

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 382 714**

51 Int. Cl.:
B02C 19/18 (2006.01)
B02C 17/16 (2006.01)
B01F 3/12 (2006.01)
B01F 5/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08003058 .8**
- 96 Fecha de presentación: **19.02.2008**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **1961486**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.08.2008**

54 Título: **Aparato de dispersión y molido y procedimiento de dispersión o molido que utiliza el mismo**

30 Prioridad:
20.02.2007 JP 2007039179

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
12.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
12.06.2012

73 Titular/es:
**NATIONAL INSTITUTE FOR MATERIALS
SCIENCE
1-2-1 SENGEN, TSUKUBA-SHI
IBARAKI 3050047, JP y
INOUE MFG., INC.**

72 Inventor/es:
**Ishigaki, Takamasa;
Li, Ji-Guang;
Sato, Kimitoshi;
Kamiya, Hidehiro;
Inoue, Yoshitaka;
Hatsugai, Choji y
Suzuki, Takashi**

74 Agente/Representante:
Isern Jara, Jorge

ES 2 382 714 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

Aparato de dispersión y molido y procedimiento de dispersión o molido que utiliza el mismo

5 Sector de la invención

La presente invención se refiere a un aparato y procedimiento para la dispersión y molido de partículas sólidas contenidas en un líquido para obtener partículas sólidas de tamaño de nanómetros mezcladas con el líquido.

10 Información de antecedentes

Se han dado a conocer aparatos para el molido fino de partículas sólidas en un material a tratar (base de molido) mediante la utilización de elementos de molido (bolas) y dispersión o molido de las partículas en el líquido. Se han utilizado ampliamente como aparatos de este tipo, molinos de bolas (aparatos de dispersión en húmedo, molinos con elementos de molido, etc.) utilizando bolas del orden de un milímetro (mm) de tamaño como elemento de molido. En aparatos utilizados para una producción práctica, el material a tratar, que es típicamente una emulsión de partículas sólidas en un líquido, es agitado juntamente con las bolas, y las partículas sólidas son molidas por la acción de cizalladura de las bolas y son dispersadas en el líquido para obtener partículas finamente divididas en tamaños submicrónicos.

20 No obstante, con molinos de bolas que utilizan bolas con tamaño de milímetros, es difícil obtener nanopartículas extremadamente finas con un tamaño de partículas de como máximo 100 nanómetros, tal como se ha requerido en estos últimos años. La razón es que es difícil aplicar de manera uniforme fuerzas de cizalladura a nanopartículas. De acuerdo con ello, se han desarrollado recientemente, a escala de laboratorio, molinos de bolas que utilizan bolas de unas pocas decenas de μm , para conseguir la aplicación más uniforme de fuerzas de cizalladura a nanopartículas, de manera que resulta posible llevar a cabo el molido y la dispersión para obtener, aproximadamente, un tamaño primario de partículas del orden de nanómetros en un laboratorio.

30 Por otra parte, se conocen aparatos ultrasónicos de dispersión que se utilizan para la dispersión en un líquido/sistema de líquido, por ejemplo, para la producción de una emulsión o para el molido y la dispersión de partículas sólidas en un sistema sólido/líquido. Mediante este procedimiento, es posible impartir una colisión más uniforme de las partículas entre sí, de manera que para una cierta concentración baja de partículas o en aplicaciones de laboratorio, es posible llevar a cabo el molido y la dispersión a un nivel en el que se obtiene prácticamente un tamaño de partículas primarias, del orden de nanómetros. En los aparatos de dispersión ultrasónica, la colisión de partículas entre sí puede ser ayudada por ondas de choque generadas durante la bajada de la cavitación, por lo que resulta posible llevar a cabo el molido y la dispersión.

40 El documento JP-A-2000-351916 describe un aparato para la dispersión de pigmentos aplicable a nivel de producción, que combina el molino de bolas antes mencionado, que utiliza bolas con tamaño de mm y radiación ultrasónica. De manera más específica, un molino con elemento de molido y un recipiente están conectados por una tubería y se hace circular por la misma una mezcla de un producto líquido y pigmentos sólidos que se desea dispersar de manera uniforme. La presión en el recipiente se reduce durante el tratamiento de dispersión, y se dispone un mecanismo generador de ultrasonidos en una parte del recipiente. No obstante, en el mecanismo generador de ultrasonidos utilizado en este aparato o procedimiento, se lleva a cabo la radiación de la mezcla con ondas de ultrasonidos con el objetivo de impedir la sedimentación de una dispersión que tiene el contenido dispersado con el molino dotado de elementos de molido y no para obtener nanopartículas molidas y dispersadas de manera uniforme.

50 Tal como se ha mencionado en lo anterior, con un molino de bolas que utiliza bolas muy finas con dimensiones de unas pocas decenas de μm , resulta posible llevar a cabo el molido y la dispersión a un tamaño de partículas primarias de casi nanómetros en condiciones de laboratorio, pero existe el problema de que es difícil separar nanopartículas y bolas de unas pocas decenas de μm dispersadas en un líquido, y este aparato no puede ser utilizado a nivel práctico de producción. Además, cuando se utilizan bolas con tamaño de mm, por ejemplo, bolas de 0,5 mm (500 μm), se ha observado que, si bien es posible la separación de las bolas, es imposible llevar a cabo el molido y dispersión a tamaños de las partículas primarias que casi llegan a dimensiones de nanómetros.

60 Por otra parte, se ha dado a conocer un procedimiento en el que el molido y la dispersión a nivel de tamaño primario se pueden realizar solamente por radiación con ondas de ultrasonidos. No obstante, en este procedimiento, las condiciones para generar de modo suficiente la colisión de partículas entre sí son extremadamente estrechas y el rango en el que se puede ejercer la energía propagada por ondas es extremadamente estrecho, de manera que se puede tratar solamente una pequeña cantidad de material. De acuerdo con ello, desde el punto de vista de rendimiento, este procedimiento es difícilmente utilizado para una producción práctica.

65 Además, se ha dado a conocer un procedimiento que combina radiación con ondas de ultrasonidos y un molino de bolas, tal como se ha mencionado en el documento citado JP-A-2000-351916, pero la radiación con ondas de ultrasonidos es llevada a cabo en un depósito de gran capacidad a nivel de producción práctica, y el depósito no

5 contiene elementos de molido (bolas o gránulos) y, por lo tanto, la colisión de partículas entre sí por radiación con ondas de ultrasonidos es insuficiente para obtener partículas sólidas molidas de modo fino. Para moler partículas sólidas y dispersarlas en un líquido por el único efecto de radiación con ondas de ultrasonidos, no hay otra forma que hacer el depósito extremadamente reducido, y este procedimiento no puede ser utilizado para una producción práctica debido a su baja eficiencia.

10 Se han intentado, tal como se ha indicado anteriormente, diferentes procedimientos, pero existe todavía el problema de que en la aplicación con el objetivo del molido y la dispersión de nanopartículas, estos procedimientos no han alcanzado el nivel de producción práctica utilizando bolas de tamaños de mm.

15 El documento JP 2000 351916A da a conocer un aparato de dispersión y molido que comprende un recipiente que recibe elementos de molido y un material a tratar que contiene partículas sólidas en un líquido, dispositivos para agitar el material junto con los elementos de molido en el recipiente, para moler y dispersar las partículas sólidas en el líquido, así como un generador de ultrasonidos que impide la sedimentación de la dispersión.

El documento WO 2004/055250A da a conocer un aparato de dispersión y molido que comprende un mezclador que tiene un depósito que recibe elementos de molido y material a tratar que contenga partículas sólidas en un líquido.

20 Resumen de la invención

Un objetivo de la presente invención consiste en dar a conocer un aparato y un procedimiento para la dispersión y el molido de un material que contiene un líquido y partículas sólidas, para obtener partículas molidas de modo fino con dimensiones de nanómetros.

25 Otro objetivo de la presente invención consiste en dar a conocer un aparato y un procedimiento para dispersar y moler un material que contiene un líquido y partículas sólidas para obtener partículas molidas de tipo fino con dimensiones de nanómetros y que puede ser utilizado de manera económica a escala comercial, y que supera los problemas antes mencionados de los aparatos y procedimientos conocidos.

30 Otro objetivo de la presente invención consiste en dar a conocer un aparato y un procedimiento para la dispersión y molido de un material que contiene un líquido y partículas sólidas para obtener partículas finamente molidas con dimensiones de nanómetros y que utiliza ondas de choque generadas por ondas de ultrasonidos para acelerar el movimiento de los elementos de molido a efectos de mejorar la eficiencia de la dispersión y el molido.

35 Estos objetivos se consiguen con el aparato, según la reivindicación 1, y el procedimiento, según la reivindicación 12.

40 De acuerdo con un aspecto de la presente invención, un aparato de dispersión o molido se caracteriza porque un material a tratar, que contiene un líquido y partículas sólidas mezcladas con el mismo, es agitado conjuntamente con los elementos de molido, y radiado con ondas de ultrasonidos durante la agitación para moler de manera fina las partículas sólidas y dispersar las partículas sólidas en el líquido. Las ondas de ultrasonidos generan ondas alternas de baja presión y alta presión en el líquido, resultando en la formación y violento colapso de pequeñas burbujas de vacío. El fenómeno es el que se denomina cavitación, y el colapso violento de las pequeñas burbujas de vacío produce ondas de choque en el líquido.

45 El tamaño de partículas en los elementos de molido es preferentemente de 15 μm a 1,0 mm, la frecuencia de las ondas de ultrasonidos para la radiación es aproximadamente de 15 KHz a 30 KHz, y la amplitud de las ondas de ultrasonidos para la radiación es aproximadamente de 5 μm a 50.

50 La presente invención da a conocer también un procedimiento de dispersión o molido en el que se dispersan o muelen partículas sólidas utilizando el aparato anteriormente indicad de dispersión o molido.

55 De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, un material a tratar (base de molido) que contiene un líquido y partículas sólidas mezcladas con el mismo, es facilitado a un recipiente de un molino de bolas, siendo el material agitado conjuntamente con elementos de molido en el recipiente, mientras que las partículas sólidas son molidas de modo fino y dispersadas en el líquido, y se dispone un generador de ultrasonidos en el recipiente para radiar con ondas de ultrasonidos el material a tratar y los elementos de molido durante la agitación. La presente invención da a conocer también un procedimiento de dispersión o molido en el que partículas sólidas en el líquido son dispersadas o molidas utilizando el aparato.

60 De acuerdo con una realización preferente de la presente invención, un material a tratar que contiene un líquido y partículas sólidas mezcladas con el mismo es agitado conjuntamente con elementos de molido, y radiado con ondas de ultrasonidos durante la agitación para moler de manera fina las partículas sólidas y dispersar las partículas sólidas en el líquido, que es diferente del caso en el que se aplican fuerzas de cizalladura a partículas sólidas en el material a tratar únicamente por el movimiento de los elementos de molido llevado a cabo por utilización de un molino de bolas que utiliza bolas con tamaño de mm y es diferente también del caso en el que se lleva a cabo el

molido y dispersión por colisión de partículas sólidas entre sí, tal como se realiza en los aparatos de dispersión por ultrasonidos.

En la presente invención, las ondas de choque generadas por radiación de material con ondas de ultrasonidos provoca que las nanopartículas agregadas colisionen vigorosamente entre sí y provoca también que las nanopartículas choquen vigorosamente contra los elementos de molido. Esto es particularmente eficaz, cuando la concentración de partículas es baja. Al mismo tiempo, los elementos de molido reciben también las ondas de choque, lo cual acelera el movimiento de los elementos de molido. Dado que los elementos de molido son agitados vigorosamente en el recipiente, dichos elementos de molido son desplazados por completo y enérgicamente y se generan intensas fuerzas de cizalladura por colisión de los elementos de molido entre sí. Las fuerzas de cizalladura generadas por la colisión de los elementos de molido, la colisión de las nanopartículas entre sí y la colisión de las nanopartículas contra los elementos de molido actúan de manera conjunta entre sí para moler de manera extremadamente fina las partículas sólidas a efectos de obtener las deseadas nanopartículas. El aparato de molido y dispersión puede ser utilizado de manera efectiva a niveles de producción práctica.

Además, dado que el tamaño promedio de partículas de las nanopartículas obtenidas de este modo es como máximo de unos 100 nm, es posible separar los elementos de molido con respecto a aquellas al hacer que el tamaño de las partículas de los elementos de molido sea, como mínimo, de 15 μm , y los elementos de molido pueden ser acelerados y desplazados vigorosamente por ondas de choque generadas por las ondas de ultrasonidos, haciendo que el tamaño de las partículas de los elementos de molido sea, como máximo, de 1,0 mm. Cuando el generador de ultrasonidos es dispuesto dentro del recipiente del molino de bolas, el tamaño de partículas de los elementos de molido se encuentra preferentemente dentro de un rango de 0,5 mm a 1,0 mm, con el que se puede llevar a cabo de manera más segura la clasificación de nanopartículas y bolas, y se puede conseguir suficiente el movimiento de los elementos de molido por las ondas de choque cuando el aparato se utiliza a niveles prácticos de producción. Cuando el generador de ultrasonidos está dispuesto en un depósito que funciona tanto como depósito de suministro como depósito de recuperación en el molino de bolas, no hay problema de producción práctica siempre que el tamaño de las partículas de los elementos de molido tenga cualquier tamaño dentro de un rango de 15 μm a 1,0 mm.

Además, cuando la frecuencia de las ondas de ultrasonidos es de 15 KHz a 30 KHz y la amplitud es de 5 μm a 50 μm , se puede generar de forma segura una gran cavitación, las ondas de choque producidas en la bajada de la cavitación se hacen fuertes, y las nanopartículas agregadas y elementos de molido pueden ser desplazados de manera vigorosa y completa para llevar a cabo una suficiente dispersión y molido. De modo más preferente, la frecuencia de las ondas de ultrasonidos es de 15 KHz a 20 KHz y la amplitud es de 20 μm a 50 μm .

Breve descripción de los dibujos

Las figuras 1(A) y 1(B) muestran un sistema A de molino de bolas que muestra un ejemplo de la presente invención, en las que la figura 1(A) es una sección longitudinal, y la figura 1(B) es una sección transversal, según la línea B-B de la figura 1(A).

La figura 2 es una vista en sección longitudinal de un molino de bolas del sistema B mostrando otro ejemplo de la presente invención.

La figura 3 es una sección longitudinal de un molino de bolas del sistema C que muestra otro ejemplo de la presente invención.

La figura 4 es una vista en sección longitudinal de un aparato de sistema D mostrando otro ejemplo de la presente invención.

La figura 5 es una vista explicativa, a escala muy ampliada, mostrando la acción de nanopartículas en un aparato convencional de dispersión por ultrasonidos.

La figura 6 es una vista explicativa a escala muy ampliada, que muestra la acción de nanopartículas en un molino de bolas convencional.

La figura 7 es una vista explicativa a escala muy ampliada, que muestra la acción la nanopartículas en el molino de bolas de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

La presente invención puede ser aplicada a diferentes tipos de molinos de bolas (aparatos de dispersión de tipo húmedo, molino con elementos de molido, aparato de dispersión de bolas, etc.). A continuación, se explicarán como ejemplos ilustrativos específicos, de los sistemas A a D.

Las figuras 1(A) y 1(B) muestran un ejemplo del sistema A. Un molino de bolas 1 tiene un recipiente 2 en el que está dispuesto de forma rotativa un rotor 4. El rotor 4 está conectado a un eje de impulsión 3 que es impulsado en rotación por cualquier fuente de potencia adecuada (no mostrada) para impulsar en rotación el rotor 4. El recipiente 2 tiene una abertura 5 para el suministro de elementos de molido para introducir los elementos de molido, tales como gránulos, bolas y similares, dentro del recipiente, y una abertura 6 para el suministro de material para introducir el material a tratar, tal como una base de molido o una emulsión en forma de una mezcla de partículas sólidas y líquido, dentro del recipiente 2.

El rotor 4 tiene forma hueca, tubular, con superficies sustancialmente lisas, interior y exteriormente. En caso deseado, las superficies interior y/o exterior del rotor 4 pueden estar dotadas de un saliente de forma apropiada para ayudar al desplazamiento de los elementos de molido y el material a tratar al girar el rotor 4. A título de ejemplo, el saliente puede adoptar forma de un elemento de guía, tal como se muestra en el documento JP-B-4-70050 para ayudar al avance del material a tratar por el recipiente, a efectos de que el material fluya de forma sustancialmente tipo obstrucción - flujo ("plug-flow"). El rotor 4 está dotado de una o varias aberturas 7 para el rotor en lugares apropiados para posibilitar que los elementos de molido circulen desde el exterior al interior, y viceversa, del rotor tubular 4.

Un estator 8 está dispuesto dentro del rotor 4 en la base del recipiente 1. El estator 8 tiene forma general tubular y está dotado de una abertura 10 de entrada del estator en su extremo superior. Por encima de la abertura 10 de entrada del estator se encuentra un dispositivo de separación de los elementos de molido, tal como una rejilla 9 para asegurar los elementos de molido del material a tratar, permitiendo que el material molido lo atraviese pasando al estator 8 pero impidiendo el paso de los elementos de molido. Una abertura 11 de descarga del estator está dispuesta en el extremo inferior del estator 8 y se comunica con la abertura 10 de entrada del estator para descargar el material tratado del molino de bolas 1.

El recipiente 2, el rotor 4 y el estator 8 están configurados y dimensionados para formar una trayectoria de flujo que se extiende entre la superficie interna del recipiente 2 y la superficie externa del rotor 4, pasando por la abertura o aberturas 7 del rotor entre la superficie interna del rotor 4 y la superficie externa del estator 8. En funcionamiento, una cantidad predeterminada de elementos de molido es introducida en el recipiente 2, pasando por la abertura 5 de suministro de elementos de molido, y el material a tratar es introducido en el recipiente 2 a través de la abertura 6 de suministro de material. El rotor 4 es impulsado en rotación y el material es agitado y mezclado de modo completo con los elementos de molido mientras el material avanza gradualmente a lo largo de la trayectoria del flujo hacia la abertura 10 de entrada del estator y, a continuación, por el interior del estator 8 para su descarga a través de la abertura 11 de descarga del estator, mientras que los elementos de molido circulan alrededor de la trayectoria de flujo y se ven impedidos de entrar en la abertura 10 de entrada del estator por el dispositivo 9 separador de los elementos de molido.

Tal como se ha mostrado en las figuras 1(A) y 1(B), el recipiente 2 tiene una parte saliente hacia afuera 12 que define una cámara abierta o bolsa que se abre a la trayectoria de flujo. La parte saliente 12 constituye una pared del recipiente 2. Un dispositivo generador de ultrasonidos, tal como un generador de ultrasonido de tipo trompa acústica está montado en el recipiente 2 y se extiende al espacio definido por la parte saliente 12. La parte saliente 12 está situada preferentemente en una zona del recipiente 2 que es difícilmente influenciada por los elementos de molido que circulan. En caso deseado, se puede colocar un deflector apropiado entre la superficie externa del rotor 4 y el generador de ultrasonidos 3 para disminuir adicionalmente la influencia de los elementos de molido. En el ejemplo que se ha mostrado, el recipiente 2 está dotado de una parte saliente 12 y un generador de ultrasonidos 13. No obstante, la invención no está limitada a esta disposición y el recipiente 2 puede estar dotado de una serie de partes salientes y de generadores de ultrasonidos en diferentes localizaciones alrededor del recipiente.

Durante el funcionamiento del molino de bolas 1, y tal como se describirá a continuación de manera más detallada, el material a tratar que en este ejemplo es una emulsión de partículas sólidas en un líquido y los elementos de molido son introducidos en el recipiente 2 y pasan a la parte cóncava 12. Cuando los elementos de molido y el material son irradiados con ondas de ultrasonidos generadas por el generador de ultrasonidos 13, mientras el rotor 4 gira a alta velocidad, las nanopartículas sólidas colisionan vigorosamente entre sí y colisionan vigorosamente con los elementos de molido. Al mismo tiempo, los elementos de molido reciben también las ondas de choque, lo que acelera el movimiento de los elementos de molido. Dado que los elementos de molido son agitados vigorosamente en el recipiente, los elementos de molido son desplazados de manera completa y enérgica y se generan intensas fuerzas de cizalladura por colisión de los elementos de molido entre sí. Las fuerzas de cizalladura generadas por colisión de los elementos de molido, la colisión de las nanopartículas entre sí y la colisión de las nanopartículas contra los elementos de molido actúan de manera conjunta entre sí efectuando un molido extremadamente fino de las partículas sólidas obteniendo las nanopartículas deseadas. Por ejemplo, si los elementos de molido consisten en bolas, las bolas se deben encontrar preferentemente dentro de un rango de 15 μm a 1,0 mm, preferentemente de 0,5 mm a 1,0 mm. Al ajustar las dimensiones de las bolas, es posible separar de manera segura las nanopartículas con respecto a las bolas por utilización de un dispositivo separador de elementos de molido, tal como la rejilla 9, un filtro, un separador de intersticios, etc.

La figura 2 muestra un ejemplo del sistema B, que comprende un molino de bolas 14 que tiene un recipiente 15 dispuesto horizontalmente y un rotor 17 dispuesto con capacidad de rotación en el recipiente 15 e impulsado en rotación por un eje de impulsión 16 que es impulsado por un dispositivo motriz convencional (no mostrado). Un elemento de guía 17a está dispuesto alrededor de la superficie periférica externa del rotor 17 para favorecer el flujo de la emulsión sustancialmente en forma de obstrucción ("plug-form") tal como se describe por ejemplo, en el documento JP-B-4-70050. El recipiente 15 tiene una abertura 18 de suministro para la introducción de los elementos de molido, tales como bolas, en un recipiente, y para introducir el material a tratar, tal como una emulsión de partículas sólidas en el líquido, hacia dentro del recipiente. Un dispositivo separador de los elementos de molido 19 en forma de un separador de tipo intersticio esta dispuesto en el extremo de salida de la trayectoria de flujo para impedir que las bolas salgan del recipiente, permitiendo que el material tratado fluya de modo pasante y salga del molino de bolas a través de la abertura de descarga 20.

En el molino de bolas 14 del sistema B, el material tratado fluye desde el lado de delante del recipiente 15 al rotor 17, mientras que en el molino de bolas 1 del sistema A, el material tratado fluye desde el lado posterior del recipiente 2 hacia el rotor 4. Asimismo, el molino de bolas 1 del sistema A es del tipo vertical, en el que el material tratado avanza verticalmente siendo dispersado y molido, mientras que el molino de bolas 14 del sistema B es de tipo horizontal y el material tratado avanza horizontalmente mientras es dispersado y molido.

En una parte del recipiente 14, dirigida hacia el extremo delantero del rotor 17 se dispone un rebaje o cámara abierta 21 en el recipiente 14. El rebaje o cámara abierta 21 se abre a la trayectoria de flujo. Un generador de ultrasonidos 22 del tipo descarga está dispuesto dentro del espacio 21 para irradiar las bolas y la emulsión con ondas de ultrasonidos.

Durante la utilización del molino de bolas 14 y tal como se describe más adelante, después de haber introducido una cantidad predeterminada de bolas en el recipiente 15, la emulsión es introducida en dicho recipiente 14 a través de la abertura de suministro 18, el rotor 17 es impulsado en rotación y el generador de ultrasonidos 22 es activado para generar ondas de ultrasonidos. Al girar el rotor 17 a alta velocidad, la emulsión es agitada y avanza progresivamente por el recipiente 15, mientras las partículas sólidas son dispersadas y molidas por las bolas circulantes. Las ondas de ultrasonidos provocan que las nanopartículas colisionen entre sí y que las nanopartículas colisionen con las bolas y en combinación con las fuerzas de cizalladura creadas por las bolas durante la rotación a alta velocidad del rotor 17, las nanopartículas en conjunto son molidas y dispersadas prácticamente a tamaño primario. Las dimensiones de las bolas se encuentran dentro del rango de 15 μm a 1,0 mm, preferentemente 0,5 mm a 1,0 mm. Al ajustar las dimensiones de las bolas dentro de este rango, es posible separar de manera segura las nanopartículas molidas y dispersadas de las bolas por el dispositivo 19 separador de los elementos de molido.

La figura 3 muestra un ejemplo del sistema C que comprende un molino de bolas 23. El molino de bolas 23 tiene algunas partes iguales a las del molino de bolas 1 mostrado en la figura 1A y las partes iguales o similares se han designado con los mismos numerales de referencia y se ha omitido su explicación. En el molino de bolas 23 no se ha dispuesto parte saliente para recibir la trompa ultrasónica en el recipiente. En vez de ello, se ha dispuesto un generador de ultrasonidos 24 de tipo trompa en un espacio 25 dentro del estator 8, en el que el material tratado circula después de pasar por la rejilla 9 separadora de los elementos de molido y antes de alcanzar la abertura de descarga 11.

En funcionamiento, el material a tratar, tal como una emulsión de partículas sólidas en un líquido, introducidas dentro del recipiente 1 y antes de pasar a través de la rejilla 9, las partículas son dispersadas y molidas por las fuerzas de cizalladura de las bolas creadas por la rotación a alta velocidad del rotor 4. Después de que las partículas molidas pasan a través de la rejilla 9 y antes de alcanzar la abertura de descarga 11, la trompa acústica de ultrasonidos 24 irradia las partículas con ondas de ultrasonidos, provocando una colisión vigorosa de las nanopartículas entre sí dentro del espacio 25. De esta manera, se aplican sustancialmente al mismo tiempo las dos acciones (cizalladura y radiación de ondas de ultrasonidos), de manera que las nanopartículas agregadas son molidas y dispersadas hasta prácticamente tamaño de partículas primarias. Las dimensiones de las bolas se encuentran dentro de un rango de 15 μm a 1,0 mm, preferentemente 0,5 mm a 1,0 mm. Al ajustar el tamaño de las bolas con respecto a este rango, es posible llevar a cabo la separación de nanopartículas y bolas mediante la utilización de un dispositivo separador de los elementos de molido, tal como la rejilla 9, un filtro, un separador tipo intersticio, etc.

La figura 4 muestra un aparato ilustrativo de un ejemplo del sistema D, que comprende un molino de bolas 28 y un mezclador 35. El molino de bolas 28 es similar en general al molino de bolas 1 del sistema A excepto por la disposición del generador de ultrasonidos en el recipiente 2. Se han utilizado los mismos numerales de referencia en la figura 4 para indicar partes iguales o similares utilizadas en la figura 1(A) y se ha omitido su descripción detallada. En el molino de bolas 28 el recipiente 2 no está dotado de una o varias partes salientes para alojar uno o varios generadores de ultrasonidos, sino que el generador de ultrasonidos están alojadas dentro del mezclador 35.

El mezclador 35 comprende un depósito 29 que en este ejemplo es un depósito cerrado, para recibir el material a tratar, que es una emulsión de partículas sólidas en un líquido y elementos de molido, tales como bolas. El depósito 29 tiene una abertura de entrada 26 conectada para recibir nanopartículas molidas y dispersadas y líquido descargado de la abertura de descarga 11 del molino de bolas 28 y una abertura de salida 27 conectada para

5 suministrar la emulsión a la abertura de suministro 6 del molino de bolas 28. Un generador de ultrasonidos 30 está
dispuesto dentro del depósito 29 para generar y propagar ondas de ultrasonidos dentro del depósito. Uno o más
juegos de deflectores de agitación 31a, 31b están dispuestos en el depósito 29 y son obligados a girar por motores
de impulsión para agitar y mezclar la emulsión y bolas. Un dispositivo 32 de separación de los elementos de molino
10 está dispuesto en la entrada de la abertura de salida de flujo 27 para separar las nanopartículas y las bolas, de
manera que solamente las nanopartículas son descargadas en la abertura 27 de salida para la introducción en la
abertura de suministro 6 del molino de bolas 28. El dispositivo de separación 32 de los elementos de molido puede
ser una rejilla, filtro, separador de intersticio o similares. Cuando las dimensiones de las bolas se encuentran dentro
de un rango de 0,5 mm a 1,0 mm es deseable una rejilla y cuando las dimensiones de las bolas se encuentran
dentro del rango de 15 μm a 1,0 mm es deseable un filtro.

15 Las dimensiones de las bolas se seleccionan en relación con la amplitud de las ondas de ultrasonidos generadas por
el generador de ultrasonidos 30. Se ha descubierto que cuando la amplitud de las ondas de ultrasonidos es grande,
el movimiento de las bolas dentro de la emulsión es posible aunque las bolas sean relativamente grandes y, por lo
tanto, la colisión de las nanopartículas entre sí y la colisión de las nanopartículas con las bolas se puede conseguir
de manera efectiva cuando el tamaño de las bolas se encuentra dentro del rango de 15 μm a 1,0 mm, de manera que
se puede llevar a cabo el molido y la dispersión hasta un tamaño de partículas casi primario. Por otra parte, cuando
la amplitud de las ondas de ultrasonidos es pequeña, la propagación de las ondas de ultrasonidos no crea suficiente
movimiento de las bolas y, por lo tanto, es necesario utilizar bolas más pequeñas. La cantidad óptima de bolas a
20 utilizar es determinada basándose en la concentración de partículas en la emulsión a tratar. En el caso de una
emulsión diluida, la cantidad de bolas es necesariamente grande, mientras que en caso de una emulsión espesa la
cantidad de bolas es necesariamente pequeña.

25 Como elementos de molido en el caso en el que el generador de ultrasonidos está dispuesto en el recipiente, se
utilizan preferentemente bolas finas de un tamaño tal que pueden ser desplazadas con las ondas de choque
generadas por la bajada de la cavitación provocada por las ondas de ultrasonidos, es decir, bolas que tienen un
tamaño de partículas relativamente pequeño en comparación con las utilizadas para aparatos convencionales de
utilización general de dispersión de productos y es preferible tener unas dimensiones de un nivel tal que pueden ser
30 separadas por un dispositivo separador de productos, tal como una rejilla, filtro, separador de intersticio y similares.

De manera específica, de acuerdo con los resultados de los experimentos, incluso con un procedimiento de
utilización de un filtro y un procedimiento mediante separación centrífuga, para separar las nanopartículas que tienen
un tamaño promedio de partículas de, como máximo, 100 nm, el tamaño de partículas de los elementos de molido
se requiere que sea, como mínimo, de 15 μm y es difícil llevar a cabo la separación con un tamaño de partículas
35 menor de esta medida. Lo más preferente es un procedimiento de utilización de una rejilla por la cual se puede
realizar de manera segura la clasificación y el tamaño de las partículas de las bolas es más preferentemente, como
mínimo, 0,5 mm. Además, cuando el tamaño de las partículas de las bolas supera 1,0 mm se hace difícil llevar a
cabo un movimiento suficiente de los elementos de molido por las ondas de choque generadas por las ondas de
ultrasonidos y, como resultado, es imposible hacer que las nanopartículas agregadas colisionen de manera efectiva
40 contra los elementos de molido.

A efectos de desplazar elementos de molido más grandes, es necesario generar una cavitación más grande y llevar
a cabo su amortiguación. Además, cuando la concentración de partículas es elevada, es deseable utilizar los
45 elementos de molido en una cantidad relativamente pequeña y cuando la concentración de partículas es baja, es
deseable utilizar los elementos de molido en una cantidad relativamente grande.

Como material de los elementos de molido, se selecciona un material óptimo dependiendo de la aplicación del
aparato de dispersión o molido de acuerdo con la presente invención, por ejemplo, se puede utilizar plásticos
técnicos, vidrio, cerámica, acero, etc. Es preferible un material basado en óxido de zirconio para la aplicación
50 susceptible a la corrosión o rotura.

Como disolvente, cuando se tratan nanopartículas con el aparato de dispersión o molido, según la presente
invención, se puede utilizar un disolvente orgánico, tal como diferentes tipos de alcoholes, ciclohexano,
metiletilcetona, acetato de metilo, tolueno, hexano, etc.

55 Cuando el generador de ultrasonidos es dispuesto en el recipiente, el dispositivo generador de ultrasonidos es
necesario que tenga una frecuencia y amplitud tales que puedan provocar una colisión enérgica de las
nanopartículas entre sí por las ondas de choque producidas por la cavitación generada por la radiación con ondas
ultrasonoras y al mismo tiempo puede desplazar vigorosamente los elementos de molido. De acuerdo con los
60 resultados de experimentos, cuando la frecuencia de las ondas de ultrasonidos es aproximadamente de 15 KHz a 30
KHz y la amplitud aproximadamente de 5 μm a 50 μm es posible generar una cavitación intensa, hacer que las
ondas de choque en el tiempo de la amortiguación sean intensas y aplicar suficiente movimiento a las
nanopartículas agregadas y elementos de molido. De manera más preferente, la frecuencia de las ondas de
ultrasonidos es de 15 KHz a 20 KHz y la amplitud aproximadamente de 20 μm a 50 μm .

Las diferencias entre el caso de los molinos de bolas anteriormente descritos en combinación con ondas de ultrasonidos y los casos en los que se lleva a cabo la dispersión y molido utilizando un simple dispositivo de dispersión por ultrasonidos o molinos de bolas convencionales, se explicará brevemente a continuación. En los casos en los que solamente se utiliza un dispositivo de dispersión de ultrasonidos, tal como se muestra en la figura 5, la colisión provocada por las ondas de choque es solamente la colisión entre las nanopartículas agregadas 33. En los casos en los que se utiliza solamente un molino de bolas, tal como se ha mostrado en la figura 6, solamente se utilizan fuerzas de cizalladura generadas entre los elementos de molido 34, y dicho procedimiento no provoca la colisión positiva de las nanopartículas 33 contra los elementos de molido 34. Como contraste, en el caso de un molino de bolas que utiliza ondas de ultrasonidos en combinación, tal como se ha mostrado en la figura 7, dado que las ondas de choque creadas por las ondas de ultrasonidos son aplicadas a los elementos de molido 34, las nanopartículas agregadas 33 reciben fuerzas de cizalladura, y la colisión entre las nanopartículas y las colisiones entre las nanopartículas y los elementos de molido son provocadas por la irradiación de ondas de ultrasonidos, de manera que las partículas son divididas de manera efectiva y de forma fina, y resulta posible dispersar de manera suficiente y moler las nanopartículas.

A continuación se describirán en detalle ejemplos de la presente invención. No obstante, se debe observar que la presente invención no está limitada en modo alguno por estos ejemplos.

Ejemplo 1

Se utilizó un aparato, tal como se ha mostrado en la figura 1(A), en el que se forma una bolsa en una parte de un recipiente del sistema A y se dispuso un generador de ultrasonidos del tipo de trompa acústica dentro de la bolsa. De manera más específica, una parte saliente 12 fue formada en una pared interna de un recipiente 12 y una trompa acústica de ultrasonidos 13 como dispositivo generador de ultrasonidos fue colocada en la parte saliente 12. Las ondas de ultrasonidos tenían una amplitud de 50 μm y una frecuencia de 20 KHz. El molino de bolas funcionó con una velocidad circunferencial de 4m/s y una velocidad de suministro de emulsión de 10 mL/s para tratamiento. Una emulsión acuosa obtenida por adición de 10% en volumen de material en polvo P25, es decir, nanopartículas P25 (Nippon Aerosil Co., Ltd., Tokyo, Japón) con una dimensión primaria de partículas de 35 nm constituido a base de nanopartículas de óxido de titanio, y como agente de dispersión polímero, una sal amónica de ácido poliacrílico con un peso molecular de 8000 añadida en una proporción de 0,5 mg/m² por área superficial de las partículas, fue pre-tratada durante 30 minutos utilizando paletas rotativas a 500 rpm. Utilizando 3 litros de esta emulsión y el aparato descrito, se llevó a cabo un experimento de dispersión hasta 5 horas. Utilizando un medidor granulométrico de un sistema de atenuación de ondas de ultrasonidos, se midió el tamaño de las partículas de la emulsión, mientras que la concentración de partículas se mantuvo al 10% en volumen. Los tamaños de partículas medidos cada hora durante 5 horas, se indican en la tabla 1.

Ejemplo 2

Se utilizó un aparato, tal como se muestra en la figura 2, de sistema B. De manera específica, una emulsión fluye desde el extremo delantero de un recipiente hacia el rotor, contrariamente a la dirección de flujo de la emulsión en el sistema A. El experimento de dispersión fue llevado a cabo de la misma manera que en ejemplo 1 utilizando un generador de ultrasonidos del tipo carga, dispuesto en un espacio formado en el lado opuesto al extremo delantero del rotor. Los tamaños de las partículas medidos cada hora durante 5 horas están indicados en la tabla 1.

Ejemplo 3

Se utilizó un aparato de sistema C, tal como se ha mostrado en la figura 3. De manera específica, se dispuso un generador de ultrasonidos del tipo de trompa acústica en un espacio dentro del estator, mientras que la emulsión se acumula después de pasar a través de una rejilla y antes de alcanzar una abertura de descarga. A parte de esta característica, se llevó a cabo el mismo experimento de dispersión de ejemplo 1. Las dimensiones de partículas medidas cada hora durante 5 horas están indicadas en la tabla 1.

Ejemplo 4

Se utilizó un aparato del sistema D mostrado en la figura 4. De manera específica, se utilizó un molino de bolas utilizando bolas basadas en óxido de circonio de 0,5 mm y un mezclador que funcionaba como depósito de suministro de emulsión y depósito de recuperación (depósito de suministro/recuperación) se dispuso en un sistema de circulación del mismo y se vertió una porción de 0,1 litros de bolas basadas en óxido de circonio 50 μm dentro del mezclador. Un filtro de rejilla de 25 μm fue dispuesto para llevar a cabo la clasificación de las bolas y nanopartículas en la emulsión. Además, el depósito fue dotado de un generador de ultrasonidos con una frecuencia de 20 KHz y una amplitud de 50 μm . El molino de bolas funcionó a una velocidad circunferencial de 4 m/s y a una velocidad de suministro de emulsión de 10 mL/s para tratamiento. Una emulsión acuosa obtenida por adición de 10 % en volumen de material en polvo P25, es decir, material en nanopartículas P25 (Nippon Aerosil Co., Ltd., Tokyo, Japón) con una dimensión primaria de partículas de 35 nm constituida por de nanopartículas de óxido de titanio, y como agente de dispersión polímero, una sal amónica de ácido poliacrílico con un peso molecular de 8000 añadida en una proporción de 0,5 mg/m² por área superficial de las partículas, fue pre-tratada durante 30 minutos utilizando

paletas rotativas a 500 rpm. Utilizando 3 litros de esta emulsión y el aparato descrito, se llevó a cabo un experimento de dispersión hasta 5 horas. Utilizando un medidor granulométrico de un sistema de atenuación de ondas de ultrasonidos, se midió el tamaño de las partículas de la emulsión, mientras que la concentración de partículas se mantuvo a 10% en volumen. Los tamaños de partículas medidos cada hora durante 5 horas, se indican en la tabla 1.

Ejemplo 5

Se llevó a cabo un experimento de dispersión de la misma manera que en el ejemplo 4, a excepción de que el tamaño de las bolas colocadas en el mezclador, que funcionó como depósito de suministro y como depósito de recuperación, cambió a 0,5 mm, y la rejilla de separación de las bolas y nanopartículas se cambió a 0,2 mm. Los tamaños de las partículas medidas cada hora durante 5 horas se indican en la tabla 1.

Ejemplo 6

El experimento de dispersión fue llevado a cabo de la misma manera que en el ejemplo 4, excepto que la emulsión en el mezclador que funcionó tanto como depósito de suministro como depósito de recuperación fue irradiada con ondas de ultrasonidos con una frecuencia de 20 KHz y una amplitud de 20 μm . Los tamaños de las partículas medidos cada hora durante 5 horas se indican en la tabla 1.

Ejemplo 7

El experimento de dispersión fue llevado a cabo de la misma manera que en el ejemplo 4, excepto que la emulsión en el depósito mezclador que funcionaba como depósito de suministro y depósito de recuperación fue irradiada con ondas de ultrasonidos con una frecuencia de 20 KHz y una amplitud de 20 μm , cambiando el tamaño de las bolas dispuestas en el mezclador a 0,5 mm y la rejilla para la clasificación de las bolas y las nanopartículas se cambió a 0,2 mm. Los tamaños de las partículas medidos cada hora durante 5 horas se indican en la tabla 1.

Ejemplo Comparativo 1

El experimento de dispersión fue llevado a cabo de la misma manera que en el ejemplo 4, excepto que no se colocaron bolas en el mezclador, que funcionó tanto como depósito de suministro como depósito de recuperación, y no se llevó a cabo irradiación con ondas de ultrasonidos. Los tamaños de las partículas medidos cada hora durante 5 horas se indican en la tabla 1.

Ejemplo Comparativo 2

El experimento de dispersión fue llevado a cabo de la misma manera que en el ejemplo 4, excepto que no se colocaron bolas en el mezclador, que funcionó tanto como depósito de suministro como depósito de recuperación. Los tamaños de las partículas medidos cada hora durante 5 horas se indican en la tabla 1.

Ejemplo Comparativo 3

El experimento de dispersión fue llevado a cabo de la misma manera que en el ejemplo 4, excepto que la emulsión en el mezclador, que funcionó tanto como depósito de suministro como depósito de recuperación, fue radiada con ondas de ultrasonidos con una frecuencia de 20 KHz y una amplitud de 20 μm , y no se colocaron bolas en el mezclador. Los tamaños de las partículas medidos cada hora durante 5 horas se indican en la tabla 1.

Ejemplo Comparativo 4

El experimento de dispersión fue llevado a cabo de la misma manera que en el ejemplo 4, excepto que la emulsión en el mezclador, que funcionó tanto como depósito de suministro como depósito de recuperación, fue radiada con ondas de ultrasonidos con una frecuencia de 20 KHz y una amplitud de 20 μm , y no se colocaron bolas en el mezclador. Los tamaños de las partículas medidos cada hora durante 5 horas se indican en la tabla 1.

TABLA 1

	Aparato (molino de bolas)	Estado de la irradiación de ultrasonidos	Dimensión de las bolas en el momento de irradiación de ultrasonidos	Tiempo de tratamiento				
				1 hr	2 hr	3 hr	4 hr	5 hr
Ej. 1	Sistema A (Fig. 1)	Estado A	0.5 mm	80 nm	70 nm	60 nm	50 nm	50 nm
Ej. 2	Sistema B (Fig. 2)	Estado A	0.5 mm	70 nm	60 nm	60 nm	50 nm	50 nm
Ej. 3	Sistema C (Fig. 3)	Estado A	0.5 mm	90 nm	80 nm	70 nm	60 nm	60 nm
Ej. 4	Sistema D (Fig. 4)	Estado A	0.05 mm	60 nm	52 nm	50 nm	48 nm	45 nm
Ej. 5	Sistema D (Fig. 4)	Estado A	0.5 mm	60 nm	48 nm	50 nm	50 nm	48 nm
Ej. 6	Sistema D (Fig. 4)	Estado B	0.05 mm	60 nm	50 nm	50 nm	48 nm	48 nm
Ej. 7	Sistema D (Fig. 4)	Estado B	0.5 mm	80 nm	70 nm	70 nm	70 nm	70 nm
Comp. 1	Sistema D (Fig. 4)	No irradiación	No	300 nm	180 nm	150 nm	150 nm	150 nm
Comp. 2	Sistema D (Fig. 4)	Estado A	No	180 nm	150 nm	110 nm	110 nm	110 nm
Comp. 3	Sistema D (Fig. 4)	Estado A	No	200 nm	160 nm	120 nm	120 nm	120 nm
Comp. 4	Sistema D (Fig. 4)	Estado C	No	190 nm	180 nm	140 nm	140 nm	140 nm
* Situación A de irradiación de ultrasonidos: Frecuencia de vibración = 20 KHz, amplitud = 50 μ m * Situación B de irradiación de ultrasonidos: Frecuencia de vibración = 20 KHz, amplitud = 20 μ m * Situación C de irradiación de ultrasonidos: Frecuencia de vibración = 40 KHz, amplitud = 5 μ m								

5 De estos experimentos, se puede observar que el aparato y procedimiento de la presente invención son superiores a los utilizados convencionalmente, y producen nanopartículas con un tamaño significativamente más reducido que las obtenidas hasta el momento.

10 Se observará por los técnicos en la materia que se pueden introducir cambios evidentes en las realizaciones y ejemplos descritos en la descripción anterior, sin salir del concepto inventivo amplio de la misma. Se comprenderá, no obstante, que esta descripción no está limitada a las realizaciones específicas y ejemplos que se han dado a conocer, sino que está destinada a cubrir todas las modificaciones evidentes de la misma que se encuentren dentro del alcance definido por las reivindicaciones adjuntas.

15

REIVINDICACIONES

1. Aparato de dispersión y molido que comprende: un recipiente (2, 15) que recibe elementos de molido y un material a tratar que contiene partículas sólidas en un líquido; dispositivos para agitar el material juntamente con elementos de molido en el recipiente para el molido y dispersión de las partículas sólidas en el líquido; caracterizado porque un generador de ultrasonidos (13, 22, 24) es dispuesto en el recipiente (2, 15), generando dicho generador de ultrasonidos (13, 22, 24) ondas de ultrasonidos en el líquido para ayudar al molido y la dispersión de las partículas sólidas en el líquido.
2. Aparato de dispersión y molido, según la reivindicación 1, en el que el recipiente (2) tiene una pared saliente (12) que sobresale hacia afuera del recipiente, y que define un espacio que se abre al interior del recipiente, estando dispuesto el generador de ultrasonidos (13) en el espacio definido por la parte de pared saliente.
3. Aparato de dispersión y molido, según la reivindicación 1, en el que el recipiente (15) tiene una parte de pared rebajada que se abre al interior del recipiente, estando dispuesto el generador de ultrasonidos (22) en el espacio (21) definido por la parte de pared rebajada.
4. Aparato de dispersión y molido, según la reivindicación 1, en el que el recipiente (2) tiene un estator tubular (8) dispuesto en el mismo, teniendo el estator una abertura de entrada en un extremo y una abertura de descarga en el otro extremo, y en el que los medios de agitación comprenden un rotor tubular accionado en rotación (4) dispuesto en el recipiente (2) y que rodea el estator (8), estando separado el rotor del recipiente y del estator, de manera que se forma una trayectoria de flujo para el material y elementos de molido entre el recipiente (2) y una superficie externa del rotor (4) y entre el estator (8) y la superficie interna del rotor (4), de manera que la rotación del rotor afecta a la agitación del material junto con los elementos de molido y el avance del material a lo largo de la trayectoria de flujo hacia dentro de la abertura de entrada del estator.
5. Aparato de dispersión y molido, según la reivindicación 4, en el que el generador de ultrasonidos (24) está dispuesto dentro del estator (8).
6. Aparato de dispersión y molido, según la reivindicación 4, en el que el dispositivo (9) separador de productos está dispuesto más arriba en el sentido de la corriente de la abertura de entrada del estator para separar los elementos de molido con respecto al material tratado para impedir la entrada de elementos de molido en la abertura de entrada.
7. Aparato de dispersión y molido, según la reivindicación 4, en el que el recipiente (2) tiene una parte (12) de pared saliente que sobresale hacia fuera del recipiente y define un espacio que se abre a la trayectoria de flujo, estando dispuesto el generador de ultrasonidos (13) en el espacio definido por la parte de pared saliente.
8. Aparato de dispersión y molido, según la reivindicación 1, en el que el generador de ultrasonidos (13, 22, 24) genera ondas de ultrasonidos que tienen una frecuencia aproximada de 15 KHz a 30 KHz y una amplitud aproximada de 5 μm a 50 μm .
9. Aparato de dispersión y molido, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el generador de ultrasonidos (30) está dispuesto en un depósito (29) de un mezclador (35) y en el que un molino de bolas (28) está conectado al mezclador (35) para recibir del mismo partículas sólidas fundidas dispersadas en el líquido y que, adicionalmente, efectúa el molido y dispersión de las partículas de sólido en el líquido.
10. Aparato de dispersión y molido, según la reivindicación 9, en el que el depósito mezclador (29) tiene una abertura de salida (27) conectada a la abertura de suministro (26) del molino de bolas, y una abertura de entrada de flujo conectada a la abertura de descarga del molino de bolas.
11. Aparato de dispersión y molido, según la reivindicación 9, en el que el generador de ultrasonidos (30) genera ondas de ultrasonidos que tienen una frecuencia aproximada de 15 KHz a 30 KHz y una amplitud aproximada de 5 μm a 50 μm .
12. Procedimiento de dispersión y molido, que comprende las siguientes etapas:
 agitar elementos de molido junto con un material a tratar que contiene partículas sólidas en un líquido para moler y dispersar las partículas sólidas en el líquido; y
 propagar ondas de ultrasonidos en el líquido para ayudar al molido de las partículas sólidas y en la dispersión de las partículas sólidas en el líquido.
 caracterizado porque
 las etapas de agitación y propagación son llevadas a cabo en el mismo recipiente (2, 15, 29).
13. Procedimiento de dispersión y molido, según la reivindicación 12, en el que las etapas de agitación y propagación son llevadas a cabo simultáneamente en el material.

14. Procedimiento de dispersión y molido, según la reivindicación 12, en el que las etapas de agitación y propagación son llevadas a cabo de manera secuencial en el material.
- 5 15. Procedimiento de dispersión y molido, según la reivindicación 12, en el que las ondas de ultrasonidos tienen una frecuencia aproximada de 15 KHz a 30 KHz y una amplitud aproximada de 5 μm a 50 μm .
16. Procedimiento de dispersión y molido, según la reivindicación 12, en el que las ondas de ultrasonidos tienen una frecuencia de 15 KHz a 20 KHz y una amplitud aproximada de 20 μm a 50 μm .
- 10 17. Procedimiento de dispersión y molido, según la reivindicación 12, en el que los elementos de molido comprenden bolas, o similares, que tienen dimensiones en un rango de 15 μm a 1,0 mm.
- 15 18. Procedimiento de dispersión y molido, según la reivindicación 12, en el que el tamaño promedio de partículas de las partículas sólidas molidas después de completar las etapas de agitación y de propagación, es, como máximo, de 100 nm.

FIG. 1 (A)

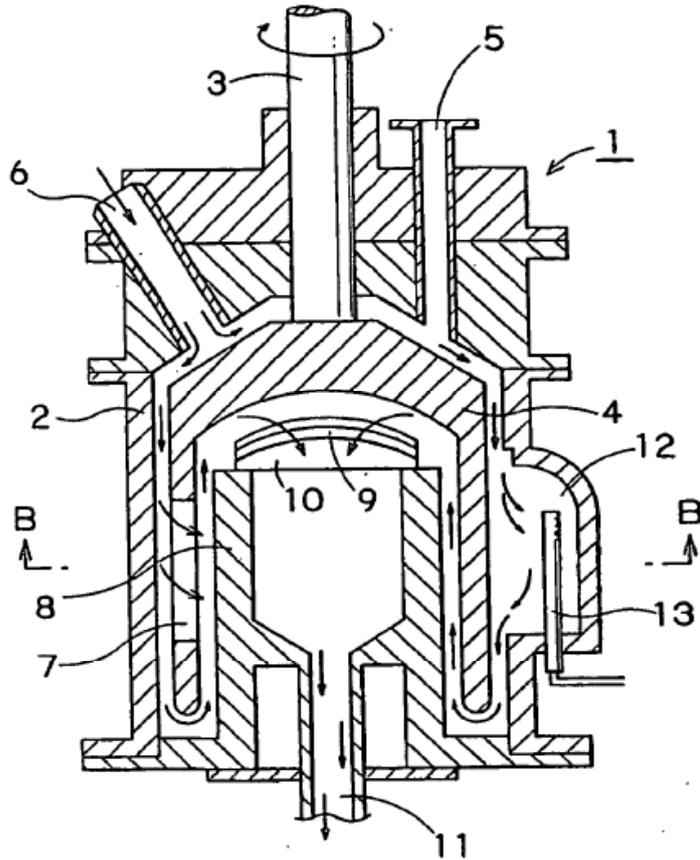


FIG. 1 (B)

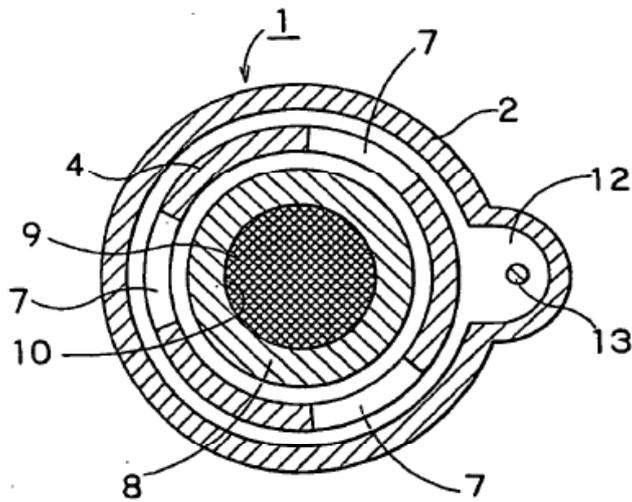


FIG. 2

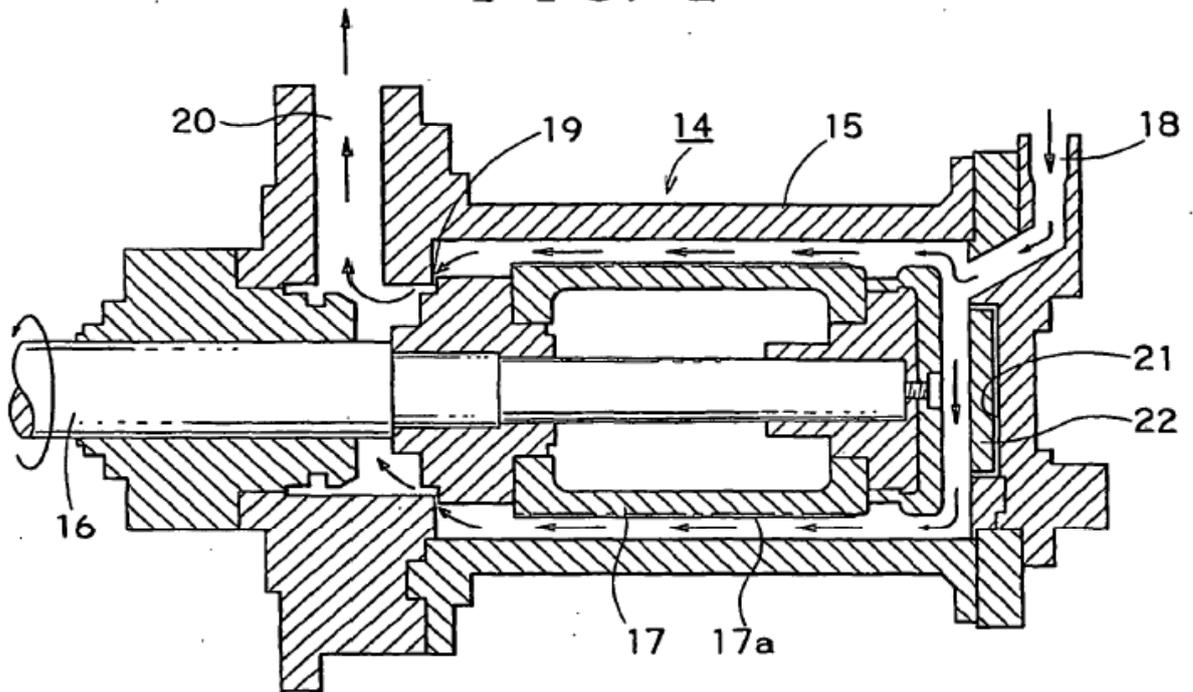


FIG. 3

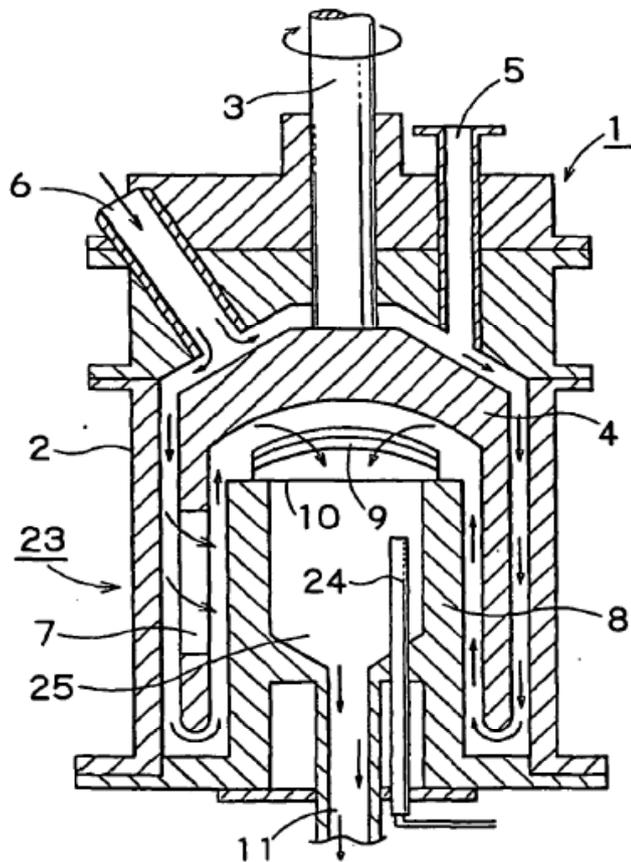


FIG. 4

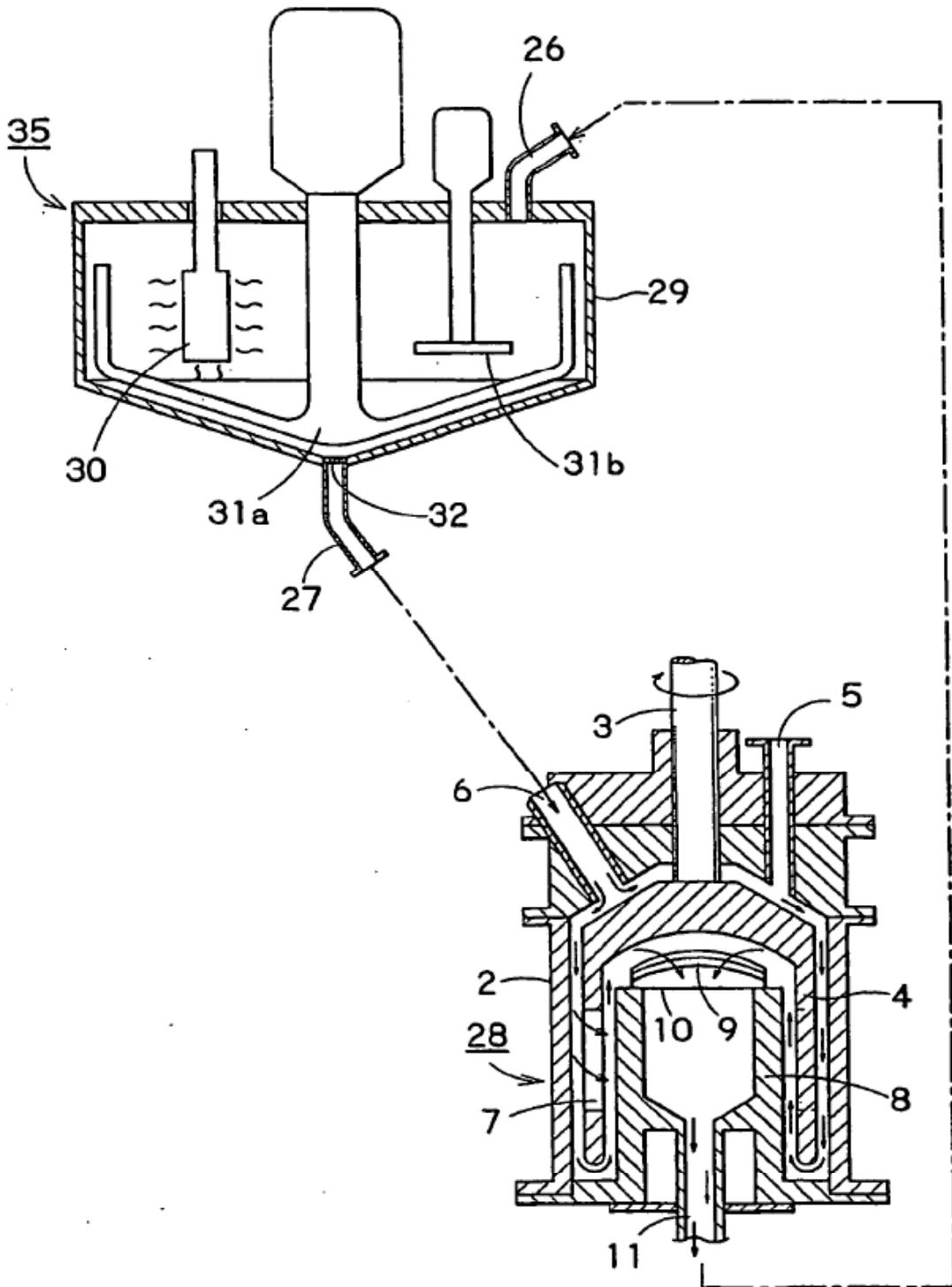


FIG. 5

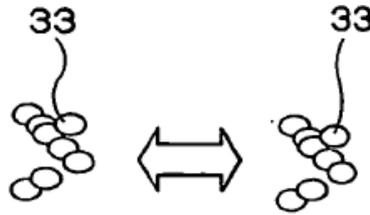


FIG. 6

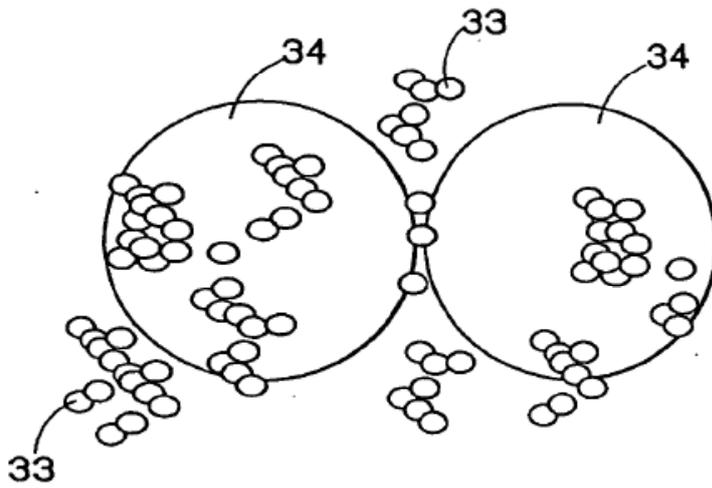


FIG. 7

