

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

208478

(11) (B2)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

- (22) Přihlášeno 03 07 78
(21) (PV 3521-79)
(32) (31)(33) Právo přednosti od 02 07 77
(P 27 30 042.1) Německá spolková republika
(40) Zveřejněno 31 12 80
(45) Vydáno 15 04 84

(51) Int. Cl.³
C 07 C 143/833

- (72) Autor vynálezu HUDEC GUSTAV, SCHWALBACH/Ts., KEIL KARL-HEINZ dr., OFFENBACH,
KÖHLER VOLKER, NIEDERHAUSEN/Ts., RIEKA JOACHIM dr., OFFENBACH,
ROSENEUSCH KURT dr., FRANKFURT/M. (NSR)
(73) Majitel patentu CASSELLA AKTIENGESELLSCHAFT, FRANKFURT/M. (NSR)

(54) Způsob výroby sulfonylmočoviny

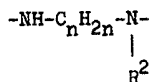
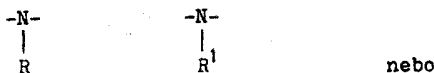
1

Tento vynález se týká způsobu přípravy nových sulfonylmočoviny obecného vzorce I,



kde znamená

- R alkylovou nebo alkenylovou skupinu s 10 až 30 atomy uhlíku,
B dvoumocnou skupinu obecného vzorce

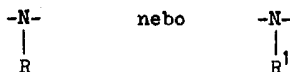


- X beta-halogenalkylovou skupinu nebo alkenylovou skupinu vždy s 2 až 4 atomy uhlíku,
R¹ a R² atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,
n číslo 2,3 nebo 4.

Nových, dosud nepopsaných sulfonylmočoviny obecného vzorce I se používá jako účinných látek pro přípravu avivážních a hydrofobačních prostředků.

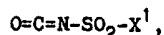
Obzvláště hodnotné jsou sulfonylmočoviny obecného vzorce I podle vynálezu, ve kterých znamená R alkylovou nebo alkenylovou skupinu s 12 až 22 atomy uhlíku, a zvláště sulfonylmočoviny, ve kterých znamená R alkylovou skupinu kokosového tuku, alkylovou skupinu loje nebo oleylovou skupinu.

Dále jsou výhodné sulfonylmočoviny obecného vzorce I, ve kterých B znamená dvoumocné skupiny



a sulfonylmočoviny, ve kterých znamená X beta-chloralkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku, jako například beta-chlorethylovou, beta-chlorpropylovou nebo beta-chlorbutylovou skupinu.

Sulfonylmočoviny obecného vzorce I se připravují tak, že se beta-halogenalkylsulfonylisokyanát s 2 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu obecného vzorce

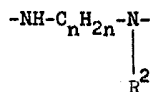
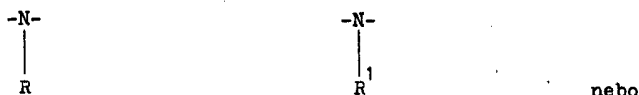


kde znamená X¹ beta-halogenalkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku, nechá reagovat s aminem obecného vzorce



kde znamená

B dvoumocnou skupinu obecného vzorce



R alkylovou nebo alkenylovou skupinu s 10 až 30 atomy uhlíku,
 R¹ alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,
 R² atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a
 n číslo 2, 3 nebo 4,

v molárním poměru asi 1:1 v aprotickém organickém rozpouštědle při teplotě 20 až 110 °C, s výhodou při teplotě 30 °C až bodu varu, použitého organického rozpouštědla, reakční produkt se o sobě známým způsobem izoluje, a pokud se má připravit sloučenina obecného vzorce I, ve které znamená X alkenylovou skupinu s 10 až 30 atomy uhlíku, zpracovává se produkt o sobě známým způsobem vodnou alkálií.

S výhodou se sulfonylmočoviny podle vynálezu připraví shora uvedeným způsobem tak, že se nechá reagovat beta-halogenalkylsulfonylisokyanát s 2 až 4 atomy uhlíku s aminem obecného vzorce



kde znamená

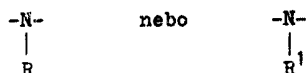
R alkylovou nebo alkenylovou skupinu s 12 až 22 atomy uhlíku a obzvláště alkylovou skupinu kokosového tuku, alkylovou skupinu loje nebo oleylovou skupinu.

Rovněž výhodně se sulfonylmočoviny podle vynálezu připraví tak, že se nechá reagovat beta-halogenalkylsulfonylisokyanát s 2 až 4 atomy uhlíku s aminem obecného vzorce



kde znamená

B dvoumocný zbytek vzorce



S výhodou se jakožto beta-halogenalkylsulfonylisokyanátu s 2 až 4 atomy uhlíku používá beta-chloralkylsulfonylisokyanátu s 2 až 4 atomy uhlíku v alkylovém zbytku.

Aprotická organická rozpouštědla, ve kterých se může provádět reakce beta-halogenethylsulfonylisokyanátů s aminy obecného vzorce



jsou například alifatické uhlovodíky až s 10 atomy uhlíku, s výhodou se 7 atomy uhlíku, zvláště při teplotě místnosti kapalně uhlovodíky této skupiny, jakož také při teplotě místnosti kapalně směsi těchto uhlovodíků, s výhodou uhlovodíky s teplotou varu 50 až 180 °C, s výhodou 50 až 100 °C, kapalně halogenované uhlovodíky až se 6 atomy uhlíku a až se 4 atomy chloru, benzen, alkylbenzeny až se 3 alkylovými zbytky vždy s 1 až 3 atomy uhlíku a halogenbenzeny, zvláště chlorbenzeny s 1 až 3 atomy halogenu, zvláště chloru.

Jakožto příklady rozpouštědel, kterých je možno použít pro způsob podle vynálezu, se uvádějí pentan, hexan, heptan, oktan, nonan, dekan, petrolether, lehký a těžký benzin, ethylchlorid, chloroform, dichlorethan, trichlorethylen, perchlorethylen, benzen, toluen, o-xylen, m-xylen, p-xylen, ethylbenzen, diethylbenzen, isopropylbenzen, monochlorbenzen, monobrombenzen, o-dichlorbenzen, m-dichlorbenzen, o-chlortoluen, m-chlortoluen a p-chlortoluen.

Pro provádění způsobu, podle vynálezu jsou obzvláště vhodnými s vodou nemísitelnými rozpouštědly alifatické chlorované uhlovodíky, zvláště dichlorethan, trichlorethylen, perchlorethylen, a aromatické uhlovodíky, zvláště benzen- toluen, o-xylen, m-xylen a p-xylen (také ve formě technických směsí), monochlorbenzen a o-dichlorbenzen. Obzvláště výhodným rozpouštědlem je monochlorbenzen.

Jestliže je pro urychlení reakce žádoucí provádění při teplotě nad teplotou varu použitého organického rozpouštědla, například provádění reakce při teplotě 100 °C v benzenu, může se pracovat v tlakově uzavřené nádobě.

Při přípravě sulfonylmočoviny podle vynálezu se také může používat nadbytku jedné z reakčních složek. Také v tomto případě se reakce provádí v molárním poměru 1:1, avšak přirozeně se při zvýšení koncentrace jedné z reakčních složek reakční rychlost zákonitě zvyšuje.

Nedostatkem tohoto způsobu je skutečnost, že se použitý nadbytek popřípadě musí z reakčního produktu odstraňovat.

Obzvláště výhodné je provádění reakce takovým způsobem, že se reakční složky, popřípadě každé o sobě samostatně rozpuštěná, pomalu spolu mísí v žádaném organickém rozpouštědle při teplotě 20 až 50 °C, s výhodou při teplotě 30 až 40 °C, a reakce se ukončí po odeznění vývoje tepla zahříváním reakční směsi k varu.

Získané produkty se mohou izolovat o sobě známými způsoby, například oddestilováním rozpouštědla, a popřípadě, pokud je to nutné pro analytické účely, čištěním získaného reakčního produktu, například překrystalováním.

Následující praktické příklady provedení objasňují způsob přípravy a použití nové sulfonylmočoviny. Díly a procenta jsou míněny vždy hmotnostně, pokud není jinak uvedeno.

P ř í k l a d 1

81,3 g (0,3 molu) oktadecylaminu se rozpustí při teplotě 40 °C v 280 ml toluenu. Do tohoto roztoku se při teplotě 40 °C v průběhu 75 minut přikape 51,9 g (0,306 molu) beta-chlorethylsulfonylisokyanátu. Pak se reakce ukončí jednodinovým varem pod zpětným chladičem a míchá se další 2 hodiny až do teploty 40 až 50 °C. Pak se toluen oddestiluje ve vakuu.

Získá se 126,5 g, to jest asi 96 % teorie surové N-oktadecyl-N',beta-chlorethylsulfonylmočoviny o teplotě tání 89 až 90 °C.

Analýza: $C_{21}H_{43}ClSN_2O_3$ (438,5)
 vypočteno: 6,4 % N, 8,2 % Cl, 7,4 % S,
 nalezeno: 6,3 % N, 8,4 % Cl, 7,6 % S.

Rovněž je možno nechat reagovat 55,5 g (0,3 molu) laurylaminu nebo 72,3 g (0,3 molu) hexadecylaminu s 51,9 g (0,306 molu) beta-chlorethylsulfonylisokyanátu za uvedených reakčních podmínek za vzniku N-lauryl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočoviny, popřípadě N-hexadecyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočoviny.

N-Lauryl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočovina:

Analýza: $C_{19}H_{39}ClSN_2O_3$ (354,5) teplota tání 79 až 80 °C
 vypočteno: 7,8 % N, 9,0 % S, 10,0 % Cl,
 nalezeno: 7,3 % N, 8,8 % S, 9,6 % Cl.

N-Hexadecyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočovina:

Analýza: $C_{18}H_{39}ClSN_2O_3$ (410,5) teplota tání 83 až 84 °C
 vypočteno: 6,8 % N, 8,6 % Cl, 7,8 % S,
 nalezeno: 6,4 % N, 8,2 % Cl, 7,1 % S.

Sloučeniny připravované shora popsaným způsobem se zpracovávají na prostředky podle výsledku tímto způsobem:

200 g N-oktadecyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočoviny se za míchání taví s 50 g reakčního produktu z 4-nonylfenolu s 24 moly ethylenoxidu při teplotě 65 až 75 °C.

Pak se do této homogenní taveniny ještě pomalu přidá 750 g vody o teplotě 70 až 80 °C, míchá se po dobu jedné hodiny při teplotě 70 až 80 °C a získaná emulze se míchá až do zchladnutí na teplotu místnosti. Místo 750 ml vody je možno také přidat 750 ml směsi ethanolu a vody v poměru 1:1 nebo 750 ml dimethoxyethanu.

Stejná emulze se získá, jestliže se místo reakčního produktu 4-nonylfenolu s 23 moly ethylenoxidu použije stejného množství reakčního produktu 2,4,6-tributylfenolu s 30 moly ethylenoxidu.

Rovněž je možné použít reakčního produktu 2-benzyl-2'-hydroxydifenyly s 15 moly ethylenoxidu.

Emulze s mimořádně vysokou stálostí a s vynikajícími užitkově technickými vlastnostmi se získá homogenním tavením 200 g N-okta-decyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočoviny s teplotou tání 89 až 90 °C ve formě shora popsáním způsobem připraveného surového produktu při teplotě 65 až 70 °C s 50 g reakčního produktu lanolinu s 20 moly ethylenoxidu a pomalým přidáním ještě 750 g vody do této taveniny při teplotě vody 70 až 80 °C a mícháním až do ochlazení na teplotu místnosti.

Příklad 2

195 g (1 mol) aminu kokosového tuku se při teplotě 40 až 50 °C rozpustí v 500 ml tri-chlormethanu a do tohoto roztoku se přikape 177,9 g (1,05 molu) beta-chlorethylsulfonyliso-kyanátu. Jedn hodinovým udržováním teploty na 50 až 60 °C se reakce ukončí. Ze vzniklého surového produktu se oddestiluje chloroform. Výtěžek je 360 g, což znamená 98,7 % teorie. Produkt má teplotu tání 75 až 80 °C.

Analýza: $C_{12,71}H_{26,42}-NH-C(=O)-NH-SO_2-CH_2-CH_2Cl$ (mol 364,5)

vypočteno: 7,68 % N, 9,73 % Cl, 8,78 % S,
nalezeno: 7,5 % N, 8,9 % Cl, 8,4 % S.

Obdobné sloučeniny se získají, jestliže se místo aminu kokosového tuku použije 280 g (1 mol) oleylamínu nebo 270 g (1 mol) aminu loje a 177,9 g (1,05 molu) beta-chlorethyl-sulfonylisokyanátu.

Analýza: $C_{18,79}H_{38,57}-NH-C(=O)-NH-SO_2-CH_2-CH_2Cl$ (mol 449,5)

vypočteno: 6,23 % N, 7,90 % Cl, 7,12 % S,
nalezeno: 5,8 % N, 7,3 % Cl, 6,7 % S.

Analýza: $C_{18,07}H_{27,07}-NH-C(=O)-NH-SO_2-CH_2-CH_2Cl$

vypočteno: 6,37 % N, 8,07 % Cl, 7,28 % S,
nalezeno: 6,19 % N, 7,80 % Cl, 6,90 % S.

Z těchto sloučenin lze dále připravovat pomocné prostředky, které se obzvláště hodí pro aviváž a hydrofobní úpravy textilních materiálů.

200 g N-lojový alkyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočoviny se za míchání roztaví s 40 g reakčního produktu 1 molu oleylalkoholu s 23 moly ethylenoxidu a s 10 g epoxidovaného C₃₀-alfa-olefinu při teplotě 70 až 80 °C.

Do této homogenní taveniny se vmíchá 750 ml vody o teplotě 80 až 90 °C. Míchá se ještě dále po dobu dvou hodin a získaná emulze se míchá až do zchladnutí na teplotu místnosti.

Prakticky stejně dobré emulze se získají, jestliže se místo reakčního produktu oleyl-alkoholu s 23 moly ethylenoxidu použije stejného množství reakčního produktu oktadecylalkoholu s 30 moly ethylenoxidu.

P ř í k l a d 3

141,5 g (0,5 molu) N-methyloktadecylaminu se rozpustí při teplotě 40 až 50 °C v toluenu a pak se do tohoto roztoku přikape 88,95 g (0,525 molu) beta-chlorethylsulfonylisokyanátu. Po době míchání dvou hodin při teplotě 80 až 90 °C je reakce ukončena. Oddestilováním toluenu ve vakuu se získá 198,5 g, to znamená 93,4 % teorie, surového N-methyl-N-oktadecyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočoviny.

Analýza: $C_{22}H_{45}N_2O_3S$ (452,5) teplota tání 150 až 160 °C
 vypočteno: 6,0 % N, 7,7 % Cl, 6,8 % S,
 nalezeno: 6,2 % N, 7,8 % Cl, 7,1 % S.

Obdobné produkty se získají reakcí 92,5 g (0,5 molu) N-ethyldecylaminu nebo 120,5 g (0,5 molu) N-n-butylododecylaminu s 88,95 g (0,525 moly) beta-chlorethylsulfonylisokyanátu.

Tavením 100 g shora popsané N-methyloktadecyl-N'-beta-chlorethylmočoviny s 25 g reakčního produktu alkoholu loje s 11 moly ethylenoxidu za intenzivního míchání s následným přidáním 375 g vody o teplotě 70 až 80 °C se získá emulze stálá při skladování s dobrými užitkově technickými vlastnostmi při nanášení na textilní materiály a na usně.

P ř í k l a d 4

390,75 g (0,75 molu) N-dioktadecylaminu se rozpustí v 1 000 ml ethylenchloridu při teplotě 60 až 70 °C a přikape se 127,1 g (0,75 molu) beta-chlorethylsulfonylisokyanátu rozpuštěného ve 150 ml ethylenchloridu, při téže teplotě a pak se míchá po dobu dvou hodin.

Oddestilováním ethylenchloridu ve vakuu se získá 498,3 g, to jest asi 96,2 % teorie surového N,N-dioktadecyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočoviny. Teplota tání je 104 až 106 °C.

Analýza: $C_{39}H_{79}ClNO_3S$ (690,5)
 vypočteno: 4,05 % N, 5,14 % Cl, 4,52 % S,
 nalezeno: 3,8 % N, 4,9 % Cl, 4,3 % S.

Stejným způsobem je možné nechat reagovat 348,75 g (0,75 molu) N-di-hexadecylaminu s 127,1 g (0,75 molu) beta-chlorethylsulfonylisokyanátu nebo 432,75 g (0,75 molu) N-di-eikosylaminu s 127,1 g (0,75 molu) beta-chlorethylsulfonylisokyanátu na odpovídající sulfonylmočoviny podle vynálezu.

100 g shora popsané N-dioktadecyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočoviny se roztaví s 25 g reakčního produktu 1 molu alkoholu kokosového tuku s 25 moly ethylenoxidu nebo s 25 g reakčního produktu z 1 molu alkoholu kokosového tuku s 15 moly ethylenoxidu při teplotě 80 až 85 °C a pak se za přidání vody, 375 g, o teplotě 70 až 80 °C, vymíchá na emulzi.

Rovněž je možné připravit stejně dobrou emulzi, jestliže se použije 25 g reakčního produktu 4-benzyl-2'-hydroxydifenyly, popřípadě 2-benzyl-2'-hydroxydifenyly, vždy s 12 moly ethylenoxidu místo shora uvedených reakčních produktů z 1 molu alkoholu kokosového tuku s 15 nebo s 25 moly ethylenoxidu.

P ř í k l a d 5

131,5 g (0,3 molu) N-oktadecyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočoviny se rozpustí ve 700 ml bezvodého dioxanu a do tohoto roztoku se pomalu přidává 24 g (0,6 molu) hydroxidu sodného, rozpuštěného ve směsi 250 g dioxanu a s 100 ml vody.

Pak se po dobu 3 až 4 hodin míchá při teplotě 70 až 80 °C, neutralizuje se kyselinou chlorovodíkovou a produkt se izoluje.

Výtěžek: 110 g, to jest asi 91,2 % teorie N-oktadecyl-N'-vinylsulfonylmočoviny o teplotě tání 100 až 109 °C.

Analýza: $C_{21}H_{42}N_2SO_3$ (402,5)
 vypočteno: 6,9 % N, 7,9 % S,
 nalezeno: 6,3 % N, 7,3 % S.

Stejným způsobem je možné z 84,9 g (0,3 molu) N-methyloktadecylaminu a 50,8 g (0,3 molu) beta-chlorethylisokyanátu připravit nejdříve N-methyl-oktadecyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočovinu a z ní způsobem shora popsáním N-methyloktadecyl-N'-vinylsulfonylmočovinu.

P ř í k l a d 6

134,5 g (0,5 molu) oktadecylaminu se rozpustí při teplotě 40 až 50 °C v 350 ml toluenu. Do tohoto roztoku se při teplotě 40 až 50 °C v průběhu 90 minut přikape 92,66 g (0,505 molu) 2-chlorpropylsulfonylisokyanátu. Jedn hodinovým varem pod zpětným chladičem se reakce ukončí. Pak se ve vakuu toluen oddestiluje.

Získá se 218,5 g to jest asi 95,6 % teorie, N-oktadecyl-N'-2-chlorpropylmočoviny.

Analýza: $C_{22}H_{45}ClSO_3N_2$ (452,5) teplota tání 97 až 98 °C
 vypočteno: 6,2 % N, 7,84 % Cl, 7,07 % S,
 nalezeno: 5,6 % N, 7,65 % Cl, 6,80 % S.

Do takto připraveného surového produktu se roztaví na 100 g surového produktu 25 g reakčního produktu z 4-nonylfenolu s 23 moly ethylenoxidu a přidáním 375 g vody o teplotě 80 až 85 °C se připraví jemně disperzní pasta produktu.

Stejným způsobem je možné místo shora uvedeného reakčního produktu z 4-nonylfenolu s 23 moly ethylenoxidu použít reakčního produktu z 2,4,6-tributylfenolu s 50 moly ethylenoxidu, čímž se získá stejně dobře stálá emulze.

P ř í k l a d 7

80,7 g (0,3 molu) oktadecylaminu se při teplotě 40 až 45 °C rozpustí v 300 ml toluenu. Do tohoto roztoku se při teplotě 50 až 60 °C přikape 59,84 g (0,303 molu) 2-chlorbutylsulfonylisokyanátu a pak se míchá pod zpětným chladičem po dobu jedné hodiny. Pak se toluen ve vakuu oddestiluje.

Získá se 139 g, to jest asi 98,3 % teorie, surového produktu o teplotě tání 104 až 105 °C. Produktem je N-oktadecyl-N'-2-butylmočovina.

Analýza: $C_{23}H_{47}ClSO_3N_2$ (466,5)

vypočteno: 6,0 % N, 7,6 % Cl, 6,9 % S,
nalezeno: 5,6 % N, 7,7 % Cl, 7,0 % S.

100 g takto získaného surového produktu se roztaví s 20 g reakčního produktu kyseliny ricinového oleje s 36 moly ethylenoxidu a turbinovým míchadlem se smíchá s 380 g vody o teplotě 80 až 85 °C. Získá se jemně disperzní pasta s vlastnostmi podle vynálezu.

Příklad 8

226,25 g (0,5 molu) N-oktadecyl-N'-beta-chlorpropylsulfonylmočoviny se rozpustí v 1 200 ml dioxanu a při teplotě 40 až 50 °C se přikape 30 g (0,75 molu) hydroxidu sodného, rozpuštěného ve směsi 350 g dioxanu a 140 ml vody.

Pak se míchá po dobu tří hodin při teplotě 40 až 50 °C, neutralizuje se 2N kyselinou chlorovodíkovou a produkt se izoluje.

Výtěžek je 198 g, to jest asi 95,2 % teorie N-oktadecyl-N'-propenyl-2-sulfonylmočoviny o teplotě tání 116 až 118 °C.

Analýza: $C_{22}H_{44}SO_3H_2$ (416,0)

vypočteno: 6,7 % N, 7,7 % S,
nalezeno: 6,4 % N, 7,3 % S.

Stejně je možné z 139,5 g (0,3 molu) N-oktadecyl-N'-beta-chlorbutylsulfonylmočoviny a 18 g (0,45 molu) hydroxidu sodného, rozpuštěného ve směsi dioxanu a vody, za shora popsaných podmínek připravit N-oktadecyl-N'-butenyl-2-sulfonylmočovinu.

Příklad použití 1

Bavlněná tkanina o hmotnosti 125 g/m² se napustí lázní obsahující 25 g/l způsobem podle příkladu 1 připraveného pomocného prostředku podle vynálezu, odmačká se na 80 % zbytkové vlhkosti a suší se 8 minut při teplotě 125 °C.

Upravená tkanina má příjemný měkký omak a dobrou vodoodpudivost. Zlepšení omaku a vodoodpudivosti jsou stálé při praní.

Příklad použití 2

Tkanina ze směsi 65 dílů bavlny a 35 dílů polyesterových vláken o hmotnosti 100 g/m² nebo tkanina ze směsi 80 dílů bavlny a 20 dílů polyamidových vláken o hmotnosti 115 g/m² se napustí lázní, která obsahuje 25 g/l pomocného prostředku podle vynálezu, připraveného tímto způsobem:

Za intenzivního míchání se roztaví 100 g způsobem popsaným v příkladu 1 připravené N-oktadecyl-N'-beta-chlorethylsulfonylmočoviny s 20 g reakčního produktu 1 molu oleylalkoholu s 25 moly ethylenoxidu a s 5 g epoxidovaného C₃₀-alfa-olefinu při teplotě 80 až 85 °C.

Pak se do této homogenní taveniny vmíchá 375 g vody o teplotě 85 až 90 °C a vymíchá se jemně disperzní, stálá emulze.

Touto lázní pomocného prostředku napuštěná tkanina se odmačkne na 64 % nebo na 60 % a suší se po dobu 8 minut při teplotě 125 °C. Shora popsáním způsobem upravené textilie mají příjemný měkký omak. Vyznačují se dobrým odpuzováním vody. Získané efekty jsou stále při praní.

Příklad použití 3

Opakuje se úprava textilní tkaniny jako podle příkladu 5, použije se však 25 g/l podle příkladu 3 připraveného pomocného prostředku podle vynálezu a přidavně se do lázně vnesou 80 g/l dimethyloldihydroxyethylenmočoviny spolu s 10 g/l hexahydrátu chloridu hořečnatého.

Takto upravená látka má kromě výhodných vlastností, dodaných aminoplastovým prostředkem pro trvalé zušlechťování, velmi příjemný, měkký omak a velmi dobré hydrofobní vlastnosti. Dosažené efekty jsou velmi stále při praní.

Příklad použití 4

V následujících příkladech, které objasňují způsob použití prostředků podle vynálezu pro zušlechťování usní, jsou procenta udávaných používaných množství vztahována na suchou hmotnost usně. Procentní koncentrační údaje jsou míněny hmotnostně.

Deset dochromovaných východoindických kříženeckých oděvnických velurových usní se suchou hmotností 2,6 kg se valchuje 100 % vody, 2 % hydroxidu amonného a 0,1 až 0,2 % anionického emulgátoru asi po dobu jedné hodiny.

Pak se useň proplachuje vodou o teplotě 20 až 25 °C po dobu 5 minut a v činicím sudě se valchuje 100 až 200 % vody, 1 až 2 % amoniaku 25 % a 10 % v příkladu 1 popsaného pomocného prostředku podle vynálezu po dobu jedné hodiny.

Po této době se množství vody zvýší na celkem 1 000 % a zhařeje se na teplotu 60 až 70 °C. V této lázni se useň barví jako obvykle anionogenními barvivy a okyselí se kyselinou mravenčí, přičemž množství kyseliny nemá být pod 2 %.

Useň se bez vypláchnutí položí na 24 hodin na kozlík, pak se suší při teplotě 60 až 70 °C a nakonec se zpracovává 3 až 4 hodiny ve valchovací nádobě.

Takto zpracovaná useň má hedvábný, hladký velurový omak a má dobrý lesk.

Nanesené kapky vody nepronikají u takto upravené usně v průběhu čtyř hodin ve srovnání s dobou pronikání 2 až 4 minut u neupravené usně. Dynamické přijímání vody, stanovené kotoučkovým způsobem, je 140 až 150 % u neupravené usně ve srovnání s 40 až 50 % v případě usně upravené způsobem podle vynálezu.

Pracovní předpis pro stanovení dynamického přijímání vody kotoučkovým způsobem:

Pro stanovení se používá vždy srovnávacích kousků usně, které jsou podle možnosti vytaženy z kusu kůže tak, že leží vedle sebe.

Vyrazí se vždy 3 kotoučky z usně o průměru 20 mm.

Řezné plochy kotoučků se opatří nitrocelulózovým lakem, kotoučky se usuší a každý kotouček se samostatně zváží. Pak se tři vzorky usně vloží do třepačky o obsahu 300 ml, která obsahuje 250 ml demineralizované vody o teplotě 20 °C, a třepe se po dobu 15 minut v třepacím aparátu (180 frekvencí/min).

Po protřepání se vzorky osuší filtračním papírem a zváží se.

Procentní přijímání vody se vypočte z tohoto vztahu:

$$\% \text{ přijímání vody} = \frac{(G_{\text{za mokra}} - G_{\text{za sucha}}) \cdot 100}{G_{\text{za sucha}}}$$

kde znamená

$G_{\text{za mokra}}$ hmotnost mokré usně

$G_{\text{za sucha}}$ hmotnost suché usně.

Příklad použití 5

20 půlek mezisušené, chromočiněné štípenkové velurové usně se suchou hmotností 60 kg se valchuje 1 000 % vody o teplotě 35 °C, 2 % amoniaku 25% a 0,2 až 0,4 % anionického emulgátoru po dobu asi jedné hodiny v činicím sudě.

Pak se useň proplachuje vodou o teplotě 20 až 25 °C po dobu asi 5 minut a zpracovává se 100 až 200 % vody, 1 až 2 % amoniaku 25% a 5 až 10 % způsobem popsaným v příkladu 5 přepraveného prostředku podle vynálezu.

Hodnota pH lázně by měla být na konci úpravy 8 až 9. Po této době se podle požadovaného odstínu přidá 4 až 8 % barviva v práškové formě a po době barvení 30 až 40 minut se celkový objem lázně zvýší na 800 až 1 000 %, zahřeje se na teplotu 60 až 70 °C a po dalších 30 minutách se okyslí obvyklým způsobem kyselinou mravenčí. Množství kyseliny mravenčí má odpovídat polovině přidaného barviva.

Useň se bez propláchnutí položí na 24 hodiny na kozlík, pak se suší při teplotě 60 až 70 °C a obvyklým způsobem se zpracování ukončí.

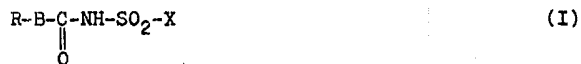
Takto zpracovaný štípenkový velur má měkký sametový velurový omak a má dobrý lesk.

Doba pronikání nanesených kapek vody se z 5 až 10 minut pro případ neupravené usně zvýší na 2 až 3 hodiny u usně upravené shora popsaným způsobem.

Dynamiccký příjem vody, stanovený kotoučkovým způsobem, se z 80 až 100 % pro případ neupravené usně sníží na 30 až 50 % v případě usně upravené shora popsaným způsobem. Tento jev hydrofobnosti se může ještě zvýšit odpovídajícím hydrofobním domaštěním.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

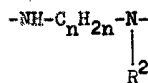
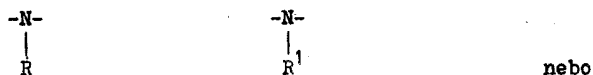
1. Způsob výroby sulfonylmočoviny obecného vzorce I,



kde znamená

R alkylovou nebo alkenylovou skupinu s 10 až 30 atomy uhlíku,

B dvoumocnou skupinu obecného vzorce



- X beta-halogenalkylovou nebo alkenylovou skupinu vždy s 2 až 4 atomy uhlíku,
 R¹ alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,
 R² atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,
 n číslo 2, 3 nebo 4,

vyznačený tím, že se nechá reagovat beta-halogenalkylsulfonylisokyanát obecného vzorce II,



kde znamená

X¹ beta-halogenalkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku,

s aminem obecného vzorce III,



kde R a B mají shora uvedený význam, v molárním poměru 1:1 v aprotickém organickém rozpouštědle při teplotě 20 až 110 °C, reakční produkt se izoluje, a pokud se připravuje sloučenina obecného vzorce I, ve které znamená X vinylovou skupinu, nechá se získaná sloučenina reagovat s vodnou alkálií.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že v aminu obecného vzorce III znamená R alkylovou nebo alkenylovou skupinu vždy s 12 až 22 atomy uhlíku.

3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačený tím, že v aminu obecného vzorce III znamená R stearylovou skupinu, alkylovou skupinu kokosového tuku, alkylovou skupinu loje nebo olejovou skupinu.

4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačený tím, že beta-halogenalkylsulfonylisokyanátem je beta-chloralkylsulfonylisokyanát.