

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 764 402**

51 Int. Cl.:

B01F 7/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.10.2014 E 14190989 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.10.2019 EP 2868370**

54 Título: **Procedimiento para la dispersión de nanopartículas en un fluido**

30 Prioridad:

30.10.2013 IT MO20130303

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

03.06.2020

73 Titular/es:

**NANO-TECH S.P.A. (100.0%)
Zona Industriale Campolungo, 105
63100 Ascoli Piceno (AP), IT**

72 Inventor/es:

GIOVANNELLI, ANDREA

74 Agente/Representante:

LÓPEZ CAMBA, María Emilia

ES 2 764 402 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

Procedimiento para la dispersión de nanopartículas en un fluido

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la dispersión de partículas en un fluido, utilizable en particular para la dispersión de nanotubos de carbono y grafeno dentro de polímeros termoendurecibles.

10 La necesidad de ahorrar energía junto con la necesidad de obtener materiales con propiedades particulares y relaciones de resistencia/peso cada vez más altas está provocando un uso creciente de materiales compuestos en las industrias aeroespacial y automotriz.

Además, el uso de tales materiales también está creciendo en el sector de la construcción y, más en general, donde los fenómenos de corrosión son de vital importancia.

15 Estas y otras necesidades han llevado a los investigadores a investigar en detalle las propiedades de los materiales compuestos nanométricos.

20 En particular, los nanotubos de carbono y grafeno se consideran importantes materiales de relleno utilizables para mejorar las propiedades de los materiales compuestos y, más en general, de los polímeros.

Los principales obstáculos para la difusión a gran escala de esta nueva generación de materiales son:

- el alto coste de los nanotubos de carbono y grafeno;
- el considerable aumento en la viscosidad del polímero después de la inclusión en la misma de esta categoría de nanopartículas;
- la falta de un procedimiento de dispersión de las nanopartículas en la matriz polimérica que sea eficaz y de bajo coste.

30 Más específicamente, este último inconveniente se debe principalmente a la alta superficie específica de las nanopartículas y a las fuerzas de Van der Waals que tienden a mantener las partículas agregadas entre sí.

35 Dentro de la investigación básica, el procedimiento más utilizado para dispersar eficazmente las nanopartículas es la llamada sonicación, comúnmente acompañada por el uso de diluyentes y tensioactivos que a menudo dañan la matriz polimérica.

En la práctica, las nanopartículas se dispersan utilizando sondas ultrasónicas que se sumerge dentro de la preparación.

40 Sin embargo, este procedimiento conocido tiene algunos inconvenientes.

En particular, la sonicación permite preparar solo pequeñas cantidades de producto a la vez, alrededor de unos cientos de gramos, y requiere mucho tiempo, lo que hace que todo el procedimiento sea económicamente inviable.

45 Además, se ha demostrado que la sonicación daña los nanotubos de carbono (véase, por ejemplo, Lu, K. L. et al. «Mechanical damage of carbon nanotubes by ultrasound» Carbon 34, 814-816 (1996)).

50 También se sabe que los fabricantes de resinas epoxídicas con nanoaditivos utilizan técnicas de dispersión y maquinaria utilizada anteriormente en otros sectores, como el de cosméticos, tintas, pinturas, la industria alimentaria y, más en general, en todos aquellos sectores donde las partículas sólidas micrométricas tienen que ser mezcladas, dispersadas y homogeneizadas dentro de una sustancia en estado líquido.

55 Los mezcladores y agitadores estándar utilizados para la producción de pinturas, alimentos y, en general, en la industria química se vuelven ineficientes o incluso ineficaces cuando los tamaños de las partículas a dispersar se vuelven nanométricas y, en particular, esto ocurre en el caso de los nanotubos de carbono o grafeno.

La maquinaria más comúnmente utilizada para estos fines es actualmente el llamado molino de tres rodillos.

60 Esta maquinaria está compuesta esencialmente por tres rodillos paralelos, entre los cuales se mantiene una distancia predeterminada que puede ajustarse mediante dispositivos específicos.

Los primeros dos rodillos, es decir, el rodillo de carga y el rodillo central, giran en direcciones opuestas y a diferentes velocidades, para producir fuerzas tangenciales en el material que se carga cuando este pasa entre ellos.

65 El tercer rodillo, o rodillo de descarga, gira en la dirección opuesta al rodillo central y a una mayor velocidad en comparación con este último.

Las velocidades de los tres rodillos son, por lo tanto, diferentes y aumentan el paso del rodillo de carga al rodillo de descarga.

5 El rodillo de descarga se mantiene en contacto con una cuchilla que forma parte de un canal de descarga. La cuchilla recoge el material del rodillo de descarga y hace que fluya hacia el canal, desde donde luego se recoge.

Sin embargo, esta solución también tiene algunos inconvenientes.

10 En particular, la maquinaria es pesada y tiene grandes dimensiones generales y es peligrosa para los operadores debido a la presencia de los rodillos, tanto durante las fases de trabajo como durante las fases de limpieza de la máquina.

15 Además, el uso de dicha maquinaria implica el riesgo de evaporación y, por lo tanto, de inhalar sustancias volátiles dentro del entorno de trabajo. Además, la preparación tratada no recibe suficiente energía para obtener una buena dispersión en una sentada dentro de la máquina, particularmente cuando se tratan nanopartículas tales como nanotubos de carbono y grafeno. Esto hace que sea necesario ejecutar la preparación varias veces dentro de la máquina, reduciendo así considerablemente su productividad.

20 Otro límite es el hecho de que, en el caso de que la máquina tenga que procesar fluidos que contengan nanopartículas, junto con el crecimiento de las dimensiones de la máquina, la productividad no crece linealmente y, por el contrario, puede disminuir debido inevitables errores de paralelismo entre los rodillos, la excentricidad de los mismos y, por lo tanto, la dificultad de mantener una distancia constante entre ellos.

25 Finalmente, convencionalmente, la producción ocurre en lotes y la maquinaria se carga a través de una tolva que descarga una cantidad predefinida de preparación entre los dos primeros rodillos. Una vez que esto se procesa, los rodillos se vuelven a cargar.

30 Por lo tanto, las operaciones de carga y descarga no permiten tener una máquina aislada del entorno exterior y, en consecuencia, las aberturas para la carga y descarga del fluido transportan sustancias volátiles dentro del entorno.

35 El documento US 2005/053532 A1 describe un reactor de superficie que comprende: un cuerpo de reactor que tiene una superficie de reactor; medios para alimentar un primer reactivo a la superficie del reactor en una primera ubicación de entrada y a una velocidad tal que el reactivo se extiende sobre la superficie de la ubicación de entrada en la forma de una primera película delgada; medios para alimentar un segundo reactivo a la superficie del reactor en una segunda ubicación de entrada y en la primera película en la forma de una segunda película delgada para interactuar con la primera película; y medios para recoger el producto resultante de la primera y segunda películas en la periferia de la superficie.

40 El documento GB 1500901 describe suspensiones coloidales hidratadas y un mezclador coloidal para su uso en la formación de suspensiones coloidales hidratadas.

El objetivo principal de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la dispersión de partículas en un fluido capaz de asegurar una dispersión efectiva.

45 Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la dispersión de partículas en un fluido que permita superar los inconvenientes mencionados de la técnica anterior en el marco de una solución simple, racional, fácil de usar y asequible.

50 Los objetos mencionados anteriormente se consiguen mediante el presente procedimiento para la dispersión de partículas en un fluido según la reivindicación 1.

55 Otras características y ventajas de la presente invención se harán más evidentes a partir de la descripción de una realización preferida de la invención, pero no exclusiva, de un procedimiento para la dispersión de partículas en un fluido, ilustrada por medio de un ejemplo indicativo, pero no limitativo, en los dibujos adjuntos, donde:

la figura 1 es una vista axonométrica del aparato;

la figura 2 es una vista lateral del aparato;

60 la figura 3 es una vista axonométrica del primer y segundo discos del aparato.

65 Con referencia particular a tales ilustraciones, el número de referencia 1 designa globalmente un aparato para la dispersión de partículas P en un fluido F, utilizable en particular para la dispersión de nanotubos de carbono y grafeno, dentro de polímeros termoendurecibles.

Sin embargo, no se puede descartar el uso del aparato 1 para la dispersión en diferentes fluidos de diferentes tipos

de partículas, ya sean de tamaño nanométrico o micrométrico.

Por ejemplo, el aparato 1 se puede utilizar para:

- 5 - dispersar pigmentos en pinturas y tintas;
 - dispersar excipientes, ingredientes activos y otras partículas en la preparación de cremas, cosméticos y productos farmacológicos.

El aparato 1 comprende una estructura de soporte, indicada en conjunto en las ilustraciones por la referencia 2.

- 10 El aparato 1 también comprende:
 - un primer disco 3 soportado por la estructura de soporte 2 y que gira axialmente alrededor de un eje de rotación R;
15 - un segundo disco 4 soportado por la estructura de soporte 2 y superpuesto al primer disco 3.

El primer disco 3 y el segundo disco 4 están dispuestos sustancialmente paralelos entre sí y próximos entre sí, para definir un intersticio I entre las dos superficies planas respectivas.

- 20 Convenientemente, el segundo disco 4 está asociado de forma axialmente trasladable con la estructura de soporte 2, a lo largo de un eje de traslación T, y es móvil cerca de/lejos del primer disco 3.

La variación en la distancia entre el primer disco 3 y el segundo disco 4 permite variar las dimensiones del intersticio I según las partículas particulares P a dispersar, así como con el fluido particular F utilizado.

- 25 Preferentemente, el primer disco 3 y el segundo disco 4 deben mantener la nivelación y no entrar en contacto, incluso para distancias cercanas a 0,00001 m.

- 30 Con referencia no exclusiva a la realización particular y preferida del aparato 1 mostrado en las ilustraciones, el primer disco 3 de forma sustancialmente horizontal y tiene una primera superficie plana 3a girada hacia arriba.

Además, el segundo disco 4 también está dispuesto de forma sustancialmente horizontal y tiene una segunda superficie plana 4a girada hacia abajo, orientada y paralela a la primera superficie plana 3a. El intersticio I se define entre la primera superficie plana 3a y la segunda superficie plana 4a.

- 35 El aparato 1 tiene medios de introducción 5 de un fluido F que contiene aglomerados de partículas P para dispersar. Los medios de introducción I son capaces de introducir el fluido F dentro del intersticio I, en correspondencia con una parte sustancialmente central del primer disco 3.

- 40 En particular, los medios de introducción 5 pueden consistir en un canal de introducción que tiene una boca de carga 5a del fluido F y una boca de dispensación 5b del fluido F, donde la boca de dispensación 5b está dispuesta en correspondencia con la porción central del primer disco 3.

- 45 Con referencia no exclusiva a la realización del aparato 1 que se muestra en las ilustraciones, el canal de introducción 5 consiste en un orificio pasante realizado a lo largo de un soporte cilíndrico 6 del segundo disco 4, a través del propio segundo disco, hasta la segunda superficie plana 4a.

- 50 Más específicamente, la boca de carga 5a está situada en correspondencia con la porción superior del soporte cilíndrico 6 del segundo disco 4, mientras que la boca de dispensación 5b consiste en una abertura hecha en la segunda superficie plana 4a del segundo disco 4, en correspondencia a las porciones centrales del primer y segundo discos 3 y 4.

- 55 El aparato 1, en particular la estructura de soporte 2, también comprende un canal de recogida 7 dispuesto en correspondencia con una porción perimetral del primer disco 3 y capaz de recoger el fluido F que contiene las partículas dispersas P. Durante el funcionamiento del aparato 1, el caudal y la presión de suministro del fluido F introducido a través del canal de introducción 5, la distancia entre la primera y la segunda superficies planas opuestas 3a y 4a del primer y segundo discos 3 y 4 y la velocidad de rotación del primer disco 3 pueden variar.

- 60 El fluido F, forzado a pasar dentro del intersticio I entre la primera y la segunda superficies planas 3a y 4a del primer y segundo discos 3 y 4, se somete a un complejo campo de fuerzas que produce fuerzas de corte capaces de separar los aglomerados de nanopartículas P, dispersándolos así dentro del fluido F.

- 65 En particular, el fluido F completa una trayectoria en espiral que pasa desde la porción central del primer y segundo discos 3 y 4, hasta las porciones del perímetro del primer y segundo discos 3 y 4 y, luego, al canal de recogida 7.

De manera útil, el primer disco 3 puede tener, en correspondencia con una o más de sus porciones perimetrales, una

ES 2 764 402 T3

o más espátulas 8 o dispositivos similares capaces de empujar el fluido F hacia el canal de recogida 7.

El aparato 1 también comprende medios de operación 9 asociados operativamente con el primer disco 3 y capaces de producir la rotación del primer disco 3 alrededor del eje de rotación R.

5 Con referencia a la realización preferida de la invención mostrada en las ilustraciones, los medios de operación 9 comprenden un eje 10 soportado que gira axialmente por la estructura de soporte 2 que se extiende, integrada con él, desde la cara inferior del primer disco 3.

10 El eje 10 está conectado a la cara inferior del primer disco 3 y está soportado por la estructura de soporte 2 a través de cojinetes específicos 11. La precarga de los cojinetes 11 se puede realizar a través de un collar roscado 12 u otro dispositivo, con el fin de cancelar el juego.

15 El eje 10, por ejemplo, puede conectarse a medios de motor, no mostrados en las ilustraciones, por medio de un piñón específico 13.

Sin embargo, no se pueden descartar diferentes realizaciones de los medios de operación 9, donde el primer disco 3 se hace girar por medio de diferentes sistemas de movimiento.

20 El aparato 1 también comprende medios de ajuste 14 adecuados para ajustar la distancia del segundo disco 4 con respecto al primer disco 3.

Los medios de ajuste 14 comprenden un mecanismo de ajuste de micrómetro de tornillo 15.

25 Más específicamente, los medios de ajuste 14 comprenden un casquillo 16 y el ajuste de su distancia desde el primer disco 3 se permite por dispositivos específicos 15, 16, 17, 18 y 19 que permiten su ajuste micrométrico.

30 Esto se realiza por medio de un collar roscado de ajuste 17, y el posible juego entre el tornillo y el tornillo de tuerca del mecanismo de ajuste del micrómetro de tornillo 15 se elimina por medios elásticos 18.

Más específicamente, los medios elásticos 18 consisten preferentemente en un resorte que funciona empujando el segundo disco 4 en la dirección de la presión aplicada por el fluido F entre los discos 3 y 4. De esta manera, la presión aplicada por el fluido entrante F no cambiará la distancia entre los discos 3 y 4.

35 En particular, con referencia a la realización mostrada en las ilustraciones, esto ocurre al comprimir el resorte 18 entre el casquillo 16 y un anillo de cojinete de contraste 19 que forma parte del segundo disco 4.

40 La fuerza aplicada por el resorte 17 debe ser mayor que el peso del segundo disco 4, incluido el peso de todos los accesorios necesarios que forman parte de él, y el resorte 17 debe ser capaz de superar cualquier fricción entre el segundo disco 4, el casquillo 16, el anillo de cojinete de contraste 18 y todos los accesorios del medio de ajuste 14 que entran en contacto con estos.

45 La distancia entre los discos primero y segundo 3 y 4 se puede medir fácilmente de manera indirecta, por ejemplo, por medio de un micrómetro 20 con sensor ubicado en la superficie superior del segundo disco 4.

Los espesores del primer y segundo discos 3 y 4 están diseñados para una presión operativa máxima y la carga máxima permitida en correspondencia con el diámetro máximo es 1/10 de la distancia operativa prevista entre los propios discos.

50 Las superficies de trabajo del primer y segundo discos 3 y 4, formadas por las superficies planas primera y segunda 3a y 4a, tienen un tratamiento de endurecimiento superficial y están rectificadas o retumbadas.

55 Además, el perfecto paralelismo de los discos se puede lograr mediante una junta esférica o una junta de precisión de velocidad constante en la conexión entre el primer disco 3 y su eje 10. De esta manera, la presión del fluido F mismo, perpendicular a la superficie del primer y segundo discos 3 y 4, asegurará su paralelismo. Para obtener una temperatura de funcionamiento más o menos constante, se pueden prever circuitos de enfriamiento en las cubiertas de la estructura de soporte 2, en los discos y en los ejes.

60 Convenientemente, la estructura de soporte 2 comprende medios adecuados para recubrir el primer y el segundo discos 3 y 4.

En particular, los medios de recubrimiento consisten en un monobloque inferior 2a y un monobloque superior 2b unidos entre sí para definir un compartimento V para alojar el primer y segundo discos 3 y 4.

65 Sin embargo, no se pueden descartar diferentes tipos y/o formas de la estructura de soporte 2 y de los medios de recubrimiento.

De hecho, se ha determinado cómo la invención descrita logra los objetos propuestos.

5 En particular, el aparato, más específicamente la rotación del primer disco con respecto al segundo disco, permite someter el fluido a un campo de fuerza complejo, con el fin de producir fuerzas de corte capaces de romper los aglomerados de partículas, dispersando así las propias partículas dentro del fluido.

Además, se subraya el hecho de que las ventajas con respecto al estado de la técnica son:

- 10
- específicamente concebidas y dimensionadas para el sector de la nanotecnología;
 - posibilidad de actuar sobre varias variables (distancia entre discos, presión de suministro, caudal de suministro, velocidad de rotación del disco) para lograr el resultado deseado;
 - alta energía transmitida al fluido que permite obtener dispersiones efectivas con una sentada de la preparación dentro de la máquina;
- 15
- producción continua;
 - aparato aislado del ambiente exterior para no permitir la introducción de sustancias volátiles en el entorno;
 - aparato también adecuado en aplicaciones donde las partículas micrométricas tienen que ser dispersadas.

20 También se subraya también el hecho de que la presencia de medios de recubrimiento del disco, junto con la estructura particular del dispositivo, hace que el dispositivo sea más seguro para los operadores con respecto a soluciones de tipo conocido.

Además, junto con el aumento de los diámetros del disco, el área de trabajo también aumenta en una proporción igual a su cuadrado.

25

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la dispersión de nanopartículas (P) en un fluido (F), donde comprende al menos los siguientes pasos:

- proporcionar un aparato (1) que comprende una estructura de soporte (2), al menos un primer disco (3) asociado con dicha estructura de soporte (2) que gira axialmente alrededor de un eje de rotación y provisto de una primera superficie plana (3a), al menos un segundo disco (4) asociado con dicha estructura de soporte (2) y provisto de una segunda superficie plana (4a), dicho primer disco (3) y dicho segundo disco (4) estando dispuestos paralelos entre sí y sustancialmente próximos y dicha primera superficie plana (3a) y segunda superficie plana (4a) estando encaradas y paralelas entre sí para definir un intersticio (I), medios de introducción (5) para introducir dentro de dicho intersticio (I) y en correspondencia con una porción sustancialmente central de dicho primer disco (3) un fluido (F) que contiene aglomerados de nanopartículas (P) para dispersar, medios de operación (9) asociados operativamente con dicho primer disco (3) y capaces de girar el primer disco (3) alrededor del eje de rotación, medios de ajuste (14) para ajustar la distancia de al menos uno de dichos primer y segundo discos (3, 4) con respecto al otro de dichos primer y segundo discos (3, 4), donde los medios de ajuste (14) comprenden un mecanismo de ajuste de un micrómetro de tornillo (15) asociado con al menos uno de dichos primer y segundo discos (3, 4), y medios elásticos (18) configurados para eliminar el posible juego de dichos medios de ajuste (14);
- por medio de dichos medios de introducción (5), introducción en el interior de dicho intersticio (I), entre dicha primera y segunda superficie plana (3a, 4a), dicho fluido (F) que contiene dicho aglomerado de nanopartículas (P) para dispersar;
- por medio de dichos medios de operación (9), girar dicho primer disco (3) alrededor de dicho eje de rotación para someter dicho fluido (F) dentro de dicho intersticio (I) a un campo complejo de fuerzas, con el propósito de producir fuerzas de corte capaces de separar dicho aglomerado de nanopartículas (P), dispersando las nanopartículas (P) dentro de dicho fluido (F),
- por medio de dichos medios elásticos (18), empujando al menos uno de dicho primer y segundo discos (3, 4) en la dirección de la presión aplicada por dicho fluido (F) entre los propios discos, dichos medios elásticos (18) son capaces de eliminar el posible juego entre el tornillo y el tornillo de tuerca de dicho mecanismo de ajuste del micrómetro de tornillo (15).

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por** el hecho de que al menos uno de dichos primer y segundo discos (3, 4) es móvil cerca de/lejos del otro de dichos primer y segundo discos (3, 4), la variación en la distancia entre dicho primer disco (3) y dicho segundo disco (4) pudiendo variar las dimensiones de dicho intersticio (I).

3. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por** el hecho de que dicho segundo disco (4) está asociado de forma axialmente trasladable con dicha estructura de soporte (2) a lo largo de un eje de traslación (T).

4. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por** el hecho de que dichos medios de introducción (5) comprenden al menos un canal de introducción (5) que tiene al menos una boca de carga (5a) de dicho fluido (F) y al menos una boca de dispensación (5b) de dicho fluido (F) dispuesto en correspondencia con dicha parte sustancialmente central del primer disco (3).

5. Procedimiento según la reivindicación 4, **caracterizado por** el hecho de que al menos una sección de dicho canal de introducción (5) está compuesta por al menos un agujero pasante hecho a lo largo de al menos una porción de dicho primer disco (3) y/o de dicho segundo disco (4).

6. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones 4 y 5, **caracterizado por** el hecho de que dicha boca de dispensación (5b) comprende al menos una abertura hecha sobre una superficie de dicho primer disco (3) y/o de dicho segundo disco (4) orientada hacia dicho intersticio (I),

en correspondencia con dicha parte sustancialmente central del primer disco (3).

7. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por** el hecho de que el aparato (1) comprende por lo menos un canal de recogida (7) dispuesto en correspondencia con al menos una porción perimetral de dicho primer disco (3) y capaz de recoger el fluido (F) que contiene nanopartículas dispersas (P).

8. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por** el hecho de que dichos medios de operación (9) comprenden al menos un eje (10) asociado que gira axialmente con dicha estructura de soporte (2), asociado integralmente con dicho primer disco (3) y asociable con medios de motor.

9. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por** el hecho de que dicha estructura de soporte (2) comprende unos medios de recubrimiento (2a, 2b) de dichos primer y segundo discos (3, 4).

10. Uso del procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores para la dispersión de nanotubos de carbón y grafeno en el interior de polímeros termoendurecibles.

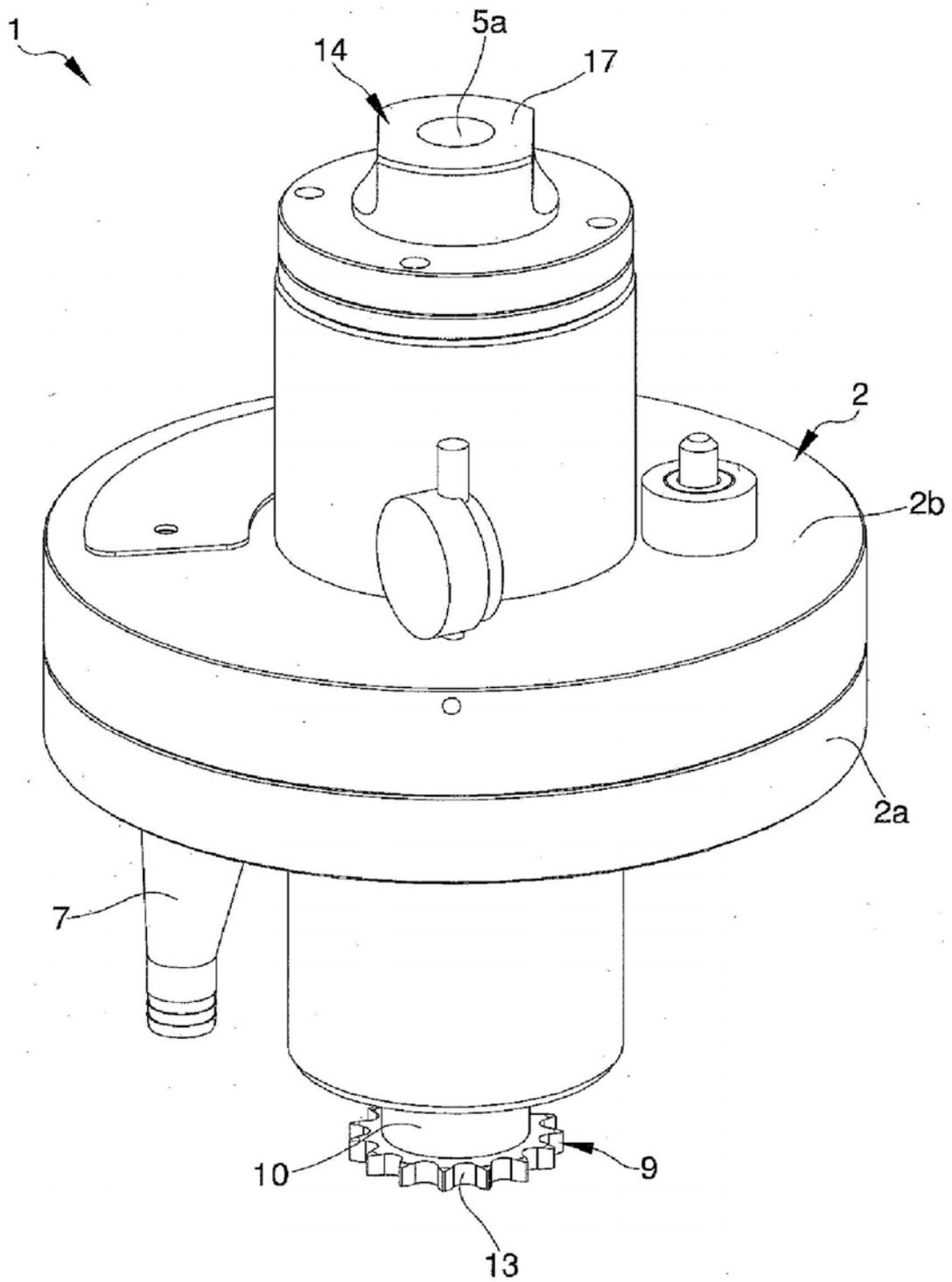


Fig. 1

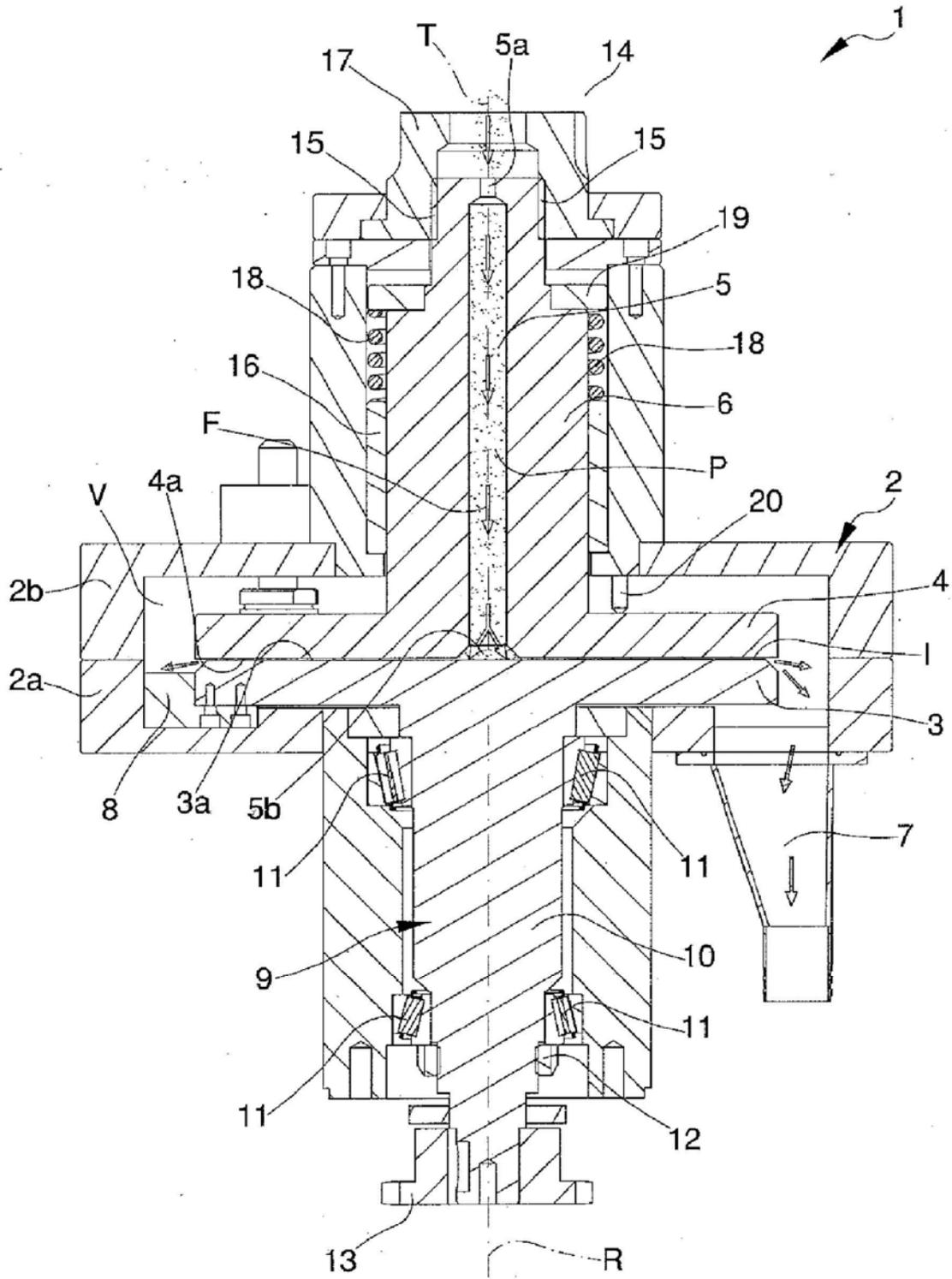


Fig. 2

Fig. 3

