

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

7.74 704 IVc/39c Frankfurt a. Main  
14.43  
BAG Target  
Dr. W/F. 1333 Krefeld 31.7.1943  
3414 30/4.17

## Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten.

Es ist bekannt, Sulfondiamid (Diamid der Schwefelsäure) mit Formaldehyd zu harzartigen Kondensationsprodukten zu kondensieren. In dem Patent ... (Patentanmeldung I. 73 890 IVc/39 c) wurde auch bereits vorgeschlagen, durch organische Reste substituierte noch mindestens ein substituierbares Wasserstoffatom aufweisende Sulfondiamide mit Aldehyden zu öl- oder harzartigen Kondensationsprodukten umzusetzen.

Es wurde nun gefunden, dass man besonders wertvolle Kondensationsprodukte erhält, wenn man ein Sulfondiamid, das mindestens ein substituierbares H-Atom aufweist, mit einem Aldehyd oder aldehydabspaltenden Stoff in Gegenwart einer solchen Verbindung zur Kondensation bringt, die mit Aldehyden kondensierbar ist. Durch die Mitverwendung der letzt-erwähnten Verbindungen gelingt es, die technisch wertvollen Eigenschaften der Sulfondiamidkondensationsprodukte weitgehend abzuwandeln und so dem jeweiligen Verwendungszweck anzupassen.

Ausser Sulfondiamid können z.B. die folgenden N-substituierten Produkte des Sulfondiamids als Ausgangsstoffe für das vorliegende Verfahren Verwendung finden: N-Methyl-, N-Dimethyl-, N,N'-Dimethyl-, N-Äthyl-, N-Äthyl-N-methyl-, N-Butyl-, N-Dibutyl-, N-Isohexyl-, N-Di-isoheptyl-, N-n-Dodecyl-, N-Cyclohexyl- und N-Dicyclohexylsulfondiamid, Pyrrolidyl-N-, Piperidyl-N- und Morpholyl-N-sulfamid, N-Phenyl-, N-(Chlorphenyl)- und N-(Oxyphenyl)-sulfondiamid.

Als Aldehyde sind insbes. Formaldehyd, ferner Acetaldehyd, Crotonaldehyd und Furfurol geeignet.

Unter den mit Aldehyden kondensierbaren Verbindungen seien z.B. genannt: Harnstoff und seine Abkömmlinge wie Thioharnstoff, N-substituierte Harnstoffe und Guanidin, Dicyandiamid, Amine von sechsgliedrigen und fünfgliedrigen heterocyclischen Ringsystemen, z.B. Melamin, Diamino-pyrimidin, Guanazol, Phenylguanazol, bzw. die entsprechenden Hydra-zinverbindungen, ferner Mono- und Polycarbonylureamide, Aniline, Phenole usw.

Die Umsetzung erfolgt zweckmässig bei ernannter Temperatur, sie kann in Gegenwart von geeigneten basischen oder sauren Kondensationsmitteln, wie z.B. Toluolsulfosäure, Oxal- oder Weinsäure, Kaliumbisulfat, Natriumphosphat, Soda, Borax, Ammoniak oder Natriumhydroxyd durchgeführt werden.

Häufig ist es vorteilhaft, die Kondensation nach dem Verfahren des Patentes ... (Patentanmeldung I. 74 187 IVc/39 c) in Anwesenheit von alkoholische Hydroxylgruppen enthaltenden Verbindungen oder nach dem Verfahren des Patentes ... (Patentanmeldung I. 74 261 IVc/39 c) in der Weise durchzuführen, dass das bei der Kondensation gebildete und gegebenenfalls mit den Reaktionskomponenten eingeführte Wasser mit Hilfe von zugesetzten organischen hydroxylgruppenfreien Lösungsmitteln entfernt wird.

Die nach dem vorliegenden Verfahren erhältlichen Kondensationsprodukte stellen in der Regel zähflüssige bis feste Harze dar, die z.B. zur Imprägnierung von porösen Werkstoffen, wie Holz, Papier <sup>und</sup> Textilien Verwendung finden können.

Beispiel 1. Eine Lösung von 96 Gewichtsteilen Sulfondiamid und 60 Gewichtsteilen Harnstoff in 300 Teilen Wasser wird mit 400 Gewichtsteilen 30%iger wässriger Formaldehydlösung versetzt. Nach Zugabe von 3 Gewichtsteilen Essigsäure wird auf 30-40° erhitzt bis die klare Lösung sich zu trüben beginnt. Die Lösung des so erhaltenen Kondensationsproduktes kann zum Imprägnieren von Holz oder Textilien benutzt werden. Durch weiteres Erhitzen geht das lösliche Kondensationsprodukt in eine unlösliche und unschmelzbare Form über.

Beispiel 2. Eine Lösung von 47 Gewichtsteilen Phenol, 48 Gewichtsteilen Sulfondiamid und 60 Gewichtsteilen Paraformaldehyd in 250 Gewichtsteilen Äthylalkohol wird 3 Stunden am Rückflusskühler erhitzt. Hierauf wird das Lösungsmittel unter vermindertem Druck abdestilliert bis das Harz lösungsmittelfrei ist. Man erhält ein hellgelbes, hochviskoses Weichharz, das in den üblichen Lösungsmitteln mit Ausnahme von Kohlenwasserstoffen löslich ist.

Beispiel 3. Man erhitzt eine Mischung von 31 Gewichtsteilen Piperidyl-Sulfonamid, 6 Gewichtsteilen Phenol und 150 Gewichtsteilen einer wässrigen 30%igen Formaldehydlösung, die mit 10 Gewichtsteilen Triäthylammoniumphosphat alkalisch eingestellt wurde, 2 Stunden unter Rühren auf 80-90°. Dabei fällt ein Harz aus, das

von der wässrigen Lösung getrennt, in Chloroform aufgenommen und mit verdünnter Säure sowie Wasser gewaschen wird. Nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels erhält man ein hartes, klares, gelbliches Hartharz vom Erweichungspunkt 65°, das in Ketonen, chlorierten Kohlenwasserstoffen oder Mischlösungsmitteln löslich ist.

Beispiel 4. Eine Mischung von 62 Gewichtsteilen Piperidyl-N-sulfamid, 18 Gewichtsteilen Isohexylharnstoff und 150 Gewichtsteilen einer mit 10 Gewichtsteilen Trinatriumphosphat alkalisch eingestellten wässrigen 30%igen Formaldehydlösung wird 4 Stunden unter Rühren auf 100° erhitzt. Dabei fällt ein Harz aus, das in der in Beispiel 3 beschriebenen Weise aufgearbeitet wird. Man erhält so ein hellbraunes Weichharz, das in Alkohol und Chloroform löslich ist.

Beispiel 5. Man kocht eine Mischung von 57 Gewichtsteilen Butylsulfamid, 12 Gewichtsteilen Kresol und 100 Gewichtsteilen einer wässrigen 30%igen Formaldehydlösung, die mit Soda auf einen pH-Wert von 11 eingestellt wurde, 3 Stunden am Rückfluss. Dabei fällt ein Harz aus, das wie in Beispiel 1 beschrieben, aufgearbeitet wurde. Man erhält so ein hochviskoses, hellbraunes, klares Harz, das beispielsweise in Alkohol löslich ist.

Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten, dadurch gekennzeichnet, dass ein Sulfondiamid, das mindestens ein substituierbares H-Atom aufweist, mit einem Aldehyd oder Aldehyd abgebenden Stoff sowie einer solchen Verbindung zur Kondensation gebracht wird, die mit Aldehyden kondensierbar ist.