

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 604 402**

51 Int. Cl.:

B01J 13/02	(2006.01)
C01B 21/068	(2006.01)
C01B 31/02	(2006.01)
C01B 31/36	(2006.01)
C01B 33/027	(2006.01)
C01B 33/029	(2006.01)
C22C 27/04	(2006.01)
B82Y 30/00	(2011.01)
B82Y 40/00	(2011.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.06.2012 PCT/IB2012/053023**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **17.01.2013 WO13008112**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.06.2012 E 12735635 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.08.2016 EP 2729243**

54 Título: **Método de producción de nanopartículas generando una chispa eléctrica**

30 Prioridad:

08.07.2011 ZA 201105035

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

06.03.2017

73 Titular/es:

**PST SENSORS (PTY) LIMITED (100.0%)
RW James Building, Room 513, Upper Campus,
University of Cape Town
7700 Cape Town, ZA**

72 Inventor/es:

**BRITTON, DAVID THOMAS y
SCRIBA, MANFRED RUDOLF**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 604 402 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método de producción de nanopartículas generando una chispa eléctrica

5 **Antecedentes de la invención**

Esta invención se refiere a un proceso para la producción de nanopartículas por síntesis química en vapor (CVS) que implica la pirólisis de al menos una especie precursora molecular.

10 El método CVS de producción de partículas se basa en la pirólisis de al menos un gas precursor. Para los fines de esta especificación pirólisis se refiere al craqueo térmicamente asistido de moléculas, aunque se pueden producir otros procesos de colisión cinemática, a radicales tal como átomos e iones. La síntesis química en vapor se refiere al proceso completo de ensamblar unidades más grandes tal como moléculas, agrupamientos atómicos, nanopartículas e incluso partículas de escala micrométrica a partir de las especies reactivas producidas durante la
15 pirólisis, o mediante su interacción con las moléculas del gas sin reaccionar. Esta interacción puede ser una reacción química directa o el fomento de una reacción química a través de actividad catalítica.

En estos procesos la inclusión de bajas concentraciones de gases adicionales puede producir la inclusión de átomos dopantes en las nanopartículas o la formación de aleaciones. Los procesos que son conocidos para los expertos en la materia de la producción de nanopartículas a partir de la fase vapor incluyen pirólisis laser, síntesis en reactor de paredes calientes y pirólisis en plasma. Las nanopartículas producidas por tales métodos son de significación industrial por sus aplicaciones como fósforos, en electrónica impresa, en tribología, fluidos magnéticos y electrorreológicos, y en materiales nanocompuestos, así como encuentran un amplio uso en investigación científica
20 avanzada.

El documento Keil D. G. et al. "Combustion synthesis of nanosized SiC_xN_y powders", Materials research society symposium proceedings; materials research society, Pittsburg, PA; EE UU, vol. 410, 1 enero 1996, (páginas 161-166), divulga solo el uso de una chispa para encender una llama autopropagante (véase el resumen) para una reacción química exotérmica convencional, en la que la chispa y su plasma localizado asociado no desempeñan un papel adicional. La reacción de combustión se produce después de que la llama se haya apagado y en toda la
25 cámara.

Los documentos Vivet F. et al. "Synthesis and characterization of SiC:H ultrafine powder generated in an argon-silane-methane low-pressure radio-frequency discharge", Journal of applied physics, American institute of physics. Nueva York, EE UU, vol. 83, no. 12, 15 junio 1998, (páginas 7474-7481), y Mangolini L. et al. "High-Yield Plasma Synthesis of Luminescent Silicon Nanocrystals", Nano letters, American Chemical Society, EE UU, vol. 5, no 4, 1
35 abril 2005, (páginas 655-659), describen pirólisis de plasma excitado por RF convencional, en la que las chispas se evitan explícitamente. En estos métodos, el campo de RF excita (es decir, genera un plasma) en la atmósfera entera. Esto también se produce continuamente a lo largo de un tiempo extendido. Tal proceso de excitación es una descarga incandescente y no una chispa.

El documento Yoshihiko Kanemitsu "Capítulo 5 Silicon and Germanium Nanoparticles", Semiconductors and semimetals, academic press, San Diego, CA, EE UU, vol. 49, 1 enero 1997, (páginas 157-204), describe la pirólisis laser de silano para producir nanopartículas muy oxidadas. No se crea chispa eléctrica, sino más bien una emisión de luz instantánea – más similar a la emisión de luz emitida por un pedernal o una bengala – que solo indica que la
45 reacción se ha producido liberando energía.

El documento US 2005/0258419 A1 describe un "microrreactor de plasma", que usa un potencial de cc continuo entre dos electrodos. Esto es esencialmente una descarga incandescente continua y los electrodos se construyen como tubos para evitar chispas entre ellos.
50

Compendio de la invención

En general, hay un método de producir nanopartículas a través de la síntesis de uno o más fluidos precursores, en donde al menos uno de tales precursores experimenta pirólisis, o craqueo, iniciada por una chispa eléctrica, para producir una o más especies radicales. La especie radical actúa como un reactivo o agente catalítico en la síntesis del material que compone la nanopartícula que se forma por nucleación en el medio fluido. En una forma de realización preferida los fluidos componen un medio gaseoso de baja presión, pero tal chispa también se puede hacer que se produzca en un líquido aislante. En el último caso, el líquido mismo puede formar un material precursor o puede comprender una solución que contiene los materiales precursores. Alternativamente, en un medio gaseoso, se pueden introducir materiales precursores líquidos o sólidos en la región de la chispa como un aerosol de partículas o gotitas en una corriente de un gas portador. Este gas portador puede comprender el mismo un material precursor o ser inerte, y no participar en ningún proceso químico. Similarmente, se puede añadir un gas inerte a los gases precursores como un diluyente.
60

Según la invención se proporciona el método de la reivindicación 1.
65

La descarga eléctrica que forma la chispa preferiblemente tiene una frecuencia entre 1 Hz y 100 Hz.

La chispa tiene una energía total entre 0,01 J y 10 J y preferiblemente entre 0,1 y 1 J.

5 Los materiales precursores pueden estar todos en forma gaseosa.
Alternativamente, al menos uno de los materiales precursores puede estar en forma líquida, la dicha forma líquida, el dicho líquido es o bien un líquido no conductor puro o una solución no conductora de otros materiales en un solvente apropiado.

10 Alternativamente además, al menos uno de los materiales precursores puede normalmente ser un sólido o líquido e introducirse en la chispa como un aerosol compuesto de partículas o gotitas en un gas portador.

15 En una forma de realización preferida del método, la condensación rápida de las nanopartículas lejos de la región de la chispa produce la formación de nanopartículas esféricas.

Las nanopartículas esféricas pueden ser monocristalinas.

20 Las nanopartículas pueden formar agrupamientos esféricos o elipsoidales compactos.

Las nanopartículas se pueden aglomerar para formar cadenas, un agrupamiento ramificado o una red.

25 Las nanopartículas pueden nuclear alrededor de una nanopartícula preexistente para producir una nanopartícula binaria con una estructura núcleo-cubierta.

En particular, las nanopartículas pueden nuclear alrededor de nanopartículas preexistentes inyectadas en regiones más frías del medio que rodea la chispa para formar nanopartículas binarias con una estructura núcleo-cubierta.

30 Se pueden introducir diferentes materiales precursores a diferentes distancias de la chispa lo que permite la nucleación de partículas heterogéneas con un gradiente de composición o una estructura núcleo-cubierta, que puede comprender múltiples cubiertas.

Las nanopartículas pueden comprender silicio.

35 Las nanopartículas pueden comprender un compuesto de silicio, incluyendo sílice, carburo de silicio o nitruro de silicio.

40 Las nanopartículas pueden comprender una aleación de silicio incluyendo silicio dopado con boro, fósforo o arsénico, y también aleaciones de silicio-carbono y silicio-germanio.

Las nanopartículas pueden comprender un polímero.

45 Las nanopartículas producidas por el método de la invención comprenden materiales semiconductores inorgánicos, y tienen superficies no aislantes para uso en aplicaciones electrónicas y eléctricas en general y, específicamente en esas aplicaciones donde se requieren propiedades semiconductoras.

Breve descripción de las figuras

50 La **figura 1** es un diagrama esquemático que muestra la producción de nanopartículas formadas usando una chispa eléctrica generada entre dos electrodos en la cámara de reacción de la figura 1;

La **figura 2** es una imagen de microscopio electrónico de transmisión (MET) obtenida de nanopartículas de silicio producidas según el método de la invención;

55 La **figura 3** es un histograma de la distribución de tamaño de nanopartículas de silicio producidas según el método de la invención;

60 La **figura 4** es una imagen de MET a gran aumento de una nanopartícula de silicio producida según el método de la invención; y

La **figura 5** es un gráfico de la resistividad del nanopolvo de silicio comprimido producido por el método de la invención.

65 **Descripción de formas de realización preferidas**

En esta invención, se usa una descarga eléctrica o chispa para realizar la pirólisis de uno o más gases precursores, específicamente para la producción de nanopartículas estables por síntesis química en vapor, que implica la pirólisis de al menos una especie precursora molecular y la nucleación de las nanopartículas en el medio gaseoso circundante. Se refiere particularmente a la síntesis de nanopartículas de materiales semiconductores inorgánicos, con superficies no aislantes para uso en aplicaciones electrónicas y eléctricas en general, y específicamente en esas aplicaciones donde se requieren propiedades semiconductoras.

Experimentos tempranos bien conocidos investigaron el uso de una chispa de alta energía para fomentar la síntesis de moléculas orgánicas complejas a partir de gases precursores sencillos. Específicamente, se produjeron compuestos tales como aminoácidos de la mezcla de gases, incluyendo metano, oxígeno y amoníaco, esperados en la atmósfera de la tierra joven. El método de pirólisis por chispa se basa en la disociación o craqueo de los gases precursores por la excitación eléctrica de los electrones e iones en el plasma de la chispa. El proceso tiene similitudes con el método de pirólisis por láser pulsada, que tiene ciclos de calentamiento corto y enfriamiento rápido, pero se diferencia significativamente tanto en el método de excitación como en la extensión espacial del plasma y el perfil de temperatura asociado en el gas circundante. Similarmente el método descrito aquí tiene similitudes superficiales a la síntesis química en vapor aumentada por plasma, como se describe en los documentos WO 2010/027959, US 2006/0051505 y US 2006/269690, que usa un acoplamiento de radiofrecuencia de la excitación eléctrica, pero que excita eficazmente la atmósfera gaseosa entera.

Un método similar al descrito aquí, que no implica el paso de pirólisis crucial, es la producción de nanopartículas bien conocida por un arco continuo entre dos electrodos separados, como se describe en los documentos WO 2003/022739 o JP 2010/095422, del que al menos uno está hecho del material que compone las nanopartículas. El material de uno o ambos electrodos se evapora en el plasma del arco, lo que produce la formación de nanopartículas mediante la nucleación en el medio circundante. Las modificaciones conocidas a este método incluyen evaporar el material del electrodo en un medio reactivo, tal como aire u oxígeno, para producir nanopartículas de óxido.

La figura 1 muestra, esquemáticamente, los procesos que se producen durante la síntesis química en vapor. Cuando se genera una descarga en arco entre dos electrodos (1), se producen especies radicales (2) por pirólisis de uno o más precursores en el núcleo del plasma relativamente caliente de la chispa (3). Una o más de las especies radicales resultantes experimentan interacciones en una región de reacción más fría (4) que rodea el núcleo del plasma de la chispa para formar las especies (5) que comprenden la nanopartícula deseada. Las interacciones entre las especies radicales, o entre las especies radicales y sin reaccionar, puede simplemente formar una ruta a la síntesis química, o al menos uno de tales radicales puede actuar como un agente catalítico que fomenta una reacción entre cualquiera de las otras especies presentes. Más particularmente tal reacción catalítica debe implicar una o más especies precursoras sin craquear.

La supersaturación del producto final produce la nucleación y crecimiento de las nanopartículas (6) en el medio circundante. El tamaño, morfología y estructura interna de las partículas está, por tanto, principalmente controlado por cinco factores: la presión y temperatura del medio circundante, y la longitud, energía y duración de la chispa. Se pueden producir nanopartículas en el intervalo de tamaño de 1 nm a 1000 nm, pero preferiblemente están en el intervalo de 5 nm a 200 nm, y más preferiblemente en el intervalo de 20 nm a 70 nm.

En esta invención, se forma un plasma con una pequeña extensión espacial en la chispa. Por tanto, los procesos de craqueo son similares a los que se producen en síntesis química en vapor aumentada por plasma en que otros procesos de colisión cinemática pueden desempeñar un papel en el craqueo de las moléculas precursoras para formar las especies radicales. Otra similitud superficial con la síntesis química en vapor aumentada por plasma es la excitación eléctrica del plasma, que se diferencia de la presente invención en que está directamente acoplada y solo excita una región limitada del medio directamente entre los dos electrodos y no la atmósfera gaseosa entera como en los métodos que emplean acoplamiento de radiofrecuencia usados en el estado de la técnica.

Por tanto, en la presente invención, el medio fluido contiene regiones más frías que en la síntesis química en vapor aumentada por plasma, de modo que las partículas se pueden formar y enfriar a una velocidad más rápida limitando de esta manera el crecimiento y la reorganización de los átomos o moléculas que constituyen la partícula. Por tanto, el método es más adecuado para la producción de partículas esféricas pequeñas, que pueden ser amorfas, policristalinas o monocristalinas. Mediante el control de los parámetros físicos del material circundante, por ejemplo, para la síntesis en fase gas, la velocidad de flujo, presión, temperatura de la cámara y la presencia de gases de extinción o dilución, se puede controlar la cristalinidad y se pueden obtener partículas monocristalinas esféricas en el intervalo de tamaño deseado.

A diferencia de en la síntesis química en vapor aumentada por plasma, en el método divulgado aquí la chispa y el plasma asociado son de corta duración, y así el perfil temporal del plasma tiene alguna similitud al encontrado en pirólisis por láser pulsado, que tiene ciclos de calentamiento cortos y de enfriamiento más largos. Sin embargo, el presente método se diferencia significativamente no solo en el método de excitación, sino también en la extensión espacial del plasma y, por tanto, el perfil de temperatura en el medio circundante. Más particularmente, en la presente invención la chispa no calienta significativamente el medio circundante.

La variación de la temperatura y presión en el medio circundante se puede usar para cambiar las velocidades de nucleación y condensación de las partículas permitiendo la formación de estructuras mayores. En particular, se pueden fusionar partículas in situ para formar agrupamientos esféricos o elipsoidales compactos, cadenas, agrupamientos ramificados o redes dendríticas complejas. A temperaturas elevadas, si se deja que las nanopartículas impacten sobre un sustrato, el método puede ser adecuado para la deposición de capas compactas y recubrimientos.

La invención se puede usar para producir nanopartículas de la mayoría de los materiales cuyos precursores se pueden introducir en la chispa en la fase gas o líquida o como un aerosol. En el aerosol el gas portador puede o bien ser inerte o estar compuesto de uno de los materiales precursores. Por tanto, la invención incluye la fabricación de nanopartículas de todos los materiales que se sabe que se depositan como películas finas en procesos de deposición química de vapor (CVD), tal como semiconductores, metales y cerámicos. De una manera análoga a la mayoría de los procesos de deposición química de vapor, dopar y alear se puede lograr mezclando el precursor y dopantes antes de alimentar la mezcla en la cámara, o inyectándolos por separado en la región de la chispa. Similarmente, la inclusión de otras fases, por ejemplo, para la producción de una partícula binaria con una estructura de núcleo y cubierta, se puede lograr por inyección de un aerosol en la región de nucleación que rodea la chispa.

Los métodos divulgados son particularmente adecuados para la producción de nanopartículas compuestas de: silicio; sus compuestos tal como sílice, nitruro de silicio y carburo de silicio; y sus aleaciones incluyendo, entre otras, silicio dopado con boro y dopado con fósforo, así como aleaciones silicio-carbono y silicio-germanio.

Se pueden producir polímeros y otras nanopartículas orgánicas, así como fases de carbono tal como nanotubos y moléculas de buckminsterfullereno, usando la chispa para pirolizar el precursor de un radical catalítico en un proceso similar a que se produce en el filamento caliente en deposición química de vapor iniciada como se describe por Gleeson et al en el documento WO2007145657. De particular relevancia son los fluorocarbonos, como se divulga en el documento WO9742356, y poliglicidilmetacrilato (PGMA), que se pueden nuclear alrededor de un núcleo de una nanopartícula metálica o cerámica preexistente como se ha divulgado anteriormente.

En una forma de realización preferida de la invención se produce una chispa en un medio gaseoso dentro de una cámara de reacción por la aplicación de un potencial eléctrico alto entre dos electrodos. La cámara de reacción puede variar de tamaño y se puede construir de acero inoxidable o vidrio o cualquier otro material adecuado y se sella a la atmósfera por juntas tóricas o similares, que previenen el ingreso del aire en la cámara. La cámara de reacción se llena con gases precursores que se introducen en la cámara de reacción, y cuya velocidad de flujo y presión se pueden regular. Según la invención la morfología, estructura, cristalinidad y tamaño de las nanopartículas producidas por la pirólisis de la chispa pueden estar afectados por la variación en la distancia del descargador de chispa, energía de la chispa, presión dentro de la cámara de reacción, la velocidad de flujo y composición de los gases precursores.

Los electrodos pueden constituir cualquier material conductor, pero se prefiere un metal refractario con un punto de fusión y resistencia a la corrosión altos. De la experiencia el hilo de tungsteno ha demostrado ser un material de electrodo excelente. Se producirá una chispa solo si las condiciones para la ionización del gas en la cámara se satisfacen. Las condiciones están determinadas por la presión, diferencia de potencial y distancia a la chispa. Por tanto, para un descargador de chispa fijo el potencial sobre el descargador de chispa tendrá que ser lo suficientemente alto para iniciar la chispa a una presión particular. La localización de la chispa dentro de la cámara, así como el tamaño de la cámara también se puede variar para afectar el tamaño de partícula y aglomeración de las nanopartículas. La velocidad de nucleación de las nanopartículas se puede regular además controlando la temperatura de la cámara o bien enfriando o calentando.

El gas o gases precursor(es) se puede(n) introducir en la cámara de reacción a través de una entrada única o través de múltiples entradas en la misma o diferentes localizaciones en la cámara, lo que permite variar espacialmente la distribución de los precursores y especies reactivas. Como ejemplo, uno o más gases se pueden distribuir radialmente dentro de la cámara, lo que facilita el crecimiento de las nanopartículas con un gradiente en su composición o una estructura núcleo-cubierta, con la posibilidad de múltiples cubiertas, ya que diferentes especies nuclea a diferentes distancias de la chispa.

Ejemplo: producción de nanopartículas de silicio dopado

Para ilustrar el método de la invención más completamente, la producción de nanopartículas de silicio de tipo p se usa como un ejemplo. El gas precursor era monosilano puro (SiH_4) diluido con el 0,1% en volumen de diborano (B_2H_6), que se administró a la cámara de reacción a una velocidad de flujo de 50 sccm y se mantuvo a una presión de 80 mbar. El nivel de dopado en las nanopartículas resultantes se puede controlar variando la concentración de diborano desde aproximadamente 1 parte por millón a en exceso del 10% en volumen. Se puede añadir cualquier otro dopante conocido a las nanopartículas mediante la inclusión de sus respectivos precursores conocidos. Como un ejemplo particular, el dopado de tipo n con fósforo se alcanza por la adición de fosfina o difosfina, y con arsénico por la adición de arsano.

- 5 Se pueden usar otros precursores de silicio conocidos tal como disilano, y silanos halogenados, tal como los clorosilanos o fluorosilanos. Se puede usar un gas diluyente inerte tal como argón o helio. La dilución del gas precursor con hidrógeno, como se sabe bien en la deposición química de vapor de películas de silicio, también resultará en la producción de nanopartículas, pero no se recomienda para la obtención de una superficie estable. Se pueden producir partículas que comprenden óxidos, nitruros y oxinitruros, o con una capa de superficie compuesta de tales materiales, usando uno cualquiera o ambos de oxígeno y nitrógeno como los gases diluyentes, respectivamente.
- 10 Similarmente, se pueden sintetizar partículas que comprenden aleaciones o compuestos de silicio con otros elementos, incluyendo los precursores conocidos para practicantes de la deposición química de vapor para estos materiales. Esta lista es extensa, y no se debe restringir a los siguientes ejemplos. Se puede incluir carbono, para sintetizar nanopartículas de carburo de silicio o aleaciones de silicio-carbono, por ejemplo, mediante la adición de metano, un alcano de cadena corta tal como etano, propano o butano, o alqueno tal como etano o propeno, como un gas precursor secundario, o un compuesto aromático u otro hidrocarburo superior en forma nebulizada.
- 15 Similarmente se pueden producir nanopartículas que comprenden aleaciones de silicio-germanio, o germanio elemental, mediante la adición, o sustitución, del silano con un germano correspondiente.
- 20 La fuente de alimentación de alto voltaje usada para generar la chispa se dejó en modo de carrera libre, con un condensador repetidamente cargando y descargando a través del descargador de chispa. En esta organización, la frecuencia media de la descarga de la chispa y su energía depende del voltaje de ruptura, que depende del tamaño del descargador de chispa y la presión dentro de la cámara de reacción. En el presente ejemplo la frecuencia de la chispa es 9,5 Hz y la energía de la chispa en la región de 0,6 J.
- 25 En un proceso alternativo, se puede usar un pulso de alto voltaje modulado, por ejemplo, pero no limitado a, una forma de onda cuadrada, triangular, sinusoidal o media onda rectificada, con una frecuencia definida menor de 1 kHz, y mayor de 0,01 Hz. Lo más preferiblemente la frecuencia de la chispa debe ser entre 1 Hz y 100 Hz, con una energía total por chispa entre lo más preferiblemente de 0,1 a 1 J.
- 30 Las nanopartículas de silicio producidas según el ejemplo de la invención descrito anteriormente se muestran en la imagen de MET de la figura 2. Las nanopartículas de silicio son esféricas con un diámetro medio de partícula entre 20 y 40 nm como se muestra en el histograma de distribución de tamaño de partícula de la figura 3. Los histogramas representan nanopartículas de silicio intrínsecas producidas a 40 mbar.
- 35 Las nanopartículas de silicio producidas según el método de la invención, a 80 mbar con diborano al 0,1%, son monocristalinas. Esto se revela en las imágenes de MET en la figura 4, por la estructura de rejilla visible en la partícula entera. Muestra cómo la estructura cristalina se extiende por completo, hasta la capa atómica exterior de la partícula.
- 40 Tanto el tamaño como la cristalinidad de las nanopartículas, se pueden modificar por control de la velocidad de nucleación y la temperatura en la zona de nucleación variando la energía de la chispa, presión y velocidad de flujo de los gases en la cámara de reacción. La nucleación rápida produce la formación de partículas esféricas, y a alta presión producirá una estructura interna policristalina o amorfa. A mayores velocidades de flujo las partículas serán más pequeñas y menos aglomeradas. Por tanto, el control del flujo del gas, y los parámetros de reacción también
- 45 pueden permitir la síntesis de estructuras grandes que comprenden nanopartículas, tal como agrupamientos esféricos o elipsoidales compactos, agrupamientos dendríticos ramificados y grandes cadenas de partículas.
- 50 El dopado de las nanopartículas de silicio con boro se confirmó por una reducción en la resistividad con un aumento en la concentración del gas precursor diborano. La resistividad de las partículas producidas según el método de la invención se midió comprimiendo una cantidad medida de nanopolvo de silicio de referencia y la misma cantidad de nanopolvo producido por el método de la invención, a la misma densidad, entre dos rodillos conductores. La resistividad de las nanopartículas de silicio producidas según la invención, a 80 mbar con concentraciones de diborano del 0,01%, el 0,1% y el 1%, se muestra en la figura 5. La disminución en la resistividad con la concentración creciente de diborano indica un aumento en la concentración de dopado en las nanopartículas de
- 55 silicio producidas según la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un método de producir nanopartículas en el intervalo de tamaño de 1 nm a 1000 nm a través de la síntesis de uno o más fluidos precursores, el método incluye proporcionar un medio fluido que comprende al menos un fluido precursor y generar una chispa eléctrica en dicho medio fluido para producir pirólisis de dicho al menos un fluido precursor en un núcleo de plasma caliente de vida corta de la chispa, el plasma tiene una extensión espacial pequeña, para producir al menos una especie radical, y para formar nanopartículas por nucleación en el medio fluido en una zona de reacción más fría que rodea el núcleo del plasma de la chispa, en donde dicha al menos una especie radical actúa como un reactivo o agente catalítico en la síntesis de material que compone dichas nanopartículas, en donde la chispa se crea por una descarga eléctrica que tiene una frecuencia entre 0,01 Hz y 1 kHz, y tiene una energía total entre 0,01 J y 1 J.
2. Un método según la reivindicación 1 en donde el fluido precursor comprende al menos un material precursor en forma gaseosa.
3. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2 en donde el fluido precursor comprende al menos un material precursor en forma líquida, que o bien es un líquido no conductor puro o una solución no conductora de otros materiales en un solvente apropiado.
4. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en donde el fluido precursor comprende al menos un material precursor que es normalmente un sólido o líquido y se introduce en la chispa como un aerosol compuesto de partículas o gotitas en un gas portador.
5. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en donde la condensación rápida de las nanopartículas lejos de la región de la chispa produce la formación de nanopartículas esféricas.
6. Un método según la reivindicación 5 en donde las nanopartículas esféricas son monocristalinas.
7. Un método según la reivindicación 5 o la reivindicación 6 en donde las nanopartículas forman agrupamientos esféricos o elipsoidales compactos.
8. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 en donde las nanopartículas se aglomeran para formar cadenas, un agrupamiento ramificado o una red.
9. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 en donde las nanopartículas nuclean alrededor de nanopartículas preexistentes para producir nanopartículas binarias con una estructura de núcleo-cubierta.
10. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 en donde diferentes materiales precursores se introducen a diferentes distancias de la chispa lo que permite la nucleación de partículas heterogéneas con o bien un gradiente de composición o una estructura núcleo-cubierta.
11. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 en donde las nanopartículas comprenden silicio; un compuesto de silicio incluyendo sílice, carburo de silicio, o nitruro de silicio; o una aleación de silicio incluyendo silicio dopado con boro, fósforo o arsénico, una aleación de silicio-carbono o una aleación de silicio-germanio.
12. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 en donde las nanopartículas comprenden un polímero.
13. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 en donde las nanopartículas comprenden materiales semiconductores inorgánicos y tienen superficies no aislantes para uso en aplicaciones electrónicas y eléctricas en general, y específicamente en esas aplicaciones donde se requieren propiedades semiconductoras.

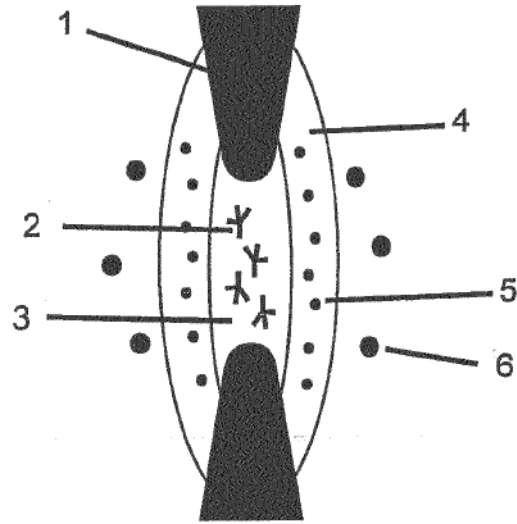


Fig. 1

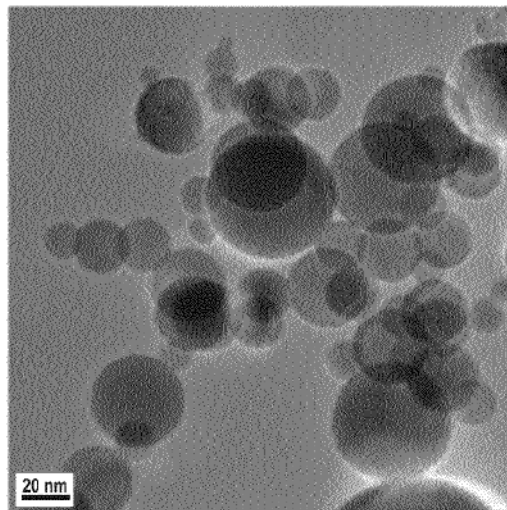


Fig. 2

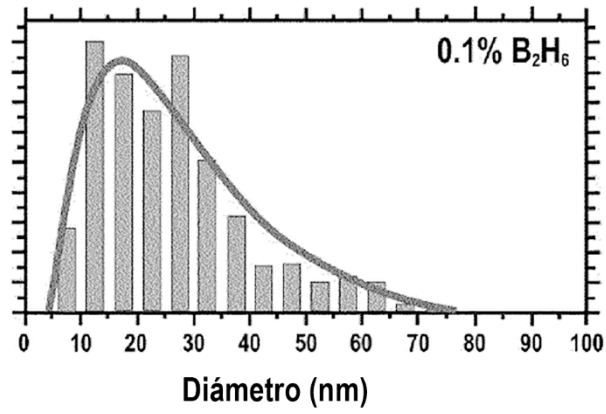


Fig. 3

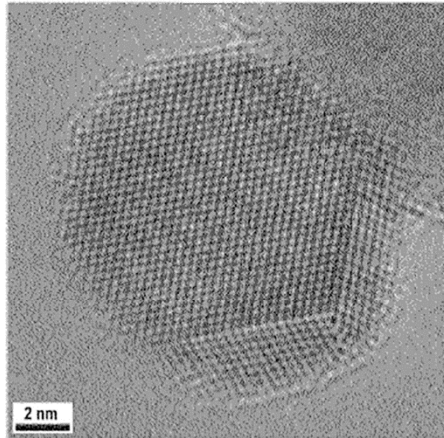


Fig. 4

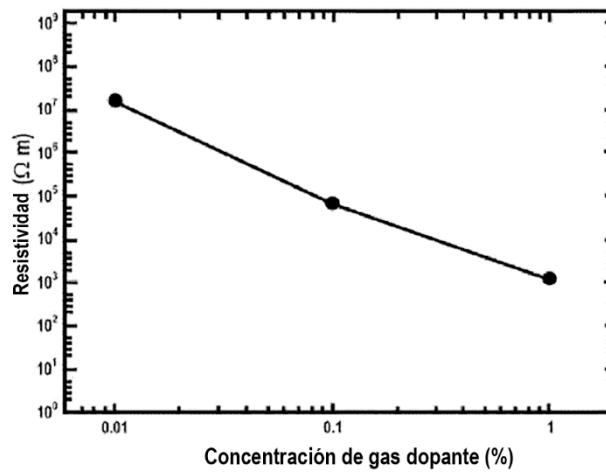


Fig. 5