



**ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY**

(22) Přihlášeno 04 03 82
(21) (PV 1469-82)

(40) Zveřejněno 14 05 84

(45) Vydáno 15 07 86

(11) (B1)

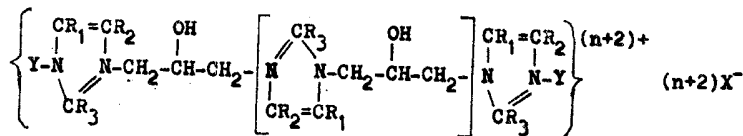
(51) Int. Cl.³
C 07 D 233/60

(75)
Autor vynálezu

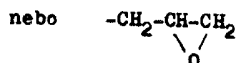
DVORSKÝ DRAHOMÍR ing., ČEŘOVSKÝ KAREL, DVŮR KRÁLOVÉ nad Labem

(54) **Sloučeniny ke kationizaci polymerů obsahujících hydroxylové skupiny a způsob jejich přípravy**

Vynález se týká sloučenin obecného vzorce



kde Y je skupina $\begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2 \\ | \quad | \\ \text{OH} \quad \text{X} \end{array}$



R_1, R_2, R_3 - alkyl s počtem uhlíků 1 až 3
nebo vodík

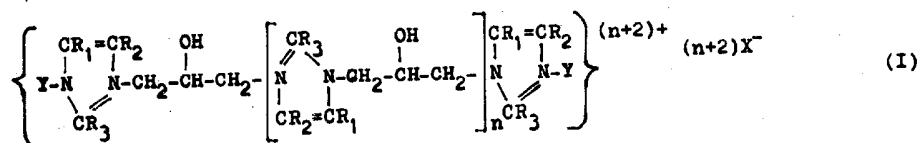
n je celé číslo 1, 2 nebo 3

X je Cl nebo Br

a způsobu jejích přípravy.

Sloučeniny podle vynálezu lze využít pro kationizaci polymerů obsahujících hydroxylové skupiny. Proti známým přípravkům se vyznačují substantivitou, takže je lze s výhodou využít při zeslechtování celuló-
zových vláken a stálosti vybarvení.

Vynález se týká sloučenin obecného vzorce I



kde Y je skupina vzorce $\begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2 \\ | \quad | \\ \text{OH} \quad \text{X} \end{array}$

nebo $\begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2 \\ | \quad | \\ \quad \text{O} \end{array}$

$\text{R}_1, \text{R}_2, \text{R}_3$ je alkyl s počtem uhlíku 1 až 3 nebo vodík,
n je celé číslo 1, 2 nebo 3 a
X je Cl nebo Br

určených ke kationizaci polymerů obsahujících hydroxylové skupiny a způsobu výroby těchto sloučenin.

Kvarterní amoniové sloučeniny, schopné reagovat s hydroxylovými skupinami přírodních i syntetických polymerních látek našly uplatnění v řadě technologických postupů zpracování celulózy, škrobu, polyvinylalkoholu a dalších substrátů.

Využívají se například pro zvýšení barvitelnosti celulózových textilních vláken a zvýšení stálosti vybarvení pro přípravu nerozpustných škrobů a pro potlačení rozpustnosti polyvinylalkoholových vláken ve vodě.

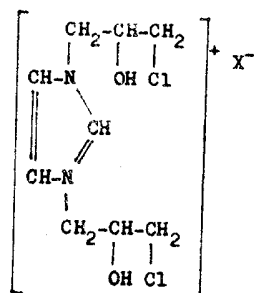
V poslední době byly chráněny sloučeniny se dvěma reaktivními epoxidovými nebo chlórhydrinovými skupinami, které se vyznačují tím, že jsou schopny polymery obsahující hydroxylové skupiny síťovat.

Velký význam těchto sloučenin pro zušlechťování textilních vláken je nesporný, neboť současně se zlepšením koloristických vlastností substrátu dochází i ke zvýšení nežehlivosti či nemačkovosti.

Nevýhodou těchto látek, pro některé způsoby aplikace, však je to, že nemají prakticky žádnou substantivitu, takže při aplikaci z dlouhé lázně je značné množství přípravku nevyužito. Tuto nevýhodu odstraňuje využití sloučenin podle vynálezu, jejichž konstituce je charakterizována několikanásobným opakováním základní reaktivní jednotky na imidazolovém skeletu, čímž je dáno proti jednoduché difunkční sloučenině zvýšení substantivity. V neutrálním nebo slabě kyselém nebo slabě alkalickém prostředí tedy dochází k vytahování sloučenin podle vynálezu na celulózová vlákna.

Zvýšením alkality na hodnotu pH 12 až 14 dochází k reakci reaktivních skupin s celulózou při současném částečném nebo úplném rozpadu sloučeniny podle vynálezu na aktivní sloučeniny s jedním či dvěma skelety imidazolu.

Ve srovnání s jednoduchými difunkčními sloučeninami na bázi imidazolu charakterizovanými vzorcem



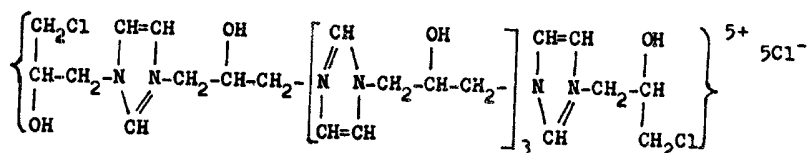
kde X^- je aniont silné anorganické nebo organické kyseliny, je účinek sloučenin podle vynálezu při délkách lázní 1 : 5 až 1 : 50 2 až 5krát vyšší.

Sloučeniny podle vynálezu lze vyrobit reakcí imidazolu nebo jeho derivátů a epihalogenhydrinu v bezvodém prostředí za přítomnosti organických rozpouštědel mísitelných s epihalogenhydrinem nebo rozpouštějících imidazol a jeho deriváty. Podmínkou současně je, aby rozpouštědlo nereagovalo při teplotách do 50 °C s epihalogenhydrinem. Jako příklad mohou sloužit nižší alkoholy, aceton, uhlovodíky slifatické i cyklické.

Příprava sloučenin podle vynálezu je popsána v těchto příkladech.

P ř í k l a d 1

Ve skleněné bečce opatřené míchadlem, skleněným teploměrem a zpětným chladičem se rozpustí 68 g imidazolu v 50 g etanolu. Za stálého míchání se během 2 hodin postupně přikapává 111 g epichlorhydrinu. Teplota se chlazením udržuje na 30 až 35 °C. Po přidání epichlorhydrinu se teplota ponechá samovolně zvýšit na 45 °C a na této hodnotě se udržuje až do té doby, pokud nezačne samovolně klesat. Reakční směs se nechá vychladnout a ze chladu vypadnou drobné krystalky sloučeniny vzorce



Krystaly se na filtru promyjí studeným etanolem a v exsikátoru se vysuší. Výtěžek je 89 % teorie.

P ř í k l a d 2

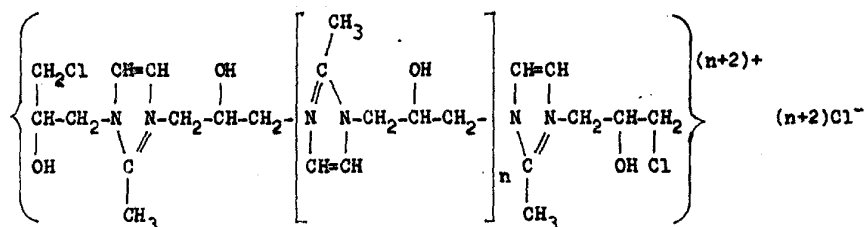
Do vychladlé reakční směsi podle příkladu 1 před vypadnutím krystalů sloučeniny 1 se pozvolna, za stálého míchání, přidává 16 g NaOH rozpuštěného ve 100 ml etanolu, po vypadnutí krystalů sloučeniny, která proti konstituci 1 má místo chlorhydrinových skupin skupiny $-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2$ se izolace produktu dokončí podle příkladu 1. Výtěžek je 85 % teorie.

se izolace produktu dokončí podle příkladu 1.
Výtěžek je 85 % teorie.

Příklad 3

Při stejném postupu jako u příkladu 1 se místo 68 g imidazolu použije 82 g 2-methylimidazolu a místo 50 g etenolu stejné množství acetonu.

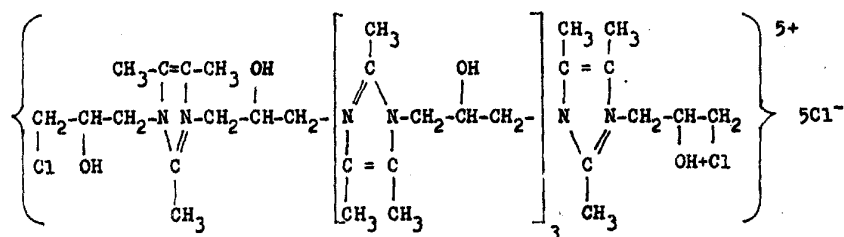
Výsledná sloučenina má konstituci



Celkový výtěžek reakce (počítáno na 2-methylimidazol) je 86 %, přičemž 81 % výtěžku reakce činí sloučenina s $n = 3$, zbytek jsou sloučeniny, kde n je rovno 2, 1 a 0.

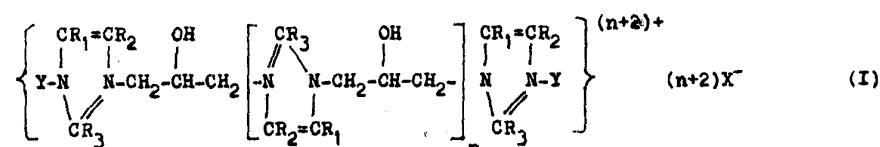
Příklad 4

Při stejném postupu jako u příkladu 1 se místo 68 g imidazolu použije 110 g 2,4,5-trimethylimidazolu. Výsledná sloučenina má konstituci:



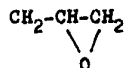
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Sloučeniny ke kationizaci polymerů obsahujících hydroxylové skupiny obecného vzorce I



kde Y je skupina vzorce $\begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2 \\ | \\ \text{OH} \quad \text{X} \end{array}$

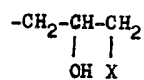
nebo



X je Cl nebo Br,

R_1, R_2, R_3 je alkyl s počtem uhlíků 1 až 3 nebo vodík a n je celé číslo 1, 2 nebo 3.

2. Způsob přípravy sloučenin podle bodu 1 obecného vzorce I, kde Y je skupina vzorce



vyznačený tím, že se působí epichlorhydrinem nebo epibromhydrinem na imidazol nebo jeho deriváty obecného vzorce II



(II)

kde R_1 , R_2 , R_3 a X mají význam uvedený v bodě 1, za přítomnosti organických rozpouštědel rozpouštějících alespoň jednu složku reakční směsi.

3. Způsob podle bodu 2, vyznačující se tím, že se reakce provádí v bezvodém prostředí v přítomnosti organických rozpouštědel vybraných ze skupiny zahrnující nižší alkoholy, aceton, alifatické uhlovodíky a cyklické uhlovodíky.