



10 ES	11 21	NUMERO 468081	10 A1
22		FECHA DE PRESENTACION 21 MARZO 1978	

20 NOV. 1978

Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y según el con-
tenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

50 PRIORIDADES: 51 NUMERO 77.09540	52 FECHA 30 Marzo 1977	53 PAIS FRANCIA
---	----------------------------------	---------------------------

54 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C04B; C08B	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	---	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION " PROCEDIMIENTO E INSTALACION PARA LA NITRACION EN CONTINUO DE LA CELULOSA "
--

71 SOLICITANTE (S) SOCIETE NATIONALE DES POUURES ET EXPLOSIFS, S.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE 12, quai Henri IV - 75181 PARIS CEDEX 04 (Francia).

72 INVENTOR (ES) François, Ange POLLOZEC; Gontran ROYER; Rémy FAVROT; Michel, Bernard, Jacques MAURES y André, Jacques MENGELLE.
--

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE MODESTO POLO SANZ - Agente Oficial de la Propiedad Industrial.

La presente invención tiene por objeto un nuevo procedimiento de nitración en continuo, aplicable en particular a la fabricación de la nitrocelulosa, así como una instalación para la realización de tal procedimiento.

5 La nitración de la celulosa por un baño de nitración constituido por una mezcla de ácido nítrico, de ácido sulfúrico y de agua, es una reacción equilibrada, exotérmica, relativamente lenta, principalmente a causa de su carácter topoquímico: la velocidad de la reacción de nitración queda de hecho limitada por la velocidad de
10 difusión del ácido nítrico, por una parte, y del agua, por otra parte, a través de las fibras de celulosa. Una nitración homogénea y de características ajustadas, necesita, pues:

15 - una dispersión reducida de los tiempos de permanencia en el reactor de nitración,

- una agitación fuerte (favorable igualmente a una buena velocidad de reacción),

20 - pérdidas de vapores ácidos muy reducidas, ya que la reacción es sensible a variaciones ínfimas de la composición del baño,

25 - una buena regulación de la temperatura: una temperatura demasiado baja hace más lenta la reacción e influye algo sobre el estado final; una temperatura demasiado alta acentúa las pérdidas de vapores ácidos,

- un trabajo realizado bajo ligera presión, que permita la obtención de grados más elevados de nitrógeno.

30 Los procedimientos conocidos de nitración de la celulosa comprenden procedimientos en discontinuidad y procedimientos en continuidad.

Según los procedimientos en discontinuidad, se introducen la celulosa y el baño de nitración, por gases, en mezcladoras y se mantienen bajo agitación el tiempo necesario para la reacción. En teoría, se posee el control de todos los parámetros indicados más arriba, salvo por lo que respecta a la temperatura, al ser la superficie de trueque térmico de dichas mezcladoras relativamente reducida.

En la práctica, los aparatos discontinuos funcionan realmente:

- a la presión atmosférica,
- bajo una agitación de tipo medio,
- prácticamente al aire libre, por lo que se producen pérdidas importantes de vapores ácidos.

Sólo es un elemento favorable el tiempo de permanencia, perfectamente determinado.

Los procedimientos continuos se realizan en la práctica, bien sea en reactores de tornillo, bien en reactores montados en cascadas, o bien en reactores tubulares.

En los reactores de tornillo, la pasta de celulosa y de baño de nitración se mueve bajo la acción de un tornillo, cuyo régimen de rotación fija el tiempo de reacción.

En estos reactores, como en el procedimiento en discontinuidad, el tiempo de permanencia queda bien determinado. Por el contrario, es difícil realizar con eficacia la agitación, y es prácticamente imposible planear un trabajo realizado bajo presión. Las pérdidas de vapores y la temperatura son difíciles de dominar. En los reactores en cascada, se agita la pasta en curso de nitración, dentro

- de mezcladoras y circula de una a otra por desbordamiento.

La dispersión del tiempo de permanencia disminuye a medida que se va aumentando el número de los reactores. En teoría, se puede concebir una instalación de este tipo que
5 responda a las condiciones enunciadas más arriba. En la práctica, no sucede así de ninguna manera, y tales aparatos no son mejores que los reactores de tornillo.

Por otra parte, la regulación de temperatura plantea siempre un problema por el hecho de la escasa superficie de trueque o intercambio.
10

En los reactores tubulares, la materia que se somete a nitración circula por un serpentín, de un extremo al otro del mismo. Sin embargo, tal reactor sólo puede ofrecer una posibilidad de caudal y de tiempo de permanencia.
15

La presente invención permite evitar los inconvenientes de los procedimientos clásicos de nitración de la celulosa, puestos en evidencia más arriba, gracias a un nuevo procedimiento de nitración en continuo denominado
20 "en bucles" (circuitos curvos) de la celulosa, por un baño de nitración que contiene una mezcla de ácido nítrico, de ácido sulfúrico y de agua.

Según este nuevo procedimiento, se inyecta en continuo, bajo presión, de preferencia por medio de una
25 bomba de inyección, una pasta compuesta de una mezcla en cantidades dosificadas, de celulosa y de baño de nitración, en un reactor de nitración constituido por un bucle o circuito curvo de tubería cerrado.

Se hace circular dicha pasta en circuito cerrado
30 por este bucle, protegida del aire, por medio de una bomba

- [de circulación montada sobre este bucle, a razón de un caudal de circulación notablemente superior al caudal de inyección de esta pasta en dicho bucle, de modo que se introduce una agitación intensa de la indicada pasta en el referido bucle; se traspasa eventualmente la pasta de este bucle a, por lo menos, un reactor secundario de nitración, igualmente constituido por un bucle cerrado de tubería, con un caudal de transferencia igual al caudal de inyección; se hace circular la pasta transferida en circuito cerrado, por este bucle secundario, mediante una bomba de circulación montada sobre este bucle secundario, a razón de un caudal de circulación notablemente superior a dicho caudal de inyección, de modo que se asegure así una agitación intensa de la pasta; se saca en continuo la pasta de este bucle secundario, a razón de un caudal igual al caudal de inyección, y se recupera la nitrocelulosa así obtenida.

Según una variante de este procedimiento, se inyecta en continuo, bajo presión, de preferencia por medio de una bomba de inyección, la pasta de nitración, en un reactor primario de nitración constituido por un bucle cerrado de tubería;

- se hace circular dicha pasta en circuito cerrado por este bucle, protegida del aire, mediante una bomba de circulación montada sobre este bucle, a razón de un caudal de circulación notablemente superior al caudal de inyección de esta pasta en este bucle, de manera que se asegura una agitación intensa de la pasta dentro del bucle;

- se transfiere en continuo la pasta desde dicho bucle sucesivamente a varios reactores secundarios de ni-

tración, constituido cada uno de ellos por una curva o bucle cerrado de tubería, y empalmados entre sí y al reactor primario, de dos en dos, en cascada o en serie, con un caudal de traspaso igual a dicho caudal de inyección;

5

- se hace circular la pasta por cada uno de estos bucles secundarios, en circuito cerrado, protegida del aire, mediante una bomba de circulación montada en cada uno de tales bucles, a razón de un caudal de circulación notablemente superior a dicho caudal de inyección, para lograr una agitación intensa de la pasta en cada bucle;

10

- se extrae la pasta del último bucle, a razón de un caudal igual a dicho caudal de inyección, y se recupera la nitrocelulosa así obtenida.

15

Así pues, la bomba de inyección asegura la alimentación bajo presión de la pasta al bucle primario de nitración e igualmente, el traslado de esta pasta desde dicho bucle primario, sucesivamente a los bucles secundarios de nitración, de bucle en bucle, gracias a la sobrepresión engendrada por dicha bomba de inyección, y determina, pues, el tiempo de permanencia de la pasta en la instalación de nitración.

20

Esta bomba de inyección debe vencer:

- por una parte, las pérdidas de carga en los conductos de inyección y en los conductos de traspaso entre los bucles de nitración,

25

- y por otra parte, la suma de las alturas manométricas realizadas por las bombas de circulación.

30

El punto de funcionamiento de la bomba de inyección se halla en la intersección de la curva de la ca-

- [racterística de esta bomba, y de la curva que representa]
la altura manométrica total que ha de aportar la bomba de
inyección, en función del caudal de inyección. Se debe,
pues, escoger una bomba que proporcione un pequeño caudal
5 bajo la mayor altura manométrica posible, e igualmente, en
contrar un medio para hacer variar este caudal con miras
a modificar la duración de la permanencia de la pasta dentro
de la instalación.

Las bombas Volumétricas, que dan un caudal regu-
10 lable bajo una altura manométrica prácticamente indetermi-
na da responden a criterios de selección. No obstante, con
este tipo de bomba, variaciones débiles de caudal corres-
ponden a fuertes variaciones en la presión de inyección,
lo cual podría constituir un grave riesgo de explosión en
15 el caso de la fabricación de nitrocelulosa, si se produ-
jera un taponamiento accidental en la instalación.

Se han elegido las bombas centrífugas por razones
de seguridad, ya que con este tipo de bomba, con una va-
riación débil de la altura manométrica, varía fuertemente
20 el caudal, lo que suprime los riesgos de explosión en el
caso de una obstrucción accidental.

Para hacer variar el caudal de inyección, a fin
de modificar la duración de la permanencia en la instala-
ción, se puede prever un variador de velocidad en el ac-
25 cionamiento de la bomba centrífuga.

Por otra parte, en cada bucle o circuito curvo
de nitración, circula la pasta a una velocidad notable-
mente mayor que la velocidad de inyección, efectuándose
la aceleración por la acción de la bomba de circulación,
30 que realiza una viva agitación.

Las bombas de circulación permiten así mantener el número de Reynolds en los bucles de nitración con un valor suficiente, incluso con los menores caudales de inyección.

5 Las bombas de circulación deben, pues:

- por una parte, comunicar a la pasta una velocidad de circulación dentro de los bucles que sea la mayor posible con relación a la velocidad de inyección, y

10 - por otra parte, vencer las pérdidas de carga en los bucles.

Se debe, pues, escoger, una bomba de circulación que proporcione un gran caudal bajo una pequeña altura manométrica.

15 Pueden convenir, a tal efecto, las bombas centrífugas. El hecho de proveer a estas bombas de circulación de un variador de velocidad, permite eliminar los riesgos de taponamiento, de la instalación, en el caso de que el caudal de inyección llegue a ser demasiado escaso.

20 Según la implantación, se pueden escoger, para cada bucle de nitración varias disposiciones posibles, pudiendo ayudar los bucles o bien actuar en sentido contrario a la bomba de inyección, o también ser "transparentes", según que los conductos de inyección y de extracción de la pasta enmarquen o encuadren a la bomba de circulación de
25 cada bucle de nitración, o que, por el contrario, estén extremadamente próximos y no enmarquen a la mencionada bomba de circulación.

30 Se selecciona una u otra disposición, según que se desee montar la instalación en altura, (en el caso de que la superficie disponible en el suelo sea limitada) o que

se desee montar la instalación horizontalmente sobre el suelo, totalmente (en el caso de que sea ilimitada la superficie disponible).

Por lo que se refiere a los parámetros de funcionamiento, y más particularmente a la duración de la reacción de nitración, se alcanza el grado de nitrógeno nominal de las nitrocelulosas tras 7 minutos de permanencia de la pasta en la instalación, tratándose de una nitrocelulosa de un grado de nitrógeno medio, y es de 8 minutos para una nitrocelulosa de un grado elevado de nitrógeno.

Por lo que se refiere a la temperatura de reacción, su influencia es débil sobre el grado final de nitrógeno; por el contrario, la temperatura de reacción tiene un efecto importante sobre la velocidad de la nitración. Una temperatura de reacción inferior o igual a 43°C da buenos resultados.

Por lo que respecta a la concentración, no es posible canalizar la pasta a cualquier concentración, ya que el aumento de concentración tiene como consecuencia obstrucciones en la instalación. Se ha escogido, según la invención, una concentración de 30 g/l, lo que corresponde a una proporción de nitración de 50 a 60.

Las ventajas de la nitración en circuitos curvos o bucles son numerosas:

- se trata de un procedimiento en continuo, más rápido que los procedimientos de nitración clásicos;
- no existe fase intermedia atmósfera/baño de nitración, y por tanto, se evita la emisión de vapores nitrosos, y por ende, se logra una nitración más eficaz y un consumo menor del baño;

- la entrada en circulación de la pasta a gran velocidad por las curvas o bucles, permite realizar una buena agitación y la utilización de bucles permite reducir la longitud de la instalación. (A partir de cuatro a cinco bucles se hacen muy pequeñas las separaciones en tiempo o cortes).

El procedimiento conforme a la invención debe conducir a una instalación que ofrecerá más seguridad.

La instalación es bastante simple y los gastos de explotación son inferiores a los de las instalaciones existentes.

Las pruebas que a continuación se describen han demostrado que se pueden fabricar sin dificultad nitrocelulosas de tipos clásicos con una proporción de nitrógeno media o con una proporción de nitrógeno elevada.

No obstante, se puede extender el procedimiento a todos los tipos de nitrocelulosas, la única restricción para la utilización del procedimiento es la concentración de las pastas vehiculadas. En términos generales, tal concentración no debe rebasar los 50 g/l. Además, existen, igualmente, límites inferiores para el diámetro de la tubería y para la velocidad de traslado de la pasta: no se puede apenas descender por debajo de 0,7 m/s en la velocidad de inyección y de transferencia, ni por debajo de 80 mm por lo que se refiere al diámetro. Por consiguiente, el caudal de inyección será del orden de 30 m³/h como mínimo, siendo el caudal de circulación el mayor posible (120 m³/h, por ejemplo), a fin de mejorar la agitación. En la práctica, no es posible alcanzar un régimen turbulento rugoso.

La nitración en bucles o curvas cerradas permite

- [obtener, efectivamente, proporciones de nitrógeno más exactas y más elevadas, siendo el punto más espectacular la reducción del consumo de ácido nítrico, que queda dividido por 1,2 en el caso de nitrocelulosas de un grado medio de nitrógeno.]

5 Por otra parte, la duración de la nitración es mucho menos elevada que en una nitración a presión atmosférica; disminuye en la mitad (10 minutos frente a 20 minutos en los sistemas clásicos).

10 La presente invención tiene igualmente por objeto una instalación para la realización del procedimiento de nitración "en bucles", en continuo, de la celulosa, por un baño de nitración que contiene una mezcla de ácido nítrico, de ácido sulfúrico y de agua.

15 Tal instalación comprende, según la invención:

(a) un impregnador equipado con un agitador, con una llegada de baño de nitración, y con una llegada de celulosa, para realizar la mezcla de la celulosa con el baño de nitración en cantidades dosificadas, para formar una pasta;

20

(b) un dispositivo de nitración, que comprende:

- un reactor primario de nitración, constituido por una curva o bucle cerrado de tubería;

25

- una bomba de inyección para alimentar bajo presión la pasta procedente del impregnador en el citado bucle;

- una bomba de circulación montada sobre este bucle, de un caudal notablemente superior al de la bomba de inyección, para asegurar la puesta en circulación y la agitación intensa de la pasta dentro de dicho bucle; la instalación

30

[puede eventualmente comprender uno o varios reactores se]

- [cundarios de nitración, constituidos cada uno de ellos por]
un bucle cerrado de tubería y empalmados entre sí, y al
reactor primario, de dos en dos, en cascada o en serie,
por unos conductos de transferencia, existiendo una bomba
5 de circulación, de caudal notablemente superior al de la
bomba de inyección, montada sobre cada bucle secundario
para asegurar la entrada en circulación y la agitación in-
tensa de la pasta dentro de este bucle, efectuándose el
traslado de la pasta de bucle en bucle por medio de la so-
10 brepresión engendrada por la bomba de inyección.

Se puede asimismo prever un dispositivo de re-
cepción del producto nitrado, dispuesto a la salida del
conducto de extracción de la pasta, previsto en el último
bucle de nitración.

15 Describiremos a continuación la invención, con re-
ferencia al plano adjunto, en el cual:

La figura 1, es una vista esquemática de una ins-
talación de nitración en bucle o circuito curvo, según la
invención, que comprende un solo bucle o circuito curvo
20 de nitración.

La figura 2, es una variante de la figura 1, y
representa una instalación que comprende varios bucles o
circuitos curvos de nitración.

25 La instalación para la nitración en continuo de
la celulosa, según la invención, tal como se ha representado
en la figura 1 del plano, comprende un impregnador (1),
equipado con un agitador (2) y alimentado en baño de ni-
tración por un conducto sumergible (3), y en celulosa por
una banda transportadora (4), y en el cual la celulosa y
30 [el baño de nitración, aportados en cantidades dosificadas,]

se mezclan para formar una pasta; una bomba de distribución (5), que ventajosamente será una bomba centrífuga, provista de un variador de velocidad, efectúa el paso de la pasta así preparada, por los conductos 6 y 7, al interior de un reactor de nitración, que presenta la forma particular de un bucle o curva cerrada de tubería (8); en este bucle, y ligeramente más adelante del punto de empalme con el conducto (7), se encuentra montada una bomba de circulación (9), constituida ventajosamente por una bomba centrífuga igualmente provista de un variador de velocidad; la extracción de la pasta, desde el bucle (8), después de la nitración completa, se hace por el conducto de extracción (10), en un punto situado por delante del punto de empalme del conducto (7); la pasta extraída se envía a un depósito colector (11).

Este montaje, en el que la inyección y la extracción de la pasta se encuentran en el mismo lado de la bomba de circulación se denomina "de bucle transparente con ligero efecto de bomba". Este tipo de bucle permite montar la instalación unitariamente en disposición horizontal y realizar una economía de potencia en la inyección.

Una vez en funciones, se mezclan la nitrocelulosa y el baño de nitración en el impregnador (1), y se inyecta la pasta así preparada, bajo presión, en el bucle de nitración (8), por medio de la bomba de distribución (5).

En este bucle, circula la pasta en el sentido de la flecha f, a una velocidad acusadamente mayor que la velocidad de distribución (de la bomba 5), bajo la acción de la bomba de circulación (9), cuyo caudal se establece de modo que sea notablemente superior al de la bomba de

distribución (5), con lo que la bomba de circulación realizará una agitación intensa de la pasta.

La extracción de la celulosa nitrada de este bucle (o la transferencia de la pasta de bucle en bucle, en el caso de una instalación de varios bucles de nitración, se realiza por la bomba de distribución (5), gracias a la sobrepresión que la misma engrenda, por un caudal de extracción (o de transferencia) igual al caudal de inyección de la pasta en dicho bucle por la misma bomba. El caudal de esta bomba de distribución determina, pues, el tiempo de permanencia de la pasta dentro del bucle de nitración.

Se hace pasar la celulosa nitrada extraída al depósito colector (11), pudiendo recogerse en una secadora o centrífuga continua (no representada).

Según la variante representada en la figura 2, la instalación comprende 4 bucles de nitración (8a, 8b, 8c y 8d), repartidos en altura, y empalmados de dos en dos por unos conductos de empalme (10a, 10b, 10c), sirviendo el conducto (10d) para la extracción de la celulosa nitrada del último bucle.

Cada bucle de nitración está equipado con una bomba de circulación (9a, 9b, 9c, 9d), del tipo bomba centrífuga, provista de un variador de velocidad, de caudal notablemente superior al de la bomba de distribución (5). Como puede verse en el dibujo, el conducto de inyección (7) comunica la bomba de distribución (5) con el primer bucle de nitración (8a) en un punto de este bucle situado ligeramente más adelante de la bomba de circulación (9a), en el sentido de la corriente, en tanto que el conducto de empalme (10a)

une el primer bucle (8a) (en un punto situado por delante de la bomba de circulación (9a), enmarcando así los conductos (7 y 10a) a la referida bomba (9a)), al segundo bucle (8b) (en un punto situado ligeramente a continuación de la bomba de circulación (9c)) y así sucesivamente; el conducto de extracción (10d) evacúa la celulosa nitrada del último bucle de nitración (8d), a una centrífuga o secadora continua (12).

El montaje así descrito, en el que la inyección y la extracción de la pasta enmarcan a la bomba de circulación, es del tipo "de bucles de efecto freno". Este tipo de circuitos curvos o bucles permite montar la instalación en altura, en el caso de que la superficie de suelo disponible sea limitada.

Durante el funcionamiento, la pasta de celulosa y de baño de nitración preparada en el impregnador (1) se inyecta bajo presión, por la acción de la bomba de distribución (5) en el primer bucle de nitración (8a). En este bucle se canaliza la pasta en el sentido de las flechas a una velocidad grande con respecto a la velocidad de distribución, bajo la acción de la bomba de circulación (9a), que asegura una agitación intensa de la pasta.

La bomba de distribución (5), gracias a la sobrepresión que engendra, asegura el traspaso de la pasta, del primer bucle (8a) al segundo bucle (8b), por el conducto de unión (10a), a razón de un caudal igual al caudal de inyección, y así sucesivamente, asegurando la bomba de circulación la agitación intensa de la pasta en cada bucle de nitración, mientras que la bomba de distribución asegura el paso de dicha pasta de bucle en bucle.

Finalmente, se evacúa la celulosa nitrada del último bucle (8d) y se recoge en la hidroextractora continua (12).

Las condiciones escogidas para la nitración de la celulosa en las instalaciones que quedan descritas son las siguientes:

- diámetro de los conductos (que constituyen los bucles o circuitos curvos de nitración, y los conductos de conexión de los bucles): superior o igual a 80 mm;
- 10 - número de Reynolds: aproximadamente 50.000;
- número de bucles: por lo menos, un bucle, y de preferencia, de cuatro a cinco bucles (se reduce la dispersión de los tiempos de permanencia al aumentar el número de bucles, haciéndose muy pequeñas las separaciones de tiempo de permanencia a partir de cuatro a cinco bucles; además, la nitración queda completa al cabo de cuatro a cinco bucles; por encima de esta cifra, no se obtiene ninguna mejora en el resultado);
- 15 - caudal de la bomba de distribución: 18 a 35 m³/h;
- 20 - caudal de la bomba de circulación: el mayor posible: por ejemplo, aproximadamente 120 m³/h;
- relación caudal de circulación/caudal de inyección: 3,4 a 6,7;
- velocidad de circulación de la pasta: 4,2 m/s aproximadamente;
- 25 - velocidad de transferencia de la pasta: 0,63 a 1,23 m/s;
- sobrepresión engendrada por la bomba de inyección: 1,5 a 3 bares;
- duración de la permanencia de la pasta dentro de la instalación: 6 a 12 minutos;
- 30

- temperatura de nitración: inferior o igual a 43°C;
- concentración de la pasta: hasta 30 g de celulosa por litro de baño de nitración (lo que corresponde a una proporción de nitración de 50 a 60).

5

E J E M P L O 1

Una instalación de nitración tal como la representada en la figura 2, prevista para la producción de 25 toneladas de nitrocelulosa al día, responde a las características siguientes:

- 10 - cuatro bucles de nitración constituidos por conductos de un diámetro de 100 mm, de una longitud total de 80 metros, comunicados entre sí por conductos de un diámetro de 100 mm, de una longitud total de 30 m;
- número de Reynolds: 50.000;
- 15 - 4 bombas de circulación: caudal de 120 m³/h.
- montaje de los 4 bucles en 4 pisos (para compensar los 35 m de altura manométrica total de las bombas de circulación por 10 m de altura geométrica);
- bomba de distribución (situada en el 4º piso): caudal
- 20 de inyección 20 m³/h (para los 25 m de altura de eyección o rechazo, habida cuenta de lo que antecede y de las pérdidas de carga en las tuberías de conexión);
- sobrepresión engendrada por la bomba de distribución: 1,8 bar (entre la admisión y la eyección de cada bomba
- 25 de circulación);
- relación caudal de circulación/caudal de inyección: 6;
- velocidad de circulación de la pasta por los bucles: 4,2 m/s;
- velocidad de traspaso de la pasta de bucle en bucle:
- 30 0,7 m/s.

Se prepara la pasta a partir de la celulosa y de un baño de nitración corriente de la siguiente composición:

		<u>Partes en peso</u>
5	H ₂ SO ₄	60,64
	HNO ₃	22,24
	H ₂ O	16,05
	NO ₂	1,07

a una concentración de 30 g de celulosa por litro de baño de nitración.

La temperatura de nitración es de 30°C. Se llega a una proporción de nitrógeno de 12,5% al cabo de un tiempo de permanencia de la pasta en la instalación de nitración de solo 7 minutos.

En estas condiciones, se obtiene una nitrocelulosa de las siguientes características:

- grado de nitrógeno: 12,5%
- estabilidad a 134,5°C: 30 minutos
- viscosidad: 83 centipoises (solución al 2% en acetato de etilo)
- Taliani: 103 minutos
- solubilidad en el éter a 56% : 99%
- solubilidad en el alcohol a 95% : 2,14%
- insolubles en la acetona: 0,36%
- alcalinidad: 0,14%
- finura: 100 cm³ (volumen ocupado por 10 g de nitrocelulosa después de 2 h de decantación en 250 cm³ de agua.

E J E M P L O 2

Procediendo en la instalación de nitración des-

crita en el ejemplo 1, y utilizando las mismas condiciones operativas, pero con una pasta a una concentración de 30 g de celulosa por litro de un baño de nitración corriente, que responde a la composición siguiente:

	<u>Partes en peso</u>
5	
	H ₂ SO ₄ 66,13
	HNO ₃ 22,83
	H ₂ O 10,38
	NO ₂ 0,656

10 Se logra una proporción de nitrógeno de 13,5 % al cabo de un tiempo de permanencia de la pasta en la instalación de 8 minutos solamente. Se obtiene una nitrocelulosa que tiene las características siguientes:

- grado de nitrógeno: 13,5%
- 15 - estabilidad a 134,5 μ : 30 mn
- viscosidad: 195 centipoises (solución al 4% en acetato de etilo)
- Taliani: 77,5 minutos
- solubilidad en el éter a 56% : 9%
- 20 - solubilidad en el alcohol a 95% : 3,6%
- insolubles en la acetona: 0,3%
- alcalinidad (al CO₃Ca) < 0,2%
- finura: 100 cm³.

25 A título de comparación, diremos que en el caso de un reactor tubular clásico de nitración, si se quiere mantener en tal reactor el mismo régimen hidráulico que el de los bucles de nitración según la invención (es decir, la misma intensidad de agitación de la pasta, o el mismo número de Reynolds) para un caudal de 120 m³/h (igual al

30 caudal de circulación por los bucles según la invención),

sera preciso utilizar un reactor tubular de una longitud de tubo prohibitiva de 2100 metros, para un diámetro de tubo de 100 mm.

Por el contrario, si se quiere conservar en este reactor tubular clásico un caudal de $20 \text{ m}^3/\text{h}$ (igual al caudal de inyección o de paso de la pasta de bucle en bucle, según la invención), será preciso, de todos modos, utilizar 380 m de tubo de diámetro de 100 mm para no conseguir más que un número de Reynolds de 8.000, valor muy inferior al número de Reynolds de 50.000 alcanzado en los bucles de nitración según la invención; en este caso, al ser demasiado débil la agitación, las fibras de celulosa quedarían mal nitradas y la dispersión de los tiempos de permanencia sería importante.

15

E J E M P L O 3

Una instalación de nitración tal como la representada en la figura 1, responde a las características siguientes:

- 20 - 1 bucle o circuito curvo de nitración, constituido por un conducto de diámetro de 80 mm, de una longitud total de 60 m, comunicado a la entrada y a la salida mediante conductos de un diámetro de 80 mm y de una longitud total de 10 metros;
- número de Reynolds: 50.000;
- 25 - 1 bomba de circulación: caudal $120 \text{ m}^3/\text{h}$;
- 1 bomba de inyección: caudal $20 \text{ m}^3/\text{h}$;
- sobrepresión engendrada por la bomba de inyección: 1,5 a 2 bares;
- relación caudal de circulación/caudal de inyección: 6
- 30 - velocidad de circulación de la pasta por el bucle: 6 m/s ;

- velocidad de inyección de la pasta: 1 m/s.

Se prepara la pasta a partir de la celulosa y de un baño de nitración que tiene la composición siguiente:

		<u>Partes en peso</u>
5	H ₂ SO ₄	60,30
	HNO ₃	22,78
	H ₂ O	16,04
	NO ₂	0,88

10 a una concentración de 20 g de celulosa por litro de baño de nitración.

La temperatura de nitración es de 32°C. Se alcanza una proporción de nitrógeno de 12,49% al cabo de un tiempo de permanencia de la pasta de 6 minutos en la instalación.

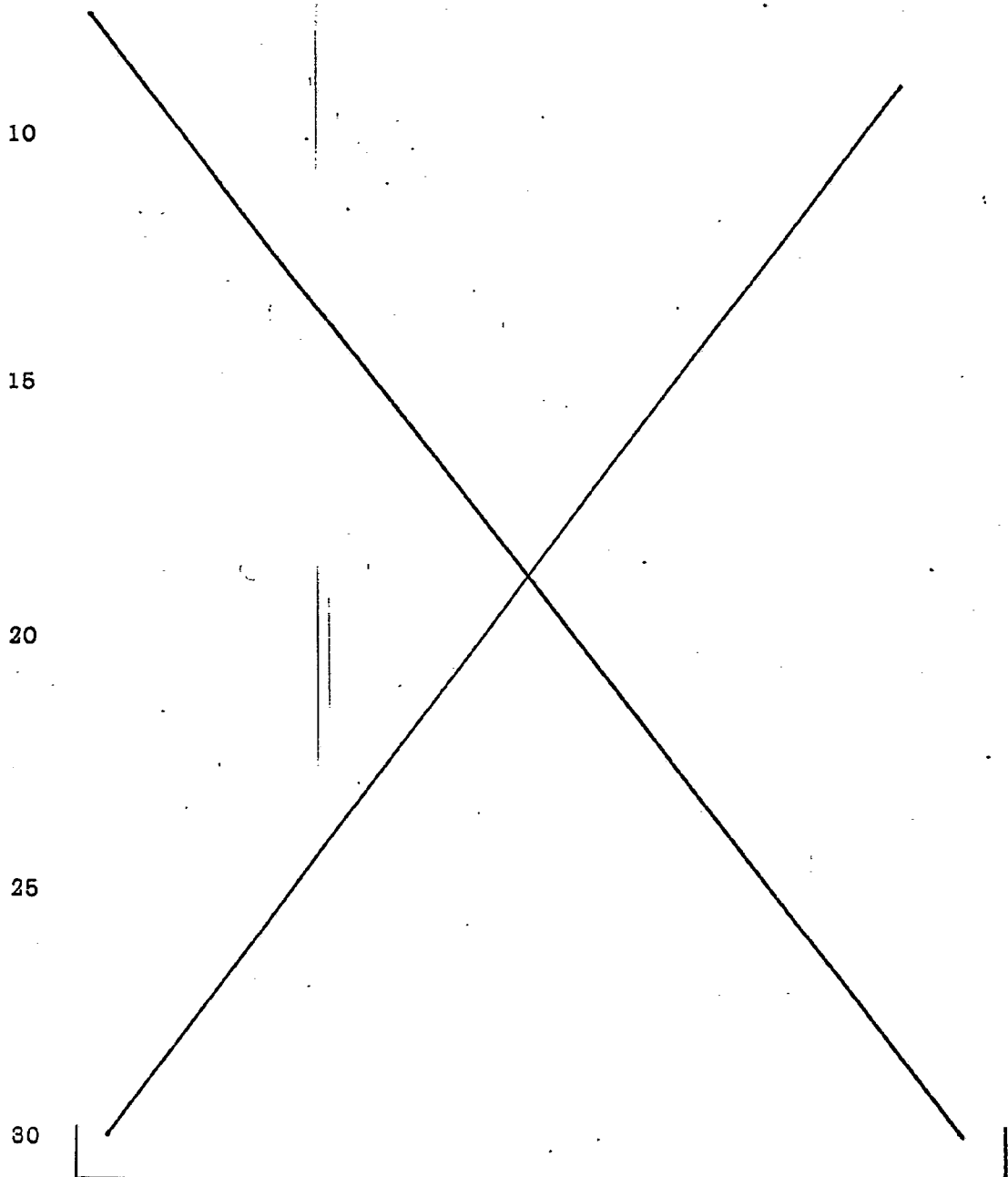
15 En estas condiciones, se obtiene una nitrocelulosa que ofrece las características siguientes:

- proporción de nitrógeno 12,49 %
- estabilidad a 134,5° > 30 minutos
- viscosidad: 83 centipoises (solución al 2% en acetato de etilo)
- 20 - Taliani 104 minutos
- soluble éter al 56% > 99 %
- soluble alcohol al 95% 2 %
- alcalinidad (al CO₃Ca) 0,2 %
- insolubles en la acetona 0,36 %
- 25 - finura 100 cm³

30 Todo aquello que sea accesorio en la realización del procedimiento descrito, podrá ser objeto de modificaciones y las cuestiones de forma, dispositivos y máquinas utilizadas en la ejecución de la invención deberán tomarse como de orden secundario, pudiéndose emplear aquellos que

- [mejor convengan en tanto no alteren fundamentalmente las particularidades características.]

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.



REIVINDICACIONES

1).- Procedimiento e instalación para la nitración en continuo de la celulosa, por un baño de nitración conteniendo una mezcla de ácido nítrico, de ácido sulfúrico y de agua, c a r a c t e r i z a d o porque:

a) se inyecta en continuo, bajo presión, de preferencia mediante una bomba de inyección, una pasta compuesta de una mezcla en cantidades dosificadas de celulosa y de baño de nitración, en un reactor de nitración constituido por un bucle o circuito curvo cerrado de tubería;

b) se hace circular dicha pasta en circuito cerrado por el mencionado bucle, protegida del aire, por medio de una bomba de circulación montada sobre el bucle, a razón de un caudal de circulación notablemente superior al caudal de inyección de la pasta en dicho bucle, para asegurar una agitación intensa de la referida pasta dentro del citado bucle o circuito curvo;

c) se traspasa eventualmente la pasta de dicho bucle a por lo menos un reactor secundario de nitración, igualmente constituido por un bucle cerrado de tubería, a razón de un caudal de transferencia igual al citado caudal de inyección;

d) se hace circular la pasta transferida, en circuito cerrado, por dicho bucle secundario, por medio de una bomba de circulación montada en este bucle secundario, a razón de un caudal de circulación notablemente superior a dicho caudal de inyección, para asegurar una agitación intensa de la pasta;

e) se extrae en continuo la pasta de este bucle secundario a razón de un caudal igual al caudal de inyección, y se recupera la nitrocelulosa así obtenida.

2).- Procedimiento según la reivindicación 1),
caracterizado porque se inyecta en continuo, bajo presión,
preferentemente por medio de una bomba de inyección, la
pasta de nitración en un reactor primario de nitración cons
tituido por un bucle o circuito curvo cerrado de tubería,

5 f) se hace circular dicha pasta en circuito cerrado
por el citado bucle, protegida del aire, por medio de una
bomba de circulación, montada en dicho bucle, a razón de un
caudal de circulación notablemente superior al caudal de
10 inyección, para asegurar una agitación intensa de la pasta
dentro del bucle;

g) se transfiere en continuo la pasta de dicho bucle
sucesivamente a varios reactores secundarios de nitración,
constituídos cada uno de ellos por un bucle cerrado de tu-
bería, y empalmados entre sí y al reactor primario, de dos
15 en dos, en cascada o en serie, a razón de un caudal de trans-
ferencia igual a dicho caudal de inyección;

h) se hace circular la pasta por cada uno de estos
bucles secundarios, en circuito cerrado, protegida del aire,
20 por medio de una bomba de circulación montada en cada uno
de estos bucles, a razón de un caudal de circulación notable-
mente superior a dicho caudal de inyección, para asegurar
una agitación intensa de la pasta por cada bucle;

i) se extrae en continuo la pasta del último bucle, a
25 razón de un caudal igual a dicho caudal de inyección, y se
recupera la nitrocelulosa así obtenida.

3).- Procedimiento según las reivindicaciones 1) ó
2), caracterizado porque para cada bucle de nitración, el
punto de inyección o de transferencia y el punto de extrac-
30 ción de la pasta enmarcan a la bomba de circulación.

4).- Procedimiento según las reivindicaciones

1) ó 2), caracterizado porque, en cada bucle de nitración, el punto de inyección o de transferencia y el punto de extracción de la pasta se encuentran próximos y no enmarcan a la bomba de circulación.

5).- Procedimiento según las reivindicaciones 1)

ó 2), caracterizado porque para un número de Reynolds escogido en aproximadamente 50.000, el diámetro interno del bucle de tubería se establece de modo que es superior o igual a 80 mm, el caudal de circulación de la pasta por el bucle de tubería es de 120 m³/h aproximadamente, la proporción entre el caudal de circulación y el caudal de inyección de la pasta es de 3,4 a 6,7, y la sobrepresión engendrada por la bomba de inyección entre la admisión y la eyección de cada bomba de circulación es de 1,5 a 3 bares.

6).- Procedimiento según la reivindicación 5),

caracterizado porque la duración total de permanencia de la pasta dentro de los bucles de nitración es de 6 a 12 minutos.

7).- Procedimiento según las reivindicaciones 1),

2) ó 5), caracterizado porque la temperatura de nitración es inferior o igual a 43°C.

8).- Procedimiento según las reivindicaciones 1),

2) ó 5), caracterizado porque la concentración de la pasta es igual o inferior a 50 g de celulosa por litro de baño de nitración.

9).- Instalación para la nitración en continuo de

la celulosa, mediante bucles o circuitos curvos, por un baño de nitración conteniendo una mezcla de ácido nítrico, de ácido sulfúrico y de agua, c a r a c t e r i z a d a por

comprender:

- [a) un impregnador equipado con un agitador, con una]
llegada de baño de nitración y con una llegada de celulosa,
para realizar la mezcla de la celulosa con el baño de ni-
tración, en cantidades dosificadas, para formar una pasta,

5 b) un dispositivo de nitración que comprende:

- un reactor primario de nitración constituido por
un bucle o circuito curvo cerrado de tubería,

- una bomba de inyección para alimentar bajo presión
la pasta procedente del impregnador, en dicho bucle,

10 - una bomba de circulación montada sobre dicho bucle,
de un caudal notablemente superior al de la bomba de in-
yección, para asegurar la entrada en circulación y la agi-
tación intensa de la pasta dentro de dicho bucle,

- eventualmente, uno o varios reactores secundarios
15 de nitración, constituido cada uno de ellos por un bucle
cerrado de tubería, y empalmados entre sí y al reactor pri-
mario, de dos en dos, en cascada o en serie, por unos con-
ductos de transferencia, estando montada una bomba de cir-
culación, de un caudal notablemente superior al de la bom-
20 ba de inyección, sobre cada bucle secundario, para asegurar
la entrada en circulación y la agitación intensa de la
pasta dentro de dicho bucle, quedando asegurado el paso de
la pasta de bucle en bucle por la sobrepresión engendrada
por la bomba de inyección, y

25 c) un dispositivo de recepción del producto nitrado,
dispuesto a la salida del conducto de extracción de la
pasta prevista en el último bucle de nitración.

30 10).- Instalación según la reivindicación 9),
caracterizada porque la bomba de inyección y la bomba o
bombas de circulación son bombas centrífugas, provistas

- [preferentemente de variadores de velocidad.]

11).- Instalación según la reivindicación 9),
caracterizada porque los bucles de nitración se establecen
en un número no superior a 5.

5 12).- "PROCEDIMIENTO E INSTALACION PARA LA NI-
TRACION EN CONTINUO DE LA CELULOSA".

10 Todo ello según queda expuesto en la presente
Memoria que consta de veintiseis hojas foliadas y mecano-
grafiadas por una sola cara y una hoja de dibujos que con
la misma se acompaña.

MADRID, 21 de Marzo de 1978.

P. A.

Modesto Polo
R. P.

15

20

25

30

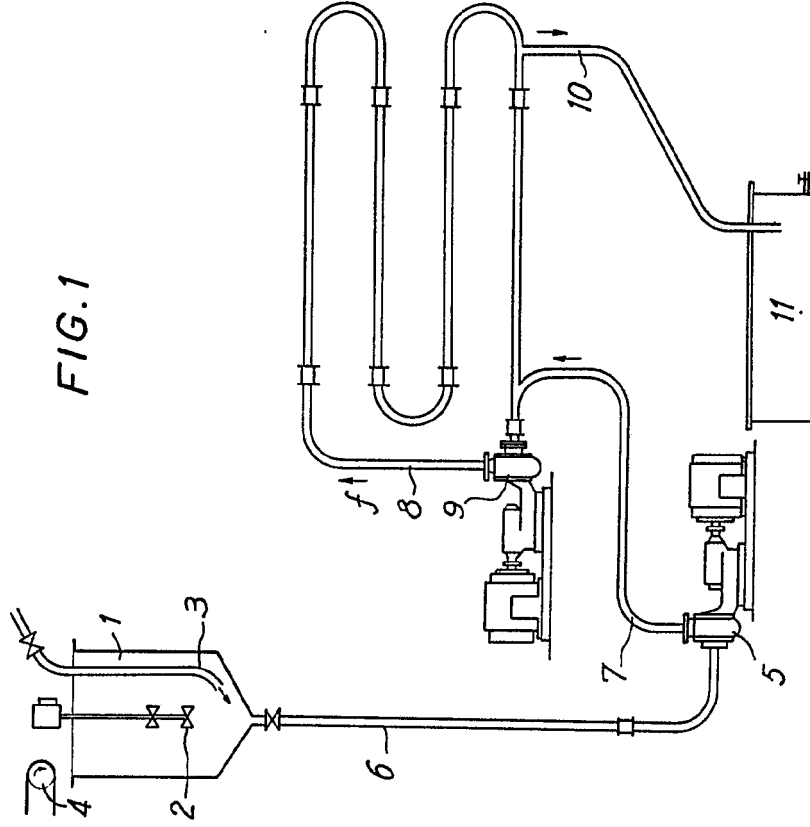


FIG. 1

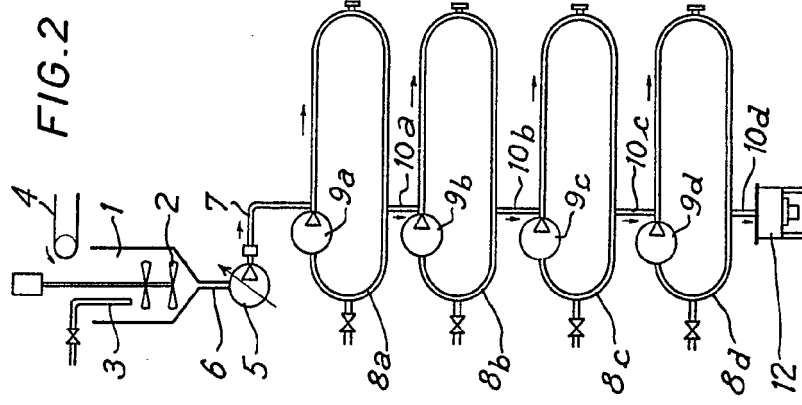


FIG. 2

MADRID,

21 MAR. 1978

Olivero
R.P.

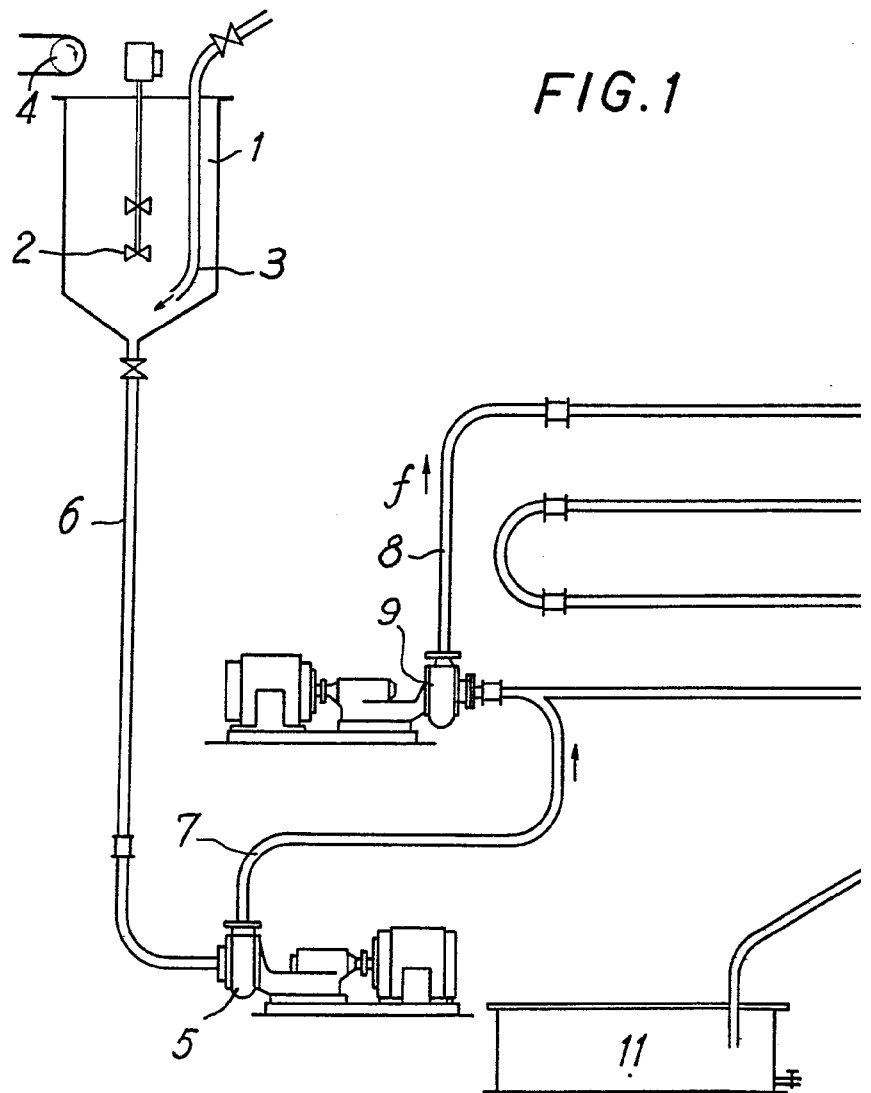
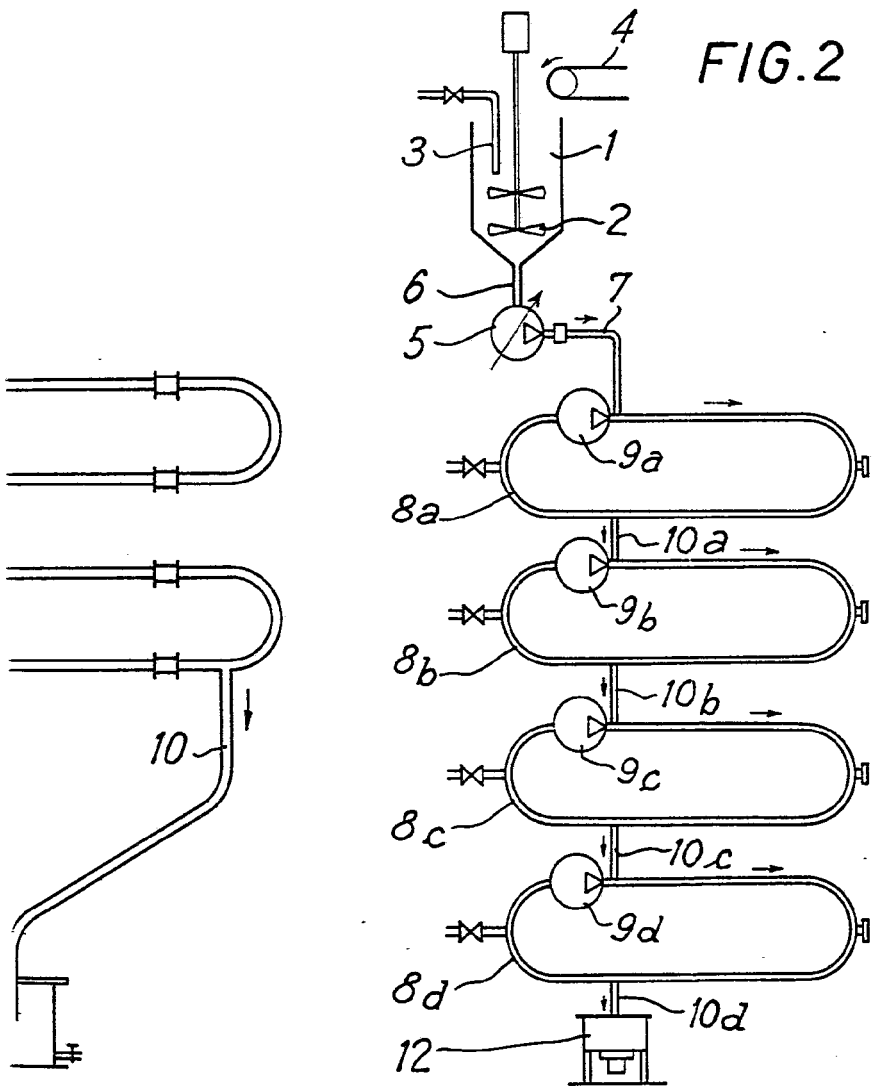


FIG. 1

FIG.2



MADRID,

21 MAR. 1978

Moderato Polo
R.P.