



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 106 367** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁶ **C 08 L 1/12**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 96119899/04, 03.10.1996

(46) Дата публикации: 10.03.1998

(56) Ссылки: SU, авторское свидетельство 539047, кл. C 08 L 1/10, 1977. SU, авторское свидетельство 771121, кл. C 08 L 1/12, 1980. US, патент 4137201, кл. C 08 L 1/12, 1979.

(71) Заявитель:

Тюменский государственный нефтегазовый университет

(72) Изобретатель: Полищук Б.О.,
Полищук Л.Б., Мезина И.Б.

(73) Патентообладатель:

Тюменский государственный нефтегазовый университет

(54) **КОМПОЗИЦИЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ТРИАЦЕТАТЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ ПЛЕНОК С ПОВЫШЕННОЙ СВЕТО- И ТЕРМОСТАБИЛЬНОСТЬЮ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к химической промышленности, в частности к технологии органических соединений. Оно может быть применено в производстве искусственных волокнистых и пленочных материалов из сложных и сложносмешанных эфиров целлюлозы. Изобретение позволяет эффективно защитить пленки из триацетата

целлюлозы (ТАЦ) от свето- и термоокислительного разрушения за счет того, что предложенный состав включает 8 - 10 мас.% ТАЦ, 0,01 - 0,02 мас.% 1-[1'-метилбензимидазолил 2'] -3-метил-5 [1" (п-сульфамидофенил) 4"-сульфамидофенил] формаза и до 100 мас.% смесь метилхлорида с этанолом в объемном соотношении 9 : 1. 1 табл.



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 106 367** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁶ **C 08 L 1/12**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 96119899/04, 03.10.1996

(46) Date of publication: 10.03.1998

(71) Applicant:
Tjumenskij gosudarstvennyj neftegazovyj
universitet

(72) Inventor: Polishchuk B.O.,
Polishchuk L.B., Mezina I.B.

(73) Proprietor:
Tjumenskij gosudarstvennyj neftegazovyj
universitet

(54) COMPOSITION FOR PRODUCTION OF TRIACETATE CELLULOSE FILMS HAVING IMPROVED LIGHT- AND HEAT STABILITY

(57) Abstract:

FIELD: chemical industry, particularly,
technology of organic compounds.

SUBSTANCE: composition comprises, mas. %:
triacetyl cellulose, 8-10;
1-[1'-methylbenzimidazolyl-2']
-3-methyl-5-[1''-p-sulfamidophenyl]-4''

-sulfamidophenyl] formazane, 0.01-0.02;
mixture of methylene chloride with ethanol
at their volume ratio 9:1, respectively, the
balance. Proposed composition may be used
for production of artificial fibrous and
film materials of cellulose esters and
combined cellulose esters. EFFECT: increased
light- and thermooxidation destruction. 1 tbl

Изобретение относится к химической промышленности, в частности к технологии органических соединений. Оно может быть применено в производстве искусственных волокнистых и пленочных материалов из сложных и сложносмешанных эфиров целлюлозы. Изделия, полученные из таких полимерных систем, обладают высокой устойчивостью к жесткому ультрафиолетовому излучению и термостабильностью.

В процессе формирования пленок и волокон из растворов сложных и сложносмешанных эфиров целлюлозы и карбоновых кислот применяются низкомолекулярные или высокомолекулярные модифицирующие добавки, которые благоприятно влияют на долговечность полимерных материалов и в значительной степени расширяют сферу их практического использования.

Известен раствор для формирования пленок, состоящий из триацетата целлюлозы, спирторастворимой фракции пчелиного клея-прополиса и растворителя (авт. св. СССР N 539047, кл. C 08 L 1/10, 1977). Полученные из него пленки обладают недостаточно высокими свето- и термостойкостью.

Наиболее близкими по технической сущности к заявленному изобретению является раствор для формирования пленок, содержащий триацетат целлюлозы, растворитель и в качестве низкомолекулярной модифицирующей добавки производные формазана (авт. св. СССР N 771121, кл. C 08 L 1/12, 1980).

Состав раствора прототипа следующий, мас. %:

Триацетат целлюлозы - 8-10
1-(2'-хиноксалил)-3,5-дифенилформазан - 0,006-0,03

Растворитель - Остальное

Полученные из, него пленки обладают недостаточно высокими свето- и термостойкостью.

Цель изобретения - повышение свето- и термостойкости пленок из триацетата целлюлозы.

Поставленная цель достигается тем, что полимерный состав для формирования пленок, состоящий из триацетата целлюлозы, производного формазана и органического растворителя, содержит в качестве производного 1-[1'-метилбензимидазолил-2']-3-метил-5-[1''-(п-сульфамидофенил)-4''-сульфамидофенил]формазан при следующем соотношении компонентов, мас. %:

Триацетат целлюлозы - 8-10
Модифицирующая добавка - 0,01-0,02
Растворитель - Остальное

Предложенное модифицирующее соединение - 1-[1'-метилбензимидазолил-2']-3-метил-5-[1''-(п-сульфамидофенил)-4''-сульфамидофенил] формазан - синтезировано по методике и основные характеристики его приведены в следующем литературном источнике: Седов Ю. А., Постовский И. Я. Формазаны, содержащие сульфамидные группы: Химико-фармацевтический журнал.- 1968, N 7, с. 16-18 (соединение IV).

Считаем необходимым также отметить, что используемое авторами вышеуказанное соединение отличается от прототипа -

1-(2'-хиноксалил)-3,5- дифенилформазана большей доступностью; синтез его осуществляется в водно- спиртовой среде и протекает с количественным выходом.

Предлагаемое изобретение иллюстрируется следующими примерами и таблицей.

Примеры 1-4. Для получения пленок используют состав, содержащий следующие компоненты, мас. %:

Триацетат целлюлозы - 8-10
1-[1'-метилбензимидазолил-2']
-3-метил-5-[1''-(п-сульфамидофенил)-
4''-сульфамидофенил]формазан - 0,01-0,02
Растворитель - Остальное

Триацетат целлюлозы с ацетильным числом 61,8% растворяют в органическом растворителе - смеси метилхлорида с этанолом (объемное содержание 9:1), содержащем 1-[1'-метилбензимидазолил-2']-3-метил-5-

[1''-(п-сульфамидофенил)-4''-сульфамидофенил]формазан. Предварительное растворение модифицирующей добавки в приведенной бинарной смеси обеспечивает более равномерное распределение ее в получающейся полимерной композиции. После тщательного перемешивания в течение 30-40 мин и полной визуальной гомогенизации раствор полимера отфильтровывают от нерастворившихся частиц на полиэтиленовом фильтре, а затем обезвоздушивают при 20°C.

Подготовленный таким образом полимерный состав наносят через плоскую целевую фильеру на стеклянную поверхность, где происходит медленное испарение растворителя. Скорость перемещения фильеры поддерживается постоянной. Толщина пленок в среднем составляет 40-50 мкм.

Образцы ТАЦ пленок подвергают ультрафиолетовому облучению ртутно-кварцевой лампой ПРК-2 полного спектра излучения. Искусственную инсоляцию проводят при комнатной температуре на воздухе. Испытуемые пленки укрепляют на расстоянии 30 см от источника света. По окончании облучения образцы выдерживают в темноте в течение 120-150 ч. для исключения влияния на результаты дальнейших исследований эффекта последействия.

После облучения ТАЦ пленок измеряют снижение характеристической вязкости полимеров.

Термостабильность модифицированных ТАЦ пленок оценивают по кинетике изменения их массы в зависимости от содержания модифицирующей добавки и температуры нагревания в изотермических условиях.

Свойства пленок после ультрафиолетового облучения ртутно-кварцевой лампой ПРК-2 и термоокислительной обработки представлены в таблице.

Примеры 5-8 (сравнительные). Получают растворы триацетата целлюлозы и пленки из них аналогично примерам 1-4, используя в качестве модифицирующей добавки 1-(2'-хиноксалил)-3,5-дифенил-формазан. Содержание компонентов в растворах и свойства сформованных пленок после ультрафиолетового облучения ртутно-кварцевой лампой ПРК-2 и

термоокислительной обработки представлены в таблице.

Примеры 9-10 (контрольные). Получают растворы триацетата целлюлозы без модифицирующей добавки. Свойства сформованных пленок после ультрафиолетового облучения ртутно-кварцевой лампой ПРК-2 и термоокислительной обработки представлены в таблице.

Из таблицы следует, что в результате введения в полимерные составы на основе триацетата целлюлозы

1-[1'-метилбензимидазолил-2']-3-метил-5-[1''-(п-сульфамидофенил)-4''-сульфамидо-фенил] формаза существенно возрастает сопротивляемость сформованных из них пленок фото- и термоокислительному разложению.

Использование заявляемого изобретения позволит выпускать ТАЦ пленки с улучшенными потребительскими и эксплуатационными характеристиками.

Технология получения пленок из предложенных составов не меняется по сравнению с используемой для известного раствора.

Формула изобретения:

- 5 Композиция для получения триацетатцеллюлозных пленок с повышенной свето- и термостабильностью, состоящая из триацетата целлюлозы, производного формаза и органического растворителя, отличающаяся тем, что в качестве
- 10 производного формаза композиция содержит 1-[1'-метилбензимидазолил-2']-5-[1''-(п-сульфамидофенил)-4''-сульфамидофенил] формазан при следующем соотношении
- 15 компонентов, мас. %:
- Триацетат целлюлозы - 8 - 10
1-[1'-Метилбензимидазолил-2']
-3-метил-5-[1''-(п-сульфамидофенил)-4''-сульфамидофенил]формазан - 0,01 - 0,02
- 20 Органический растворитель - Остальное

25

30

35

40

45

50

55

60

Таблица

Показатели фото- и термоокислительной устойчивости триацетатцеллюлозных пленок, сформованных из различных композиций

При- мер	Содер- жание ТАЦ в компо- зиции, мас. %	Модифицирующая добавка		Характеристическая вязкость пленок (% от исходной) после УФ-облучения на воздухе в течение τ , ч		Потеря массы пленок (% от исходной) после термооб- работки в воздушной среде при t (°C) в течение τ , ч		
		наименование	содер- жание в компо- зиции, мас. %			210		220
						6	18	6
Предложенная композиция								
1	8	1-[1'-метилбен-	0,01	91,92	58,48	2,29	2,73	2,65
2	8	зимидазолил-	0,02	61,39	48,74	1,56	2,69	3,88
3	10	2')-3-метил-5-	0,01	89,62	57,02	2,36	2,81	3,76
4	10	-[1''-(п-сульф- амидофенил)- -4''-сульфами- дофенил]- формазан	0,02	62,92	49,96	1,61	2,70	4,00
Известная композиция								
5	8	1-(2'-хинокса-	0,01	31,85	2,02	6,50	7,03	6,88
6	8	лил)-3,5-дифе-	0,02	32,84	5,70	6,10	7,11	6,81
7	10	нилформазан	0,01	31,82	1,96	6,55	7,04	7,03
8	10		0,02	32,81	5,18	6,15	7,10	6,86
Контрольная композиция								
9	8	-	-	30,44	0,61	6,05	7,70	6,59
10	10	-	-	30,44	0,61	6,05	7,70	6,59