

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 12460

(54) Procédé de préparation d'un film d'ester de cellulose, composition filmogène utile pour la mise en œuvre du procédé et film en ester de cellulose préparé par ce procédé.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). C 08 K 5/52; B 29 D 7/02; C 08 L 1/10.

(22) Date de dépôt..... 25 juin 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *EUA, 26 juin 1980, n° 163 249.*

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 53 du 31-12-1981.

(71) Déposant : Société dite : EASTMAN KODAK COMPANY, résidant aux EUA.

(72) Invention de : Harry J. Krall.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Yves Parent, département des brevets et licences Kodak-Pathé,
30, rue des Vignerons, 94300 Vincennes.

La présente invention est relative à la préparation des films d'ester de cellulose, et en particulier à un procédé et à une composition utiles pour préparer des films d'ester de cellulose par coulée. La présente invention est plus particulièrement relative à l'introduction
5 d'un adjuvant de pelliculage dans une composition filmogène d'ester de cellulose afin de faciliter le pelliculage du film d'ester de cellulose de la surface de coulée sur laquelle il a été formé.

Il existe un procédé, bien connu et largement utilisé, pour la préparation de films d'ester de cellulose, qui utilise une solution
10 formée par dissolution d'un ester de cellulose dans un solvant ou un mélange de solvants, solution qui est ensuite coulée sur une surface unie, telle qu'une courroie en acier inoxydable ou une roue de coulée dont la surface est revêtue d'une couche de nickel ou d'une couche de chrome, une partie du solvant étant ensuite évaporée de la solution de
15 manière à former un produit dont la résistance est suffisante pour qu'il conserve sa forme, et enfin le film ainsi formé est pelliculé de la surface sur laquelle il a été formé. Dans ce procédé, la vitesse à laquelle on peut conduire avec succès l'opération de coulée dépend de la vitesse avec laquelle on peut pelliculer le film de cette surface,
20 vitesse qui dépend à son tour de la vitesse avec laquelle le film atteint une résistance suffisante pour être pelliculé. Si le film est pelliculé prématurément, il se pose un problème de séparation, c'est-à-dire que le film obtenu tend à se déchirer dans son épaisseur, laissant une partie de la composition filmogène adhérente sur la surface de
25 coulée.

Il est bien connu d'incorporer un adjuvant de pelliculage dans la composition d'ester de cellulose dans le but de réduire la durée nécessaire pour que le film puisse être pelliculé de sa surface de coulée sans qu'il se pose de problème de séparation. Les adjuvants de
30 pelliculage ont pour fonction de diminuer l'effort nécessaire pour pelliculer le film de la surface de pelliculage, et/ou de permettre l'obtention rapide d'un film ayant une résistance suffisante pour qu'il puisse être pelliculé plus rapidement que si l'on utilisait une solution de coulée sans adjuvant de pelliculage. On connaît des composés très
35 variés, utiles comme adjuvants de pelliculage dans les compositions d'ester de cellulose, y compris, par exemple, les esters de dialkyle de l'acide sulfosuccinique, tels que décrits au brevet des Etats-Unis d'Amérique 2 275 716, les acides gras, tels que décrits au brevet des Etats-Unis d'Amérique 3 528 833 et les sels métalliques tels que décrits

au brevet des Etats-Unis d'Amérique 3 793 043. Cependant, les composés proposés dans la technique antérieure comme adjuvants de pelliculage ne permettent pas d'améliorer suffisamment les caractéristiques de pelliculage des films d'ester de cellulose, et/ou produisent des résultats défavorables qui limitent l'utilité du produit obtenu. Par exemple, les esters de dialkyle de l'acide sulfosuccinique peuvent accélérer la dégradation des esters de cellulose, les acides gras peuvent interférer avec l'application et l'adhésion ultérieure de certaines couches, et les sels métalliques peuvent introduire une coloration indésirable dans le film qui peut interférer avec les propriétés photographiques.

La présente invention se propose de fournir des compositions d'ester de cellulose, filmogènes, contenant de nouveaux adjuvants de pelliculage qui présentent une combinaison grandement souhaitable de caractéristiques qui permettent de remédier aux inconvénients précités de la technique antérieure.

Suivant la présente invention, on prépare des films d'ester de cellulose par coulée en incorporant, dans la composition filmogène d'ester de cellulose, un ester phosphorique polyéthoxylé, à une concentration suffisante pour favoriser le pelliculage du film de la surface sur laquelle il a été coulé. On a constaté que les esters phosphoriques polyéthoxylés sont compatibles avec les esters cellulosiques, comme cela est démontré par la transparence des films obtenus à partir des compositions de coulée contenant ces adjuvants, qu'ils ne montrent aucun résultat défavorable sur les caractéristiques du film lorsqu'on les utilise à de faibles concentrations et qu'ils permettent de réduire fortement la durée nécessaire qui s'écoule entre le temps de coulage et le temps de pelliculage.

La présente invention est particulièrement utile pour préparer des supports de film photographique en ester de cellulose. Ainsi, par exemple, des films préparés en utilisant les adjuvants de pelliculage, tels que décrits ci-dessus, présentent un degré de transparence élevé qui est utile pour leur application photographique et, en outre, ces adjuvants de pelliculage ne présentent aucun résultat défavorable sur les caractéristiques photographiques. Cependant, la présente invention est utile dans n'importe quel procédé où l'on pellicule des compositions d'ester de cellulose, d'une surface de coulée, sous la forme de films ou de feuilles, quelle que soit l'utilisation ultérieure du produit. On désigne par "film" n'importe quel produit ayant une épaisseur désirée, y compris ceux qui ont une épaisseur très mince et que

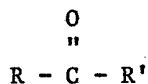
l'on appelle habituellement par la dénomination de "pellicules", ainsi que les produits ayant une épaisseur relativement plus importante et qui sont habituellement désignés sous le nom de "feuilles".

Les solutions d'ester de cellulose, utiles dans l'opération de coulée, pour préparer des films d'ester de cellulose sont bien connues de la technique. Des esters de cellulose utiles comprennent les esters des acides gras inférieurs de la cellulose, tels que l'acétate de cellulose, le propionate de cellulose, le butyrate de cellulose et les esters des acides gras inférieurs, mixtes, de la cellulose, tels que l'acéto-propionate de cellulose, l'acéto-butyrate de cellulose et le propiono-butyrate de cellulose. On dissout cet ester de cellulose dans un solvant ou un mélange de solvants, avantageusement à une concentration comprise entre environ 0,15 partie et 0,25 partie en masse d'ester de cellulose par partie de solvant. Des solvants utiles comprennent des alcools, des cétones, des esters, des éthers, des glycols, des hydrocarbures et des hydrocarbures halogénés.

Des alcools particulièrement utiles pour préparer les compositions d'ester cellulosique suivant l'invention comprennent les alcools aliphatiques inférieurs de 1 à 6 atomes de carbone, tels que le méthanol, l'éthanol, l'alcool n-propylique, l'alcool isopropylique, l'alcool n-butylique, l'alcool isobutylique, l'alcool n-pentylique, l'alcool n-hexylique, etc.

D'autres solvants particulièrement utiles pour préparer les compositions d'ester de cellulose suivant l'invention sont les esters qui correspondent à la formule RCOOR' , où R et R' sont des groupes alkyle de 1 à 4 atomes de carbone, tels que l'acétate de méthyle, l'acétate d'éthyle, l'acétate de n-propyle, l'acétate d'isobutyle, le propionate d'éthyle, l'isobutyrate d'éthyle, etc.

D'autres solvants utiles pour préparer les compositions d'ester de cellulose suivant l'invention sont les cétones qui correspondent à la formule suivante :



où R et R' représentent chacun un groupe alkyle de 1 à 4 atomes de carbone. Des cétones utiles sont l'acétone, la méthyléthylcétone, la méthyl-n-propylcétone, la diéthylcétone, etc.

D'autres solvants particulièrement utiles comprennent des hydrocarbures, tels que le cyclohexane et des hydrocarbures halogénés, tels

que le chlorure de méthylène et le chlorure de propylène.

On peut utiliser un ou plusieurs constituants d'une même classe de solvants, par exemple deux alcools différents ou deux cétones différentes ou bien le milieu solvant peut comprendre un mélange de composés appartenant à des classes différentes, par exemple un mélange comprenant un alcool, une cétone et un hydrocarbure halogéné. Un système de solvants particulièrement avantageux comprend un mélange constitué de méthanol, d'acétone et de chlorure de méthylène.

Outre l'ester de cellulose et le ou les solvants, tels que définis ci-dessus, la solution de coulée utilisée pour préparer le film d'ester de cellulose contient habituellement un plastifiant. Des plastifiants utiles comprennent le phtalate diméthylque, le phtalate diéthylque, le phosphate triéthylque, le phosphate triphénylique, le citrate triéthylque, le sébacate dibutylique, le phtalate de méthoxyméthyle, le phtalate de di-(2-méthoxyéthyle), etc.

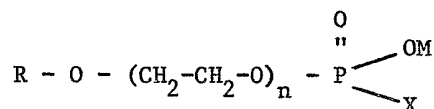
Pour préparer un film d'ester de cellulose, on coule la solution, telle que définie ci-dessus, sous la forme d'une couche mince et uniforme sur une surface très polie. La surface de coulée peut être une courroie sans fin, par exemple une courroie en acier inoxydable. Il est particulièrement avantageux d'utiliser une surface de coulée qui se présente sous la forme d'une roue, habituellement une roue présentant un très grand diamètre et dont la surface revêtue d'une couche de nickel ou de chrome présente un poli très élevé. Cette roue est mise en mouvement à une vitesse très lente de manière qu'une quantité suffisante de solvant s'évapore de la solution de coulée pendant la majeure partie d'une seule révolution de la roue et que le film puisse être pelliculé avec succès. Après pelliculage, on sèche le film pour éliminer tout solvant résiduel. Des conditions opératoires typiques consistent à utiliser une durée de coulée pouvant atteindre environ 4 mm, la température de la roue étant comprise entre environ 20°C et 35°C, puis à sécher le film pendant environ 15 mm à 60 mm, à une température comprise entre environ 80°C et 160°C.

Il est de pratique courante de caractériser une solution de coulée comprenant un ester de cellulose par sa "durée de pelliculage" qui représente la durée, en secondes, nécessaire pour que la solution ainsi coulée prenne une résistance suffisante pour qu'on puisse la pelliculer de la surface de coulée sans problème de séparation.

Suivant la présente invention, on introduit un ester phosphorique polyéthoxylé, dans la composition d'ester de cellulose, à une concen-

tration suffisante pour assurer le pelliculage du film de la surface de coulée, c'est-à-dire à une concentration suffisante pour diminuer la "durée de pelliculage". On utilise habituellement cet ester phosphorique polyéthoxylé à une concentration comprise entre environ 0,0005
 5 partie et 0,02 partie en masse par partie d'ester de cellulose et avantageusement à une concentration comprise entre environ 0,001 et 0,01 partie en masse par partie d'ester de cellulose.

Les esters phosphoriques polyéthoxylés utiles suivant l'invention comprennent les composés qui correspondent à la formule suivante :



10 où R représente un radical hydrocarboné, tel qu'un radical alkyle, aryle, aralkyle ou alkaryle, avantageusement un radical alkyle de 1 à 12 atomes de carbone ou un radical alkaryle de 7 à 18 atomes de carbone,

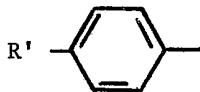
n est un nombre entier de 1 à 100, avantageusement de 1 à 20,

15 M représente un atome d'hydrogène, un radical ammonium, un métal alcalin ou un radical amino, et

X représente un groupe -OM ou un groupe $\text{RO} - (\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O})_n -$.

Lorsque X représente un groupe -OM, le composé est un monoester et lorsque X représente un groupe $\text{R} - \text{O} - (\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O})_n -$, le composé est
 20 un diester. Les monoesters, les diesters et les mélanges de monoesters et de diesters sont utiles comme adjuvants de pelliculage.

Des esters phosphoriques polyéthoxylés particulièrement avantageux suivant l'invention sont les composés qui correspondent à la formule précédente dans laquelle R est un groupement qui correspond
 25 à la formule suivante :



où R' représente un radical alkyle de 1 à 8 atomes de carbone.

Les esters phosphoriques polyéthoxylés sont des composés bien connus et disponibles dans le commerce, par exemple sous la forme des produits GAFAC de la Société GAF et sous la forme des produits EMPHOS
 30 de la Société Witco Chemical aux Etats-Unis d'Amérique.

Les esters phosphoriques polyéthoxylés se dissolvent facilement dans les solvants utilisés habituellement dans la préparation des solutions d'esters cellulosiques. Ils sont compatibles avec les esters cellulosiques, comme cela est démontré par l'aspect transparent des
5 films préparés à partir des solutions où ils ont été incorporés. Il est à remarquer que ces esters phosphoriques polyéthoxylés, en plus de leur fonction d'agent de pelliculage, jouent également le rôle d'agents retardateurs d'inflammation dans le film d'ester de cellulose.

Pour la préparation de films d'ester de cellulose par coulée,
10 il est bien connu d'utiliser des solvants facilitant la formation de gel. Ces composés, tels que le méthanol, l'alcool butylique, le cyclohexane, etc., accélèrent la vitesse avec laquelle la solution de coulée prend une résistance suffisante, et, par conséquent permettent l'utilisation de vitesses de coulée plus élevées. Cependant, ces solvants sont
15 très lents à s'évaporer et la présence de solvants facilitant la formation de gel, résiduels, dans le film d'ester de cellulose peut amener de sérieuses difficultés. Par exemple, la dissipation graduelle de ces solvants au cours du temps peut produire un rétrécissement excessif du film. En outre, la présence, dans le film, de ces solvants facilitant
20 la formation de gel peut rendre ce dernier plus inflammable et peut accroître la vitesse de combustion, ce qui nécessite l'utilisation d'adjuvants retardant l'inflammation, à des concentrations élevées. L'utilisation d'esters phosphoriques polyéthoxylés, comme adjuvants de pelliculage, suivant la présente invention, peut supprimer la nécessité
25 d'utiliser de tels solvants facilitant la formation de gel, ou tout au moins de réduire la concentration de ces derniers. D'autre part, la solution de coulée peut contenir l'ester cellulosique dissous à concentration élevée dans un solvant à pouvoir solvant élevé, ce qui permet de réduire le volume de solvant, qui doit être éliminé par évaporation,
30 à une quantité minimale.

Les exemples suivants illustrent l'invention.

EXEMPLE 1 - On prépare une composition filmogène en mélangeant 16,00 parties en masse d'acétate de cellulose, 2,40 parties en masse de phosphate triphénylique et 81,60 parties en masse d'un mélange de solvants
35 comprenant 86,8 parties en masse de chlorure de méthylène, 12,2 parties en masse de méthanol et 1,0 partie en masse d'acétone.

On prélève plusieurs échantillons de cette composition auxquels on ajoute un ester phosphorique polyéthoxylé, disponible dans le commerce, tel que le produit GAFAC RM-410, de la Société GAF aux Etats-Unis

d'Amérique, à des concentrations variées, telles que mentionnées au tableau I ci-après. On coule ensuite ces échantillons sur une surface de coulée présentant une couche de chrome poli, puis on pellicule les films, en opérant comme décrit ci-dessus. Le tableau I ci-après mentionne les durées de pelliculage en fonction de la concentration en ester phosphorique polyéthoxylé.

Essai	TABLEAU I	
	Concentration en GAFAC RM-410 (parties en masse)	Durée de pelliculage (s)
1	0	75
2	0,016	60
3	0,04	55
4	0,08	50
5	0,12	45

Les résultats du tableau I montrent que la durée de pelliculage de la composition qui ne contient pas d'adjuvant de pelliculage suivant l'invention est égale à 75 s et que cette durée de pelliculage peut être fortement réduite par l'addition d'ester phosphorique polyéthoxylé. En particulier, l'addition de 0,016 partie en masse d'ester phosphorique polyéthoxylé, soit une concentration de 0,001 partie en masse par partie d'acétate de cellulose, dans la composition de coulée permet de réduire la durée de pelliculage à 60 s et l'utilisation de 0,12 partie d'ester phosphorique polyéthoxylé, soit une concentration de 0,0075 partie en masse par partie d'acétate de cellulose, permet de réduire la durée de pelliculage à 45 s.

EXEMPLE 2 -On prépare plusieurs compositions filmogènes, désignées ci-après compositions A à J, en mélangeant 15,81 parties en masse d'acétate de cellulose, 2,82 parties en masse de phosphate triphénylique et 81,37 parties en masse d'un mélange de solvants, tels que définis au tableau II ci-après. La composition A est une composition témoin qui ne contient pas d'ester phosphorique polyéthoxylé, tandis que les compositions B à J, suivant l'invention, contiennent 0,01 partie en masse d'ester phosphorique polyéthoxylé, tel que le produit GAFAC RM-410 précité. On opère comme décrit à l'exemple 1, et on mesure la durée de pelliculage pour chacun des films préparés à partir de ces compositions. Les résultats obtenus sont rassemblés au tableau II ci-après.

TABLEAU II

Composition	Mélange solvant					Durée de pelliculage (s)
	Chlorure de méthylène	Acétone	Méthanol	Cyclohexane	Alcool butylique	
A	86,8	0,7	6,8	5,7	0	70
B	86,8	0,7	6,8	5,7	0	60
C	86,8	0	13,2	0	0	50
D	93,2	0	6,8	0	0	60
E	86,8	1,0	12,2	0	0	45
F	86,8	2,0	11,2	0	0	60
G	86,8	4,0	9,2	0	0	50
H	86,8	1,4	11,7	0	0,5	55
I	86,8	1,0	11,2	0	1,0	50
J	86,8	1,0	10,2	0	2,0	55

Les résultats du tableau II montrent que la durée de pelliculage pour la composition A qui ne contient pas d'ester phosphorique polyéthoxylé est égale à 70 s, tandis que la durée de pelliculage pour la composition B qui contient le même mélange de solvants, que celui de la composition A, mais qui contient, en outre, de l'ester phosphorique polyéthoxylé, est égale à 60 s. Les compositions C à J qui ne diffèrent de la composition B que par la nature et les proportions des divers solvants utilisés, présentent des durée de pelliculage qui s'étagent entre 45 s et 60 s, ce qui prouve que la composition du mélange de solvants joue aussi un rôle significatif dans la valeur de la durée de pelliculage obtenue.

EXEMPLE 3 - On prépare une composition filmogène témoin, désignée ci-après composition A, en mélangeant 124,8 parties en masse d'acétate de cellulose, 3,84 parties en masse de phosphate triphénylique, 15,36 parties en masse de phtalate di-(2-méthoxyéthylque) et 656,0 parties en masse d'un mélange de solvants comprenant 90,0 parties en masse de chlorure de méthylène, 6,0 parties en masse de méthanol, 1,0 partie en masse d'acétone et 3,0 parties en masse d'alcool butylique. A partir de cette composition A témoin, on prépare des compositions B à I, en ajoutant, à différents échantillons de la composition A, un des esters phosphoriques polyéthoxylés du commerce portant l'une des dénominations commerciales GAFAC RM-410, GAFAC RM-510, EMPHOS CS-141 et EMPHOS CS-136 aux concentrations en parties en masse mentionnées au tableau III ci-après. On opère comme décrit à l'exemple 1, et on mesure les durées de pelliculage obtenues avec ces compositions qui sont rassemblées au tableau III ci-après.

TABLEAU III

Composition	GAFAC RM-410	GAFAC RM-510	EMPHOS CS-141	EMPHOS CS-136	Durée de pelliculage (s)
A	0	0	0	0	80
B	0,25	0	0	0	75
C	0,62	0	0	0	45
D	0	0,25	0	0	75
E	0	0,62	0	0	50
F	0	0	0,25	0	50
G	0	0	0,62	0	45
H	0	0	0	0,25	65
I	0	0	0	0,62	50

Les résultats du tableau III montrent que la durée de pelliculage pour la composition A, qui ne contient pas d'ester phosphorique polyéthoxylé, qui est égale à 80 s, peut être réduite à une valeur aussi faible que 45 s, en utilisant une faible concentration d'un ester phosphorique polyéthoxylé comme agent de pelliculage. Cette valeur de durée de pelliculage de 45 s est obtenue avec les compositions C et G qui contiennent l'ester phosphorique polyéthoxylé à une concentration de 0,62 partie en masse pour 124,8 parties d'acétate de cellulose, soit une concentration de 0,005 partie en masse d'ester phosphorique polyéthoxylé par partie d'acétate de cellulose.

EXEMPLE 4 - On prépare la composition filmogène témoin, désignée ci-après composition A, en mélangeant 15,60 parties en masse d'acétate de cellulose, 1,75 parties en masse de phosphate triphénylique, 0,65 partie en masse de phtalate di-2-méthoxyéthylque et 82,0 parties en masse du mélange de solvants comprenant 90 parties en masse de chlorure de méthylène, 6,0 parties en masse de méthanol, 1,0 partie en masse d'acétone et 3,0 parties en masse d'alcool butylique. On prélève plusieurs échantillons de cette composition A témoin pour préparer les compositions B à L suivant l'invention, en ajoutant à ces échantillons un ester phosphorique polyéthoxylé, tel que défini au tableau IV ci-après, à une concentration de 0,005 partie en masse par partie d'acétate de cellulose. On opère comme décrit à l'exemple 1, et on détermine la durée de pelliculage pour les films préparés à partir de ces compositions. Les résultats obtenus sont rassemblés au tableau IV.

<u>TABLEAU IV</u>		
<u>Composition</u>	<u>Ester phosphorique polyéthoxylé</u>	<u>Durée de pelliculage (s)</u>
A	0	80
B	GAFAC RM-410	55
30 C	EMPHOS CS-141	55
D	EMPHOS CS-136	55
E	EMPHOS PS-400	55
F	EMPHOS PS-610	55
G	EMPHOS PS-630	55
35 H	EMPHOS PS-415	55
I	EMPHOS PS-410	55
J	EMPHOS PS-331	55
K	EMPHOS PS-236	55
L	EMPHOS PS-121	55

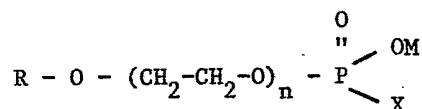
Les résultats du tableau IV montrent que les esters phosphoriques polyéthoxylés présentent tous la même efficacité dans les compositions B à L suivant l'invention dont la durée de pelliculage est réduite de 80 s (échantillon A témoin) à 55 s.

- 5 Les résultats obtenus aux exemples qui précèdent montrent que, par l'introduction d'une faible proportion d'ester phosphorique polyéthoxylé dans une composition de coulée à base d'ester cellulosique, il est possible de favoriser le pelliculage du film de la surface sur laquelle il a été coulé. Par rapport aux compositions témoins qui ne contiennent pas
- 10 d'ester phosphorique polyéthoxylé, on peut, suivant l'invention, obtenir une diminution de la durée minimale nécessaire à un pelliculage efficace pouvant atteindre 40% ou davantage grâce à l'utilisation de l'ester phosphorique polyéthoxylé utilisé à sa concentration optimale.

REVENDECATIONS

1 - Procédé pour la préparation d'un film d'ester cellulosique où l'on coule une composition filmogène comprenant un ester de cellulose en solution dans un solvant sur une surface polie, puis on évapore partiellement ce solvant et on pellicule cette composition de cette surface sous la forme d'un film, ce procédé étant caractérisé en ce qu'on incorpore dans cette composition un ester phosphorique polyéthoxylé à une concentration suffisante pour favoriser le pelliculage du film.

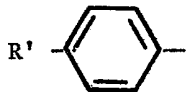
2 - Procédé conforme à la revendication 1, caractérisé en ce que l'ester phosphorique polyéthoxylé correspond à la formule suivante :



où R représente un radical hydrocarboné, n un nombre entier de 1 à 100, M représente un atome d'hydrogène, un radical ammonium, un métal alcalin ou un radical amino et X représente un groupe -OM ou un groupe $R-O-(CH_2CH_2-O)_n$.

3 - Procédé conforme à la revendication 2, caractérisé en ce que R représente un radical alkyle de 1 à 12 atomes de carbone.

4 - Procédé conforme à la revendication 2, caractérisé en ce que R représente un groupe correspondant à la formule :



où R' est un radical alkyle de 1 à 8 atomes de carbone.

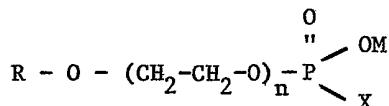
5 - Procédé conforme à l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on utilise l'ester phosphorique polyéthoxylé à une concentration comprise entre environ 0,001 et 0,01 partie en masse par partie d'ester cellulosique.

6 - Procédé conforme à l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la surface de coulée est une surface revêtue de chrome d'une roue de coulée.

7 - Procédé conforme à l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'ester cellulosique est choisi dans le groupe constitué par l'acétate de cellulose, le propionate de cellulose, le butyrate de cellulose, l'acétopropionate de cellulose, l'acéto-butyrate de cellulose et le propionobutyrate de cellulose.

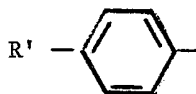
8 - Composition filmogène, utile, en particulier, pour la mise en oeuvre

- d'un procédé de préparation de film d'ester cellulosique conforme à l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce qu'elle comprend un ester cellulosique, un solvant ou un mélange de solvants et un ester phosphorique polyéthoxylé.
- 5 9 - Composition filmogène conforme à la revendication 8, caractérisée en ce qu'elle comprend, en outre, un plastifiant.
- 10 10 - Composition conforme à la revendication 9, caractérisée en ce que ce plastifiant est le phosphate triphénylique.
- 11 - Composition filmogène conforme à la revendication 9, caractérisée en ce que ce plastifiant est un mélange de phosphate triphénylique et de phtalate di-2-méthoxyéthylrique.
- 12 - Composition filmogène conforme à l'une quelconque des revendications 8 à 11, caractérisée en ce que le solvant est un mélange de méthanol, d'acétone et de chlorure de méthylène.
- 15 13 - Film préparé, en particulier, à partir d'une composition filmogène conforme à l'une quelconque des revendications 8 à 12, caractérisé en ce qu'il comprend un ester de cellulose et un ester phosphorique polyéthoxylé.
- 14 - Film conforme à la revendication 13, caractérisé en ce qu'il comprend, en outre, un plastifiant.
- 20 15 - Film conforme à la revendication 14, caractérisé en ce que le plastifiant est le phosphate triphénylique.
- 16 - Film conforme à la revendication 14, caractérisé en ce que le plastifiant est un mélange de phosphate triphénylique et de phtalate di-2-méthoxyéthylrique.
- 25 17 - Film conforme à l'une quelconque des revendications 13 et 16, caractérisé en ce que l'ester cellulosique est choisi dans le groupe constitué par l'acétate de cellulose, le propionate de cellulose, le butyrate de cellulose, l'acétopropionate de cellulose, l'acétobutyrate de cellulose et le propionobutyrate de cellulose.
- 30 18 - Film conforme à l'une quelconque des revendications 13 à 17, caractérisé en ce que l'ester phosphorique polyéthoxylé correspond à la formule suivante :



où R représente un radical hydrocarboné, n un nombre entier de 1 à 100, M représente un atome d'hydrogène, un radical ammonium, un métal alcalin ou un radical amino et X représente un groupe -OM ou un groupe $RO - (CH_2 - CH_2 - O)_n$.

- 19 - Film conforme à la revendication 18, caractérisé en ce que R représente un groupe correspondant à la formule :



où R' est un radical alkyle de 1 à 8 atomes de carbone.

- 20 - Film conforme à l'une quelconque des revendications 13 à 19, caractérisé en ce que l'ester phosphorique polyéthoxylé est présent à une concentration comprise entre 0,001 et 0,01 partie en masse par partie d'ester de cellulose.