

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

1285/Dr. W/Kc ^{Art. Z.}
Einger.

Krefeld-Uerdingen, den 29.4.1942

BAG Target

3414 30/4.17

Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten.

Es ist bekannt, Cyclohexanon und Methylcyclohexanon mit Formaldehyd zu kondensieren. Die so erhaltenen Produkte finden u.a. als Lackrohstoffe Verwendung.

Es wurde nun gefunden, dass man besonders wertvolle Lackrohstoffe erhält, wenn man solche Cyclohexanonderivate, die durch einen cycloaliphatischen, gegebenenfalls ungesättigten Rest mit 6 Kohlenstoffatomen substituiert sind, wie z.B. Cyclohexyl- oder Cyclohexenylcyclohexanon, mit Aldehyden, insbesondere Formaldehyd, vorzugsweise in alkalischer Lösung kondensiert.

Als Aldehyde eignen sich z.B. ausser Formaldehyd oder Formaldehyd abspaltenden Verbindungen, wie Paraformaldehyd, z.B. Acetaldehyd, Crotonaldehyd und Benzaldehyd.

Die so erhaltenen Produkte zeichnen sich gegenüber den oben erwähnten bekannten Kondensationsprodukten aus Cyclohexanon bzw. Methylcyclohexanon und Formaldehyd durch eine bedeutend grössere Löslichkeit in den gebräuchlichen Lacklösungsmitteln und erheblich gesteigerte Verträglichkeit mit trocknenden Ölen aus.

In manchen Fällen empfiehlt es sich, zur Erzielung eines gleichmässigen Reaktionsablaufes die Kondensation in inerten Lösungsmitteln vorzunehmen; als derartige Lösungsmittel können z.B. Methyl-, Äthyl- und Butylalkohol Verwendung finden.

Als alkalisch wirkende Kondensationsmittel eignen sich z.B. wässrige oder alkoholische Lösungen von Ätznatron oder Ätskali.

Die Eigenschaften der Kondensationsprodukte lassen sich durch Änderung der Kondensationstemperatur sowie der Erhitzungsdauer innerhalb weiter Grenzen abwandeln; so steigt z.B. der Erweichungspunkt mit zunehmender Erhitzungstemperatur und -dauer.

Ebenso können die Eigenschaften der Kondensationsprodukte dadurch abgeändert werden, dass noch aliphatische, hydro- und fettsäurearomatische Ketone, wie z.B. Aceton, Methyläthylketon, Cyclohexanon und Acetophenon mitinkondensiert werden.

Beispiel 1.

Zu einer Mischung von 500 Gewichtsteilen Methanol, 250 Gewichtsteilen gepulvertem Kaliumhydroxyd und 150 Gewichtsteilen Paraformaldehyd werden unter Rühren bei 10-20° innerhalb einer Stunde 890 Gewichtsteile Cyclohexenylcyclohexanon (hergestellt nach Patent (Patentanmeldung)) zugetropft. Der Ansatz wird unter Rückfluss so lange zum Sieden erhitzt, bis die Aufarbeitung einer Probe ein Harz mit einem Erweichungspunkt von 67° ergibt.

Die Aufarbeitung erfolgt durch Ansäuern und Wasserdampfdestillation. Das erhaltene Harz wird durch Erhitzen unter vermindertem Druck getrocknet, wobei man die Temperatur allmählich bis auf 220-230° ansteigen lässt. Man erhält so 720 Gewichtsteile eines hellgelben, klaren Harzes, das mit Benzol und Leinöl in jedem Mischungsverhältnis verträglich ist.

Beispiel 2.

Zu einer Mischung von 500 Gewichtsteilen Methanol, 250 Gewichtsteilen gepulvertem Kaliumhydroxyd und 150 Gewichtsteilen Paraformaldehyd werden unter Rühren bei 10-20° innerhalb einer Stunde 890 Gewichtsteile Cyclohexenylcyclohexanon zugetropft. Der Ansatz wird 6 Stunden im Autoklaven auf 180-185° erhitzt. Die Aufarbeitung erfolgt wie in Beispiel 1 beschrieben. Es werden so 855 Gewichtsteile eines gelblichen, klaren Harzes mit einem Erweichungspunkt von 75° erhalten, das im wesentlichen die gleiche Löslichkeitseigenschaft wie das nach dem vorigen Beispiel erhaltene Produkt zeigt.

Beispiel 3.

Zu einer Mischung von 250 Gewichtsteilen gepulvertem Kaliumhydroxyd, 500 Gewichtsteilen Methanol und 150 Gewichtsteilen Paraformaldehyd wird unter Rühren bei 10-20° innerhalb einer Stunde eine Mischung aus 445 Gewichtsteilen Cyclohexenylcyclohexanon und 445 Gewichtsteilen Acetophenon zugetropft. Der Ansatz wird unter Rückfluss 10 Stunden zum Sieden erhitzt. Nach der Aufarbeitung des Ansatzes, die wie in Beispiel 1 beschrieben erfolgt, werden 800 Gewichtsteile eines gelblichen, klaren Hartharzes erhalten, das einen Erweichungspunkt von 65° und im wesentlichen die gleiche Löslichkeitseigenschaft wie die nach den vorhergehenden Beispielen anfallenden Produkte hat.

-3-

Verwendet man anstelle von Acetophenon die gleiche Gewichtsmenge Cyclohexanon, so erhält man ein Weichharz mit ähnlicher Löslichkeitseigenschaft wie die oben erwähnten Kondensationsprodukte.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten, dadurch gekennzeichnet, dass man solche Cyclohexanonderivate, die durch einen cycloaliphatischen, gegebenenfalls ungesättigten Rest mit 6 Kohlenstoffatomen substituiert sind, mit einem Aldehyd vorzugsweise in alkalischer Lösung kondensiert.