

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵

C 07 C 233/46
C 07 C 231/02
D 06 P 1/649

(21) PV 3250-89.J
(22) Přihlášeno 30 05 89

(40) Zveřejněno 13 06 90
(45) Vydáno 20 12 91

(75) Autor vynálezu DVORSKÝ DRAHOMÍR ing. CSc., DVŮR KRÁLOVÉ N.L.,
SOCHA JAROMÍR ing. CSc., PARDUBICE

(54) 2-hydroxyethylamidy vícefunkčních
karboxylových kyselin

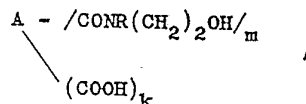
(57) Sloučeniny obecného vzorce I,
kde R je atom vodíku nebo skupina -
(CH₂)₂OH

A je zbytek alifatické nasycené karboxylové vícefunkční kyseliny nebo hydroxykyseliny s počtem uhlíků 3 až 6 nebo kyseliny nitriltriocetové nebo ethylendiaminotetraoctové nebo diethyltriaminopentaoctové

m je celé číslo 1, 2, 3, 4 nebo 5
k je 0, 1, 2, 3, 4 nebo 5 přičemž
 $k \leq m$

a způsob jejich přípravy působením monoethanolaminu, diethanolaminu nebo jejich směsi na vybrané vícefunkční nasycené alifatické karboxylyseliny a hydroxykyseliny.

Sloučeniny jsou vhodné pro dokončování
vybarvení a tisků nerozpustnými azobar-
vivy vyvíjenými na vlákně. Zlepšují
stálost vybarvení a tisků v otěru.



Vynález se týká 2-hydroxyethylamidů vybraných vícefunkčních nasycených karboxylových kyselin jako přípravků zlepšujících stálost v oteru při barvení nerozpustnými azobarvivy, vyvíjenými na vlákně, a způsobu jejich výroby.

Nerozpustná azobarviva vyvíjená na vlákně jsou skupinou barviv, jejichž uplatnění v poslední době značně pokleslo vzhledem k náročnému a komplikovanému postupu barvení. Jsou však dosud oblasti, kdy při barvení celulóзовých materiálů nelze tuto skupinu ničím nahradit. Kromě komplikovaného postupu mají tato jinak vysoce stálá barviva slabinu ve stálosti v oteru.

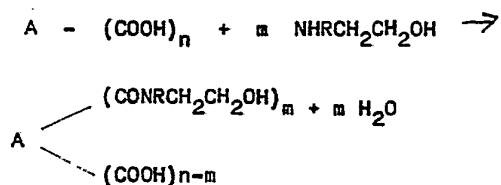
Výsledná stálost v oteru je závislá na přesném dodržení celé technologie barvení, přičemž značný vliv mají dokončovací operace po barvení. Pro co nejdokladnější odstranění povrchově ulpělého pigmentu barviva bylo vypracováno již téměř před 30 lety několika-stupňové dokončování, spočívající v praní, kyselení, praní, mydlení při 80 °C, praní, mydlení za varu a závěrečné praní. Tento dlouhý postup, známý pod označením Azekolor, je často na úkor stálosti zkracován.

Velmi důležitou součástí postupu je mydlení při 80 °C v lázni obsahující neionogenní TPP na bázi alkylpolyglykoléteru a sodnou sůl kyseliny nitrilotrioctové. Tato kombinace se přisuzuje synergický dispergační účinek.

Nově bylo zjištěno, že podstatného zvýšení účinku lze dosáhnout tehdy, pokud se místo soli kyseliny nitrilotrioctové použije jejího substituovaného amidu, vzniklého reakcí kyseliny nitrilotrioctové a monoethanolaminu nebo diethanolaminu. Podobný účinek se projevil i u reakčních produktů kyseliny ethylendiamintetraoctové a monoethanol či diethanolaminů. Zde je pozoruhodné, že sodné soli kyseliny ethylendiamintetraoctové tento účinek vůbec nemají. Podobný účinek byl sledován u derivátů kyseliny diethylentriaminopentaectové.

Dalším průzkumem byly zjištěny stejné účinky i u N-hydroxyethyl a N,N-dihydroxyethylamidů některých dalších vícefunkčních kyselin, a to alifatických nasycených karboxylových kyselin a hydroxykyselin s počtem uhlíků 3 až 6.

Sloučeniny podle vynálezu lze vyrobit reakcí výše uvedených vícefunkčních karboxylových kyselin a monoethanolaminu nebo diethanolaminu podle reakčního schématu.



kde A je zbytek vícefunkční nasycené kyseliny,

n je celé číslo 2, 3, 4 nebo 5,

m je celé číslo 1, 2, 3, 4 nebo 5.

Podrobný postup přípravy sloučenin podle vynálezu i jejich využití je patrný z následujících příkladů.

Příklad 1

V duplikátoru s míchadlem se smísí 384 kg kyseliny citranové bezvodé a 244 kg monoethanolaminu. V průběhu 20 minut od smísení se začne teplota směsi samovolně zvyšovat. Chlazením se režim samovolného ohřevu upraví tak, aby se směs ohřála v průběhu 45 minut nejvýše na 80 °C. Při této teplotě se ponechá směs reagovat dalších 60 minut. Po této době se reakční směs párou ohřeje na 120 °C a při této teplotě se udržuje po dobu 4 hodin. Analýzou pomocí NMR a IR spektroskopie byla potvrzena předpokládaná konstituce, odpovídající vzorci číslo 1 v tabulce 1.

Příklad 2

Ve skleněné aparatuře s míchadlem se smísí 191 g kyseliny nitrilotrioctové a 122 g monoethanolaminu. Teplota samovolně vystoupí na 50 °C. Reakční směs se dále ohřívá v průběhu 60 minut na 105 °C a při této teplotě se udržuje po dobu 3 hodin. Analýzou s využitím NMR a IR spektroskopie byla potvrzena konstituce odpovídající vzorci číslo 2 v tabulce 1.

Příklad 3

V podmínkách příkladu 2 se použije místo kyseliny nitrilotrioctové 157 g kyseliny ethylendiamin tetraoctové. Vzniklá sloučenina má konstituci odpovídající vzorci číslo 9 v tabulce 1.

Příklad 4

Bavlněná příze ve formě návínu na X cívkách se na barvicím aparátu obvyklou technologií vybarví kombinací naftolu číslo C.I. 4 a báze číslo C.I. 32 s fixací naftolu 12 g.kg⁻¹. Po kopulaci se příze pere v lázni obsahující

HCl 35 % 3 ml.l⁻¹

po dobu 10 minut při teplotě 50 °C a poměru lázně 1:10. Následuje krátké propláchnutí studenou vodou a mydlení v lázni obsahující

sloučeninu číslo 4 z tabulky 1 2 g.l⁻¹

textilní pomocný přípravek na bázi alkylpolyglykoléteru 1 g.l⁻¹

Teplota 80 °C, čas 10 minut, poměr lázně 1:10.

Po oplachu vodou teploty 50 °C následuje mydlení za varu v lázni obsahující

přípravek na bázi laurylsulfátu 2 g.l⁻¹

a uhličitán sodný bezvodý 1 g.l⁻¹

Doba zpracování 20 minut, poměr lázně 1:10.

Stálosti vybarvení v otěru za sucha vykazují zlepšení o 1,5 stupně, v otěru za mokra o 1 stupeň proti dokončování klasickým postupem s obvyklým praním a mydlením za varu.

Příklad 5

Bavlněná tkanina napuštěná alkalickým roztokem naftolu číslo C.I. 2 20 g.l⁻¹ se zasuší na hotflui a průchodem fulardem kopuluje v lázni obsahující roztok diazotované báze číslo C.I. 3. Po průchodu vzdušnou pasáží se tkanina zpracovává na širokopracím stroji. V jednotlivých vanách stroje jsou lázně

- | | |
|---|-----------------------|
| 1. vana, kyselina chlorovodíková 55 % | 5 ml.l ⁻¹ |
| 2.a3.vana, voda 50 °C | |
| 4.a5.vana, sloučenina číslo 2 z tabulky 1 | 3 g.l ⁻¹ |
| alkylpolyglykoléter | 0,5 g.l ⁻¹ |
| teplota 80 °C | |
| 6. vana, voda 80 °C | |
| 7.a8.vana, laurylsulfát, teplota 90 °C | 2 g.l ⁻¹ |
| 9. vana, voda 70 °C | |
| 10. vana, voda 20 °C | |

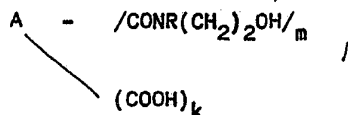
Stálosti vybarvení v otěru za sucha jsou o 1 stupeň lepší než u vybarvení dokončovaného klasickým postupem.

Tabulka 1

Vícesytná nasycená karboxylová kyselina	amin	Molární poměr	Sloučenina podle vynálezu
Kyselina citronová	monoethanolamin	1 : 2	$ \begin{array}{c} \text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \\ \text{CH}_2 \\ \\ \text{HO}-\text{CH}-\text{COOH} \\ \\ \text{CH}_2-\text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array} $
Kyselina nitrilotrioctová	monoethanolamin	1 : 2	$ \begin{array}{c} \text{CH}_2 - \text{CONH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \\ \text{N}-\text{CH}_2 - \text{COOH} \\ \\ \text{CH}_2 - \text{CONH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array} $
Kyselina citronová	diethanolamin	1 : 2	$ \begin{array}{c} \text{CH}_2 - \text{N} \begin{array}{l} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array} \\ \\ \text{HO}-\text{CH} - \text{COOH} \\ \\ \text{CH}_2 - \text{N} \begin{array}{l} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array} \end{array} $
Kyselina vinná	monoethanolamin	1 : 1	$ \begin{array}{c} \text{CO NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{COOH} \end{array} $
Kyselina vinná	diethanolamin	1 : 2	$ \begin{array}{c} \text{CON} \begin{array}{l} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{CON} \begin{array}{l} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array} \end{array} $
Kyselina jablečná	monoethanolamin	1 : 1	$ \begin{array}{c} \text{COOH} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{CH}_2 - \text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array} $
Kyselina glutarová	monoethanolamin	1 : 2	$ \begin{array}{c} \text{CH}_2 - \text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \\ \text{CH}_2 \\ \\ \text{CH}_2 - \text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array} $
Kyselina jantarová	monoethanolamin	1 : 1	$ \begin{array}{c} \text{CH} - \text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \\ \text{CH}_2 - \text{COOH} \end{array} $
Kyselina ethylendiamino- tetraoctová	monoethanolamin	1 : 3	$ \begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{N} \begin{array}{l} \text{CO}-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \text{CO}-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array} \\ \\ \text{CH}_2-\text{N} \begin{array}{l} \text{COOH} \\ \text{CO}-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array} \end{array} $

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. 2 - hydroxyethylamid karboxylové kyseliny obecného vzorce



kde R je atom vodíku nebo skupiny - (CH₂)₂OH

A je zbytek alifatické nasycené karboxylové vícefunkční kyseliny nebo hydroxykyseliny s počtem uhlíků 3 až 6 nebo kyseliny nitriloctové nebo ethylendiaminotetraoctové nebo diethylentriaminopentaoctové

m je celé číslo 1, 2, 3, 4 nebo 5

k je 0, 1, 2, 3, 4 nebo 5 přičemž $k \leq m$

2. Způsob přípravy sloučeniny podle bodu 1, vyznačený tím, že se působí monoethanolaminem, diethanolaminem nebo jejich směsí na nasycené vícefunkční alifatické karboxykyseliny nebo hydroxykyseliny s počtem uhlíků 3 až 6 nebo kyselinu nitriloctovou nebo ethylendiamintetraoctovou nebo diethylentriaminopentaoctovou při teplotě 60 až 150 °C.