

361611

18



SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. G.	
CLASE <u>C</u>	<u>08</u>
SUBCLASE <u>B</u>	<u>    </u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: ETAT FRANCAIS représenté par le Minis-  
tre des Armées - Délégation Ministérielle  
pour l'Armement.- Direction des Foudres

Residencia: 12 Quai Henri IV, PARIS 4e, Francia

Enunciado: "PROCEDIMIENTO PERFECCIONADO DE NITRACION  
DE LA CELULOSA"

Prioridad: de la solicitud de patentes francesas No.  
P.V. 132.998 del 20 de diciembre de 1.967;  
No. P.V. 153.338 del 29 de mayo de 1.968

gc.-



Los procedimientos corrientes de fabricación de la nitrocelulosa consisten, en general, en hacer la nitración de la celulosa en una mezcla sulfonítrica. Tales procedimientos presentan varios inconvenientes entre los cuales se pueden citar:

- la necesidad de estabilizar la nitrocelulosa obtenida,
- una cierta degradación de la nitrocelulosa respecto a la celulosa utilizada,
- la imposibilidad práctica de obtener la nitrocelulosa con porcentaje de azoe superiores a 13,8.

Se ha investigado la manera de superar estos inconvenientes utilizando varios procedimientos: por ejemplo, la supresión del ácido sulfúrico en el baño de nitración puede permitir en ciertas condiciones evitar la operación de estabilización. Con este objeto, se ha aconsejado pues la utilización del ácido nítrico solo o de mezclas de ácido nítrico y de ácido fosfórico o de ácido nítrico y de ácido acético. En estos dos últimos casos, se observa siempre una degradación sensible de la nitrocelulosa obtenida con relación a la celulosa utilizada; además las relaciones de nitración  $R = \frac{\text{masa de mezcla de nitración}}{\text{masa de celulosa}}$  son siempre muy elevadas. En el caso de la utilización del ácido nítrico solo, la operación es muy delicada puesto que la celulosa se gelatiniza muy rápidamente en el ácido nítrico concentrado, formando una capa protectora que perturba la nitración en profundidad.

Para suprimir, entre otros, este último inconveniente, se ha propuesto hacer la nitración de la celulosa por una mezcla ácido nítrico-cloruro de metileno en exceso. Pero igualmente en este caso, las relaciones de nitración R son -



muy elevadas (del orden de 100 a 300) y arrastran casi siempre una gelatinización parcial de la nitrocelulosa.

5 Además, en todos estos procedimientos, la celulosa que ha de ser sometida a nitración debe presentarse bajo una forma dividida, de ahí la necesidad de operaciones previas tales, la "abertura" del algodón.

10 Por consiguiente, el presente invento tiene por objeto un procedimiento mejorado de nitración de la celulosa - que permite suprimir los inconvenientes mencionados mas arriba.

15 De conformidad con este procedimiento, se impregna previamente la celulosa que se ha de someter a la nitración con un solvente alifático clorado, y se la somete a la nitración por medio de un baño nitrante compuesto de ácido nítrico concentrado, de un solvente alifático clorado y eventualmente de un deshidratante potente, con una relación de nitración de 10 a 50, un contenido de ácido nítrico en el baño nitrante inferior o igual al 50% en peso, y a una temperatura de nitración de 0 a 45°C; después de la nitración se recupera la nitrocelulosa obtenida, una vez se haya estabilizado eventualmente.

20 Como solvente alifático clorado, se puede utilizar en particular el cloruro de metileno, el cloroformo, el tetracloruro de carbono y análogo o una mezcla de estos solventes. El solvente preferido es el cloruro de metileno.

25 Como deshidratante potente, se puede mencionar el anhídrido fosfórico. el anhídrido sulfúrico, el oleum, el anhídrido acético y análogo. El deshidratante preferido es el anhídrido fosfórico. La presencia de un deshidratante potente en el baño nitrante es necesaria en el caso en que se desee

30



obtener una nitrocelulosa que tenga un porcentaje de azoe superior al 13,8.

En la etapa de impregnación previa de la celulosa, se utiliza una relación ponderal solvente de impregnación: celulosa de 1/1 a 6/1 aproximadamente.

El invento presenta las siguientes ventajas múltiples:

- posibilidad de utilizar una relación de nitración relativamente pequeña incluida entre 10 y 50,

- posibilidad de obtener una nitrocelulosa no degradada, no gelatinizada y que posee sensiblemente la estructura de la celulosa inicial y su grado de polimerización,

- obtención de un producto generalmente estable directamente después del lavado, sin tratamiento especial de estabilización,

- posibilidad de nitrar celulosas de naturaleza y orígenes muy variados, tales como las pelusas de algodón, las pastas de madera, las celulosas hidrolizadas, las hidrocelulosas,

- posibilidad de nitrar celulosas que se presentan bajo formas distintas de la forma dividida, tales como peludos, hilos, telas, papeles, algodones, copos, mientras se conserva la forma original,

- facilidad de ajuste del porcentaje de azoe deseado, hasta sustitución completa de los grupos hidróxilo de la celulosa por grupos de nitrato, mediante una elección de la relación de nitración en el intervalo de 10 a 50 y del contenido de ácido nítrico en el baño nitrante en el intervalo de 0 a 50%,

- posibilidad de obtener una dispersión muy reducida



del porcentaje de azoe alrededor de la media deseada.

Además otras ventajas pueden aparecer, tales como la rapidez de la reacción, la seguridad en la fabricación, durante la puesta en práctica del presente invento.

5 El procedimiento según el invento puede ser llevado a la práctica de una manera general como sigue:

#### IMPREGNACION PREVIA

10 Esta impregnación previa se realiza poniendo en contacto la celulosa bajo cualquier forma y de cualquier naturaleza que sea con un solvente alifático clorado. Se puede realizar por ejemplo de manera discontinua por inmersión o en continuo por regado.

15 La impregnación puede hacerse fácilmente en baño líquido a la temperatura ordinaria. Su duración varía según el tipo de celulosa utilizado y su forma (de 30 segundos hasta varios minutos). Puede hacerse igualmente en fase vapor.

20 La cantidad de solvente alifático clorado ha de estar incluido entre 1 y 6 veces la cantidad de la celulosa que se trata de nitrar. Una relación superior a 6 implicaría una composición del baño de nitración tal que existiría un riesgo de que se produjera una separación en dos fases durante la nitración. Una relación inferior a 1 acarrearía el riesgo de conducir a una heterogeneidad de la impregnación y un riesgo de gelatinización de ciertas partes de celulosa mal impregnadas.

25 La utilización, como solventes alifáticos clorados del cloruro de metileno, del cloroformo, del tetracloruro de carbono, por ejemplo, conduce a resultados sensiblemente análogos. Sin embargo, el diagrama ternario de miscibilidad (agua-ácido nítrico- $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  o  $\text{C}_2\text{Cl}_4$ ) presenta una zona de mezcla ho

30



mogénea muy restringida y limita la gama de los baños de nitración utilizables con estos solventes. Este inconveniente es mucho menos sensible con el cloruro de metileno.

#### NITRACIÓN

5 La nitración se realiza mediante la puesta en contacto de la celulosa, previamente impregnada de solvente alifático clorado, con el baño nitrante. Este último está compuesto de ácido nítrico concentrado adicionado de un solvente alifático clorado y eventualmente de un deshidratante potente.

10 La puesta en práctica de la reacción que puede hacerse en continuo o en discontinuo se realiza de una manera conocida.

El contenido en agua del ácido nítrico concentrado utilizado ha de ser preferentemente inferior al 6% en peso en el caso de utilización del cloruro de metileno como solvente alifático clorado, habida cuenta del diagrama ternario de miscibilidad (agua-ácido nítrico- $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ). Sin embargo, siendo la homogeneidad de la fase líquida favorable a la obtención de una nitrocelulosa de calidad más homogénea, es preferible, para tener en cuenta el agua producida durante la reacción y la velocidad de difusión del agua fuera de la fibra, respecto a la velocidad de la reacción, utilizar ácidos nítricos concentrados que tengan un contenido de agua inferior a 1,5%.

20 Conviene limitar el contenido de ácido nítrico en el baño total de nitración (solvente alifático clorado impregnado inclusive) a un valor inferior o igual al 50%, para evitar cualquier riesgo de gelatinización.

La relación de nitración ha de ser superior a 10 e incluida entre 10 y 50.

30 Las temperaturas de nitración pueden variar entre 0 y 45°C. De esta forma se puede conducir fácilmente la reac-



ción hasta ebullición con reflujo de la mezcla reaccional.

#### OPERACION DE ACABADO

5 Generalmente, una vez terminada la reacción de nitración, se escurre la nitrocelulosa, se la enjuaga con solvente alifático clorado para recuperar el ácido nítrico que la impregna, y a continuación se la sumerge en agua; a continuación se recupera por destilación el solvente alifático clorado.

10 En el caso de la nitración de celulosas hidrolizadas y cuando se desea obtener una nitrocelulosa muy pura, las operaciones de acabado deben incluir una estabilización por medio de alcohol seguida de un enjuague con agua bipermutada y a continuación de un enjuague con alcohol en frío. Este último se elimina por ejemplo por ebullición bajo agitación.

15 Las nitrocelulosas así obtenidas son directamente estables y tiene prácticamente el mismo grado de polimerización que la celulosa de origen. Conservan igualmente la misma estructura fina.

20 Una aplicación industrial importante del procedimiento del invento es la fabricación de trinitratos de celulosas hidrolizadas o hidrocelulosas, que no pueden prepararse por el procedimiento clásico de nitración de la celulosa mediante un baño sulfonitrico que da productos gelatinizados y particularmente inestables.

25 Otras aplicaciones incluyen por ejemplo la fabricación de trinitratos de celulosa, de nitratos de celulosa de alta viscosidad, de papeles, cartones, hilos o telas nitradas que tienen buenas propiedades mecánicas.

30 El ajuste de la relación de azoe entre 0 y 13,8 se hace fácilmente haciendo variar la relación de nitración de 10 a 50 y el contenido de ácido nítrico en la mezcla ácido-



nítrico-agua-solvente alifático clorado entre 0 y 50%.

5 Cuando se quiere obtener nitrocelulosas con contenido de azoe superior a 13,8 (incluido entre 13,8 y 14,14) es necesario introducir un deshidratante potente, en el baño de nitración, Naturalmente, el deshidratante podrá evidentemente utilizarse también para las fabricaciones de nitrocelulosas con porcentaje de azoe inferior al 13,8.

10 Otra aplicación del invento se refiere a la preparación de una nitrocelulosa microcristalina estable y pura, util en particular como fuente de vapor atómica para el análisis mediante espectrofotometría de absorción atómica.

A continuación se ilustra el invento mediante ejemplos no limitativos de puesta en práctica del procedimiento de conformidad con el invento.

15 EJEMPLO 1

En un reactor de nitración se introducen 304 g. de anhídrido fosfórico, 1000 cc de cloruro de metileno, y a continuación 460 g. de ácido nítrico al 99%. Se añade, mientras se agita, la mezcla de 500 cc de cloruro de metileno con 162 g. de celulosa hidrolizada de grado de polimerización 135.

20 Los reactivos y el reactor han sido enfriados previamente a  $-5^{\circ}\text{C}$ . Después de la mezcla de los reactivos, la temperatura sube a  $+25^{\circ}\text{C}$  aproximadamente. Se deja reaccionar 30 minutos mientras se agita.

25 Se escurre la nitrocelulosa obtenida, y se la enjuaga con cloruro de metileno. Una muestra seca tiene un contenido de azoe de 14,0 y un grado de polimerización de 130.

EJEMPLO 2

30 Se vierte pasta de madera, en forma de cuadraditos de 7 mm de lado recortados en una hoja de 1,2 mm de espesor



1968

y que pesa  $800\text{g/m}^2$ , impregnada de cloruro de metileno en una mezcla de ácido nítrico al 99% - cloruro de metileno bajo agitación, de tal forma que el contenido de ácido nítrico en el baño resultante sea del 22% y la relación de nitración de 25,5. Se lleva la mezcla a ebullición con reflujo durante 15 minutos. La nitrocelulosa se enjuaga con cloruro de metileno. Su contenido de azoe es de 11,2 y es soluble en alcohol etílico.

EJEMPLO 3

Una pasta de eucaliptos en forma de cuadraditos de 5 mm de lado recortados en una hoja de 0,9 mm de espesor y que pesa  $700\text{g/m}^2$ , se agita en un reactor con 6 veces su peso de cloruro de metileno. A continuación se vierte un ácido nítrico al 99% diluido con cloruro de metileno mientras se mantiene una fuerte agitación, hasta obtener un contenido de ácido nítrico del 24,5% en el baño ácido nítrico-cloruro de metileno y una relación de nitración de 35,5. Se deja reaccionar 30 minutos a  $20^{\circ}\text{C}$  mientras se sigue agitando. Se obtiene una nitrocelulosa que tiene una relación de azoe de 12,0.

EJEMPLO 4

Unas pelusas de algodón impregnadas de cloruro de metileno se sumergen en una mezcla de ácido nítrico al 99% - cloruro de metileno. Para una relación de nitración de 30, un contenido de ácido nítrico de 45% en el baño resultante, el contenido de azoe de la nitrocelulosa obtenida después de 20 minutos de reacción a  $30^{\circ}\text{C}$  de agitación es igual a 13,4.

EJEMPLO 5

Una tela tejida con hilados finos de algodón de fibras largas, con un espesor de 0,15 mm se impregna con dos veces su peso de cloruro de metileno, y a continuación se la



somete a nitración durante 30 minutos a 25°C en un baño de ácido nítrico al 99%-cloruro de metileno. El porcentaje de ácido nítrico en el baño de nitración es del 30%, la relación de nitración es igual a 45. Se obtiene una tela nitrada de 5 0,30 mm de espesor, con contenido de azoe de 13,0.

La resistencia a la tracción, para una muestra de 1 cm de ancho, es de 11 kg. para la tela no nitrada, y de - 10,5 kg. para la tela nitrada.

En el siguiente ejemplo, se describe la puesta en - 10 práctica del procedimiento del invento con vistas a la preparación de una nitrocelulosa microcristalina estable y pura, útil en particular como fuente de vapor atómico, para el análisis por espectrofotometría de absorción atómica.

Este método de análisis está basado sobre el hecho de 15 que un vapor atómico absorbe una radiación en una longitud de onda que es específica del catión contenido en este vapor.

Para realizar por ejemplo el análisis de un catión por espectrofotometría de absorción atómica, se pulveriza habitualmente en la llama de un quemador el licor que contiene 20 el catión que se trata de dosificar.

De conformidad con otro método, la disociación molecular y a continuación el paso al estado de átomo se provoca por los gases que proceden de la combustión de un polvo a base de nitrocelulosa, y las muestras que se tratan de dosificar 25 están bien impregnadas, bien simplemente mezcladas con dicho polvo. Tal método permite trabajar sobre tomas de muestras mucho más pequeñas y no necesita la puesta en solución de las muestras que se trata de dosificar.

Para constituir una fuente valedera, el polvo de nitrocelulosa debe presentar simultáneamente varias propiedades: 30



5 a) - Puesto que la proporción de números de átomos excitados en relación con el número de átomos en estado fundamental ha de quedar siempre constante (según el principio de la dosificación por espectrometría por absorción atómica), conviene que la temperatura de llama del polvo sea constante: ahora bien, esta temperatura depende esencialmente del porcentaje de azoe de la nitrocelulosa utilizada, que ha de ser muy poco dispersado en el interior de la toma de muestra y muy constante de una toma a la otra;

10 b) - así mismo la velocidad de combustión de la toma de prueba ha de ser lo más constante posible (por radiación y convección, la duración de combustión influye sobre la temperatura de los gases). Ahora bien, esta velocidad es función del porcentaje de azoe del polvo;

15 c) - el polvo ha de estar exento de los cationes que se quiere dosificar, a fin de que estos no lleguen a falsear el resultado;

20 d) - la impregnación del polvo por el licor que se trata de dosificar ha de ser tan regular como sea posible, para evitar concentraciones preferenciales de los cationes que se tratande dosificar en el seno de la masa, que podrían provocar efectos de "dispersión", cuya consecuencia sería la de falsear completamente el resultado por defecto;

25 e) - el polvo ha de quedar estable en el tiempo y no descomponerse espontáneamente.

30 Las nitrocelulosas clásicas no permiten alcanzar un porcentaje de azoe bastante constante para que sean cómodamente utilizables. Además, su procedimiento de fabricación introduce un cierto número de cationes que a continuación serán indeseables.



Ahora bien, se ha descubierto, según el invento, que partiendo de una celulosa hidrolizada de la cual se han eliminado todas las partes amorfas, y por consiguiente partiendo de una celulosa microcristalina, el presente método de nitración permite obtener una nitrocelulosa que ha conservado su carácter microcristalino, cuyo porcentaje de azoe está muy poco dispersado alrededor de la media deseada, y cuyo grado de polimerización es rigurosamente constante.

Una nitrocelulosa de este tipo viene a ser utilizable como fuente de vapor atómico en espectrofotometría de absorción atómica después de uno o varios tratamientos de estabilización; de conformidad con el invento, con alcohol etílico a ebullición, cuyo objeto es el de eliminar todas las fibras de celulosas débilmente nitradas.

La relación alcohol : nitrocelulosa, durante este tratamiento es superior a 1 y preferentemente igual a 2:1 a 3:1 aproximadamente.

Un tratamiento de este tipo está seguido, después de escurrimiento y enfriamiento de la masa de nitrocelulosa estabilizada, por un cierto número de lavados con agua bipermutada y a continuación con alcohol etílico en frío, con escurrimiento después de cada lavado.

Preferentemente, se procede a cinco lavados con agua bipermutada, bajo agitación mecánica, a la presión atmosférica, a una temperatura de 10° a 40°C aproximadamente, con una relación nitrocelulosa : agua de 1:5 a 1:50 aproximadamente, durante un tiempo de 15 minutos aproximadamente por cada lavado, con escurrimiento bajo vacío después de cada lavado.

Estos lavados con agua bipermutada están seguidos de un escurrimiento bajo vacío de la masa de nitrocelulosa uti-



lizada y a continuación de un lavado en frío con alcohol, con la misma relación alcohol : nitrocelulosa de 2:1 a 5:1 aproximadamente.

5 Se ilustrará esta preparación en el siguiente ejemplo de puesta en práctica.

#### EJEMPLO 6

#### NITRACIÓN

10 En un reactor de nitración, se introducen 304 g de anhídrido fosfórico 1000 cc de cloruro de metileno, y a continuación 460 g de ácido nítrico al 99% para formar el baño nitrante.

Se añade a ello, mientras se agita, 162 g de celulosa hidrolizada con un grado de polimerización 135, previamente impregnada mediante 500 cc de cloruro de metileno.

15 Los reactivos y el reactor han sido enfriados previamente a  $-5^{\circ}\text{C}$ . Después de la mezcla de los reactivos, la temperatura sube a  $+25^{\circ}\text{C}$  aproximadamente. Se deja reaccionar 30 minutos mientras se sigue agitando.

20 Se escurre la nitrocelulosa obtenida, se la enjuaga con cloruro de metileno para obtener la nitrocelulosa (230 g) que tiene un contenido de azoe de 14,0 y un grado de polimerización de 130.

#### ESTABILIZACIÓN

25 Se trata a continuación 100 g de nitrocelulosa obtenida previamente mediante 200 cc de alcohol etílico al 95%, a ebullición, a la presión atmosférica, durante una hora. Este tratamiento está seguido de un escurrimiento bajo vacío, después de lo cual se procede a una nueva estabilización con 200 cc de alcohol etílico al 95%, a ebullición, a la presión atmosférica durante una hora; se escurre de nuevo bajo vacío

30



y se enfría a la temperatura ambiente la nitrocelulosa así estabilizada.

LAVADO CON AGUA BIPERMUTADA

5 Se procede a continuación a 5 lavados sucesivos con agua bipermutada, al baño maría a 30°C, bajo agitación mecánica y a presión atmosférica. Cada lavado se realiza con un litro de agua bipermutada, y dura 15 minutos. Cada lavado es tá seguido de un escurrimiento bajo vacío.

LAVADO CON ETANOL EN FRIO

10 La nitrocelulosa estabilizada y lavada con agua bipermutada, se somete a continuación a un lavado con etanol (200 cc) en frío (4°C), a la presión atmosférica, bajo agitación mecánica, durante 5 horas, y a continuación se escurre bajo vacío.

15 Se obtiene finalmente nitrocelulosa estabilizada, pura (85 g).

20 La pureza del producto de este ejemplo está puesta en evidencia por la dosificación de los elementos metálicos, en comparación con la nitrocelulosa microcristalina inicial, que no ha sido sometida a los tratamientos de conformidad con el invento.

<u>Elemento metálico dosificado</u>	<u>Nitrocelulosa microcristalina</u>	
	<u>Antes del tratamiento</u>	<u>Después del tratamiento</u>
Ca	50 ppm	5 ppm
Fe	10 ppm	1 ppm
25 Ca	5 ppm	nulo
Na	50 ppm	5 ppm
Co	50 ppm	nulo
Al	50 ppm	nulo
Li	50 ppm	nulo
Pb	50 ppm	nulo
Mg	50 ppm	nulo

30 La homogeneidad del producto de conformidad con el



invento se aprecia en función del error que se comete en la medición de la absorción por la llama de una nitrocelulosa microcristalina, en unas condiciones experimentales perfectamente definidas, de la radiación emitida por un elemento metálico dado, en este caso el cobre (longitud de onda 3.247 Å)

<u>Error relativo</u>	<u>Nitrocelulosa microcristalina</u>	
	<u>Antes del tratamiento</u>	<u>Después del tratamiento</u>
Para una serie de 30 medidas con un coeficiente de probabilidad igual al 95%	2,2 á	1,2 á
	2,6 %	1,5 %

La estabilidad del producto de conformidad con el invento está ilustrada por la prueba de Taliani realizada sobre muestras de nitrocelulosa microcristalina con porcentaje de azoe 13,5% estabilizadas con alcohol etílico a ebullición durante tiempos diferentes:

<u>Muestra comprobada</u>	<u>Prueba de Taliani</u>
-Nitrocelulosa estabilizada durante 30 minutos	83,75 minutos
-Nitrocelulosa estabilizada durante una hora	84,25 minutos
-Nitrocelulosa estabilizada durante dos horas	87,25 minutos
-Nitrocelulosa microcristalina no estabilizada	81 minutos

En resumen: La Patente de Invención que se solicita debiera recaer sobre las siguientes

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento perfeccionado de nitración de la celulosa con vistas a la fabricación de nitrocelulosa no degradada, estable, con porcentaje de azoe muy poco dispersado. caracterizado porque se impregna previamente la celulosa que se trata de someter a nitración que tiene una forma, y una na-



turalaleza cualquiera por un solvente alifático clorado, y se la somete a continuación a la nitración por medio de un baño nitrante compuesto de ácido nítrico concentrado, de un solvente alifático clorado y eventualmente de un deshidratante potente, con una relación de nitración de 10 a 50, un porcentaje de ácido nítrico en el baño nitrante inferior ó igual al 50% y a una temperatura de nitración de 0 a 45°C, despues de lo cual se recupera la nitrocelulosa obtenida.

2. Procedimiento segun la reivindicación 1, caracterizado porque el solvente alifático clorado es el cloruro de metileno.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el deshidratante es el anhídrido fosfórico.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, en la operación de impregnación previa de la celulosa que se trata de nitrar por un solvente alifático clorado, se utiliza una relación ponderal solvente: celulosa de 1:1 a 6:1 aproximadamente.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque con miras a la preparación de una nitrocelulosa microcristalina estable y pura, útil en particular como fuente de vapor atómica para el análisis por espectrofotometría de absorción atómica, se impregna previamente una celulosa hidrolizada, mediante un solvente alifático clorado, y se la somete a continuación a la nitración, por medio de un baño nitrante compuesto de ácido nítrico concentrado adicionado de un solvente alifático clorado y de un deshidratante potente, con una relación de nitración incluida entre 10 y 50, un porcentaje de ácido nítrico en el baño nitrante inferior ó igual al 50% y una temperatura de nitración de 0 a 45°C y se hace seguir a continuación la nitración por



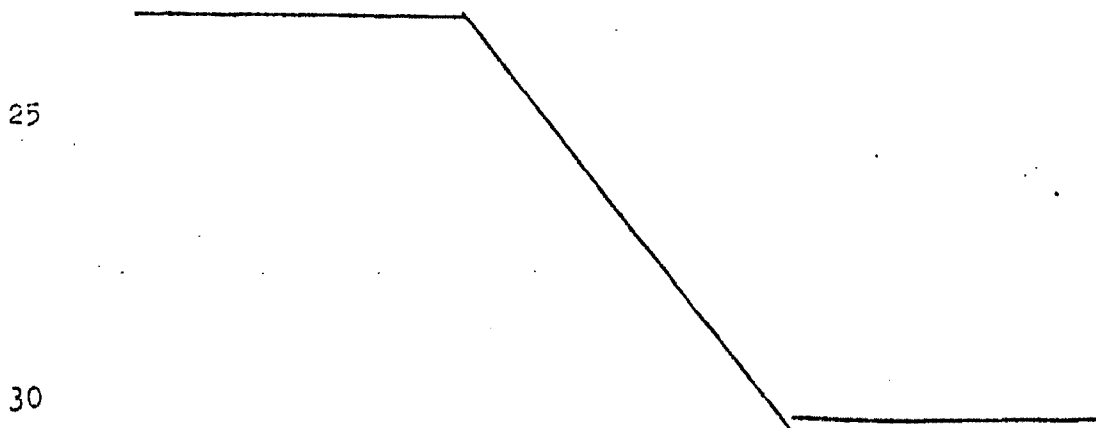
un tratamiento de estabilización con alcohol etílico a ebullición con una relación de alcohol : nitrocelulosa superior a 1, preferentemente igual a un valor de 2:1 a 3:1 aproximadamente y a continuación se enfría la nitrocelulosa estabilizada, se la escurra y se la lava con agua bipermutada, bajo agitación mecánica, a una temperatura de 10° a 40°C, aproximadamente, con una relación nitrocelulosa : agua de 1:5 a 1:50 aproximadamente, y se la escurra y lava a continuación con alcohol etílico en frío, con una relación alcohol : nitrocelulosa de 2:1 a 5:1 aproximadamente.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el solvente alifático clorado es el cloruro de metileno.

7. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el deshidratante es anhídrido fosfórico.

8. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque, en la impregnación previa de la celulosa hidrolizada, se utiliza una relación ponderal solvente : celulosa de 1:1 a 6:1 aproximadamente

9. -Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "PROCEDIMIENTO PERFECCIONADO DE NITRACION DE LA CELULOSA".





Todo conforme queda descrito y reivindicado en la -  
presente memoria, que consta de dieciocho páginas mecanogra-  
fiadas.

Madrid, 18 de diciembre de 1.968

BERNARDO UNGRIA

P.P.

5

10

15

20

25

30