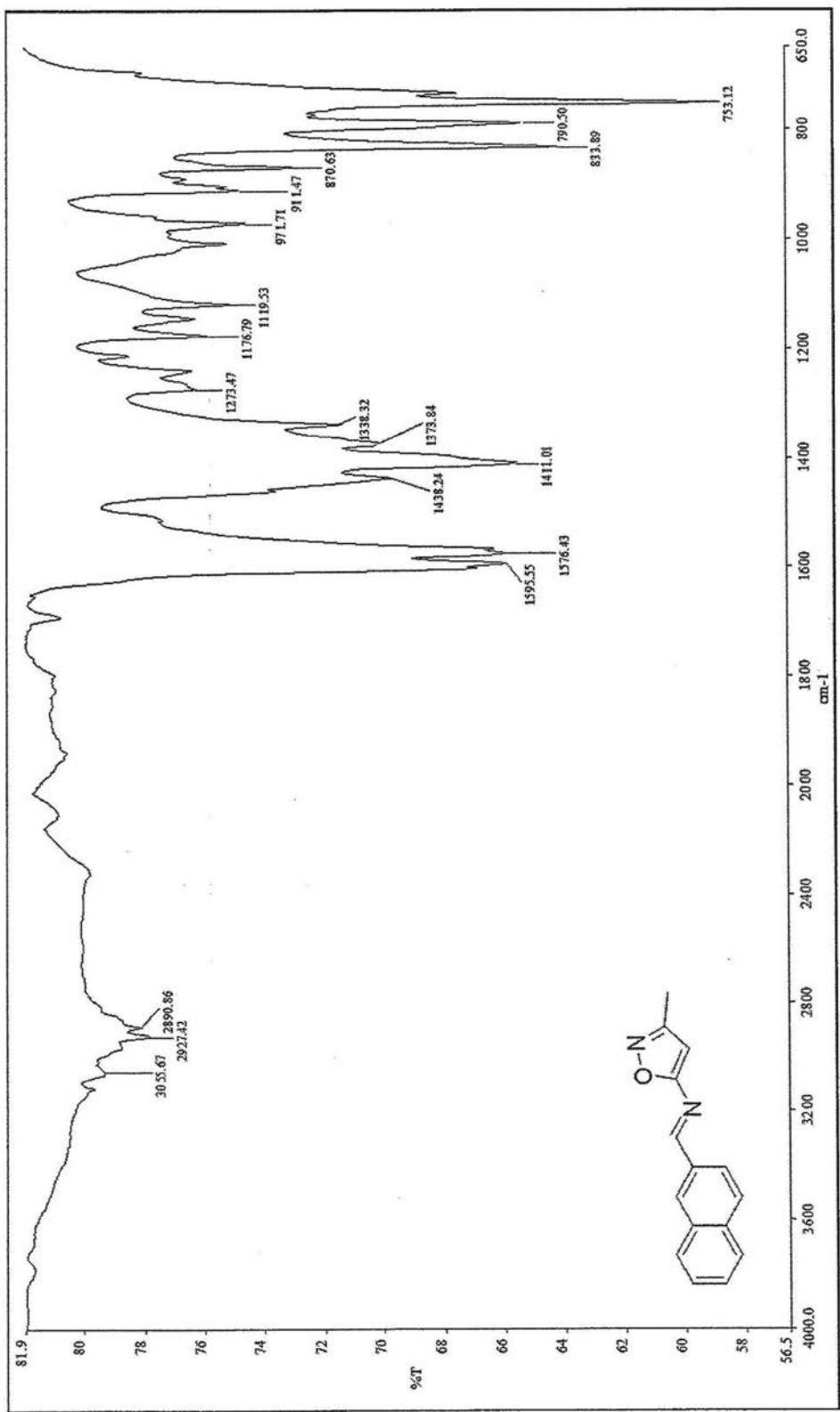


图5



FTIR (ATR) 谱

图6

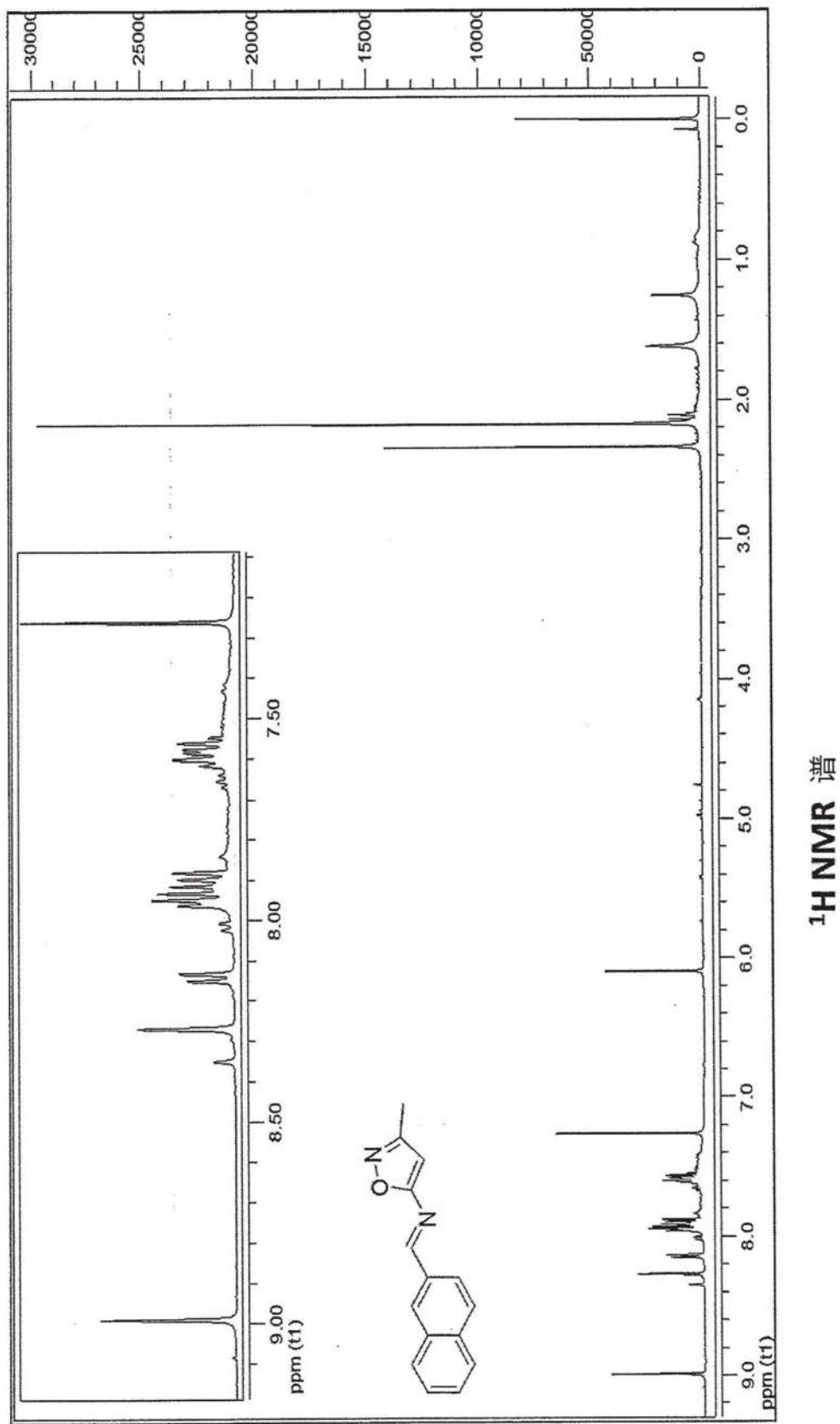


图7

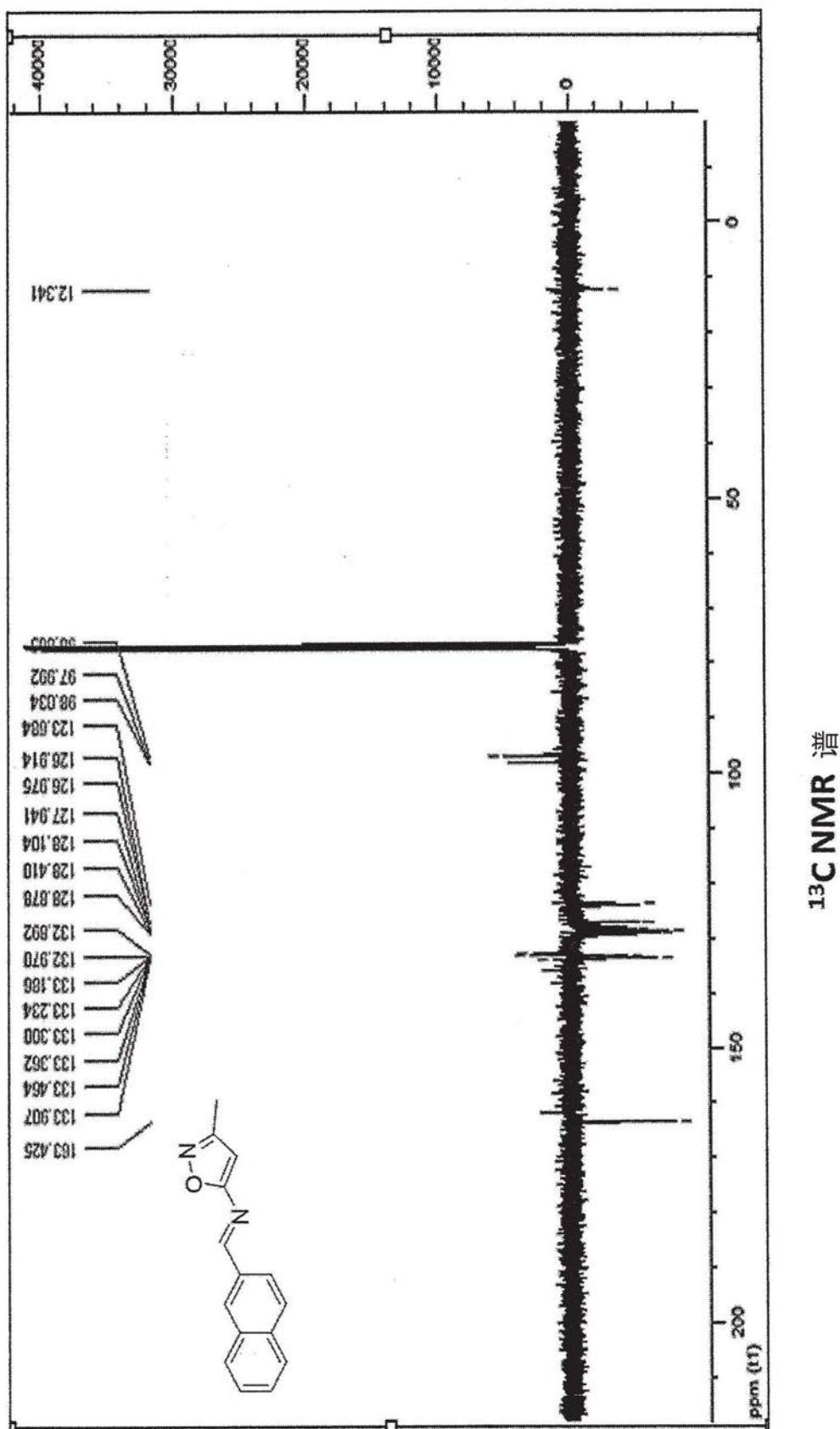


图8

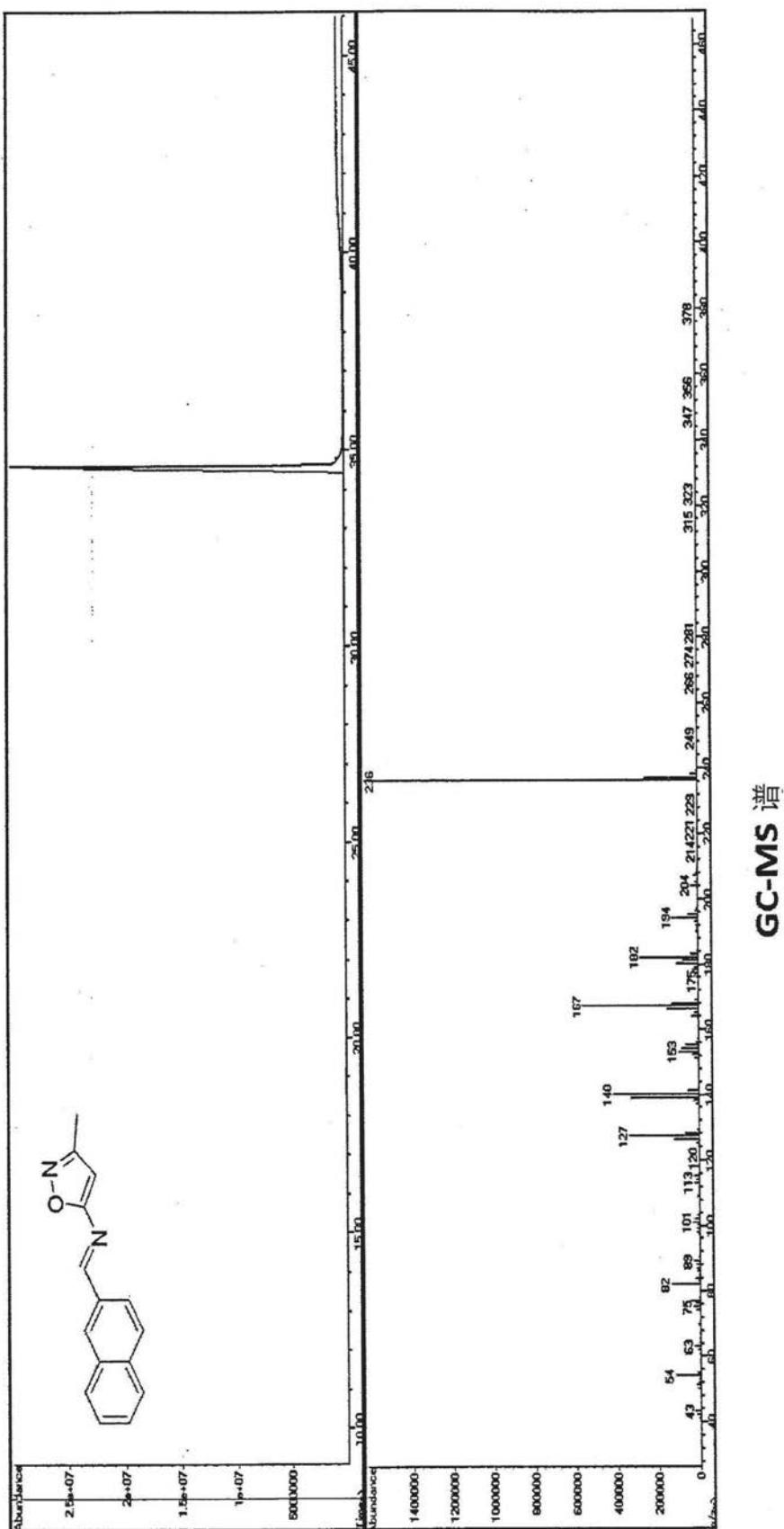


图9

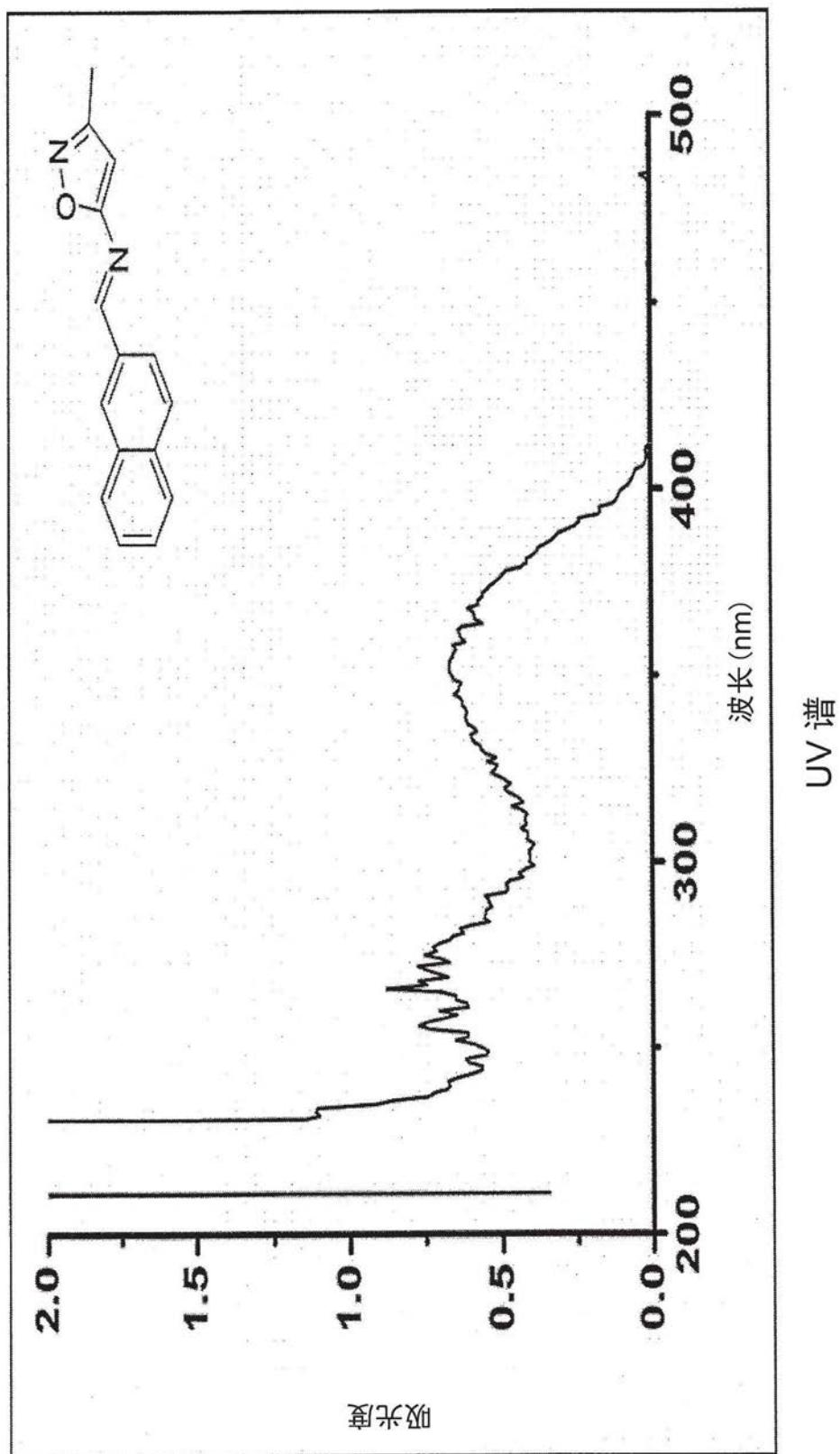
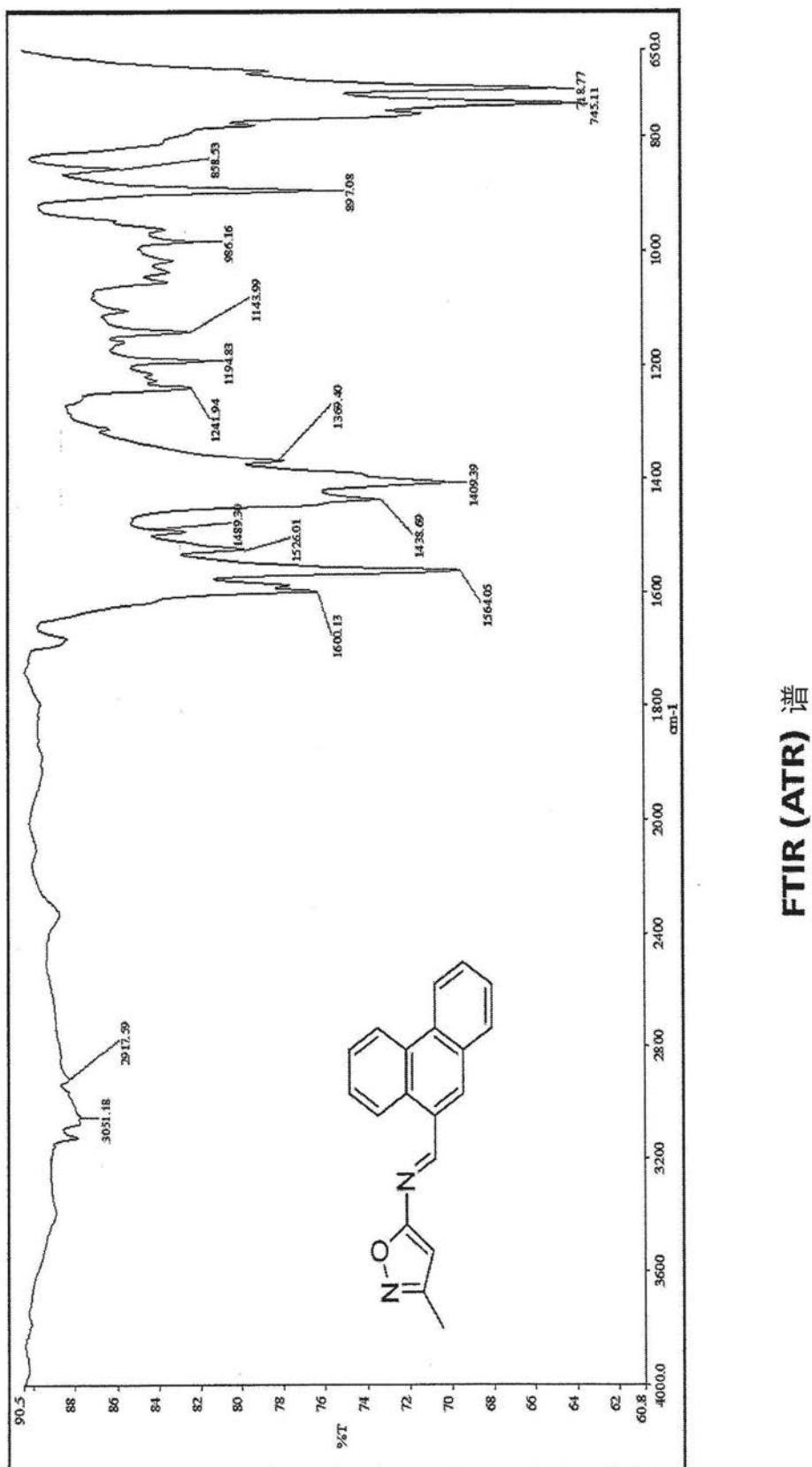
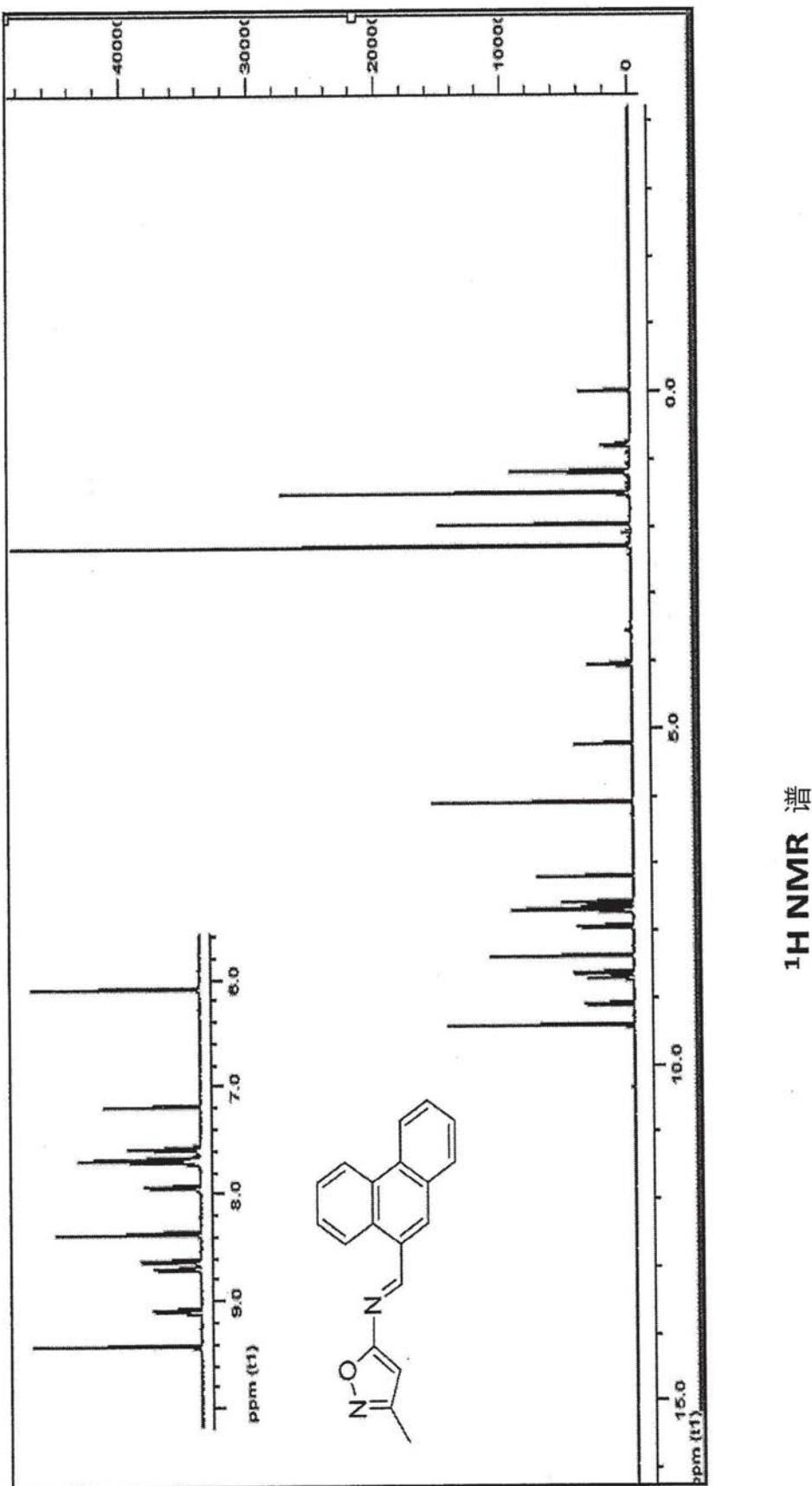


图10





¹H NMR 谱

图12

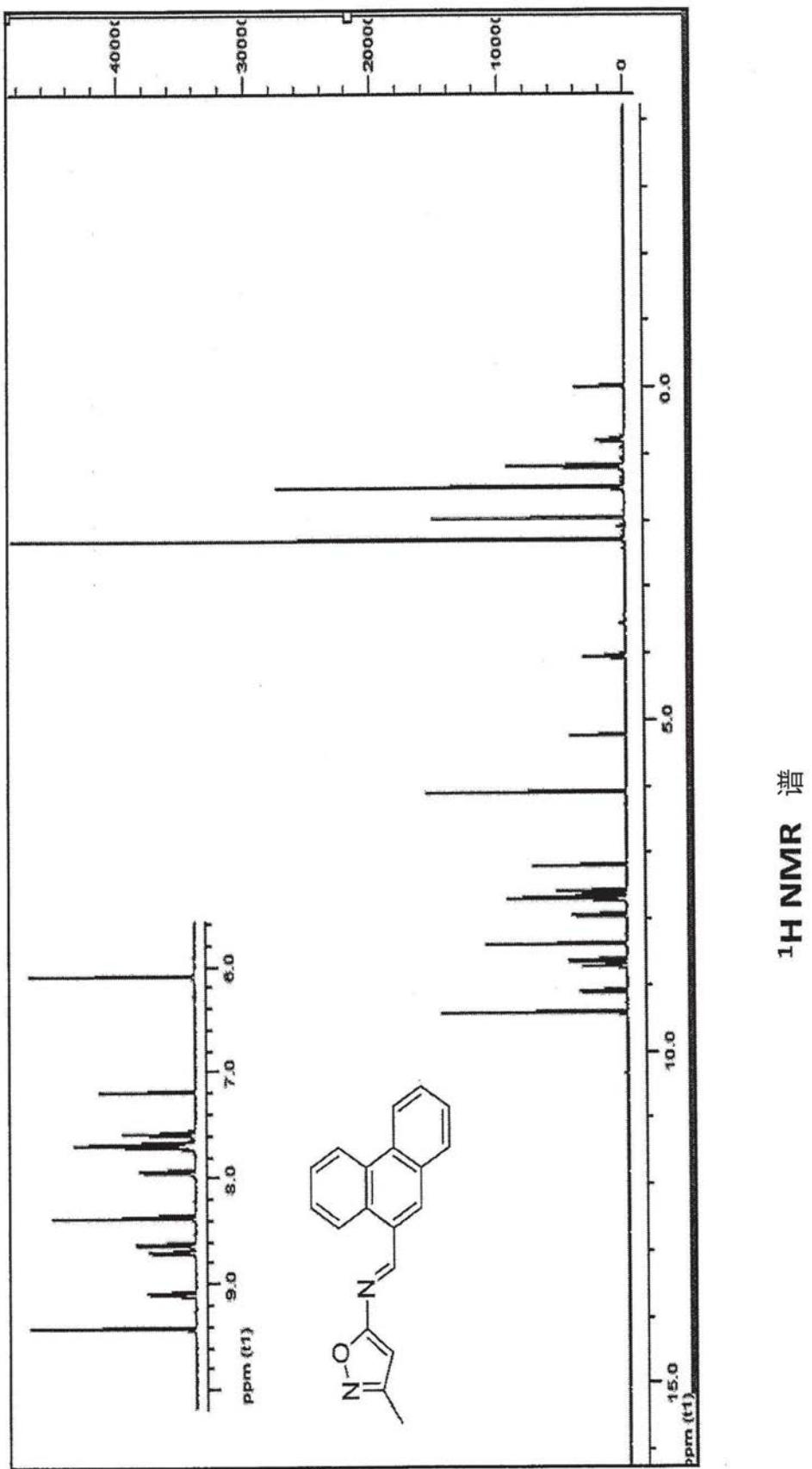


图13

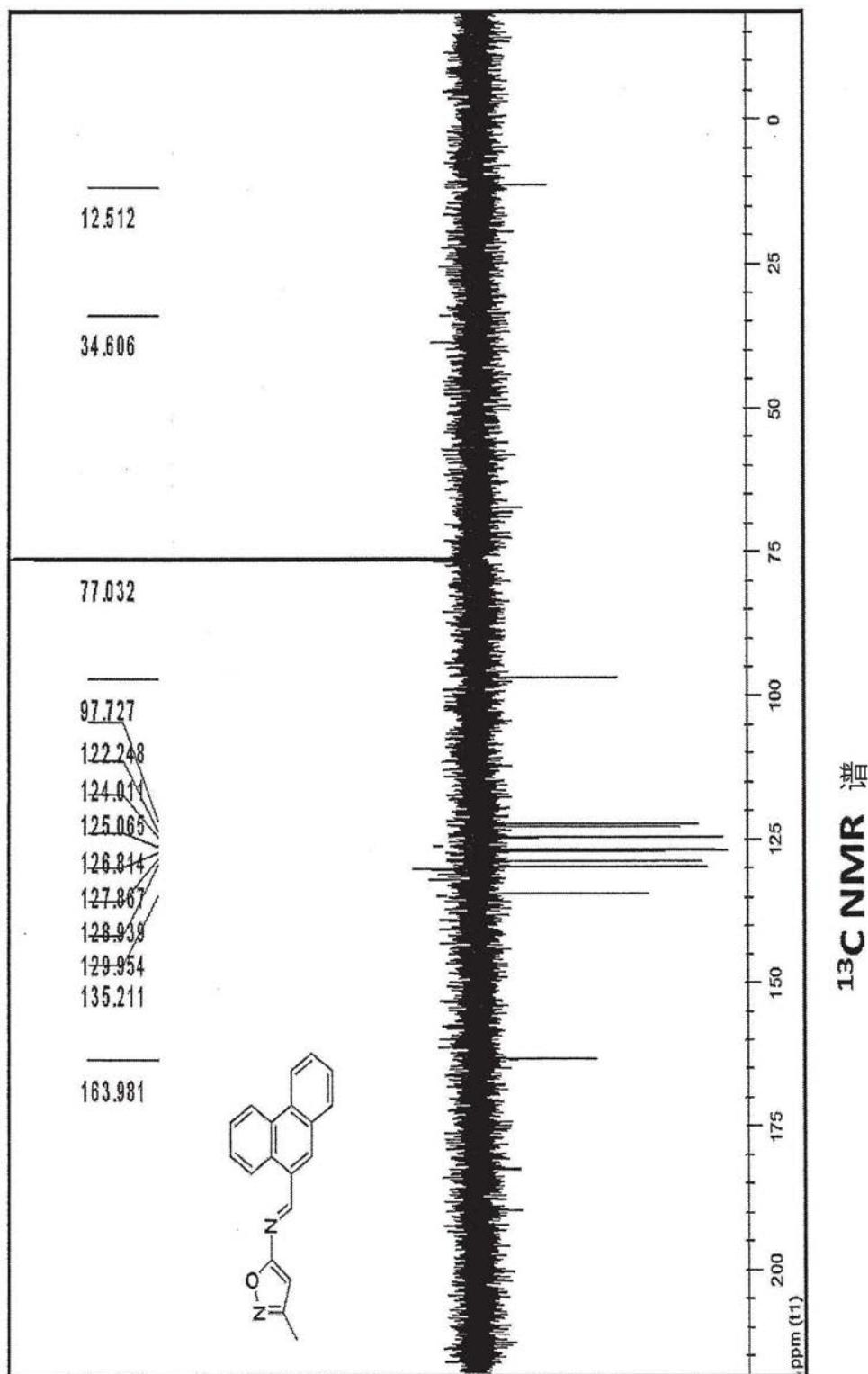
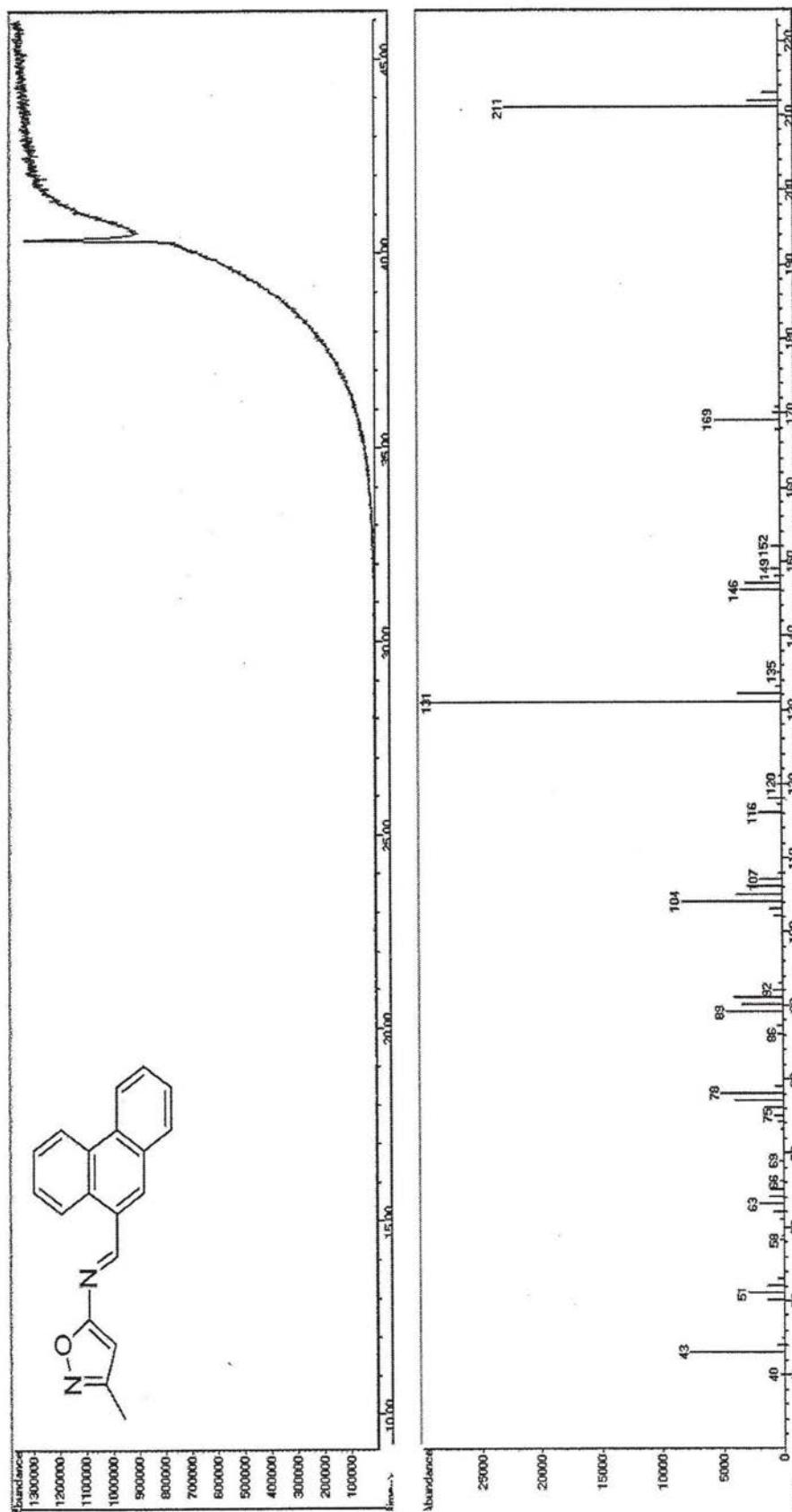


图14



GC-MS 谱

图15

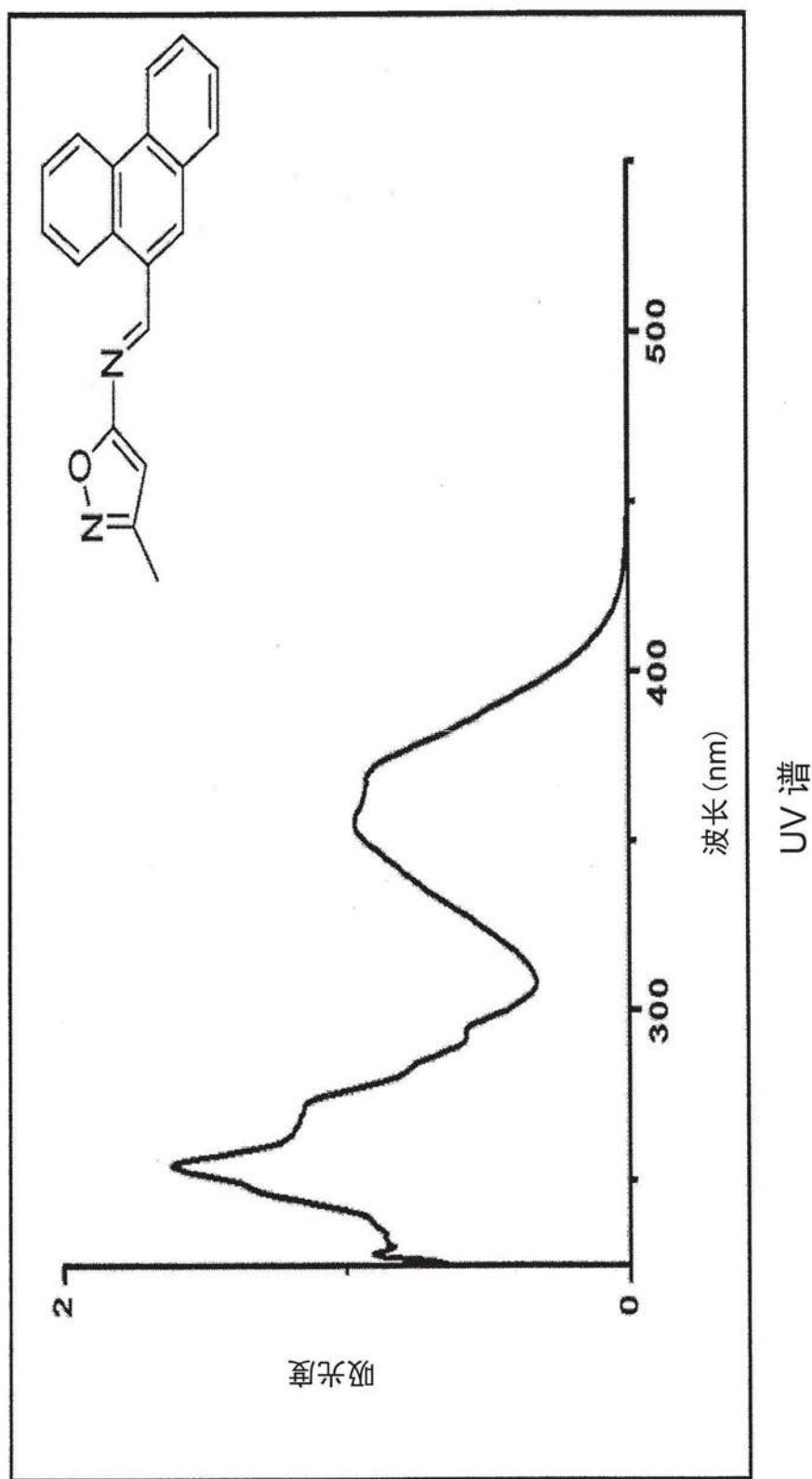


图16

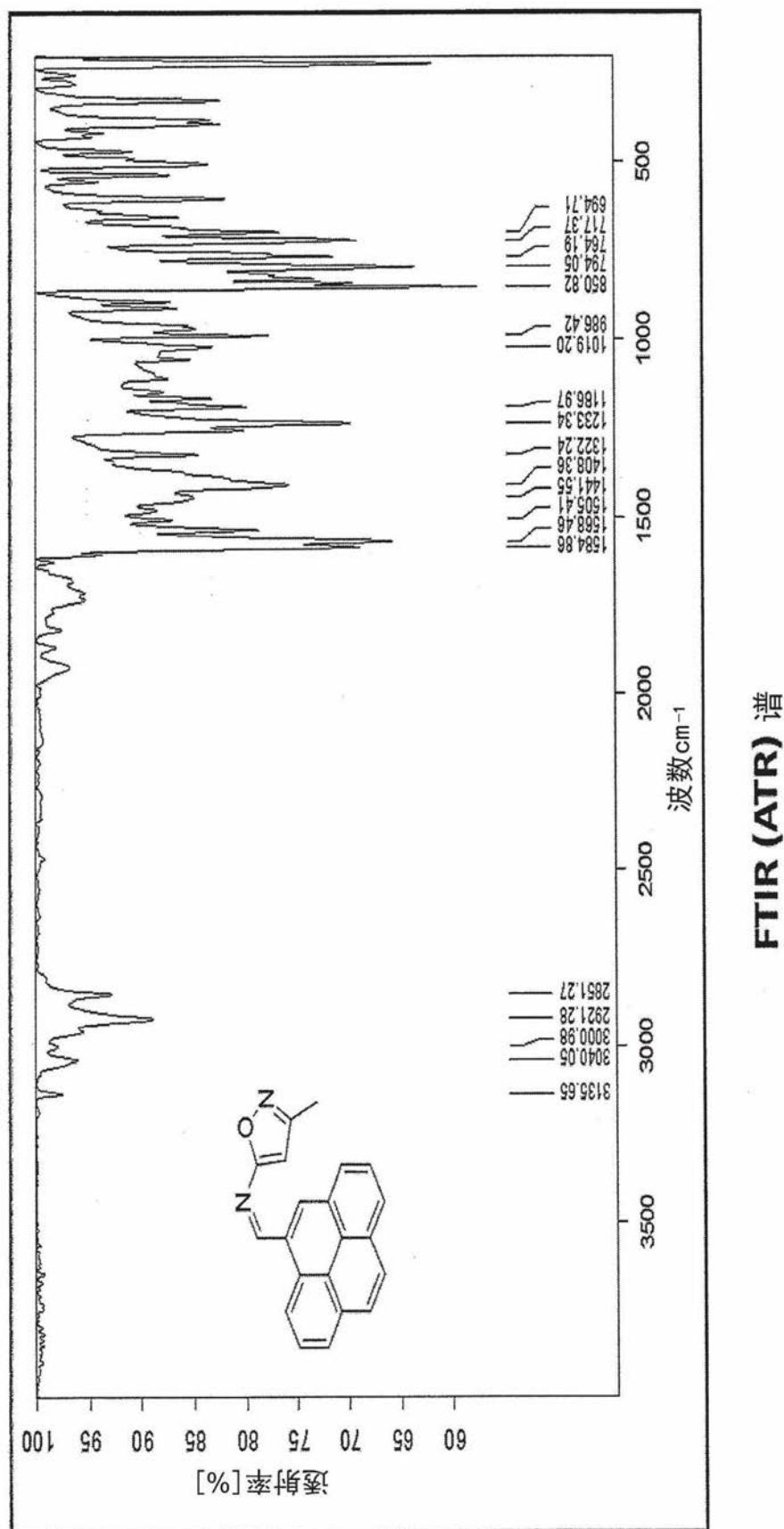


图17

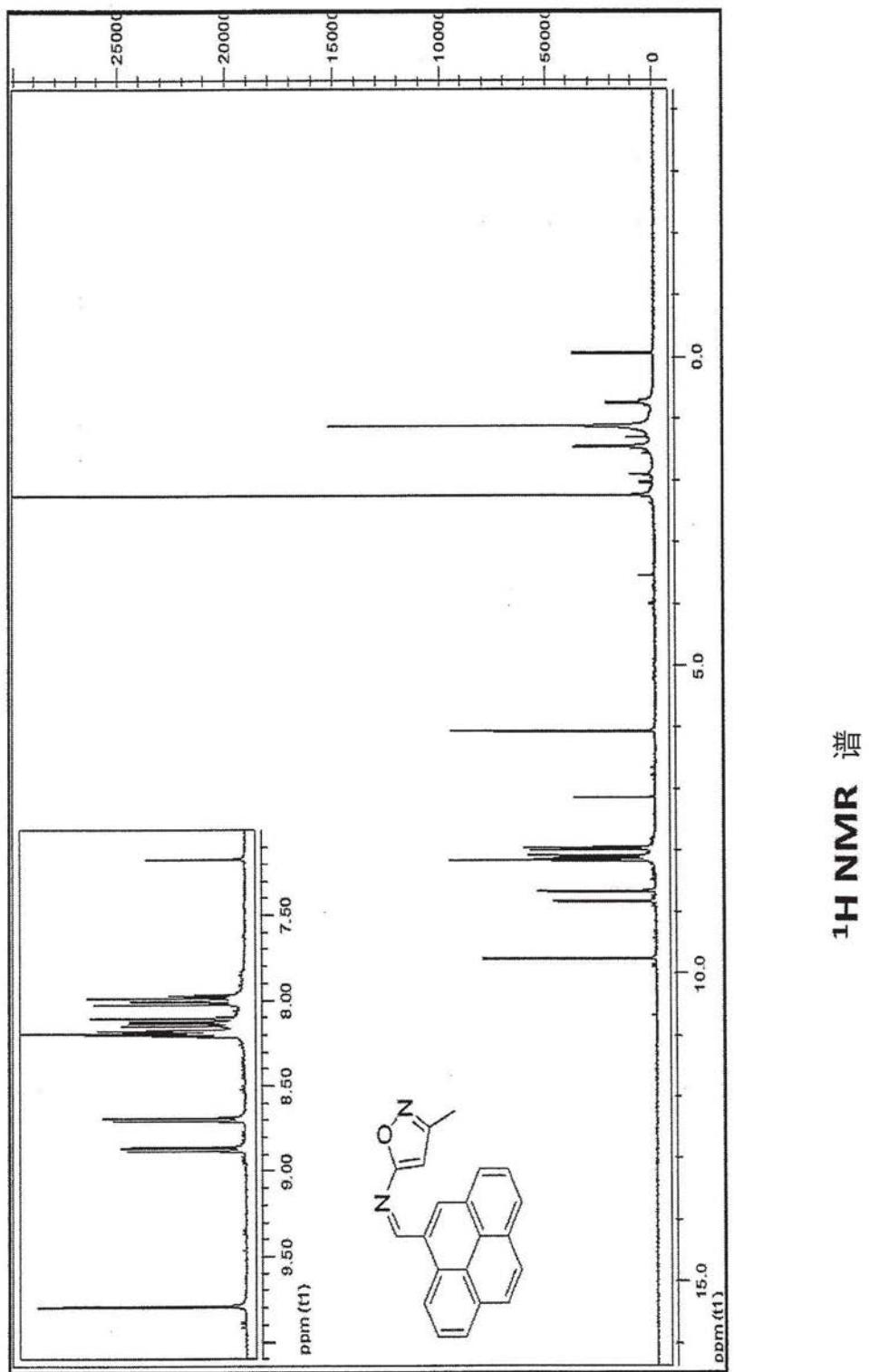


图18

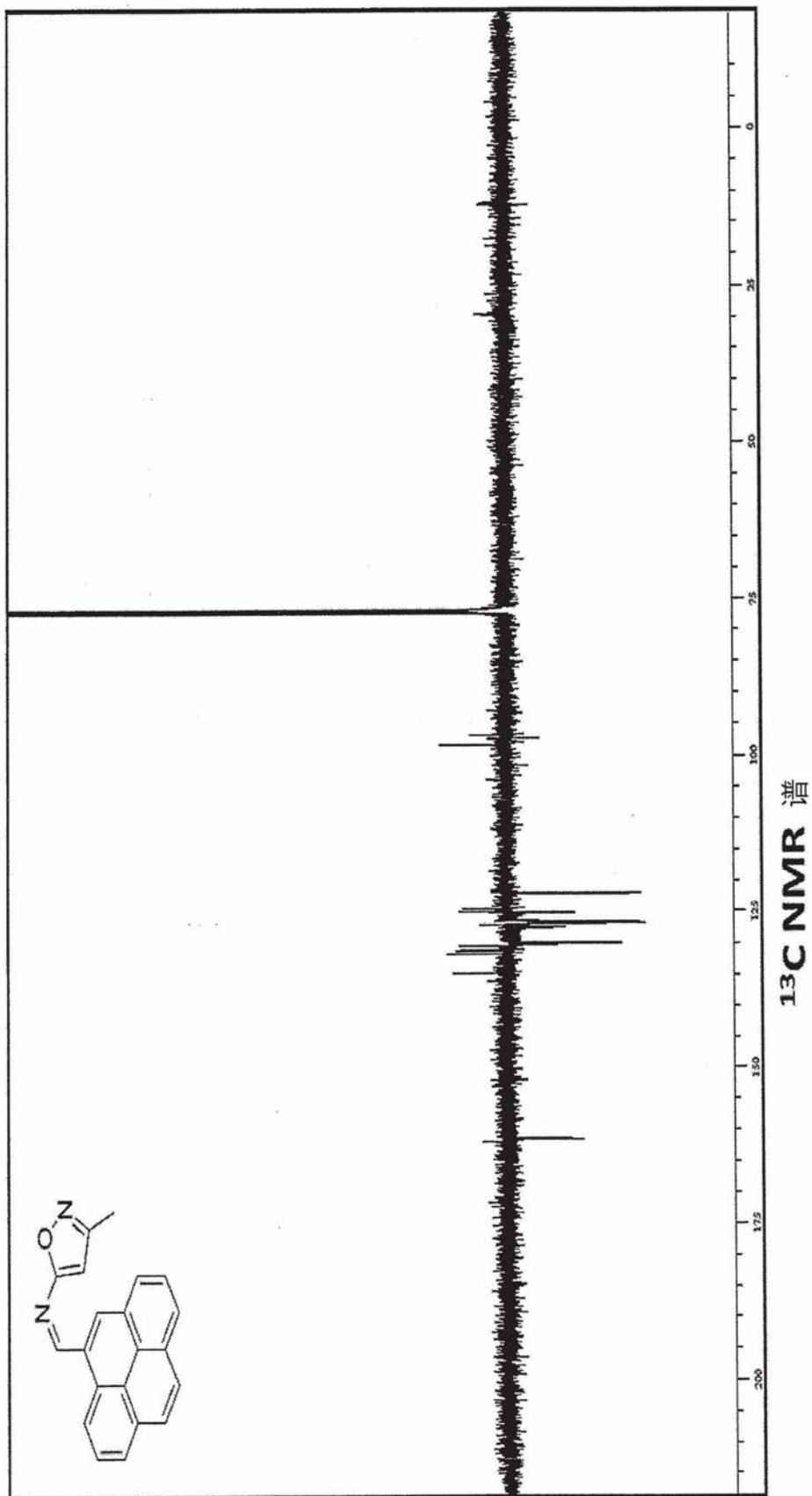


图19

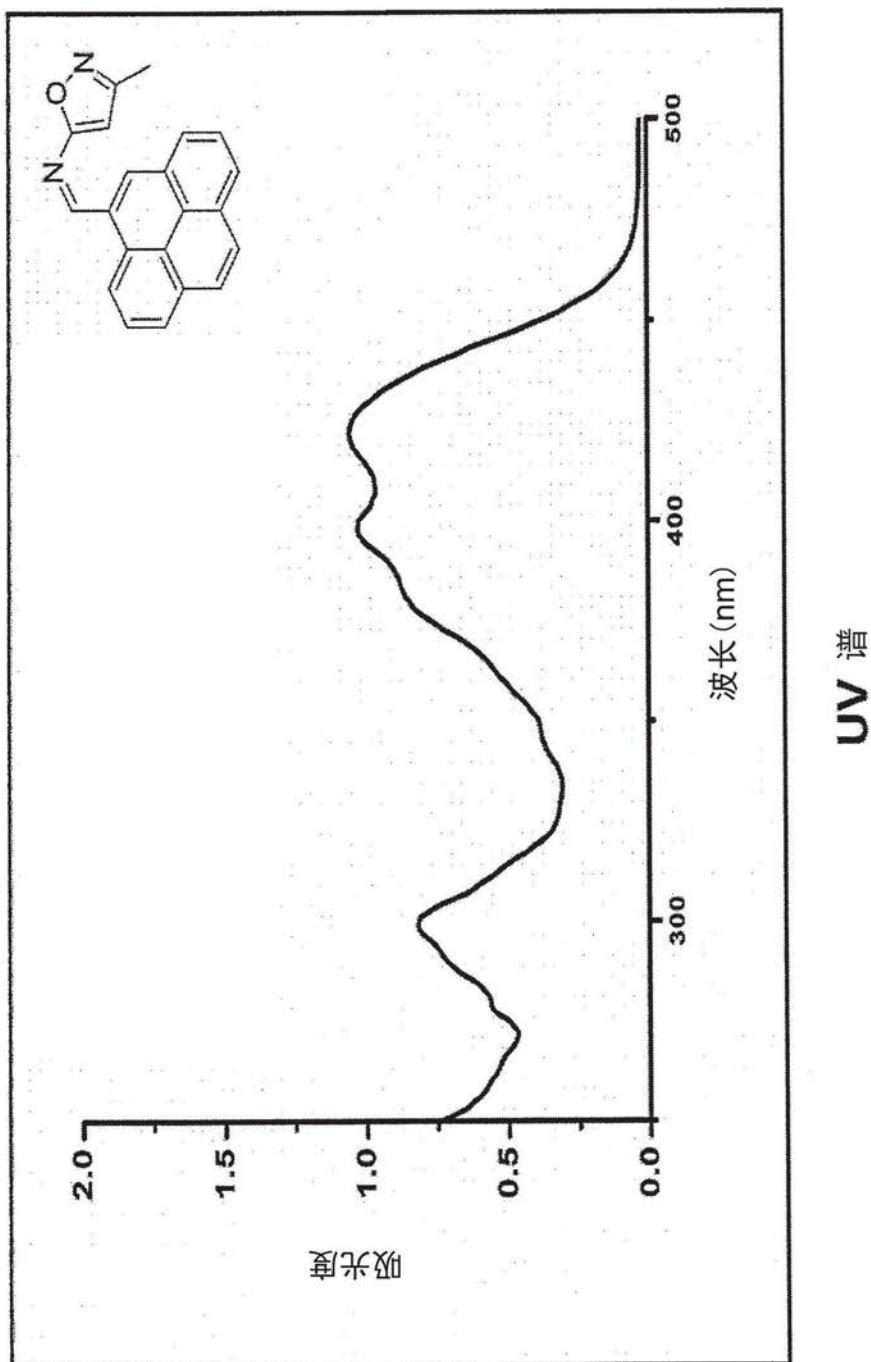


图20

试样编号	UV A透射率 (315~400 nm) (%)	UVB透射率 (280~315 nm) (%)	紫外线防护系数 (UPF)	UVA阻挡率 (%)	UVB阻挡率 (%)
1	6.1	2.3	28.6	93.9	97.7
2	5.2	1.6	39.7	94.8	98.4
3	4.9	1.8	36.4	95.1	98.2
4	6.7	2.5	27.3	93.3	97.5
5	4.8	1.8	38.2	95.2	98.2
6	6.2	2.1	30.0	93.8	97.9
平均值	5.65	2.02	33.37	94.35	97.98
标准偏差	0.79	0.34	5.36	0.79	0.34

紫外线防护标签值（按照ASTM D 6603-未经准备的试样）： 27

防护分类

良好的UV防护类别： 15~24的UPF值

很好的UV防护类别： 25~39的UPF值

优异的UV防护类别， UPF值为40或更大

试样编号	UV A透射率 (315~400 nm) (%)		UV B透射率 (280~315 nm)		紫外线防护系数 (UPF)	UV A阻挡率 (%)	UV B阻挡率 (%)
	UV A透射率 (315~400 nm) (%)	UV B透射率 (280~315 nm) (%)	UV A透射率 (315~400 nm) (%)	UV B透射率 (280~315 nm) (%)			
1	0.1	0	1504.7	99.9	100.0	99.9	99.9
2	0.1	0.1	1310.7	99.9	99.9	99.9	99.9
3	0.5	0	1655.5	99.5	100.0	99.5	100.0
4	0.7	0	1617.9	99.3	100.0	99.3	100.0
5	0.2	0.1	2383.4	99.8	99.9	99.8	99.9
6	0	0.1	1783.0	100.0	99.9	100.0	99.9
平均值	0.27	0.05	1709.2	99.73	99.73	99.73	99.5
标准偏差	0.27	0.05	366.56	0.27	0.27	0.27	0.05

紫外线防护标签值 (按照ASTM D 6603-未经准备的试样) : 1324

防护分类: 优异的UV防护类别, UPF值为40或更大

防护分类

良好的UV防护类别: 15~24的UPF值

很好的UV防护类别: 25~39的UPF值

优异的UV防护类别, UPF值为40或更大

干燥的		UVA透射率 (315~400 nm)	UVB透射率 (280~315 nm)	紫外线防护系数 (UPF)	UVA阻挡率 (%)	UVB阻挡率 (%)
1	2.8	0.1	196.8	97.2	99.9	
2	3.4	0.1	254.3	96.6	99.9	
3	2.8	0.2	195.9	97.2	99.8	
4	2.3	0.2	232.7	97.7	99.8	
5	2.5	0.1	228.7	97.5	99.9	
6	2.5	0.2	232.7	97.5	99.8	
平均值:	2.72	0.15	223.52	97.28	99.85	
标准偏差:	0.39	0.05	22.89	0.39	0.05	
*紫外线防护标签系数		+40				

防护分类

良好的UV防护类别：15~24的UPF值

很好的UV防护类别：25~39的UPF值

优异的UV防护类别，UPF值为40或更大

图23

试样编号	UVA透射率 (315~400 nm) (%)	UVB透射率 (280~315 nm) (%)	紫外线防护系数 (UPF)	UVA阻挡率 (%)	UVB阻挡率 (%)
	1.	2.9	0.1	231.6	97.1
2.	3.4	0.1	278.3	96.6	99.9
3.	2.8	0.1	359.1	97.2	99.9
4.	2.8	0	310.3	97.2	100.0
5.	2.8	0	321.0	97.2	100.0
6.	2.9	0	345.3	97.1	100.0
平均值:	2.93	0.05	307.6	97.07	99.95
标准偏差:	0.23	0.05	46.68	0.23	0.05

$$UPF = 50 + (258)$$

防护分类

良好的UV防护类别： 15~24的UPF值

很好的UV防护类别： 25~39的UPF值

优异的UV防护类别， UPF值为40或更大

图24

试样编号	UVA透射率 (315~400 nm) (%)		UVB透射率 (280~315 nm) (%)		紫外线防护系数 (UPF)		UVA阻挡率 (%)		UVB阻挡率 (%)				
	1.	0.1	2.	0.2	3.	0.1	4.	0.2	5.	0.1	6.	0.1	
1.	0.1	0.1	2.	0.2	3.	0.1	4.	0.2	5.	0.1	6.	0.1	
2.	0.2	0.2	3.	0.3	4.	0.6	5.	0.3	6.	0.1	平均值:	0.27	
3.	0.3	0.1	4.	0.6	5.	0.6	6.	0.1	平均值:	0.13	标准偏差:	0.19	
4.	0.6	0.2	5.	0.3	6.	0.1	平均值:	0.13	标准偏差:	0.05	UPF= 50+(258)	531.89	
5.	0.3	0.1	6.	0.1	平均值:	0.1	标准偏差:	0.05	UPF= 50+(258)	260.31	防护分类	99.73	
6.	0.1	0.1	平均值:	0.13	标准偏差:	0.05	UPF= 50+(258)	0.19	防护分类	99.87	良好的UV防护类别: 15~24的UPF值	99.9	
平均值:	0.27	标准偏差:	0.19	UPF= 50+(258)	260.31	平均值:	0.13	标准偏差:	0.05	UPF= 50+(258)	99.87	很好的UV防护类别: 25~39的UPF值	99.9
标准偏差:	0.19	UPF= 50+(258)	260.31	平均值:	0.13	标准偏差:	0.05	UPF= 50+(258)	0.19	UPF= 50+(258)	99.87	优异的UV防护类别, UPF值为40或更大	99.9

图25