

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Frankfurt a. Main

J/F. 1328

Krefeld-Uerdingen, den 4. Februar 1943

Abt. Z. 7. 74267 IVc/39c
Eingef. 6. 2. 43

BAG Target

3414 30/4.17

Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten.

Es ist bekannt, Sulfondiamid (Diamid der Schwefelsäure) mit Formaldehyd in wässriger Lösung zu harzartigen Kondensationsprodukten zu kondensieren. Die erhaltenen Kondensationsprodukte enthalten je nach den angewandten Reaktionsbedingungen eine gewisse Menge Wasser, das schwierig zu entfernen ist.

Es wurde nun gefunden, dass es gelingt, ganz oder fast wasserfreie Kondensationsprodukte zu erhalten, wenn man Sulfondiamid oder dessen N-Substitutionsderivate, soweit sie noch mindestens 1 substituierbares H-Atom aufweisen, mit Aldehyden kondensiert und das bei der Kondensation gebildete und gegebenenfalls mit den Reaktionskomponenten eingeführte Wasser mit Hilfe von zugesetzten organischen hydroxylgruppenfreien Lösungsmitteln durch Destillation entfernt. Man erhält auf diese Weise wasserfreie, klare, farblose Lösungen mit beliebig regelbarem Gehalt an harzartigem Kondensationsprodukt, die auch unmittelbar als Lack verwendet werden können.

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

Von den N-Substitutionsprodukten des Sulfondiamids kommen z.B. in Betracht: N-Methyl-, N-Dimethyl-, N,N'-Dimethyl-, N-Äthyl-, N-Äthyl-N-methyl-, N-Butyl-, N-Dibutyl-, N-Isohexyl-, N-Di-isooheptyl-, N-n-Dodacyl-, N-Cyclohexyl- und N-Dicyclohexylsulfondiamid, Pyrrolidyl-N-, Piperidyl-N- und Morpholyl-N-sulfamid, N-Phenyl-, N-(Chlorphenyl)- und N-(Oxyphenyl)-sulfondiamid.

Als organische, hydroxylgruppenfreie Lösungsmittel im Sinne dieser Erfindung seien z.B. genannt: Ester, wie Äthylacetat, Butylacetat, Äthylpropionat, Ketone, wie Aceton, Äthylmethylketon, Butyron, Cyclohexanon, Äther, wie Diäthyläther, Dibutyläther, ferner Methylglykolacetat, Äthylglykolacetat, sowie Kohlenwasserstoffe und chlorierte Kohlenwasserstoffe. Diese Lösungsmittel können einzeln oder zu mehreren verwendet und vor, während oder nach der Kondensation zugefügt werden, wobei eine oder beide Reaktionskomponenten auch in

einem dieser Lösungsmittel gelöst oder suspendiert eingeführt werden können.

Die Reaktion erfolgt zweckmässig bei erhöhter 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.

Bei der Kondensation können auch hydroxylgruppenhaltige organische Verbindungen mit benutzt werden, wie z.B. Methyl-, Äthyl-, n- und i-Propyl-, n- und i-Butyl-, i-Hexyl- und Dodecylalkohol, Cyclohexanol, Methylcyclohexanol, Benzylalkohol, Borneol, Menthol, Äthylenglykol, Äthylenchlorhydrin, Glykolmonomethyl-, -äthyl- und -butyläther, Butylenglykol, Glycerin, Trimethyloläthan und -propan, Hexantriol, Pentaerythrit, Glycerinformaldehydacetal, Trimethyloläthanacetaldehydacetal, ferner noch freie Hydroxylgruppen enthaltende Umsetzungsprodukte aus mehrwertigen Alkoholen und einbasischen Carbonsäuren, z.B. Glykolmonoacetat, Glykolmonobutytrat, Diacetin, Glycerinmonolinoleat und Hexantriolmonoacetat. Schließlich können auch freie Hydroxylgruppen enthaltende Kondensationsprodukte vom Alkydharztyp mit verwendet werden. Hierdurch wird die Löslichkeit der erhaltenen Produkte in den gebräuchlichen Lösungsmitteln, wie Alkoholen, Estern, Ketonen, aromatischen Kohlenwasserstoffen, chlorierten Kohlenwasserstoffen oder Mischungen dieser Lösungsmittel erhöht.

Durch die Art und Menge der Ausgangsstoffe sowie der angewandten Kondensationsmittel ^{und} die Höhe und Zeitdauer der Erhitzung können die Eigenschaften, wie z.B. die Konsistenz und der Erweichungspunkt des öl- oder harzartigen Kondensationsproduktes, sowie die Ausbeute weitestgehend beeinflusst werden.

Beispiel 1. 214 Gewichtsteile 28%iger wässriger Formaldehydlösung, 10 Gewichtsteile Ammoniak (28%ig), 100 Gewichtsteile Methylglykolacetat und 96 Gewichtsteile Sulfondiamid werden unter Rühren eine Stunde auf etwa 50° erwärmt. Hierauf destilliert man unter laufender Zugabe von 150 Gewichtsteilen Methylglykolacetat 200 Gewichtsteile eines Wasser-Lösungsmittel-Gemisches ab. Man erhält ein wasserfreies helles Harz.

Beispiel 2. 428 Gewichtsteile 28%iger wässriger Formaldehydlösung, 24 Gewichtsteile Ammoniak (25%ig), 156 Gewichtsteile Äthylalkohol, 50 Gewichtsteile Aceton und 192 Gewichtsteile Sulfondiamid

werden bei 40-50° etwa eine Stunde gerührt. Danach werden unter vermindertem Druck 200 Gewichtsteile eines Wasser-Lösungsmittel-Gemisches abdestilliert. Im Verlauf von etwa 3 Stunden werden 400 Gewichtsteile Äthylalkohol und 100 Gewichtsteile Aceton zugesetzt und nun laufend unter vermindertem Druck ein Gemisch aus Aceton, Äthylalkohol und Wasser abdestilliert, bis das Kondensationsprodukt in Form eines wasserfreien, hochviskosen Harzes anfällt.

Patentansprüche.

1.) Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten, dadurch gekennzeichnet, dass man Sulfondiamid oder dessen N-Substitutionsderivate, soweit sie noch mindestens 1 substituierbares H-Atom aufweisen, mit Aldehyden kondensiert und das bei der Kondensation gebildete und gegebenenfalls mit den Reaktionskomponenten eingeführte Wasser mit Hilfe von zugesetzten organischen, hydroxylgruppenfreien Lösungsmitteln durch Destillation entfernt.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man bei der Kondensation hydroxylgruppenhaltige organische Verbindungen mit verwendet.