

IG. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Pat. Z. 779421/120
Einger. 2.4.42

1262/Dr. W/Ka.

BAG Target
Krefeld-Uerdingen, den 31. März 1942
3414 30/4.17

Verfahren zur Herstellung von Benzylcellulose mit niedrigem Benzylierungsgrad.

Gegenstand dieser Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Benzylcellulose mit niedrigem Benzylierungsgrad. Es ist bereits bekannt, Benzylcellulose, die weniger als 2 Benzylgruppen auf 6 Kohlenstoffatome des Cellulosemoleküls enthält, herzustellen. Bei diesem bekannten Verfahren wird Alkalicellulose mit etwa der 8fachen Menge Benzylchlorid, berechnet auf die eingesetzte Cellulosemenge, in Gegenwart von 22-28%iger Natronlauge umgesetzt. Dabei beträgt die Gewichtsmenge des zu Beginn der Verätherung im Reaktionsgemisch vorhandenen Ätzalkalis etwa das 0,7fache der eingesetzten Gewichtsmenge Cellulose. Die Konzentration des Alkalis im Reaktionsgemisch wird bei diesem Verfahren während der Umsetzung ständig durch Zufügen von festem Alkali bzw. durch Abdestillieren von Wasser konstant gehalten.

Das Verfahren dieser Erfindung ermöglicht es nun in technisch einfacherer Weise unter Verwendung eines erheblich geringeren Überschusses an Benzylchlorid und in wesentlich kürzerer Reaktionszeit, Benzylcellulose von niedrigem Benzylierungsgrad herzustellen. Das Verfahren besteht darin, dass Alkalicellulose mit etwa der 3-4fachen Gewichtsmenge Benzylchlorid und etwa der 0,5-2fachen Gewichtsmenge Ätzalkali, berechnet auf die eingesetzte Cellulosemenge, umgesetzt wird, wobei das Ätzalkali in Form einer etwa 20 bis etwa 35%igen Alkalilauge vorliegt.

Der Benzylierungsgrad des Reaktionsproduktes nimmt in dem Benzylierungsbereich von etwa 2 bis etwa 1,5 Benzylgruppen auf 6 Kohlenstoffatome fast linear mit der Alkalikonzentration ab. In dem Bereich unterhalb des Benzylierungsgrades von 1,5 fällt der Benzylierungsgrad stärker ab als die Alkalikonzentration.

Eine Regelung der Alkalikonzentration während des Reaktionsablaufes durch Zusatz von festem Alkali bzw. durch Abdestillieren von Wasser, wie bei dem oben erwähnten bekannten Verfahren, erübrigt sich bei dem Verfahren dieser Erfindung. Man erhält viel

mehr, wenn man die Umsetzung sich selbst überlässt, ohne weiteres einen der Konzentration der eingesetzten Alkalilauge entsprechenden Benzylierungsgrad. So liefert z.B. der Umsatz von Cellulose mit Benzylchlorid in Gegenwart einer Natronlauge mit einer Anfangskonzentration von etwa 32,5% Ätzalkali eine Benzylcellulose, die etwa 1,9 Benzylgruppen auf 6 Kohlenstoffatome enthält, während bei Anwendung einer Anfangskonzentration der Natronlauge von etwa 20% der Benzylierungsgrad etwa 1 beträgt.

Beispiel 1.

7 Gewichtsteile Zellstoff werden in 140 Gewichtsteilen 18%iger Natronlauge unter kräftigem Rühren 1 Stunde gequollen. Dann wird soviel überschüssige Lauge durch Abpressen entfernt, bis das Gewicht der erhaltenen Alkalicellulose etwa das 3fache des eingesetzten Zellstoffgewichtes beträgt. Die Alkalicellulose enthält dann 17% Ätznatron, 32% Zellstoff und 51% Wasser. Die Alkalicellulose wird gemahlen und zusammen mit 27 Gewichtsteilen Benzylchlorid und 32 Gewichtsteilen 35%iger Natronlauge auf 110-120° erhitzt. Hierauf wird die Rohbenzylcellulose in üblicher Weise ausgewaschen. Man erhält auf diese Weise eine Benzylcellulose, die einen Kohlenstoffgehalt von 69% besitzt, entsprechend einem Benzylierungsgrad von etwa 1,9 Benzylresten auf 6 Kohlenstoffatome. Die Benzylcellulose löst sich in der Wärme gut in Mischungen aus aromatischen Kohlenwasserstoffen und niederen aliphatischen Alkoholen oder deren Fettsäureestern.

Beispiel 2.

22 Gewichtsteile einer auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 beschrieben aus 7 Gewichtsteilen Zellstoff und 140 Gewichtsteilen 18%iger Natronlauge erhaltenen Alkalicellulose mit einem Ätznatrongehalt von 17% werden mit 27 Gewichtsteilen Benzylchlorid und 32 Gewichtsteilen einer 27,5%igen Natronlauge 7 Stunden im Rührkessel auf 110-120° erhitzt. Nach der üblichen Aufarbeitung erhält man eine Benzylcellulose mit einem Kohlenstoffgehalt von etwa 67%, der einem Benzylierungsgrad von etwa 1,6 Benzylresten auf 6 Kohlenstoffatome entspricht. Die Benzylcellulose ist unlöslich in aromatischen Kohlenwasserstoffen. In der Wärme löst sich die Benzylcellulose z.B. in Nitrobenzol.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von Benzylcellulose mit ~~niedrigem~~ Benzylierungsgrad durch Umsetzung von Alkalicellulose mit Benzylchlorid in Gegenwart von Alkalilauge, dadurch gekennzeichnet, dass Alkalicellulose mit etwa der 3-4fachen Gewichtsmenge Benzylchlorid und etwa der 0,5-2fachen Gewichtsmenge Ätzalkali, berechnet auf die eingesetzte Cellulosemenge, umgesetzt wird, wobei das Ätzalkali in Form von etwa 20-35%iger Alkalilauge vorliegt.