



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105073237 A

(43) 申请公布日 2015. 11. 18

(21) 申请号 201480014323. 4

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2014. 01. 15

B01F 5/04(2006. 01)

B01F 15/06(2006. 01)

(30) 优先权数据

B01J 3/00(2006. 01)

1300709. 1 2013. 01. 15 GB

B01J 19/24(2006. 01)

1302109. 2 2013. 02. 06 GB

B01F 5/06(2006. 01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2015. 09. 11

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/GB2014/050103 2014. 01. 15

(87) PCT国际申请的公布数据

W02014/111703 EN 2014. 07. 24

(71) 申请人 诺丁汉大学

地址 英国诺丁汉郡

(72) 发明人 爱德华·莱斯特 托马斯·赫德尔

(74) 专利代理机构 北京康信知识产权代理有限公司
11240

代理人 沈敬亭 刘书芝

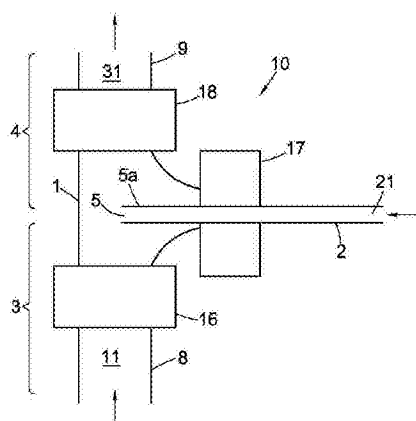
权利要求书3页 说明书7页 附图5页

(54) 发明名称

混合反应器及相关的方法

(57) 摘要

通过混合前体流体和比前体流体更高温度的第二流体用于沉淀纳米颗粒的混合反应器 (10)。该反应器包括：具有配置为接收前体流体流的入口区域 (3) 以及配置为输出混合流的出口区域 (4) 的第一流体导管 (1)；以及配置为接收所述第二流体流的第二流体导管 (2)。第二流体导管 (2) 以基本垂直于第一流体导管内的流方向延伸至第一流体导管 (1)，并且具有将第二流体引入至第一流体导管的开口 (5)。公开了用于制备纳米颗粒的相关方法。



1. 一种混合反应器,通过混合前体流体与比所述前体流体温度更高的第二流体用于沉淀纳米颗粒,其中,所述反应器包括:具有配置为接收所述前体流体的流的入口区域和配置为输出混合流体的出口区域的第一流体导管;以及配置为接收所述第二流体的流的第二流体导管,所述第二流体导管以基本垂直于所述第一流体导管内的流的方向延伸至所述第一流体导管,并且具有用于将所述第二流体引入至所述第一流体导管的开口。

2. 根据权利要求1所述的混合反应器,其中,所述入口区域与所述出口区域基本同轴。

3. 根据权利要求1或2所述的混合反应器,配置为使得所述入口区域和所述出口区域二者中的流是向上的、基本垂直的方向。

4. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述入口区域具有用于接收所述前体流体的单个入口端口。

5. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述开口朝向通过第一导管的流的方向。

6. 根据权利要求1至4中任一项所述的混合反应器,其中,所述开口逆向朝向通过所述第一导管的流的方向。

7. 根据权利要求1至4中任一项所述的混合反应器,其中,所述开口朝向基本垂直于通过所述第一导管的流的方向。

8. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述第一导管具有基本均匀的横截面。

9. 根据权利要求8所述的混合反应器,其中,所述第一导管包括适于填充第一导管中的凹部的成形件,因此所述成形件至少部分地限定所述均匀的横截面。

10. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述第二流体导管延伸穿过所述第一流体导管的全部宽度。

11. 根据权利要求10所述的混合反应器,其中,所述第二流体导管延伸穿过所述第一流体导管,并被配置为使所述第二流体从两个相对的方向流向所述开口。

12. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述开口将所述第二流体直接引入至所述第一流体导管的中心流动区域。

13. 根据权利要求12所述的混合反应器,其中,所述第一流体导管具有圆形横截面,并且在所述第一流体导管的中心轴线上引入所述第二流体。

14. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述第二流体是在所述第一流体导管的横截面的多个区域引入,所述区域围绕所述第一导管的中心轴线旋转对称。

15. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述开口通过所述第二流体导管的侧壁限定。

16. 根据前述权利要求中任一所述的混合反应器,其中,所述第二流体导管包括多个开口。

17. 根据权利要求16所述的混合反应器,其中,所述开口沿所述第二流体导管轴向间隔。

18. 根据权利要求16或17所述的混合反应器,其中,所述开口围绕所述流体导管周向间隔。

19. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述反应器包括具有两个相

对的端口和第三侧端口的 T 形件,其中,所述第一流体导管包括所述相对的端口之间的区域,并且所述第二流体导管经由所述侧端口引入。

20. 根据权利要求 1 至 18 中任一项所述的混合反应器,其中,所述反应器包括具有第一对相对的端口和第二对相对的端口的四通管,所述第一对与所述第二对成 90 度,其中,所述第一流体导管包括所述第一对端口之间的区域,并且所述第二流体导管通过所述第二对端口引入。

21. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述第二导管的轮廓调整为改善所述第二导管下游的混合。

22. 根据权利要求 21 所述的混合反应器,其中,所述第二导管的轮廓通过与其连接的成形件调整。

23. 根据权利要求 22 所述的混合反应器,其中,所述成形件远离所述第二流体导管逐渐变小,使得上游方向更狭窄。

24. 根据权利要求 21 或 22 所述的混合反应器,其中,所述成形件在垂直于通过所述第一导管的流的方向延伸所述第一导管的轮廓。

25. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,围绕所述出口区域设置加热器或冷却器以控制所述混合流体的温度。

26. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,围绕所述第二导管设置加热器以供热至所述第二流体。

27. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述入口区域包括加热器或冷却器以控制所述前体流体的温度。

28. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,进一步包括在所述出口区域中的入口端口用于接收第三流体。

29. 根据权利要求 28 所述的混合反应器,其中,所述入口端口配置为接收淬灭流体。

30. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述入口区域包括混合装置。

31. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述第二流体包括过热水。

32. 根据前述权利要求中任一项所述的混合反应器,其中,所述前体流体包括金属盐的水溶液。

33. 一种参考附图基本如上文描述的混合反应器。

34. 一种用于制备纳米颗粒的方法,通过以下进行:使前体流体经由第一流体导管流入至混合反应器中,将第二流体经由第二流体导管引入至第一流体导管的第一流体中,所述第二流体导管以基本垂直于所述第一流体导管中的流的方向延伸至所述第一流体导管。

35. 根据权利要求 34 所述的方法,其中,所述混合反应器是根据权利要求 1 至 33 中任一项所述的混合反应器。

36. 根据权利要求 34 所述的方法,其中,所述纳米颗粒包括金属和 / 或金属氧化物。

37. 一种参考附图基本如上文所描述的方法。

38. 一种用于制备纳米颗粒的方法,包括:使前体流体在圆柱形前体流体管道中向上流动,并且在所述前体流体的流的中心轴线上的点,或者在设置在具有旋转对称的中心轴线的周围的点处,使超临界流体的流通过基本垂直于所述前体流体的流的超临界流体管道

引入至所述前体流体的流,所述超临界流体以与前体的流的方向成直角,或者以具有顺流组分的方向顺流引入;使得所述前体和超临界流体流动以混合并反应以制备纳米颗粒。

39. 根据权利要求 38 所述的方法,其中,所述第二导管完全穿过所述前体管道的方向延伸。

40. 根据权利要求 38 或 39 所述的方法,其中,流体控制器设置为与所述超临界流体管道和所述超临界管道的中心轴线的上游相关联,控制所述超临界流体管道周围的前体的流体流动,以便实现比不存在流体控制器时更均匀的混合。

41. 根据权利要求 38 至 40 中任一项所述的方法或工艺制备的纳米颗粒。

混合反应器及相关的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及使流体流能够有效混合的混合反应器。更特别地,一种流股可以是加热的、加压的或者是超临界流体,而另一种是更致密的流体。更优选地,一种流股可以是超临界水(scH_2O),并且另一种是含有金属的溶液,如金属盐水溶液。最优选地,本发明可以用于金属或金属氧化物的纳米颗粒在高温水中连续合成而不堵塞管道系统并且控制颗粒的尺寸和形状的程度高。反应器和方法的特别适合的用途是制备纳米颗粒。

背景技术

[0002] 具有纳米级尺寸的金属和金属氧化物颗粒具有广泛的用途,包括(但不限于)催化剂、颜料、抛光剂、紫外吸收剂,以及在陶瓷和电池中的用途。熟知的是通过金属盐水溶液与加热的、加压的或超临界水的化学反应可以形成这类颗粒。原则上,这种方法在成本和可行性方面具有超过制备纳米颗粒的其他方法的明显的优势,因为它允许反应作为连续工艺进行。

[0003] 在EP1713569中描述了适合用于制备纳米颗粒(例如,具有小于100nm、50nm或小于10nm、5nm或1nm的平均、中位、峰直径的颗粒)的一种混合反应器。该反应器是逆流设计,其中,过热流体往向下的方向引入至前体流体,如向上流动的金属盐水溶液。这种方法确保了良好的混合,并已经证明可以制备一致的、均匀的纳米颗粒,而不会阻塞。

[0004] 在W02011/148131中公开了另一种方法,其中,描述了顺流混合器,其中,将前体流体从两个相对的水平导管引入至向上的流体导管。过热流体以向上的方向引入至向上的流体导管,导致下游顺流混合。经由流体导管引入过热流体,该流体导管通过含有前体流体的流体导管向上延伸。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供用于制备纳米颗粒的改进的混合反应器和相关的方法,或者对于现有技术的反应器和方法至少提供有用的替代。

[0006] 根据本发明的第一方面,提供了通过混合前体流体与比前体流体温度更高的第二流体用于沉淀纳米颗粒的混合反应器,其中,反应器包括:具有配置为接收前体流体的流的入口区域和配置为输出混合流体的出口区域的第一流体导管;以及配置为接收第二流体的流的第二流体导管,第二流体导管以基本垂直于第一流体导管内的流的方向延伸至第一流体导管,并且具有用于将第二流体引入至第一流体导管的开口。

[0007] 本申请人已经确定,在某些情况下,重要的是在前体流体与第二流体混合之前,避免前体流体的显著的预加热。这种预加热可以导致颗粒的沉淀,不利地影响制备的颗粒的质量,并且可以导致泵送问题。在W02011/148131的布置中,第二流体经由流体导管引入,该流体导管以平行于前体流体流动的方向延伸穿过前体流体。这导致前体和第二流体之间的热交换,加热前体,并且冷却第二流体。

[0008] 本发明通过垂直于前体流体的流动方向的第二流体导管引入第二流体克服了该

限制。因此在混合位置之前对于第二流体不存在、或存在有限的机会与前体流体进行热交换。第二流体导管延伸进入第一流体导管导致第二流体引入为远离第一流体导管的侧壁以确保良好的混合。

[0009] 入口区域可以与出口区域基本同轴。

[0010] 混合反应器可以配置为使得入口区域和出口区域二者中的流体是向上的、基本垂直的方向。

[0011] 入口区域可以具有用于接收前体液体的单个入口端口。

[0012] W02011/148131 的布置使用进入入口区域的两个入口端口。这会导致问题。如果通过两个入口端口的流不相等,这类问题可以与振荡流体混合区和 / 或不对称混合相关,从而导致通过流体流在不同的位置的不同的混合环境的倾向。本申请人已发现,对于前体流体具有多个入口端口的布置倾向于导致某种形式的不均匀的流或从一侧振荡流动到另一侧,这不利地影响产品的质量。

[0013] 第二流体导管中的开口可以朝向通过第一导管的流的方向。

[0014] 开口可以朝向基本垂直于通过第一导管的流的方向。

[0015] 第一导管可以具有基本均匀的横截面,低于第二流体导管连接的点,或者高于该点,或者从低于该点的区域穿过至高于该点的区域。

[0016] 第一导管可以包括适于填充第一导管中的凹部的成形件 (former),因此成形件从其上方的开口的点以下至少部分地限定了第一导管的均匀的横截面。

[0017] 第二流体导管可以穿过第一流体导管的整个宽度延伸。

[0018] 第二流体导管可以延伸通过第一流体导管,并且被配置成使第二流体从第二流体导管的两侧朝开口流过。

[0019] 这种布置可以是特别合适的,其中,第二流体是过热流体,因为这种流体的低表面张力和粘度将降低平衡流体和流体震荡的任何问题。当平衡正常液体 / 液体时,由于流体动力学和正排量泵的特性,在 W02011/148131 布置中的这种尝试是难以处理和难以实现的,其对于超临界流体则更容易。

[0020] 开口可以将第二流体直接引入第一流体导管的中心流动区域,其可以是圆柱形管。

[0021] 开口可以通过第二流体导管的侧壁限定。

[0022] 第二流体导管可以包括多个开口。

[0023] 开口可以沿着第二流体导管轴向间隔开。

[0024] 开口可以围绕第二流体导管周向间隔,例如第二导管的横向侧向 (径向),或匹配第二导管的上侧开口对称地设置。

[0025] 反应器可以包括具有两个相对的端口和第三侧端口的 T 形件,其中,第一流体导管包括两个相对的端口之间的区域,并且第二流体导管经由侧端口引入。

[0026] 反应器可以包括具有第一对相对端口和第二对相对端口的四通管,第一对相对第二对是 90 度,其中,第一流体导管包括第一对端口之间的区域中,以及第二流体导管通过第二对端口引入。

[0027] 第二导管的轮廓可以调整为改善第二导管下游的混合。

[0028] 第二导管的轮廓可以由连接至其的成形件或流体流动控制器来调整。

- [0029] 成形件远离第二流体导管逐渐变窄,使得其在上游方向更窄。
- [0030] 成形件可以在垂直于通过第一导管的流的方向延伸第二导管的轮廓。成形件可以具有弯曲的横截面轮廓。
- [0031] 在出口区域或围绕出口区域可以设置加热器或冷却器以控制混合流体的温度。
- [0032] 可以围绕第二导管设置加热器以供热至第二流体。
- [0033] 入口区域可以包括加热器或冷却器以控制前体流体的温度。
- [0034] 混合反应器可以进一步包括用于接收第三流体的在出口区域中的入口端口。
- [0035] 入口端口可以被配置为接收淬灭流体(骤冷流体, quenching fluid)。
- [0036] 第二流体可以包括过热水。
- [0037] 前体流体可以包括金属盐。
- [0038] 根据本发明的第二方面,提供了用于制备纳米颗粒的方法,通过以下进行:使前体流体经由第一流体导管流入至混合反应器中,将第二流体经由以基本垂直于第一流体导管中的流的方向延伸至第一流体导管的第二流体导管引入至第一流体导管的第一流体中。
- [0039] 混合反应器可以是根据本发明的第一方面的混合反应器。
- [0040] 纳米颗粒可以包括金属和/或金属氧化物。

附图说明

- [0041] 本发明现在将参考以下附图通过举例的方式进行描述,其中:
- [0042] 图1是根据本发明实施方式的混合反应器的示意性剖面图。
- [0043] 图2是根据一种实施方式的在第一流体导管中具有成形件的混合反应器的示意性剖面图;
- [0044] 图3是示出了其中第二流体导管具有多个周向排列的开口的实施方式的流的示意性剖面图。
- [0045] 图4是示出了来自具有多个轴向排列的开口的第二流体导管的流示意剖面图。
- [0046] 图5是示出了来自全部穿过第一流体导管,开口位于第一流体导管截面的中央的第二流体导管开口的流的示意性剖面图;
- [0047] 图6示意性地示出了围绕图5的流体导管的流;
- [0048] 图7是本发明的进一步的实施方式的剖面图,其中,第二流体导管延伸穿过第一流体导管,并且配置为使得第二流体从两个相对的方向朝开口流动;
- [0049] 图8是围绕具有与其连接的成形件,以便改变第二流体导管的轮廓以改善下游混合的第二流体导管的流的示意图;
- [0050] 图9是围绕具有连接至其的替代的成形件的第二流体导管的流的示意图;
- [0051] 图10是示出了通过根据本发明的一种实施方式的方法获得的纳米颗粒的分散的悬液图;
- [0052] 图11是示出了沉淀之后图11的悬液图;以及
- [0053] 图12是根据本发明的一种实施方式的方法的流程图。

具体实施方式

- [0054] 参照图1,示出了混合反应器1,包括:第一流体导管1和第二流体导管2。在许多

实施方式中,导管 1 和导管 2 是圆柱形管,可以为钢质。

[0055] 第一流体导管 1 包括用于接收前体流体 11 的流的入口区域 3,和用于输出混合流 31 的出口区域 4,本实施方式中的第一流体导管包括 T 形件,其中,分别用于前体 11 的入口端口和用于混合流 31 的出口端口是同轴的。使用压合接头 16 将圆柱管 14 连接至 T 形件的入口端口,并且将前体流体 11 运输至此。使用压合接头 18 将另一圆柱管 15 连接至 T 形件的出口端口,并且将混合流 31 运离反应器。

[0056] 第二流体导管 2 配置为运输在升高的温度下的第二流体 21 以便与前体流体 11 混合。

[0057] 第二流体导管 2 伸入第一流体导管 1 内的前体流体 11 的流中。导管 2 从第一流体导管 1 的内侧壁向外延伸。第二流体导管 2 经由 T 形件的第三端口进入第一流体导管 1,并且经由压合接头 17 连接至 T 形件。第二流体导管 2 便利地是圆形钢管,但应该理解的是这不是必须的。

[0058] 前体流体可以是,例如金属盐水溶液。第二流体 21 可以是,例如超临界流体,如水。可替代地,第二流体可以包括近临界或亚临界状态的流体。像水那样,也可以考虑其它超临界流体,包括但不限于密相气体和烃(如丙酮)。第二流体的升高的温度可以大于 250℃,或者可以是约 500℃。前体流体可以是,例如在环境温度下。前体流体与第二流体之间的温度差可以是约 300℃-400℃。混合时第二流体的压力优选至少为 22.5Mpa。第二流体的压力可以是 5、10、20、30、40Mpa 或更大,或这些值之间的范围,或这些值和零之间的范围。

[0059] 导管 1 通常垂直直立地延伸,并且导管 2 垂直于它延伸(通常水平方向)。

[0060] 在第二流体导管 2 的末端部分 5a 设置开口 5,通过开口 5 将第二流体 21 引入至第一流体导管 1 中的前体流体 11。第二流体导管 2 在开口 5 处终止,开口 5 由第二流体导管 2 的横截面限定。因此,开口 5 垂直朝向第一流体导管中的流体流动的方向。

[0061] 端部 5a 径向延伸至第一流体导管 1 使得开口 5 设置在导管 1 轴向延伸的中心线。

[0062] 入口区域 3 在出口区域 4 的垂直下方。这种布置利用浮力以确保没有前体流体和第二流体的返混。混合旨在发生的点的上游的这种返混往往导致通过不受控制的颗粒生长和聚集的堵塞。前体流体通常比第二流体更稠密。特别是在这种情况下,其中,第二流体是超临界水和前体是在显著较低温度下的水溶液。相对密度的差异意味着前体趋向于要下沉,而第二流体要上升。在混合点之前(在开口 5),这两种流体趋向于有效地由浮力隔开:因为相对于前体的它的浮力,第二流体将不会返混至前体。

[0063] 在其它实施方式中,入口区域 3 可以不在出口区域 4 的垂直上方,以及入口区域 3 可以在口区域 3 的垂直下方,或者这两个区域可以是基本水平的。

[0064] 第二流体导管 2 垂直于第一流体导管 1 中的流,在它们在其中第二流体导管 2 将第二流体 21 引入至第一流体导管 1 的点混合之前,第二流体 21 并不与前体流体 11 进行显著的热交换。这防止了混合之前第二流体 21 的冷却和前体流体 11 的加热。导管 2 的端部 5a 的长度相对短,而导管 2 中超临界流体的流速较快,所以超临界流体在延伸至流动前体 11 的导管 2 的部分仅具有很短的停留时间。因此前体流体 11、第二流体 21 和混合物 31 的温度可以在输送流体至混合反应器的各自的流体导管中独立地调节,例如通过加热器套或热交换器。这与由 W02011/148131 公开的布置(其中,第二流体将趋向于在混合点的上游

区域加热前体流体,因为第二流体经由在前体流体流动的方向延伸穿过前体流体的管道引入至反应器)形成对比。前体的这种加热可以引起颗粒在这个区域中不受控制的沉淀,这可以不利地影响产品质量(即粒度分布的控制不良)和/或导致堵塞。

[0065] 除了克服在 W02011/148131 中公开的混合反应器的局限性,还认为这种布置提供了 EP1713569 的逆流布置的有用的替代。已经发现的是 EP1713569 逆流混合器的运行可以根据穿过其中的流的速率而变化。相比逆流混合器,本布置可能以不同的方式放大,这能够更好地优化多种多样的操作应用。例如,本装置可以更容易放大到大规模制备,或者可以更容易适应变化的流动条件。本发明在其中超临界流体和/或前体流体的流速为立方米/小时的量级的生产中可以是有利的。

[0066] 在图 2 中,成形件 6 已经固定在第一流体导管 1 内,从而改善其横截面面积的均匀性,并消除其中流体可以重新循环的死点。成形件 6 布置成符合第二流体导管 2 和第一流体导管 1 的轮廓,并填充通过其第二流体导管 2 进入 T 形件的端口周围的区域。结果是第一流体通道 1 具有在其整个长度上基本圆形的横截面,从而避免颗粒在死区积累的可能。因为前体流体 11 穿过整个体积的混合区域,可以避免停滞区。成形件 6 可以例如通过焊接等固定在第一流体导管 1 的内壁。成形件 6 可以便利地包括耐热的、惰性材料,如陶瓷。

[0067] 图 3 示出了替代的实施方式,其中,设置了两个开口 5,围绕第二流体导管 2(其具有圆柱管的形式)的圆周间隔开。在第二流体导管 2 的侧壁中限定开口 5,并且各自具有比第二流体导管 2 的横截面更小的横截面。这样的布置是有利的,因为它导致了比朝向垂直于流动方向的单个开口的布置更对称的布置。改善流动对称性导致更均匀的混合,这有助于促进均匀形状和尺寸的颗粒,并减少潜在的阻塞。在所有的点上将流体的混合越控制均匀,则约接近我们期望达到的期望的单尺寸、单形状颗粒分布。

[0068] 图 4 示出了又一实施方式,其中,在第二流体导管 2 的侧壁设置了多个开口 5,沿着第二流体导管 2 轴向地隔开。这种布置促进了前体 11 和第二流体 21 的混合均匀性的改善,并且可以特别适用于较大规模的反应器。对于相同的整体体积的超临界流体的流速,使用多个开口 5 使每个单独的开口能够以比只有一个大小相同的孔更低的速度喷射出超临界流体。这可以使喷射的超临界流体的流动的速率的变化随着不同设置保持在更接近的范围以制备不同的颗粒。这可以有助于确保流体流/粒径更大的可预见性。

[0069] 在一些实施方式中,第二流体可以以足够的速度泵送通过开口以形成前体流穿过其发生混合的帘。这样的帘可以是过热的液体帘。

[0070] 图 5 示出了另一实施方式,其中,第二流体导管 2 穿过第一流体导管的全部宽度延伸。第二流体导管 2 具有限定在其侧壁上的开口 5,朝向通过第一流体导管 1 流动的方向。其中开口朝向流动方向的布置以及围绕第一流体导管中心轴线旋转对称的布置是有利的,因为它们导致混合均匀性改善,以及因此由其制备的颗粒的形态更大的一致性。如图 6 所示,以这种方式使第二流体导管 2 延伸穿过第一流体导管 1 的全部宽度意味着对前体 11 的流动的任何扰动由于围绕第二流体导管 2 流动而将被平衡。这是相对于图 1(其中,通过第一流体通道 1 的流的仅一侧会受第二流体导管 2 的影响)的布置。

[0071] 因为流体从单个方向流向开口 5,可能的是来自开口 5 的第二流体 21 的流可以包括第一导管的轴线的侧面的一小部分,这可能导致在某些不对称混合。

[0072] 图 7 示出了这样一种实施方式,其通过使第二流体导管 2 完全穿过第一流体导管

1,并且使第二流体 21 从两个相对的方向通过第二流体导管 2 朝向开口 5 流动,如箭头 22 所示,克服或至少改善了这个问题。在第二流体 2 是超临界流体的情况下,由于超临界流体非常低的粘度,存在平衡流或流量振荡的问题是不太可能的。由于超临界流体的这些特性,任何这种不平衡将是短暂的。

[0073] 在第二流体导管 2 的侧壁再次设置开口 5,朝向通过第一流体导管 1 流的方向。在该实施方式中,来自开口 5 的第二流体 21 将与前体流体 11 的流共轴向,导致高的混合均匀性。

[0074] 可以有利的改变邻近入口区域 3 和出口区域 4 之间的界面的样式,以促进混合的均匀性。图 8 和 9 示出了这样的实施方式,其中,成形件 7 (或流体流动控制器 7) 固定至第二流体导管 2 以改变界面区域中的流,以促进混合。成形件 / 流体流动控制器可以另外地或替代地设置在第一流体导管 1 的侧壁。

[0075] 图 8 示出了这样的实施方式,其中,成形件基本消除了其中前体流体 11 撞击第二流体导管 2 的侧壁的停滞区域。当第二流体导管 2 是圆形的管时,在临近朝向流动的方向的侧壁的区域将存在相对停滞区域。为了避免这种情况,在上游方向逐渐变小,并且在窄的边缘区域终止的成形件 7 可以固定至填充该区域的第二流体导管 2。从而避免了临近第二流体导管 2 的流的停滞。该实施方式的成形件 7 并不在垂直于第一流体导管 1 的流的方向延伸第二流体导管 2 的轮廓:它是锥形的鳍状物。

[0076] 这类成形件 7 可以包括任何合适的材料,但优选包括耐热的和化学惰性材料,如陶瓷。成形件 7 可以通过任何方便的手段,例如通过焊接、钎接或机械固定来固定至第二流体导管 2。应该理解的是,成形件 7 延伸流动的前体中的导管 2 全部长度,从而实现对称流动。

[0077] 图 9 示出了替代的布置,其中,成形件 7 的替代设计固定至第二流体导管 2。通过在垂直于第一流体导管 1 中流的方向延伸第二流体导管 2 的轮廓,这种替代成形件 7 构造为促进第二流体导管的上游的混合。

[0078] 使用如图 8 和图 9 中示出的那些的成形件 7,可以容易地定制第二流体导管 2 的宽度和其精确的外部轮廓,以促进均匀的混合,并且从而提供高度均匀的产品。

[0079] 已经证明了使用根据实施方式的反应器用于制备纳米颗粒的方法,并通过实施例给出。在这种方法中,在室温下,前体流体是具有 0.05 摩尔的浓度的硝酸铁 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 的水溶液。前体流体进入反应器的流速保持在 10ml/min。超临界水用作第二液体,将其在 20ml/min 的固定速率、约 25MPa (250 巴或 3500psi) 的固定压力下经由第二流体通道流入反应器。水的温度以 50°C 的增量从 200°C 变化至 400°C。

[0080] 图 10 和图 11 示出了来自反应的产物,是分别在温度为 400°C 至 200°C 获得的样品 A 至 E 的产物。尽管至今尚未有时间来分析产物,结果是有希望的。当获得的样品与通过具有不同的配置的其它超临界反应器制备的颗粒比较时,样品之间的颜色存在差别,表明粒径和 / 或分布的差别。制备的颗粒与现有技术制备的颗粒不同。

[0081] 尽管已经公开了其中超临界水用作第二流体的实施方式,这不是必要的,并且在一些应用中可以使用亚临界水或其它流体。

[0082] 在一些实施方式中,混合装置可以布置在第一流体导管的入口区域。这种混合装置可以用于促进涡流,或者在与第二流体混合之前,消除前体流体中的径向温度或速度梯

度,以便增加前体与第二流体之间的混合的均匀性。混合装置在入口区域可以包括例如静态混合器,或静态螺旋插件。

[0083] 虽然示例的实施方式是顺流混合反应器,在一些实施方式中,第二流体导管中的开口可以逆向朝向前体流体流动的方向,从而逆流混合两种流体。

[0084] 已经公开了克服了现有技术反应器的许多显著问题的混合反应器和相关方法。本发明的实施方式提供了前体流体、第二流体和混合流体的温度控制改进的独立性,并且消除了其中可能发生颗粒失控沉淀的区域。已经公开了促进前体流体和第二流体之间改善的混合均匀性的布置,其已经提供了粒径的改善的控制,导致窄的粒径分布。

[0085] 虽然上文中已经描述了本发明的特定的实施方式,但应该理解的是,可以作出多种修改和变更而不背离本发明的范围,如由所附权利要求所限定的。

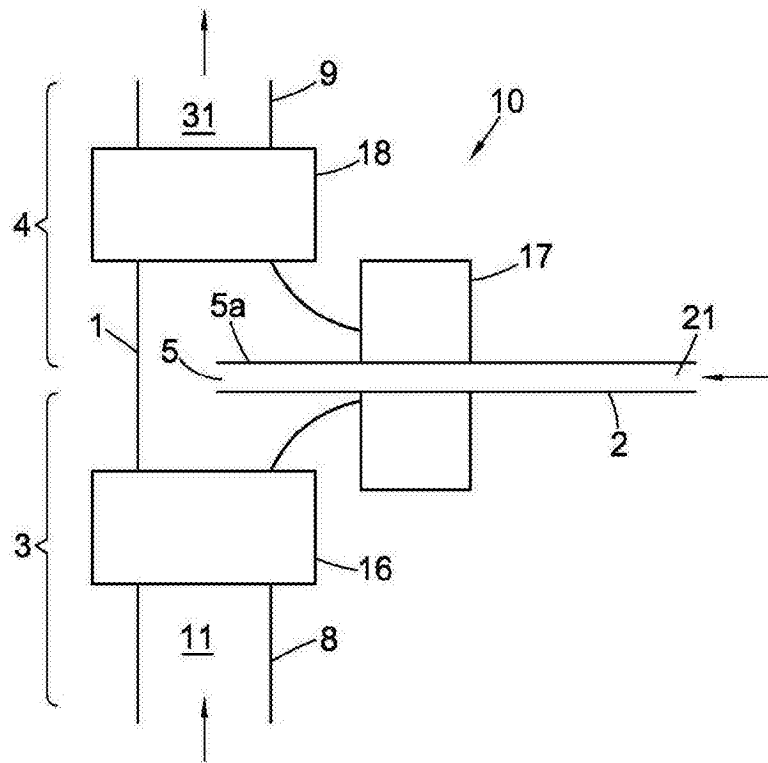


图 1

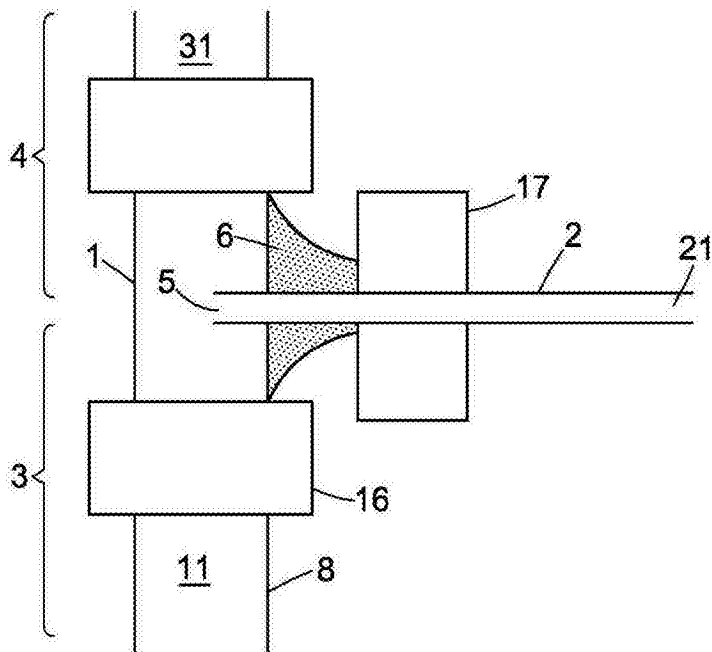


图 2

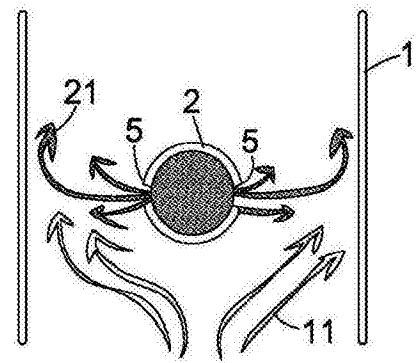


图 3

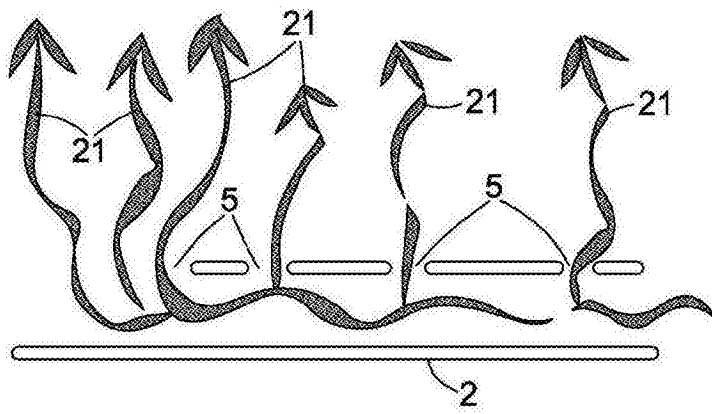


图 4

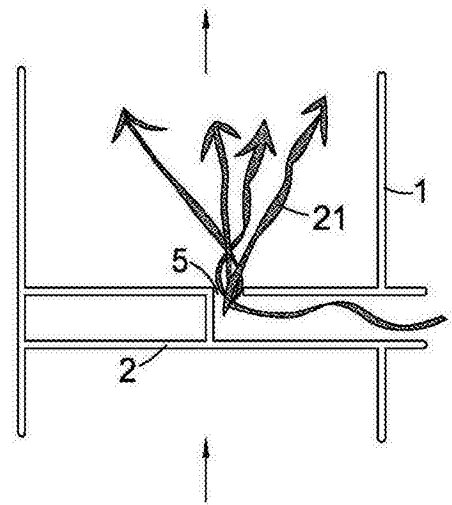


图 5

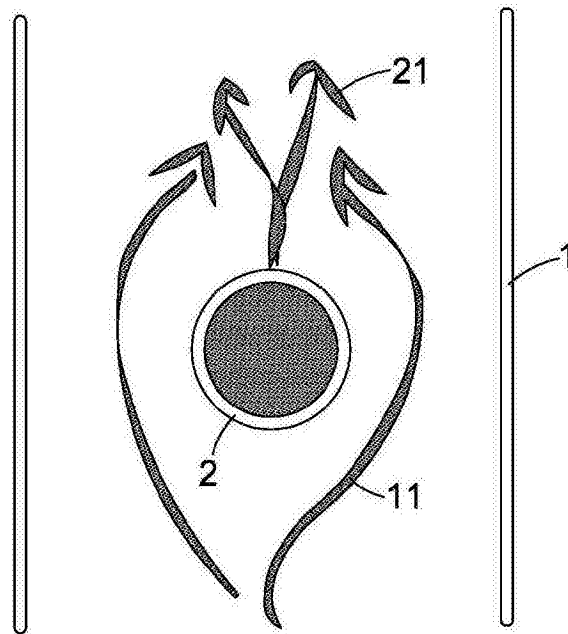


图 6

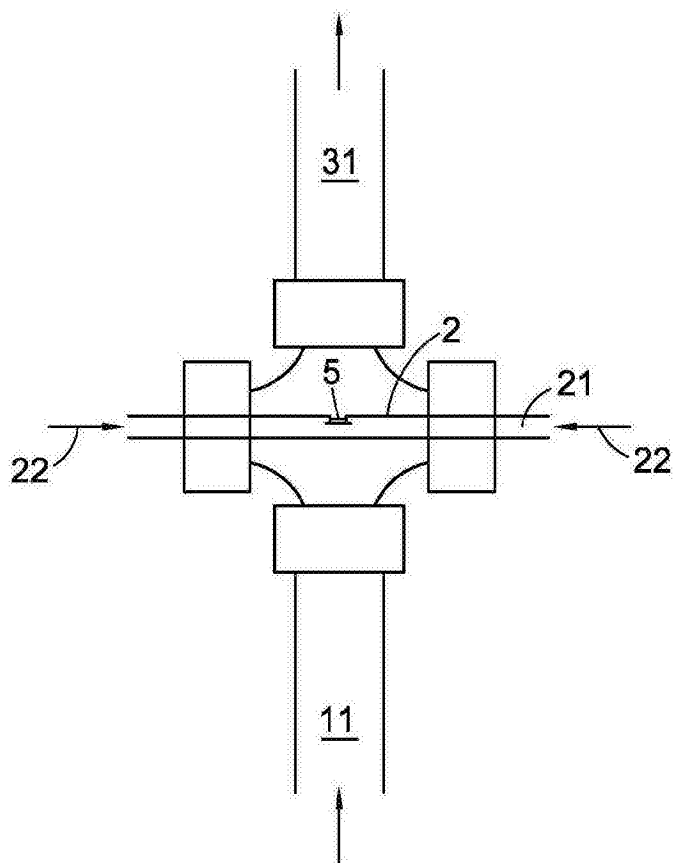


图 7

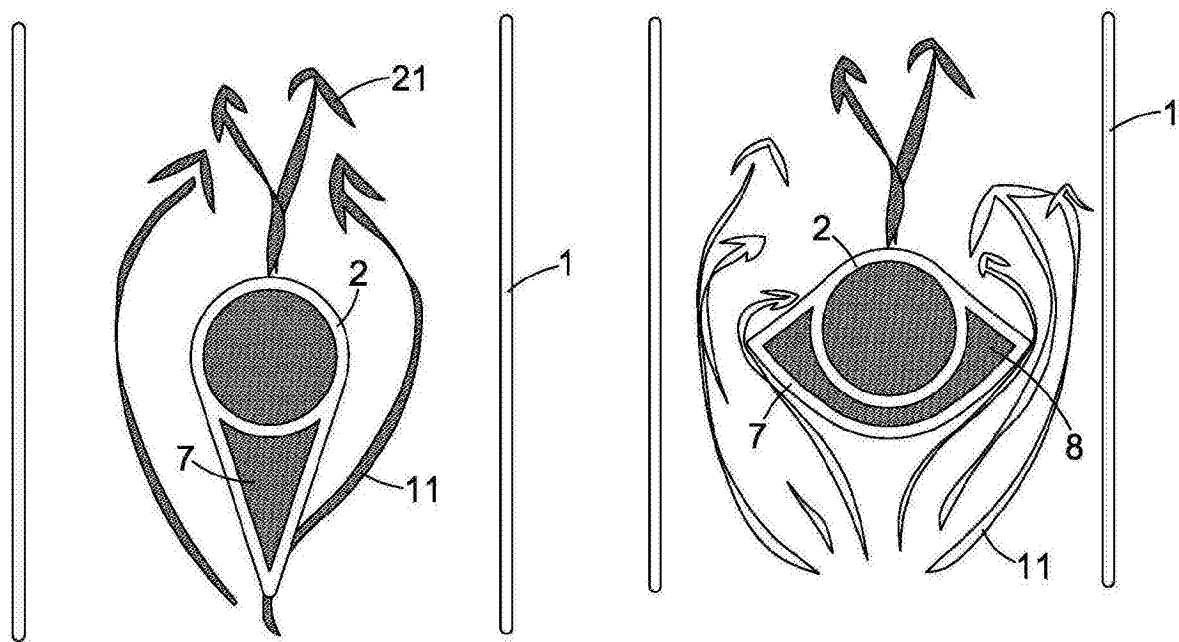


图 9

图 8

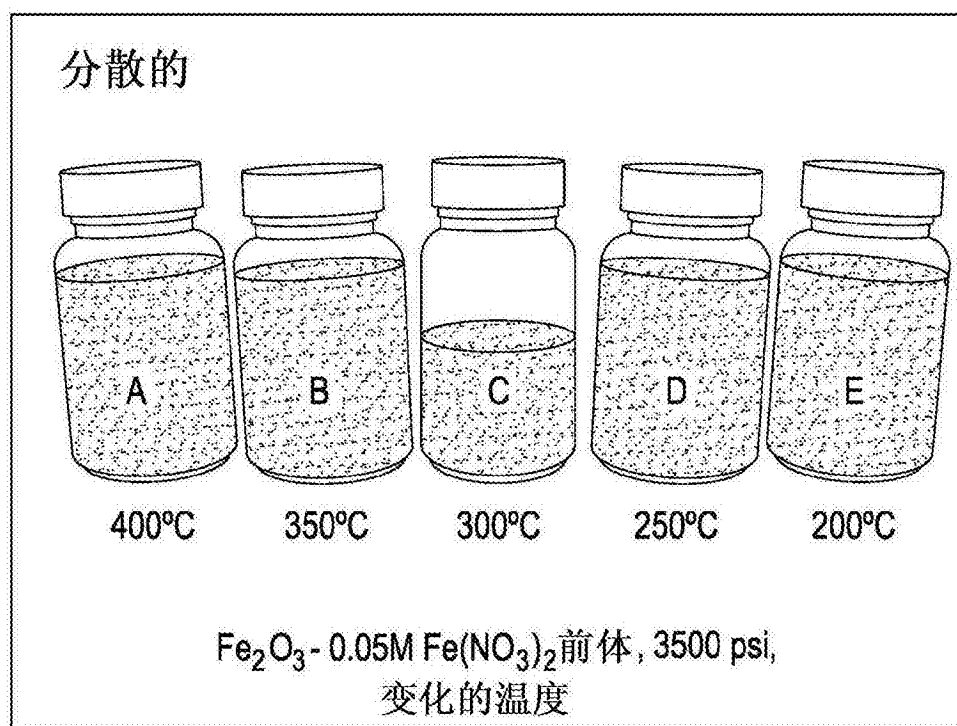


图 10

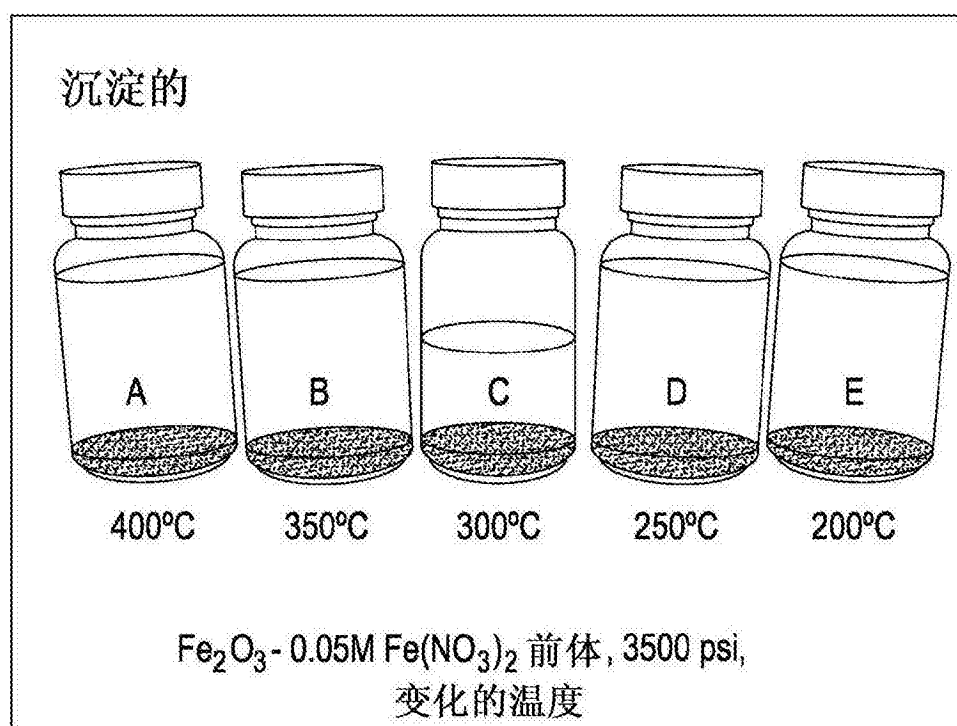


图 11

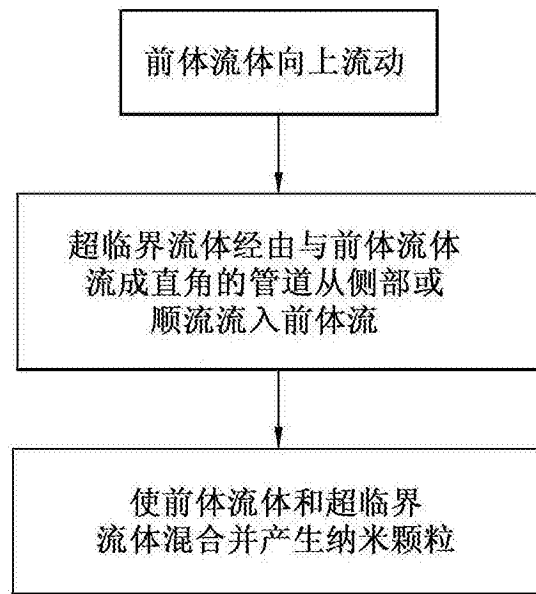


图 12