

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

292 657

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1998 - 1582

(22) Přihlášeno: 21.05.1998

(30) Právo přednosti:
23.05.1997 GB 1997/9710569

(40) Zveřejněno: 16.12.1998

(Věstník č. 12/1998)

(47) Uděleno: 11.09.2003

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 12.11.2003
(Věstník č. 11/2003)

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.⁷:

C 07 D 251/54

(73) Majitel patentu:

CIBA SPECIALTY CHEMICALS HOLDING INC.,
Basel, CH;

(72) Původce vynálezu:

Rohringer Peter, Schönenbuch, CH;
Geoffroy André, Habsheim, FR;
Burkhard Andreas dr., Basel, CH;
Marti Erwin dr., Basel, CH;
Schreiber Werner, Basel, CH;
Zelger Josef, Riehen, CH;

(74) Zástupce:

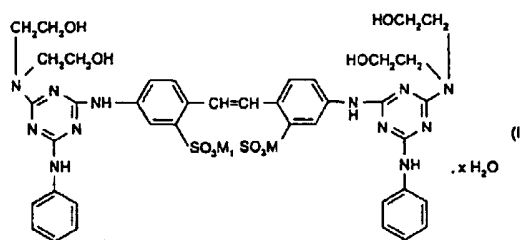
Kubát Jan Ing., Přístavní 24, Praha 7, 17000;

(54) Název vynálezu:

**Hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-
disulfostilbenové sloučeniny, způsoby přípravy
krystalových forem tohoto hydrátu, bělicí vodný
prostředek obsahující tento hydrát a způsob
fluorescenčního bělení papíru nebo textilního
materiálu uvedeným bělicím prostředkem**

(57) Anotace:

Hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém M a M₁ nezávisle jeden na druhém znamenají vodík, lithium, draslík nebo sodík a x znamená číslo v rozmezí od 1 do 30, přičemž krystalové formy hydrátu obecného vzorce jsou charakterizované specifickými rentgenovými difraktogramy, způsoby přípravy krystalových forem tohoto hydrátu, bělicí vodný prostředek obsahující tento hydrát a způsob fluorescenčního bělení papíru nebo textilního materiálu uvedeným bělicím prostředkem.



CZ 292657 B6

Hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny, způsoby přípravy krystalových forem tohoto hydrátu, bělicí vodný prostředek obsahující tento hydrát a způsob fluorescenčního bělení papíru nebo textilního materiálu uvedeným bělicím prostředkem

5

Oblast techniky

Vynález se týká hydrátu 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny, způsobů přípravy krystalových forem tohoto hydrátu, bělicího vodného prostředku obsahujícího tento hydrát a způsobu fluorescenčního bělení papíru nebo textilního materiálu uvedeným bělicím prostředkem.

10

Dosavadní stav techniky

15

Fluorescenční bělicí činidla jsou na trhu dostupná ve formě vodných roztoků nebo suspenzí. Ty se připravují například tak, že se vlhký filtrační koláč nebo suchý prášek fluorescenčního bělicího činidla suspenzuje ve vodě. Za účelem zvýšení homogenity, smáčivosti a skladovatelnosti takto získané suspenze se k suspenzi přidávají dispergační a zahušťovací činidla. Současně se často přidává elektrolyt. Přes přítomnost těchto přísad existují koncentrační meze pro suspenzi uvedeného fluorescenčního bělicího činidla, při kterých je suspenze mnohdy při skladování nestabilní a má špatné odměřovací charakteristiky. Tyto koncentrační meze jsou mnohdy obtížně reprodukovatelné, neboť na ně má vliv charakter předchozího zpracování suspenze. V závislosti na charakteru předchozího zpracování suspenze mohou totiž vznikat různé krystalové formy jednotlivých hydrátů tvořících fluorescenční bělicí činidlo.

20

25

V patentovém dokumentu GB 1 293 804 je popsána tak zvaná alfa-krystalová forma sodné soli dále uvedeného obecného vzorce I, která však není v hydratované formě a která nemá rentgenogram odpovídající krystalovým formám hydrátu obecného vzorce I podle vynálezu. Tato alfa-krystalová forma neumožňuje přípravu vodné suspenze bělicího prostředku, která zůstává kapalná a snadno teče za všech aplikačních podmínek, nýbrž vede k nežádoucí netekoucí pastě.

30

Podstata vynálezu

35

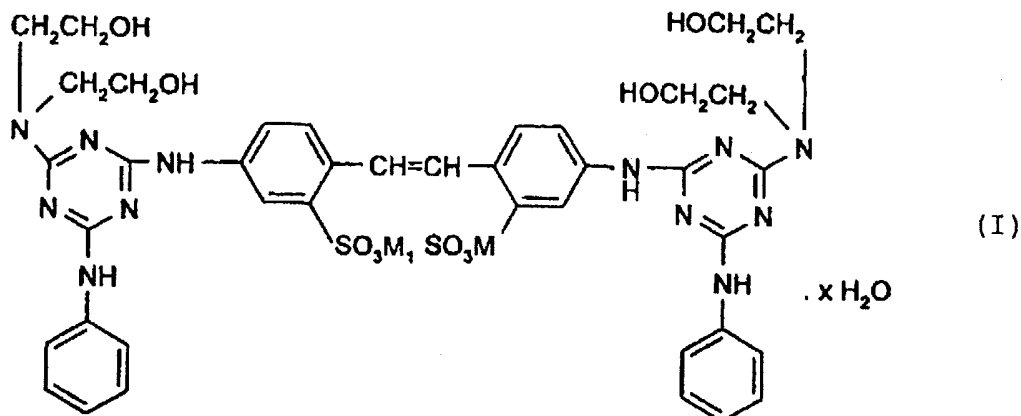
Nyní byly s překvapením nalezeny účinné látky bělicích fluorescenčních činidel umožňující připravit bělicí fluorescenční prostředky s koncentrací účinné látky vyšší než 30 % hmotnosti, přičemž tyto bělicí fluorescenční prostředky jsou stabilní při skladování a jejich viskozita může být specificky nastavena v širokém rozmezí. Nově nalezené účinné látky jsou tvořeny hydráty specifického složení se specifickou krystalovou formou. Takto získané bělicí fluorescenční prostředky obsahují pouze malá množství přísad a jsou zejména použitelné jako fluorescenční bělidla různých materiálů, zejména textilií a papíru.

40

Předmětem vynálezu je:

45

- a) hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny obecného vzorce I



ve kterém M a M₁ nezávisle jeden na druhém znamenají vodík, lithium, draslík nebo sodík a x znamená číslo v rozmezí od 1 do 30, přičemž krystalové formy hydrátů obecného vzorce I jsou charakterizované rentgenovými difraktogramy, které vykazují v oblasti 2-theta mezi 1 a 30°

5

1) 2,9 (silná), 4,9 (slabá), 5,7 (velmi silná), 7,5 (střední), 10,3 (střední), 11,4 (střední), 12,4 (střední), 13,1 (silná), 14,3 (silná), 15,1 (velmi slabá), 15,9 (střední), 17,4 (silná), 17,8 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 20,0 (silná), 20,6 (velmi slabá), 21,1 (velmi slabá), 21,6 (velmi slabá), 22,4 (slabá), 22,7 (silná), 23,0 (slabá), 23,2 (střední), 23,4 (střední), 23,8 (střední), 24,6 (střední), 25,0 (střední), 25,5 (slabá), 25,8 (slabá), 26,1 (slabá), 26,4 (velmi slabá), 27,2 (střední), 27,4 (střední), 27,8 (slabá), 28,3 (velmi slabá) a 29,2 (slabá),

10

nebo

15

2) 6,4 (silná), 6,6 (silná), 7,9 (slabá), 9,3 (střední), 11,1 (silná), 11,9 (velmi slabá), 12,7 (slabá), 13,2 (velmi slabá), 14,7 (velmi slabá), 15,2 (velmi slabá), 15,7 (slabá), 16,0 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,1 (slabá), 17,6 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,8 (slabá), 20,6 (střední), 21,1 (střední), 21,8 (slabá), 22,3 (silná), 22,5 (střední), 23,9 (slabá), 24,2 (velmi slabá), 25,0 (velmi slabá), 25,8 (velmi silná), 26,4 (střední), 27,2 (slabá), 28,1 (střední) a 29,2 (slabá),

20

nebo

3) 4,9 (velmi silná), 6,9 (velmi slabá), 9,7 (velmi slabá), 10,8 (velmi slabá), 12,3 (střední), 12,8 (střední), 13,8 (střední), 14,2 (střední), 14,5 (silná), 15,0 (slabá), 15,6 (velmi slabá), 15,9 (velmi slabá), 16,2 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,5 (velmi slabá), 18,2 (velmi slabá), 19,1 (velmi slabá), 19,8 (velmi slabá), 20,2 (slabá), 20,8 (velmi slabá), 21,4 (slabá), 21,8 (střední), 22,4 (střední), 23,1 (střední), 24,4 (střední), 25,2 (střední), 26,7 (slabá), 27,7 (velmi slabá) a 28,6 (střední),

25

30 nebo

4) 5,0 (velmi silná), 5,8 (slabá), 7,1 (velmi slabá), 9,8 (slabá), 10,3 (slabá), 10,9 (slabá), 11,4 (slabá), 12,4 (střední), 12,8 (střední), 13,9 (silná), 14,4 (silná), 14,6 (velmi silná), 15,0 (střední), 15,7 (velmi slabá), 16,6 (velmi slabá), 17,5 (velmi slabá), 19,3 (slabá), 20,3 (slabá), 20,9 (slabá), 21,4 (slabá), 21,9 (střední), 22,7 (slabá), 23,3 (slabá), 24,3 (střední), 24,6 (střední), 25,3 (střední), 25,9 (slabá), 26,9 (slabá), 27,8 (střední), 28,7 (silná) a 29,2 (slabá),

35

nebo

40 5) 4,6 (velmi silná), 6,1 (velmi slabá), 8,0 (velmi slabá), 10,5 (velmi slabá), 12,2 (střední), 12,7 (silná), 13,8 (střední), 14,4 (velmi slabá), 15,0 (střední), 15,9 (střední), 16,6 (slabá), 17,8 (slabá), 18,3 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,0 (velmi slabá), 20,1 (střední), 21,0 (slabá), 21,8

(střední), 22,9 (střední), 23,6 (střední), 24,7 (slabá), 25,7 (střední), 27,4 (slabá), 28,0 (slabá) a 29,5 (velmi slabá),

nebo

5

6) 5,7 (velmi silná), 6,4 (velmi slabá), 10,1 (střední), 11,3 (velmi silná), 14,9 (slabá), 17,0 (velmi slabá), 19,5 (slabá), 21,3 (slabá), 22,6 (střední), 23,9 (velmi slabá), 24,7 (slabá), 25,7 (slabá), 26,8 (slabá) a 28,4 (slabá),

10 nebo

7) 5,9 (velmi slabá), 10,2 (slabá), 11,6 (velmi slabá), 15,1 (velmi slabá), 17,2 (velmi slabá), 19,4 (slabá), 21,4 (slabá), 24,6 (slabá), 26,0 (velmi slabá), 26,7 (slabá), 28,1 (velmi slabá) a 29,4 (velmi slabá),

15

nebo

8) 4,7 (velmi silná), 7,0 (velmi slabá), 9,5 (velmi slabá), 10,5 (velmi slabá), 10,9 (slabá), 12,1 (střední), 12,6 (střední), 13,1 (velmi slabá), 13,9 (střední), 14,2 (silná), 15,1 (slabá), 16,3 (velmi slabá), 17,5 (velmi slabá), 19,0 (velmi slabá), 19,4 (velmi slabá), 20,2 (slabá), 21,0 (velmi slabá), 21,4 (velmi slabá), 21,9 (střední), 22,2 (velmi slabá), 22,5 (slabá), 23,1 (slabá), 24,5 (slabá), 24,8 (slabá), 25,2 (střední), 26,1 (slabá), 26,5 (slabá), 26,8 (velmi slabá), 28,1 (slabá), 28,9 (silná) a 29,6 (velmi slabá),

25

nebo

9) 3,3 (střední), 3,4 (střední), 3,6 (střední), 5,6 (velmi slabá), 5,9 (velmi slabá), 6,5 (velmi silná), 6,8 (střední), 7,2 (silná), 8,8 (střední), 9,4 (velmi slabá), 9,5 (velmi slabá), 9,7 (velmi slabá), 10,2 (velmi slabá), 10,8 (slabá), 11,2 (velmi slabá), 11,6 (velmi slabá), 12,0 (střední), 13,0 (velmi slabá), 16,2 (střední), 17,1 (slabá), 17,4 (velmi slabá), 17,8 (slabá), 18,0 (slabá), 18,7 (slabá), 19,2 (velmi slabá), 19,9 (střední), 20,1 (střední), 20,6 (slabá), 21,1 (slabá), 21,6 (velmi slabá), 22,1 (slabá), 22,6 (slabá), 23,0 (velmi slabá), 23,3 (velmi slabá), 23,4 (velmi slabá), 23,8 (slabá), 24,1 (slabá), 24,4 (velmi slabá), 25,0 (slabá), 25,3 (slabá), 25,7 (slabá), 27,8 (velmi slabá) a 28,3 (slabá),

35

nebo

10) 3,2 (střední) a 6,4 (střední),

40

nebo

11) 6,4 (silná), 7,8 (velmi slabá), 9,3 (slabá), 11,0 (slabá), 11,8 (velmi slabá), 12,9 (velmi slabá), 14,7 (velmi slabá), 15,2 (velmi slabá), 15,8 (velmi slabá), 16,6 (slabá), 17,4 (slabá), 18,3 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,3 (velmi slabá), 19,9 (velmi slabá), 20,5 (střední), 21,1 (slabá), 21,8 (slabá), 22,2 (střední), 22,7 (střední), 25,9 (střední), 26,5 (velmi slabá), 27,0 (slabá), 27,9 (slabá), 28,5 (slabá) a 28,9 (silná), a směsi těchto hydrátů;

45

b) hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém M a M₁ oba znamenají sodík, přičemž krystalové formy hydrátů obecného vzorce I jsou charakterizované rentgenovými difraktogramy, které vykazují v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

50

1) 2,9 (silná), 4,9 (slabá), 5,7 (velmi silná), 7,5 (střední), 10,3 (střední), 11,4 (střední), 12,4 (střední), 13,1 (silná), 14,3 (silná), 15,1 (velmi slabá), 15,9 (střední), 17,4 (silná), 17,8 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 20,0 (silná), 20,6 (velmi slabá), 21,6 (velmi slabá), 21,6 (velmi slabá),

55

22,4 (slabá), 22,7 (silná), 23,0 (slabá), 23,2 (střední), 23,4 (střední), 23,8 (střední), 24,6 (střední), 25,0 (střední), 25,5 (slabá), 25,8 (slabá), 26,1 (slabá), 26,4 (velmi slabá), 27,2 (střední), 27,4 (střední), 27,8 (slabá), 28,3 (velmi slabá) a 29,2 (slabá),

5 nebo

2) 6,4 (silná), 6,6 (silná), 7,9 (slabá), 9,3 (střední), 11,1 (silná), 11,9 (velmi slabá), 12,7 (slabá), 13,2 (velmi slabá), 14,7 (velmi slabá), 15,2 (velmi slabá), 16,0 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,1 (slabá), 17,6 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,8 (slabá), 20,6 (střední), 21,1 (střední), 21,8 (slabá), 22,3 (silná), 22,5 (střední), 23,9 (slabá), 24,2 (velmi slabá), 25,0 (velmi slabá), 25,8 (velmi silná), 26,4 (střední), 27,2 (slabá), 28,1 (střední) a 29,2 (slabá),

nebo

15 3) 4,9 (velmi silná), 6,9 (velmi slabá), 9,7 (velmi slabá), 10,8 (velmi slabá), 12,3 (střední), 12,8 (střední), 13,8 (střední), 14,2 (střední), 14,5 (silná), 15,0 (slabá), 15,6 (velmi slabá), 15,9 (velmi slabá), 16,2 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,5 (velmi slabá), 18,2 (velmi slabá), 19,1 (velmi slabá), 19,8 (velmi slabá), 20,2 (slabá), 20,8 (velmi slabá), 21,4 (slabá), 21,8 (střední), 22,4 (střední), 23,1 (střední), 24,4 (střední), 25,2 (střední), 26,7 (slabá), 27,7 (velmi slabá) a 28,6 (střední),

20

nebo

4) 5,0 (velmi silná), 5,8 (slabá), 7,1 (velmi slabá), 9,8 (slabá), 10,3 (slabá), 10,9 (slabá), 11,4 (slabá), 12,4 (střední), 12,8 (střední), 13,9 (silná), 14,4 (silná), 14,6 (velmi silná), 15,0 (střední), 15,7 (velmi slabá), 16,6 (velmi slabá), 17,5 (velmi slabá), 19,3 (slabá), 20,3 (slabá), 20,9 (slabá), 21,4 (slabá), 21,9 (střední), 22,7 (slabá), 23,3 (slabá), 24,3 (střední), 24,6 (střední), 25,3 (střední), 25,9 (střední), 26,9 (slabá), 27,8 (střední), 28,7 (silná) a 29,2 (slabá),

25

nebo

30 5) 4,6 (velmi silná), 6,1 (velmi slabá), 8,0 (velmi slabá), 10,5 (velmi slabá), 12,1 (střední), 12,7 (silná), 13,8 (střední), 14,4 (velmi slabá), 15,0 (střední), 15,9 (střední), 16,6 (slabá), 17,8 (slabá), 18,3 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,0 (velmi slabá), 20,1 (střední), 21,0 (slabá), 21,8 (střední), 22,9 (střední), 23,6 (střední), 24,7 (slabá), 25,7 (střední), 27,4 (slabá), 28,0 (slabá) a 29,5 (velmi slabá),

35

a směsi těchto hydrátů;

40 c) hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém M a M₁ oba znamenají vodík nebo sodík, přičemž krystalové formy hydrátů obecného vzorce I jsou charakterizované následujícími rentgenovými difraktogramy, které vykazují v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

45 6) 5,7 (velmi silná), 6,4 (velmi slabá), 10,1 (střední), 11,3 (velmi silná), 14,9 (slabá), 17,0 (velmi slabá), 19,5 (slabá), 21,3 (slabá), 22,6 (střední), 23,9 (velmi slabá), 24,7 (slabá), 25,7 (slabá), 26,8 (slabá) a 28,4 (slabá),

nebo

50 7) 5,9 (velmi slabá), 10,2 (slabá), 11,6 (velmi slabá), 15,1 (velmi slabá), 17,2 (velmi slabá), 19,4 (slabá), 21,4 (slabá), 24,6 (slabá), 26,0 (velmi slabá), 26,7 (slabá), 28,1 (velmi slabá) a 29,4 (velmi slabá),

a směs těchto hydrátů;

55

d) hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém M a M₁ oba znamenají draslík a x znamená 9 až 17, přičemž krystalová forma hydrátů obecného vzorce I je charakterizovaná rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

5

8) 4,7 (velmi silná), 7,0 (velmi slabá), 9,5 (velmi slabá), 10,5 (velmi slabá), 10,9 (slabá), 12,1 (střední), 12,6 (střední), 13,1 (velmi slabá), 1,39 (střední), 14,2 (silná), 15,1 (slabá), 16,3 (velmi slabá), 17,5 (velmi slabá), 19,0 (velmi slabá), 19,4 (velmi slabá), 20,2 (slabá), 21,0 (velmi slabá), 21,4 (velmi slabá), 21,9 (střední), 22,2 (velmi slabá), 22,5 (slabá), 23,1 (slabá), 24,5 (slabá), 24,8 (slabá), 25,2 (střední), 26,1 (slabá), 26,5 (slabá), 26,8 (velmi slabá), 28,1 (slabá), 28,9 (silná) a 29,6 (velmi slabá),

10

a směsi těchto hydrátů;

15

e) hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny obecného vzorce I, ve kterém M a M₁ oba znamenají lithium a x znamená 9 až 30, přičemž krystalové formy hydrátů obecného vzorce I jsou charakterizované rentgenovými difraktogramy, které vykazují v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

20

9) 3,3 (střední), 3,4 (střední), 3,6 (střední), 5,6 (velmi slabá), 5,9 (velmi slabá), 6,5 (velmi silná), 6,8 (střední), 7,2 (silná), 8,8 (střední), 9,4 (velmi slabá), 9,5 (velmi slabá), 9,7 (velmi slabá), 10,2 (velmi slabá), 10,8 (slabá), 11,2 (velmi slabá), 11,6 (velmi slabá), 12,0 (střední), 13,0 (velmi slabá), 16,2 (střední), 17,1 (slabá), 17,4 (velmi slabá), 17,8 (slabá), 18,0 (slabá), 18,7 (slabá), 19,2 (velmi slabá), 19,9 (střední), 20,1 (střední), 20,6 (slabá), 21,1 (slabá), 21,6 (velmi slabá), 22,1 (slabá), 22,6 (slabá), 23,0 (velmi slabá), 23,3 (velmi slabá), 23,4 (velmi slabá), 23,8 (slabá), 24,1 (slabá), 24,4 (velmi slabá), 25,0 (slabá), 25,3 (slabá), 25,7 (velmi slabá) a 28,3 (slabá),

25

nebo

30

10) 3,2 (střední) a 6,4 (střední),

nebo

35

11) 6,4 (silná), 7,8 (velmi slabá), 9,3 (slabá), 11,0 (slabá), 11,8 (velmi slabá), 12,9 (velmi slabá), 14,7 (velmi slabá), 15,2 (velmi slabá), 15,8 (velmi slabá), 16,6 (slabá), 17,4 (slabá), 18,3 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,3 (velmi slabá), 19,9 (velmi slabá), 20,5 (střední), 21,1 (slabá), 21,8 (slabá), 22,2 (střední), 22,7 (střední), 25,9 (střední), 26,5 (velmi slabá), 27,0 (slabá), 27,9 (slabá), 28,5 (slabá) a 28,9 (silná),

40

a směsi těchto hydrátů;

f) hydrát, který je v krystalové formě B, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 až 30° dále uvedené absorpce:

45

1) 2,9 (silná), 4,9 (slabá), 5,7 (velmi silná), 7,5 (střední), 10,3 (střední), 11,4 (střední), 12,4 (střední), 13,1 (silná), 14,3 (silná), 15,1 (velmi slabá), 15,9 (střední), 17,4 (silná), 17,8 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 20,0 (silná), 20,6 (velmi slabá), 21,1 (velmi slabá), 21,6 (velmi slabá), 22,4 (slabá), 22,7 (silná), 23,0 (slabá), 23,2 (střední), 23,4 (střední), 23,8 (střední), 24,6 (střední), 25,0 (střední), 25,5 (slabá), 25,8 (slabá), 26,1 (slabá), 26,4 (velmi slabá), 27,2 (střední), 27,4 (střední), 27,8 (slabá), 28,3 (velmi slabá) a 29,2 (slabá),

50

a směsi těchto hydrátů;

g) hydrát obecného vzorce I, ve kterém x znamená 14 až 20, který je v krystalové formě C, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 až 30° dále uvedené absorpce:

5 2) 6,4 (silná), 6,6 (silná), 7,9 (slabá), 9,3 (střední), 11,1 (silná), 11,9 (velmi slabá), 12,7 (slabá), 13,2 (velmi slabá), 14,7 (velmi slabá), 15,2 (velmi slabá), 15,7 (slabá), 16,0 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,1 (slabá), 17,6 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,8 (slabá), 20,6 (střední), 21,1 (střední), 21,8 (slabá), 22,3 (silná), 22,5 (střední), 23,9 (slabá), 24,2 (velmi slabá), 25,0 (velmi slabá), 25,8 (velmi silná), 26,4 (střední), 27,2 (slabá), 28,1 (střední) a 29,2 (slabá),

10

a směsi těchto hydrátů;

h) hydrát obecného vzorce I, ve kterém x znamená 10 až 14, který je v krystalové formě D, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

15

3) 4,9 (velmi silná), 6,9 (velmi slabá), 9,7 (velmi slabá), 10,8 (velmi slabá), 12,3 (střední), 12,8 (střední), 13,8 (střední), 14,2 (střední), 14,5 (silná), 15,0 (slabá), 15,6 (velmi slabá), 15,9 (velmi slabá), 16,2 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,5 (velmi slabá), 18,2 (velmi slabá), 19,1 (velmi slabá), 19,8 (velmi slabá), 20,2 (slabá), 20,8 (velmi slabá), 21,4 (slabá), 21,8 (střední), 22,4 (střední), 23,1 (střední), 24,4 (střední), 25,2 (střední), 26,7 (slabá), 27,7 (velmi slabá) a 28,6 (střední),

20

a směsi těchto hydrátů;

i) hydrát obecného vzorce I, ve kterém x znamená 16 až 26, který je v krystalové formě E, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

25

4) 5,0 (velmi silná), 5,8 (slabá), 7,1 (velmi slabá), 9,8 (slabá), 10,3 (slabá), 10,9 (slabá), 11,4 (slabá), 12,4 (střední), 12,8 (střední), 13,9 (silná), 14,4 (silná), 14,6 (velmi silná), 15,0 (střední), 15,7 (velmi slabá), 16,6 (velmi slabá), 17,5 (velmi slabá), 19,3 (slabá), 20,3 (slabá), 20,9 (slabá), 21,4 (slabá), 21,9 (střední), 22,7 (slabá), 23,3 (slabá), 24,3 (střední), 24,6 (střední), 25,3 (střední), 25,9 (slabá), 26,9 (slabá), 27,8 (střední), 28,7 (silná) a 29,2 (slabá),

30

35 a směsi těchto hydrátů;

j) hydrát obecného vzorce I, ve kterém x znamená 1 až 6, který je v krystalové formě A, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

40

5) 4,6 (velmi silná), 6,1 (velmi slabá), 8,0 (velmi slabá), 10,5 (velmi slabá), 12,1 (střední), 12,7 (silná), 13,8 (střední), 14,4 (velmi slabá), 15,0 (střední), 15,9 (střední), 16,6 (slabá), 17,8 (slabá), 18,3 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,0 (velmi slabá), 20,1 (střední), 21,0 (slabá), 21,8 (střední), 22,9 (střední), 23,6 (střední), 24,7 (slabá), 25,7 (střední), 27,4 (slabá), 28,0 (slabá) a 29,5 (velmi slabá),

45

a směsi těchto hydrátů;

k) hydrát obecného vzorce I, ve kterém x znamená 4 až 10, který je v krystalové formě F, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

50

6) 5,7 (velmi silná), 6,4 (velmi slabá), 10,1 (střední), 11,3 (velmi silná), 14,9 (slabá), 17,0 (velmi slabá), 19,5 (slabá), 21,3 (slabá), 22,6 (střední), 23,9 (velmi slabá), 24,7 (slabá), 25,7 (slabá), 26,8 (slabá) a 28,4 (slabá),

55

a směsi těchto hydrátů;

l) hydrát obecného vzorce I, ve kterém x znamená 4 až 10, který je v krystalové formě G, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

7) 5,9 (velmi slabá), 10,2 (slabá), 11,6 (velmi slabá), 15,1 (velmi slabá), 17,2 (velmi slabá), 19,4 (slabá), 21,4 (slabá), 24,6 (slabá), 26,0 (velmi slabá), 26,7 (slabá), 28,1 (velmi slabá) a 29,4 (velmi slabá),

a směsi těchto hydrátů.

m) způsob přípravy disodné soli 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenu ve formě A, jehož podstata spočívá v tom, že se postupně uvede v reakci chlorid kyseliny kyanurové s disodnou solí kyseliny 4,4'-diaminostilbendisulfonové, anilinem a diethanolaminem, pH směsi se nastaví koncentrovaným roztokem hydroxidu sodného na hodnotu 9,0 až 9,5 a směs se odpaří k suchu;

n) způsob přípravy hydrátové krystalové formy C, D nebo E, jehož podstata spočívá v tom, že, se hydrát krystalové formy C připraví neutralizací volné kyseliny 4,4'-ditriazinyl-amino-2,2'-disulfostilbenu, která má hydrátovou formu A pomocí zředěného hydroxidu sodného, homogenizací a stáním při teplotě místnosti; hydrátová krystalová forma D se připraví reakcí 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenu, který má hydrátovou formu A, s vodným roztokem chloridu sodného, stabilizací a homogenizací; a hydrát krystalové formy E se připraví reakcí volné kyseliny 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenu, která má hydrátovanou formu A, s koncentrovaným roztokem hydroxidu sodného a homogenizací;

o) způsob přípravy směsi dvou nebo více hydrátů obecného vzorce I, jehož podstata spočívá v tom, že se smísí vodný roztok elektrolytu anorganické soli a sloučenina obecného vzorce I;

p) bělicí vodný prostředek obsahující 30 až 50 % hmotnosti aktivní látky ve formě jednoho nebo více hydrátů obecného vzorce I podle předmětu a);

r) bělicí vodný prostředek obsahující 30 až 50 % hmotnosti aktivní látky ve formě jedné nebo více hydrátových forem A, B, C, D a E obecného vzorce I podle předmětu b);

s) způsob fluorescenčního bělení papíru nebo textilního materiálu, jehož podstata spočívá v tom, že se papír nebo textilní materiál uvede do styku s vodným prostředkem podle předmětů p) nebo r).

V rámci předmětu o) je anorganickým elektrolytem výhodně halogenid nebo síran alkalického kovu, výhodně chlorid sodný nebo/a síran sodný. Výhodně uvedený způsob zahrnuje nejprve i) přípravu vodného roztoku elektrolytu, ii) naočkování tohoto roztoku elektrolytu předem připraveným vzorkem aktivní látky obecného vzorce I a za udržování hodnoty pH naočkovaného roztoku elektrolytu v rozmezí 7,5 až 9,0 iii) přidání aktivní látky obecného vzorce I, jako volné kyseliny, alkálie a vody, současně a po částech, k naočkovanému roztoku elektrolytu. Výhodně se hodnota pH naočkovaného roztoku elektrolytu ve stupni ii) udržuje v rozmezí 8,0 až 8,5. Výhodně je ve stupni iii) alkálií hydroxid sodný. Výhodně se aktivní látka ve formě volné kyseliny mísí dokud obsah aktivní látky v syntetizované směsi je v rozmezí 5 až 40 % hmotnosti a obsah elektrolytu v syntetizované směsi je v rozmezí 0,5 až 2,5 % hmotnosti. Výhodněji se voda a aktivní látka ve formě volné kyseliny mísí dokud obsah aktivní látky v syntetizované směsi je v rozmezí 10 až 30 % hmotnosti a obsah elektrolytu v syntetizované směsi je v rozmezí 1 až 2 % hmotnosti. Výhodně se voda a aktivní látka ve formě volné kyseliny mísí dokud obsah aktivní látky v syntetizované směsi je v rozmezí 15 až 25 % hmotnosti a obsah elektrolytu v syntetizované směsi je 1,5 % hmotnosti. Výhodně se použijí očkovací krystaly ve formě

krystalů, jejichž velikost nepřesahuje 10 mikrometrů. Výhodně se množství přidávaných očkovacích krystalů pohybuje v rozmezí 0,1 až 60 % hmotnosti, vztaženo na celkový obsah aktivní látky. Výhodněji se množství přidávaných očkovacích krystalů pohybuje v rozmezí 1 až 50 % hmotnosti, vztaženo na celkový obsah aktivní látky. Obzvláště výhodně se množství přidávaných očkovacích krystalů pohybuje v rozmezí 1 až 30 % hmotnosti, vztaženo na celkový obsah aktivní látky. Výhodně se reakční teplota pro přípravu směsi hydrátu obecného vzorce I pohybuje v rozmezí 10 až 95 %. Výhodněji se reakční teplota pro přípravu směsi hydrátu obecného vzorce I pohybuje v rozmezí 35 až 55 °C.

Výhodně bělicí vodný prostředek podle předmětů p) a r) obsahuje také elektrolyt. Výhodně je elektrolytem chlorid sodný nebo/a síran sodný. Výhodně bělicí vodný prostředek také obsahuje jednu nebo více přísad zvolených z množiny zahrnující dispergační činidla, plniva, ochranné koloidy, stabilizátory, vonné látky a ochranná činidla. Dispergačním činidlem je výhodně aniontové dispergační činidlo, výhodně kondenzační produkt aromatických sulfonových kyselin s formaldehydem, naftalensulfonátem nebo ligninsulfonátem. Kondenzačním produktem aromatické sulfonové kyseliny s formaldehydem je výhodně kondenzační produkt ditolyloethersulfonové kyseliny s formaldehydem. Plnivem nebo ochranným koloidem jsou výhodně modifikované polysacharidy odvozené od celulózy nebo heteropolysacharidy, polyvinylalkoholy, polyvinylpyrrolidony, polyethylenglykoly nebo křemičitany hliníku nebo křemičitany hořčíku a používají se výhodně v množství 0,01 až 2 % hmotnosti, vztaženo na celkovou hmotnost prostředku. Modifikovaným polysacharidem odvozeným od celulózy nebo heteropolysacharidem je výhodně xanthan nebo karboxymethylcelulóza. Stabilizátorem je výhodně ethylenglykol nebo propylen glykol a používá se výhodně v množství 0,2 až 5 % hmotnosti, vztaženo na celkovou hmotnost prostředku. Stabilizátorem je rovněž výhodně 1,2-benzoizothiazolin-3-on, formaldehyd nebo chloracetamid a používá se výhodně v množství 0,1 až 1 % hmotnosti, vztaženo na celkovou hmotnost prostředku.

V rámci předmětu s) se výhodně vodný prostředek ředí na optimální koncentraci pro praktické použití pomocí přidání dalších přísad nebo vody.

Následující příklady dále ilustrují vynález. Pokud není uvedeno jinak, díly a procentní hodnoty, zde použité představují hmotnostní díly a hmotnostní procentní hodnoty.

Příslušné rentgenové difraktogramy, obrázky 1 až 11, se získaly za použití X'Pert práškového difraktometru (Philips, Almelo) při reflexní geometrii a Cu radiaci. Příslušné vzory pro krystalové formy B (obrázek 1) a C (obrázek 2) se měřily v suspenzi v atmosférickém vzduchu, bez kontroly relativní vlhkosti. Měření příslušných vzorů pro krystalové formy D (obrázek 3), E (obrázek 4), F (obrázek 6) a G (obrázek 7) a také vzory disodné soli (obrázek 8) se také provádělo v suspenzích, pod dusíkem, při udržování relativní vlhkosti 80 až 90 %, stejně jako měření tří krystalových forem dilithné soli (obrázky 9 až 11), zatímco měření krystalové formy A (obrázek 5) se provádělo v pevném stavu. Na každém přiloženém obrázku 1 až 11 je ukázána část měření v prostoru 30 mezi 1° a 30°.

Všechny nové hydráty obecného vzorce I mají charakteristické rentgenové difraktogramy.

Krystalové formy A, B, C, D, E, F a G a také krystalové formy didraselné a lithné soli obsahují z velké části jeden nebo více hydrátů obecného vzorce I, ve kterých je x 1 až 30.

Množství vody v hydrátu může být určeno pomocí diferenční termální analýzy nebo dynamické diferenční kalorimetrie, ve kterých se měří poměr nevázané vody, což je voda tající při 0 °C, nebo pomocí postupné analýzy vody za použití metod jako je Karl Fischerova titrace, termogravimetrická analýza nebo úbytek při sušení za zvýšené teploty.

Příklady provedení vynálezu

5 Příklad 1

V reakční nádobě se smísí 400 g ledu, 120 g chloridu kyseliny kyanurové a 785 g methylethyketonu a za intenzivního míchání a vnějšího chlazení se směs reaguje s roztokem 120 g disodné soli kyseliny 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové v 800 g vody a 164,5 g 17% roztoku uhličitanu sodného 20 minut při teplotě 5 až 10 °C, pH se udržuje na hodnotě 4,5 pomocí současného přidání 39,4 g 17% roztoku uhličitanu sodného. Po přidání se přidá 55,4 g anilinu a 8,7 g diethanolaminu, pH se udržuje na hodnotě 7,5 pomocí současného přidání 72,2 g 36% roztoku hydroxidu sodného. Po zahřátí na 60 °C se přidá 78,8 g diethanolaminu a pH se udržuje na hodnotě 8,2 pomocí současného přidání 72,2 g 36% roztoku hydroxidu sodného. Reakční směs se zahřeje k varu a oddestiluje se methylethyketon, který se postupně nahradí 1000 g vody. Při teplotě 95 °C se přidáním 170 g 16% roztoku kyseliny chlorovodíkové směs okyselí na pH 4,5 a objem se upraví přidáním vody na 2,7 l. Po ochlazení na 70 °C se směs filtruje a filtrační koláč se promyje 1,8 l vody za získání volné kyseliny.

20 30% vodná suspenze této volné kyseliny se zahřeje na 95 °C a pH se přidáním 36% vodného roztoku hydroxidu sodného upraví na 9,0 až 9,5. Vzniklý roztok se odpaří do sucha za získání sloučeniny obecného vzorce I jako disodné soli, která má krystalovou formu A obsahující 1 mol vody, odpovídající rentgenovému difraktogramu, který je uveden na přiloženém obrázku 5.

25

Příklad 2

75,0 g volné formy kyseliny (která má obsah aktivní složky 40 % hmotnostních) disodné soli sloučeniny obecného vzorce I se disperguje při 25 °C v 24,7 g deionizované vody. Takto získaná disperze se stabilizuje přidáním 0,2 g xanthanové gumy a 0,1 g Proxel GXL (1,2-benzizothiazolin-3-onu) a směs se homogenizuje. Homogenizovaná suspenze se neutralizuje 32,8 ml 2N vodného roztoku hydroxidu sodného. Homogenizovaná, neutralizovaná suspenze má krystalovou formu B, která odpovídá rentgenovému difraktogramu, který je uveden na přiloženém obrázku 1.

35 Po 2 dnech stání při 25 °C se získá suspenze, která je dobře tekutá a která má krystalovou formu C obsahující 17 mol vody, která odpovídá rentgenovému difraktogramu, který je uveden na přiloženém obrázku 2.

40 Stejným postupem, ale za použití disodné soli obecného vzorce I ve formě čistého hydrátu krystalové formy A, B, D, E, F a G nebo jejich směsi jako výchozí látky se získá suspenze, která je dobře tekutá a která má krystalovou formu C obsahující 17 mol vody, která odpovídá rentgenovému difraktogramu, který je uveden na přiloženém obrázku 2.

45 Příklad 3

700 g vlhkého filtračního koláče z příkladu 1 (≡ 265 g volné kyseliny) se postupně přidá k 314 g vody při 40 až 45 °C, přičemž se pH udržuje současným přidáním 64 g 36% roztoku hydroxidu sodného na hodnotě 8,7 až 9,1. Potom se při 42 °C přidá 20 g očkovacích krystalů formy C hydrátu získaného v příkladu 2. Po 5 hodinách se kapalná disperze ochladí na 25 až 30 °C a stabilizuje se přidáním 2,2 g 50% roztoku glutaraldehydu a 2,2 g xanthanové gumy (polysacharid), které se nejprve dispergují v 5,5 g propylenglykolu. Získá se kapalná suspenze, která je dobře tekutá a která má krystalovou formu C obsahující 17 mol vody, která odpovídá rentgenovému difraktogramu, který je uveden na přiloženém obrázku 2.

55

Příklad 4

V reakční baňce se předeřeje na 60 °C 400 g 6% vodného roztoku chloridu sodného. K tomuto
 5 roztoku se přidá 120 g disodné soli obecného vzorce I (která má obsah aktivní látky 90 % hmot-
 nostních a obsahuje 10 % hmotnostních chloridu sodného) a směs se zahřeje na 90 °C. Přidá se
 180 g 6% vodného roztoku chloridu sodného a směs se ochladí za míchání na 25 °C. Vzniklá
 kapalná suspenze se stabilizuje přidáním 2,45 g xanthanové gumy, která se předem disperguje
 v 6,1 g 1,2-propylenglykolu a směs se 2 hodiny zahřívá na 90 °C. Směs se ochladí za míchání na
 10 25 °C, přidá se 3,22 g Proxel GXL (1,2-benzizothiazolin-3-onu) jako stabilizátoru, směs se
 míchá dalších dvanáct hodin a nakonec se homogenizuje za použití míchadla s vysokými
 otáčkami. Získá se suspenze, která má krystalovou formu D obsahující 14 mol vody, která
 odpovídá rentgenovému difraktogramu, který je uveden v příloze na obrázku 3.

15

Příklad 5

V reakční baňce se předeřeje na 40 °C 400 ml deionizované vody. K této vodě se po částech
 přidá 800 g volné kyseliny (která má obsah aktivní složky 40 % hmotnostních) disodné soli
 20 obecného vzorce I a současně se po částech přidá 50,45 ml 37% (50% hmotn./obj. %) vodného
 roztoku hydroxidu sodného, hodnota pH směsi se udržuje na konstantní hodnotě 8,2. Po přidání
 všech složek se obsah zředí 400 ml deionizované vody, míchá se 1 hodinu a potom se homogeni-
 zuje. Získá se suspenze, která má krystalovou formu E obsahující 14 mol vody, která odpovídá
 rentgenovému difraktogramu uvedenému v příloze na obrázku 4.

25

Příklad 6

620 g vlhkého filtračního koláče získaného v příkladu 1 (\approx 279 g volné kyseliny) se disperguje
 30 v 304 g vody a stabilizuje přidáním 1,7 g Proxel GXL a 1,7 g xanthanové gumy (polysacharid),
 která se předem disperguje v 3,3 g propylenglykolu. Získá se suspenze, která má krystalovou
 formu F obsahující 7 mol vody, která odpovídá rentgenovému difraktogramu uvedenému
 v příloze na obrázku 6.

35

Příklad 7

20% suspenze krystalové formy hydrátu E, získané v příkladu 5, se míchá v uzavřené nádobě při
 40 60 °C a udržuje se při této teplotě nejméně 20 hodin. Po ochlazení na teplotu místnosti se získá
 kapalná suspenze, která má krystalovou formu G obsahující 7 mol vody, která odpovídá
 rentgenovému difraktogramu uvedenému v příloze na obrázku 7.

45

Příklad 8

Připraví se 400 ml 6,0% (hmotnostní) vodného roztoku chloridu sodného. Tento roztok se potom
 naočkuje předem připravenou dávkou vodné suspenze disodné soli obecného vzorce II. Teplota
 naočkování roztoku se upraví na 45 °C a k naočkování roztoku se postupně přidá a) vlhký
 vodný koláč volné formy kyseliny (obsah aktivní složky 40 % hmotnostních) disodné soli
 50 obecného vzorce II, b) vodný roztok hydroxidu sodného a c) voda, zatímco se pH vzniklé směsi
 udržuje na konstantní hodnotě 8,2. Voda a vlhký vodný koláč volné kyseliny se přidává dokud
 obsah aktivní složky volné kyseliny v reakční směsi je v rozmezí 15 až 25 % hmotnostních
 a obsah chloridu sodného v reakční směsi je 1,5 % hmotnostního.

Takto získaný vodný prostředek se testuje za použití X'Pertova práškového difraktometru (Philips, Almelo) při reflexní geometrii a Cu radiaci. Přístroj je opatřen uzavřenou komorou pro vzorek (Anton Parr), která může být upravena pro vyčištění plynem. Vodný prostředek se naplní do nosiče vzorku (tloušťka vrstvy 0,8 mm) a měření práškového diagramu se provádí pod dusíkem, při udržování relativní vlhkosti na úrovni 80 až 90 %. Takto získané vodné prostředky vykazují obsah čistých hydrátů krystalové formy A, B, C, D, E, F a G nebo jejich směsí.

Příklad 9

Podobných výsledků se dosáhne, když se jako výchozí látka v příkladu 8 použije vodný roztok síranu sodného místo vodného roztoku chloridu sodného.

Příklad 10

Připraví se vodný roztok 400 ml 3,0% (hmotnostně) chloridu sodného. Tento roztok se potom naočkuje předem připravenou dávkou vodné suspenze disodné soli obecného vzorce II. Teplota naočkování roztoku se upraví na 45 °C a k naočkování roztoku se současně přidá a) vlhký koláč volné kyseliny (obsah aktivní složky 40 % hmotnostních) disodné soli obecného vzorce II, b) vodný roztok hydroxidu sodného a c) voda, přičemž se hodnota pH vzniklé směsi udržuje na konstantní hodnotě 8,2. Voda a vlhký vodný koláč volné kyseliny se přidávají dokud obsah aktivní složky volné kyseliny v reakční směsi je v rozmezí 15 až 25 % hmotnostních a obsah chloridu sodného v reakční směsi je 0,75 % hmotnostního.

Takto získaný vodný prostředek se testuje za použití X'Pertova práškového difraktometru (Philips, Almelo) při reflexní geometrii a Cu radiaci. Ukázalo se že takto získaný prostředek je v čisté hydratované krystalické formě A, B, C, D, E, F a G nebo jejich směsí.

Příklad 11

Podobných výsledků se dosáhne, když se jako výchozí látka v příkladu 10 použije vodný roztok síranu sodného místo vodného roztoku chloridu sodného.

Příklad 12

Připraví se vodný roztok 400 ml 1,5% (hmotnostně) chloridu sodného. Tento roztok se naočkuje předem připravenou dávkou vodné suspenze disodné soli obecného vzorce I. Teplota naočkování roztoku se upraví na 45 °C a k tomuto roztoku se postupně přidá a) vlhký vodný koláč volné kyseliny (obsah aktivní složky 40 % hmotnostních) disodné soli obecného vzorce I, b) vodný roztok hydroxidu sodného a c) voda, přičemž se hodnota pH vzniklé směsi udržuje na konstantní hodnotě 8,2. Voda a vlhký vodný koláč volné kyseliny se přidávají dokud obsah aktivní složky volné kyseliny v reakční směsi je v rozmezí 15 až 25 % hmotnostních a obsah chloridu sodného v reakční směsi je 0,25 % hmotnostního.

Takto získaný vodný prostředek se testuje za použití X'Pertova práškového difraktometru (Philips, Almelo) při reflexní geometrii a Cu radiaci. Ukázalo se, že takto získaný prostředek je v čisté hydratované krystalické formě A, B, C, D, E, F a G nebo jejich směsí.

Příklad 13

5 Podobných výsledků se dosáhne, když se jako výchozí látka v příkladu 12 použije vodný roztok síranu sodného místo vodného roztoku chloridu sodného.

Příklad 14

10 Připraví se vodný roztok 400 ml 1,5% (hmotnostně) chloridu sodného. Tento roztok se naočkuje předem připravenou dávkou vodné suspenze disodné soli obecného vzorce I. Teplota naočkování roztoku se upraví na 45 °C a k tomuto roztoku se postupně přidá a) vlhký vodný koláč volné kyseliny disodné soli obecného vzorce I (obsah aktivní složky 40 % hmotnostních), b) vodný roztok hydroxidu sodného a c) voda, přičemž se hodnota pH vzniklé směsi udržuje na konstantní
15 hodnotě 8,2. Voda a vlhký vodný koláč volné kyseliny se přidávají dokud obsah aktivní složky volné kyseliny v reakční směsi je v rozmezí 15 až 25 % hmotnostních a obsah chloridu sodného v reakční směsi je 0,25 % hmotnostního.

20 Takto získaný vodný prostředek se testuje za použití X'Pertova práškového difraktometru (Philips, Almelo) při reflexní geometrii a Cu radiaci. Ukázalo se že takto získaný prostředek je v čisté hydratované krystalické formě A, B, C, D, E, F a G nebo jejich směsi.

Příklad 15

25 Připraví se 400 ml vodného roztoku chloridu sodného. Tento roztok se naočkuje předem připravenou dávkou vodné suspenze disodné soli obecného vzorce I. Předem připravená dávka disodné soli obecného vzorce I se připraví v organické fázi obsahující aktivní složku ve formě volné kyseliny a získá se v posledním reakčním kroku, který se provádí při 90 až 100 °C. Teplota
30 naočkování roztoku se upraví na 45 °C a současně se přidá a) jmenovaná organická fáze obsahující aktivní složku ve formě volné kyseliny a b) voda. Voda a jmenovaná organická fáze obsahující volnou formu kyseliny aktivní složky se přidává dokud obsah aktivní složky ve formě volné kyseliny v reakční směsi je v rozmezí 15 až 25 % hmotnostních a obsah chloridu sodného v reakční směsi je 0,25 % hmotnostních.

35 Takto získaný vodný prostředek se testuje za použití X'Pertova práškového difraktometru (Philips, Almelo) při reflexní geometrii a Cu radiaci. Ukázalo se že takto získaný prostředek je v čisté hydratované krystalické formě A, B, C, D, E, F a G nebo jejich směsi.

40

Příklad 16

Podobných výsledků se dosáhne, když se jako výchozí látka v příkladu 15 použije vodný roztok síranu sodného místo vodného roztoku chloridu sodného.

45

Příklad 17

50 75,0 g volné kyseliny 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenu, který má hydrátovou formu A (obsah aktivní složky 40 %) se disperguje v 24,7 g deionizované vody, a přidá se 0,2 g polysacharidu (typ xanthanové gumy) a 0,1 g Proxel GXL a směs se homogenizuje. Po 24 hodinách skladování při 40 °C nebo při 60 °C se směs neutralizuje 32,8 ml 2N roztoku hydroxidu draselného.

Po skladování při teplotě místnosti se získá dobře tekutá suspenze didraselné soli, která obsahuje 13 mol vody, je charakterizovaná rentgenovým difraktogramem, který je uveden v příloze na obrázku 8.

5

Příklad 18

75,0 g volné kyseliny 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenu, který má hydrátovou formu A (obsah aktivní složky 40 %) se disperguje v 24,7 g deionizované vody, a přidá se 0,2 g polysacharidu (typ xanthanové gumy) a 0,1 g Proxel GXL a směs se homogenizuje. Po 24 hodinách skladování při 40 °C nebo při 60 °C se směs neutralizuje 32,8 ml 2N roztoku hydroxidu lithného.

10

Po skladování při teplotě místnosti se získá dobře tekutá suspenze dilithné soli, která obsahuje 29 mol vody, je charakterizovaná rentgenovým difraktogramem, který je uveden v příloze na obrázku 9.

15

Příklad 19

20

10 g dilithné soli získané stejně jako v příkladu 18 se míchá v uzavřené nádobě při 60 °C. Po 15 minutách vznikne čirý roztok, který se po delším míchání začíná srážet. Po 12 hodinách míchání při stejné teplotě se směs ochladí a pevná sraženina se odfiltruje. Získaná dilithná sůl obsahuje 14 mol vody, je charakterizovaná rentgenovým difraktogramem, který je uveden na obrázku 10.

25

Příklad 20

Zopakuje se příklad 19, ale rovnováha se udržuje při 55 °C. Získá se dilithná sůl, která obsahuje 13 mol vody a je charakterizovaná rentgenovým difraktogramem uvedeným na obrázku 11.

30

Příklad 21

35

Suspenze sulfitové buničiny buk/smrk (50:50) se míchá ve vodě (obsahující 25 ppm oxidu vápenatého) v přítomnosti 20 % hmotnostních uhličitanu vápenatého jako plniva.

0,4 % hmotnostního každého produktu příkladů 1 až 20 se přidá k oddělenému vzorku sulfitové buničiny a každá testovaná suspenze se míchá 15 minut. Z každé testované suspenze buničiny se připraví listy papíru s plošnou hmotností 80 g/m² a tyto listy papíru se suší. Určí se bělost (CIE-Whiteness měřená pomocí SCAN-P 66:93) každého usušeného listu a hodnota se pohybuje mezi 140–142. CIE bělost papíru připraveného stejným způsobem, ale bez přítomnosti bělicího prostředku podle předkládaného vynálezu je pouze 75.

45

Průmyslová využitelnost

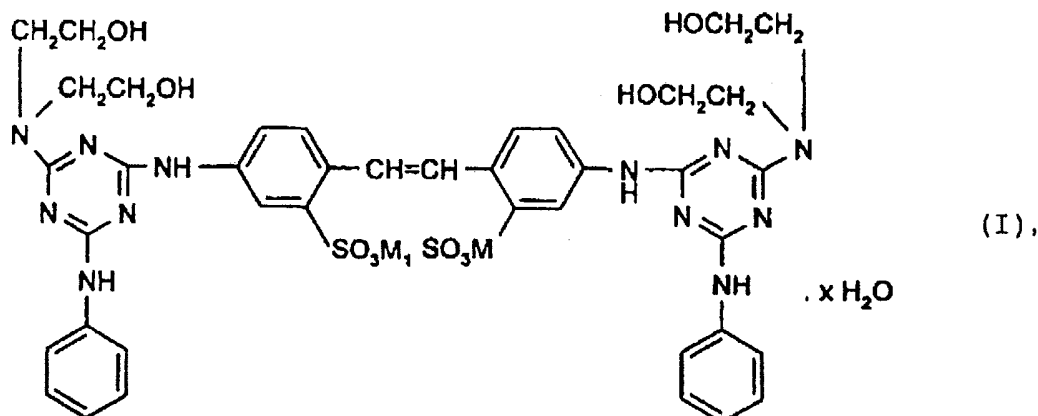
Nová fluorescenční bělicí činidla podle předkládaného vynálezu mají koncentraci aktivní složky vyšší než 30 % hmotnostních, jsou stabilní při skladování a jejich viskozita může být selektivně nastavena na hodnotu v širokém rozmezí. Tyto prostředky obsahují pouze malé množství přísad a jsou využitelné pro fluorescenční bělidla velkého množství substrátů, včetně textilií a papíru.

50

55

PATENTOVÉ NÁROKY

- 5 1. Hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny obecného vzorce I



ve kterém M a M₁ nezávisle jeden na druhém znamenají vodík, lithium, draslík nebo sodík a x znamená číslo v rozmezí od 1 do 30, přičemž krystalové formy hydrátů obecného vzorce I jsou charakterizované rentgenovými difraktogramy, které vykazují v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

10

1) 2,9 (silná), 4,9 (slabá), 5,7 (velmi silná), 7,5 (střední), 10,3 (střední), 11,4 (střední), 12,4 (střední), 13,1 (silná), 14,3 (silná), 15,1 (velmi slabá), 15,9 (střední), 17,4 (silná), 17,8 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 20,0 (silná), 20,6 (velmi slabá), 21,1 (velmi slabá), 21,6 (velmi slabá), 22,4 (slabá), 22,7 (silná), 23,0 (slabá), 23,2 (střední), 23,4 (střední), 23,8 (střední), 24,6 (střední), 25,0 (střední), 25,5 (slabá), 25,8 (slabá), 26,1 (slabá), 26,4 (velmi slabá), 27,2 (střední), 27,4 (střední), 27,8 (slabá), 28,3 (velmi slabá) a 29,2 (slabá),

15

nebo

20

2) 6,4 (silná), 6,6 (silná), 7,9 (slabá), 9,3 (střední), 11,1 (silná), 11,9 (velmi slabá), 12,7 (slabá), 13,2 (velmi slabá), 14,7 (velmi slabá), 15,2 (velmi slabá), 15,7 (slabá), 16,0 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,1 (slabá), 17,6 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,8 (slabá), 20,6 (střední), 21,1 (střední), 21,8 (slabá), 22,3 (silná), 22,5 (střední), 23,9 (slabá), 24,2 (velmi slabá), 25,0 (velmi slabá), 25,8 (velmi silná), 26,4 (střední), 27,2 (slabá), 28,1 (střední) a 29,2 (slabá),

25

nebo

3) 4,9 (velmi silná), 6,9 (velmi slabá), 9,7 (velmi slabá), 10,8 (velmi slabá), 12,3 (střední), 12,8 (střední), 13,8 (střední), 14,2 (střední), 14,5 (silná), 15,0 (slabá), 15,6 (velmi slabá), 15,9 (velmi slabá), 16,2 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,5 (velmi slabá), 18,2 (velmi slabá), 19,1 (velmi slabá), 19,8 (velmi slabá), 20,2 (slabá), 20,8 (velmi slabá), 21,4 (slabá), 21,8 (střední), 22,4 (střední), 23,1 (střední), 24,4 (střední), 25,2 (střední), 26,7 (slabá), 27,7 (velmi slabá) a 28,6 (střední),

30

nebo

35

4) 5,0 (velmi silná), 5,8 (slabá), 7,1 (velmi slabá), 9,8 (slabá), 10,3 (slabá), 10,9 (slabá), 11,4 (slabá), 12,4 (střední), 12,8 (střední), 13,9 (silná), 14,4 (silná), 14,6 (velmi silná), 15,0 (střední), 15,7 (velmi slabá), 16,6 (velmi slabá), 17,5 (velmi slabá), 19,3 (slabá), 20,3 (slabá), 20,9 (slabá), 21,4 (slabá), 21,9 (střední), 22,7 (slabá), 23,3 (slabá), 24,3 (střední), 24,6 (střední), 25,3 (střední), 25,9 (slabá), 26,9 (slabá), 27,8 (střední), 28,7 (silná) a 29,2 (slabá),

40

nebo

- 5) 4,6 (velmi silná), 6,1 (velmi slabá), 8,0 (velmi slabá), 10,5 (velmi slabá), 12,2 (střední), 12,7 (silná), 13,8 (střední), 14,4 (velmi slabá), 15,0 (střední), 15,9 (střední), 16,6 (slabá), 17,8 (slabá), 18,3 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,0 (velmi slabá), 20,1 (střední), 21,0 (slabá), 21,8 (střední), 22,9 (střední), 23,6 (střední), 24,7 (slabá), 25,7 (střední), 27,4 (slabá), 28,0 (slabá) a 29,5 (velmi slabá),

nebo

- 6) 5,7 (velmi silná), 6,4 (velmi slabá), 10,1 (střední), 11,3 (velmi silná), 14,9 (slabá), 17,0 (velmi slabá), 19,5 (slabá), 21,3 (slabá), 22,6 (střední), 23,9 (velmi slabá), 24,7 (slabá), 25,7 (slabá), 26,8 (slabá) a 28,4 (slabá),

nebo

- 7) 5,9 (velmi slabá), 10,2 (slabá), 11,6 (velmi slabá), 15,1 (velmi slabá), 17,2 (velmi slabá), 19,4 (slabá), 21,4 (slabá), 24,6 (slabá), 26,0 (velmi slabá), 26,7 (slabá), 28,1 (velmi slabá) a 29,4 (velmi slabá),

nebo

- 8) 4,7 (velmi silná), 7,0 (velmi slabá), 9,5 (velmi slabá), 10,5 (velmi slabá), 10,9 (slabá), 12,1 (střední), 12,6 (střední), 13,1 (velmi slabá), 13,9 (střední), 14,2 (silná), 15,1 (slabá), 16,3 (velmi slabá), 17,5 (velmi slabá), 19,0 (velmi slabá), 19,4 (velmi slabá), 20,2 (slabá), 21,0 (velmi slabá), 21,4 (velmi slabá), 21,9 (střední), 22,2 (velmi slabá), 22,5 (slabá), 23,1 (slabá), 24,5 (slabá), 24,8 (slabá), 25,2 (střední), 26,1 (slabá), 26,5 (slabá), 26,8 (velmi slabá), 28,1 (slabá), 28,9 (silná) a 29,6 (velmi slabá),

nebo

- 9) 3,3 (střední), 3,4 (střední), 3,6 (střední), 5,6 (velmi slabá), 5,9 (velmi slabá), 6,5 (velmi silná), 6,8 (střední), 7,2 (silná), 8,8 (střední), 9,4 (velmi slabá), 9,5 (velmi slabá), 9,7 (velmi slabá), 10,2 (velmi slabá), 10,8 (slabá), 11,2 (velmi slabá), 11,6 (velmi slabá), 12,0 (střední), 13,0 (velmi slabá), 16,2 (střední), 17,1 (slabá), 17,4 (velmi slabá), 17,8 (slabá), 18,0 (slabá), 18,7 (slabá), 19,2 (velmi slabá), 19,9 (střední), 20,1 (střední), 20,6 (slabá), 21,1 (slabá), 21,6 (velmi slabá), 22,1 (slabá), 22,6 (slabá), 23,0 (velmi slabá), 23,3 (velmi slabá), 23,4 (velmi slabá), 23,8 (slabá), 24,1 (slabá), 24,4 (velmi slabá), 25,0 (slabá), 25,3 (slabá), 25,7 (slabá), 27,8 (velmi slabá) a 28,3 (slabá),

nebo

- 10) 3,2 (střední) a 6,4 (střední),

nebo

- 11) 6,4 (silná), 7,8 (velmi slabá), 9,3 (slabá), 11,0 (slabá), 11,8 (velmi slabá), 12,9 (velmi slabá), 14,7 (velmi slabá), 15,2 (velmi slabá), 15,8 (velmi slabá), 16,6 (slabá), 17,4 (slabá), 18,3 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,3 (velmi slabá), 19,9 (velmi slabá), 20,5 (střední), 21,1 (slabá), 21,8 (slabá), 22,2 (střední), 22,7 (střední), 25,9 (střední), 26,5 (velmi slabá), 27,0 (slabá), 27,9 (slabá), 28,5 (slabá) a 28,9 (silná), a směsi těchto hydrátů.

2. Hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny podle nároku 1 obecného nároku 1 obecného vzorce I, ve kterém M a M₁ oba znamenají sodík, přičemž krystalové formy

hydrátů obecného vzorce I jsou charakterizované rentgenovými difraktogramy, které vykazují v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

1) 2,9 (silná), 4,9 (slabá), 5,7 (velmi silná), 7,5 (střední), 10,3 (střední), 11,4 (střední), 12,4 (střední), 13,1 (silná), 14,3 (silná), 15,1 (velmi slabá), 15,9 (střední), 17,4 (silná), 17,8 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 20,0 (silná), 20,6 (velmi slabá), 21,6 (velmi slabá), 21,6 (velmi slabá), 22,4 (slabá), 22,7 (silná), 23,0 (slabá), 23,2 (střední), 23,4 (střední), 23,8 (střední), 24,6 (střední), 25,0 (střední), 25,5 (slabá), 25,8 (slabá), 26,1 (slabá), 26,4 (velmi slabá), 27,2 (střední), 27,4 (střední), 27,8 (slabá), 28,3 (velmi slabá) a 29,2 (slabá),

10

nebo

2) 6,4 (silná), 6,6 (silná), 7,9 (slabá), 9,3 (střední), 11,1 (silná), 11,9 (velmi slabá), 12,7 (slabá), 13,2 (velmi slabá), 14,7 (velmi slabá), 15,2 (velmi slabá), 16,0 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,1 (slabá), 17,6 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,8 (slabá), 20,6 (střední), 21,1 (střední), 21,8 (slabá), 22,3 (silná), 22,5 (střední), 23,9 (slabá), 24,2 (velmi slabá), 25,0 (velmi slabá), 25,8 (velmi silná), 26,4 (střední), 27,2 (slabá), 28,1 (střední) a 29,2 (slabá),

15

nebo

20

3) 4,9 (velmi silná), 6,9 (velmi slabá), 9,7 (velmi slabá), 10,8 (velmi slabá), 12,3 (střední), 12,8 (střední), 13,8 (střední), 14,2 (střední), 14,5 (silná), 15,0 (slabá), 15,6 (velmi slabá), 15,9 (velmi slabá), 16,2 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,5 (velmi slabá), 18,2 (velmi slabá), 19,1 (velmi slabá), 19,8 (velmi slabá), 20,2 (slabá), 20,8 (velmi slabá), 21,4 (slabá), 21,8 (střední), 22,4 (střední), 23,1 (střední), 24,4 (střední), 25,2 (střední), 26,7 (slabá), 27,7 (velmi slabá) a 28,6 (střední),

25

nebo

4) 5,0 (velmi silná), 5,8 (slabá), 7,1 (velmi slabá), 9,8 (slabá), 10,3 (slabá), 10,9 (slabá), 11,4 (slabá), 12,4 (střední), 12,8 (střední), 13,9 (silná), 14,4 (silná), 14,6 (velmi silná), 15,0 (střední), 15,7 (velmi slabá), 16,6 (velmi slabá), 17,5 (velmi slabá), 19,3 (slabá), 20,3 (slabá), 20,9 (slabá), 21,4 (slabá), 21,9 (střední), 22,7 (slabá), 23,3 (slabá), 24,3 (střední), 24,6 (střední), 25,3 (střední), 25,9 (střední), 26,9 (slabá), 27,8 (střední), 28,7 (silná) a 29,2 (slabá),

30

nebo

5) 4,6 (velmi silná), 6,1 (velmi slabá), 8,0 (velmi slabá), 10,5 (velmi slabá), 12,1 (střední), 12,7 (silná), 13,8 (střední), 14,4 (velmi slabá), 15,0 (střední), 15,9 (střední), 16,6 (slabá), 17,8 (slabá), 18,3 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,0 (velmi slabá), 20,1 (střední), 21,0 (slabá), 21,8 (střední), 22,9 (střední), 23,6 (střední), 24,7 (slabá), 25,7 (střední), 27,4 (slabá), 28,0 (slabá) a 29,5 (velmi slabá),

40

a směsi těchto hydrátů.

3. Hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny podle nároku 1 obecného vzorce I, ve kterém M a M₁ oba znamenají vodík nebo sodík, přičemž krystalové formy hydrátů obecného vzorce I jsou charakterizované následujícími rentgenovými difraktogramy, které vykazují v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

6) 5,7 (velmi silná), 6,4 (velmi slabá), 10,1 (střední), 11,3 (velmi silná), 14,9 (slabá), 17,0 (velmi slabá), 19,5 (slabá), 21,3 (slabá), 22,6 (střední), 23,9 (velmi slabá), 24,7 (slabá), 25,7 (slabá), 26,8 (slabá) a 28,4 (slabá),

50

nebo

55

7) 5,9 (velmi slabá), 10,2 (slabá), 11,6 (velmi slabá), 15,1 (velmi slabá), 17,2 (velmi slabá), 19,4 (slabá), 21,4 (slabá), 24,6 (slabá), 26,0 (velmi slabá), 26,7 (slabá), 28,1 (velmi slabá) a 29,4 (velmi slabá),

5 a směsi těchto hydrátů.

4. Hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny podle nároku 1 obecného vzorce I, ve kterém M a M₁ oba znamenají draslík a x znamená 9 až 17, přičemž krystalová forma hydrátů obecného vzorce I je charakterizovaná rentgenovým difraktogramem, který
10 vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

8) 4,7 (velmi silná), 7,0 (velmi slabá), 9,5 (velmi slabá), 10,5 (velmi slabá), 10,9 (slabá), 12,1 (střední), 12,6 (střední), 13,1 (velmi slabá), 1,39 (střední), 14,2 (silná), 15,1 (slabá), 16,3 (velmi slabá), 17,5 (velmi slabá), 19,0 (velmi slabá), 19,4 (velmi slabá), 20,2 (slabá), 21,0 (velmi slabá),
15 21,4 (velmi slabá), 21,9 (střední), 22,2 (velmi slabá), 22,5 (slabá), 23,1 (slabá), 24,5 (slabá), 24,8 (slabá), 25,2 (střední), 26,1 (slabá), 26,5 (slabá), 26,8 (velmi slabá), 28,1 (slabá), 28,9 (silná) a 29,6 (velmi slabá),

20 a směsi těchto hydrátů.

5. Hydrát 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenové sloučeniny podle nároku 1 obecného vzorce I, ve kterém M a M₁ oba znamenají lithium a x znamená 9 až 30, přičemž krystalové formy hydrátů obecného vzorce I jsou charakterizované rentgenovými difraktogramy, které
25 vykazují v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

9) 3,3 (střední), 3,4 (střední), 3,6 (střední), 5,6 (velmi slabá), 5,9 (velmi slabá), 6,5 (velmi silná), 6,8 (střední), 7,2 (silná), 8,8 (střední), 9,4 (velmi slabá), 9,5 (velmi slabá), 9,7 (velmi slabá), 10,2 (velmi slabá), 10,8 (slabá), 11,2 (velmi slabá), 11,6 (velmi slabá), 12,0 (střední), 13,0 (velmi slabá), 16,2 (střední), 17,1 (slabá), 17,4 (velmi slabá), 17,8 (slabá), 18,0 (slabá), 18,7 (slabá), 19,2 (velmi slabá), 19,9 (střední), 20,1 (střední), 20,6 (slabá), 21,1 (slabá), 21,6 (velmi slabá), 22,1 (slabá), 22,6 (slabá), 23,0 (velmi slabá), 23,3 (velmi slabá), 23,4 (velmi slabá), 23,8 (slabá), 24,1 (slabá), 24,4 (velmi slabá), 25,0 (slabá), 25,3 (slabá), 25,7 (velmi slabá) a 28,3 (slabá),

35 nebo

10) 3,2 (střední) a 6,4 (střední),

40 nebo

11) 6,4 (silná), 7,8 (velmi slabá), 9,3 (slabá), 11,0 (slabá), 11,8 (velmi slabá), 12,9 (velmi slabá), 14,7 (velmi slabá), 15,2 (velmi slabá), 15,8 (velmi slabá), 16,6 (slabá), 17,4 (slabá), 18,3 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,3 (velmi slabá), 19,9 (velmi slabá), 20,5 (střední), 21,1 (slabá), 21,8 (slabá), 22,2 (střední), 22,7 (střední), 25,9 (střední), 26,5 (velmi slabá), 27,0 (slabá), 27,9 (slabá),
45 28,5 (slabá) a 28,9 (silná),

a směsi těchto hydrátů.

6. Hydrát podle nároku 2, který je v krystalové formě B, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 až 30° dále uvedené absorpce:

1) 2,9 (silná), 4,9 (slabá), 5,7 (velmi silná), 7,5 (střední), 10,3 (střední), 11,4 (střední), 12,4 (střední), 13,1 (silná), 14,3 (silná), 15,1 (velmi slabá), 15,9 (střední), 17,4 (silná), 17,8 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 20,0 (silná), 20,6 (velmi slabá), 21,1 (velmi slabá), 21,6 (velmi slabá),
55

22,4 (slabá), 22,7 (silná), 23,0 (slabá), 23,2 (střední), 23,4 (střední), 23,8 (střední), 24,6 (střední), 25,0 (střední), 25,5 (slabá), 25,8 (slabá), 26,1 (slabá), 26,4 (velmi slabá), 27,2 (střední), 27,4 (střední), 27,8 (slabá), 28,3 (velmi slabá) a 29,2 (slabá),

5 a směsi těchto hydrátů.

7. Hydrát podle nároku 2 obecného vzorce I, ve kterém x znamená 14 až 20, který je v krystalové formě C, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

10

2) 6,4 (silná), 6,6 (silná), 7,9 (slabá), 9,3 (střední), 11,1 (silná), 11,9 (velmi slabá), 12,7 (slabá), 13,2 (velmi slabá), 14,7 (velmi slabá), 15,2 (velmi slabá), 16,0 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,1 (slabá), 17,6 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,8 (slabá), 20,6 (střední), 21,1 (střední), 21,8 (slabá), 22,3 (silná), 22,5 (střední), 23,9 (slabá), 24,2 (velmi slabá), 25,0 (velmi slabá), 25,8 (velmi silná), 26,4 (střední), 27,2 (slabá), 28,1 (střední) a 29,2 (slabá),

15

a směsi těchto hydrátů.

8. Hydrát podle nároku 2 obecného vzorce I, ve kterém x znamená 10 až 14, který je v krystalové formě D, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

20

3) 4,9 (velmi silná), 6,9 (velmi slabá), 9,7 (velmi slabá), 10,8 (velmi slabá), 12,3 (střední), 12,8 (střední), 13,8 (střední), 14,2 (střední), 14,5 (silná), 15,0 (slabá), 15,6 (velmi slabá), 15,9 (velmi slabá), 16,2 (velmi slabá), 16,5 (slabá), 17,5 (velmi slabá), 18,2 (velmi slabá), 19,1 (velmi slabá), 19,8 (velmi slabá), 20,2 (slabá), 20,8 (velmi slabá), 21,4 (slabá), 21,8 (střední), 22,4 (střední), 23,1 (střední), 24,4 (střední), 25,2 (střední), 26,7 (slabá), 27,7 (velmi slabá) a 28,6 (střední),

25

a směsi těchto hydrátů.

30

9. Hydrát podle nároku 2 obecného vzorce I, ve kterém x znamená 16 až 26, který je v krystalové formě E, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

35

4) 5,0 (velmi silná), 5,8 (slabá), 7,1 (velmi slabá), 9,8 (slabá), 10,3 (slabá), 10,9 (slabá), 11,4 (slabá), 12,4 (střední), 12,8 (střední), 13,9 (silná), 14,4 (silná), 14,6 (velmi silná), 15,0 (střední), 15,7 (velmi slabá), 16,6 (velmi slabá), 17,5 (velmi slabá), 19,3 (slabá), 20,3 (slabá), 20,9 (slabá), 21,4 (slabá), 21,9 (střední), 22,7 (slabá), 23,3 (slabá), 24,3 (střední), 24,6 (střední), 25,3 (střední), 25,9 (slabá), 26,9 (slabá), 27,8 (střední), 28,7 (silná) a 29,2 (slabá),

40

a směsi těchto hydrátů.

10. Hydrát podle nároku 2 obecného vzorce I, ve kterém x znamená 1 až 6, který je v krystalové formě A, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

45

5) 4,6 (velmi silná), 6,1 (velmi slabá), 8,0 (velmi slabá), 10,5 (velmi slabá), 12,1 (střední), 12,7 (silná), 13,8 (střední), 14,4 (velmi slabá), 15,0 (střední), 15,9 (střední), 16,6 (slabá), 17,8 (slabá), 18,3 (velmi slabá), 18,7 (velmi slabá), 19,0 (velmi slabá), 20,1 (střední), 21,0 (slabá), 21,8 (střední), 22,9 (střední), 23,6 (střední), 24,7 (slabá), 25,7 (střední), 27,4 (slabá), 28,0 (slabá) a 29,5 (velmi slabá),

50

a směsi těchto hydrátů.

11. Hydrát podle nároku 3 obecného vzorce I, ve kterém x znamená 4 až 10, který je v krystalové formě F, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

5 6) 5,7 (velmi silná), 6,4 (velmi slabá), 10,1 (střední), 11,3 (velmi silná), 14,9 (slabá), 17,0 (velmi slabá), 19,5 (slabá), 21,3 (slabá), 22,6 (střední), 23,9 (velmi slabá), 24,7 (slabá), 25,7 (slabá), 26,8 (slabá) a 28,4 (slabá),

a směsi těchto hydrátů.

10

12. Hydrát podle nároku 3 obecného vzorce I, ve kterém x znamená 4 až 10, který je v krystalové formě G, která je charakterizována rentgenovým difraktogramem, který vykazuje v oblasti 2-theta mezi 1 a 30° dále uvedené absorpce:

15 7) 5,9 (velmi slabá), 10,2 (slabá), 11,6 (velmi slabá), 15,1 (velmi slabá), 17,2 (velmi slabá), 19,4 (slabá), 21,4 (slabá), 24,6 (slabá), 26,0 (velmi slabá), 26,7 (slabá), 28,1 (velmi slabá) a 29,4 (velmi slabá),

a směsi těchto hydrátů.

20

13. Způsob přípravy disodné soli 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenu v krystalové formě A, podle nároku 10, **v y z n a ě n ý t í m**, že se postupně uvede v reakci chlorid kyseliny kyanurové s disodnou solí kyseliny 4,4'-diaminostilbendisulfonové, anilinem a diethanolaminem, pH směsi se nastaví koncentrovaným roztokem hydroxidu sodného na hodnotu 9,0 až 9,5 a směs se odpaří k suchu.

25

14. Způsob přípravy hydrátové krystalové formy C, D nebo E podle nároku 7, 8 nebo 9, **v y z n a ě n ý t í m**, že se hydrát krystalové formy C připraví neutralizací volné kyseliny 4,4'-ditriazinyl-amino-2,2'-disulfostilbenu, která má hydrátovou formu A pomocí zředěného hydroxidu sodného, homogenizací a stáním při teplotě místnosti; hydrátová krystalová forma D se připraví reakcí 4,4'-ditriazinylamino-2,2'-disulfostilbenu, který má hydrátovou formu A, s vodným roztokem chloridu sodného, stabilizací a homogenizací; a hydrát krystalové formy E se připraví reakcí volné kyseliny 4,4'-di-triazinylamino-2,2'-di-sulfostilbenu, která má hydrátovou formu A, s koncentrovaným roztokem hydroxidu sodného a homogenizací.

35

15. Způsob přípravy směsi dvou nebo více nových hydrátů obecného vzorce I podle nároku 2, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že zahrnuje smísení vodného roztoku elektrolytu anorganické soli a aktivní sloučeniny obecného vzorce I podle nároku 2.

40

16. Způsob podle nároku 15, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že anorganickým elektrolytem je halogenid nebo síran alkalického kovu.

17. Způsob podle nároku 16, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že halogenidem nebo síranem alkalického kovu je chlorid sodný nebo síran sodný nebo jejich směs.

45

18. Způsob pole kteréhokoli z nároků 15 až 17, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že zahrnuje a) nejprve přípravu vodného roztoku elektrolytu, b) naočkování tohoto roztoku elektrolytu předem připraveným vzorkem aktivní látky obecného vzorce I, získaného podle nároku 15, a za udržování hodnoty pH naočkovaného roztoku elektrolytu v rozmezí 7,5 až 9,0, c) přidání aktivní látky obecného vzorce I, jako volné kyseliny, alkálie a vody, současně a po částech, k naočkovanému roztoku elektrolytu.

50

19. Způsob podle nároku 18, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že v kroku b) se hodnota pH naočkovaného roztoku elektrolytu udržuje v rozmezí 8,0 až 8,5.

55

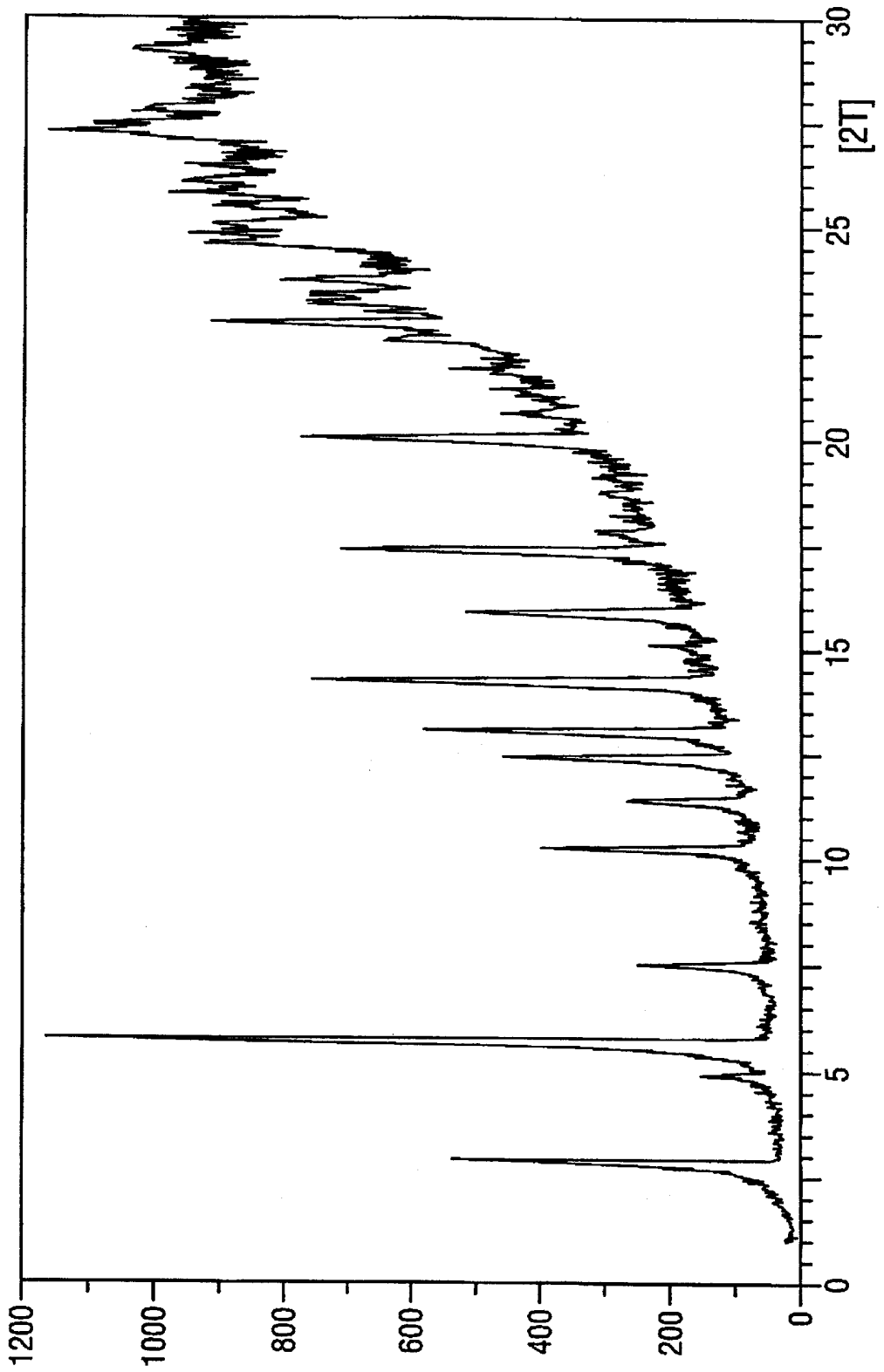
20. Způsob podle nároku 18, **vyznačující se tím**, že v kroku c) je alkálií hydroxid sodný.
- 5 21. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 15 až 20, **vyznačující se tím**, že voda a aktivní látka ve formě volné kyseliny se mísí dokud a) obsah aktivní látky v syntetizované směsi je v rozmezí 5 až 40 % hmotnostních a b) obsah elektrolytu v syntetizované směsi je v rozmezí 0,5 až 2,5 % hmotnostního.
- 10 22. Způsob podle nároku 21, **vyznačující se tím**, že voda a aktivní látka ve formě volné kyseliny se mísí dokud a) obsah aktivní látky v syntetizované směsi je v rozmezí 10 až 30 % hmotnostních a b) obsah elektrolytu v syntetizované směsi je v rozmezí 1 až 2 % hmotnostní.
- 15 23. Způsob podle nároku 21, **vyznačující se tím**, že voda a aktivní látka ve formě volné kyseliny se mísí dokud a) obsah aktivní látky v syntetizované směsi je v rozmezí 15 až 25 % hmotnostních a b) obsah elektrolytu v syntetizované směsi je přibližně 1,5 % hmotnostní.
- 20 24. Způsob podle kteréhokoli z nároků 13 až 23, **vyznačující se tím**, že očkovací krystaly se použijí ve formě malých krystalů, u kterých průměrná velikost zjevně nepřekročí 10 μm .
- 25 25. Způsob podle kteréhokoli z nároků 13 až 24, **vyznačující se tím**, že množství přidávaných očkovacích krystalů se pohybuje v rozmezí 0,1 až 60 % hmotnostních vzhledem k celkovému obsahu aktivní látky.
- 30 26. Způsob podle nároku 25, **vyznačující se tím**, že množství přidávaných očkovacích krystalů se pohybuje v rozmezí 1 až 50 % hmotnostních vzhledem k celkovému obsahu aktivní látky.
- 35 27. Způsob podle nároku 26, **vyznačující se tím**, že množství přidávaných očkovacích krystalů se pohybuje v rozmezí 1 až 30 % hmotnostních vzhledem k celkovému obsahu aktivní látky.
28. Způsob podle kteréhokoli z nároků 13 až 27, **vyznačující se tím**, že reakční teplota pro přípravu směsi hydrátu obecného vzorce I leží v rozmezí 10 až 95 °C.
- 35 29. Způsob podle nároku 28, **vyznačující se tím**, že reakční teplota pro přípravu směsi hydrátu obecného vzorce I leží v rozmezí 35 až 55 °C.
- 40 30. Způsob přípravy formy F podle nároku 13, ve formě volné kyseliny, **vyznačující se tím**, že se okyselí sodná sůl 4,4'-di-triazinylamino-2,2'-di-sulfostilbenu kyselinou chlorovodíkovou a sražený produkt se filtruje.
- 45 31. Způsob přípravy sloučenin podle nároků 4 a 5, **vyznačující se tím**, že se neutralizuje volná forma kyseliny 4,4'-di-triazinylamino-2,2'-di-sulfostilbenu hydroxidem draselným nebo hydroxidem lithným.
- 50 32. Bělicí vodný prostředek, **vyznačující se tím**, že obsahuje 30 až 50 % hmotnostních aktivní látky ve formě jednoho nebo více nových hydrátů vzorce I nebo jejich směs, které jsou definovány v nároku 1.
- 55 33. Bělicí vodný prostředek, **vyznačující se tím**, že obsahuje 30 až 50 % hmotnostních aktivní látky ve formě jednoho nebo více nových hydrátových forem A, B, C, D a E vzorce I nebo jejich směs, které jsou definovány v nároku 2.

34. Vodný prostředek podle nároků 32 a 33, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje také elektrolyt.
- 5 35. Vodný prostředek podle nároku 34, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že elektrolytem je chlorid sodný nebo síran sodný nebo jejich směs.
- 10 36. Vodný prostředek podle kteréhokoli z nároků 32 a 35, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že také obsahuje jednu nebo více přísad vybraných ze skupiny obsahující dispergační činidla, plniva, ochranné koloidy, stabilizátory, vonné látky a ochranná činidla.
- 15 37. Vodný prostředek podle nároku 36, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že dispergačními činidly jsou aniontová dispergační činidla.
- 20 38. Vodný prostředek podle nároku 37, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že aniontová dispergační činidla jsou kondenzačními produkty aromatických sulfonových kyselin s formaldehydem, naftalensulfonátem nebo ligninsulfonátem.
- 25 39. Vodný prostředek podle nároku 38, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že kondenzační produkt aromatické sulfonové kyseliny s formaldehydem je kondenzační produkt ditolyethersulfonové kyseliny s formaldehydem.
- 30 40. Vodný prostředek podle nároku 36, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že plnivem nebo ochranným koloidem jsou modifikované polysacharidy odvozené od celulózy, nebo heteropolysacharidy, polyvinylalkoholy (PVA), polyvinylpyrrolidony (PVP), polyethylenglykoly (PEG) nebo křemičitany hliníku nebo křemičitany hořčíku a používají se v koncentracích v rozmezí 0,01 až 2 % hmotnostní vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.
- 35 41. Vodný prostředek podle nároku 40, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že modifikovaný polysacharid odvozený od celulózy nebo heteropolysacharid je xanthan nebo karboxymethylcelulóza.
- 40 42. Vodný prostředek podle nároku 36, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že stabilizátorem je ethylenglykol nebo propylenglykol a používá se v množství 0,2 až 5 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.
- 45 43. Vodný prostředek podle nároku 36, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že stabilizátorem je 1,2-benzizothiazolin-3-on, formaldehyd nebo chloracetamid a používá se v množství 0,1 až 1 % hmotnostní vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.
- 50 44. Způsob pro fluorescenční bělení papíru nebo textilního materiálu, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že zahrnuje kontakt papíru nebo textilního materiálu s vodným prostředkem podle kteréhokoli z nároků 34 až 43.
- 45 45. Způsob podle nároku 44, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že vodný prostředek se ředí na optimální koncentraci pro praktické použití pomocí přidání dalších přísad nebo vody.

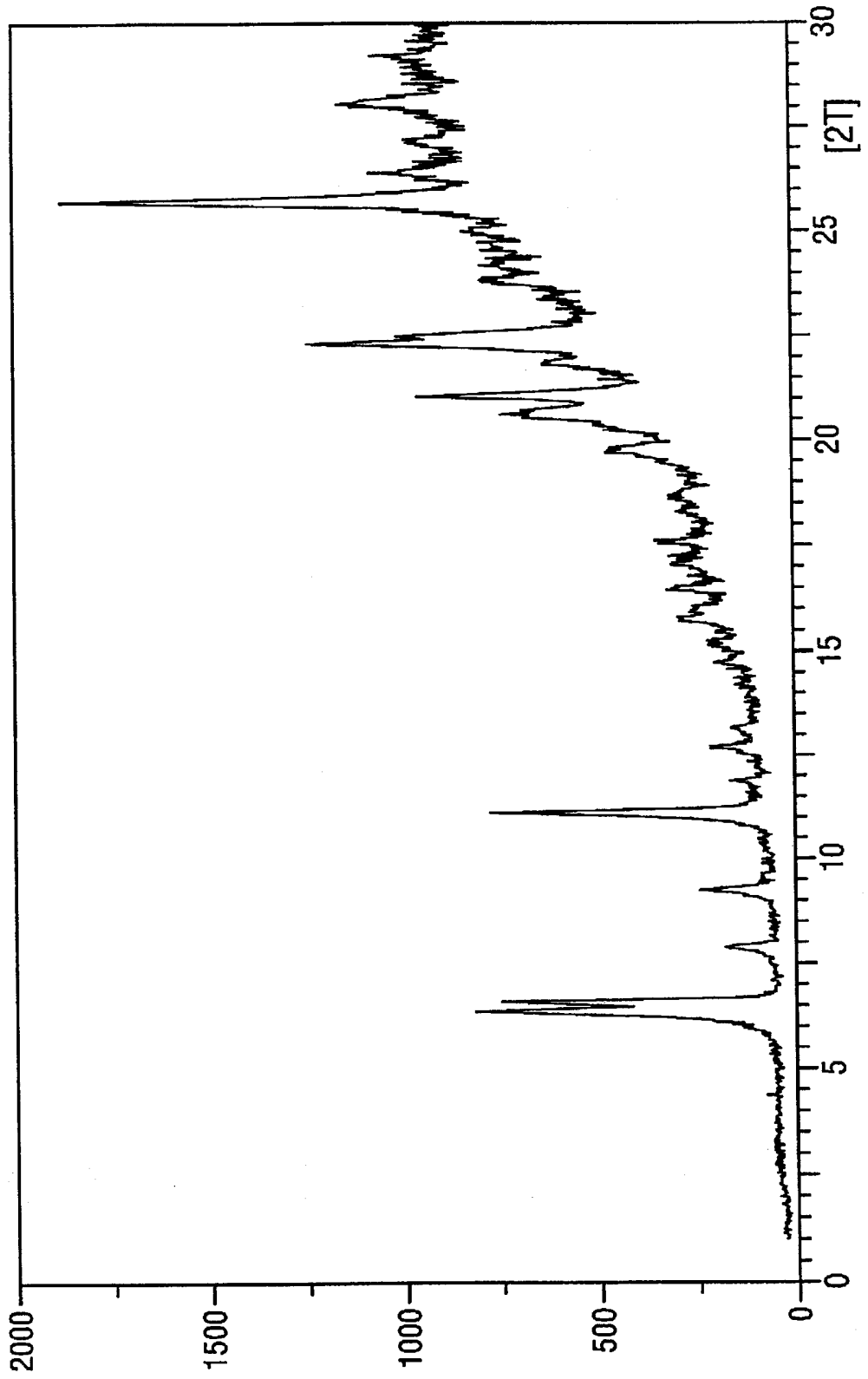
11 výkresů

50

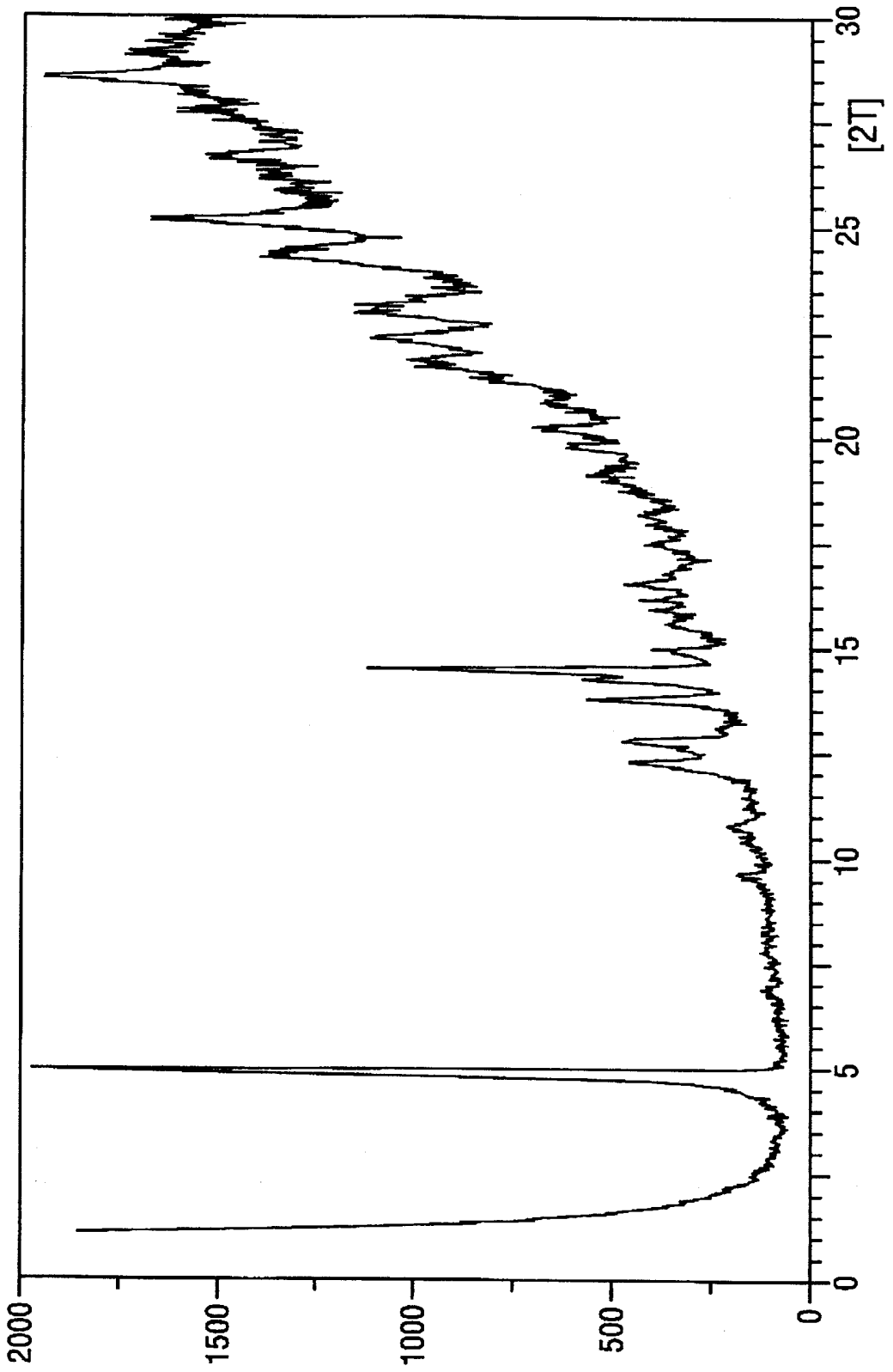
Obr. 1



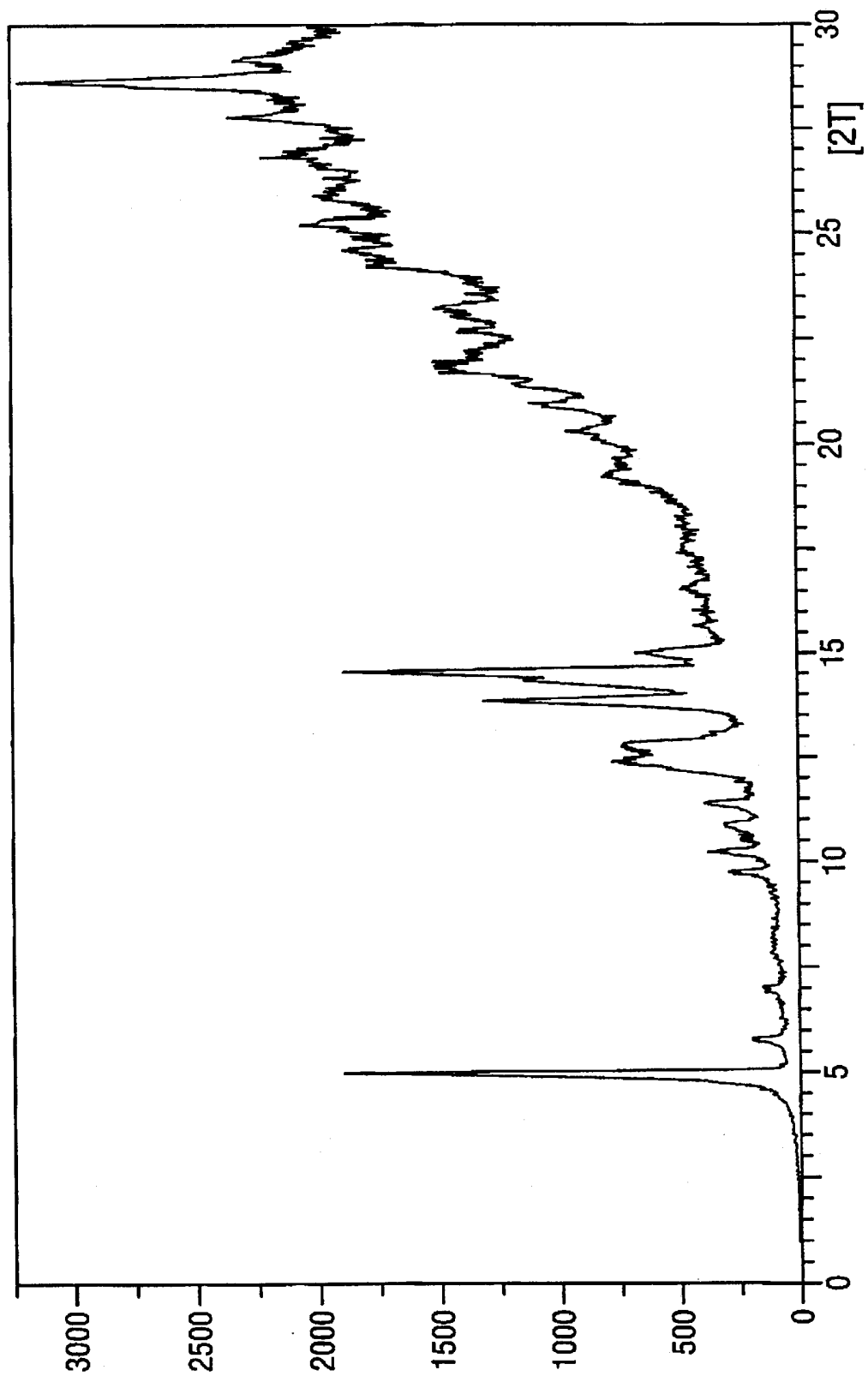
Obr. 2



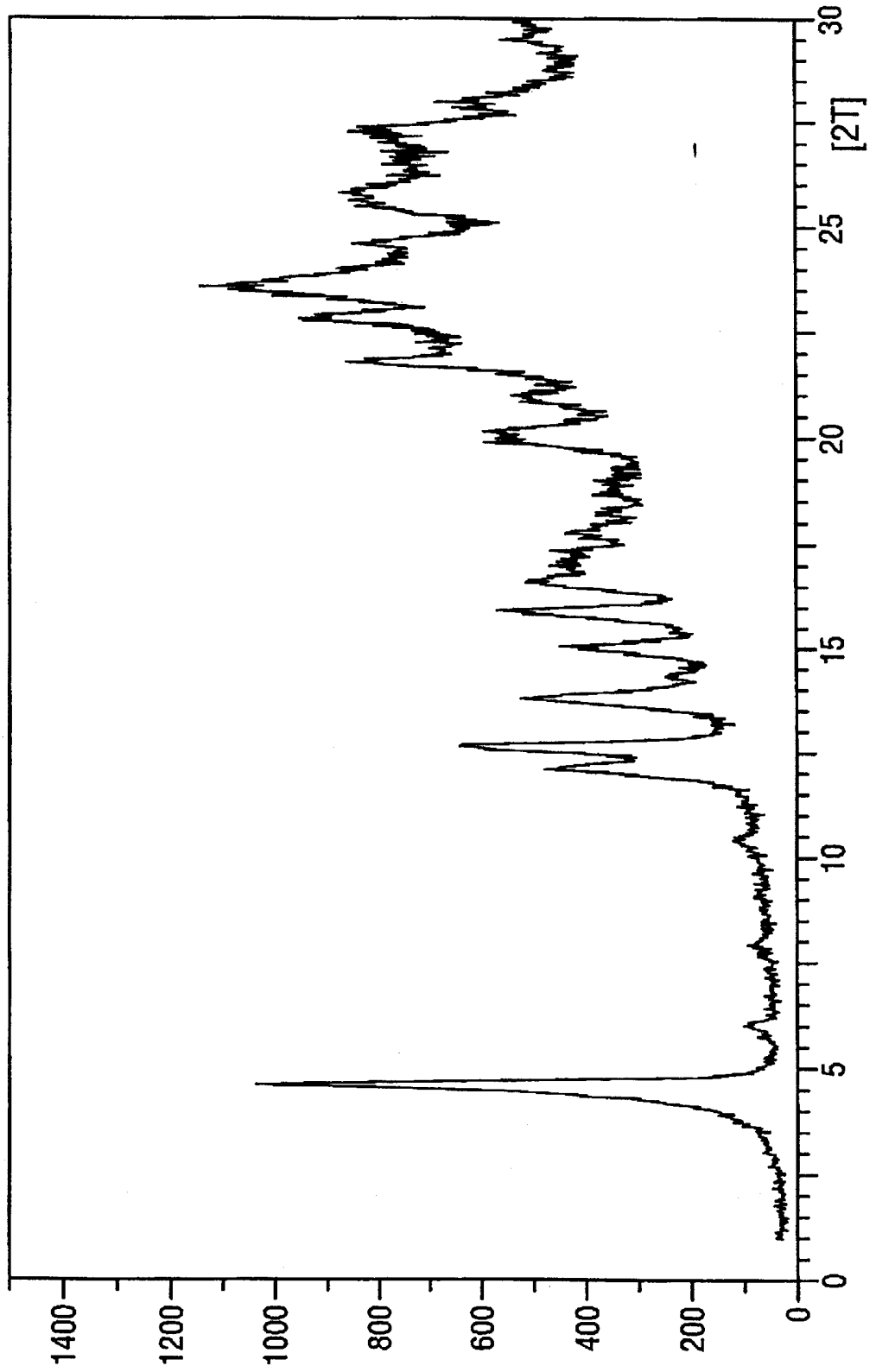
Obr. 3



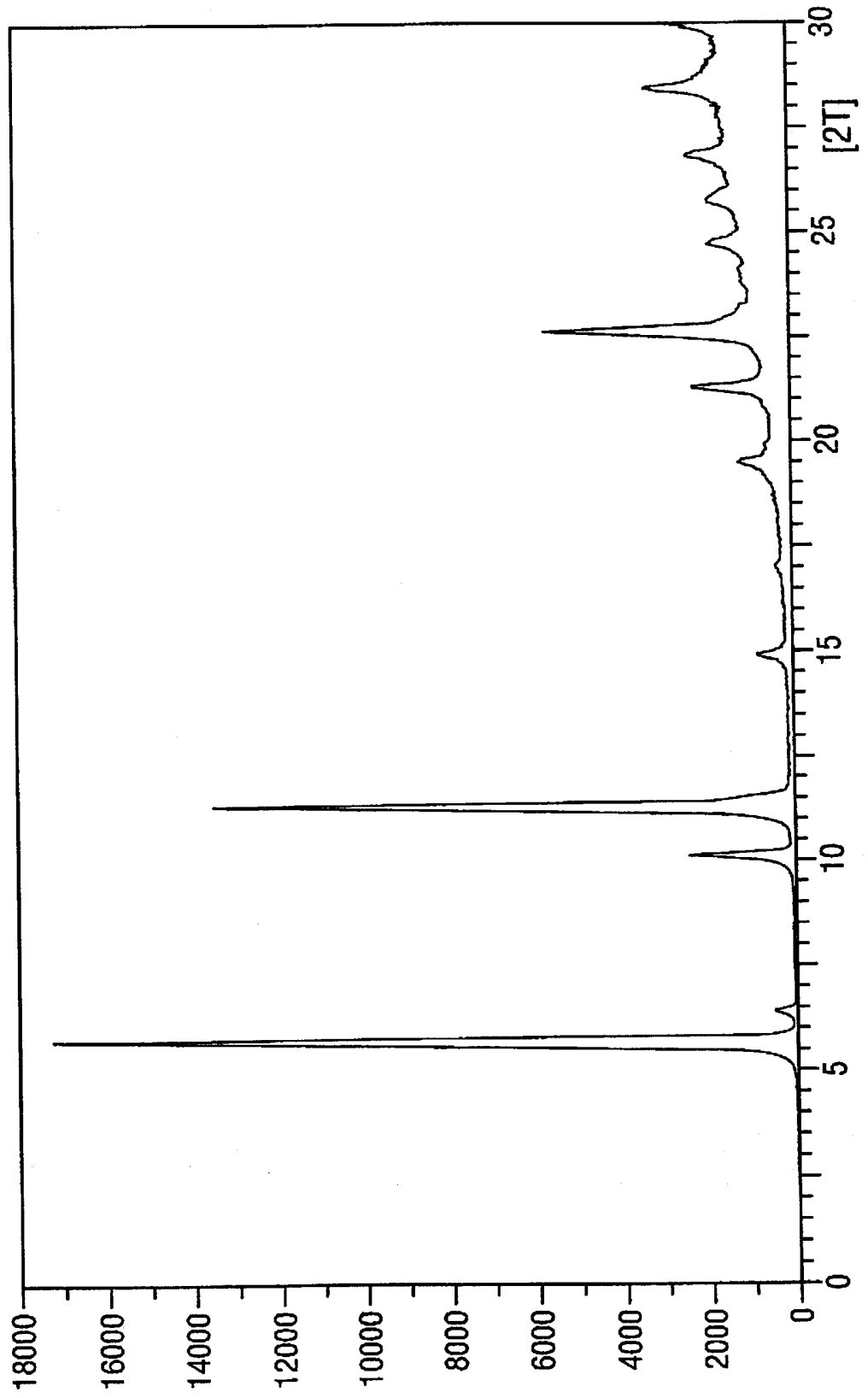
Obr. 4



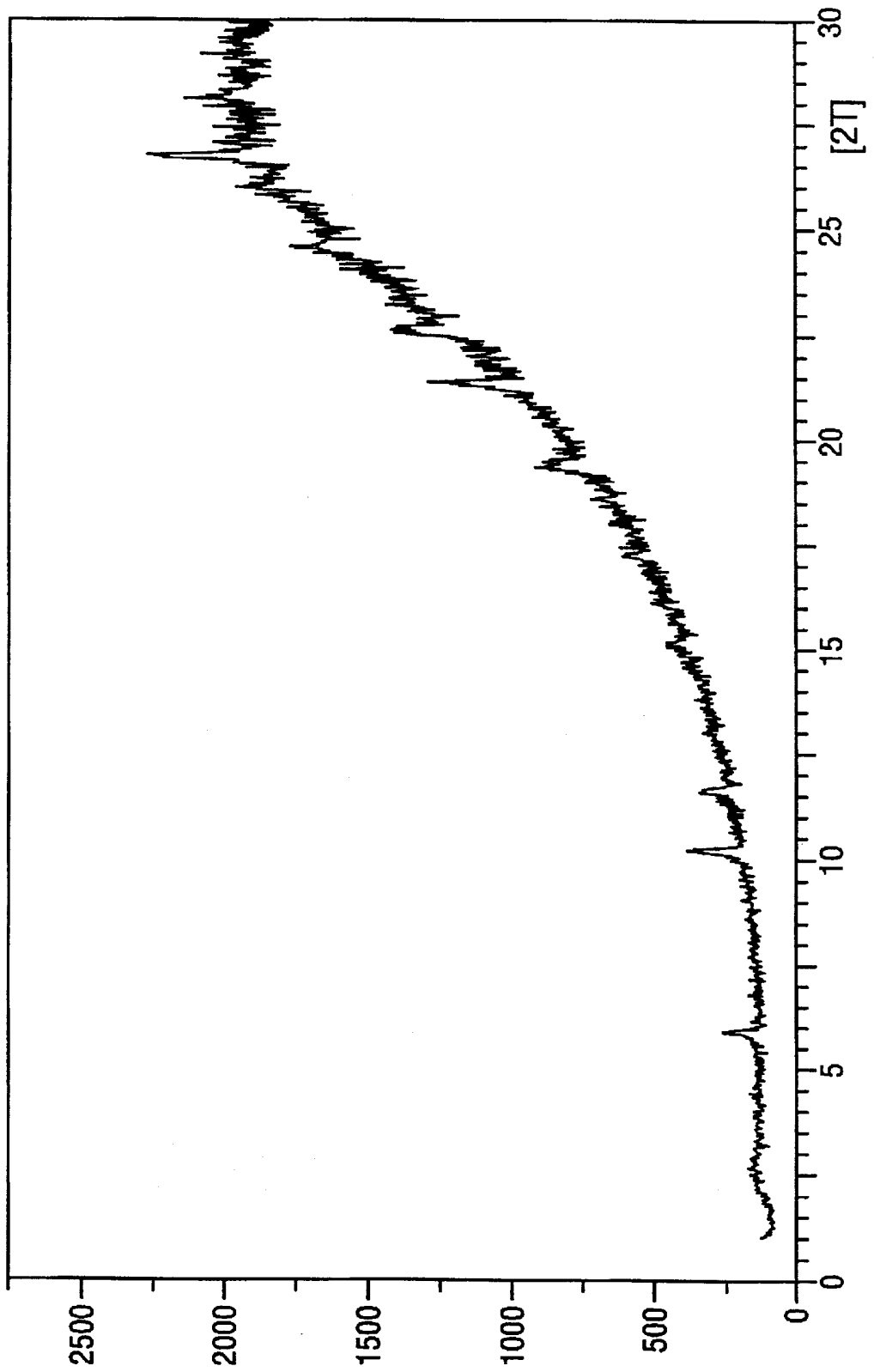
Obr. 5



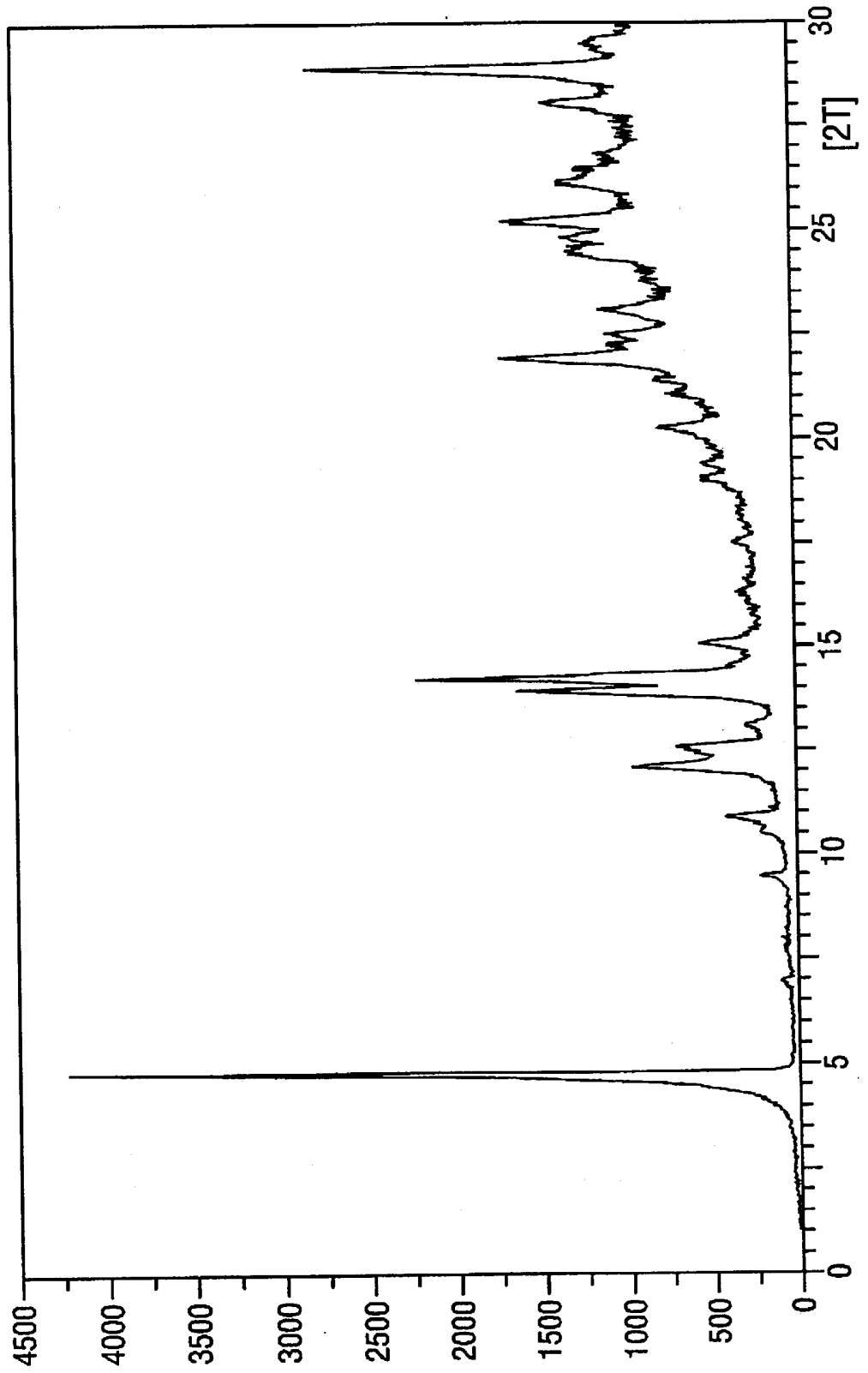
Obr. 6

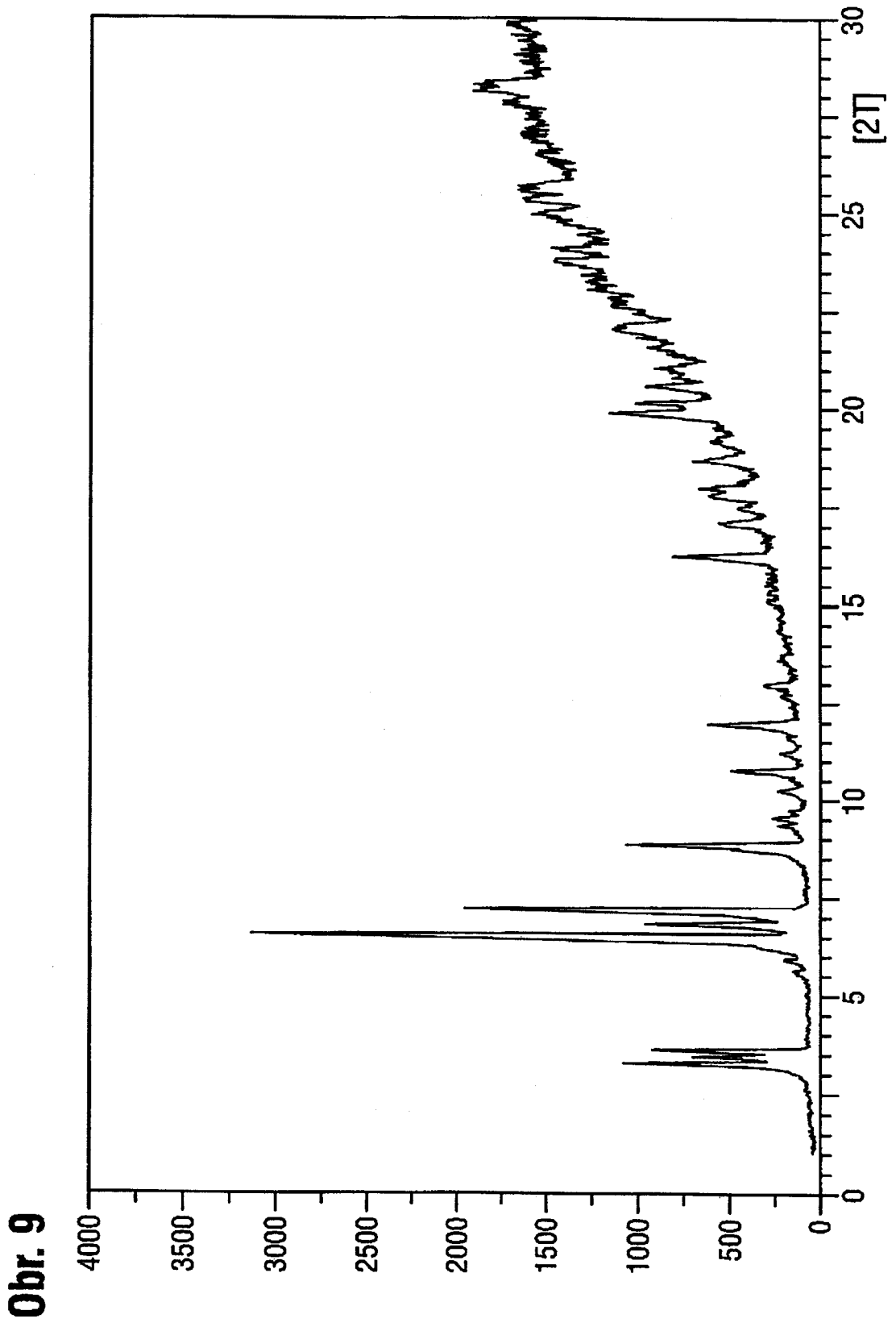


Obr. 7

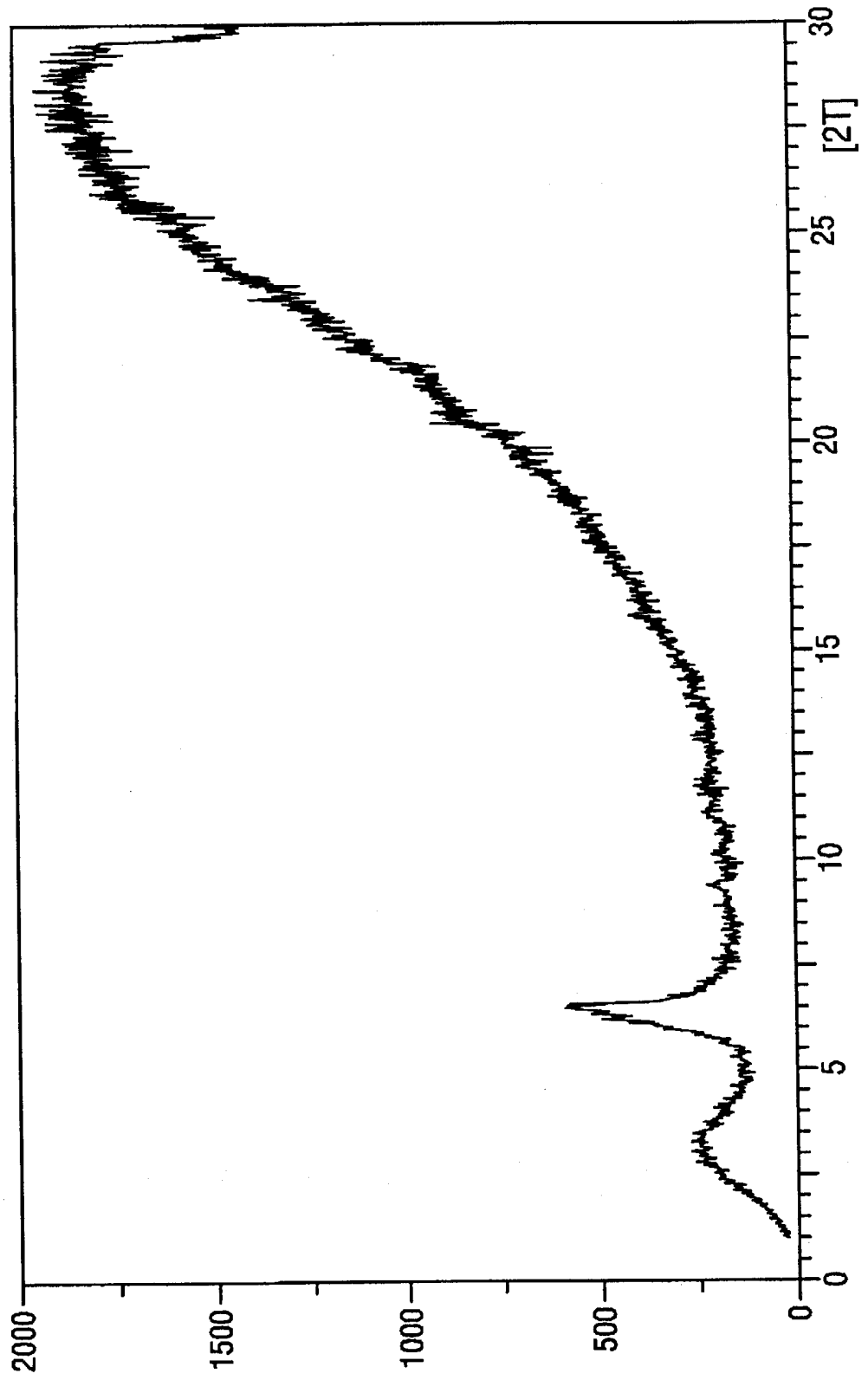


Obr. 8

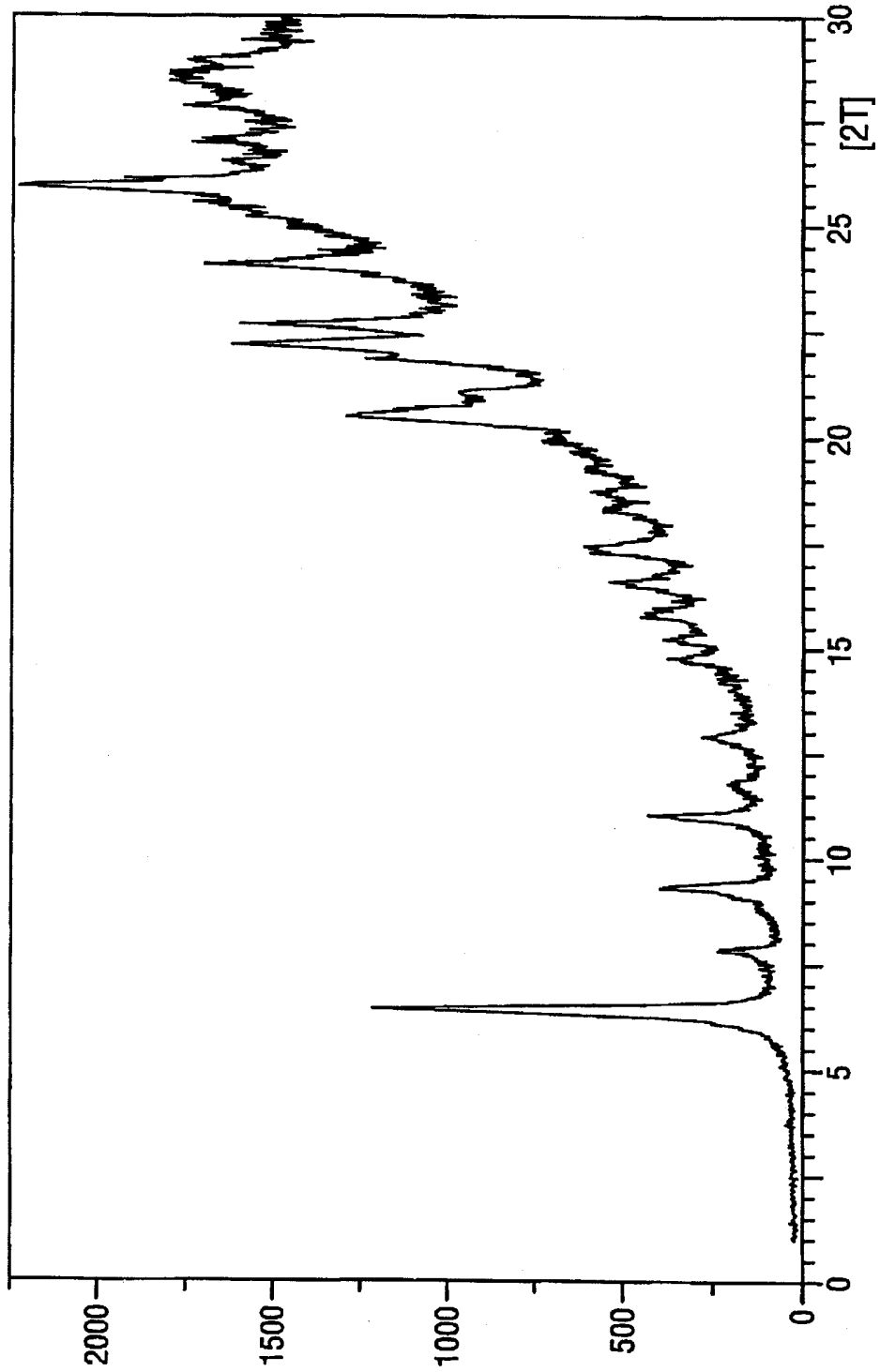




Obr. 10



Obr. 11



Konec dokumentu