

223050

223050 28



- 1 -

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña

a la solicitud de

Una PATENTE DE INVENCION por VEINTE AÑOS en ESPAÑA,

a favor de

GEVAERT PHOTO-PRODUCTEN N.V., sociedad de nacionalidad

belga, residente en MORTSEL (Antwerpen) Bélgica,

por

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR SOLUCIONES FILMOGENAS DE
ESTERES CELULOSICOS Y PELICULAS OBTENIDAS A PARTIR DE
ESTAS SOLUCIONES.

Con prioridad de la solicitud de Patente belga nº.35.277,
del 19 de julio de 1954

223050

- 2 -



La presente invención tiene por objeto la preparación de soluciones filmógenas de derivados celulósicos en una mezcla de soluciones orgánicas que contienen tetracloruro de carbono.

5 Es sabido que se puede utilizar una mezcla de alcoholes alifáticos que contiene de 2 a 5 átomos de carbono no sustituidos, y cloruro etilénico o cloruros alcohilénicos superiores, como disolvente para el acetato de celulosa. A partir de esta solución se pueden fundir películas de una
10 elasticidad mejorada.

Es sabido igualmente que la adición de ciclohexano a las soluciones usuales de triacetato de celulosa, permite obtener una película ininflamable que posee aproximadamente las mismas propiedades mecánicas que la película de nitrato
15 de celulosa inflamable.

Los inventores del procedimiento a que se refiere esta Memoria, han descubierto ahora que la adición de tetracloruro de carbono a las soluciones de ésteres celulósicos proporciona a las películas obtenidas a partir de estas soluciones propiedades considerablemente mejoradas de manera que las películas resultan especialmente apropiadas para soporte de películas
20 fotografíca.

La cantidad de tetracloruro de carbono que puede ser añadida con éxito a la solución filmógena, comprende del 5
25 al 20% del volumen total de disolvente utilizado.

Esta adición puede hacerse directamente a los disolventes usuales en ausencia del compuesto del éster celulósico. El tetracloruro de carbono puede ser añadido también durante la disolución del éster celulósico. Sin embargo, el tetracloruro de carbono se añade preferentemente a la solución
30 filmógena ya preparada y ello a una temperatura determinada,

223050

- 3 -



ora enfriando, ora calentando, de manera que momentáneamente se obtiene una congelación de la solución.

35 La presencia de tetracloruro de carbono produce una solidificación rápida después de extendida la solución fil-
mógena y permite una fabricación más rápida de la película. Una temperatura bien regulada y la eliminación vigilada de
40 los disolventes volátiles durante la colada, tienen una influencia muy importante sobre la estructura de la película
y por consiguiente sobre sus propiedades mecánicas. Así los enfriamientos repetidos de la solución hasta el punto de
congelación, seguidos de un recalentamiento, pueden ejercer una influencia favorable sobre la formación de gérmenes de
45 cristales y sobre la relación entre la estructura cristalina y amorfa en la película que allí se funde.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención, sin limitarla no obstante:

Ejemplo 1.

50 En 550 partes de volumen de una mezcla de cloruro metilénico y de etanol (85/15) se disuelven 100 partes de peso de triacetato de celulosa que contienen 43,6 % de grupos acetilos. Esta solución es subdividida en varias partes, a las
cuales han sido añadidas diversas cantidades de CCl_4 .
55 Para que la relación entre la sustancia sólida y el líquido permanezca constante, todos los ensayos son llevados al mismo volumen con el disolvente original. Las soluciones obtenidas de las películas son coladas en condiciones idénticas sobre una placa de fundir. El tiempo necesario para desprender de dicha placa la película así formada varía en amplios
60 límites. Este tiempo es inversamente proporcional a la cantidad de CCl_4 presente en el disolvente.



Soluciones de ester celulósico	Vol. de la mezcla. cl. metilénico 85% etanol 15%	+ volumen CCl_4	formación de película al cabo de
--------------------------------	--	--------------------------	----------------------------------

65	I	95	5	17'
	II	90	10	15'
	III	85	15	14'
	IV	80	20	10'
	V	75	25	4'
	VI	100	-	20'

70 Todas las películas tienen el mismo espesor después del secado final.

Ejemplo 2.

75 Una parte de peso de triacetato de celulosa que contiene 43,5% de aceto es disuelta en 6,5 partes de volumen de una mezcla cloruro metilénico/etanol (85/15). Como plastificante se añade 15 % de trifenilfosfato sobre la materia seca. Después de la disolución completa, se añade además a esta solución 15 partes de volumen de CCl_4 por cien partes de volumen de disolvente. Sobre una banda sin fin se cuele una película a partir de esta solución. A título de comparación, una solución idéntica, pero que no contiene CCl_4 , es colada con un mismo espesor. Después del secado a fondo de las dos películas, primeramente en el horno y después al aire se vigila su comportamiento en el baño de agua.

85 La absorción de agua se mide después de 24 horas de inmersión en el baño. La medida de la estabilidad se efectúa de la siguiente manera sobre bandas de película de una longitud de 1 m y de un espesor de 35 mm.

- 90
- 1) durante 48 horas en el desecador
 - 2) lavadas durante dos horas en agua corriente
 - 3) después de tres horas, expuestas durante 3 horas a la



atmósfera ordinaria y colocadas durante 48 horas en el desecador (CaCl_2).

90 La longitud de la película se mide después de los diversos tratamientos. La estabilidad (resistencia a la deformación) de la película está expresada por la diferencia de longitud.

Película de triacetato de celulosa	Con CCl_4	Sin CCl_4
95 absorción de agua después de 24 h	3,2%	6,2%
resistencia a la deformación (diferencia después de 1 ^º y 2 ^º)	+ 4,75 mm	+ 8,5 mm
Resistencia a la deformación (Diferencia después de 1 ^º y 3 ^º)	- 0,75 mm	- 0,5 mm

100 Estos resultados demuestran claramente la disminución de la sensibilidad al agua y la mayor estabilidad de la película que contiene CCl_4 en estado húmedo.

Ejemplo 3.

105 1 parte de peso de acetobutirato de celulosa, que contiene 0,3% de grupos butilos y 44,5% de grupos acetilos, se disuelve en 6 partes de volumen del disolvente de la siguiente composición:

78,6 % de cloruro metilénico.

13,9 % de etanol.

7,5 % de CCl_4 .

110 Como plastificante, 0,15 partes de peso (15% sobre el compuesto celulósico) de trifenilfosfato. A título de comparación, se disuelven cantidades iguales de acetobutirato de celulosa y de plastificante en un mismo volumen de disolvente, como se indica más arriba, compuesto de 85% de cloruro metilénico y de 15% de etanol. En condiciones idénticas, 115 las dos soluciones son coladas en una película sobre una ban-

223050

- 6 -



da sin fin. Después de un secado suficiente, la película es sometida a los mismos tratamientos y medida como en el ejemplo 2. Ello da el siguiente resultado:

120	Acetobutirato de celulosa	con CCl_4	Sin CCl_4
	absorción de agua después de 24 h	2,7 %	3,7%
	resistencia a la deformación (diferencia después de 1 ^o y 2 ^o)	+ 4,5 mm	+ 5,5 mm
	resistencia a la deformación (diferencia después de 1 ^o y 3 ^o)	- 0,5 mm	- 0,5 mm

N O T A

125 En resumen: La Patente de Invención cuyo registro se solicita, recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

1^o.- Procedimiento para preparar soluciones filmógenas de esteres celulósicos y películas obtenidas a partir de estas soluciones, caracterizado porque en ellas, del 90 al 95% de los agrupamientos hidróxilos de la celulosa están esterificados por uno o varios ácidos grasos inferiores, y porque estas soluciones contienen tetracloruro de carbono en cantidades de volumen del 5 al 20% de la cantidad de disolvente utilizado.

130

2^o.- Procedimiento, según la reivindicación 1^o, caracterizado porque el éster celulósico contiene del 42 al 44,5% de grupos acetilos.

135

3^o.- Procedimiento, según la reivindicación 1^o, caracterizado porque el éster celulósico contiene del 34 al 44% de grupos acetilos y del 0,2 al 10% de grupos propionilos y butirilos.

140

4^o.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque por lo menos una vez la solución filmógena ha sufrido momentáneamente una congelación por regulación

223050

- 7 -



145

de la temperatura y/o por la adición de ingredientes.

150

5^a.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque para la fundición de películas de éster celulósico a partir de las referidas soluciones, se extienden éstas sobre una superficie de fundición a una temperatura inferior a la temperatura de congelación de estas soluciones filmógenas.

155

6^a.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1^a, 2^a, 3^a y 4^a, caracterizado porque comprende un soporte de película fotográfica de ésteres celulósicos de ácidos grasos inferiores fundidos a partir de soluciones filmógenas.

160

7^a.- Procedimiento, según la reivindicación 5^a, caracterizado porque comprende un soporte de película fotográfica de ésteres celulósicos.

8^a.- Se reivindica, por último, como objeto sobre el que ha de recaer el Patente de Invención que se solicita, PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR SOLUCIONES FILMOGENAS DE ESTERES CELULOSICOS Y PELICULAS OBTENIDAS A PARTIR DE ESTAS SOLUCIONES.

165

Todo conforme queda descrito en la presente Memoria que consta de siete páginas escritas a máquina por una sola cara y dibujos que se acompañan.

Madrid 19 de Julio de 1955

ALFONSO UNGRIA