

G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

9.72 557 IV c/120 vom 19.6.1942

Dr.W./F. 1305

Krefeld-Uerdingen, den 16. Juni 1942

Verfahren zur Herstellung von Benzylcellulose.

Es ist bekannt, Benzylcellulose durch längeres Erhitzen eines Gemisches aus Zellstoff, Alkalilauge und einem grossen Überschuss an Benzylchlorid/über 100[°] auf Temperaturen herzustellen. Man hat auch bereits den Zellstoff vor dem Erhitzen mit Benzylchlorid mit Natronlauge getränkt und die durch Abpressen der überschüssigen Natronlauge auf einen Gehalt von höchstens 70 Gewichtsteilen einer mindestens 25%igen Natronlauge auf 100 Gewichtsteile eingestellte Alkalicellulose mit Benzylchlorid im Überschuss erhitzt. Es ist weiterhin bekannt, eine Alkalicellulose der vorerwähnten Zusammensetzung zu reifen, mit der 3-4fachen Menge Benzylchlorid zu verkneten, mit festem Ätznatron zu mischen und das Gemisch zur Verätherung zu erhitzen. Nach den vorerwähnten Verfahren wird Benzylcellulose nur so weit veräthert, dass sie entweder nur in Gemischen mit Kohlenwasserstoffen und Alkoholen oder aber nur in reinem Benzol löslich ist.

Schliesslich wurde auch schon im Patent ... (Patentanmeldung I 71 942 IVc/12 o) vorgeschlagen, Benzylcellulose mit niedrigem Benzylierungsgrad derart herzustellen, dass Alkalicellulose mit etwa der 3-4fachen Gewichtsmenge Benzylchlorid und etwa der 0,5-2fachen Gewichtsmenge Ätzalkali (in Form von etwa 20-35%iger Alkalilauge) berechnet auf die eingesetzte Cellulosemenge, umgesetzt wird.

Es wurde nun gefunden, dass man überraschenderweise Benzylcellulose von besonders hohem Verätherungsgrad erhält, wenn man Alkalicellulose, die auf 100 Gewichtsteile höchstens 70 Gewichtsteile einer mindestens 25%igen Natronlauge enthält, mit der etwa 3-4fachen Gewichtsmenge Benzylchlorid, berechnet auf die eingesetzte Cellulosemenge und zusätzlicher Alkalilauge erhitzt, wobei die Konzentration der gesamten im Reaktionsgemisch enthaltenen Lauge mindestens 40% bis zu etwa 50% und die Menge des in der Lauge vorliegenden Ätzalkalis mehr als das 2fache bis zum 4fachen der eingesetzten Cellulosemenge beträgt.

Gegenüber der nach den bekannten Verfahren hergestellten Benzylcellulose ist die nach dem vorliegenden Verfahren erhaltene Benzylcellulose

so weitgehend veräthert, dass sie in Reintoluol oder in Mischungen aus Toluol und Solbentnaphtha löslich ist. Auch die Benzinverschnittfähigkeit der mit dieser Benzylcellulose hergestellten Lacklösungen ist erheblich gesteigert.

Beispiel.

3 Gewichtsteile Zellstoff werden mit 40 Gewichtsteilen 18%iger Natronlauge unter Rühren 1 Stunde gequollen, danach wird von der überschüssigen Natronlauge abgeschleudert und der gequollene Zellstoff auf etwa das dreifache des eingesetzten Zellstoffes gepresst. Der auf 100 Gewichtsteile etwa 65 Gewichtsteile einer etwa 27%igen Natronlauge enthaltende Presskuchen wird hierauf zerfasert und in einem Rührkessel zusammen mit 11 Gewichtsteilen Benzylchlorid und 12,6 Gewichtsteilen 50%iger Natronlauge auf 115° erhitzt. Die Erhitzung wird 7 Stunden bei dieser Temperatur fortgesetzt. Das Reaktionsgemisch ist hochviskos. Es wird zur Entfernung der überschüssigen Natronlauge mehrfach mit insgesamt etwa 120 Teilen Wasser und anschliessend zum Herauslösen des gebildeten Benzylalkohol-Dibenzyläthergemische mehrfach mit insgesamt 150-200 Gewichtsteilen Methanol gewaschen. Hierbei zerfällt das Produkt zu einer pulverig-krümeligen Masse, die nach einer letzten Wasserwäsche im Trockenschrank bei etwa 60° getrocknet wird. Die so erhaltene Benzylcellulose ist ein rein weisses Pulver, das sich ausgezeichnet in einer Mischung von 1 Gewichtsteil Solventnaphtha und 4 Gewichtsteilen Toluol löst und klare Filme von ausgezeichneter Wasser- und Alkalibeständigkeit liefert.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von Benzylcellulose aus Alkalicellulose, die auf 100 Gewichtsteile höchstens 70 Gewichtsteile einer mindestens 25%igen Natronlauge enthält, und Benzylchlorid im Gewichtsverhältnis 1: etwa 3-4, sowie Alkalihydroxyd, dadurch gekennzeichnet, dass man die Alkalicellulose mit einem Gemisch von Benzylchlorid und Alkalilauge erhitzt, wobei die gesamte im Reaktionsgemisch vorliegende Alkalilauge mehr als die 2fache bis zur 4fachen Menge Ätzalkali, berechnet auf die eingesetzte Cellulosemenge enthält und die Konzentration der Alkalilauge so gewählt wird, dass sie mindestens 40% bis etwa 50% Ätzalkali enthält.

088t