

CZ 280 443 B6

280 443

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 17. 01. 96

100 1 1/042

$$Z \left[\begin{array}{c} \text{CH}_2 - \underset{\text{OH}}{\text{CH}} - \text{CH}_2 - \text{M} \\ \text{CH}_2 - \text{Y} \\ \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{X} \\ \text{OH} \\ \text{CH} - \text{CH}_2 \\ \text{O} \end{array} \right]_n^+ \quad \begin{array}{l} n\text{X}^- \\ \\ \\ \\ \end{array} \quad \begin{array}{l} \text{I} \\ \\ \text{a} \\ \text{b} \end{array}$$


Sloučeniny pro kationizaci textilních vláknenných materiálů, způsob jejich přípravy a způsob zušlechťování textilních vláknenných materiálů těmito sloučeninami

Oblast techniky

Vynález se týká sloučenin pro kationizaci textilních vláknenných materiálů, zejména pro modifikaci celulóзовých a proteino-vých vláknenných materiálů kationtovými skupinami, způsobu přípra-vy těchto sloučenin a současně způsobu zušlechťování vláknenných materiálů pomocí těchto sloučenin, resp. použití těchto sloučenin při kationizaci textilních materiálů. Sloučeniny jsou určeny ke kationizaci polymerů, obsahujících hydroxylové skupiny, a jsou schopné reagovat s těmito přírodními i syntetickými skupinami polymerních látek.

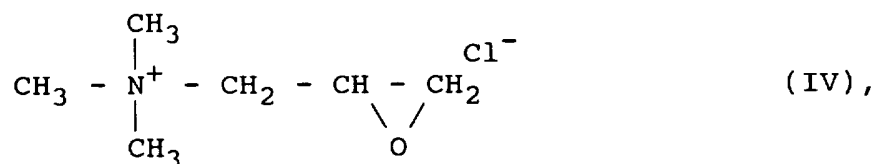
Kationizační sloučeniny se využívají v řadě technologických postupů při zpracování zejména celulózy a především se uplatňují pro zvýšení barvitelnosti textilních vláken a zvýšení stálosti vybarvení.

Dosavadní stav techniky

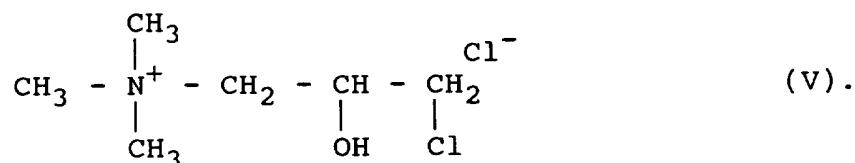
Modifikace vláknenných, zejména celulóзовých materiálů, je již řadu let známou oblastí textilního zušlechťování, a to rovněž pod označením kationizace celulózy. Jedná se převážně o zlepšení barvitelnosti textilních materiálů aniontovými barvivy.

V průběhu posledních dvacetipěti let byly nalezeny různé sloučeniny pro kationizaci, převážně pro celulóзовá vlákna. Obec-ně se tyto sloučeniny vyznačují tím, že mají ve své molekule kvarterní dusíkový atom a dále mají reaktivní skupinu, schopnou éterifikovat či esterifikovat alkoholické -OH skupiny makromole-kuly celulózy.

Mezi prvními byly chráněny sloučeniny, vzniklé reakcí tri-metylaminu a epichlorhydrinu, a to francouzským patentem číslo 2 061 533 z roku 1969. Jedná se o látky obecného vzorce IV.



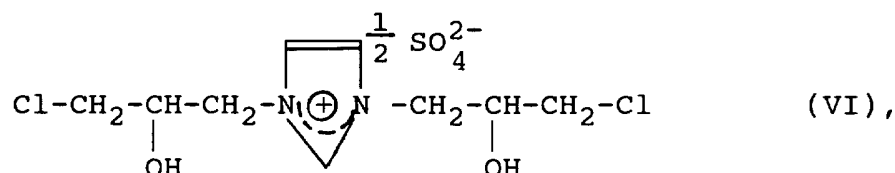
nebo V



Modifikace celulózových vláken těmito sloučeninami se projevila výrazně zlepšenou barvitelností, především reaktivními barvivy. Převážily však nevýhody, a to především nízké využití při vlastní reakci s celulózou, špatná reprodukovatelnost celého postupu v provozních podmínkách a v neposlední řadě rybí zápach při aplikaci přípravků.

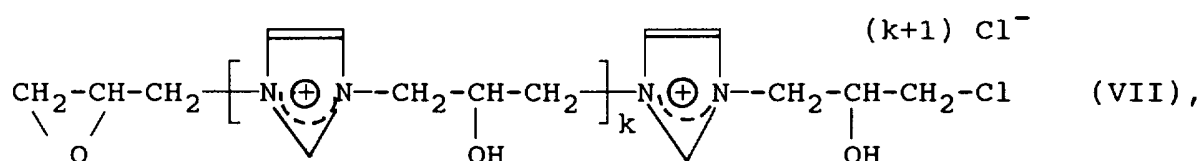
Ve snaze odstranit nedostatky prvních kationizačních přípravků byla chráněna a publikována celá řada dalších sloučenin. Většina z nich potlačila některé uvedené nedostatky dřívějších přípravků, avšak ani tyto přípravky nenalezly širšího praktického využití.

Tepřve přípravek podle popisu vynálezu k čs. autorskému osvědčení číslo 229 063 obsahoval první bifunkční sloučeninu, odvozenou od imidazolu. Sloučenina tohoto typu nalezla rozsáhlejší uplatnění, avšak nikoliv jako přípravek, zlepšující barvitelnost, ale jako látka síťující celulózu. Jedná se o sloučeninu vzorce VI



Příčinou menšího úspěchu při technologii barvení bylo nízké využití při reakci sloučeniny s celulózou v podmínkách aplikace při vyšším poměru lázně.

Tuto nevýhodu odstranila až sloučenina, obsažená v popisu vynálezu k čs. autorskému osvědčení číslo 232 305. Jedná se o látku vzorce VII, příbuznou předchozí sloučenině, lišící se však velikostí molekuly.



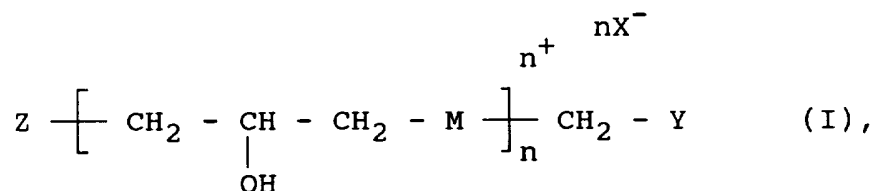
kde k je celé číslo 2 až 4.

Přes nesporné technologické přednosti má i tato sloučenina některé nevýhody, vyplývající z její konstituce a dosavadního způsobu výroby. Jak je patrné z obecného vzorce VII, má sloučenina dvě skupiny, schopné reakce s celulózou. Může tedy za určitých okolností způsobit i zesítnění celulózy, které je z výlučně koloristického hlediska nežádoucí a může být provázeno zhoršením omaku textilií. Způsob výroby sloučenin obecného vzorce VII spočívá v působení epichlorhydrinu nebo epibromhydrinu na etanolický roztok imidazolu. Tato reakce je spojena se vznikem nežádoucích vedlejších produktů, které je nutno pracně z reakční směsi odstraňovat tak, aby nebyly nepříznivě ovlivněny vlastnosti produktu z toxikologického hlediska. Sloučeniny obecného vzorce VII je

možno použít obdobně jako při barvení celulózových materiálů i pro ustálení vybarvení, a to také vlny a pravého hedvábí.

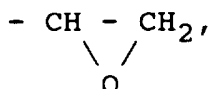
Podstata vynálezu

Všechny uvedené nevýhody zcela odstraňují nově připravené sloučeniny podle vynálezu obecného vzorce I



kde Y je skupina vzorce $-\underset{\text{OH}}{\underset{|}{\text{CH}}} - \text{CH}_2 - X$,

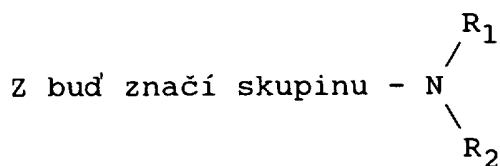
nebo



X je atom chloru nebo bromu,

n je celé číslo 3 až 8,

M je kationtový zbytek, odvozený od heterocyklické dusíkaté sloučeniny, vybrané ze skupiny, zahrnující imidazol a jeho alkyl-deriváty s počtem uhlíků 1 až 6, benzimidazol, piperazin a jeho alkyl-deriváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazol a jeho alkyl-deriváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazolin a jeho alkyl-deriváty s počtem uhlíků 1 až 6, nebo směs uvedených sloučenin a



s R_1 a R_2 , představujícími atomy vodíku, alkyly nebo hydroxyalkyly s počtem uhlíků 1 až 5, alkylaryly s počtem uhlíků 7 až 11, nebo značí kationtový zbytek heterocyklické dusíkaté sloučeniny, představované symbolem M.

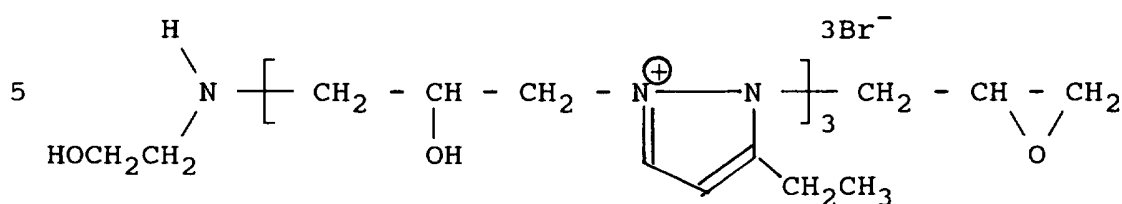
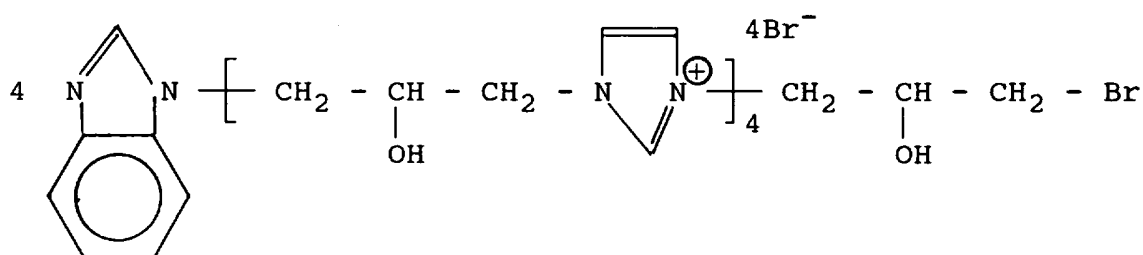
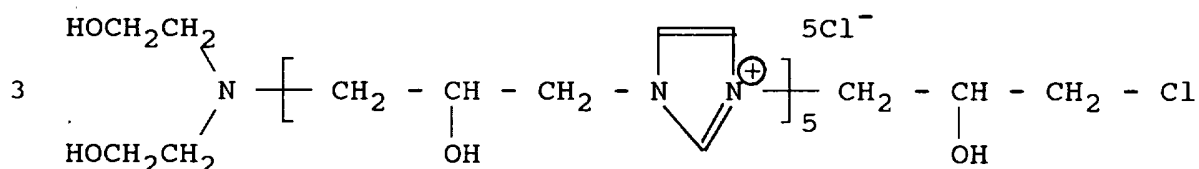
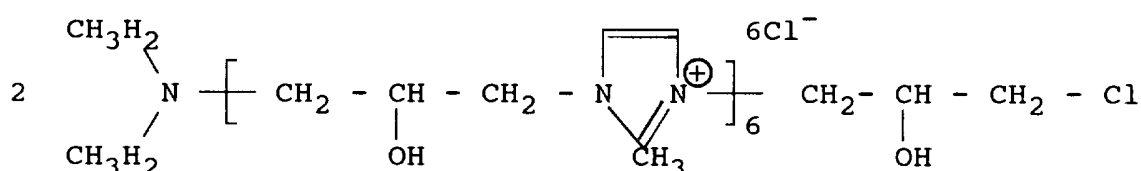
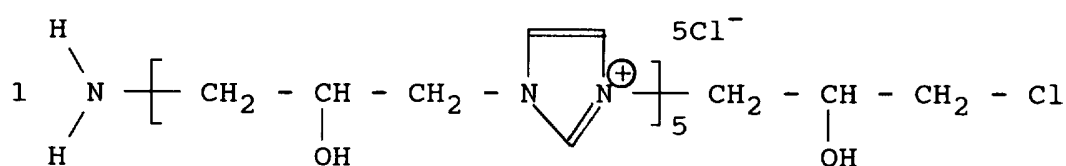
Jedná se o sloučeniny, navazující na původní bifunkční látku vzorce VI a rovněž látku vzorce VII, od kterého se liší zejména výhodnějšími aplikačními vlastnostmi, danými tím, že mají pouze jednu skupinu, schopnou reakce s celulózou, případně dalšími vláknými substráty.

Nejvýhodnější aplikační vlastnosti má přípravek se čtyřmi až šesti propojenými heterocyklickými jádry. Reakce při přípravě sloučenin je však obtížně říditelná pouze ve prospěch přípravku

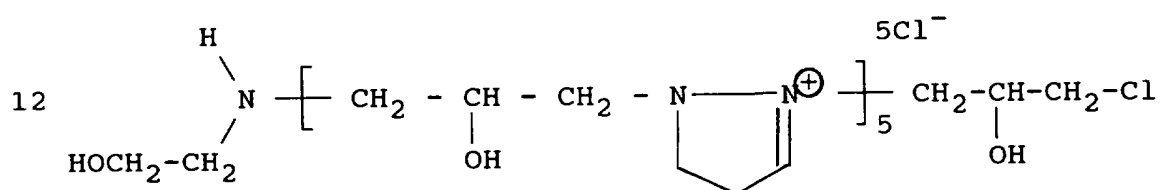
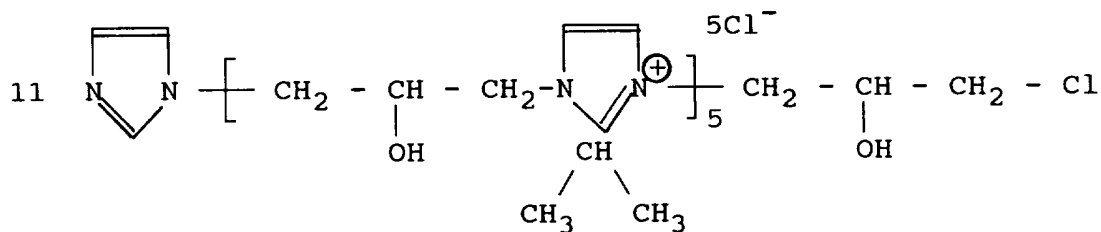
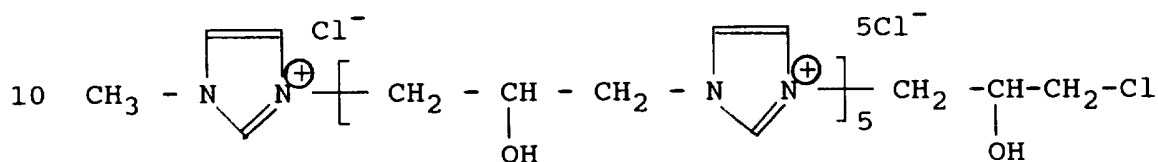
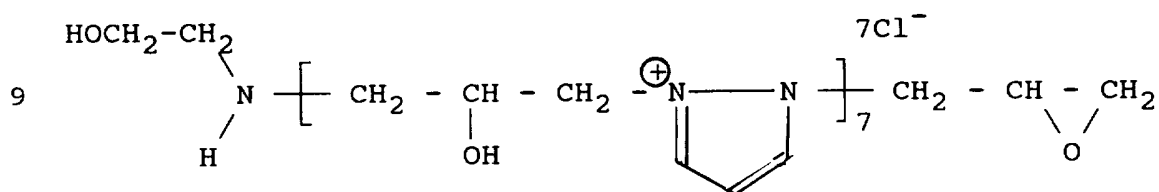
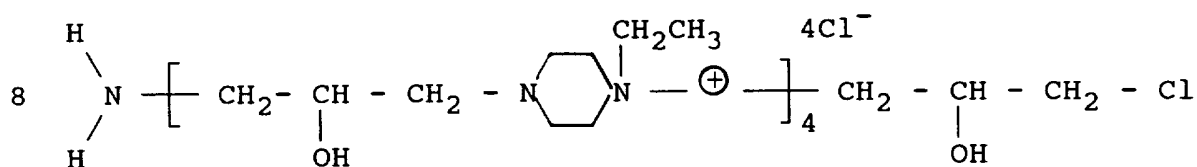
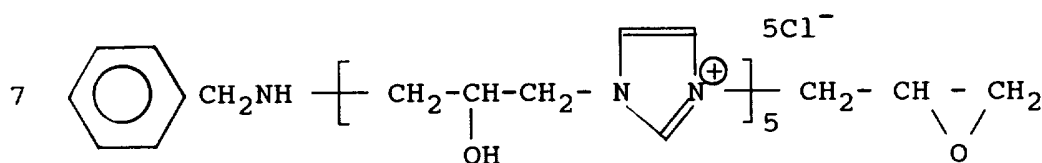
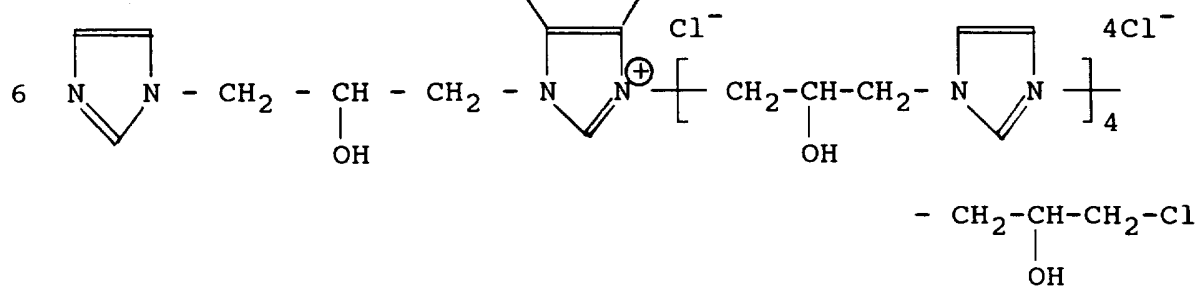
se čtyřmi až šesti propojenými heterocyklickými jádry a v reakční směsi při vlastní reakci tedy nutně vzniknou a existují jako vedlejší produkty i molekuly s vyšším i nižším stupněm agregace.

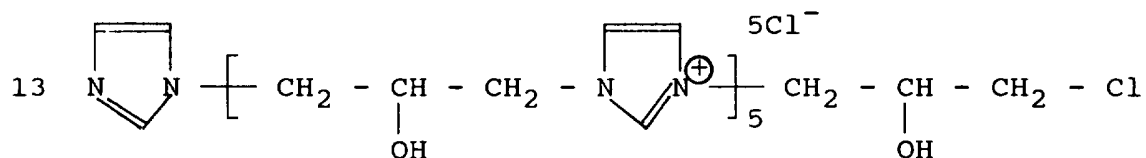
V následující tabulce jsou uvedeny příklady sloučenin, odvozených od obecného vzorce I. Tyto příklady sloučenin číslo 1 až 13 přicházejí v úvahu zejména při praktické aplikaci řešení podle vynálezu.

Tabulka



CZ 280443 B6





Sloučeniny obecného vzorce I reagují stejně jako všechny kationizační přípravky s alkoholickými skupinami makromolekul v alkalickém prostředí, a to s alkoholickými skupinami přírodních i syntetických polymerních látek, zejména však s makromolekulami celulózy, vlny a pravého hedvábí. Sloučeniny podle vynálezu přitom reagují s celulóзовými i proteinovými vlákny ve srovnání s předchozím typem látek, charakterizovaným vzorcem VII, snáze. Lze tedy dosáhnout shodného výsledku za mírnějších podmínek. Obdobně jako dřívější kationizační přípravky lze sloučeniny podle vynálezu použít před vlastním barvením nebo po barvení, resp. před tiskem či po provedeném tisku. Sloučeniny je možno rovněž použít i pro ustálení vybarvení a tisků celulóзовých a proteinových vláken, především vlny a pravého hedvábí při užití aniontových barviv, zejména substantivních, reaktivních, kovokomplexních a kyselých. Ustalovat lze z dlouhé lázně, klocovacími postupy s následným odležením, pařením nebo pouhým zasoušením.

Sloučeniny obecného vzorce I lze připravit reakcí 1-chlor-2,3 epoxypropanu nebo 1-brom-2,3 epoxypropanu a dusíkaté heterocyklické sloučeniny, vybrané ze skupiny, zahrnující imidazol a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, benzimidazol, piperazin a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazol a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazolin a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, nebo směsí uvedených sloučenin v molárním poměru $n+1 : n$, kde n je celé číslo 3 až 8, v prostředí organického rozpouštědla, rozpouštějícího alespoň jednu výchozí složku reakční směsi, při teplotě 10 až 90 °C, a následnou reakcí vzniklého meziproductu ve vodném prostředí buď s amoniakem, alkylaminy, hydroxyalkylaminy, arylaminy nebo s heterocyklickou dusíkatou sloučeninou, vybranou ze skupiny, zahrnující imidazol, alkylderiváty imidazolu s počtem uhlíků 1 až 6, benzimidazol, piperazin a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazol a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazolin a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, nebo se směsí uvedených sloučenin.

Primární reakce může samozřejmě probíhat i při použití směsi 1-chlor-2,3 epoxypropanu a 1-brom-2,3 epoxypropanu s alespoň jedním produktem dusíkaté heterocyklické sloučeniny, specifikovaným výše.

Rovněž tak následná reakce vzniklého meziproductu ve vodném prostředí může probíhat při použití alespoň jedné látky, jako jsou amoniak, alkylaminy, hydroxyalkylaminy, arylaminy, a to za současného použití alespoň jedné látky, jako jsou imidazol a jeho alkylderiváty, benzimidazol, piperazin a jeho alkylderiváty, pyrazol a jeho alkylderiváty, pyrazolin a jeho alkylderiváty.

Použité organické rozpouštědlo rozpouští alespoň jednu výchozí složku reakční směsi. Pro splnění tohoto požadavku je organické rozpouštědlo vybráno ze skupiny, zahrnující nižší alko-

holy s počtem uhlíků 1 až 6, vícefunkční alkoholy s počtem uhlíků 2 až 10, aceton, aromatické uhlovodíky s počtem uhlíků 6 až 9, chlorované alifatické uhlovodíky s počtem uhlíků 1 až 5. Uvedené skupiny organických rozpouštědel je možno aplikovat jednotlivě nebo ve směsi.

Sloučenina obecného vzorce II je představována v prvním případě 1-chlor-2,3-epoxypropanem a ve druhém případě 1-brom-2,3-epoxypropanem.

Sloučenina obecného vzorce III je představována v prvním případě alifatickými aminy s počtem uhlíků 1 až 5, ve druhém, případě hydroxyaminy s počtem uhlíků 1 až 5, ve třetím případě arylaminy s počtem uhlíků 7 až 11 a ve čtvrtém případě amoniakem.

Sloučeninu číslo 2 z tabulky sloučenin je možno příkladně připravit reakcí 6 mol 2-methylimidazolu se 7 mol 1-chlor-2,3-epoxypropanu v prostředí diethylenglykolu a následnou reakcí s 1 mol diethanolaminu ve směsi s vodou. Sloučenina číslo 4 z tabulky sloučenin je příkladně připravena reakcí 4 mol imidazolu s 5 mol 1-brom-2,3-epoxypropanu v prostředí toluenu a následnou reakcí s vodným roztokem benzimidazolu. Organické rozpouštědlo se na závěr reakce oddestiluje.

Sloučeniny obecného vzorce I jsou určeny pro zušlechťování textilních vláknenných materiálů, obsahujících zejména celulózu a proteinová vlákna. Způsob zušlechťování textilních materiálů spočívá v tom, že se na tyto materiály působí vodní lázní, obsahující sloučeniny obecného vzorce I v množství 0,1 až 10 procent z hmotnosti textilního materiálu, a to při hodnotě pH lázně v rozmezí 7 až 14, teplotě 10 až 200 °C a po dobu 10 sekund až 24 hodin.

K reakci sloučenin obecného vzorce I s celulózou dochází již při teplotách nad 0 °C, a to i z dlouhých lázní, z nichž na vlákno téměř zcela vytahují, přičemž rychlost reakce lze zvyšovat teplotou a alkalitou lázně. Při srovnání s dřívějšími známými přípravky reagují sloučeniny ke kationizaci podle vynálezu i v lázních s nižší alkalitou. K reakci postačí, v závislosti na teplotě, 20 až 100 minut. Za nejvýhodnější však je možno považovat rozsah teplot 40 až 60 °C.

Při aplikaci na běžných zušlechťovacích zařízeních, pracujících s dlouhou lázní, jako jsou džigry, hydrodynamické barvicí stroje, barvicí aparáty s cirkulací lázně a další zařízení, se vyznačují sloučeniny podle vynálezu velmi vysokým stupněm využití, což překonává všechny dosud známé sloučeniny pro kationizaci.

Opodstatnění má kationizace sloučeninami podle vynálezu nejen pro vytahovací postup barvení, ale i pro polokontinuální a kontinuální postupy, kde významně zvyšuje využití barviva.

U napouštěcích postupů lze dosáhnout nejlepších výsledků při fixaci barviva pouhým zasoušením v rozmezí teplot 100 až 130 °C.

Součástí lázní pro kationizaci celulóзовých materiálů je vždy alkálie nebo látka alkálii uvolňující. Kationizace celulóзовých vláken se provádí zpravidla při pH lázně 12,5 až 14. Takto

modifikovaná celulósová vlákna lze barvit v zásadě všemi aniontovými barvivými. S výhodou je možno barvit reaktivními barvivými, neboť k úplnému vytažení barviva z lázně není nutno dávkovat sůl, která, jak známo, při konvenčních metodách barvení značně zatěžuje životní prostředí. Například při konvenčním vytahovacím způsobu je třeba dávkovat 50 až 100 procent hmotnostních z hmotnosti substrátu chloridu sodného nebo síranu sodného. Navíc je využití barviva s užitím přípravků podle vynálezu téměř úplné, takže lze takto předejít znečištění odpadních vod barevnými substancemi, tedy hydrolyzátem barviva.

Další významnou skupinou barviv pro barvení kationizovaných celulósových materiálů pomocí sloučenin obecného vzorce I jsou barviva kovokomplexní, a to se solubilizačními skupinami i bez nich. Tato barviva vykazují na celulósových vláknech, kationizovaných sloučeninami podle vynálezu, výborné stálosti na světle a dobré mokré stálosti.

Zvláště výhodný je postup kationizace před barvením jakoukoliv skupinou aniontových barviv tehdy, pokud barvený materiál obsahuje mrtvou a nezralou bavlnu.

Kationizace proteinových vláken probíhá ve slabě alkalickém až neutrálním prostředí, čemuž odpovídá pH lázně 7 až 8, při teplotách 80 až 100 °C při láznové aplikaci, nebo při pouhém zasoušení při teplotách 100 až 130 °C.

Obecně je možno konstatovat, že přípravky podle vynálezu zlepšují barvitelnost textilních materiálů aniontovými barvivými, stálost tohoto vybarvení, zkracují dobu barvení a umožňují barvení s nižší koncentrací barviva v lázni, neboť se více barviva fixuje v barveném materiálu. Rovněž zlepšují kvalitu tisků. Jsou použitelné rovněž po barvení a provedeném tisku k ustalování vybarvení a tisků na textilních materiálech, provedením zejména aniontovými barvivými.

Přípravky podle vynálezu nezpůsobují zesíťování a umožňují nejméně devadesátipětiprocentní využití barviva z lázně, což má přednost v tom, že do odpadních vod se dostává minimálně chemických látek. Na základě modifikace celulósových vláken sloučeninami podle vynálezu je možno tyto materiály běžně vybarvovat i barvivými, určenými výhradně pro barvení vlny nebo polyamidových materiálů.

Kationizace sloučeninami obecného vzorce I lze využít i pro různé postupy efektního barvení tak, že část barveného substrátu je kationizována a část nikoliv. Takto lze dosáhnout při barvení rozdílných sytostí vybarvení či odstínů v závislosti na stupni kationizace. Tohoto principu je možno využít například pro diferenciální barvení vlněných přízí, tj. dosahování melanžových efektů při jedné operaci barvení. Na vlněném substrátu je možno aplikovat různé stupně kationizace, včetně použití při následném barvení režného materiálu bez provedené kationizace nebo s použitím materiálu se základním barevným odstínem, který bude překryt při následné operaci barvení celého substrátu.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

V duplikátoru, opatřeném míchadlem, se rozpustí ve 100 l ethylalkoholu 92,3 kg imidazolu. Roztok se ohřeje na 50 °C a během 180 minut se pozvolna přidává 157,7 kg 1-chlor-2,3 epoxypropanu. Teplota se udržuje chlazením. Po přidání veškerého 1-chlor-2,3 epoxypropanu se ponechá směs ještě dalších 30 minut reagovat při stejné teplotě a následně se během 30 minut přidá roztok 29,4 kg diethanolaminu ve 120 l vody.

Teplota reakční směsi se zvýší na 90 °C a tato teplota se udržuje dalších 120 minut. Směs se ponechá vychladnout.

Tato reakční směs obsahuje 50 % účinné látky, převážně sloučeniny číslo 3 z tabulky sloučenin obecného vzorce I podle vynálezu.

Tato sloučenina se použije před barvením bavlněné příze v návinu na perforovaných dutinkách, která se obvyklým způsobem současně s bělením předupraví a po vyprání se při poměru lázně 1 : 10 zpracovává v lázni, obsahující 3 % sloučeniny č. 3 z tabulky sloučenin, a 1,5 % hydroxidu sodného. Příze se zpracovává touto lázní na barvicím aparátu s cirkulací lázně tak, že se při teplotě 50 °C nejprve přidá uvedená kationizační sloučenina a po 10 minutách se postupně přidává zředěný hydroxid sodný. Při stejné teplotě se materiál zpracovává dalších 45 minut od přidání louhu. Následuje praní studenou vodou, neutralizace na pH 6,5 až 7 kyselinou octovou a znovu praní. Následně se příze barví 2% barvivem Reaktivní modř číslo C. I. 4. Začátek barvení je při 30 °C, teplota se během 30 minut zvýší na 90 °C a při této teplotě se barví 15 minut. Přitom barvivo zcela vytáhne na barvený materiál. Do barvicí lázně se přidá anionaktivní prací přípravek, například laurylsulfát v množství 0,5 g.l⁻¹. V této lázni se příze zpracovává při teplotě 90 až 95 °C, načež se vybarvení dokončí praním horkou a studenou vodou.

Výsledné vybarvení se vyznačuje vysokým využitím barviva, velmi dobrými stálostmi, vybarvená příze má měkký splývavý omak, což usnadňuje její další zpracování.

Příklad 2

V duplikátoru podle příkladu 1 se vede první část reakce shodně s příkladem 1. Místo vodného roztoku diethanolaminu se ve druhé fázi reakce dávkuje 150 litrů vodného roztoku, obsahujícího 4,76 kg NH₃. Reakce probíhá za stejných podmínek, jako v příkladu 1.

Reakční směs obsahuje 50 % účinné látky, převážně sloučeniny vzorce č. 1 z tabulky sloučenin.

Na vaně s vijákem se zpracovává úplet ze směsi 80 % bavlny a 20 % viskóзовé stříže tak, že se nejprve provede obvyklé jedno-stadiové bělení s vyvářkou a po praní se úplet kationizuje v láz-

ni, obsahující 4 % výše uvedené sloučeniny vzorce č. 1 z tabulky, a 2 % hydroxidu sodného. Úplet se zpracovává při teplotě 50 °C, do lázně se dávkuje nejprve kationizační přípravek a po 20 minutách se postupně přidává zředěný roztok hydroxidu sodného. Po přidání hydroxidu sodného se úplet v lázni zpracovává při nezměněné teplotě ještě 60 minut. Po praní a neutralizaci následuje barvení Reaktivní zelení č. C. I. 8 v sytosti 3,5 %. Začátek barvení je při 30 °C, teplota se během 45 minut zvýší na 90 °C a při této teplotě se barví dalších 30 minut. Po této době se přidá do lázně laurylsulfát v množství 0,5 g.l⁻¹. V této lázni se úplet zpracovává ještě 15 minut a vybarvení se dokončí krátkým praním s postupným ochlazováním lázně přítokem studené vody.

Úplet se vyznačuje vysokými stálostmi vybarvení, rovnoměrným barevným krytím obou komponent směsi, přičemž sráživost materiálu je proti bavlněnému zpracování potlačena. Při barvení bylo dokonale využito barvivo a odpadní vody nebyly prakticky vůbec znečištěny.

Příklad 3

Do duplikátoru podle příkladu 1 se nadávkuje 100 kg izopropanolu. Dále je reakce vedena shodným způsobem podle příkladu 1.

Na provazcovém barvicím stroji se při poměru lázně 1 : 10 konvenčním způsobem v lázni, obsahující 3 % reaktivního barviva, vybarví tkanina z bavlněných a tvarovaných polyesterových vláken. Na fuláru se napustí lázni, obsahující 30 g.l⁻¹ sloučeniny č. 3 z tabulky sloučenin, a 15 g.l⁻¹ hydroxidu sodného. Po průchodu fulárem se textilie nabalí, nábal se chrání před osycháním např. fólií a za stálého otáčení se ponechá odležet 8 hodin. Následuje praní a neutralizace kyselinou octovou na provazcové pračce, a na závěr zpracování v lázni, obsahující 0,5 g.l⁻¹ pračního anionaktivního přípravku.

Výsledné vybarvení má vysokou stálost, takto upravená tkanina vykazuje příznivé vlastnosti z hlediska omaku, má snížený sklon ke žmolkování, vykazuje potlačený elektrostatický náboj a má zlepšenou hydrofilitu.

Příklad 4

Ve skleněné aparatuře, opatřené míchadlem se ve 200 g acetonu rozpustí 193,9 g imidazolu. Roztok se ohřeje na 40 °C a během 120 minut se postupně za stálého udržování teploty dávkuje 396,1 g 1-chlor-2,3 epoxypropanu. Následně se přidá 350 g vody, směs se ohřeje na 95 °C a během 45 minut se přidává 51,3 g benzylaminu. Teplota 95 °C se udržuje dalších 60 minut.

Reakční směs obsahuje 50 % aktivní látky, převážně sloučeniny č. 7 z tabulky sloučenin podle vynálezu.

Vlněná tkanina se po vybarvení obvyklou technologií barvivem Kyselá modř č. C. I. 78 na sytost 1,2 % ustálí při teplotě 25 °C po dobu 25 minut lázni, obsahující 2,5 % sloučeniny č. 7 z tabulky sloučenin, přičemž uvedené procento lázně je vztaženo na hmotnost textilie. Výsledkem ustálení je zvýšení stálosti ve vodě a v potu. Hodnota zapouštění na vlněný materiál se zlepšila o jeden stupeň.

Příklad 5

Ve skleněné baňce, opatřené míchadlem a zpětným chladičem, se smísí 114 g N-ethylpiperazinu se 100 g ethylalkoholu. Směs se ohřeje na teplotu 50 °C. Při této teplotě se pozvolna dává v průběhu 120 minut 115 g 1-chlor-2,3 epoxypromanu. Reakční teplota se udržuje chlazením v rozmezí 50 až 55 °C. Po přidání celého množství 1-chlor-2,3 epoxypromanu se směs ponechá ještě 30 minut doreagovat a po této době se během 20 minut přidá 172 g 25 % roztoku NH_3 a 50 g vody.

Reakční směs obsahuje 57,6 % aktivní látky, převážně sloučeniny č. 8 z tabulky sloučenin.

Lázně, obsahující 2 % z hmotnosti substrátu sloučeniny č. 8 z tabulky sloučenin, se ustaluje bavlněná tkanina, která byla vybarvená obvyklou technologií na džigru barvivem Přímá modř č. C. I. 106 v sytosti 2 % a vypraná, a to za účelem odstranění povrchově ulpělého barviva. Ustalování se provádí při teplotě 30 °C po dobu 30 minut, načež se textilie usuší. Výsledkem ustalování je zvýšení stálosti ve vodě a v praní.

Příklad 6

Na hydrodynamickém barvicím stroji se při poměru lázně 1 : 10 zpracovává po dobu 10 minut při teplotě 40 °C 50 kg bavlněného úpletu v lázni, obsahující 1 250 g sloučeniny č. 9 z tabulky sloučenin. Po této době se v průběhu 10 minut postupně dává 1 000 g NaOH, rozpuštěného ve 20 litrech vody.

Úplet se při stejné teplotě zpracovává dalších 30 minut. Následuje praní po dobu 5 minut ve vodě, teplé 40 °C, a neutralizace v lázni, obsahující 1 ml.l^{-1} kyseliny octové, a to při teplotě 30 °C po dobu 10 minut. Následně se provádí praní vodou o teplotě 20 °C po dobu 10 minut.

Dále se připraví nová lázeň, do které se dává postupně během 10 minut 1 050 g Reaktivní violeti č. C. I. 1, načež se teplota zvyšuje gradientem 1,5 °C.min⁻¹ na 80 °C. Při této teplotě se dává během 5 minut 3 g.l⁻¹ Na_2CO_3 a 1 g.l⁻¹ NaOH. V této lázni se úplet zpracovává ještě 30 minut. Teplota lázně se po této době zvýší na 95 °C. Při této teplotě se barví ještě 10 minut. Lázeň se v průběhu 15 minut přidáváním čisté vody ochladí na 20 °C.

Výsledné syté vybarvení má stálost ve vodě 4-5/4-5/5 a v praní při 60 °C 4-5/4-5/4-5.

V průběhu barvení bylo zcela vyčerpáno barvivo z lázně a odpadlo mydlení, které je obvyklé u běžných postupů barvení reaktivními barvivy.

Sytost vybarvení byla dvojnásobná ve srovnání s konvenčním postupem barvení.

Použití sloučenina číslo 9 z tabulky sloučenin vznikla reakcí 2-pyrazolinu, 1-chlor-2,3-epoxypropanu, 2-aminoethanolu a NaOH.

Příklad 7

Lněná tkanina se na fuláru napustí lázní, obsahující 18 g.l⁻¹ sloučenina č. 6 z tabulky sloučenin, a 2 g.l⁻¹ NaOH. Tkanina se odmačkne na 80 % a usuší se průchodem hotflue při 130 °C. Následuje vyprání vodou průchodem širokopracím strojem a usušení na bubnové sušičce.

Následně se tkanina barví tak, že se na fuláru napustí lázní, obsahující 40 g.l⁻¹ Reaktivní černě č. C. I. 5 a 7 g.l⁻¹ NaOH při odmačku 80 %. Tkanina se nabalí na velkopřůměrový stojan a za stálého otáčení se ponechá 4 hodiny odležet. Následně se vypere vodou průchodem širokopracím strojem.

Výsledné černé vybarvení má stálost ve vodě 5/4-5/5 a v praní při 60 °C 4-5/4-5/4-5. V průběhu barvení bylo zcela využito barvivo.

Sloučenina číslo 6 z tabulky sloučenin byla vytvořena reakcí 4 mol imidazolu, 1 mol benzimidazolu, 6 mol 1-chlor-2,3-epoxypropanu v prostředí ethanolu a následně ještě reakcí s 1 mol imidazolu, rozpuštěným ve vodě.

Příklad 8

Vlněná tkanina se po obvyklé předúpravě a usušení napouští na fuláru lázní, obsahující 20 g.l⁻¹ sloučeniny č. 3 z tabulky sloučenin, a 10 g.l⁻¹ NaHCO₃. Teplota lázně 20 °C, odmačka 80 %. Následuje usušení při teplotě 110 °C na sušicím rámu, praní a barvení na barvicí hašpli. Je použito barvivo Kyselá modř č. C. I. 15, 3 %. Počátek barvení je při 30 °C, společně s barvivem se dávkuje 1,5 % síranu amonného. Teplota barvení se zvyšuje během 30 minut k varu a za varu se barví ještě 30 minut.

Syté modré vybarvení má stálost v praní při 40 °C 5-4/5-4/5-4, stálost ve vodě 5/5-4/5-4.

Příklad 9

Ve skleněné baňce, opatřené zpětným chladičem, míchadlem a teploměrem, se rozmísí v 200 g izopropylalkoholu 110,2 g 2(1-methylethyl)-1H imidazolu. Po ohřátí na 50 °C se pozvolna během 60 minut přidává 111 g 1-chlor-2,3-epoxypropanu, přičemž se teplota udržuje chlazením v rozmezí 50±2 °C. Po nadávkování 1-chlor-2,3-epoxypropanu se směs ponechá při 50 °C reagovat ještě 30 minut a přidá se v průběhu 15 minut 13,6 g imidazolu a 35 g H₂O. Teplota se zvýší na 60 °C a směs se ponechá reagovat dalších 30 minut.

Reakční produkt obsahuje 49,8 % sloučeniny číslo 11 z tabulky sloučenin.

Příklad 10

V duplikátoru podle příkladu 1 se vede reakce stejně až do okamžiku, kdy se místo 29,4 kg diethanolaminu přidá 23 kg 1-methylimidazolu a 113,6 litrů vody. Průběh reakce se volí dále stejně jako u příkladu 1.

Výsledná reakční směs obsahuje 50 % účinné látky, převážně sloučeniny číslo 10 z tabulky sloučenin.

Příklad 11

Ve skleněné baňce, opatřené zpětným chladičem, míchadlem a teploměrem, se rozmísí ve 100 g ethylalkoholu 96,1 g 3-ethylpyrazolu. Směs se ohřeje na 60 °C a při této teplotě se pozvolna přidává 180,3 g 1-brom-2,3-epoxypropanu. Doba dávkování je 90 minut, dalších 30 minut se ponechá směs doreagovat. Následně se dávkuje 20,4 g monoethanolaminu a 50 g vody, teplota reakční směsi se zvýší na 80 °C a na této výši se udržuje 60 minut. Směs se ponechá samovolně ochladit na 25 °C a při této teplotě se dávkuje 13,3 g NaOH, rozpuštěného v 50 g vody.

Reakční směs obsahuje 60,8 % účinné látky, převážně sloučeniny číslo 5 z tabulky sloučenin.

Příklad 12

Ve skleněné baňce, opatřené míchadlem, zpětným chladičem a teploměrem, se rozmíchá v 90 g izopropanolu 70,1 g 2-pyrazolinu. Směs se ohřeje na 55 °C a při této teplotě se během 120 minut dávkuje 111 g 1-chlor-2,3-epoxypropanu. Po přidání celého množství 1-chlor-2,3-epoxypropanu se teplota zvýší na 80 °C, reakční směs se ponechá doreagovat ještě 60 minut, načež se při téže teplotě dávkuje 12,2 g 2-aminoethanolu a 110 g vody po dobu 30 minut. Směs se ponechá při stejné teplotě reagovat ještě dalších 60 minut.

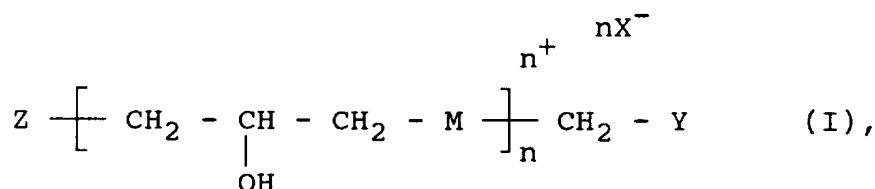
Produkt reakce obsahuje 49,1 % sloučeniny číslo 12 z tabulky sloučenin.

Příklad 13

V duplikátoru podle příkladu 1 se vede reakce stejným způsobem, který je u tohoto příkladu popsán až do doby, kdy je přidáván vodný roztok diethanolaminu. Místo 29,4 kg diethanolaminu se dávkuje 14,7 kg diethanolaminu a 11,3 kg imidazolu. Výsledkem reakce je produkt, obsahující sloučeniny číslo 3 a 13 z tabulky sloučenin.

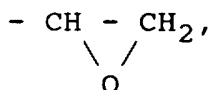
P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Sloučeniny pro kationizaci textilních vláknenných materiálů, zejména materiálů celulóзовých a proteinových, obecného vzorce I



kde Y je skupina vzorce $-\underset{\text{OH}}{\text{CH}} - \text{CH}_2 - X$,

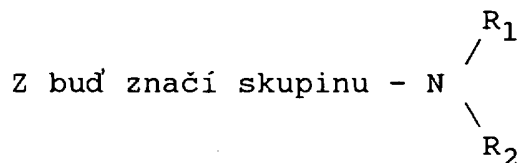
nebo



X je atom chloru nebo bromu,

n je celé číslo 3 až 8,

M je kationtový zbytek, odvozený od heterocyklické dusíkaté sloučeniny, vybrané ze skupiny, zahrnující imidazol, alkyl-deriváty imidazolu s počtem uhlíků 1 až 6, benzimidazol, piperazin a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazol a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazolin a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, nebo směs uvedených sloučenin,



s R₁ a R₂, představujícími atomy vodíku, alkyly nebo hydroxyalkyly s počtem uhlíků 1 až 5, alkylaryly s počtem uhlíků 7 až 11,

nebo značí kationtový zbytek heterocyklické dusíkaté sloučeniny, představované symbolem M.

2. Způsob přípravy sloučenin obecného vzorce I podle nároku 1, **v y z n a č e n ý t í m**, že se nejprve ponechá v bezvodém prostředí za přítomnosti organického rozpouštědla, rozpouštějícího alespoň jednu výchozí složku reakční směsi, zreagovat sloučenina obecného vzorce II



kde X je atom chloru nebo bromu,

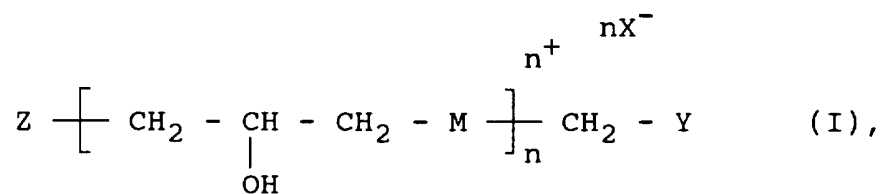
s heterocyklickou dusíkatou sloučeninou, vybranou ze skupiny, zahrnující imidazol a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, benzimidazol, piperazin a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazol a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazolin a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, nebo směsi uvedených sloučenin v molárním poměru reagujících látek $n+1 : n$, kde n je celé číslo 3 až 8, při teplotě 10 až 90 °C, načež se na vzniklý reakční meziprodukt působí buď vodným roztokem sloučeniny obecného vzorce III



kde R_1 a R_2 značí atom vodíku, alkyl nebo hydroxyalkyl s počtem uhlíků 1 až 5, alkylaryl s počtem uhlíků 7 až 11,

a/nebo vodným roztokem heterocyklické dusíkaté sloučeniny, vybrané ze skupiny, zahrnující imidazol, alkylderiváty imidazolu s počtem uhlíků 1 až 6, benzimidazol, piperazin a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, pyrazolin a jeho alkylderiváty s počtem uhlíků 1 až 6, nebo směsi uvedených sloučenin.

3. Způsob přípravy podle nároku 2, **v y z n a č e n ý t í m**, že se primární reakce reakční směsi provádí v přítomnosti organických rozpouštědel, vybraných ze skupiny, zahrnující nižší alkoholy s počtem uhlíků 1 až 6, vícefunkční alkoholy s počtem uhlíků 2 až 10, aceton, aromatické uhlovodíky s počtem uhlíků 6 až 9, chlorované alifatické uhlovodíky s počtem uhlíků 1 až 5, nebo směsi uvedených rozpouštědel.
4. Způsob zušlechťování textilních vláknenných materiálů, obsahujících zejména celulósová a proteinová vlákna, sloučeninami podle nároku 1, **v y z n a č e n ý t í m**, že na textilní materiály se působí před barvením či tiskem, nebo po vybarvení či tisku vodní lázní, obsahující sloučeniny obecného vzorce I



kde Y, X, n, M, Z mají význam uvedený v nároku 1,
v množství 0,1 až 10 % z hmotnosti substrátu při hodnotě pH
lázně 7 až 14, teplotě 10 až 200 °C a po dobu 10 sekund až 24
hodin.

Konec dokumentu
