

II. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

0,72497 IV c/39 vom 17.6.1942

Dr.W./F. 1303

Krefeld-Uerdingen, den 15. Juni 1942

Verfahren zur Herstellung von linearen Polykondensations-
produkten. BAG Target
3414 30/4.17

Es wurde bereits vorgeschlagen, Diurethane mit Aminoalkoholen zu linearen Polykondensationsprodukten zu verknüpfen.

Es wurde nun gefunden, dass man in technisch einfacher Weise zu linearen Polykondensationsprodukten von besonders gleichmässigem Aufbau gelangen kann, wenn man Monourethane mit solchen eine primäre oder sekundäre Aminogruppe führenden Aminoalkoholen kondensiert, in denen die Aminogruppe von der Hydroxylgruppe durch eine, gegebenenfalls durch Heteroatome oder Heteroatomgruppen unterbrochene Kette von mindestens 3 Kohlenstoffatomen getrennt ist.

Als Monourethane sind z.B. geeignet: Uräthylan, Urethan, Carbamidsäurepropyl-, -butyl-, -benzyl-, -phenyl- und -kresylester, Methyl- und Äthylurethan, Methyl- und Äthylurethan.

Unter den als Ausgangsstoffe für das vorliegende Verfahren geeigneten Aminoalkoholen der gekennzeichneten Art seien z.B. genannt: 3-Aminopropanol-(1) und seine höheren Homologen, wie 4-Aminobutanol-(1), 5-Aminopentanol-(1) sowie die Reduktionsprodukte der durch Kondensation von molaren Mengen Acrylnitril mit Diolen erhältlichen Verbindungen, wie z.B. Monoaminopropylbutandioläther.

Die Kondensation wird durch Erhitzen der Komponenten oberhalb 100° eingeleitet und durch allmähliche Temperatursteigerung solange fortgesetzt, bis die anfangs lebhaft entwickelte Ammoniakentwicklung sich gemässigt hat und das Reaktionsgemisch eine hochviskose Schmelze darstellt. Die Entfernung der niedermolekularen Kondensationsprodukte aus dem Reaktionsgemisch kann durch Über- oder Durchleiten eines inerten Gases, wie z.B. Stickstoff, und durch Anwendung verminderten Druckes gefördert werden.

Durch den Zusatz von Katalysatoren kann die Umsetzung beschleunigt und die Reaktionstemperatur herabgesetzt werden. Als Katalysatoren eignen sich z.B. Aluminium-, Zink- und Eisenchlorid.

Die Eigenschaften der Kondensationsprodukte können sowohl durch die Wahl der Ausgangsstoffe wie auch durch die Art der Temperaturführung während der Reaktion weitgehend abgewandelt werden. Man erhält feste, hochelastische Massen, die in Wasser und in den meisten organischen Lösungsmitteln unlöslich sind. Aus den Kondensationsprodukten können Kunststoffe, Pressmassen und Kunstfasern hergestellt werden.

Beispiel 1.

Eine Mischung von 90 Gewichtsteilen 4-Aminobutanol-(1) und 90 Gewichtsteilen Urethan wird 3 Stunden auf 230° erhitzt. Hierbei entweicht aus der Schmelze ein Gemisch von Ammoniak und Äthylalkohol. Anschliessend wird sie noch kurze Zeit auf 270-280° erhitzt, wobei ihre Viskosität erheblich steigt. Nach dem Erkalten erhält man eine hornartige Masse, die beim Erwärmen eine hochviskose fadenziehende Schmelze liefert.

Beispiel 2.

Eine Mischung von 90 Gewichtsteilen 4-Aminobutanol-(1) und 137 Gewichtsteilen Carbamidsäurephenylester wird zunächst eine Stunde auf 200-220° erhitzt, wobei aus dem Reaktionsgemisch Ammoniakgas entweicht und Phenol abdestilliert. Hierauf wird im Verlaufe einer weiteren Stunde die Temperatur der Schmelze allmählich auf 250° gesteigert, wobei die letzten Anteile des noch gebildeten Phenols unter vermindertem Druck aus der Schmelze entfernt werden. Das Reaktionsgemisch wird hierbei hochviskos. Es erstarrt zu einer hornartigen Masse von ähnlichen Eigenschaften wie im Beispiel 1 beschrieben.

Beispiel 3.

176 Gewichtsteile N-Methyl-diäthanolamin- ω -aminopropyläther (erhältlich durch Reduktion des Anlagerungsproduktes von Acrylnitril an ^{N-Methyl-}äthanolamin) werden mit 137 Gewichtsteilen Carbamidsäurephenylester allmählich innerhalb 2 Stunden auf 150-240° erhitzt, wobei aus dem Reaktionsgemisch Ammoniakgas entweicht und Phenol abdestilliert. Anschliessend werden aus der Schmelze bei 250° die letzten Reste des gebildeten Phenols durch Destillation unter vermindertem Druck entfernt. Nach dem Erkalten erhält man eine glasige, zähe Masse, die beim Erwärmen eine fadenziehende Schmelze liefert.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von linearen Polykondensationsprodukten durch Kondensation von Aminoalkoholen mit Urethanen, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Monourethan mit einem solchen eine primäre oder sekundäre Aminogruppe führenden Aminoalkohol kondensiert, in dem die Aminogruppe von der Hydroxylgruppe durch eine, gegebenenfalls durch Heteroatome oder Heteroatomgruppen unterbrochene Kette von mindestens 3 Kohlenstoffatomen getrennt ist.