

(19)



Bureau voor de
Industriële Eigendom
Nederland

(11)

1003442

(12)

C OCTROOI²⁰

(21)

Aanvraag om octrooi: **1003442**

(51)

Int.Cl.⁶

B01J2/04, B05B5/025

(22)

Ingediend: **27.06.96**

(41)

Ingeschreven:
07.01.98 I.E. 98/03

(73)

Octrooihouder(s):
Technische Universiteit Delft te Delft.

(47)

Dagtekening:
07.01.98

(72)

Uitvinder(s):
Jean-Pascal Dominique Maurice Borra te Den Haag

(45)

Uitgegeven:
02.03.98 I.E. 98/03

(74)

Gemachtigde:
Drs. A. Kupecz c.s. te 1000 HB Amsterdam.

(54)

Werkwijze voor het bereiden van een poeder, een met de genoemde werkwijze bereid poeder, een elektrode en een inrichting voor toepassing bij de genoemde werkwijze.

(57)

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bereiden van een poeder, bij voorkeur onder gebruikmaking van elektrohydrodynamisch verstuiven, waarbij twee tegengesteld geladen aerosolstromen in contact worden gebracht. De uitvinding maakt de bereiding mogelijk van poeders met verschillende, controleerbare samenstellingen en vormen. In het bijzonder kan de werkwijze volgens de uitvinding worden gebruikt voor het uitvoeren van fysische en chemische reacties en maakt de bereiding mogelijk van poeders die tot op heden niet konden worden gemaakt. Daarenboven heeft de uitvinding ook betrekking op een elektrode en een inrichting voor het toepassen van de werkwijze volgens de uitvinding.

NL C 1003442

De inhoud van dit octrooi komt overeen met de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekeningen.

Werkwijze voor het bereiden van een poeder, een met de genoemde werkwijze bereid poeder, een elektrode en een inrichting voor toepassing bij de genoemde werkwijze

Deze uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bereiden van een poeder door het maken van een geladen aërosolstroom welke geladen, bij aanvang vloeibare deeltjes omvat en het tot poeder omzetten van de genoemde stroom.

Een dergelijke werkwijze is in de stand van de techniek welbekend. Door een vloeistof, welke een in een oplosmiddel opgeloste stof omvat, onder gebruikmaking van een hoge spanning door een nauwe opening te leiden, wordt een geladen aërosolstroom gemaakt die geladen vloeibare deeltjes omvat. Verdamping van het oplosmiddel resulteert in een fijn poeder met een relatief nauwe grootteverdeling. Deze werkwijze, bekend als elektrohydrodynamisch verstuiwen, is bijvoorbeeld geschikt voor de vervaardiging van polymere poeders gebruikt voor het elektrostatisch spuiten tijdens poeder-coaten.

De doelen van de onderhavige uitvinding zijn om de toepassingsmogelijkheden van de genoemde werkwijze uit te breiden, en in het bijzonder om een werkwijze te verschaffen die het mogelijk maakt poeders te bereiden die tot op heden niet konden worden gemaakt, en om de kwaliteit van onder gebruikmaking van de genoemde werkwijze gemaakte poeders te verbeteren. In deze aanvraag omvat de term "het bereiden van een poeder" ook de bereiding van poedermengsels.

Hiertoe wordt de werkwijze volgens de uitvinding gekenmerkt doordat de geladen aërosolstroom welke geladen deeltjes omvat in contact wordt gebracht met een tweede aërosolstroom die tegengesteld geladen deeltjes omvat onder oplevering van een gecombineerde aërosolstroom voor de vorming van poeder.

Derhalve verschaft de onderhavige uitvinding een werkwijze voor de bereiding van een poeder dat uit minder geladen of in hoofdzaak neutrale deeltjes bestaat en maakt bijvoorbeeld het gebruik van aërosolstromen met verschillende

1 0 0 3 4 4 2

samenstelling waardoor fysische en chemische reacties kunnen optreden en voor het bekleden van deeltjes.

De met de werkwijze volgens de stand van de techniek gemaakte geladen poeders neigen tot de vorming van agglomeraten, hetgeen ze minder geschikt maakt bij de vervaardiging van afgewerkte oppervlakken van hoge kwaliteit. De geladen deeltjes neigen ook tot het verstoppert van leidingen, hetgeen zowel bij de vervaardiging van het poeder als het gebruik ervan stoort. Derhalve verschaft de werkwijze volgens de uitvinding een poeder met een verbeterde industriële toepasbaarheid terwijl het daarenboven in een hogere opbrengst wordt verkregen.

Op het gebied van brandstofinjectie is het bekend om de verschijnselen bij het mengen van twee aerosolbrandstofstromen te bestuderen door het in contact brengen van twee gelijk geladen aerosolbrandstofstromen. (Dunn P.F. et al. the mixing of electrically-charged droplets between and within electrohydrodynamic fine sprays, J. Aerosol Sci. vol. 25, 0.6, pp. 1213-1227, 1994).

Het is ook bekend een homogeen mengsel te vervaardigen door het in contact brengen van geladen korrels met een tegengesteld geladen poeder (proefschrift van P. Vercoulen; Electrostatic processing of particles. Technische Universiteit Delft, Nederland). Hiertoe wordt een poeder, dat deeltjes in het micronbereik omvat, verstoven en vervolgens geladen, bijvoorbeeld onder gebruikmaking van een corona ontladingsapparaat, alvorens in contact te worden gebracht met tegengesteld geladen vaste korrels met een diameter in de orde van 2 mm. De deeltjesvormige uitgangsmaterialen werden onder gebruikmaking van conventionele technieken vervaardigd, d.w.z. malen.

Volgens een voorkeursuitvoeringsvorm van de uitvinding wordt de hoeveelheid lading van de eerste aerosolstroom en de hoeveelheid lading van de tweede aerosolstroom gecontroleerd om een in hoofdzaak neutraal poeder op te leveren.

Aldus kan een hogere opbrengst aan poeder worden bereikt dan tot op heden haalbaar was.

Volgens een voorkeursuitvoeringsvorm worden de deeltjes van tenminste de eerste aerosolstroom die geladen

1003442

deeltjes omvat gemaakt door elektrohydrodynamisch verstuiwen.

Elektrohydrodynamisch verstuiwen maakt het mogelijk geladen aërosolstromen te maken met goed gedefinieerde deeltjesgrootteverdelingen, waarbij de vloeibare deeltjes worden geladen op het moment dat het deeltje wordt gevormd, d.w.z. de druppeltjes hoeven niet naderhand in een afzonderlijke opaadstap te worden opgeladen.

Volgens een voorkeursuitvoeringsvorm omvat de eerste aërosolstroomdeeltjes die een oplosmiddel en een opgeloste stof omvatten, waarbij het genoemde oplosmiddel verdampt onder oplevering van een in hoofdzaak droog poeder.

Dit maakt de vervaardiging van een poedermengsel mogelijk dat geladen deeltjes omvat met een identieke samenstelling maar met tegengestelde lading, een poedermengsel dat geladen deeltjes omvat met verschillende samenstelling, wanneer aërosolstromen met verschillende samenstelling worden gebruikt, en tegengestelde lading. Een andere mogelijkheid is de vervaardiging van een poeder dat twee of meer verbonden subeenheden omvat. Deze werkwijze wordt gekenmerkt doordat een deel van het oplosmiddel van de eerste aërosolstroom wordt verdampt onder oplevering van een eerste aërosolstroom bestaande uit vaste, kleverige geladen deeltjes die in contact wordt gebracht met de tweede geladen aërosolstroom die vaste geladen deeltjes omvat, resulterend in de gecombineerde aërosolstroom die wordt omgezet tot een in hoofdzaak droog poeder. Aldus is het mogelijk aërosoldeeltjes te maken met een specifieke vorm, waarbij de subeenheden dezelfde of een verschillende samenstelling hebben.

Een uitvoeringsvorm van de werkwijze volgens de uitvinding die een bijzondere voorkeur geniet wordt gekenmerkt doordat, bij contact, de eerste en de tweede aërosolstroom geladen vloeibare deeltjes omvatten.

Deze uitvoeringsvorm maakt het optreden van een grote verscheidenheid aan fysische en chemische reacties mogelijk.

Met voordeel omvat de werkwijze volgens de uitvinding, na het in contact brengen van de eerste aërosolstroom met de tweede aërosolstroom, het scheiden van deeltjes met de gewenste samenstelling volgens hun lading/massaverhouding.

1 0 0 3 4 4 2

Aangezien de hoeveelheid lading evenredig is met de massa van het deeltje (of, in het geval van een deeltje dat een verdampend oplosmiddel bevat, met de massa van de opgeloste stof), wordt de samenstelling van het deeltje weerspiegeld in de lading/massaverhouding van het gevormde deeltje.

Nog een andere werkwijze voor het vervaardigen van een poeder volgens de uitvinding die de voorkeur geniet wordt gekenmerkt doordat ten minste de eerste aërosolstroom, welke grotere deeltjes en satellietdeeltjes omvat, wordt onderworpen aan een deeltjesscheidingsstap onder oplevering van een in hoofdzaak monodisperse aërosolstroom waarna de in hoofdzaak monodisperse aërosolstroom in contact wordt gebracht met de tegengesteld geladen aërosolstroom.

Deze uitvoeringsvorm, die met name bruikbaar is bij elektrohydrodynamisch verstuiven, verschaft de vervaardiging van een poeder met een nog smallere deeltjesgrootteverdeling. In overeenstemming daarmee geniet het de voorkeur dat zowel de eerste als de tweede aërosolstroom aan de deeltjesscheidingsstap worden onderworpen.

Volgens een gunstige uitvoeringsvorm wordt de scheidingsstap uitgevoerd onder gebruikmaking van een geaarde elektrode. De geaarde elektrode, die nabij of in dat deel van de aërosolstroom wordt geplaatst waar de deeltjes die moeten worden verwijderd voorbij komen en op afstand geplaatst van de gewenste deeltjes, dient als een eenvoudig en doelmatig middel om de ongewenste deeltjes aan te trekken en te verwijderen. Aldus wordt een aan de gewenste deeltjes verrijkte aërosolstroom verkregen en vervolgens in contact gebracht met de tegengesteld geladen aërosolstroom.

De uitvinding heeft ook betrekking op een ceramisch precursorpoeder, een polymeer bevattend poeder en een poeder dat een farmaceutische verbinding bevat, bijvoorbeeld een bekleed poeder, alsmede een farmaceutisch preparaat dat een dergelijk farmaceutische verbinding-bevattend poeder tezamen met een farmaceutisch aanvaardbare drager of verdunningsmiddel bevat.

Bovendien heeft de uitvinding betrekking op een werkwijze voor het vervaardigen van een ceramisch produkt gekenmerkt doordat een ceramisch precursorpoeder volgens de

1 0 0 3 4 4 2

uitvinding wordt gesinterd.

De uitvinding maakt de bereiding van zeer fijne
ceramische precursorpoeders mogelijk zonder malen alsmede
poeders met samenstellingen die tot op heden niet of slechts
5 met grote moeilijkheden konden worden verkregen. Indien de
hierboven genoemde scheidingsstap wordt uitgevoerd, onder
oplevering van twee aërosolstromen die uit satellietdruppel-
tjes bestaan, kunnen de zeer gewenste ceramische precursor
nanodeeltjes worden verkregen, geschikt voor defectvrije
10 ceramische produkten.

Tenslotte heeft de uitvinding betrekking op een
inrichting voor het uitvoeren van de werkwijze volgens de
uitvinding, welke een elektrode omvat met een inlaat en een
uitlaat, een kanaal dat de inlaat en de uitlaat verbindt, de
15 uitlaat een opening is in het midden van een elektrisch
geleidend gebied die uitmondt in een kamer, het elektrisch
geleidende gebied wordt begrensd door een barrière, de ge-
noemde barrière voorkomt dat vloeistof buiten het elektrisch
geleidende oppervlak stroomt en de kamer een tegenelektrode
20 bezit alsmede een afvoeropening voor een door elektrohydrody-
namisch verstuiven gevormd produkt.

De inrichting wordt gekenmerkt doordat de kamer een
mengkamer is en de inrichting is voorzien van een tweede
elektrode met een in de kamer uitmondende opening.

25 De uitvinding zal hierna in nader detail worden
uitgelegd onder verwijzing naar de tekening, waarin de enige
figuur een schematische dwarsdoorsnede voorstelt van een
inrichting voor gebruik bij de werkwijze volgens de uitvin-
ding.

30 De onderhavige uitvinding verschaft een werkwijze
voor het in contact brengen van een eerste geladen aërosol-
stroom die geladen deeltjes omvat met een tweede aërosol-
stroom die tegengesteld geladen deeltjes omvat in een mengzo-
ne resulterend in een gecombineerde aërosolstroom die vervol-
35 gens tot een poeder wordt omgezet. Deeltjes van een aërosol-
stroom hebben een diameter van 100 μm of minder - gewoonlijk
in het micronbereik.

Met voordeel wordt de eerste geladen aërosolstroom
gemaakt onder gebruikmaking van elektrohydrodynamisch ver-

1003442

stuiven, welke werkwijze in het vak welbekend is. Een vloeistof A wordt via een kanaal 1 door een nauwe opening 2, bijvoorbeeld met een diameter van 0,2 mm, van een mondstuk 3 geleid. Een hoge spanning, kenmerkend 5 - 30 kV, wordt over het mondstuk 3 en een ringvormige geaarde tegenelektrode 4 aangelegd. De hoge spanning versnelt de vloeistof A door kanaal 1 en richting de ringvormige tegenelektrode 4. Bij de opening 1 ontstaat een vloeistofstraal B, die opbreekt in geladen druppeltjes welke een conusvormige druppeltjesstroom vormen met een nauwe grootte-, ladingsdichtheid- en snelheidsverdeling. Vanwege hun aanvangssnelheid komen de druppeltjes niet bij de tegenelektrode 4 aan. Tijdens het opbreekproces worden ook kleinere druppeltjes, bekend als satellietdruppeltjes, gevormd, hetgeen resulteert in een bimodale deeltjesgrootteverdeling. Deze satellietdruppeltjes, die erg klein zijn, komen in de buitenomtrek van de conusvormige aerosolstroom terecht.

Indien gewenst is het mogelijk één van beide soorten druppeltjes te verwijderen door geschikte plaatsing van een geaarde elektrode 5 nabij de baan ervan, bijvoorbeeld op plaats C voor het verwijderen van de satellietdruppeltjes of op plaats D voor het verwijderen van de grotere druppeltjes.

De geladen aerosolstroom die geladen druppeltjes omvat wordt in contact gebracht met een tegengesteld geladen aerosolstroom in mengzone 6. Deze tweede aerosolstroom kan vloeibare deeltjes, d.w.z. druppeltjes, of vaste deeltjes omvatten.

Tengevolge van de tegengestelde lading van de deeltjes van elke aerosolstroom, trekken de deeltjes van de verschillende aerosolstromen elkaar aan en verenigen zich, onder vorming van minder geladen en zelfs neutrale deeltjes.

Met voordeel wordt de hoeveelheid lading van de eerste aerosolstroom en de hoeveelheid lading van de tweede aerosolstroom geregeld om een neutraal poeder op te leveren. Dit kan op verscheidene wijzen worden bereikt, waarvan twee worden besproken. Ten eerste dient de hoeveelheid lading per seconde van de eerste aerosolstroom gelijk te zijn aan de hoeveelheid lading per seconde van de tweede aerosolstroom. Ten tweede, indien één van de stromen uit zeer veel fijne

deeltjes bestaat in vergelijking met de deeltjes van de andere stroom, zullen veel fijne deeltjes nodig zijn om een groot deeltje te neutraliseren, hetgeen een nauwkeurige neutralisatie van het grote deeltje mogelijk maakt. Aldus kan
 5 het mogelijk zijn de opbrengst aan neutrale deeltjes te verhogen. Een aerosolstroom die veel kleine deeltjes omvat kan worden verkregen onder benutting van het Rayleigh opbreekverschijnsel, dat optreedt wanneer de ladingsdichtheid in een deeltje te hoog wordt, tengevolge van verdampen van
 10 een oplosmiddel. De zeer fijne deeltjes kunnen in overmaat worden gebruikt, waarbij men het restant verloren laat gaan. Om het restant verloren te laten gaan kan een geladen elektrode worden gebruikt en met voordeel omvatten de zeer fijne deeltjes alleen vluchtig oplosmiddel.

15 Het mengen van de aerosolstromen kan worden verbeterd door het toevoeren van een gas G, gewoonlijk een inert gas, aan de mengzone 6 waar de eerste en de tweede aerosolstroom in contact worden gebracht. De gasstroom verschaft ook een geriefelijke wijze voor het afvoeren van het gevormde
 20 poeder. Het gas G kan door inlaten 9 worden toegevoerd en voorkomt de ophoping van ruimteladingen voor de mondstukken 3, wat zou resulteren in een toename van de elektrische veldsterkte en instabiele aerosolstromen.

De werkwijze volgens de uitvinding resulteert in een
 25 poeder dat minder geladen of in hoofdzaak neutrale deeltjes omvat. Geladen produktdeeltjes kunnen worden verwijderd onder gebruikmaking van een geaarde elektrode onder oplevering van een produktstroom die in hoofdzaak uit neutrale deeltjes bestaat, of worden geclasseerd afhankelijk van hun la-
 30 ding/massaverhouding onder gebruikmaking van geladen elektroden 10a, 10b. Een dergelijke scheiding kan zeer waardevol zijn, bijvoorbeeld om deeltjes met een gewenste samenstelling te selecteren. De bereiding van poeders met uiteenlopende samenstelling zal hieronder worden beschreven.

35 Zoals eerder bovengenoemd, kan de tweede aerosolstroom vloeibare deeltjes, d.w.z. druppeltjes, of vaste deeltjes omvatten. Indien de tweede aerosolstroom vaste deeltjes omvat kunnen deze tribologisch zijn geladen of door bijvoorbeeld gebruik te maken van een corona ontladingsappa-

raat. Echter, bij voorkeur wordt de tweede aërosolstroom (zowel voor vloeibare als vaste deeltjes) door elektrohydrodynamisch verstuiven gemaakt, zoals te zien in de figuur, waarbij delen aangegeven met verwijzingscijfers met een
 5 apostrof corresponderen met de eerdergenoemde met hetzelfde cijfer. Onder gebruikmaking van een opgeloste stof bevattende vloeistof, resulteert verdamping van het oplosmiddel vóór het in contact brengen van de stroom snel en doelmatig in geladen vaste deeltjes.

10 Indien de eerste aërosolstroom uit vloeistofdeeltjes bestaat bij het in contact brengen met de tweede aërosolstroom, is het mogelijk om beklede deeltjes te vervaardigen. Beklede deeltjes zijn bijvoorbeeld van belang bij de bereiding van farmaceutische preparaten, bijvoorbeeld voor de
 15 snelle, vertraagde of langdurige afgifte van een farmaceutisch actieve verbinding. Wanneer wordt gewenst om een vloeistofdeeltje te bekleden, kan het nodig zijn een oppervlakte-actieve stof op te nemen.

20 Het in contact brengen van de eerste geladen aërosolstroom met een tweede geladen aërosolstroom van vloeistofdeeltjes opent een heel scala mogelijkheden om deeltjes met uiteenlopende samenstelling te vervaardigen.

25 Volgens een voorkeursuitvoering omvat de vloeistof van de eerste aërosolstroom een eerste agens en de vloeistof van de tweede aërosolstroom een tweede agens. Aldus is het mogelijk om veel fysische en chemische reacties in zeer kleine druppeltjes uit te voeren.

30 Indien, bijvoorbeeld, de vloeistoffen van de eerste en de tweede aërosolstroom mengbaar zijn, kunnen homogene fysische of chemische processen in elk nieuw gevormd druppeltje optreden. Indien de vloeistoffen niet-mengbaar zijn kunnen heterogene processen optreden. Kenmerkende fysische processen omvatten precipitatie en kristallisatie. Derhalve kan de werkwijze volgens de uitvinding, bijvoorbeeld, resulteren in deeltjes welke elk een amorf mengsel omvatten van
 35 verbindingen die oorspronkelijk in elk van de aërosolstromen aanwezig waren, of een kristal. Op deze wijze is het bijvoorbeeld mogelijk om ceramische precursorpoeders te bereiden. Onder de ceramische precursorpoeders kunnen die voor de

1003442

vervaardiging van hoge temperatuursupergeleiders worden genoemd.

Een potentieel bruikbare uitvoeringsvorm omvat het in contact brengen van een water-mengbaar organisch oplosmid-
5 del dat een niet of nauwelijks in water oplosbaar polymeer omvat met een tegengesteld geladen waterige aerosolstroom, waarbij het water ervoor zorgt dat het polymeer neerslaat. Een andere eenvoudige wijze om een precipitaat te verkrijgen is door gebruik te maken van een basische en een zure vloeistof voor de respectievelijke aerosolstromen indien de oplos-
10 baarheid van de opgeloste stof pH afhankelijk is.

Een voorkeursuitvoering van de werkwijze volgens de uitvinding wordt gekenmerkt doordat de vloeistof van de eerste aerosolstroom een eerste reagens en de vloeistof van
15 de tweede aerosolstroom een tweede reagens omvatten en de reactie een chemische reactie is. In de onderhavige aanvraag omvat de term "reagens" ook chemische of biologische katalysatoren, bijvoorbeeld een enzym.

Tengevolge van chemische reacties kan het produkt-
20 deeltje een nieuwe verbinding bevatten. De chemische reactie kan vrijwel elke chemische reactie zijn, bijvoorbeeld een polymerisatiereactie.

In het geval van een heterogene reactie maakt de uitvinding de bereiding mogelijk van verbindingen die niet
25 doelmatig kunnen worden verkregen door vloeistoffen in bulk te mengen, bijvoorbeeld vanwege de vorming van een vast reactieprodukt dat de reactie van overgebleven reagentia verhindert.

De uitvinding heeft ook betrekking op een elektrode,
30 geschikt voor gebruik bij de werkwijze volgens de uitvinding onder gebruikmaking van elektrohydrodynamisch verstuiven, met een inlaat en een uitlaat, een kanaal dat de inlaat en de uitlaat verbindt, waarbij de uitlaat een opening is in het midden van een elektrisch geleidend gebied 7, waarbij het
35 elektrisch geleidende gebied 7 wordt begrensd door een barrière, en de genoemde barrière het stromen van vloeistof buiten het elektrisch geleidende gebied 7 verhindert.

Volgens de uitvinding wordt de elektrode gekenmerkt doordat het elektrisch geleidende gebied 7 wordt omringd door

1 0 0 3 4 4 2

een tweede gebied 8 van elektrisch geleidend materiaal, dat zich naar buiten toe over ten minste 1 mm in radiale richting van de genoemde barrière uitstrekt, bij voorkeur over een afstand van ten minste de helft van de straal van het genoemde eerste gebied.

5 Aldus wordt een meer homogeen elektrisch veld opgewekt, met een verkleinde radiale component van het elektrische veld, nabij het mondstuk 3. Dit is zeer belangrijk om elektrische ontladingen te vermijden die zouden resulteren in een verstoorde menging van de eerste en de tweede aerosolstroom. Het gebruik van de genoemde elektrode verbetert de grootte-, ladingsdichtheid- en snelheidsverdeling van een onder gebruikmaking van de genoemde elektrode gemaakte aerosolstroom. Daarnaast maakt de elektrode het gebruik mogelijk van vloeistoffen met hogere geleidbaarheden in vergelijking met elektroden volgens de stand van de techniek.

De barrière kan, zoals te zien in de figuur, een uitsparing zijn, waarvan de wand bijvoorbeeld onder een hoek van 90° ten opzichte van het eerste gebied verloopt. Bij voorkeur liggen het eerste en het tweede gebied in hetzelfde vlak. Met voordeel zijn zij elektrisch verbonden.

Uit het bovenstaande dient duidelijk te zijn, dat de werkwijze volgens de uitvinding kan worden gebruikt voor het vervaardigen van een poeder dat een mengsel van losse geladen deeltjes met verschillende of dezelfde samenstelling omvat, een poeder bestaande uit minder geladen of in hoofdzaak neutrale deeltjes waarbij elk deeltje elk van de gebruikte bestanddelen omvat, of een poeder dat uit deeltjes bestaat die een niet in de uitgangsmaterialen aanwezige verbinding omvatten.

De onderhavige uitvinding maakt de vervaardiging van poeders mogelijk die tot op heden alleen konden worden verkregen onder gebruikmaking van emulsietechnieken, welke de verdamping/verwijdering van het oplosmiddel vereisten, hetgeen de technieken omslachtig en duur maakt.

De uitvinding kan ook worden gebruikt om de grootte, structuur en vorm van de deeltjes die het poeder vormen te controleren. Door de verdampingssnelheid van een gebruikt oplosmiddel te controleren, kan de terzakekundige poeders

1 0 0 3 4 4 2

maken bestaande uit, bijvoorbeeld, poreuze, holle of massieve deeltjes. Poreuze of amorfe deeltjes kunnen worden toegepast als katalysatoren. Voor beklede deeltjes kan de dikte van de bekleding worden gecontroleerd door geschikte keuze van de opgeloste stofconcentratie en druppelgrootte. De verdampings-
 5 snelheid kan worden gecontroleerd door een geschikte keuze van oplosmiddel, verwarmen (microgolf, met een bepaalde temperatuur toegevoerd gas), geschikte keuze van de aërosolstromen enz., zoals bij terzakekundigen welbekend.

10 Het zal voor de terzakekundige duidelijk zijn dat de onderhavige uitvinding, zoals geclaimd in de bijgaande conclusies, op vele wijzen kan worden toegepast. Zo kan, indien wordt gesproken over een vloeistof, de vloeistof ook een gesmolten vaste stof zijn. Het is mogelijk de groottever-
 15 deling van een aërosolstroom te verbeteren door, bijvoorbeeld, een hoogfrequente wisselspanning bovenop de constante spanning te superponeren.

Rayleigh-opbreken kan worden gebruikt om druppeltjes te maken die nog kleiner zijn dan satellietdruppeltjes en
 20 maakt derhalve de vervaardiging van uitermate fijne poeders mogelijk. Bij voorkeur wordt een scheidingsstap uitgevoerd voordat de aërosolstroom in contact wordt gebracht met de tweede aërosolstroom, zoals hierboven beschreven.

Naast die welke reeds zijn genoemd, zullen de poeders volgens de uitvinding veel andere toepassingen hebben,
 25 bijvoorbeeld voor ijkdoeleinden en als entmateriaal.

Voor het opschalen van de werkwijze volgens de uitvinding kan een matrix van mondstukken worden gebruikt, bijvoorbeeld rijen mondstukken met afwisselend een rij voor
 30 positief geladen aërosolstromen en een rij voor negatief geladen aërosolstromen. Met voordeel worden de mondstukken uit slechts één bron met vloeistof gevoed, of in het geval van verschillende vloeistoffen, uit twee bronnen, en evenzo kan de spanning worden geleverd onder gebruikmaking van
 35 slechts één voedingsbron voor elke polariteit.

De inrichting volgens de uitvinding kan worden voorzien van een bewegende tegenelektrode en/of elektrode voor het verwijderen van geladen deeltjes, bijvoorbeeld uitgevoerd als een transportband. Deeltjes die eventueel aan

1 0 0 3 4 4 2

de elektrode hechten worden buiten de mengzone gebracht,
bijvoorbeeld buiten de kamer, en - afhankelijk van het soort
gevormd poeder - hergebruikt of afgevoerd.

1 0 0 3 4 4 2

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het bereiden van een poeder door het maken van een geladen aërosolstroom welke geladen, bij aanvang vloeibare deeltjes omvat en het tot poeder omzetten van de genoemde stroom, **met het kenmerk**, dat de geladen
5 aërosolstroom welke geladen deeltjes omvat in contact wordt gebracht met een tweede aërosolstroom die tegengesteld geladen deeltjes omvat onder oplevering van een gecombineerde aërosolstroom voor de vorming van poeder.

2. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens conclusie 1, **met het kenmerk**, dat de hoeveelheid lading van de eerste aërosolstroom en de hoeveelheid lading van de tweede aërosolstroom worden gecontroleerd om een in hoofdzaak
10 neutraal poeder op te leveren.

3. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens conclusie 1 of 2, **met het kenmerk**, dat de deeltjes van ten minste de eerste aërosolstroom die geladen deeltjes omvat worden gemaakt door elektrohydrodynamisch verstuiven.
15

4. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens één van de voorgaande conclusies, **met het kenmerk**, dat de eerste aërosolstroom deeltjes omvat die een oplosmiddel en een opgeloste stof omvatten, waarbij het genoemde oplosmiddel
20 verdampt onder oplevering van een in hoofdzaak droog poeder.

5. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens conclusie 4, **met het kenmerk**, dat de eerste aërosolstroom en de tweede aërosolstroom in contact worden gebracht voordat het oplosmiddel verdampt is.
25

6. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens één van de voorgaande conclusies, **met het kenmerk**, dat, bij contact, de eerste en de tweede aërosolstroom vloeibare geladen vloeibare deeltjes omvatten.
30

7. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens conclusie 6, **met het kenmerk**, dat de eerste aërosolstroom wordt gemaakt onder gebruikmaking van een vloeistof die mengbaar is met de vloeistof gebruikt voor het maken van de tweede aërosolstroom, hetgeen het mogelijk maakt dat na
35 contact een homogene reactie optreedt.

1 0 0 3 4 4 2

8. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens conclusie 6, **met het kenmerk**, dat de eerste aerosolstroom wordt gemaakt onder gebruikmaking van een vloeistof die niet mengbaar is met de vloeistof gebruikt voor het maken van de tweede aerosolstroom, hetgeen het mogelijk maakt dat na contact een heterogene reactie optreedt.

9. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens conclusie 7 of 8, **met het kenmerk**, dat de vloeistof van de eerste aerosolstroom een eerste reagens en de vloeistof van de tweede aerosolstroom een tweede reagens omvat en de reactie een chemische reactie omvat.

10. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens één van de voorgaande conclusies, **met het kenmerk**, dat ten minste de eerste aerosolstroom, welke grotere deeltjes en satellietdeeltjes omvat, wordt onderworpen aan een deeltjesscheidingsstap onder oplevering van een in hoofdzaak monodisperse aerosolstroom waarna de in hoofdzaak monodisperse aerosolstroom in contact wordt gebracht met de tegengesteld geladen aerosolstroom.

11. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens conclusie 10, **met het kenmerk**, dat zowel de eerste als de tweede aerosolstroom aan de deeltjesscheidingsstap worden onderworpen.

12. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens conclusie 10 of 11, **met het kenmerk**, dat de scheidingsstap wordt uitgevoerd onder gebruikmaking van een gearrede elektrode.

13. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens conclusie 5, **met het kenmerk**, dat een deel van het oplosmiddel van de eerste aerosolstroom wordt verdampt onder oplevering van een eerste aerosolstroom bestaande uit vaste, kleverige geladen deeltjes die in contact wordt gebracht met de tweede geladen aerosolstroom die vaste geladen deeltjes omvat, resulterend in de gecombineerde aerosolstroom die wordt omgezet tot een in hoofdzaak droog poeder.

14. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens één van de voorgaande conclusies, **met het kenmerk**, dat, na het in contact brengen van de eerste aerosolstroom met de tweede aerosolstroom, deeltjes met de gewenste samen-

1003442

stelling worden afgescheiden volgens hun lading/massaverhouding.

15. Werkwijze voor het bereiden van een poeder volgens één van de voorgaande conclusies, **met het kenmerk**, dat in hoofdzaak neutrale deeltjes van in hoofdzaak geladen deeltjes worden afgescheiden.

16. Poeder bereid volgens één van de conclusies 1 - 15, **met het kenmerk**, dat het poeder een ceramisch precursorpoeder is.

17. Poeder bereid volgens één van de conclusies 1 - 15, **met het kenmerk**, dat het poeder een polymeer bevattend poeder is.

18. Poeder bereid volgens één van de conclusies 1 - 15, **met het kenmerk**, dat het poeder een poeder is dat een farmaceutische verbinding omvat.

19. Poeder bereid volgens één van de conclusies 8, **met het kenmerk**, dat het de farmaceutische verbinding omvattende poeder een bekleed poeder is.

20. Poeder bereid volgens één van de conclusies 1 - 15, **met het kenmerk**, dat het poeder een katalysator bevattend poeder is.

21. Werkwijze voor het bereiden van een ceramisch produkt, **met het kenmerk**, dat het ceramische precursorpoeder volgens conclusie 16 wordt gesinterd.

22. Farmaceutisch preparaat dat een poeder met ten minste één farmaceutisch actieve verbinding omvat, **met het kenmerk**, dat het poeder een poeder is volgens conclusie 18 of 19, tezamen met een farmaceutisch aanvaardbare drager of verdunningsmiddel.

23. Elektrode, geschikt voor gebruik bij de werkwijze volgens één van de conclusies 3 - 15, met een inlaat en een uitlaat, een kanaal dat de inlaat en de uitlaat verbindt, waarbij de uitlaat een opening is in het midden van een elektrisch geleidend gebied, waarbij het elektrisch geleidende gebied wordt begrensd door een barrière, de genoemde barrière het stromen van vloeistof buiten het elektrisch geleidende gebied verhindert, **met het kenmerk**, dat het elektrisch geleidende gebied wordt omringd door een tweede gebied van elektrisch geleidend materiaal, dat zich naar buiten toe

over ten minste 1 mm in radiale richting vanaf de genoemde barrière uitstrekt.

24. Elektrode volgens conclusie 23, **met het kenmerk**, dat het tweede gebied zich over een afstand van ten minste de helft van de straal van het genoemde eerste gebied uitstrekt.

25. Inrichting voor het uitvoeren van de werkwijze volgens één van de conclusies 1 - 15, welke een elektrode omvat met een inlaat en een uitlaat, een kanaal dat de inlaat en de uitlaat verbindt, de uitlaat een opening is in het midden van een elektrisch geleidend gebied die uitmondt in een kamer, het elektrisch geleidende gebied wordt begrensd door een barrière, de genoemde barrière voorkomt dat vloeistof buiten het elektrisch geleidende oppervlak stroomt en de kamer een tegenelektrode bezit alsmede een afvoeropening voor een door elektrohydrodynamisch verstuiven gevormd produkt, **met het kenmerk**, dat de kamer een mengkamer is en de inrichting is voorzien van een tweede elektrode met een opening die in de kamer uitmondt.

1003442

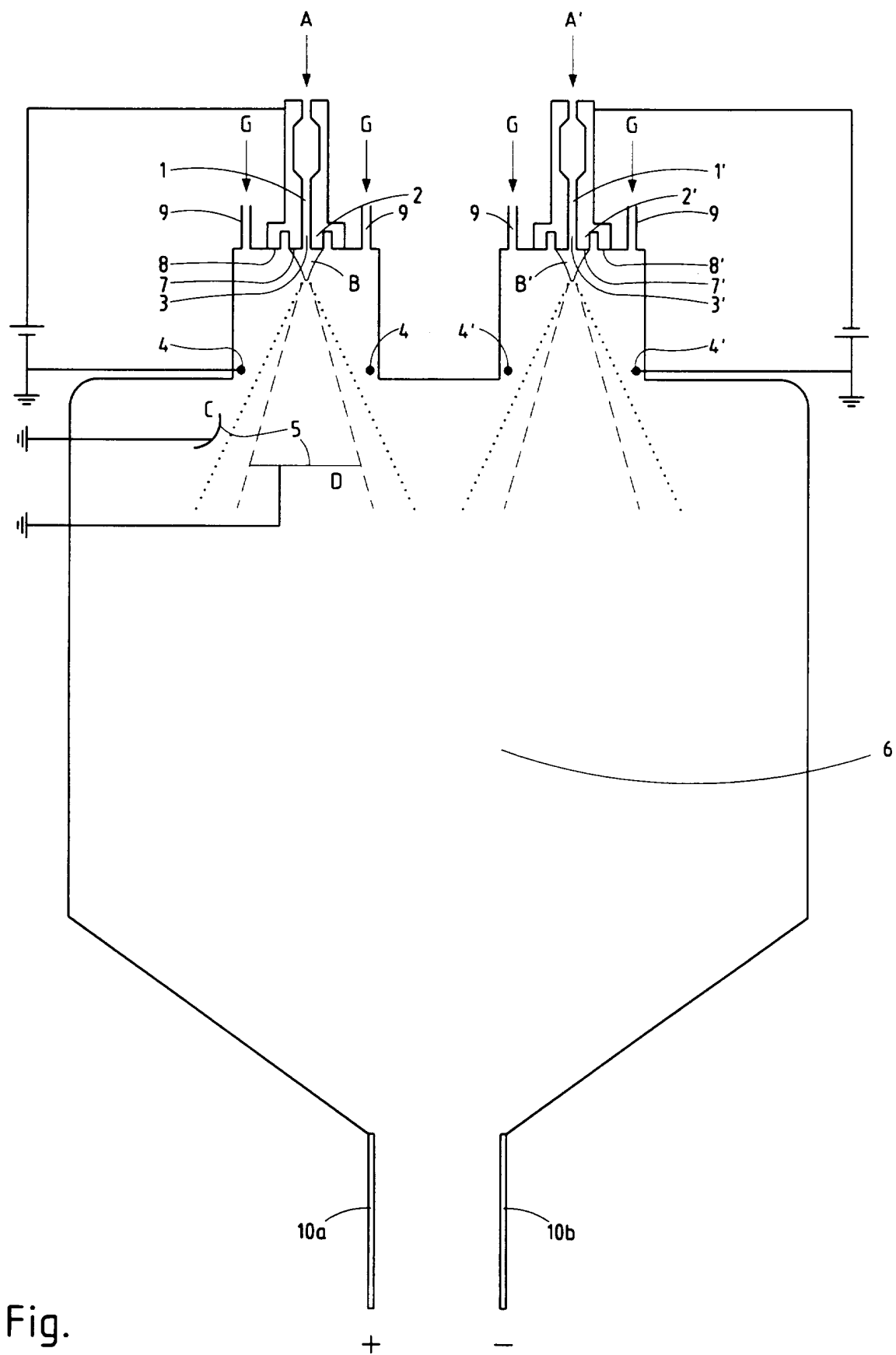


Fig.

1003442



RAPPORT BETREFFENDE HET ONDERZOEK NAAR DE STAND VAN DE TECHNIEK

Octrooiaanvraag Nr.:

NO 133592

NL 1003442

VAN BELANG ZIJNDE LITERATUUR			
Categorie	Vermelding van literatuur met aanduiding voor zover nodig, van speciaal van belang zijnde passages	Van belang voor conclusie(s) Nr.:	Internationale classificatie (toegekend door de Octrooiraad)
X	FR 1 360 193 A (SOCIETE ANONYME DE MACHINES ELECTROSTATIQUES (SAMES))	1-3,6, 12,15, 23-25	B01J2/02 B01J2/00 B05B5/08
Y	* bladzijde 3, linker kolom, alinea 5 - rechter kolom, alinea 3; figuur 4 *	1,7	B01J14/00 B01J19/08
Y	DE 31 26 854 A (NUKEM GMBH) * bladzijde 4 *	1,7	
A	* bladzijde 8, regel 1 - bladzijde 10, alinea 1; voorbeelden *	9,17,18, 21,22	
X	US 2 685 537 A (RUSELL PAUL DUNMIRE) * het gehele document *	1,3,5, 18,19	
X	US 4 383 767 A (MORIO JIDO) * figuur 1 *	1,3,6,23	
			Onderzochte gebieden van de techniek
			B01J B05B
Indien gewijzigde conclusies zijn ingediend, heeft dit rapport betrekking op de conclusies ingediend op :			
Plaats van onderzoek 'S-GRAVENHAGE		Datum waarop het onderzoek werd voltooid 14 Maart 1997	Voerder (EOB) Van Belleghem, W
CATEGORIE VAN DE VERMELENDE LITERATUUR X : op zichzelf van bijzonder belang Y : van bijzonder belang in samenhang met andere documenten van dezelfde categorie A : achtergrond van de stand van de techniek O : verwijzend naar niet op schrift gestelde stand van de techniek P : literatuur gepubliceerd tussen voorraags- en indieningsdatum T : niet tijdig gepubliceerde literatuur over theorie of principe ten grondslag liggend aan de uitvinding E : andere octrooi-publicatie maar gepubliceerd op of na indieningsdatum D : in de aanvraag genoemd L : om andere redenen vermelde literatuur & : lid van dezelfde octrooifamilie, corresponderende literatuur document			

**AANHANGSEL BEHORENDE BIJ HET RAPPORT BETREFFENDE
HET ONDERZOEK NAAR DE STAND VAN DE TECHNIEK,
UITGEVOERD IN DE OCTROOIAANVRAGE NR.**

NO 133592
NL 1003442

Het aanhangsel bevat een opgave van elders gepubliceerde octrooiaanvragen of octrooien (zogenaamde leden van dezelfde octrooifamilie), die overeenkomen met octrooischriften genoemd in het rapport.

De opgave is samengesteld aan de hand van gegevens uit het computerbestand van het Europees Octrooibureau per

De juistheid en volledigheid van deze opgave wordt noch door het Europees Octrooibureau, noch door de Octrooiraad gegarandeerd ;
de gegevens worden verstrekt voor informatiedoeleinden.

14-03-1997

In het rapport genoemd octrooigeschrift	Datum van publicatie	Overeenkomend(e) geschrift(en)	Datum van publicatie
FR 1360193 A	12-08-64	GEEN	
DE 3126854 A	27-01-83	GEEN	
US 2685537 A	03-08-54	GEEN	
US 4383767 A	17-05-83	JP 1130106 C	17-01-83
		JP 56065627 A	03-06-81
		JP 57028289 B	16-06-82