



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁶ : B01J 19/08	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 96/16731 (43) Date de publication internationale: 6 juin 1996 (06.06.96)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR95/01592 (22) Date de dépôt international: 1er décembre 1995 (01.12.95) (30) Données relatives à la priorité: 94/14525 2 décembre 1994 (02.12.94) FR (71)(72) Déposants et inventeurs: REY, Pierre [FR/FR]; 18, rue Aristide-Briand, F-77400 Thorigny-sur-Marne (FR). CANTAN, Robert [FR/FR]; 18, rue Aristide-Briand, F-77400 Thorigny-sur-Marne (FR). SAMBOR, Olivier [FR/FR]; Péniche Cory, Ecluse du Chatelier, F-22100 Saint-Samson-sur-Rance (FR). FILIPPOV, Victor [RU/RU]; Chaussée Kachirskoie, Moscou, 92-2-338 (RU). DOBRINKI, Edouard [RU/RU]; Rue Sacco et Vanzetti, Saratov, 62-14 (RU). LENSKEYA, Galina [RU/RU]; Riasanskii Prospekt, Moscou, 20-3-5 (RU). SOLOVIOV, Vadim [RU/RU]; Rue Tchobotovskaia, Moscou, 1-76 (RU). (74) Mandataires: HURWIC, Alexandre etc.; Cabinet Ores S.A., 6, avenue de Messine, F-75008 Paris (FR).		(81) Etats désignés: AM, AT, AU, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LT, LU, LV, MD, MG, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TT, UA, UG, US, UZ, VN, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG), brevet ARIPO (KE, LS, MW, SD, SZ, UG). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i> <i>Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.</i>

(54) Title: PROCESS FOR FABRICATING FINE OR ULTRAFINE PARTICLES, AND REACTOR FOR THE PRODUCTION OF SAID PARTICLES

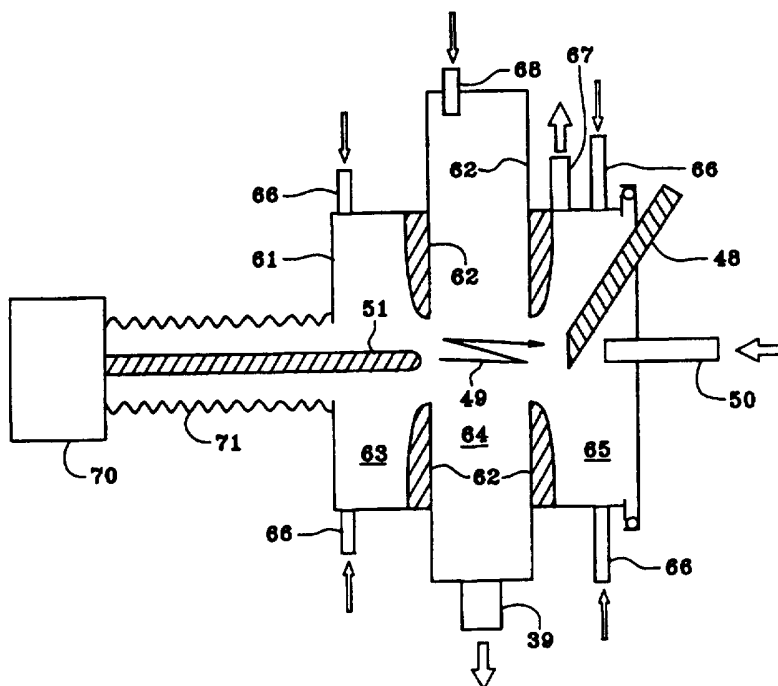
(54) Titre: PROCEDE DE FABRICATION DE PARTICULES FINES OU ULTRAFINES ET REACTEUR POUR LA PRODUCTION DE TELLES PARTICULES

(57) Abstract

The present invention relates particularly to a process for producing fine or ultrafine particles, particularly metal particles, and to a reactor for the production of said particles. The main object of the invention is a reactor for the production of fine or ultrafine particles comprising a sealed housing provided with an anode (51) and a cathode (48) connected to an electric supply in order to form a plasma, and an inert gas source (66) arriving into the housing, characterized in that the reactor is further provided with two diaphragms (62) arranged in the housing between the anode (51) and the cathode (48) limiting the extent of the plasma, and in that an opening is provided in each diaphragm, the electrodes (48, 51) and said openings being aligned.

(57) Abrégé

La présente invention se rapporte principalement à un procédé de fabrication de particules fines ou ultrafines, notamment métalliques, et à un réacteur pour la production de telles particules. L'invention a principalement pour objet un réacteur pour la production de particules fines ou ultrafines comportant une enceinte étanche comprenant une anode (51) et une cathode (48) connectées à une alimentation électrique permettant la formation d'un plasma et une source de gaz inertes (66) débouchant dans l'enceinte, caractérisé en ce qu'il comporte en outre deux diaphragmes (62) disposés dans l'enceinte entre l'anode (51) et la cathode (48) limitant l'étendue du plasma, et en ce qu'une ouverture est pratiquée dans chaque diaphragme, les électrodes (48, 51) et lesdites ouvertures étant alignées.



UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	GB	Royaume-Uni	MR	Mauritanie
AU	Australie	GE	Géorgie	MW	Malawi
BB	Barbade	GN	Guinée	NE	Niger
BE	Belgique	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BF	Burkina Faso	HU	Hongrie	NO	Norvège
BG	Bulgarie	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BJ	Bénin	IT	Italie	PL	Pologne
BR	Brésil	JP	Japon	PT	Portugal
BY	Bélarus	KE	Kenya	RO	Roumanie
CA	Canada	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CF	République centrafricaine	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CG	Congo	KR	République de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KZ	Kazakhstan	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LK	Sri Lanka	SN	Sénégal
CN	Chine	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CS	Tchécoslovaquie	LV	Lettonie	TG	Togo
CZ	République tchèque	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DE	Allemagne	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
DK	Danemark	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	US	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande	MN	Mongolie	UZ	Ouzbékistan
FR	France			VN	Viet Nam
GA	Gabon				

PROCEDE DE FABRICATION DE PARTICULES FINES OU ULTRAFINES ET REACTEUR POUR LA PRODUCTION DE TELLES PARTICULES

La présente invention se rapporte principalement à un
5 procédé de fabrication de particules fines ou ultrafines, notamment
métalliques, et à un réacteur pour la production de telles particules.

Il est connu de fabriquer une poudre métallique par traitement
mécanique d'une pièce ainsi que par des procédés chimiques. Toutefois, ces
méthodes ne permettent pas d'obtenir des poudres fines ou ultrafines.

10 En outre, la forme des particules obtenues est très variable et
irrégulière.

C'est par conséquent un des buts de la présente invention
d'offrir un procédé de fabrication de particules fines ou ultrafines et d'obtenir
de façon constante des formes régulières.

15 C'est également un but de la présente invention d'offrir un
procédé permettant de conférer aux particules obtenues des propriétés
physiques ou chimiques désirées. C'est notamment le but de la présente
invention d'offrir des particules ultrafines, hydrophiles, hydrophobes,
paramagnétiques ou non, pouvant avoir des propriétés catalytiques et ces
20 particules peuvent être selon les cas adsorbantes ou absorbantes.

L'invention a principalement pour objet un procédé de
fabrication d'une poudre de particules ultrafines comportant les étapes
consistant à :

- disposer dans un four à plasma comportant une enceinte
25 étanche une anode métallique de préférence vaporisable, et une cathode ;
- introduire dans l'enceinte un gaz inerte ;
- établir un arc électrique avec formation de plasma entre la
cathode et l'anode ;

- recueillir des particules ultrafines obtenues lors du
30 refroidissement des vapeurs quittant le plasma formé entre la cathode et
l'anode,

caractérisé par l'introduction ou formation à partir de l'anode d'éléments
entrant dans la composition des particules et vaporisation et/ou sublimation
dans le plasma de ces éléments, et en ce qu'on crée un flux tourbillonnaire de
35 gaz inerte dans l'enceinte et en ce que l'enceinte comporte deux
diaphragmes comprenant des ouvertures alignées sur un axe reliant l'anode à

la cathode, ces diaphragmes délimitant une chambre de réception de l'anode, une chambre de réaction et une chambre de réception de la cathode.

L'invention a également pour objet un procédé, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'injection à au moins un point d'un gaz inerte
5 créant dans les chambres un flux tourbillonnaire et une étape d'évacuation par une canalisation du gaz inerte emportant pneumatiquement les particules fines et/ou ultrafines.

L'invention a également pour objet un procédé, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'ouverture d'une canalisation disposée dans
10 l'enceinte de manière à favoriser l'évacuation de l'enceinte de grosses particules indésirables.

L'invention a également pour objet un procédé, caractérisé en ce qu'il comporte une étape consistant à introduire dans l'enceinte un produit organique permettant la formation de particules métallocarbonées notamment
15 ferrocarbonées par transcondensation de la matière devant constituer la base des particules à obtenir et du produit organique lors du refroidissement du produit de transcondensation lorsqu'il quitte le plasma.

L'invention a également pour objet un procédé, caractérisé en ce que le produit organique est un hydrocarbure, notamment de l'essence.

20 L'invention a également pour objet un procédé, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'apport pneumatique dans le plasma de poudres de matières devant former les particules fines ou ultrafines.

L'invention a également pour objet un réacteur pour la production de particules fines ou ultrafines comportant une enceinte étanche
25 comprenant une anode et une cathode connectées à une alimentation électrique permettant la formation d'un plasma et une source de gaz inertes débouchant dans l'enceinte, caractérisé en ce qu'il comporte en outre deux diaphragmes disposés dans l'enceinte entre l'anode et la cathode limitant l'étendue du plasma, et en ce qu'une ouverture est pratiquée dans chaque
30 diaphragme, les électrodes et lesdites ouvertures étant alignées.

L'invention a également pour objet un réacteur, caractérisé en ce que l'anode est une anode vaporisable et en ce qu'il comporte des moyens de déplacement de l'anode au fur et à mesure de sa sublimation afin de conserver un écart constant entre les électrodes ainsi que de rotation de
35 l'anode autour de son axe empêchant l'écoulement indésirable de la matière constituant l'anode.

L'invention a également pour objet un réacteur, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens d'alimentation de l'enceinte en hydrocarbure.

L'invention a également pour objet un réacteur, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens d'alimentation pneumatique de l'enceinte en
5 poudres destinées à former les particules fines ou ultrafines.

L'invention sera mieux comprise au moyen de la description ci-après et des figures annexées données comme des exemples non limitatifs et sur lesquelles :

- la figure 1 est un synoptique général d'une installation selon
10 la présente invention de production des particules,

- la figure 2 est un schéma de l'exemple préféré de réalisation d'un réacteur de l'installation de la figure 1.

Sur les figures 1 et 2, on a utilisé les mêmes références pour désigner les mêmes éléments.

15 Sur les figures 1 et 2, on peut voir une installation de production de particules ultrafines selon la présente invention.

L'installation selon l'invention permet de produire une grande variété de particules. Parmi les paramètres que l'on peut faire varier, on choisit tout d'abord le matériau que l'on introduit dans le réacteur.
20 D'excellents résultats ont pu être obtenus notamment avec du fer.

Les particules fines et ultrafines sont normalement hydrophiles. Toutefois, une introduction éventuelle d'hydrocarbure ou de produit hydrocarboné dans le réacteur, peut modifier les caractéristiques des particules et principalement les rendre hydrophobes. De plus, le procédé
25 permet d'obtenir de manière constante des particules de forme régulière.

De telles particules sont obtenues selon le cas par condensation brutale de vapeur, notamment métallique, ou par transcondensation d'un matériau et d'un produit organique.

Le dispositif selon l'invention comporte un four à plasma dans
30 l'enceinte duquel deux diaphragmes munis d'ouvertures alignées avec les extrémités des électrodes limitent l'étendue du plasma et, partant, créent autour du plasma une zone concentrique beaucoup plus froide. Avantageusement, la géométrie du réacteur et des moyens d'injection d'un gaz neutre favorisent la création d'écoulement tourbillonnaire assurant la
35 circulation d'éléments du ou des matériaux destinés à former les particules ultrafines. Ce ou ces matériaux à l'état gazeux dans le plasma subissent un

changement de phases brutales lorsqu'il(s) est(sont) entraîné(s) par l'écoulement tourbillonnaire dans la région froide du réacteur. Il en résulte une condensation et/ou une solidification des particules ultrafines ou, en présence d'un composé organique, la transcondensation des vapeurs de ces matériaux avec les vapeurs du composé organique.

Avantageusement, les particules sont passivées pour assurer leur stabilité et ainsi éviter les risques d'incendie.

La taille des particules obtenues dépend des conditions de température, des vitesses de refroidissement et des vitesses de circulation de gaz dans le réacteur. De plus, on peut, en sortie du réacteur, trier ou sélectionner les particules en fonction de leur taille. On a, par exemple, obtenu des particules ferrocarbonées de forme sphérique ayant un diamètre moyen compris entre $10 \cdot 10^{-3}$ et $50 \cdot 10^{-3}$ μm dans une échelle de sélection de plus ou moins $2,5 \cdot 10^{-3}$ μm .

L'installation de la figure 1 comporte un réacteur 35 du type four à plasma avec une chambre de réaction 64, une alimentation électrique 36, une alimentation 37 en gaz inerte, par exemple en argon ou en azote, et si nécessaire une alimentation en produit organique, notamment en hydrocarbure, par exemple en essence.

Dans un premier exemple de réalisation, le dispositif d'alimentation en hydrocarbure comporte un jeu de vannes 38c et un débitmètre 38d insufflant le gaz neutre dans un mélangeur 38e, par exemple par barbotage. Le gaz saturé en hydrocarbure dans le mélangeur 38e est injecté dans le réacteur 35.

Dans une variante de réalisation, l'hydrocarbure liquide contenu dans un récipient 38g est directement injecté dans le réacteur 35 par l'intermédiaire d'une pompe 38f.

Le dispositif comporte également des moyens de réception de particules 39, des moyens 40 de refroidissement de particules, des moyens 41 à 43 de sélection granulométrique des particules de poudre, des moyens 44 de réception des grosses particules, des moyens 45 et 46 de réception des particules fines et ultrafines, des moyens 47 d'évacuation et/ou d'élimination des gaz de réaction et, avantageusement, des moyens pneumatiques 48 d'alimentation en métal du réacteur 35.

L'alimentation électrique 36 fournit un courant électrique unidirectionnel permettant la formation dans le réacteur 35 d'un arc électrique

(par exemple 100 à 150 V ou plus) symbolisé sur la figure 2 par la flèche 49 entre une anode 51 et une cathode 48. Le dispositif d'alimentation en gaz inerte comporte une source de gaz sous pression alimentant par l'intermédiaire d'un débitmètre 53 et des vannes 54 et 55, le réacteur 35 et
5 par l'intermédiaire d'un débitmètre 56 et des vannes 57 et 58, un réservoir 59 dans lequel sont plongés les moyens 45 et 46 de réception des particules fines et ultrafines afin d'empêcher leur oxydation par l'oxygène de l'air. L'alimentation en hydrocarbure a été décrite précédemment.

Les moyens 39 avantageusement disposés dans la partie
10 inférieure de la chambre de réaction 64 recueillent les particules du réacteur 35 entraînée par le gaz inerte. Les moyens de refroidissement 40 comportent, par exemple, un échangeur refroidi par circulation 40a d'un fluide réfrigérant les particules et le gaz inerte à une température inférieure à 70°C.

Les moyens 41 à 43 de sélection granulométrique des
15 particules comportent par exemple trois séparateurs cycloniques mis en série et des filtres à manche. Le premier séparateur 41 assure l'élimination des grosses particules correspondant aux particules n'ayant pas réagi, ainsi qu'aux particules fines amalgamées. Les grosses particules sont recueillies dans les moyens de réception 44.

20 Les particules de granulométrie désirées sont recueillies dans les moyens de réception 45 et/ou 46.

Les gaz résiduels 47 s'ils sont chargés en vapeur d'hydrocarbure peuvent être éliminés par combustion.

Des moyens 60 mesurent la différence de pression entre les
25 moyens 42 et 43, permettant le contrôle du captage des particules de tailles désirées.

Avec cette installation, nous avons notamment obtenu des particules de forme sphérique et d'une taille moyenne de
 $17,5.10^{-3} \mu\text{m} \pm 2,5.10^{-3} \mu\text{m}$.

30 Sur la figure 2, on peut voir l'exemple préféré de réalisation du réacteur 35. Le réacteur 35 comporte une enceinte étanche 61 dans laquelle des diaphragmes circulaires 62 délimitent une chambre 63 de réception de l'anode 51, une chambre de réaction 64 et une chambre 65 de réception de la cathode 48. Les chambres 63 à 65 communiquent par des
35 ouvertures alignées dans les diaphragmes 62. Avantageusement, comme illustré sur la figure 2, les extrémités des électrodes 48 et 51, entre lesquelles

s'établit l'arc 49, sont alignées avec les ouvertures pratiquées dans les diaphragmes 62. Des conduites 66 d'alimentation en gaz inerte débouchent dans les chambres 63 et 65.

Avantageusement, une conduite 67 permet, grâce à la
5 surpression et à la ventilation cyclonique créées par l'injection du gaz inerte, une sélection des particules les plus grosses considérées indésirables.

Une conduite 68 d'alimentation en hydrocarbure débouche dans la chambre de réaction 64. Une ouverture 39 pratiquée dans la partie basse de la chambre de réaction 64 permet de recueillir les particules
10 traitées. Avantageusement, une conduite des moyens 50 d'alimentation en poudres débouche dans la chambre 65 à proximité de la cathode 48. Avantageusement, des moyens motorisés 70 assurent l'avancement et la rotation de la cathode 51 au fur et à mesure de sa sublimation. Un soufflet 71 assure l'étanchéité de l'enceinte du réacteur 35.

15 Le ou les matériaux destiné(s) à former les particules fines ou ultrafines peuvent être apportées par sublimation d'une cathode et/ou par injection pneumatique de poudres dans le réacteur 35.

La cathode actionnée d'un mouvement longitudinal de déplacement par des moyens mécaniques permet de garder constant l'écart
20 entre l'anode et la cathode au fur et à mesure de la sublimation de ladite cathode.

Afin de maintenir constante la forme de l'extrémité de la cathode, un mouvement rotatif axial lui est imprimé. Ceci présente aussi l'avantage d'éviter tous points de surchauffe et d'écoulement de la matière
25 constituant l'anode.

Dans ce cas, le barreau anodique est constitué de la matière que l'on veut sublimer pour obtenir des particules fines ou ultrafines.

On peut également injecter automatiquement dans le réacteur 35, par la canalisation 50, une poudre d'une matière destinée à former les
30 particules fines ou ultrafines. Cette injection peut compléter ou remplacer l'apport de matière par l'anode 51.

L'on peut dans ce cas, par exemple, utiliser l'anode en tungstène.

Nous allons maintenant expliquer un exemple de
35 fonctionnement du réacteur 35 selon la présente invention.

On met en place une anode 51 vaporisable, on injecte le gaz inerte, par exemple de l'argon, par les conduites 66, de l'hydrocarbure, par exemple de l'essence ou d'autres réactifs éventuels par la conduite 68, et des particules métalliques par la conduite des moyens d'alimentation 50. On assure le refroidissement du réacteur 35 par circulation de l'eau 40a.

On crée à l'aide d'un générateur un arc électrique 49 entre l'anode 51 et la cathode 48. Le plasma formé par l'arc 49 est canalisé par les diaphragmes 62. Le plasma de l'arc assure, d'une part, la sublimation de l'anode vaporisable 51, et porte la poudre provenant des moyens d'alimentation 50 à haute température. Il est extrêmement important d'éviter la fusion de l'extrémité de l'anode vaporisable 51, qui en coulant pourrait endommager le réacteur 35. On peut influencer sur les apports en produit par la quantité de poudres injectées.

Dans la chambre de condensation règne au niveau du plasma une température extrêmement élevée comprise par exemple entre 5 000 et 6000 K dans lequel les particules de l'anode sublimée ou la poudre de matière injectée transitent. Elles sont portées à très haute température et entraînées en rotation perpendiculairement à l'axe du plasma. Elles sont projetées par la force centrifuge vers la périphérie de la chambre de condensation 64 contenant des vapeurs hydrocarbonées. La rencontre des deux produits provoque en réaction la formation de particules hydrophobes dans le cas de l'exemple décrit.

On assiste alors à une transcondensation avec formation de particules fines ou ultrafines. Ces particules sont évacuées par l'ouverture 39 avant d'être à nouveau refroidies et sélectionnées. Les dimensions des particules obtenues dépendent de la vitesse de refroidissement du mélange gaz/vapeur lors de la sortie de l'arc 49 et de sa concentration éventuelle en vapeurs organiques dans le gaz inerte. La composition de cette vapeur est ajustée en fonction des produits à traiter par réglage des paramètres électriques de l'arc, notamment de l'intensité du courant unidirectionnel et du débit des produits par conduites 50 et 68.

L'enceinte du réacteur 35 est réalisée dans des matériaux supportant les hautes températures, comme par exemple en tungstène, en acier réfractaire, alumine, etc...

Les diaphragmes peuvent être réalisés, par exemple, en matériau non conducteur supportant les hautes températures, comme en vitro-céramique, quartz, alumine, etc...

Il est bien entendu que l'on peut fabriquer sans sortir du cadre de la présente invention des particules produits autres que le fer, comme par exemple le cuivre, le nickel ou l'aluminium, etc... De même, on peut également produire des particules fines ou ultrafines non métalliques, par exemple en carbone ou en silicium. De même, des poudres en matériau non conducteur, notamment en céramique, peuvent être introduites dans le réacteur 35 par la conduite 50.

Il est bien entendu que l'on peut injecter dans le réacteur 35 d'autres produits organiques, comme par exemple du tétrachlorure de carbone, du trichloréthylène, ou des savons.

Des essais positifs ont été obtenus avec un réacteur 35 cylindrique ayant un volume intérieur de 30 litres dissipant une puissance électrique de 40 kW. La production de particules fines ou ultrafines augmente avec la puissance électrique absorbée et/ou avec le volume interne du réacteur 35. De même, on peut mettre en parallèle plusieurs réacteurs.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une poudre de particules ultrafines comportant les étapes consistant à :

5 - disposer dans un four à plasma comportant une enceinte étanche une anode métallique (51) de préférence vaporisable, et une cathode (48) ;

- introduire dans l'enceinte (61) un gaz inerte ;

- établir un arc électrique (49) avec formation de plasma entre la cathode (48) et l'anode (51) ;

10 - recueillir des particules ultrafines obtenues lors du refroidissement des vapeurs quittant le plasma formé entre la cathode (48) et l'anode (51),

caractérisé par l'introduction ou formation à partir de l'anode d'éléments entrant dans la composition des particules et vaporisation et/ou sublimation dans le plasma de ces éléments, et en ce qu'on crée un flux tourbillonnaire de gaz inerte dans l'enceinte et en ce que l'enceinte comporte deux diaphragmes (62) comprenant des ouvertures alignées sur un axe reliant l'anode (51) à la cathode (48), ces diaphragmes délimitant une chambre (63) de réception de l'anode (51), une chambre de réaction (64) et une chambre
20 (65) de réception de la cathode (48).

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'injection à au moins un point d'un gaz inerte (66) créant dans les chambres (63, 64, 65) un flux tourbillonnaire et une étape d'évacuation par une canalisation (39) du gaz inerte emportant
25 pneumatiquement les particules fines et/ou ultrafines.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'ouverture d'une canalisation (67) disposée dans l'enceinte de manière à favoriser l'évacuation de l'enceinte de grosses particules indésirables.

30 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'il comporte une étape consistant à introduire dans l'enceinte un produit organique permettant la formation de particules métallocarbonées notamment ferrocarbonées par transcondensation de la matière devant constituer la base des particules à obtenir et du produit
35 organique lors du refroidissement du produit de transcondensation lorsqu'il quitte le plasma.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le produit organique est un hydrocarbure, notamment de l'essence.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'apport
5 pneumatique dans le plasma de poudres de matières devant former les particules fines ou ultrafines.

7. Réacteur pour la production de particules fines ou ultrafines comportant une enceinte étanche comprenant une anode (51) et une cathode (48) connectées à une alimentation électrique (36) permettant la
10 formation d'un plasma et une source de gaz inertes (53, 66) débouchant dans l'enceinte, caractérisé en ce qu'il comporte en outre deux diaphragmes (62) disposés dans l'enceinte entre l'anode (51) et la cathode (48) limitant l'étendue du plasma, et en ce qu'une ouverture est pratiquée dans chaque diaphragme, les électrodes (48, 51) et lesdites ouvertures étant alignées.

8. Réacteur selon la revendication 7, caractérisé en ce que
15 l'anode (51) est une anode vaporisable et en ce qu'il comporte des moyens (70) de déplacement de l'anode (51) au fur et à mesure de sa sublimation afin de conserver un écart constant entre les électrodes (51, 48) ainsi que de rotation de l'anode (51) autour de son axe empêchant l'écoulement
20 indésirable de la matière constituant l'anode (51).

9. Réacteur selon la revendication 7 ou 8, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens (38, 68) d'alimentation de l'enceinte en hydrocarbure.

10. Réacteur selon l'une quelconque des revendications 7, 8
25 ou 9, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens (50) d'alimentation pneumatique de l'enceinte en poudres destinées à former les particules fines ou ultrafines.

1/2

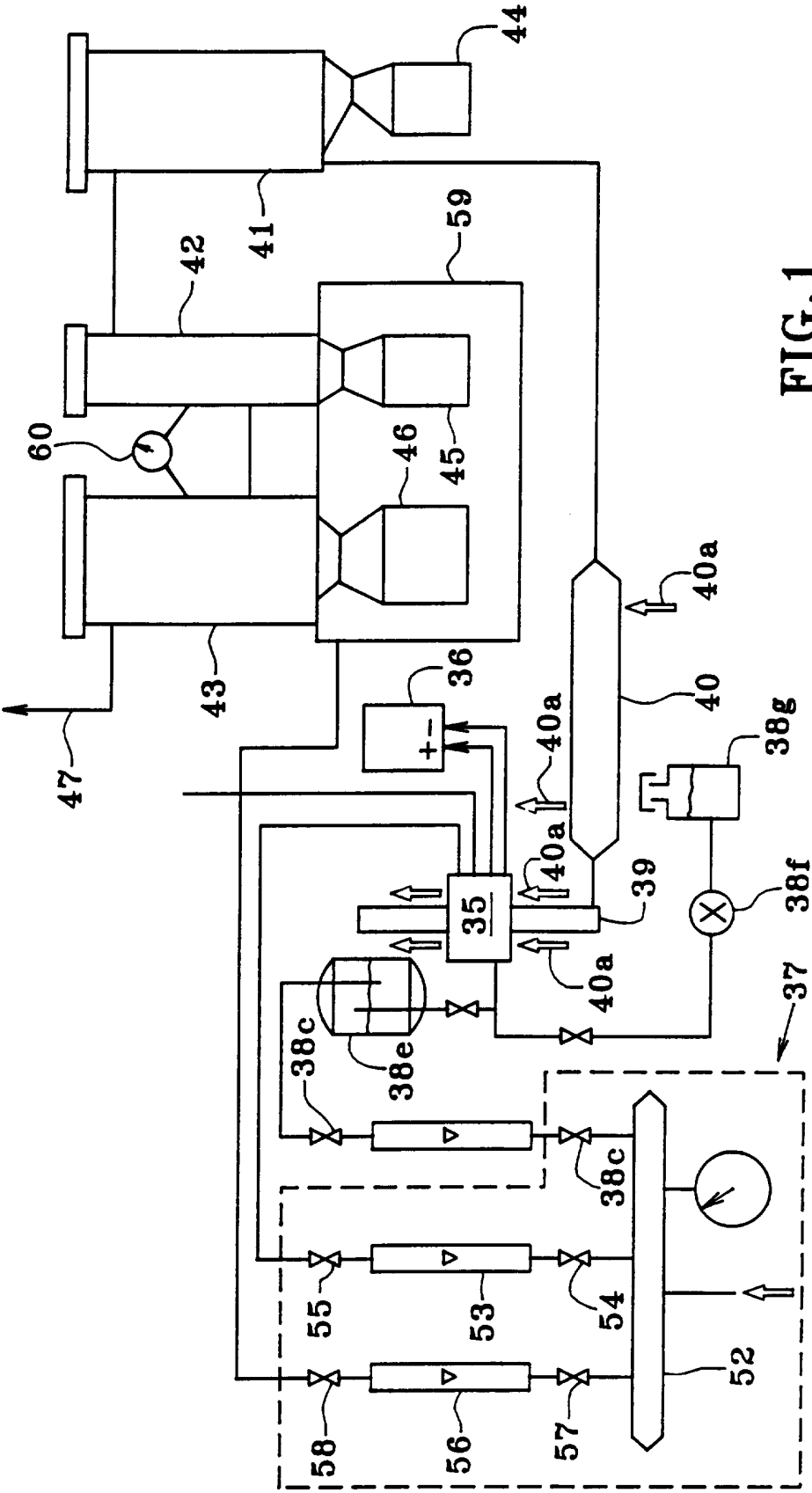
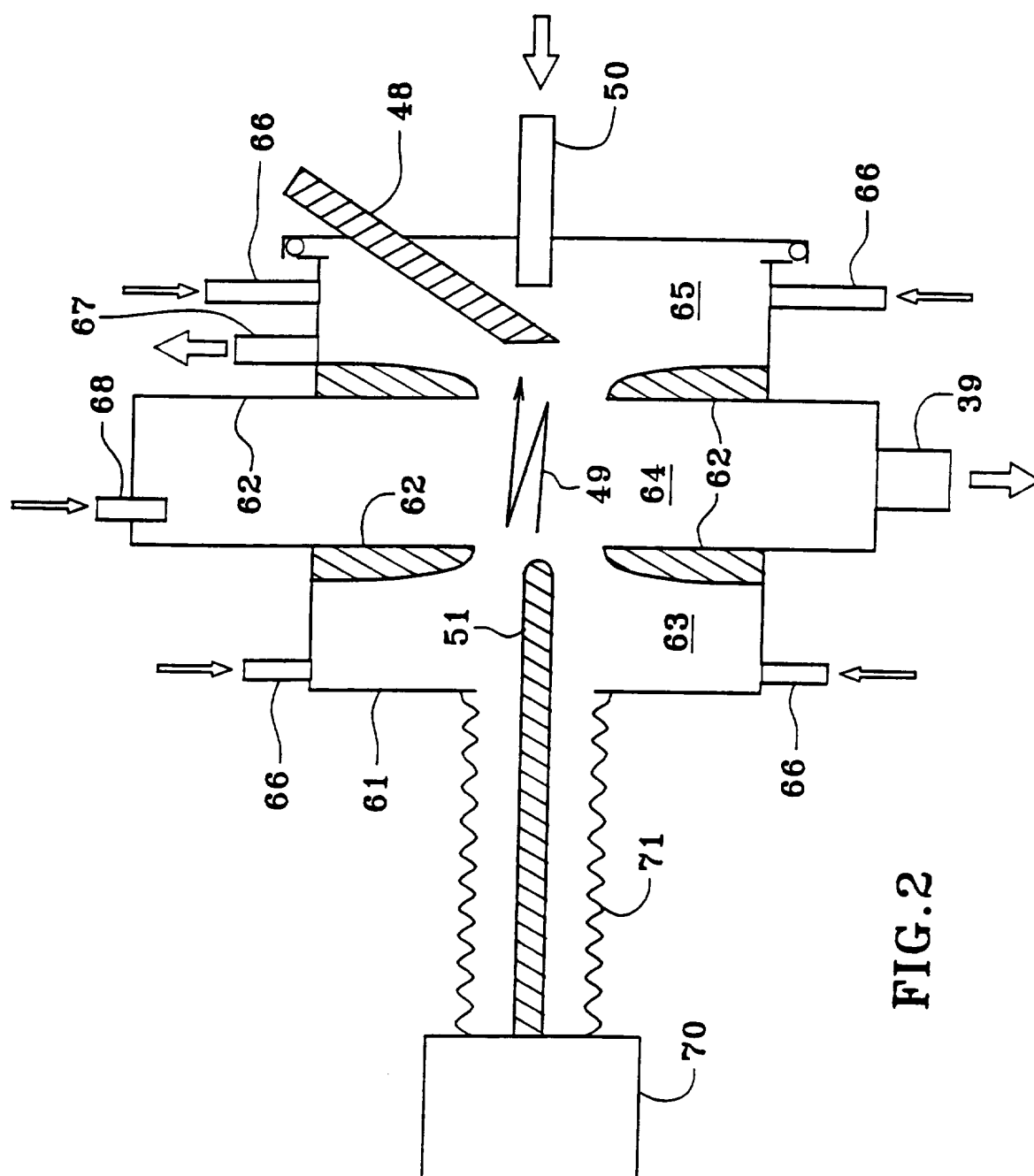


FIG. 1

2/2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR 95/01592

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 6 B01J19/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 6 B01J B22F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US,A,4 408 971 (V.N.KARINSKY ET AL.) 11 October 1983 see column 2, line 45 - column 4, line 11 see column 4, line 47 - column 7, line 68 see figures 1,2	1-10
A	EP,A,0 161 563 (HITACHI, LTD.) 21 November 1985 see abstract see page 2, line 18 - page 3, line 21 see page 18, line 5 - page 19, line 13 see figure 11	1-10

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- * & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

10 April 1996

Date of mailing of the international search report

22.04.96

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Stevnsborg, N

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter- national Application No
PCT/FR 95/01592

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR,A,1 521 720 (DIAMOND ALKALI COMPANY) 19 April 1968 see page 1, left column, paragraph 1 see page 2, right column, last paragraph - page 3, right column, paragraph 1 see figure 1 ---	1
A	CH,A,281 749 (ELECTRONIC REDUCTION CORPORATION) 16 July 1952 see the whole document -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 95/01592

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US-A-4408971	11-10-83	NONE	
EP-A-0161563	21-11-85	JP-A- 60228604	13-11-85
		JP-A- 60228605	13-11-85
		JP-C- 1696387	28-09-92
		JP-B- 3055523	23-08-91
		JP-A- 60228609	13-11-85
		US-A- 4610718	09-09-86
FR-A-1521720	24-07-68	BE-A- 697052	16-10-67
		CH-A- 477905	15-09-69
		DE-A- 1667003	03-06-71
		GB-A- 1137029	
		NL-A- 6705166	16-10-67
CH-A-281749		NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dern : Internationale No
PCT/FR 95/01592

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 6 B01J19/08

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 6 B01J B22F

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US,A,4 408 971 (V.N.KARINSKY ET AL.) 11 Octobre 1983 voir colonne 2, ligne 45 - colonne 4, ligne 11 voir colonne 4, ligne 47 - colonne 7, ligne 68 voir figures 1,2	1-10

A	EP,A,0 161 563 (HITACHI, LTD.) 21 Novembre 1985 voir abrégé voir page 2, ligne 18 - page 3, ligne 21 voir page 18, ligne 5 - page 19, ligne 13 voir figure 11	1-10

	-/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *&* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

10 Avril 1996

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

22.04.96

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+ 31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Stevnsborg, N

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dern. Internationale No
PCT/FR 95/01592

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR,A,1 521 720 (DIAMOND ALKALI COMPANY) 19 Avril 1968 voir page 1, colonne de gauche, alinéa 1 voir page 2, colonne de droite, dernier alinéa - page 3, colonne de droite, alinéa 1 voir figure 1 ---	1
A	CH,A,281 749 (ELECTRONIC REDUCTION CORPORATION) 16 Juillet 1952 voir le document en entier -----	1

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem Internationale No

PCT/FR 95/01592

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US-A-4408971	11-10-83	AUCUN	

EP-A-0161563	21-11-85	JP-A- 60228604	13-11-85
		JP-A- 60228605	13-11-85
		JP-C- 1696387	28-09-92
		JP-B- 3055523	23-08-91
		JP-A- 60228609	13-11-85
		US-A- 4610718	09-09-86

FR-A-1521720	24-07-68	BE-A- 697052	16-10-67
		CH-A- 477905	15-09-69
		DE-A- 1667003	03-06-71
		GB-A- 1137029	
		NL-A- 6705166	16-10-67

CH-A-281749		AUCUN	
