

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 633 304**

51 Int. Cl.:

B01J 4/02 (2006.01)

B01J 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.09.2011 PCT/EP2011/066290**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.03.2012 WO12038408**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.09.2011 E 11761550 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.04.2017 EP 2618925**

54 Título: **Dispositivo y procedimiento de producción de suspensiones o de pastas húmedas de nanopulvos o de pulvos ultrafinos**

30 Prioridad:

21.09.2010 FR 1057561

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

20.09.2017

73 Titular/es:

**COMMISSARIAT À L'ÉNERGIE ATOMIQUE ET
AUX ÉNERGIES ALTERNATIVES (100.0%)
25, Rue Leblanc, Bâtiment "Le Ponant D"
75015 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**MASKROT, HICHAM y
GUIZARD, BENOÎT**

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 633 304 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

Dispositivo y procedimiento de producción de suspensiones o de pastas húmedas de nanopulvos o de polvos ultrafinos

5 **Campo técnico**

La invención se refiere a un dispositivo y método que permite obtener suspensiones o pastas húmedas que contienen partículas nanométricas (<100 nanómetros), también llamadas nanopartículas o nanopulvos o partículas submicrométricas (100-500 nanómetros), también llamadas partículas o polvos ultrafinos.

En la siguiente descripción, se considerarán, a título de ejemplo y para simplificar la descripción, partículas de escala nanométrica o "nanopartículas".

15 **Estado de la técnica anterior**

Debido a sus propiedades específicas, las nanopartículas son cada vez más populares desde hace varios años. En efecto, las nanopartículas o nanopulvos se utilizan como materia prima o material acabado en diversas industrias, tales como la aeronáutica (como un nanocompuesto), la automovilística (para la fabricación de neumáticos, pinturas y catalizadores), la energética (nuclear, fotovoltaica, petroquímica), la cosmética (como un agente de estructura o barrera UV), la microelectrónica (componente, herramienta) y la agroalimentaria.

Los nanopulvos se utilizan muy a menudo y se conservan en forma de suspensiones.

25 Esto es porque, muy a menudo, la puesta en marcha y el condicionamiento de los nanopulvos pasa por una etapa de suspensión de las nanopartículas en disolventes o formulaciones muy variadas. La elaboración y la estabilización de estas suspensiones es por lo tanto una etapa de la puesta en marcha y condicionamiento de los nanopulvos. A título de ejemplo, se pueden citar el caso de las cremas solares minerales, en las que la calidad en el tiempo del producto dependerá, entre otras cosas, de la buena dispersión de la fase activa, constituida por los nanopulvos (muy a menudo, el óxido de titanio TiO₂), en una formulación.

35 Por otro lado, ciertos procedimientos de elaboración de los nanopulvos, como por ejemplo el procedimiento de infiltración por electroforesis o EPI, requieren la preparación de suspensiones de nanopartículas, que deben tener propiedades específicas, particularmente en términos de estabilidad, de viscosidad, de movilidad y de concentraciones de nanopulvos.

40 La optimización de las suspensiones de nanopulvos es también esencial en procedimientos de microelectrónica derivados de las tecnologías de impresión por "chorro de tinta", tales como el "rodillo a rodillo", la "impresión por microcontacto" o la "impresión de sellos" que se utilizan en el transcurso de la realización de circuitos impresos, células fotovoltaicas o pantallas planas.

Finalmente, se ha encontrado que la suspensión de los nanopulvos es también una garantía de seguridad en el trabajo, ya que se eliminan entonces los riesgos de dispersión de los nanopulvos por las vías respiratorias humanas.

45 La suspensión de las nanopartículas también se puede utilizar como un medio de recuperación de las nanopartículas.

50 Con este propósito, se recuerda que los diferentes dispositivos de recuperación de nanopartículas existentes se pueden agrupar en tres grupos, de acuerdo con su modo de recuperación de nanopartículas: los modos de recuperación por vía líquida (suspensiones), por vía húmeda (pasta húmeda) y por vía seca.

55 Los dispositivos de recuperación de nanopartículas por vía seca funcionan con procedimientos por vía gaseosa. Estos dispositivos son particularmente adaptados para la recuperación de las nanopartículas que se producen en un flujo gaseoso; generalmente utilizan dispositivos de recuperación por vía sólida, que comprenden colectores con barreras de filtrado que permiten detener las nanopartículas, dejando escapar los gases producidos por el procedimiento. Estos dispositivos también pueden utilizar dispositivos con ciclones o dispositivos electrostáticos.

60 En estos dispositivos de recuperación, las etapas de recolección por vía seca de las nanopartículas siempre se realizan cuando los colectores están llenos, con el fin de poner las nanopartículas en bolsas o recipientes.

65 Ahora bien, este tipo de etapas de recolección presentan un riesgo de exposición a las nanopartículas muy elevado para el personal que tiene esta carga. De hecho, los colectores a continuación se abren y, debido a la gran volatilidad de las nanopartículas (que a menudo están de forma aglomerada), tienden a ser suspendidas instantáneamente en el aire y pueden por tanto ser aerotransportadas fácilmente hacia las vías de entrada del cuerpo humano (fosas nasales, boca, orejas ...).

Una forma de asegurar la protección del personal en cuestión consiste en equiparlos con trajes completos y aparatos de respiración que tengan capacidad de filtración adecuada o que funcionen con un suministro de aire que provenga de un circuito autónomo.

5 Pero tales equipos constituyen un sobrecoste importante, tanto a nivel de tiempo de intervención, que aumenta, como a nivel de compra y mantenimiento de combinaciones y aparatos (filtros ...).

Además, debido a su volatilidad, estas nanopartículas pueden depositarse en diferentes lugares de las instalaciones, si no se toma ninguna medida en lo que se refiere a su confinamiento.

10 Esto constituye un riesgo adicional para el personal encargado de la limpieza de las instalaciones, pero también para el medio ambiente ya que se produce la contaminación del agua, el aire y el suelo.

15 Por otro lado, los medios de confinamiento a poner en marcha constituyen también un sobrecoste importante en la concepción de las instalaciones, pero también en el funcionamiento de estas, debido en parte a la necesidad de un replazo de los filtros y controles frecuentes.

20 Un riesgo adicional se produce cuando el manejo de nanopartículas llamadas "no óxidas", debido a su alta reactividad. De hecho, una vez que las nanopartículas han sido puestas en bolsas o recipientes, se introducen entonces en los procesos que tienen como objetivo transformarlas con el fin de obtener un producto que tiene propiedades (mecánicas, térmicas, eléctricas, magnéticas, ópticas...) optimizadas.

25 Las bolsas o recipientes que contienen las nanopartículas se abren entonces y se imponen las mismas medidas de precaución que las mencionadas anteriormente, lo que además conduce a un sobrecoste.

Un modo alternativo en la recuperación por vía seca de las nanopartículas es la recolección por vía líquida, que, como su nombre indica, consiste en poner las nanopartículas en suspensión en un líquido.

30 Esta suspensión se puede realizar ya sea de forma continua durante la producción de nanopartículas, ya sea después de la producción.

35 En el caso de una suspensión en un modo continuo, esta suspensión de nanopartículas en un líquido puede hacerse por simple burbujeo utilizando un difusor, que comprende un manguito perforado por una multitud de agujeros, que permite maximizar la superficie de intercambio entre el flujo gaseoso y el flujo líquido, como se describe en el documento [1] referenciado al final de la descripción.

40 En este mismo documento [1], también se describe que la suspensión de nanopartículas en un líquido también se puede obtener atomizando el líquido en el flujo gaseoso que comprende las nanopartículas con la ayuda de una boquilla de fuente.

45 Las dos soluciones propuestas en el documento [1] demuestran poco rendimiento en el caso de una producción en masa de nanopartículas, es decir, para una producción de nanopartículas superior a 100 g/h de polvo a 100 L de líquido en el depósito. De hecho, la humectabilidad de las nanopartículas no es entonces suficiente para permitir una buena captación de las partículas por el líquido cuando el flujo gaseoso comprende más de $12 \cdot 10^4$ partículas por litro.

50 La suspensión de las nanopartículas también se puede obtener mediante precipitación de un vapor precursor a través de una bruma de disolvente en un conducto conectado a una bomba centrífuga que aspira a la vez el líquido y las partículas (documento [2]). La bomba renvía a continuación el líquido y los polvos en un depósito que contiene un disolvente. La evacuación de la bomba se sumerge preferentemente en el líquido contenido en el depósito. El gas portador que puede ser cargado de nanopartículas se descarga entonces a la atmósfera. En este documento [2], los autores hacen referencia a una recuperación de las nanopartículas contenidas en el gas portador por efecto Venturi y precisan que un burbujeo simple no permita capturar todas las nanopartículas.

55 Con el fin de mejorar la eficacia de recuperación de las nanopartículas, con frecuencia se hace uso del sistema de atomización que produce finas gotitas (documento [3]). Estos sistemas de atomización son sistemáticamente boquillas de inyección que pueden ser de diferentes naturalezas (boquilla de fuente, boquilla ultrasónica, boquilla piezoeléctrica).

60 Sin embargo, las boquillas de inyección a menudo necesitan la utilización de líquidos o gases que tienen una presión elevada, llegando hasta varios cientos de bares. Ahora bien, la utilización de presiones elevadas está sometida a una normativa estricta en términos de seguridad.

65 Además, las boquillas de inyección generan un chorro cónico, que necesita por lo tanto estar bien orientado. Esta característica de orientación y la forma de los chorros producidos por las boquillas de inyección pueden favorecer la presencia de zona sin aerosol.

Finalmente, otro inconveniente de las boquillas es que a menudo se obstruyen en presencia de polvos.

5 El documento [4] describe un dispositivo y un procedimiento de recolección de partículas en suspensión en un gas proyectando dicho gas sobre una película de líquido formada por caudal del líquido a través de un material poroso.

10 Frente a todos estos inconvenientes de la técnica anterior, los inventores se han fijado como objetivo concebir un dispositivo y un procedimiento que permite la recuperación de nanopartículas y de partículas ultrafinas de forma segura en forma de suspensiones (se habla entonces de vía líquida) o de pastas húmedas (se habla entonces de vía húmeda).

15 Se recuerda que la vía húmeda se caracteriza por un contenido másico de disolvente (por ejemplo agua) comprendido entre 1 y 10%, mientras que la vía líquida se caracteriza por un contenido másico de disolvente (por ejemplo agua) comprendido entre 80 y 99,9%. También se recuerda que el contenido másico corresponde a la relación de la masa de disolvente en la masa de la suspensión total (es decir, el disolvente y el polvo).

Exposición de la invención

20 Este objeto se consigue gracias a un dispositivo de producción de una suspensión o una pasta húmeda de partículas de tamaños nanométricos o submicrométricos de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende:

- un recinto que tiene un compartimento primero y segundo dispuestos uno encima del otro;

25 - un medio de filtrado dispuesto en el recinto entre el compartimento primero y segundo, siendo capaz dicho medio de impedir el paso de partículas de tamaños nanométricos o submicrométricos, permitiendo el paso de un fluido de un compartimento a otro;

30 - un medio de introducción de un flujo de partículas de tamaño nanométrico o submicrométrico que tiene una densidad aparente comprendida entre 15 y 100 g/L, situada en el compartimento primero;

- un medio de evacuación de gas, situado en el compartimento segundo;

35 - un medio de inyección de al menos un fluido, situado en el compartimento segundo, capaz de crear un flujo al nivel del medio de filtrado, teniendo el flujo de salida un sentido de circulación inverso con respecto al del flujo creado por el medio de introducción de un flujo gaseoso;

- un medio de salida de la suspensión o de la pasta húmeda de partículas;

40 caracterizado porque comprende además un medio de atomización de un disolvente en forma líquida o gaseosa, para formar, en el compartimento primero, una bruma formada de gotitas de tamaños comprendidos entre 1 y 10 micrómetros, el medio de atomización de un disolvente y el medio de filtrado que tiene un mismo elemento que comprende un filtro de eficacia muy alta de acuerdo con la norma europea EN 1822, que tiene un umbral de filtración inferior o igual a 200 mm.

45 En lo anterior y a continuación, el término "tamaño", aplicado a las partículas, designa la dimensión más grande de estas partículas; el término "nanométrico" aplicado a las partículas, significa que el tamaño es inferior a 100 nanómetros; el término "submicrométrico", aplicado a las partículas, significa que el tamaño está comprendido entre 100 y 500 nanómetros.

50 Para determinar el tamaño de las partículas, se puede proceder por ejemplo de la siguiente manera. En primer lugar, se mide la superficie específica de las partículas por el método BET (método de Brunauer, Emmet y Telier) que proporciona la relación de superficie/peso (unidad m^2/g^{-1}) de las partículas. A continuación, se mide la densidad de las partículas de polvo por el método de picnometría de helio, que proporciona el peso de las partículas por unidad de volumen. El picnómetro de helio para determinar la densidad de un material sólido, dividido o poroso a partir de la medición muy exacta del volumen de una muestra de masa conocida. Por último, se calcula el diámetro medio de las partículas considerando que cada partícula es esférica.

60 Para determinar el tamaño de las gotas, se puede por ejemplo utilizar el método de medición de la granulometría láser por difusión de luz.

Además, se precisa que la eficacia de un filtro representa la variación de partículas entre aguas arriba y aguas abajo del filtro con respecto a la concentración inicial de partículas aguas arriba del filtro, es decir:

$$E = \frac{C_o - C_F}{C_o}$$

C_o que representa la concentración de partículas aguas arriba del filtro y C_F que representa la concentración de partículas aguas abajo del filtro, es decir la concentración después del filtrado.

5 Además, cuando se precisa que el filtro utilizado en la invención es un filtro de muy alta eficacia de acuerdo con la norma europea EN 1822, el experto en la técnica sabe qué características máximas debe cumplir este filtro.

10 Las características de los filtros con una eficacia muy alta se miden por el método de medición de la eficacia MPPS (método de prueba por captura por láser), que determina la eficacia de un filtro en las partículas más penetrantes que tienen un diámetro comprendido entre 0,1 y 0,2 micrómetros.

15 Las características distintivas de los filtros de muy alta eficacia se presentan en forma de tabla en el Anexo de esta descripción.

En el cuadro de esta invención, se considerará que hay una suspensión cuando el porcentaje de disolvente está entre 80% y 99,9% y que tiene una pasta húmeda cuando el porcentaje de disolvente está entre 1 y 10%.

20 Se precisa que, cuando se introduce el disolvente en el compartimento segundo en forma gaseosa, puede salir en forma de gotitas a nivel del filtro o del compartimento primero debido a la condensación del disolvente, si la temperatura del compartimento primero y el polvo son inferiores a la temperatura del punto de rocío del disolvente. De hecho, en el caso en que el polvo y el compartimento primero (filtros incluidos) están a una temperatura por debajo del punto de rocío del disolvente, el disolvente en forma gaseosa se condensa a la salida del filtro, incluso en contacto con este. Esta es la razón por lo que cuando se utiliza un disolvente en forma gaseosa, es preferible
25 calentar todo el dispositivo o proceder a la humidificación del polvo justo después de su síntesis, puesto que el conjunto (filtro, conjunto y polvo recién preparado) está todavía muy caliente (entre 100 y 150°C).

30 Por otro lado, cabe señalar que los límites de la gama de valores de las densidades aparentes de las partículas de acuerdo con la invención, es decir entre 15 y 100 g/L, se eligen cuidadosamente. De hecho, se eligen de modo que siempre hay más de 97% del volumen del compartimento primero del dispositivo que esté ocupado por gas, líquido o vacío, con el fin de que el disolvente introducido en el compartimento primero en forma de gotitas pueda rodear y atrapar cada partícula de polvo.

35 De hecho, la densidad de un polvo es intrínseca a la naturaleza del polvo y el método de síntesis del mismo. Por ejemplo, los nanopulvos de SiC que se sintetizan mediante pirólisis por láser y que tienen un tamaño de grano de 35 nm, tienen una densidad aparente de 45 g/l. Del mismo modo, para un polvo de SiC sintetizado por pirólisis de láser y que tiene un tamaño de grano del orden de 20 nm, la densidad aparente es 25 g/l.

40 Sabiendo que la masa teórica de un bloque completo de SiC de 1 litro es 3200 g y que tiene, para 1 litro del polvo de SiC cuyos granos son de 35 nm, una densidad de 45 g, se sabe sólo el 1,4% (es decir $(45/3200) \times 100$) del volumen está ocupado por el polvo. Por consiguiente, la mayor parte del volumen está ocupado por gas o vacío.

45 De manera similar, utilizando el polvo de SiC que tiene granos de 20 nm, el polvo ocupa entonces el 0,78% del volumen.

Ventajosamente, el fluido inyectado por el medio de inyección es un disolvente líquido a temperatura ambiente, siendo inyectado el fluido en forma líquida o en forma gaseosa y formando la bruma de gotitas a su salida del filtro.

50 Ventajosamente, el filtro de muy alta eficacia es un filtro metálico.

Preferentemente, el filtro tiene poros cuyo tamaño es inferior o igual a 200 nm.

Preferentemente, el filtro comprende una o más columnas cuya superficie está provista de poros.

55 Ventajosamente, el compartimento primero está situado debajo del compartimento segundo. El compartimento primero y segundo se sitúan de este modo, respectivamente, en la parte inferior y en la parte superior del recinto.

Ventajosamente, el compartimento primero tiene un volumen interior que es al menos dos veces mayor que el volumen interior del compartimento segundo.

60 La invención también se refiere a un procedimiento de producción de una suspensión o una pasta húmeda de partículas de tamaño nanométrico o submicrométrico, mediante el uso de un dispositivo como se define

anteriormente. El procedimiento de acuerdo con la invención comprende las etapas sucesivas siguientes:

a) introducción de un flujo de partículas de tamaño nanométrico o submicrométrico en el compartimento primero del recinto del dispositivo que tiene una densidad aparente comprendida entre 15 y 100 g/L;

b) formación, en el compartimento primero, de una bruma de gotitas que tienen un tamaño comprendido entre 1 y 10 micrómetros, por inyección de un disolvente en forma líquida o en forma gaseosa en el compartimento segundo y el paso de dicho disolvente a través del medio de filtrado, siendo elegido el disolvente entre los disolventes que son líquidos a temperatura ambiente y a presión atmosférica;

c) paro de la formación de bruma cuando toda la cantidad de partículas contenida en el compartimento primero forma, a elegir, con el disolvente, una suspensión que tiene un contenido de masa de disolvente entre el 80 y 99%, cuando el disolvente se introduce en el compartimento segundo en forma líquida, o una pasta húmeda que tiene un contenido de masa de disolvente entre el 1 y 10%, cuando se introduce el disolvente en el compartimento segundo en forma gaseosa;

d) recuperar de la suspensión o pasta húmeda así formada.

Ventajosamente, la formación de bruma en la etapa b) se obtiene mediante la aplicación de una diferencia de presión entre el compartimento primero y el compartimento segundo, siendo más baja la presión en el compartimento primero.

El dispositivo y el procedimiento de acuerdo con la invención permiten la recuperación indirecta por vía líquida (suspensión) o por vía húmeda (pasta húmeda) de cantidades importantes o no de partículas de tamaño nanométrico o submicrométrico, es decir, cantidades de hasta varias decenas de kilogramos; de hecho, como los valores de densidad aparente deben estar comprendidos entre 15 y 100 g/L, se constata que sólo el dimensionado de los compartimentos primero y segundo limitará la cantidad de polvo. Por ejemplo, cuando el compartimento primero tiene un volumen de 150 L, se pueden introducir hasta 7 kg de polvo. Se precisa que el volumen del compartimento segundo depende de la cantidad de disolvente (por ejemplo, de agua) que se debe introducir.

A diferencia de los dispositivos de la técnica anterior en los que la suspensión de las partículas por vía líquida se hace de continuo, lo que conduce a los dispositivos que son muy caros y que pueden no ser muy eficaces en el cuadro de una producción superior a 1 kg/h de polvos, y a fortiori en el cuadro de una producción de 5 a 10 kg/h, el dispositivo y el procedimiento de acuerdo con la invención permiten una recuperación post-síntesis o una recuperación indirecta de las nanopartículas, lo que es una alternativa mucho menos onerosa y más eficaz.

Otra de las ventajas del procedimiento y del dispositivo de acuerdo con la invención es que permiten evitar tener que manipular polvos de partículas por vía seca. De hecho, utilizando, por una parte, el polvo de partículas que tienen una densidad comprendida entre 15 g/L y 100 g/L (lo que corresponde a los espacios interpartículas muy importantes) y utilizando, por otra parte, un filtro con muy alta eficacia cuyo umbral de filtración inferior o igual a 200 nm como un medio de atomización de disolvente en forma líquida o como medio de difusión de vapor del disolvente en forma gaseosa (permitiendo así obtener una bruma de microgotitas), se obtiene así una buena dispersión del disolvente dentro de la red formada por las partículas de polvo. La suspensión o pasta húmeda así obtenida puede contener una gran cantidad de partículas no comprendiendo ninguna partícula por vía seca.

La suspensión o la pasta húmeda a continuación puede ser enviada a un sistema de partículas de granulación de tamaño nanométrico o submicrométrico (por atomización-secado o por secado por frío, es decir, *freeze-drying* en inglés), a un sistema que permite la funcionalización de las partículas de tamaños nanométrico o submicrométrico (por ejemplo, mediante plasma frío) o incluso a un dispositivo de caracterización de las partículas (por granulometría, turbidímetro, viscosímetro, espectrómetro...).

Breve descripción de los dibujos

La invención se comprenderá mejor y otras ventajas y características aparecerán con la lectura de la descripción que va a seguir, dada a modo de ejemplo no limitativo, acompañada de una figura, que es un diagrama, de acuerdo con una vista en corte, del dispositivo de producción de acuerdo con la invención.

Exposición detallada de una realización particular

Como se ilustra en la figura, la cámara 1 está equipada con un filtro 2.

Cuando el filtro 2 es colocado en el recinto, separa el espacio interior del recinto en dos compartimentos: un compartimento primero 3 situado en la parte inferior del recinto y un compartimento segundo 4 situado en la parte superior del recinto.

El recinto puede estar compuesto de dos cuerpos (uno que forma la parte superior y otro que forma la parte inferior

del recinto) atornillados uno en el otro; el filtro a continuación se puede atornillar en uno de los cuerpos y ser a su vez atornillado en el otro cuerpo.

5 En nuestro ejemplo particular, el recinto 1 es por ejemplo un colector de gran capacidad, que tiene un volumen interno de 135 litros, mientras que el filtro 2 está aquí formado de un conjunto de cinco cartuchos de filtro metálico de muy alta eficacia. El volumen ocupado por los filtros dentro del recinto es de aproximadamente 5 litros (es decir 5x0,98 L).

10 Siendo el filtro de muy alta eficacia, cada cartucho de filtro tiene un umbral de filtración inferior o igual a 200 nm.

El recinto tiene una abertura 5, situada en el compartimento primero, que permite la entrada de un flujo de partículas en el recinto, una abertura 6, situada también en el compartimento primero y preferentemente en el nivel más bajo del compartimento primero, que permite la salida de la suspensión o de la pasta húmeda al final del procedimiento y equipado con una válvula, una abertura 7 situada en el compartimento segundo, que permite la evacuación de gas del recinto, también equipado con una válvula, y una abertura 8, situada en el compartimento segundo, que permite la entrada de un fluido en la cámara.

20 De acuerdo con la invención, el filtro juega tanto el papel de medio de filtrado de un flujo que comprende partículas como el papel de medio de atomización de un disolvente en forma líquida o en forma gaseosa para formar una bruma de gotitas de disolvente.

25 Como el polvo de partículas tiene una densidad aparente comprendida entre 15 y 100 g/L, hay mucho espacio entre las partículas. Por tanto, las gotitas tendrán acceso a un máximo de superficie de las partículas y las partículas serán finalmente atrapada por las gotas: el polvo ya no será por lo tanto pulverulento y las partículas ya no serán aerotransportadas. El producto recuperado al final del procedimiento, suspensión o pasta húmeda, será más fácil de manipular sin riesgo.

30 Con respecto al disolvente utilizado, puede ser seleccionado entre agua, alcoholes, cetonas o cualquier otro disolvente compatible químicamente con los metales y los polvos producidos.

El disolvente se puede utilizar solo o con un dispersante, tal como la polietilenimina.

35 La mejora de la dispersión de las partículas puede obtenerse por la adición de varios dispersantes en el disolvente (la elección se realiza en función de la naturaleza del disolvente y las partículas), pero también mediante el uso de un barra magnético, colocado en la parte inferior del compartimento primero del recinto.

40 El disolvente, con o sin un dispersante, se encuentra en un depósito (no mostrado) situado aguas abajo del filtro, cuyo volumen se define por la cantidad de disolvente a ser inyectado en el recinto. Una válvula separa el depósito del recinto.

El disolvente penetra en el recinto a través de la abertura 8 en el compartimento segundo.

45 La introducción del disolvente se hace por inyección del disolvente en la cámara. Esta inyección puede, por ejemplo, obtenerse poniendo la cámara al vacío y, a continuación, abriendo la válvula de separación entre el recinto y el depósito de disolvente, lo que tiene el efecto de introducir el disolvente líquido en la cámara por aspiración.

50 También es posible empujar el disolvente líquido en la cámara mediante la aplicación de una presión a través de la inyección en el recinto de un gas neutro a presión, por ejemplo argón hasta 20 L/min (6 bares). El caudal de argón se mantiene a continuación durante unos minutos después de haber vaciado el depósito de disolvente (aproximadamente 5 minutos) con el fin de favorecer la difusión del disolvente en todo el volumen dejado libre por la red formada por los granos de polvo.

55 Cabe señalar que en el caso de la utilización de un gas de empuje, se debe abrir la válvula de evacuación de la abertura 7.

A título de ejemplo, para una producción de 5 kg de partículas de tamaño nanométrico, el volumen de disolvente debe ser de 50 L y 33 L, respectivamente, para obtener suspensiones al 10% y 15% en peso de partículas de carburo de silicio 35 nm de tamaño y enviar el disolvente en el compartimento segundo en forma líquida.

60 El disolvente en forma gaseosa se obtiene calentando el disolvente antes de su introducción en la cámara, por ejemplo utilizando un generador de vapor.

65 En el caso de una introducción en fase de vapor del disolvente en la cámara, es preferible equipar la cámara con un sistema de regulación de caudal de masa con efecto térmico, un sistema de control de evaporación y de mezcla (GEM) y con un medidor de caudal de masa digital para líquidos con efecto Coriolis.

Si se utilizan filtros metálicos, es posible introducir en la cámara disolventes en la fase gaseosa calentados a temperaturas superiores a 100 °C.

5 Para recapitular, a diferencia de la técnica anterior, la producción de una suspensión o una pasta húmeda no se hace de continuo desde la síntesis de las partículas, sino después de la síntesis de estas últimas.

10 Se comienza con la introducción de todas las partículas producidas en el compartimento primero del recinto en forma de flujo. También es posible extraer el vacío del recinto, previamente a la introducción de disolvente en forma líquida o en forma gaseosa, lo que tiene por efecto mejorar la dispersión del disolvente.

15 Cuando las partículas se introducen en el compartimento primero, el filtro juega el papel de filtro: permite, en un primer momento, filtrar las partículas presentes en el flujo de partículas.

20 Cuando se introduce un disolvente en forma líquida en el compartimento segundo, el filtro juega el papel de atomizador: permite atomizar el disolvente en gotitas de tamaños comprendidos entre 1 y 10 micrómetros mediante la introducción del disolvente, en forma líquida, a través del filtro en sentido contrario de la filtración de partículas.

25 Cuando se introduce un disolvente en forma gaseosa en el compartimento segundo, el filtro juega el papel de difusor de disolvente en forma de vapor.

30 Al final del procedimiento, se puede recuperar la suspensión o la pasta húmeda así producida abriendo la válvula en el nivel de la abertura 6 situada en el fondo del compartimento primero del recinto.

Bibliografía

- 25 [1] Documento WO 2007/068805 A1
 [2] Documento US 7.097.691 B2
 30 [3] Documento US 6.156.120
 [4] Documento US 4.012.209

Anexo

35

Clasificación de los filtros de muy alta eficacia según la norma EN 1822							
Norma EN 1822		Valores integrales MPPS* * *			Valores locales MPPS* * *		
Grupo de filtro	Clase de filtro	Eficacia mínima (%)	Penetración máxima (%)	Coefficiente de depuración mínima	Eficacia mínima (%)	Penetración máxima (%)	Coefficiente de depuración mínima
HEPA*	H10	85	15	6,7	-	-	-
	H11	95	5	20	-	-	-
	H12	99,5	0,5	200	-	-	-
	H13	99,95	0,05	2000	99,75	0,25	400
	H14	99,995	0,005	20000	99,975	0,025	4000
ULPA**	U15	99,9995	0,0005	200000	99,9975	0,0025	40000
	U16	99,99995	0,00005	2000000	99,99975	0,00025	400000
	U17	99,999995	0,000005	20000000	99,9999	0,0001	1000000

* HEPA: filtro de alta eficacia (*High Efficiency Particulate Air Filter*, en inglés)

** ULPA: filtro de ultraeficacia (*Ultra Low Penetration Air Filter*, en inglés)

*** MPPS: tamaño de partícula más penetrante (*Most Penetrating Particulate Size*, en inglés)

40 (Fuente France AIR)

REIVINDICACIONES

- 1.- Dispositivo de producción de una suspensión o una pasta húmeda de partículas de tamaño nanométrico o submicrométrico, que comprende:
- 5 - un recinto (1) que tiene un compartimento primero (3) y segundo (4) dispuestos uno encima del otro;
- un medio de filtrado dispuesto en la cámara entre el compartimento primero y segundo, dicho medio siendo capaz de impedir el paso de partículas de tamaño nanométrico o submicrométrico, permitiendo el paso de un fluido, de un
- 10 compartimento a otro;
- un medio (5) de introducción de un flujo de partículas de tamaño nanométrico o submicrométrico que tiene una densidad aparente comprendida entre 15 y 100 g/L, situada en el compartimento primero (3);
- 15 - un medio (7) de evacuación de gas, situado en el compartimento segundo;
- un medio (8) de inyección de al menos un fluido, situado en el compartimento segundo (4), adaptado para crear un flujo de salida al nivel del medio (2) de filtrado, teniendo el flujo de salida un sentido de circulación inversa con respecto al del flujo creado por el medio (5) de introducción de un flujo gaseoso;
- 20 - un medio (6) de salida de la suspensión o de la pasta húmeda de partículas;
- caracterizado porque comprende además un medio de atomización de un disolvente en forma líquida o gaseosa, para formar, en el compartimento primero (3), una bruma formada por gotitas de tamaños comprendidos entre 1 y 10 micrómetros, el medio de atomización de un disolvente y el medio de filtrado que tiene un mismo elemento que comprende un filtro (2) de muy alta eficacia, de acuerdo con la norma europea EN 1822, que tiene un umbral de filtración inferior o igual a 200 nm.
- 25
- 2.- Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el fluido inyectado por el medio de inyección es un disolvente líquido a temperatura ambiente, siendo inyectado el fluido en forma líquida o en forma gaseosa y que forma la bruma de gotitas a su salida del filtro.
- 30
- 3.- Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el filtro de muy alta eficacia (2) es un filtro metálico.
- 35
- 4.- Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el compartimento primero (3) está situado por debajo del compartimento segundo (4).
- 5.- Procedimiento de producción de una suspensión o de una pasta húmeda de partículas de tamaño nanométrico o submicrométrico, mediante el uso de un dispositivo como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, comprendiendo el procedimiento las siguientes etapas sucesivas:
- 40
- a) introducción de un flujo de partículas de tamaño nanométrico o submicrométrico en el compartimento primero (3) del recinto (1) del dispositivo que tiene una densidad aparente comprendida entre 15 y 100 g/L;
- 45
- b) formación, en el compartimento primero (3), de una bruma de gotitas que tienen un tamaño comprendido entre 1 y 10 micrómetros, por inyección de un disolvente en forma líquida o en forma gaseosa en el compartimento segundo (4) y paso de dicho disolvente a través del medio de filtrado, siendo elegido el disolvente entre los disolventes que son líquidos a temperatura ambiente y a presión atmosférica;
- 50
- c) paro de la formación de bruma cuando toda la cantidad de partículas contenida en el compartimento primero forma, a elegir, con el disolvente, una suspensión que tiene un contenido de masa de disolvente entre el 80 y 99%, cuando el disolvente se introduce en el compartimento segundo (4) en forma líquida, o una pasta húmeda que tiene un contenido de masa de disolvente comprendida entre el 1 y 10%, cuando se introduce el disolvente en el compartimento segundo (4) en forma gaseosa;
- 55
- d) recuperar de la suspensión o pasta húmeda así formada.
- 6.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la formación de la bruma en la etapa b) se obtiene mediante la aplicación de una diferencia de presión entre el compartimento primero (3) y el compartimento segundo (4), siendo la presión más baja en el compartimento primero.
- 60

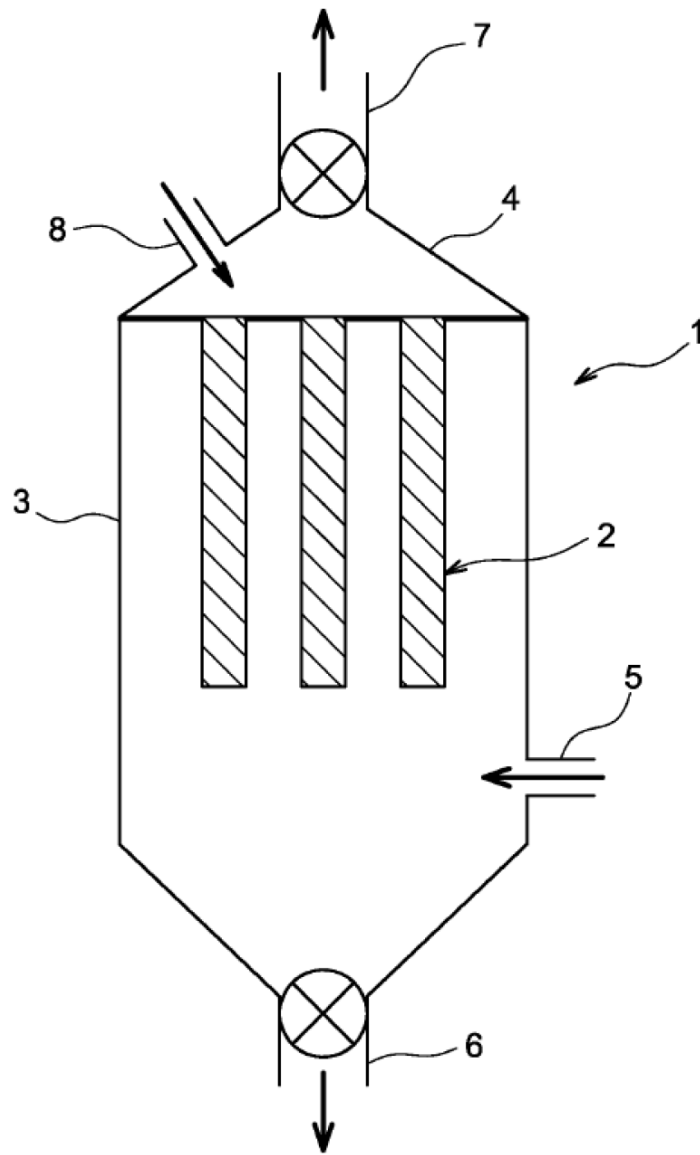


FIGURA ÚNICA