

Akt. Z.

Einger.

Dr. W/F. 1374

Krefeld-Herdlingen, den 27.4.1944

BAG Target

3414-30/4.17

Verfahren zur Herstellung stickstoffhaltiger Polykondensationsprodukte.

Es wurde gefunden, dass man wertvolle, harzartige, stickstoffhaltige Polykondensationsprodukte erhält, wenn man solche funktionellen Derivate von  $\beta$ -Ketosäuren, die mindestens zwei Ketosäurereste im Molekül enthalten, mit solchen Di- oder Polyaminen kondensiert, die mindestens zwei je mindestens ein kondensationsfähiges Wasserstoffatom tragende Amino-gruppen führen.

Als Ketosäurederivate der gekennzeichneten Art eignen sich für das vorliegende Kondensationsverfahren namentlich die Polyacetessigsäureester von Polyoxyverbindungen, wie Äthylenglykol, Butylenglykol, Hexamethylenglykol, Brenzkatechin, p-Xylylenglykol, Resorcin, Hydrochinon, Glycerin, Hexantriol, Trimethylolpropan, Phloroglucin, Pyrogallol und Pentaerythrit sowie die Polyacetessigsäureamide von Polyaminen, wie Äthylendiamin, Tetramethylendiamin, Hexamethylendiamin,  $\omega, \omega'$ -Diaminopropyl-butylenglykoläther, Piperazin, 1,4-Diaminocyclohexan, Phenylendiamin, Glylendiamin, Diäthylentriamin, Tripropylentriamin und Paraleukanilin. Weiterhin können z.B. die den vorerwähnten Acetessigsäurederivaten entsprechenden Derivate der Propionyl-, butyryl- und Benzoylessigsäure Verwendung finden.

Die vorgenannten Ketosäurederivate können z.B. mit den vorstehend als Polyaminkomponente der Polyacetessigsäureamide erwähnten Polyaminen kondensiert werden.

Die Kondensation lässt sich sowohl durch Zusammenschmelzen der Komponenten als auch durch Erhitzen in Gegenwart eines geeigneten Lösungsmittels durchführen. Als Lösungsmittel kommen z.B. in Betracht: Wasser, Methanol, Äthanol, Tetrahydrofuran, Diethyl-, Dimethylacetamid, Diäthylacetamid und Methylpyrrolidon.

Die erhaltenen Kondensationsprodukte sind je nach Art der Ausgangskomponenten und Wahl der Kondensationsbedingungen, wie der Reaktionstemperatur und der Konzentration der Ausgangsstoffe, gewisse bis dunkel braun gefärbte weiche oder zerfließartige Harze oder thermoplastische, in der Wärme stark dilatierende Massen.

Sie können z. B. als Bindemittel zur Herstellung von Überzügen auf Werk-

stoffen sowie als plastische Massen zur Herstellung geformter Gebilde Verwendung finden.

Beispiel 1. 258 Gewichtsteile Butylenglykol-bis-acetessigsäureester werden mit 116 Gewichtsteilen Hexamethylen-diamin 1/4 Stunde bei 180-190° verschmolzen. Dabei destillieren etwa 10-15 Teile des bei der Kondensation gebildeten Wassers ab. Die Schmelze wird dann noch 1/4 Stunde unter vermindertem Druck bei 170° kräftig durchgerührt, um weiteres Kondensationswasser zu entfernen. Nach dem Erkalten erhält man etwa 350 Gewichtsteile eines dunkelgelben, hochviskosen Weichharzes, das sich leicht in aliphatischen Chlorkohlenwasserstoffen löst.

Beispiel 2. 284 Gewichtsteile Hexamethylen-bis-acet-essigsäureamid werden bei 80° in 2500 Teilen Wasser gelöst. In diese Lösung lässt man bei gleicher Temperatur eine heisse Lösung von 116 Gewichtsteilen Hexamethylen-diamin in 500 Teilen Wasser einlaufen. Hierauf wird das Reaktionsgemisch kurz zum Sieden erhitzt, wobei sich das Kondensationsprodukt als farblose, harzartige, weiche Masse abscheidet, die beim Erkalten erstarrt. Die Ausbeute beträgt etwa 320 Gewichtsteile.

Beispiel 3. 228 Gewichtsteile Äthyl-bis-acetessigsäureamid werden in 2000 Teilen Wasser bei 80° gelöst. Hierzu gibt man eine 80° heisse Lösung von 88 Gewichtsteilen Tetramethylen-diamin in 500 Teilen Wasser. Nach kurzem Aufkochen hat sich das Kondensationsprodukt abgeschieden. Nach dem Erkalten erhält man etwa 300 Gewichtsteile eines schwach bräunlichen, harten Harzes.

Beispiel 4. In einer kräftig wirkenden Rührapparatur, die mit einem absteigenden Kühler verbunden ist, schmilzt man 348 Gewichtsteile Hexamethylen-diamin mit 684 Gewichtsteilen Äthyl-bis-acetessigsäureamid bei 120° 1/4 Stunde lang zusammen. Aus der Schmelze entweicht lebhaft Wasserdampf, wobei sie ausserst zähflüssig wird. Nach dem Erkalten erhält man etwa 900 Gewichtsteile eines glasigen, harten Harzes, das beim Erwärmen oberhalb 100° eine stark fadenziehende Schmelze liefert.

Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung stickstoffhaltiger Polykondensationsprodukte, dadurch gekennzeichnet, dass man funktionelle Derivate von  $\beta$ -Ketosäuren, die mindestens zwei Ketosäurereste im Molekül enthalten, mit solchen Polyaminen kondensiert, in denen mindestens zwei Aminogruppen je mindestens ein kondensationsfähiges Wasserstoffatom tragen.