

416778



# MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl. C.08B

— PATENTE DE INVENCION.

DURACION: VEINTE AÑOS

OBJETO: "PROCEDIMIENTO E INSTALACION PARA LA RECUPERACION DE LA NITROCELULOSA EN LAS AGUAS DE OREO DURANTE LA NITRACION DE LA CELULOSA".

— PRIORIDAD : País de origen : Francia.

Fecha depósito : 18 de Julio de 1.972.

Número : 72.25862.

---

Solicitante: SOCIETE NATIONALE DES POUDRES ET EXPLOSIFS, S.A.

Residencia: 12, quai Henri-IV - 75181 PARIS, Cédex 04 (Francia).

Nacionalidad: francesa.

416778



La presente invención concierne a un procedimiento particularmente adecuado para la recuperación de la nitrocelulosa contenida en las aguas procedentes del oreo efectuado después de la nitración de la celulosa durante la fabricación de la nitrocelulosa.

La invención concierne también a la instalación para la aplicación de dicho procedimiento.

La preparación de la nitrocelulosa por nitración de la celulosa es realizada siempre en medio acuoso, lo que requiere que se hagan seguir las fases clásicas de nitración y de estabilización por una fase de oreo destinada a eliminar la mayor parte del agua.

A la entrada de dicha fase de oreo, las concentración en nitrocelulosa es frecuentemente de 85 a 90 g/l., mientras que las aguas que salen de dicha operación contienen de 0,5 a 4 g/l. de nitrocelulosa, según el grado de refinación de la fibra de celulosa.

La nitrocelulosa está presente en las aguas procedentes del oreo en forma de una suspensión coloidal de partículas muy finas portadoras de una carga eléctrica negativa. Las fuerzas electrostáticas de repulsión entre partículas son en ella superiores a la fuerza de gravedad, de lo que resulta que las partículas quedan separadas y que la decantación es muy lenta o incluso nula.

Por consiguiente, se tiran dichas aguas, o bien se las trata para separar la nitrocelulosa que contienen.

Se ha advertido por otra parte, que la filtración de dichas aguas impone el empleo de un material poroso muy fino, obstruyéndose muy rápidamente los filtros de bujía hasta aquí empleados.

416778



Se ha pensado pues, para recuperar la nitrocelulosa coloidal, en realizar una coagulación previa de la misma haciendo desaparecer las cargas eléctricas negativas de las pequeñas partículas, lo cual surte el efecto de disminuir grandemente las fuerzas electrostáticas de repulsión en ventaja de las fuerzas de Van Der Waals. Se obtiene esta floculación de la nitrocelulosa mediante la introducción en el sistema de un portador de cargas eléctricas positivas.

La presente invención concierne a un procedimiento de recuperación de la nitrocelulosa basado en este principio y caracterizado por el hecho de que :

- la nitrocelulosa es floculada en las aguas de oro mediante adición de una poliacrilamida catiónica,
- ± las aguas floculadas son filtradas en un filtro de capa preliminar, cuya capa preliminar está constituida ella misma por nitrocelulosa floculada, lo cual realiza así una continuidad del medio de floculación,
- la nitrocelulosa es recuperada por raspado de la capa filtrada y puede ser incorporada directamente a los lotes de nitrocelulosa del mismo tipo, no afectando la estabilidad del producto acabado el floculante utilizado.

Entre las distintas poliacrilamidas utilizadas, la que ha dado los mejores resultados en el procedimiento según la invención, es decir la que ha permitido obtener una buena floculación eficaz con un tiempo de contacto suficientemente corto, es preparada por polimerización de una mezcla de N,N'-metilen-bisacrilamida y de acrilamida en presencia de N,N,N',N',-tetrametilendiamina.

En una preparación particularmente bien adecuada de dicha poliacrilamida, se emplean las proporciones siguientes de

416778



Los reactivos :

- Solución de acrilamida A

- N,N-metilenbissacrilamida . . . . . 0,8 g.
- acrilamida . . . . . 30 g.
- 65 agua . . . . . hasta 100 ml

- Solución de catalizador B

- N,N,N',N'-tetrametiletildiamina . . . . . 1 ml
- riboflavina . . . . . 14 mg
- 70 agua . . . . . hasta 100 ml

Estas soluciones son puestas en reacción en la proporción de :

- Solución de acrilamida A . . . . . 3 ml
- Solución de catalizador B . . . . . 0,8 ml

eventualmente en presencia de ácidos aminados anfólitos.

El producto obtenido se presenta con el aspecto de un polvo blanco que hay que diluir al 0,1% antes de su empleo, siendo la dosis que hay que utilizar de 3 a 5 g/m<sup>3</sup> de agua para tratar. Un producto afín es vendido en el comercio por la Allied Colloids, bajo la marca Magnafloc 202.

El límite inferior de concentración en nitrocelulosa del agua para tratar, con el cual la floculación se realiza bien es de 2 g/l., según una versión preferida de la invención, por lo cual se hace funcionar la estación de recuperación con un porcentaje de nitrocelulosa en las aguas de oreo comprendido entre 15 y 20 o/oo en peso. Esto implica un enriquecimiento preliminar de las aguas de oreo en nitrocelulosa, que se realiza mediante el reciclado en dichas aguas de una parte del producto de raspado de la capa filtrada.

Una temperatura relativamente elevada (20-25° C.) favorece la floculación, mientras que a 0° C. ésta es menos fá-

416778



cil debido a la menor agitación molecular.

El punto de inyección del floculante es también importante para el buen resultado de la operación de floculación.

95 Por fin, una vez efectuada la floculación con una suave agitación, hay que evitar "romper" el flóculo desmenuzándolo en su nueva toma para alimentar el filtro.

Según la invención, la instalación para la aplicación de este procedimiento se compone de la siguiente manera. La misma comprende:

100 - un filtro de vacío rotatorio (A) de capa preliminar, tipo Phillippe, para las aguas que hay que tratar, en el cual el vacío es producido por una bomba de anillo líquido (C), efectuándose en el recipiente (B) la separación del aire y del producto de filtración,

105 - una cuba de reciclado (F), agitada por un mezclador de cinta horizontal, en la que se introducen :

a) la nitrocelulosa procedente de un mezclador, destinada a formar la capa preliminar de filtración en el tambor del filtro, provisto de una tela de filtración especial. La  
110 nitrocelulosa es mezclada con reactivo floculante, siendo esencial este punto para conseguir la eficacia de la capa preliminar.

b) el agua para tratar, el floculante necesario y la nitrocelulosa procedente del reciclado de la capa preliminar y  
115 destinada a mantener la concentración del contenido del mezclador (F) por encima de un umbral mínimo.

La operación a) es una fase anterior a la operación b), que constituye de hecho el trabajo normal de la instalación.

- una bomba (E1), que alimenta al recipiente del filtro (A) con  
120 agua para tratar enriquecida en nitrocelulosa,



416778

- una banda sin fin (G) horizontal recibe el producto recuperado por raspado en la capa preliminar del filtro (A). Dicha banda tiene dos sentidos de rotación :

- 125 . en un sentido, alimenta la cuba de reciclado (F) para mantener la concentración de la mezcla para filtrar,
- . en el sentido contrario, alimenta la cuba mezcladora de espera (I), destinada a recoger la nitrocelulosa de las aguas de oreo, que es enviada luego a un mezclador del mismo tipo de nitrocelulosa; en espera de oreo,
- 130 . el filtrante es vuelto a tomar en la base de la columna barométrica del recipiente (B) por la bomba de extracción (E2), que alimenta el anillo líquido de la bomba de vacío (C).

Por otra parte :

- una estación de preparación y de dosificación de la solución de floculante acompaña la instalación y comprende los elementos siguientes :
- 135 . una cuba (J) en la que el floculante en polvo es introducido y dispersado, cargando la cuba siguiente K,
- . una cuba (K) que constituye la reserva del floculante en fase de utilización,
- 140 . una bomba dosificadora (L) que alimenta, desde la cuba (K), la cuba de reciclado (F) de floculante.

La instalación descrita anteriormente permite aplicar el procedimiento de la invención, funcionando de la siguiente manera :

145 Las aguas de oreo, que se encuentran en un foso de recepción de hormigón, son vueltas a tomar por bombas de un caudal de 25 m<sup>3</sup>/h para alimentar una cuba (F) de reciclado, de una capacidad de 5 m<sup>3</sup>, agitada, en la que se introducen simultáneamente los productos siguientes :

150

416778



- la dosis de floculante procedente de la estación de dosificación,
- la cantidad de nitrocelulosa procedente del filtro y que sirve para alimentar el circuito.

155 Una bomba (E1), de un caudal de 25 m<sup>3</sup>/h, alimenta desde la cuba el recipiente del filtro de vacío con tambor rotatorio de capa preliminar con barro para filtrar (no debiendo esta bomba romper el flóculo formado en la cuba (F)).

160 La capa preliminar, de una superficie de 8 m<sup>2</sup>, que conduce a una velocidad de paso de las aguas para filtrar del orden de 3 m/h, está constituida por barro de nitrocelulosa de la cuba (H) que alimenta las oreadoras Krauss-Maffei de acabado, introducido en la cuba (F) con floculante para la reconstitución periódica de la capa preliminar.

165 La torta, raspada por un raspador regulable sobre la capa preliminar del filtro, cae sobre una correa de caucho cuyo sentido de marcha es invertido según un programa predeterminado. Dicha banda alimenta en un sentido la cuba de reciclado de modo que mantiene una concentración mínima en el circuito de filtración de nitrocelulosa. En el otro sentido de avance, la banda alimenta el mezclador de espera, donde es almacenada la nitrocelulosa recuperada en las aguas de oreo.

170 El procedimiento según la invención, cuya descripción anterior constituye su aplicación, está caracterizado, pues, por el hecho de que :

- la floculación de la nitrocelulosa para recuperar en las aguas de oreo es realizada mediante una poliacrilamida particular,
- la recuperación de la nitrocelulosa es realizada luego por filtración en un filtro de capa preliminar, cuya capa preliminar misma está constituida por nitrocelulosa floculada, lo



185 cual realiza una continuidad del medio floculante. Un raspado de la torta, realizado en el filtro, suministra entonces una nitrocelulosa que se puede conducir directamente a los lotes de nitrocelulosa del mismo tipo, no afectando de modo alguno, el coagulante utilizado, la estabilidad del producto acabado.

La solicitante se reserva el derecho de obtención de los oportunos Certificados de Adición complementarios por las mejoras o perfeccionamientos que en lo sucesivo pudiera aconsejar la práctica.

190

N O T A :

195 Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de la presente invención, así como la forma en que la misma puede ser llevada a la práctica, se reivindican a título privativo las siguientes particularidades características, sobre las cuales ha de recaer la concesión del privilegio de PATENTE DE INVENCION que se solicita.

200 1). Procedimiento e instalación para la recuperación de la nitrocelulosa en las aguas de oreo durante la nitración de la celulosa, contenida en la proporción de 0,5 a 4 o/oo en peso, en las aguas de oreo después de la nitración de la celulosa, c a r a c t e r i z a d o el procedimiento por el hecho de que la nitrocelulosa es floculada en las aguas de oreo mediante el empleo de una poliacrilamida catiónica, filtrándose luego las aguas floculadas en un filtro de capa preliminar cuya  
205 capa preliminar misma está constituida por nitrocelulosa floculada, lo cual permite realizar una continuidad del medio floculante.

210 2). Procedimiento e instalación para la recuperación de la nitrocelulosa en las aguas de oreo durante la nitración de la celulosa, según la reivindicación 1), caracterizado el

*me*



procedimiento por el hecho de que la proporción de nitrocelulosa en las aguas de oreo es enriquecida a un valor superior a 2 o/oo en peso, que representa el umbral de floculación, realizándose dicho enriquecimiento por reciclado en las aguas de oreo de una parte de la capa filtrada recuperada de la capa preliminar del filtro.

215 3). Procedimiento e instalación para la recuperación de la nitrocelulosa en las aguas de oreo durante la nitración de la celulosa, según la reivindicación 2), caracterizado dicho procedimiento por el hecho de que la proporción de nitrocelulosa de las aguas de oreo es llevada a un valor comprendido entre el 15 y el 20 o/oo.

225 4). Procedimiento e instalación para la recuperación de la nitrocelulosa en las aguas de oreo durante la nitración de la celulosa, según la reivindicación 1), caracterizado el mismo procedimiento por el hecho de que la poliacrilamida es empleada en las aguas de oreo a una concentración comprendida entre 3 y 5 mg/l.

230 5). Procedimiento e instalación para la recuperación de la nitrocelulosa en las aguas de oreo durante la nitración de la celulosa, según una cualquiera de las reivindicaciones 1) a 4), caracterizado el mencionado procedimiento por el hecho de que la poliacrilamida catiónica es obtenida por polimerización de N,N-metilenbisacrilamida y de acrilamida en presencia de  
235 N,N,N',N'-tetrametilendiamina.

240 6). Procedimiento e instalación para la recuperación de la nitrocelulosa en las aguas de oreo durante la nitración de la celulosa, según reivindicaciones anteriores, cuya instalación se caracteriza por comprender un filtro de vacío rotatorio cuyo tambor está provisto de una tela de filtración es-



245 pecial en la que se forma la capa preliminar, recuperándose la  
 capa filtrada por un raspador regulable y cayendo sobre una  
 banda cuyo sentido de marcha es invertido según un programa pre-  
 determinado, permitiendo el desplazamiento, en un sentido, en-  
 riquecer en nitrocelulosa las aguas para tratar antes de la ope-  
 ración de floculación, mientras que, en el otro sentido, la ni-  
 trocelulosa es conducida directamente al almacenamiento.

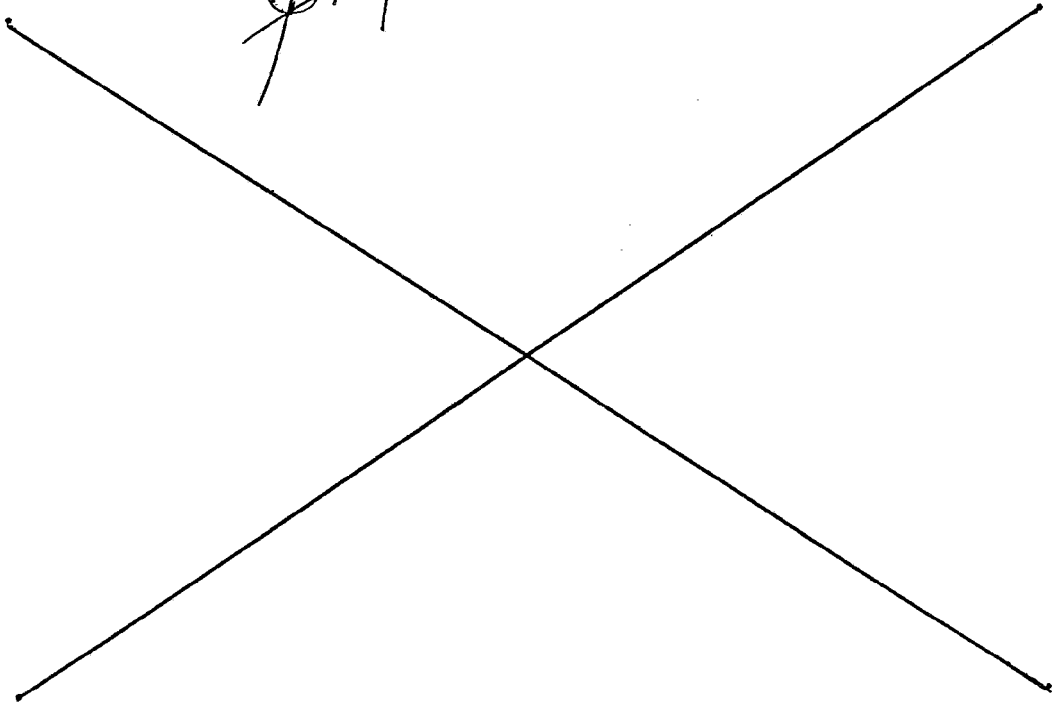
250 7) "PROCEDIMIENTO E INSTALACION PARA LA RECUPERACION  
 DE LA NITROCELULOSA EN LAS AGUAS DE OREO DURANTE LA NITRACION  
 DE LA CELULOSA".

Todo ello según queda expuesto en la presente Memoria  
 que consta de diez hojas foliadas y mecanografiadas por una so-  
 la cara y una hoja de dibujos que con la misma se acompaña.

MADRID, 11 de Julio de 1973.

P. A.

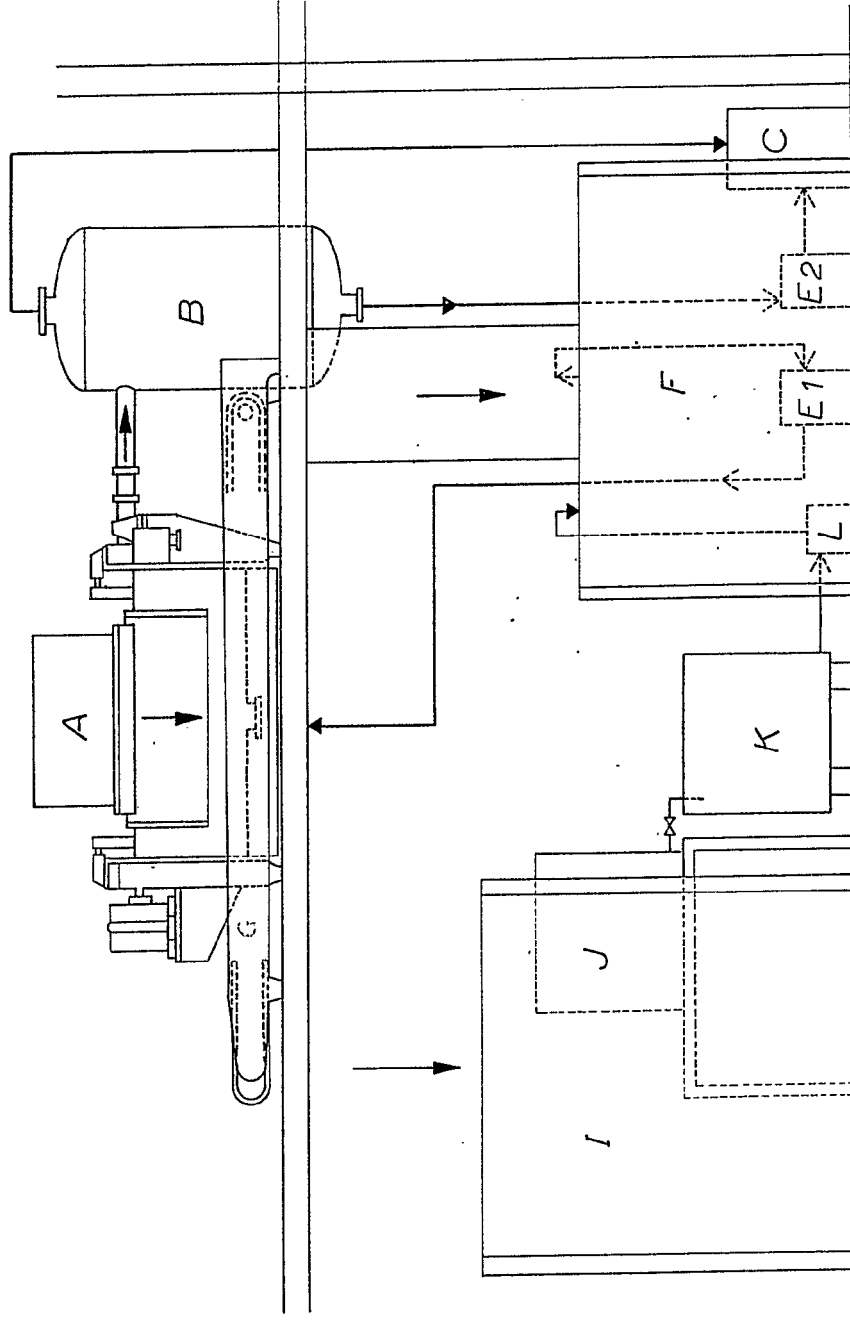
*Modesto P. P.*  
 P. P.



*m/c*

416778

416778



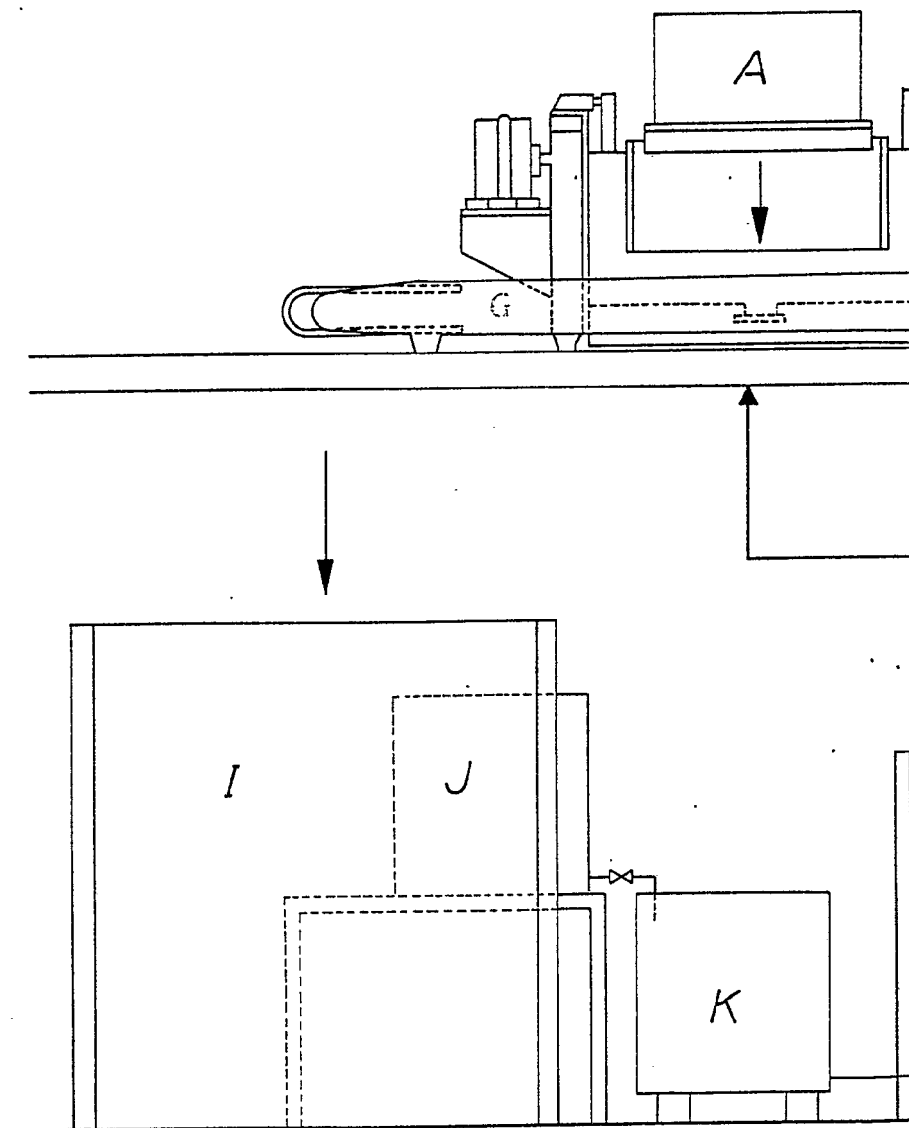
Madrid

11 JUL. 1973

*W. P. P.*  
*W. P. P.*

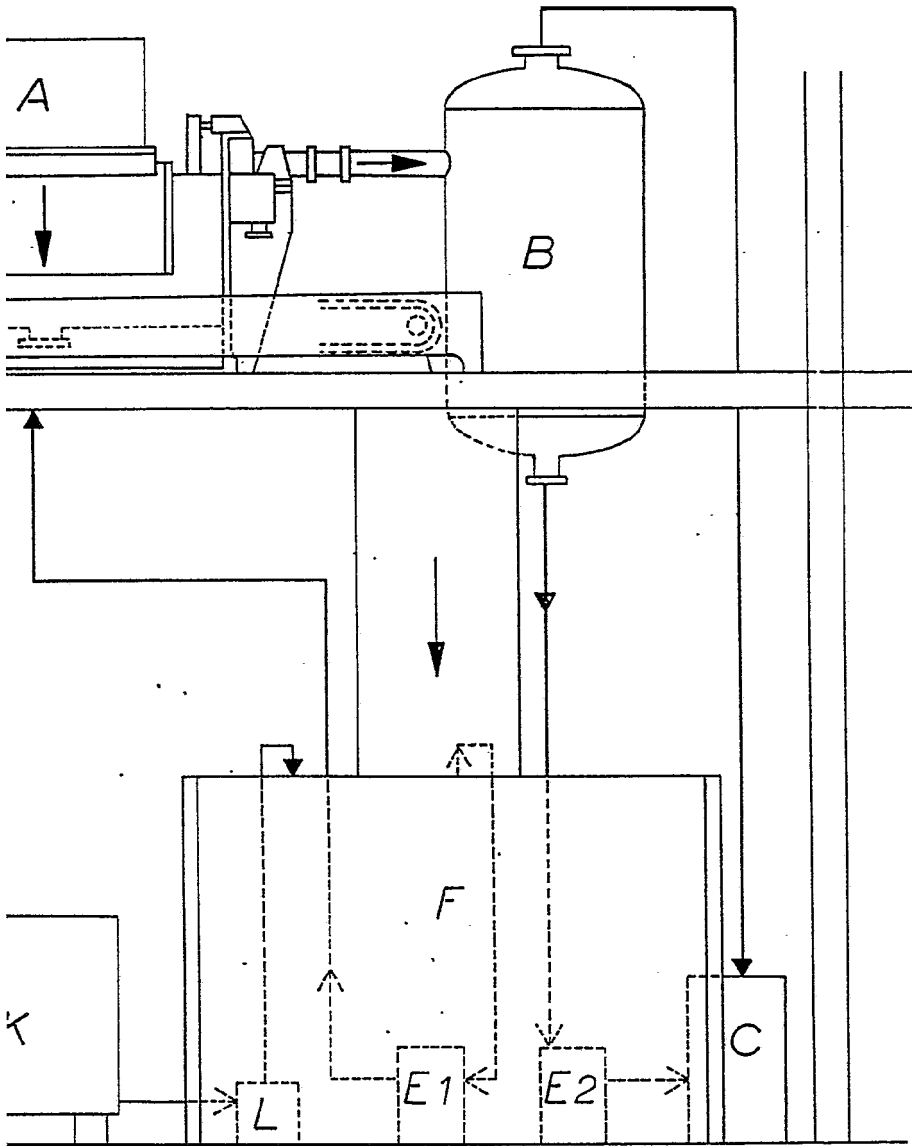
ESCALA VARIABLE

416778



ESCALA VARIABLE

416778



Madrid

11 JUL 1973

*Modesto Polo*  
F. P.