

Int. Cl. B01F, G01W

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES ULTRADISPERSAS Y PULVERULENTAS DE HALURO DE PLATA Y UN MACROPOLIMERO ORGANICO" a favor de las firmas suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza) y francesa COMPAGNIE DES METAUX PRECIEUX S.A., residente en 94200 Ivry (Francia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

40687

Este invento se refiere a mezclas ultradispersas y pulverulentas a base de haluros de plata y macropolímeros orgánicos, a su empleo como agentes meteorológicos y a la preparación de estas mezclas.

5. La influencia sobre el tiempo, y en particular la eliminación de las nieblas, la creación artificial y oportuna de lluvias, granizo o nieve y la evitación de las peligrosas tormentas de pedrisco muy grueso, constituye ya desde hace tiempo una aspiración elevada del mundo científico.
10. El más conocido de los principios de esta rama de

la influencia meteorológica aplicados hasta ahora es introducir en una nube subenfriada o en una niebla subenfriada "gérmenes cebadores" o "frigorizantes" en la forma más fina que sea posible y en cantidad suficientemente grande y dis-

5. persarlos en dicha nube o dicha niebla, con lo que se ocasiona una formación acelerada de gotas de líquido, granos de granizo o copos de nieve.

Ya en 1946 se efectuaron en los Estados Unidos sobre este tema ensayos con hielo seco.

10. En los años siguientes, sobre todo en la década de los cincuenta, se prosiguieron ensayos muy extensos con cristales de yoduro de plata, los cuales se "sembraba" sobre las nubes o dentro de ellas. El yoduro de plata finamente dividido tiene, como es sabido, una acción cebadora muy marcada para la niebla de agua porque los cristales de yoduro de plata presentan estructura semejante a la de los cristales de hielo.

15. Existe ya toda una serie de patentes que concier-
nen a la combinación del yoduro de plata con otras mate-
20. rias. Por ejemplo, la patente francesa nº 1.326,325 reivindica una combinación de cloruro de sodio y yoduro de plata, más eventualmente gel de sílice, como agente para la creación de precipitaciones. En ella se designan el cloruro de sodio como formador de condensación, el yoduro de
25. plata como formador de gérmenes frigorizantes y el gel de sílice como mantenedor de la sequedad del higroscópico cloruro de sodio. En la patente adicional francesa número 81306 se reivindica además la combinación de yoduro de plata y gel de sílice.

- Los agentes desarrollados hasta ahora para el desencadenamiento de precipitaciones presentan todavía inconvenientes considerables. Así, por ejemplo, hasta ahora el tamaño de las partículas de los cristales de yoduro de plata modificados era demasiado grande (por lo que no podían disponerse en la nube suficientes gérmenes cebadores por unidad de espacio) o bien los sistemas, aún con tamaños muy pequeños de partículas, no mostraban la acción deseada a causa de sus otras propiedades. En particular, la
5. densidad de estos agentes conocidos era excesiva. Pero la densidad excesiva tiene la consecuencia de que las partículas caen tan rápidamente por la nube, que no se puede llegar en absoluto o sólo en medida limitada a la formación de gotitas de agua o cristales de hielo.
10. La misión de este invento consiste en crear un agente que contenga cristales pequeños de haluro de plata, agente que, en el caso de contener J como halógeno, resulte más eficaz que los agentes conocidos hasta ahora para el desencadenamiento de precipitaciones de las nubes; en
15. el caso de contener Br como halógeno, sea utilizable ventajosamente en la Fotografía; y en el caso de contener Cl como halógeno, resulte muy eficaz para la desinfección del agua.
20. Objeto del invento es una mezcla ultradispersa, pulverulenta, de un haluro de plata y un macropolímero orgánico de gran superficie específica, la cual se caracteriza por presentar una superficie específica de 5 a 500 m²/g y por hallarse el haluro de plata en un tamaño granular inferior a 1 milimicra y en concentración de 0,1 a 10,0 %
- 25.

en peso respecto a la mezcla.

Por lo general la mezcla de este invento se compone de partículas de composición aproximadamente uniforme.

5. El macropolímero orgánico se halla preferentemente en forma de partículas primarias aglomeradas. Las partículas individuales del haluro de plata están distribuidas en la masa del macropolímero o bien los aglomerados contienen el haluro de plata concentrado en la superficie.

10. A título de haluros de plata entran en cuenta el yoduro de plata, el bromuro de plata y el cloruro de plata.

15. A título de macropolímeros orgánicos de gran superficie específica las mezclas de este invento contienen preferentemente una resina aminoplástica insoluble. Entran aquí especialmente en consideración los polímeros de condensación de urea y formaldehído que funden por encima de 200°C con descomposición y los polímeros de condensación de melamina y formaldehído reticulados. Fundamentalmente también son aptos como ingredientes para las mezclas de este invento los correspondientes polímeros de cocondensación
20. y las mezclas de dichos polímeros. En los polímeros de condensación de urea y formaldehído y de melamina y formaldehído, el formaldehído y la urea o respectivamente la melamina se hallan preferentemente en las relaciones molares siguientes :

25. $F/U = 1,3$ a $1,8$; $F/M = 1,5$ a $6,0$.

Además de las resinas aminoplásticas insolubles, los poliacrilonitrilos constituyen también macropolímeros orgánicos de gran superficie específica apropiados.

La mezcla de este invento puede también contener

agua hasta el 20% en peso respecto al total de la mezcla.

- La concentración de la mezcla de este invento en haluro de plata importa preferentemente de 4 a 5 % en peso respecto al total de la porción seca de la mezcla, y
5. la concentración es macropolímero, 96 a 95 % en peso. Suplementariamente la mezcla puede contener hasta 20% en peso de agua.

- Otro objeto del invento es un procedimiento para preparar la mezcla ultradispersa y pulverulenta que se
10. ha descrito antes, a base de un haluro de plata y un macropolímero orgánico. Se caracteriza por :

- a) impregnarse y/o cargarse con un haluro de plata en presencia de agua un macropolímero orgánico de gran superficie específica, finamente dividido, preparándose
15. "in situ" el macropolímero orgánico finamente dividido y/o el haluro de plata, y
- b) incluirse el macropolímero (o los preproductos formadores del macropolímero) y el haluro de plata (o los preproductos formadores del haluro de plata) en relación
20. cuantitativa tal que el producto final, ultradisperso y pulverulento, contenga el haluro de plata en concentración de 0,1 a 10% en peso respecto al producto final.

- De preferencia se actúa, a lo más tardar durante
25. la formación del haluro de plata en la mezcla de impregnación o su adición a ésta, con exclusión de la luz visible y la ultravioleta.

Para la realización del procedimiento de preparación reivindicado existen varias vías, que a continuación

se exponen consecutivamente.

5. A) Se deposita una suspensión acuosa de un macropolímero de gran superficie específica apropiado y se suscita en esta suspensión, por combinación de una sal de plata (nitrato de plata) disuelta en agua y un haluro de metal alcalino disuelto en agua, una precipitación de haluro de plata.

10. Luego se separa (preferentemente por filtración) el precipitado así obtenido que contiene el haluro de plata y el macropolímero y se lava, seca y desaglomera eventualmente a continuación el polvo obtenido. Sin embargo, para muchos usos es también apto el polvo bruto húmedo, por lo que las medidas reseñadas últimamente huelgan entonces.

15. La precipitación del haluro de plata según A) puede realizarse por tres métodos diferentes. Según uno de estos métodos, primeramente se disuelve en la suspensión del macropolímero la sal de plata soluble en agua y luego se procede a añadir la solución del haluro de metal alcalino. En otro método se actúa a la inversa, o sea que la adición de la solución de sal de plata se efectúa en último lugar. Según el tercer método de A), la precipitación del haluro de plata se suscita añadiendo a la suspensión acuosa del macropolímero, con agitación y desde recipientes separados, la solución de la sal de plata y la solución del haluro de metal alcalino al mismo tiempo.
- 20.
- 25.

Como macropolímeros orgánicos finamente divididos aptos para esta preparación A) entran en cuenta particularmente las resinas aminoplásticas insolubles. Los pro-

cedimientos de preparación más conocidos están protegidos o han sido descritos en las patentes siguientes: por ejemplo :

- 5. Patente norteamericana nº 3.553.115
- Patente norteamericana nº 3.428.607
- Patente francesa nº 2.004.360
- Patente francesa nº 2.059.767
- Patente francesa nº 2.057.981.

10. A este respecto cabe remitir también a las publicaciones siguientes, en las cuales se informa sobre tales resinas aminoplásticas:

- 15. A. Renner, "Hochdispense, vernetzte Kondensationspolymere aus Melamin und Formaldehyd", en "Die Makromolekulare Chemie" 120 (1968), 68 - 86, y A. Renner, "Kondensationspolymere aus Harnstoff und Formaldehyd mit grosser spezifischer Oberfläche", en "Die Makromolekulare Chemie" 149 (1971), 1 - 27.

20. Los poliacrilonitrilos empleados en el procedimiento de este invento pueden prepararse, por ejemplo, por el procedimiento descrito en la patente canadiense núm. 952.019.

- 25. B) En otro procedimiento, fundamentalmente distinto del que se ha descrito antes, el macropolímero orgánico de gran superficie específica se forma "in situ" en el sistema acuoso. En cambio, el haluro de plata puede en este sistema o bien incluirse ya en la forma finamente cristalina o bien (como en el procedimiento A) originarse igual

mente "in situ".

En el procedimiento B) se parte preferentemente de precondensados de urea-formaldehído y melamina-formaldehído y coprecondensados respectivos, los cuales se citan también en las patentes y publicaciones que se han mencionado antes.

La condensación ulterior de los precondensados para formar las resinas aminoplásticas insolubles se efectúa según las enseñanzas de las patentes indicadas antes, por adición de un ácido de Brönsted que tenga una constante de disociación no inferior a 1×10^{-6} . Sumamente apto como agente de gelificación y precipitación es el ácido sulfamínico.

Si en el procedimiento B) el haluro de plata se incluye ya en forma finamente cristalina, se le puede añadir tanto durante la adición del ácido de Brönsted como antes de ella a la solución de precondensado. En ambos casos es recomendable la adición de un coloide protector. Si se prefiere actuar con la formación "in situ" del haluro de plata, o bien se disuelve el haluro de metal alcalino en la solución de precondensado y la sal de plata en la solución del ácido de Brönsted, o bien, a la inversa, se disuelve la sal de plata en la solución de precondensado y el haluro de metal alcalino en la solución del ácido de Brönsted.

El gel que se presenta cuando se procede por la modalidad B), eventualmente se desmenuza primeramente de manera mecánica y luego se suspende. A continuación se le separa eventualmente del agua, de preferencia por filtra-

ción, y se lava, seca y desaglomera el residuo.

- 0) En principio, el procedimiento de este invento puede realizarse también con empleo de un lecho de turbulencia. En esta modalidad, el macropolímero orgánico de gran superficie específica, finamente dividido, se impregna y/o carga con el haluro de plata en una mezcladora de turbulencia, por ejemplo, rociando el polvo seco del macropolímero, en el lecho de turbulencia, con la sal de plata disuelta en agua y con la solución del haluro de metal alcalino, de preferencia sucesivamente. Una eventual elaboración ulterior puede efectuarse exactamente igual que en los procedimientos A) y B).
5. 10.

15. En el procedimiento de este invento se utilizan preferentemente macropolímeros orgánicos con superficie específica de 5 a 500 m²/g.

20. Para la realización del procedimiento de este invento se emplean por lo general soluciones de sal de plata y de sal alcalinometálico de una concentración de 20 a 500 g/litro. Pero en esencia es también posible el uso de soluciones más concentradas o más diluídas si ello parece necesario por motivos especiales. La concentración de las soluciones de precondensado es por lo general de 200 a 600 g/litro. Pero también en este aspecto el invento admite extralimitaciones; es decir, en casos determinados puede ser ventajosa una solución más concentrada, o también más diluída.
- 25.

El progreso técnico a que conduce este invento, radica en hacer posible el desencadenamiento de precipi-

- taciones (particularmente lluvias) mejores y más eficaces por el empleo de los agentes del invento. El progreso técnico así logrado había de resultar sorprendentemente por el solo hecho de que la creación de agentes más eficaces para el desencadenamiento de precipitaciones no se había conseguido desde hace muchos años a pesar de los grandes esfuerzos del mundo de la ciencia. Las mezclas de este invento tienen además muy buena aptitud para la eliminación de las nieblas (preferentemente sobre los aeropuertos y las autopistas). También es sorprendente que las mezclas de este invento se presten admirablemente para la fabricación de papel fotográfico y para la desinfección de piscinas y similares.
- 5.
- 10.

- El invento se explica con más detalle en los ejemplos que siguen. En ellos, las partes significan partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso.
- 15.

a) EJEMPLOS DE PREPARACION

EJEMPLO 1

(AgJ-UF)

20. Se suspenden en 1900 partes de agua 240 partes de un polímero de urea-formaldehído cuya preparación está descrita en la revista "Die Makromolekulare Chemie" 149 (1971), página 25, sección 9,2. Se añade una solución de 7,225 partes de nitrato de plata en 100 partes de agua y se agita durante una hora. Luego se agrega una solución de 7,5 partes de yoduro potásico en 125 partes de agua, de un solo chorro, y se prosigue agitando por 30 minutos más.
25. Se separa por succión el precipitado amarillo claro, se le seca a 110° C durante la noche y se le desaglomera en un

molino de chorro de aire.

- Se obtienen 259,2 partes de un polvo de color amarillo claro, constituido por 4,00 % de yoduro de plata, 6,5 % de H_2O y 89,5 % de polímero UF. Tiene una superficie específica de $26,7 \text{ m}^2/\text{g}$, un peso a granel de 100 g/litro y un tamaño medio de aglomerado de 3,2 milimicras, determinado en el Coulter Counter. La imagen del microscopio electrónico muestra una distribución muy uniforme de los cristallitos de AgJ en escala submicrónica, los cuales se hallan predominantemente en la superficie del polímero. Durante la preparación y el almacenamiento del producto hay que excluir toda intervención de la luz. El producto es apto como agente de nucleación para evitar las granizadas y para el desencadenamiento de chubascos.

15.

EJEMPLO 2

(AgJ-UF preparado in situ)

- Se prepara un precondensado condensando durante 2 horas a 70°C y con $\text{pH} = 7$ 180 partes de urea, 450 partes de solución acuosa de formaldehído al 30%, 6,3 partes de carboximetilcelulosa sódica, 6,64 partes de yoduro sódico y 100 partes de agua. Se enfría el precondensado hasta 50°C y se le mezcla rápidamente con una solución, caliente a 50°C , de 9,6 partes de ácido sulfamínico y 6,84 partes de nitrato de plata en 550 partes de agua desionizada. Al cabo de 19 segundos se ha formado un bloque sólido de gel, la temperatura sube hasta 65°C y en ella se mantiene el gel durante 2 horas. Estas operaciones y todas las siguientes en los ejemplos sucesivos se realizan con exclusión de la luz.

Se desmenuza el gel, se le suspende en 1000 partes de H_2O , se le ajusta a $pH = 7,5$ con $NaOH$ 2 N, se filtra por succión, se seca a $110^{\circ} C$ y se desaglomera en el molino de chorro de aire.

5.	Rendimiento	241 partes
	de ellas % AgJ	4,07 %
	H_2O	4,3 %
	Superficie específica	46,7 m^2/g
	Peso a granel	110 g/litro
10.	Tamaño medio de aglomerado	5,5 milimicras
	División del AgJ	estrafino
	Uso	como el producto del Ejemplo 1.

EJEMPLO 3

(AgJ- UF)

15. En una mezcladora Lödige se someten a turbulencia 480 partes de polímero UF (preparación como en la referencia del Ejemplo 1) y en esta capa turbulenta se rocía primeramente una solución de 14,45 partes de nitrato de plata en 60 partes de agua y a continuación una solución

20. de 15 partes de yoduro potásico en 60 partes de agua. Después de la desaglomeración en el molino de chorro de aire, se obtienen 518,5 partes de un polvo gris claro que contiene 4,00 % de AgJ y 9,6 % de H_2O .

25.	Superficie específica	36,9 m^2/g
	Peso a granel	80 g/litro
	Tamaño medio de aglomerado	3,6 milimicras.

EJEMPLO 4

Se prepara un precondensado a base de 90 partes

de urea y 225 partes de solución acuosa de formaldehído al 30%, durante 30 minutos, a 70° C y con pH = 7.

Se prepara además una dispersión coloidal de cloruro de plata a base de 2,58 partes de AgNO₃, 1,58 partes de gelatina, 1,38 partes de KCl y 154 partes de H₂O. Se reúne esta solución con el precondensado y se gelifica con 4,8 partes de ácido sulfamínico en 75 partes de H₂O. A continuación se procede tal como se ha descrito en este ejemplo.

10.	Rendimiento	119 partes
	AgCl	1,84 %
	H ₂ O	4,7 %
	Superficie específica	15,2 m ²
	Peso a granel	134 g/litro
15.	Tamaño medio del aglomerado	4,2 milimicras.

EJEMPLO 5

(AgCl-UF)

Se procede como en el Ejemplo 4. La dispersión coloidal de cloruro de plata se prepara a partir de 1,58 partes de gelatina en 118 partes de H₂O, 7,01 partes de AgNO₃ y 3,39 partes de KCl disueltas en 15 partes cada vez de H₂O.

20.	Rendimiento	122 partes
	AgCl	4,85 %
	H ₂ O	3,8 %
	Superficie específica	16,1 m ² /g
	Peso a granel	117 g/litro
25.	Tamaño medio del aglomerado	4,2 milimicras.

Las composiciones de polímero UF y cloruro de

plata de los Ejemplos 4 y 5 tienen carácter bactericida y son aptas como desinfectantes en fase estacionaria.

EJEMPLO 6

(AgBr-UF)

5. Se procede como en el Ejemplo 4. La dispersión coloidal de bromuro de plata se prepara a partir de 1,58 partes de gelatina en 124 partes de H₂O, 2,17 partes de AgNO₃ y 1,46 partes de NaBr disueltas en 15 partes cada vez de H₂O.

10.	Rendimiento	118 partes
	AgBr	2,03 %
	H ₂ O	4,0 %
	Superficie específica	13,8 m ² /g
	Peso a granel	132 g/litro
15.	Tamaño medio del aglomerado	3,4 milimicras.

EJEMPLO 7

(AgBr-UF)

20. Se procede como en el Ejemplo 4. La dispersión coloidal de bromuro de plata se prepara a partir de 1,58 partes de gelatina en 120 partes de H₂O, 5,34 partes de AgNO₃ y 3,56 partes de NaBr en 15 partes cada vez de H₂O.

	Rendimiento	125 partes
	AgBr	4,72 %
25.	H ₂ O	3,9 %
	Superficie específica	16,1 m ² /g
	Peso a granel	114 g/litro
	Tamaño medio del aglomerado	4,0 milimicras

Los pigmentos de los Ejemplos 6 y 7, cargados de bromuro de plata, pueden hallar empleo para fines fotográficos.

EJEMPLO 8

(AgCl-MF)

5. Se suspenden en 1500 partes de agua 200 partes del polímero ultradisperso de melamina-formaldehído cuya preparación se describe en el Ejemplo 15 de la patente norteamericana n° 3.428.607 y se agita la suspensión. Se
10. instila primeramente una solución de 23,75 partes de nitrato de plata en 150 partes de agua y luego una solución de 11,5 partes de cloruro potásico en 150 partes de agua. Se filtra, se seca a 110° y se desaglomera en el molino de chorro de aire.

15.	Rendimiento	196 partes
	AgCl	10 %
	H ₂ O	3,2 %
	Superficie específica	89,4 m ² /g
	Peso a granel	138 g/litro
20.	Tamaño medio del aglomerado	3,5 milimicras

EJEMPLO 9

(AgCl-PAN)

Se prepara poliacrilonitrilo ultradisperso procediendo de la manera que se describe en el Ejemplo 3 de
25. la patente canadiense n° 952.019. Se suspenden en 375 partes de agua 50 partes de este poliacrilonitrilo, se agita y se trata la suspensión con soluciones de: a) 5,94 partes de nitrato de plata en 37,5 partes de agua y b) 2,88 partes de cloruro potásico. Se separa por filtración la mate-

ria sólida, se la seca a 110° C y se la desaglomera en el molino de chorro de aire.

	Rendimiento	53,7 partes
	AgCl	9,3 %
5.	H ₂ O	0,5 %
	Superficie específica	57,2 m ² /g
	Peso a granel	147 g/litro
	Tamaño medio del aglomerado	4,3 milimicras.

EJEMPLO 10

10.

(AgCl-UF)

Se suspenden con 400 partes de agua 200 partes de un polímero poroso de condensación de urea y formaldehído cuya preparación está descrita en la revista "Die Makromolekulare Chemie" 149 (1971) página 25, sección 9.1.

15.

Se añaden sucesivamente una solución de 11,86 partes de nitrato de plata disueltas en 50 partes de agua y una solución de 5,2 partes de cloruro potásico disueltas en 50 partes de agua, agitando vigorosamente después de cada adición. Se separa por filtración el precipitado y se le lava 2 veces con 300 partes de agua.

20.

Al secado del precipitado a 110° C durante la noche sigue una desaglomeración en un molino de chorro de aire.

25.

	Rendimiento	204 partes
	AgCl	4,9 %
	H ₂ O	3,8 %
	Superficie específica	105 m ² /g
	Peso a granel	282 g/litro.

EJEMPLO 11

(UF/AJ)

Se prepara un precondensado condensando durante 1/2 hora, a 70°C y con pH 6,5, 600 partes de melamina y 3 partes de solución acuosa de fosfato de monoetanolamina al 50%.

5. A este precondensado se añaden consecutivamente una solución de 3,13 partes de nitrato de plata disueltas en 50 partes de agua y una solución de 3,06 partes de yoduro potásico disueltas en 50 partes de agua, con lo que se obtiene, mediante buena agitación, una excelente suspensión de yoduro de plata y precondensado.
10. Agitando bien, se mezcla esta suspensión con una solución constituida por 19,9 partes de una solución acuosa de Emulphor O al 25%, 39,3 partes de una solución de hidrofosfato amónico al 25% y 462 partes de agua. Con una solución de ácido clorhídrico al 18% se ajusta la mezcla a pH 4 y se la calienta a 45°C. Al cabo de una hora aproximadamente se produce una gelificación en bloque. Se mantiene la temperatura a 45°C por 5 horas todavía, se desmenuza a continuación el bloque de gel y se le suspende con unas 800 partes de agua. Se ajusta a pH 8,0 con amoníaco concentrado y se deja reposar la suspensión por una noche.
20. Luego se la filtra en un filtro de succión y se deshidrata la torta del filtro con benceno por exclusión azeotrópica del agua.

25. Una vez excluida toda el agua, se separa el benceno por filtración, se seca hasta constancia la torta de filtro húmeda de benceno y a continuación se la desaglomera en un molino de chorro de aire.

Rendimiento	220 partes
AgJ	1,97 %

Superficie específica	299 m ² /g
Peso a granel	178 g/litro

b) EJEMPLOS DE EMPLEO

EJEMPLO 1

5. Para la prueba de uso se emplea un producto preparado igual que el producto del Ejemplo 2, pero molido en un molino de bolas Steinzeug.
- El tamaño medio del aglomerado resulta algo más alto; se halla alrededor de las 10 micras.
10. a) Prueba previa de la capacidad de influir en la meteorología mediante la determinación de la facultad de formar gérmenes.
- Se emplea un aparato para la formación y recuento de gérmenes frigorizantes conocido en los círculos científicos y que está constituido de la manera siguiente: La parte principal consiste en un recipiente de latón de 10 litros, cilíndrico y vertical, que está cerrado por arriba por un disco de plexiglás. El recipiente es enfriable hasta un nivel de -10° a -20°C por medio de un serpentín refrigerador que rodea el cilindro por fuera y por el que se hacen circular fluorocarbonos apropiados para la refrigeración. El recipiente cilíndrico contiene en el centro un humectador del aire que funciona eléctricamente y más hacia el lado un termómetro. El fondo del recipiente sirve para recoger los gérmenes frigorizantes. El interior está iluminado desde arriba.
- 15.
- 20.
- 25.
- El ensayo se realiza de la manera siguiente :
- Se deposita en el interior del cilindro, de modo que cubra el fondo, una cantidad prescrita de una solu-

- ción de azúcar subenfriada. Por esta solución se suscita el crecimiento rápido de los gérmenes frigorizantes que en el espacio gaseoso situado encima se originan y caen. Los gérmenes frigorizantes se generan humectando por medio del humectador de aire, en la medida deseada, el aire enfriado encima de la solución de azúcar subenfriada. Luego se introducen en el espacio cilíndrico 50 cc de aire que contienen el agente finamente dividido para el desencadenamiento de precipitaciones. Eventualmente se desarrolla una niebla, de la que se originan en último término cristallitos visibles en la solución de azúcar. Se cuentan éstos y se compara con las cantidades que se obtienen con el uso de los agentes convencionales. En los ensayos hay que excluir las formaciones de escarcha en las paredes del recipiente.

En el caso en cuestión (AgJ-UF, 4 % de AgJ; diámetro medio del aglomerado, 10 milimicras) se efectúan en total 8 ensayos. Los resultados están compendiados en la tabla que sigue

20.

TABLA

<u>Ensayo</u> <u>nº</u>	<u>Nº de gérmenes</u> <u>frigorizantes</u> <u>por g de AgJ</u>
1	3,0·10 ¹³
2	5,4·10 ¹³
3	0,9·10 ¹³
4	4,0·10 ¹³
5	0,7·10 ¹³
6	1,8·10 ¹³
7	6,0·10 ¹³
8	5,6·10 ¹³

25.

El resultado es muy satisfactorio. Los valores son más altos que los que se consiguen con el uso de los agentes conocidos para el desencadenamiento de precipitaciones.

5. b) Ensayo práctico del desencadenamiento de lluvia.

Desde un avión se "siembra" de la manera conocida la mezcla de este invento (AgJ-UF; 4% de AgJ; diámetro medio del aglomerado, 10 milimicras) en una nube subenfriada, en una región vitícola del Sur de Francia. Poco después de esta acción se inicia una lluvia intensa. Comparando con el uso de agentes convencionales, se demuestra que el producto de este invento conduce a un resultado mejor.

EJEMPLO II

En la región de Beaujolais se realizaron continuamente en la temporada de 1971 a 1974 ensayos como los de b) del Ejemplo I con el fin de evitar las tormentas de granizo o pedrisco (en general). Para ello se utilizó el producto del Ejemplo 2.

Las tormentas con pedrisco quedaron reducidas en el 71 %, y el tiempo de granizo (en general), en el 77%. El número de los municipios afectados se redujo en el 95%. Las cifras de los daños para los años 1971 a 1974 se redujeron en el 76% respecto a las cifras de los daños para los cuatro años anteriores.

25. EJEMPLOS III y IV

Se procedió completamente igual que en el Ejemplo II en Borgoña y la región central del Ródano. La reducción del tiempo de granizo en Borgoña fué de 88,4 %, y en la región central del Ródano, de 76%.

REIVINDICACIONES

5.
10.
15.

1.- Procedimiento para la preparación de composiciones ultradispersas y pulverulentas de haluro de plata y un macropolímero orgánico, que, en el caso de contener yodo como halógeno constituyen agentes de nucleación para influencias meteorológicas, preferentemente para desencadenar lluvia en las nubes subenfriadas, caracterizado porque en su realización se impregna y/o se carga con un haluro de plata, en presencia de agua, un macropolímero orgánico de gran superficie específica, finamente dividido, formándose químicamente "in situ" el macropolímero orgánico finamente dividido y/o el haluro de plata, y proporcionándose el macropolímero, (o los preproductos formadores del macropolímero), y el haluro de plata, (o los preproductos formadores del haluro de plata), en relación cuantitativa tal que el producto final, ultradisperso y pulverulento, contenga el haluro de plata en concentración de 0,1 a 10 en peso respecto al producto final.

20.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que su realización se efectúa, a lo más tardar, durante la precipitación del haluro de plata en la masa de impregnación o durante su adición a ésta, con exclusión de la luz visible y la luz ultravioleta.

25.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, en una forma de su realización, en una primera fase, se efectúa una precipitación de un haluro de plata en una suspensión acuosa de un macropolímero de gran superficie específica, por combinación de una sal argénti-

ca (de preferencia, nitrato de plata) disuelta en agua y de un haluro de metal alcalino disuelto en agua, una precipitación de haluro de plata; se separa en una segunda fase, del agua el precipitado resultante, que contiene el haluro de plata y el macropolímero, y eventualmente se lava; y, finalmente, se seca eventualmente, y se desaglomera el polvo obtenido.

5. 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado en que la precipitación de haluro de plata en la primera fase se provoca suspendiendo el macropolímero orgánico de gran superficie específica en una solución acuosa de la sal de plata, agitando durante 5 a 60 minutos la suspensión originada y añadiendo luego una solución de haluro de metal alcalino con agitación y en un tiempo inferior a 60 minutos.

15. 5.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado en que la precipitación de haluro de plata en la primera fase se provoca añadiendo a la suspensión acuosa del macropolímero orgánico de gran superficie específica, con agitación y simultáneamente o en sucesión breve, una solución de la sal de plata y una solución del haluro de metal alcalino, rápidamente y a partir de recipientes separados.

20. 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en una variante de su realización, en una primera fase, se convierte en una resina aminoplástica reticulada la solución acuosa de un precondensado de formaldehído y urea o melamina, el cual eventualmente puede con-

tener intracondensados comonomeros, por adición, en presencia de haluro de plata coloidal o en presencia de una sal de plata hidrosoluble y un haluro de metal alcalino, de un ácido de Brønsted que presente una constante de disociación no inferior a 1×10^{-6} ; en la segunda fase se separa del agua la precipitación resultante, que contiene el haluro de plata y el macropolímero, o el gel respectivo resultante, eventualmente después de un desmenuzamiento mecánico y de suspensión consecutiva en agua, y eventualmente se lava; y, finalmente, se seca y desaglomera eventualmente el polvo obtenido.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado en que la conversión en la primera fase del precondensado en una resina aminoplástica reticulada se realiza en presencia de una sal argéntica hidrosoluble y de un haluro de metal alcalino, partiendo de una solución de precondensado que contiene el haluro de metal alcalino y de una solución de ácido de Brønsted que contiene la sal argéntica hidrosoluble; o bien, viceversa, de una solución de precondensado que contiene la sal argéntica hidrosoluble y de una solución de ácido de Brønsted que contiene el haluro alcalino.

8.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado en que la conversión en la primera fase del precondensado se realiza en una resina aminoplástica reticulada, en presencia de haluro de plata coloidal.

9.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por utilizarse en calidad de ácido de Brønsted

el ácido sulfamínico.

5.
10.
10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en otra variante de su realización, porque la impregnación y/o la carga del macropolímero orgánico de gran superficie específica, finamente dividido, con el haluro de plata se realiza rociando el polvo seco del macropolímero, en lecho turbulento, con una sal argéntica disuelta en agua y con la solución de un haluro de metal alcalino, de preferencia en sucesión.

11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por utilizarse un macropolímero orgánico, finamente dividido, con una superficie específica de 5 a 500 m²/g.

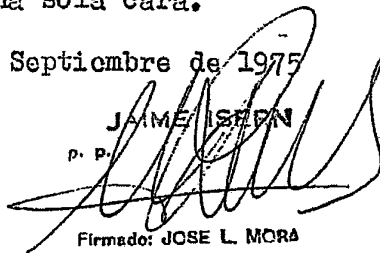
15.
12.- Procedimiento para la preparación de composiciones ultradispersas y pulverulentas de haluro de plata y un macropolímero orgánico.

20.
Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 24 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 3 Septiembre de 1975

p.a.

J. L. MORA
p. p.



Firmado: JOSE L. MORA