



MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención por veinte años por "PROCEDIMIENTOS PERFECCIONADOS PARA LA FABRICACION DE NITROCELULOSA" (cuarto grupo, clase 40) a favor de D. Ernest Tschudin, y The Hon. Hugh Fletcher Moulton, residentes en Reinach, near Basle, Switzerland, y 11 Kings Bench Walk, Temple, London, (Inglaterra), respectivamente.

=====

El presente invento se refiere a procedimientos perfeccionados para la fabricación de nitrocelulosa.

En los procedimientos más comunmente seguidos, la celulosa empleada para la nitratación se halla en forma de finas fibras como las hilazas de algodón o ya en polvos finos. Si se emplean hilazas, resultan voluminosas y requieren un considerable peso de ácido en proporción al peso de aquellas para nitratarlas eficazmente; son además difíciles de secar y generalmente requieren su reducción a la forma pulverulenta a los fines de la estabilización, resultando el polvo de forma voluminosa. Tratándose de polvos finos son también difíciles de secar y manipular, y en alguna de las formas propuestas el procedimiento de reducir la celulosa a polvo deja a este en una forma en la que resulta difícil si no imposible su nitratación directa.

Conforme a la forma preferida de este invento, se prepara la celulosa como se describirá luego en píldoras relativamente densas de tamaño tal que puedan ser fácilmente manipuladas y



secadas y de tal naturaleza que puedan nitrarse fácilmente y sean susceptibles de conservar su forma a través de la nitración y operaciones subsiguientes y ser eficazmente estabilizadas en dicha forma.

El material en bruto empleado es de preferencia la celulosa de madera y las píldoras pueden ser producidas por una agitación largo tiempo continuada de la pulpa de madera en agua en un descortezador o aparato similar, prolongando la operación hasta que la longitud de la fibra quede sustancialmente reducida, o sea tratándola por espacio de unas tres horas. El limo o mucílago así obtenido es librado en parte del agua, por ejemplo, estirándolo en un cilindro o dispositivo análogo y dándole la forma de tiras después de lo cual se hila a modo de cordoncillos, en cuya forma puede ser convenientemente reducido a píldoras. De ordinario empleamos píldoras aproximadamente de 0.5 a 1 mm. de grueso y 0.5 a 1 cm de largo.

La duración del tratamiento mecánico es de importancia, puesto que si éste se usa por un tiempo demasiado corto, no se alcanzan las debidas condiciones, mientras que si se le prolonga demasiado tiempo, aparece la tendencia a formarse un producto, probablemente hidro-celulosa, que estorba las reacciones propiamente dichas. El tiempo variará según la forma particular de la pulpa de madera empleada y la mejor prueba consiste en someter una muestra a la nitración y ver si se nitrifica fácilmente y conserva su propia forma; pero nosotros hemos descubierto que la siguiente prueba revela de ordinario el periodo óptimo de tratamiento.

La muestra de celulosa se coloca en el aparato, por ejemplo, en un descortezador y se pone éste en marcha para producir una pulpa uniformemente distribuida. Se sacan luego cien centímetros cúbicos de esta pulpa líquida y se para el funcionamiento del descortezador. Se colocan luego esos cien centímetros cúbicos en un cilindro de cristal que se rellena de agua hasta la señal que marque el



litro. Se sacude luego el cilindro dejando reposar su contenido por espacio de dos horas, midiéndose luego el volumen de la masa depositada.

Se vuelve a hacer funcionar el descortezador y se para la operación a intervalos, sacándose y probándose muestras del modo descrito. Se observará que después de sentarse o depositarse los contenidos de las sucesivas muestras ocupan volúmenes cada vez más pequeños, alcanzándose el óptimo resultado cuando se obtiene una muestra en la que el volumen final viene a ser una mitad aproximada de la del caso de la primera muestra tomada antes del tratamiento. Se anota entonces el tiempo total que el descortezador haya estado funcionando y se somete la masa a un tratamiento de igual duración.

Estas píldoras en un estado de desecación al aire son luego nitradas preferentemente en un nitrador por la fuerza centrífuga y mediante una mezcla de los ácidos nítrico y sulfúrico, si bien las proporciones empleadas difieren esencialmente de las que se hace uso de ordinario. Por ejemplo, para obtener una alta nitración puede emplearse una mezcla de 81 % de ácido nítrico, 16% de ácido sulfúrico y 3 % de agua, siendo estas partes las del peso. Esto produce normalmente un cuerpo nitrado que contiene 13.2 % de nitrógeno.

Con la celulosa en forma de píldoras y la mezcla descrita de los ácidos se requiere mucha menor cantidad de estos que con los métodos conocidos, siendo suficiente un kilogramo de los ácidos mezclados para nitratar de 100 a 130 gramos de píldoras.

Para nitraciones más bajas se aumenta la cantidad de agua. También puede aumentarse la relativa proporción entre el ácido sulfúrico y el nítrico, pero esto tiende a hacer más lenta la nitración, y si se prolonga demasiado tiempo a producir el apergamamiento.



Como alternativa para el empleo de una mezcla ácida muy rica en ácido nítrico tal como la que se ha descrito anteriormente, hemos observado que por la primera nitratación con una mezcla aproximadamente de 60% de ácido nítrico, 20 % de ácido sulfúrico y 20 % de agua, extrayendo luego este ácido por ejemplo con un aparato centrífugo y agregando una mezcla aproximada de 25 % de ácido nítrico, 66 % de ácido sulfúrico y 9 % de agua se obtiene una nitratación muy alta, disminuyendo la pérdida de ácido nítrico.

La nitratación se lleva a cabo en una media hora aproximadamente siendo luego el material libertado del ácido, preferentemente por medio de una máquina centrífuga, lo cual puede realizarse con gran facilidad por efecto de la forma densa del material. Se lavan luego las píldoras en agua corriente y se estabilizan mediante cocción.

El tratamiento subsiguiente varía, conforme al uso o aplicaciones que haya de tener la nitrocelulosa.

Un método alternativo para formar las píldoras es el siguiente:

Celulosa de madera, preferentemente blanqueada, se agita con un 70 % de agua, y se trata luego con un 10 a un 20 % aproximado de sosa cáustica calculados con arreglo al peso de la celulosa. Al cabo de media hora se agrega de un 5 a un 15 % de bisulfito de carbono y se deja reposar la mezcla por espacio de una hora. Debe tenerse cuidado de no prolongar demasiado la gelatinización, de lo contrario, se impedirá la nitratación. Con cantidades más bajas de reactivos químicos se produce un cuerpo menos denso pero más fácilmente nitrificable. Si en lugar de agitar se emplea un aparato molidor puede reducirse aún más en algunos casos la cantidad de los cuerpos químicos empleados.

Resulta, pues, la formación de una pasta ligeramente gelatinosa que puede ser prensada días y días en tiras continuas, que



se cortarán luego a las longitudes deseadas, o bien embolando una pequeña cantidad de sosa puede exsudarse la pasta en forma de pequeñas pildoras que no necesitan ser cortadas. Un diámetro conveniente para las pildoras es de uno a dos milímetros, debiendo ser cortadas en longitudes aproximadas de un centímetro, pero en algunos casos puede adoptarse una división más fina o más gruesa.

Una alternativa del último método para formar las pildoras consiste en tratar la madera de celulosa con un 1 % aproximado de sosa cáustica y agregar de 5 a 10 % de limo o mucílago de celulosa (limo Sichel) prensando luego del modo descrito.

Este limo de celulosa consiste en pulpa de madera más completamente viscoso y obtenido por ejemplo moliéndolo y tratándolo con un 20 % de sosa cáustica y un 15 % de bisulfito de carbono calculado por el peso de la pulpa de madera en unión de una cantidad conveniente de agua, reduciéndolo así a limo.

Estas tiras o pildoras se sumergen luego en una solución endurecedora, por ejemplo, un ácido o una sal ácida y después de obtenerse el grado requerido de dureza se lava y se seca el material.

En algunos casos existe una tendencia o una contracción demasiado grande, la cual puede prevenirse sumergiendo el material antes de secarlo, en un baño de glicerina. Esta puede recubrirse por cualquier método apropiado, o si han de fabricarse explosivos que contengan nitroglicerina, puede nitrificarse la mezcla directamente.

En lugar de dividir la celulosa preparada o tratada como se ha dicho anteriormente en pildoras antes de la nitratación, se puede también nitrificar en forma de tiras que pueden ser posteriormente divididas en pildoras, si bien consideramos preferible en general el método primeramente descrito, puesto que las pildoras se embalan mejor y más unidas y se manipulan y secan fácilmente.



Como una alternativa ulterior puede prensarse la celulosa preparada o prensada como antes se ha dicho en hojas y nitrificar éstas luego y dividir las finalmente en tiras o píldoras, según se desee en cada caso.

Este procedimiento es aplicable tanto a la producción de la nitro-celulosa para explosivos como para cualesquiera otros usos industriales.

Esta solicitud se acoge a los beneficios del artículo 16 de la vigente Ley de Propiedad Industrial por corresponder a la presentada en Inglaterra bajo el Nº 17.465 en fecha 16 de Junio de 1928.

N O T A

Se declaran de novedad y de propia invención las siguientes

R e i v i n d i c a c i o n e s

=====

1.- Un procedimiento para la preparación de nitrocelulosa, caracterizado por el hecho de prepararse o tratarse la celulosa del modo anteriormente descrito para formar píldoras relativamente gruesas de tamaño y naturaleza tales que puedan ser fácilmente manipuladas y eficazmente nitrificadas.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el empleo a los fines de la nitratación de una mezcla de ácidos, en la cual la proporción del ácido nítrico excede considerablemente al del ácido sulfúrico.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por el empleo a los fines de la nitratación de una mezcla de 5 partes de ácido nítrico por una de ácido sulfúrico, aproximadamente.



4.- En el procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, la nitratación con una mezcla que contenga aproximadamente 60 % de ácido nítrico, 20 % de ácido sulfúrico y 20 % de agua, la desecación de este ácido y la continuación del proceso de la nitratación con una mezcla ácida, tal como la que de ordinario se emplea para aquella.

5.- Procedimiento para preparar material a los fines descritos en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de formarse las píldoras por una prolongada desintegración de la pulpa de madera o material similar en el agua como se ha dicho anteriormente, con o sin la adición de ácidos suaves o álcalis, vertiendo el producto resultante en un cilindro o dispositivo análogo, libertándolo parcialmente del agua e hilando luego tiras del tal producto en forma semejante al hilo del que pueden cortarse posteriormente las píldoras.

6.- Procedimiento para preparar material a los fines descritos en la reivindicación 1, caracterizado por la formación de las píldoras por el tratamiento de la celulosa de madera o sustancia análoga con lejía de sosa y bisulfito de carbono, formando la pasta gelatinosa en tiras o píldoras que se sumergen en una solución endurecedora y donde son formadas estas tiras cortándolas en píldoras antes o después del endurecimiento.

7.- Como variante del procedimiento reivindicado en el punto anterior el tratamiento de la celulosa de madera con una pequeña cantidad, por ejemplo de 1 % de sosa cáustica, y agregando luego limo de celulosa.

8.- Procedimiento según las reivindicaciones 6 o 7, caracterizado por el empleo de glicerina para prevenir un endurecimiento inconveniente del producto.

9.- Procedimiento según cada una de las anteriores reivin-



dicaciones, caracterizado por el hecho de que las operaciones posteriores a la nitratación, por ejemplo, la estabilización, se desarrollan mientras el producto conserva aún la forma de píldoras.

10.- Procedimiento conforme a cada una de las reivindicaciones anteriores, en el cual las píldoras nitrificadas son gelatinizadas y dispuestas para su uso en sus formas originales.

11.- Procedimiento según cada una de las reivindicaciones anteriores, pero con la variación de realizar la nitratación, y si se desea, las operaciones subsiguientes, con la sustancia en forma de tiras que deben ser cortadas en píldoras después de la nitratación.

12.- Procedimiento según cada una de las anteriores reivindicaciones, pero con la modificación de realizarse la nitratación y si se desea las otras operaciones con la sustancia en forma de hojas, que deben ser cortadas en tiras o píldoras después de la nitratación.

13.- Nitro-celulosa preparada conforme a cada una de las anteriores reivindicaciones.

La patente cuyo privilegio de invención se solicita por veinte años para España y sus dominios deberá recaer por "PROCEDI-
MIENTOS PERFECCIONADOS PARA LA FABRICACION DE NITROCELULOSA" (cuarto grupo, clase 40) según se describe y reivindica en la presente memoria.

Madrid 13 de Junio 1929.

pp: Ernest Tschudin, y The Hon.

Hugh Fletcher Moulton.