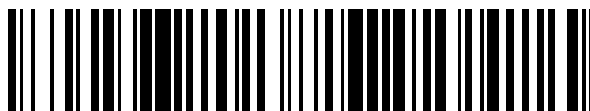


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 578 055**

51 Int. Cl.:

B22F 9/12	(2006.01)	C01B 21/06	(2006.01)
B22F 9/28	(2006.01)	C01G 9/03	(2006.01)
B01J 12/02	(2006.01)		
B22F 9/30	(2006.01)		
C01B 13/18	(2006.01)		
C01B 13/20	(2006.01)		
B01J 19/26	(2006.01)		
B01J 4/00	(2006.01)		
B01J 19/12	(2006.01)		
B22F 1/00	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2013 E 13731162 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.04.2016 EP 2841226**

54 Título: **Aparato y método para fabricar partículas**

30 Prioridad:

27.04.2012 NO 20120493

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

20.07.2016

73 Titular/es:

**REACTIVE METAL PARTICLES AS (100.0%)
Neslia 1
1344 Haslum, NO**

72 Inventor/es:

RUUD, EIRIK

74 Agente/Representante:

LAZCANO GAINZA, Jesús

ES 2 578 055 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

Aparato y método para fabricar partículas

5 La presente invención se refiere a un aparato y método para fabricar partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas en base a la evaporación del gas inerte.

Antecedentes

10 Actualmente hay un fuerte interés hacia las partículas con dimensiones en el orden de un micrómetro o menos debido a sus grandes áreas superficiales y a sus altas actividades químicas correspondientes que las hacen adecuadas para una gama de aplicaciones. Por ejemplo, para las partículas submicrónicas o nanométricas de metal se han encontrado muchas aplicaciones es decir, en campos de la biomedicina, óptica y electrónica. Aunque las partículas de tal tamaño han existido anteriormente, las nanopartículas han recibido un esfuerzo de investigación intensivo en los últimos años a causa de fenómenos inusuales, por ejemplo los fenómenos de efecto cuántico, cuyas nanopartículas son susceptibles a exhibirse.

20 Los métodos de síntesis para las partículas submicrónicas o nanopartículas pueden dividirse en tres grupos principales: El primer grupo se basa en la fase líquida e involucra reacciones químicas en solventes para la fabricación de las partículas, usualmente como coloides. El segundo grupo se basa en el crecimiento superficial de las partículas bajo condiciones de vacío mediante la atomización de un material de alimentación y haciendo que los átomos se dispersen hacia una superficie de deposición. El tercer grupo se basa en la síntesis de la fase gaseosa y es el objeto de la presente solicitud de patente.

25 Técnica anterior

Existen varios métodos conocidos de fabricación de partículas submicrónicas y nanométricas en base a una primera etapa de conversión de un sólido metálico en su fase de vapor correspondiente, seguido por una segunda etapa subsecuente de condensación controlada de la fase de vapor para formar numerosas nanopartículas pequeñas y/o partículas submicrónicas. Estos métodos se distinguen mutuamente por diferentes aproximaciones para implementar sus primeras y segundas etapas. La primera etapa puede, por ejemplo, implementarse mediante la evaporación térmica, la descarga de plasma inductivamente acoplado, la descarga de arco y la electroexplosión. La segunda etapa puede, por ejemplo, implementarse por medio de condensaciones del gas inerte.

35 Otros ejemplos de fabricación de nanopartículas a presión atmosférica emplea la descarga de plasma inductivamente acoplado y la electroexplosión, por ejemplo en una manera como se describe en la WO01/58625A1, la US2007/0221635, la US2007/0101823 y en la US 5665277. La repentina caída de temperatura se logra contemporáneamente de varias maneras:

- 40 (i) mediante el supercalentamiento del vapor localmente en un entorno frío, después de eso el vapor formado se expande hacia afuera en su entorno frío circundante por lo que se enfría;
- (ii) un flujo de fluidos de enfriamiento introducido en la región por donde el vapor se supercalienta localmente, en donde el flujo de gas transporta algo del vapor con este, y se produce la nucleación para formar nanopartículas en el gas de enfriamiento;
- 45 (iii) el vapor supercalentado, más comúnmente en forma de una antorcha de plasma, se dirige dentro de una cámara o zona de enfriamiento rápido a una temperatura relativa más baja en comparación con la temperatura del vapor supercalentado; y
- (iv) mediante la expansión adiabática del vapor.

50 A partir del documento WO 03/062146 se conoce un método para la producción continua de nanotubos que comprende formar un chorro de plasma, introducir en el chorro de plasma un catalizador de metal o precursor de catalizador de metal para producir metal de catalizador vaporizado, dirigir una o más corrientes de gas de enfriamiento en el plasma para enfriar el plasma y hacer pasar la mezcla gaseosa resultante a través de un horno, uno o más materiales de formación de nanotubos que se añaden de manera que los nanotubos se forman a partir de estos bajo la influencia del catalizador de metal y se hacen crecer hasta una longitud deseada durante el paso a través del horno, y recolectar los nanotubos así formados. Se describe un método para la producción continua de nanotubos que comprende formar un chorro de plasma, introducir en el chorro de plasma un catalizador de metal o precursor de catalizador de metal para producir metal de catalizador vaporizado, dirigir una o más corrientes de gas de enfriamiento en el plasma para enfriar el plasma y hacer pasar la mezcla gaseosa resultante a través de un horno, uno o más materiales de formación de nanotubos que se añaden de manera que los nanotubos se forman a partir de estos bajo la influencia del catalizador de metal y se hacen crecer hasta una longitud deseada durante el paso a través del horno, y recolectar los nanotubos así formados.

65 Los métodos conocidos anteriormente mencionados de fabricación de nanopartículas a menudo emplean los vapores de material en un intervalo de temperatura de 5000 a 10000 K; el calentamiento de los materiales a tales temperaturas altas consume mucha energía. Además, el uso de tales altas temperaturas tiene un inconveniente indeseable que es

que cualquier contaminante que esté presente en la materia prima empleada se transferirá a las nanopartículas fabricadas correspondientes. En otras palabras, se necesitan materias primas de alta pureza para producir nanopartículas de alta pureza. Además, el enfriamiento del vapor supercalentado se produce sobre un área o volumen estático, de manera que los gradientes de concentración y/o los gradientes de temperatura, por ejemplo entre una pared de cámara y un centro de una región encerrada por las paredes, cambian la turbulencia y los patrones de flujo del fluido de enfriamiento y del vapor dentro de la cámara. Tales gradientes resultan en diferentes condiciones de nucleación los cuales tienden a provocar un espectro más amplio de tamaños de partículas y características.

Un artículo de Swihart (2003) [1] proporciona una revisión de los métodos de síntesis de fase de vapor. El artículo enseña que una característica común de estos métodos es crear condiciones donde una fase de vapor del material que va a formar las partículas se hace termodinámicamente inestable en relación con la formación de la fase sólida. El artículo informa que quizás el método más sencillo para lograr la supersaturación es el método de condensación de gas inerte cuando un sólido se calienta hasta la evaporación y mezclar el sólido evaporado con un gas residual/portador, y luego mezclar el gas residual/portador con un gas frío para reducir la temperatura. Mediante la formación de un suficiente grado de supersaturación y la cinética de reacción adecuada, el artículo enseña que es posible obtener una nucleación homogénea de las partículas con dimensiones por debajo de nanotamaños. Las pequeñas partículas se ven favorecidas por las condiciones de alta supersaturación seguida por el enfriamiento inmediato de la fase gaseosa, ya sea mediante la eliminación de la fuente de supersaturación o disminución de la cinética de manera que las partículas dejan de crecer. El artículo informa que estos procesos a menudo suceden rápidamente, en cuestión de milisegundos y a menudo de una manera relativamente descontrolada.

A partir del documento WO 2007/103256 se conoce un método y un aparato para generar nanopartículas a alta concentración en base a la atomización del aerosol sólido en comunicación con un tubo de horno que tiene una cámara de vaporización y una cámara de dilución. Un elemento de calentamiento rodea el tubo de horno. El calor del elemento de calentamiento calienta el material a granel contenido dentro de un flujo de gas en la cámara de vaporización a una temperatura suficiente para convertir el material a granel a una fase de vapor. Los materiales a granel vaporizados se mueven entonces a una cámara de dilución, donde se introduce un gas inerte a través de un puerto de gas de dilución. El flujo del gas inerte en la cámara de dilución a través del puerto de gas de dilución es suficiente para expulsar el material a granel de la salida de la cámara de dilución, lo que condensa de esta manera el material a granel en partículas nanométricas en un flujo de gas de suficiente volumen para impedir la aglomeración de las partículas nanométricas.

A partir de una revisión del artículo por Kruis y otros, (1998) [2] se conoce que las fuentes de horno son los sistemas más simples para la provisión de vapor saturado de sustancias que tienen una gran presión de vapor a temperaturas intermedias (hasta aproximadamente 1700 °C), y que tales sistemas pueden combinarse con el enfriamiento de libre expansión del vapor saturado para formar un gas condensable. El artículo informa que las boquillas convergentes las cuales crean expansión adiabática en un flujo de baja presión han permitido la formación de nanopartículas, pero que el proceso de evaporación-condensación usual proporciona una distribución del tamaño de partícula relativamente amplia. Sin embargo, las boquillas de diseños especiales se han mostrado para minimizar los efectos de capa límite y por lo tanto la aproximación de un gradiente de temperatura unidimensional en la dirección del flujo que conduce a una tasa de enfriamiento altamente uniforme que forma las nanopartículas con una distribución de tamaños estrecha. El artículo no proporciona información sobre el diseño actual de estas boquillas.

El documento US 2006/0165898 describe un proceso para disminuir la temperatura de la flama en un sistema de reacción de atomización por llama, donde el proceso comprende las etapas de proporcionar un medio precursor que comprende un precursor a un componente; atomizar la flama del medio precursor bajo las condiciones efectivas para formar una población de las partículas producto; y disminuir la temperatura de la flama mediante el contacto de la flama con un medio de enfriamiento. El proceso de la presente invención permite el control del tamaño, de la composición y de la morfología de las nanopartículas hechas mediante el uso del proceso. La invención además se refiere a un conjunto de boquillas que comprende una boquilla de atomización de alimentación que se extiende sustancialmente de forma longitudinal que comprende un conducto del medio de atomización y uno o más conductos de alimentación del medio precursor que se extienden sustancialmente de forma longitudinal. El conjunto de boquillas de la presente invención se usa en un sistema de atomización de flama para producir nanopartículas mediante el uso de los procesos descritos en la presente descripción. A partir del documento US 2004/0013602 se conoce un aparato para producir nanopartículas de acuerdo con la presente invención que puede comprender un horno que define una región de vapor en este. Un conducto de precipitación que tiene un extremo de entrada y un extremo de salida se posiciona con respecto al horno de manera que el extremo de entrada se abre a la región de vapor. Un aparato de suministro de fluido de enfriamiento suministra el fluido de enfriamiento en un estado gaseoso y el fluido de enfriamiento en un estado líquido. Un puerto del fluido de enfriamiento posicionado dentro del conducto de precipitación se conecta fluidamente al aparato de suministro de fluido de enfriamiento de manera que una entrada al puerto del fluido de enfriamiento recibe el fluido de enfriamiento en estado gaseoso y el fluido de enfriamiento en estado líquido. El puerto del fluido de enfriamiento proporciona una corriente de fluido de enfriamiento al conducto de precipitación para precipitar las nanopartículas dentro del conducto de precipitación. Un aparato de recolección del producto conectado al extremo de salida del conducto de precipitación recoge las nanopartículas producidas dentro del conducto de precipitación.

El documento EP261973 describe un método y aparato para fabricar partículas metálicas compuestas mediante la

reacción de un vapor y un gas que forman partículas de cerámica. Estas partículas se incorporan subsecuentemente en las partículas de la matriz metálica al mezclarse con un vapor de metal. La mezcla y la reacción tienen lugar en un aparato que comprende el medio de boquilla para proporcionar la expansión adiabática.

5 Como se mencionó anteriormente, es importante tener un excelente control sobre los gradientes (temperatura, presión, y masa) en la región de precipitación cuando se producen las partículas mediante la condensación de la fase gaseosa. Mientras más pequeño es el diámetro de la partícula que se produce, se hace más vital el control sobre los gradientes. Sin embargo, la necesidad del control estricto con el gradiente hasta ahora ha sido difícil de combinar con el deseo de ampliar las líneas de producción para obtener un efecto de "economía de escala", para la producción de partículas muy pequeñas tales como partículas submicrónicas y nanopartículas, ya que volúmenes de flujo más grandes significan mayores dimensiones del reactor y por lo tanto se reduce el control sobre los gradientes en la zona de reacción.

Objetivo de la invención

15 El objetivo de la presente invención es proporcionar un método y aparato para fabricar partículas sólidas de manera que sea escalable, reproducible y económico a altas tasas de producción.

Es además un objetivo de la invención proporcionar un método y aparato para fabricar partículas sólidas con diámetros externos a escala micro, submicro o nano de manera que sea escalable, reproducible y económico a altas tasas de producción.

Descripción la invención

25 La presente invención es una utilización del entendimiento de que el control muy estricto de los gradientes de masa, temperatura y presión requerido para la fabricación de partículas pequeñas, es decir, partículas de nanotamaño, con distribuciones de tamaño estrechas mediante la condensación de un estado gaseoso, puede obtenerse para flujos de gran volumen al mantener el pequeño tamaño necesario en una dimensión característica de la zona de reacción y obtener el aumento de volumen de flujo mediante la expansión en otra dimensión característica. Es decir, mediante el empleo de un diseño de boquilla específico, se hace posible incrementar sustancialmente los volúmenes de producción al incrementar el flujo del volumen y aún mantener los gradientes de masa, temperatura y presión requeridos en la zona de precipitación requerida, es para formar partículas nanométricas o más grandes.

Por lo tanto en un primer aspecto, la presente invención se refiere a un método para fabricar partículas sólidas de un material, donde el método comprende:

- 35 - formar un flujo de alimentación gaseoso continuo que comprende un vapor saturado del material, e inyectar el flujo de alimentación gaseoso continuo a través de una entrada en una región de espacio libre de una cámara del reactor en forma de un flujo en chorro de alimentación que sobresale de la entrada, y
- formar al menos un flujo en chorro continuo de un fluido de enfriamiento e inyectar el al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento en la cámara de reacción,
- 40 en donde
- el flujo en chorro de alimentación se hace mediante el paso del flujo de alimentación a una presión en el intervalo de $0.01 \cdot 10^5$ a $20 \cdot 10^5$ Pa por encima de la presión de la cámara del reactor a través de una boquilla de inyección que funciona como la entrada del reactor y que tiene un área en sección transversal rectangular de la abertura de la boquilla con la altura $A_{\text{alimentación}}$ y el ancho $B_{\text{alimentación}}$, donde
- 45 - la relación de aspecto $B_{\text{alimentación}}/A_{\text{alimentación}}$ es $\geq 2:1$, y
- la altura $A_{\text{alimentación}}$ está en el intervalo de 0.1 a 40 mm, y

50 cada uno del al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento se hace mediante el paso del fluido de enfriamiento a través de una boquilla de inyección la cual dirige el flujo en chorro del fluido de enfriamiento de manera que interseca el flujo en chorro de alimentación con un ángulo de intersección de entre 30 y 150°, y donde cada uno del al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento, ya sea individualmente o combinado, se mezclan con sustancialmente todo el gas del flujo en chorro de alimentación a una distancia prevista separada de la abertura de la boquilla para la inyección del flujo en chorro de alimentación.

En un segundo aspecto, la presente invención se refiere a un aparato para fabricar partículas sólidas de un material, donde el aparato comprende:

- 55 - un sistema de alimentación para el suministro de un flujo de alimentación gaseoso continuo que comprende un vapor saturado del material y donde el flujo de alimentación se presuriza a una presión en el intervalo de $0.01 \cdot 10^5$ a $20 \cdot 10^5$ Pa por encima de la presión de la cámara del reactor,
- un sistema para el suministro de al menos un flujo de suministro continuo de un fluido de enfriamiento,
- 60 - un reactor que tiene una cámara de espacio libre, una salida para el gas y un colector de partículas para capturar y extraer las partículas sólidas fabricadas,
- una boquilla de inyección en conexión continua con el flujo de alimentación gaseoso continuo y que se localiza de manera que inyecta el flujo de alimentación en forma de un flujo en chorro de alimentación que sobresale de la abertura de inyección de la boquilla en la región de espacio libre de la cámara de reacción, y
- 65 - al menos una boquilla de inyección del fluido de enfriamiento en conexión continua con el suministro continuo y que inyecta al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento en la cámara de reacción,

en donde

- la abertura de la boquilla de inyección para la inyección del flujo en chorro de alimentación tiene un área de sección transversal rectangular con una altura $A_{\text{alimentación}}$ y un ancho $B_{\text{alimentación}}$, donde

-la relación de aspecto $B_{\text{alimentación}}/A_{\text{alimentación}}$ es $\geq 2:1$ y

-la altura $A_{\text{alimentación}}$ está en el intervalo de 0.1 a 40 mm, y

- la al menos una boquilla de inyección para inyectar el al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento tiene una abertura de la boquilla que forma un flujo en chorro del fluido de enfriamiento y que se localiza de manera que el al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento interseca el flujo en chorro de alimentación en un ángulo de intersección de entre 30 y 150°, y que, ya sea individualmente o combinado, se mezcla con sustancialmente todo el gas del flujo en chorro de alimentación a una distancia prevista separada de la abertura de la boquilla para la inyección del flujo en chorro de alimentación.

El término "boquilla de inyección para la inyección del flujo en chorro de alimentación" como se usa en la presente descripción significa cualquier boquilla conocida o concebible que tiene una abertura de la boquilla con una sección transversal rectangular como se muestra esquemáticamente en las Figuras 1a) y 1b). En la Figura 1a) la boquilla de inyección se ve directamente opuesta a la abertura 111 del canal de flujo de la boquilla. La altura de la abertura se indica por las flechas $A_{\text{alimentación}}$ y el ancho se indica por las flechas $B_{\text{alimentación}}$. En la Figura 1b) la misma boquilla se muestra desde el lateral. La modalidad ilustrativa mostrada en la Figura 1 tiene un canal de flujo convergente 112. Sin embargo, esto es solamente un ejemplo de una configuración posible de la boquilla de inyección y por lo tanto no debe interpretarse como una limitación de la presente invención. La invención no se ajusta a ningún diseño específico de la boquilla de inyección excepto para la abertura rectangular con altura $A_{\text{alimentación}}$ y el ancho $B_{\text{alimentación}}$, donde la relación de aspecto está en uno de los intervalos especificados anteriormente, aparte de esta restricción, puede aplicarse cualquier diseño conocido o concebible de la boquilla de inyección del chorro de alimentación. En la Figura 1, el gas que fluye en el canal de flujo 112 no se muestra para más claridad. Cuando sale de la abertura 111, el gas de alimentación formará un flujo en chorro 101 el cual tiene un vector de velocidad del flujo 106, una superficie principal superior 103 y una superficie principal inferior 104.

La característica de estrechamiento de la altura, $A_{\text{alimentación}}$, de la boquilla de inyección del flujo de alimentación proporciona el efecto de tener una extensión espacial reducida de la zona de precipitación en una dimensión característica, y así obtener el control requerido de los gradientes de masa, temperatura y presión. Por lo tanto la invención puede aplicarse para formar partículas sólidas con diámetros externos que varían de aproximadamente 5 μm o menos, a aproximadamente 1 nm. Es decir, la invención puede formar partículas a escala micro, submicro y/o a nano de prácticamente cualquier material sólido que puede condensarse a partir de su fase gaseosa. Como se usa en la presente descripción, el término "partículas submicrónicas" se definen como que son partículas cuyo diámetro externo está en un intervalo de aproximadamente 100 a 1000 nm, y el término "nanopartículas" se define como que son partículas cuyo diámetro externo es de aproximadamente 100 nm o menos. La invención puede aplicarse para formar partículas sólidas con un diámetro externo en los siguientes intervalos; de 1 nm a 5 μm , de 5 a 100 nm, de 100 a 1000 nm, o de 1 a 2 μm .

La característica de expandir el ancho, $B_{\text{alimentación}}$, de la boquilla de inyección del flujo de alimentación sin incrementar las dimensiones y gradientes relacionados para la altura, $A_{\text{alimentación}}$, proporciona la capacidad de incrementar los volúmenes de flujo y por lo tanto la tasa de producción sin perder el control de los gradientes de temperatura necesarios para formar tales partículas pequeñas. En principio, no hay límite superior del ancho que pueda aplicarse por la invención ya que el control de los gradientes se obtiene mediante la restricción en la altura, $A_{\text{alimentación}}$. Por lo tanto cualquier longitud concebible del ancho, $B_{\text{alimentación}}$ puede aplicarse por la invención. En la práctica, puede ser ventajoso aplicar una boquilla de inyección para el flujo de alimentación que tiene una relación de aspecto, $B_{\text{alimentación}}/A_{\text{alimentación}}$, en uno de los siguientes intervalos; de 10 000:1 a 2:1; de 2500:1 a 5:1; de 1000:1 a 5:1; de 750:1 a 5:1; de 400:1 a 10:1; de 200:1 a 10:1; o de 100:1 a 2:1. La altura $A_{\text{alimentación}}$ de la sección transversal rectangular de la abertura puede estar en uno de los siguientes intervalos; de 0.1 a 40 mm, de 0.15 a 35 mm, de 0.2 a 30 mm, de 0.25 a 25 mm, de 0.3 a 20 mm, de 0.4 a 15 mm, de 0.4 a 10 mm, de 0.5 a 10 mm, de 0.5 a 5 mm, de 0.75 a 5 mm, de 0.75 a 2.5 mm, de 1 a 2.5 mm, de 1 a 2 mm, de 0.1 a 2 mm, o 0.1 a 1 mm.

Como se usa en la presente descripción, el término "vapor saturado" es la presión parcial del material vaporizado en la corriente del gas (el material vaporizado puede o puede no mezclarse con un gas portador inerte) que constituye el suministro de material a la zona de precipitación (usualmente en un espacio del reactor) cuando la presión parcial del material vaporizado está en equilibrio termodinámico con las fases condensadas del material a la temperatura y presión dada en el sistema para el suministro continuo de material vaporizado (al espacio del reactor). Es decir, la fase gaseosa que constituye el suministro de material vaporizado contiene tanto material vaporizado como sea posible sin la condensación del material gaseoso a la temperatura y presión actual. Consecuentemente, el término "vapor supersaturado" como se usa en la presente descripción, significa la condición donde la presión parcial del material vaporizado está por encima de la presión de saturación de manera que la condición termodinámicamente estable involucra la condensación del material vaporizado en la fase gaseosa. Es decir, en dependencia de la cinética de la reacción de la precipitación, se pueden formar semillas de precipitación en la fase gaseosa que contiene el vapor supersaturado del material.

El gas de alimentación puede consistir de más de un material de vapor. Se prevé la formación de un gas de alimentación al mezclar dos o más gases de materiales vaporizados aguas arriba de la boquilla de inyección que forma el flujo en chorro de alimentación, es decir, mediante el empleo de dos o más cámaras de evaporación, u otras fuentes de vapor, cada una que forma un flujo de material evaporado y luego une el flujo gaseoso en un flujo de gas el cual se alimenta a la boquilla de inyección. Los diferentes gases pueden ser mutuamente inertes, por ejemplo dos o más vapores de metal los cuales formarán partículas de aleaciones de metal, o los gases pueden ser reactivos que forman un compuesto químico en el estado gaseoso el cual subsecuentemente se condensa a una partícula sólida.

Es ventajoso emplear volúmenes pequeños de la zona de enfriamiento para obtener la temperatura del gradiente más uniforme y por lo tanto tasas de enfriamiento uniformes para obtener el control con la distribución de tamaños de las partículas que se forman. Por lo tanto, idealmente, el flujo en chorro de alimentación dentro de la cámara del reactor debe contenerse espacialmente en el sentido de que el área de sección transversal del flujo normal a la dirección del flujo no expande o altera su forma a lo largo de la trayectoria del flujo del flujo en chorro dentro de la cámara del reactor. Es decir, el flujo en chorro idealmente debería formar un flujo en chorro en forma de un paralelepípedo rectangular casi perfecto que sobresale en el espacio libre de la cámara del reactor. Sin embargo, debido a la presión del gas en el flujo en chorro de alimentación, el gas del flujo en chorro de alimentación comenzará inevitablemente a expandirse cuando entre en el espacio libre de la cámara del reactor, y por lo tanto hace que el flujo en chorro de alimentación forme una forma que se asemeja a un embudo que sobresale en la cámara del reactor como se muestra esquemáticamente en la Figura 2. La figura muestra una típica extensión espacial del flujo en chorro 101 después de que sale de la abertura de la boquilla de inyección (no mostrada) que tiene un área de sección transversal rectangular de altura $A_{\text{alimentación}}$ y ancho $B_{\text{alimentación}}$ en relación con un sistema de coordenadas rectangulares. El gas fluye en la dirección x de manera que el flujo 101 tendrá un plano simétrico 102 en el plano xy y una superficie principal 103, 104 en cada lado del plano simétrico 102 pero con un ángulo de inclinación pequeño de manera que el área de sección transversal de un plano yz que interseca se incrementará en la dirección x . Como se usa en la presente descripción, el término "área de sección transversal" está en un plano orientado de manera normal al vector de velocidad del flujo del flujo en chorro a menos que se especifique lo contrario, el cual en el ejemplo mostrado en la Figura 2 es un plano paralelo al plano yz . El vector de velocidad yace a lo largo del eje de simetría del plano de simetría en la dirección del flujo.

La expansión del flujo en chorro de alimentación es desafortunada, ya que dispersa espacialmente el vapor saturado y se induce una disminución de la temperatura adiabática del flujo en chorro lo cual supersatura el vapor y hace más difícil obtener el control necesario con la cinética de precipitación y la uniformidad del gradiente de temperatura y la concentración para formar las partículas con los tamaños deseados de las partículas y estrechar la distribución del tamaño. Una solución del problema con la expansión de la corriente del chorro de alimentación es localizar el al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento de manera que el fluido de enfriamiento intersece el flujo en chorro de alimentación y forme la zona de enfriamiento a una distancia corta separada de la abertura de la boquilla del chorro de alimentación. Esta distancia puede variar en dependencia de la velocidad del flujo en chorro de alimentación (es decir, la presión que se aplica y las dimensiones del canal de flujo de la boquilla) y el tiempo de residencia requerido para que aumenten los tamaños de partículas pretendidos (es decir, los tamaños de partículas que se pretenden lograr). Por lo tanto la invención puede aplicar un amplio intervalo de distancias, en dependencia de los parámetros del proceso actual que se aplican, pero en la práctica se aplicará una distancia entre la punta de la boquilla y la zona de enfriamiento de aproximadamente 1 mm a aproximadamente 100 mm. Los experimentos hechos por el inventor han mostrado que cuando se aplica un flujo en chorro de alimentación presurizado a una presión en el intervalo de $0.01 \cdot 10^5$ a $20 \cdot 10^5$ Pa por encima de la presión del gas (o vacío) en el espacio libre de la cámara del reactor mediante una boquilla con una abertura como se especificó en el primer aspecto de la invención, que la separación de la abertura de la boquilla del chorro de alimentación ventajosamente puede ser de 1 a 50 mm, o más preferentemente de uno de los siguientes intervalos; de 1 a 30 mm, de 1 a 20 mm, de 1 a 10 mm, de 1 a 6 mm, y de 2 a 6 mm. Por "separación de la abertura de la boquilla" como se usa en la presente descripción significa que es la distancia lineal a lo largo del vector de velocidad del flujo en chorro desde la abertura de la boquilla de inyección que inyecta el flujo en chorro hasta el primer punto de contacto con el vector de velocidad del flujo en chorro que interseca.

Otro factor que influye en la expansión del flujo en chorro de alimentación después de entrar al espacio libre de la cámara del reactor es la caída de presión en la boquilla de inyección. Mientras mayor sea la caída de presión, más rápidas serán las tasas de flujo del flujo en chorro de alimentación y correspondientemente menor serán las tasas de expansión que se obtendrán. En la práctica, la invención puede funcionar con cualquier caída de presión, es decir, la diferencia de presión entre el gas en el canal de flujo de la boquilla de inyección y la presión del gas en el área voluminosa de la cámara del reactor, que esté en uno de los siguientes intervalos; de $0.01 \cdot 10^5$ a $20 \cdot 10^5$ Pa, de $0.015 \cdot 10^5$ a $15 \cdot 10^5$ Pa, de $0.015 \cdot 10^5$ a $10 \cdot 10^5$ Pa, de $0.02 \cdot 10^5$ a $5 \cdot 10^5$ Pa, de $0.25 \cdot 10^5$ a $2.5 \cdot 10^5$ Pa, de $0.25 \cdot 10^5$ a $2.0 \cdot 10^5$ Pa, de $0.3 \cdot 10^5$ a $1.5 \cdot 10^5$ Pa, o de $0.3 \cdot 10^5$ a $1.0 \cdot 10^5$ Pa.

El problema de la expansión del flujo en chorro puede además aliviarse al usar los medios de guía del flujo los cuales reducen la expansión del flujo en chorro cuando fluye en el espacio libre de la cámara del reactor. Estos medios pueden estar en la forma de guía del flujo interna proporcionada por el diseño del canal de flujo de la boquilla de inyección y/o mediante el uso de medios de guía del flujo externos tales como desviadores etc. localizados en la abertura de la boquilla de inyección. Como se mencionó anteriormente, la invención no está ligada a ningún diseño específico de la boquilla de inyección excepto para proporcionar un flujo en chorro de alimentación el cual tiene un área de sección transversal rectangular con una relación de aspecto como se mencionó anteriormente. Aparte de esta restricción,

cualquier diseño conocido o concebible de la boquilla de inyección del chorro de alimentación capaz de producir un flujo en chorro de alimentación como se describió anteriormente puede aplicarse incluidas unas boquillas convergentes, divergentes, en forma de venturi, divergentes-convergentes.

5 Además, la invención no está ligada a ningún medio específico para la guía externa del flujo en chorro. Cualquier medio de guía del flujo adecuado conocido o concebible para el uso en conjunto con las boquillas de inyección para los flujos del chorro asociados con los métodos de síntesis de fase de vapor de partículas a escala submicro o nano puede aplicarse como una característica adicional para guiar el flujo en chorro de alimentación y/o el al menos un flujo en chorro del gas de enfriamiento.

10 En una modalidad alternativa, al diseño de la abertura de la boquilla de inyección que forma el flujo en chorro del fluido de enfriamiento se le da un diseño rectangular similar a la boquilla de inyección para el flujo en chorro de alimentación. Es decir, la boquilla de inyección para formar el flujo en chorro del fluido de enfriamiento tiene una abertura rectangular con el ancho, $B_{\text{enfriamiento}}$, y la altura, $A_{\text{enfriamiento}}$, con una relación de aspecto ($B_{\text{enfriamiento}}/A_{\text{enfriamiento}}$) en uno de los siguientes intervalos; ; de 10 000:1 a 2:1; de 2500:1 a 5:1; de 1000:1 a 5:1; de 750:1 a 5:1; de 400:1 a 10:1; de 200:1 a 10:1; o de 100:1 a 2:1; una altura $A_{\text{enfriamiento}}$ en uno de los siguientes intervalos; de 0.1 a 40 mm, de 0.15 a 35 mm, de 0.2 a 30 mm, de 0.25 a 25 mm, de 0.3 a 20 mm, de 0.4 a 15 mm, de 0.4 a 10 mm, de 0.5 a 10 mm, de 0.5 a 5 mm, de 0.75 a 5 mm, de 0.75 a 2,5 mm, de 1 a 2,5 mm, de 1 a 2 mm, de 0.1 a 2 mm, o 0.1 a 1 mm; y una presión del fluido de enfriamiento en el flujo en chorro del fluido de enfriamiento cuando sale de la punta de la boquilla en uno de los siguientes intervalos por encima de la presión de la cámara del reactor; de $0.01 \cdot 10^5$ a $20 \cdot 10^5$ Pa, de $0.015 \cdot 10^5$ a $15 \cdot 10^5$ Pa, de $0.015 \cdot 10^5$ a $10 \cdot 10^5$ Pa, de $0.02 \cdot 10^5$ a $5 \cdot 10^5$ Pa, de $0.25 \cdot 10^5$ a $2.5 \cdot 10^5$ Pa, de $0.25 \cdot 10^5$ a $2.0 \cdot 10^5$ Pa, de $0.3 \cdot 10^5$ a $1.5 \cdot 10^5$ Pa, o de $0.3 \cdot 10^5$ a $1.0 \cdot 10^5$ Pa.

25 Mediante la formación de un flujo en chorro del fluido de enfriamiento con una sección transversal rectangular similar al flujo en chorro de alimentación, se hace posible usar un único flujo en chorro del fluido de enfriamiento que enfría efectivamente la totalidad del chorro del gas de alimentación en un volumen espacial muy pequeño de la cámara del espacio libre del reactor si el flujo en chorro del fluido de enfriamiento tiene un ancho que es al menos tan grande como el ancho del flujo en chorro de alimentación, es decir, el ancho, $B_{\text{enfriamiento}}$, de la abertura de la boquilla de inyección para el fluido de enfriamiento debiera ser al menos tan grande o más grande que el ancho, $B_{\text{alimentación}}$, de la abertura de la boquilla de inyección; $B_{\text{enfriamiento}} \geq B_{\text{alimentación}}$. El ancho extra del flujo en chorro del fluido de enfriamiento puede ventajosamente ser una compensación entre la necesidad para asegurar el encogimiento de la totalidad del ancho del flujo en chorro de alimentación y evitar el uso en cantidades excesivas del gas de enfriamiento, de manera que en la práctica el ancho extra, ΔB , puede ventajosamente ser uno de los siguientes; 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, o 10 mm. El ancho extra, ΔB , se relaciona con los anchos de las boquillas de inyección de la siguiente manera; $B_{\text{enfriamiento}} = B_{\text{alimentación}} + \Delta B$.

40 Esta característica proporciona la ventaja de tener un aparato más simple y las condiciones de ejecución más fáciles en comparación con el uso de varios flujos de gas de enfriamiento, y de forma más importante, obtener un excelente control con la precipitación y la cinética del crecimiento de las partículas y la uniformidad de los gradientes de temperatura en la zona de enfriamiento. Este efecto se obtiene mediante la disposición del flujo en chorro parecido a un cuchillo de gas del fluido de enfriamiento de manera que los planos de simetría del flujo en chorro de alimentación y el flujo en chorro del fluido de enfriamiento se intersecan entre sí a lo largo de una línea que es sustancialmente normal a los vectores de velocidad del flujo como se muestran esquemáticamente en la Figura 3. La Figura 3 muestra solamente los planos de simetría de los flujos del chorro para ilustrar mejor la orientación de los flujos del chorro. El flujo en chorro de alimentación está saliendo de una boquilla de inyección (no mostrada) y define un plano de simetría 102 con el vector de velocidad del flujo 106. Desde arriba el flujo en chorro de alimentación, un flujo en chorro del fluido de enfriamiento está saliendo de una boquilla de inyección del fluido de enfriamiento (no mostrada) y define un plano de simetría 107 con el vector de velocidad del flujo 108. A una distancia $D1$ separada de la boquilla de inyección del chorro de alimentación, el plano de simetría 102 del flujo en chorro de alimentación se interseca por el plano de simetría 107 del flujo en chorro de enfriamiento a lo largo de una línea de intersección 109. La distancia entre la línea de intersección 109 y la abertura de la boquilla de inyección del fluido de enfriamiento se marca con $D2$. Los planos de simetría se orientan de manera que se inclinan entre sí con un ángulo α_1 . En esta modalidad, el ángulo α_1 constituye el ángulo de intersección entre el flujo en chorro de alimentación y el flujo en chorro del gas de enfriamiento. El vector de velocidad del flujo 106 del flujo en chorro de alimentación interseca la línea de intersección 109 a un ángulo α_2 y el vector de velocidad del flujo 108 del flujo en chorro del fluido de enfriamiento interseca la línea de intersección a un ángulo α_3 .

55 Es ventajoso orientar los flujos del chorro de manera que los ángulos α_1 , α_2 y α_3 estén lo más cercano a la perpendicular como sea prácticamente obtenible. La invención puede sin embargo aplicar el ángulo de intersección, α_1 , entre el flujo en chorro de alimentación y el flujo en chorro de enfriamiento en el intervalo de 30 a 150° o en uno de los intervalos; de 45 a 135°, de 60 a 120°, de 75 a 105°, de 80 a 100°, o de 85 a 95°. Esto se aplica al primer y segundo aspecto de la invención en general (es decir, que incluye otras modalidades que la que se muestra en la Figura 2). Sin embargo, cuando se aplica la modalidad específica mostrada en la Figura 2, los ángulos de intersección α_2 y α_3 pueden estar en el intervalo de 80 a 100°, o en uno de los intervalos de 85 a 95°, de 87 a 93°, de 88 a 90°, o de 89 a 91°. El término "sustancialmente normal a los vectores de velocidad del flujo" usado en la presente descripción significa que los ángulos de intersección α_2 y α_3 están en el intervalo de 80 a 100°.

El término "fluido de enfriamiento" como se usa en la presente descripción significa cualquier gas o líquido conocido o concebible adecuado para usar como medio de enfriamiento en los métodos de síntesis de fase de vapor para la fabricación de partículas sólidas. El fluido de enfriamiento puede ser inerte o reactivo en relación con el gas del flujo en chorro de alimentación, en dependencia del material vaporizado actual que se aplica y del tipo de partícula se va a fabricar. La temperatura del fluido de enfriamiento debe ser suficientemente baja para obtener un rápido efecto de enfriamiento hasta hacer contacto con el gas del flujo en chorro de alimentación que se inyecta en la cámara del reactor. Sin embargo, la diferencia de temperatura real entre el gas del flujo en chorro de alimentación y el flujo en chorro del fluido de enfriamiento dependerá de un conjunto de parámetros específicos del caso tales como, la velocidad del flujo (y por lo tanto la presión) del fluido de enfriamiento, la localización de la zona de intersección (donde el enfriamiento tiene lugar) que se aplica, la supersaturación en el flujo en chorro de alimentación, la cinética de reacción de la precipitación y las tasas de crecimiento de las partículas, y los tamaños pretendidos de las partículas. Los ejemplos de la diferencia de temperatura adecuada, ΔT , entre el gas del flujo en chorro de alimentación y el fluido de enfriamiento pueden estar en uno de los intervalos; de 50 a 3000 °C, de 100 a 2500 °C, 200 a 1800 °C, de 200 a 1500 °C, 300 a 1400 °C, o de 500 a 1300 °C. La presión del flujo alimentado cuando sale de la abertura de la boquilla puede estar en uno de los siguientes intervalos por encima de la presión de la cámara del reactor; ; de $0.01 \cdot 10^5$ a $20 \cdot 10^5$ Pa, de $0.015 \cdot 10^5$ a $15 \cdot 10^5$ Pa, de $0.015 \cdot 10^5$ a $10 \cdot 10^5$ Pa, de $0.02 \cdot 10^5$ a $5 \cdot 10^5$ Pa, de $0.25 \cdot 10^5$ a $2.5 \cdot 10^5$ Pa, de $0.25 \cdot 10^5$ a $2.0 \cdot 10^5$ Pa, de $0.3 \cdot 10^5$ a $1.5 \cdot 10^5$ Pa, o de $0.3 \cdot 10^5$ a $1.0 \cdot 10^5$ Pa.

La invención no está ligada a la producción de algún tipo específico de partículas sólidas, sino que puede aplicarse para la fabricación de cualquier partícula conocida y concebible la cual puede producirse por métodos de síntesis de fase de vapor y la cual puede tener cualquier tamaño de partícula en el intervalo de 5000 a 1 nm. La invención puede por ejemplo emplearse para hacer aleaciones de metal mediante la formación de un flujo en chorro alimentado que consiste de una mezcla de vapor de metal de un primer metal y el vapor de metal de un segundo metal y el enfriamiento del flujo en chorro de alimentación por un fluido no reactivo. Esto puede aplicarse en una combinación general de todos los metales donde las configuraciones de aleaciones son termodinámicamente factibles que incluyen aleaciones que tienen fases meta estables. Alternativamente, las partículas de aleación pueden formarse mediante el enfoque organometálico el cual está disponible cuando el carburo metálico respectivo es termodinámicamente favorable en las condiciones del procesamiento. En este caso un gas de alimentación secundario que contiene vapor de metal y un compuesto organometálico se conforma en un flujo en chorro de alimentación el cual se enfría con un fluido de enfriamiento inerte. El organometálico se descompondrá cuando se mezcle con el vapor de metal caliente, y por lo tanto puede producir aleaciones puras, o aleaciones que contienen carbón. Además, mediante el empleo de un gas de enfriamiento reactivo, la invención puede formar cerámicas u otros compuestos de metal con elementos no metálicos al obtener una reacción química simultánea entre el vapor de metal y el enfriamiento resultante en la precipitación de las partículas. Una configuración alternativa puede involucrar emplear un segundo chorro del fluido de enfriamiento inerte subsecuente a la mezcla del vapor de metal y el gas de enfriamiento reactivo. Estos enfoques pueden emplearse para formar nitruros mediante la formación de un flujo en chorro de alimentación de un vapor de metal reactivo con el nitrógeno que se enfría con el gas de nitrógeno. Al enfriar con gas de oxígeno en vez de gas de nitrógeno, la invención puede aplicarse para formar partículas de óxido metálico. Además, al aplicar un gas de alimentación secundario que contiene carbono junto con un vapor de metal de un metal del cual el carburo es termodinámicamente favorable, la invención puede aplicarse para formar partículas de carburo.

En general, en la presente modalidad ilustrativa de la invención, el enfriamiento del flujo en chorro de alimentación se produce esencialmente en un volumen espacial muy pequeño del espacio libre de la cámara del reactor en relación con el tamaño de un aparato de la técnica anterior correspondiente debido a las relativamente delgadas "cuchillas de gas" las cuales se hacen para intersecarse entre sí a lo largo de una línea de intersección la cual es sustancialmente normal a los vectores de velocidad del flujo como se muestran esquemáticamente en la Figura 3. Por lo tanto, se obtienen sustancialmente las condiciones de nucleación idénticas para cada núcleo de partícula submicrónica y/o nanopartícula y por lo tanto un control mejorado de las características de las partículas, incluso a altas tasas de producción de la partícula submicrónica y/o nanopartícula. La invención puede emplear el reciclaje del fluido de enfriamiento.

Además, la presente invención puede incluir medios para emplear la recolección húmeda de las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanopartículas y/o medios para la precipitación electroestática para evitar aglomeraciones. La recolección húmeda de partículas submicrónicas y/o nanopartículas es beneficiosa, especialmente en un caso de nanopartículas reactivas que pueden ser pirofóricas, por ejemplo el aluminio, el magnesio y las partículas de nanotermita. Desde un punto de vista de la recirculación del fluido de enfriamiento y la reducción de la aglomeración entre las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanopartículas, puede ser ventajoso emplear un líquido inerte para recoger las partículas del fluido de enfriamiento. Además, al recircular el fluido de enfriamiento e impedir la fuerte aglomeración entre las partículas submicrónicas y/o nanopartículas al usar un líquido inerte de recolección, dispersiones y lechadas correspondiente, en comparación con los polvos secos, se proporciona un buen punto de partida para el funcionamiento adicional y para su uso como reactivos en varios procesos químicos húmedos. Una capa oxidativa de pasivación, como se emplea convencionalmente para hacer más fácil el manejo y transportación de las nanopartículas en un entorno rico en oxígeno, tal como aire, disminuye el uso funcional de las nanopartículas; la presente invención evita la necesidad de emplear tales recubrimientos de óxido debido a que el producto está en forma de una suspensión o lechada.

La presente invención busca abordar los problemas asociados con procesos de vapor a sólido contemporáneos para la fabricación de partículas micrónicas, submicrónica y/o nanométricas. Beneficiosamente, las partículas se forman mediante el enfriamiento del vapor al sólido en una región espacial pequeña definida en contraste con otros métodos de fabricación de partículas micrónicas, submicrónicas y/o nanométricas en donde la formación se produce sobre una región espacial extensa en la cual se producen los gradientes de concentración y/o temperatura. Una "región espacial pequeña definida" como se usa en la presente descripción significa una región espacial en el espacio libre de la cámara del reactor en la cual existen condiciones isotrópicas sustancialmente espaciales para la formación de partículas. Tal isotropía es imposible de hacerla perfecta, es decir, uniforme espacialmente de manera perfecta, así que "isotropía" se define beneficiosamente como menos del 50% de variación en parámetros físicos a través de la región espacial pequeña definida, más preferible menos que el 5% de variación, y más preferiblemente menos que el 0.5% de variación. Una región espacial la cual puede considerarse una "región espacial pequeña definida" dependerá de las relaciones de aspecto y la altura de las aberturas de las boquillas de inyección, la distancia entre las aberturas de las boquillas y la intersección de los flujos del chorro, y el grado de expansión de los flujos del chorro.

El empleo de una región espacial pequeña definida en donde las partículas micrónicas, submicrónicas, y nanométricas se forman resulta en un entorno de nucleación más controlable, uniforme y estable para todos los núcleos que dan lugar a la fabricación de partículas submicrónicas y/o nanopartícula. La presente invención es beneficiosa al proporcionar altas tasas de producción de partículas submicrónicas y/o nanométricas al usar altas tasas de flujos para el flujo en chorro de alimentación y el flujo en chorro del fluido de enfriamiento a través de la región espacial pequeña definida. El proceso de fabricación de la partícula conforme a la presente invención es fácilmente escalable al extender la región espacial pequeña definida lateralmente al incrementar los anchos $B_{\text{enfriamiento}}$ y $B_{\text{alimentación}}$. La fabricación a la medida de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas se puede lograr al controlar la diferencia de temperatura relativa y la tasa de flujo de la alimentación y el fluido de enfriamiento, en adición a los cambios de la capacidad calorífica del fluido de enfriamiento al usar diferentes gases inertes o varias mezclas de los mismos.

El flujo de alimentación gaseoso continuo que comprende un vapor saturado del material se produce de manera beneficiosa a partir de una cantidad de materia prima sólida, aunque la presente invención se implementa opcionalmente mediante el uso de líquidos o gases que proporcionan el flujo de alimentación gaseoso; opcionalmente, las materias primas impuras pueden usarse para generar el flujo de alimentación gaseoso. Opcionalmente, se utilizan materias primas que se descomponen por el calor para obtener los productos de descomposición los cuales se usan para formar las partículas de acuerdo con la presente invención; por ejemplo, las materias primas son materiales organometálicos beneficiosos que se descomponen en metal y subproductos tales como dióxido de carbono, y agua. Sin embargo, sin importar la fuente de vapor que se emplea, el flujo de alimentación gaseoso se adapta para someterse a una transformación de fase a sólido cuando se enfría en la región espacial pequeña definida a una tasa suficientemente rápida para fabricar partículas micrónicas, submicrónicas, y/o de nanométricas.

Opcionalmente, el aparato incluye una cámara de recolección acoplada mediante un conducto en comunicación con la cámara de reacción adaptada de manera que las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o de nanométricas fabricadas en funcionamiento dentro de la cámara de reacción se recogen dentro de la cámara de recolección. Más opcionalmente, el conducto se proporciona con un arreglo de enfriamiento para el enfriamiento de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas que pasan a través de este durante el funcionamiento. El arreglo de enfriamiento en cooperación con el conducto son beneficiosos para reducir una tendencia en la fabricación de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas para volver a entrar en la cámara de reacción, lo que proporciona de esta manera las condiciones de fabricación de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas más óptimas y mantiene potencialmente una mayor producción de partículas. Más opcionalmente, la cámara de recolección incluye un arreglo de recolección de flujo líquido para recoger las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas y/o nanopartículas que entran en la cámara de recolección en un líquido de recolección. El uso del líquido de recolección reduce un riesgo de aglomeración de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas sueltas que forman grupos más grandes mutuamente unidos de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas las cuales subsecuentemente son difíciles de separar. Más opcionalmente, el arreglo del flujo de recolección de líquido puede hacerse funcionar para recircular el líquido de recolección a través de la cámara de recolección. Más opcionalmente, la cámara de recolección incluye un arreglo de recolección electroestático (VB) para recoger partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas transportadas durante el funcionamiento desde la cámara de reacción a la cámara de recolección.

Opcionalmente, el aparato se implementa de manera que el arreglo para enfriar el chorro de alimentación sea operable para emplear un chorro del fluido de enfriamiento inerte dirigido hacia la región espacial pequeña definida.

Opcionalmente, el aparato se adapta para operarse como un sistema de ciclo cerrado para recircular los líquidos o gases enfriamiento y/o recolección dentro de este.

Opcionalmente, el aparato puede adaptarse para la introducción de un gas portador inerte en la cámara de evaporación para formar un vapor de material saturado diluido con una presión de vapor parcial cerca del equilibrio termodinámico con las fases condensadas del material a la temperatura dada. Esta característica puede ser ventajosa cuando se producen partículas pequeñas ya que la disolución reduce la tasa de crecimiento al disminuir el gradiente de concentración de masa (es decir, la cantidad de vapor de material disponible) en la capa límite del vapor-partícula

durante el crecimiento de las partículas. La introducción de un gas portador inerte en el vapor de material puede por lo tanto proporcionar un control mejorado del crecimiento de la partícula.

5 Opcionalmente, el aparato se adapta para fabricar al menos una de: estructuras de tipo varilla alargadas micrónicas, partículas de tipo tubular alargadas micrónicas, partículas de tipo cristal alargadas micrónicas, partículas de buckyesfera micrónicas, estructuras de tipo varilla alargadas submicrónicas, partículas de tipo tubular alargadas submicrónicas, partículas de tipo cristal alargadas submicrónicas, partículas de buckyesfera submicrónicas, estructuras de tipo varilla alargadas nanométricas, partículas de tipo tubular alargadas nanométricas, partículas de tipo cristal alargadas nanométricas, partículas de buckyesfera nanométricas. Opcionalmente, el método se adapta para fabricar sustancialmente nanopartículas. Opcionalmente, el método se adapta para fabricar sustancialmente partículas submicrónicas.

Lista de la figuras

15 La Figura 1 es un dibujo esquemático que muestra una modalidad ilustrativa de la abertura de la boquilla con una sección transversal rectangular, la Figura 1a) se observa desde una posición directamente opuesta a la abertura de la boquilla mientras que la Figura 1b) muestra la misma boquilla por el lado.

20 La Figura 2 es un dibujo esquemático que ilustra una extensión espacial típica del flujo en chorro de alimentación después de salir de la abertura de la boquilla de inyección (no mostrada).

La Figura 3 es un dibujo esquemático que ilustra la orientación de los planos de simetría del flujo en chorro de alimentación y el flujo en chorro del fluido de enfriamiento, respectivamente, de acuerdo con una modalidad ilustrativa de la invención.

25 La Figura 4 a) es un dibujo esquemático de una modalidad ilustrativa de un aparato de acuerdo con el segundo aspecto de la invención.

30 La Figura 4 b) es un dibujo esquemático de una modalidad ilustrativa de las boquillas para inyectar el flujo en chorro de alimentación y el flujo en chorro del fluido de enfriamiento, respectivamente.

La Figura 5 es un dibujo esquemático de una modalidad ilustrativa de un colector de partículas para capturar y extraer las partículas fabricadas basada en la captura del líquido atomizado.

35 La Figura 6 es un dibujo esquemático de otra modalidad ilustrativa de un colector de partículas para capturar y extraer las partículas fabricadas en base a la captura electroestática.

La Figura 7 es un dibujo esquemático de otro aparato de acuerdo con el segundo aspecto de la invención.

40 La Figura 8 a) a f) son las fotografías de la microscopía electrónica de transmisión de las partículas de zinc hechas en las pruebas de verificación 1 a 6 respectivamente.

Descripción de las modalidades de la invención

45 La invención se describirá en mayor detalle a manera de una modalidad ilustrativa y las pruebas de verificación desarrolladas mediante la modalidad ilustrativa.

50 La modalidad ilustrativa de un aparato de acuerdo con el segundo aspecto de la invención se muestra esquemáticamente en la Figura 4 a) y b). El aparato de acuerdo con la presente invención incluye una primera boquilla de inyección 1 en comunicación continua con una cámara de evaporación 9 para guiar un flujo de vapor saturado a través de ella y expulsar el vapor de un extremo abierto de la boquilla de inyección 1 como se ilustra para formar un chorro de alimentación 3. El aparato además incluye una segunda boquilla de inyección 2 para guiar un flujo de fluido de enfriamiento a través de este para expulsarlo desde un extremo abierto de la boquilla de inyección 2 para formar un chorro de enfriamiento 4. El chorro de alimentación 3 interseca el chorro de enfriamiento 4 en una región espacial pequeña definida 5 en donde las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas se forman en condiciones espacialmente isotrópicas. Al controlar las tasas de flujo y las composiciones del chorro de alimentación 3 y el chorro de enfriamiento 4, las partículas son susceptibles a asumir una forma esferoidal, alargada, tubular o plana. Una buena calidad controlada de las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas es susceptible de extraerse continuamente desde la región espacial pequeña definida 5.

60 Como se ilustra en la Figura 4 b), la región espacial pequeña definida 5 se extiende lateralmente para aumentar una tasa de producción de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas mientras que mantiene las características beneficiosas de controlar bien la producción de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas. Al emplear una diferencia de temperatura y tasa de flujo suficientemente grande entre el chorro de alimentación 3 y el chorro de enfriamiento 4, se logra la producción de partículas micrónicas, submicrónica y de nanométricas. Beneficiosamente, el chorro de enfriamiento 4 es inerte a un material del chorro de alimentación 3, por ejemplo el chorro de enfriamiento 4

beneficiosamente incluye nitrógeno, argón y/o helio. Las partículas micrónicas, submicrónica, o nanométricas, o una o más de estas simultáneamente, se producen, en dependencia de los parámetros del chorro de alimentación 3 y del chorro de enfriamiento 4 y de las condiciones físicas presentes en sus entornos.

5 El chorro de alimentación 3 se produce de manera beneficiosa a partir de una cantidad de materia prima sólida, aunque en la presente invención se implementa opcionalmente mediante el uso de líquidos o gases para proporcionar el chorro de alimentación 3; opcionalmente, las materias primas impuras pueden usarse para generar el chorro de alimentación 3. Opcionalmente, se utilizan materias primas que se descomponen por el calor para obtener los productos de descomposición que se usan para formar partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas de acuerdo con la
10 presente invención; por ejemplo, las materias primas son materiales beneficiosamente organometálicos que se descomponen en metal, subproductos orgánicos tales como dióxido de carbono, y agua. Sin embargo, sin importar la fuente de vapor que se emplea, el chorro de alimentación 3 se adapta para someterse a una transformación de fase a sólido cuando se enfría en la región espacial pequeña definida 5 a una tasa suficientemente rápida para fabricar partículas submicrónicas y/o partículas nanométricas.

15 En la Figura 4 a) el aparato se indica generalmente por el número 20. Los procesos como se ilustran en las Figuras 1 a) 1 b), 2, 3, y 4 b) se producen dentro de una cámara de reacción 8 del aparato 20. Los vapores para el chorro de alimentación 3 se generan al evaporar el material sólido incluido en una cámara de evaporación 9 en un sistema de alimentación 10 para el suministro de un flujo de alimentación gaseoso continuo de vapor saturado. La cámara de evaporación 9 se acopla en comunicación con la boquilla de inyección que transporta el vapor 1 que conduce a la
20 cámara de reacción 8. Además, la cámara de evaporación 9 además se adapta de manera que la expansión del volumen del material de la cámara de evaporación 9 resultante de la transformación de fase del material y el aumento asociado en la temperatura puede hacerse funcionar para transportar el vapor a través de la boquilla de inyección 1 y hacia la cámara de reacción 8. En el sistema de alimentación 10, se emplea una fuente de calor adecuada para calentar la materia prima contenida en la cámara de evaporación 9. La fuente de calentamiento es susceptible de implementarse en varias formas diferentes; por ejemplo, mediante el calentamiento por resistencia directa, mediante el calentamiento por inducción, mediante el calentamiento por haz de electrones, mediante el calentamiento por láser, mediante el calentamiento por microondas o puede usarse cualquier combinación de tales calentamientos. La materia prima incluida dentro de la cámara de evaporación 9 para la evaporación a menudo será inicialmente un metal sólido, pero el uso del aparato 20 no se limita a la evaporación de materiales metálicos, por ejemplo, como se ha mencionado anteriormente.

La cámara de reacción 8 se acopla en comunicación mediante un conducto 11 a una cámara de recolección 12. Opcionalmente, el conducto 11 se proporciona con un arreglo 30 para los fluidos de enfriamiento y las partículas que pasan a través de este. Tal enfriamiento puede obtenerse convenientemente al usar, por ejemplo, elementos de refrigeración electrotérmica de tipo Peltier, un aparato de bomba de calor para proporcionar la refrigeración, un flujo de líquido de enfriamiento alrededor de al menos una porción de una pared del conducto 11, un evaporador de helio o similar. Debido a que el fluido de enfriamiento que fluye desde la cámara de reacción 8 a la cámara de recolección 12 que tiene una alta tasa de flujo en comparación con el gas de vapor proporcionado mediante la boquilla de inyección 1, según sea apropiado, el fluido de enfriamiento eficientemente transporta las partículas submicrónicas y/o nanopartículas fabricadas desde la cámara de reacción 8 a la cámara de recolección 12. En la cámara de recolección 12, las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas fabricadas se separan del fluido de enfriamiento, es decir el fluido de enfriamiento suministrado mediante la boquilla de inyección 2. Los ejemplos no exhaustivos de enfoques para separar las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas fabricadas del fluido de enfriamiento incluyen uno o más de:
45 filtros, precipitación electrostática, precipitación de campo magnético, sistema de recolección de líquido. Cuando el fluido de enfriamiento ha eliminado sus partículas, el fluido de enfriamiento se extrae de la cámara 12 a través de una válvula 16 y luego a través de una tubería de conexión 13 a una unidad de bombeo 14 en donde el fluido de enfriamiento se comprime, y su temperatura se regula entonces antes de transportarse a través de una tubería que conecta la tubería 15 a la reacción 8 para la reexpulsión desde la boquilla de inyección 2 como se mencionó anteriormente. El fluido de enfriamiento, por ejemplo un gas inerte tal como helio y/o argón, por lo tanto se recircula dentro del aparato 20 lo que permite la operación económicamente eficiente en relación al uso de los materiales gaseosos mientras se mantiene una alta tasa de producción de las partículas submicrónicas y/o nanopartículas; en otras palabras, el aparato 20 emplea una recirculación de ciclo cerrado del fluido de enfriamiento y transporte empleado para la formación de las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas que es altamente beneficiosa de manera
55 sinérgica.

El crisol que contiene el material, la cámara de evaporación 9, y su boquilla de inyección asociada 1 se fabrican opcionalmente de grafito y se calientan por medio de calentamiento por inducción. Además, la cámara de evaporación 9 opcionalmente se llena con un gas que proporciona una atmósfera inerte o de reducción para asegurar la degradación menor del material del cual se construye el crisol y la cámara de evaporación 9. Para proporcionar una alimentación continua de materia prima a la cámara de reacción 8, un enfoque alternativo opcional es emplear múltiples cámaras de evaporación 9 con múltiples calentadores asociados para garantizar una mayor seguridad del funcionamiento y/o un suministro continuo a largo plazo de material a la cámara de reacción 8. Una configuración opcional para la cámara de evaporación 9 es una serie de crisoles, en donde un primero de los crisoles se emplea en la operación de fundir el material de un estado sólido a un estado fundido, y el segundo de los crisoles se emplea en la operación de recibir el material fundido del primer crisol y evaporar el material fundido para formar un vapor correspondiente para suministrarse
60 65

a la boquilla de inyección 1. Opcionalmente, el primer crisol es un crisol de reservorio grande, y el segundo crisol es un crisol de alta temperatura relativamente más pequeño. Tal serie de arreglos es beneficiosa ya que el material puede añadirse al primer crisol sin inmediatamente afectar la operación del segundo crisol. Opcionalmente, la boquilla de inyección 1 se proporciona con energía térmica para reducir cualquier tendencia de que el vapor se condense dentro de las paredes de la boquilla.

Opcionalmente, el aparato 20 se adapta para operar de manera que la materia prima sólida se evapora en la cámara de evaporación 9 a una temperatura justo por encima de la temperatura de ebullición del material para producir el vapor correspondiente en contraste con los vapores supercalentados que se emplean contemporáneamente a presión atmosférica. Esto permite efectivamente que la cámara de evaporación 9 y uno o más crisoles funcionen al destilar la materia prima; las impurezas que tienen una temperatura de ebullición inferior en la materia prima se evaporan y subsecuentemente se recolectan beneficiosamente en una trampa fría y por lo tanto se evita que entren en la cámara de reacción 8, de este modo potencialmente se producen partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas de alta pureza.

Las impurezas que tienen una temperatura de ebullición mayor que el material en sí se quedan en el uno o más crisoles y beneficiosamente se drenan periódicamente. Tal manera de destilación de la operación permite que el material de pureza inferior se use en el uno o más crisoles de la cámara de evaporación 9 mientras que el aparato 20 es capaz de producir partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas de alta pureza desde la cámara de reacción 8.

La cámara de recolección 12 puede implementarse de varias diferentes maneras. En la Figura 5, un ejemplo de implementación de la cámara de recolección 12 y sus componentes asociados se indican generalmente con el número 18. La cámara 12 emplea un líquido 28 para recoger las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas transportadas por el fluido de enfriamiento indicado con el número 17 que entra a través del conducto 11 en la cámara 12. Cuando el fluido de enfriamiento con las partículas 17 fluye dentro de la cámara de recolección 12, estas se encuentran con una atomización del líquido generado por una boquilla 19. La atomización del líquido desde la boquilla 19 puede ajustarse en su forma y naturaleza mediante la variación del tipo de boquilla empleada y una presión que se emplea para forzar el líquido a través de la boquilla 19. El líquido 28 es inerte o no inerte en dependencia de los requisitos. Beneficiosamente, el líquido 28 es inerte de manera que no reacciona químicamente con las partículas submicrónicas y/o nanopartículas recolectadas en esta operación. Además, el líquido 28 se recolecta en una región inferior de la cámara de recolección 12. Varios arreglos de enfriamiento 32, por ejemplo mediante el uso de placas o bobinas enfriadas por agua, bombas de calor de enfriamiento y similares, se emplea de manera beneficiosa en asociación con la cámara 12, por ejemplo dentro de la cámara 12, para controlar la temperatura del líquido 28.

Cuando se emplea un líquido volátil 28 dentro de la cámara de recolección 12, es conveniente que el líquido no se pierda a través de la válvula 16 y se introduzca involuntariamente en la cámara de reacción 8. Tal pérdida del líquido 28 puede provocar la contaminación del fluido de enfriamiento. El líquido 28 se bombea de manera beneficiosa desde la cámara de recolección 12 a través de una válvula 21 y subsecuentemente a través de una tubería 22 a una bomba de líquidos 23. La bomba 23 puede hacerse funcionar para bombear el líquido 28 a través de una tubería 24 a la boquilla 19 para atomizar dentro de la cámara de recolección 12 con el propósito de capturar las partículas submicrónicas y/o nanopartículas transportadas a través del conducto 11.

En la cámara de recolección 12 de la Figura 5, el líquido 28 puede usarse continuamente de manera que su concentración de partículas micrónicas, submicrónica, y/o nanométricas disminuye continuamente a medida que se recogen más partículas. Cuando el líquido 28 ha alcanzado una concentración de partículas umbral, al menos una porción del líquido 28 se drena opcionalmente desde la cámara de recolección 12 a través de un grifo 25. El líquido fresco 28, por ejemplo carente de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas, se introduce de manera beneficiosa a través de un segundo grifo 26, lo que garantiza de esta manera que se mantenga un nivel mínimo de líquido 28 en la cámara de recolección 12 durante el funcionamiento. Debido a que el líquido 28 forma una membrana de gas en su superficie superior, el líquido 28 puede drenarse desde e introducirse en la cámara de recolección 12 sin que afecte de manera significativa su entorno gaseoso; como se mencionó anteriormente, el entorno gaseoso dentro del aparato 20 es inerte y de ciclo cerrado de manera beneficiosa para la eficacia del uso de los materiales.

El líquido 28 que incluye partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas extraídas de la cámara de recolección 12 pueden usarse de manera beneficiosa directamente en aplicaciones, por ejemplo para la fabricación de recubrimientos especiales, pinturas, capas superficiales sobre los sustratos tales como cristal y metal, medicinas, cosméticos, electrodos para baterías, electrodos para celdas de combustible, reactivos para los procesos químicos húmedos, etcétera por mencionar sólo algunos ejemplos. Alternativamente, el líquido 28 que incluye partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas pueden procesarse para eliminar las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas del líquido extraído 28 de manera que pueda utilizarse en otros procesos, por ejemplo para la fabricación de fibras de alta resistencia, compuestos densos, etcétera. Los componentes de carburo de silicio sinterizado fabricados de acuerdo con la presente invención se describieron anteriormente.

Como se mencionó anteriormente, el aparato 20 es susceptible de modificarse opcionalmente de manera que la cámara de recolección 12 emplee la precipitación electrostática como una alternativa a la recolección en líquido de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas fabricadas; tal implementación del aparato 20 se ilustra en la Figura 6 y se

indica generalmente con el número 40. El aparato 40 se implementa de manera que su cámara de recolección 12 se fabrica con paredes laterales conductoras, por ejemplo de Hastelloy que es una aleación de acero resistente a la corrosión conductora; "Hastelloy" es una marca comercial de Haynes International Inc. Hastelloy es una aleación de acero que emplea níquel como un ingrediente principal de la aleación. Otros elementos de aleación opcionales incluidos en Hastelloy incluyen uno o más de: molibdeno, cromo, cobalto, hierro, cobre, manganeso, titanio, circonio, aluminio, carbono y tungsteno. Hastelloy y los materiales similares, por ejemplo Inconel y aceros austeníticos ferríticos similares, cuando se usan por el aparato 20, 40, pueden soportar materiales corrosivos y altas temperaturas, permitiendo de ese modo que el aparato 20, 40 lo afronte con un gran espectro de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas; opcionalmente, Hastelloy o similares además se emplean en la construcción del aparato 20. El aparato 40 además incluye un plato o plataforma eléctricamente aislado 42 acoplado a través de un circuito de polarización electrostático VB a las paredes de la cámara 12. Opcionalmente, el plato o plataforma 42 se levita magnéticamente y las conexiones flexibles eléctricas se hacen de una manera blindada a las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas para impedir cualquier riesgo de trayectorias de corto circuito que se crean en el funcionamiento desde el plato o plataforma 42 hasta las paredes de la cámara de recolección 12 por deposición isotrópica de las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas. Opcionalmente, el conducto 11 se proporciona con una fuente de UV para ionizar las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas para provocar que se repelan mutuamente para reducir un riesgo de aglomeración mutua y además permitir que luego se aceleren mediante un campo eléctrico 44 creado en la cámara de recolección 12 de manera que las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas se incrustan con fuerza en el plato o plataforma 42, o cualquier objeto o sustrato colocado sobre este durante el funcionamiento; opcionalmente, se emplea la radiación UV en otras regiones del aparato 40. Opcionalmente, la cámara de recolección 12 del aparato 40 incluye un arreglo de enfriamiento 32 como se mencionó anteriormente. El uso de UV para reducir las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas es además posible emplearlo en el aparato 20, por ejemplo en la cámara de reacción 8, en el conducto 11 o en la cámara de recolección 12 o cualquier combinación de los mismos. Opcionalmente, el plato o plataforma 42 se proporciona con un enclavamiento de gas (no mostrado) de manera que puede introducirse y eliminarse de la cámara de recolección 12 sin perturbar un balance de gas dentro del aparato 40.

El aparato 20 es susceptible de simplificarse para generar un aparato como se ilustra en la Figura 7 y se indica generalmente por el número 60. En el aparato 60, se proporciona una cámara de reacción y una cámara de recolección 8, 12 combinadas en donde el líquido 28 se bombea a través de una bomba 14 para generar una atomización de enfriamiento desde la boquilla de inyección 2 hacia el chorro de alimentación del crisol a través de la boquilla de inyección 1. Los flujos de chorro de las boquillas de inyección 1, 2 se encuentran en una pequeña región de enfriamiento espacial definida 5 como una línea transversal en la cual las partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas se generan y se barren hacia una parte inferior de la cámara 8, 12 por el líquido de enfriamiento 28 que se realiza de forma sinérgica además como un líquido de recolección 28. El líquido fresco 28 es añado beneficiosamente de manera periódica a la cámara 8, 12 en funcionamiento, y el líquido 28 que incluye partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas se elimina del aparato 60. La extracción e introducción del líquido hacia y desde el aparato 60 se realiza beneficiosamente de manera periódica y/o de manera continua. El aparato 60 constituye un sistema cerrado que es capaz de operar de manera continua. Opcionalmente, hay múltiples crisoles proporcionados en la cámara de evaporación 9 para asegurar el suministro fiable de vapor a través de la boquilla de inyección 1 a la región espacial pequeña definida 5.

El aparato 20, 40, 60 es capaz de proporcionar partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas para usarlas en dispositivos activos tales como celdas solares avanzadas y dispositivos de emisión de luz avanzados. Por ejemplo, las nanopartículas alargadas dendríticas fabricadas de óxido de zinc es capaz de emitir luz blanca cuando una corriente eléctrica se pasa a través de estas. Por medio de resonancias de plasmones gigantes que se producen en estas, las nanopartículas son capaces de formar una base para celdas solares para la generación de energía eléctrica sustentable a partir de la luz del sol ("energía verde renovable"). Además, las nanopartículas pueden emplearse para fabricar polímeros conductores y por lo tanto circuitos electrónicos imprimibles.

Aunque los aparatos 20, 40, 60 se describieron anteriormente para la fabricación de partículas micrónicas, submicrónicas, y/o nanométricas, las condiciones en la región espacial pequeña definida 5 pueden modificarse para la fabricación de estructuras de tipo varilla, de tipo tubular de tamaño micro, submicro, y nano, por ejemplo nanocristales alargados, nanovarillas alargadas y nanotubos alargados así como también buckyesferas. Tales nanovarillas y nanotubos son de beneficio en la fabricación de dispositivos de emisión de luz de mecánica cuántica estimulados por corrientes eléctricas.

Verificación de la invención

Para verificar el efecto de la invención, un aparato de acuerdo con la modalidad mostrada en las Figuras 4 a), 4 b) y 5 se usó para evaporar muestras de zinc elemental y fabricar partículas submicro y/o partículas nanométricas.

Lo común a todas las pruebas es que el metal de zinc se calentó hasta la evaporación en un contenedor de grafito encapsulado con una salida de gas de grafito conformada en una boquilla de inyección con una sección transversal rectangular de la abertura de la boquilla. Ambos, el contenedor de grafito y la boquilla de inyección se calentaron por inducción para mantener una temperatura de 907 - 1050 °C para formar un flujo estacionario y continuo de vapor de zinc saturado a su temperatura del punto de ebullición (907 °C) a través de la boquilla de inyección y hacia la cámara del

reactor como un chorro de alimentación conformado en una "cuchilla de gas". El fluido de enfriamiento fue gas de nitrógeno a aproximadamente la temperatura ambiente, y el cual se inyectó a través de una boquilla de inyección hecha de cuarzo (SiO₂) con una abertura rectangular que forma una "cuchilla de gas" del fluido de enfriamiento. Las dos cuchillas de gas se orientaron como se muestra en la Figura 3 con los ángulos α_1 , α_2 , y α_3 de aproximadamente 90°. Después de chocar entre sí, los gases con partículas arrastradas fluyeron a través de un conducto hacia una cámara de recolección donde el gas se somete a una atomización de dispersor de espíritu de petróleo para recoger las partículas. Cada prueba se ejecutó hasta que toda la muestra del metal de zinc se había evaporado.

Las pruebas se ejecutaron con diferentes tamaños de las boquillas de inyección. Los parámetros de las pruebas se resumen en la Tabla 1, y las partículas de zinc resultante se presentan al escanear las fotografías del microscopio mostradas en las Figuras 8 a) a f). El ancho de las boquillas de inyección corresponde a la distancia indicada por las flechas B mientras que la altura corresponde a la distancia indicada por las flechas A en la Figura 1. La distancia D1 es la distancia a lo largo del vector de velocidad del flujo del flujo en chorro de alimentación desde la abertura de la boquilla de alimentación hasta el punto de intersección del vector de velocidad del flujo del flujo en chorro del gas de enfriamiento, mientras que la distancia D2 es la distancia a lo largo del vector de velocidad del flujo del flujo en chorro del fluido de enfriamiento desde la abertura de la boquilla del fluido de enfriamiento hasta el punto de intersección del vector de velocidad del flujo del flujo en chorro de alimentación.

Tabla 1 Parámetros del proceso empleados en las pruebas de verificación

Parámetro	Prueba núm.					
	1	2	3	4	5	6
Ancho de la boquilla de alimentación [mm]	35	11	11	20	20	20
Altura de la boquilla de alimentación [mm]	2	1	1	1	1	1
Ancho de la boquilla de refrigeración [mm]	37	13	13	22	22	22
Altura de la boquilla de refrigeración [mm]	1	1	1	1	1	1
Distancia D1 [mm]	6	4	4	3	2	2
Distancia D2 [mm]	10	6	3	3	2	2
Tasa de flujo del gas de nitrógeno [m ³ /h]	2	2	2	2	2	1.2
Tasa de flujo del gas de alimentación [g/min]	14.6	10.5	10.5	20	13.2	9.7
Cantidad de Zn en la muestra [g]	146	178	243	250	370	340

Referencias

Mark T. Swihart (2003), "Vapor-phase synthesis of nanoparticles", *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, Vol(8), págs. 127 - 133.

Frank Einar Krus (2001), "Synthesis of nanoparticles in the gas phase for functional applications", *Tesis de Habilitación aceptada por: Universidad de Duisburg, Departamento de ingeniería eléctrica, 2001-06-01, Alemania*, págs. 19 - 28.

REIVINDICACIONES

1. Un método para fabricar partículas sólidas de un material, donde el método comprende:
 - formar un flujo de alimentación gaseoso continuo que comprende un vapor saturado del material, e inyectar el flujo de alimentación gaseoso continuo a través de una entrada en una región de espacio libre de una cámara del reactor en forma de un flujo en chorro de alimentación que sobresale de la entrada, y
 - formar al menos un flujo en chorro continuo de un fluido de enfriamiento e inyectar el al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento en la cámara de reacción, en donde
 - el flujo en chorro de alimentación se hace mediante el paso del flujo de alimentación a una presión en el intervalo de $0.01 \cdot 10^5$ a $20 \cdot 10^5$ Pa por encima de la presión de la cámara del reactor a través de una boquilla de inyección que funciona como la entrada del reactor y que tiene un área en sección transversal rectangular de la abertura de la boquilla con la altura $A_{\text{alimentación}}$ y el ancho $B_{\text{alimentación}}$, donde
 - la relación de aspecto $B_{\text{alimentación}}/A_{\text{alimentación}}$ es $\geq 2:1$, y
 - la altura $A_{\text{alimentación}}$ está en el intervalo de 0.1 a 40 mm, y
 - cada uno del al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento se hace mediante el paso del fluido de enfriamiento a través de una boquilla de inyección la cual dirige el flujo en chorro del fluido de enfriamiento de manera que interseca el flujo en chorro de alimentación con un ángulo de intersección de entre 30 y 150°, y donde cada uno del al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento, ya sea individualmente o combinado, se mezclan con sustancialmente todo el gas del flujo en chorro de alimentación a una distancia prevista separada de la abertura de la boquilla para la inyección del flujo en chorro de alimentación.

2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde:
 - el flujo en chorro de alimentación se hace mediante el paso del flujo de alimentación a través de una boquilla de inyección con una relación de aspecto ($B_{\text{alimentación}}/A_{\text{alimentación}}$) en uno de los siguientes intervalos; de 10 000:1 a 2:1; de 2500:1 a 5:1; de 1000:1 a 5:1; de 750:1 a 5:1; de 400:1 a 10:1; de 200:1 a 10:1; o de 100:1 a 2:1, y una altura $A_{\text{alimentación}}$ en uno de los siguientes intervalos; de 0.1 a 40 mm, de 0.15 a 35 mm, de 0.2 a 30 mm, de 0.25 a 25 mm, de 0.3 a 20 mm, de 0.4 a 15 mm, de 0.4 a 10 mm, de 0.5 a 10 mm, de 0.5 a 5 mm, de 0.75 a 5 mm, de 0.75 a 2,5 mm, de 1 a 2,5 mm, de 1 a 2 mm, de 0.1 a 2 mm, o 0.1 a 1 mm, y donde
 - la presión de la alimentación está en uno de los siguientes intervalos por encima de la presión de la cámara del reactor; de $0.01 \cdot 10^5$ a $20 \cdot 10^5$ Pa, de $0.015 \cdot 10^5$ a $15 \cdot 10^5$ Pa, de $0.015 \cdot 10^5$ a $10 \cdot 10^5$ Pa, de $0.02 \cdot 10^5$ a $5 \cdot 10^5$ Pa, de $0.25 \cdot 10^5$ a $2.5 \cdot 10^5$ Pa, de $0.25 \cdot 10^5$ a $2.0 \cdot 10^5$ Pa, de $0.3 \cdot 10^5$ a $1.5 \cdot 10^5$ Pa, o de $0.3 \cdot 10^5$ a $1.0 \cdot 10^5$ Pa.

3. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde:
 - el al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento interseca el flujo en chorro de alimentación con un ángulo de intersección, α_1 , entre 30 y 150° a una separación de la abertura de la boquilla del chorro de alimentación en uno de los siguientes intervalos; de 1 a 30 mm, de 1 a 20 mm, de 1 a 10 mm, de 1 a 6 mm, y de 2 a 6 mm, y
 - la diferencia de temperatura, ΔT , entre el fluido de enfriamiento y el gas del flujo en chorro de alimentación está en uno de los siguientes intervalos; de 50 a 3000 °C, de 100 a 2500 °C, 200 a 1800 °C, de 200 a 1500 °C, 300 a 1400 °C, o de 500 a 1300 °C.

4. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, 2, o 3, en donde el flujo en chorro del fluido de enfriamiento se forma mediante el empleo de una boquilla de inyección con una sección transversal rectangular de la abertura de la boquilla que tiene el ancho, $B_{\text{enfriamiento}}$, y la altura, $A_{\text{enfriamiento}}$, con una relación de aspecto ($B_{\text{enfriamiento}}/A_{\text{enfriamiento}}$) en uno de los siguientes intervalos; de 10 000:1 a 2:1; de 2500:1 a 5:1; de 1000:1 a 5:1; de 750:1 a 5:1; de 400:1 a 10:1; de 200:1 a 10:1; o de 100:1 a 2:1; una altura $A_{\text{enfriamiento}}$ en uno de los siguientes intervalos; de 0.1 a 40 mm, de 0.15 a 35 mm, de 0.2 a 30 mm, de 0.25 a 25 mm, de 0.3 a 20 mm, de 0.4 a 15 mm, de 0.4 a 10 mm, de 0.5 a 10 mm, de 0.5 a 5 mm, de 0.75 a 5 mm, de 0.75 a 2,5 mm, de 1 a 2,5 mm, de 1 a 2 mm, de 0.1 a 2 mm, o 0.1 a 1 mm; y una presión del fluido de enfriamiento en el flujo en chorro del fluido de enfriamiento cuando sale de la punta de la boquilla en uno de los siguientes intervalos por encima de la presión de la cámara del reactor; de $0.01 \cdot 10^5$ a $20 \cdot 10^5$ Pa, de $0.015 \cdot 10^5$ a $15 \cdot 10^5$ Pa, de $0.015 \cdot 10^5$ a $10 \cdot 10^5$ Pa, de $0.02 \cdot 10^5$ a $5 \cdot 10^5$ Pa, de $0.25 \cdot 10^5$ a $2.5 \cdot 10^5$ Pa, de $0.25 \cdot 10^5$ a $2.0 \cdot 10^5$ Pa, de $0.3 \cdot 10^5$ a $1.5 \cdot 10^5$ Pa, o de $0.3 \cdot 10^5$ a $1.0 \cdot 10^5$ Pa.

5. Un método de acuerdo con la reivindicación 4, en donde el flujo en chorro de alimentación y el flujo en chorro del fluido de enfriamiento se orientan de manera que:
 - los planos de simetría de los flujos se intersecan entre sí a lo largo de una línea de intersección una distancia $D1$ separada de la abertura de la boquilla de inyección que forma el flujo en chorro de alimentación y una distancia $D2$ separada de la abertura de la boquilla de inyección que forma el flujo en chorro del gas de enfriamiento,
 - los planos de simetría están inclinados entre sí con un ángulo α_1 , y
 - el vector de velocidad del flujo del flujo en chorro de alimentación interseca la línea de intersección a un ángulo α_2 y el vector de velocidad del flujo del flujo en chorro del fluido de enfriamiento interseca la línea de intersección a un ángulo α_3 .

6. Un método de acuerdo con la reivindicación 5, en donde:
 - el ángulo de intersección, α_1 , está en uno de los siguientes intervalos; de 30 a 150°, de 45 a 135°, de 60 a 120°, de 75 a 105°, de 80 a 100°, o de 85 a 95°, y
 5 - los ángulos de intersección α_2 y α_3 está en uno de los siguientes intervalos; de 80 a 100°, de 85 a 95°, de 87 a 93°, de 88 a 90°, o de 89 a 91°.
7. Un método de acuerdo con la reivindicación 4, 5, o 6, en donde $B_{\text{enfriamiento}} \geq B_{\text{alimentación}}$.
- 10 8. Un método de acuerdo con la reivindicación 4, 5, o 6, en donde $B_{\text{enfriamiento}} = B_{\text{alimentación}} + \Delta B$, donde ΔB tiene uno de los siguientes valores; 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, o 10 mm.
9. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el gas de alimentación es zinc evaporado y el fluido de enfriamiento es gas de nitrógeno.
- 15 10. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el gas de alimentación es una mezcla de dos o más materiales vaporizados.
- 20 11. Un método de acuerdo con la reivindicación 10, en donde el gas de alimentación es uno de las siguientes; una mezcla de dos o más vapores de metal, una mezcla de al menos un vapor de metal y al menos un compuesto gaseoso no metálico, o una mezcla de al menos un vapor de metal y al menos un gas inerte.
- 25 12. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las partículas que se producen tienen un diámetro externo en los siguientes intervalos; de 1 nm a 5 μm , de 5 a 100 nm, de 100 a 1000 nm, o de 1 a 2 μm .
- 30 13. Un aparato para fabricar partículas sólidas de un material, donde el aparato comprende:
 - un sistema de alimentación para el suministro de un flujo de alimentación gaseoso continuo que comprende un vapor saturado del material y donde el flujo de alimentación se presuriza a una presión en el intervalo de $0.01 \cdot 10^5$ a $20 \cdot 10^5$ Pa por encima de la presión de la cámara del reactor,
 - un sistema para el suministro de al menos un flujo de suministro continuo de un fluido de enfriamiento,
 - un reactor que tiene una cámara de espacio libre, una salida para el gas y un colector de partículas para capturar y extraer las partículas sólidas fabricadas,
 - una boquilla de inyección en conexión continua con el flujo de alimentación gaseoso continuo y que se localiza de manera que inyecta el flujo de alimentación en forma de un flujo en chorro de alimentación que sobresale de la abertura de inyección de la boquilla en la región de espacio libre de la cámara de reacción, y
 - al menos una boquilla de inyección del fluido de enfriamiento en conexión continua con el suministro continuo y que inyecta al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento en la cámara de reacción, en donde
 35 - la abertura de la boquilla de inyección para la inyección del flujo en chorro de alimentación tiene un área de sección transversal rectangular con una altura $A_{\text{alimentación}}$ y un ancho $B_{\text{alimentación}}$, donde
 - la relación de aspecto $B_{\text{alimentación}}/A_{\text{alimentación}}$ es \geq a 2:1 y
 - la altura $A_{\text{alimentación}}$ está en el intervalo de 0.1 a 40 mm, y
 - la al menos una boquilla de inyección para inyectar el al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento tiene una abertura de la boquilla que forma un flujo en chorro del fluido de enfriamiento y que se localiza de manera que el al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento interseca el flujo en chorro de alimentación en un ángulo de intersección de entre 30 y 150°, y que, ya sea individualmente o combinado, se mezcla con sustancialmente todo el gas del flujo en chorro de alimentación a una distancia prevista separada de la abertura de la boquilla para la inyección del flujo en chorro de alimentación.
- 40 14. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 13, en donde
 - la abertura de la boquilla de inyección para la inyección del flujo en chorro de alimentación tiene
 - una relación de aspecto ($B_{\text{alimentación}}/A_{\text{alimentación}}$) en uno de los siguientes intervalos; de 10 000:1 a 2:1; de 2500:1 a 5:1; de 1000:1 a 5:1; de 750:1 a 5:1; de 400:1 a 10:1; de 200:1 a 10:1; o de 100:1 a 2:1, y
 45 - una altura $A_{\text{alimentación}}$ en uno de los siguientes intervalos; de 0.15 a 35 mm, de 0.2 a 30 mm, de 0.25 a 25 mm, de 0.3 a 20 mm, de 0.4 a 15 mm, de 0.4 a 10 mm, de 0.5 a 10 mm, de 0.5 a 5 mm, de 0.75 a 5 mm, de 0.75 a 2,5 mm, de 1 a 2,5 mm, de 1 a 2 mm, de 0.1 a 2 mm, o 0.1 a 1 mm..
- 50 15. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 13 o 14, en donde
 - la boquilla de inyección para la inyección del flujo en chorro de alimentación y la al menos una boquilla de inyección para inyectar el al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento se orientan de manera que el flujo en chorro de alimentación y el al menos uno de los flujos del chorro del fluido de enfriamiento para intersectarse entre sí en un ángulo de intersección, α_1 , entre 30 y 150° a una distancia, D_1 , separada de la abertura de la boquilla del chorro de alimentación en uno de los siguientes intervalos; de 1 a 30 mm, de 1 a 20 mm, de 1 a 10 mm, de 1 a 6 mm, y de 2 a 6 mm.
- 60
65

16. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 13, 14, o 15, en donde el aparato emplea una boquilla de inyección para inyectar el flujo en chorro del fluido de enfriamiento, y donde
- 5 - la boquilla de inyección tiene una sección transversal rectangular de la abertura de la boquilla con el ancho, $B_{\text{enfriamiento}}$, y altura, $A_{\text{enfriamiento}}$, que forma una relación de aspecto ($B_{\text{enfriamiento}}/A_{\text{enfriamiento}}$) en uno de los siguientes intervalos; de 10 000:1 a 2:1; de 2500:1 a 5:1; de 1000:1 a 5:1; de 750:1 a 5:1; de 400:1 a 10:1; de 200:1 a 10:1; o de 100:1 a 2:1; y
- 10 - la altura $A_{\text{enfriamiento}}$ está en uno de los siguientes intervalos; de 0.1 a 40 mm, de 0.15 a 35 mm, de 0.2 a 30 mm, de 0.25 a 25 mm, de 0.3 a 20 mm, de 0.4 a 15 mm, de 0.4 a 10 mm, de 0.5 a 10 mm, de 0.5 a 5 mm, de 0.75 a 5 mm, de 0.75 a 2,5 mm, de 1 a 2,5 mm, de 1 a 2 mm, de 0.1 a 2 mm, o 0.1 a 1 mm.
17. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 16, en donde la boquilla de inyección para la inyección del flujo en chorro de alimentación y la boquilla de inyección para inyectar el al menos un flujo en chorro del fluido de enfriamiento se orientan de manera que:
- 15 - los planos de simetría de los flujos del chorro intersecan entre sí a lo largo de una línea de intersección a una distancia D1 separada de la abertura de la boquilla de inyección que forma el flujo en chorro de alimentación y una distancia D2 separada de la abertura de la boquilla de inyección que forma el flujo en chorro del gas de enfriamiento,
- 20 - los planos de simetría están inclinados entre sí con un ángulo α_1 , y el vector de velocidad del flujo del flujo en chorro de alimentación interseca la línea de intersección a un ángulo α_2 y el vector de velocidad del flujo del flujo en chorro del fluido de enfriamiento interseca la línea de intersección a un ángulo α_3 .
18. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 17, en donde
- 25 - el ángulo de intersección, α_1 , está en uno de los siguientes intervalos; de 30 a 150°, de 45 a 135°, de 60 a 120°, de 75 a 105°, de 80 a 100°, o de 85 a 95°, y
- los ángulos de intersección α_2 y α_3 están en uno de los siguientes intervalos; de 80 a 100°, de 85 a 95°, de 87 a 93°, de 88 a 90°, o de 89 a 91°.
- 30 19. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 16, 17, o 18, en donde $B_{\text{enfriamiento}} \geq B_{\text{alimentación}}$.
20. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 16, 17, o 18, en donde $B_{\text{enfriamiento}} = B_{\text{alimentación}} + \Delta B$, donde ΔB tiene uno de los siguientes valores; 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, o 10 mm.
- 35 21. Un aparato de acuerdo con cualquiera de la reivindicaciones 13 - 20, en donde el sistema de alimentación para el suministro de un flujo de alimentación gaseoso continuo comprende una cámara de evaporación para la evaporación de metal de zinc, y el sistema para el suministro de al menos un flujo de suministro continuo de un fluido de enfriamiento comprende una línea de suministro de gas de nitrógeno a temperatura ambiente y una presión por encima de la presión de la cámara del reactor en el intervalo de $0.02 \cdot 10^5$ a $5 \cdot 10^5$ Pa.
- 40 22. Un aparato de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13 - 21, en donde el sistema de alimentación para el suministro de un flujo de alimentación gaseoso continuo comprende dos o más cámaras de evaporación en conexión continua con la boquilla de inyección para el flujo en chorro de alimentación, y donde la línea de suministros que conecta las cámaras de evaporación se unen en un único conducto de gas el cual
- 45 están en conexión continua con la boquilla de inyección.

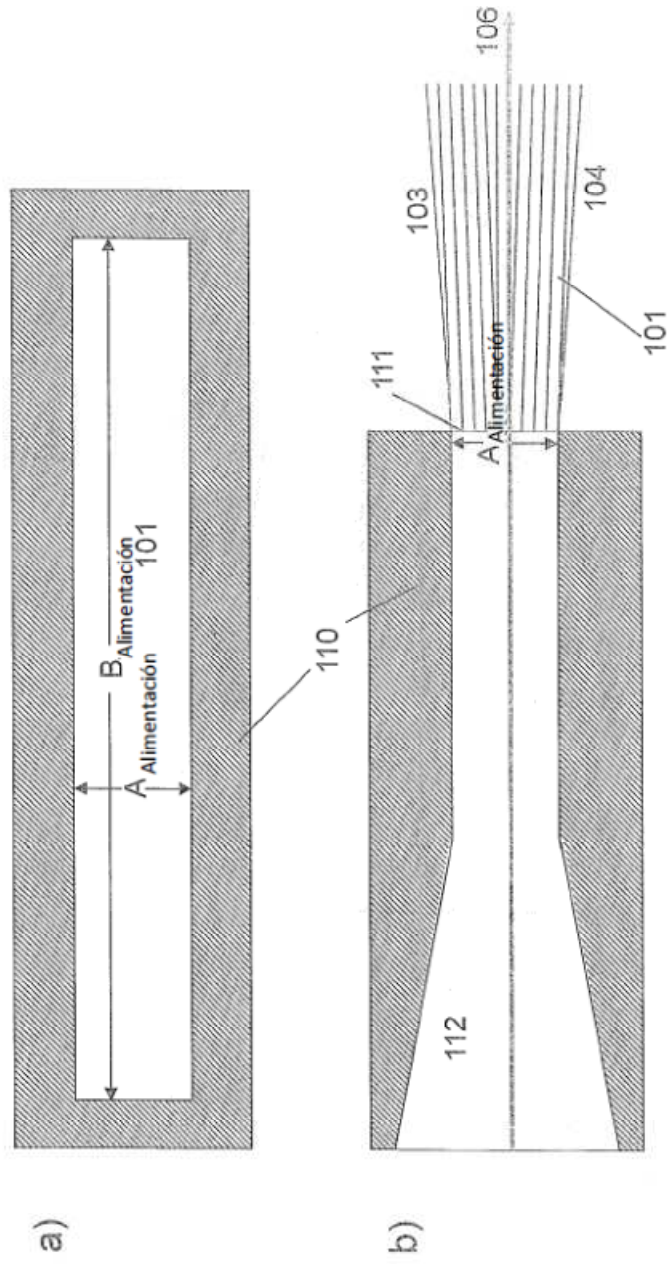


Figura 1

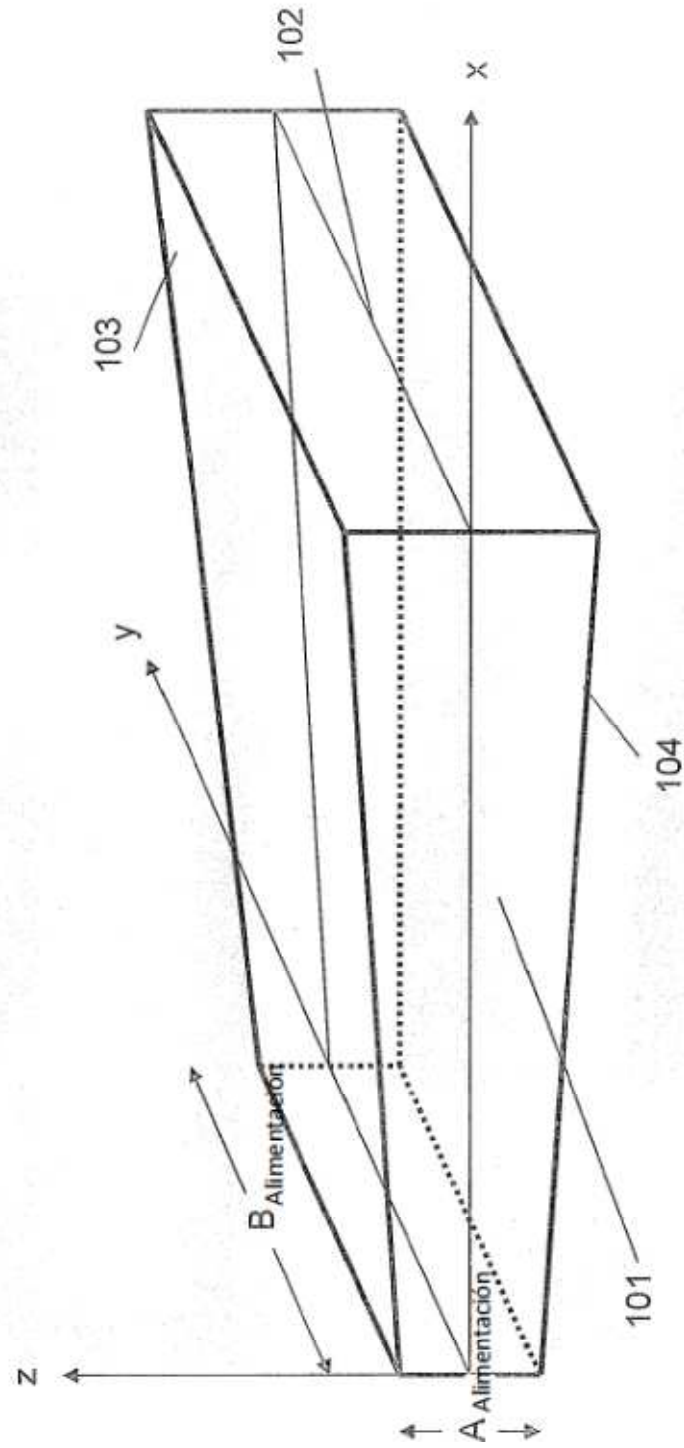


Figura 2

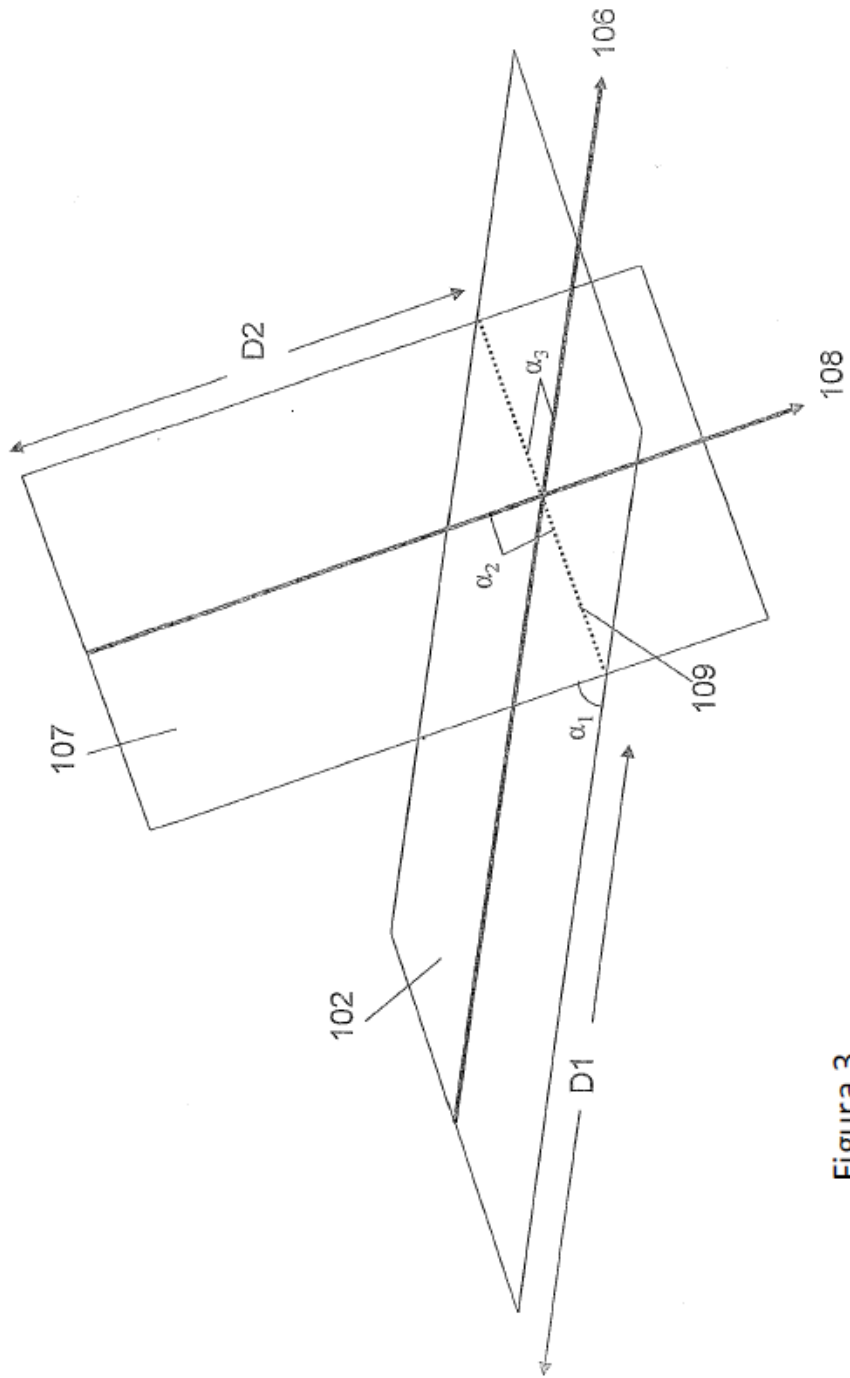
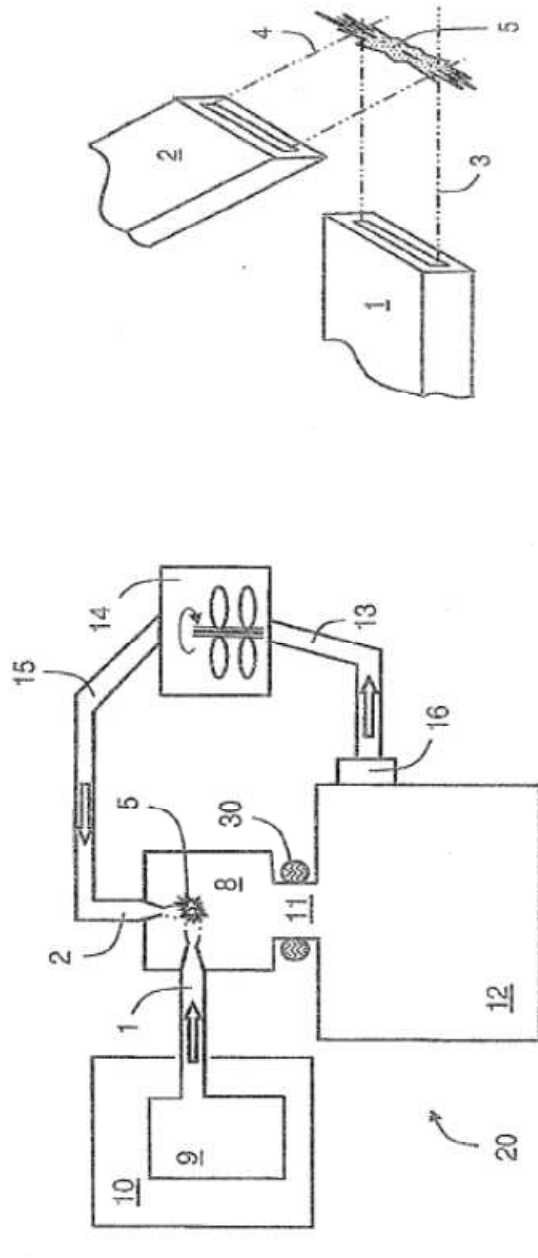


Figura 3



a)

b)

Figura 4

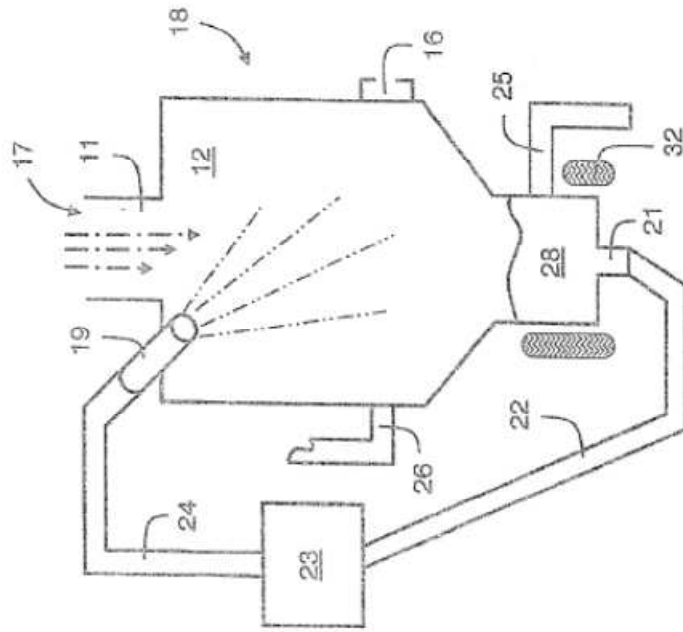


Figure 5

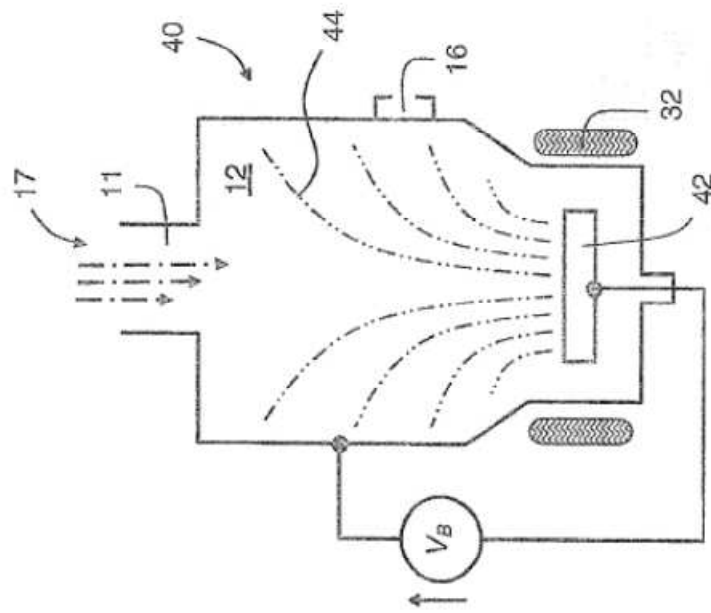


Figure 6

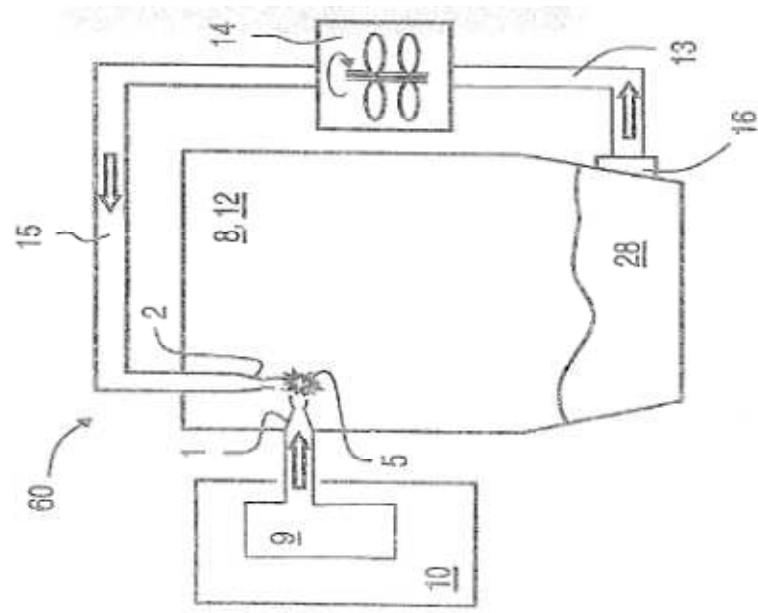
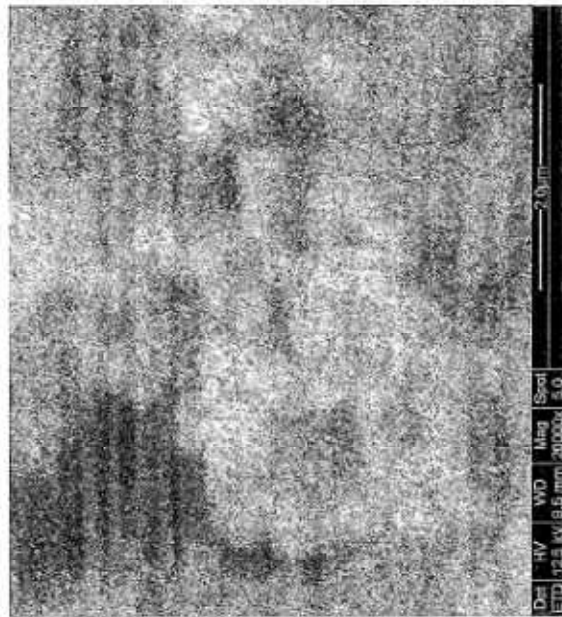


Figura 7



20000X

Figura 8 a) Prueba no. 1

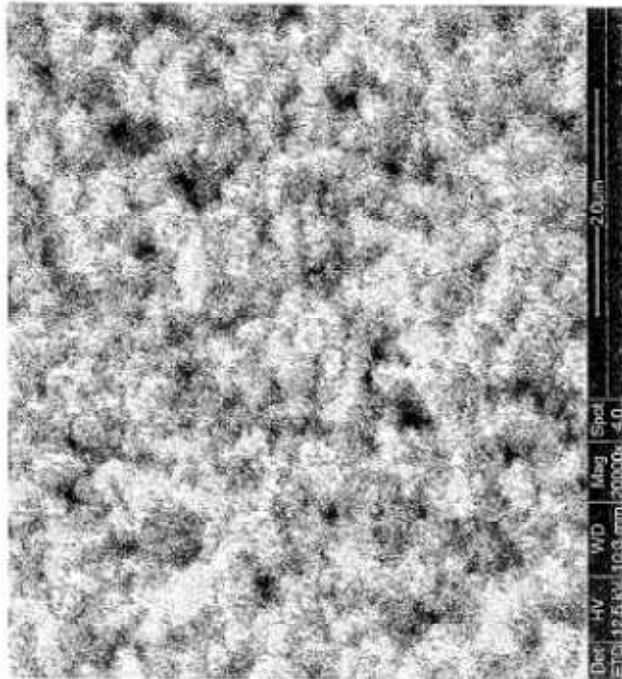


Figura 8 b) Prueba no. 2

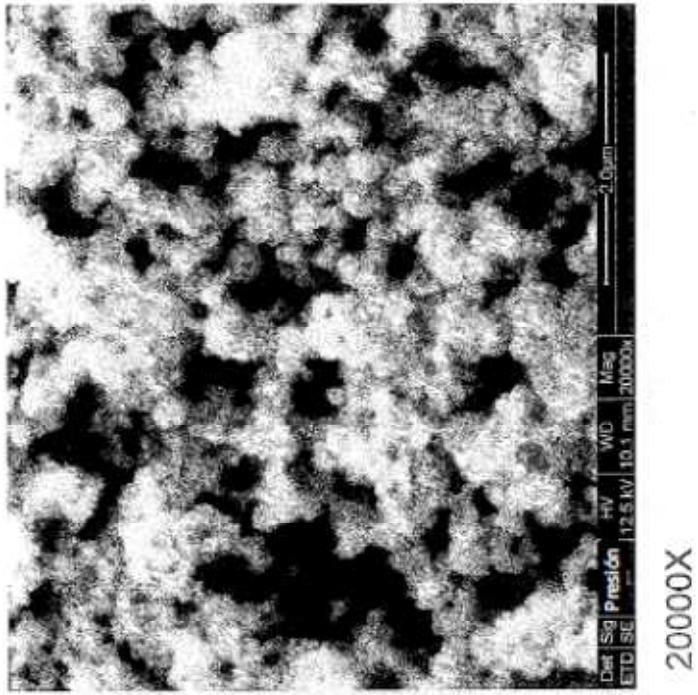


Figura 8 c) Prueba no. 3

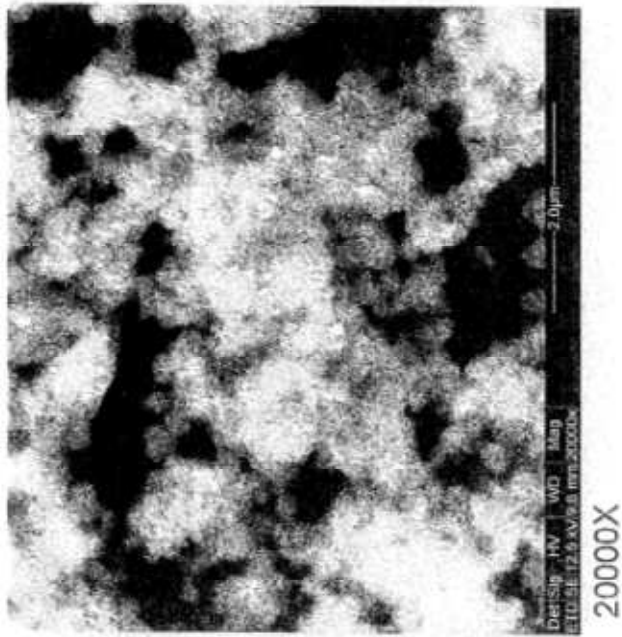
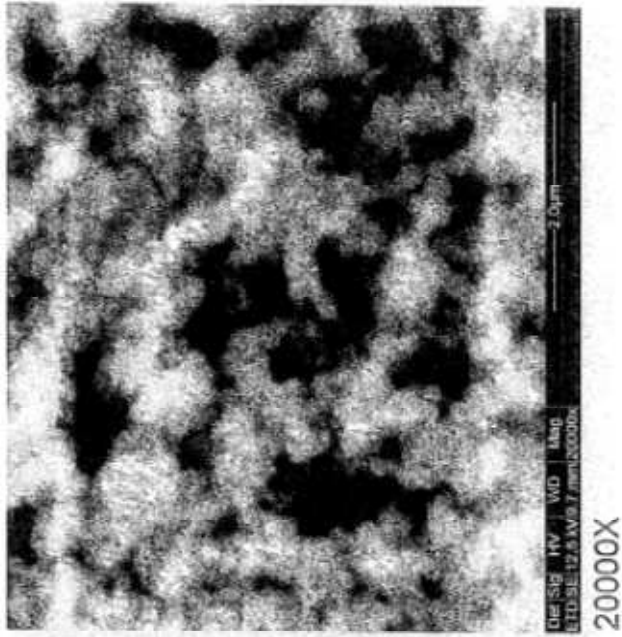


Figura 8 d) Prueba no. 4

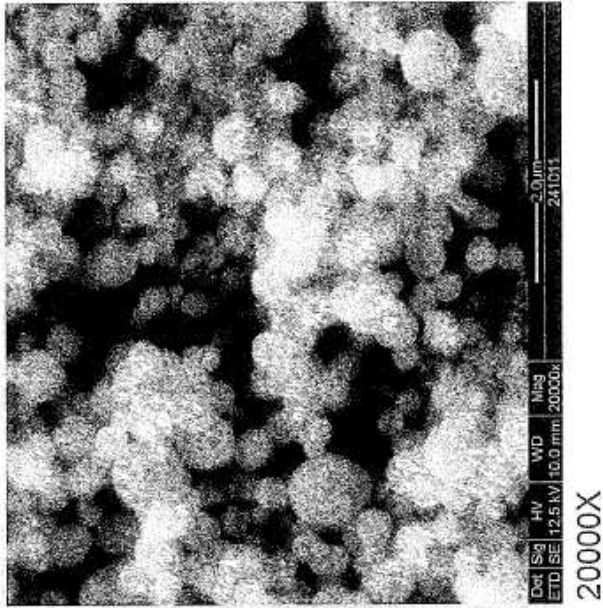


Figura 8 f) Prueba no. 6

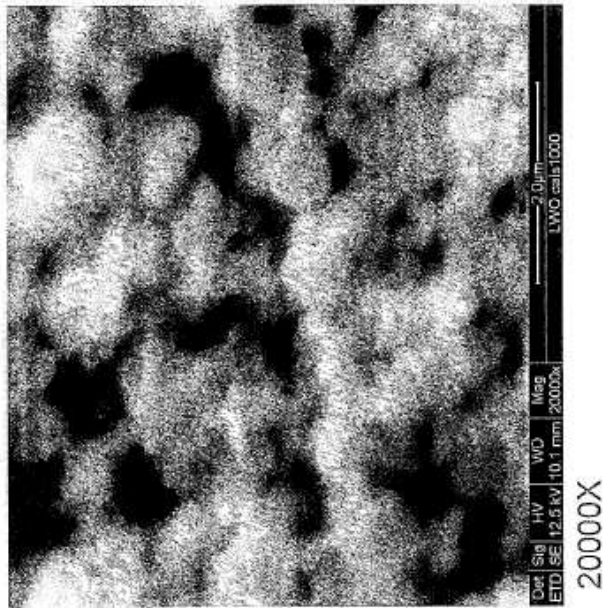


Figura 8 e) Prueba no. 5