



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 355 250**

51 Int. Cl.:
H05H 1/30 (2006.01)
H01J 37/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05791477 .2**
96 Fecha de presentación : **03.10.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1797746**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **20.06.2007**

54 Título: **Aparato de plasma por microondas con flujo de gas vortiginoso.**

30 Prioridad: **04.10.2004 GB 0421998**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
24.03.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
24.03.2011

73 Titular/es: **C-TECH INNOVATION LIMITED**
Capenhurst Technology Park
Capenhurst, Chester CH1 6EH, GB

72 Inventor/es: **Wright, Neil Philip;**
Duan, Xiaoming y
Phan, Ba, Duong

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 355 250 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 de plasma por microondas con flujo de gas vortiginoso.

La presente invención se refiere a un método de, y a un aparato para producir un chorro de plasma por microondas, concreta pero no exclusivamente a presión atmosférica.

Los plasmas generados por microondas se usan en un amplio intervalo de aplicaciones distintas. Un primer tipo de generador de plasma se usa como una fuente denominada API (ionizador a presión atmosférica), en la cual la muestra de material se inyecta en forma ionizada en un espectrómetro de masas, para análisis espectrométrico. Este tipo de generador emplea un equipo relativamente sofisticado con una pequeña cámara de microondas que actúa como cavidad de microondas monomodal, adaptada a niveles muy bajos de la muestra de material. Las dimensiones y la energía de microondas significan que mantener un plasma es relativamente sencillo, aunque puede ocurrir una degradación con el tiempo.

Una rama distinta de la tecnología de plasma por microondas aborda aplicaciones como la síntesis de nuevos materiales, el procesamiento de gases residuales y la ingeniería de superficie de materiales. Tales aparatos de plasma por microondas tienen, típicamente, una cámara de gran volumen adaptada para admitir elevados volúmenes de gas de plasma, básicamente para procesado a escala industrial. Por ejemplo, el documento US-A-5.782.085 revela un aparato de plasma por microondas para retirar óxidos de nitrógeno de los gases de escape de un motor de combustión interna.

El documento WO 96/02934 muestra un aparato de plasma por microondas de este último tipo, para volúmenes relativamente elevados. Como se explica en este documento, con dicha cámara de microondas relativamente grande, el funcionamiento del aparato a presión atmosférica (que es lo deseable), mientras se mantiene un plasma en su interior, no es sencillo. Se propone una solución parcial en la disposición del documento WO-A-96/02934, en la que el plasma pulsado está contenido dentro de un recipiente de confinamiento en el aparato y la potencia de microondas sobre el recipiente está además controlada. No obstante, esta disposición aún pueden verse afectada por una posible inestabilidad del plasma, especialmente para caudales bajos. Esta inestabilidad puede provocar que el plasma se adhiera a un lado de la probeta. En el caso del vidrio de sílice, si el plasma toca el vidrio tan sólo durante unos pocos segundos, puede producirse el fundido del vidrio y la destrucción del sistema.

Un problema adicional que se ha encontrado es que, una vez que el plasma se ha generado, el propio plasma puede "adherirse" a las paredes del contenedor, causando esto último un incremento de la temperatura. Este incremento puede causar la absorción de microondas por parte de las paredes del contenedor, dando como resultado una pérdida del mantenimiento del plasma. El documento EP0397468 revela una antorcha de plasma por microondas, que comprende una carcasa y un tubo de descarga en su interior. Una fuente de microondas irradia energía a través de una antena de bucle de acoplamiento dentro de la carcasa y dentro del tubo de descarga. Un elemento de entrada de fluido, y que está en comunicación fluida con el tubo de descarga, está situado aguas arriba de la carcasa y del tubo de descarga. Contiene seis ranuras helicoidales que alteran la dirección del flujo gaseoso, de modo que se forma un flujo gaseoso vortiginoso dentro de la descarga del tubo de descarga.

El objeto de la presente invención es proporcionar un plasma estable, generado a presión atmosférica, y adecuado para procesar volúmenes relativamente elevados de plasma y de materiales de muestra.

De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un aparato de plasma por microondas que comprende: una cámara de microondas para contener el gas y un plasma una vez iniciado, teniendo la cámara una entrada y una salida; un medio para irradiar energía de microondas dentro de dicha cámara para producir un plasma en su interior, estando adaptados la cámara de microondas y el medio para irradiar la energía de microondas de modo que establezcan una cavidad de microondas multimodal, no resonante; un medio para iniciar dicho plasma; y un elemento de entrada de fluido aguas arriba de la entrada de la cámara de microondas, y en comunicación fluida con ella, estando adaptado el elemento de entrada de fluido para alterar la dirección del flujo de un suministro recibido de gas de modo que introduzca el gas en la cámara de microondas a través de la entrada de la misma con un flujo vortiginoso o de torbellino.

El uso de una cavidad multimodal, no resonante da como resultado un dispositivo relativamente "desajustado" que permite, a su vez, que el plasma se adapte fácilmente a los cambios en las condiciones de proceso y en las formas del recipiente. El uso de un elemento de entrada del fluido que introduce un flujo vortiginoso o en torbellino en un gas que establecerá el plasma, proporciona un aparato de plasma por microondas significativamente más estable, controlable y eficiente energéticamente. Además, la posición del plasma está mejor restringida. El caudal puede asimismo incrementarse; pueden emplearse caudales de gas de plasma de hasta 200 litros/minuto aunque típicamente se prefieren en la actualidad caudales de 10 a 20 litros/minuto y de no más de 40 litros/minuto. De hecho, una ventaja adicional de la disposición de la presente invención es que permite mantener pequeños caudales estables y controlables.

Preferiblemente, la cavidad es relativamente grande; por ejemplo la longitud de la cavidad puede ser del mismo orden que la longitud de onda de las microondas.

Aunque el aparato es particularmente apropiado para funcionar a presión atmosférica, es posible hacerlo funcionar a presiones mayores o menores para ciertas aplicaciones.

5 Preferentemente, el elemento de entrada de fluido comprende uno o más conductos dispuestos para recibir el suministro de gas, y una conexión de sección curva en comunicación con la entrada de la cámara de microondas, teniendo el o cada conducto un eje longitudinal que es sustancialmente perpendicular a un radio de dicha conexión de sección curva. De este modo, el gas entra a través de los conductos y se hace girar en torno a las paredes de la conexión de sección curva para crear el flujo vortiginoso.

10 Preferentemente, el o cada conducto provoca que el gas fluya generalmente en dirección descendente dentro de la conexión de sección curva. El eje longitudinal del o de cada conducto corta preferentemente en un plano ortogonal al eje longitudinal de la conexión de sección curva en un ángulo de entre 0° y 30°, y preferentemente de 15°. De este modo, los conductos fuerzan al gas a entrar en la conexión de sección curva (que preferentemente forma parte de la cámara de microondas) y de allí a entrar en el cuerpo principal de la cámara de microondas, por lo general en dirección descendente.

15 Por supuesto “descendente” significa tan sólo que el gas fluye hacia la salida. En la disposición típica, esto es verticalmente por debajo de la entrada, pero debe entenderse que el aparato puede funcionar en cualquier orientación arbitraria. Así, la cámara puede montarse, por ejemplo, al revés, u horizontalmente, de modo que la entrada se encuentre entonces, en sentido estricto, sobre la salida u horizontalmente en línea con ella, respectivamente. La palabra “descendente” debe entenderse así en este contexto.

20 Preferentemente, la cámara de microondas incluye además un recipiente preparado para confinar el plasma dentro de un volumen que es menor que el volumen total de dicha cámara de microondas. En ese caso, la conexión de sección curva y el recipiente pueden ser cada uno cilindros sustancialmente rectos. La conexión de sección curva es preferentemente sustancialmente coaxial con el recipiente y con la entrada de la cámara, siendo la conexión de sección curva y la entrada cada una ligeramente más grandes en diámetro que el diámetro del recipiente. El recipiente puede estar formado de un material refractario como cuarzo. Preferentemente, la salida de la cámara de microondas se caracteriza por un inyector adaptado para provocar que el gas de plasma salga a través del mismo como un chorro. Como alternativa, la salida de la cámara puede no estar regulada y en vez de eso sería deseable tener una salida de diámetro completo, por ejemplo, para el tratamiento de flujos elevados de VOC y/o para incrementar el área de cobertura.

30 En una realización alternativa, el recipiente puede tener un estrechamiento de modo que adopte la forma de un reloj de arena. Esta forma es especialmente beneficiosa para caudales bajos, ya que sirve para prevenir el sobrecalentamiento del recipiente.

35 El aparato puede además incluir una cámara de mezcla situada aguas abajo de la cámara de microondas y en comunicación fluida con la misma, estando dispuesta la cámara de mezcla para recibir gas de plasma desde la cámara de microondas a través de la salida de la misma. La cámara de mezcla puede entonces incluir además una entrada de reactante para introducir material reactante en dicha cámara de mezcla.

40 El flujo generalmente descendente y vortiginoso o en torbellino de gas de plasma hacia el interior de la cámara de mezcla es ventajoso ya que previene el flujo inverso del material reactante hasta la cámara de microondas. En vez de ello, todo material reactante se arrastra en una dirección generalmente descendente por el flujo de gas de plasma.

45 El medio para irradiar la energía de microondas en la cámara es preferentemente un magnetrón de potencia variable, capaz de generar hasta 5 kW de potencia (aunque pueden emplearse en ciertos casos otros magnetrones capaces de generar potencias de salida más elevadas). El volumen en el que se genera el plasma es típicamente de aproximadamente 800 cm³, aunque son posibles volúmenes mayores o menores. La frecuencia referida es de 2,45 GHz pero el aparato puede funcionar también a, por ejemplo, 896 MHz. En principio pueden emplearse otras frecuencias.

50 De acuerdo con un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un método de generación de plasma en un aparato de plasma por microondas que comprende: introducir un movimiento de torbellino o vortiginoso a un flujo de gas; suministrar dicho gas con movimiento vortiginoso a una cámara de microondas del aparato de plasma por microondas; e irradiar energía de microondas hacia el interior de la cámara, de modo que se establezca una cavidad multimodal, no resonante, dentro de la cual se produce un plasma.

Otras características ventajosas se exponen en las reivindicaciones adjuntas a este documento.

La invención puede ponerse en práctica de numerosas formas, y una de ellas se describirá a continuación a modo de ejemplo sólo y con referencia a los siguientes dibujos, en los que:

55 La figura 1 muestra, esquemáticamente, una vista de la sección lateral de un aparato de plasma por microondas de acuerdo con una realización de la invención; y

La figura 2 muestra una vista en planta de la parte superior del aparato de plasma por microondas de la figura 1.

Con referencia en primer lugar a la figura 1, ésta muestra un aparato 10 de generación de plasma. El aparato 10 incluye una cavidad de microondas 20 que está acoplada a una fuente de microondas 22 por medio de una guía de onda 24. La fuente de microondas es, preferentemente, capaz de producir un intervalo de salidas de potencia y de frecuencia hasta 5 kW y 2,45 GHz respectivamente; aunque típicamente se prefiere la frecuencia máxima disponible (2,45 GHz), pueden usarse en su lugar frecuencias más bajas (tales como 896 MHz). Además, aunque a continuación se describe una fuente de microondas continua, debe entenderse que una fuente pulsante es igualmente viable.

Dentro de la cavidad de microondas 20 se encuentra una probeta 30 que define una cavidad de plasma 40. La probeta 30 está hecha preferentemente de un material refractario, tal como cuarzo. En el extremo superior de la probeta 30, como se ve en la figura 1, se proporciona un elemento de entrada de gas 50. La configuración preferente de este colector de escape, y su propósito, se describirán con más detalle más abajo.

Aunque en la figura 1 se verá que la probeta es preferentemente un cilindro recto, se entenderá que se contemplan otras formas. Por ejemplo, la forma de "reloj de arena" puede ser adecuada para algunas aplicaciones.

La probeta 30 se abre hacia una zona de mezcla 65 que está debajo de la cavidad de microondas 20. Un puerto de inyección 60 de materia prima se abre hacia la zona de mezcla 65 y permite la inyección de un fluido reactante, en forma líquida o gaseosa. Debe entenderse, sin embargo, que el fluido reactante también puede suministrarse por encima de la probeta 30 y, de hecho, como una mezcla junto con el gas de plasma a través del elemento de entrada de gas 50.

La zona de mezcla 65 tiene una abertura frente a la entrada a la zona de mezcla desde la cavidad de microondas 20, que está definida por un inyector de salida 70. El sistema carece de electrodos y se inicia un plasma con una barra de grafito 140 dentro de la cámara de microondas 20. Una vez que el plasma se ha pulsado, la barra de grafito 140 se retira, ya que no es necesaria para mantener el plasma, que se mantiene gracias a la colisión de los electrones, que se han acelerado por el campo de microondas con las otras especies (mayores) presentes (y con cada una de las otras), conduciendo a un ascenso de las temperaturas. El plasma 80 intenso, difuso, es homogéneo, y su forma puede cambiar de acuerdo con la probeta 30. El volumen de plasma (que viene determinado por numerosos factores, incluidos el tamaño del inyector de flujo, la forma y tamaño de la cámara de plasma, y el tipo de gas) puede controlarse ajustando la potencia de entrada.

Aunque la cavidad de microondas 20 y la zona de mezcla 65 se han descrito como componentes diferentes, se entenderá (y puede incluso verse a partir del diagrama esquemático de la figura 1) que la zona de mezcla 65 es, de hecho, una extensión continua y suave de la cavidad de microondas 20, y que las microondas estarán también presentes, de hecho, en la zona de mezcla 65.

Para el aparato 10 puede emplearse un intervalo de dimensiones. Sin embargo, preferentemente, la probeta 30 tiene un diámetro de aproximadamente 8 cm. El diámetro de la cámara de microondas 20 es preferiblemente de aproximadamente 16 cm, y la cámara 20 tiene también una longitud de aproximadamente 16 cm. La zona de mezcla 65 tiene una longitud de aproximadamente 10 cm pero puede ser más corta o significativamente más larga, para permitir variaciones ventajosas en las condiciones de proceso.

Acoplada con la fuente de microondas variable de 5 kW, la cavidad de microondas 20 actúa como cavidad de microondas multimodal. Esto es preferible a una cavidad sincronizada o a una guía de onda que no produzca un campo uniforme. Además, la cavidad de microondas 20 proporciona un plasma más difuso y menos intenso. Esto proporciona una mezcla químicamente más rica de especies activantes, la hace más manejable, y proporciona un mayor volumen. El tiempo de extinción del plasma en la cavidad 20 es de menos de 10 ms.

Durante el funcionamiento, una pequeña cantidad de gas formador de plasma (en el ejemplo descrito, éste es típicamente nitrógeno o argón) se introduce en la probeta 30 a través del elemento de entrada de gas 50. Este elemento de entrada de gas 50 se muestra en la vista en planta de la figura 2 y contiene una perforación central 110, generalmente cilíndrica. Como se ve en la figura 1, esta perforación cilíndrica 110 es coaxial con la perforación longitudinal de la probeta 30, la zona de mezcla 65 y el inyector 70. Preferentemente, el diámetro de la perforación central 110 del elemento de entrada de gas es ligeramente mayor que el diámetro de la probeta 30 y de la zona de mezcla 65.

En la realización ilustrada de la figura 2, se suministra gas de plasma a la probeta 30 y a la cavidad de microondas 20 por dos entradas de gas 100 opuestas. Estas entradas de gas se abren hacia la perforación central 110 del elemento de entrada de gas 50 en tangente, como puede verse mejor en la figura 2. Los ejes longitudinales de las entradas de gas 100 están también inclinados hacia abajo, en un ángulo de aproximadamente 105° respecto a los ejes longitudinales de la cavidad de microondas 20 y de la probeta 30 en particular. Puesto que el gas de plasma se suministra a través de la perforación central 110 tangencialmente, se hace girar en una dirección generalmente circular, de modo que el gas según se inyecta en la probeta 30 está igualmente girando en remolino.

La inclinación descendente de las entradas 100 introduce un componente descendente en el flujo de gas de plasma, de modo que el flujo de gas resultante que penetra en la cavidad de microondas lo hace en forma de vórtice.

Este flujo vortiginoso de gas de plasma evita el sobrecalentamiento de la probeta de sílice 30, particularmente para caudales bajos; el sobrecalentamiento provoca que la probeta 30 se vuelva absorbente a la energía de microondas, lo que a su vez provoca un descontrol térmico. Se entenderá a partir de lo anterior, sin embargo, que el flujo vortiginoso proporciona una ventaja adicional de estabilidad, que permite caudales relativamente altos.

Durante el funcionamiento, una pequeña cantidad de gas formador de plasma se introduce en primer lugar en la probeta 30 a través del elemento de entrada de gas 50. Se activa entonces la fuente de microondas 22 y una barra de grafito de encendido 140 se inserta temporalmente a través de la abertura situada en la mitad de la longitud de la probeta, como se ve en la figura 1. Entonces, el caudal de gas de plasma de nitrógeno típicamente se aumenta y se establece un cuerpo de plasma 80 que, en su punto más ancho, llena la probeta 30. Por supuesto, podrían contemplarse otros modos de iniciar el plasma. Tales como, pero no limitados a, el empleo de una presión reducida (aproximadamente 30 mbar), presión a la que ocurre la ignición espontánea, o usando un par de electrodos activados por una bobina de Tesla.

Un "chorro" de plasma 90 se extruye a través del inyector de salida 70 de la zona de mezcla 65. El inyector 70 normalmente tiene una salida restringida, que incrementa la velocidad del chorro 90, aunque también es posible que la salida sea tan ancha como todo el diámetro de la probeta. Esto, a su vez, reduce el tiempo de permanencia en la fase gaseosa de las especies activadas del fluido reactante inyectado a través del puerto de inyección de materia prima 60.

La disposición de las figuras 1 y 2 permite caudales de gas de plasma relativamente altos. Dependiendo de la entrada, el remolino y la salida, pueden conseguirse caudales de hasta 5.000 litros por minuto. Las aplicaciones actuales (tales como el tratamiento superficial y la producción de polvo), sin embargo, emplean típicamente un caudal de 40 litros/minuto, aunque para el tratamiento de los compuestos orgánicos volátiles (VOC) se prefieren caudales más elevados. La estabilidad, tamaño y forma del cuerpo de plasma 80, así como las dimensiones del chorro de plasma 90, (todos los cuales son el resultado de una variedad de factores como se explicó anteriormente) están controlados por la potencia de la fuente de microondas 22 y por el caudal del gas de plasma.

En cuanto a los fluidos reactantes, los caudales típicos de entre aproximadamente 0,5 litros/minuto y 2 litros/minuto han resultado ser apropiados para la inyección de un líquido reactante y, en este caso, se emplea un depósito apropiado tal como, por ejemplo, una botella Drechsel. Para los fluidos reactantes gaseosos, en cambio, los caudales de hasta 3 litros/minuto han resultado ser particularmente apropiados, con un caudal controlado por un controlador de flujo másico. Durante el funcionamiento, se genera una cantidad considerable de calor y, opcionalmente, puede suministrarse un grado de enfriamiento mediante una camisa de aluminio cerrada con agua (no mostrada en las figuras). Los sedimentos en estado sólido del aparato 10 pueden recogerse de alrededor del inyector 70 o, como alternativa, aguas abajo del inyector 70. En ese caso, puede emplearse una disposición de filtrado para recoger el material en fase sólida aguas abajo del inyector 70, o puede dirigirse el chorro 90 hacia un sustrato para la deposición de materiales en fase sólida sobre el mismo.

En otro caso alternativo, puede proporcionarse también otra cámara de procesado (no mostrada) aguas abajo del inyector 70. Esto permite controlar el entorno alrededor del chorro. Las condiciones en esta otra cámara de procesado, por tanto, ayudan (en parte) a determinar el volumen de plasma. Las condiciones dentro de esta otra cámara de procesado, por tanto, pueden controlarse: por ejemplo, puede ser a una presión reducida con relación a la zona de mezcla 65, podría suministrarse en otro tipo de gases, (por ejemplo, helio), puede inyectarse con materias primas o puede recibir otra entrada de energía de microondas o radiofrecuencia.

El plasma que fluye fuera del aparato también puede manipularse: por ejemplo, en el tratamiento de VOC, es posible separar una corriente del flujo de gas entrante, desviarla para que rodee el plasma, y después mezclarla con el chorro de plasma emergente en esta otra cámara de procesado, por debajo del inyector 70.

Ahora se proporcionará un ejemplo específico del uso del aparato descrito anteriormente.

Ejemplo: Producción de Negro de Humo

El aparato de las figuras 1 y 2 ha resultado ser particularmente adecuado para la producción de negro de humo. El negro de humo es una sustancia bien conocida, formada por partículas esféricas, agrupadas en cadenas o racimos, conocidos como agregados. El negro de humo se forma por la disociación de hidrocarburos y tiene uso como una carga para productos de caucho, en la fabricación de tintas de impresión, en tintes, y en la coloración de papel y fibra. Los métodos tradicionales de producción de negro de humo (tales como negro de lámpara, negro de horno y negro de gas) están basados en la combustión parcial de aceites petroquímicos, de carbón y de alquitrán. En décadas recientes, sin embargo, los sistemas de plasma también se han empleado, ya que son típicamente más eficientes y más respetuosos con el medioambiente. Se sabe además que los negros de humo generados mediante un proceso con plasma pueden tener propiedades y características únicas. El aparato de las

figuras 1 y 2, sin embargo, permite la producción de negros de humo que tienen unos diámetros de partícula controlados mucho más estrictamente que anteriormente.

Como se expone en la tabla 1 más abajo, se empleó nitrógeno como un gas de plasma, generando la fuente de microondas 22 una potencia de salida de 2,77 kW. Se emplearon diversos caudales de gas de plasma para dos materiales o materias primas reactantes diferentes, a una diversidad de caudales distintos. Las muestras se recogieron del inyector 70, del interior del chorro 90, y aguas abajo del inyector 70, usando un filtro de bolsa.

TABLA 1

Condiciones APNEP							Análisis elemental		
Ref	Potencia (kW)	Gas de plasma	Caudal (l/min)	Materia prima	Caudal de materia prima (l/min)	Recogida de muestras	C (%)	H (%)	N (%)
A	2,77	N2	40	Propano	0,9	Inyector	98,8	<0,1	<0,1
B	2,77	N2	40	Propano	0,5	Inyector	98,1	<0,1	<0,1
C	2,77	N2	40	Propano	0,9	Chorro	98,5	<0,1	<0,1
D	2,77	N2	40	Tolueno	2,0	Filtro de bolsa	97,9	<0,1	<0,1
E	3,68	N2	24	Tolueno	2,0	Inyector	98,8	<0,1	<0,1
F	2,77	N2	24	Tolueno	2,0	Inyector	99,1	<0,1	<0,2
G	2,77	N2	28	Tolueno	2,0	Filtro de bolsa	99,8	<0,1	<0,2
H	2,77	N2	24	Tolueno	2,0	Filtro de bolsa	97,9	<0,1	<0,1
I	2,77	N2	24	Tolueno	2,5	Filtro de bolsa	98,6	<0,1	<0,1
J	2,77	N2	40	Tolueno	2,5	Filtro de bolsa	98,6	<0,1	<0,1

En cada caso, las partículas resultantes se sometieron a microanálisis y, en cada caso, se encontró que casi todas contenían carbono. Se obtuvieron imágenes de microscopía electrónica de transmisión (TEM) del material de carbono preparado usando el reactante propano, como se expone en la tabla 2. Se midieron los diámetros de partícula directamente de la micrográfia electrónica, donde era posible discernir partículas individuales. El material de carbono tiene una clara estructura “arracimada”, con un alto grado de estructura agregada. Adicionalmente, la mayoría de las partículas dentro de un agregado se encuentran unidas, deformando su forma esférica individual hacia una cadena fundida de esferas. El estrecho intervalo de diámetros de las partículas puede verse claramente en la tabla 2.

TABLA 2

Condiciones APNEP				Dimensiones de partícula	
Potencia (kW)	Caudal de Nitrógeno (l/min)	Caudal de propano (l/min)	Punto de muestra	Diámetro medio (nm)	Intervalo (nm)
2,77	40	0,9	Inyector	36	34-40
2,77	40	0,9	Chorro	36	34-38

Las mediciones del ángulo de contacto se hicieron a ambos negros de humo derivados de propano (C_3H_8) y tolueno (C_7H_8), y los resultados se exponen en las tablas 3 y 4 más abajo. Las mediciones del área superficial específica usando distintas técnicas se muestran también para negros de humo derivados de propano y tolueno, en las tablas 5 y 6 respectivamente.

5

TABLA 3

Condiciones APNEP				Medidas del ángulo de contacto			
Potencia (kW)	Caudal de nitrógeno (l/min)	Caudal de propano (l/min)	Distancia del sustrato (nm)	n	Ángulo medio (°)	Intervalo (°)	σ (°)
2,77	40	1,0	40	10	142,4	136,25-151,00	5,2
2,77	40	1,0	70	8	139,6	134,5-146,25	4,0
3,68	30	1,0	40	10	147,2	129,00-152,5	6,6

TABLA 4

Condiciones APNEP				Medidas del ángulo de contacto			
Potencia (kW)	Caudal de nitrógeno (l/min)	Caudal de propano (l/min)	Distancia del sustrato (nm)	n	Ángulo medio (°)	Intervalo (°)	σ (°)
2,77	24	2,0	40	7	132,4	126,50-139,00	4,3
2,77	24	2,5	40	8	130,5	124,00-137,00	3,9
3,68	28	2,0	40	10	128,0	116,00-135,00	5,0

Tabla 5

Método	Conjunto de datos	Área superficial específica (m^2/g)
BET	Adsorción de nitrógeno	90,19
BJH	Desorción de nitrógeno	82,81
Porosimetría	Mercurio	N/A

Tabla 6

Método	Conjunto de datos	Área superficial específica (m ² /g)
BET	Adsorción de nitrógeno	117,13
BJH	Desorción de nitrógeno	116,90
Porosimetría	Mercurio	232,30

Aunque se ha descrito una realización preferente, debe entenderse que ésta no es más que un ejemplo, y que pueden emplearse diversas modificaciones y mejoras. Por ejemplo, aunque la figura 1 muestra el aparato con un inyector de salida 70 en la “parte inferior” de la probeta 30/zona de mezcla 65, es posible hacer funcionar el aparato “al revés”, es decir, con el inyector de salida 70 en lo alto del aparato en lugar de así. Esta disposición, que requiere enfriamiento del reborde que rodea al inyector, se ha empleado para el tratamiento de fibras de carbono, usando un recipiente con forma de “fanal” y una cubierta oviforme. Un pequeño tubo se extiende verticalmente hacia arriba desde la cubierta oviforme y el plasma se extiende hacia arriba a través de ese tubo. El tubo en sí está conectado a un segundo tubo horizontal para formar una unión en T, y la fibra pasa a lo largo de ese tubo horizontal, donde es golpeada por el plasma en la confluencia de los tubos ortogonales. También pueden emplearse disposiciones horizontales.

El aparato descrito anteriormente tiene muchas aplicaciones, tales como limpieza, desengrase y destrucción de los VOC, tratamiento de fibras poliméricas y de carbono, recubrimiento de vidrio, cerámicos y polímeros, modificación superficial de polímeros, y producción de polvos. Las modificaciones en los detalles del aparato pueden ser apropiadas, dependiendo de la aplicación específica, aunque los principios subyacentes de la generación de plasma permanecen inalterables.

REIVINDICACIONES

1. Un aparato de plasma por microondas (10) que comprende:
 - una cámara de microondas (20) para contener gas y un plasma una vez iniciado; teniendo la cámara (20) una salida y una entrada; un elemento de entrada de fluido (50) aguas arriba de la entrada de la cámara de microondas y en comunicación fluida con la misma; estando adaptado el elemento de entrada de fluido (50) para alterar la dirección del flujo de un suministro recibido de gas, de modo que introduzca el gas en la cámara de microondas (20) a través de la entrada de la misma en flujo vortiginoso o en remolino;
 - y un medio (22) para irradiar energía de microondas al interior de dicha cámara (20), para producir un plasma (80) en su interior, y estando caracterizado por que la cámara de microondas (20) y el medio (22) para irradiar energía de microondas están adaptados como para establecer una cavidad de microondas multimodal, no resonante (40).
2. El aparato (10) de la reivindicación 1, en el que el elemento de entrada de fluido (50) comprende uno o más conductos (100) dispuestos para recibir un suministro de gas, y una conexión de sección curva (110), en comunicación con la entrada de la cámara de microondas, teniendo el o cada conducto (100) un eje longitudinal que es sustancialmente perpendicular a un radio de dicha conexión de sección curva (110).
3. El aparato (10) de la reivindicación 2, en el que dicha conexión de sección curva (110) tiene un eje longitudinal, y en el que el eje longitudinal de el o cada conducto corta en un plano ortogonal al eje longitudinal de la conexión (110) en un ángulo entre aproximadamente 0° y aproximadamente 30°.
4. El aparato (10) de la reivindicación 3, en el que el eje longitudinal del o de cada conducto (100) corta en el plano ortogonal al eje longitudinal del conducto (110) en un ángulo de 15°.
5. El aparato (10) de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la cámara de microondas (20) incluye además un recipiente (30) dispuesto para confinar el plasma dentro de un volumen que es menor que el volumen total de dicha cámara de microondas (20).
6. El aparato (10) de la reivindicación 5, cuando dependa de las reivindicaciones 2, 3, o 4, en el que el recipiente (30) es sustancialmente un cilindro recto, y en el que la conexión de sección curva (110) en el elemento de entrada de fluido (50) es también sustancialmente un cilindro recto y sustancialmente coaxial con el recipiente (30) y la entrada de la cámara.
7. El aparato (10) de la reivindicación 5 o de la reivindicación 6, en el que el recipiente (30) está formado a partir de un material refractario, tal como cuarzo.
8. El aparato (10) de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la salida de la cámara de microondas está definida por un inyector (70) adaptado para originar un gas de plasma dentro de la cámara (20), para que salga a través del inyector (70) en forma de chorro (90).
9. El aparato (10) de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende además una cámara de mezcla (65) localizada aguas abajo de la cámara de microondas (20) y en comunicación fluida con la misma, estando dispuesta la cámara de mezcla (65) para recibir un gas de plasma desde la cámara de microondas (20) a través de la salida de la misma, comprendiendo además la cámara de mezcla (65) una entrada de reactante (60) para la introducción de material reactante dentro de dicha cámara de mezcla (65).
10. El aparato (10) de la reivindicación 9, en el que la cámara de mezcla (65) tiene un puerto de escape definido por un inyector (70), estando el inyector (70) conformado de modo que provoque la salida a través del inyector (70) en forma de chorro (90) del gas de plasma y de cualquier material reactante mezclado con el mismo.
11. El aparato (10) de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el medio (22) para irradiar la energía de microondas hacia el interior de la cámara (20) comprende un magnetrón de potencia variable, capaz de generar hasta 5 kW de potencia.
12. El aparato (10) de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el plasma puede generarse en un volumen de al menos 250 cm³ y preferentemente de aproximadamente 800 cm³.
13. El aparato (10) de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además un medio para generar un flujo de dicho gas, que está dispuesto para generar un caudal de gas de al menos 10 litros/minuto y preferentemente de hasta 200 litros/minuto; más preferentemente de hasta 5.000 litros/minuto.
14. El aparato (10) de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que la cámara de microondas (20) está dispuesta para contener el gas a una presión sustancialmente igual a o por encima de la presión atmosférica.
15. El aparato (10) de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además un medio (140) para iniciar el plasma dentro de la cámara.

16. Un método de generación de plasma (80) en un aparato de plasma por microondas (10) que comprende:
introducir un movimiento en remolino o vortiginoso en un flujo de gas; suministrar dicho gas en movimiento vortiginoso a una cámara de microondas (20) del aparato de plasma por microondas (10); y caracterizado por irradiar energía de microondas hacia el interior de la cámara (20), de modo que se establezca una cavidad de microondas multimodal, no resonante, en la que se produce el plasma (80).
17. El método de la reivindicación 16, en el que el flujo de gas se suministra a la cámara (20) con un caudal de al menos 10 litros/minuto, preferentemente hasta 200 litros/minuto, y más preferentemente hasta 5.000 litros/minuto.
18. El método de las reivindicaciones 16 o 17, en el que la energía de microondas se irradia con una potencia de al menos 1 kW y preferentemente de hasta 5 kW.
19. El método de cualquiera de las reivindicaciones 16, 17 o 18, que comprende además suministrar un material reactante al plasma (80).
20. El método de la reivindicación 19, en el que la etapa de suministrar un material reactante al plasma (80) comprende suministrar un material de tipo hidrocarburo al mismo.
21. El método de la reivindicación 19 o la reivindicación 20, que comprende además suministrar un material reactante a una cámara de mezcla (65) aguas abajo de la cámara de microondas (20) para que reaccione con el plasma (80) en dicha cámara de mezcla (65).
22. El método de cualquiera de las reivindicaciones 16 a 21, que comprende además contener el gas en la cámara (20) sustancialmente a o por encima de la presión atmosférica.
23. El método de cualquiera de las reivindicaciones 16 a 22, que comprende además iniciar el plasma (80) en la cámara (20).

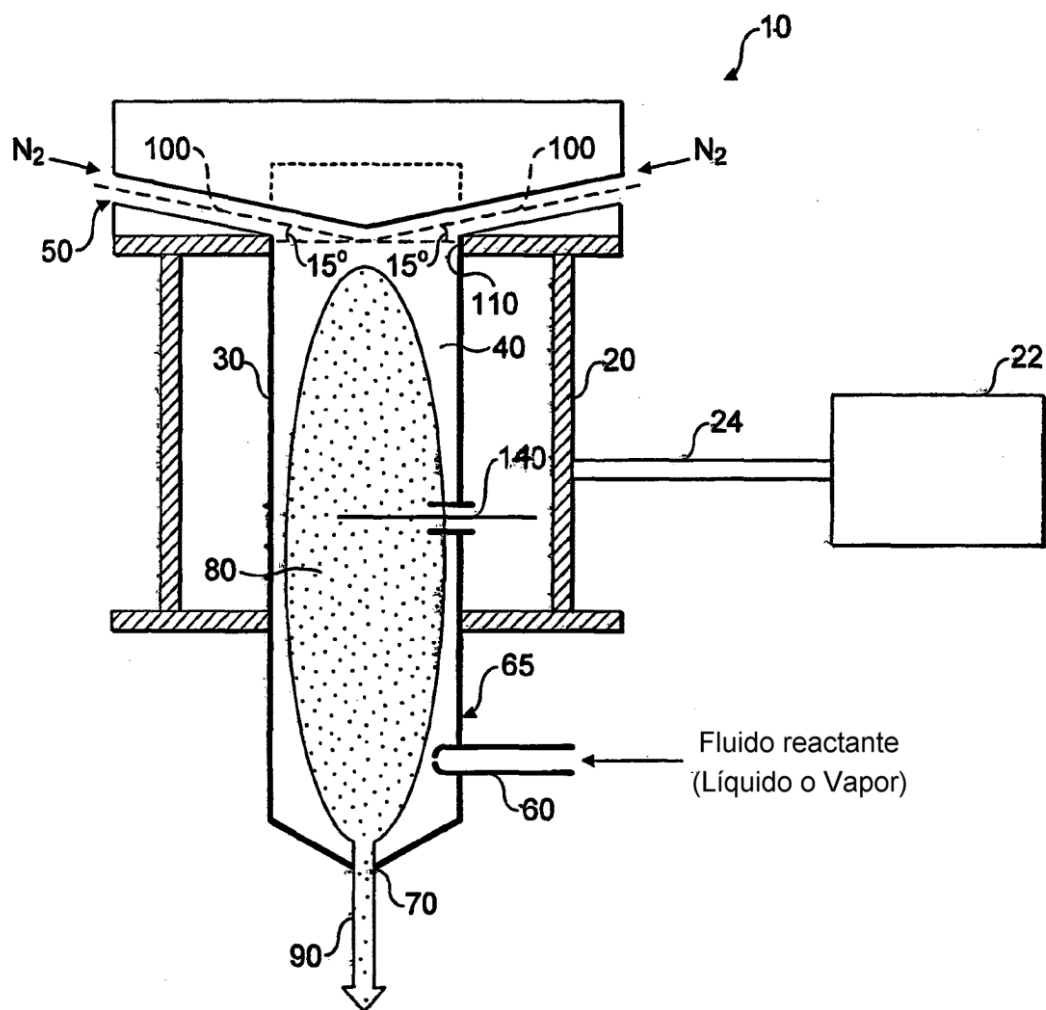


FIG. 1

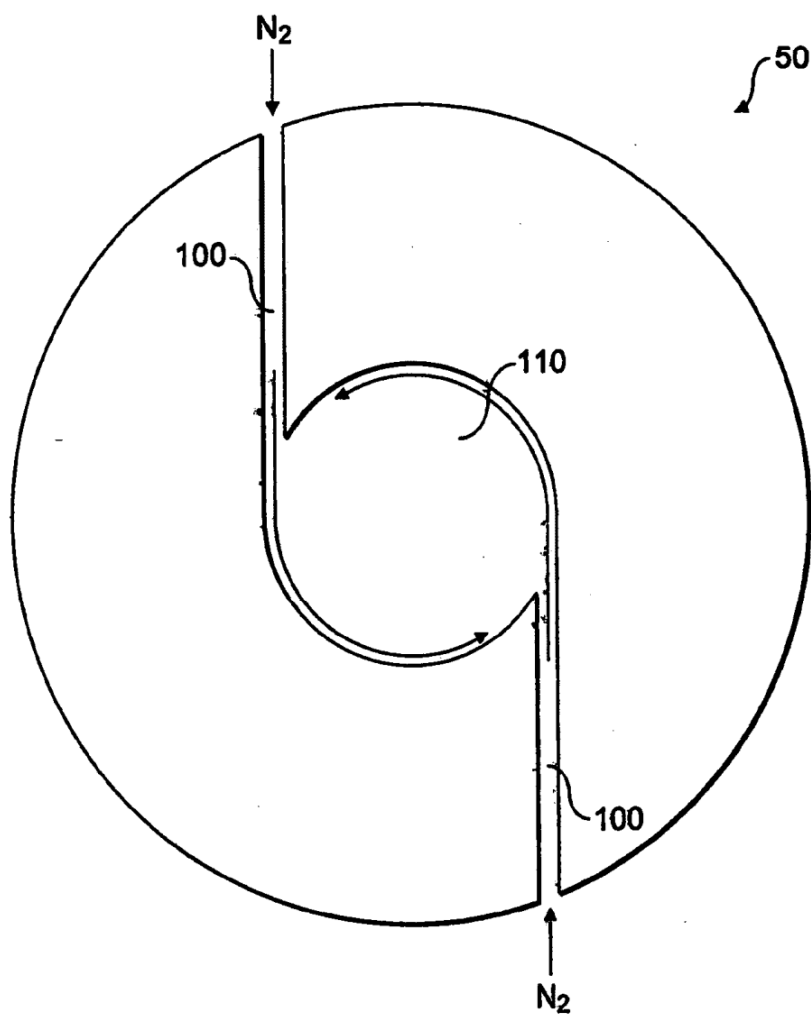


FIG. 2