

302517

2^o



PATENTE DE INVENCION
=====

I.C.I. Case No. N. 16930/17114.

Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento para plastificar nitrocelulosa."

=====

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad
británica, residente en Imperial Chemical House,
Millbank, Londres S. W. 1., Inglaterra.

~ =====

Este invento se refiere a un procedimiento para la
plastificación de la nitrocelulosa; para la seguridad, con-
veniencia y economía en el almacenamiento y transporte, es
conveniente hacer que la nitrocelulosa absorba uno o más
5: compuestos, tales como por ejemplo, ftalato de dibutilo, que



tienen para propiedad de ser absorbidos o deformar un gel con la nitrocelulosa. En el contexto de esta Memoria, la denominación nitrocelulosa plastificada, incluye la nitrocelulosa que tiene un plastificador absorbido en

5. ella, y, consiguientemente, la denominación plastificar se utiliza a continuación para describir el proceso de absorber un plastificador en la nitrocelulosa.

10. Los procesos de plastificación utilizados hasta ahora, han implicado bien la solución de por lo menos parte de la nitrocelulosa en un disolvente orgánico que contenía plastificado disuelto, ó bien la masticación de la nitrocelulosa con el material plastificador.

15. De acuerdo con este invento, un proceso para plastificar la nitrocelulosa, comprende el poner en contacto la nitrocelulosa con un plastificador para la misma, disuelto en un medio líquido que prácticamente no tenga acción disolvente sobre la nitrocelulosa, pero que tenga acción disolvente sobre el plastificador, y, a continuación, el aislar la nitrocelulosa plastificada resultante, del medio líquido.

20. El plastificador no se considera que forme parte del medio líquido en el proceso de este invento, y, cuando la nitrocelulosa se ha "amortiguado" previamente, el líquido amortiguador tiende a equilibrarse con el líquido en el que la nitrocelulosa está dispersada, y el líquido amortiguador se considera que forma parte del medio líquido.

25. Con preferencia, el medio líquido comprende una solución acuosa de uno ó más líquidos orgánicos. La solución acuosa, con preferencia, debe estar constituida por



302517

- una mezcla que contenga agua y un líquido orgánico miscible en ella, en una relación del orden de 1:1 a 19:1. Si la proporción de agua se, es demasiado reducida, existe una tendencia del plastificador a permanecer en el medio líquido, en lugar de pasar a la nitrocelulosa, de tal modo que no puede alcanzarse la concentración deseada en la nitrocelulosa. El aumento en la concentración del plastificador en la fase líquida para concentrarse y contrarestar este efecto, tiende a dar lugar a la agregación ó a formar un producto plastificado, indeseablemente pegajoso. Por otra parte, si la concentración de aguas demasiado elevada, el producto plastificado tiende a convertirse en indeseablemente pegajoso, durante el proceso, o durante el secado ulterior. Se cree que este es debido al contacto de la superficie de la nitrocelulosa con el plastificador no-disuelto, ó a la formación de una concentración indebidamente elevada de plastificador en la placa superficial de la nitrocelulosa.
- 5.
- 10.
- 15.
20. El líquido orgánico miscible en agua, que si se desea, puede ser una mezcla de líquidos, con preferencia no ha de ser un disolvente energético para la nitrocelulosa que se plastifica, dado que la presencia de disolventes energéticos, tiende a proporcionar un producto pegajoso. Sin embargo, la presencia de una pequeña proporción de un disolvente activo para la nitrocelulosa, puede tolerarse, si se desea. La proporción de disolvente activo presente sin embargo, en todos los casos, ha de ser suficientemente reducida para que el medio líquido en conjunto, permanezca sin ser disolvente para la nitroce-
- 25.
- 30.



302517

lulosa.

5. En algunos casos, el empleo de una pequeña proporción de disolvente activo, puede utilizarse con ventaja, para obtener determinados efectos especiales como, por ejemplo, una contextura superficial modificada, o una velocidad diferente de inflamación. Los líquidos orgánicos miscibles en agua, adecuados para el procedimiento de este invento, comprenden el etanol, el propanol y el isopropanol.

10. Es mejor evitar en el procedimiento, el empleo de nitrocelulosa que se haya "amortiguado" con un líquido inmisible en agua, tal como tolueno, dado que si se encuentra presente en el medio líquido, este líquido inmisible en agua, puede dar origen a efectos indeseables, tal como la pegajosidad ó la agregación.

20. Se prefiere que el plastificador presente esté completamente disuelto en el medio líquido, para evitar el contacto directo entre el plastificador concentrado y la nitrocelulosa. La concentración de plastificador en el medio líquido, con preferencia, no debe exceder del 10 % en peso, pero en algunos casos puede ser tan elevada como el 20 % en peso, sin proporcionar productos que sean indeseablemente pegajosos.

25. El producto tiene mejores propiedades de no-pegajosidad y, en el caso de nitrocelulosa en partículas, presenta mejores propiedades de deslizamiento, si el procedimiento se aplica a una temperatura elevada. Con preferencia, la temperatura del procedimiento, es la temperatura de reflujo del medio líquido, o próxima a ella.

Aunque el procedimiento puede llevarse a cabo de



302517

modo continuo, se aplica más fácilmente como procedimiento por partidas. En un procedimiento conveniente, de este tipo, una cantidad de nitrocelulosa se agita en un medio líquido y, si es preciso después de permitir el equilibrio de la fase líquida, se añade el plastificador a la mezcla, lentamente, a un ritmo tal que la concentración de plastificador en el medio líquido, no exceda del 1 % y, como preferencia, sea inferior a 0,1 % en peso.

En un procedimiento preferido con partidas, la composición del medio líquido se altera durante el período en que la nitrocelulosa está en contacto con él, para variar la acción del disolvente sobre el plastificador. La composición puede variarse, por ejemplo, separando por destilación un componente, ó añadiendo una cantidad de componente. Aunque inicialmente el medio líquido puede contener agua y líquido orgánico miscible con ella, en una relación de no-comprendida entre los límites preferidos de 1:1 a 19:1, se prefiere que la composición se altere durante el proceso, para llevar la relación entre estos límites, en alguna etapa del procedimiento.

Cuando se aplica este proceso preferido por partidas, la cantidad de plastificador absorbido por la nitrocelulosa al principio, depende en parte de la relación de agua a líquido orgánico miscible en ella, que se encuentra en el medio líquido, y corrientemente es inferior a la cantidad total del plastificador añadido. Alterando el medio líquido mientras se halla en contacto con la nitrocelulosa, por ejemplo, separando por destilación parte del líquido orgánico en el caso de un disolvente que hierva a menos de 100°C, ó que forme una mezcla azeotrópica



302517

- con el agua, de punto de ebullición inferior a 100°C, o por la adición de agua, es posible hacer que por lo menos parte del plastificador que permanece en la fase líquida, pase al interior de la nitrocelulosa. Esta
5. forma de proceso, se prefiere a causa de proporcionar menos agregación con algunos grados de nitrocelulosa. En general es preferible alterar la composición del medio líquido lo suficiente para hacer que prácticamente todo el plastificador residual disuelto en el medio líquido, pase al interior de la nitrocelulosa. Este procedimiento permite que la nitrocelulosa plastificada se enfrie mientras se halla en suspensión en el medio líquido sin formación de una capa, rica en plastificador, en la superficie de las partículas de nitrocelulosa, que podrían precisar el lavado del disolvente de las partículas para impedir la adherencia durante y después de la separación del medio líquido, o durante el secado posterior. El enfriamiento de nitrocelulosa plastificada en suspensión se prefiere porque si se separa antes de enfriar, existe una tendencia de las partículas calientes a adherirse unas a otras a causa de propio peso, incluso en ausencia de una superficie rica en plastificador. Aunque no siempre es necesario para el objeto anterior el eliminar prácticamente todo el líquido orgánico del medio líquido, se prefiere hacerlo ya que una elevada proporción del líquido orgánico puede recuperarse por este medio, conveniente y económicamente, en forma adecuada para su nueva utilización en el proceso. Además, la nitrocelulosa plastificada, producto, así obtenida, está prácticamente libre de lí-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



302517

quido orgánico, o sea, está mojada con agua. La ausencia de líquido orgánico en el producto mojado, es ventajosa por evitar todo riesgo de incendio que en otro caso podría presentarse, por ejemplo, por la presencia de vapor de disolvente durante el proceso de secado.

5.

Si se desea, en el proceso preferido, la composición del medio líquido puede ser inicialmente tal que permita la disolución completa de todo el plastificador preciso, y puede añadirse al mismo la cantidad necesaria

10.

de plastificador al iniciarse el procedimiento. La adición de todo el plastificador al principio, se ha comprobado sin embargo, que proporciona productos indeseablemente pegajosos o agregados, cuando se aplica a tipos de nitrocelulosa de viscosidad reducida, especialmente cuando

15.

la nitrocelulosa tiene también un contenido medio de nitrógeno cerca del límite inferior. En general se prefiere añadir el plastificador durante un período de tiempo.

20.

En los casos en que se desea plastificar los grados de nitrocelulosa de viscosidad reducida, y especialmente cuando, además, el contenido medio de nitrógeno de la nitrocelulosa se encuentra cerca del extremo inferior de los límites, y cuando se desea que el tamaño

25.

de los gránulos de nitrocelulosa plastificada sea lo más próximo posible al tamaño de las partículas primitivas de nitrocelulosa, sin plastificar, se ha comprobado que resulta ventajoso aplicar el procedimiento de tal modo que el medio líquido sea relativamente rico en líquido orgánico miscible con el agua, al iniciarse la adición de

30.

plastificador, y relativamente pobre en líquido orgánico



302517

miscible con el agua, hacia y en el final de la adición de plastificador. En este modo especial de proceder,

se prefiere que la mayor parte del plastificador se añada durante el período de concentración relativamente

5. elevada de líquido orgánico miscible en agua, en el medio líquido. La composición del medio líquido se cambia a las condiciones de bajo contenido de líquido miscible en agua, antes de añadir la parte restante del plastifica-

10. dor, lentamente, al medio líquido. Se prefiere que la composición del medio líquido, no se altere durante la adición de la parte restante de plastificador. El cambio desde medio líquido rico a pobre, puede realizarse de mo-

15. do continuo o discontinuo. Por ejemplo, después de añadir la primera parte del plastificador, el contenido de líquido orgánico del medio líquido, puede reducirse por ejemplo por destilación, al nivel preciso para la adición del plastificador restante, o puede preferirse trasladar la nitrocelulosa parcialmente plastificada, desde el primer

20. medio líquido a otro constituido por una composición adecuadamente débil, para la adición de la segunda parte del plastificador. Este método de trabajo en el procedimiento de este invento puede considerarse como una combinación de los dos métodos previamente descritos.

Los plastificadores adecuados para usarse en el
25. procedimiento de este invento, incluyen: ftalato de dibutilo, ftalato de dioctilo, ftalato de diciclohexilo, y fosfato de tricresilo, aceite de ricino, alcanfor, nitroglicerina y dinitrato de glicol etilénico, pero pueden usarse una gran variedad de plastificadores. Si se de-
30. sea, pueden utilizarse plastificadores mezclados.



302517

El procedimiento es adecuado para plastificar cualquiera de los grados corrientes de nitrocelulosa de un contenido de nitrógeno comprendido entre 10 y 13,5 % en peso de nitrógeno.

5. Puede hallarse en cualquiera de las formas físicas normales, por ejemplo puede ser fibrosa o en forma de partículas, y son adecuadas cualquiera de los grados de viscosidad normal. Las condiciones óptimas para el procedimiento de plastificación de un grado o tipo, es preciso que sean, sin embargo, las condiciones óptimas para plastificar cualquier otro tipo ó grado.
10. El procedimiento puede aplicarse a la nitrocelulosa de cualquiera de los grados normales de viscosidad y de los estados físicos corrientes. Por ejemplo, pueden usarse nitrocelulosas fibrosas o en partículas.
15. El procedimiento resulta especialmente ventajosos para plastificar nitrocelulosa en forma de partículas densas. La nitrocelulosa en forma de partículas, está constituida, corrientemente, por nitrocelulosa fibrosa, comprimida, y los productos preferidos en forma de partículas, resultantes de la aplicación de este procedimiento comprenderán partículas plastificadas en las que las fibras separadas de celulosa se han fundido ó unido firmemente entre sí, por lo menos en las capas exteriores de las partículas, de tal modo que después de secar éstas, tienen libertad de movimientos y son mecánicamente resistentes, y es menos probable que se presente la formación de polvo ó finos indeseables, durante el transporte y el manejo ulteriores.
- 20.
- 25.
30. La nitrocelulosa en forma de partículas, utiliza



302517

da, puede ser de cualquier tamaño de partículas, pero se prefieren las partículas pequeñas a las mayores, a causa de que las primeras ofrecen una mayor extensión superficial y facilitan la penetración del plastificador en el interior de la partícula, y porque el producto se disuelve más rápidamente en los disolventes orgánicos.

La distribución del plastificador absorbido, en el interior de las partículas de nitrocelulosa, puede regularse en cierto grado, de acuerdo con las condiciones utilizadas en el procedimiento. La distribución más uniforme del plastificador en el interior del producto en forma de partículas, se favorece por el empleo de concentraciones superiores de líquido orgánico miscible en agua en el medio acuoso, por temperatura de trabajo más elevadas y, en el caso en que la composición del medio líquido se varíe durante el procedimiento, variando la composición lentamente.

Por el contrario, se favorece una distribución no uniforme procediendo en condiciones opuestas a las que acaban de indicarse. Si se llevara a puntos extremos, esto favorecería una elevada concentración de plastificador al rededor de la parte exterior de la nitrocelulosa en partículas y una concentración reducida en el centro. Para muchos fines esto no es deseable ya que el producto puede tener una gran tendencia a agregarse, bien durante el proceso de plastificación o durante el secado, y puede ser más difícil de secar. Sin embargo, en algunos casos es ventajoso utilizar condiciones de procedimiento que den lugar a nitrocelulosa en partículas plastificada, dotada



302517

- de una concentración de plastificador más elevada en el exterior de los gránulos, que resulta más resistente mecánicamente en la periferia que en el centro, y resiste al roce durante el transporte y el manejo. Una ventaja adicional es que, cuando las condiciones del proceso son tales que favorecen la concentración del plastificador en la superficie, las partículas finamente divididas tienden a adherirse a la superficie de las partículas grandes, reduciendo así la proporción de finos o polvo indeseables en el producto final.
- 5.
- 10.
- En general, el grado de distribución uniforme, o falta de uniformidad del plastificador, en el interior de la nitrocelulosa en condiciones dadas del procedimiento, variará de acuerdo con el tipo de la nitrocelulosa y del plastificador que se utilicen. Por ejemplo, cuando se usa ftalato de dibutilo como plastificador, las fibras de baja viscosidad de nitrocelulosa de nitrógeno reducido, acusan una tendencia elevada a reblandecerse y a fundirse, dando lugar a partículas plastificadas que pueden luego secarse al estado de gránulos resistentes, mientras que en condiciones análogas de plastificación, las fibras de elevada viscosidad de las partículas de nitrocelulosa de alto contenido de nitrógeno, no presentan éste efecto en el mismo grado, y las partículas plastificadas resultantes, son relativamente débiles. Sin embargo, cuando las condiciones de reacción se eligen para favorecer la distribución no uniforme del ftalato de dibutilo, es posible obtener gránulos duros y mecánicamente resistentes del último tipo de nitrocelulosa.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- La forma física del producto plastificado de éste invento, puede alterarse fácilmente si se desea. Por ejem-

302517



plo, a veces se prefiere plastificar la nitrocelulosa en forma fibrosa o de partículas y convertirla mecánicamente en otra forma conveniente. Esta conversión es a veces ventajosa con objeto de escurrir algo de agua antes del secado, para aumentar la densidad masiva o mejorar las características de disolución o mezclado.

5.

10.

15.

El procedimiento de este invento es superior a los antes empleados para la plastificación, ya que no requiere un disolvente enérgico para la nitrocelulosa ni el amasado o masticación por medios mecánicos de la misma durante el proceso de su plastificación. Además, el procedimiento puede aplicarse económicamente sin recuperación de ninguna proporción residual de líquido orgánico que permanezca en la nitrocelulosa después de retirar del medio líquido el producto plastificado.

20.

25.

30.

Este invento se aclara más aún por los ejemplos siguientes, en los que, salvo indicación en contra, todas las partes y porcentajes son ponderables.

EJEMPLO 1.- En este ejemplo, la nitrocelulosa empleada

era una nitrocelulosa densa con un contenido medio de nitrógeno del orden 11,6 a 12 % en forma de partículas regulares de 3,17 x 3,17 x 0,79 mm. Una solución que contenía 40 g. de nitrocelulosa disueltos en 95 cc. de acetona y 5 cc. de agua, tenía una viscosidad comprendida entre 30 y 50 poises, a 20°C. Se agitaron en 127 partes de agua y 37,5 partes de isopropanol, 50 partes de esta nitrocelulosa, "mojadas" con 23 partes de agua. La mezcla se calentó a 80°C. y se añadieron gota a gota durante 3 horas y con agitación, 12 partes de ftalato de dibutilo. La mezcla se agitó y se conservó a



302517

29

80°C. durante otras 3 horas. El medio líquido se retiró a continuación del producto plastificado, que se secó a 55°C. en un horno de aire, durante 16 horas. El producto resultante tenía la forma de gránulos de movimiento libre, y contenía 18,5 % de ftalato de dibutilo, y 0,8 % de agua.

5. EJEMPLO 2 .- En este ejemplo, el peso y tipo de la nitrocelulosa y del plastificador utilizado eran los mismos del Ejemplo 1, pero el medio líquido (incluyendo el agua de mojadura) estaba constituido por 169 partes de agua y 19 partes de isopropanol. El procedimiento seguido fué el del Ejemplo 1, y el producto contenía 18,5 % de ftalato de dibutilo. El producto presentaba la forma de gránulos que contenían 10 o más partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada.

10. EJEMPLO 3.- En este Ejemplo, el peso y el tipo de nitrocelulosa y del plastificador utilizados fueron los mismos del Ejemplo 1, pero el medio líquido estaba constituido (incluyendo el agua de mojadura) por 150 partes de agua y 75 partes de isopropanol. Se aplicó el procedimiento descrito en el Ejemplo 1. El producto granular obtenido contenía 19 % de ftalato de dibutilo. El producto presentaba la forma de gránulos constituidos por hasta alrededor de 5 partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada; no era pegajosa y se movía libremente.

15. EJEMPLO 4.- En este Ejemplo, se utilizó una nitrocelulosa densa con un contenido medio de nitrógeno del orden 11,2 a 11,8 % y en forma de partículas regulares de 3,17 x 3,17 x 0,79 mm. Una solución que con



302517

- tenía 20 g. de esta nitrocelulosa disueltos en 95 cc. de acetona y 5 cc. de agua tenía una viscosidad comprendida entre 15 y 25 poises a 20°C. Se agitaron 60 partes de esta nitrocelulosa mojada con 28 partes de agua, en
5. 197 partes de agua y 75 partes de isopropanol. Se añadieron gota a gota 15 partes de ftalato de dibutilo durante 3 horas, a la mezcla agitada, a la temperatura ambiente. La mezcla se agitó durante otras 3 horas y el producto plastificado se separó a continuación del medio líquido, y se secó en horno de aire a 55°C. durante 16 horas. El producto contenía 17 % de ftalato de dibutilo y consistía principalmente en gránulos que contenían hasta 10 partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada.
10. EJEMPLO 5.- Se agitaron 50 partes del tipo de celulosa usado en el Ejemplo 1, en un medio líquido (que incluía el agua de mojado) constituido por 187,5 partes de agua y 62,5 partes de etanol. La mezcla se calentó a 75°C y durante una hora con agitación, se añadió una mezcla constituida por 12 partes de ftalato de dibutilo y 12,5 partes de etanol. La mezcla se agitó y conservó a 75°C durante otra hora. El producto se separó a continuación del medio líquido y se secó en un horno de aire a 55°C durante 16 horas. El producto plastificado contenía 19 % de ftalato de dibutilo y presentaba principalmente la forma de pequeños gránulos constituido por 2 a 4 partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada.
15. EJEMPLO 6.- A 20 partes de agua, 42 partes de isopropanol y 12 g. de ftalato de dibutilo, se añadieron 50 partes del tipo de nitrocelulosa utilizada
- 20.
- 25.
- 30.



302517

- en el Ejemplo 4, mojada con 26 partes de agua. La mezcla se agitó, se calentó a 80°C y se conservó a esta temperatura con agitación, durante 4,5 horas. La agitación era difícil, a causa de la elevada relación de sólido a medio líquido. El producto plastificado se aisló del medio líquido y se secó en un horno de aire, a 55°C durante 16 horas. El producto contenía 18.5% de ftalato de dibutilo y presentaba la forma de gránulos duros, de movimiento libre, algunos de los cuales se agregaron en forma de racimos.
- 5.
- 10.

- EJEMPLO 7.- La nitrocelulosa usada en este Ejemplo, era una nitrocelulosa densa en forma de partículas regulares de 3,17 x 3,17 x 0,79 mm. con un contenido medio de nitrógeno del orden 10,7 a 11,2 %. Una solución de la nitrocelulosa conteniendo 40 g. en 95cc. de acetona y 5 cc. de agua, tenía una viscosidad comprendida entre 8 y 13 poises a 20°C.
- 15.

- Se agitaron 50 partes de esta nitrocelulosa, mojada con 21,5 partes de agua, en 203 partes de agua y 25 partes de etanol, y la mezcla se calentó a 83°C. A la mezcla agitada se añadieron gota a gota, durante 2,5 horas, 12 partes de ftalato de dibutilo y la mezcla se agitó y conservó a 83°C durante 2 horas. El medio líquido se retiró del producto plastificado y a continuación se secó en un horno de aire a 55°C, durante 16 horas. El producto contenía 19,5% de ftalato de dibutilo y presentaba la forma de gránulos duros redondeados que tenían un diámetro medio de 6,35 mm.
- 20.
- 25.

- EJEMPLO 8 - En éste Ejemplo se usaron 50 partes de nitrocelulosa fibrosa, obtenida de borra de algo-
- 30.



302547

- dón, que contenía una proporción media de nitrógeno del orden 11,8 a 12,2 %. Una solución de esta nitrocelulosa que contenía 40 g. en 95 cc. de acetona y 5 cc. de agua, tenía una viscosidad comprendida entre 30 y 50 poises a
5. 20°C. Se mojó con 11,5 partes de agua y se agitó en 363,5 partes de agua y 125 partes de isopropanol, elevándose a 75°C. Luego se agregaron 16 partes de ftalato de dibutilo durante un período de 90 minutos, y la agitación continuó durante 2,5 horas más, a 75°C. Después de secar
10. durante 16 horas a 55°C, se obtuvo un producto no pegajoso en forma de esferas pequeñas y duras de tamaño comprendido entre 0,79 y 1,59 mm. de diámetro, que contenían 19,4 % de plastificador y 0,5 % de agua. En este experimento resultó mas conveniente emplear un volúmen relativamente
15. elevado de medio líquido a causa de la forma física voluminosa de la nitrocelulosa fibrosa.
- EJEMPLO 9.- En este Ejemplo se utilizó una nitrocelulosa densa en forma de partículas regulares de
20. 3,17 x 3,17 x 0,79 mm. con un contenido medio de nitrógeno del orden 10,7 a 11,2 %. Una solución de la nitrocelulosa que contenía 20 g. en 95 cc. de acetona y 5 cc. de agua, tenía una viscosidad comprendida entre 15 y 25 poises a 20°C. Se agitaron 51,7 partes de esta nitrocelulosa, mojadas con 27,3 partes de agua, en 197,7 partes de
25. agua y 25 partes de etanol, y se elevaron a 82°C. Se agregaron 12 partes de una mezcla que contenía 3 partes de ftalato de dicitclohexilo disueltas en 9 partes de ftalato de dibutilo, durante un período de 2,5 horas y la agitación se prolongó durante otras 2 horas a 82°C. Después de
30. separar y secar durante 16 horas a 55°C. se obtuvo un pro



ducto, que contenía 18,5 % de plastificador, principalmente en forma de gránulos que contenían de 4 a 8 partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada.

- EJEMPLO 10.- Se agitaron 50 partes del tipo de nitrocelulosa usado en el Ejemplo 1, mojadas con
5. 26,4 partes de agua, en 173,6 partes de agua y 50 partes de isopropanol, y se elevaron a 85°C. Luego se agregaron, durante un período de 2,5 horas, 12 partes de una mezcla formada por 4 de ftalato de dicitclohexilo para 8 partes
10. de ftalato de dibutilo, y luego se agitó, durante 3 horas, a 85°C. El producto seco contenía 16,5 % de plastificador y se obtuvo en forma de pequeños gránulos de movimiento libre, después de secar 16 horas a 55°C.
- EJEMPLO 11.- En este Ejemplo se utilizó una nitrocelulosa densa, en forma de partículas regulares
15. de 3,17 x 3,17 x 0,79 mm. con un contenido medio de nitrógeno del orden de 11,2 a 11,8 %. Una solución de 20 g. de esta nitrocelulosa disueltos en 95 cc. de acetona y 5 cc. de agua, tenía una viscosidad comprendida entre 30 y 50
20. pises a 20°C. Se agitaron 1000 partes de esta nitrocelulosa, mojada con 755 partes de agua, en 2495 partes de agua, y 1750 partes de isopropanol, y la mezcla se calentó a 80°C. Luego, durante un período de un minuto se agregaron 250 partes de ftalato de dibutilo. Durante los 90
25. minutos siguientes, se separaron por destilación, mientras se agitaba todavía, 2150 partes de una mezcla de isopropanol y agua de tal modo que la concentración de isopropanol en el medio líquido restante, en el recipiente se redujo aproximadamente el 10 %. Después de someter a reflujo durante 30 minutos, la mezcla se enfrió a 30°C, y el medio
- 30.

302.7

29



líquido se retiró de la nitrocelulosa plastificada, que se secó a 55°C durante 16 horas. El producto contenía 19,8 % de ftalato de dibutilo, y presentaba la forma de gránulos que contenían 2 o 3 partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada.

5.

EJEMPLO 12.- En este Ejemplo, 1000 partes de la nitrocelulosa del tipo usado en el Ejemplo 11, mo-

jados con 755 partes de agua, se agregaron a 2745 partes de agua y 1500 partes de isopropanol. La mezcla se calentó

10.

a 80°C, con agitación. Luego durante 5 minutos se agregaron 100 partes de ftalato de dibutilo, y durante los 60 minutos inmediatos, se añadieron otras 150 partes. Durante los 240 minutos siguientes, se separaron por destilación

15.

1760 partes de una mezcla de isopropanol y agua, mientras se agitaba, hasta que el medio líquido restante tuvo una concentración de aproximadamente 10 % de isopropanol. La mezcla se enfrió y la nitrocelulosa plastificada se separó y secó durante 16 horas a 55°C. El producto estaba

20.

constituido principalmente por partículas sueltas de nitrocelulosa plastificada, con una pequeña proporción de gránulos que contenían 2 ó 3 partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada. El contenido de ftalato de dibutilo, era de 19,8 %.

25.

EJEMPLO 13.- En este Ejemplo se agregaron 1000 partes del tipo de celulosa usada en el Ejemplo 11, mo-

jada con 755 partes de agua, a 2495 partes de agua y 1760 partes de isopropanol, y la mezcla se calentó a 80°C, con agitación. Durante 20 minutos se agregaron 125 partes de ftalato de dicitclohexilo, disuelto en 125 partes de ftalato

30.

de dibutilo caliente. Durante los 210 minutos inmedia

302517



- tos, se separaron por destilación 2310 partes de una mezcla de isopropanol y agua, mientras se siguió agitando, hasta que el medio líquido restante contenía aproximadamente 10% de isopropanol. La mezcla se enfrió y la nitrocelulosa plastificada se separó y secó durante 16 horas a 55°C. El producto contenía 19,8% de plastificadores (ftalato de dicitclohexilo y ftalato de dibutilo) y presentaba principalmente la forma de partículas sueltas plastificadas, con algunos gránulos que contenían de 2 a 4 partículas de nitrocelulosa pastificada.
5. 10.

- EJEMPLO 14 - En éste Ejemplo, 1000 partes de la nitrocelulosa del tipo usado en el Ejemplo 11 mojadas con 755 partes de agua, se agregaron a 2245 partes de agua y 2000 partes de isopropanol, y la mezcla se calentó a 80°C con agitación. Durante los 30 minutos próximos se añadieron 250 partes de ftalato de dicitclohexilo. Durante los próximos 210 minutos, se separaron por destilación, mientras se agitaba, 2800 partes de una mezcla de isopropanol y agua de tal modo que la concentración de isopropanol en el medio líquido restante, se redujo aproximadamente el 10%. La mezcla se enfrió, y la nitrocelulosa pastificada se separó y se secó durante 16 horas a 55°C. El producto tenía la forma de partículas prácticamente no-agregadas de nitrocelulosa plastificada, con un contenido de 19,8% de ftalato de dicitclohexilo.
15. 20. 25.

- EJEMPLO 15 - En éste Ejemplo, 50 partes del tipo de nitrocelulosa utilizado en el Ejemplo 11, mojadas con 24 partes de agua, se añadieron a 113,5 partes de agua, 100 partes de isopropanol y 12,5 partes de acetato de etilo, elevándose a 80°C, con agitación. A continuación,
- 30.



302517

tinuación se añadieron 12,5 partes de ftalato de dibutilo durante un período de 1 minuto, y en el transcurso de los 150 minutos próximos, se separaron por destilación 144 partes de líquido orgánico, de tal modo que el medio líquido

5. restante tenía un contenido de líquido orgánico de 10% a aproximadamente. La mezcla se enfrió y la nitrocelulosa plastificada se separó y secó durante 16 horas a 55°C. El producto se obtuvo en forma de gránulos duros, muchos de los cuales contenían de 2 a 4 partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada.
10. Los gránulos contenían el 19,8 % de ftalato de dibutilo.

EJEMPLO 16.- En este Ejemplo se utilizó una nitrocelulosa densa en forma de partículas regulares de

15. 3,17 x 3,17 x 0,79 mm. con un contenido medio de nitrógeno del orden de 11,6 a 12%. Una solución que contenía 40 g. de esta nitrocelulosa disueltos en 95 cc. de acetona y 5 cc. de agua, tenía una viscosidad comprendida entre 30 y 50 poises a 20°C. En 95,5 partes de agua y 125 partes de isopropanol se agitaron 50 partes de esta nitrocelulosa,
20. mojada con 29,5 partes de agua y se elevaron a 80°C. Durante un período de 15 minutos, se añadieron 12,5 partes de di-isooctilftalato. Durante los 40 minutos inmediatos, se retiraron por destilación, mientras se agitaba, 13 partes de una mezcla de isopropanol y agua, de tal modo que la concentración de isopropanol en el medio líquido restante en
25. el recipiente, se redujo aproximadamente al 17%. La mezcla se enfrió a 30°C y el medio líquido se retiró del producto, que se secó durante 16 horas a 55°C. El producto contenía 19,8% de ftalato de diisocotilo y estaba constituido principalmente por partículas sueltas de nitrocelulosa plastifi
- 30.

302517

29



cado, con solamente una pequeña proporción de gránulos constituidos por 2 ó 3 partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada.

EJEMPLO 17 - En éste Ejemplo, 50 partes del tipo de ni-

5. trocelulosa usado en el Ejemplo 16, moñadas con 29,5 partes de agua, se añadieron a 120,5 partes de agua y 100 partes de isopropanol, elevándose a 80°C mientras se agitaba. Luego, durante un período de 15 minutos, se agregaron 12,5 partes de fosfato de tricresilo. Durante
10. los 90 minutos inmediatos, se separaron por destilación 110 partes de una mezcla de isopropanol y agua, de tal modo que la concentración de isopropanol en el medio líquido restante en el recipiente se redujo aproximadamente al 12% la mezcla se enfrió a 30°C y el medio líquido
15. se retiró del producto, que se secó a 55°C durante 16 horas. Estaba constituido principalmente por partículas sueltas plastificadas de nitrocelulosa, con una pequeña proporción de gránulos que contenían 2 ó 3 partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada, y una pequeña proporción
20. de nitrocelulosa fibrosa, plastificada. El contenido de fosfato de tricresilo, era de 19,8%.

EJEMPLO 18 - En éste Ejemplo, 50 partes del tipo de nitro

- celulosa utilizada en los Ejemplos 16 y 17, moñadas con 29,5 partes de agua, se agregaron a una mezcla
25. de 120,5 partes de agua y 100 partes de isopropanol, y todo ello se elevó a 80°C mientras se agitaba. Luego durante 15 minutos, se agregaron 12,5 partes de aceite de ricino y en el transcurso de los 135 minutos siguientes, se separaron por destilación 115 partes de una mezcla de isopropanol y agua, de tal modo que la concentración de iso-
- 30.

302517



propanol restante en la vasija, se redujo al 10% aproximadamente. El producto se separó después de enfriar, y se secó durante 16 horas a 55°C. Estaba constituido por partículas sueltas de nitrocelulosa que contaban 19,8% de aceite de ricino.

5. EJEMPLO 19 - En éste ejemplo, 50 partes del tipo de nitrocelulosa usada en los Ejemplos 16 a 18, mojada con 29,5 partes de agua, se agitaron en una mezcla de 120,5 partes de agua y 100 partes de isopropanol y se elevaron a 80°C. Luego, durante 30 minutos se agregaron 12,5 partes de resina alquídica no-secante (Bedesol 785; Marca Comercial Registrada) libres de resinas naturales y que contenían 83% de ácido graso, con un contenido de ácido libre de 55 a 67 mg de KOH/g, una viscosidad de 350 a 500 poises a 20°C y un peso específico aproximado de 1,02 a 20°C. Durante los 40 minutos siguientes, se destilaron 115 partes de una mezcla de isopropanol y agua, de tal modo que la concentración de isopropanol restante en el recipiente, se redujo aproximadamente el 10%. El producto se separó después del enfriamiento, y se secó durante 16 horas a 55°C. Estaba constituido por partículas sueltas de nitrocelulosa y algo de nitrocelulosa fibrosa, y contenía el 19,8% de Bedesol 785.

15. EJEMPLO 20 - En éste Ejemplo, 50 partes del tipo de nitrocelulosa usado en los Ejemplos 16 a 19, mojadas con 29,5 partes de agua, se agitaron con una mezcla de 120,5 partes de agua y 100 partes de isopropanol, y se elevaron a 80°C. Luego, durante 15 minutos se añadieron 12,5 partes de ricinoleato de butilacetilo y en el transcurso de los 40 minutos siguientes, se destilaron

302517



- 115 partes de una mezcla de agua e isopropanol, de tal modo que la concentración de isopropanol restante en el recipiente se redujo aproximadamente al 10%. Después de enfriar, separar y secar durante 16 horas a 55°C, el producto estaba constituido por partículas sueltas de nitrocelulosa y una pequeña proporción de nitrocelulosa fibrosa, y contenía el 19,8% de ricinoleato de butil acetil.
5. EJEMPLO 21 - En éste Ejemplo, 50 partes de la nitrocelulosa del tipo usado en los Ejemplos 16 a 20,
10. mojadas con 29,5 partes de agua, se añadieron a 120,5 partes de agua y 100 partes de isopropanol, y se sometieron a agitación. La mezcla se elevó a 80°C y se agregaron, durante un período de 15 minutos, 12,5 partes de un aceite epoxidizado de simiente de soja, con un contenido de oxígeno "oxir-anico" de 6-6,5% (Abrac "A" Marca Comercial Registrada. Durante los 40 minutos siguientes, se separó por destilación una mezcla de agua e isopropanol (115 partes) de tal modo que el medio líquido restante tenía una concentración de, aproximadamente 10% de isopropanol. El producto
15. se enfrió se separó y se secó durante 16 horas. Estaba constituido esencialmente, por gránulos de nitrocelulosa plastificada, sueltos, con una pequeña proporción de ellos formados por dos o tres partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada, y con un contenido de 19,8% de aceite epoxidizado de simiente de soja.
20. EJEMPLO 22 - En éste Ejemplo se utilizó una nitrocelulosa densa en forma de partículas regulares de -
25. 3,17x3,17x0,79 mm, con un contenido medio de nitrógeno del orden de 11,5 a 12%. Una solución que contenía 40 g de ésta nitrocelulosa disueltos en 95 cc de acetona y 5 cc de
- 30.



302517

- agua, tenía una viscosidad comprendida entre 3 y 5 poises a 20°C. Se agitaron 50 partes de ésta nitrocelulosa, mojada con 36 partes de agua, en 114 partes de agua y 100 partes de isopropanol, y se elevaron a 80°C. Durante los
5. 15 minutos siguientes, se añadieron 12,5 partes de ftalato de dibutilo, y durante los 30 minutos próximos, se destilaron 115 partes de una mezcla de isopropanol y agua, de tal modo que la concentración de isopropanol restante en el medio líquido, se redujo a 10% aproximadamente. El producto se separó, se secó durante 16 horas a 55°C. Estaba constituido por nitrocelulosa plastificada de gránulos de forma irregular y tamaños comprendidos entre el polvo hasta aproximadamente 6,35 mm como límites extremos. Los gránulos eran de naturaleza frágil y el contenido de dibutilo era de 19,8%.
10. 15.

- EJEMPLO 23 - En éste Ejemplo, se utilizó una nitrocelulosa densa en forma de partículas regulares de 3,17 x 3,17 x 0,79 mm con un contenido medio de nitrógeno del orden de 11,2 a 11,8%. Una solución que contenía 20 g de ésta nitrocelulosa disueltos en 95 cc de acetona y 5 cc de agua, tenía una viscosidad comprendida entre 15 y 25 poises a 20°C. Se agitaron 50 partes de ésta nitrocelulosa, mojadas con 41 partes de agua, en 121,5 partes de agua y 87,5 partes de isopropanol, y se elevaron a 80°C. Durante los 15 minutos inmediatos se añadieron 12,5 partes de alcanfár, en porciones, y durante los 40 minutos siguientes se separaron por destilación 95 partes de una mezcla de isopropanol y agua, de tal modo que la concentración de isopropanol restante en el medio líquido, era aproximadamente el 10%. Después de enfriar, el producto se separó
20. 25. 30.



302517

y se secó durante 16 horas a 55°C. Presentaba la forma de partículas sueltas de nitrocelulosa, que contenían 19,8% de alcanfor.

EJEMPLO 24 - En éste Ejemplo, se utilizó una nitrocelulo

5. sa fibrosa, obtenida de borra de algodón y con un contenido máximo de nitrógeno del 13,35%. Se agitaron 30 partes de ésta nitrocelulosa, mojadas con 13 partes de agua, en 167 partes de agua y 120 partes de isopropanol y se elevaron a 80°C. Durante un período de 15 minutos se
10. añadieron 7,5 partes de ftalato de dibutilo y durante los 40 minutos inmediatos se separaron por destilación 137 partes de una mezcla de isopropanol y agua, de tal modo que la concentración de isopropanol restante en el medio líquido, se redujo al 10% aproximadamente. Después de enfriar, el
15. producto se separó y se secó durante 16 horas a 55°C. Presentaba la forma de nitrocelulosa fibrosa plastificada, que contenía 19,8% de ftalato de dibutilo.

EJEMPLO 25 - En éste Ejemplo se utilizó una nitrocelulosa fibrosa obtenida de borra de algodón con un

20. contenido medio de nitrógeno, del orden de 12,1 al 12,3%. Se agitaron 20 partes de ésta nitrocelulosa, mojadas con 11 partes de agua, en 184 partes de agua y 105 partes de isopropanol, y se elevaron a 50°C. Se añadieron 3,5 partes de nitroglicerina y durante los 150 minutos próximos, se
25. retiraron por destilación, 115 partes de una mezcla de isopropanol y agua, en vacío, mientras se continuaba la agitación y se mantenía la temperatura de la envoltura de calefacción, entre 50 y 55°C, de tal modo que la concentración de isopropanol restante en el medio líquido, era aproximadamente
30. del 10%. El producto se separó después del enfriamiento



302517

to y se secó durante 16 horas a 55°C. Presentaba la forma de nitrocelulosa fibrosa y plastificada, que contenía 15,1% de nitroglicerina.

EJEMPLO 26 - En éste Ejemplo, se utilizó una nitrocelulosa

5. sólida granular, en forma de partículas tubulares huecas y regulares de 1,20 mm de largo, 0,78 mm de diámetro, y 0,11 mm de perforación y de un peso determinado de 1140 gránulos por gramo. El contenido medio de nitrógeno de la nitrocelulosa era del orden de 13,1 a 13,3% y
10. las partículas contenían aproximadamente 1% de difenilamina y aproximadamente 0,75% de sulfato potásico. Se agitaron 50 partes de ésta nitrocelulosa en 180 partes de agua y 120 partes de isopropanol y se elevaron a 50°C. Luego se añadieron 11,8 partes de nitroglicerina y durante los 150
15. minutos próximos, se destilaron 140 partes de una mezcla de isopropanol y agua, en vacío, mientras se continuaba agitando, y se mantenía la temperatura de la envoltura de caldeo, entre 50 y 55°C, de tal modo que la concentración de isopropanol restante en el medio líquido, era aproximadamente
20. del 10%. El producto se separó después del enfriamiento, se retiró la nitroglicerina no absorbida, lavando tres veces en isopropanol al 50%, y se secó durante 16 horas a 55°C. Presentaba la forma de partículas sueltas de nitrocelulosa plastificada. El contenido de nitroglicerina de las partículas
25. era de 16,1%.

EJEMPLO 27 - Este Ejemplo aclara de que modo la inclusión

30. de un pequeño porcentaje de un disolvente activo para la nitrocelulosa alteró el grado de inflamación de la nitrocelulosa producto, plastificada en forma de partículas. El grado de inflamación puede utilizarse por ejem



30237

- plo, como medida del riesgo asociado con la inflamación de la nitrocelulosa, y convenientemente, se mide determinando el tiempo que se precisa para producir un aumento dado en la presión, cuando una cantidad dada de nitrocelu
5. losa se inflama en el interior de un recipiente cerrado.
- Se prepararon tres muestras de nitrocelulosa en partículas, plastificada, por el procedimiento que a continuación se describe. En un caso, el medio líquido no contenía disolvente activo; en el segundo caso, el medio líquido contenía 2% de disolvente activo y, en el tercer caso, el medio líquido contenía 5% de disolvente activo. En
10. cada uno de los casos, el disolvente activo utilizado era acetato de etilo y en todos los casos el medio líquido contenía agua e isopropanol en la relación de 3 partes de la
15. primera para una parte del segundo. El tipo de nitrocelulosa empleado, era el mismo del Ejemplo 4, y los productos en cada uno de los casos contenían 19,8 partes de ftalato de dibutilo y entre 1,1 y 1,3% de agua, después del secado. Al preparar las muestras de nitrocelulosa plastificada, se
20. añadieron 12,5 partes de plastificador a 50 partes de la nitrocelulosa agitadas en 250 partes de medio líquido, sometido a reflujo. El reflujo se continuó durante 1 hora, y, durante las 2 horas inmediatas, se separó por destilación una mezcla de isopropanol y agua de tal modo que el contenido de isopropanol del medio líquido restante, se redujo
25. a 10% aproximadamente. La mezcla se enfrió y el producto plastificado se separó y se secó. En todos los casos el producto consistía principalmente en partículas sueltas, y contenía una pequeña proporción de gránulos formados por
30. 2 a 4 partículas de nitrocelulosa plastificada, agregadas.



No existia diferencia apreciable en el aspecto de los tres productos, cada uno de los cuales presentaba una superficie mate apagada, después del secado.

5. Las partículas agregadas, se retiraron después de comparar las proporciones o grados de inflamación de los tres productos. Los períodos empleados por las presiones para ascender desde 7 kg/cm² a 21 kg/cm², al inflamarse 5 g de producto en un recipiente cerrado de 18 cc. de capacidad, fueron

		1 ^a Determ.	Determ. Repetida.
10.	Experimento sin usar acetato de etilo.....	0,05 secs.	0,048 secs.
	" usando 2% de id.id.	0,06 "	0,055 "
	" " 5% de id.id.	0,07 "	0,071 "

15. EJEMPLO 28.- Este Ejemplo aclara de que modo la inclusión de un pequeño porcentaje de disolvente activo puede utilizarse, si se desea, para alterar las características superficiales de la nitrocelulosa producto plastificada en particular.

20. Se realizaron tres experimentos con el mismo tipo de nitrocelulosa utilizada en el Ejemplo 4, pero el plastificador utilizado era ftalato de butil ciclohexilo, y el medio líquido contenía isopropanol y agua, en la relación de 7 partes del primero para 13 de la segunda. En un caso, no existía acetato de etilo presente; en el 25. segundo caso se añadió 3% de acetato de etilo al medio líquido, y en el tercer caso se agregó 6% de acetato de etilo al medio líquido. El procedimiento de plastificación, por lo demás era igual al descrito en el Ejemplo 27. Cada uno de los productos contenía 19,8 % de plastificador después del secado. Mientras que se obtuvo un produc



302517

to con una superficie mate apagada en el experimento en que no se utilizó acetato de etilo, los productos de los otros dos experimentos, acusaron superficies vitrificadas siendo el efecto más acusado en el caso en que se usó el 5. 6% de acetato de etilo en el medio líquido.

EJEMPLO 29 - Este Ejemplo se refiere a un medio en el que se obtienen productos de distintas caracte -

rísticas físicas alterando la proporción en que se retiran el líquido orgánico miscible con el agua, del medio líquido. Se realizaron dos experimentos en condiciones idénticas excepto que después de la adición del plastificador, en un caso, el contenido de isopropanol del medio líquido, se redujo de 33% a 20% en un período de 1 hora aproximadamente, mientras que en el segundo caso se tardaron aproximadamente 2 horas para llevar a cabo la misma reducción en el 10. contenido de isopropanol. En cada uno de los casos, el contenido de isopropanol del medio líquido, se redujo aproximadamente el 1% durante un período posterior de 90 minutos. 15.

El producto obtenido en el primer caso, contenía gránulos que presentaban una superficie dura y vitrificada, mientras que en el segundo caso, se obtuvo un producto constituido por gránulos blandos relativamente, sin vitrificar, que contenía una proporción mayor de pequeñas partículas y finos. 20.

La nitrocelulosa utilizada en estos experimentos, era de un tipo tal que contenía un contenido medio de nitrógeno del orden de 11,6 a 12,2% y presentaba la forma de partículas regulares de 3,17 x 3,17 x 0,79 mm. Una solución que contenía 20 g de ésta nitrocelulosa disueltos en 25. 95 cc de acetona y 5 cc de agua, tenía una viscosidad com 30.



302517

- prendida entre 120 y 170 poises a 20°C. Los experimentos se realizaron elevando a la temperatura de reflujo durante 1 hora, un medio líquido agitado que contenía 1660 partes de isopropanol y 3340 partes de agua, en el que se habían suspendido 1000 partes de la nitrocelulosa. Luego se añadieron 250 partes de ftalato de dibutilo, durante un período de media hora, y las destilaciones se realizaron como antes se describió. Los productos se enfriaron y los gránulos de celulosa plastificada se separaron y secaron del mismo modo a 55°C durante 16 horas.
- 5.
 - 10.

EJEMPLO 30 - En éste Ejemplo, la nitrocelulosa utilizada

- era una nitrocelulosa densa de un contenido medio de nitrógeno del orden de 11,6 a 12%, en forma de partículas regulares de 3,17 x 3,17 x 0,79 mm. Una solución que contenía 40 g de nitrocelulosa, disuelta en 95 cc de acetona y 5 cc de agua, tenía una viscosidad comprendida entre 30 y 50, a 20°C. Se agitaron 100 partes de ésta nitrocelulosa mojadas con 58 partes de agua, en 342 partes de agua y 70 partes de isopropanol, y se elevaron a 80°C.
- 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.
- Una solución que contenía 15 partes de un ester de pentae ritriol, de colofonia disuelto en 30 partes de isopropanol, se añadió a continuación durante un período de 30 minutos. El ester de colofonia utilizado tenía un contenido de ácido libre de 8 mg de KOH/g y un punto de fusión de unos 100°C. A continuación se agregaron 10 partes de ftalato de dibutilo, durante un período de 30 minutos, y la mezcla se conservó a 80°C, con agitación, durante 3 horas. El producto después de separarse y secarse durante 16 horas a 55°C, contenía 9,7 partes del ester de colofonia y 14,8 partes de ftalato de dibutilo y presentaba la forma de gránulos de movi



302517

29

miento libre constituidos especialmente por dos o tres partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada.

Este procedimiento se repitió del mismo modo, excepto el éster de colofonia, y isopropanol y ftalato de dibutilo se añadieron juntos durante un período de 1 hora, y se obtuvo un producto de composición y forma física análogo gas.

EJEMPLO 31 - En éste Ejemplo se utilizó una nitrocelulosa

densa en forma de partículas regulares de - -

10. 3,17 x 3,17 x 0,79 mm., con un contenido medio de nitrógeno del orden de 10,7 a 11,2%. Una solución que contenía 40g de ésta nitrocelulosa disueltos en 95 cc de acetona y 5 cc de agua, tenía una viscosidad comprendida entre 30 y 50 poises a 20°C. Se agitaron 1000 partes de ésta nitrocelulosa,

15. mojadas con 520 partes de agua, en 2500 de isopropanol y 1980 partes de agua, y se lavó perfectamente a 80°C. Luego se añadieron 177 partes de ftalato de dibutilo durante un período de 30 minutos, y durante las 5 horas inmediatas, se separaron por destilación 2320 partes de una mezcla de isopropanol y agua, de tal modo que la concentración de isopropanol en el medio líquido restante, era, aproximadamente, del 20%. El medio líquido se diluyó a continuación al 10% de isopropanol aproximadamente en su concentración, por la adición de 2650 partes de agua y, mientras continuaba la

25. agitación, la mezcla se elevó de nuevo a 80°C. A continuación y durante un período de 1 hora, se añadieron 45 partes de ftalato de dibutilo, a un ritmo uniforme. Se continuó la agitación a 80°C durante otros 30 minutos. Después de enfriar, la nitrocelulosa plastificada se separó y se secó

30. durante 16 horas a 55°C. Estaba constituida por gránulos de

30251720



nitrocelulosa plastificada, formados por 2 á 4 partículas agregadas de nitrocelulosa plastificada. El contenido de ftalato de dibutilo era de 18,2 %.

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; también se ha-
10. ce constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Inglaterra, nº 29938/63 del 29 de julio de 1963, y 42397/63 del 28 de octubre de 1963, accogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye
15. la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: " PROCEDIMIENTO PARA PLASTIFICAR NITROCELULOSA " caracterizándose por lo siguiente:
- 1.- " Procedimiento para plastificar nitrocelulosa " 20. caracterizado porque comprende el poner en contacto la nitrocelulosa con un plastificante para la misma disuelto en un medio líquido que, prácticamente, no tiene acción disolvente sobre la nitrocelulosa, pero tiene acción disolvente sobre el plastificante, y luego; el aislar del medio líquido 25. la nitrocelulosa plastificada resultante.
- 2.- Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado porque el medio líquido comprende una solución acuosa de uno o más líquidos orgánicos.
- 3.- Procedimiento, según reivindicación 2, caracterizado porque la solución acuosa comprende una mezcla que 30. con



302517

tiene agua y líquido orgánico en el miscible, en una relación del orden de 1:1 a 19:1.

5. 4.- Procedimiento, según reivindicación 2 ó 3, caracterizado porque el líquido orgánico miscible con el agua no es un disolvente energético de la nitrocelulosa.
5. 5.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado porque el líquido orgánico miscible con el agua es etanol, propanol o isopropanol.
10. 6.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el plastificante presente se disuelve por completo en el medio líquido.
15. 7.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la concentración de plastificante en el medio líquido no excede del 10% en peso.
20. 8.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la nitrocelulosa se pone en contacto con el plastificante a una temperatura elevada.
20. 9.- Procedimiento, según reivindicación 8, caracterizado porque la nitrocelulosa se pone en contacto con el plastificante a la temperatura de reflujo del medio líquido o cerca de ella.
25. 10.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la nitrocelulosa se agita en el medio líquido y el plastificante se añade a la mezcla lentamente, en un grado tal que la concentración del plastificador en el medio líquido no exceda del 1% en peso.
30. 11.- Procedimiento, según cualquiera de las reivin-



302517

dicaciones 1 a 10, caracterizado porque la composición del medio líquido se altera durante el período en que la nitrocelulosa está en contacto con él, para variar la acción disolvente del medio líquido sobre el plastificante.

5. 12.- Procedimiento, según reivindicación 11, caracterizado porque el medio líquido se varía durante el proceso para llevar la relación de agua a líquido orgánico con ella miscible, entre los límites de 1:1 a 19:1, en alguna etapa del proceso.
10. 13.- Procedimiento, según reivindicaciones 11 ó 12, caracterizado porque la composición del medio líquido se altera para hacer que todo el plastificante pase al interior de la nitrocelulosa.
15. 14.- Procedimiento, según reivindicación 13, caracterizado porque prácticamente todo el líquido orgánico se retira del medio líquido durante el proceso.
15. 15.- Procedimiento, según reivindicaciones 13 ó 14, caracterizado porque la nitrocelulosa plastificada se enfría mientras está en suspensión en el medio líquido.
20. 16.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 15, caracterizado porque toda la cantidad necesaria de plastificante se disuelve inicialmente en el medio líquido o se añade al mismo durante un período de tiempo al iniciarse el proceso.
25. 17.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 16, para plastificar nitrocelulosa de grados de baja viscosidad, caracterizado porque el plastificante se añade al medio líquido durante un período de tiempo, y el medio líquido se ajusta durante el procedimiento para que sea relativamente rico en líquido orgánico miscible con el agua
- 30.

302517

29



cuando se inicia la adición de plastificante, y sea relativamente débil en líquido orgánico miscible con el agua, al terminar la adición de plastificante.

5. 18.- Procedimiento según reivindicación 17, caracterizado porque una mayor parte del plastificante se añade durante el tiempo en que la concentración de líquido orgánico miscible con el agua es relativamente elevada; la composición del medio líquido se cambia de tal modo que tenga una concentración relativa baja de líquido orgánico miscible con el agua, y la parte restante de plastificante se añade lentamente al medio líquido.

10. 19.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 á 18, caracterizado porque el plastificante es ftalato de dibutilo, ftalato de dioctilo, ftalato de dicitclohexilo, fosfato de trioresilo, aceite de ricino, alcanfor, nitroglicerina o dinitrato de glicol etilénico, o mezclas de los mismos.

15. 20.- Procedimiento para plastificar nitrocelulosa, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de treinta y cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

29 JUL. 1964

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MODEY