

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 679 721**

21 Número de solicitud: 201730055

51 Int. Cl.:

B01J 13/00 (2006.01)

B82Y 40/00 (2011.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

18.01.2017

43 Fecha de publicación de la solicitud:

30.08.2018

56 Se remite a la solicitud internacional:

PCT/ES2018/070027

71 Solicitantes:

UNIVERSIDAD DE ZARAGOZA (100.0%)
C/Pedro Cerbuna, 12
50009 Zaragoza ES

72 Inventor/es:

SANTAMARÍA RAMIRO, Jesús;
BALAS NIETO, Francisco;
LOBERA GONZÁLEZ, María Pilar y
CLEMENTE CORNAGO, Alberto

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

54 Título: **GENERADOR DE AEROSOLES NANOPARTICULADOS Y PROCEDIMIENTO DE GENERACIÓN DE AEROSOLES EN CONTINUO ASOCIADO A DICHO GENERADOR**

57 Resumen:

Generador de aerosoles nanoparticulados y procedimiento de generación de aerosoles en continuo asociado a dicho generador.

El objeto de la presente invención se refiere a un generador de aerosoles nanoparticulados, que comprende, un reservorio (1) de gas comprimido conectado, a través de una válvula de operación (8'), a un depósito (2) de material nanoparticulado, donde dicho depósito (2) comprende un orificio (3) de salida de aerosol. Ventajosamente, dicho depósito (2) de material nanoparticulado está conectado o embebido, en su salida, a una cámara (4) presurizada de distribución de aerosol, equipada con un orificio (9) de salida de dicho aerosol al exterior de la cámara (4). La invención proporciona la posibilidad de utilizar nanopartículas de distinta naturaleza con tamaños inferiores a 100 nanómetros, de forma continua en el tiempo durante largos periodos de producción, superiores a tres horas. La invención se refiere, asimismo, a un procedimiento de generación de aerosoles nanoparticulados en continuo asociado al citado generador.

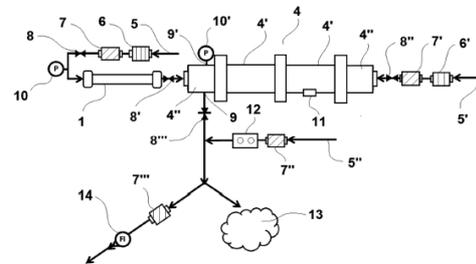


FIG.1a

DESCRIPCIÓN

GENERADOR DE AEROSOL NANO PARTICULADOS Y PROCEDIMIENTO DE GENERACIÓN DE AEROSOL EN CONTINUO ASOCIADO A DICHO GENERADOR

5

CAMPO DE LA INVENCIÓN

La presente invención se enmarca en el ámbito de las tecnologías de generación de aerosoles. Más concretamente, el objeto de la invención se refiere a dispositivos de generación de aerosoles en seco, principalmente destinados a la generación de aerosoles nanoparticulados, aunque sin limitación a la obtención de aerosoles con tamaños de partícula de escalas superiores a la nanométrica.

10

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

15

Dentro del sector correspondiente a los generadores de aerosoles con partículas de pequeño tamaño, los dispositivos existentes en el mercado están basados principalmente en métodos húmedos, tales como la nebulización. No obstante, uno de los principales problemas relacionados con el uso de estos dispositivos es la alta presencia de impurezas provenientes del solvente en los aerosoles obtenidos. Otra limitación de estos dispositivos es la imposibilidad de obtener aerosoles con alta concentración de nanopartículas, o de que éstas sean de diámetros inferiores a la escala de 100 nm.

20

En cuanto a los generadores de aerosoles nanoparticulados en seco, dentro de los cuales se enmarca la presente invención, éstos ofrecen soluciones técnicas que superan las limitaciones de los generadores que emplean métodos de obtención con humedad. Algunos ejemplos de dichos dispositivos se describen a continuación.

25

La patente estadounidense US 8881997 B2 se refiere a un generador de aerosoles nanoparticulados en seco, que utiliza un lecho fluidizado para la dispersión de nanopartículas sólidas mediante vibración. El cilindro vibrador de dicho generador produce una vibración que hace que se rompan los aglomerados de nanopartículas, de forma que las nanopartículas sólidas en el aerosol resultante están dispersas y no aglomeradas. El generador divulgado en el documento US 8881997 B2 comprende, asimismo, un dispersor de Venturi, que evita la filtración de nanopartículas al ambiente gracias a producir una presión negativa en el interior del generador.

30

35

Por otra parte, la solicitud de patente estadounidense US 2004/0009118 A1 describe un dispositivo y un método para producir nanopartículas de óxidos metálicos. El método incluye la generación de un aerosol con las partículas de óxido a escala micrométrica y nanométrica en seco, mediante la producción de un plasma con zonas a alta temperatura donde el metal vaporiza, para ser oxidado más tarde en una zona fría del generador, donde condensa en nanopartículas. Adicionalmente, la invención descrita en dicho documento incluye un procedimiento de dispersión de las nanopartículas consistente en hacer oscilar verticalmente el reservorio de material, por lo que se evita la aglomeración de las nanopartículas por la vibración de las mismas. El método divulgado en US 2004/0009118 A1 permite, además, generación en continuo durante intervalos de tiempo limitados, de forma que en dichos periodos se producen nanopartículas en caudal constante, con producción de nanopartículas de óxido metálico con tamaños comprendidos entre 1nm y 100 micras.

15

Finalmente, la patente china CN 103353411 B, describe un sistema mixto húmedo/seco para la generación de aerosoles nanoparticulados cuasi-monodispersos. Dicho sistema opera en régimen continuo, manteniendo estables las propiedades del aerosol y las nanopartículas obtenidas pueden ser de tamaño inferior a los 100 nanómetros, mediante el uso de un nebulizador, una cámara de espray, y un atomizador con enfriador. La patente CN 103353411 B divulga, además, un sistema de generación de aerosoles que incluye un desecador de dispersión, mediante el cual se secan y dispersan las partículas previamente a la generación del aerosol.

25

Si bien los anteriores ejemplos suponen alternativas válidas a los generadores por vía húmeda convencionales, su uso hasta la fecha presenta la limitación de poseer baja flexibilidad en cuanto a la naturaleza de los materiales utilizados como nanopartículas. Ello se debe a que la selección de materiales determina fuertemente los diseños específicos de sus dispositivos generadores asociados, lo que impide su aplicación a una gran variedad de compuestos. Asimismo, los citados dispositivos y métodos de generación de aerosoles en seco presentan, también, el inconveniente de que sus periodos de producción de aerosoles en continuo son reducidos, típicamente con tiempos del orden de una hora o inferiores. Ello limita su aplicación en estudios de toxicidad o controles de calidad que requieren de un aerosol con propiedades continuas durante periodos más prolongados.

35

Por tanto, se hace necesario disponer en el mercado de alternativas de generación de aerosoles que mantengan las ventajas de las técnicas conocidas de generación en seco, pero que proporcionen, además, la posibilidad de uso de distintos materiales nanoparticulados, propia de las técnicas en húmedo, y la capacidad de producir dichos aerosoles durante periodos largos de tiempo.

La presente invención está orientada a resolver dicha necesidad, mediante un novedoso generador de aerosoles y de un procedimiento asociado, que utilizar nanopartículas de distinta naturaleza con tamaño inferior a 100 nanómetros, y cuyas propiedades de generación son continuas en el tiempo durante periodos de producción de más de tres horas.

DESCRIPCIÓN BREVE DE LA INVENCIÓN

Un objeto principal de la presente invención es, pues, proporcionar generadores de aerosoles nanoparticulados que permitan obtener, en seco, aerosoles durante periodos largos de tiempo, con nanopartículas de cualquier material y de tamaño igual o inferior al accesible mediante los generadores en seco conocidos hasta la fecha.

En cuanto a sus aplicaciones, el generador objeto de la invención permite obtener aerosoles nanoparticulados que pueden ser utilizados, preferentemente, en estudios de eco-toxicidad, investigación toxicológica, control de calidad, estudios de dispersión o aplicaciones médicas, entre otros.

Concretamente, el objeto de la invención se refiere a un generador de aerosoles nanoparticulados, que comprende un reservorio de gas comprimido conectado, a través de una válvula de operación, a un depósito de material nanoparticulado, donde dicho depósito comprende un orificio de salida de aerosol. Ventajosamente, dicho depósito de material nanoparticulado está conectado o embebido, en su salida, a una cámara presurizada de distribución de aerosol, equipada con un orificio de salida de dicho aerosol al exterior de la cámara. Se consigue con ello un generador que permite distribuir en continuo aerosoles de nanopartículas de pequeño tamaño, durante periodos prolongados de tiempo superiores a las 3 horas.

En una realización preferente del generador de aerosoles de la invención, el reservorio de gas comprimido recibe una primera fuente de flujo de gas sometido a una presión

controlada. Más preferentemente, la conexión entre dicha primera fuente de flujo de gas y el reservorio se realiza a través de un desecador y/o un filtro. Se consigue con ello obtener aerosoles en seco cuyas propiedades de humedad y presión pueden controlarse con gran precisión.

5

En otra realización preferente de la invención, el reservorio de gas comprimido comprende un depósito de volumen comprendido entre 30-50 cm³, con gas almacenado a una presión de 7-10 barg. Dicho gas comprende, preferentemente, aire.

10

En otra realización preferente de la invención, la cámara de distribución comprende una cámara de atmósfera controlada o un tubo de dispersión. Más preferentemente, dicho tubo de dispersión está formado por una pluralidad de secciones, donde cada sección contiene uno o más orificios de acceso al interior de la cámara de distribución, una vez montada y estando el generador en operación.

15

En otra realización preferente de la invención, los extremos de la cámara de distribución presurizada constan de secciones terminales de cierre, donde por una de dichas secciones terminales se inserta o se conecta el depósito de material nanoparticulado y, por otra de las secciones terminales, se conecta una segunda fuente de flujo de gas a presión controlada. Más preferentemente, la conexión de la segunda fuente de flujo de gas a la cámara de distribución se realiza mediante una válvula, un desecador y/o un filtro. Se consigue con ello mantener el aerosol almacenado en la cámara de distribución a condiciones precisas de humedad y presión.

20

25

Con este mismo fin, para otra realización preferente de la invención, la cámara de distribución presurizada y/o el reservorio de gas comprimido comprenden uno o más puntos de control de la presión de trabajo. Asimismo, en otra realización adicional, la cámara presurizada de distribución comprende uno o más sensores de humedad para la monitorización del aerosol generado.

30

En otra realización preferente de la invención, el generador de aerosoles comprende una tercera fuente de flujo de gas de dilución a la salida de la cámara de distribución presurizada, opcionalmente conectada a un controlador de flujo de masa y/o a un filtro. Con ello se obtiene un mayor control sobre el flujo de aerosol final obtenido. Con este

35

mismo fin, en otra realización el generador de aerosoles comprende un punto de medida

del caudal de aerosol liberado, donde dicho punto de medida comprende un rotámetro, opcionalmente conectado a un filtro.

Otro aspecto de la invención se refiere a un procedimiento de generación en continuo de aerosoles nanoparticulados, mediante el uso de un generador según cualquiera de las realizaciones descritas en el presente documento. Dicho procedimiento comprende, ventajosamente, la realización de las siguientes etapas:

- a) Se introduce un flujo de gas en el generador, comprimiéndolo en el reservorio de gas comprimido, donde se almacena a presión controlada.
- b) Se libera de forma instantánea el gas comprimido del reservorio haciéndolo pasar por el depósito de material nanoparticulado, generando un aerosol de dicho material y haciéndolo llegar hasta la cámara de distribución presurizada, a través de un orificio de salida de dicho depósito, almacenándose en dicha cámara a presión controlada.
- c) Se libera de forma continua el aerosol almacenado en la cámara de distribución presurizada, a través de un orificio de salida al exterior de dicha cámara.

En una realización preferente de la invención, el procedimiento comprende la repetición del paso a) con una frecuencia deseada, para mantener el suministro de aerosol a la cámara de distribución.

Asimismo, en otra realización, el procedimiento comprende:

- filtrar o desecar el gas que entra y/o que sale en el reservorio de aire comprimido y/o en la cámara de distribución;
- monitorizar las propiedades del gas de entrada en el reservorio de aire comprimido y/o en la cámara de distribución; y/o
- monitorizar las propiedades del aerosol de salida del generador.

En el ámbito de la presente invención, la expresión “comprende” ha de interpretarse, cuando se aplica a la relación entre un elemento principal respecto a otros elementos secundarios, como que dicho elemento principal incluye o contiene dichos elementos secundarios, pero sin exclusión de otros elementos adicionales.

DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Para completar la descripción de la invención y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de sus características técnicas, se acompaña el presente documento de un juego de figuras donde, con carácter ilustrativo y no limitativo, se representa lo siguiente:

Las Figuras 1a-1b muestran sendos esquemas ilustrativos de los elementos principales del generador de la invención, según una realización preferente de la misma. La Figura 1a muestra el diseño general del generador, mientras que la Figura 1b muestra un detalle interior de dicho generador, donde se representa el depósito de material nanoparticulado embebido en la cámara presurizada de distribución del aerosol.

La Figura 2a muestra una gráfica con los resultados de concentración total de partículas generadas por la invención, según la realización preferente de las Figuras 1a-1b, en función del tiempo y para distribuciones de tamaño de nanopartículas tomadas después de 10 y 140 min, tras la apertura de la válvula de salida de la cámara de distribución, utilizando 25 mg de nanopartículas de TiO₂ de 25 nm de diámetro nominal (Aeroxide P25, Evonik, Alemania).

La Figura 2b muestra una gráfica con los resultados de concentración de partículas (por cm³) generadas por la invención, según la realización preferente de las Figuras 1a-1b, y en función del tamaño de dichas partículas.

La Figura 2c muestra distribuciones de tamaños de nanopartículas en fase aerosol tras una y tras dos expansiones a través de orificios seleccionados para los nanomateriales distintos TiO₂ P25 y ZnO, realizadas mediante el generador de la invención.

REFERENCIAS NUMÉRICAS UTILIZADAS EN LAS FIGURAS

Con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características técnicas de la invención, las citadas Figuras se acompañan de una serie de referencias numéricas donde, con carácter ilustrativo y no limitativo, se representa lo siguiente:

(1)	Reservorio de gas comprimido
(2)	Depósito de material nanoparticulado
(3)	Orificio de salida del depósito de material nanoparticulado
(4)	Cámara presurizada de distribución de aerosol
(4')	Secciones intermedias de la cámara de distribución de aerosol
(4'')	Secciones terminales de la cámara de distribución de aerosol
(5, 5', 5'')	Entradas de flujo de gas
(6, 6')	Desecadores de gas de entrada
(7, 7', 7'')	Filtros de gas de entrada

(8, 8', 8'', 8''')	Válvulas de regulación/control de paso de gas
(9, 9')	Orificios de acceso a la cámara de distribución presurizada
(10, 10')	Puntos de control de presión de gas de entrada
(11)	Sensores de humedad de la cámara de distribución presurizada
(12)	Controlador de flujo de masa
(13)	Aerosol generado
(14)	Punto de control de caudal del aerosol generado

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Se expone, a continuación, una descripción detallada de la invención, referida a una
 5 realización preferente de la misma basada en las Figuras 1-2 del presente documento.

Tal y como se muestra en las Figuras 1a-1b, la presente invención se refiere a un
 generador de aerosoles nanoparticulados que comprende, esencialmente, un reservorio
 (1) de gas comprimido conectado a un depósito (2) de material nanoparticulado (ver
 10 detalle en Figura 1b), donde dicho depósito (2) comprende un orificio (3) de salida
 conectado a una cámara (4) presurizada de distribución del aerosol. Según esta
 configuración, el reservorio (1) de gas comprimido se trata de un depósito, por ejemplo de
 acero inoxidable, que puede poseer un volumen variable en función de la aplicación
 elegida, y que recibe una primera fuente (5) de flujo de gas (siendo dicho gas, por
 15 ejemplo, aire) sometido a una presión controlada. En un ejemplo de uso para
 aplicaciones de laboratorio, dicho volumen puede estar comprendido entre 30-50 cm³,
 con aire almacenado a una presión de 7-10 barg. Preferentemente, la conexión entre la
 primera fuente (5) de flujo de gas y el reservorio (1) se realiza a través de un desecador
 (6) y/o un filtro (7) (por ejemplo, un filtro de tipo HEPA, o "High Efficiency Particle
 20 Arresting"), con el objetivo de eliminar la humedad del aire generador del aerosol, así
 como las impurezas presentes en el mismo. También es posible, en otras realizaciones
 del generador, disponer de una válvula (8) de paso entre la primera fuente (5) de flujo de
 gas y el reservorio (1), como medio de regulación de dicho flujo.

25 Como se ha mencionado, el reservorio (1) de gas comprimido está conectado a un
 depósito (2) de material nanoparticulado. Dicho depósito (2) comprende un recipiente
 (como ejemplo, en la Figura 1b se muestra un recipiente cilíndrico) equipado con un
 orificio (3) de salida para la liberación del aerosol nanoparticulado. Típicamente, para un
 generador cilíndrico de laboratorio, dicho depósito (2) posee entre 80-120 mm de largo, 5-

20mm de diámetro interior y dispone de un orificio (3) de salida de entre 1,0-1,4 mm de diámetro interno. Preferentemente, el depósito (2) está fabricado con acero inoxidable.

Mediante la apertura de otra válvula (8') de paso dispuesta entre el reservorio (1) de gas comprimido y el depósito (2) de material nanoparticulado, el gas comprimido se libera instantáneamente, impulsando dicho material sólido a través del orificio (3) de salida. El aumento de la velocidad que experimenta el gas al atravesar el orificio (3) da lugar a grandes fuerzas de cizallamiento que rompen los aglomerados formados en el material nanoparticulado en polvo, liberando una nube de nanopartículas de la escala deseada.

Con el objetivo de dotar al generador de la invención de la capacidad de suministrar el aerosol de forma continua, el depósito (2) de material nanoparticulado está conectado, o embebido, en la cámara (4) presurizada de distribución, que permite mantener el aerosol, una vez generado, en estado de dispersión gracias a la presión interior a la que se mantiene dicha cámara (4). En diferentes realizaciones de la invención, la cámara (4) de distribución puede ser, por ejemplo, una cámara de atmósfera controlada, o un tubo de dispersión. Este segundo caso se muestra en la representación ilustrada por la Figuras 1a-1b, donde dicho tubo de dispersión consiste en una cámara (4) formada por varias secciones (4') (preferentemente de acero inoxidable), por ejemplo secciones cilíndricas, cada una de ellas con un diámetro interior comprendido entre 8-12 cm y una altura de 15-25 cm. Cada sección contiene, preferentemente, uno o más orificios (9, 9') de acceso al interior de la cámara (4) una vez montada y estando el generador en operación. Asimismo, los extremos de la cámara (4) constan de correspondientes secciones terminales (4'') de cierre. Por una de dichas secciones terminales (4'') se inserta o se conecta el depósito (2) (ver Figura 1b) de material nanoparticulado que se empleará para generar los aerosoles, mientras que por otra de las secciones terminales (4'') se conecta una segunda fuente (5') de flujo de gas que sirve para mantener la presión interior a diferentes valores, en función de las necesidades concretas de la generación. La conexión de dicha fuente (5') a la cámara (4) de distribución se realiza, por ejemplo, mediante de una válvula (8''), incluyendo opcionalmente la presencia de un desecador (6') y/o un filtro (7') (por ejemplo, un filtro HEPA). Tanto en la cámara (4) de distribución presurizada como en el reservorio (1) de gas comprimido es posible incluir uno o más puntos de control (10, 10') de la presión de trabajo.

En la realización preferente ilustrada en las Figuras 1a-1b, el volumen total de la cámara (4) de distribución es de 8-10litros una vez dispuesta con el depósito (2) de material

nanoparticulado en su interior. En condiciones normales de trabajo, la cámara (4) se puede mantener a presiones comprendidas entre 1 y 50 barg en el momento de la eyección del aerosol nanoparticulado en su interior. Una vez generado el aerosol y sometido a presión, la apertura de una válvula (8''') conectada a uno de los orificios (9) produce su salida a la concentración y caudal de salida deseados, de forma continua mientras dicha válvula (8''') se mantenga abierta.

En una realización opcional de la cámara (4) presurizada de distribución, ésta puede incluir, adicionalmente, uno o más sensores (11) de humedad para la monitorización de los aerosoles generados, permitiendo así un control preciso de las propiedades de generación en seco de los mismos.

En otras realizaciones adicionales de la invención, es posible también acoplar una tercera fuente (5'') de flujo de gas a la salida de la válvula (8''') (opcionalmente conectada a un controlador de flujo de masa (12) y/o a un filtro (7''')), que libera el aerosol al exterior de la cámara (4) de distribución presurizada, utilizando dicha tercera fuente (5'') como un medio de dilución del aerosol final (13) liberado a la salida de la cámara presurizada (5). Asimismo, también es posible acoplar, en otras realizaciones de la invención, un punto de medida (14) del caudal del aerosol final (13) liberado a la salida de la cámara presurizada (5), comprendiendo dicho punto de medida (14), por ejemplo, un rotámetro opcionalmente conectado a un filtro (7'''). Ello proporciona diferentes sistemas de control adicional de las propiedades de los aerosoles generados con la invención, que contribuyen a aumentar su precisión.

Según lo descrito en los párrafos anteriores, la presencia de la cámara (5) de distribución presurizada proporciona una doble ventaja al generador de aerosoles de la invención. Por una parte, permite un aporte continuo de aerosoles nanoparticulados de concentración estable, mediante la actuación de la válvula (8''') durante periodos de tiempo de varias horas, en función de los valores de presión interior y de la cantidad de materia colocada en el depósito del generador interior. Por otra parte, se pueden generar aerosoles nanoparticulados con una distribución de tamaño de partícula estable durante todo el periodo de generación, incluso después de periodos largos de tiempo. Esto se debe a que la presión interior del tubo y el efecto de disgregación de la válvula de salida (8''') impide la agregación de las nanopartículas contenidas en el interior de la cámara (5), con lo que se logra una corriente de nanopartículas de pequeño tamaño constante en el tiempo. El tamaño de las nanopartículas generadas en el aerosol de salida del sistema

completo depende, en última instancia, de la granulometría del material de partida y su naturaleza química, siendo el sistema muy versátil en cuanto a estos dos parámetros.

5 En definitiva, la cámara (5) de distribución presurizada permite el control de la concentración y distribución de tamaño de partícula en la corriente de aerosol. Estos dos parámetros son de gran interés en todas las aplicaciones que conllevan la utilización de aerosoles de nanopartículas en diferentes campos tecnológicos, desde la síntesis de materiales en fase gas hasta la validación de equipos de protección personal en higiene industrial, así como en estudios de eco-toxicidad, investigación toxicológica de
10 nanomateriales por inhalación, controles de calidad, estudios de dispersión, pruebas de filtros y equipos de protección personal, calibrado de equipos de medición de nanopartículas, simulación de accidentes que involucren nanomateriales o aplicaciones médicas.

15 En la figuras 2a y 2b se muestran los resultados de generación de aerosoles empleando 25 mg de nanopartículas de TiO₂ de 25 nm de diámetro nominal (Aeroxide P25, Evonik, Alemania) durante un periodo de alrededor de 150 min, mediante la utilización de un generador según la realización ilustrada en las Figuras 1a-1b. En ellas puede observarse que la concentración de las partículas en la corriente de aerosol (Figura 2a) se mantiene
20 estable alrededor de $5 \cdot 10^5 \text{ \#/cm}^3$ durante todo el tiempo de generación, sin que se pueda apreciar una caída en este valor durante más de dos horas. Los espacios en blanco en la curva de concentración se deben a que el equipo de medida de cantidad de materia en el aerosol se empleó para la determinación de la medida de distribución de tamaño de partícula. Estas distribuciones, como puede observarse en la Figura 2b, arrojan valores
25 de tamaño promedio y de amplitud similares, tanto al principio del ensayo como hacia el final del mismo. Cabe destacar también que el tamaño promedio de las partículas generadas se sitúa alrededor de 50 nm, correspondiente a pequeños agregados de partículas primarias de 25 nm. Estos resultados confirman por tanto que los aerosoles generados con este sistema son de concentración y tamaño constante durante largos
30 periodos de tiempo.

Otro aspecto de la invención se refiere a un procedimiento de generación en continuo de aerosoles nanoparticulados, mediante el uso de un generador según cualquiera de las realizaciones descritas en el presente documento. Dicho procedimiento comprende,
35 preferentemente, las siguientes etapas:

a) Se introduce un flujo de gas en el generador, comprimiéndolo en el reservorio

(1) de gas comprimido, donde se almacena a presión controlada.

b) Se libera de forma instantánea el gas comprimido del reservorio (1) haciéndolo pasar por el depósito (2) de material nanoparticulado, generando un aerosol de dicho material y haciéndolo llegar hasta la cámara (4) de distribución presurizada, a través de un orificio de salida (3) de dicho depósito (2), almacenándose en dicha cámara (4) a presión controlada.

c) Se libera de forma continua el aerosol almacenado en la cámara (4) de distribución presurizada, a través de un orificio (9) de salida al exterior de dicha cámara.

10 El procedimiento descrito comprende, preferentemente, la repetición del paso a) con una frecuencia deseada a lo largo del mismo, para mantener el suministro de aerosol a la cámara (4) de distribución.

Asimismo, preferentemente, el procedimiento de la invención comprende filtrar o desecar el gas que entra y/o que sale en el reservorio (1) de aire comprimido y/o en la cámara (4) de distribución.

Opcionalmente, se monitorizan las propiedades del gas de entrada en el reservorio (1) de aire comprimido y/o en la cámara (4) de distribución, y/o se monitorizan las propiedades del aerosol de salida del generador.

Como se ha descrito previamente, la generación del aerosol obtenido mediante el procedimiento de la invención puede mantenerse de forma continua durante tiempos por encima de 3 horas, con concentraciones de partículas de escalas nanométricas o superiores.

En la Figura 2c se comparan las distribuciones de tamaños de nanopartículas en fase aerosol tras una y tras dos expansiones a través de orificios seleccionados para los nanomateriales distintos TiO_2 P25 y ZnO. Estos resultados confirman la eficacia del esfuerzo rasante generado por la expansión para reducir el tamaño de los agregados de nanopartículas en el aerosol. En este sentido, un objeto adicional de la presente invención se refiere a un uso de un generador o de un procedimiento de generación de aerosoles según cualquiera de las realizaciones descritas en el presente documento, mediante una pluralidad de expansiones sucesivas del gas en el reservorio (1) de aire comprimido.

REIVINDICACIONES

1.- Generador de aerosoles nanoparticulados que comprende un reservorio (1) de gas comprimido conectado, a través de una válvula de operación (8'), a un depósito (2) de material nanoparticulado, donde dicho depósito (2) comprende un orificio (3) de salida de aerosol;

caracterizado por que dicho depósito (2) de material nanoparticulado está conectado o embebido, en su salida, a una cámara (4) presurizada de distribución de aerosol, equipada con un orificio (9) de salida de dicho aerosol al exterior de la cámara (4).

2.- Generador de aerosoles nanoparticulados según la reivindicación anterior, donde el reservorio (1) de gas comprimido está conectado a una primera fuente (5) de flujo de gas sometido a una presión controlada.

3.- Generador de aerosoles nanoparticulados según la reivindicación anterior, donde la conexión entre la primera fuente (5) de flujo de gas y el reservorio (1) se realiza a través de un desecador (6) y/o un filtro (7).

4.- Generador de aerosoles nanoparticulados según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde el reservorio (1) de gas comprimido comprende un depósito de volumen comprendido entre 30-50 cm³, con gas almacenado a una presión de 7-10 barg.

5.- Generador de aerosoles nanoparticulados según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde la cámara (4) de distribución comprende una cámara de atmósfera controlada o un tubo de dispersión.

6.- Generador de aerosoles nanoparticulados según la reivindicación anterior, donde la cámara (4) de distribución comprende un tubo de dispersión y está formada por una pluralidad de secciones (4'), donde cada sección (4') contiene uno o más orificios (9, 9') de acceso al interior de la cámara (4), una vez montada y estando el generador en operación.

7.- Generador de aerosoles nanoparticulados según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde los extremos de la cámara (4) de distribución constan

de secciones terminales (4'') de cierre, donde por una de dichas secciones terminales (4'') se inserta o se conecta el depósito (2) de material nanoparticulado y, por otra de las secciones terminales (4''), se conecta una segunda fuente (5') de flujo de gas a presión controlada.

5

8.- Generador de aerosoles nanoparticulados según la reivindicación anterior, donde la conexión de la segunda fuente (5') de flujo de gas a la cámara (4) de distribución se realiza mediante una válvula (8''), un desecador (6') y/o un filtro (7').

10

9.- Generador de aerosoles nanoparticulados según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde la cámara (4) de distribución presurizada y/o el reservorio (1) de gas comprimido comprende uno o más puntos de control (10, 10') de la presión de trabajo.

15

10.- Generador de aerosoles nanoparticulados según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde la cámara (4) presurizada de distribución comprende uno o más sensores (11) de humedad para la monitorización del aerosol generado.

20

11.- Generador de aerosoles nanoparticulados según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende una tercera fuente (5'') de flujo de gas de dilución a la salida de la cámara (4) de distribución presurizada, opcionalmente conectada a un controlador de flujo de masa (12) y/o a un filtro (7'').

25

12.- Generador de aerosoles nanoparticulados según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende un punto de medida (14) del caudal del aerosol (13) liberado a la salida de la cámara (5) de distribución presurizada, comprendiendo dicho punto de medida (14) un rotámetro opcionalmente conectado a un filtro (7''').

30

13.- Procedimiento de generación en continuo de aerosoles nanoparticulados, mediante el uso de un generador según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde dicho procedimiento está **caracterizado por que** comprende la realización de las siguientes etapas:

35

a) se introduce un flujo de gas en el generador, comprimiéndolo en el reservorio (1) de gas comprimido, donde se almacena a presión controlada;

b) se libera de forma instantánea el gas comprimido del reservorio (1) haciéndolo

pasar por el depósito (2) de material nanoparticulado, generando un aerosol de dicho material y haciéndolo llegar hasta la cámara (4) de distribución presurizada, a través de un orificio de salida (3) de dicho depósito (2), almacenándose en dicha cámara (4) a presión controlada;

5 c) se libera de forma continua el aerosol almacenado en la cámara (4) de distribución presurizada, a través de un orificio (9) de salida al exterior de dicha cámara.

10 14.- Procedimiento de generación en continuo de aerosoles nanoparticulados según la reivindicación anterior, que comprende la repetición del paso a) con una frecuencia deseada a lo largo de dicho procedimiento, para mantener el suministro de aerosol a la cámara (4) de distribución.

15 15.- Procedimiento de generación en continuo de aerosoles nanoparticulados según cualquiera de las reivindicaciones 13-14, que comprende filtrar o desecar el gas que entra y/o que sale en el reservorio (1) de aire comprimido y/o en la cámara (4) de distribución; y/o monitorizar las propiedades del gas de entrada en el reservorio (1) de aire comprimido y/o en la cámara (4) de distribución, y/o monitorizar las propiedades del aerosol de salida del generador.

20 16.- Uso de un generador según cualquiera de las reivindicaciones 1-12 o de un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 13-15 para desaglomerar aerosoles, mediante una pluralidad de expansiones sucesivas del gas en el reservorio (1) de aire comprimido.

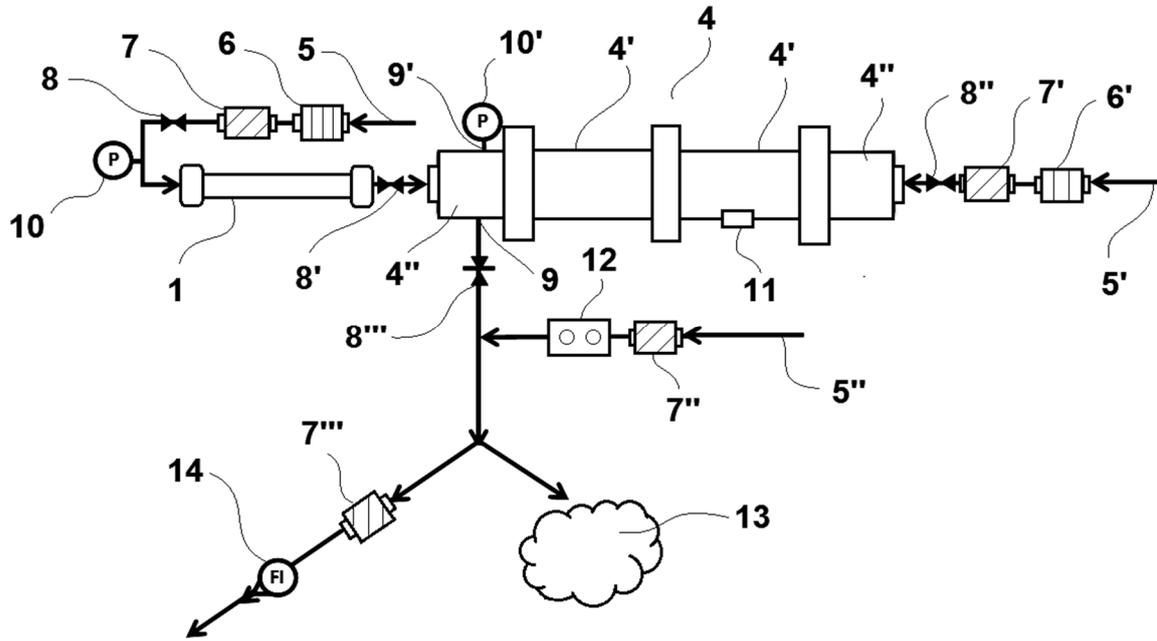


FIG.1a

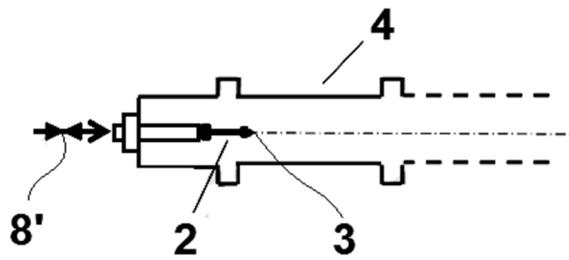


FIG. 1b

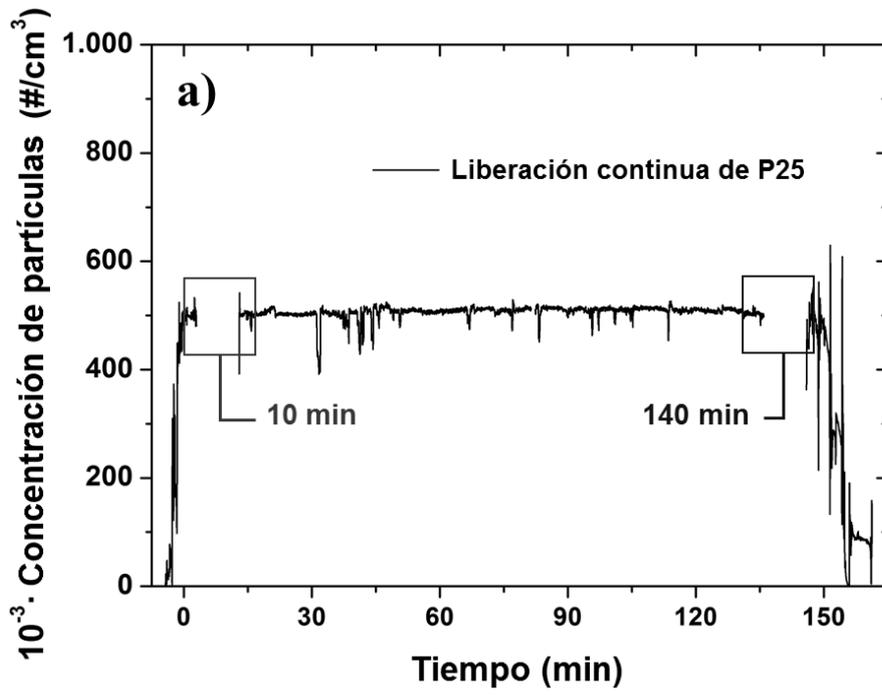


FIG. 2a

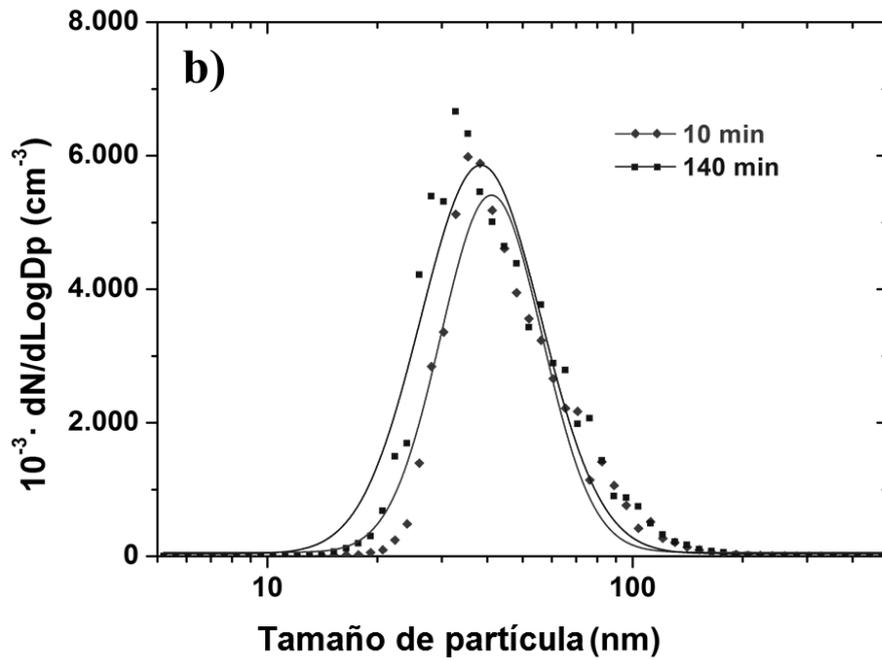


FIG. 2b

c)

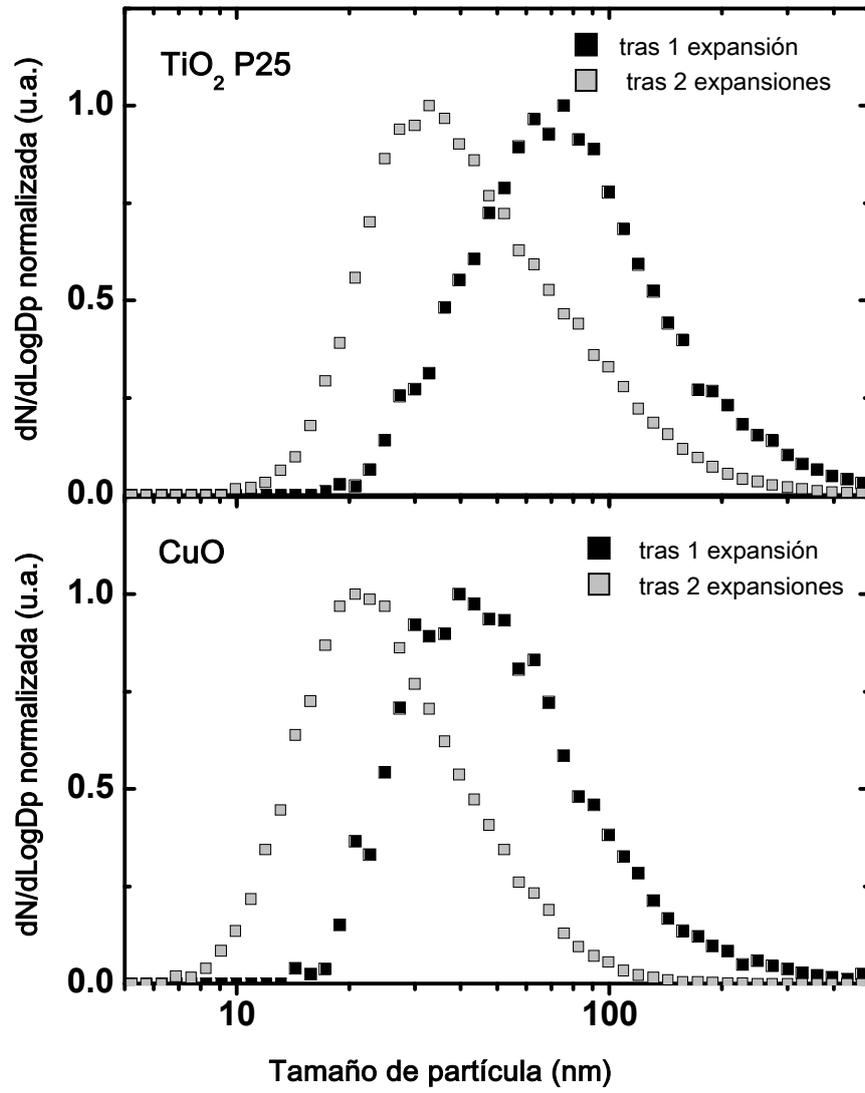


FIG. 2c