

PATENTE DE INVENCION
=====

Ref: ICI CASE MD. 24537-SPAIN.

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para preparar composiciones sólidas
extinguidoras del fuego.

===== 405350

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

Cl. Int. A 62 D

La presente invención se relaciona con la producción de composiciones sólidas para el uso como extinguidores del fuego en forma de polvo seco.

En la Patente Británica Nº 1.168.092 se describen
5. be composiciones extinguidoras del fuego que se producen



- cen calentando urea con sales carbónicas de metales alcalinos. La reacción en estado sólido involucrada, tiende a ser una reacción lenta y el procedimiento descrito en dicha patente Británica requiere varias horas para completarse. De acuerdo con la presente invención, se provee un procedimiento mejorado en el cual se utiliza la acción disolvente de un líquido para reunir los reactivos. Por lo tanto, de acuerdo con la presente invención, se provee un procedimiento para la preparación de composiciones sólidas que son apropiadas como extinguidores del fuego, en que se hace reaccionar conjuntamente urea y una sal carbónica de sodio o potasio, que comprende también las etapas de poner en contacto los reactivos en presencia de un líquido que tiene una apreciable acción disolvente sobre por lo menos uno de los reactivos, y subsiguientemente separar el líquido por evaporación.
- 5.
- 10.
- 15.
- La sal carbónica puede ser un carbonato, bicarbonato, sesquicarbonato o mezclas de los mismos, o se la puede formar in situ a partir de la combinación de un hidróxido de sodio o potasio con anhídrido carbónico.
- 20.
- La magnitud de la acción disolvente del medio líquido puede ser bastante pequeña; por ejemplo, una acción disolvente que forme una solución que contiene una cantidad tan pequeña como 1% en peso de uno de los reactivos, resulta eficaz para este procedimiento. Sin embargo, es preferible una mayor acción disolvente, por ejemplo suficiente para proveer una solución que contiene por lo menos 10 % en peso de un reactivo. Se puede llevar a cabo el procedimiento más económicamente cuanto mayor es la acción disolvente, debido a que se puede evaporar con más facilidad el menor volumen de líquido que se requiere para llevar contacto los reactivos.
- 25.
- 30.

409350

- 3 -



- El líquido puede ser un líquido acuoso o no acuoso, y puede ser ya sea un solo líquido o una composición que contiene uno o más líquidos. El líquido puede incluir alcoholes (de preferencia metanol o etanol), éter alcoholes (por ejemplo cellusolve), hidrocarburos (de preferencia aromáticos), nitrilos (de preferencia acetonitrilo), amidas (de preferencia dimetilformamida), sulfóxidos y sulfonas; se eligen los ejemplos preferidos principalmente debido a sus bajos puntos de ebullición. Para mejores resultados, el líquido deberá ser de la clase que es capaz de disolver una proporción sustancial de uno o ambos reactivos, pero no es necesario efectuar una disolución completa aún de un solo reactivo. El solvente utilizado puede ser eficaz como solvente solamente a temperatura elevada; por ejemplo, la urea puede fundirse a la temperatura de la reacción y ser miscible con un solvente en el cual no se disuelve fácilmente la urea cristalina. El líquido preferido es una composición acuosa y se prefiere especialmente el agua misma. Se puede usar el líquido en una variedad de maneras para reunir los reactivos; por ejemplo, se puede agregar una solución o lechada de uno de los reactivos al otro reactivo o se puede agitar el líquido con una mezcla de los reactivos sólidos de manera de formar la solución o lechada. Un método preferido es disolver por completo a uno de los reactivos, por lo general la urea, que es extremadamente soluble en medios acuosos.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

- De preferencia se lleva a cabo la etapa de evaporación a una temperatura superior a 100°C, lo cual aumenta la rapidez del procedimiento; sin embargo, se puede producir composiciones útiles a menores temperaturas de evaporación, por ejemplo temperaturas comprendidas en la gama de 40 a 100°C,
- 30.



empleándose presión reducida para facilitar la evaporación.

5. En una forma preferida de la presente invención, se divide la solución o lechada de líquidos y reactivos en forma de gotas discretas, antes de la etapa de evaporación. Por ejemplo, se puede dejar caer en forma de gotas la solución o lechada sobre una banda, correa o bandeja calentada, y al producto sólido, que se forma después de la evaporación, se le desprende por raspado y se le recoge, quedando así nuevamente preparada la superficie calentada para recibir nuevas gotas de la mezcla de reactivos.

10. En una forma especialmente preferida de la presente invención, se divide la solución o lechada de reactivos líquidos en gotitas finas mediante pulverización. Se puede dirigir entonces la pulverización sobre una superficie calentada o más ventajosamente pulverizarla en una atmósfera caliente. En este último método, al cual se puede denominar "secado por pulverización", se mantiene separadas las gotitas durante la etapa de evaporación y se produce el producto sólido en forma de partículas. En consecuencia, el secado por pulverización es una
15. forma particularmente preferida de la presente invención para la producción de un polvo fino para aplicaciones como extinguidor del fuego. Una ventaja adicional del procedimiento de secado por pulverización es que el tamaño de las partículas y su distribución pueden controlarse con facilidad mediante el ajuste de las condiciones operativas del equipo de secado por pulverización.

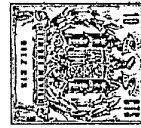
20. En el procedimiento de secado por pulverización, resulta conveniente producir calor para la evaporación y el calentamiento de las partículas secadas mediante alimentación de un
25. gas caliente a la cámara de pulverización, es decir un gas ca-
- 30.

409350

- 5 -



5. lentado hasta una temperatura superior a la temperatura necesaria para que se produzca la reacción química, y de preferencia una temperatura por lo menos 100°C superior a la misma. Se ha comprobado que temperaturas convenientes son por ejemplo 200 a 1000°C y de preferencia 300 a 600°C para el gas de entrada, a fin de transmitir suficiente calor a los reactivos.
10. Se ajusta entonces el caudal de los materiales a través de la cámara de pulverización de manera que la temperatura de los gases en la salida es de 40 a 300°C, de preferencia 100 a 160°C, y especialmente 125 a 150°C. Estas temperaturas son cercanas a las temperaturas a las cuales resulta deseable calentar los reactivos para obtener buenos rendimientos del producto.
15. El gas caliente puede estar compuesto por uno o más de los gases que se encuentran en el aire, y el aire mismo es el más conveniente, aunque se puede emplear cualquier gas estable. Resulta ventajoso disponer de una concentración más elevada, por ejemplo una concentración en volumen de 1 a 10%, de anhídrido carbónico en la atmósfera de evaporación, debido a que esto activa un elevado rendimiento del producto deseado de urea y la sal carbónica, que es un compuesto de la fórmula empírica $MC_2N_2H_3O_3$, según se define en la patente Británica N° 1.168.092.
- 20.
25. Se puede producir convenientemente la mayor concentración de anhídrido carbónico, utilizando aire calentado mediante un gas despojado o llama de aceite como atmósfera caliente en la cual se pulveriza la solución o lechada de los reactivos. Es evidente que se debe preferir este método cuando se requiere una concentración aún mayor de anhídrido carbónico,
30. por ejemplo si se utiliza hidróxido para producir in situ el



reactivo sal carbónica.

5. También es ventajoso que esté presente un poco de vapor de agua, de preferencia 10 a 30 % en volumen, en la atmósfera de evaporación y, aunque se puede producir un poco del mismo por el propio procedimiento de evaporación de una composición líquida acuosa, cuando se la utiliza, se puede también agregar agua bajo la forma de vapor, si así fuera conveniente.

10. Para poner en práctica en una de sus formas el procedimiento de la presente invención, se mezcla ámbos reactivos (de preferencia utilizando una forma de agitación) con agua o un líquido acuoso, de manera que se disuelve sustancialmente la totalidad de por lo menos uno de los reactivos. Puede resultar ventajoso, para la subsiguiente pulverización, que se disuelvan ámbos reactivos, aunque, siempre que el tamaño de las partículas de cualquier sólido no disuelto no sea grande en comparación con el tamaño de las gotitas, que pueden tener por ejemplo un diámetro de 10 a 500 μ , será apropiada para poner eficazmente en práctica este procedimiento, una lechada que contiene uno de los reactivos en solución y el otro en suspensión.

20. El líquido acuoso es de preferencia agua, pero puede ser también una solución o suspensión acuosa, que opcionalmente contiene sólidos insolubles, por ejemplo sólidos que sea ventajoso incorporar al producto final, tal como sílice finamente dividida como aditivo de fluidez. En esta manera se puede producir mezclas del producto con agentes extinguidores del fuego activos que son inertes para los reactivos, por ejemplo cloruro de potasio, dicianidamida o sulfato de potasio, o sólidos no activos como por ejemplo arena, feldespatos, sulfato de bario, yeso o alúmina, obteniéndose de esta manera mezclas

409350

- 7 -

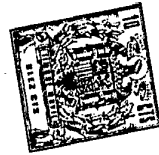


- muy íntimas. Son especialmente útiles si la mezcla es de mayor densidad de cuerpo que el producto original; es decir, si el sólido agregado tiene una densidad de partículas que es mayor de $1,8 \text{ g/cm}^3$. El líquido acuoso puede contener uno o más líquidos, miscibles bajo la forma de una solución o immiscibles bajo la forma de una emulsión, siendo el agua el componente principal. Por ejemplo, se puede emplear mezclas alcohólicas acuosas, prefiriéndose los alcoholes inferiores para fácil evaporación.
- 5.
10. Los reactivos utilizados para este procedimiento son urea y una sal carbónica, de acuerdo con lo definido mas arriba, de sodio o potasio; se prefiere el bicarbonato de potasio debido a que el uso de esta sal conduce a un producto que es superior para aplicaciones de extinción. Las proporciones de
15. los reactivos pueden ser proporciones sustancialmente equimolares de bicarbonato y urea, prefiriéndose un pequeño exceso de bicarbonato, por ejemplo hasta 1,25:1. A la inversa, si se emplea los carbonatos, se prefiere un exceso de urea, por ejemplo proporciones molares de 1,5 a 3,5:1 entre urea y carbonato.
20. El peso total de los reactivos agregados al líquido acuoso es de preferencia el mayor posible que resulte compatible con el mantenimiento de una movilidad conveniente de la solución o lechada resultante. Cantidades convenientes son
25. 10 a 80 % de los reactivos en peso, con relación al peso de la solución o lechada. Por ejemplo, cantidades preferidas pueden ser 10 g de urea y 20 g de bicarbonato de potasio, agregados a 100 g de agua, hasta concentraciones mayores que pueden ser por ejemplo 50 g de urea y 100 g de bicarbonato de
30. potasio agregados a 100 g de agua. Normalmente se prepara la

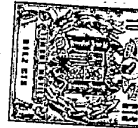


- mezcla acuosa de los reactivos a la temperatura ambiente, pero se puede también calentar la mezcla antes de la evaporación para disolver la máxima cantidad de reactivos, teniéndose cuidado de evitar un excesivo calentamiento cuando están involucrados bicarbonatos.
5. Un medio conveniente y preferido para poner en práctica el procedimiento, cuando se adopta secado por pulverización, está ilustrado en el dibujo que se acompaña, que es una ilustración esquemática que muestra la disposición de los diversos componentes del aparato utilizado.
10. En cada uno de los tanques A y B se encuentran soluciones o lechadas de los reactivos individuales, y se las mezcla conjuntamente y se la suministra a un atomizador de pulverización C en la cámara de secado por pulverización D. Al secador por pulverización se alimenta en J aire calentado u otras mezclas de gases provenientes del calentador H. Mediante la corriente de gases calientes se conducen los productos evaporados hacia la salida E y a través de los separadores ciclónicos F₁ y F₂. Se separa los sólidos con respecto a los gases y vapores, recogiendo los sólidos en la tolva G mientras que los gases y vapores, que emergen en K, son ya sea expulsados hacia la atmósfera o reciclados al calentador H.
15. El tanque B puede contener también una mezcla de los reactivos, ya sea bajo la forma de un polvo seco o en mezcla con un líquido. Se dosifica la mezcla de reactivos hacia una corriente de agua que proviene del tanque A, de modo de proveer una solución o lechada apropiada que pasa al secador por pulverización.
20. Si la concentración de la urea es inferior al 5 % en peso y el tamaño de las partículas es apropiado, se puede em-
- 25.
- 30.

409350-9-



- plear sin otro tratamiento, como extinguidor del fuego en forma de polvo seco, el producto sólido recogido después de la evaporación en ciertas formas de la presente invención, por ejemplo los procedimientos con secado por pulverización.
5. En otros métodos para poner en práctica la presente invención, puede resultar deseable un cierto tratamiento del producto; por ejemplo la molienda del producto hasta un tamaño medio de las partículas comprendido entre 10 y 50 μ , y de preferencia 20 a 40 μ , o la extracción de urea libre mediante un procedimiento de lavado con solvente. Como alternativa de un procedimiento de lavado con solvente, se puede separar sustancialmente del producto la urea libre no reaccionada y los subproductos, por ejemplo carbonato y cianato, por contacto con aire calentado, de preferencia aire que contiene por lo menos
10. 5 % de anhídrido carbónico y por lo menos 10 % de vapor de agua. Se puede llevar convenientemente a cabo el procedimiento de purificación en un aparato convencional para la producción de un lecho fluidificado (ya sea por tandas o en forma continua) y se puede calentar el producto sólido mediante el
15. aire o en otra manera hasta una temperatura comprendida en la gama de 30 a 50°C, y de preferencia en la gama de 80 a 160°C, y especialmente en la gama de 90 a 140°C. En todos los casos, los productos de la presente invención contienen una proporción principal del compuesto $MC_2N_2H_3O_3$ donde M es Na ó K, que han demostrado tener un potente efecto extinguidor, y por lo tanto los productos son útiles como agentes extinguidores. Se puede llevar a cabo los tratamientos, mencionados más arriba
20. como deseables, para mejorar las cualidades de almacenamiento y las subsiguientes características de fluidez del polvo después del almacenamiento.
- 25.
- 30.



Se puede ilustrar la presente invención, aunque sin limitarla en manera alguna, mediante los siguientes Ejemplos.

EJEMPLO 1

5. Se prepara una mezcla de bicarbonato de potasio y urea en proporciones molares de 1,15:1 y se la disuelve en la cantidad mínima de agua. Se calienta la solución en un vaso sobre un baño de aceite al cual se mantiene a 130°C hasta que se ha evaporado la totalidad del agua y se continúa el calentamiento durante otros 10 minutos.

10. Se analiza el producto, comprobándose que contiene:

| | |
|-------|--------------------|
| 51 % | $KC_2N_2H_3O_3$ |
| 3,3 % | Urea libre |
| 0,1 % | Cianato de potasio |

mientras que el resto es una mezcla de bicarbonato de potasio y carbonato de potasio.

15.

EJEMPLO 2

20. En una bureta, montada sobre una banda de acero inoxidable de movimiento lento, calentada a una temperatura de 150°C, se dispone una solución de bicarbonato de potasio y urea en una proporción molar de 1,15:1 y que contiene un total de 30 % en peso de sólidos. Se deja gotear la solución desde la bureta sobre la banda, y el movimiento continuo de la banda permite que cada gota de la solución, que cae desde la bureta, tome contacto con una nueva porción de la banda calentada. El agua se evapora rápidamente y queda sobre la banda un producto sólido al cual se desprende por raspado de modo de separar el producto en cuanto se ha secado.

25.

Se analiza el producto y se comprueba que contiene:

| | |
|--------|--------------------|
| 75 % | $KC_2N_2H_3O_3$ |
| 2,7 % | Urea |
| 0,15 % | Cianato de potasio |

30.

409350

- 11 -



EJEMPLO 3

5. Se prepara una solución y una lechada de bicarbonato de potasio y urea en agua, teniendo ambas proporciones molares de respectivamente 1,15:1. La solución contiene concentraciones de 18,1 % en peso de bicarbonato y 9,5 % en peso de urea, mientras que la lechada contiene 32,0 % de bicarbonato y 16,8 % de urea.

10. Se seca por separado mediante pulverización tanto la solución como la lechada, utilizando un secador por pulverización de un diámetro de 1,83 m ("Niro" Production Minor obtenible de A/S Niro Atomiser, Copenhagen, Dinamarca) con calentadores eléctricos y que tiene un atomizador de disco.

15. Se hace pasar aire caliente a través del secador y se varía los caudales de la solución/lechada de modo de producir las temperaturas de entrada y salida que se indican en la Tabla I. El tiempo de permanencia en el secador por pulverización es aproximadamente 18 seg.

20. Se analiza el producto y se comprueba que tiene las composiciones indicadas en la Tabla I.

EJEMPLO 4

25. Se prepara soluciones de bicarbonato de potasio y urea a cuatro diferentes concentraciones y proporciones a las que se indica A, B, C y D, y se las trata a través de un secador por pulverización de 76,2 cm (Niro Portable Minor obtenible de A/S Niro), siendo de 7 segundos el tiempo de permanencia en el secador por pulverización. Se calienta el aire caliente, que pasa al secador, por contacto directo con una llama de gas, de manera que el aire calentado, que pasa al secador por pulverización, se mezcla con los productos de combustión de la llama y contiene por lo tanto una mayor proporción de

30.



hídrido carbónico y vapor de agua que el aire normal. Mediante análisis se determina el rendimiento de material extinguidor activo ($KC_2N_2H_3O_3$), el subproducto cianato de potasio y la urea libre, y los valores están indicados en la Tabla II.

5. La distribución de tamaños de las partículas del producto resulta ser muy estrecha, comprobándose que 88 % de las partículas están comprendidas dentro de un diámetro de 8 a 12 μm y la partícula más grande formada tiene un diámetro de 15 μm .

T A B L A I

| | Solución | | | Lechada | | |
|---|----------|-----|-----|---------|-----|-----|
| | | | | | | |
| Temperatura de entrada, °C | 310 | 310 | 325 | 325 | 320 | 230 |
| Temperatura de salida, °C | 140 | 145 | 140 | 145 | 135 | 140 |
| <u>Análisis del producto, % en peso</u> | | | | | | |
| $KC_2N_2H_3O_3$ | 70 | 77 | 70 | 79 | 73 | 77 |
| KCNO | - | 0,5 | - | 1,2 | 0,6 | 2,8 |
| Urea | 4,0 | 1,6 | 4,7 | 1,4 | 5,0 | 0,5 |

T A B L A II

| Composición de la solución (1) | B | C | A | A | D | B | B | A | A |
|---|----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | Temperatura de entrada, °C | 305 | 310 | 360 | 255 | 300 | 300 | 350 | 350 |
| Temperatura de salida, °C | 150 | 150 | 150 | 130 | 130 | 130 | 130 | 140 | 140 |
| <u>Análisis del producto, % en peso</u> | | | | | | | | | |
| $KC_2N_2H_3O_3$ | 65,8 | 57,5 | 63,3 | 60,5 | 76,0 | 62,5 | 71,5 | 73,5 | 75,0 |
| KCNO | 0,1 | 0,1 | 0,1 | - | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,2 | 0,2 |

(1) Referencia de código a la composición de soluciones en agua.

| | A | B | C | D |
|-----------------------------------|-------|-------|-------|------|
| Relación molar bicarbonato/urea | 1,10 | 1,15 | 1,20 | 1,0 |
| Bicarbonato de potasio, % en peso | 18,10 | 18,10 | 18,20 | 18,0 |
| Urea, % en peso | 9,7 | 9,5 | 9,1 | 10,0 |

EJEMPLO 5

Se producen productos de acuerdo con la presente invención, se los analiza y se comprueba que contienen típicamente:

| | | |
|----|-----------|----------------------|
| 5. | 55 a 70 % | $KC_2N_2H_3O_3$ |
| | 2 a 10 % | Urea libre |
| | 2 a 5 % | Carbonato de potasio |

La urea libre y el carbonato de potasio son indeseables en el producto final para el uso como composición extinguidora del fuego, y se los reduce a un nivel aceptable por contacto con aire que contiene anhídrido carbónico y vapor en un aparato de lecho fluidificado. En la Tabla III se indica las diversas concentraciones de anhídrido carbónico y vapor, y también la temperatura y tiempo de permanencia. De acuerdo con el análisis químico de los productos así obtenidos, se puede ver que la concentración de $KC_2N_2H_3O_3$ se eleva por encima del 70 % en todos los casos (con excepción de uno) y por lo general es superior al 80 % después de este tratamiento con lecho fluidificado. Tanto la urea libre como el carbonato de potasio se reducen a niveles aceptables y no se produce cianato de potasio siempre que se provea suficiente anhídrido carbónico y agua para reaccionar con las impurezas e impedir la descomposición del compuesto activo $KC_2N_2H_3O_3$.

409350

409350

T A B L A II

Muestra No 1 2 3 4 5

7 8 9 10 11 12 13 14

Temperatura de los sólidos

| | | | | | |
|---------|---|-----|-----|-----|-----|
| Entrada | Calentado rápidamente desde la una sola tanda | | | | |
| salida | 130 | 130 | 105 | 138 | 138 |

Temperatura ambiente en 2 min como

| | | | | | | | |
|-----|-----|-----|-----|----|----|-----|-----|
| 134 | 110 | 120 | 115 | 95 | 95 | 120 | 134 |
|-----|-----|-----|-----|----|----|-----|-----|

Composición del aire

| | | | | | |
|------------------------------|----|----|----|----|----|
| % en vol. de CO ₂ | 11 | 10 | 0 | 10 | 10 |
| % en vol. de vapor | 34 | 35 | 30 | 20 | 0 |
| Tiempo de permanencia (min) | 30 | 50 | 40 | 90 | 90 |

Composición del producto

| | | | | | | |
|---|-----|----|----|----|-----|---|
| % en peso K ₂ N ₂ H ₃ O ₃ | 77 | 75 | 78 | 80 | 84 | 8 |
| % en peso Urea | 0,3 | 0 | 0 | 0 | 0,1 | 0 |
| % en peso KCN | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| % en peso K ₂ CO ₃ | - | - | 52 | - | - | - |

NOTAS

La muestra 14 se lleva a cabo como procedimiento continuo y ppr al lecho fluidificado.

(-) Significa que no se realizó análisis

(C) Significa que no se detectó nada e implica un nivel menor de

La muestra 8 contiene solamente 52 % de K₂N₂H₃O₃ al comienzo

lo tanto se calienta los sólidos antes de su entrada

0,01 %



409350

T A B L A III

| <u>Muestra Nº</u> | <u>1</u> | <u>2</u> | <u>3</u> | <u>4</u> | <u>5</u> | |
|--|---|----------|----------|----------|----------|-----|
| <u>Temperatura de los sólidos</u> | | | | | | |
| Entrada | Calentado rápidamente desde la una sola tanda | | | | | |
| salida | 130 | 130 | 105 | 138 | 138 | 138 |
| <u>Composición del aire</u> | | | | | | |
| % en vol. de CO ₂ | 11 | 10 | 0 | 10 | 10 | 0 |
| % en vol. de vapor | 34 | 35 | 30 | 20 | 0 | 2 |
| Tiempo de permanencia (min) | 30 | 50 | 40 | 90 | 90 | 9 |
| <u>Composición del producto</u> | | | | | | |
| % en peso KC ₂ N ₂ H ₃ O ₃ | 77 | 75 | 78 | 80 | 84 | 8 |
| % en peso Urea | 0,3 | 0 | 0 | 0 | 0,1 | 0 |
| % en peso KCN | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| % en peso K ₂ CO ₃ | - | - | 52 | - | - | - |

NOTAS

La muestra 14 se lleva a cabo como procedimiento continuo y por al lecho fluidificado.

(-) Significa que no se realizó análisis

(0) Significa que no se detectó nada e implica un nivel menor de

La muestra 8 contiene solamente 52 % de KC₂N₂H₃O₃ al comienzo

**POOR
QUALITY**



409350



A III

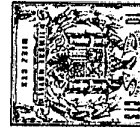
5 7 8 9 10 11 12 13 14

| | | Temperatura ambiente en 2 min como | | | | | | | | |
|--------|----|------------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| sde la | | | | | | | | | 130 | |
| 138 | 13 | 134 | 110 | 120 | 115 | 95 | 95 | 120 | 134 | |
| 10 | 0 | 5 | 20 | 5 | 10 | 5 | 5 | 0 | 10 | |
| 0 | 2 | 5 | 45 | 30 | 25 | 0 | 15 | 0 | 20 | |
| 90 | 9 | 90 | 27 | 30 | 40 | 40 | 60 | 30 | 80 | |
| 84 | 8 | 4 | 85 | 58 | 85 | 83 | 82 | 84 | 89 | - |
| 0,1 | 0 | 0 | 0,3 | 0,1 | 0,2 | 3,9 | 1,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 |
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1,2 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| - | - | - | 0,8 | 0,4 | 0,4 | 0,5 | 0,4 | 3,5 | - | - |

o y por lo tanto se calienta los sólidos antes de su entrada

menor de 0,01 %

mienzo

EJEMPLO 6

5. Se prepara una solución o lechada de urea y ya sea carbonato de potasio o bicarbonato de potasio en agua, y se pulveriza en una corriente de gas caliente en el mismo aparato que el utilizado para el Ejemplo 4. El peso total de los reactivos en la solución o lechada es igual al peso del agua. En la Tabla IV se indica las proporciones de los reactivos, las temperaturas utilizadas y el análisis de los productos.
10. En tres casos (Muestras 4, 5 y 6) se puede observar que se incorpora otras sales, además de los reactivos, a la lechada que se seca por pulverización. Las otras sales aparecen en el producto final químicamente inalteradas. Se observa que la urea libre y el carbonato de potasio están presentes en algunas muestras del producto a una concentración mayor de lo deseable para un polvo extinguidor. Sin embargo, el compuesto activo $KC_2N_2H_3O_3$ está presente con un buen rendimiento y, si así fuera conveniente, se puede separar las impurezas mediante una purificación en un lecho fluidificado, de acuerdo con lo descrito en el Ejemplo 5. Por lo general es necesario moler el producto hasta un tamaño aceptable de las partículas, por ejemplo un tamaño medio de 20 a 40 μm para el uso como polvo extinguidor.
- 15.
- 20.



T A B L A IV

| Muestra N° | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|--------|------|------|-------------------|-------|--------------------------------|
| <u>Relación molar de los reactivos</u> | | | | | | |
| Bicarbonato de potasio:Urea | 1,15:1 | | | 1:1,1 | 1:1,1 | 1:1,1 |
| Urea:Carbonato de potasio | | 2:1 | 3:1 | | | |
| <u>Corriente de gas caliente</u> | | | | | | |
| % en volumen de vapor de agua | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 0 |
| Temperatura del gas de entrada, °C | 380 | 380 | 380 | 380 | 380 | 320 |
| Temperatura del gas de salida, °C | 140 | 140 | 140 | 140 | 140 | 140 |
| <u>Aditivo a la Solución/Lechada antes de la pulverización</u> | Nada | Nada | Nada | BaSO ₄ | KCl | K ₂ SO ₄ |
| <u>Análisis del Producto</u> | | | | | | |
| % en peso de KC ₂ N ₂ H ₃ O ₃ | 70 | 65 | 69 | 68 | 66 | 52 |
| Urea libre | 3,0 | 3,2 | 10,3 | 4,6 | 3,0 | 15 |
| KCN | 0 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0 | 0 |
| K ₂ CO ₃ | 2,4 | 13,3 | 5,0 | - | - | - |
| Aditivo | | | | BaSO ₄ | KCl | K ₂ SO ₄ |
| | | | | 20 | 20 | 20 |

(C) Significa que no se detectó nada, es decir <0,01 %

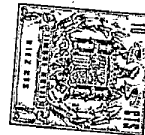
(-) Significa que no se realizó análisis

EJEMPLO 7

5. Se agita con metanol una mezcla sólida que contiene 1,2 moles de bicarbonato de potasio y 1 mol de urea, de modo de obtener una lechada que contiene 20 % en peso de sólidos en total. Se observa que la urea se disuelve con facilidad, pero



- el bicarbonato permanece en su mayor parte no disuelto en el metanol. Se atomiza la lechada en un secador por pulverización Niro Portable Minor a través del cual se hace pasar aire calentado a una temperatura de 280°C con un caudal suficiente para proveer una temperatura de salida de 80°C. Al producto obtenido después de la evaporación del metanol, se le calienta durante 20 minutos a una temperatura de 130°C en aire que contiene 10 % en volumen de vapor de agua.
5. Se observa que el producto final contiene solamente 2 % de urea libre y aproximadamente 50 % del extinguidor activo $KC_2N_2H_3O_3$, mientras que el resto es principalmente bicarbonato de potasio.
10. - NOTA -
15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Inglaterra, con fecha 7 de diciembre de 1971, bajo el número 56742/71, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPOSICIONES SOLIDAS EXTINGUIDORAS DEL FUEGO; caracterizándose por lo siguiente:
20. 1ª.- Procedimiento para preparar composiciones sólidas extinguidoras del fuego, en que se hace reaccionar conjuntamente urea y una sal carbónica de sodio o potasio; caracterizado porque comprende también las etapas de poner en contac-
25. 30.



to los reactivos en presencia de un líquido que tiene una apreciable acción disolvente sobre por lo menos uno de los reactivos, y subsiguientemente separar el líquido por evaporación.

5. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el líquido es un solvente para ámbos reactivos.

3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el líquido es un líquido acuoso.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el líquido acuoso es agua.

10. 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la sal carbónica es el bicarbonato de potasio.

15. 6ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la sal carbónica es el carbonato de potasio.

7ª.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la relación molar entre bicarbonato y urea es desde sustancialmente la unidad hasta 1,25.

20. 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la relación molar entre urea y carbonato es desde 1,5 hasta 3,5.

25. 9ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el peso total de los reactivos presentes es 10 a 80 % en peso, en base al peso de la solución o lechada de líquido y reactivos antes de la evaporación del líquido.

10ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se lleva a cabo la evaporación del líquido a una temperatura de por lo menos 100°C.

30. 11ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones





ciones anteriores, caracterizado porque se divide la solución o lechada de los reactivos en forma de gotas discretas justamente antes de la evaporación del líquido.

5. 12ª.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque se efectúa la división de la solución o lechada de los reactivos mediante un procedimiento de atomización o pulverización.

10. 13ª.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque se pulveriza o atomiza la solución o lechada de los reactivos en una cámara en la cual hay una circulación de gas caliente.

14ª.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque el gas sale de la cámara a una temperatura comprendida en la gama de 100 a 160°C.

15. 15ª.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque la temperatura está comprendida en la gama de 125 a 150°C.

20. 16ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 13 a 15, caracterizado porque el gas en la cámara contiene 1 a 10 % en volumen de anhídrido carbónico.

17ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 13 a 16, caracterizado porque el gas en la cámara contiene 10 a 30 % en volumen de vapor de agua.

25. 18ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se incorpora a la solución o lechada, antes de su evaporación, otro sólido que es inerte con respecto a los reactivos.

19ª.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque el otro sólido es un agente extinguidor.

30. 20ª.- Procedimiento según la reivindicación 18, carac-



terizado porque el otro sólido es un polvo que tiene una densidad de partículas mayor de $1,8 \text{ g/cm}^3$.

5. 21ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se purifica el producto por reacción adicional con aire en un aparato de lecho fluidificado.

10. 22ª.- Procedimiento según la reivindicación 21, caracterizado porque el aire que provee el lecho fluidificado contiene por lo menos 5 % en volumen de anhídrido carbónico y por lo menos 10 % en volumen de vapor de agua.

23ª.- Procedimiento para preparar composiciones sólidas extinguidoras del fuego, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de 20 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

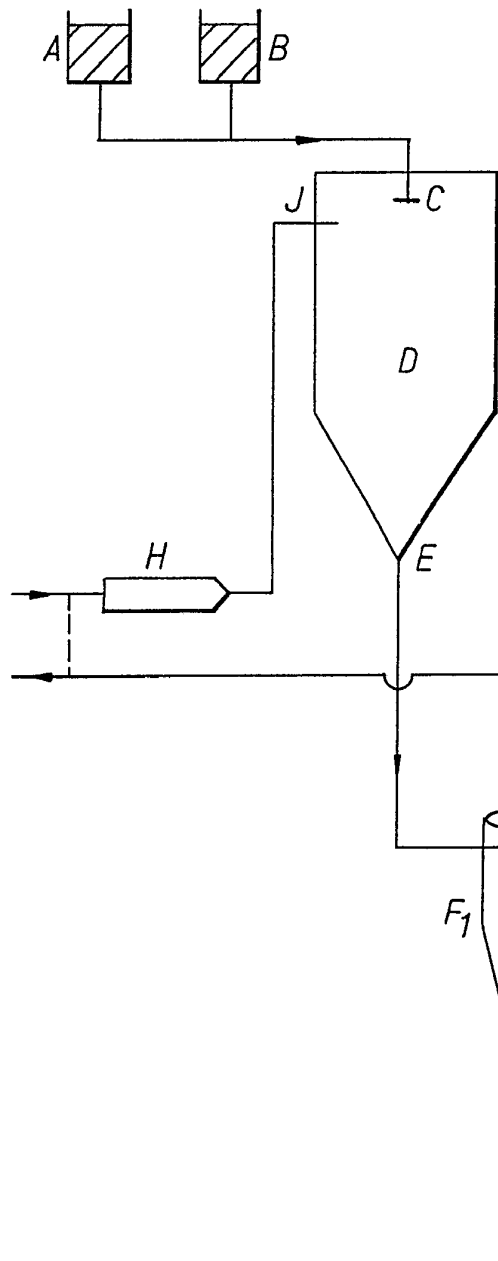
20 ENE. 1973

Madrid

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ ACEBO Y MODELL
p. p. Elmadari L. Gasta Farafodan

400350



ESCALA
VARIABLE

20 ENE. 1973

Madrid

L. GOMEZ ARBOU Y CAÑA
S. de Ingenieros de la Costa Española

Arbou