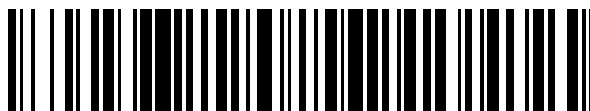


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 787 203**

51 Int. Cl.:

B01J 4/00 (2006.01)

B01J 12/02 (2006.01)

B82Y 30/00 (2011.01)

B82Y 40/00 (2011.01)

C01B 32/16 (2007.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.03.2006 PCT/GB2006/001001**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.09.2006 WO06100456**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.03.2006 E 06710121 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.03.2020 EP 1919605**

54 Título: **Válvula de aislamiento de gas**

30 Prioridad:

23.03.2005 GB 0506007

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

15.10.2020

73 Titular/es:

**Q-FLO LTD. (100.0%)
ST JOHNS INNOVATION CENTRE
COWLEY ROAD, CAMBRIDGE C84 0WF, GB**

72 Inventor/es:

**MARTIN, PICK y
CASH, STEPHEN**

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 787 203 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

Válvula de aislamiento de gas

La última parte del siglo veinte fue testigo del descubrimiento del carbono Buckminsterfullereno C60 [H.W. Kroto, J.R. Heath, S. C. O'Brien, R.F. Curl y R. E. Smally, (Nature 318, 162 1985)]. La subsiguiente investigación de las propiedades de este tipo de alótropo nuevo de carbono llevó a la identificación de nanotubos de carbono basados en la estructura molecular C6 del carbono [S. Iijima Nature 354, 56 1991]. Normalmente, los nanotubos de carbono tienen un diámetro de 1,0-100 nanómetros y relación de dimensiones que oscilan entre $<10/1$ a $>1000/1$. Pueden producirse de una variedad de formas ejemplificadas por nanotubos de pared simple [SWNT], nanotubos de paredes múltiples [MWNT] y nanofibras. Los nanotubos pueden procesarse de un cierto número de maneras que hacen que sea adecuado para distintos usos finales. Los nanotubos de carbono alineados verticalmente están destinados para electrónica dado que exhiben propiedades eléctricas notables, de forma similar la fibra producida de nanotubos creados en una cámara de reacción de gas a elevada temperatura puede ser usada para crear materiales técnicamente avanzados. La tecnología que rodea la producción de fibra de nanotubos es novedosa y plantea retos y exige innovación intelectual constante. La invención descrita existe en el dominio del reto técnico y de la resolución de problemas.

Normalmente, un recipiente de reacción de gas usada para producir fibra de nanotubos de carbono es un cilindro montado verticalmente con una relación ejemplificada de aspecto de 8:1. El recipiente tiene zonas que operan a diferentes temperaturas ejemplificadas por una temperatura elevada, una zona de reacción de producción del nanotubo, una zona de transferencia y una zona de extracción. Una materia prima de carbono, ejemplificada por metano y etanol es introducida en el recipiente de reacción junto con un gas portador, ejemplificado por argón, helio, nitrógeno e hidrógeno. Los gases no son necesariamente excluyentes. Con el fin de la presente descripción el gas usado es hidrógeno. La materia prima y el gas portador son introducidos en la zona superior de reacción de temperatura elevada en la que se producen los nanotubos. Inicialmente, se forma una estructura tridimensional de nanotubos que se forma en fibra según discurren los nanotubos a través de la zona de transferencia del recipiente de reacción. Cuando se encuentra en la zona de extracción se debe meditar la recolección eficaz de productos fuera del recipiente de reacción. La presente invención aborda el problema de aislar el gas portador de temperatura elevada dentro del recipiente de reacción desde el entorno exterior.

La consideración de tecnologías disponibles ha identificado el conjunto de válvulas de gas conocidas como válvulas de laberinto. Se conoce tal válvula, por ejemplo, a partir del documento WO 03/072497 A1. Un análisis cuidadoso de su diseño mostró que eran inadecuadas para la recolección de fibras dado que no ofrecen un recorrido en línea recta para la extracción de fibras y no se garantiza el aislamiento de los gases reactivos dentro de la cámara de reacción del oxígeno atmosférico. Las investigaciones de la técnica anterior no han proporcionado ningún sistema de barrera de gas que pueda ser aplicado a la tecnología actual. La invención descrita proporciona una válvula de aislamiento de gas según la reivindicación 1, que comprende una cámara en línea recta a través de la cual se pueden extraer fibras sin impedimentos, se garantiza el aislamiento completo de gas y se garantiza la retirada de los gases reactivos.

Se proporciona la válvula de aislamiento así descrita en una unidad apilable de forma modular. Cada unidad puede estar compuesta por dos secciones. Si se construye en dos secciones, la primera sección es una cámara de evacuación dotada de un conjunto de boquillas mientras que la segunda sección proporciona un gas de lavado introducido a través de su propio conjunto de boquillas. Se proporciona un cierre estanco al gas entre cada una de las dos secciones y entre cada una de las unidades apilables. La válvula puede tener tantas unidades apilables, diferenciadas de aislamiento mencionadas anteriormente como sean necesarias. Si se requiere, se puede proporcionar una provisión de iris para cada unidad de aislamiento, de forma que la apertura de acceso al recipiente de reacción y/o a cada unidad apilable pueda fijarse según se requiera. Por ejemplo, únicamente la presente invención tiene las unidades de válvula montadas vertical y en serie de forma individual. Las trazas de los gases reactivos dentro del recipiente de reacción son retirados progresivamente mediante cada una de las unidades apilables diferenciadas hasta que no queden trazas de los gases presentes en la atmósfera en la base de la válvula de aislamiento de gas. Se pueden emplear sensores para tomar muestras de los gases en las unidades apilables diferenciadas para confirmar la retirada completa.

La invención descrita permite el acceso sin impedimento entre el recipiente de reacción y la atmósfera. El acceso sin impedimento proporciona el medio por el cual el producto del recipiente de reacción, que con el fin de la presente descripción es fibra de nanotubos, puede ser continuamente recolectado. La válvula según se ha descrito, tiene un canal continuo, ininterrumpido de extremo abierto a través del cual se recolecta el producto del recipiente de reacción. El canal puede ser controlado por iris si se requiere.

Las boquillas mencionadas anteriormente para entrada y evacuación de gas de lavado pueden variar en número y tamaño. El ángulo de la entrada de gas también puede variar dependiendo del ángulo de las boquillas presentes en la pared de la cámara de gas de lavado. Una presentación ortogonal puede proporcionar una entrada propicia para el gas de lavado mientras que las boquillas fijadas a un ángulo con respecto a las paredes de la cámara de gas de lavado pueden fomentar el giro del gas dentro de la cámara, esto puede ser ventajoso en circunstancias particulares. De forma similar, las boquillas que afectan a la evacuación de gases desde las unidades de aislamiento pueden fijarse

de forma ortogonal o con un ángulo. La posición de las boquillas puede aumentar las características de la sección de gas de lavado de la válvula y/o establecer características independientes de flujo de gas.

Aunque las unidades apilables de aislamiento de gas son, preferentemente, versiones metálicas o no metálicas, también pueden proporcionarse ejemplificadas por unidades fabricadas de materiales cerámicos.

- 5 Puede ser ventajoso para ciertos requisitos que se introduzca turbulencia en el gas en la cámara de gas de lavado, esto puede lograrse mediante la colocación cuidadosa de las boquillas en las paredes de la cámara y/o variando la presión de entrada de gas. Se puede proporcionar un gradiente de energías de gas de unidad a unidad. El gradiente resultante de energías puede ser usado para aumentar la separación de gas de unidad diferenciada a unidad diferenciada y, así, del recipiente de reacción a la atmósfera.
- 10 De forma similar, si cada unidad tiene una temperatura diferente a la de su unidad colindante también se puede introducir un gradiente térmico que aísla adicionalmente los gases reactivos dentro del recipiente de reacción del oxígeno de la atmósfera. Se proporciona un cierre estanco al gas entre cada unidad apilable y también entre las secciones de evacuación y de gas de lavado. Si el cierre es también un aislador, entonces, cada unidad apilable puede aislarse eléctricamente y se puede aplicar un gradiente de carga eléctrica a las unidades apiladas aumentando adicionalmente el número de variables que pueden ser usadas para contribuir a la extracción y recolección del producto.

Los experimentos llevados a cabo sobre la válvula de aislamiento de gas según se ha descrito han tenido como resultado que se detecten cantidades nulas de gases reactivos en la abertura que se comunica con el entorno en el que se recolecta el producto.

- 20 Según la presente invención se proporciona una válvula de aislamiento de manto de gas, de forma que los gases reactivos y/o volátiles dentro de un recipiente de reacción de temperatura elevada sean aislados de la atmósfera en la base de la válvula de extracción. El recipiente de reacción de temperatura elevada produce producto que, para los fines de la presente descripción, son nanotubos de carbono que son recolectados como fibra de nanotubos de carbono.

- 25 La cámara tiene una pluralidad de unidades diferenciadas montadas de forma modular. Cada unidad diferenciada está compuesta por secciones y, aunque puede haber una pluralidad de secciones, la presente descripción identifica dos. La primera sección es una cámara de evacuación proporcionada dentro de un contenedor metálico o no metálico. La segunda sección es una cámara de entrada de gas de lavado alojada de forma similar dentro de un contenedor metálico o no metálico. Cuando se encuentran montadas, las unidades diferenciadas apiladas proporcionan un canal de acceso sin impedimento a través del cual se puede extraer la fibra de nanotubos. Cada una de las secciones de evacuación y de gas de lavado tiene boquillas fijadas en su pared. Las boquillas pueden colocarse de forma ortogonal o fijarse con un ángulo. La sección de evacuación puede tener boquillas fijadas con un ángulo de forma opuesta a las de la sección de gas de lavado si se requiere. Las unidades están aisladas de sus unidades colindantes mediante una junta estanca al gas. La junta estanca al gas puede ser eléctricamente aislante si fuese necesario. Los gradientes pueden introducirse en las unidades apiladas ejemplificados por energía cinética, energía térmica y carga eléctrica.
- 30 Se pueden proporcionar los iris, de forma que la apertura de cada unidad pueda ser controlada. El control de las aperturas puede contribuir a la extracción Venturi. Los sensores pueden colocarse en puntos estratégicos dentro de la válvula de aislamiento de gas para que se puedan realizar mediciones de los gases reactivos. En operación, se proporciona gas en las secciones de gas de lavado ejemplificado por gases inertes, aunque se puede usar cualquier gas preferido. Puede haber un número cualquier de unidades empleadas en la válvula de manto de aislamiento de gas construida de forma modular. La válvula aísla los gases reactivos dentro del recipiente de reacción mencionada anteriormente de la atmósfera exterior retirándolos del canal que permite una extracción no impedida del producto del recipiente de reacción.

- 35 La captura del producto que, con los fines de la presente descripción es fibra de nanotubos de carbono, puede realizarse ventajosamente usando una sonda que puede insertarse en el recipiente de reacción a través de la cámara no impedida proporcionada por la válvula de manto de aislamiento de gas. Este procedimiento de captura es únicamente ejemplar y pueden emplearse otros procedimientos si se desea.

Los siguientes diagramas serán usados para describir adicionalmente la presente invención.

- Fig. 1. Muestra la válvula modular de manto de gas de unidad apilada junto con el recipiente de reacción de temperatura elevada.
- Fig. 2. Muestra la válvula modular de manto de gas de unidad apilada junto con el cierre estanco al gas.
- Fig. 3. Muestra la válvula de manto de gas con la sonda de captura insertada.
- Fig. 4. Muestra la válvula de manto de gas, la estructura tridimensional de nanotubos de carbono, la fibra de nanotubos de carbono, el husillo de bobinado y la retirada de los gases reactivos.
- Fig. 5. Muestra una única sección de una unidad apilable con boquillas ortogonales.
- Fig. 6. Muestra una única sección de una unidad apilable con boquillas inclinadas y gas que gira en el sentido de las agujas del reloj.
- Fig. 7. Muestra una única sección de una unidad apilable con boquillas inclinadas y gas que gira en el sentido contrario al de las agujas del reloj.

Fig. 8. Muestra una única sección de una unidad apilable junto con un iris incluido.

Con referencia a la Fig. 1

5 En general, se indica en 1 la válvula de manto de gas junto con el recipiente de reacción de temperatura elevada indicada, en general, en 6, cuya pared se muestra en 15, se muestra el espacio de reacción en 17. Se muestra en 25 una única sección de las unidades modulares apilables mostradas, en general, en 4. Los cierres estancos al gas se muestran en 29 y 29a, respectivamente. Se muestra en 21 una cámara formada con una única sección de las unidades apilables. Las unidades apilables pueden construirse a partir de materiales metálicos o no metálicos, según se ha mencionado anteriormente. Se indica el canal sin obstrucciones en 27. Se podrá ver que no existe barrera física alguna entre el recipiente 67 de reacción de temperatura elevada con su espacio 17 de reacción y la atmósfera exterior indicada en 8.

10 En 3 y 3_a, 7 y 7_a, 11 y 11_a se muestran las boquillas de evacuación de gas. En 5 y 5_a, 9 y 9_a se muestran las boquillas de entrada de gas de lavado.

Con referencia a la Fig. 2

15 Se muestra una vista despiezada de las unidades apilables de la válvula modular de manto de gas. Se muestran secciones, en general, en 31 con una única sección indicada en 25. Se muestran los cierres estancos al gas en 29, 29_a, 29_b y 29_c, respectivamente. Se indica el canal sin obstrucciones en 27. Se muestra una cámara en 21.

Con referencia a la Fig. 3

20 Se muestra la válvula de aislamiento de gas con las boquillas de entrada y de evacuación de gas de lavado según se ha identificado anteriormente. Se muestra la estructura tridimensional de nanotubos de carbono en 33 junto con una sonda de extracción mostrada en 35. Según se retira la sonda del recipiente de reacción a través del canal sin obstrucciones indicado en 27 extrae la fibra de nanotubos de carbono, de forma que pueda ser recolectada fuera del recipiente de reacción y de la válvula de manto. Se indica la pared del recipiente de reacción en 15, se muestra el espacio de reacción en 17.

Con referencia a la Fig. 4

25 En general, se muestra en 12 la válvula de manto de gas junto con el recipiente de reacción, se indica su pared en 15. Se muestra en 33 la estructura tridimensional de nanotubos de carbono con fibra indicada en 16. Se muestra en 18 un husillo de enrollado de recolección. Se muestran en 67 los gases reactivos en el espacio del recipiente de reacción indicado en 17. Se puede ver como se retiran los gases reactivos a través de las boquillas de la sección de evacuación indicadas en 3 y 3_a. El gas de lavado es introducido por medio de la cámara adyacente a través de sus boquillas indicadas en 5 y 5_a. Una sección adicional de evacuación con boquillas indicadas en 7 y 7_a retira más gases reactivos. Cuando se añaden secciones adicionales de lavado y de evacuación de gas no aparecen gases reactivos en la base de la válvula de manto. Gracias a la construcción modular la válvula de manto se pueden añadir secciones hasta que los sensores, no mostrados, indiquen que no hay gases reactivos presentes en la base del canal de extracción sin obstrucciones.

35 Con referencia a la Fig. 5

Se muestra en 25 una sección de una unidad modular con boquillas ortogonales indicadas en 63. Se indica la cámara de sección en 21. Se indica el canal sin obstrucciones en 27.

Con referencia a la Fig. 6

40 Se muestra en 25 una sección de una unidad modular con boquillas inclinadas indicadas en 38. Puede verse que el gas de lavado gira en una dirección 55 en el sentido de las agujas del reloj cuando se introduce gas en la cámara 21 a través de las boquillas 38.

Con referencia a la Fig. 7

45 Se muestra en 25 una sección de una unidad modular con boquillas inclinadas indicadas en 73. Se observará que el ángulo de las boquillas crea un giro 59 en el sentido contrario a las agujas del reloj en el gas de lavado introducido en la cámara 21.

Con referencia a la Fig. 8

Se muestra en 25 una sección de una unidad modular con iris regulable indicado en 61.

Se observará que los diagramas no están a escala y aunque la invención descrita está concebida principalmente para facilitar la recolección de nanofibras de carbono a través de un canal sin obstrucciones la invención puede aplicarse a

la recolección de otros productos de una reacción en la que se tienen que retirar gases reactivos y/o volátiles durante el proceso de recolección.

REIVINDICACIONES

1. Una válvula de aislamiento de gas que, en uso, está concebida para facilitar la recolección de un producto desde un recipiente de reacción y para retirar gases reactivos y/o volátiles presentes en el recipiente de reacción durante la recolección que comprende:
 - 5 una cámara que proporciona un canal que no contiene barreras físicas que bien impiden o bien inhiben la transferencia del producto desde el recipiente de reacción a la atmósfera, en la que la cámara está compuesta de una pluralidad de secciones que proporciona secciones de evacuación que tienen boquillas de evacuación de la cámara que se alternan con secciones de entrada de gas que tienen boquillas de entrada de gas, en la que cada sección adyacente de evacuación y sección de entrada de gas forma una unidad apilable
 - 10 diferenciada de la pluralidad de secciones montadas de forma modular, en la que se proporciona un cierre estanco al gas entre la sección de evacuación y la sección de entrada de gas y entre cada unidad apilable diferenciada,
 - 15 por lo cual, en uso, se reducen progresivamente las trazas de los gases reactivos y/o volátiles desde el recipiente de reacción mediante cada unidad apilable diferenciada, de forma que se aislen los gases reactivos y/o volátiles de la atmósfera en la base de la válvula de aislamiento de gas.
2. Una válvula de aislamiento de gas según la reivindicación 1, en la que las boquillas de evacuación de la cámara están colocadas a un ángulo en la pared de la sección de evacuación.
3. Una válvula de aislamiento de gas según la reivindicación 1, en la que se proporciona una boquilla de evacuación para la sección de evacuación.
- 20 4. Una válvula de aislamiento de gas según la reivindicación 1, en la que la sección de entrada de gas está dotada de boquillas de entrada de gas colocadas de forma ortogonal en la pared de la sección de entrada de gas.
5. Una válvula de aislamiento de gas según la reivindicación 1, en la que la sección de entrada de gas está dotada de boquillas de entrada de gas colocadas a un ángulo en la pared de la sección de entrada de gas.

Fig 1

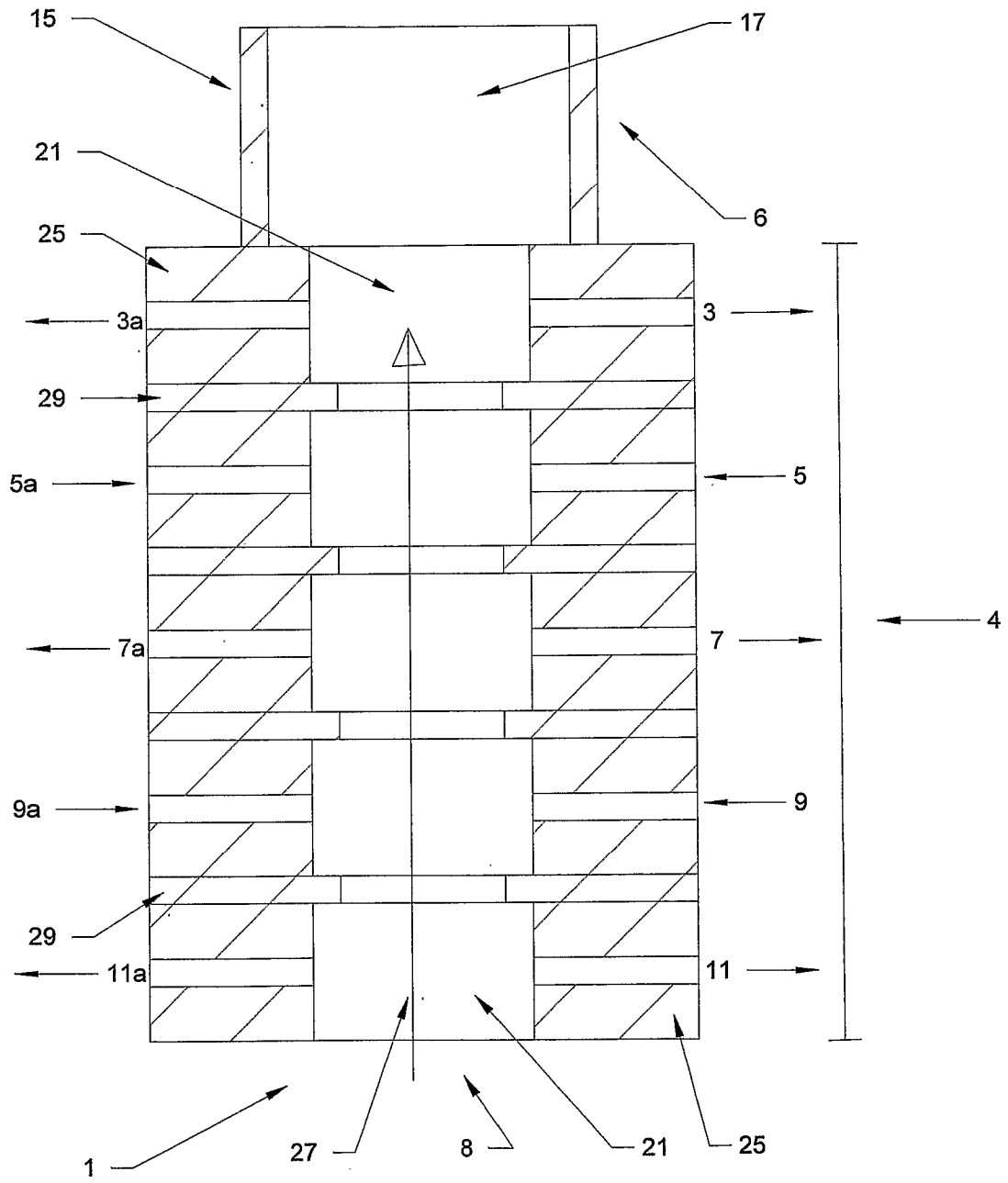


Fig 2

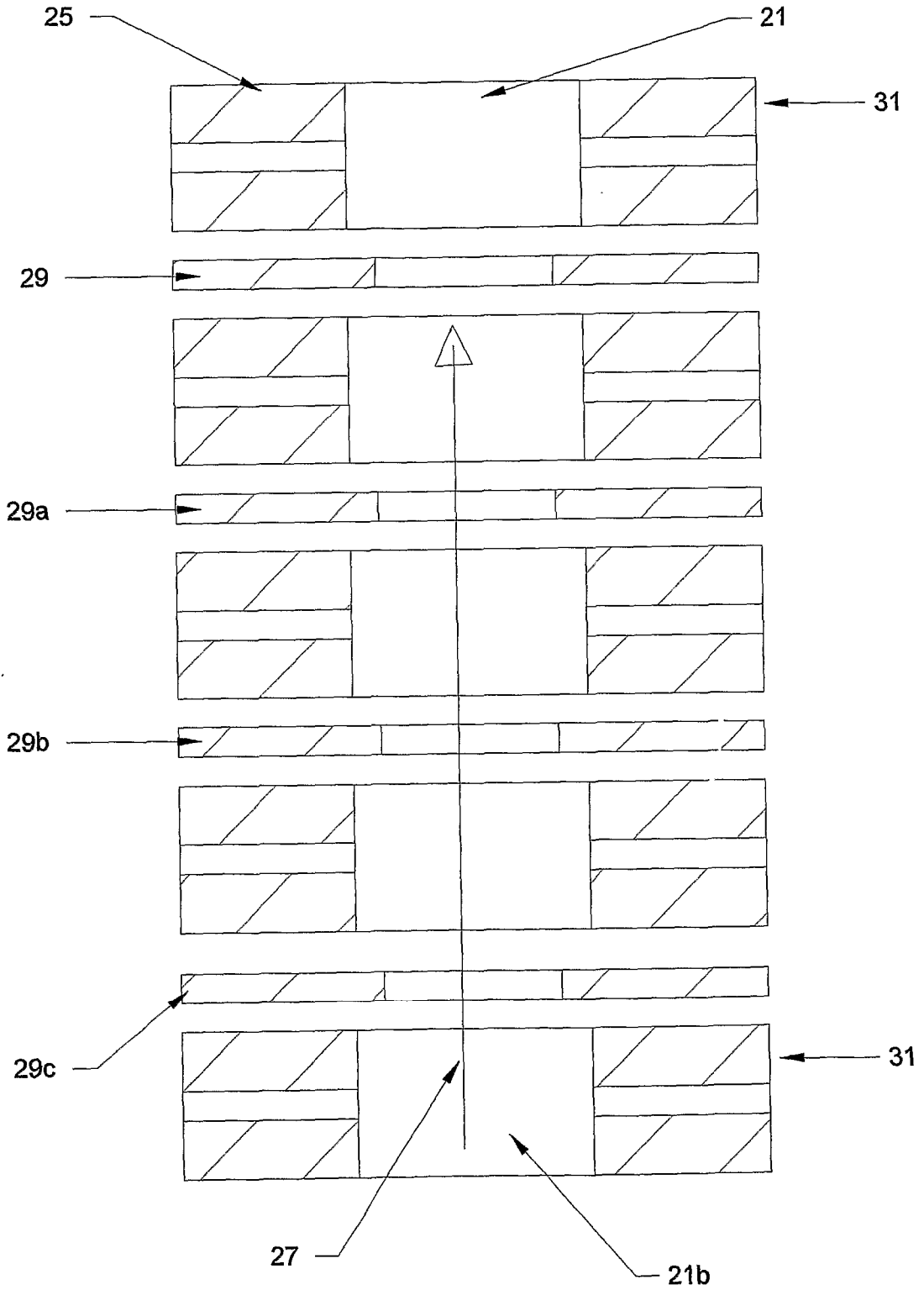


Fig 3

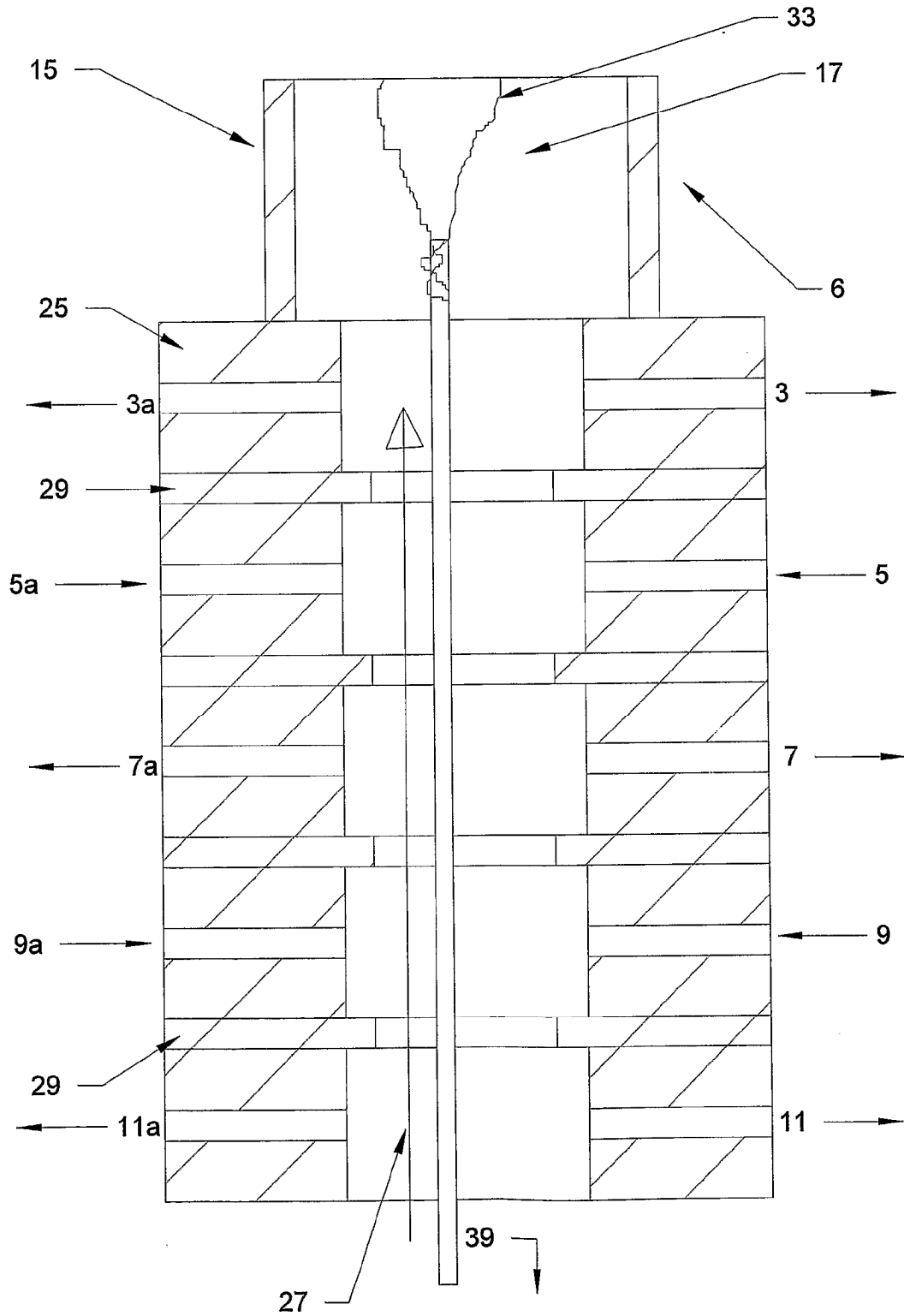


Fig 4

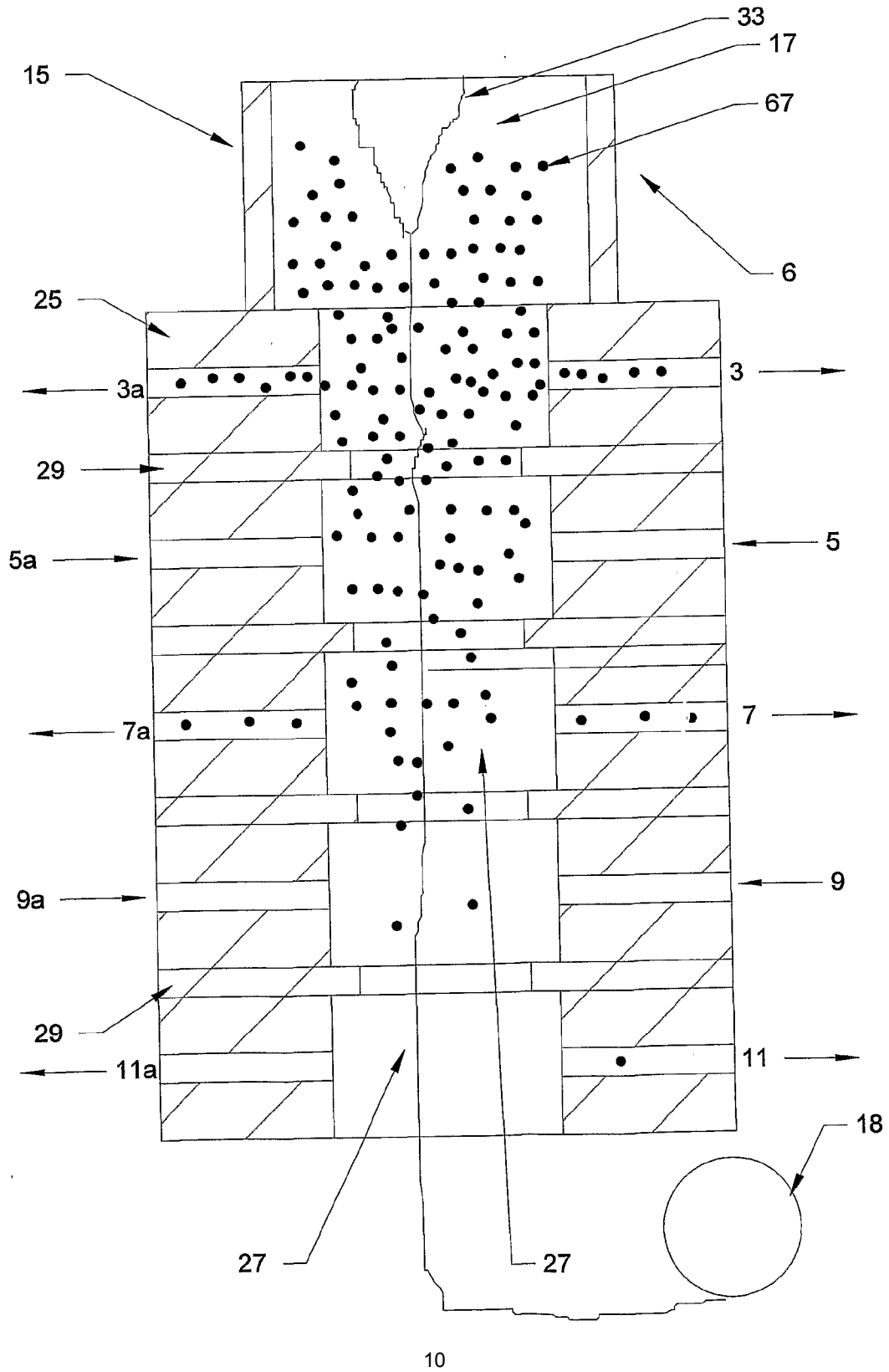


Fig 5

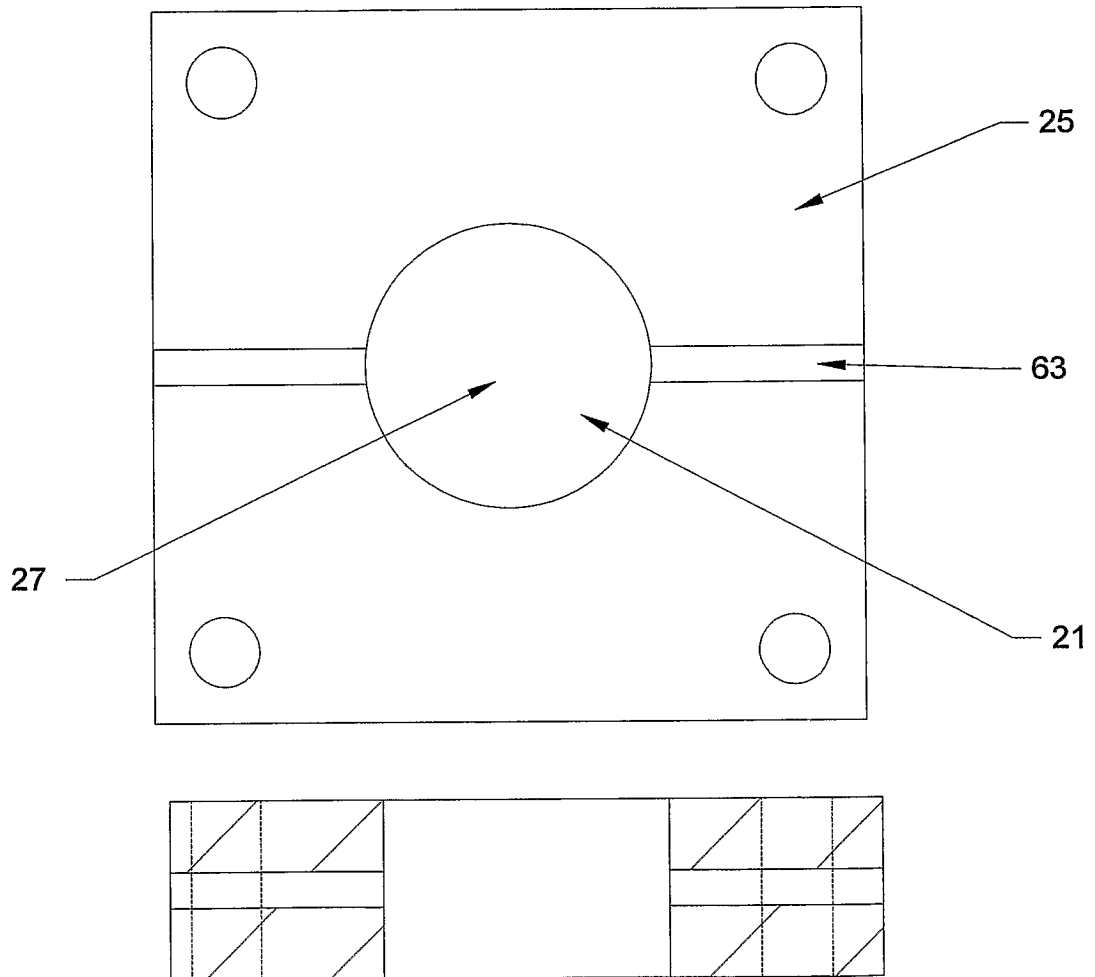


Fig 6

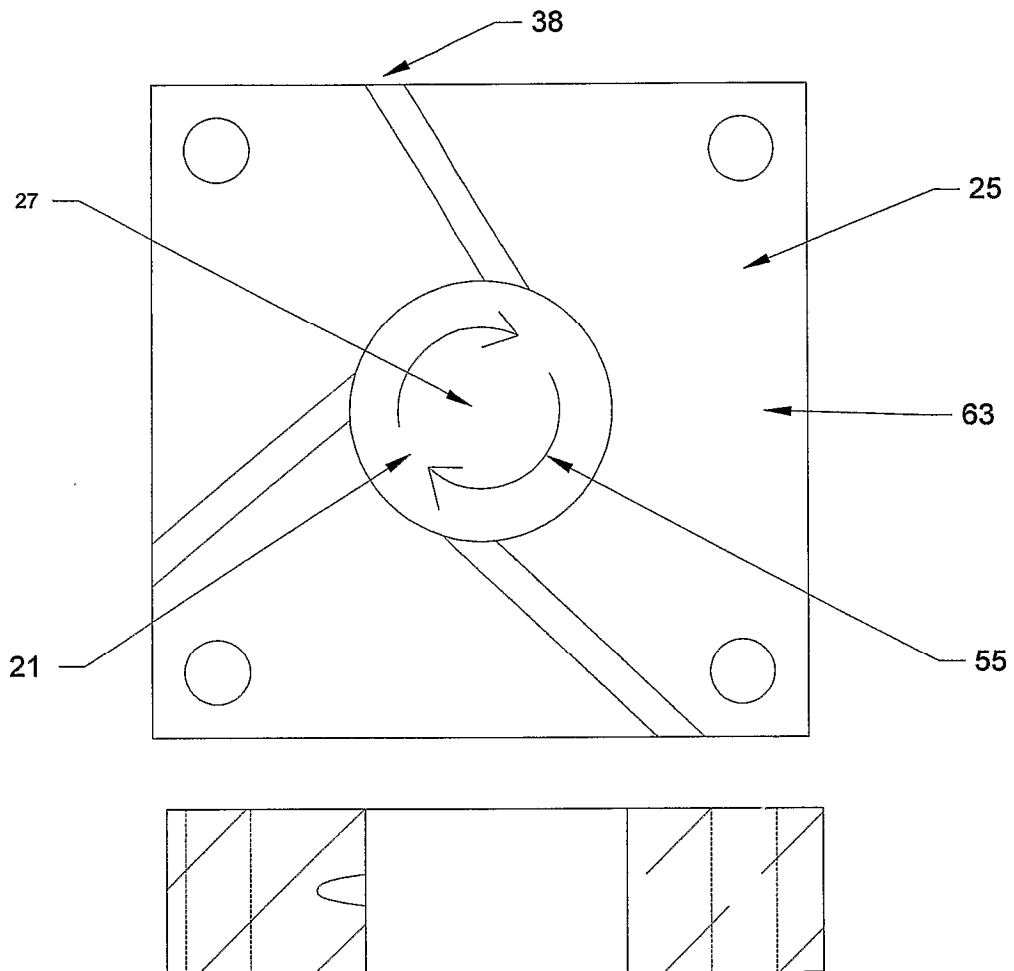


Fig 7

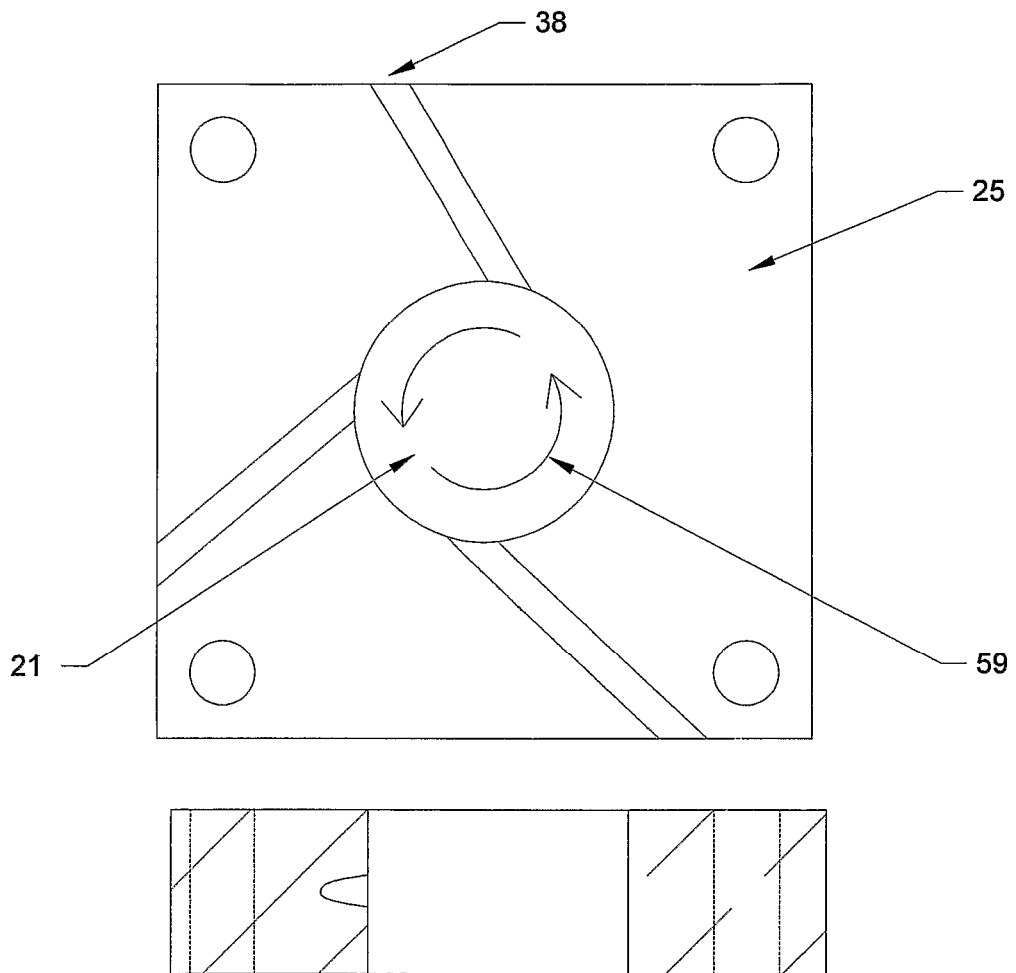


Fig 8

