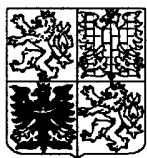


PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

289 065

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1991 - 2635

(22) Přihlášeno: 27.08.1991

(30) Právo přednosti:
27.08.1990 US 1990/573524

(40) Zveřejněno: 18.03.1992
(Věstník č. 3/1992)

(47) Uděleno: 28.08.2001

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 17.10.2001
(Věstník č. 10/2001)

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.⁷:

C 07 C 231/02

C 07 C 233/05

(73) Majitel patentu:

Rohm and Haas Company, Philadelphia, PA, US;

(72) Původce vynálezu:

Schlaefer Francis William, Penllyn, PA, US;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS Praha, Jívanská 1/1273, Praha 4,
14021;

(54) Název vynálezu:

Způsob přípravy hydroxyamidů

(57) Anotace:

Způsobem přípravy pevných hydroxyamidů reakcí alkylesterů karboxylových kyselin s alkanolaminy za regulace reakční teploty, odstraněním alkoholových vedlejších produktů, regulací reakční teploty tak, aby se vytvořila kaše, udržováním této kaše a izolací pevných hydroxyamidů se získá velmi čistý hydroxyamid.

CZ 289065 B6

Způsob přípravy hydroxyamidů

Oblast techniky

5

Vynález se týká přípravy, čištění a izolace hydroxyamidů.

Dosavadní stav techniky

10

Hydroxyamidy jsou užitečné chemické meziproducty a užitečná chemická zesíťovací činidla. Do dnešní doby se hydroxyamidy syntetizují aminolýzou dimethylesterů alkanolaminy. Izolace a čištění pevných hydroxyamidových produktů se obvykle provádí buď rekrytalizací [viz například J. Coat. Tech. 50 (643), 49 až 55 (1978), US 4 032 460, US 4 076 917, US 4 493 909, 15 US 4 727 111 a japonský patent č. 56-062895], nebo hručkováním/vločkováním.

Rekrytalizace se typickým způsobem provádí nyní tak, že se surový hydroxyamid rozpustí v rozpouštědle, jako je například methanol/acetón, získaný roztok se ochladí, v roztoku vyrostou 20 krystaly, produkt se odfiltruje od matečných louchů a produkt se suší, dokud obsahuje rozpouštědlo. Rekrytalizace se může provádět také tak, že se k roztavenému hydroxyamidu přidá rozpouštědlo, následuje růst krystalů, filtrace a vysušení, jak shora popsáno. Rekrytalizací se získá relativně čistý produkt. Avšak ztráty produktu, ke kterým dochází vzhledem k rozpouštění v použitých rozpouštědlech, složitost odstraňování zbylého rozpouštědla od produktu a také regenerace rozpouštědel pro opětovné použití představují významné nevýhody tohoto přístupu.

25

Při hručkování/vločkování musí být hydroxyamid udržován v kapalném stavu, dokud tato operace není ukončena. Během této doby se část produktu v roztaveném stavu rozkládá na nežádoucí vedlejší produkty.

30

Jiným problémem, který souvisí s hydroxyamidy připravenými známými způsoby, je to, že obvykle to jsou měkké, lepivé a voskovité pevné látky, což způsobuje, že tyto materiály nejsou vhodné pro obalování prášků. Takové použití vyžaduje volně tekoucí prášky.

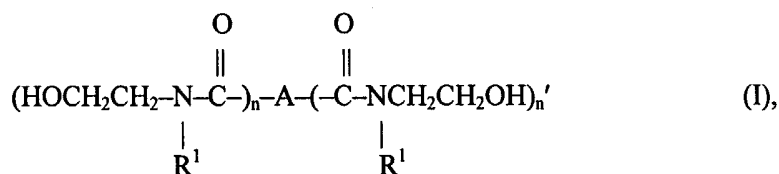
Tento vynález překonává problémy související se známými způsoby přípravy hydroxyamidů. 35 Připravené hydroxyamidy jsou užitečné také jako zesíťovací činidla při obalování prášků, založeném na polyesterové nebo akrylátové chemii.

Podstata vynálezu

40

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob přípravy hydroxyamidů obecného vzorce I

45



v němž znamená

50

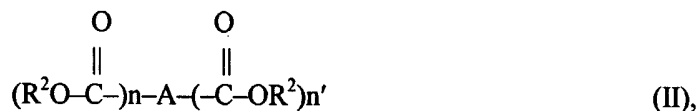
n ... číslo 1 nebo 2,

n' ... číslo 0, 1 nebo 2

A ... vazbu, atom vodíku, jednovaznou nebo vícevaznou organickou skupinu, která je vybrána ze skupiny sestávající z nasycené nebo nenasycené uhlovodíkové skupiny, arylové skupiny, karboxy-alkenylové skupiny, alkoxykarbonyl-alkenylové skupiny, všechny o počtu atomů uhlíku 1 až 10,

R¹ ... atom vodíku, alkylovou nebo hydroxy-alkylovou skupinu o počtu atomů uhlíku 1 až 5,

za zvýšené teploty a v přítomnosti báze katalyzátoru, jehož podstata spočívá v tom, že se za zvýšené reakční teploty 25 °C až 200 °C nechá reagovat alkylester karboxylové kyseliny obecného vzorce II



v němž znamenají

A, n a n' ... jak shora uvedeno a

R² ... alkylovou skupinu o počtu atomů uhlíku 1 až 5,

s alkanolaminem obecného vzorce III



v němž znamenají

R¹, n a n' jak shora uvedeno.

Vzniklý alkoholový vedlejší produkt se odstraní za atmosférického nebo sníženého tlaku 6,6 až 39,9 kPa, teplota surové reakční směsi se reguluje, dokud hydroxyamid obecného vzorce I krystaluje za tvorby kaše, reakční směs se udržuje v kašovité struktuře regulací teploty od 25 °C do 200 °C po dobu od 15 min do 12 h, načež se získaný hydroxyamid obecného vzorce I izoluje.

Podstata vynálezu dále spočívá v tom, že se sloučenina obecného vzorce II nechá reagovat se sloučeninou obecného vzorce III za teploty v rozmezí od 25 °C do 200 °C, přitom se reguluje teplota tak, aby došlo ke krystalizaci produktu obecného vzorce I na kaši, tato kaše se udržuje v tomto stavu regulací teploty a třepáním od 15 min do alespoň 12 h, načež se izoluje hydroxyamidová sloučenina obecného vzorce I. Způsob podle vynálezu se výhodně provádí tak, že se teplota kaše reguluje tak, aby se udržovala na 25 °C až 200 °C.

Způsob podle vynálezu se výhodně provádí dále tak, že se teplota kaše reguluje tak, aby se udržovala na 80 °C až 115 °C.

Způsob podle vynálezu se dále výhodně provádí tak, že se kaše udržuje v tomto stavu po dobu od 1 do 3 h.

Způsob podle vynálezu se též výhodně provádí tak, že se hydroxyamidová sloučenina uvede do pevného stavu vločkováním, hrudkováním, rozprašením nebo odléváním.

Způsob podle vynálezu se dále výhodně provádí tak, že se připravuje sloučenina obecného vzorce I, ve které znamená

A ... alkylenovou skupinu se 2 až 8 atomy uhlíku,

R¹ ... hydroxy-alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,

n i n' ... číslo 1.

Podle vynálezu se získává způsob přípravy pevného hydroxyamidu o vysoké čistotě. Nejdříve se vytvoří kaše pevného hydroxyamidu v kapalině roztátého hydroxyamidu, aminového prekurzoru a dalších minoritních nečistot z tohoto postupu, načež následuje vložkování, hrudkování, odlévání, rozprašování nebo jiný způsob, kterým se produkt převede na pevnou fázi. Izoluje se tak pevný hydroxyamid o vysoké čistotě.

Podle jiného aspektu se způsob podle vynálezu používá pro přípravu pevného hydroxyamidu, který má konzistenci volně tekoucího prášku vhodného pro přímé použití jako zesítovací činidlo při přípravě prostředků pro obalování prášku.

Způsob podle vynálezu se prakticky může provádět tak, že se surová směs, která se získá bazicky katalyzovanou aminolýzou diesteru alkanolaminem, ochlazuje tak dlouho, dokud se nezíská hustá kaše. Teplota směsi se pak mění tak, aby se během následujících stupňů (odlévání, hrudkování, vložkování apod.), vedoucích ke ztuhnutí produktu, zachovaly kašovitě vlastnosti.

Pevné hydroxyamidy připravené podle způsobu vynálezu jsou lepší než produkty připravené rekrystalizací podle způsobů uvedených v odborné literatuře. Vzhledem k tomu, že poslední stupně neobsahují rozpouštědla, odstraní se další stupně, v nichž se rozpouštědla odstraňují/-izolují. Fyzikální vlastnosti forem hydroxyamidů (např. volně tekoucího prášku) jsou stejné nebo lepší než v případě hydroxyamidů získaných rekrystalizací.

Na rozdíl od dosud používaných rekrystalizačních metod (které „oddělují“ nečistoty od žádaného produktu) známých z odborné literatury, způsob podle vynálezu používá kašovitě prostředí (pevný hydroxyamid v přítomnosti prekurzorů a vedlejších produktů) pro „převedení“ části znečištěnin (vedlejších produktů) na hydroxyamidový produkt. To tedy znamená, že pracuje-li se za kašovitých podmínek, chemická reakce směřuje k úplnému dokončení.

Způsob podle vynálezu se může použít pro přípravu hydroxyamidů, které jsou pevné za teploty místnosti, t.j. mají teploty tání nad asi 25 °C.

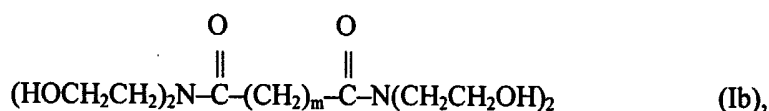
Při srovnání způsobů známých z odborné literatury, které používají také odlévání, hrudkování nebo vložkování, způsoby podle tohoto vynálezu vedou k hydroxyamidového produktu s mnohem vyšší celkovou kvalitou (t.j. je přítomno méně nečistot), neboť způsob podle tohoto vynálezu nevystavuje hydroxyamidy dlouhodobého působení zvýšených teplot v roztavením stavu (nekašovitě podmínky), kdy se spontánně vytvářejí nežádoucí vedlejší produkty. Při způsobu podle vynálezu jsou eliminovány takové operace, jako jsou filtrace a sušení, které jsou obvykle spojeny s rekrystalizací.

Hydroxyamidy, které se mohou připravovat způsobem podle vynálezu, zahrnují hydroxyamidy shora uvedeného obecného vzorce I, v němž A znamená vazbu, vícevaznou organickou skupinu nebo, jestliže n' znamená číslo nula, A může znamenat atom vodíku nebo jednovaznou organickou skupinu, kde organická skupina je odvozena od nasycené nebo nenasycené alkylové skupiny s jedním až šedesáti atomy uhlíku, jako je například methylová skupina, ethylová, propylová, butylová, pentylová, hexylová, heptylová, oktylová, nonylová, decylová, eikosylová, trikontylová, tetrakontylová, pentakontylová, hexakontylová a podobné skupiny, arylové skupiny, jako je například mono-arylová skupina a diarylová skupina (míněna je arylová skupina se dvěma aromatickými kruhy), jako je například fenylová skupina, naftylová skupina a podobné skupiny, nebo nenasycené skupiny obsahující jednu nebo více ethylenových skupin [$>C=C<$],

jako je například ethenylová skupina, 1-methylethenylová skupina, 3-butenyl-1,3-diylová skupina, 2-propenyl-1,2-diylová skupina, karboxy-(nižší alkenyl)ová skupina, jako je například 3-karboxy-2-propenyl-1,2-diylová skupina a podobně, nižší alkoxykarbonyl-(nižší alkenyl)ová skupina, jako je například 3-methoxykarbonyl-2-propenyl-1,2-diylová skupina a podobně, nebo tri-(nižší alkylen)aminová skupina, jako například trimethylenaminová skupina, triethylenaminová skupina a podobné skupiny, R^1 znamená atom vodíku, nižší alkylovou skupinu s jedním až pěti atomy uhlíku, jako je například methylová skupina, ethylová, propylová, butylová, sek.butylová, terc.butylová, pentylová a podobné skupiny, nebo hydroxy-(nižší alkylová) skupina s jedním až pěti atomy uhlíku, jako je například hydroxyethylová skupina, 3-hydroxypropylová, 2-hydroxypropylová, 4-hydroxybutylová, 3-hydroxybutylová, 2-hydroxy-2-methylpropylová, 5-hydroxypentylová, 4-hydroxypentylová, 3-hydroxypentylová, 2-hydroxypentylová a izomery pentylové skupiny, n znamená číslo od jedné do deseti, s výhodou číslo jedna nebo dvě a n' znamená číslo nula, jedna nebo dvě, nebo jestliže n' znamená číslo nula, polymer nebo kopolymer (t.j. n znamená číslo větší než jedna, s výhodou dvě až deset) tvořený β -hydroxyalkylaminovou jednotkou, kde A znamená nenasycenou skupinu.

Mezi příklady výhodných sloučenin patří ty, v nichž A znamená alkylenovou skupinu, s výhodou alkylenovou skupinu se dvěma až osmi atomy uhlíku.

Příklady nejvýhodnějších skupin jsou sloučeniny obecného vzorce Ib

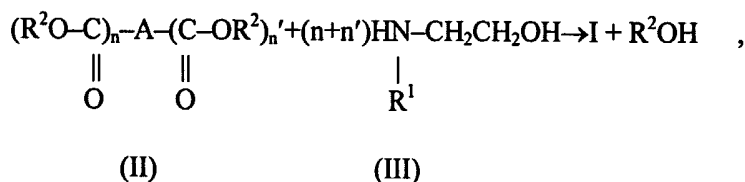


v němž m znamená číslo nula až deset, s výhodou dvě až osm. Specifickými příklady sloučenin obecného vzorce Ib jsou

[N,N-di(β -hydroxyethyl)]adipamid a bis[N,N-di(β -hydroxyethyl)]azelamid.

β -Hydroxyalkylamidy shora uvedeného obecného vzorce I se mohou připravovat podle následujícího reakčního schématu I:

Reakční schéma I



v němž A, R^1 , n a n' znamenají jak shora uvedeno a R^2 znamená nižší alkylovou skupinu s jedním až pěti atomy uhlíku, jako je například methylová, ethylová, propylová, butylová, terc.butylová, pentylová a podobné skupiny.

Shora uvedené schéma představuje aminolýzu esteru obecného vzorce II aminem obecného vzorce III za teploty v rozmezí od asi teploty místnosti do asi 200 °C. Aminolýza se typicky provádí tak, že se použije molární poměr aminu k esteru 2,0 : 1, s výhodou 1,95 až 2,05 : 1, nejvýhodněji 1,98 až 2,0 : 1. Obsah vody reakčních činidel při aminolýze je obvykle menší než 0,5 %, s výhodou menší než 0,1 %, aby se zachovala aktivita báze katalyzátoru a aby se minimalizovala nechtěná hydrolýza esterových reakčních složek. Při aminolýzách se obvykle reguluje molární poměr reakčních složek a vlhkosti tak, aby se tím maximálně zvýšil výtěžek a čistota produktu.

Bazický katalyzátor se může používat jako takový, jako například methoxid nebo butoxid draselný, kvarterní amoniumalkoxydy (jako je například tetramethylamoniummethoxid a podobné) nebo hydroxidy alkalických kovů nebo kvarterní amoniumhydroxidy, s výhodou
 5 v množství od 0,1 do 1,0 hmotnostního procenta vztaženo na hmotnost esteru. Reakce se obvykle provádí za zvýšených teplot.

Estery obecného vzorce II jsou buď známé sloučeniny, nebo se mohou připravovat esterifikací odpovídající kyseliny standardními esterifikačními postupy dobře známými odborníkům. Mezi
 10 výhodné kyseliny a jejich směsi, které se mohou používat, patří kyselina šťavelová, kyselina malonová, kyselina jantarová, kyselina glutarová, kyselina adipová, kyselina pimelová, kyselina korková (1,6-hexandikarbonová kyselina), kyselina azelainová, kyselina sebaková (1,8-hexandikarbonová kyselina), 1,4-cyklohexandikarbonová kyselina a podobné a jejich alkylderiváty. Mohou se používat také dimerní a trimerní kyseliny a jejich směsi připravené polymerací
 15 mastných kyselin s 18 atomy uhlíku, jako je například dimerní kyselina se dvěma karboxy-skupinami s 36 atomy uhlíku a s přibližnou molekulovou hmotou 565 a trimerní kyselina se třemi karboxyskupinami s 54 atomy uhlíku a s přibližnou molekulovou hmotou 850.

Mezi některé reprezentativní příklady aminů, které se mohou používat, patří 2-aminoethanol,
 20 2-methylaminoethanol a 2-butylaminoethanol.

Surová reakční směs z aminolýzy (t.j. reakce sloučeniny obecného vzorce II se sloučeninou obecného vzorce III) se udržuje na teplotě 25 až 200 °C, s výhodou na 80 až 115 °C, dokud se
 25 nevytvoří hustá kaše. Úpravou teploty se směs uchovává v kašovité formě během následujících izolačních stupňů (vločkování, vysušení rozprášením, odlití apod.). Je důležité, aby byla udržována maximální „hustota“ kaše během konečných izolačních stupňů. Je důležité udržovat během těchto stupňů dobré míchání kaše. Bylo zjištěno, že maximalizování „hustoty“ kaše (měřeno zdánlivou viskozitou kapalné směsi) neočekávaně maximalizuje čistotu konečného hydroxyamidového produktu.

Viskozita se během přípravy kontroluje nepřetržitým sledováním on-line viskometrem. V reaktorech, kdy se pracuje ve velkém měřítku (1136 litrů a větších), byly nejužitečnější
 30 relativní změny viskozity. Typické změny zdánlivé viskozity při tvorbě kaše jsou v rozmezí 2 až 200-násobku relativní viskozity reakční směsi před tvorbou kaše. Jestliže se používá zařízení v laboratorním měřítku (například jednolitrový reaktor), pro výrobu hydroxyamidů o vysoké čistotě je vhodná viskozita 300 až 2500 cps (Brookfield Viscometer, 100 otáček za minutu, 34 sek⁻¹), výhodným rozmezím viskozity je 600 až 2000 cps.

Tlak při přípravě není pro způsob podle tohoto vynálezu rozhodující. Lze tedy používat jak
 40 snížené, tak zvýšené tlaky, a to podle požadavků jednotlivých procesů. Výhodné je však mírné vakuum (6,6 až 39,9 kPa), aby se po aminolýze odstranil zbylý methanol (nebo jiné alkoholové vedlejší produkty). Používané doby jsou velmi různé. Závisí to na použitém vakuu a na teplotách, při kterých probíhá aminolýza. Teplota surové kapalné reakční směsi se reguluje tak, aby se vytvořila hustá kaše. Tento stav husté kaše se uchovává dobrým třepáním a vhodnou teplotou po
 45 dobu od 15 minut do alespoň 12 hodin, s výhodou jednu až tři hodiny. Dosáhne se tak maximální čistoty hydroxyamidu. Aminolýza se může provádět také v rozpouštědle, v takovém případě by se rozpouštědlo mělo odstranit předtím, než dojde k tvorbě kaše. Navíc, rozpouštědlo umožňuje, aby se aminolýza prováděla za nižších teplot. To v některých případech vede k nižší tvorbě vedlejších produktů. Při praktickém provedení způsobu podle vynálezu se může používat postup
 50 po dávkách, postup kontinuální nebo semikontinuální.

Ve schématu II jsou uvedeny jednotlivé stupně způsobu podle vynálezu, v němž se pro ilustraci používá reakce dimethyladipátu (DMA_d) s diethanolaminem (DEA). Ve schématu se předpokládá, že při počáteční bazicky katalyzované (hydroxid draselný nebo jiné silné báze)
 55 transesterifikaci (reakce IV) se rychle vytvoří teoretický diesterový meziprodukt (DE) spolu

oddestilování methanolu z reakční směsi. Během jedné hodiny po ukončení přidávání DMAAd se v reakční směsi objeví hustá bílá kaše. Tato kaše se dalších 1,75 h udržuje na teplotě 100 až 103 °C. Produkt HAM se izoluje, vlije-li se kaše na hliníkový kruh při 20 až 25 °C.

5

Příklad 2 (srovnávací)

Aminolýza se zopakuje podobným způsobem jako v příkladu 1. Reakční teplota se udržuje na 93 °C, takže si reakce zachovává svůj homogenní charakter bez toho, aby se po přidání DMAAd vytvořila kaše. Reakční směs se pak vlije na hliníkový kruh při teplotě 20 až 25 °C, aby se izoloval produkt HAM.

Analytická data produktů HAM, která byla získána postupem podle příkladu 1 (podle tohoto vynálezu) a postupem podle příkladu 2 (srovnávací pokus – podle údajů známých z odborné literatury), jsou uvedena v tabulce I.

15

Tabulka I

	příklad 1 podle tohoto vynálezu	příklad 2 srovnávací
fyzikální vzhled:	volně tekoucí křídově bílá pevná látka	lepkavá bílá pevná látka
% zbylého DEA:	5,3	9,0
t.t. (°C)	124	117

20

Příklad 3

Podobným způsobem jako v příkladu 1 se do 500 ml skleněného reaktoru vloží směs diethanol-aminu (DEA, 129 g) a terc.butoxidu draselného (2,4 g). Vše se převrství dusíkem. Po přidání DMAAd (106 g) a oddestilování methanolu se teplota reakce zvýší na 108 až 110 °C a udržuje se na této teplotě 30 minut, aby se HAM pomalu převedl na roztavený stav. Potom se teplota sníží na 87 °C (během 25 minut), kdy se opět získá stav husté kaše. V tomto stupni procesu se vzorky odeberou z reaktoru, nechají se ochladit a ztuhnout za vzniku HAM. Experimentální podmínky a analytická data získaná z odebraných vzorků jsou uvedena v tabulce II.

30

Tabulka II

doba (min)	tepl. (°C)	operace/komentář	% HAM	% DEA	AED/HAM
0	84	počátek přidávání DMAAd			
30	79	zakalená reakční směs			
50	84	tvorba kaše, teplota stoupá			
60	108	přidávání DMAAd je ukončeno			
75	110	hustá kaše (A)	90,4	1,7	0,043
90	109	hustá kaše (B)	90,8	1,6	0,044
120	109	slabší kaše (C)	90,0	1,9	0,056
150	108	zakalení, žádná kaše (D)	84,8	2,4	0,064
180	108	zakalení, žádná kaše (E)			
		teplota klesá	83,1	3,1	0,085
205	87	kaše (F)	90,0	1,6	0,042

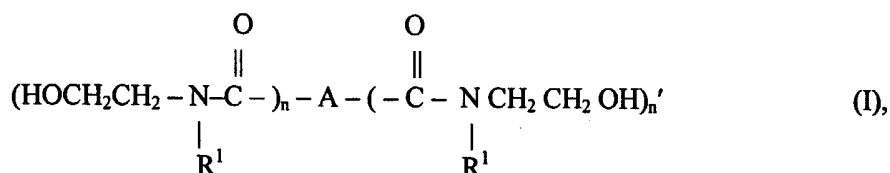
35

(Obsahy HAM a AED/HAM byly stanovovány HPLC analýzou).

Tato data ukazují, že „kašovitě“ podmínky (vzorky A, B, C a F) vedou k produktům o vysoké čistotě (více než 90 % HAM, méně než 2 % DEA, nižší poměr AED/HAM), zatímco „roztavené“ podmínky (vzorky D a E), představující srovnání se způsoby známými z odborné literatury, vedou k produktům o nízké čistotě (méně než 85 % HAM, více než 2 % DEA, vyšší poměr AED/HAM).

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob přípravy hydroxyamidů obecného vzorce I



v němž znamená

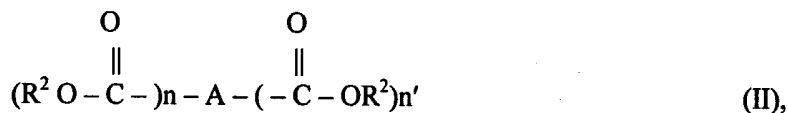
n ... číslo 1 nebo 2,

n' ... číslo 0, 1 nebo 2,

A ... vazbu, atom vodíku, jednovaznou nebo vícevaznou organickou skupinu, která je vybrána ze skupiny sestávající z nasycené nebo nenasycené uhlovodíkové skupiny, arylové skupiny, karboxyalkenylové skupiny, alkoxykarbonyl-alkenylové skupiny, všechny o počtu atomů uhlíku 1 až 10,

R¹ ... atom vodíku, alkylovou nebo hydroxy-alkylovou skupinu o počtu atomů uhlíku 1 až 5,

za zvýšené teploty a v přítomnosti bazického katalyzátoru, vyznačující se tím, že se za zvýšené reakční teploty 25 °C až 200 °C nechá reagovat alkylester karboxylové kyseliny obecného vzorce II

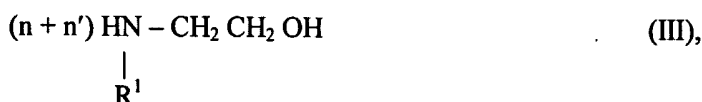


v němž znamenají

A, n a n' ... jak shora uvedeno a

R² ... alkylovou skupinu o počtu atomů uhlíku 1 až 5,

s alkanolaminem obecného vzorce III



v němž znamenají

R^1 , n a n' jak shora uvedeno,

5

vzniklý alkoholový vedlejší produkt se odstraní za atmosférického nebo sníženého tlaku 6,6 až 39,9 kPa, teplota surové reakční směsi se reguluje dokud hydroxyamid obecného vzorce I krystaluje za tvorby kaše, reakční směs se udržuje v kašovité struktuře regulací teploty od 25 °C do 200 °C po dobu od 15 min do 12 h, načež se získaný hydroxyamid obecného vzorce I isoluje.

10

2. Způsob přípravy hydroxyamidové sloučeniny obecného vzorce I podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se sloučenina obecného vzorce II nechá reagovat se sloučeninou obecného vzorce III za teploty v rozmezí od 25 °C do 200 °C, při tom se reguluje teplota tak, aby došlo ke krystalizaci produktu obecného vzorce I na kaši, tato kaše se udržuje v tomto stavu regulací teploty a třepáním od 15 min do 12 h, načež se isoluje hydroxyamidová sloučenina obecného vzorce I.

15

3. Způsob podle kteréhokoliv z předchozích nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se teplota kaše reguluje tak, aby se udržovala na 25 °C až 200 °C.

20

4. Způsob podle nároku 3, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se teplota kaše reguluje tak, aby se udržovala na 80 °C až 115 °C.

25

5. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se kaše udržuje v tomto stavu po dobu od 1 do 3 h.

30

6. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se hydroxyamidová sloučenina uvede do pevného stavu vločkováním, hrudkováním, rozprášením nebo odléváním.

35

7. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se připravuje sloučenina obecného vzorce I, ve které znamená

A ... alkylenovou skupinu se 2 až 8 atomy uhlíku,

40

R^1 ... hydroxy-alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,

n i n' ... číslo 1.

45

Konec dokumentu
