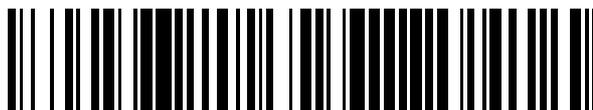


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 670 577**

51 Int. Cl.:

C06B 25/20 (2006.01)

C06B 45/10 (2006.01)

C06C 15/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.01.2011 PCT/NL2011/050030**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.07.2011 WO11090375**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.01.2011 E 11703269 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.03.2018 EP 2526077**

54 Título: **Método para preparar una composición pirotécnica**

30 Prioridad:

19.01.2010 EP 10151038

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

31.05.2018

73 Titular/es:

**CLEARSPARK, LLC (100.0%)
1401 Flower Street
Glendale, CA 91201, US**

72 Inventor/es:

**ZEBREGS, MARTIJN;
VAN ROOIJEN, MURK PIETER y
WEBB, RUTGER**

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 670 577 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

Método para preparar una composición pirotécnica

5 La invención se dirige a un método para preparar una composición pirotécnica.

10 La pirotecnia (el arte del fuego) es la ciencia de materiales capaces de experimentar reacciones químicas exotérmicas autocontenidas y autosostenidas para la producción de calor, luz, gas, humo y/o sonido. La pirotecnia incluye no solo la fabricación de fuegos artificiales, sino también artículos como cerillas de seguridad, velas de oxígeno, pernos y sujetadores explosivos y componentes de airbag automotrices.

15 Los materiales utilizados en las composiciones pirotécnicas pueden en general clasificarse de la siguiente manera: agentes oxidantes, agentes que tienen un doble papel de agente oxidante y colorante, colorantes, combustibles pirotécnicos, tintes de humo, aglutinantes y otros aditivos químicos.

20 Con respecto a los aglutinantes, se han usado una diversidad de materiales en la técnica para la fabricación de composiciones pirotécnicas. Dependiendo del tipo de sistema/composición, los requisitos del aglutinante pueden variar. Los materiales convencionales usados como aglutinantes para composiciones pirotécnicas incluyen productos naturales tales como dextrinas, gomas, resinas y ocasionalmente también polímeros sintéticos. También se han propuesto materiales aglutinantes basados en celulosa, tales como hidroxietilcelulosa (documento GB-A-1 445 564).

25 Las composiciones pirotécnicas se pueden emplear en una variedad de aplicaciones, tales como fuegos artificiales, generadores e infladores de gas, bengalas militares y señales de socorro. Desafortunadamente, la combustión de grandes cantidades de tales composiciones pirotécnicas puede generar grandes cantidades de humo, lo que por diversas razones es indeseable. En consecuencia, se han realizado intentos para proponer composiciones pirotécnicas que producen menos humo. Los aglutinantes convencionales mencionados anteriormente, sin embargo, no son útiles para pirotecnia de bajo humo.

30 Se han propuesto otros materiales aglutinantes en la técnica. Por ejemplo, el documento EP-A-1 982 968 describe una composición pirotécnica de bajo humo en la que un material de partida de nitrocelulosa fibroso se disuelve en una mezcla de disolventes orgánicos. La nitrocelulosa fibrosa se quema casi sin humo y puede actuar como agente oxidante y como combustible al mismo tiempo. Por lo tanto, es muy adecuado para pirotecnia de bajo humo.

35 El documento US-A-2002/0 148 540 divulga una composición pirotécnica de bajo humo que contiene una mezcla de nitrocelulosa/nitroguanidina combinada con un material aglutinante de alcohol polivinílico. Las desventajas de esta composición incluyen la presencia de nitroguanidina y perclorato. La nitroguanidina sirve como un modificador de la velocidad de combustión y conduce a una velocidad de combustión inferior no deseada y al contenido de energía de las formulaciones. El perclorato sirve como oxidante y, de hecho, puede aumentar la velocidad de combustión y el contenido de energía, pero también dará como resultado un aumento no deseado en la producción de humo de la composición de base. Además, la preparación de las composiciones pirotécnicas divulgadas en este documento se basa en el uso indeseable de disolventes orgánicos volátiles.

45 La presencia de disolvente orgánico volátil, por ejemplo, para procesamiento, es desventajosa. Los solventes orgánicos volátiles como la acetona y el etanol son altamente inflamables. Esto puede potencialmente dar lugar a situaciones peligrosas cuando el vapor explosivo puede acumularse. Es costoso hacer instalaciones y equipos compatibles con el solvente inflamable. Además, el costo de estos solventes es significativo. Además, los solventes son poco amigables con el medioambiente. Por consiguiente, existe una necesidad en la técnica de proporcionar un aglutinante para composiciones pirotécnicas que no requiera el uso de un disolvente orgánico.

50 El objetivo de la invención es por lo tanto abordar uno o más de estos problemas enfrentados en la técnica anterior. Más en particular, la invención pretende proporcionar un método para preparar una composición pirotécnica (baja en humo) que comprende un aglutinante soluble en agua, que no se basa en el uso de disolventes orgánicos volátiles. Además, la invención tiene como objetivo proporcionar una composición pirotécnica de bajo humo que tenga una resistencia mecánica suficiente para la aplicación prevista, tal como la preparación de gránulos de carga pirotécnica. Además, la invención tiene como objetivo proporcionar una composición pirotécnica de bajo humo que comprenda una baja cantidad de material aglutinante.

60 La invención se basa en la idea de los inventores de que una clase específica de aglutinantes hidrosolubles es capaz de cumplir al menos parcialmente uno o más de los objetivos anteriores.

65 Por consiguiente, en un primer aspecto, la invención se dirige a un método para preparar una composición pirotécnica que comprende nitrocelulosa fibrosa y uno o más aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua, comprendiendo el método mezclar la nitrocelulosa fibrosa en forma húmeda con uno o más aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua y opcionalmente uno o más disolventes orgánicos, en el que la cantidad de disolvente orgánico en la mezcla es 2% en peso o menos en base al peso total de la mezcla, y en donde la cantidad de dicha nitrocelulosa fibrosa en la

composición es 20-96% en peso con base en el peso total de la composición, dicha nitrocelulosa fibrosa tiene preferiblemente un contenido de nitrógeno de 12.6% en peso o más.

5 La invención permite que se use agua como disolvente para los aglutinantes de éter de celulosa. Por lo tanto, la cantidad de disolventes orgánicos puede reducirse considerablemente o incluso evitarse. Esto es altamente ventajoso, porque el agua no es inflamable, es barata y no daña el medio ambiente. Además, los inventores descubrieron que el uso de aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua en la preparación de composiciones pirotécnicas permite la fabricación de cargas pirotécnicas con una porosidad deseada. Además, tales cargas (tales como gránulos) tienen una resistencia mecánica sorprendentemente alta, mientras que producen una combustión relativamente estable y limpia de la carga pirotécnica basada en nitrocelulosa. Cuando se aplica en composiciones generadoras de color (preferiblemente composiciones generadoras de color de bajo humo), existe solo una influencia perjudicial menor sobre el color de la llama, y también la velocidad de combustión apenas se ve afectada.

15 La cantidad de disolvente orgánico en la mezcla está basada en un 2% en peso o menos. En una realización, el(los) disolvente(s) en la mezcla consisten en 90% en peso o más de agua, preferiblemente 95% en peso o más, más preferiblemente 98% en peso o más. Es sorprendente que la composición pirotécnica así formada pueda usarse adecuadamente para preparar carga que tenga suficiente porosidad.

20 La mezcla puede realizarse utilizando métodos y herramientas convencionales tales como equipos de mezcla familiares para los expertos en la técnica del procesamiento de materiales energéticos, tales como, por ejemplo, mezcladores horizontales, mezcladores amasadores, mezcladores de alto cizallamiento y mezcladores de alta velocidad. Preferiblemente, los componentes se mezclarán a temperatura ambiente. La mezcla puede, por ejemplo, realizarse durante 15-60 minutos, tal como aproximadamente 30 minutos.

25 Los inventores se propusieron formular composiciones pirotécnicas, por ejemplo, dirigidas a generar llamas coloreadas, con las cantidades más pequeñas de aglutinante posible. Al mismo tiempo, las cargas producidas deberían ser mecánicamente fuertes y tener un buen tiempo de combustión (dado un cierto tamaño de carga). Los inventores encontraron que la elección del aglutinante tiene un efecto importante sobre las propiedades mecánicas de las cargas producidas allí. Además, se encontró que la elección del aglutinante influye considerablemente en la combustión de la composición pirotécnica (pureza del color de la llama, tiempo de combustión de una carga de un tamaño dado, influencia sobre el color, estabilidad de la combustión). Además, se encontró que la densidad de carga tiene un efecto sobre la inflamabilidad de estas cargas pirotécnicas.

35 Las autoridades han determinado que la nitrocelulosa seca con un porcentaje de masa de nitrógeno superior a 12.6 debe considerarse como material explosivo y para clasificación de transporte UN Clase 1.1. La nitrocelulosa seca es además un material peligroso debido a su naturaleza sensible (a chispa, impacto y fricción).

40 Con el fin de minimizar los riesgos de seguridad durante la manipulación y el transporte, la nitrocelulosa altamente nitrada se humedece con agua de modo que la relación en peso entre agua y nitrocelulosa fibrosa en la composición pirotécnica es de al menos 1:3. En este estado, la masa es prácticamente imposible de encender y no se considera un material explosivo (UN Clase 4.1). Esto se ha convertido en una práctica estándar en la industria, siempre que esto sea posible.

45 Habitualmente, la nitrocelulosa altamente nitrada se seca antes de que pueda usarse en una etapa de procesamiento posterior. El uso de un aglutinante de éter de celulosa soluble en agua como se proporciona por la invención hace que el secado del material a granel directamente después del transporte sea redundante. No es necesario eliminar el agua, ya que se puede usar como disolvente para el aglutinante de éter de celulosa soluble en agua. La nitrocelulosa en condiciones húmedas es un material muy insensible. Después del transporte, la nitrocelulosa insensible se puede usar en la misma forma sin tener que realizar pretratamientos relativamente peligrosos (como un paso de secado). Por lo tanto, los riesgos durante cualquier procesamiento posterior se reducen significativamente. Después del procesamiento (como la preparación de gránulos), el producto final puede secarse.

50 Además, el aglutinante de éter de celulosa soluble en agua puede eliminarse fácilmente de las herramientas utilizadas en la fabricación. Es ventajoso que este aglutinante se pueda eliminar usando agua y jabón normales. No hay necesidad de disolventes orgánicos y similares que sean nocivos para el medio ambiente.

55 Preferiblemente, uno o más aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua comprenden uno o más seleccionados del grupo que consiste en hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa, hidroxipropilmetil celulosa, hidroxibutilmetil celulosa, metil-2-hidroxietil celulosa, metil-2-hidroxipropil celulosa, 2-hidroxietil butil celulosa, metil celulosa, hidroxietil carboximetil celulosa, carboximetil celulosa y 2-hidroxietil etil celulosa. En una realización particularmente preferida, el uno o más aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua comprenden metil-2-hidroxietilcelulosa.

60 El aglutinante de éter de celulosa soluble en agua puede usarse en la composición en una cantidad de 0.1 - 15% en peso basado en el peso total de la composición, preferiblemente 0.5-10% en peso, más preferiblemente 1-5 %, tal como en una cantidad de aproximadamente 2% en peso. Los contenidos de aglutinante de más de 15% puede dificultar la buena combustión de la composición. En este contexto, se considera que el término "buena combustión" incluye

propiedades tales como buen tiempo de combustión de los gránulos, combustión completa y, por lo tanto, formación mínima de residuos atribuible al aglutinante, combustión explosiva mínima debido al confinamiento, etc. Además, tales contenidos elevados de aglutinante pueden ser indeseables en el sentido de que el color de la combustión puede ser menos atractivo.

5

La nitrocelulosa fibrosa se puede usar en la composición en una cantidad de 20-96% en peso basado en el peso total de la composición.

10

En una realización preferida, la cantidad de nitrocelulosa fibrosa está en el intervalo de 85-96% en peso. Tales cantidades elevadas de nitrocelulosa fibrosa son ventajosas para proporcionar una composición pirotécnica que es sustancialmente sin humo. Deseablemente, las composiciones pirotécnicas que tienen esta alta cantidad de nitrocelulosa fibrosa exhiben una combustión relativamente limpia. La nitrocelulosa fibrosa se quema relativamente limpia. Dependiendo del grado de nitración, la nitrocelulosa se puede representar mediante las fórmulas químicas $C_6H_9O_5(NO_2)$, $C_6H_8O_5(NO_2)_2$ o $C_6H_7O_5(NO_2)_3$. De acuerdo con la invención, todas estas fórmulas se denominan nitrocelulosa.

15

Como componentes adicionales, la composición pirotécnica de la invención puede comprender uno o más colorantes y/o agentes oxidantes. Ejemplos adecuados de tales compuestos incluyen nitrato de amonio, perclorato de amonio, aminotetrazol de bario, carbonato de bario, clorato de bario, nitrato de bario, carbonato de calcio, carbonato de cobre básico, nitrato de cobre básico, acetoarsenita de cobre, arsenita de cobre, cloruro de cobre (I), oxalato de cobre (II), oxiclorigenato de cobre, cobre en polvo, sulfato de cobre, clorato de potasio, nitrato de potasio, perclorato de potasio, fluoruro de sodio y aluminio, bicarbonato de sodio, carbonato de sodio, clorato de sodio, cloruro de sodio, nitrato de sodio, oxalato de sodio, estroncio aminotetrazol, carbonato de estroncio, nitrato de estroncio, oxalato de estroncio y peróxido de estroncio. En una realización preferida, el uno o más colorantes y/o agentes oxidantes se seleccionan del grupo que consiste en nitrato de amonio, aminotetrazol de bario, carbonato de bario, clorato de bario, nitrato de bario, carbonato de calcio, carbonato de cobre básico, nitrato de cobre básico, cloruro de cobre (I), oxalato de cobre (II), oxiclorigenato de cobre, cobre en polvo, sulfato de cobre, clorato de potasio, nitrato de potasio, fluoruro de sodio y aluminio, bicarbonato de sodio, carbonato de sodio, clorato de sodio, cloruro de sodio, nitrato de sodio, oxalato de sodio, aminotetrazol de estroncio, carbonato de estroncio, nitrato de estroncio, oxalato de estroncio y peróxido de estroncio.

20

25

Varios de estos compuestos tienen una función de coloración, así como una función oxidante, mientras que otros solo actúan como un colorante, o solo como un agente oxidante. Naturalmente, también se puede aplicar cualquier combinación de estos colorantes y/o agentes oxidantes.

30

La cantidad de colorantes y/o agentes oxidantes tomados conjuntamente en la composición pirotécnica de la invención puede ser 1-50% en peso basado en el peso total de la composición, preferiblemente 1-30% en peso, más preferiblemente 1-10% en peso. Cantidades más altas de colorantes y/o agentes oxidantes tienden a aumentar la generación de humo.

35

La composición pirotécnica de la invención puede comprender además uno o más combustibles pirotécnicos. Tales combustibles son conocidos en la técnica. La cantidad de combustibles pirotécnicos en la composición es preferiblemente de 20-96 en peso basado en el peso total de la composición.

40

La composición pirotécnica también puede comprender agua, en particular durante los procesos de producción. La cantidad de agua utilizada es preferiblemente tal que la relación en peso entre agua y nitrocelulosa fibrosa en la composición pirotécnica es al menos 1:3, más preferiblemente en el intervalo de 1:3-1:2. Una composición pirotécnica con una relación en peso entre agua y nitrocelulosa fibrosa de al menos 1:3 es altamente ventajosa para el transporte de material de nitrocelulosa altamente nitrado, como se explicó anteriormente.

45

Además, la composición pirotécnica puede comprender un donante de cloro, en particular cuando se pretende generar llamas coloreadas. Los donantes de cloro adecuados son conocidos por los expertos en la técnica e incluyen sustancias cloradas orgánicas, tales como polivinilcloruro (PVC) y similares.

50

También se divulga una composición pirotécnica que se puede obtener mediante un método de acuerdo con la invención. Tal composición pirotécnica comprende, por lo tanto, nitrocelulosa fibrosa y uno o más aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua como se describe en la presente memoria.

55

También se divulga el uso de un aglutinante de éter de celulosa soluble en agua como agente de refuerzo en una composición pirotécnica que contiene nitrocelulosa fibrosa. Preferiblemente, el aglutinante de éter de celulosa soluble en agua es como se define aquí. En una realización preferida, la invención incluye el uso de metil-2-hidroxietilcelulosa como agente de refuerzo en una composición pirotécnica que contiene nitrocelulosa fibrosa.

60

También se divulga un método para preparar una carga pirotécnica, que comprende formar la composición pirotécnica obtenida mediante un método de la invención en una forma predeterminada. Por lo general, la carga pirotécnica se forma en forma de gránulo.

65

Para fabricar la carga pirotécnica, la composición pirotécnica puede comprimirse en estado húmedo. Este estado húmedo se refiere a un estado en el que la composición está en contacto con agua y opcionalmente uno o más disolventes adicionales. En una realización preferida, durante la compresión, la cantidad de disolvente orgánico con respecto a la cantidad de disolvente total es del 10% en peso o menos, preferiblemente 5% en peso o menos, más preferiblemente 2% en peso o menos, y lo más preferiblemente no se usan disolventes orgánicos para preparar la carga de la invención. En una realización, el(los) disolvente(s) en la composición que se comprime consisten en 90% en peso o más de agua, preferiblemente 95% en peso o más, más preferiblemente 98% en peso o más. Es sorprendente que una carga pirotécnica así formada todavía tenga suficiente porosidad. El agua puede ser expulsada de la carga si se aplica demasiada presión. La densidad final de la carga puede controlarse por el porcentaje de agua utilizada en la composición, en combinación con la presión aplicada durante la compresión.

La formación puede comprender presionar, extruir o similar. El prensado puede realizarse mediante una "placa de estrella" como es generalmente conocido por el experto en la técnica (para la producción manual de lotes), prensas hidráulicas o neumáticas (para velocidades de producción relativamente pequeñas, hasta artículos individuales) o prensas de tabletas (prensa de tableta rotativa o variantes de las mismas, para permitir mayores velocidades de producción). Los expertos en la materia podrán ajustar el proceso de producción para permitir el mezclado y la conformación del material pirotécnico utilizando un equipo de extrusión.

También se divulga una carga pirotécnica que puede obtenerse por el método de la invención, preferiblemente en forma de un gránulo. Los inventores descubrieron que tales cargas tienen una resistencia mecánica sorprendentemente alta y no se desintegran fácilmente (tales como fragmentación o desintegración). Esto es particularmente sorprendente ya que los disolventes orgánicos, que se usan normalmente para inducir suficiente porosidad, se pueden omitir de acuerdo con la presente invención. Además, las cargas de la invención proporcionan una combustión estable y limpia. Aunque en las composiciones pirotécnicas convencionales se añaden componentes tales como nitroguanidina para salvaguardar la combustión controlada, las cargas preparadas de acuerdo con la presente invención no requieren la presencia de tales componentes. Por lo tanto, en una realización, la carga de la invención comprende 1% en peso o menos de nitroguanidina, preferiblemente 0.5% en peso o menos, más preferiblemente 0.2% en peso, y aún más preferiblemente, la carga de la invención está libre de nitroguanidina. La carga puede ser, por ejemplo, en forma de gránulo.

En una realización, la carga pirotécnica de la invención tiene una densidad en el intervalo de 0.15-1.2 g/cm³, pero lo más preferiblemente la carga tiene una densidad de 0.15-0.45 g/cm³. Las cargas que tienen una densidad en estos intervalos se definen aquí como "cargas porosas de nitrocelulosa". En otra realización, cuando esta composición se usa para crear cargas coloreadas pirotécnicas, como se da en el Ejemplo 1, la densidad cae en un intervalo de preferiblemente 0.15-1.2 g/cm³, más preferiblemente 0.7-1.0 g/cm³, y lo más preferiblemente al menos 0.8 g/cm³.

Las composiciones pirotécnicas obtenidas mediante el método descrito en esta invención se pueden aplicar en fuegos artificiales específicos, tales como para hacer gránulos como "estrellas", gránulos como "cometas", y especialmente para aquellas variantes que son extremadamente bajas en la producción de humo.

En una realización específica, la composición obtenida mediante el método de la invención se puede emplear para producir las llamadas cargas porosas de nitrocelulosa. Las cargas porosas de nitrocelulosa se pueden usar como reemplazo del polvo negro (por ejemplo, como "carga de elevación" para propulsar cometas y minas de fuegos artificiales, o como cargas para propulsar ciertos tipos de municiones como granadas de humo o en trenes de encendido dentro de productos que emplean materiales energéticos). El polvo negro consiste en una mezcla íntima de nitrato de potasio, carbón y azufre, que también está muy comprimido y granulada. El polvo negro tiene características atractivas para muchas aplicaciones en el campo de la pirotecnia, debido a que se quema relativamente rápido (incluso a presiones ambientales), la sustancia es muy estable y es fácil de encender. Además, enciende muy bien otros materiales energéticos, y el polvo negro está hecho de materiales que son relativamente baratos.

Sin embargo, el polvo negro tradicional tiene varias desventajas. Estos incluyen la producción de cantidades significativas de humo al quemarse, la combustión ineficiente (aproximadamente la mitad de la masa de polvo negro no se convierte en gas útil) y la disponibilidad limitada (solo están disponibles comercialmente un número limitado de variantes de polvo negro).

Muchos sustitutos del polvo negro se han propuesto con el tiempo, pero estos no ofrecen todas las ventajas que plantea el polvo negro. Una carga de nitrocelulosa porosa como se describe aquí se refiere a los problemas mencionados anteriormente, ya que permite una alta tasa de combustión confiable a presiones ambientales, permite que los dispositivos de propulsión sean sin humo con una eficiencia muy alta (rendimiento de gas) y permite conformar geometrías específicas.

Además, las cargas porosas de nitrocelulosa basadas en las composiciones obtenidas por un método de acuerdo con la presente invención se pueden usar como reemplazo de las "cargas de estallido" convencionales (en cartuchos de fuegos artificiales). Similar al reemplazo mencionado anteriormente para polvo negro, los cartuchos de fuegos artificiales (cartuchos de despliegue aéreo) usan cargas de ráfagas pirotécnicas, que comprenden polvo negro y/u otras mezclas pirotécnicas que usan perclorato de potasio y clorato de potasio, usando carbón y azufre. En algunos casos, en algunos cartuchos de calibre, en lugar de carbón, es común usar polvo de aluminio (produciendo una explosión tipo "polvo

rápido"). A veces, las sales de potasio o de sodio del benzoato también se usan como ingredientes de combustible en cargas explosivas. Es bastante común ver materiales de relleno y portadores (como cáscaras de arroz y semillas de algodón) usados en combinación con cargas de estallido, para obtener ciertas "densidades de carga". La principal desventaja aquí nuevamente es la formación de humo como un subproducto indeseable, y la manera relativamente cruda en la que se obtiene una "densidad de carga". Una carga de nitrocelulosa porosa como se describe en la presente memoria aborda estos problemas.

Además, las cargas de nitrocelulosa porosa basadas en una composición obtenida mediante un método de acuerdo con la invención se pueden usar como un agente generador de gas. Dichos agentes generadores de gas pueden aplicarse, por ejemplo, en dispositivos inflables para automóviles o en cartuchos para herramientas eléctricas que utilizan propelentes, activadores (tales como dispositivos accionados por cartuchos y dispositivos accionados por propulsores), propulsión para armas de centro bajo de gravedad (incluidas armas no letales), etc.

Las composiciones pirotécnicas obtenidas mediante un método de acuerdo con la invención pueden usarse además para producir bengalas pirotécnicas militares, bengalas de señuelos infrarrojos y pirotecnia civil (bengalas de carreteras, fusibles de ferrocarril, bengalas del tipo de socorro SOLAS (Seguridad De La Vida En El Mar)).

La invención se ilustrará adicionalmente mediante los siguientes ejemplos no limitativos.

Ejemplos

Ejemplo 1 (Comparativo)

Se preparó una composición pirotécnica de color de acuerdo con la invención mezclando los componentes en la Tabla a continuación en las cantidades indicadas (% en peso basado en el peso de la composición total).

Componente	% en peso
nitrocelulosa fibrosa que tiene un contenido de nitrógeno de 13.5% en peso (basado en el peso de la nitrocelulosa)	85.00
metil-2-hidroxietilcelulosa	3.50
Ba(ClO ₃) ₂	4.50
Ba(NO ₃) ₂	4.50
Polivinilcloruro	2.50
Total	100.00

Como material de partida, la nitrocelulosa fibrosa húmeda se usó "tal como se recibió". A esta mezcla, se añadió una cantidad de agua para que se crea la relación en peso requerida de agua a nitrocelulosa. Esta composición se mezcló en un mezclador durante 30 minutos a temperatura ambiente.

Si bien esta composición es húmeda, la sensibilidad a los estímulos mecánicos es muy baja (la sensibilidad al impacto es de 50 Nm y las pruebas de sensibilidad a la fricción no muestran ninguna reacción a 360 N, determinada con el equipo BAM). Después del secado, estos materiales son nuevamente sensibles, pero caen en el mismo rango de sensibilidades de las composiciones pirotécnicas convencionales normales.

Esta composición se cargó en un molde de prensa de 38 mm, y se aplicó una presión de modo que se obtuvieron gránulos con una densidad final (después del secado) de 0.8 g/cm³. Cuando tales gránulos se colocaron en el suelo dieron un color verde intenso muy puro con apenas humo. Cuando se ensayaron composiciones pirotécnicas convencionales en igualdad de condiciones, se obtuvo un color blanquecino mucho más pálido con mucho humo.

Estos gránulos de 38 mm se lanzaron desde un tubo, usando carga de polvo negro convencional. El gránulo se encendió casi instantáneamente, no produjo ningún fragmento, produjo un color verde brillante intenso/puro y casi no había humo. De nuevo, aquí, cuando se ensayaron composiciones pirotécnicas convencionales en igualdad de condiciones, se obtuvo un color blanquecino mucho más pálido con mucho humo.

Ejemplo 2 (Comparativo)

Se realizaron cargas porosas introduciendo la nitrocelulosa fibrosa en un mezclador de alto cizallamiento y luego mezclándola de tal manera que se obtuvo una consistencia pastosa. El proceso comenzó con una mezcla de 55 g de nitrocelulosa fibrosa y 55 g de agua. Después de 5 minutos de mezcla, se añadió el aglutinante soluble en agua y luego se continuó mezclando durante 5 minutos. En este punto, se agregó el resto de la composición. Después de aproximadamente media hora, se obtuvo una pasta. Se colocaron aproximadamente 8 g de pasta húmeda en una forma especial cilíndrica, que tenía paredes permeables que permitían equilibrar las presiones. Inmediatamente después de esta etapa, la forma de conformación se transfirió a una estufa de vacío, y luego se sometió a condiciones de vacío (cerca de 0.2 atm) a 40°C durante 6 horas.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Método para preparar una composición pirotécnica que comprende nitrocelulosa fibrosa y uno o más aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua, comprendiendo el método mezclar la nitrocelulosa fibrosa en forma húmeda con uno o más aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua y uno o más disolventes orgánicos, donde la cantidad de disolvente orgánico en la mezcla es 2% en peso o menos en base al peso total de la mezcla, y en donde la cantidad de dicha nitrocelulosa fibrosa en la composición es 20-96% en peso basado en el peso total de la composición, dicha nitrocelulosa fibrosa tiene preferiblemente un contenido de nitrógeno de 12.6% en peso o más.
- 10 2. Método según la reivindicación 1, en el que no se usan disolventes orgánicos para preparar la composición pirotécnica.
- 15 3. Método según la reivindicación 1 o 2, en el que dicho uno o más aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua comprende uno o más seleccionados del grupo que consiste en hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa, hidroxipropilmetil celulosa, hidroxibutilmetil celulosa, metil-2-hidroxietil celulosa, metil-2-hidroxipropil celulosa, 2-hidroxietil butil celulosa, metil celulosa, hidroxietil carboximetil celulosa, carboximetil celulosa y 2-hidroxietil etil celulosa, preferiblemente dicho uno o más aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua comprenden metil-2 hidroxietil celulosa.
- 20 4. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que la cantidad de dicho uno o más aglutinantes de éter de celulosa solubles en agua en la composición es 0.1-15% en peso basado en el peso total de la composición, preferiblemente 0.5-10% en peso, más preferiblemente 1-5% en peso.
- 25 5. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que la cantidad de dicha nitrocelulosa fibrosa en la composición es 85-96% en peso basado en el peso total de la composición.
- 30 6. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que dicha composición comprende además uno o más colorantes y/o agentes oxidantes, preferiblemente seleccionados del grupo que consiste en nitrato de amonio, perclorato de amonio, aminotetrazol de bario, carbonato de bario, clorato de bario, nitrato de bario, carbonato de calcio, carbonato de cobre básico, acetoarsenita de cobre, arsenita de cobre, cloruro de cobre (I), oxalato de cobre (II), oxiclورو de cobre, cobre en polvo, sulfato de cobre, clorato de potasio, nitrato de potasio, perclorato de potasio, fluoruro de sodio y aluminio, bicarbonato de sodio, carbonato de sodio, clorato de sodio, cloruro de sodio, nitrato de sodio, oxalato de sodio, aminotetrazol de estroncio, carbonato de estroncio, nitrato de estroncio, oxalato de estroncio y peróxido de estroncio; y/o en donde dicho uno o más colorantes y/o agentes oxidantes en dicha composición preferiblemente ascienden a una cantidad de 1-50% en peso basado en el peso total de la composición, más preferiblemente 1-30% en peso, incluso más preferiblemente 1-10% en peso.
- 35 7. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que dicha composición comprende además uno o más combustibles pirotécnicos, preferiblemente en una cantidad de 20-96% en peso basado en el peso total de la composición.
- 40 8. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que dicha composición comprende además agua y en la que la relación en peso entre agua y nitrocelulosa fibrosa en dicha composición es preferiblemente de al menos 1:3, más preferiblemente en el intervalo de 1:3 - 1:2.