

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 733 931**

51 Int. Cl.:

B29C 47/40	(2006.01)	C06B 31/22	(2006.01)
B29C 47/08	(2006.01)	C06B 31/52	(2006.01)
B29C 47/00	(2006.01)	C06B 31/54	(2006.01)
B29C 71/00	(2006.01)	C08L 1/18	(2006.01)
B29C 47/10	(2006.01)	D01F 2/26	(2006.01)
B29C 47/42	(2006.01)	C08B 5/02	(2006.01)
B29C 47/76	(2006.01)	B29K 105/00	(2006.01)
B29C 47/92	(2006.01)	B29K 1/00	(2006.01)
C06B 21/00	(2006.01)		
C06B 25/18	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.08.2014 PCT/CA2014/050756**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **12.02.2015 WO15017940**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.08.2014 E 14834892 (3)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.03.2019 EP 3030396**

54 Título: **Proceso continuo de extrusión de celuloide con doble tornillo**

30 Prioridad:

09.08.2013 US 201361864331 P
29.01.2014 US 201414167812

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.12.2019

73 Titular/es:

**GENERAL DYNAMICS ORDNANCE AND
TACTICAL SYSTEMS - CANADA VALLEYFIELD
INC. (100.0%)**
55, rue Masson
Valleyfield, QU J6S 4V9, CA

72 Inventor/es:

DUBOIS, CHARLES y
COMTOIS, ETIENNE

74 Agente/Representante:

DÍAZ DE BUSTAMANTE TERMINEL, Isidro

ES 2 733 931 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso continuo de extrusión de celuloide con doble tornillo.

5 CAMPO TÉCNICO

En términos generales, la presente divulgación se refiere a extrusión y procesos de extrusión. Más particularmente, la presente divulgación se refiere a procesos continuos de extrusión de celuloide con doble tornillo.

ANTECEDENTES

10 Históricamente, el celuloide se consideraba a menudo como la primera materia plástica de relevancia industrial. Contemporánea a la rápida industrialización de finales del siglo XIX y principios del XX, se convirtió rápidamente en un material de trabajo para productos básicos. Su origen y producción se encuentran en las siguientes patentes:

Charles E. When, "Method of Shaping Pyroxylin, Celluloid, and Like Materials", Patente de Estados Unidos 1.461.299, con fecha del 10 de julio de 1923.

15 William G. Lindsay, "Process of Making Sheets of Pyroxylin Compound", patente de Estados Unidos 1.468.820, con fecha del 25 de septiembre de 1923. El ancestro del celuloide, la parkesina, fue desarrollado por un inglés llamado Alexander Parkes en 1862. Descubrió que una mezcla de celulosa tratada con ácido nítrico y diferentes disolventes tenía capacidades de termoformado. Desafortunadamente, la falta de plastificante en su formulación dio como resultado un material que se agrietaba con el tiempo haciendo imposible la producción a gran escala. Esto fue hasta que John Wesley Hyatt descubrió que el alcanfor era un disolvente natural para la nitrocelulosa, por lo que el material se convirtió en el primer producto termoplástico a nivel industrial (véase la patente de Estados Unidos 88.663, con fecha de 6 de abril de 1869, con fecha anterior del 25 de marzo de 1869). Hyatt decidió nombrar su divulgación "celuloide".

20 Debido a sus características de termoformado y combustión, el celuloide es un producto muy interesante para las industrias de armamento. El incremento de mortero hecho de láminas de celuloide se ha utilizado como un contenedor para propelentes.

El documento US 1.979.762 describe un método para producir láminas de piroxilina lisas usando un mezclador de forma estándar.

El documento US 1.851.244 describe un método para mezclar una mezcla para preparar piroxilina en un mezclador.

30 El documento US 1.837.855 describe un método para mezclar piroxilina con un disolvente plastificante y un disolvente líquido usando una máquina mezcladora de plástico de piroxilina habitual.

El documento US 2009/0199938 A1 describe un método para producir una composición de nitrocelulosa.

Actualmente se usan dos procesos para producir láminas de celuloide a escala industrial: el método del bloque, en el que se corta un bloque uniforme de celuloide en láminas individuales delgadas, y el método de la laca en el que se disuelve el celuloide en laca, se extiende sobre una cinta transportadora y se seca.

35 Como se explicó anteriormente, el método del bloque consiste en preparar un bloque de celuloide seguido de cortarlo en láminas. Normalmente, hay seis etapas principales: mezclar usando un mezclador de palas sigma, plastificar usando un aparato "laminador de barras", bloquear, cortar, secar y dar forma final.

40 Usando un mezclador de palas sigma, la nitrocelulosa y el alcanfor se mezclan en presencia de etanol y se añade acetona para poder mezclar bien la masa y asegurar que no queden restos de nitrocelulosa sin disolver. La masa mezclada se divide en fracciones y se mueve a un "laminador de dos barras", donde cada fracción se procesa individualmente usando un laminador de dos barras y se apilan una encima de otra para formar una gruesa alfombra de celuloide. La alfombra gruesa se mueve a una prensa calentada con camisa exterior. Se aplican calor y presión sobre el material durante entre 8 y 12 horas normalmente. El bloque resultante se enfría y oscila hacia adelante y hacia atrás en una mesa hidráulica equipada con una cuchilla. La cuchilla corta una rebanada delgada del bloque cada vez que el bloque pasa por debajo.

45 Para alcanzar la proporción correcta de disolventes, las láminas se suspenden en una rejilla y se secan en una habitación con sopladores de aire caliente. Las láminas se apilan una encima de otra y se colocan en una prensa de múltiples plataformas donde se calientan durante 40 minutos para ablandar las láminas de celuloide y asegurarse de que salgan rectas y planas. Se realiza una etapa de corte opcional para dar las dimensiones finales a la lámina.

50 El método del bloque tiene varias desventajas, entre las que destaca el hecho de que solo se puede llevar a cabo

como un proceso discontinuo. Esto se traduce en una producción más lenta y mayores costes.

El método de la laca es un método de producción de celuloide que se realiza disolviendo primero la materia prima (nitrocelulosa, alcanfor, estabilizante opcional, etc.) en disolvente y vertiendo la solución en una tira continua sobre una cinta transportadora donde se elimina el disolvente dejando una lámina continua transparente de celuloide al final de la cinta transportadora.

Este método es un proceso continuo y es inherentemente más eficiente que el método del bloque anterior. Sin embargo, el método de la laca también tiene varias desventajas, que incluyen: el grosor de las láminas es menos consistente que en el método del bloque. Dependiendo del grosor de las láminas de celuloide, habrá disolventes residuales en el producto final que pueden dar como resultado problemas de procesabilidad para el usuario final. Además, la cantidad de disolvente que necesita recuperarse es mucho mayor que con el método del bloque y, si se requiere un agente espumante, no se puede predecir la uniformidad de la concentración del agente espumante en la laca de celuloide.

La patente de Estados Unidos número 4.120.920 describe y enseña un proceso para la producción de extrusiones formadas por composiciones basadas en nitrocelulosa plastificada y un método de producción continua de extrusiones de propelente basadas en nitrocelulosa gelificada con un aceite explosivo y con una extrusora de tornillo para llevar a cabo dicho método.

La patente de Estados Unidos N° 1.979.762 describe y enseña un proceso de composición por lotes para preparar láminas de piroxilina (nitrocelulosa) en las que la piroxilina está en forma de un gel coloidal de rigidez de la masa de pan y se extruye a través de un orificio y se forma una banda blanda que contiene una cantidad considerable de disolvente.

La publicación de solicitud de patente de Estados Unidos N° 2008/0242794 describe y enseña una composición polimérica, que incluye celuloide, que incluye un polímero procesado en estado fundido mezclado con un estabilizante de color y un agente antimicrobiano a base de plata.

La patente de Estados Unidos N° 4.608.210 describe y enseña un método para producir polvos de propulsión o explosivos unidos mediante plástico mediante una extrusora que consiste en dos ejes de tornillo de rotación conjunta o contrarrotación y un cabezal de formación.

La publicación de solicitud de patente de Estados Unidos N° 2002/0079031 describe y enseña una metodología en la que los sólidos que incluyen goma acrílica/nitrato de guanidina, carga oxidante y aditivos, y los líquidos se introducen por separado en una extrusora-mezcladora de doble tornillo, se transportan y se amasan para formar una pasta se desgasifican y se extruyen en forma de barras.

La patente de Estados Unidos N° 2.171.095 describe y enseña un aparato de extrusión usado para extrudir plásticos tales como piroxilina (nitrocelulosa) en formas de bloques sólidos que posteriormente se adaptan para proporcionar patrones, diseños y efectos de color.

Por lo tanto, existe la necesidad de un proceso de extrusión continua para preparar celuloide rentable de diversas geometrías que tenga propiedades uniformes. Además, otros elementos y características deseables del objeto de la invención se harán evidentes a partir de la descripción detallada posterior del objeto de la invención y las reivindicaciones adjuntas, tomadas junto con los dibujos adjuntos y estos antecedentes del objeto de la invención.

BREVE RESUMEN

En un aspecto de la divulgación, se proporciona un proceso de extrusión continua para preparar artículos de celuloide que incluye las etapas de:

proporcionar una cantidad de nitrocelulosa;

proporcionar una cantidad de alcanfor;

proporcionar una extrusora que define una cámara, una abertura para recibir materiales en dicha cámara, al menos dos tornillos para mezclar material en dicha cámara, y una hilera de extrusión acoplada a dicha cámara para extrudir material ubicado en dicha cámara; incluyendo dicha cámara una primera zona, una segunda zona, una tercera zona y una zona de desvolatilización o una combinación de las mismas;

introducir la nitrocelulosa en dicha primera zona de dicha cámara, manteniéndose dicha primera zona a una temperatura en la que la nitrocelulosa no se autoinflamará, preferentemente entre aproximadamente 5°C y aproximadamente 15°C;

disolver dicho alcanfor en un disolvente de bajo punto de ebullición e introducir dicho alcanfor en dicha primera zona o dicha segunda zona de dicha cámara;

añadir un disolvente adicional a dicha primera zona o dicha segunda zona;

transportar dicha nitrocelulosa a dicha segunda zona de dicha cámara;

mezclar de manera continua dichos nitrocelulosa, alcanfor y disolvente en dicha segunda zona para formar una mezcla;

5 transportar dicha mezcla a dicha tercera zona de dicha cámara y mezclar adicionalmente de manera continua dicha mezcla a mayores velocidad de mezcla y temperatura con respecto a dicha primera zona;

transportar dicha mezcla a dicha zona de desvolatilización y extraer el disolvente de la mezcla en dicha zona de desvolatilización calentando la mezcla hasta por encima de los puntos de ebullición anteriores de dichos disolventes;

extrudir dicha mezcla a través de dicha hilera para producir un artículo de celuloide; y

10 eliminar los disolventes de dicho artículo de celuloide.

En otro aspecto de la divulgación, se proporciona un artículo de celuloide preparado mediante un proceso que incluye las etapas de:

proporcionar una cantidad de nitrocelulosa;

proporcionar una cantidad de alcanfor;

15 proporcionar una extrusora de doble tornillo que define una cámara, una abertura para recibir materiales en dicha cámara, al menos dos tornillos para mezclar material en dicha cámara, y una hilera de extrusión acoplada a dicha cámara para extrudir material ubicado en dicha cámara; teniendo dicha cámara secuencialmente una primera zona, una segunda zona, una tercera zona y una zona de desvolatilización;

20 introducir la nitrocelulosa en dicha primera zona de dicha cámara, manteniéndose dicha primera zona a una temperatura en la que la nitrocelulosa no se autoinflamará, preferentemente entre aproximadamente 5°C y aproximadamente 15°C;

disolver dicho alcanfor en un disolvente de bajo punto de ebullición e introducir dicho alcanfor en dicha segunda zona de dicha cámara;

añadir un disolvente adicional a dicha primera zona;

25 transportar dicha nitrocelulosa a dicha segunda zona de dicha cámara;

mezclar de manera continua dichos nitrocelulosa, alcanfor y disolvente en dicha segunda zona para formar una mezcla;

transportar dicha mezcla a dicha tercera zona de dicha cámara y mezclar adicionalmente de manera continua dicha mezcla a mayores velocidad de mezcla y temperatura con respecto a dicha primera zona;

30 transportar dicha mezcla a dicha zona de desvolatilización y extraer el disolvente de la mezcla en dicha zona de desvolatilización calentando la mezcla hasta por encima de los puntos de ebullición anteriores de dichos disolventes;

extrudir dicha mezcla a través de dicha hilera para producir un artículo de celuloide; y

eliminar los disolventes de dicho artículo de celuloide.

35 En otro aspecto de la divulgación, se proporciona un material de celuloide preparado mediante un proceso que incluye las etapas de proporcionar una cantidad de nitrocelulosa;

proporcionar una cantidad de alcanfor sólido;

40 proporcionar una extrusora de doble tornillo que define una cámara, una abertura para recibir materiales en dicha cámara, al menos dos tornillos para mezclar material en dicha cámara, y una hilera de extrusión acoplada a dicha cámara para extrudir material ubicado en dicha cámara; teniendo dicha cámara una primera zona, una segunda zona, una tercera zona y una zona de desvolatilización;

introducir la nitrocelulosa en dicha primera zona de dicha cámara, manteniéndose dicha primera zona a una temperatura en la que la nitrocelulosa no se autoinflamará, preferentemente entre aproximadamente 5°C y aproximadamente 15°C,

45 añadir un disolvente adicional a dicha primera zona;

transportar dicha nitrocelulosa a dicha segunda zona de dicha cámara;

mezclar de manera continua dichos nitrocelulosa, alcanfor y disolvente en dicha segunda zona para formar una mezcla;

transportar dicha mezcla a dicha tercera zona de dicha cámara y mezclar adicionalmente de manera continua dicha mezcla a mayores velocidad de mezcla y temperatura con respecto a dicha primera zona;

5 transportar dicha mezcla a dicha zona de desvolatilización y extraer el disolvente de la mezcla en dicha zona de desvolatilización calentando la mezcla hasta por encima de los puntos de ebullición anteriores de dichos disolventes;

extrudir dicha mezcla a través de dicha hilera para producir un artículo de celuloide; y

eliminar los disolventes de dicho artículo de celuloide.

10 En otro aspecto de la divulgación, se proporciona un proceso de extrusión continua para preparar artículos de celuloide que incluye las etapas de:

proporcionar una cantidad de nitrocelulosa;

proporcionar una cantidad de alcanfor;

15 proporcionar una extrusora que define una cámara, una abertura para recibir materiales en dicha cámara, medios para mezclar material en dicha cámara, y una hilera de extrusión acoplada a dicha cámara para extrudir material ubicado en dicha cámara; incluyendo dicha cámara una primera zona, una segunda zona y una zona de desvolatilización o una combinación de las mismas;

introducir la nitrocelulosa en dicha primera zona de dicha cámara, manteniéndose dicha primera zona a una temperatura en la que la nitrocelulosa no se autoinflamará, preferentemente entre aproximadamente 5°C y aproximadamente 15°C;

20 disolver dicho alcanfor en un disolvente de bajo punto de ebullición e introducir dicho alcanfor en dicha primera zona o dicha segunda zona de dicha cámara;

añadir un disolvente adicional a dicha primera zona o dicha segunda zona;

transportar dicha nitrocelulosa a dicha segunda zona de dicha cámara;

25 mezclar de manera continua dichos nitrocelulosa, alcanfor y disolvente en dicha segunda zona para formar una mezcla;

transportar dicha mezcla a dicha zona de desvolatilización y extraer el disolvente de la mezcla en dicha zona de desvolatilización calentando la mezcla hasta por encima de los puntos de ebullición anteriores de dichos disolventes;

extrudir dicha mezcla a través de dicha hilera para producir un artículo de celuloide; y

30 eliminar los disolventes de dicho artículo de celuloide.

En otro aspecto de la divulgación, el proceso de extrusión continua puede ser automatizado, en el que el proceso no requiere la intervención del operador.

35 En otro aspecto más de la divulgación, el disolvente de bajo punto de ebullición usado para la solución de alcanfor y el disolvente adicional pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en una cetona alifática de bajo peso molecular, un alcohol alifático de bajo peso molecular y mezclas de los mismos.

En otro aspecto más de la divulgación, el artículo de celuloide puede estar en forma de una lámina, una barra o un tubo.

Aspectos adicionales y otros serán apreciados por el lector experto.

40 Este breve resumen se proporciona para presentar una selección de conceptos en una forma simplificada que se describen con más detalle a continuación en la descripción detallada. Este resumen no tiene la intención de identificar elementos clave o elementos esenciales del objeto reivindicado, ni pretende ser usado como una ayuda para determinar el alcance del objeto reivindicado.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

45 La presente divulgación se describirá a continuación junto con las siguientes figuras de dibujos, en las que números similares indican elementos similares, y en las que:

La figura 1 muestra un diagrama de bloques del proceso de la presente divulgación.

La figura 2 muestra un esquema de una realización del proceso de la presente divulgación.

La figura 3 muestra una fotografía de un aparato preferido para llevar a cabo el proceso de la presente divulgación.

La figura 4 muestra una fotografía de una película de celuloide formada preparada mediante el proceso de la presente divulgación.

5 DESCRIPCIÓN DETALLADA

La presente divulgación se refiere a un proceso continuo de mezcla y extrusión para preparar material de celuloide que tiene la ventaja de ser un proceso altamente automatizado y versátil que permite una producción continua de un producto uniforme. El material de celuloide puede estar en forma de láminas y otras geometrías, tales como tubos y barras.

10 Con referencia a las figuras 1 y 2, el proceso continuo de mezcla y extrusión se lleva a cabo con las etapas de proporcionar una cantidad de nitrocelulosa 25; proporcionar una cantidad de alcanfor 35; proporcionar una extrusora de doble tornillo 10 que define una cámara 17, una abertura 18 para recibir materiales en dicha cámara, al menos dos tornillos 15 para mezclar material en dicha cámara 17, y una hilera de extrusión 70 acoplada a dicha cámara 17 para extrudir material ubicado en dicha cámara; teniendo dicha cámara preferentemente una primera zona 20, una
15 segunda zona 30, una tercera zona 40 y una zona de desvolatilización 50 o una combinación de las mismas; transportar la nitrocelulosa a dicha primera zona 20 de dicha cámara 17, manteniéndose dicha primera zona 20 a una temperatura preferentemente entre aproximadamente 5°C y aproximadamente 15°C; disolver dicho alcanfor en un disolvente de bajo punto de ebullición e introducir dicho alcanfor 35 en dicha segunda zona 30 de dicha cámara 17; añadir un disolvente adicional a dicha primera zona 20 y mezclar de manera continua dichos nitrocelulosa, alcanfor y disolvente en dicha segunda zona 30 para formar una mezcla; transportar dicha mezcla a dicha tercera zona 40 de dicha cámara 17 y mezclar adicionalmente de manera continua dicha mezcla a mayores velocidad de mezcla y temperatura con respecto a dicha primera zona; transportar dicha mezcla a dicha zona de desvolatilización 50 y extraer el disolvente de la mezcla en dicha zona de desvolatilización 50 calentando la mezcla hasta por encima de los puntos de ebullición anteriores de dichos disolventes; extrudir dicha mezcla a través de dicha hilera 70 para producir una película de celuloide 100; y eliminar los disolventes de dicha película de celuloide 100. En ciertas realizaciones, puede haber múltiples zonas de desvolatilización. En otras realizaciones, la primera zona, la segunda zona y la tercera zona pueden ser intercambiables. En realizaciones alternativas, el alcanfor se puede introducir como un sólido con un dispositivo de medición apropiado.

La divulgación no se limita al número de zonas. En ciertas realizaciones, el proceso se puede llevar a cabo con una o dos zonas además de una zona de desvolatilización. Las zonas se pueden añadir e intercambiar para proporcionar la textura deseada al artículo de celuloide resultante. Por ejemplo, es posible proporcionar una zona de mezcla seguida de una zona de desvolatilización seguida de otra zona de mezcla para garantizar que el material de celuloide esté bien mezclado. También es posible introducir un disolvente antes de introducir nitrocelulosa para proporcionar una desensibilización y hacer que el material sea menos propenso a la autoinflamación o la inflamación por fricción.
35

Las materias primas son preferentemente nitrocelulosa de calidad comercial deshidratada con un disolvente y una solución de alcanfor. La nitrocelulosa puede tener un grado de nitración de aproximadamente el 10% a aproximadamente el 13%. Se pueden usar disolventes conocidos en la técnica para deshidratar la nitrocelulosa. Preferentemente, el disolvente usado para deshidratar la nitrocelulosa se selecciona del grupo que consiste en una cetona alifática de bajo peso molecular, un alcohol alifático de bajo peso molecular y mezclas de los mismos, más preferentemente la cetona alifática de bajo peso molecular es acetona y el alcohol alifático de bajo peso molecular es metanol o etanol y de la manera más preferente el disolvente es acetona.
40

Para proceder de la manera más segura posible, se proporciona nitrocelulosa a la primera zona 20 de la extrusora que se enfría con agua a un intervalo de aproximadamente 5°C a aproximadamente 25°C, de la manera más preferente de aproximadamente 10°C a aproximadamente 15°C. Opcionalmente, si se desea, se puede mezclar un agente espumante en forma sólida o en solución en la nitrocelulosa antes de su adición a la extrusora o disolverse en la solución de alcanfor. En ciertas realizaciones, como precaución adicional, la solución de alcanfor se proporciona en la segunda zona 30, garantizando una desensibilización completa de las fibras de nitrocelulosa. Preferentemente, cuando el disolvente es acetona, la segunda zona 30 se mantiene a una temperatura de aproximadamente 40°C a aproximadamente 70°C, más preferentemente de aproximadamente 50°C a aproximadamente 60°C. La extrusora 10 tiene, preferentemente, una gran relación longitud/diámetro (L/D) para satisfacer las etapas de mezcla y evaporación. La extrusora es, preferentemente, una extrusora de doble tornillo. Una extrusora preferida para los fines de la presente divulgación es un modelo Leistritz que tiene tornillos de extrusión de diámetro exterior de 20 mm con una relación L/D de 40. Sin embargo, un experto en la materia apreciará que otras extrusoras con medios para mezclar el contenido de la mezcla a extrudir está dentro del alcance de la presente divulgación. La mezcla de nitrocelulosa/alcanfor se mezcla, preferentemente, en la extrusora en la tercera zona 40 a una temperatura de aproximadamente 50°C a aproximadamente 90°C, más preferentemente de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C para formar un material de celuloide que tiene una plasticidad como entendería un experto en la materia. La zona de desvolatilización 50 se mantiene a una temperatura de
55

aproximadamente 65°C a aproximadamente 100°C, más preferentemente de aproximadamente 75°C a aproximadamente 90°C para extraer la mayor cantidad de disolvente posible antes de la extrusión a través de la hilera de extrusión 70. Una zona de compresión 60 comprime el material de celuloide a una temperatura de aproximadamente 65°C a aproximadamente 100°C, más preferentemente de aproximadamente 75°C a aproximadamente 90°C mientras se elimina y opcionalmente se recicla el disolvente extraído de la zona de desvolatilización 50. El material de celuloide resultante es extrudido en una hilera 75 a una temperatura de aproximadamente 65°C a aproximadamente 100°C, más preferentemente de aproximadamente 75°C a aproximadamente 90°C, para formar un artículo de celuloide 100. La hilera puede estar en forma de una hendidura u otras geometrías. En ciertas realizaciones, el artículo de celuloide es una película que se procesa adicionalmente a través de una máquina de calandrado 80 para lograr el grosor deseado de la película. La película caliente 100 se hace pasar a continuación a través de al menos un baño de agua caliente 90 que tiene una temperatura de aproximadamente 40°C a aproximadamente 60°C para extraer cualquier disolvente residual. Se puede programar una etapa de intemperización opcional, donde los restos finales de disolventes se evaporan a temperatura ambiente, antes del envasado final para garantizar la integridad dimensional de las láminas y evitar que se peguen entre sí.

Las figuras 3 y 4 muestran fotografías de un aparato especialmente preferido para llevar a cabo el proceso de extrusión de la presente divulgación.

En una realización preferida, las fibras de nitrocelulosa secas 25 se alimentan a una primera zona 20 enfriada por agua de una cámara 17 de una extrusora de doble tornillo 10 a una temperatura preferentemente de aproximadamente 5°C a aproximadamente 25°C, de la manera más preferente de aproximadamente 10°C a aproximadamente 15°C, controlada por alimentadores automáticos operados por un circuito de retroalimentación por pérdida de peso. Por lo tanto, es ventajosamente posible alimentar exactamente la proporción correcta de nitrocelulosa respecto a alcanfor para producir celuloide. El alcanfor 35 se puede incorporar como una solución en un disolvente de bajo punto de ebullición tal como, pero sin limitarse a, metanol, etanol, acetona y mezclas de los mismos. La solución se puede inyectar directamente en una segunda zona 30 de la cámara 17 de la extrusora de doble tornillo 10 a una temperatura de aproximadamente 40°C a aproximadamente 70°C, más preferentemente de aproximadamente 50°C a aproximadamente 60°C usando, para ejemplo, una bomba dosificadora para eliminar cualquier irregularidad o variación en la adición de materia prima.

En la extrusora de doble tornillo 10, la mezcla de nitrocelulosa y alcanfor se somete a un amasado continuo en la tercera zona 40 por los elementos de tornillo 15 a una temperatura de aproximadamente 50°C a aproximadamente 90°C y más preferentemente de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C para formar un material de masa de celuloide. Opcionalmente, los elementos de tornillo 15 pueden cambiarse mejor para controlar las propiedades de la masa de celuloide, por ejemplo, la viscosidad. Los elementos de tornillo pueden variarse para proporcionar diferentes velocidades de amasado. Opcionalmente, las propiedades reológicas de la masa de celuloide se pueden evaluar mediante mediciones de torsión en línea y lecturas de presión, y se pueden ajustar aplicando una corrección al proceso, si se desea.

Una o más zonas de desvolatilización 50 extraen la mayor cantidad de disolvente posible antes de extrudir el material de celuloide a través de la hilera de extrusión 70. La temperatura de desvolatilización es, preferentemente, de aproximadamente 65°C a aproximadamente 100°C, más preferentemente de aproximadamente 75°C a aproximadamente 90°C. Una zona de compresión 60 posterior elimina el disolvente extraído a una temperatura de aproximadamente 65°C a aproximadamente 100°C, más preferentemente de aproximadamente 75°C a aproximadamente 90°C y opcionalmente recicla el disolvente. Puede haber más de una zona de desvolatilización a lo largo del cilindro de extrusión.

La velocidad de extrusión se controla ajustando la velocidad de rotación de los tornillos 15 acoplados a la velocidad de alimentación de las materias primas de nitrocelulosa y alcanfor. La velocidad puede variar de aproximadamente 50 rpm a aproximadamente 200 rpm y, más preferentemente, de aproximadamente 60 rpm a aproximadamente 100 rpm. Un experto en la materia apreciará que la velocidad de rotación variará dependiendo del tamaño del tornillo que se use. La velocidad a la que el material de celuloide extrudido sale de la extrusora de doble tornillo 10 a través de la hilera extrusora 70 está determinada por la velocidad de rotación de los tornillos 15 y puede variar desde aproximadamente 1 pie por minuto hasta aproximadamente 10 pies por minuto. La extrusión del material de celuloide usando la hilera 70 se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 65°C a aproximadamente 100°C, más preferentemente de aproximadamente 75°C a aproximadamente 90°C, para formar un artículo de celuloide 100. En la realización más preferida, el material de celuloide se usando utilizando una hilera de hendidura para formar una película de celuloide.

Cuando el artículo de celuloide 100 es una película de celuloide, la conformación del artículo de celuloide 100 puede llevarse a cabo de manera continua por medio de una etapa de calandrado 80. La etapa de calandrado 80 usa dos o más rodillos de calandrado 85 enfriados para conformar el artículo de celuloide 100. Durante esta etapa, hay muy baja compresión aplicada en la lámina. La lámina se somete a tracción con muy poca deformación aplicada por los rodillos. Los rodillos pueden ser refrigerados por líquido, preferentemente refrigerados por agua. La temperatura de los rodillos refrigerados 85 es, preferentemente, de aproximadamente 5°C a aproximadamente 25°C, más preferentemente de aproximadamente 10°C a aproximadamente 15°C. Esto permite un grosor constante del artículo

de celuloide 100 que, opcionalmente, puede controlarse mediante un micrómetro o un sensor óptico.

Se lleva a cabo una etapa de secado continuo 90 en el artículo de celuloide 100 que sale de la etapa de calandrado 80 haciendo pasar el artículo a través de uno o más baños de agua 95 calentados a diferentes temperaturas que varían entre aproximadamente 40°C y aproximadamente 95°C.

- 5 Una vez que el artículo 100 del celuloide se seca, se puede enrollar y enviar a los consumidores, lo que les permite diseñar fácilmente su propio proceso continuo usando un rollo de celuloide en lugar de tener que cargar su equipo con láminas individuales.

10 El proceso de la presente divulgación es ventajoso respecto al método del bloque de la técnica anterior porque el método del bloque requiere el uso de varios equipos tradicionales. Dichos equipos no están instalados uno cerca del otro por razones de seguridad. Además, este método requiere la interacción humana directa con grandes piezas de metal en movimiento, levantamiento de pesos y bordes afilados. Esto significa que el método del bloque requiere una inversión significativa en medidas de seguridad del operador para hacer que el proceso sea seguro para sus operadores. El proceso continuo de extrusión de doble tornillo de la presente divulgación permite que el proceso se complete en una sola instalación de producción, minimizando de este modo la manipulación innecesaria del material, minimizando el riesgo de errores de manipulación y reduciendo los costes.

15 El proceso es fácilmente adaptable a los cambios en las materias primas, puede producir celuloide en diversas formas y grosores y se puede usar para extrudir directamente productos espumados.

EJEMPLO ILUSTRATIVO

20 La presente divulgación se ilustra ahora mediante el siguiente ejemplo no limitante. Se debe tener en cuenta que se pueden aplicar diversos cambios y modificaciones al siguiente ejemplo y procesos sin apartarse del alcance de esta divulgación, que se define en las reivindicaciones adjuntas. Por lo tanto, se debe tener en cuenta que el siguiente ejemplo debe interpretarse como ilustrativo y no limitante en ningún sentido.

Se proporciona el siguiente ejemplo no limitante.

25 Las dos materias primas se alimentan a la extrusora de doble tornillo contrarrotante: una nitrocelulosa de calidad comercial de peso molecular medio deshidratada con alcohol y una solución en acetona de alcanfor. La nitrocelulosa nitrada al 11,3% y que contenía un 12% de etanol se alimentó a una extrusora de doble tornillo de 20 mm con una relación L/D de 40 a una velocidad de 50 g/min. Simultáneamente, se bombeó una solución en acetona al 75% p/p de alcanfor en la extrusora a una velocidad de 9 ml/min. La extrusión a través de una hilera plana de 150 mm produjo una película de buena calidad con un grosor nominal de 1 mm, como se muestra en la figura 3. No se observó decoloración o degradación del material durante el proceso de extrusión.

30

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de extrusión continua para producir un artículo de celuloide que comprende las etapas de:
- proporcionar una cantidad de nitrocelulosa;
- 5 proporcionar una cantidad de alcanfor;
- proporcionar una extrusora que define una cámara, una abertura para recibir materiales en dicha cámara, al menos dos tornillos para mezclar material en dicha cámara, y una hilera de extrusión acoplada a dicha cámara para extrudir material ubicado en dicha cámara; comprendiendo dicha cámara una primera zona, una segunda zona, una tercera zona y una zona de desvolatilización;
- 10 introducir la nitrocelulosa en dicha primera zona de dicha cámara, manteniéndose dicha primera zona a una temperatura entre aproximadamente 5°C y aproximadamente 15°C;
- disolver dicho alcanfor en un disolvente de bajo punto de ebullición e introducir dicha solución de alcanfor en dicha primera zona o dicha segunda zona de dicha cámara;
- añadir un disolvente adicional a dicha primera zona o dicha segunda zona;
- 15 transportar la nitrocelulosa a dicha segunda zona de dicha cámara;
- mezclar de manera continua dichos nitrocelulosa, alcanfor y disolvente en dicha segunda zona para formar una mezcla;
- transportar dicha mezcla a dicha tercera zona de dicha cámara y mezclar adicionalmente de manera continua dicha mezcla a mayores velocidad de mezcla y temperatura con respecto a dicha primera zona;
- 20 transportar dicha mezcla a dicha zona de desvolatilización y extraer el disolvente de la mezcla en dicha zona de desvolatilización calentando la mezcla hasta por encima de los puntos de ebullición anteriores de dichos disolventes;
- extrudir dicha mezcla a través de dicha hilera para producir un artículo de celuloide; y
- eliminar los disolventes de dicha película de celuloide.
- 25
2. El proceso de la reivindicación 1, en el que el disolvente de bajo punto de ebullición se selecciona del grupo que consiste en una cetona alifática de bajo peso molecular, un alcohol alifático de bajo peso molecular y mezclas de los mismos.
- 30
3. El proceso de la reivindicación 1, en el que el disolvente adicional se selecciona del grupo que consiste en una cetona alifática de bajo peso molecular, un alcohol alifático de bajo peso molecular y mezclas de los mismos.
4. El proceso de la reivindicación 1, en el que la segunda zona tiene una temperatura de aproximadamente 50°C a aproximadamente 60°C.
- 35
5. El proceso de 1, en el que la tercera zona tiene una temperatura de aproximadamente 60°C a aproximadamente 80°C.
6. El proceso de la reivindicación 1, en el que la zona de desvolatilización tiene una temperatura de aproximadamente 75°C a aproximadamente 90°C.
- 40
7. El proceso de la reivindicación 1, en el que al menos una de las zonas tiene una mayor velocidad de mezcla.

8. El proceso de la reivindicación 1, en el que la extrusión se produce a una velocidad de 1 pie por minuto a 10 pies por minuto.

5 9. El proceso de la reivindicación 1, en el que los disolventes se eliminan del artículo de celuloide usando al menos un baño de agua tibia.

10. El proceso de la reivindicación 1, en el que el artículo de celuloide es una lámina, una barra o un tubo.

Fig. 1

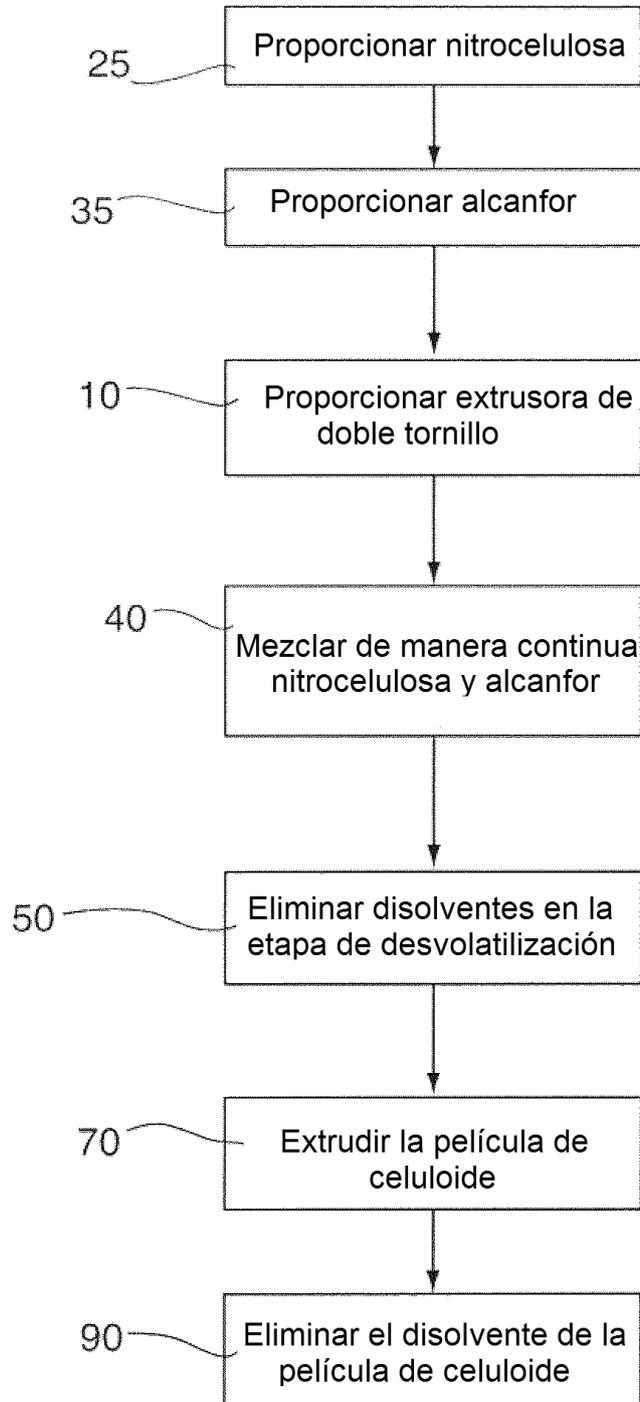


Fig. 2

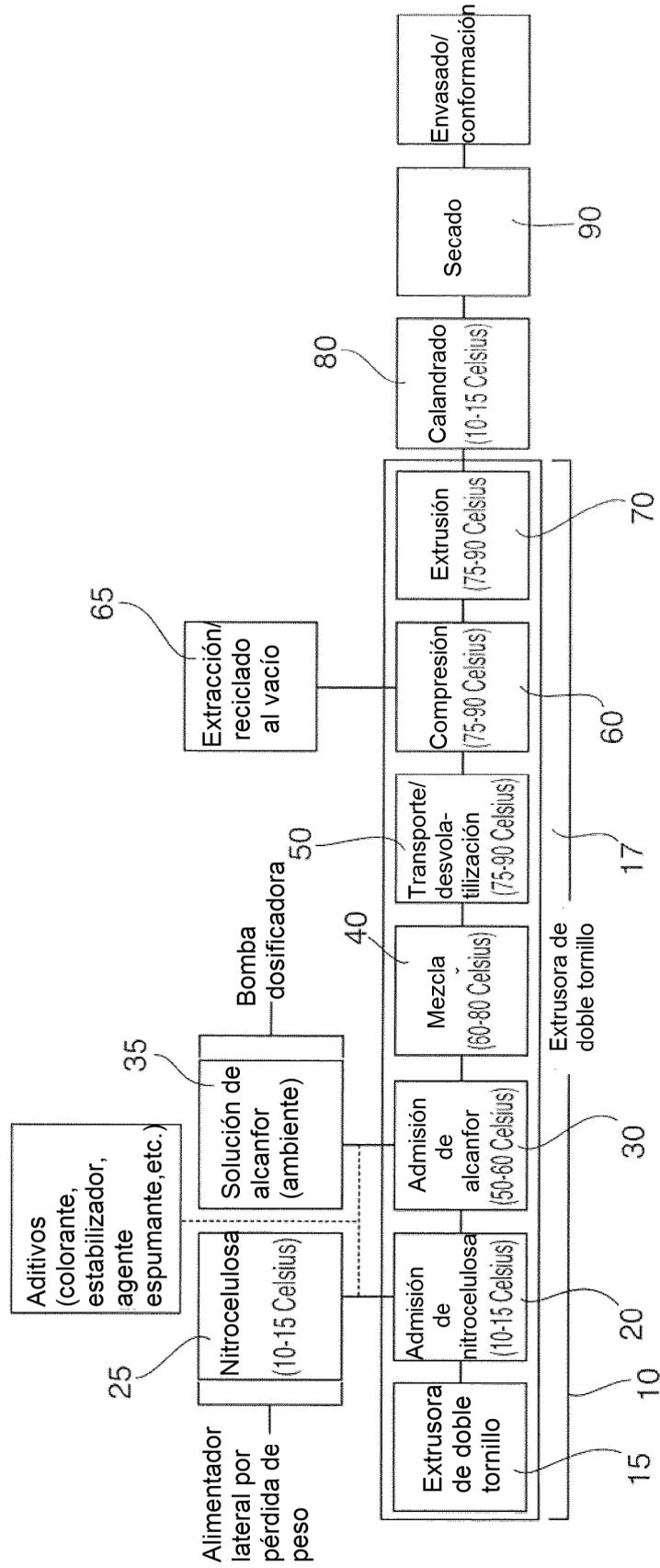


Fig. 3

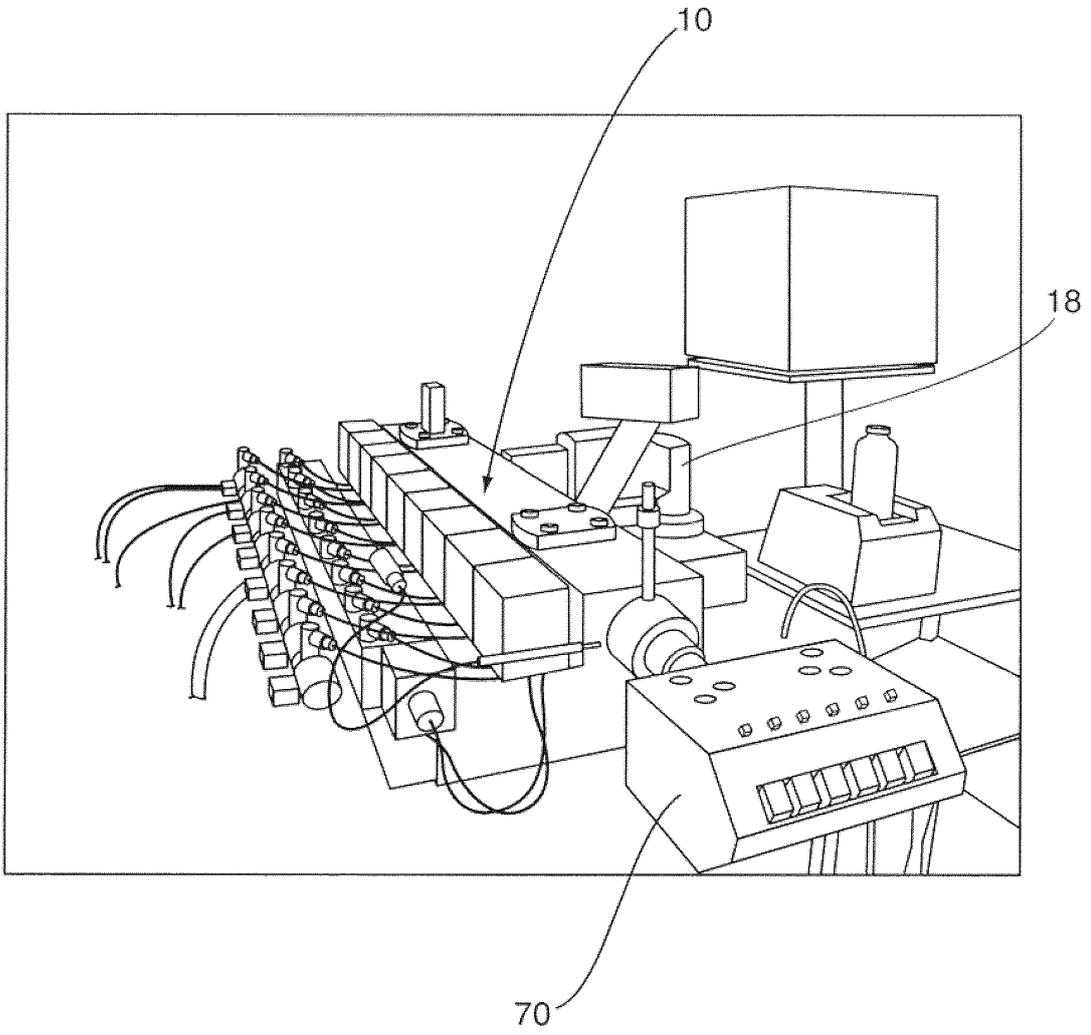


Fig. 4

