

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Pat. No. 7 74 187 IIc/39c
27.1.43

Frankfurt a. Main

BAG Target

34 4 3 1/4.17

J/F. 1325

Krefeld-Urdingen, den 25. Januar 1943

Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten.

Es ist bekannt, Sulfondiamid (Diamid der Schwefelsäure) mit Formaldehyd im wässrigen Medium umzusetzen. Die hierdurch erhaltenen Produkte sind nur beschränkt löslich.

Es wurde nun gefunden, dass man durch Kondensation von Sulfondiamid mit Aldehyden in Anwesenheit von alkoholische Hydroxylgruppen enthaltenden Verbindungen zu Produkten gelangt, die gegenüber den bekannten erheblich verbesserte Eigenschaften, insbes. erhöhte Löslichkeit, aufweisen.

Als Aldehyde kommen namentlich Formaldehyd, ferner Acetaldehyd, Crotonaldehyd und Furfurol in Betracht.

Als alkoholische Hydroxylgruppen enthaltende organische Verbindungen seien z.B. genannt: 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, Etylenglykol, Glycerin, Trimethyloläthan und -propan, Hexantriol, Pentaerythrit, Glycerin-formaldehydacetal, Trimethyloläthanacetaldehydacetal, ferner noch freie Hydroxylgruppen enthaltende Umsetzungsprodukte aus mehrwertigen Alkoholen und einbasischen Carbonsäuren, z.B. Glykolmonoacetat, Glykolmonobutyrat, Diacetin, Glycerinmonolinoleat und Hexantriolmonoacetat. Schliesslich können auch freie Hydroxylgruppen enthaltende Kondensationsprodukte vom Alkydharztyp benutzt werden.

Diese Verbindungen können einzeln oder zu mehreren verwendet werden.

Die Kondensation erfolgt zweckmässig bei mässig erhöhter Temperatur und in Anwesenheit von sauren oder basischen Kondensationsmitteln, wie z.B. Toluölsulfosäure, Oxalsäure, Weinsäure, Kaliumbisulfat, Natriumphosphat, Soda, Borax und Ammoniak.

Durch Erhitzen, evtl. unter vermindertem Druck, können vorhandenes Wasser sowie nicht umgesetzte Reaktionskomponenten entfernt werden.

Die hellen, hichteichten Kondensationsprodukte sind in der Regel löslich in gebräuchlichen Lösungsmitteln, wie z.B. in Alkoholen, Estern, Ketonen, aromatischen Kohlenwasserstoffen, chlorierten Kohlenwasserstoffen oder Mischungen dieser Lösungsmittel.

Beispiel 1. 428 Gewichtsteile 28%iger wässriger Formaldehydlösung, 24 Gewichtsteile Ammoniak (25%ig), 160 Gewichtsteile Butylalkohol und 192 Gewichtsteile Sulfondiamid werden bei 40-50° etwa eine Stunde gerührt. Hierauf werden unter vermindertem Druck 200 Teile Wasser und Butylalkohol abdestilliert. Das Kondensationsprodukt wird mit weiteren 160 Gewichtsteilen Butylalkohol versetzt und filtriert. Man destilliert hierauf 170 Teile Wasser und Butylalkohol ab und setzt 80 Gewichtsteile Butylalkohol und 1 Gewichtsteil Pyridin zu. Nach dem Filtrieren und Abdestillieren von etwa 90 Teilen Wasser und Butylalkohol ist das Harz wasserfrei. Es ist löslich in Alkoholen, Estern oder Ketonen und für die Herstellung von Lacken verwendbar.

Beispiel 2. 428 Gewichtsteile 28%iger wässriger Formaldehydlösung, 10 Gewichtsteile Ammoniak (25%ig), 156 Gewichtsteile Äthylalkohol und 192 Gewichtsteile Sulfondiamid werden mit 14 Gewichtsteilen Ammoniak (25%ig) bei 40-50° etwa 1 Stunde gerührt. Danach werden unter vermindertem Druck 180 Gewichtsteile eines Wasseralkoholgemisches abdestilliert. Im Verlaufe von 3 Stunden werden 400 Gewichtsteile Äthylalkohol und 1 Gewichtsteil Pyridin zugesetzt und nun laufend unter vermindertem Druck ein Gemisch aus Äthylalkohol und Wasser abdestilliert, bis das Kondensationsprodukt in Form eines wasserfreien hochviskosen Harzes anfällt. Es ist z.B. löslich in einem Gemisch aus Aceton und Äthylalkohol. Lackaufgüsse von Lösungen dieses Produktes ergeben harte, glänzende und lichteichte Überzüge.

Beispiel 3. Eine Lösung aus 214 Gewichtsteilen 28%iger Formaldehydlösung, 12 Gewichtsteilen Ammoniak (25%ig), 80 Gewichtsteilen Butylalkohol und 96 Gewichtsteilen Sulfondiamid wird während einer Stunde bei 40-50° gerührt. Hierzu gibt man 75 Gewichtsteile eines Esters mit der Säurezahl 2, der durch Kondensation von Adipinsäure mit der doppelten Menge Trimethylolpropan hergestellt ist. Im Vakuum der Wasserstrahlpumpe destilliert man hierauf 90 Gewichtsteile eines Butylalkohol-Wasser-Gemisches ab. Innerhalb von 2 Stunden werden 120 Gewichtsteile Butylalkohol und 1 Gewichtsteil Pyridin zugegeben und laufend ein Wasser-Butylalkohol-Gemisch abdestilliert, bis das Harz annähernd lösungsmittelfrei ist. Es ist in den üblichen Lacklösungsmitteln löslich. Die Aufgüsse liefern harte, glänzende Überzüge.

Sup Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten aus Sulfondiamid und Aldehyden, dadurch gekennzeichnet, dass man in Anwesenheit von alkoholische Hydroxylgruppen enthaltenden organischen Verbindungen arbeitet.

Beispiel 4. Eine Lösung aus 214 Gewichtsteilen 28%iger wässriger Formaldehydlösung, 10 Gewichtsteilen Ammoniak, 25 Gewichtsteilen 1,4-Butylenglykol und 96 Gewichtsteilen Sulfondiamid wird bei etwa 50° 1-2 Stunden gerührt. Nach Zugabe von 1 Gewichtsteil Pyridin werden unter vermindertem Druck etwa 100 Teile Wasser abdestilliert. Man erhält eine klare, viskose, mit wasserlöslichen organischen Lösungsmitteln verdünnbare Lösung, die harte, glänzende Aufstriche liefert.