

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 395 060**

51 Int. Cl.:

B01J 8/18 (2006.01)

B01J 8/24 (2006.01)

B01J 8/32 (2006.01)

B01F 13/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.11.2007 E 07868716 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la solicitud europea: **02.09.2009 EP 2094382**

54 Título: **Sistemas de lecho fluidificado y métodos que incluyen flujo secundario de gas**

30 Prioridad:

10.11.2006 US 858072 P

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

07.02.2013

73 Titular/es:

**NEW JERSEY INSTITUTE OF TECHNOLOGY
(50.0%)**

University Heights

Newark, NJ 07102, US y

ORION ENGINEERED CARBONS GMBH (50.0%)

72 Inventor/es:

PFEFFER, ROBERT;

QUEVEDO, JOSE A. y

FLESCH, JÜRGEN

74 Agente/Representante:

URÍZAR ANASAGASTI, José Antonio

ES 2 395 060 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

Sistemas de lecho fluidificado y métodos que incluyen flujo secundario de gas

ANTECEDENTES

Campo técnico

- 5 [0001] Se proporcionan un método y un sistema para la fluidización de partículas, especialmente aglomerados de nanopartículas y/o nanopulvos, en los que un medio de fluidización (por ejemplo, un gas de fluidización) se dirige en una primera dirección y un flujo de chorro opuesto se introduce en la cámara. El flujo de chorro opuesto es eficaz para mejorar el comportamiento de fluidización del sistema divulgado, incluso si el flujo opuesto se reduce y/o se suspende en un punto en el tiempo después de que se consiguen los parámetros deseados de fluidización. En los sistemas de fluidización que incluyen aglomerados de nanopartículas, el flujo de chorro no debe ser necesariamente opuesto al flujo del medio de fluidización para proporcionar resultados mejorados, aunque si se desea la fluidización de todo el polvo contenido en la cámara, se requiere un flujo de chorro dirigido en sentido opuesto.

Antecedentes de la técnica

- 15 [0002] Se encuentran frecuentemente retos en los sistemas de fluidización, en particular en sistemas que incluyen pequeñas partículas. De hecho, el tamaño pequeño y el gran área superficial de las nanopartículas y nanopulvos aumentan las fuerzas de cohesión, tales como fuerzas de van der Waals, actuando en y entre las nanopartículas individuales y nanoaglomerados. Debido a estas fuerzas entre partículas, se forman frecuentemente aglomerados de varios tamaños y formas en las cámaras de fluidización. La presencia de tales aglomerados limita significativamente la eficacia de las técnicas convencionales de fluidización respecto a los sistemas de nanopartículas y/o nanopulvos.

- 20 [0003] En base al sistema de clasificación Geldart, los polvos que tienen un tamaño de partícula de menos de unas 20-30 micras (en lo sucesivo μm) se definen como polvos Geldart Grupo C. Los polvos Geldart Grupo C también se conocen como polvos finos cohesivos. Las nanopartículas se definen generalmente como partículas que tienen dimensiones en escala de nanómetros. En la mayoría de los casos, las nanopartículas se definen como aquéllas que tienen dimensiones de menos de unos 100 nm. El interés en el área de la fluidificación de nanopartículas se ha incrementado debido a los usos y el potencial crecientes de las nanopartículas.

- 30 [0004] Muchos métodos de mejora de fluidización por alteración de las fuerzas entre partículas se discuten en la literatura. Lu et al. separan estas ayudas de fluidización para las partículas Geldart Grupo C en métodos externos (es decir, métodos que vencen las fuerzas entre partículas utilizando una fuerza externa) y los métodos intrínsecos (es decir, métodos en los que disminuyen las fuerzas entre las partículas por cambios en las condiciones próximas a las partículas). [Lu, Xuesong, Hongzhong Li, "Fluidization of CaCO_3 ". Las ayudas de fluidización incluyen acondicionadores de flujo, vibraciones mecánicas, fluidización asistida por sonido, fluidización con campos magnéticos/eléctricos, fluidización pulsada y fluidización centrífuga. [Yang, Wen-Ching. "Fluidization of Fine Cohesive Powders and Nanoparticles - A Review," Journal of the Chinese Institute of Chemical Engineers, 36(1), 1, (2005).] Los acondicionadores de flujo pueden incluir aditivos, por ejemplo, un agente surfactante anti-estático. [Hakim, L.F., J.L. Portman, M.D. Casper, A.W. Weimer, "Aggregation Behavior of Nanoparticles in Fluidized Beds," Powder Technology, 160, 153, (2005).]

- 40 [0005] La Solicitud de Patente US 2006/0086834 de Pfeffer et al. enseña que "al acoplar el flujo de un gas fluidizante con una o más fuerzas externas, el efecto combinado es ventajosamente suficiente para fluidizar de forma fiable y eficaz la cámara o el lecho de polvos de tamaño nanométrico". [Solicitud de Patente U.S. 2006/0086834 en [0024]]. Pfeffer et al. describe que las fuerzas externas incluyen: " magnética, acústica, centrífuga/rotación y/o fuerzas de excitación por vibración " [Véase, también, Yang, Wen-Ching. "Fluidization of Fine Cohesive Powders and Nanoparticles – A Review," Journal of the Chinese Institute of Chemical Engineers, 36(1), X, (2005).]

- 45 [0006] La fluidización asistida por sonido se esquematiza por Zhu et al. como un método para mejorar la fluidización. [Zhu, Chao, Guangliang Liu, Qun Yu, Robert Pfeffer, Rajesh N. Dave, Caroline H. Nam, "Sound assisted fluidization of nanoparticle agglomerates," Powder Technology, 141, 119 (2004)]. Además, Martens describe la reducción del tamaño medio de las partículas o aglomerados en suspensión en un fluido mediante la combinación con un segundo fluido que incluye un compuesto metálico y haciendo fluir el fluido combinado a través de uno o más campos magnéticos. [Solicitud de Patente U.S. 2005/0127214 a Martens, publicada en 16 Junio 2005.]

- 50 [0007] Alfredson y Doig describen un método para aumentar la fluidización de las partículas que tienen diámetros de menos de aproximadamente 50 μm mediante pulsos de fluidización. [Alfredson, P.G., I.D. Doig. "A Study of Pulsed Fluidization of Fine Powders," Chemeca '70, 117, (1970).]. Según Alfredson et al., se demostró que proporcionando el medio de fluidización en una serie de pulsos se superan la canalización y el deficiente contacto de gas-sólido de las partículas finas.

- 55 [0008] Estudios de la Universidad Monash de Akhavan y Rodes analizan la fluidización pulsada de polvos cohesivos que implica variación de la velocidad del medio de fluidización como una función del tiempo. [<http://users.monash.edu.au/~rhodes/projects.htm#2en> 22 Agosto, 2006.]. Los estudios de Akhavan et al. sugieren

oscilar una porción del flujo de fluido mediante el suministro de un flujo constante y un flujo pulsado en una caja de aire de un lecho fluidizado. Akhavan sugiere que "esta nueva estructura de lecho se puede mantener durante un período considerable de tiempo después de que la pulsación se detiene." [\http://www.eng.monash.edu.au/chemeng/seminars/akhavan%2025may-06.pdf#search=%22ali%20akhavan%2C%20pulsed%22 en 22 Agosto 2006 .]

[0009] La Patente US. 6.685.886 a Bisgrove et al. enseña utilizar un sistema de suministro de fluidización en combinación con un sistema de agitación y una pistola de pulverización para suministrar un fluido a través de un conducto a partículas que descansan sobre una pantalla. Bisgrove et al. describen pistolas de pulverización configuradas para forzar las partículas hacia abajo en la cámara de expansión para promover el crecimiento de las partículas. Bisgrove et al. afirman que "la pistola rociadora 74 continúa rociando la solución hasta que las partículas P han sido ampliadas al tamaño deseado de revestimientos o aglomeración. En ese punto, la pistola de pulverización 74 se apaga ... el sistema de agitación 12 continúa agitando las partículas P en el lecho 22 de la cámara de producto 14 para evitar que se produzcan aglomeraciones indeseadas".

[0010] La Patente US 4,007,969 a Aubin et al. Aubin et al. describe un dispositivo para la fluidización y la difusión de un polvo en una suspensión de gas. Aubin et al. describen que "el gas a presión, que transporta un polvo hecho de una mezcla de partículas, granos y aglomerados, se alimenta desde un elemento distribuidor (no mostrado), situado aguas arriba del conducto de entrada 10. "Aubin et al. Además describen que "[este paso de fluidización resulta tanto de la interacción de los dos chorros portadores de gas en el extremo de las boquillas 22, 24, como de la forma esférica de la cámara 20." [Col. 2, líneas 35-39.] Aubin et al. afirman que su sistema descrito es capaz de "extender su rango de utilización a polvos muy finos, de un tamaño de grano de aproximadamente 1 micra o menos."

[0011] En la Solicitud de Patente US2005/0127214, Marten et al. describen un método para reducir el tamaño medio de partículas de compuestos o aglomerados metálicos en suspensión en un fluido. El sistema de Marten et al. implica hacer fluir un fluido con partículas de compuestos o aglomerados metálicos en suspensión a través de un campo magnético para reducir el tamaño medio de una porción sustancial de las partículas de compuestos o aglomerados metálicos por lo menos 25%.

[0012] En la Solicitud de Patente US2005/0274833, Yadav, et al. describen un sistema para reducir aglomerados a partículas a través de "fuerzas de cizallamiento, u otro tipo de tensiones," por ejemplo, "un molino de bolas, molino de chorro o, u otros tipos de molino, o sonicación, o por impacto de partículas en alguna superficie." Yadav et al lo describen además utilizar una temperatura elevada, en combinación con un catalizador, tal como un disolvente, para reducir el tamaño del aglomerado

[0013] La patente US 4.261.521 de Ashbrook describe un método para reducir el tamaño molecular de un aglomerado en fluidos. Dos boquillas de vórtice se colocan una frente a otra y el flujo de fluido de las boquillas se controla para que el fluido desde una boquilla gire en una dirección opuesta al fluido que emerge de una segunda boquilla. Las corrientes de fluido chocan y la colisión reduce el tamaño del aglomerado.

[0014] La patente US 4.095.960 de Schuhmann, Jr. describe un procedimiento y un aparato para la conversión de combustible carbonáceo particulado, tal como carbón bituminoso con alto contenido de azufre, en un gas combustible. Un lecho fluidizado incandescente de combustible carbonáceo particulado se forma en un horno de cuba de fondo cerrado y una corriente de chorro de oxígeno se dirige hacia la zona inferior por medio de una lanza de oxígeno que pasa axialmente a través de una carcasa de cubierta. La corriente de oxígeno forma una suspensión dinámica, altamente turbulenta de combustible particulado. Los productos de reacción particulados se mueven de forma toroidal en la zona inferior del lecho fluidizado, eliminando continuamente los gases efluentes formados por reacción del oxígeno con el lecho fluidizado, y manteniendo el lecho fluidizado mediante una distribución continua en la alimentación de combustible al horno de cuba. En un reactor a escala de banco, se perfora un orificio muy pequeño (aproximadamente 0,025 pulgadas de diámetro) en el extremo de la boquilla de la lanza.

[0015] La patente US 5.133.504 de Smith et al. describe un molino de chorro en lecho fluidizado que incluye una cámara de molienda con una pared periférica, una base, y un eje central. Un objetivo de impacto está montado dentro de la cámara de molienda y centrado en el eje central de la cámara. Múltiples fuentes de gas a alta velocidad están montadas en la pared periférica de la cámara de molienda, están dispuestas simétricamente alrededor del eje central, y están orientadas para dirigir gas a alta velocidad a lo largo de un eje que intersecta el centro del objetivo del impacto. Alternativamente, las fuentes de gas a alta velocidad están orientadas para dirigir gas a alta velocidad a lo largo de un eje que intersecta el eje central de la cámara de molienda. Cada una de las fuentes de gas tiene un soporte de boquilla, una boquilla montada en un extremo del soporte orientada hacia la región de molienda, y un tubo acelerador anular montado concéntricamente alrededor del soporte de la boquilla. El tubo acelerador y el soporte de boquilla definen entre ellos una abertura anular a través de la cual el material en partículas en la cámara de molienda puede entrar y ser arrastrado con el flujo de gas desde la boquilla y acelerarse dentro del tubo acelerador para descargarse hacia el eje central. En una realización descrita, se describe un modelo de molino Alpine AFG 100 con tres boquillas, teniendo cada boquilla un diámetro interior de aproximadamente 4 mm y un diámetro exterior de aproximadamente 1,5 pulgadas (38 mm).

[0016] La patente US 6.942.170 a Casalmir et al. describe un molino de chorro que incluye pluralidad de dispositivos de boquilla para descargar una corriente compuesta de fluido a alta velocidad. Cada dispositivo de boquilla incluye un número plural impar de aberturas de boquilla para la descarga de una corriente individual de fluido a alta velocidad. En una realización descrita, se utilizaron cinco (5) dispositivos PONBLO de boquilla con un tamaño de boquilla de 15 mm.

[0017] En una publicación titulada "La fluidización de polvos finos en lechos fluidos con un chorro de aire ascendente o descendente", los autores describen un estudio dirigido a la evaluación del comportamiento hidrodinámico de polvos finos en lecho fluidizado de chorro. [R. Hong, J. y Li Ding H., "Fluidization of Fine Powders in Fluidized Beds with an Upward or a Downward Air Jet," China Particuology, Vol. 3, No. 3, págs. 181-186, 2005.]. Como se ha dicho por Hong et al. en la página 181: El estudio sobre un lecho fluidizado con un chorro hacia abajo es a la vez teórica y prácticamente importante. Shen et al. (1990a; 1990b) estudiaron experimentalmente un chorro de gas hacia abajo en un lecho fluidizado de dos dimensiones. Werther y Xi (1993) investigaron la disminución del chorro de partículas de catalizador en un lecho fluidizado con un chorro de gas hacia abajo. En el estudio de Shen et al. mencionado antes, la velocidad de la boquilla de chorro fue de 51 a 124 m/s, y el diámetro de la boquilla fue de 6 mm. En la investigación de Werther y Xi mencionada antes, el tamaño de la boquilla fue de 0,5 y 2 mm y la velocidad de la boquilla fue de 100 m/s. Según se indica además en la publicación de Hong et al. en la página 181, "los chorros de gas de alta velocidad se utilizaron para romper los aglomerados de polvos cohesivos para mejorar la calidad de fluidización. Un chorro descendente fue usado en lugar de un chorro ascendente con el fin de evitar que el chorro penetrara a través de la totalidad del lecho" El trabajo experimental y la discusión técnica proporcionados por Hong et al. se limitan a la fluidificación de partículas FCC Geldart tipo A, y perlas de vidrio cohesivos de tamaño medio de 40 μm y al uso de boquillas relativamente grandes para la generación de los chorros.

[0018] A pesar de los esfuerzos realizados hasta la fecha, continúa existiendo la necesidad de disponer de sistemas y métodos eficaces, fiables y rentables para la fluidización de sistemas de partículas y polvo que sean resistentes a la fluidización, por ejemplo, en base a altas fuerzas inter-partículas. En particular, continúa existiendo la necesidad de disponer de sistemas y métodos eficaces, fiables y rentables para lechos de fluidización que incluyen nanopartículas y/o nanopolvos. Estas y otras necesidades se satisfacen por los sistemas y métodos aquí descritos.

RESUMEN

[0019] La presente invención proporciona sistemas y métodos para mejorar la fluidización de las nanopartículas y/o nanopolvos. Según los ejemplos de realización, una cámara de fluidización está provista de un medio de fluidización (por ejemplo, un gas de fluidización) dirigido en una primera dirección de fluidización, por ejemplo, hacia arriba en y a través de un lecho que contiene un volumen de nanopartículas y/o nanopolvos. Se proporciona una segunda fuente de flujo de aire/gas respecto a la cámara de fluidización, siendo el segundo flujo de aire/gas dirigido en sentido opuesto opuesta (o sustancialmente opuesta) respecto al medio fluidificante. Por ejemplo, pueden posicionarse una o más boquillas en o con respecto a la cámara de fluidización de tal manera que el flujo de fluido de la boquilla (s) es opuesto (es decir, hacia abajo o sustancialmente hacia abajo) respecto al flujo del medio de fluidización que es ascendente.

[0020] La posición, tamaño, forma, orientación y rendimiento de dichas boquillas dirigidas hacia abajo puede variar en cierta medida en base a una serie de factores, por ejemplo, las características de las nanopartículas o nanopolvos que están siendo fluidizadas, el tamaño/geometría de la cámara de fluidización, el grado deseado de fluidización, etc. En general, cuanto más densas sean las partículas posicionadas dentro de la cámara de fluidización, más cerca está la boquilla de descarga de la placa de distribución con el fin de proporcionar fluidización completa de toda la cantidad de polvo. Para mejorar la fluidización de nanopartículas y/o nanoaglomerados, se ha encontrado que los micro-chorros son particularmente eficaces para mejorar el rendimiento de la fluidización. Para los fines de la presente descripción, los micro-chorros suelen definir una abertura de pulverización con un diámetro de aproximadamente 100 μm a aproximadamente 500 μm , aunque se pueden emplear aberturas que están ligeramente fuera del intervalo antes mencionado sin sacrificar el rendimiento de fluidización beneficioso como se describe aquí. Cabe señalar que, en una realización alternativa y dependiendo de la aplicación, el segundo flujo de aire/gas se dirige en la misma (o sustancialmente en la misma) dirección que el medio de fluidización.

[0021] El rendimiento de fluidización se mejora en general según el sistema de fluidización descrito. La turbulencia creada por el chorro de la boquilla micro-chorro (o la pluralidad de boquillas micro-chorro) es ventajosamente eficaz para airear los nanoaglomerados y el cizallamiento generado por el flujo de tales micro-chorros es eficaz para romper nanoaglomerados y/o reducir la tendencia de los nanoaglomerados a formarse o reformarse. En algunos casos, cuando uno o más boquillas micro-chorro están apuntando hacia abajo, el flujo que va en dirección opuesta (es decir, hacia arriba) a través de la placa distribuidora de gas puede ser reducido a cero, aunque el procesamiento más eficiente del polvo de nanoaglomerado tiene lugar con la presencia de un flujo ascendente de gas de fluidización. Además, el flujo de fluido dirigido en sentido opuesto introducido a la cámara de fluidización por el(los) micro-chorro(s) descrito(s) facilita la circulación de polvo dentro de la cámara de fluidización, mejorando así los resultados de fluidización. Así, las nanopartículas y/o nanopolvos se distribuyen sobre una porción mayor del lecho.

[0022] El uso de flujo de fluido en sentido contrario, por ejemplo, flujo de fluido dirigido hacia abajo introducido por uno o más micro-chorros, se considera que cambia un lecho que muestra un comportamiento de fluidización burbujeante de aglomerado (en adelante denominado "ABF") a un lecho que muestra un comportamiento de

fluidización particulada de aglomerado (en adelante denominado "APF"). En efecto, como se demuestra en los resultados experimentales expuestos a continuación, incluso los sistemas que exhiben un comportamiento APF bajo condiciones normales muestran una expansión significativa del lecho o aumento de la altura del lecho fluidizado cuando se utiliza el sistema de fluidización descrito de flujo de fluido de micro-chorro con sentido opuesto.

5 [0023] Los beneficios de los sistemas de y métodos de fluidización descritos son sustanciales y, en implementaciones ejemplares, se extienden más allá del período durante el cual está en funcionamiento un flujo en sentido opuesto de un micro-chorro o en contracorriente. Por ejemplo, se ha encontrado que los sistemas convencionales de fluidización de nanopartículas que se modifican para incluir el descrito flujo de fluido dirigido en sentido opuesto exhiben al menos dos (2) veces el nivel de expansión del lecho en relación con la fluidización convencional (a igual velocidad del gas) y hasta diez (10) veces el nivel de expansión del lecho en relación con la fluidización convencional. La altura del lecho expandido, sin embargo, puede ser hasta cincuenta (50) veces la altura del lecho inicial. Por ejemplo, si un nanopolvo tipo APF, tal como Aerosil R974 ® sílice, se vierte en la columna de fluidización a una altura de lecho inicial de 5 cm y el lecho es fluidizado convencionalmente, el lecho podría expandirse por un factor de 5 a una altura de 25 cm. Si este mismo nanopolvo se procesa incluyendo el descrito flujo de fluido dirigido en sentido opuesto mediante boquillas micro-chorro, el lecho podría expandirse a una altura de hasta 250 cm, 10 veces la expansión del lecho de un lecho fluidizado convencional y 50 veces la altura del lecho inicial.

[0024] Además, cuando se realiza la fluidización por lotes, el flujo de gas a través de los micro-chorros dirigidos en sentido opuesto puede interrumpirse después de lograr primero los resultados beneficiosos precedentes, permitiendo así que el lecho fluidizado permanezca en una condición mejorada estacionaria. Incluso cuando se interrumpe el flujo de fluido dirigido en sentido opuesto, la expansión del lecho se mantiene en niveles muy ventajosos, por ejemplo, más del doble de la expansión del lecho cuando no se introdujeron chorros/flujo en contracorriente a la cámara de fluidización. Además, se ha observado una densidad aparente reducida del polvo, lo que sugiere una reducción deseable en la densidad de aglomerado dentro de la cámara de fluidización, y el sistema de fluidización está ventajosamente desprovisto (o sustancialmente desprovisto) de burbujeo, mejorando así el rendimiento y utilidad de fluidización (por ejemplo, para operaciones de recubrimiento, eficiencia de reacción y similares). Para sistemas de fluidización continuos donde los sólidos pasan a través del sistema/aparato, puede ser indeseable interrumpir el flujo a través de las boquillas micro-chorro para obtener resultados beneficiosos. También, dependiendo de la configuración del sistema de fluidización, las boquillas micro-chorro pueden proporcionar resultados ventajosos, independientemente de su dirección (hacia abajo/hacia arriba).

[0025] Aunque los sistemas y métodos de fluidización aquí descritos son particularmente ventajosos para las cámaras de fluidización que contienen nanopartículas/nanopolvos, cabe esperar que los sistemas y métodos descritos aquí se puedan extender a otros sistemas de partículas finas/cohesivas, por ejemplo, partículas que tienen menos de 30 micras (partículas Geldart Grupo C). Otras ventajas que se logran según el método/sistema de fluidización descrito, son por ejemplo, una supresión de burbujas y chorros dentro de la cámara la fluidización, dispersión mejorada de las nanopartículas o nanopolvos en la fase gaseosa, y/o destrucción/desintegración de aglomerados grandes.

[0026] Así, la presente descripción proporciona sistemas y métodos ventajosos para la mezcla efectiva de dos (o más) especies diferentes de nanopartículas. Mediante fluidización de las dos especies de nanopartículas (por ejemplo, nanopolvos y/o nanoaglomerados) juntas y aplicando el flujo de gas secundario descrito, por ejemplo, con la asistencia de un chorro, se consigue gran expansión del lecho que afecta a la distribución del tamaño de aglomerado, el volumen vacío del lecho de partículas, y la densidad aparente de las partículas. Todos estos factores dan como resultado una mejor dispersión del polvo en la fase gaseosa y facilitan la mezcla eficaz de las dos (o más) especies de nanopartículas a una escala mucho menor (por ejemplo, la nanoescala) que la obtenida a través de fluidización convencional, u otros métodos de mezclar estas partículas en estado seco.

[0027] Cabe igualmente señalar que, el sistema multiflujo descrito y la metodología asociada se implementan fácilmente. Un flujo de fluido dirigido en sentido opuesto utilizando una o más boquillas micro-chorro se puede reajustar en equipo de fluidización existente y/o incorporarse fácilmente en la fabricación de equipos de fluidización nuevos. A diferencia de muchos sistemas actualmente disponibles, el sistema de micro-chorro inverso no requiere la adición de materiales extraños en el lecho fluidizado u otras alteraciones materiales a sistemas y técnicas de fluidización convencionales.

[0028] Características, funciones y beneficios adicionales de los sistemas y métodos de fluidización divulgados serán evidentes partir de la descripción detallada que sigue, en particular cuando se lea junto con las figuras adjuntas.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS ADJUNTAS

55 [0029] Para ayudar a los expertos normales en la técnica en la fabricación y el uso de los sistemas y métodos de fluidización divulgados, se hace referencia a las figuras adjuntas, en donde:

Fig. 1 es un diagrama esquemático de un ejemplo de lecho fluidizado que incluye una boquilla de micro-chorro dirigida hacia abajo para mejorar la fluidización de sistemas de nanoaglomerados y nanopartículas según la presente divulgación.

5 Fig. 2 es un gráfico que muestra la altura adimensional del lecho fluidizado para sílice Aerosil® R974 representada frente a la velocidad del gas. La altura inicial del lecho fue de 5 cm (9.5 g de polvo fresco) y la sílice Aerosil® R974 presenta un comportamiento APF. Otras cantidades de polvo fresco, es decir, 13 g y 20 g también se utilizaron en los experimentos dando alturas iniciales de lecho de 7.6 y 11.6 cm. Sin embargo, cuando se fluidizó convencionalmente después de un procesamiento por micro-chorro como se divulga aquí, se observó una expansión del lecho significativamente mayor.

10 Fig. 3 es un gráfico de la expansión adimensional del lecho (altura real de lecho dividida por la altura inicial de lecho a flujo cero) como una función de la velocidad del gas en lechos convencionalmente fluidizados de nanopulvos tipo ABF: sílice Aerosil® 90, Aeroxide® TiO₂ P25 y alúmina Aeroxide® AlU C.

Fig. 4 es un gráfico de la expansión adimensional del lecho como una función de la velocidad del gas para la fluidización asistida por micro-chorro de los mismos polvos mostrados en la figura. 3.

15 Fig. 5 es un diagrama esquemático de un sistema de procesamiento según una realización ejemplar de la presente descripción.

20 Fig. 6 muestra la caída de presión del lecho fluidizado para diferentes cantidades de sílice Aerosil® R974. Puede verse claramente que la cantidad de polvo fluidizado cuando se utiliza la asistencia por micro-chorro de la presente descripción es mayor que en la fluidización convencional como se indica por la caída de presión medida que está cerca del peso aparente de las partículas. Para fluidización convencional sin asistencia por micro-chorro, se miden menores caídas de presión lo que indica que no todo el polvo se fluidifica. La fluidización completa de todo el polvo contenido en la columna de fluidización sólo se consigue con un flujo de micro-chorro dirigido hacia abajo.

25 Fig. 7 es un gráfico de la evolución de la altura del lecho fluidizado durante el procesamiento del polvo por micro-chorro para un sistema sílice Aerosil® R974.

30 Fig. 8 muestra la caída de presión del lecho fluidizado de sistemas de sílice Aerosil® 90 (APF) convencionales y asistidos por micro-chorro. Se puede ver una reducción significativa en la velocidad mínima de fluidización. También, se suspende más polvo por el flujo de gas cuando se utiliza el micro-chorro dirigido hacia abajo ya que la caída de presión experimental está cercana al peso aparente de las partículas como se ha señalado en el gráfico.

Fig. 9 muestra la expansión del lecho o altura del lecho fluidizado para sistemas de sílice Aerosil® 90 asistidos con varios tamaños de boquillas micro-chorro.

35 Fig. 10 es un gráfico de la evolución de la altura del lecho fluidizado durante el procesamiento del polvo por micro-chorros generados por diferentes tamaños de boquillas para un sistema de sílice Aerosil® 90 durante el procesamiento por chorro (el lecho se expande aunque la velocidad del gas es constante).

Figs. 11-12 son gráficos de rendimiento de fluidificación de sistemas de sílice Aerosil® 90 con diferentes orientaciones de boquilla.

Figs. 13-14 son gráficos que reflejan la velocidad axial del chorro como una función de la posición radial a diferentes distancias de la boquilla (20, 50 y 200 mm).

40 Figs. 15-17 son diagramas esquemáticos relacionados con posibles sistemas ampliados para uso según la presente divulgación para un diámetro de vasija de unos 0.6 m.

DESCRIPCIÓN DE REALIZACIÓN(ES) EJEMPLARES(S)

45 [0030] Se divulgan métodos y sistemas para aumentar la fluidización de nanopartículas y/o nanopulvos que generalmente incluyen una cámara de fluidización con un medio de fluidización dirigido en una primera dirección de fluidización, por ejemplo, hacia arriba, y una segunda fuente de flujo de aire/gas en dirección opuesta (o sustancialmente opuesta) en relación al medio fluidificante. En realizaciones ejemplares, una o más boquillas micro-chorro están posicionadas para suministrar flujo de fluido en la cámara de fluidización en una dirección opuesta con respecto al medio de fluidización. Como se describe aquí, la posición, tamaño, forma, orientación y caudal de dichas boquillas dirigidas hacia abajo pueden variar en cierta medida en base a una serie de factores, por ejemplo, las características de las nanopartículas/nanopulvos que están siendo fluidizadas, el tamaño/geometría de la cámara de fluidización, el grado deseado de fluidización, etc. En general, cuanto más densas sean las partículas posicionadas dentro de la cámara de fluidización, más cerca está la boquilla de descarga de la placa de distribución.

[0031] Cabe señalar que se ha encontrado que se da una fluidización mejorada de nanopartículas y nanoaglomerados como resultado del uso de micro-chorros que definen diámetros de abertura en el intervalo de

unas 100 μm a unas 500 μm , aunque se pueden emplear aberturas que están ligeramente fuera del rango antes mencionado sin sacrificar el rendimiento de fluidización beneficioso como se describe aquí.

[0032] El uso de chorros de gas provenientes de las micro-boquillas se considera que transforma un lecho que muestra un comportamiento de fluidización burbujeante de aglomerado (en adelante denominado "ABF") en un lecho que muestra un comportamiento de fluidización de aglomerado en partículas (en adelante denominado "APF"). En efecto, como se describe aquí, incluso los sistemas que exhiben un comportamiento APF bajo condiciones normales muestran un incremento significativo en altura de lecho fluidizado cuando se fluidizan usando el sistema de fluidización divulgado con flujo de fluido dirigido en sentido opuesto. Para fluidización por lotes, el uso del flujo descendente proporciona una configuración ventajosa para mejorar la fluidización completa de nanopulvos y/o nanoaglomerados. No obstante, el uso de chorros dirigidos en una dirección que no es hacia abajo también mejora la fluidización por lo menos en la medida en la que el nanopulvo fluidizado está expuesto a la acción de los chorros de las micro boquillas.

[0033] Se ha encontrado que los sistemas convencionales de fluidización que incluyen el flujo de fluido dirigido en sentido opuesto divulgado muestran al menos dos (2) a (10) veces el nivel de expansión de lecho en relación con la fluidización convencional. En ciertas implementaciones (por ejemplo, fluidización por lotes), el flujo de gas a través de los chorros dirigidos en sentido opuesto puede interrumpirse después de conseguir una fluidización eficaz, permitiendo así que el lecho fluidizado se sitúe en una condición de estado estacionario mejorada. Incluso cuando el flujo de fluido dirigido en sentido opuesto se interrumpe, la expansión del lecho se mantiene en niveles muy ventajosos, por ejemplo, más del doble de la expansión del lecho cuando no se introdujeron chorros/flujo a contracorriente en la cámara de fluidización. Además, se ha observado una densidad aparente reducida del polvo, lo que sugiere una reducción deseable en la densidad de aglomerado dentro de la cámara de fluidización, y el sistema de fluidización está ventajosamente desprovisto (o sustancialmente desprovisto) de burbujeo, mejorando así el rendimiento y utilidad de fluidización (por ejemplo, para operaciones de recubrimiento, eficiencia de reacción y similares).

[0034] Cabe señalar además y como será evidente para las personas expertas en la técnica, que el sistema multi-flujo y la metodología asociada divulgados se implementan fácilmente. El flujo de fluido dirigido en sentido opuesto mediante una o más boquillas micro-chorro se puede reajustar en equipo de fluidización existente y/o incorporarse fácilmente en equipo de fluidización nuevo. A diferencia de muchos sistemas disponibles en la actualidad, los sistemas y métodos inversos demicro-chorro descritos no requieren adición de materiales extraños en el lecho fluidizado u otras alteraciones sustanciales a técnicas y sistemas convencionales de fluidificación.

[0035] La fluidificación de nanoaglomerados y/o nanopulvos es particularmente difícil. Por ejemplo, los aglomerados de nanopartículas se comportan de forma diferente que partículas de tamaño micrométrico Geldart Grupo A aunque los aglomerados puedan ser de tamaño similar a las partículas Grupo A. Las partículas Geldart Grupo A generalmente fluidificarán bien sin consideraciones especiales de procesamiento. Por otro lado, los aglomerados de nanopartículas, por ejemplo, sistemas que incluyen óxido de titanio o sílice pirógena hidrófila, fluidizan muy mal, con significativa generación de burbujas y derivación del gas a través del lecho. Sin embargo, cuando se añade(n) micro-chorro(s) descrito(s) dirigido(s) hacia abajo al sistema de fluidización, estas partículas (aglomerados de nanopartículas) fluidizan suavemente, a velocidades mucho más bajas, con gran expansión del lecho y sin burbujas. Entre las ventajas asociadas con la descrita metodología de fluidización de nanopartículas/nanoaglomerado están altas velocidades de gas en el chorro, niveles mejorados de turbulencia, la eliminación (o eliminación sustancial) de zonas muertas en el lecho de fluidificación, es decir, todo el polvo es fluidizado, mejor mezcla entre fases, y una reducción del tamaño y densidad del aglomerado debido a cizallamiento del chorro.

[0036] Para los fines de la presente divulgación, los sistemas nanopulvo/nanoaglomerado pueden ser clasificados según a su comportamiento de fluidización, de la siguiente manera:

- Fluidización particulada de aglomerado (ABF): fluidización suave de tipo líquido, gran expansión del lecho, la fluidización se produce a velocidades de gas relativamente bajas, mínima pérdida o decantación de partículas.
- * Fluidización burbujeante de aglomerado (ABF): fluidificación irregular (chorros y abocado), grandes burbujas que dan lugar a derivación de gas, expansión limitada del lecho, la fluidización se produce a velocidades de gas relativamente altas, pérdida o decantación sustancial de partículas.

Debe notarse que los sistemas/técnicas de fluidización divulgados que incluyen inyección secundaria de gas son eficaces para mejorar la fluidización en un huésped de sistemas de nanopartículas/nanopulvos, incluyendo específicamente sistemas de nanopulvos/nanoaglomerados con comportamiento ABF.

[0037] Es bien conocido en la fluidización gas-sólido que las nanopartículas no se pueden fluidificar en forma de partículas individuales, sino sólo en forma de aglomerados grandes. Los aglomerados de nanopartículas se forman como consecuencia de grandes fuerzas cohesivas (Van der Waals) que están presentes debido al pequeño tamaño y gran superficie específica de las nanopartículas. Varios problemas surgen como consecuencia de la formación de aglomerados grandes en un lecho fluidizado de nanopartículas. Dependiendo del tipo de material y/o tratamiento

superficial de las partículas, problemas tales como formación de burbujas, abocamiento, chorros y la formación de grandes conglomerados dificultan la fluidización suave de los nanopulvos.

[0038] Con referencia a las Figs. 1 y 5, se representan esquemáticamente ejemplos de sistemas para fluidificar sistemas de nanopartículas y nanoaglomerados. Los sistemas de ejemplo incluyen una o más boquillas micro-chorro apuntando hacia abajo en dirección opuesta respecto al flujo del gas de fluidización (que se dirige hacia arriba). La(s) boquilla(s) de micro-chorro (s) se encuentra(n) normalmente por encima del distribuidor de gas a una distancia de aproximadamente 1 pulgada a unas 7 pulgadas (25.4 a 178 mm). La colocación de la(s) boquilla (s) micro-chorro en relación al distribuidor de gas se basa generalmente en el polvo a fluidizar. Por ejemplo, polvos más densos generalmente requieren la(s) boquilla(s) de micro-chorro a una distancia más próxima respecto a la placa distribuidora en comparación con polvos “esponjosos” o menos densos.

[0039] La selección de la boquilla micro-chorro puede variar también de aplicación a aplicación. La selección de un tamaño apropiado de boquilla micro-chorro para una aplicación particular puede depender de una variedad de factores, incluyendo específicamente la cantidad de gas requerido a inyectar y la cizalladura requerida para romper los aglomerados. La presión aguas arriba de la(s) boquilla(s) micro-chorro dependerá en parte del tamaño de la boquilla seleccionada según las condiciones requeridas. Habitualmente, la presión aguas arriba determina la cantidad de energía consumida por el sistema. El diámetro interno de la boquilla micro-chorro puede variar, por ejemplo, desde 0.1 hasta 0.5 milímetros (100 a 500 μm), y se desea generalmente una presión aguas arriba de la(s) boquilla(s) micro-chorro superior a 100 psi (689 kPa), aunque para boquillas micro-chorro de un tamaño tan grande como 0.5 milímetros, una presión de unas 20 psi es suficiente para mejorar la fluidización. La presión de alimentación de las boquillas micro-chorro dependerá de la aplicación. Cuanto menor sea la boquilla micro-chorro, será requerida una presión más grande para generar el flujo de fluido deseado.

[0040] Con referencia adicional a la Fig. 1, se representa una columna de fluidización a escala de laboratorio que utiliza una boquilla micro-chorro invertida para mejorar la fluidización de nanopulvos. Un ejemplo de una columna de fluidización a escala de laboratorio tiene un diámetro de 3 pulgadas; una columna mayor de diámetro 5 pulgadas también se utilizó en los ensayos según la presente divulgación. Como puede verse en la figura. 1, el flujo a través de la boquilla micro-chorro dirigida hacia abajo es generalmente una fracción relativamente pequeña del flujo de gas fluidizante ascendente, por ejemplo, del orden de 10% (por ejemplo, 20 l/min a través del distribuidor vs 1,5 l/min a través de la boquilla micro-chorro), aunque esto depende del polvo a procesar; en algunos casos, por ejemplo, para Aeroxide TiO₂ P25, el flujo a través de la boquilla micro-chorro dirigida hacia abajo fue de aproximadamente 50% del flujo de gas fluidizante ascendente. En general, la relación del flujo de chorro hacia abajo y el flujo de fluidización ascendente tiene que ser optimizada según la aplicación.

[0041] Es importante observar que mientras que el flujo del chorro es generalmente constante después de ajustar la presión aguas arriba a través de la(s) boquilla(s) micro-chorro, el flujo principal de fluidización ascendente puede ser cambiado en un amplio intervalo. Una variedad de gases se puede emplear según la presente divulgación, tanto como gases fluidificantes como gases dirigidos hacia abajo, como será fácilmente evidente para las personas expertas en la técnica. De hecho, el mismo gas no necesita ser empleado para ambos flujos de fluido ascendente y descendente. En los ensayos aquí descritos, se empleó nitrógeno como gas fluidizante ascendente y gas dirigido hacia abajo a través de la boquilla micro-chorro.

[0042] Así, con referencia adicional al diagrama esquemático de la Fig. 5, un ejemplo de columna empleada según la presente descripción incluyó una columna con un diámetro interior de 3 pulgadas (76,2 mm). Entre las variables investigadas con la configuración de la Fig. 5 estaban altura del lecho y caída de presión en relación con la operación de fluidización. Los parámetros operacionales que fueron controlados/manipulados durante ensayos ejemplares incluían caudales, tamaño, dirección y posición de boquilla y tipos de polvo. Las boquillas micro-chorro utilizadas en los ensayos de ejemplo se realizaron de acuerdo a la presente descripción en un intervalo de 127 μm a unas 508 μm . Como se describe aquí, los nanopulvos que han sido estudiados incluyen Degussa Aerosil ®: R974, 200, 90, Raw 90, y Aeroxide ® TiO₂ P25, Alu C.

[0043] El chorro/flujo producido por la(s) boquilla(s) micro-chorro dirigida hacia abajo mejora la fluidización al menos en parte rompiendo los aglomerados y aumentando la dinámica del lecho fluidizado, en particular en la parte inferior del lecho. Por lo general, la parte inferior del lecho fluidizado es más densa que la parte superior, sin embargo el chorro/flujo dirigido hacia abajo generalmente es eficaz para airear el fondo/región inferior del lecho fluidizado aumentando la dispersión de polvo/partículas.

[0044] Como resultado directo del sistema de asistencia de micro-chorro dirigido hacia abajo y el método descrito aquí, se observa una expansión del lecho mucho más grande durante la fluidización de nanopulvos y nanoaglomerados procesados por micro-chorro. Por ejemplo, la Fig. 2 expone un gráfico de la expansión adimensional del lecho de sílice Aerosil ® R974 (Degussa AG) en relación con la velocidad del gas. Aerosil ® R974 es un nanopulvo de sílice hidrófobo que muestra comportamiento de fluidización de aglomerado particulado (APF) y es relativamente fácil de fluidizar sin ayuda. Para los propósitos de los datos expuestos en la Fig. 2, el polvo de sílice fue primero fluidizado convencionalmente y registrada la expansión del lecho. La expansión del lecho es una indicación o medida de la dispersión del polvo dentro del lecho fluidizado.

[0045] Posteriormente, el polvo Aerosil ® R974 se fluidizó con una fracción del gas de fluidización (nitrógeno) alimentado a través de un chorro dirigido en sentido inverso/hacia abajo. El procesamiento del polvo con el micro-chorro dirigido hacia abajo continuó durante aproximadamente 1 hora (como se muestra en la Fig. 7). Después de este período de fluidización, el flujo de gas se detuvo y el lecho se dejó sedimentar. Después de medir la nueva altura inicial del lecho, que fue aproximadamente el doble de la altura original del lecho, el lecho de polvo se fluidizó convencionalmente. Se puede ver en la figura. 2 que la expansión adimensional del lecho (alrededor de 30 veces, con respecto a la altura del lecho inicial, a 3 cm/s) es significativamente mayor que la obtenida con el polvo sin tratar (alrededor de 5 veces, con respecto a la altura del lecho inicial, a 3 cm/s). Estos resultados demuestran que el polvo de sílice se dispersa mejor en la fase gaseosa como resultado de, y después del tratamiento con, el flujo micro-chorro dirigido hacia abajo.

[0046] Como se señaló antes, los polvos que exhiben un comportamiento burbujeante de fluidización de aglomerado (ABF) son muy difíciles de fluidizar excepto a altas velocidades. Además, el flujo de fluidización de alta velocidad da lugar generalmente a burbujeo, derivación de gas, y decantación de partículas. Según la presente divulgación, cuando un lecho de nanopulvos que de otro modo exhibe un comportamiento burbujeante de fluidización de aglomerado (ABF) se procesó en un sistema de fluidización que incluye uno o más micro-chorros dirigidos hacia abajo, se observa una calidad de fluidización considerablemente mejorada. La dispersión del polvo en la fase gaseosa se midió por la expansión del lecho. La Figura. 3 muestra la expansión del lecho para diversas series de lechos de polvo de sílice Aerosil ® 90, Aeroxide ® TiO₂ P25 y Aeroxide ® Alu C fluidizados de forma convencional, todos los cuales presentan un comportamiento ABF. Como puede verse, la expansión del lecho bajo las condiciones de control es bastante limitada y alrededor de 2.5 veces la altura inicial del lecho en el mejor de los casos.

[0047] La Figura. 4 muestra la expansión del lecho de las mismas cantidades de polvos mostradas en la Figura 3, pero durante la fluidización con asistencia de micro-chorro inverso. Se puede observar que el procesamiento por micro-chorro dirigido hacia abajo mejora la dispersión del polvo en la fase gaseosa produciendo expansiones del lecho de varias veces la altura inicial del lecho. Es de destacar que la operación del micro-chorro dirigido hacia abajo con sistemas de nanopulvo ABF se cree que convierte de forma ventajosa el comportamiento del polvo tipo ABF al comportamiento APF. Se cree que esta conversión es mantenida por el sistema de polvo, lo que se traduce en un comportamiento de fluidización mejorado para los polvos de tipo ABF que es totalmente inesperado y altamente ventajoso.

[0048] De la información presentada en la TABLA 1, se puede observar que la densidad aparente del polvo y por lo tanto, con toda probabilidad, la densidad de los aglomerados de nanopartículas, se ha reducido. Una reducción de densidad aparente refleja, entre otras cosas, una mejor aireación del sistema de polvo cuando se emplea el sistema de procesamiento de micro-chorro dirigido hacia abajo. Los valores de densidad aparente dados en la TABLA 1 se han calculado como una función de la altura del lecho. La altura máxima del lecho se da a la velocidad máxima del gas antes de que tenga lugar la fluidización burbujeante.

TABLA 1

<u>Características fluidización de lechos fluidizados de sílice Aerosil ® 90</u>					
Caso #	1	2	3	4	5
Fluidización	Conv.	Conv.	Asistido	Asistido	Conv.
Estado del polvo	fresco	fresco	fresco	Después del chorro (9)	Después del chorro (9)
Masa (g)	68	68	68	66.5	66.5
H ₀ (cm)	22	22	22	27	27
P _{b0} (kg/m ³)	67	67	67	54	54
Burbujeo?	Fuerte	Fuerte	Ninguno	Ligéramente	Ninguno
Altura lecho máx. (cm)	28.6 (1.3)	27.2 (1.2)	124.8 (5.7)	145 (5.4)	151 (5.6)
Final ρ _b (kg/m ³)	76.7 (13%)	76.7 (13%)	41 (-38%)	26 (-51%)	25 (-53%)

Los números entre paréntesis en la fila denominada "altura del lecho max." se calculan como H/H₀ y los números entre paréntesis en la fila denominada "Final ρ_b (densidad aparente)" corresponden al porcentaje observado de aumento (o disminución) en la densidad aparente.

[0049] Sorprendentemente, la densidad aparente de sílice Aerosil ® 90 se ha reducido en más del 50% por el sistema de procesamiento de micro-chorro dirigido hacia abajo de la presente descripción, en comparación con la densidad aparente del polvo fresco. Además, y como se refleja en la Tabla 1, el procesamiento micro-chorro que se

divulga aquí suprime y/o elimina ventajosamente las burbujas. La gran expansión del lecho de la Tabla 1 demuestra que el polvo procesado por micro-chorro se ha convertido ventajosamente de un comportamiento tipo ABF a APF.

5 [0050] Así, como se muestra en las Figuras 2-4, la expansión del lecho durante la fluidización de los nanopulvos tipo APF y ABF ha sido medida con y sin flujo de gas a través de un micro-chorro inverso. Como se muestra en las figuras anteriores, la expansión del lecho en un lecho fluidizado asistido por micro-chorro es varias veces la altura inicial del lecho. Además, se obtiene una mayor caída de presión en el lecho fluidizado (en un lecho fluidizado que opera por encima de la velocidad mínima de fluidización, la caída de presión es igual a la cantidad (peso) de polvo fluidizado por unidad de área transversal del lecho) cuando se compara el método asistido por micro-chorro de la presente descripción con la fluidización convencional de cantidades de nanopulvos similares en peso. Estos resultados demuestran que está siendo suspendido más polvo por el flujo de gas durante la fluidización asistida por micro-chorro, otra indicación de, en general, una mejor dispersión del polvo en el lecho fluidizado.

10 [0051] En relación con los resultados experimentales discutidos aquí, se evaluaron varias boquillas. Basado en las operaciones experimentales presentadas en este documento, se determinó que en general las boquillas de micro-chorro dirigidas hacia abajo dieron similares rendimientos de expansión del lecho. La presión aguas arriba de la boquilla de micro-chorro se mantuvo generalmente a 120 psi (827 kPa) para todas las boquillas (con una excepción). Debido a la alta velocidad determinada por la excepción de la presión observada aguas arriba, la carga electrostática acumulada causó el colapso del lecho. Para recopilar los datos para esta boquilla micro-chorro particular, la velocidad de salida se redujo mediante reducción de la presión. En otros sistemas de boquilla micro-chorro, el colapso del lecho se produjo sólo después de un procesamiento prolongado.

15 [0052] Resultados adicionales de ensayos según la presente divulgación se exponen en las Figuras 6-13. Estos resultados de ensayos y condiciones de ensayo asociadas se describen a continuación.

20 [0053] Los resultados de ensayos de las Figuras 6-7 se refieren a la fluidización de sílice Aerosil® R974. La Figura. 6 refleja el rendimiento de la caída de presión y la Figura. 7 refleja la evolución no dimensional de la altura del lecho respecto al tiempo bajo un flujo constante de gas de fluidización durante el procesamiento del polvo por micro-chorro. El tiempo de procesamiento fue dependiente de la velocidad del gas. Los mejores resultados de procesamiento se obtuvieron cuando el vaciado en el lecho era mayor, es decir, a velocidad del gas superior. Para los resultados informados del ensayo, el gas de fluidización fue nitrógeno. La boquilla micro-chorro inverso tenía un diámetro interior de 230 μm y la presión en la boquilla era de 120 psi. El polvo de sílice Aerosil® se tamizó a menos de 500 μm . Los ensayos demostraron una expansión grande del lecho y una reducción en el burbujeo con la operación descrita de micro-chorro inverso.

25 [0054] Los resultados de ensayo de la Figura 8 se refieren a la fluidización de sílice Aerosil® 90 (desde el proceso) y reflejan producción de caída de presión. En base a la caída de presión medida respecto a la velocidad del gas, se pueden encontrar las velocidades mínimas de fluidización. Se puede observar que la velocidad mínima de fluidización de Aerosil® 90 (del proceso) se ha reducido significativamente cuando se utiliza una asistencia de micro-chorro como se ha señalado por las flechas verticales. Para los resultados de ensayo informados, el gas de fluidización fue nitrógeno. La boquilla micro-chorro inverso tenía un diámetro interior de 230 μm y la presión en la boquilla era de 120 psi. La velocidad del chorro era de 530 m/s, y el polvo de sílice Aerosil® (21.2 gramos de A90 del proceso) se tamizó a menos de 850 μm . Los ensayos demostraron una reducción de la densidad aparente de 18 a 15 kg/m^3 .

30 [0055] Los resultados de los ensayos de las Figuras 9-10 se refieren a fluidización asistida por micro-chorro de sistemas de sílice Aerosil® 90 y proporcionan resultados comparativos para diferentes tamaños de boquillas. En los ensayos presentados, el polvo de sílice Aerosil® 90 (18 gramos) se tamizó a menos de 850 μm . En todos los ensayos, la velocidad del gas durante el procesamiento por micro-chorro del polvo se mantuvo constante a 1.6 cm/s. En base a los resultados expuestos en la figura. 10, se observa que a medida que disminuye el tamaño de la boquilla, el procesamiento de polvos se ralentiza porque pasa menos flujo a través de la boquilla. Dos de las boquillas micro-chorro de 127 μm ensayadas exhibieron velocidades de flujo de 0.8 l/m, que es equivalente a los caudales para una boquilla micro-chorro de 178 μm . Además, se operaron dos boquillas micro-chorro de 127 μm a 75 psi y se demostró un rendimiento ligeramente superior que una correspondiente boquilla micro-chorro de 127 μm operando a 120 psi.

35 [0056] Los resultados de ensayo de las Figuras 11-12 se refieren a fluidización de sílice Aerosil® 90 y proporcionan resultados comparativos para diferentes orientaciones de la boquilla con nitrógeno como gas fluidificante. El polvo de sílice Aerosil® 90 (18 gramos) se tamizó a menos de 850 μm . Se utilizaron dos boquillas micro-chorro, ambas con un diámetro interior de 127 μm . En estos experimentos, se ensayó tanto el flujo micro-chorro inverso (es decir, dirigido hacia abajo) como el flujo micro-chorro a través de las dos (2) boquillas micro-chorro. La presión en la boquilla era de 120 psi y la velocidad del chorro de 527 m/s. Como puede verse en las Figuras 11 y 12, se obtuvo rendimiento mejorado de fluidización (aumento de caída de presión, lo que indica fluidización completa de todo el polvo y aumento de expansión del lecho) con los micro-chorros dirigidos hacia abajo. La densidad aparente se redujo de 39 a 18 kg/m^3 después del tratamiento de chorro.

[0057] La fluidización de Aeroxide™ TiO₂ P25 - que generalmente presenta comportamiento ABF - es de especial interés debido a que es uno de los nanopulvos más difíciles de fluidificar, y cuando se fluidiza con gas a alta velocidad, burbujea vigorosamente. Durante la fluidización convencional, el lecho no se expande significativamente, pero en los ensayos según la presente divulgación, la asistencia de micro-chorro mejora notablemente el rendimiento de fluidización. En particular, el comportamiento tipo ABF típico de Aeroxide™ TiO₂ P25 se transformó en una fluidización particulada, el comportamiento tipo APF, con gran expansión del lecho y sin burbujas. Los ensayos se realizaron en una columna a escala de banco de 5 pulgadas (127 mm) de diámetro con una altura inicial del lecho de 5 pulgadas a velocidad del gas cero. La fluidización con asistencia de chorro fue eficaz para alcanzar una altura de lecho de aproximadamente 25.5 pulgadas (648 mm). Se observó una interfaz lisa que demostró la transformación de un comportamiento de fluidización tipo ABF a APF, completamente libre de burbujas que generalmente interrumpen la superficie del lecho fluidizado.

[0058] Con referencia a las Figuras 13-14, los efectos de la velocidad axial del chorro se exponen en implementaciones ejemplares del sistema de fluidización descrito. Para los propósitos de la Figura. 13, la presión aguas arriba, para ambas boquillas micro-chorro (127 μm y 508 μm) fue de 120 psi. Con referencia a la Figura. 14, la presión aguas arriba en la boquilla 127 μm era de 120 psi, mientras que la presión aguas arriba para la de 508 μm era de 20 psi. El propósito de las Figuras 13-14 es mostrar la fuerza cortante producida por el flujo de micro-chorro. El cizallamiento se define como el ritmo al que la velocidad cambia con respecto a la posición. En estos casos (Figura 13-14), velocidad axial cambia respecto a la posición radial. El ritmo más rápido al que la velocidad cambia con la posición radial es para la boquilla más pequeña; por lo tanto, la boquilla más pequeña proporciona una mayor tasa de cizallamiento que es útil para romper los aglomerados. Los perfiles de velocidad se representan como función de la posición radial a diferentes distancias de la punta de la boquilla (20, 50 y 200 mm).

[0059] En base a los resultados de los ensayos anteriores, se pueden señalar las siguientes conclusiones:

- Cuando se procesa Aerosil R974 ®, se encontró que la velocidad de procesamiento depende de la velocidad total de gas (chorro + flujo principal). Velocidades de gas en el rango de 2 a 4.5 cm/s son deseables cuando se utilizan micro-chorros dirigidos hacia abajo.

- Al comparar tamaños de boquillas, una boquilla más pequeña necesariamente se traduce en un flujo de chorro inferior, y por lo tanto, una menor velocidad de procesamiento, aunque mayor tasa de cizallamiento. Tamaños aceptables de boquillas de micro-chorro incluyen boquillas con diámetros entre unas 100 a 500 μm.

- Cuando el flujo a través de boquillas micro-chorro de diferentes tamaños se hace equivalente por el uso de números diferentes de boquillas micro-chorro, las boquillas micro-chorro más pequeñas tienen mejor rendimiento.

- Boquillas más grandes generan mayor flujo de chorro a altas velocidades, generando cargas electrostáticas que dificultan la fluidización. Flujos extremadamente altas no son deseables.

- Se ensayaron boquillas micro-chorro ascendente y descendente. En general, las boquillas micro-chorro dirigidas hacia abajo funcionaron mejor, sin embargo las boquillas micro-chorro dirigidas hacia arriba también mejoraron significativamente la fluidización. En efecto, los micro-chorros dirigidos hacia abajo mejoraron con éxito la fluidización de nanopartículas de óxidos de metal pirógeno. En el caso de boquillas micro-chorro dirigido hacia arriba, el polvo que se mantuvo por debajo del nivel de la boquilla no se procesó de forma eficaz.

- De los perfiles de velocidad axial del chorro: boquillas de 507 μm operando a 120 psi (827 kPa) proporcionaron velocidades extremadamente altas que generaron carga electrostática. La presión tuvo que ser reducida a 20 psi (138 kPa) para permitir fluidización sin colapso del lecho debido a la acumulación de carga electrostática.

[0060] Las Figs. 15-17 son diagramas esquemáticos relacionados con sistemas de fluidización ejemplares para uso según la presente divulgación, en particular en conexión con la posible ampliación de las unidades experimentales utilizadas en el trabajo experimental antes descrito. Con referencia a las Figuras 15 y 17, una columna de diámetro interior de 660 mm se contempla con una pluralidad de boquillas micro-chorro que tienen cada una un diámetro de 250 μm. Tales boquillas micro-chorro podrían representar un flujo de aproximadamente 1.5 l/m a través de cada micro-chorro y un flujo total a través de todas las boquillas micro-chorro de aproximadamente 135 l/m. Este flujo de la boquilla micro-chorro representaría aproximadamente 13% del flujo total de gas en la columna de aproximadamente 1000 l/m ó ~ 5 cm/s. La longitud de la boquilla se mantiene generalmente lo más corta posible, por ejemplo, una longitud de boquilla máxima de unos 5 cm. El diseño de columna descrito incluye un deflector que toma la forma de una bandeja de tamiz. Se contemplan varios diseños y geometrías de apertura. Como se muestra en la Figura. 17 se pueden emplear múltiples bandejas de boquillas, si se desea o es necesario para conseguir el rendimiento deseado de fluidización. La Figura. 16 representa esquemáticamente un ejemplo de un conjunto de boquillas micro-chorro para un ejemplo de un sistema de múltiples boquillas. Las boquillas micro-chorro están típicamente separadas unas de otras por una distancia apropiada, por ejemplo, unos 10 cm. El sistema de bandeja de boquillas descrito aquí generará turbulencia y una mezcla mejor, además de proporcionar los beneficios de cizallamiento de los micro-chorros. El polvo pasará a través de la bandeja de tamiz hacia la parte inferior para eliminación del lecho fluidizado.

[0061] En suma, la presente divulgación proporciona unos sistemas y métodos ventajosos para fluidizar nanopulvos/polvos de nanoaglomerado. Entre las ventajas de la asistencia por micro-chorro descrita están una dispersión mucho mejor del polvo en la fase gaseosa, como se informó por el aumento de la porosidad en el lecho fluidizado; la supresión de burbujas y chorros, y la destrucción de grandes aglomerados. Se cree que la mezcla también se mejora por el aumento debido al incremento en la dinámica del lecho. Además, a diferencia de otros métodos de nanofluidización asistida, el uso del micro-chorro (s) inverso descrito(s) es fácil de implementar, no necesita ningún equipo o fuente de energía especial, y no requiere la adición de ningún material extraño al lecho.

[0062] Otra aplicación de la presente divulgación descrita con referencia a realizaciones e implementaciones ejemplares de la misma, es en la mezcla eficaz de dos (o más) especies diferentes de nanopartículas. Una mezcla de sílice y dióxido de titanio, por ejemplo, es muy difícil de lograr a escala de nanopartículas individuales debido a la formación de una jerarquía de tamaños de aglomerado. Mediante fluidización de las dos especies de partículas juntas y aplicando la asistencia de chorro descrita, se consigue una expansión del lecho muy grande que afecta a la distribución del tamaño de aglomerado, el volumen vacío del lecho de partículas, y la densidad aparente de las partículas. Todos estos factores dan como resultado una dispersión mucho mejor del polvo en la fase gaseosa y facilitan la mezcla eficaz de las dos (o más) especies de nanopartículas a una escala mucho menor que la obtenida a través de fluidización convencional, u otros métodos de mezclar estas partículas en el estado seco. Cabe señalar que la indicada metodología de mezcla/combinación es eficaz para mezclar/combinar nanopartículas de diferentes especies de materiales (por ejemplo, nano-óxido de hierro y nano-alúmina), y/o mezclar/combinar nanopartículas de la misma especie de material en el que las nanopartículas tienen o definen diferentes propiedades (por ejemplo, nanopartículas de la misma especie de material que se caracterizan por diferentes tamaños de partículas primarias o diferentes propiedades superficiales, por ejemplo, sílices hidrofóbicas e hidrofílicas).

[0063] En la implementación ejemplar del proceso de mezcla y combinación de la presente divulgación, se procesaron dos especies diferentes de nanopartículas (óxido de hierro y alúmina). La fluidización convencional se empleó como control. La fluidización asistida por micro-chorro con flujo de nitrógeno a través del distribuidor y a través de un micro-chorro dirigido hacia abajo también se ensayó con un sistema óxido de hierro/alúmina. El óxido de hierro tenía un tamaño principal de partícula de aproximadamente 3 nm y la alúmina tenía un tamaño principal de partícula de aproximadamente 13 nm. La relación en peso de óxido de hierro a alúmina fue de 1:10 para el ensayo aquí descrito. En el experimento de mezcla / combinación de flujo secundario con introducción de micro-chorro, la mezcla de polvo se fluidizó durante unos veinte (20) minutos antes de tomar una muestra. Del mismo modo, la muestra de control se tomó después de la fluidización durante aproximadamente veinte (20) minutos. En el momento del muestreo, la expansión del lecho era mucho mayor con la técnica asistida de chorro que la observada utilizando fluidización convencional (es decir, el control).

[0064] Las muestras fueron analizadas por microscopio electrónico de transmisión / espectroscopía electrónica de pérdida de energía (TEM-EELS). Las imágenes y los espectros TEM-EELS se tomaron usando el siguiente procedimiento: Una cantidad muy pequeña de cada muestra se colocó entre dos placas de vidrio limpias y se movió entre las placas para esparcir el polvo. La placa superior de cristal se separó y se colocó entonces una rejilla de carbono circular de aproximadamente ½ cm sobre la placa de vidrio inferior con unas pinzas limpias que hacen que el polvo se adhiera a la rejilla. La rejilla fue retirada con unas pinzas y colocada en el microscopio (Instrumento JOEL 2010 TEM con capacidad EELS), utilizando imágenes de campo oscuro de contraste Z en modo STEM.

[0065] Se obtuvieron imágenes de diez grupos de polvo diferentes (en diez áreas diferentes a lo largo de la rejilla) a dos (2) aumentos diferentes de 100K y 250K, para que las nanopartículas individuales pudieran verse claramente. El haz de electrones se movió a lo largo del área de polvo de manera que se pudo observar un espectro de cada punto de la imagen (nanopartículas individuales o pequeños grupos de nanopartículas) en la pantalla del ordenador junto con la imagen. Cabe señalar que aparece hierro como un pico en torno a los 710-740 eV. A medida que el haz se mueve a lo largo de la imagen de polvo, el pico de hierro apareció o desapareció en función de si el hierro estaba presente o no. Las siguientes conclusiones se alcanzaron basadas en el ensayo aquí descrito:

- Nano-fluidización convencional (sin flujo secundario): Cinco (5) de las diez (10) diferentes áreas de polvo adheridas a la rejilla y representadas no mostraron hierro presente en ninguna de ellas, es decir, no se observó pico de hierro en el espectro, indicando que la imagen del polvo era toda alúmina. Las otras imágenes muestran uno o dos puntos donde el hierro estaba presente y una de las imágenes mostraba tres puntos diferentes de hierro. El resto de las áreas representadas eran enteramente alúmina. Basándose en estas observaciones, es evidente que la mezcla a escala nanométrica utilizando fluidización convencional (sin flujo secundario inducido por el micro-chorro) era pobre.

- Nano-Fluidización asistida por micro-chorro: Todas las áreas representadas mostraron hierro presente en toda la muestra. La dispersión de hierro observada en cada ejemplo demuestra que cada muestra fue bien mezclada a escala nanométrica. Además, el microscopista pudo observar un patrón de sal y pimienta (donde la sal representa la alúmina y la pimienta representaba el óxido de hierro) y tuvo éxito en base a tales observaciones en predecir que el hierro estaba presente incluso antes de ver el espectro. Basándose en estas observaciones, la fluidización asistida por chorro (es decir, flujo secundario) produce muestras muy bien mezcladas a nivel nanométrico.

[0066] En base a los resultados de ensayo con el sistema óxido de hierro/alúmina divulgado, se puede lograr una mezcla/combinación eficaz de las nanopartículas a escala nanométrica usando la técnica de nano-fluidización

asistida por micro-chorro. El método de mezcla / combinación descrito es relativamente simple y barato de implementar.

5 [0067] Aunque la presente divulgación ha sido descrita con referencia a realizaciones e implementaciones ejemplares de la misma, la presente descripción no debe estar limitada por o a tales realizaciones y/o implementaciones descritas. Por el contrario, los sistemas y métodos de fluidificación descritos tienen amplias aplicaciones que abarcan sistemas de nanopolvos/nanopartículas y otros sistemas de polvo micronizados (por ejemplo, polvos Geldart Clase C), y son susceptibles de muchas variaciones, modificaciones y/o mejoras. La presente invención abarca expresamente todas esas variaciones, modificaciones y/o mejoras.

REIVINDICACIONES

1. Un sistema de fluidización de nanopulvos o nanoaglomerados, que comprende:
- a . una cámara de fluidización;
 - b . una fuente de un medio de fluidización que comunica con la cámara de fluidización, siendo dirigido el medio de fluidización en una dirección hacia arriba respecto a la cámara de fluidización;
- 5 c . al menos una boquilla microchorro para suministrar un flujo de gas secundario a la cámara de fluidización, teniendo la al menos una boquilla micro-chorro un diámetro de entre unas 100 μm y 500 μm ;
- en el que el flujo de gas secundario es eficaz para mejorar el rendimiento de fluidización de nanopulvos o nanoaglomerados.
2. El sistema según la reivindicación 1, en donde la cámara de fluidización incluye al menos un deflector.
- 10 3. El sistema según la reivindicación 1, en donde el medio fluidificante se suministra a través de un distribuidor de gas poroso.
4. El sistema según la reivindicación 1, en donde el gas suministrado a la al menos una boquilla micro-chorro está sometido a una presión aguas arriba de aproximadamente 1 psi a 500 psi (unos 6.89 a 3447 kPa)..
- 15 5. El sistema según la reivindicación 1, en donde entre aproximadamente 1 a 50% del flujo de gas a la cámara de fluidización está dirigido hacia la al menos una boquilla de micro-chorro.
6. El sistema según la reivindicación 1, en donde el flujo de gas a través de la al menos una boquilla de micro-chorro sale de la al menos una boquilla micro-chorro a una velocidad en el intervalo de 100 m/s a unos 5000 velocidad m/s, y la velocidad de flujo del medio fluidificante es de hasta 0.1 m/s.
- 20 7. El sistema según la reivindicación 1, en donde el flujo de gas a través de la al menos una boquilla micro-chorro es eficaz para aumentar la altura de lecho dentro de la cámara de fluidización en (i) al menos un factor de dos (2) respecto al rendimiento de la fluidización convencional, o en (ii) hasta diez (10) veces respecto al rendimiento de fluidización convencional, o (iii) ambos.
8. El sistema según la reivindicación 1, en donde el flujo de gas a través de la al menos una boquilla micro-chorro puede ser detenido después de conseguir la fluidización sin pérdida sustancial de expansión del lecho.
- 25 9. El sistema según la reivindicación 1, en donde el flujo de gas a través del al menos un micro-chorro es eficaz para modificar el comportamiento de un volumen de nanopolvo o nanoaglomerado de un comportamiento de fluidización burbujeante (ABF) de aglomerado a un comportamiento de fluidización particulada (APF) de aglomerado.
10. El sistema según la reivindicación 1, en donde una pluralidad de boquillas micro-chorro son posicionadas en y dirigidas hacia abajo respecto a la cámara de la fluidización.
- 30 11. Un método de fluidización de nanopulvos o nanoaglomerados, que comprende:
- a . introducir nanopulvos o nanoaglomerados en una cámara de fluidización;
 - b . suministrar un medio fluidificante a la cámara de fluidización, siendo dirigido el medio fluidificante n una dirección hacia arriba respecto a la cámara de fluidización;
- 35 c . suministrar un flujo de gas secundario a la cámara de fluidización, siendo introducido el flujo de gas secundario a la cámara de fluidización por al menos una boquilla micro-chorro con un diámetro entre unas 100 μm y 500 μm ;
- en el que el medio fluidificante y el flujo de gas secundario son eficaces para fluidificar los nanopulvos o nanoaglomerados a un nivel predeterminado.
- 40 12. El método según la reivindicación 11, en donde el medio fluidificante es introducido a través de un distribuidor poroso.
13. El método según la reivindicación 11, en donde entre aproximadamente 1 a 50% del flujo de gas a la cámara de fluidización está dirigido hacia la al menos una boquilla de micro-chorro.
- 45 14. El método según la reivindicación 11, en donde el nivel predeterminado constituye una altura de lecho aumentada dentro de la cámara de fluidización en (i) al menos un factor de dos (2) respecto al rendimiento de la

fluidización convencional, o en (ii) hasta diez (10) veces respecto al rendimiento de fluidización convencional, o (iii) ambos.

5 **15.** El método según la reivindicación 11, que comprende además la interrupción del flujo de gas a través de la al menos una boquilla micro-chorro después de conseguir la fluidización al nivel predeterminado sin pérdida sustancial de expansión del lecho.

16. El método según la reivindicación 11 en donde los nanopolvos o nanoaglomerados comprenden un primer nanopolvo o nanoaglomerado y un segundo nanopolvo o nanoaglomerado y el medio de fluidización y el flujo de gas secundario son eficaces para mezclar de forma sustancialmente uniforme el primer y el segundo nanopolvos o nanoaglomerados a escala nanométrica .

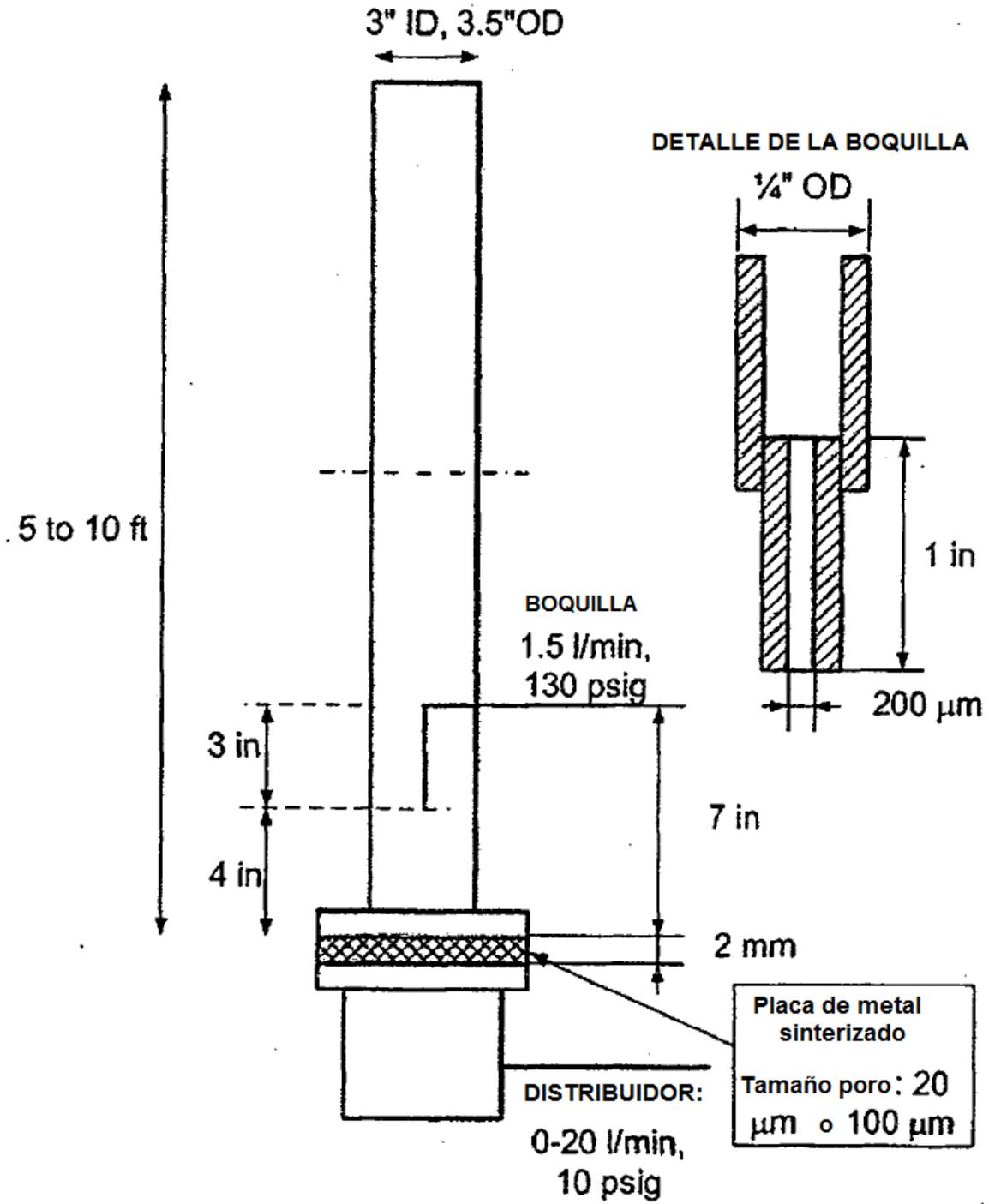


FIGURA 1

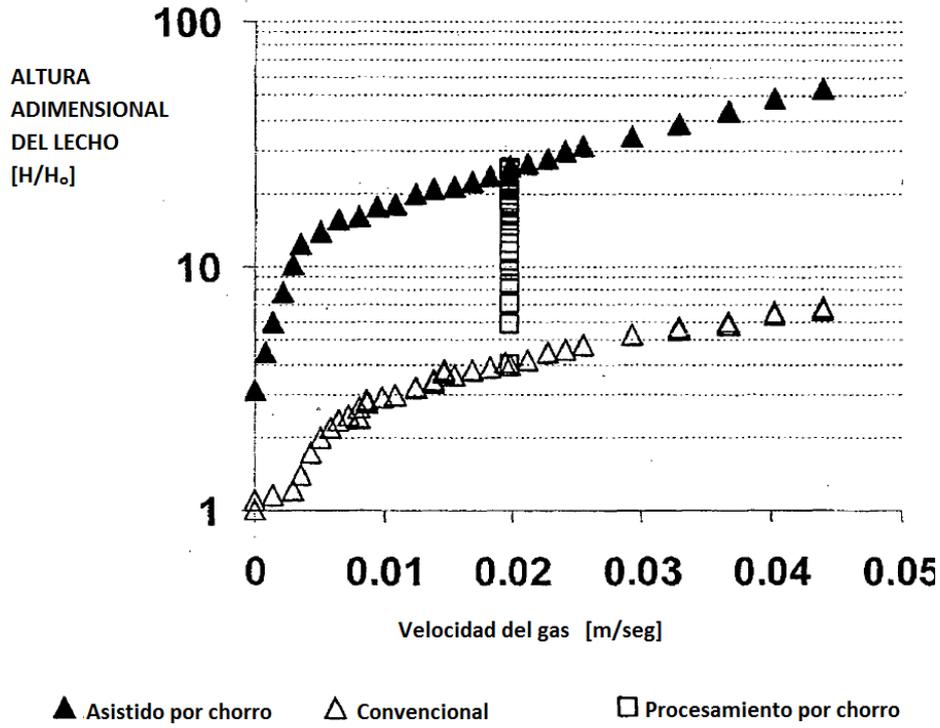


FIGURA 2

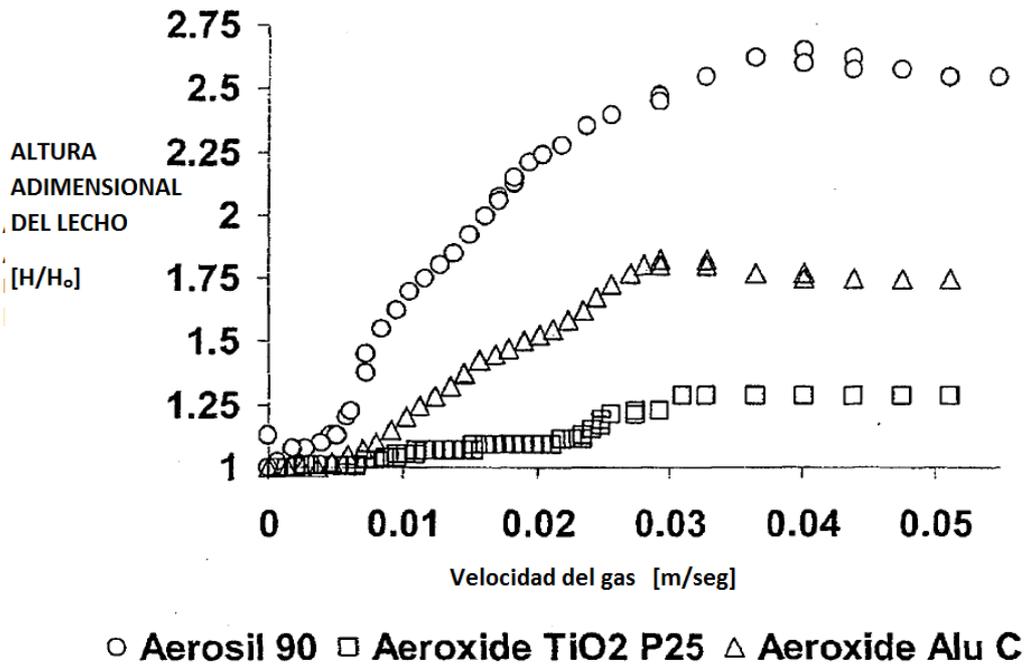


FIGURA 3

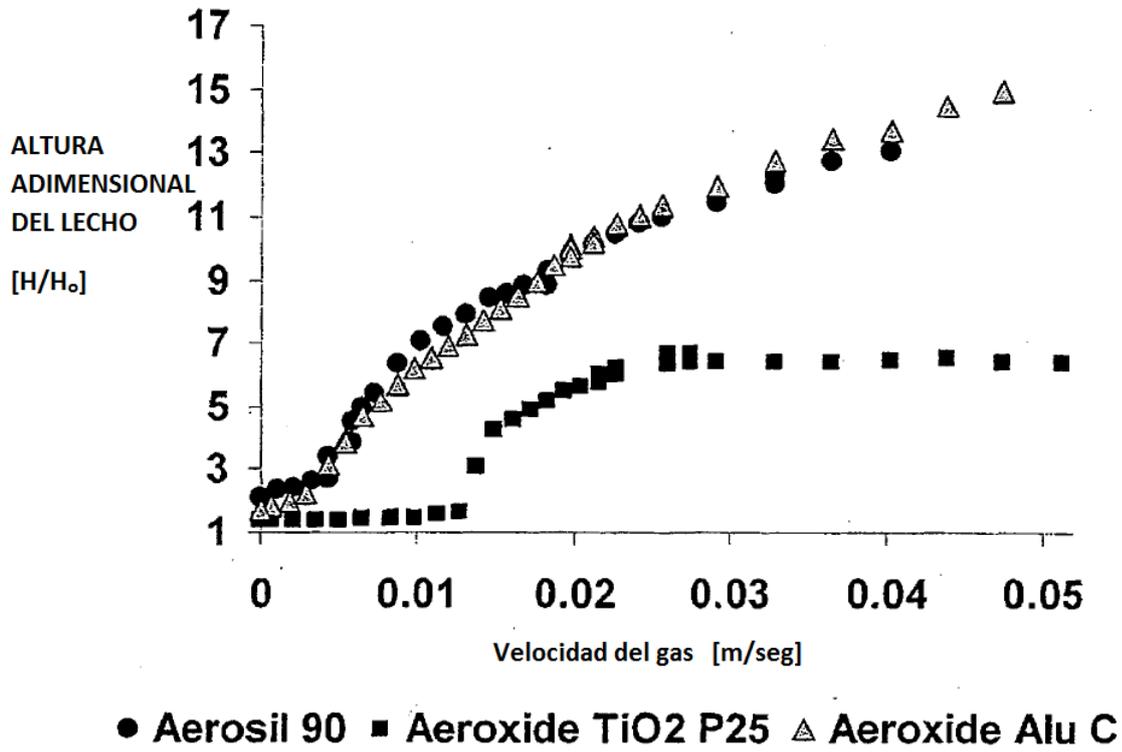


FIGURA 4

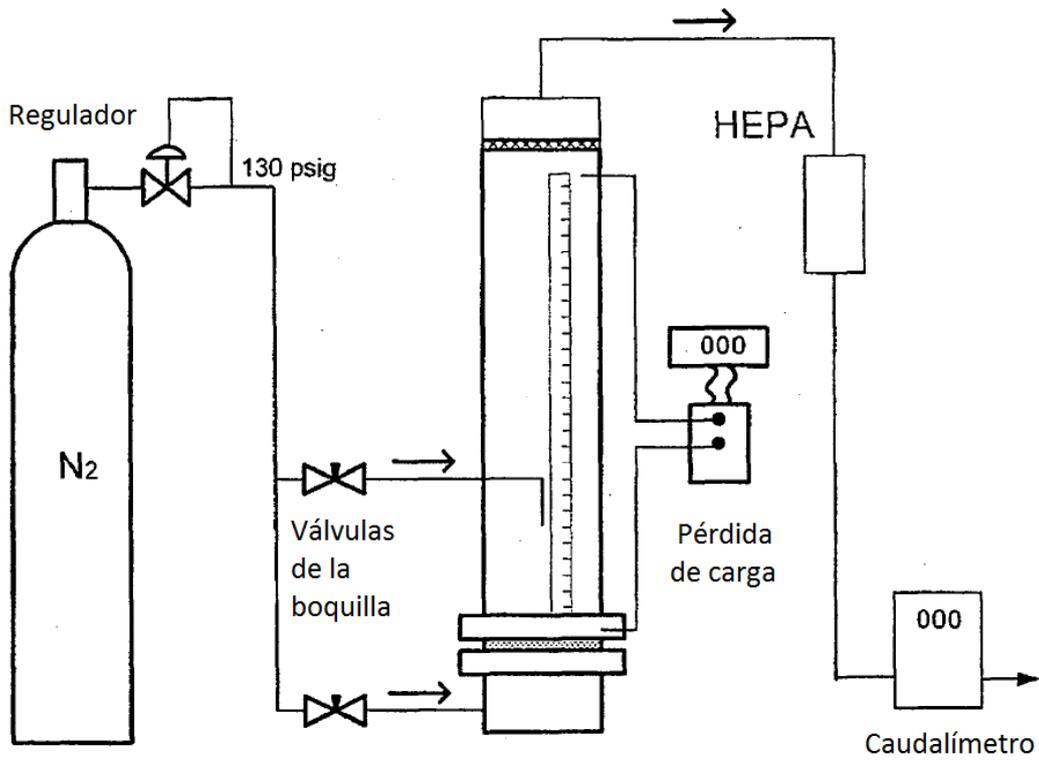


FIGURA 5

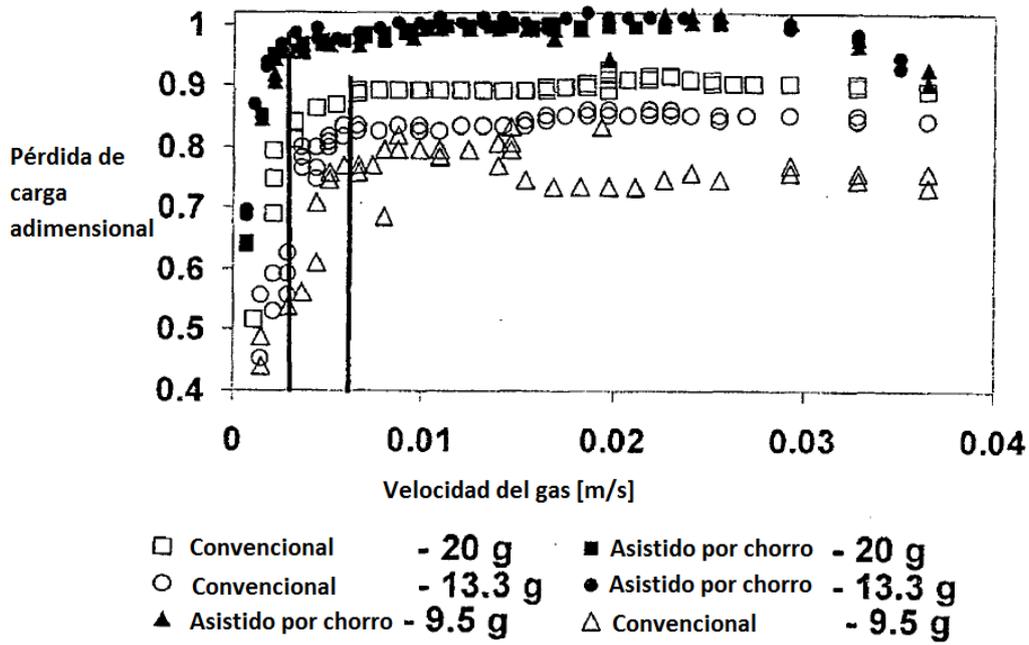


FIGURA 6

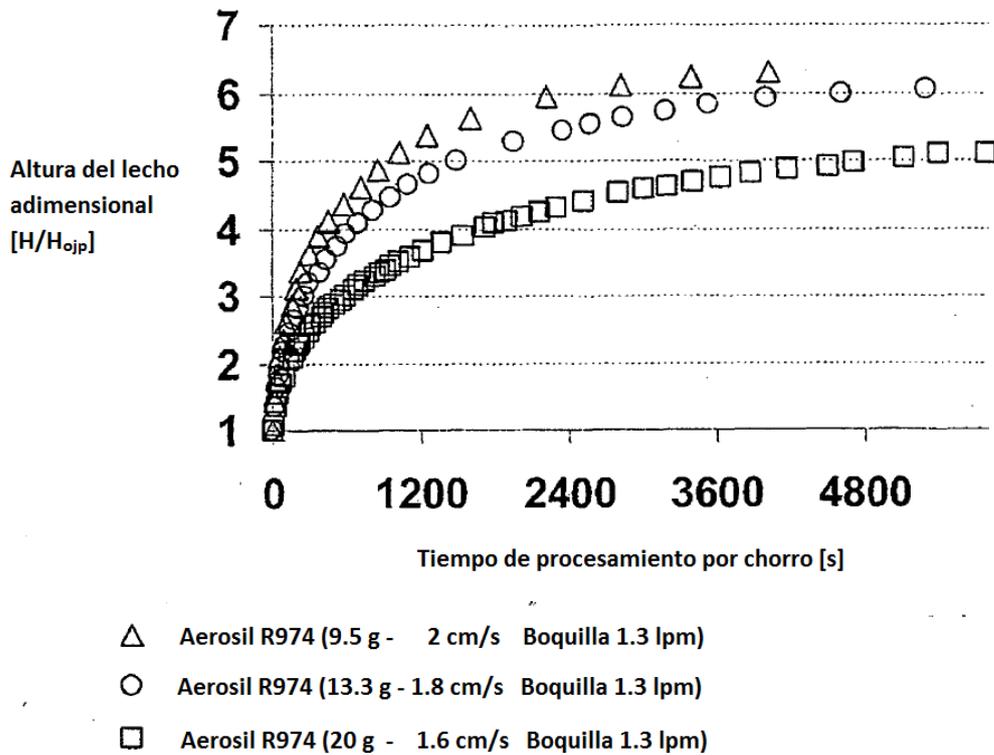


FIGURA 7

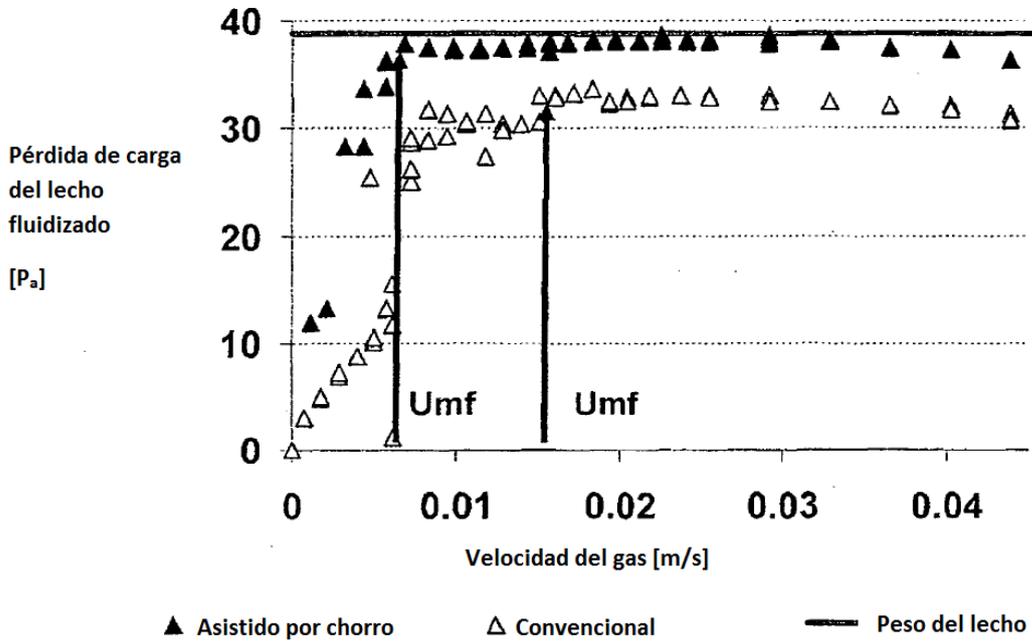


FIGURA 8

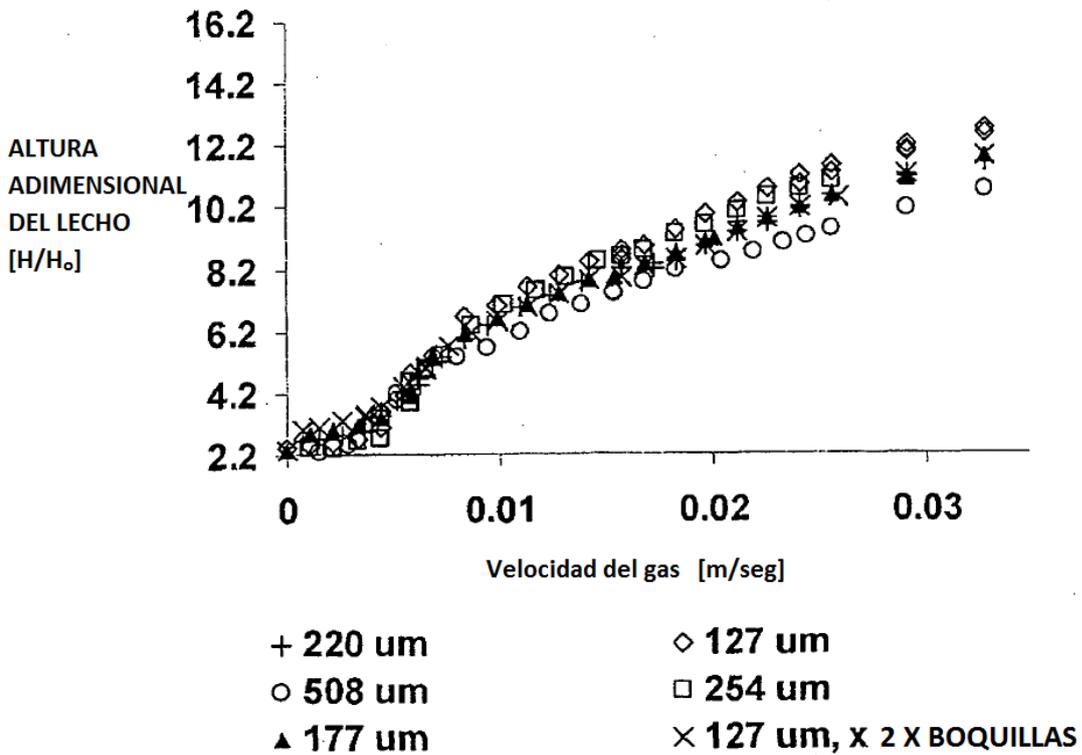


FIGURA 9

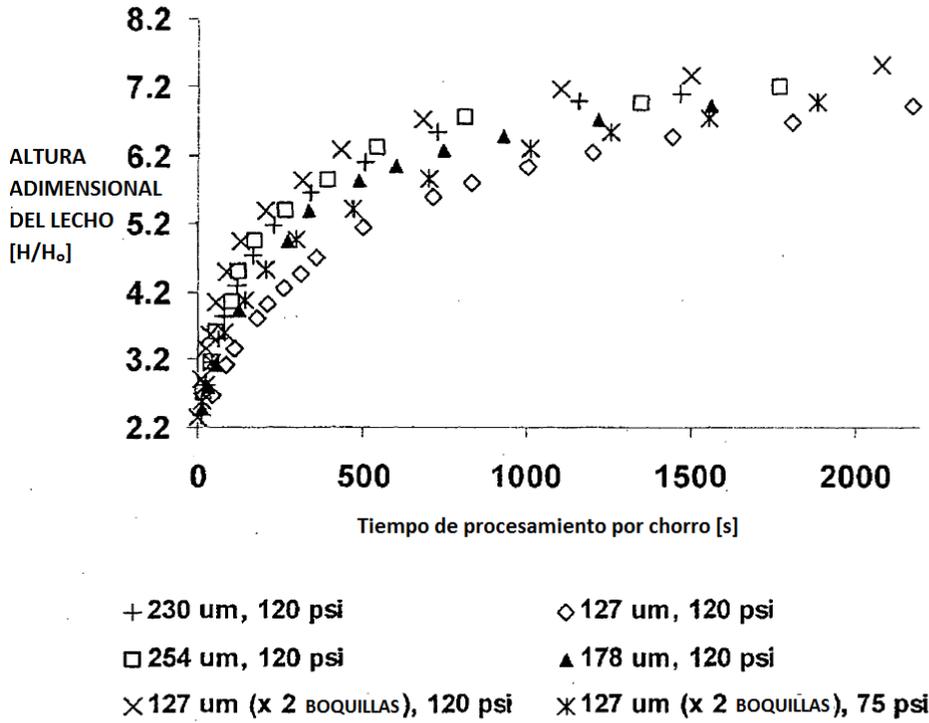


FIGURA 10

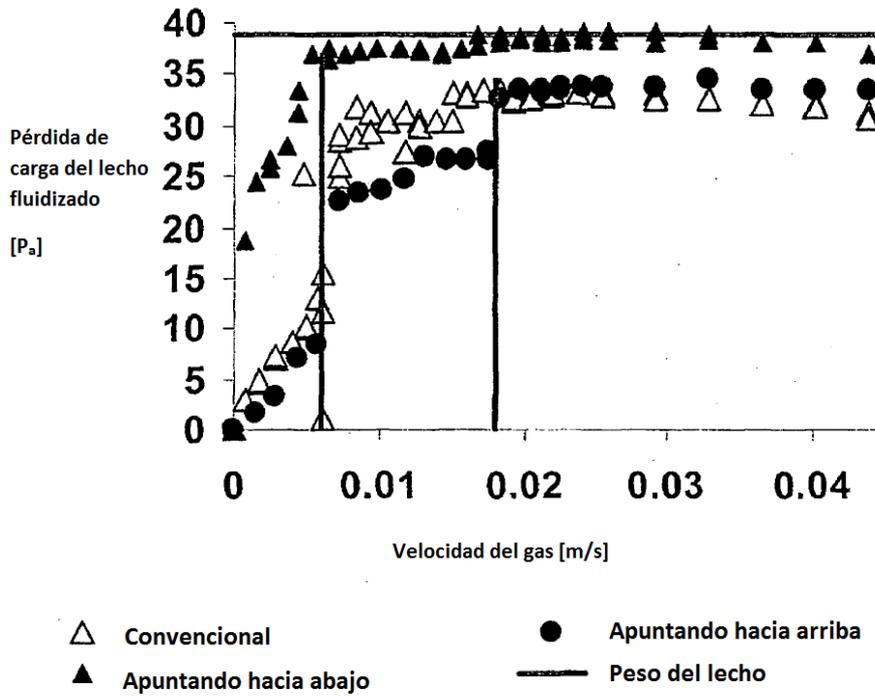


FIGURA 11

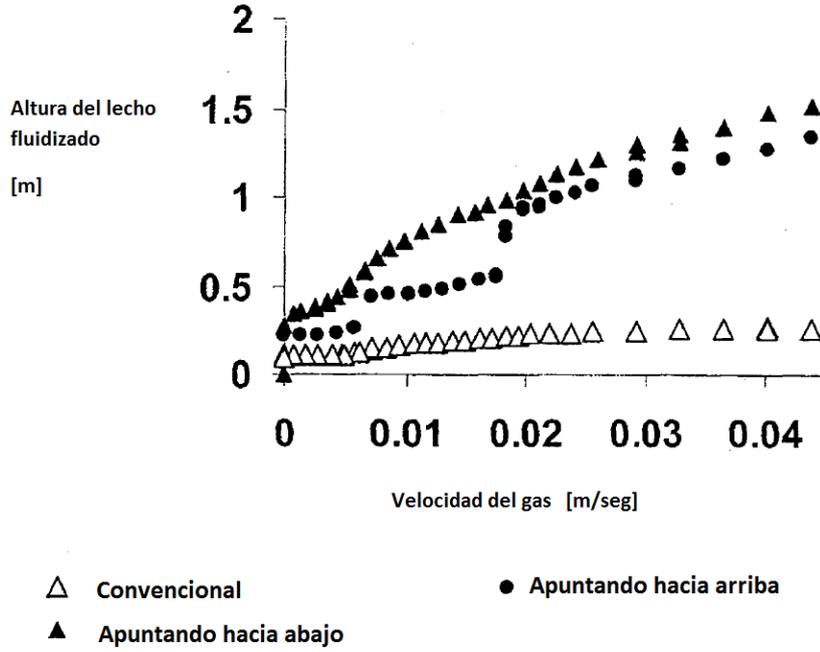


FIGURA 12

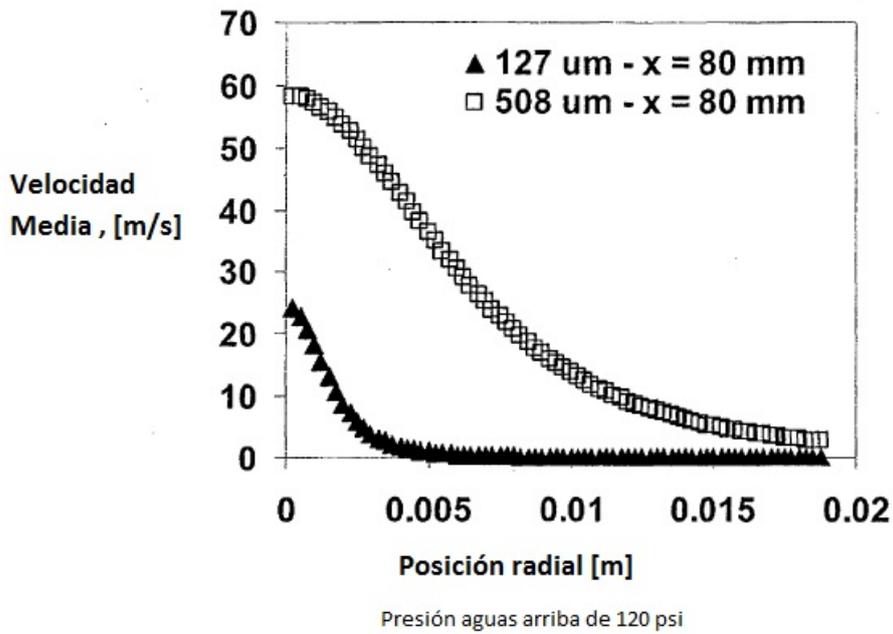


FIGURA 13

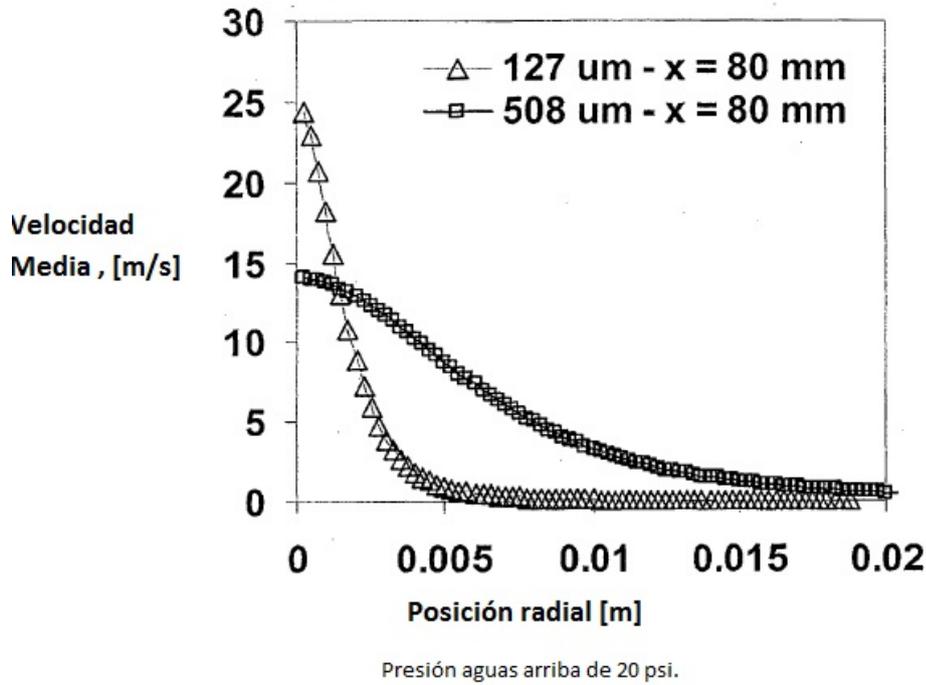


FIGURA 14

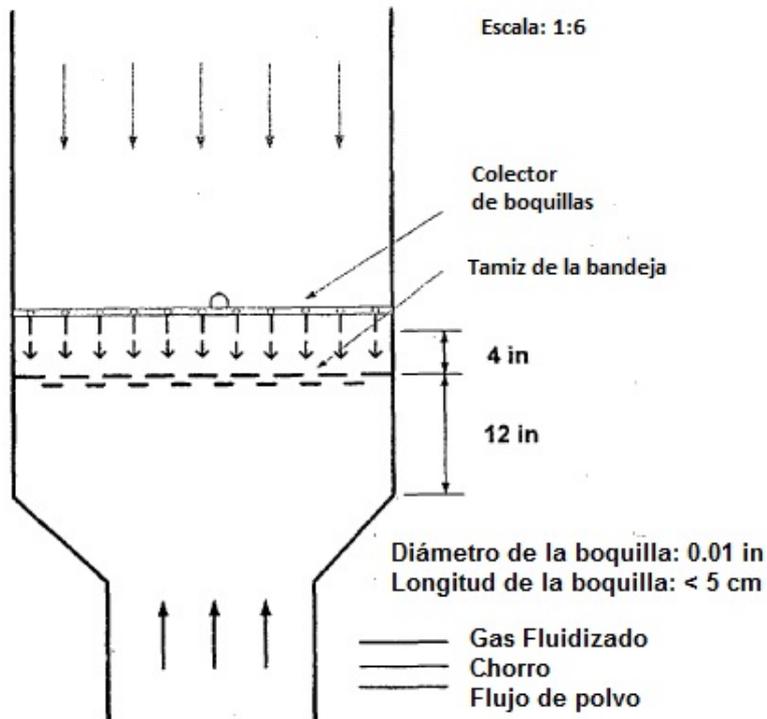


FIGURA 15

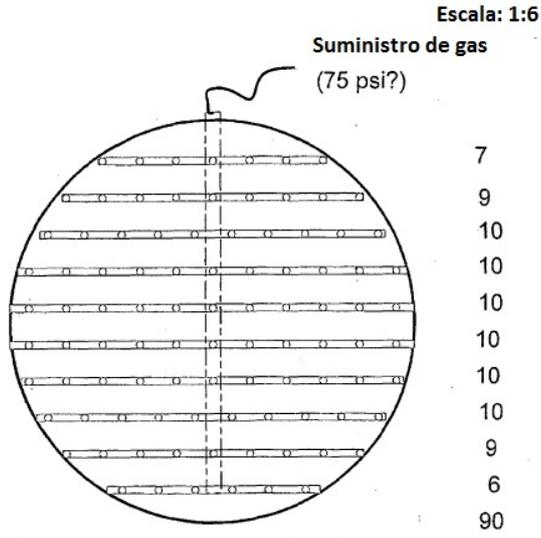


FIGURA 16

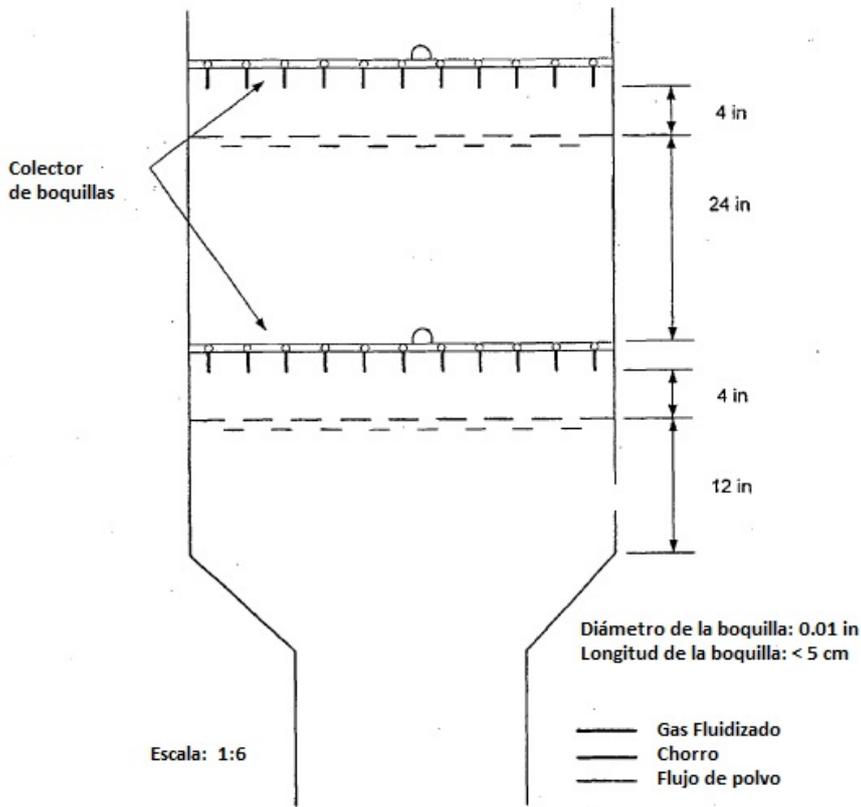


Figura 17