

**SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES**

2020
Bogotá D.C.,

Abogada
Luz Clemencia de Páez

ASUNTO	Radicación	09 036 261
	Trámite	011
	Evento	378
	Actuación	519
	Oficio	12 1 258 8
	Folios	13

Patente de Invención	☒	Patente de Modelo de Utilidad	☐
Vía Nacional	☐		
Vía PCT (Fase Nacional)	☒	Capítulo I	☒ Capítulo II
No. Solicitud Internacional	PCT/US2007/019686		
Fecha de Presentación Internacional	10/Septiembre/2007		

Como resultado del Examen de Fondo realizado, con fundamento en el Artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se comunica:

1. Documentos estudiados

Descripción:	Folios 25 a 45	08/Abril/2009
Reivindicaciones:	Folios 46 a 50	08/Abril/2009
Prioridad:	US 11/518,486	11/Septiembre/2006

2. Análisis de la Prioridad

Se acepta la reivindicación de Prioridad porque esta solicitud fue presentada dentro del plazo establecido (Art. 9 D 486) y su contenido técnico corresponde con el de la prioridad reivindicada.

3. Objeto de la invención

Título de la solicitud: "Procesamiento de fundido de insecticidas fosforoamido (Di) tioato".

El problema planteado en esta solicitud es la necesidad de suministrar un proceso para la formación de fundido de acefato y otros materiales fosforoamido(di)tioato que proporcionen un gránulo soluble en agua que tenga una estabilidad a largo plazo contra niveles inaceptable de degradación del ingrediente activo.

Para resolver este problema técnico la solicitud en estudio proporciona un proceso para elaborar gránulos de fosforoamido(di)tioato incluye (a) fundir el

Expediente 09 036 261 1er Art 45

fosforoamido(di)tioato técnico bajo un atmósfera sustancialmente libre de oxígeno y (b) formar el fosforoamido(di)tioato fundido en gránulos de una forma útil como un insecticida.

El objeto de la presente Solicitud se relaciona con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP): A 01 N 025/012

4. De la Solicitud de Patente

Reivindicaciones (Art 30 D 486, Art 22 PCT)

El capitulo reivindicatorio no está debidamente sustentado en la descripción, puesto que en las realizaciones preferidas no se menciona que el producto obtenido sea estable en el tiempo, ni la presencia de un agente enmascarador que comprende un aceite esencial, solo se menciona la forma de hojuelas y una atmosfera de nitrógeno, características que no son una generalización de las características reivindicadas. El solicitante debe definir específicamente la materia y el alcance de la invención a través de las características técnicas esenciales que se encuentren enteramente soportadas en la descripción.

La reivindicación 1 no es clara porque se menciona un método que contiene unas partículas y un proceso que comprende una serie de etapas. Se recuerda al solicitante que un método se define por una serie de etapas o una secuencia de pasos lógicos con determinadas condiciones.

En la reivindicación 2 se especifica a que se está haciendo referencia con la expresión "atmosfera sustancialmente libre de oxígeno" características que se debe mencionar en la reivindicación 1 que es la independiente y contiene las condiciones del método.

Las reivindicaciones 5, 6, 12, 13, 15, 18 y 21 no son claras porque el término "aproximadamente" precediendo una característica es impreciso, por lo cual no permite distinguir la invención del estado de la técnica. Se sugiere sustituirlo por un término preciso o un rango concreto.

La reivindicación 9 no es concisa puesto que la expresión "olor de una fruta cítrica" abarca muchos compuestos que tienen dicha característica. Se debe definir específicamente cuales son los compuestos que proporcionan dicho olor.

5. Determinación del Estado de la Técnica

El Estado de la Técnica se determinó con base en la Fecha de Presentación de la Solicitud de Prioridad: Septiembre 11 de 2006y se encontraron los siguientes documentos que anticipan el objeto de esta solicitud:

Ítem	Documento	Título	Fecha de Publicación*
D1	WO9826656	Chemically stable, insecticidally active phosphoroamidothioate pellet compositions and methods for their manufacture	25/Junio/1998
D2	EP0415609	Pelletized insecticidal composition.	06/Marzo/1991
D3	US5464623	Process for pelletizing insecticidal N-hydrocarbonylphosphoroamidothioates and phosphoroamidodithioates	07/Noviembre/1995

D4	WO2005020688	Process for dry granulation by agitative balling for the preparation of chemically stable, dry-flow, low compact, dust free soluble spherical granules of phosphoroamidothioate	10/Marzo/2005
D5	US20030153484	Masking agent for agrichemicals	14/Agosto/2003

D1

http://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?DB=EPODOC&II=0&ND=3&adjacent=true&locale=en_EP&FT=D&date=19980625&CC=WO&NR=9826656A1&KC=A1 divulga (abstract, página 12 – 15) pellets químicamente estables de insecticidas que tiene bajo contenido de humedad y un 95% del ingrediente activo, donde este es seleccionado de compuestos fosforoamidotioato y fosforoamido ditioato N-hidrocarbilo. Los pellets pueden ser producidos por un proceso de extrusión a alta presión axial y un proceso de presión bajo la cesta de extrusión.

D2

http://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?DB=EPODOC&II=0&ND=3&adjacent=true&locale=en_EP&FT=D&date=19910306&CC=EP&NR=0415609A2&KC=A2 divulga (abstract) pellets de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarbilo obtenidos por solidificación de las gotas de insecticida fundido. Las composiciones insecticidas en pellet de N-hidrocarbilo fosforoamidotioateos y fosforamidoditioatos tiene un control de olor mejorado, estabilidad térmica, resistencia al desgaste, densidad aparente y características de manejo sobre las formas conocidas.

D3http://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?CC=US&NR=5464623A&KC=A&FT=D&ND=3&date=19951107&DB=EPODOC&locale=en_EP divulga (abstract; column 5, renglones 52 – 60; column 6, renglones 13 – 24; column 7, Tabla 2) proceso de palatización insecticida N-hidrocarbilo fosforoamidotioatos y fosforoamidoditioatos con control de olor mejorado, estabilidad térmica y características de manejo. Los gránulos se hacen fundiendo el ORTHENE insecticida (un polvo de grado técnico del acefato) en una temperatura de alrededor de 90°C y una alternativa es que la masa fundida sea colocada en un molde para formar bloques, tabletas, pastillas y similares donde los bloques pueden ser de nuevo dividido en fragmentos por corte o fragmentación; otra alternativa la masa fundida pasa a través de un orificio para formar gránulos de tamaño de gotas, que luego es solidificado.

D4http://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?DB=EPODOC&II=0&ND=3&adjacent=true&locale=en_EP&FT=D&date=20050310&CC=WO&NR=2005020688A1&KC=A1 divulga (página 4 – 5, párrafos [0013] – [0017]; página 7, párrafo [0022]) proceso de obtención de gránulos químicamente estables que se obtienen por un proceso en seco de granulación en agitación, en donde las partículas de polvo se ablandan por calentamiento y se convierten en gránulos, puesto que el polvo se coloca en el granulador y se somete a una acción de mezclado muy intensa.

D5

http://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?CC=US&NR=2003153484A1&KC=A1&FT=D&ND=3&date=20030814&DB=EPODOC&locale=en_EP divulga (página 1, párrafo [0013]; página 2, párrafo [0027]; página 3, párrafos [0034], [0038] y [0041]) formulaciones que contienen un ingrediente activo que produce olores desagradables y un agente de enmascaramiento que contiene terpenos volátiles, donde el acefato es el insecticida preferido. Los agentes de enmascaramiento comprenden uno o más terpenos volátiles o sus derivados oxigenados que enmascaren al menos una porción de los olores ofensivos del ingrediente activo.

6. Examen de Patentabilidad(Art 14 D486)

Novedad (Art 16 D486)

La reivindicación 25 consiste en “partículas insecticidas que contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarbilo”

Comparación de las características técnicas **esenciales**, con las del Estado de la Técnica:

Características esenciales	D1
Partículas insecticidas	Gránulos insecticidas

Contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo	Contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo
--	--

Las características **esenciales** de la composición de la reivindicación 25 habían sido divulgadas previamente en D1, el cual enseña gránulos químicamente estables de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboil preparados por extrusión a alta presión del insecticida en un estado semi – fundido. El polvo de acefato tiene una mínima pureza de cerca de 97% por peso, este se somete primero a un paso de rompedores de grumos en un molino convencional, si es necesario, para reducir o eliminar grumos de material que puedan haberse formado debido a que el material presenta tendencia a la aglomeración, dicha técnica proporciona una mejor capacidad de flujo durante la extrusión (página 12 – 15).

En consecuencia, la reivindicación 25 carece de novedad, según lo divulgado en el documento D1.

La reivindicación 26 consiste en “perlas insecticidas que contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo”

Comparación de las características técnicas **esenciales**, con las del Estado de la Técnica:

Características esenciales	D2
Perlas insecticidas	Pellets insecticidas
Contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo	Contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo

Las características **esenciales** de la composición de la reivindicación 25 habían sido divulgadas previamente en D2, el cual enseña pellets de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo obtenidos por solidificación de las gotas de insecticida fundido. Las composiciones insecticidas en pellet de N-hidrocarboil fosforoamidotioateos y fosforamidoditioatos tiene un control de olor mejorado, estabilidad térmica, resistencia al desgaste, densidad aparente y características de manejo sobre las formas conocidas (abstract).

En consecuencia, la reivindicación 26 carece de novedad, según lo divulgado en el documento D2.

La reivindicación 27 consiste en “briquetas insecticidas que contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo”

Comparación de las características técnicas **esenciales**, con las del Estado de la Técnica:

Características esenciales	D4
briquetas insecticidas	Pellets insecticidas
Contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo	Contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo

Las características **esenciales** de la composición de la reivindicación 27 habían sido divulgadas previamente en D4, gránulos químicamente estables que se obtienen por un proceso en seco de granulación en agitación, en donde las partículas de polvo se ablandan por calentamiento y se convierten en gránulos, puesto que el polvo se coloca en el granulador y se somete a una acción de mezclado muy intensa (pagina 4 – 5, párrafos [0013] – [0017])

En consecuencia, la reivindicación 27 carece de novedad, según lo divulgado en el documento D2.

Nivel Inventivo (Art18 D486)

La reivindicación 1 consiste en "Un método para formar partículas de insecticidas agroquímicamente efectivas que contienen fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo con un proceso que comprende las etapas de: fundir sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo en una temperatura por encima de aproximadamente 90° C en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno durante un tiempo suficiente para fundir dichos sólidos de fosforoamido(di)tioato N-hidrocarboilo; y enfriar y formar los sólidos fundidos en las partículas agroquímicamente útiles".

Comparación de las características técnicas **esenciales**, con las del Estado de la Técnica:

Características esenciales	D3	D4
Un método	Un proceso	Un proceso
fundir sólidos de fosforoamido(di)tioato N - hidrocarboilo en una temperatura por encima de aproximadamente 90° C	Fundir el insecticida ORTHENE (polvo del grado técnico del acefato) alrededor de 90°C	Partículas activas de fosforoamidotioato, se ablandan por calentamiento
en una atmósfera sustancialmente libre de oxígeno durante un tiempo suficiente	No se menciona	Densificar para eliminar el oxígeno atrapado entre las paletas para lograr una descarga continua
enfriar y formar los sólidos fundidos en las partículas agroquímicamente útiles.	Haciendo pasar la masa fundida a través de un orificio para formar gránulos de tamaño de gotas, que luego es solidificado	El polvo se coloca en el granulador y se somete a una acción de mezclado muy intensa

Los documentos del estado de la técnica cercanos a la invención corresponden a D3 y D4:

D3 divulga un proceso de palatización insecticida N-hidrocarboilfosforo amidotioatos y fosforoamidoditioatos con control de olor mejorado, estabilidad térmica y características de manejo (abstract). Los gránulos se hacen fundiendo el ORTHENE insecticida (un polvo de grado técnico del acefato) en una temperatura de alrededor de 90°C y una alternativa es que la masa fundida sea colocada en un molde para formar bloques, tabletas, pastillas y similares donde los bloques pueden ser de nuevo dividido en fragmentos por corte o fragmentación; otra alternativa la masa fundida pasa a través de un orificio para formar gránulos de tamaño de gotas, que luego es solidificado (columna 6, renglones 13 – 24). El producto se corta a un tamaño generalmente de alrededor de 3 – 10mm de longitud (columna 5, renglones 52 – 60) y el diámetro de las pastillas puede oscilar desde 1,59 hasta 4,76 mm (columna 7, Tabla 2).

D4 divulga un proceso de obtención de gránulos químicamente estables que se obtienen por un proceso en seco de granulación en agitación, en donde las partículas de polvo se ablandan por calentamiento y se convierten en gránulos, puesto que el polvo se coloca en el granulador y se somete a una acción de mezclado muy intensa (pagina 4 – 5, párrafos [0013] – [0017]). Se realiza la acción de densificar para eliminar el oxígeno o el aire atrapado entre las paletas para una descarga continua (pagina 7, párrafo [0022]).

La diferencia entre la invención, definida en la reivindicación 1 y el proceso de D3 consiste en que en la etapa de fundición se lleva a cabo en una atmosfera libre de oxigeno, mientras que en documento D3 no se menciona estas características.

La diferencia entre la invención, definida en la reivindicación 1 y el proceso de D4 consiste en que en la etapa de fundición se lleva a cabo en una atmosfera libre de oxigeno, mientras que en documento D4 solo se menciona que se elimina el oxigeno pero sin especificar que es una atmosfera con ciertas características.

No existe evidencia que una atmosfera sustancialmente libre de oxigeno del proceso de la reivindicación 1, en comparación con lo divulgado en D3 o en D4 introduzcan un efecto técnico inesperado, que represente para la persona de nivel medio versada en la materia una mejora en la obtención de gránulos solubles en agua de fosforoamido(di)tioato N -hidrocarboilo que tenga una estabilidad a largo plazo contra niveles inaceptable de degradación del ingrediente activo.

Por lo tanto, el problema técnico objetivo a resolver es plantear una alternativa al proceso conocido según D3 o D4 para lograr unamejora en la obtención de gránulos solubles en agua de fosforoamido(di)tioato N -hidrocarboilo que tenga una estabilidad a largo plazo.

Sin embargo Gullickson¹ enseña que una atmosfera inerte contiene un poco o no contiene oxigeno y comúnmente contiene nitrógeno, argón, helio y dióxido de carbono. Además menciona que las condiciones de riesgo están controladas por el uso de atmosferas inertes, porque en ausencia de oxigeno, un oxidante, el fuego no puede ocurrir.

En consecuencia, el experto en la materia, teniendo en cuenta las enseñanzas de Gullickson empleara atmosferas inertes en el proceso de D3 o D4 para llegar así al objeto de la reivindicación 1 de la solicitud. Por lo cual se considera obvia

Puesto que las reivindicaciones dependientes 2 – 7 y 11 – 14 no mencionan características inventivas adicionales, tampoco pueden ser consideradas inventivas.

Conclusión:
Las reivindicaciones 1 – 7 y 11 – 14 cumplen el requisito de novedad (Art. 16), pero no cumplen con el requisito de nivel inventivo (Art. 18).

¹Gullickson. R., Reference Data Sheet On Inert Gases And Atmospheres, Meridian Engineering and Technology, December 1996, sitio de internet: <http://www.meridianeng.com/inertgas.html>, consultado 26/06/2012.

Las reivindicaciones 8 – 10 mencionan que el método de la reivindicación 1, en donde dicho proceso comprende adicionalmente rociar un agente enmascarador que comprende un aceite esencial sobre dichas particulas.

Comparación de las características técnicas **esenciales**, con las del Estado de la Técnica:

Características esenciales	D3	D4	D5
Un método	Un proceso	Un proceso	Formulaciones

fundir sólidos de fosforoamido(di)tioato N -hidrocarboilo en una temperatura por encima de aproximadamente 90° C	Fundir el insecticida ORTHENE (polvo del grado técnico del acefato) alrededor de 90°C	Partículas activas de fosforoamidotioato, se ablandan por calentamiento	Partículas de acefato
adicionalmente rociar un agente enmascarador	No se menciona	No se menciona	Agente de enmascaramiento

Los documentos del estado de la técnica cercanos a la invención corresponden a D3, D4 y D5:

D3 divulga un proceso de palatización insecticida N-hidrocarboilfosforo amidotioatos y fosforoamidoditioatos con control de olor mejorado, estabilidad térmica y características de manejo (abstract). Los gránulos se hacen fundiendo el ORTHENE insecticida (un polvo de grado técnico del acefato) en una temperatura de alrededor de 90°C y una alternativa es que la masa fundida sea colocada en un molde para formar bloques, tabletas, pastillas y similares donde los bloques pueden ser de nuevo dividido en fragmentos por corte o fragmentación; otra alternativa la masa fundida pasa a través de un orificio para formar gránulos de tamaño de gotas, que luego es solidificado (columna 6, renglones 13 – 24). El producto se corta a un tamaño generalmente de alrededor de 3 – 10mm de longitud (columna 5, renglones 52 – 60) y el diámetro de las pastillas puede oscilar desde 1,59 hasta 4,76 mm (columna 7, Tabla 2).

D4 divulga un proceso de obtención de gránulos químicamente estables que se obtienen por un proceso en seco de granulación en agitación, en donde las partículas de polvo se ablandan por calentamiento y se convierten en gránulos, puesto que el polvo se coloca en el granulador y se somete a una acción de mezclado muy intensa (pagina 4 – 5, párrafos [0013] – [0017]). Se realiza la acción de densificar para eliminar el oxígeno o el aire atrapado entre las paletas para una descarga continua (pagina 7, párrafo [0022]).

La diferencia entre la invención, definida en la reivindicación 8 y el proceso de D3 consiste en que adicionalmente se rocía un agente de enmascarador, mientras que en documento D3 no se menciona esta característica.

La diferencia entre la invención, definida en la reivindicación 8 y el proceso de D4 consiste en que adicionalmente se rocía un agente de enmascarador, mientras que en documento D4 no se menciona esta característica.

No existe evidencia que rociar un agente enmascarador en el proceso de la reivindicación 8, en comparación con lo divulgado en D3 o en D4 introduzcan un efecto técnico inesperado, que represente para la persona de nivel medio versada en la materia una mejora en la obtención de gránulos solubles en agua de fosforoamido(di)tioato N -hidrocarboilo que tenga una estabilidad a largo plazo contra niveles inaceptable de degradación del ingrediente activo.

Por lo tanto, el problema técnico objetivo a resolver es plantear una alternativa al proceso conocido según D3 o D4 para lograr una mejora en la obtención de gránulos solubles en agua de fosforoamido(di)tioato N -hidrocarboilo que tenga una estabilidad a largo plazo.

Sin embargo, emplear un agente enmascarador de olores del ingrediente activo son mencionados en D5 el cual divulga formulaciones que contienen un ingrediente activo que produce olores desagradables y un agente de enmascaramiento que contiene terpenos volátiles (pagina 1, párrafo [0013]), donde el acefato es el insecticida preferido (pagina 2, párrafo [0027]). Los agentes de enmascaramiento comprenden uno o más terpenos volátiles o sus derivados oxigenados que enmascaren al menos una porción de los olores ofensivos del ingrediente activo; los aceites esenciales son preferidos para proporcionar terpenos primarios y derivados oxigenados, principalmente los que huelen a frutas cítricas (naranja, limón, lima, una mezcla de limón y lima, etc) (pagina 3, párrafos [0034] y [0038]). El agente de enmascaramiento puede combinarse con el principio activo por rociado, vertido o mezclado (pagina 3, párrafos [0041]).

En consecuencia, el experto en la materia, incluirá agentes de enmascaramiento mencionados en D5 en el proceso de D3 o D4 para llegar así al objeto de las reivindicaciones 8 a 10 de la solicitud. Por lo cual se consideran obvias.

Conclusión:

Las reivindicaciones 8 – 10 cumplen el requisito de novedad (Art. 16), pero no cumplen con el requisito de nivel inventivo (Art. 18).

7. Conclusión

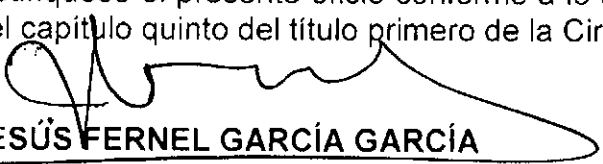
Los requisitos de Patentabilidad de la presente Solicitud están afectados así:

Ítem	Documento	Reivindicaciones afectadas	Requisito que afecta
D1	WO9826656	25	Novedad
D2	EP0415609	26	Novedad
D3	US5464623	1 – 14	Nivel Inventivo
D4	WO2005020688	1 – 14/27	Nivel Inventivo/Novedad
D5	US20030153484	8 – 10	Nivel Inventivo

En cumplimiento del artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le indica que debe dar respuesta dentro del término de sesenta (60) días contados a partir de la fecha de notificación de la presente comunicación. En caso de no dar respuesta al presente requerimiento, o si a pesar de la respuesta subsistieran los impedimentos para la concesión, se denegará la patente.

Se invita al solicitante se sirva indicar, si así lo considera, su renuncia al término faltante y presentarla por escrito

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única No. 10 de 2001.


JESÚS FERNEL GARCÍA GARCÍA

Director de Nuevas Creaciones (E)

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista, de fecha

~~17~~ **8 JUL 2012**

Elaborado por: Jhonattan Sánchez Sánchez

Revisado por: Ana Delia Pinzón García

Expediente 09 036 261 1er Art 45

Φ MERIDIAN ENGINEERING & TECHNOLOGY - Consulting Engineers & Scientists

P.O. Box 598
4228 Commercial Way
Glenview, IL 60025

847-297-6538 Phone
847-297-6615 FAX
847-809-6538 Cell
mhutter@meridianeng.com

December 1996

REFERENCE DATA SHEET ON INERT GASES AND ATMOSPHERES

By: Richard Gullickson, CIH

POTENTIAL USES OF INERT ATMOSPHERES

- Reduced opportunity for ignition or explosion
- Minimize oxidation reactions
- Promote other non-oxygen reactions
- Allow certain metallurgical processes
- Purging and blanketing storage tanks
- Shipping liquid natural gas and crude oil
- Control oxidation during arc welding
- Transfer of flammable chemicals
- Stop aerobic biological processes
- Enhance anaerobic biological processes
- Preserve agricultural products in storage
- Food packaging

INTRODUCTION

The term "inert atmosphere" usually refers to a gaseous mixture that contains little or no oxygen and primarily consists of non-reactive gases or gases that have a high threshold before they react. Nitrogen, argon, helium, and carbon dioxide are common components of inert gas mixtures. More rare or exotic gas mixtures can also be used for special purposes. Inert atmospheres are usually intentionally produced for these purposes in one of four ways.¹ Gases can be purchased that contain no oxygen or other reactive gases, and are introduced into the location where an inert atmosphere is needed. Purchased gases are often generated by cryogenic methods that employ compression, refrigeration, and fractional distillation cycles. The gases usually produced by this method are nitrogen, oxygen, and argon, the three most common gases in the atmosphere. The advantages of such procedures are that highly purified gases can be generated and multiple gases can be simultaneously produced.

The other three common methods of generating an inert gas are typically used for producing the gases on location. One method is by combustion processes. The other methods use air separation techniques such as adsorption or diffusion methods.

The combustion processes typically burn natural gas or propane under fuel-rich conditions to consume, for all practical purposes, all the available oxygen, generating a gas stream of mostly nitrogen, carbon dioxide, water vapor, argon, and some carbon monoxide, a toxic gas at relatively low levels. The advantages of this method are that it can be produced on site, variable quantities of inert gas can be generated, and it does not require large storage facilities. Typically about eight and a half cubic feet of dry inert gas are produced for every cubic foot of natural gas burned. To assure minimum oxygen levels, the combustion process is often adjusted to use slightly more than the optimum amount of fuel, which may result in the formation of significant quantities of carbon monoxide. The inert gas produced by combustion processes may require water vapor removal and temperature reduction.

- - - 0 1 0 2

The second category for the on-site production of inert gases consists of the use of an adsorbent, known as a molecular sieve. Two beds of molecular sieves are used. While one column is being used to absorb the unwanted gas, the other is being purged or regenerated to prepare it for the next use. These devices selectively remove or separate unwanted gases to allow for the production of oxygen enriched or oxygen deficient gas streams. Such methods do not produce carbon monoxide. A third on-site method of inert gas production uses bundles of very small tubes that are more permeable to some gases than to others. Gases in a mixture that can diffuse through the membrane can be collected on the other side. The gases that do not readily diffuse through the membrane flow through the tube, to be collected separately. Carbon monoxide is not produced through the use of this generation method.

IMPLICATIONS

The process of generating an inert gas atmosphere may add hazards that were not originally present. Since practically all of the oxygen that was originally present has been removed, the atmosphere will no longer support human life. If enough of the gas escapes the process to lower the oxygen content sufficiently in an area, and is breathed by the workers, they may become asphyxiated. In addition, combustion methods may also produce carbon monoxide in concentrations of up to several percent. Leakage of atmospheres with high concentrations of carbon monoxide into areas occupied by workers may cause inadvertent exposure of the workers to carbon monoxide.

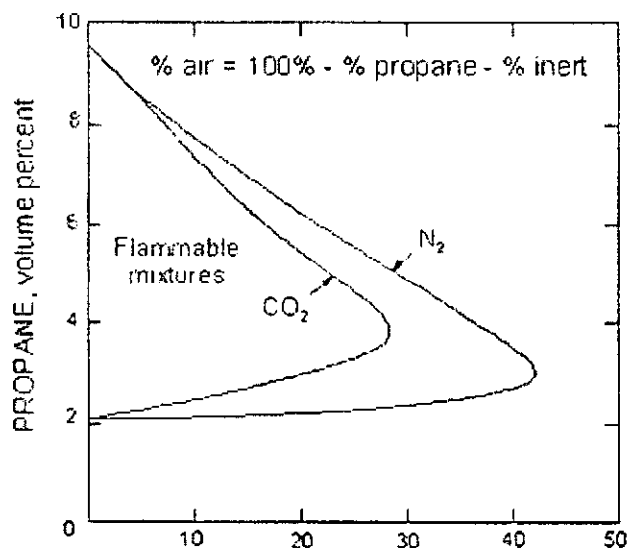
CONDITIONS OR HAZARDS CONTROLLED BY INERT ATMOSPHERES

The major hazard controlled by inert atmospheres is flammability and/or explosions. The three components of the "fire triangle" define conditions necessary for a fire to occur:²

1. Fuel, such as a flammable solvent or gas.
2. An oxidizer, usually oxygen.
3. Energy, in the form of heat, usually from a spark or flame.

If any one of the three elements or conditions in the fire triangle is missing, a fire cannot occur. The inert atmosphere operates by removing or reducing the oxygen, the oxidizer usually necessary for a flame or explosion.

EFFECT OF ADDING INERT GAS TO PROPANE AND AIR MIXTURES



An additional hazard mitigating factor is the effect of an inert atmosphere on the lower explosive limit (LEL) and the upper explosive limit (UEL).³ Any flammable material present in air must be present at a concentration higher than the LEL and lower than the UEL for an explosion to occur. If the concentration is lower than the LEL, there is not enough of the flammable material to propagate a flame or explosion. If present above the UEL, there is not enough oxygen to propagate a flame. The figure at the left⁴ illustrates the effect of adding an inert gas to a mixture of air and propane. For propane in air at normal temperatures and pressures, the LEL is 2.1% and the UEL is 9.5%. However, if nitrogen is added, the LEL remains fairly constant, but the UEL is rapidly reduced. When about 42%

- - - -0 10 3

nitrogen has been added, the mixture will no longer support combustion, and will not explode, even though as much as 11.5% oxygen could still be present. If carbon dioxide is used as the inert gas, 14% oxygen could be present while still not supporting combustion.

A second important use of inert atmospheres is in metal processing and welding. Inert gases such as helium or argon are used during welding to prevent oxidation of the metals during the process. Inert gases are also used in some furnace operations in which metals are processed, in order to reduce or eliminate the production of oxides and scale. An example is annealing of brass and copper,⁵ and die casting of aluminum.⁶ These materials readily form oxides that can be a cause of undesirable qualities in the metal parts.

A third important use of inert atmospheres is in the production and storage of food products. During the production and storage of wine, for example, the presence of oxygen could allow bacterial action that would result in spoilage by converting the ethyl alcohol to acetic acid (vinegar).⁷ In some locations, wheat and grain are stored with carbon dioxide instead of air, to prevent spoilage and to control insects without the use of chemical fumigants.⁸ Microbial spoilage and rancidity in meat products can also be reduced by using inert gas storage and packaging.⁹

IMPLICATIONS

The use of inert atmospheres to control flammability, product quality, and food preservation has been discussed. There are a number of gases and mixtures of gases that can be used for this purpose. However, application of inert gases to these processes requires careful matching of processes and products. In some cases, using an incorrect inert atmosphere may result in an atmosphere that could still react or explode. In addition, some materials, such as unsaturated hydrocarbons, can explosively decompose or react at high temperatures and pressures even if no free oxygen is present.

HAZARDS OF INERT ATMOSPHERES

Confined Space Entry

While inert atmospheres, with low or no oxygen concentrations, are very useful in many industries, as with any useful tool they can be dangerous. There have been numerous fatalities resulting when workers entered a confined space, such as a tank that contained or had contained an inert atmosphere, without performing the proper confined space entry procedures. A worker entering such a space will replace the oxygen in the lungs within one or two breaths, and will be quickly overcome by simple asphyxiation. Often there will be multiple fatalities in this scenario, as one or more other workers enter the space to attempt a rescue. A second scenario can occur when a plant maintains an inert atmosphere through the use of piping to convey the inert atmosphere to the vessels and spaces that use the inert atmosphere. Fatalities have occurred when contract workers attach supplied-air respirators to these lines. In a March 1989 Hazard Information Bulletin,¹⁰ "Use of incompatible nitrogen gas and breathing air supply lines as the cause of employee fatalities." The U.S. Occupational Safety and Health Administration (OSHA) states "Air Line Couplings must be used that operate only on breathing air and not nitrogen, oxygen, or other gas systems." These systems should be constructed with couplings that will not connect to the type used with breathing air systems.

A second cause of fatalities associated with entering a confined space that contains an inert atmosphere can result when the space had contained a flammable liquid.¹¹ In tank removal

E - - - 0 1 0 4

operations, it is common to purge such tanks with an inert gas, such as nitrogen or carbon dioxide, to avoid an explosion during removal of the flammable material. The tank is then tested to determine if the atmosphere is less than 10% of the lower explosive limit of the flammable material before a worker would go into the tank. The test is usually conducted with an instrument known as a combustible gas meter. When oxygen concentrations are less than about 10%, these meters can give an incorrect low reading, even if combustible gases still remain. If a worker then enters the space, even with a supplied air respirator, an explosion can occur if a flame or spark is present, such as with welding apparatus.

Toxic Gases

Another hazard that may be associated with the use of inert atmospheres, especially those generated on site through the use of combustion products of natural gas, is exposure to carbon monoxide. In some cases as much as seven or eight percent of carbon monoxide can be present in such atmospheres. Seven percent carbon monoxide is 70,000 parts per million (ppm). Exposure to this concentration of carbon monoxide would be fatal in minutes. Even when diluted to 1,000 ppm, exposure for only two hours could be fatal. Great care must be taken when using inert atmospheres containing carbon monoxide, to insure that employees are not exposed to even dilute concentrations of the atmosphere. If the tank had contained a toxic material, the concentration of this material must also be measured to be sure it is not present at a level that is toxic to workers.

OSHA STANDARDS

Two OSHA Standards that are applicable to workers who are employed in industries that use inert atmospheres are as follows:

1. The "Hazard Communication" Standard¹² requires that employees be informed of the hazards of chemicals to which they may be exposed in the workplace. OSHA considers inert gases that are present in high enough concentration to present a suffocation hazard to be hazardous chemicals,^{13,14} and requirements of the Hazard Communication Standard must be followed, including hazard evaluation, training, and signs and labels.
2. The "Permit-Required Confined Spaces" Standard¹⁵ requires that before workers can enter a space that may contain a hazardous atmosphere, such as an inert atmosphere, a permit must be obtained, and other conditions must be met. Part of the requirement for obtaining the permit is testing the atmosphere to be entered for hazardous gases or vapors, and for oxygen content.

IMPLICATIONS

Inert atmospheres are used in many production processes. Great care must be taken to design and use these systems in such a way that employees are protected from exposure to these atmospheres. In addition, the inert atmosphere used must be consistent with the process with which it is used. Improper selection of the inert atmosphere, or the way it is used, can be harmful or fatal to employees.

REFERENCES

1. Kent, James A., ed. 1992. *Riegel's Handbook of Industrial Chemistry*, 9th ed. New York: Van Nostrand Reinhold, p. 442.
2. Ibid., p. 134.
3. "Fire Hazard Properties of Flammable Liquids, Gases, and Volatile Solids." 1994. *NFPA 325*. Quincy, MA: National Fire Protection Association.

- - - - 105

4. Zabetakis, M. G. 1965. "Flammability Characteristics of Combustible Gases and Vapors." *Bulletin 627, Bureau of Mines*. Washington: U.S. Dept. of the Interior, p. 31.
5. "Generator Helps Improve Process Operations and Cuts Utility Bills." 1983. *Energy Management Technology* 7, no. 6 (September).
6. Lewis, D.K. 1987. "Can We Control Hard Spot Problems?" *Aluminum Smelting and Refining Die Cast Engineering* 31, no. 2 (March-April).
7. "Use of Inert Gases for Wine Quality Maintenance - Recent Advances." 1988. Auckland, N.Z.: *Proceedings of the 2nd International Symposium for Cool Climate Viticulture and Oenology* (11-15 January).
8. Lessard, F.F. 1986. "Controlled Atmosphere Fumigations for Insect Control." *GASGA Seminar on Fumigation Technology in Developing Countries*.
9. "Interaction of Fat Oxidation and Microbial Spoilage in Muscle Foods." 1980. *Proceedings of the 31st Annual Reciprocal Meat Conference*.
10. "Use of Incompatible Nitrogen Gas and Breathing Air Supply Lines as the Cause of Employee Fatalities." 1989. *Hazard Information Bulletin*. Washington: U.S. Occupational Health and Safety Administration (March 22).
11. "Hazard Information Bulletin on the Use of Combination Oxygen and Combustible Gas Detectors." 1990. *Hazard Information Bulletin*. Washington: U.S. Occupational Health and Safety Administration (January 18).
12. "Hazard Communication." 1995. *29 CFR Part 1910, Subpart Z, Section 1910.1200*. Washington: U.S. Occupational Safety and Health Administration.
13. Clark, Roger A. Letter to Matthew V. McFarland. 1993. "Inert Gas as it Applies to the Hazard Communication Standard." *OSHA CD ROM (OSHA A96-2), June 1996*. Washington: Occupational Safety and Health Administration.
14. Dear, Joseph A. Letter to Richard F. Andree. 1995. "Guidance on whether an inert gas in the non-compressed state represent hazardous chemicals under the Hazard Communication Standard." *OSHA CD ROM (OSHA A96-2), June 1996*. Washington: Occupational Safety and Health Administration.
15. "Permit-required Confined Spaces." 1995. *29 CFR Part 1910, Subpart Z, Section 1910.146*. Washington: U.S. Occupational Safety and Health Administration.

This is not a Material Safety Data Sheet but rather a Reference Data Sheet that has been compiled from a number of sources, and is intended to be a concise, relatively non-technical source of information on a particular material or category of materials. It is provided in good faith and is believed to be correct as of the date compiled; however, Meridian Engineering & Technology, Inc. makes no representation as to the comprehensiveness or accuracy of the information. It is expected that individuals receiving the information will exercise their independent judgment in determining its appropriateness for a particular purpose. Accordingly, Meridian Engineering & Technology will not be responsible for damages of any kind resulting from the use of or reliance upon such information.

[\[Data Sheet Index\]](#) [\[Home\]](#) [\[E-Mail to Meridian Engineering\]](#)