

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: **78100278.7**

(51) Int. Cl.²: **C 07 C 143/833, D 06 M 13/40, D 06 M 13/38**

(22) Anmeldetag: **29.06.78**

(30) Priorität: **02.07.77 DE 2730042**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: **10.01.79 Patentblatt 79/01**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB NL

(71) Anmelder: **CASSELLA Aktiengesellschaft, Hanauer Landstrasse 526, D-6000 Frankfurt am Main 61 (DE)**

(72) Erfinder: **Hudec, Gustav, Ostring 29, D-6231 Schwalbach/Ts. (DE)**

(72) Erfinder: **Keil, Karl-Heinz, Dr., Konrad-Adenauer Strasse 26, D-6050 Offenbach-Bieber (DE)**

(72) Erfinder: **Köhler, Volker, Am Schillertempel 1, D-6272 Niedernhausen/Ts. (DE)**

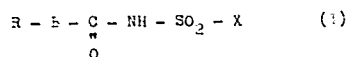
(72) Erfinder: **Ribka, Joachim, Dr., Rügener Strasse 4, D-6050 Offenbach-Bürgel (DE)**

(72) Erfinder: **Rosenbusch, Kurt, Dr., Loreley Strasse 16, D-6230 Frankfurt am Main 80 (DE)**

(74) Vertreter: **Urbach, Hans-Georg, Dr. et al, Hanauer Landstrasse 526, D-6000 Frankfurt am Main 61 (DE)**

(54) **Sulfonylharnstoff enthaltende Avivage- und Hydrophobierungsmittel für Zellulose enthaltende Textilmaterialien und Leder; Verfahren zu seiner Herstellung, die behandelten Materialien; die Sulfonylharnstoffe und Verfahren zu deren Herstellung.**

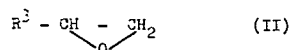
(57) Die Avivage- und Hydrophobierungsmittel für Zellulose, zellulosehaltige Textilien und für Leder bestehen aus a Gewichtsteilen einer Verbindung



worin R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen, B einer der zweiwertigen Reste

oder $-NH-C_nH_{2n}-NH-$ und

X β -Halogenalkyl oder Alkenyl mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen ist und R¹ und R² für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen sowie n für 2, 3 oder 4 stehen, und b Gewichtsteilen eines Emulgators, bestehend aus 100 - 37,5% bekannter nichtionischer Emulgatoren, 0 - 50% bekannter anionischer Emulgatoren und 0 bis 25% bekannter Licker, c Gewichtsteilen eines Epoxids

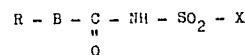


worin R³ Alkyl oder Alkenyl mit 15 bis 40 C-Atomen bedeutet, und gegebenenfalls d Gewichtsteilen Wasser oder eines mit

Wasser mischbaren organischen Lösungsmittels, wobei a einen Wert von 80 bis 99, b einen Wert von 20 bis 1, c einen Wert von 0 bis 5 gegebenenfalls $\frac{100-a}{a+b+c+d}$

einen Wert von 10 bis 40 hat. Sulfonylharnstoffe der

allgemeinen Formel



worin R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen, B einer der zweiwertigen Reste

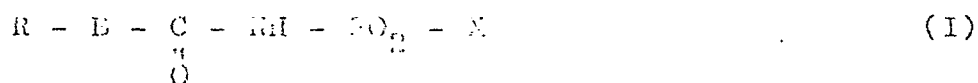
oder $-NH-C_nH_{2n}-NH-$ und

X β -Halogenalkyl oder Alkenyl mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen ist und R¹ für Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, R² für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und n für 2, 3 oder 4 besteht, hergestellt durch Umsetzung von einem β -Halogenalkyl-sulfonyl-isocyanat mit 2 bis 4 C-Atomen im Alkylrest der

Ref. 3094

Avivage- und Hydrophobiermittel, Verfahren zu seiner Herstellung, die mit dem Mittel behandelten Materialien, die in dem Mittel enthaltenen Sulfonylharnstoffe und das Verfahren zu ihrer Herstellung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft Avivage- und Hydrophobiermittel für Textilmaterialien aus oder enthaltend Zellulose und für Leder, bestehend aus a Gewichtsteilen einer Verbindung der allgemeinen Formel I,



- 10 worin R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen, B einer der zweiwertigen Reste $\underset{\text{R}}{\underset{|}{N}} - \underset{\text{R}^1}{\underset{|}{N}}$ oder $\underset{\text{R}^1}{\underset{|}{NH}} - C_{nH_{2n}} - \underset{\text{R}^2}{\underset{|}{N}}$ und

X 2-Halogenalkyl oder Alkenyl mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen ist und R¹ und R² für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen sowie n für 2, 3 oder 4 stehen, und b Gewichtsteilen eines Emul-

- 15 gators, bestehend aus 100 - 37,5 % bekannter nichtionischer Emulgatoren, 0 - 50 % bekannter anionischer Emulgatoren und 0 - 25 % bekannter Licker, c Gewichtsteilen eines Epoxids der Formel II



- 20 worin R³ Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 40 C-Atomen bedeutet, und gegebenenfalls d Gewichtsteilen Wasser oder eines mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittels, wobei a einen Wert von 80 bis 99, b einen Wert von 20 bis 1, c einen Wert von 0 bis 5 und gegebenenfalls

$\frac{100 \cdot a}{a+b+c+d}$ einen Wert von 10 bis 40 hat,

die Herstellung und Verwendung dieser Mittel sowie die neuen Wirkstoffe der Formel I und deren Herstellung.

- Avivagemittel sollen Textilmaterialien und Leder vorteilhafte
5 Oberflächeneigenschaften, insbesondere einen angenehmen warmen Griff, verleihen. Daneben können Avivagemittel die Verarbeitungseigenschaften von Fasermaterialien verbessern. Bekannte Avivagemittel sind beispielsweise natürliche Öle und partiell-verseifte natürliche Fette.
- 10 Diese Produkte verleihen den Textilmaterialien einen vollen weichen aber etwas stumpfen Griff. Ein besonderer Nachteil ist ihre Empfindlichkeit gegen Wasserhärte und ihre Neigung zum Ranzigwerden. Unempfindlicher gegen Wasserhärte sind Avivagemittel auf Basis sulfatierter Öle bzw. Fette. Weitere bekannte Avivagemittel
15 sind beispielsweise primäre Alkylsulfate, wie Cetyl- und Stearyl-sulfat. Außer den anionischen Avivagemitteln sind auch kationische Avivagemittel bekannt geworden auf der Basis quartärer Ammoniumbasen mit mindestens einem langkettigen Alkyrest, wie sie z.B. in der schweizer Patentschrift 130 281 oder dem deutschen Reichspa-
20 tent 546 406 beschrieben wurden. Die kationischen Avivagemittel ergeben zwar einen angenehmen weichen Griff, neigen jedoch bei hohen Temperaturen zu Vergilbungen. Außerdem führen sie unter Umständen zu Farbtonumschlägen und vermindern die Lichtechtheit von Färbungen. Eine gewisse Verbesserung bezüglich der Vergilbungs-
25 neigung unter Beeinflussung der Lichtechtheit von Färbungen wurde durch die in der amerikanischen Patentschrift 2 304 369 und im deutschen Bundespatent 1 048 412 beschriebenen vorwiegend Carbo-
namid oder Harnstoff-Gruppierungen enthaltenden Avivagemittel erzielt.
- 30 Neben der Avivagewirkung ist es häufig erwünscht, eine Hydrophobierung des Textilmaterials bzw. des Leders herbeizuführen. Bekannt Möglichkeiten zur Hydrophobierung von Textilmaterial und Leder

- sind die Behandlung mit Lösungen oder Emulsionen von Paraffin-Kohlenwasserstoffen, Wachsen oder dergleichen. Auch Metallseifen sind bereits für Hydrophobierungszwecke eingesetzt worden. Kombinationen von Metallsalzen und Paraffin- und Wachs-
5 Emulsionen, die für Hydrophobierungszwecke in Betracht kommen können, sind aus DRP 702 628 und aus der amerikanischen PS 2 015 864 bekannt. Metallkomplexe, die, ähnlich wie Metallseifen, für Hydrophobierungszwecke eingesetzt werden können, sind aus der amerikanischen PS 2 273 040 bekannt.
- 10 Ein Nachteil aller oben genannten Färbungs- und Hydrophobierungsmittel ist ihre nicht ausreichende Naß- und Waschechtheit. Es ist daher bereits versucht worden, Hydrophobierung durch chemische Umsetzung mit der Zellulose herbeizuführen. So ist es aus der DRP 542 186 bekannt, Zellulose-Materialien mit Anhydriden
15 bzw. Chloriden von Fettsäuren zu behandeln. Dieses Verfahren konnte in der Praxis jedoch keinen Eingang finden. Aus der amerikanischen Patentschrift 2 173 029 ist die Hydrophobierung von Zellulose-Materialien mit langkettigen Isocyanaten, beispielsweise Stearyl-isocyanat, bekannt. Dieses Verfahren hat jedoch
20 den Nachteil, daß die Hydrophobierung im organischen Lösungsmittel ausgeführt werden muß. Gewisse Verbesserungen dieses Verfahrens durch Einsatz von Isocyanat-Addukten sind aus der britischen Patentschrift 716 232 und der amerikanischen Patentschrift 2 746 388 bekannt. Weitere bekannte Hydrophobierungsmittel sind Alkoxy-methyl-pyridinium-Verbindungen mit langkettigem Alkoxyrest (DRP 613 735) und die ähnlich gebauten N-Alkanoylamino-methyl-pyridinium-chloride (britisches Patent 466 617) mit langkettigem Alkanoylrest sowie insbesondere die aus dem DRP 681 520 bekannten N-Alkyl-N'-äthylenharnstoffe mit
25 langkettigem Alkylrest.
- 30

Diese bekannten Produkte weisen jedoch eine Reihe von Nachteilen auf, so z.B. ihre mangelhafte Beständigkeit gegen Wasser und, damit verbunden, ein Nachlassen der Reaktivität bei längerer Lagerung, nicht immer ausreichender Hydrophobierungseffekt,
35 die Notwendigkeit, die chemische Bindung zwischen Hydrophobierungsmittel und Zellulosefaser durch Erhitzen auf Temperatu-

0000201

ren von 120 - 150°C herbeizuführen. Die aus DRP 681 520 bekannten faserreaktiven Hydrophobierungsmittel ergeben zwar gute Hydrophobierungseffekte, lassen jedoch bezüglich Haltbarkeit noch zu wünschen übrig, da sie unter Einwirkung von Licht, 5 Hitze oder Säurespuren zu Autopolymerisation unter Wirkungsabschwächung neigen. Außerdem wirft ihre Herstellung von der apparativen Seite her erhebliche Probleme auf.

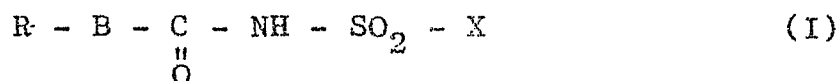
Weitere Nachteile bekannter Produkte sind beispielsweise mangelhafte Verträglichkeit mit anderen Veredelungsmitteln für Textilien und/oder Leder oder mit sauren Farbstoffen, was zur 10 Nuancenverschiebung von Färbungen führen kann, nicht gleichmäßig gute Wirkung auf verschiedenen Materialien, wie beispielsweise vegetabilisch- oder chromgegerbtes Leder, mangelhafte Beständigkeit der Hydrophobierungs- und Avivage-Effekte gegenüber chemischer 15 Reinigung und "Speckigkeit" bei Applikation auf Veloursleder.

Die vorliegende Erfindung betrifft nun Avivage- und Hydrophobierungsmittel, die eine ausgezeichnete Griffverbesserung von Zellulose-Textilmaterial und Leder bei gleichzeitig hervorragenden 20 Hydrophobiereffekten ergeben. Die erzielten Effekte weisen eine sehr gute Naß-, Wasch- und chem. Reinigungsbeständigkeit auf und sie lassen sich auf unterschiedlichen Zellulosematerialien und sehr verschiedenartigen Lederqualitäten erzielen. Darüberhinaus lassen sich die in den erfindungsgemäß einzusetzenden Avivage- 25 und Hydrophobierungsmitteln enthaltenen substratreaktiven Wirkstoffe der Formel I in technisch einfacher Weise herstellen.

Die erfindungsgemäß einzusetzenden Avivage- und Hydrophobierungsmittel für Textilmaterialien aus oder enthaltend Zellulose und für Leder bestehen aus

BAD ORIGINAL

a Gewichtsteilen einer Verbindung der allgemeinen Formel I



worin R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen, B einer der zweiwertigen Reste $\underset{\text{R}}{\underset{|}{\text{N}}}$ -, $\underset{\text{R}^1}{\underset{|}{\text{N}}}$ - oder $\text{NH}-\underset{\text{R}^2}{\underset{|}{\text{C}}}_n\text{H}_{2n}-\underset{\text{R}^2}{\underset{|}{\text{N}}}$ - und

- 5 X β -Halogenalkyl oder Alkenyl mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen ist und R¹ und R² für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen sowie n für 2, 3 oder 4 stehen, und b Gewichtsteilen eines Emulgators, bestehend aus 100 - 37,5 % bekannter nichtionischer Emulgatoren, 0 - 50 % bekannter anionischer
- 10 Emulgatoren und 0 - 25 % bekannter Licker, c Gewichtsteilen eines Epoxids der Formel II



worin R³ Alkyl oder Alkenyl mit 15 bis 40 C-Atomen bedeutet, und gegebenenfalls

- 15 d Gewichtsteilen Wasser oder eines mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittels, wobei
- a einen Wert von 80 bis 99,
- b einen Wert von 20 bis 1,
- c einen Wert von 0 bis 5
- 20 und gegebenenfalls

$\frac{100 \cdot a}{a+b+c+d}$ einen Wert von 10 bis 40 hat.

- Besonders günstige Eigenschaften besitzen erfindungsgemäße Hilfsmittel mit 95 bis 99 Gewichtsanteilen des Wirkstoffs der Formel I und 1 bis 5 Gewichtsanteilen des Emulgators in
- 25 100 Gewichtsteilen des Hilfsmittels.

Die langkettigen Alkylreste R der in den erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen enthaltenen Wirkstoffe der Formel I mit 10 bis 30 Kohlenstoffatomen sind vorzugsweise nur schwach verzweigt oder linear. Bevorzugte Wirkstoffe der Formel I weisen Alkylreste R mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen auf. Beispiele für Alkylreste, die in den Wirkstoffen der Formel I für R stehen können, sind:

Decyl, Undecyl, Duodecyl, 8-Äthyl-decyl(10), Tridecyl, Tetra-
decyl, Pentadecyl, Hexadecyl, Heptadecyl, Octadecyl, 6-Hexyl-
duodecyl(12), Nonadecyl, Eicosyl, Heneicosyl, Docosyl, Tri-
cosyl, Tetracosyl, Pentacosyl, Hexacosyl, Heptacosyl, Octa-
5 cosyl, Triacontyl.

In dem für X stehenden β -Halogenalkyl-Rest besitzt das
Halogen beispielsweise die Bedeutung von Brom, Jod, insbe-
sondere aber von Chlor. Beispiele für den β -Halogenalkyl-
rest sind insbesondere β -Chloräthyl, β -Chlorpropyl und
10 β -Chlorbutyl, Beispiele für das für X stehende Alkenyl sind
Vinyl, Propenyl, 1-Butenyl und 2-Butenyl.

Sowohl im Hinblick auf die Wirkung, Emulgierbarkeit und an-
wendungstechnischen Eigenschaften, als auch aus Gründen der
leichten Zugänglichkeit der entsprechenden Ausgangsmaterialien
15 sind solche Mischungen erfindungsgemäßer Verbindungen der
Formel I ebenfalls bevorzugt, in denen die Reste R bezüglich
ihrer Kohlenstoffatomzahl und ihrem Molanteil in der Mischung
der statistischen Zusammensetzung der Carbonsäuren in natür-
lichen Fetten, wie Talgfett, Cocosfett, Stearin, Sojaöl oder
20 Palmöl entsprechen. Reste R, die für eine derartige Gruppe
von Alkylresten stehen werden üblicherweise mit Talgfett-
alkyl, Cocosfettalkyl usw. bezeichnet. So besteht beispiels-
weise "Stearylalkyl" im wesentlichen aus Alkylresten mit 16
bis 18 Kohlenstoffatomen, "Talgfett-alkyl" im wesentlichen
25 aus Alkylresten mit 14, 16, 18 Kohlenstoffatomen und dem
Octadecen-(9)-yl-(1)-rest und "Oleyl-alkyl" aus Alkylresten
mit 16 - 18 Kohlenstoffatomen und dem Octadecen-(9)-yl-(1)-
rest.

Eine weitere Gruppe bevorzugter Wirkstoffe der Formel I sind
solche, in denen B einer der zweiwertigen Reste
30 -N- oder -N- ist.

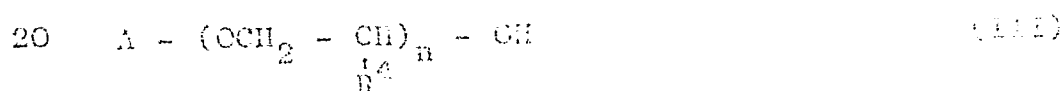
$$\begin{array}{c} \text{R} \\ | \\ \text{R} \end{array} \quad \begin{array}{c} \text{R} \\ | \\ \text{R} \end{array}$$
 Wegen ihrer besonders vorteilhaften Reaktivität und günsti-
gen Zugänglichkeit sind auch solche Wirkstoffe der Formel I
bevorzugt, in denen X für eine β -Chloralkylgruppe mit 2 bis
4 C-Atomen wie z.B. für die β -Chloräthyl- β -Chlorpropyl- oder
 β -Chlor

butyl-Gruppe steht.

Besonders günstig verhalten sich die erfindungsgemäßen Emulgatoren-
den Wirkstoffe der Formel I in Hinblick auf ihre gemeinsame Ver-
wendung mit anderen für die Textil- oder Leder-Behandlung bzw.

- 5 -Veredlung erforderlichen Mitteln und im Hinblick auf ihre Emul-
gierbarkeit in wäßrigen Flotten. Diese vorteilhafte Eigenschaft
der in den erfindungsgemäßen Avivage- und Hydrophobiermitteln
enthaltenen Wirkstoffe eröffnet die Möglichkeit, den für die
Emulgierung des Wirkstoffs zu verwendenden Emulgator
10 in mannigfacher Weise zu variieren und damit Mittel herzustellen,
die spezielle Anwendung, entweder für Textilien oder für Leder
finden, oder aber solche Hilfsmittel, die universell sowohl für
Zellulose-Textilien als auch für Leder eingesetzt werden können.

- Es ist auch durchaus zweckmäßig, diese Möglichkeit zu nutzen
15 und den in den erfindungsgemäßen Avivage- und Hydrophobier-
mitteln enthaltenen Emulgator dem evtl. ins Auge gefaßten
Hauptanwendungsbereich des Mittels anzupassen. In jedem Fall
enthält der Emulgator einen Anteil an sich bekannter nicht-
ionogener Emulgatoren, die sich unter der allgemeinen Formel III



worin

A verzweigtes oder unverzweigtes Alkyl oder Alkenyl mit
10 bis 22 C-Atomen, Alkylphenyl mit insgesamt 9 bis 12
C-Atomen in den Alkylresten,

- 25 verzweigtes oder unverzweigtes Alkanoyl oder Alkenoyl mit
10 bis 22 C-Atomen, Aralkyl mit 1 bis 12 C-Atomen,
Aralkyl-aryl mit 13 bis 23 C-Atomen,
Reste der Kohlfettsäurebestandteile oder

- Acyloxyalkyl mit insgesamt 10 bis 20 C-Atomen;
30 R^4 Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen und
n eine Zahl zwischen 10 und 60 ist,

zusammenfassen lassen.

Nichtionische Emulgatoren der oben angegebenen allgemeinen Formel III werden erhalten durch Umsetzung von Hydroxylgruppenhaltigen Verbindungen AOH mit Äthylenoxiden wie Äthylen, Propylen und vorzugsweise Äthylenoxid. Erfindungsgemäße Avivage- und Hydrophobiermittelzubereitungen, in denen als nicht-ionogene Emulgatoren Äthylenoxid-Umsetzungsprodukte mit 10 bis 30 Mol Äthylenoxid enthalten sind, liefern besonders stabile Emulsionen.

Hydroxylgruppenhaltige organische Verbindungen AOH, die zur Herstellung der in den erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen enthaltenen nichtionogenen Emulgatoren geeignet sind, sind beispielsweise langkettige Alkanole und Alkenole mit 10 bis 22 Kohlenstoffatomen, insbesondere solche, die sich von den natürlichen Fettsäuren wie Stearinsäure, Palmitinsäure, Ölsäure, oder den natürlichen Fettsäuregemischen, wie sie in der Cocosfettsäure bzw. Talgfettsäure vorliegen, ableiten; Carbonsäuren mit 10 bis 22 Kohlenstoffatomen, insbesondere auch hier die natürlichen Fettsäuren, wie Stearinsäure, Palmitinsäure, Ölsäure oder natürliche vorkommende Fettsäuregemische, wie Cocosfettsäure oder Talgfettsäure;

Alkylphenole mit 4 - 9 Kohlenstoffatomen in den Alkylresten, wie beispielsweise p-t-Butylphenol, p-Nonylphenol, Tri-isopropyl- und Tri-isobutylphenole, beispielsweise 2,4,6-Tri-(n)-butylphenol, 2,4,6-Tri-isobutylphenol oder 2,4,6-Tri-tert.-butylphenol;

Aralkanole, insbesondere Phenyl- und Diphenyl-alkanole, wie z.B. Benzylalkohol, β -Phenyl-Äthanol, β -(4-Methyl-phenyl)-Äthanol, β -(4-Isopropyl-phenyl)-Äthanol, 4'-Methyl-4- β -hydroxy-Äthyldiphenyl;

Hydroxy-aralkyl-aryle, insbesondere aralkylierte Phenole und Hydroxydiphenyle, wie z.B. 4-Hydroxy-diphenylmethan, 4-Hydroxy-4'-methyl-diphenylmethan, 2-Hydroxy-4'-methyl-diphenylmethan, 4-Benzyl-2'-hydroxydiphenyl oder 2-Benzyl-2'-hydroxydiphenyl, 4-(p-Tolyl)-4'-hydroxydiphenyl;

teilweise mit langkettigen Fettsäuren veresterte mehrwertige Alkohole, wie beispielsweise Fettsäuremono- und -diglyceride,

0000201

Fettsäureester des Sorbits und Sobitins, wobei als Fettsäurekomponenten insbesondere die natürlichen, wie Laurinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Ölsäure oder natürlich vorkommende Fettsäuregemische, wie Cocosfettsäure oder Talgfettsäure,

5 in Betracht kommen;

die Wollfettbestandteile, wie Palmitinsäure, Cerotinsäure, Capronsäure, Ölsäure, Lanocerinsäure, Myristinsäure, Lanopalminsäure, Coolesterin, Lanosterin, Agnosterin, Cetylalkohol, Cerylalkohol, die vorteilhafterweise in Form des natürlichen

10 Lanolins eingesetzt werden.

Für den Einsatz in den erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen besonders wertvoll sind Umsetzungsprodukte des Lanolins

mit 10 - 30 Mol Äthylenoxid, weil sie besonders stabile Emulsionen bzw. Dispersionen der erfindungsgemäßen Hilfsmittel in

15 wäßrigen Behandlungsflotten ergeben.

Erfindungsgemäße Hilfsmittelzubereitungen, die vorzugsweise für textile Anwendung vorgesehen sind, enthalten im wesentlichen, vorzugsweise 100 %, nichtionische Emulgatoren. Erfindungsgemäße Hilfsmittelzubereitungen, die speziell für den Einsatz auf dem

20 Ledersektor vorgesehen sind, enthalten keine Epoxyde der Formel II, dagegen können bis zu 50 % des nichtionischen Emulgators durch anionische Emulgatoren ersetzt werden. In erfindungsgemäßen Avivage- und Hydrophobiermittelzubereitungen kann der Emulgator zu 100 bis 50% aus nichtionischen Emulgatoren und

25 0 bis 50 % anionischen Emulgatoren zusammengesetzt sein. Bekannte, bei den technischen Lederbearbeitungsverfahren eingesetzte Emulgatoren sind beispielsweise sulfatierte Fette oder Öle, wie z.B. sulfatierter Tran oder sulfatiertes Sperm-, Palm- oder Klauenöl,

30 sulfonierte oder sulfatierte Paraffinkohlenwasserstoffe, Chlorparaffinkohlenwasserstoffe, Olefine, Fettalkohole mit einer Kettenlänge von 10 - 30 C-Atomen, deren Salze und deren an der Sulfo- gruppe chemisch modifizierte Abkömmlinge wie Sulfotauride, Sulfoamide bzw. Imide, Sulfoester,

chemisch verträglich. Es können mit 10 bis 30 Gewichts-%
Fettsäureamide, -oxäthansulfonate,
Alkylarylsulfonsäure bzw. ihre Salze mit einem Alkylrest mit
5 bis 30 C-Atomen.

5 Es ist mit den erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen auch
möglich, gleichzeitig mit der Avivage und Hydrophobierung des
Leders, die Fettung des Leders mit einem Fett-Licker vorzunehmen.
In diesem Falle ist es auch möglich, in die erfindungsgemäßen
Hilfsmittelzubereitungen direkt zumindest einen Teil des für die
10 Fettung des Leders erforderlichen Fett-Lickers einzuarbeiten.
Dieser Fett-Licker-Anteil ersetzt in der Regel einen Teil der in
erfindungsgemäß einzusetzenden Hilfsmittelzubereitungen enthal-
tenen Emulgatoren. Es ist ohne weiteres möglich, bis zu 25 Ge-
wichts% des Emulgators durch Fett-Licker zu ersetzen. In einem
15 solchen fettlickerkhaltigen für den Ledersektor bestimmten erfin-
dungsgemäßen Avivage- und Hydrophobiermittel besteht der Emulga-
tor demnach aus 95,0 bis 37,5 Gewichts% bekannten nichtionischen
Emulgatoren, 0 bis 50 Gewichts% bekannten anionischen Emulgatoren
und 5 bis 25 Gewichts% bekannten Lickern. Vorzugsweise enthält
20 der Emulgator für Lederanwendung bestimmten erfindungsge-
mäßes Hilfsmittel 90 bis 60 Gewichts% bekannter nichtionischer
Emulgatoren, 0 bis 20 Gewichts% bekannter anionischer Emulga-
toren und 10 bis 20 Gewichts% bekannter Licker.

Von den z.B. in "Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie",
25 Band 11, Seite 567, beschriebenen bekannten Lickern können die
auf Basis anionaktiver Komponenten aufgebauten, von kationischen
Substanzen freien Produkte im Rahmen der obigen Angaben in die
erfindungsgemäßen Avivage- und Hydrophobiermittel eingearbeitet
werden.

30 Bei den Lickern unterscheidet man zwischen den klassischen Licker-
systemen, die aus Emulgatoren, Neutralölen, Neutralfetten und
Puffersystemen aufgebaut sind, und den synthetischen und halbsyn-
thetischen Lickersystemen.

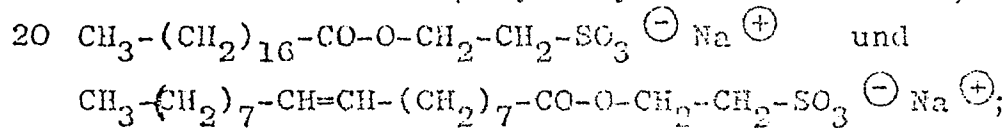
Für die klassischen Licker kommen Fettungstoffe auf pflanzliche
35 und tierischer Natur in Frage, wie z.B. Talg, Tran, Sperml, Rir

0000201

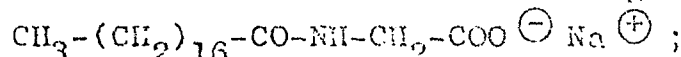
derklauenöl, Ricinusöl, Olivenöl, Leinöl, Stearin, Wollwachs, Wachse, wie Bienenwachs, Carnaubawachs oder Montanwachs sowie auch Mineralöl und lineare Chlorparaffine mit 18 - 30 C-Atomen und 10 - 50 Gew.% Kettenchlor in Frage. Um diese klassischen Fettungsmittel als Licker anwenden zu können, bieten sich 2 Möglichkeiten durch teilweise Umsetzung mit Monohydrat oder Schwefelsäure an, sulfonierte halbsynthetische, leicht emulgierbare Systeme herzustellen oder aber mit Emulgatoren oder Emulgatorgemischen in Form von nichtionischen oder vorzugsweise anionischen Verbindungen in eine emulgierte Form zu überführen. Heute werden jedoch für die Lederfettung in zunehmendem Maße synthetische Produkte eingesetzt, die Emulgator-Eigenschaften haben und gleichzeitig fettend wirken.

Beispiele für Gruppen synthetischer Verbindungen, die teils in Kombination mit den oben genannten wasserunlöslichen natürlichen und synthetischen Fettungsmitteln, teils auch für sich allein als Licker in erfindungsgemäßen Avivage- und Hydrophobiermitteln enthalten sein können, sind:

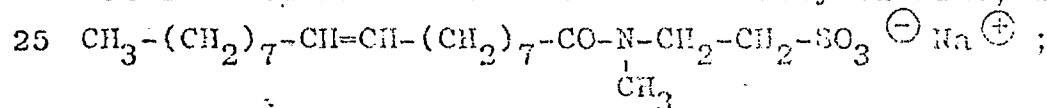
Fettsäureester der β -hydroxyäthansulfonsäure, wie z.B.



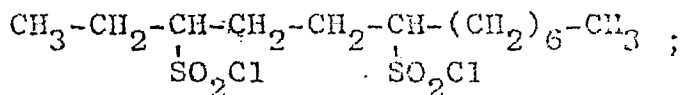
Fettsäurederivate der Aminocessigsäure, wie z.B.



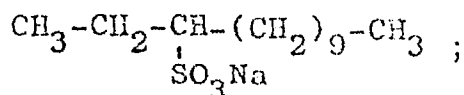
Fettsäuretauride und Fettsäure-N-methyltauride, wie z.B.



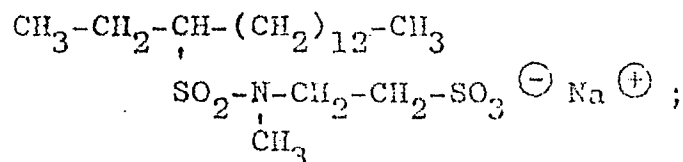
synthetische Sulfochlorierungsprodukte, wie z.B.



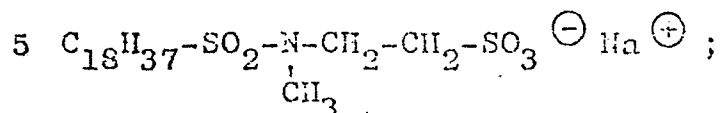
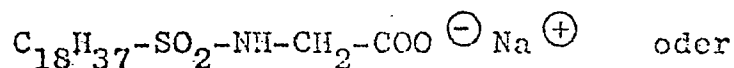
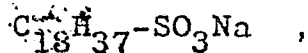
sekundäre Sulfonate - Alkalisalze, wie z.B.



30 langkettige Sulfamide, wie z.B.



Sulfoxydationsprodukte vorwiegend gesättigter unverzweigter Paraffine, wie z.B.



Alkyl-aryl-sulfonate und Olefinsulfonate.

Die gute Verträglichkeit der in den erfindungsgemäßen Hilfs-
mitteln enthaltenen Wirkstoffe der Formel I ermöglicht es
auch, sie gemeinsam mit Epoxiden der Formel II einzusetzen.

- 10 Dies ist von besonderem Interesse, wenn die erfindungs-
gemäßen Mittel für textile Anwendung, d.h. für die Avivage und
Hydrophobierung von Zellulose enthaltenden oder aus Zellulose
bestehenden Textilmaterialien vorgesehen sind. Für diesen spe-
ziellen Einsatzzweck vorgesehene Mittel enthalten von den

Epoxiden der Formel II 0,5 bis 5 Gewichtsteile pro 100 Gewichtsteile der Hilfsmittelzubereitung. Durch diesen Zusatz wird überraschenderweise noch eine wesentliche Steigerung der Wirkung der erfindungsgemäßen Zubereitungen hinsichtlich
5 der gewünschten Griffverbesserung und der Hydrophobierung des behandelten Textilmaterials erzielt.

Um die Anwendung, die Handhabung und die Dosierung der erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen zu erleichtern, ist es zweckmäßig, den Mischungen aus erfindungsgemäßem Wirkstoff
10 der Formel I, Emulgator und gegebenenfalls Epoxiden der Formel II noch soviel Wasser oder mit Wasser mischbare organische Lösungsmittel zuzusetzen, daß die resultierenden Produkte bezüglich des Wirkstoffs der Formel I einen Gehalt von 10 bis 40 Gewichts% haben, d.h., wenn der Bruch

$$15 \quad \frac{100 \cdot a}{a+b+c+d}$$

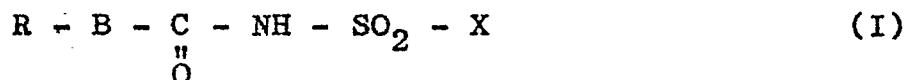
einen Wert von 10 bis 40 hat.

Die Gewichtsmenge d des zuzusetzenden Wassers oder mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittels richtet sich demnach nach den Mengen a, b und c der übrigen Bestandteile der Zu-
20 bereitung und ergibt sich aus der obigen Gleichung zu

$$d = \frac{100 \cdot a}{(10 \text{ bis } 40)} - (a+b+c).$$

Mit Wasser mischbare organische Lösungsmittel, die in den erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen enthalten sein können, sind niedrigere Alkanole, wie beispielsweise Methanol, Äthanol, Propanol, Isopropanol; Ketone, wie Aceton, Diäthylketon, Methyl-
25 äthylketon; cyclische Äther, wie Tetrahydrofuran oder Dioxan; niedrigere Säureamide, wie beispielsweise Acetamid oder Dimethylformamid, Dimethylacetamid, Dimethylsulfoxid, Glykolmono- oder dimethyläther oder Diglykolmono- oder dimethyläther. Besonders
30 bevorzugt für den angegebenen Zweck wird Wasser. Von den organischen Lösungsmitteln sind die niederen Alkanole, insbesondere Äthanol, und die Propanole bevorzugt.

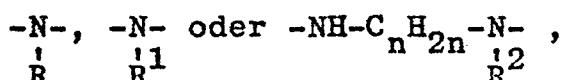
Die erfindungsgemäßen Avivage- und Hydrophobiermittel werden hergestellt, indem man 80 bis 99, vorzugsweise 95 bis 99, Gew.-teile einer Verbindung der allgemeinen Formel I



5 worin

R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen,

B einer der zweiwertigen Reste



X β -Halogenalkyl oder Alkenyl, mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen,

10 R¹ und R² für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und n für 2, 3 oder 4 stehen,

mit 1 bis 20, vorzugsweise 1 bis 5, Gewichtsteilen eines Emulgators, bestehend aus

100 - 37,5 Gew.% bekannter nichtionischer Emulgatoren,

15 0 - 50 Gew.% bekannter anionischer Emulgatoren,

0 - 25 Gew.% bekannter Licker und

0 - 5 Gewichtsteilen eines Epoxids der Formel II



worin R³ Alkyl oder Alkenyl mit 15 - 40 C-Atomen bedeutet,

20 bei Temperaturen von 20 - 90°C solange verknetet oder verrührt, bis eine homogene Masse entstanden ist und gegebenenfalls durch Zugabe von Wasser oder eines mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittels auf einen Gehalt von 10 bis 40 Gew.% der Verbindung der allgemeinen Formel I einstellt.

25 Die Zusammensetzung des hierbei verwendeten Emulgators kann in der oben beschriebenen Weise dem für das herzustellende erfindungsgemäße Produkt in Aussicht genommenen Verwendungszweck angepaßt sein. In speziell für den Ledersektor vorgesehenen erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen unterbleibt
30 der Zusatz des Epoxids der Formel II, während bei der Herstellung von erfindungsgemäßen Zubereitungen, die für die Anwendung auf

dem Textilsektor vorgesehen sind, ein Ausmaß von 1 bis 2 Gewichts-
Gewichtsteilen, vorzugsweise 0,5 bis 2 Gewichtsteilen, an
Epoxids erfolgt.

- Die Applikation der erfindungsgemäßen Avivage- und Hydro-
5 phobiermittel erfolgt in an sich bekannter Weise, wie sie an
der Textilausrüstung bzw. Textilhochveredelung und bei Leder-
behandlungsverfahren üblich ist. Demgemäß wurden für die Avivage
und Hydrophobierung von Zellulose enthaltenden oder aus
Zellulose bestehenden Textilmaterialien wäßrige Behandlungs-
10 flotten eingesetzt, die 5 bis 50 g/l eines Wirkstoffs der
allgemeinen Formel I enthalten. Zweckmäßigerweise wird diese
Wirkstoffmenge dem wäßrigen Behandlungsbad in Form der oben
beschriebenen erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen zuge-
fügt. Dies hat den erheblichen Vorteil, daß die Wirkstoffe der
15 Formel I sofort bei der Zugabe in feine Emulsion bzw. Disper-
sion übergehen, die auch längerem Stehen bzw. unter den An-
wendungsbedingungen des Behandlungsbades beständig sind.
Aufgrund der ausgezeichneten Verträglichkeit der in den er-
findungsgemäßen Hilfsmitteln enthaltenen Wirkstoffe der Formel
20 mit anderen bekannten Hilfs- und Veredlungsmitteln für Texti-
lien und Leder kann die Avivage und Hydrophobierung auch gleich-
zeitig mit anderen Nachbehandlungs- bzw. Veredlungsschritten
einbadig vorgenommen werden. Zu diesem Zweck können die erfin-
dungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen auch gleichzeitig mit
25 Farbflotten, die anionische Zellulose- oder Lederfarbstoffe
enthalten, nebst den dazugehörigen Färbereihilfsmitteln, wie
Retardern, Egalisiermitteln, Dispergiermitteln, Neutralsalzen
und gegebenenfalls den pH-Wert der Flotten bestimmenden Zusat-
stoffen eingesetzt werden. Es ist erstaunlicherweise auch mög-
30 lich, die erfindungsgemäßen Hilfsmittel in Kombination mit be-
kannten Textilhochveredlungsmitteln auf der Basis von Amino-
plastformaldehyd-Vorkondensaten, die zusammen mit sauren bzw.
Säure abspaltenden Kondensationskatalysatoren eingesetzt wer-
den, anzuwenden.
- 35 Die unter Verwendung der erfindungsgemäßen Hilfsmittelzuberei-
tungen avivierten und hydrophobierten Zellulose enthaltenden

oder aus Zellulose bestehenden Textilmaterialien weisen einen hervorragenden Feuertypus auf, vollkommener Griff auf und haben eine gute wasserabweisende Eigenschaft. Erfindungsgemäß behandelte Leder zeigen eine sehr weiche, zarte Oberfläche mit angenehmem Griff und gegenüber unbehandeltem Ware ein erheblich vermindertes Wasseraufnahmevermögen und stark reduzierte dynamische Wasseraufnahme.

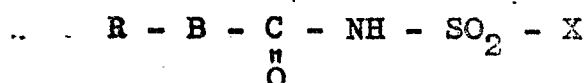
Von besonderer Bedeutung ist ferner, daß die genannten vorteilhaften Effekte der erfindungsgemäßen Behandlung sich sowohl auf 10 vegetabilisch gegerbtem als auch auf chromgegerbtem Leder ergeben, daß sie mit gleich guter Wirkung auf Veloursleder verschiedener Herkunft, beispielsweise auf Ziegen- und Schweineveloursleder, anwendbar sind und die erhaltenen Lederoberflächen keinerlei Speckigkeit aufweisen, sondern dem Velour einen samtartigen 15 Griff verleihen und ihn unempfindlich gegen hydrophilen Schmutz und Flecken machen, die von wässrigen farblosen oder farbigen Flüssigkeiten, wie z.B. Fruchtäfte, Rotwein, Tinte, Blut usw. entstehen können.

Die Effekte, die bei der erfindungsgemäßen Behandlung auf 20 zellulosehaltigen bzw. aus Zellulose bestehenden Textilmaterialien und auf Leder erhalten werden, haben eine sehr gute Beständigkeit gegen weitere Nachbehandlungsschritte, gegen Wasser, wässrige Detergentien-Lösungen und Reinigung mit organischen Lösungsmitteln.

Neben den besonders vorteilhaften Effekten der erfindungsgemäßen 5 Nachbehandlung haben die erfindungsgemäß einzusetzenden Avivage- und Hydrophobiermittel eine hervorragende Lagerfähigkeit und Beständigkeit in wässrigen Flotten. Das erfindungsgemäße Nachbehandlungsverfahren zur Avivage- und Hydrophobierung von Zellu-

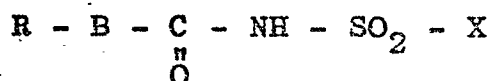
lose enthaltende oder aus Zellulose bestehender Verdünnungs-
 matten und von Leder sowie die für dieses Verfahren eingesetz-
 ten erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen weisen dem-
 gemäß eine technisch besonders vorteilhafte Kombination
 5 wertvoller Eigenschaften auf und sind in dieser Hinsicht
 bisher bekannten Verfahren und Hilfsmitteln wesentlich über-
 legen.

Die Wirkstoffe der allgemeinen Formel I



- 10 in denen B ein zweiwertiger Rest der Formel >NH^{I} mit F^{I} =
 Wasserstoff und R ein langkettiger Alkylrest sind, sind aus
 der deutschen Offenlegungsschrift 1 545 871 bekannt. Die
 Verbindungen werden dort zur Herstellung von Tetrahydro-1,2,
 4-thiadiazin-3-on-1,1-dioxiden eingesetzt. Dieser Druck-
 15 schrift ist also kein Hinweis auf die vorliegende Erfindung
 zu entnehmen.

Sulfonylharnstoffe der allgemeinen Formel I



worin

- 20 R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen,
 B einer der zweiwertigen Reste -N- , -N- oder $\text{-NH-C}_2\text{H}_2\text{-}$ und
 R^1 R^1 R^2
 X β -Halogenalkyl oder Alkenyl, mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen,
 R^1 für Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
 R^2 für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und
 25 n für 2, 3 oder 4 steht,
 sind bisher nicht beschrieben worden.

Diese neuen Sulfonylharnstoffe, die als Wirkstoffe zur Herstel-
 lung der erfindungsgemäßen Avivage- und Hydrophobiermittel ein-

gesetzt werden, stellen ebenfalls einen Teil des Erfindungsgegenstandes dar.

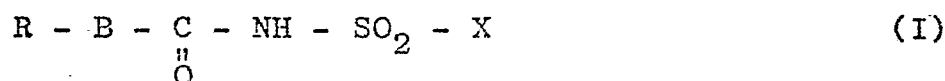
- Besonders wertvoll sind solche erfindungsgemäßen Sulfonylharnstoffe der Formel I, in den R Alkyl oder Alkenyl mit 12 bis 22 C-Atomen ist und insbesondere für Cocosfettalkyl, Talgfettalkyl oder Oleyl, vorzugsweise jedoch für Stearyl, steht.

Ferner sind solche erfindungsgemäßen Sulfonylharnstoffe der Formel I bevorzugt, in denen B einer der zweiwertigen Reste

-N- oder -N- ist, und auch solche, in denen X für

- 10 β -Chloralkyl mit 2 bis 4 C-Atomen wie z.B. für die β -Chloräthyl-, β -Chlorpropyl- oder β -Chlorbutylgruppe steht.

Die Herstellung der Sulfonylharnstoffe der allgemeinen Formel I



worin R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen,

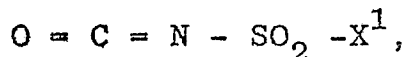
- 15 B einer der zweiwertigen Reste $\underset{R}{-N-}$, $\underset{R^1}{-N-}$ oder $-NH-\underset{n}{C}H_{2n}-\underset{R^2}{N-}$

und X β -Halogenalkyl oder Alkenyl mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen ist,

R^1 für Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

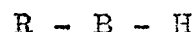
R^2 für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und

- 20 n für 2,3 oder 4 steht, erfolgt in der Weise, daß ein β -Halogenalkyl-sulfonyl-isocyanat mit 2 bis 4 C-Atomen im Alkylrest der Formel

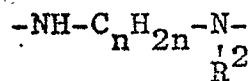


worin X^1 β -Halogenalkyl mit 2 bis 4 C-Atomen ist,

- 25 mit einem Amin der Formel



worin B einer der zweiwertigen Reste $\underset{R}{-N-}$, $\underset{R^1}{-N-}$ oder



ist,

R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen,

R¹ Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen

R² Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen ist und

n für 2, 3 oder 4 steht,

im Molverhältnis von etwa 1 : 1 in einem aprotischen organischen Lösungsmittel bei Temperaturen zwischen 20°C und 110°C, vorzugsweise zwischen 30°C und dem Siedepunkt des eingesetzten organischen Lösungsmittels, umgesetzt wird, das Reaktionsprodukt in der üblichen Weise isoliert und, sofern eine Verbindung der Formel I hergestellt werden soll, in der X Alkenyl ist, in an sich bekannter Weise anschließend mit wässrigem Alkali behandelt wird.

Bevorzugte erfindungsgemäße Sulfonylharnstoffe werden erhalten, wenn nach den angegebenen Verfahren das β-Halogenalkyl-sulfonyl-isocyanat mit 2 bis 4 C-Atomen im Alkylrest mit einem Amin der Formel



umgesetzt wird, worin

R Alkyl oder Alkenyl mit 12 bis 22 C-Atomen ist und insbesondere Cocosfettalkyl, Talgfettalkyl oder Oleyl, vorzugsweise Stearyl, steht.

Gleichfalls bevorzugte erfindungsgemäße Sulfonylharnstoffe werden erhalten, wenn das β-Halogenalkyl-sulfonyl-isocyanat mit 2 bis 4 C-Atomen im Alkylrest mit einem Amin der Formel



umgesetzt wird, worin

B einer der zweiwertigen Reste $\begin{array}{c} -N- \\ | \\ R \end{array}$ oder $\begin{array}{c} -N- \\ | \\ R^1 \end{array}$ ist.

Vorzugsweise verwendet man als β-Halogenalkyl-sulfonyl-isocyanat mit 2 bis 4 C-Atomen im Alkylrest ein β-Chloralkyl-sulfonyl-isocyanat mit 2 bis 4 C-Atomen im Alkylrest.

Aprotische organische Lösungsmittel, in denen die Umsetzung von β -Halogen-äthylsulphonyl-isocyanaten mit den Aminen der Formel RBH erfolgen kann, sind beispielsweise aliphatische Kohlenwasserstoffe mit bis zu 10, vorzugsweise 7, Kohlenstoffatomen, insbesondere die bei normaler Temperatur flüssigen Vertreter dieser Reihe sowie bei Normaltemperatur flüssige Mischungen dieser Kohlenwasserstoffe, zweckmäßigerweise solche mit Siedepunkten zwischen 50 und 180°C, vorzugsweise zwischen 50 und 100°C, flüssige Halogenkohlenwasserstoffe mit bis zu 6 Kohlenstoff- und bis zu 4 Chloratomen, Benzol, Alkylbenzole mit 1 bis 3 Alkylresten mit je 1 bis 3 Kohlenstoffatomen und Halogenbenzole, insbesondere Chlorbenzol, mit 1 bis 3 Halogen-, insbesondere Chloratomen.

Beispiele für Lösungsmittel, die für das erfindungsgemäße Verfahren eingesetzt werden können, sind Pentan, Hexan, Heptan, Octan, Nonan, Decan, Petroläther, Leicht- und Schwerbenzin, Äthylenchlorid, Chloroform, Dichloräthan, Trichloräthylen, Perchloräthylen, Benzol, Toluol, o-, m-, p-Xylol, Äthylbenzol, Diäthylbenzol, Isopropylbenzol, Monochlorbenzol, Monobrombenzol, o-Dichlorbenzol, m-Dichlorbenzol, o-, m- oder p-Chlortoluol.

Für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens besonders geeignete wasserunmischbare organische Lösungsmittel sind die aliphatischen Chlorkohlenwasserstoffe, insbesondere Dichloräthan, Trichloräthylen, Perchloräthylen und die aromatischen Kohlenwasserstoffe, insbesondere Benzol, Toluol, o-, m- und p-Xylol (auch in Form ihrer technischen Gemische), Monochlorbenzol und o-Dichlorbenzol. Besonders bevorzugt wird Monochlorbenzol.

Wird zur Beschleunigung der Reaktion die Durchführung bei Temperaturen oberhalb des Siedepunktes des eingesetzten organischen Lösungsmittels gewünscht, beispielsweise die Ausführung der Reaktion bei 100°C in Benzol, so kann in einem druckfest verschlossenen Gefäß gearbeitet werden.

Bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Sulfonylharnstoffe kann auch ein Überschuß eines der Reaktanten verwendet werden. Auch in diesem Fall erfolgt die chemische Umsetzung im Molverhältnis 1 : 1, jedoch wird bekanntlich bei Erhöhung der Konzentration eines der Reaktanten die Reaktionsgeschwindigkeit gesetzmäßig erhöht. Ein Nachteil dieser Methode ist darin zu erblicken, daß der eingesetzte Überschuß gegebenenfalls aus dem Reaktionsprodukt entfernt werden muß.

Besonders vorteilhaft ist die Durchführung der Reaktion in der Weise, daß die Reaktionskomponenten, gegebenenfalls jede für sich gelöst, in dem gewünschten organischen Lösungsmittel bei Temperaturen zwischen 20 und 50°C, vorzugsweise 30 und 40°C, allmählich vereinigt werden und die Reaktion nach Abklingen der Wärmetönung durch Erwärmen der Reaktionsmischung zum Sieden zum Abschluß gebracht wird.

Die Isolierung der erhaltenen Umsetzungsprodukte kann in an sich bekannter Weise erfolgen, beispielsweise durch Abdestillieren des Lösungsmittels und gegebenenfalls, sofern es für analytische Zwecke erforderlich ist, Reinigen des erhaltenen Umsetzungsprodukts beispielsweise durch Umkristallisieren.

In ganz analoger Weise, wie es für die neuen erfindungsgemäßen Sulfonylharnstoffe beschrieben ist, können auch die aus der DOS 1 545 871 bekannten Sulfonylharnstoffe, die ebenfalls als Wirkstoffe in den erfindungsgemäßen Avivage- und Hydrophobierungsmitteln enthalten sein können, hergestellt werden.

Die Behandlung von Textilmaterialien mit den die erfindungs-
gemäßen Avivage- und Hydrophobiermittel enthaltenden Behand-
lungsflotten kann wie üblich erfolgen, beispielsweise durch
Knapplagieren auf einem Zwei- oder Dreiwalzen-Foulard, Ab-
quetschen und anschließendem Trocknen bzw. Kondensieren bei
Temperaturen von 90 bis 150°C. Die Applikation der erfindungs-
gemäßen Avivage- und Hydrophobiermittelflotten auf Leder er-
folgt, wie in der Lederindustrie allgemein üblich, bei Tempe-
raturen zwischen 15 und 70°C, vorzugsweise unter dauerndem
10 Walzen während 15 - 60 Minuten im rotierenden Walzfaß, wobei
man 2 - 15 % der erfindungsgemäßen Mittel in 20 bis 1000 %
wässriger Flotte, bezogen auf das Ledergewicht, einsetzt. Die
Behandlung kann jedoch auch durch Einsprühen der Leder mit der
Behandlungsflotte, die neben den erfindungsgemäßen Avivage-
15 und Hydrophobiermitteln noch weitere im Rahmen der Lederaus-
stattung erforderlichen Hilfsmittel, wie beispielsweise Fet-
tungs mittel oder Lacke, enthalten kann, und anschließender
Fixierung des erfindungsgemäßen reaktiven Wirkstoffs durch
eine Hitzebehandlung bei 50 bis 120°C, gegebenenfalls unter
20 Druck, beispielsweise in einer Bügelpresse, erfolgen.

Ehr bequem läßt sich die Lederimprägnierung mit den genann-
ten Sulfonharstoffen aus heißen oder kalten wässrigen Lösungen
auch in den aus dem Textilbereich bekannten Foulardgeräten
vornehmen, die sich in neuerer Zeit auch in der Lederindus-
30 trie, bisher vornehmlich zur Lederfärbung, einführen.

Man wendet zwischen 20 - 300 g/Liter an. Nach dem Imprägnie-
ren und Abquetschen wird das Leder getrocknet und, wie bei der
Sprühimprägnierung beschrieben, bei 50 - 120°C heiß fixiert.

Im Anschluß daran, besonders dann, wenn es sich um bereits
35 fertig konfektionierte Lederartikel handelt, kann man die
Verfestigung des Hydrophobiermittels auch durch Aufbürsten
des Leder durch Bürstmaschine durchführen, wobei man das
Eindringen der Dispersion in das Lederinnere durch Zusatz von
0 - 50 % einem oder mehreren Permeatoren, z.B. Butyldiglykol,

40 1,2-Dichloräthan, Dimethylsulfoxyd usw., unter-
BAD ORIGINAL

stützt. Nach dem Trocknen wird wie üblich bei 50 - 120°C
hitze fixiert und der vorübergehend verklebte Velours mit
einer harten Bürste im trockenen Zustand wieder aufgerichtet.

Die folgenden Ausführungsbeispiele veranschaulichen die Her-
5 stellung und Anwendung der erfindungsgemäßen Avivage- und
Hydrophobiermittel sowie die Herstellung der als Wirkstoffe
in den erfindungsgemäßen Hilfsmitteln enthaltenen neuen Sul-
fonylharnstoffe. In der vorliegenden Anmeldung enthaltene
Angaben von Teilen sind Gewichtsteile; Prozentangaben
10 bedeuten Gewichtsprocente.

Beispiel 1

81,3 g (0,3 Mol) Octadecylamin werden bei 40° C in 280 ml Toluol gelöst. Zu dieser Lösung werden bei 40°C im Verlauf von 75 Minuten 51,9 g (0,306 Mol) β -Chloräthylsulfonylisocyanat getropft. Dann wird die Reaktion durch einstündiges Kochen unter Rückfluß zu Ende gebracht und zwei Stunden weiter bis zu einer Temperatur von 40 - 50°C ausgerührt. Anschließend wird das Toluol unter Vakuum abdestilliert. Man erhält so 126,5 g $\sim$ 96 % d.Th: rohen N-Octadecyl-N'- β -chloräthylsulfonyl-harnstoff vom Fp. 89 - 90°C.

10 Analyse: $C_{21}H_{43}ClSN_2O_3$ (438,5)
Berechnet: N 6,4 % gefunden: N 6,3 %
Cl 8,2 % Cl 8,4 %
S 7,4 % S 7,6 %

Desgleichen ist es möglich, 55,5 g (0,3 Mol) Laurylamin oder 72,3 g (0,3 Mol) Hexadecylamin mit 51,9 g (0,306 Mol) β -Chloräthylsulfonylisocyanat unter den beschriebenen Reaktionsbedingungen zu N-Lauryl-N'- β -chloräthylsulfonylharnstoff bzw. zu N-Hexadecyl-N'- β -chloräthylsulfonylharnstoff umzusetzen. N-Lauryl-N'- β -chloräthylsulfonylharnstoff: $C_{15}H_{31}ClSN_2O_3$ (354,5) Fp. 79 - 80°C

20 Berechnet: N 7,8 % gefunden: N 7,3 %
S 9,0 % S 8,8 %
Cl 10,0 % Cl 9,6 %

N-Hexadecyl-N'- β -chloräthylsulfonylharnstoff:

$C_{19}H_{39}ClSN_2O_3$ (410,5) Fp. 83 - 84 °C
25 Berechnet: N 6,8 % gefunden: N 6,4 %
Cl 8,6 % Cl 8,2 %
S 7,8 % S 7,1 %

Die nach dem obenbeschriebenen Verfahren hergestellten Verbindungen werden auf folgende Weise in eine erfindungsgemäße Hilfsmittelzubereitung überführt:

200 g N-Octadecyl-N'- β -chloräthylsulfonyl-harnstoff werden mit 50 g des Umsetzungsproduktes aus 4-Nonylphenol mit 23 Molen Äthylenoxyd bei 65 - 75°C unter Rühren verschmolzen. Dann werden

zu dieser homogenen Schmelze noch 750 g Wasser von 70 - 80°C langsam zugefügt, eine Stunde bei 70 - 80°C nachgerührt und die erhaltene Emulsion durch Ausrühren auf Zimmertemperatur fertiggestellt. Anstelle der 750 ml H₂O können auch 750 ml
5 einer Mischung von Äthanol/Wasser 1:1 oder 750 ml Dimethoxyäthan eingesetzt werden.

Eine gleichgute Emulsion wird erhalten, wenn man anstelle des Umsetzungsproduktes von 4-Nonylphenol mit 23 Molen Äthylenoxid die gleiche Menge des Umsetzungsproduktes aus 2.4.6-Tributyl-
10 phenol mit 30 Molen Äthylenoxid nimmt.

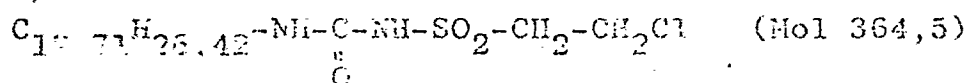
Ebenso ist es möglich, mit dem Umsetzungsprodukt aus 2-Benzyl-2'-Hydroxydiphenyl mit 15 Molen Äthylenoxid zu arbeiten.

Eine Emulsion mit extrem hoher Stabilität und hervorragenden anwendungstechnischen Eigenschaften erhält man, wenn 200 g
15 N-Octadecyl-N'-β-chloräthyl-sulfonylharnstoff mit einem Schmelzpunkt von 89 - 90°C in Form des auf oben beschriebene Weise hergestellten Rohproduktes bei 65 - 70°C mit 50 g eines Umsetzungsprodukts aus Lanolin mit 20 Molen Äthylenoxyd homogen verschmelzen, zu dieser Schmelze noch 750 g Wasser von 70 - 80°C langsam
20 zugegeben werden und unter Rühren auf Zimmertemperatur abgekühlt wird.

Beispiel 2

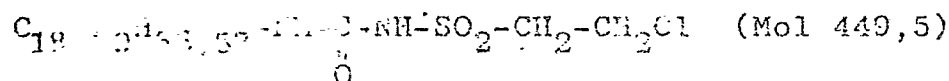
195 g (1 Mol) Cocosäureamin werden bei einer Temperatur von 30 - 50°C in 500 ml CHCl_3 gelöst und zu dieser Lösung 177,9 g (1,05 Mol) 8-Chloräthylsulfonylisocyanat zusetztropft. Durch ein-
stündiges Erwärmen auf 50 - 60°C wird die Umsetzung zu Ende ge-
führt. Vom entstandenen Rohprodukt wird das Chloroform abdestil-
liert. Die Ausbeute beträgt 360 g 98,7 % d. Th.

Sp. 75 - 80°C.

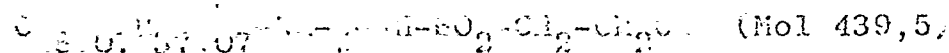


Analyse: berechnet:	N 7,68 %	gefunden: N 7,5 %
	Cl 9,73 %	Cl 8,9 %
	S 8,78 %	S 8,4 %

Zu den analogen Verbindungen gelangt man, wenn anstelle von
Cocosaureamin 270 g (1 Mol) Oleylamin oder 270 g (1 Mol)
Talgfettamin mit 177,9 g (1,05 Mol) 8-Chloräthylsulfonyl-
isocyanat umgesetzt werden.



Berechnet:	N 5,16 %	gefunden: N 5,2 %
	Cl 7,30 %	Cl 7,3 %
	S 6,12 %	S 6,7 %



Berechnet:	N 6,19 %	gefunden: N 6,19 %
	Cl 7,87 %	Cl 7,80 %
	S 6,23 %	S 6,90 %

Aus diesen Verbindungen lassen sich wie folgt erfindungsgemäße Hilfsmittelzubereitungen herstellen, die sich mit besonderen Vorteilen für die Avivage und Hydrophobierung von Textilmaterialien eignen:

- 5 200 g N-Talgfettalkyl-N'- β -chloräthylsulfonylharnstoff werden mit 40 g des Umsetzungsproduktes aus 1 Mol Oleylalkohol mit 23 Molen Äthylenoxyd und 10 g eines epoxydierten C_{30} - α -Olefins bei einer Temperatur von 70 - 80° C. unter Rühren verschmolzen. In diese homogene Schmelze werden 750 ml Wasser von 80 - 90° C. eingerührt.
- 10 Nach einer Nachrührzeit von zwei Stunden wird die erhaltene Emulsion auf Zimmertemperatur ausgerührt.

- Zu praktisch gleich guten Emulsionen gelangt man, wenn man anstelle des Umsetzungsproduktes aus Oleylalkohol mit 23 Molen Äthylenoxyd die gleiche Menge des Umsetzungsproduktes aus Octadecylalkohol mit 30 Molen Äthylenoxyd einsetzt.
- 15

Beispiel 3

- 141,5 g (0,5 Mol) N-Methyl-octadecylamin werden bei 40 - 50° C in Toluol gelöst und dann zu dieser Lösung 88,95 g (0,525 Mol) β -Chloräthylsulfonylisocyanat zugetropft. Nach einer Nachrührzeit von zwei Stunden bei 80 - 90° C ist die Umsetzung beendet. Durch Abdestillieren des Toluols im Vakuum erhält man 198,5 g 93,4 % d.Th. rohen N-Methyl-N-octadecyl-N'- β -chloräthylsulfonyl-harnstoff.
- 20

Analyse: $C_{22}H_{45}N_2O_3SCl$ (452,5) Fp.: 150 - 160 °C

- | | | | |
|--------------|-------|-------------|-------|
| Berechnet: N | 6,2 % | gefunden: N | 6,0 % |
| 25 Cl | 7,8 % | Cl | 7,7 % |
| S | 7,1 % | S | 6,8 % |

Zu analogen Umsetzungsprodukten gelangt man durch Umsetzung von 92,5 g (0,5 Mol) N-Äthyl-decylamin oder von 120,5 (0,5 Mol) N-n-Butyl-dodecylamin mit 88,95 g (0,525 Mol) β -Chloräthyl-sulfonyl-isocyanat.

- 5 Durch Verschmelzen von 100 g des oben beschriebenen N-Methyloctadecyl-N'- β -chloräthyl-sulfonylharnstoff mit 25 g des Umsetzungsproduktes aus Talgfettalkohol mit 11 Molen Äthylenoxyd unter kräftigem Rühren und anschließender Zugabe von 375 g Wasser bei 70 - 80°C erhält man eine lagerstabile Emulsion mit guten anwendungstechnischen Eigenschaften auf textilem Material und auf Leder.

Beispiel 4

- 390,75 g (0,75 Mol) N-Dioctadecylamin werden in 1000ml Äthylenchlorid bei 60 - 70°C gelöst und 127,1 g (0,75 Mol) β -Chloräthylsulfonylisocyanat gelöst in 150 ml Äthylenchlorid, bei dieser Temperatur zugetropft und 2 Stunden nachgerührt. Durch Abdestillieren des Äthylenchlorids im Vakuum erhält man 498,3 g $\sim 96,2$ % der Theorie rohen N,N-Dioctadecyl-N'- β -chloräthylsulfonylharnstoff.

- 20 Fp. 104-106 °C

Analyse $C_{39}H_{79}ClN_2O_3S$ (690,5)

Berechnet: N 4,05 %
- Cl 5,14 %
S 4,52 %

gefunden: N 3,8 %
Cl 4,9 %
S 4,3 %

- 25 In gleicher Weise ist es möglich 348,75 g (0,75 Mol) N-Di-hexadecylamin mit 127,1 g (0,75 Mol) β -Chloräthyl-sulfonylisocyanat oder 432,75g (0,75 Mol) N-Di-eicosylamin mit 127,1 g (0,75 Mol) β -Chloräthyl-sulfonylisocyanat zu den entsprechenden erfindungsgemäßen Sulfonylharnstoffen umzusetzen.

- 30 100 g des oben beschriebenen N-Di-octadecyl-N'- β -chloräthylsulfonylharnstoffs werden mit 25 g des Umsetzungsproduktes aus 1 Mol Cocosfettalkohol und 25 Molen Äthylenoxyd oder mit 25 g des Umsetzungsproduktes aus 1 Mol Cocosfettalkohol mit 15 Molen Äthylenoxyd bei einer Temperatur von 80 - 85 °C verschmolzen und dann unter Zugabe von 375 g Wasser von 70 - 80°C zu einer Emulsion

ausgerührt.

Ebenso ist es möglich, eine gleich gute Emulsion herzustellen, wenn man 25 g des Umsetzungsproduktes aus 4-Benzyl-2'-hydroxydiphenyl bzw. 2-Benzyl-2'-hydroxydiphenyl mit jeweils 12 Molen Äthylenoxyd anstelle des oben erwähnten Umsetzungsproduktes aus 1 Mol Cocosfettalkohol mit 15 oder 25 Molen Äthylenoxyd zur Anwendung bringt.

Beispiel 5

Ein Baumwollgewebe vom 125g/m^2 wird mit einer Flotte von 25g/Liter einer nach dem Beispiel 1 hergestellten, erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitung getränkt, auf 80 % Restfeuchtigkeit abgequetscht und acht Minuten bei 125°C getrocknet.

Das behandelte Gewebe hat einen angenehmen weichen Griff und eine gute Wasserabweisung. Die Griffverbesserung und der erhaltene wasserabweisende Effekt sind gegen Wäsche beständig.

Beispiel 6

Ein Baumwolle/Polyester-Mischgewebe aus 65 Teilen Baumwolle/35 Teilen Polyester mit einem Gewicht von 100 g oder ein Baumwolle/Polyamid-Mischgewebe mit einem Anteilverhältnis von 80/20 und einem Gewicht von 115 g werden mit einer Flotte getränkt, die 25 g/Liter einer erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitung enthält, die auf folgende Weise hergestellt wurde:
Unter kräftigem Rühren werden 100 g des nach dem Beispiel 1 hergestellten N-Octadecyl-N'- β -chloräthyl-sulfonylharnstoffs mit 20 g des Umsetzungsproduktes von 1 Mol Oleylalkohol mit 23 Molen Äthylenoxyd und 5 g eines epoxydierten C_{30} - α -Olefins bei $80-85^\circ\text{C}$ schmolzen. Dann werden in diese homogene Schmelze 375 g $85 - 90^\circ\text{C}$ warme

Wasser eingerührt und die feindisperse, stabile Emulsion ausgerührt.

- Die mit der Hilfsmittelflotte getränkten Gewebe werden auf 64 % oder auf 60 % entwässert und acht Minuten bei 125° C getrocknet.
- 5 Die auf die oben beschriebene Weise behandelten Textilgebilde weisen einen angenehmen weichen Griff auf. Sie zeigen eine gute Wasserabweisung. Die erhaltenen Effekte sind gegen Wäsche beständig.

Beispiel 7

- 10 Die Ausrüstung eines textilen Gewebes, wie sie im Beispiel 5 beschrieben wurde, wird wiederholt, wobei jedoch 25 g/Liter des im Beispiel 3 hergestellten, erfindungsgemäßen Hilfsmittels eingesetzt werden und zusätzlich wird in der Flotte noch 80 g/Liter eines Dimethylol-dihydroxy-äthylenharnstoff zusammen mit 10 g/
- 15 Liter $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ eingesetzt.

Die so behandelte Ware weist neben den durch das Aminoplast-Hochveredlungsmittel hervorgerufenen vorteilhaften Eigenschaften,

einen sehr angenehmen, weichen Griff auf und sehr gute Hydrophobie. Die erzielten Effekte sind ausgezeichnet waschbeständig.

20 Beispiel 8

In den folgenden Beispielen, die die Anwendung der erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitungen auf dem Ledersektor veranschaulichen, sind die in Prozent angegebenen Einsatzmengen auf Ledertrockengewicht bezogen. Konzentrationsangaben in Prozent bedeuten Gewichtsprozent.

10 nachchromierte, ostindische Bastardbekleidungsvelourleder mit einem Trockengewicht von 2,6 kg werden mit 100 % H_2O , 2 % NH_4OH und 0,1 - 0,2 % eines anionischen Emulgators ca. eine Stunde gewalkt. Anschließend werden die Leder mit Wasser von 20°C - 25°C fünf Minuten gespült und in einem Gerbfaß mit 100 - 200 % Wasser, 1 - 2 % Ammoniak 25 %ig und 10 % der im Beispiel 1 beschriebenen erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitung eine Stunde gewalkt. Nach dieser Zeit wird die Wassermenge auf insgesamt 1000 % erhöht und auf 60 - 70°C erwärmt. In diesem Bad werden die Leder wie üblich mit anionischen Farbstoffen gefärbt und mit Ameisensäure gesäuert, wobei die Säuremenge nicht unter 2 % liegen sollte.

Die Leder werden ohne Spülen 24 Stunden auf einen Bock gelegt, anschließend bei 60 - 70°C getrocknet und schließlich drei bis vier Stunden in einem Walkfaß gemillt.

Die so behandelten Leder zeigen einen seidigen, glatten Velourgriff und haben einen guten Glanzeffekt.

Aufgebrachte Wassertropfen dringen bei einem derartig behandelten Leder innerhalb vier Stunden nicht ein gegenüber einer Eindringzeit von zwei bis vier Minuten bei einem unbehandelten Leder. Die dynamische Wasseraufnahme nach der Scheibchenmethode wird von 140 - 150% bei einem unbehandelten Leder auf 40 - 50 % reduziert.

Arbeitsvorschrift zur Bestimmung der dynamischen Wasseraufnahme von Leder nach der Schmelzmethode.

Zu den Bestimmungen werden stets vergleichbare Lederstücke eingesetzt, die möglichst aus einem Lederschnitt nebeneinander ausgeschnitten worden sind.

Es werden jeweils 6 Lederscheibchen von 20 mm Ø aus dem Prüfling ausgestanzt.

Die Schnittflächen der Scheibchen werden mit einem Nitrocelluloselack versehen, getrocknet und jedes Stück einzeln gewogen.

10 Anschließend gibt man die 3 Lederproben in eine 500 ml Schüttelflasche, die 250 ml entsalztes Wasser von 20°C enthält und schüttelt 15 Minuten im Schüttelapparat (180 Schüttelfrequenzen pro Minute).

15 Nach dem Schütteln werden die Proben mit Filterpapier abgetupft und gewogen.

Berechnung der prozentualen Wasseraufnahme:

$$\% \text{ Wasseraufnahme} = \frac{(G_{\text{nass}} - G_{\text{trocken}})}{G_{\text{trocken}}} \cdot 100$$

G_{nass} = Gewicht des nassen Leders

G_{trocken} = Gewicht des trockenen Leders.

20 Beispiel:

20 Häkchen von rechenenge-trocknetem, chromgegerbtem Spaltvelour-Leder mit einem Trockengewicht von 60 kg werden mit 1000 l Wasser bei 35°C, 2 % Ammoniak 75 g/l und 0,2 - 0,4 % eines anionischen Emulgators ca. eine Stunde in einem Strömungsbad gewalkt. Anschließend werden die Leder in Wasser von 10 - 15°C ca. fünf Minuten gespült.

und mit 100 - 200 % Wasser, 1 - 2 % Ammoniak 25 %ig und 5 - 10 %
der nach Beispiel 3 hergestellten, erfindungsgemäßen Hilsmittel-
zubereitung behandelt. Der pH-Wert der Flotte sollte am Ende der
Behandlung zwischen pH 8 - 9 liegen. Nach dieser Zeit wird, 5
nach der gewünschten Nuance, 4 - 8 % Farbstoff pulverförmig zuge-
geben und nach einer Färbedauer von 30 - 45 Minuten die Gesamt-
flotte auf 800 - 1000 % erhöht, auf 60 - 70 °C erwärmt, sowie
nach weiteren 30 Minuten Laufzeit wie üblich mit Ameisensäure ab-
gesäuert. Die Menge der Ameisensäure soll die Hälfte des einge-
10 setzten Farbstoffes sein.

Die Leder werden ohne Spülen ca. 24 Stunden aufgebockt, anschlie-
ßend bei 60 - 70 °C getrocknet und wie üblich fertiggestellt.

Die so behandelten Spaltvelourleder zeigen einen weichen, samt-
artigen Velourgriff und haben einen guten Glanzeffekt.

15 Die Eindringzeit von aufgetragenen Wassertropfen wird von fünf
bis 10 Minuten bei einem unbehandelten Leder auf zwei bis drei
Stunden verbessert. Die dynamische Wasseraufnahme nach der
Scheibchenmethode wird von 80 - 100 % bei einem unbehandelten Le-
der auf 30 - 50 % reduziert. Dieser Hydrophobiereffekt kann durch
20 eine entsprechend hydrophobe Nachfettung noch weiter gesteigert
werden.

Beispiel 10

10 Hälften eines falzfeuchten, chromgegerbten Rindoberleders mit
einer Lederdicke von 0,8 - 1 mm werden wie üblich neutralisiert,
25 nachgegerbt, gefärbt und hydrophob gefettet.

Als Schlußbehandlung werden dem abgesäuerten ca. 60 - 70 °C warmen
Färbe- und Fettungsbad 1 - 3 % der nach Beispiel 1 hergestellten

- erfindungsgemäßen Hilfsmittelzubereitung zugegeben. Vor der Zugabe wird das Hilfsmittel mit Wasser von 20 - 30°C im Verhältnis 1 : 3 verdünnt und mit Ammoniak 25 %ig auf pH 7,5 - 8,0 eingestellt. Die Laufzeit im Walkfaß beträgt ca. 10 - 20 Minuten.
- 5 Nach dieser Zeit werden die Leder ohne Spülen aufgebockt und wie üblich fertiggestellt.

- Durch diese als Topfettung anzusehende Schlußbehandlung mit dem reaktiven erfindungsgemäßen Hilfsmittel erhalten die Leder einen wachsartigen, warmen Oberflächengriff mit hydrophobem Effekt. Die
- 10 Eindringzeit von aufgetragenen Wassertropfen wird von 1 - 2 Minuten, bei einem unbehandelten Leder, auf 1 - 2 Stunden, bei einem wie vorstehend beschrieben behandelten Leder, erhöht.

Beispiel 11

- Chromgegerbte, gefärbte und wie üblich fertiggestellte Rindbox-
- 15 leder für Möbelbezug werden mit einem Finish aus thermoplastischen Mischpolymerisaten mit anorganischen oder organischen Pigmenten zugerichtet. Der Auftrag der Produkte auf die trockenen Leder erfolgt mit einer Spritzpistole.

- Zur Erzielung einer guten Reib- und Wasserechtheit erhalten die-
- 20 se Leder einen Schlußauftrag mit wasseremulgierbaren Nitrolacken.

- Ein Zusatz dazu in 100 Teile des Emulsionslackes 10 - 20 Teile des Hilfsmittels eingerührt, mit Ammoniak 25 %ig auf pH 8,0 - 9,0 eingestellt und mit 100 Teilen Wasser von 20°C auf eine spritzfertige Konzentration verdünnt. Nach ein bis zwei Spritz-
- 25 aufträgen werden die Leder getrocknet und mit einer hydraulischen Bügelpresse bei 70 - 80°C und 80 - 150 Atü Druck schlußgebügelt.

BAD ORIGINAL

Beispiel 12

131,5 g (0,3 Mol) N-octadecyl-N'- β -chloräthyl-sulfonylharnstoff werden in 700 ml wasserfreiem Dioxan gelöst und zu dieser Lösung langsam 24 g (0,6 Mol) NaOH gelöst in einer Mischung von 250 g 5 Dioxan und 100 ml H₂O langsam zugegeben. Dann wird drei bis vier Stunden bei 70 - 80°C gerührt, mit Salzsäure neutralisiert und das Produkt isoliert.

Ausbeute: 110 g $\sim$ 91,2 % d.Th. N-Octadecyl-N'-vinyl-sulfonylharnstoff. Fp 100 - 109°C.

10 Analyse: C₂₁H₄₂N₂O₃ (402.5)

Berechnet: N 6,9 %

gefunden: N 6,3 %

S 7,9 %

S 7,3 %

In gleicher Weise ist es möglich, aus 84,9 g (0,3 Mol) N-Methyloctadecylamin und 50,8 g (0,3 Mol) β -Chloräthyl-isocyanat zunächst 15 den N-Methyl-octadecyl-N'- β -chloräthyl-sulfonylharnstoff und aus diesem gemäß oben beschriebenem Beispiel N-Methyl-octadecyl-N'-vinyl-sulfonylharnstoff herzustellen.

Beispiel 13

Normalgefärbtes Chromspaltvelours (4 kg Abwelkgewicht) mit einer 20 Stärke von 1,5 mm wird in der Durchlauf-Mehrzweckmaschine Multimac (System Staub + Co, Lederwerke Mönnedorf/Schweiz, Hersteller Trockentechnik GmbH., Homberg /Niederrhein) bei 60°C mit einer Imprägnierflotte von 50 g/Liter der nach der nach Beispiel 3 hergestellten Dispersion und 20 g/Liter eines 70%igen sulfonierten 25 Fischöls (Derminollicker NBR, Hoechst AG) behandelt. Die Durchlaufzeit des Leders betrug 10 Sekunden bei einer Bandgeschwindigkeit von 3 m/Minute.

Nach dem Durchlaufen der eingebauten Abquetschwalzen hatte das Spaltleder 980 g der Dispersion aufgenommen.

Das Leder wurde wie üblich bei 80°C heißluftgetrocknet, auf einer Bügelpresse bei 95°C, 30 atü Druck, 5 Sekunden lang hitzefixiert und wie üblich auf einer rotierenden Schleifmaschine mit Schleifpapier 220er Körnung nachgeschliffen.

- 5 Man erhält einen samtartigen Veloursgriff mit angenehmem "Schreibeffekt" und gutem Abperlen von aufgeschüttetem Wasser.

Beispiel 14

- Auf eine fertig konfektionierte Damenhandtasche aus nachchromiertem ostindischen Bastardleder wird mit einer Bürste eine
10 wäßrige Lösung aus 50 g/Liter Imprägniermittel (nach Beispiel 3) und 25 g/Liter Butyldiglykol aufgebracht. Nach dem bei 50°C vorgenommenen Trocknen wird die Tasche 60 Minuten lang in einem Hitzeschränk bei 100°C einer Hitzefixierung ausgesetzt.

- Der vorübergehend verklebte Velours wird mit einer Drahtbürste
15 aufgebürstet. Die Tasche erhält durch die Imprägnierbehandlung einen stark verbesserten Veloursgriff mit sehr gutem Abperleffekt für aufgetropftes Wasser.

- Mit den erfindungsgemäßen Produkten der in der folgenden Tabelle angegebenen Zusammensetzungen sind ebenfalls hervorragende Avi-
20 vage- und Hydrophobiereffekte zu erzielen:

Abkürzungen: VSH = (Vinyl-sulfonyl)-harnstoff; CESH = (β -Chloräthyl-sulfonyl)-harnstoff;
 AEO = Äthylenoxid

Wirkstoff	Emulgator		Epoxid	Lösungs- mittel	a:b:c:d
	Bestandteil	% Anteil			
5 N-Octadecyl-N'-VSH oder N,N-Methyl-octadecyl-N'-VSH)	Nonylphenol + 23 Mol AEO $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}-\text{COOCH}_2\text{CH}_2-\text{SO}_3^-\text{Na}^+$ 2,4,6-Tributylphenol + 23 Mol AEO	50 20 30	-	Wasser	200:30:-:770
10 N-Octadecyl-N'-VSH oder N,N-Methyl-octadecyl-N'-VSH)	Lanolin + 20 Mol AEO $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}-\text{CON}-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}_2}\text{CH}_2\text{SO}_3^-\text{Na}^+$ 2,4,6-Tributylphenol + 23 Mol AEO	65 15 20	-	Wasser	150:20:-:830
15 N-Octadecyl-N'-VSH	4-Nonylphenol + 23 Mol AEO $\text{C}_{18}\text{H}_{37}-\text{SO}_2-\text{N}-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}_2}-\text{CH}_2-\text{SO}_3^-\text{Na}^+$ 2,4,6-Tributylphenol + 23 Mol AEO	20 25 55	-	Wasser	350:55:-:595
20 N,N-Methyl-octadecyl-N'-CESH oder N,N-Äthyl-decyl-N'-CESH oder N,N-(n)-Butyl-dodecyl-N'-CESH)	Oleylalkohol + 23 Mol AEO Klaucnöl - sulfiert - Sulfierungsgrad 10 % $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{CO}$ $\text{Na}^+\text{CO}_3\text{S}-\text{CH}_2-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}_2}-\text{N}-\text{CH}_3$	60 15 25	-	Wasser	300:45:-:655

0000201

0000201

Wirkstoff	Emulgator		Lösungs- Epoxid mittel	a:b:c:d
	Bestandteil	% Anteil		
N,N-Nethyl-octadecyl-N'-CESH) oder) N,N-Nethyl-decyl-N'-CESH) oder) N,N-(n)-Butyl-dodecyl-N'-CESH) N,N-Nethyl-octadecyl-N'-CESH) oder) N,N-Nethyl-decyl-N'-CESH) oder) N,N-(n)-Butyl-dodecyl-N'-CESH)	Oleylalkohol + 23 Mol AEO $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{CO}$ $\oplus \text{Na} \ominus \text{O}_3\text{S}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}$	70 30	-	Wasser 200:25:-:775
N,N-Nethyl-octadecyl-N'-CESH) oder) N,N-Nethyl-decyl-N'-CESH) oder) N,N-(n)-Butyl-dodecyl-N'-CESH)	Cocosfettalkohol + 25 Mol AEO $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{COO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{SO}_3^- \text{Na}^+$	60 40	-	Wasser 400:65:-:550
N,N-Nethyl-octadecyl-N'-CESH) oder) N,N-Nethyl-decyl-N'-CESH) oder) N,N-(n)-Butyl-dodecyl-N'-CESH)	Talgfettalkohol + 11 Mol AEO $\text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{SO}_2\text{Cl})-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{SO}_2\text{Cl})-(\text{CH}_2)_6-\text{CH}_3$ $\text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{SO}_3^- \text{Na}^+)-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{SO}_3^- \text{Na}^+)-(\text{CH}_2)_6-\text{CH}_3$	85 10 5	-	Wasser 200:25:-:775
N,N-Nethyl-octadecyl-N'-CESH) oder) N,N-Nethyl-decyl-N'-CESH) oder) N,N-(n)-Butyl-dodecyl-N'-CESH)	Talgfettalkohol + 11 Mol AEO Montanwachs $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CO}-\text{N}(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{SO}_3^- \text{Na}^+)-\text{CH}_3$	85 5 10	-	Wasser 180:30:-:770

BAD ORIGINAL

Wirkstoff	Bestandteil	Emulgator	% Anteil	Epoxid	Lösungs- mittel	a:b:c:d
N-Octadecyl-N'-CESH) oder)	4-Nonylphenol + 23 Mol AEO		20	-	Wasser	200:50:-:750
5 N-Lauryl-N'-CESH) oder)	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{COO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{SO}_3^{\ominus} \text{Na}^{\oplus}$		5			
N-Hexadecyl-N'-CESH)	2,4,6-Tributylphenol + 23 Mol AEO		75			
N-Octadecyl-N'-CESH) oder)	4-Nonylphenol + 23 Mol AEO		80	-	Wasser	150:75:-:775
10 N-Lauryl-N'-CESH) oder)	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{COO}^{\ominus} \text{Na}^{\oplus}$		10			
N-Hexadecyl-N'-CESH)	2,4,6-Tributylphenol + 23 Mol AEO		10			
N-Octadecyl-N'-CESH) oder)	Lanolin + 23 Mol AEO		75	-	Wasser	250:25:-:725
15 N-Lauryl-N'-CESH) oder)	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CO}-\text{N}-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}_2}-\text{CH}_2-\text{SO}_3^{\ominus} \text{Na}^{\oplus}$		20			
N-Hexadecyl-N'-CESH)	2,4,6-Tributylphenol + 23 Mol AEO		5			

Beispiel 15

- 134,5 g (0,5 Mol) Octadecylamin werden bei 40 bis 50°C in 350 ml Toluol gelöst. Zu dieser Lösung werden bei 40 bis 50°C im Verlauf von 90 Minuten 92,66 g (0,505 Mol) 5 2-Chlorpropyl-sulfonylisocyanat zugetropft. Durch einstündiges Kochen unter Rückflußbedingungen wird die Umsetzung beendet. Anschließend wird unter Vakuum das Toluol abdestilliert.

- Man erhält 218,5 g ~ 95,6 % d.Th. an N-Octadecyl-N'-2-10 chlorpropylharnstoff.

Analyse: $C_{22}H_{45}ClSO_3N_2$ (452,5); Fp: 80 bis 83°C.

	N	Cl	S
berechnet:	6,2 %	7,84 %	7,07 %
gefunden:	5,6 %	7,65 %	6,80 %

- In das so hergestellte Rohprodukt werden auf 100 g Rohpro-15 dukt 25 g eines Umsetzungsprodukts aus 4-Nonylphenol mit 23 Molen Äthylenoxid eingeschmolzen und durch Zugabe von 375 g Wasser von einer Temperatur von 80 bis 85°C eine feindispersierte Paste des Produkts hergestellt.

- In gleicher Weise ist es möglich, anstelle des oben be-20 schriebenen Umsetzungsprodukts aus 4-Nonylphenol mit 23 Molen Äthylenoxid das Umsetzungsprodukt aus 2,4,6-Tributylphenol mit 50 Molen Äthylenoxid zu verwenden, um eine Emulsion gleich guter Stabilität zu erhalten.

Beispiel 16

- 25 80,7 g (0,3 Mol) Octadecylamin werden bei einer Temperatur von 40 bis 45°C in 300 ml Toluol gelöst. Zu dieser Lösung werden nun bei einer Temperatur von 50 bis 60°C 59,84 g (0,303 Mol) 2-Chlorbutyl-sulfonylisocyanat getropft und 1 Stunde unter Rückflußbedingungen nachgerührt. Nun wird 30 das Toluol im Vakuum abdestilliert.



Es verbleiben: 139 g ~ 98,3 % an Rohprodukt; Fp: 77° bis 79°C. N-Octadecyl-N'-2-chlor-butylharnstoff.

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

	N	Cl	S
berechnet:	6,0 %	7,6 %	6,9 %
5 gefunden:	5,6 %	7,7 %	7,0 %

10 100 g des erhaltenen Rohprodukts werden mit 20 g eines Umsetzungsprodukts aus Ricinusölsäure umgesetzt, mit 36 Molen Äthylenoxid verschmolzen und mit 380 g warmen Wasser von 80 bis 85°C mit einem Turbinenrührer verrührt. Es wurde eine feindispersierte Paste mit den erfindungsgemäßen Eigenschaften erhalten.

Beispiel 17

226,25 g (0,5 Mol) N-Octadecyl-N'-β-chlorpropyl-sulfonylharnstoff werden in 1200 ml Dioxan gelöst und bei einer Temperatur von 40 bis 50°C 30 g (0,75 Mol) NaOH, gelöst in einem Gemisch aus 350 g Dioxan und 140 ml Wasser, zuge- tropft. Dann wird 3 Stunden bei 40 bis 50°C nachgerührt, mit 2n Salzsäure neutralisiert und das Produkt isoliert.

Ausbeute: 193 g ~ 95,2 % d.Th. N-Octadecyl-N'-propenyl-2-sulfonylharnstoff; Fp: 116 bis 118°C

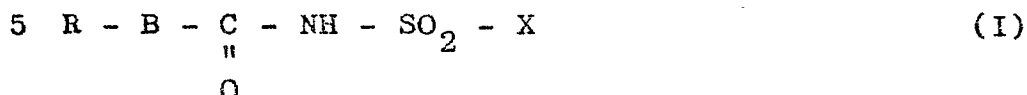
Analyse: $C_{22}H_{44}SO_3N_2$ (416,0)

	N	S
berechnet:	6,7 %	7,7 %
gefunden:	6,4 %	7,3 %

In gleicher Weise ist es möglich, aus 139,5 (0,3 Mol) N-Octadecyl-N'-β-chlorbutyl-sulfonylharnstoff und 18 g (0,45 Mol) NaOH, gelöst in Dioxan / Wasser unter den oben beschriebenen Versuchsbedingungen, N-Octadecyl-N'-butenyl-2-sulfonylharnstoff herzustellen.

P A T E N T A N S P R Ü C H E

1. Avivage- und Hydrophobiermittel für Textilmaterialien aus oder enthaltend Zellulose und für Leder, bestehend aus
a Gewichtsteilen einer Verbindung der allgemeinen Formel I



worin R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen, B einer der zweiwertigen Reste $-\text{N}-$, $-\text{N}-$ oder $-\text{NH}-\text{C}_n\text{H}_{2n}-\text{N}-$ und
 $\quad \quad \quad \text{R} \quad \quad \quad \text{R}^1 \quad \quad \quad \text{R}^2$

X β -Halogenalkyl oder Alkenyl, mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen, R^1 und R^2 für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen

10 sowie n für 2, 3 oder 4 stehen, und b Gewichtsteilen eines Emulgators, bestehend aus 100 - 37,5 % bekannter nicht-ionischer Emulgatoren, 0 - 50 % bekannter anionischer Emulgatoren und 0 - 25 % bekannter Licker, c Gewichtsteilen eines Epoxids der Formel II



worin R^3 Alkyl oder Alkenyl mit 15 bis 40 C-Atomen bedeutet, und gegebenenfalls d Gewichtsteilen Wasser oder eines mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittels, wobei a einen Wert von 80 bis 99, b einen Wert von 20 bis 1, c einen Wert
 20 von 0 bis 5 und gegebenenfalls $\frac{100 \cdot a}{a+b+c+d}$ einen Wert von 10 bis 40 hat.

2. Avivage- und Hydrophobiermittel gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß a einen Wert von 95 bis 99 und b einen Wert von 5 bis 1 hat.

25 3. Avivage- und Hydrophobiermittel gemäß den Ansprüchen 1 und 2 für textile Anwendung, dadurch gekennzeichnet, daß c einen Wert von 0,5 bis 5 hat und der Emulgator 0 % Licker enthält.

4. Avivage- und Hydrophobiermittel gemäß den Ansprüchen 1 und 2 für die Anwendung auf Leder, dadurch gekennzeichnet, daß c = Null ist und der Emulgator 5 bis 25 % Licker enthält.

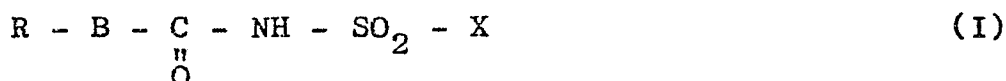
- 5 5. Avivage- und Hydrophobiermittel gemäß den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß in der Verbindung der allgemeinen Formel I R Alkyl oder Alkenyl mit 12 bis 22 C-Atomen, vorzugsweise Stearyl, Cocosfettalkyl, Talgfettalkyl oder Oleyl ist, und B einer der zweiwertigen Reste
- 10 $\begin{array}{c} \text{-N-} \\ | \\ \text{R} \end{array}$ oder $\begin{array}{c} \text{-N-} \\ | \\ \text{R}^1 \end{array}$ ist und X β -Chloralkyl mit 2 bis 4 C-Atomen ist.

6. Avivage- und Hydrophobiermittel gemäß den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Emulgator als bekannte, nichtionische Emulgatoren solche der allgemeinen Formel
- 15 III



- enthält, worin A verzweigtes oder unverzweigtes Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 22 C-Atomen, Alkylphenyl mit insgesamt 6 bis 12 C-Atomen in den Alkylresten, verzweigtes oder unverzweigtes Alkanoyl oder Alkenoyl mit 10 bis 22 C-Atomen,
- 20 Aralkyl mit 7 bis 15 C-Atomen, Aralkylaryl mit 13 bis 25 C-Atomen, Reste der Wollfettbestandteile oder Acyloxyalkyl mit insgesamt 10 bis 30 C-Atomen, R⁴ Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 2 C-Atomen und n eine Zahl zwischen 10 und 60 ist.

- 25 7. Verfahren zur Herstellung eines Avivage- und Hydrophobiermittels für Textilmaterialien aus oder enthaltend Zellulose und für Leder, dadurch gekennzeichnet, daß man 80 bis 99 Gewichtsteile einer Verbindung der allgemeinen Formel I



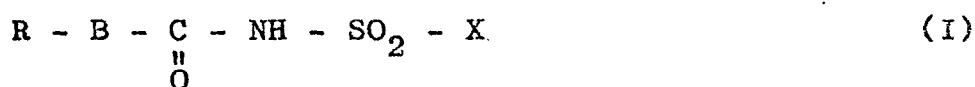
worin R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen, B einer der zweiwertigen Reste $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ R \end{smallmatrix}$, $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ R^1 \end{smallmatrix}$ oder $\begin{smallmatrix} -NH-C_nH_{2n}-N- \\ | \qquad \qquad | \\ R \qquad \qquad R^2 \end{smallmatrix}$ und

X β -Halogenalkyl oder Alkenyl mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen ist und R¹ und R² für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und n für 2, 3 oder 4 stehen, mit 1 bis 20 Gewichtsteilen eines Emulgators, bestehend aus 100 bis 37,5 % bekannter nichtionischer Emulgatoren, 0 bis 50 % bekannter anionischer Emulgatoren und 0 bis 25 % bekannter Licker und 0 bis 5 Gewichtsteilen eines Epoxids der Formel II



worin R³ Alkyl oder Alkenyl mit 15 bis 40 C-Atomen bedeutet, bei Temperaturen von 20 bis 90°C solange verknetet oder verrührt, bis eine homogene Masse entstanden ist und gegebenenfalls durch Zugabe von Wasser oder eines mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittels auf einen Gehalt von 10 bis 40 Gew.% der Verbindung der allgemeinen Formel I einstellt.

8. Verfahren zum Avivieren und Hydrophobieren von Textilmaterialien aus oder enthaltend Zellulose und von Leder durch Behandeln der Materialien mit wässrigen Flotten, die ein Avivage- und Hydrophobiermittel und die üblichen für Avivage- und Hydrophobierflotten bekannten Hilfsstoffe sowie gegebenenfalls auch Mittel für die Textilhochveredlung oder Licker und/oder Textil- bzw. Lederfarbstoffe und die zum Färben erforderlichen Hilfsstoffe enthalten, bei Temperaturen bis 150°C, dadurch gekennzeichnet, daß der Flotte als Avivage- und Hydrophobiermittel 5 bis 50 g/l eines Sulfonylharnstoffs der allgemeinen Formel I



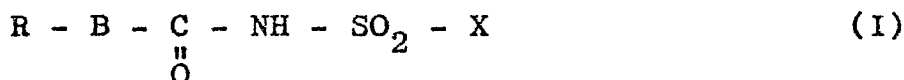
worin R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen, B einer der zweiwertigen Reste $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ R \end{smallmatrix}$, $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ R^1 \end{smallmatrix}$ oder $\begin{smallmatrix} -NH-C_nH_{2n}-N- \\ | \qquad \qquad | \\ R \qquad \qquad R^2 \end{smallmatrix}$ und

X β -Halogenalkyl oder Alkenyl mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen ist und R¹ und R² für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und n für 2, 3 oder 4 steht, zugesetzt wird.

9. Verfahren gemäß Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß 5 der Sulfonylharnstoff der allgemeinen Formel I der Flotte in Form einer Avivage- und Hydrophobiermittel-Zubereitung gemäß Anspruch 1 zugesetzt wird.

10. Die gemäß den Ansprüchen 8 und 9 avivierten und hydrophobierten Materialien.

10 11. Sulfonylharnstoffe der allgemeinen Formel I

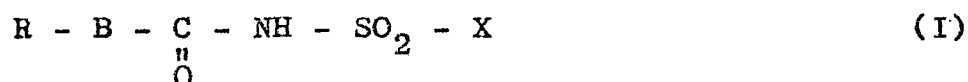


worin R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen, B einer der zweiwertigen Reste $\underset{\text{R}}{\underset{|}{\text{N}}}-$, $\underset{\text{R}^1}{\underset{|}{\text{N}}}-$ oder $\underset{\text{R}^2}{\underset{|}{\text{NH}}}-\text{C}_n\text{H}_{2n}-\underset{\text{R}}{\underset{|}{\text{N}}}-$ und

X β -Halogenalkyl oder Alkenyl mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen 15 ist und R¹ für Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, R² für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und n für 2, 3 oder 4 besteht.

12. Sulfonylharnstoffe gemäß Anspruch 15 der Formel I, worin R Cocosfettalkyl, Talgfettalkyl, Oleyl oder insbesondere 20 Stearyl, und B einer der zweiwertigen Reste $\underset{\text{R}}{\underset{|}{\text{N}}}-$ oder $\underset{\text{R}^1}{\underset{|}{\text{N}}}-$ und X β -Chloralkyl mit 2 bis 4 C-Atomen ist.

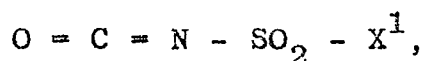
13. Verfahren zur Herstellung von Sulfonylharnstoffen der allgemeinen Formel I



25 worin R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen, B einer

der zweiwertigen Reste $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ R \end{smallmatrix}$, $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ R^1 \end{smallmatrix}$ oder $\begin{smallmatrix} -NH-C_nH_{2n}-N- \\ | \qquad | \\ R \qquad R^2 \end{smallmatrix}$ und

X β -Halogenalkyl oder Alkenyl mit jeweils 2 bis 4 C-Atomen ist, R^1 für Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, R^2 für Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und n für 2, 3 oder 4 steht, 5 dadurch gekennzeichnet, daß ein β -Halogenalkyl-sulfonyl-isocyanat mit 2 bis 4 C-Atomen im Alkylrest der Formel



worin X^1 β -Halogenalkyl mit 2 bis 4 C-Atomen ist, mit einem Amin der Formel

10 $R - B - H$

worin B einer der zweiwertigen Reste $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ R \end{smallmatrix}$, $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ R^1 \end{smallmatrix}$ oder $\begin{smallmatrix} NH-C_nH_{2n}-N- \\ | \qquad | \\ R \qquad R^2 \end{smallmatrix}$

ist R Alkyl oder Alkenyl mit 10 bis 30 C-Atomen, R^1 Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen R^2 Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen ist und n für 2, 3 oder 4 steht, im Molverhältnis 15 von etwa 1 : 1 in einem aprotischen organischen Lösungsmittel bei Temperaturen zwischen 20°C und 110°C umgesetzt wird, das Reaktionsprodukt in der üblichen Weise isoliert und, sofern eine Verbindung der Formel I hergestellt werden soll, in der X Alkenyl ist, in an sich bekannter Weise 20 anschließend mit wäßrigem Alkali behandelt wird.

14. Verfahren gemäß Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß vorzugsweise im β -Chloralkyl-sulfonyl-isocyanat mit 2 bis 4 C-Atomen im Alkylrest mit einem Amin der Formel

$R - B - H$

25 umgesetzt wird, worin R Alkyl oder Alkenyl mit 12 bis 22 C-Atomen, vorzugsweise Cocosfettalkyl, Talgfettalkyl, Oleyl oder insbesondere Stearyl ist und B einer der zweiwertigen Reste $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ R \end{smallmatrix}$ oder $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ R^1 \end{smallmatrix}$ ist.