

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Dr./W.F. 1271

Krefeld-Jerdingen, den 26.1.1942

Akt. Z. 7.71 430 IV c/39 0
Einger. 29.1.42

BAG Target

3414 30/4.17

Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten.

Gegenstand dieser Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung neuer wertvoller Kondensationsprodukte vom Typ der Alkydharze, die ausser den für die vorerwähnten Harze charakteristischen Resten mehrwertiger Alkohole und mehrbasischer Carbonsäuren sowie gegebenenfalls einbasischer Carbonsäuren noch Reste von Lactamen enthalten.

Man kann die neuen Kondensationsprodukte in technisch einfacher Weise dadurch gewinnen, dass man bei der Kondensation der Ausgangsstoffe für die Alkydharzherstellung ein Lactam zusetzt. So kann man bei dem bekannten Verfahren zur Herstellung von Alkydharzen durch Erhitzen eines mehrwertigen Alkohols mit einer mehrbasischen Carbonsäure oder deren Anhydrid und gegebenenfalls einer einbasischen Carbonsäure ein Lactam zufügen. Ferner kann man beispielsweise die neuen Kondensationsprodukte in der Weise herstellen, dass man das bekannte Verfahren zur Herstellung von Alkydharzen durch Erhitzen eines durch eine einbasische Carbonsäure veresterten mehrwertigen Alkohols mit einer mehrbasischen Carbonsäure oder deren Anhydrid unter Zusatz eines Lactams durchführt.

Unter den als Ausgangsstoffe für das Verfahren dieser Erfindung geeigneten Lactamen seien z.B. Caprolactam, -Pyrrolidon, -Piperidon und Phthalimidin genannt, schliesslich auch die wahrscheinlich aus N-Acyl-lactamen bestehenden Kondensationsprodukte, die nach Patent (Patentanmeldung I. 69 117 IVd/12 o) durch Kondensation von Lactamen, die am Stickstoffatom ein freies Wasserstoffatom tragen mit organischen Dicarbonsäuren oder deren funktionellen Derivaten unter solchen Bedingungen erhalten werden, dass die Kondensationsprodukte noch freie Carboxylgruppen aufweisen.

Im übrigen können für die Herstellung der neuen Kondensationsprodukte die zur Gewinnung von Alkydharzen bekannten Ausgangsstoffe Verwendung finden, so z.B. mehrwertige Alkohole, wie Glykol, Butylenglykol, Polyglykole, Glycerin, oder Polyglycerine, Glycerinäther, Pentaerythrit,

Trimethyloläthan, Trimethylolpropan, Mannit, Sorbit, Hexantriol, mehrbasische Carbonsäuren, wie Phthalsäure, Trimellitsäure, Bernsteinsäure, Asparaginsäure, Glutaminsäure, Adipinsäure, Maleinsäure, ferner einbasische Carbonsäuren, wie durch Oxydation von Paraffinkohlenwasserstoffen erhältliche höhere, gesättigte Fettsäuren, Palmitinsäure, Ölsäure, Leinölfettsäure, Ricinusölfettsäure, Eleomargarinsäure, Abietinsäure, Benzoesäure, Anthranilsäure und einwertige Alkohole, wie Butyl-, Amyl-, Hexyl-, Dodecyl-, Oleyl- und Benzylalkohol.

Die neuen Lactamreste enthaltenden Kondensationsprodukte vom Alkydharztyp zeichnen sich dadurch aus, dass sie bedeutend weiter kondensiert und damit auf eine erheblich geringere Säure- und Hydroxylzahl gebracht werden können als die bekannten entsprechenden Alkydharze, ohne dass Gelatinierung eintritt. Infolge dieser geringen Säure- und Hydroxylzahl sind die Produkte namentlich als Anstrichbindemittel vorzüglich geeignet.

Beispiel 1.

Ein Gemisch aus 124 Gewichtsteilen Phthalsäure, 74 Gewichtsteilen Phthalsäureanhydrid und 84 Gewichtsteilen Trimethylolpropan wird unter Zusatz von 35 Gewichtsteilen Caprolactam auf 180-220° erhitzt, bis das Reaktionsprodukt die Säurezahl 20 zeigt. Das harzartige Produkt ist in den gebräuchlichen Lacklösungsmitteln, wie Äthylacetat, Butylacetat, Benzol, Toluol und Xylol löslich. Stellt man aus den vorerwähnten Ausgangsstoffen unter den gleichen Versuchsbedingungen ein Kondensationsprodukt ohne Zusatz von Caprolactam her, so gelatiniert das Produkt bereits, wenn eine Säurezahl von etwa 40-50 erreicht ist.

Beispiel 2.

Ein Gemisch von 57 Gewichtsteilen eines durch Oxydation von Paraffinkohlenwasserstoffen erhältlichen Gemisches gesättigter Fettsäuren mit einer Kettenlänge von 7-8 Kohlenstoffatomen, 107 Gewichtsteilen Phthalsäureanhydrid, 4 Gewichtsteilen Maleinsäure und 132 Gewichtsteilen Hexantriol werden unter Zusatz von 71 Gewichtsteilen eines durch Kondensation von molaren Mengen Bernsteinsäure mit molaren Mengen Caprolactam nach Patent ... (Patentanmeldung I. 69 117 IVd/12 o) erhaltenen Kondensationsproduktes bei 180-220° kondensiert, bis das Produkt die Säurezahl 20 zeigt. Ein Kondensationsprodukt von dieser niedrigen Säurezahl ist aus den vorerwähnten Ausgangsstoffen ohne Lactamzusatz

nur bei Anwendung eines Überschusses an Hexantriol erhältlich. Das so erhaltene Kondensationsprodukt hat gegenüber dem erfindungsgemäss hergestellten den Nachteil, dass es eine bedeutend höhere Hydroxylzahl aufweist.

Beispiel 3.

Zu 133 Gewichtsteilen Leinöl gibt man 98 Gewichtsteile Glycerin und estert durch Erhitzen auf etwa 270° so lange um, bis das Gemisch in Alkohol löslich ist. Dann setzt man 152 Gewichtsteile Phthalsäureanhydrid und 119 Gewichtsteile eines durch Kondensation von molaren Mengen Caprolactam und Phthalsäure nach Patent (Patentanmeldung I. 69 117 IVd/12 o) erhaltenen Kondensationsproduktes zu und erhitzt auf $230-240^{\circ}$, bis das Reaktionsprodukt die Säurezahl 3 aufweist. Stellt man aus den vorerwähnten Ausgangsstoffen unter den gleichen Versuchsbedingungen ein Kondensationsprodukt ohne Lactamzusatz her, so tritt bereits bei Erreichung einer bedeutend höheren als der vorerwähnten Säurezahl Gelatinierung ein.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten vom Alkydharztyp, dadurch gekennzeichnet, dass man bei der Kondensation der Ausgangsstoffe für die Alkydharzherstellung ein Lactam zusetzt.