

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Frankfurt a. Main

Dr. W/Ke. 1369

Krefeld-Uerdingen, den 25.2.1944

Akt. Z. 7.76909 IVc/120

BAG Target

Einger. 18.2.44

3414-30/4.17

Verfahren zur Herstellung wasserfester Cellulosederivate.

Bekanntlich zeichnet sich Benzylcellulose durch hohe Wasserbeständigkeit aus.

Es wurde nun gefunden, dass man Cellulosederivate von besonders hoher Wasserbeständigkeit erhält, wenn man teilweise benzylierte, also noch freie Hydroxylgruppen enthaltende Cellulose in Benzylcellulose-carbaminsäureester überführt.

Als Ausgangsstoffe für die Herstellung der Benzylcellulose-carbaminsäureester eignen sich besonders benzylierte Cellulosen mit einem Verätherungsgrad von etwa 1,5 - 1,8 Benzylresten im Glukosegrundmolekül. Die so erhaltenen Celluloseäther-carbonsäureester können z.B. als besonders wertvolle hochwasserbeständige Lackrohstoffe Verwendung finden.

Die Überführung der teilweise benzylierten Cellulosen in die Carbaminsäureester lässt sich z.B. in an sich bekannter Weise durch Einwirkung von Isocyan säureestern auf die Benzylcellulosen durchführen. Im allgemeinen verläuft die Umsetzung bei Temperaturen zwischen etwa 50-150° am glattesten. Zweckmässig werden die Isocyan säureester im Überschuss angewandt. Als Isocyan säureester lassen sich z.B. verwenden: Methyl-, Äthyl-, Butyl-, Benzyl-,  $\beta$ -Phenyläthyl-, Cyclohexyl- und Phenylisocyanat, sowie im Benzolkern durch aliphatische Gruppen, wie z.B. Methyl-, Äthyl-, Propyl-, durch Halogenatome, wie z.B. Chlor und Brom, durch Nitrogruppen, durch Cyangruppen, durch Carbalkoxygruppen, wie z.B. Carbmethoxy oder Carbäthoxy substituierte Phenylisocyanate.

Durch Zusatz von Quellmitteln für den Celluloseäther lässt sich die Umsetzung wesentlich erleichtern. Als Quellmittel eignen sich z.B. Pyridin, N-Methyl-pyrrolidon, Dimethylacetamid und Diäthylacetamid.

Beispiel 1. 50 Gewichtsteile niedrigbenzyliertem Cellulose mit etwa 1,6 Benzylresten im Glukosegrundmolekül, hergestellt nach Beispiel 2 des DRP ... (I. 71 942 IVc/120), werden zusammen mit 100 Gewichtsteilen Phenylisocyanat und 100 Gewichtsteilen Pyridin 1 Stunde in

einem gut wirkenden Misch- oder Knetapparat unter Rückflusskühlung auf 120° erhitzt. Anschliessend wird der grösste Teil des nicht verbrauchten Phenylisocyanats sowie das Pyridin durch Destillation unter vermindertem Druck aus dem Reaktionsgemisch entfernt. Die zurückbleibende plastische Masse wird durch Extraktion mit Methanol von dem noch in ihr verbliebenen Isocyanat und Pyridin befreit und hinterbleibt als krümelige, bräunliche plastische Masse. Setzt man einen auf eine Glasplatte aufgestrichenen Film des so erhaltenen Celluloseäther-carbaminsäureesters einer Behandlung mit 80° heissem Wasser aus, so bleibt er noch nach 1/2 Stunde völlig durchsichtig klar, während ein unter den gleichen Bedingungen mit Wasser behandelter Film aus erschöpfend benzylierter Cellulose eine stark weisse Trübung zeigt und infolgedessen völlig undurchsichtig ist.

Beispiel 2. Verwendet man anstelle von Phenylisocyanat in Beispiel 1 das 3-Carbäthoxy-phenylisocyanat, so erhält man eine plastische Masse von ähnlichen Eigenschaften. Ein daraus hergestellter Film ist ebenfalls wesentlich widerstandsfähiger gegenüber der Einwirkung wässriger Medien als ein Film aus erschöpfend benzylierter Cellulose.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung wasserfester Cellulose-derivate, dadurch gekennzeichnet, dass man teilweise benzylierte Cellulose in Benzylcellulose-carbaminsäureester überführt.