

# Příprava umělého hedvábí regenerací celulózy z roztoku

---

## Historický úvod

Rozpuštění celulózy a její zpětné získání ve formě vláken technologií tzv. mokrého zvlákňování je postup starý více než 8 let. Mokrý zvlákňování spočívá v tom, že roztok polymeru (u celulózy vláken celulózy) je vytlačován z trysky do srážedla a polymer je opět získán jako vlákno. Tomuto vláknu se pak říká regenerovaná celulóza nebo viskóza. Má nižší MW než původní celulóza, ale je to vlákno kontinuální (někdy se říká „nekonečné“), na rozdíl od vstupní celulózy. Ta je tvořena vlákny krátkými (celulóza z dřevin) nebo střední délky (květové vlákno u bavlny).

Do takto vyráběných celulózových vláken patří i tzv. MĚDNATÉ HEDVÁBÍ.

Viskóza i měďnaté hedvábí se dosud průmyslově vyrábějí. Jejich význam ale klesá na úkor vláken plně syntetických (polyamid, polyester atd.).

## Úkol: Z celulózy připravte vlákna měďnatého hedvábí

### Bezpečnost:

Pracujte se zataženou digestoří. Nádobí po amoniaku vyplachujte v digestoří a vylévejte do výlevky. Roztoky s obsahem měďnatých kationtů vylévejte do určených nádob.

Čistou celulosu (vata, filtrační papír atd.) je možné rozpustit v roztoku komplexní sloučeniny hydroxidu tetraamminměďnatého  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$  podle rovnice  $n \text{Cu}^{2+} + (\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n + 2n \text{OH}^- \rightarrow [\text{CuC}_6\text{H}_{10}\text{O}_5]_n + 2n \text{H}_2\text{O}$

Rovnováha reakce je závislá na pH, proto se v kyselém prostředí posune opět doleva ve prospěch nerozpustné celulosy. Tento princip, na němž je založena i průmyslová výroba umělého hedvábí, objevil roku 1857 Eduard Schweizer.

## Chemikálie a pomůcky

### Chemikálie:

- Celulóza – různé vzorky
- Skalice modrá (25 g)
- Hydroxid sodný (8 g)

Zpracovali: Mgr. P. Hamáčková, Mgr. G. Vyskočilová, S. Filípková, RNDr. L. Pospíšil, CSc.

**Masarykova univerzita, Fakulta přírodovědecká, Ústav chemie**  
**Návod k laboratornímu cvičení ze syntézy polymerů 2**

- Amoniak
- 30% kyselina sírová (případně ocet)

**Aparatura:**

Kádinky, pinzeta, filtrační aparatura, injekční stříkačka a jehla (kapilára, plastová hadička)

**Pracovní postup:**

- Nejprve si připravte Schweizerovo činidlo.
- Rozpusťte 25 g (12 g) skalice modré v 500 ml (250 ml) teplé vody. V další kádince rozpusťte 8 g NaOH (4g) ve 100 ml vody (50 ml).
- Po rozpuštění přidejte roztok NaOH k roztoku skalice modré. Vynikne modrá sraženina hydroxidu měďnatého. Sraženinu promíchejte a nechte usadit. Kapalínu nad ní slijete. Sraženinu párkrát (2x -4x) promyjete vodou, čímž z ní odstraníte rozpustné soli. Sraženinu nakonec přefiltrujte na Büchnerově nálevce.

**Provedení**

- Ve 100 ml Schweizerova činidla rozpusťte asi 1 g celulosy. Rozpouštění je velmi pozvolné (ideálně alespoň 24 hodin, ale již po 15 minutách lze roztok celulosy použít).
- Do injekční stříkačky nasajte roztok celulosy ve Schweizerově činidle, nasadte na stříkačku jehlu a ponořte ji pod hladinu  $1,5 \text{ mol dm}^{-3}$  roztoku kyseliny sírové v kádince. Pomalu vytlačujte roztok a pozorujte vznik vlákna celulosy. Při troše cviku lze za pomoci pinzety vytáhnout i delší vlákno.

**Zkoušky rozpouštění různých druhů celulózy**

Celulóza je, jako drtivá většina syntetickým i přírodních polymerů, polymerem nemajícím jen jednu určitou MW, ale MW různé v rámci jednoho vzorku. Tomu říkáme, že DISTRIBUCE MW. Mohou tam tedy být makromolekuly různé délky, tj. různé MW. Podle MW celulózy se liší i její rozpustnost. V praxi se používá rozpustnost celulózy v 7,5 % hmot. vodném roztoku NaOH. Tak se celulóza dělí na čtyři skupiny,  $\alpha$  až  $\delta$ . Proto i ve Schweizerově činidle budete pozorovat různou rozpustnost vzorků celulózy.

**Vzorky celulózy pro rozpouštění ve SCHWEITZEROVĚ ČINIDLE**

- Buničitá vata – obsahuje část tzv. viskózy, což je regenerovaná (znovu získaná zvlákněním z roztoku) celulóza spolu s vlákny bavlny
- Vatové odličovací tampóny – má se jednat o 100 % hmot. celulózy
- Vododispergovatelný váleček – výrobek z celulózy neobsahující pojiva
- Papírový kapesník - má se jednat o 100 % hmot. celulózy
- Kus pracovního pláště, mnohokrát praného - má se jednat o 100 % hmot. celulózy

## Testy rozpouštění jednotlivých vzorků celulózy

- Připravte si pět Erlenmayerových baněk s plastovými zátkami o objemu cca. 200 – 250 ml
- Do každé baňky dejte 100 ml **PŘEFILTROVANÉHO** roztoku Schweizerova činidla
- Postupně přidávejte vzorky celulózy. Roztok míchejte a sledujte rozpouštění. Na 100 ml roztoku použijte 1 g celulózy (**nesušené**). Míchejte nebo občas protřepávejte 1 hodinu (**vyučující může dát pokyn nechat stát do dalšího cvičení**). Nerozpuštěnou celulózu odfiltrujte na určené fritě a promyjte vodou. Pak ji dejte usušit (150 °C, 2 hodiny) a zvažte. Vypočítejte množství a procento hmot. rozpuštěné části. Korekci na vlhkost v původní celulóze zatím nedělejte (bývá 10 – 14 % hmot.)
- Připravte srážecí roztok 100 ml 30% kyseliny sírové v kádince o objemu cca. 250 ml.
- Směs Schweizerova činidla s rozpuštěnou celulózu natáhněte do injekční stříkačky s jehlou a hadičkou, pomalu vkapávejte za míchání do srážecího roztoku.
- V kyselém roztoku pozorujte vznikající vlákna měďnatého hedvábí.
- Vysrážená vlákna separujte na fritě, vysušte (150 °C, 2 hodiny) a zvažte. Korekci na vlhkost v původní celulóze zatím nedělejte (bývá 10 – 14 % hmot.)
- **Při dostatku času lze zkusit navíjení vysráženého vlákna, není podmínkou**
- Vypočítejte množství a procento hmot. vysrážené části vzhledem k původní navážce a vzhledem k rozpuštěné celulóze.