

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 954 614**

51 Int. Cl.:

H05H 1/46

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.11.2020** **E 20382965 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.06.2023** **EP 3996472**

54 Título: **Aparato y procedimiento para esferoidización de polvo mediante plasma inducido por microondas**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.11.2023

73 Titular/es:

**FUNDACIÓ EURECAT (100.0%)
Parc Tecnològic del Vallès Av. Universitat
Autònoma N. 23
08290 Cerdanyola del Vallès (Barcelona), ES**

72 Inventor/es:

**RUIZ RODRÍGUEZ, ALBERTO;
PLANTA TORRALBA, FRANCISCO JAVIER y
CAMINATI, RAFFAELE**

74 Agente/Representante:

CONTRERAS PÉREZ, Yahel

ES 2 954 614 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 y procedimiento para esferoidización de polvo mediante plasma inducido por microondas

La presente descripción se refiere a un aparato para esferoidización de polvo mediante plasma inducido por microondas. Dicho aparato comprende un generador de microondas, una cavidad de microondas, una guía de ondas que conecta el generador de microondas a la cavidad de microondas, un tubo de plasma situado parcialmente en la cavidad de microondas, una fuente de polvo conectada al tubo de plasma para suministrar un flujo de precursor de polvo a la misma, una fuente de gas conectada al tubo de plasma para suministrar un flujo de gas de proceso a la misma, con el fin de formar una antorcha de plasma en el tubo de plasma conectando el flujo de gas de proceso a la radiación de microondas.

La presente descripción se refiere, además, a un procedimiento para producir esferoides a partir de un precursor de polvo mediante un plasma inducido por microondas, que comprende la etapa de formar una antorcha de plasma en un tubo de plasma conectando un flujo de gas de proceso a una radiación de microondas.

ANTECEDENTES

La necesidad de la esferoidización de polvos proviene de diferentes campos industriales, desde la pulvimetalurgia hasta el envasado electrónico. El requerimiento de un proceso industrial para producir partículas de polvo esféricas surge de la búsqueda de algunos de los siguientes beneficios derivados del proceso de esferoidización:

- Mejora de la fluidez de los polvos.
- Aumento de la densidad de empaquetamiento de los polvos.
- Eliminación de cavidades interiores del polvo y fracturas.
- Mejora de la morfología superficial de las partículas.

La esferoidización es un proceso de fusión *"in-flight"*. El precursor de polvo de forma angular (a menudo de materiales de desecho) se lleva a un plasma inducido por inducción o microondas y se funde inmediatamente a las elevadas temperaturas del plasma. Las partículas de polvo fundido adoptan una forma esférica bajo la acción de la tensión superficial del estado líquido. Estas pequeñas gotas se enfrían cuando salen despedidas de la antorcha de plasma. Los esferoides resultantes se recogen así como productos de esferoidización.

Un plasma inducido por microondas es un tipo de plasma que tiene radiación electromagnética de alta frecuencia en el rango de GHz. Es capaz de excitar descargas de gas sin electrodos.

US 2014/287,162 A1 describe un aparato de plasma de microondas para procesar un material. El aparato incluye una cámara de plasma, una fuente de radiación de microondas y una guía de ondas para guiar la radiación de microondas desde la fuente de radiación de microondas hasta la cámara de plasma. Un gas de proceso fluye a través de la cámara de plasma y la radiación de microondas se conecta al gas de proceso para producir una antorcha de plasma. Un material de proceso se introduce en la cámara de plasma, queda atrapado en la antorcha de plasma y, por lo tanto, se transforma en una corriente de pequeñas gotas de material de producto. Una fuente a presión suministra un gas envolvente a la cámara de plasma para establecer un flujo sustancialmente laminar del gas envolvente en una forma helicoidal entre el gas de proceso y la superficie interior de la cámara de plasma. Tras el encendido de la antorcha de plasma, el flujo arremolinado del gas envolvente evita que el chorro de plasma se adhiera a la superficie interior y, por lo tanto, evita la fusión de la cámara de plasma por transferencia de calor por conducción entre la antorcha de plasma y la superficie interior. El gas envolvente también elimina una parte del calor transferido por radiación de la antorcha de plasma a la superficie interior. El gas envolvente también ayuda a mantener el flujo laminar del gas de proceso.

US 2020/314991 A1 describe un revestimiento segmentado para un aparato de plasma de microondas con capacidades de enfriamiento mejoradas.

Sin embargo, el uso de un gas envolvente para proteger la cámara de plasma es complicado y costoso.

DESCRIPCIÓN

Un objeto de la presente descripción es disponer un aparato y un procedimiento con el que se superen o se mitiguen los inconvenientes de la técnica.

En un primer aspecto, se dispone un aparato para obtener una esferoidización de polvo mediante un plasma inducido por microondas. El aparato comprende un generador de microondas, una cavidad de microondas, una guía de ondas que conecta el generador de microondas a la cavidad de microondas, un tubo de plasma situado

parcialmente en la cavidad de microondas, una fuente de polvo conectada al tubo de plasma para suministrar un flujo de precursor de polvo a la misma, una fuente de gas conectada al tubo de plasma para suministrar un flujo de gas de proceso a la misma, para formar una antorcha de plasma en el tubo de plasma conectando el flujo de gas de proceso a la radiación de microondas, y una fuente de aire comprimido, en el que la cavidad de microondas comprende por lo menos un abertura para el aire comprimido para que éste pueda enfriar el tubo de plasma desde el exterior, y la fuente de gas está conectada a la fuente de polvo para permitir que el gas de proceso lleve el precursor de polvo al tubo de plasma y, de este modo, a la antorcha de plasma con el fin de producir esferoides a partir del precursor de polvo mediante fusión *"in-flight"*.

El hecho de que el tubo de plasma esté refrigerado con aire simplifica el aparato y hace que éste y su funcionamiento resulten más económicos. Además, el hecho de que la refrigeración sea exterior al tubo de plasma permite una presión superior a la atmosférica en la cavidad de microondas (proporcionando la presión super atmosférica el aire comprimido), evitando así una fuga de polvo producida por cualquier grieta en el tubo de plasma.

Además, gracias a la refrigeración exterior del tubo de plasma con aire comprimido, puede prescindirse de un tubo de refrigeración que encierre el tubo de plasma. Además, dado que el aire de refrigeración enfría el tubo de plasma desde el exterior, dicho aire no puede mezclarse con el gas de proceso, evitando así la contaminación de la antorcha de plasma.

Por tanto, el presente aparato es más económico, más seguro y más fácil de mantener.

En un segundo aspecto, un procedimiento para producir esferoides a partir de un precursor de polvo mediante un plasma inducido por microondas comprende la etapa de formar un antorcha de plasma en un tubo de plasma conectando un flujo de gas de proceso a una radiación de microondas y comprende, además, las etapas de:

- llevar el precursor de polvo a la antorcha de plasma por medio del gas de proceso que actúa como gas portador, para producir esferoides a partir del precursor de polvo mediante fusión *"in-flight"*;
- enfriar el tubo de plasma desde el exterior inyectando aire comprimido a una cavidad de microondas que rodea el tubo de plasma.

La expresión "una cavidad de microondas que rodea el tubo de plasma" no significa que la cavidad de microondas abarque completamente el tubo de plasma, ya que debe entenderse que hay partes del tubo de plasma que se extienden fuera de la cavidad de microondas, tanto curso arriba como curso abajo de la cavidad de microondas.

No es necesario utilizar el gas de proceso para refrigerar el tubo de plasma 3 ya que la función de refrigeración la lleva a cabo el aire comprimido.

Otras ventajas, propiedades, aspectos y características de la presente descripción pueden derivarse de los ejemplos que se describen a continuación. Las características descritas anteriormente y/o las características que se describen en las reivindicaciones y/o en la siguiente descripción de ejemplos también pueden combinarse entre sí, si es necesario, incluso si esto no se describe expresamente en detalle.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

A continuación, se describirán unos ejemplos no limitativos de la presente descripción, con referencia a los dibujos adjuntos, en los cuales:

- la figura 1 es una vista esquemática de un aparato para esferoidización de polvo;
- la figura 2 es una vista en perspectiva de una cavidad de microondas a través de la cual pasa un tubo de plasma;
- la figura 3 es una vista en alzado de la cavidad de microondas de la figura 2; y
- la figura 4 es otra vista en perspectiva de la cavidad de microondas de la figura 2.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE EJEMPLOS

Un aparato de ejemplo para esferoidización de polvo mediante plasma inducido por microondas comprende un depósito 1 con un gas de proceso comprimido 11, un depósito 2 con un precursor de polvo irregular, un tubo de plasma 3 (o tubo de confinamiento, o tubo de descarga, o cámara de plasma), un generador de microondas 4, un circulador de microondas 5, una guía de ondas 6, un recipiente 7 para los esferoides de polvo 31, un filtro 8 para interceptar el polvo que sale del recipiente 7, un depósito 9 con aire comprimido 91, un cortocircuito de la guía de ondas 10, y una cavidad de microondas entre la guía de ondas 6 y el cortocircuito de la guía de ondas 10.

Puede haber una pared transparente a la radiación de microondas entre la guía de ondas 6 y la cavidad de microondas 20 o entre el cortocircuito de la guía de ondas 10 y la cavidad de microondas 20. Cualquiera de estas paredes puede estar realizada de mica.

5 El precursor de polvo y el gas de proceso se mezclan en el depósito 2 y el gas de proceso lleva la mezcla 21 al tubo de plasma 3.

El circulador 5 protege el generador de microondas 4. La guía de ondas 6 y el cortocircuito de la guía de ondas 10 transportan la radiación de microondas a la cavidad de microondas 20, a través de la cual pasa el tubo de plasma 3.

10 En el tubo de plasma 3 se crea una antorcha de plasma conectando el flujo de gas de proceso 21 (que lleva el precursor de polvo) a la radiación de microondas que resuena en la cavidad de microondas. La antorcha de plasma se enciende mediante un electrodo consumible (no mostrado en las figuras) o por cualquier medio adecuado.

15 Desde el depósito 9 se introduce aire comprimido 91 a través de por lo menos una ranura 25 en la cavidad de microondas 20 para enfriar el tubo de plasma 3 desde el exterior. Pueden disponerse otras ranuras en la guía de ondas 6 o en el cortocircuito de la guía de ondas 10 para introducir más aire comprimido en la cavidad de microondas.

20 El recipiente 7 recoge la mezcla 31 de gas y esferoides de polvo que sale del tubo de plasma 3 (y la antorcha de plasma en el mismo). Los esferoides de polvo se dejan en el recipiente 7 para que se enfríen y el gas sale del recipiente como una mezcla 71 que tiene todavía algunas pequeñas partículas de polvo. El filtro 8 intercepta estas pequeñas partículas de polvo y proporciona gas limpio 81 para ser reutilizado como gas de proceso.

25 Entre los materiales en polvo que pueden experimentar el presente proceso de esferoidización se encuentra el wolframio o carburo de tungsteno, cuyo punto de fusión es de aproximadamente 2800°C, y también el bronce, bronce-níquel, hierro, aluminio, acero, hierro-estaño, etc. El proceso de esferoidización también puede aplicarse a materiales cerámicos.

30 Tanto las partículas precursoras de polvo como los esferoides de polvo son del orden de micras.

El gas de proceso puede ser helio, argón, nitrógeno, etc.

35 La pared del tubo de plasma 3 puede estar realizada de cuarzo (pero también de rubí o nitruro de boro), o por lo menos la pared de la parte del tubo dentro de la cavidad de microondas 20. El aire comprimido puede impactar en esa parte del tubo de plasma, por lo que se prefiere que la temperatura del aire comprimido no sea inferior a 10-15 °C, para no dañar el material del tubo.

40 El presente aparato puede aplicarse directamente a una máquina para el tratamiento de superficies con el fin de combinar algunas etapas de procesamiento.

45 Es ventajoso que el flujo del gas de proceso sea laminar o casi laminar, con el fin de mantener las partículas de polvo en una trayectoria determinada. El presente aparato consigue un flujo suficientemente laminar y, en cualquier caso, un flujo de gas de proceso que no es turbulento dado que, entre otros factores, la entrada de gas al tubo de plasma 3 está libre de obstáculos y las superficies involucradas presentan poca o ninguna rugosidad. El gas portador (es decir, el gas de proceso) y el polvo precursor se mezclan a cierta distancia del tubo de plasma, no menos de 1 m. Normalmente, el caudal es entre 3 y 30 l/min, lo que normalmente da un número de Reynolds relativamente bajo. Además, la superficie interior del tubo que conduce a la cámara de plasma es lisa y su sección transversal es constante. El objetivo no es un flujo perfectamente laminar sino un flujo sin turbulencias, lo cual perjudicaría al plasma. La longitud típica del tubo que conduce a la cámara de plasma es entre 1 y 3 m, preferiblemente entre 2 y 2,5 m, para evitar turbulencias.

50 El presente aparato y proceso permiten procesar pequeñas cantidades de polvo, por ejemplo, aproximadamente de 2 kg, lo que es ideal para laboratorios. En cuanto a la cantidad de polvo a procesar, el objetivo es alcanzar un equilibrio entre potencia de microondas, caudal de gas y masa de polvo precursor para lograr el porcentaje de transformación deseado. En igualdad de condiciones, una mayor potencia de microondas implica más transformación de polvo.

60 El presente proceso puede producir un rendimiento de 70%-80% de esferoidización de polvo. En términos generales, es posible obtener mejores rendimientos empleando diferentes gases portadores, aumentando la potencia de microondas, utilizando un sistema automático para igualar la impedancia del aparato "en caliente" e instantáneamente, etc. Este sistema automático para ajustar la impedancia en cada momento buscaría un mejor punto de funcionamiento siempre que se varíe la naturaleza o la cantidad del gas de proceso o el polvo precursor. Esto muchas veces se hace manualmente por lo que resulta lento y poco eficiente, de modo que habitualmente el

proceso se inicia con un punto de equilibrio y se deja así durante todo el proceso. Se ha encontrado experimentalmente que una mezcla de nitrógeno gaseoso produce mejores resultados como gas de proceso, y al añadir un 5-15 % de hidrógeno, la cantidad de electrones libres aumentaría y, en consecuencia, aumentaría la capacidad para fundir el polvo precursor. En el plasma, la energía se proporciona por la liberación de electrones del gas de proceso (sin oxígeno no puede haber combustión). No se descartan otras maneras de aumentar la capacidad de reacción del plasma, tales como optimizar la guía de ondas, aumentar la potencia de microondas, utilizar otras mezclas de gases, etc.

El generador de microondas 4 puede funcionar a una potencia relativamente baja, por ejemplo, de menos de 1 kW, dado que la ignición del plasma se produce a partir de 0,6 kW. En general, los generadores de microondas pueden funcionar a partir de un 10 % de su potencia total. Sin embargo, cuanto mayor es la potencia, mayor es la antorcha de plasma dado que se liberan más electrones del gas de proceso, si bien debe tenerse cuidado en evitar que la antorcha llegue a la pared del tubo, ya que, por ejemplo, el punto de fusión del cuarzo es de 1100 °C, mientras que el punto de fusión del precursor de polvo puede llegar a 2200 °C o más, y la temperatura dentro de la antorcha de plasma debe ser por lo menos así de elevada.

La longitud del tubo de plasma 3 puede variarse según las necesidades, aunque, tal como se ha indicado anteriormente, es importante mantener constante la sección transversal del tubo para no perturbar el flujo de gas de proceso. Un tubo de plasma corto es más robusto que uno largo. Además, sólo se requiere que el tubo de plasma 3 sea transparente a la radiación de microondas dentro de la cavidad de microondas 20; fuera de la cavidad de microondas, el tubo puede estar realizado de un material menos transparente. Si, por alguna razón, tiene que alargarse el tubo 3 (por ejemplo, para permitir enfriar los esferoides), pueden unirse varios tubos cortos teniendo cuidado en realizar uniones lisas y en mantener una sección transversal constante; es evidente que esto también se aplica a la unión de piezas de tubos de diferentes materiales. Un tubo de cuarzo es adecuado para experimentos de laboratorio, pero menos en la industria, debido a la fragilidad del material de cuarzo. Para superar este inconveniente, el tubo de plasma 3 puede realizarse de cuarzo dentro de la cavidad de microondas 20 (ya que el cuarzo es transparente a la radiación de microondas) y puede completarse con piezas unidas (destinadas a extenderse curso arriba y curso abajo de la cavidad de microondas) realizadas de otro material u otros materiales que tengan mayor resistencia mecánica, tales como acero, acero inoxidable, aluminio, cobre o cualquier otro metal o material resistente al calor. En realidad, las partes del tubo de plasma 3 que se extienden fuera de la cavidad de microondas 20 pueden estar realizadas de cualquier material capaz de resistir el calor conducido hacia las mismas desde el tubo de cuarzo situado dentro de la cavidad de microondas; la unión o conexión entre la parte del tubo de cuarzo y las partes del tubo contiguas debe ser mecánica, ya que una unión adhesiva no resistiría el calor implicado.

Dado que el tubo de plasma 3 está refrigerado exteriormente dentro de la cavidad de microondas 20, no hay necesidad de un tubo de refrigeración exterior que encierre el tubo de plasma.

Dado que se trata de un único tubo, el tubo de plasma 3 puede reemplazarse fácilmente.

El tubo de plasma 3 es bidireccional, es decir, la mezcla de gas y polvo que se suministra al tubo de plasma puede entrar en el mismo por cualquier extremo de éste.

El presente aparato permite el procesamiento de material filamentosos, no sólo material en polvo, simplemente reemplazando el depósito de polvo 2 con un alimentador adecuado para alambre.

Aunque sólo se han descrito aquí varios ejemplos, son posibles otras alternativas, modificaciones, usos y/o equivalentes de los mismos. Además, también quedan cubiertas todas las combinaciones posibles de los ejemplos descritos. Por lo tanto, el alcance de la presente descripción no debe limitarse a ejemplos particulares, sino que debe determinarse únicamente mediante una lectura adecuada de las siguientes reivindicaciones. Si en una reivindicación hay signos de referencia entre paréntesis relacionados con los dibujos, éstos son únicamente para intentar aumentar la inteligibilidad de la reivindicación y no se interpretarán como una limitación del alcance de la reivindicación. El alcance de la protección está definido por las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Aparato para esferoidización de polvo mediante plasma inducido por microondas, que comprende un generador de microondas (4), una cavidad de microondas (20), una guía de ondas (6) que conecta el generador de microondas a la cavidad de microondas, un tubo de plasma (3) situado parcialmente en la cavidad de microondas, una fuente de polvo (2) conectada al tubo de plasma para suministrar un flujo de precursor de polvo a la misma, y una fuente de gas (1) conectada al tubo de plasma para suministrar un flujo de gas de proceso a la misma, para formar una antorcha de plasma en el tubo de plasma conectando el flujo de gas de proceso a la radiación de microondas, y la fuente de gas está conectada a la fuente de polvo para permitir que el gas de proceso (11) lleve el precursor de polvo (21) al tubo de plasma y, de este modo, a la antorcha de plasma para producir esferoides (31) a partir del precursor de polvo mediante fusión "*in-flight*", caracterizado por el hecho de que comprende, además, una fuente de aire comprimido (9), en el que la cavidad de microondas comprende por lo menos una abertura (25) para el aire comprimido (91) de modo que éste puede enfriar el tubo de plasma desde el exterior.
2. Aparato de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la guía de ondas (6) comprende por lo menos una abertura para el aire comprimido.
3. Aparato de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, que comprende un cortocircuito de guía de ondas (10) conectado a la cavidad de microondas (20), comprendiendo el cortocircuito de guía de ondas (10), a su vez, por lo menos una abertura para el aire comprimido.
4. Aparato de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que por lo menos una de las aberturas de aire es una ranura (25).
5. Aparato de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la ranura (25) es paralela al eje del tubo de plasma (3).
6. Aparato de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tubo de plasma (3) está compuesto por al menos tres partes de tubo diferentes, en particular, una parte situada dentro de la cavidad de microondas (20), una parte situada curso arriba de la cavidad de microondas y una parte situada curso abajo de la cavidad de microondas.
7. Aparato de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el tubo situado en el interior de la cavidad de microondas (20) es de cuarzo.
8. Aparato de acuerdo con la reivindicación 6 o 7, en el que las partes de tubo situadas curso arriba y curso abajo de la cavidad de microondas (20) están unidas a la parte de tubo situada dentro de la cavidad de microondas a través de una unión mecánica (30).
9. Aparato de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la potencia del generador de microondas (4) es de 10-20 kW.
10. Aparato de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende un recipiente (7) para recoger los esferoides de polvo (31) que salen del tubo de plasma (3), y un filtro (8) para el gas (71) que sale del recipiente, estando configurado el filtro para interceptar el polvo que sale del recipiente que lleva el gas (71), permitiendo así reutilizar el gas (81) que sale del filtro como gas de proceso.
11. Procedimiento para producir esferoides a partir de un precursor de polvo mediante plasma inducido por microondas, que comprende la etapa de formar una antorcha de plasma en un tubo de plasma conectando un flujo de gas de proceso a una radiación de microondas, y la etapa de:
 - llevar el precursor de polvo a la antorcha de plasma por medio del gas de proceso que actúa como gas portador, para producir esferoides a partir del precursor de polvo mediante fusión "*in-flight*"; caracterizado por el hecho de que comprende, además, la etapa de:
 - enfriar el tubo de plasma desde el exterior inyectando aire comprimido a una cavidad de microondas que rodea el tubo de plasma.
12. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que el aire comprimido también se inyecta a una guía de ondas que conduce a la cavidad de microondas.
13. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11 o 12, en el que el aire comprimido también se inyecta a un cortocircuito de guía de ondas conectado a la cavidad de microondas.

14. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, en el que el aire comprimido se inyecta a través de por lo menos una ranura paralela al eje del tubo de plasma.

5 15. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 11 a 14, en el que la potencia para formar y mantener la antorcha de plasma es de 10-20 kW.

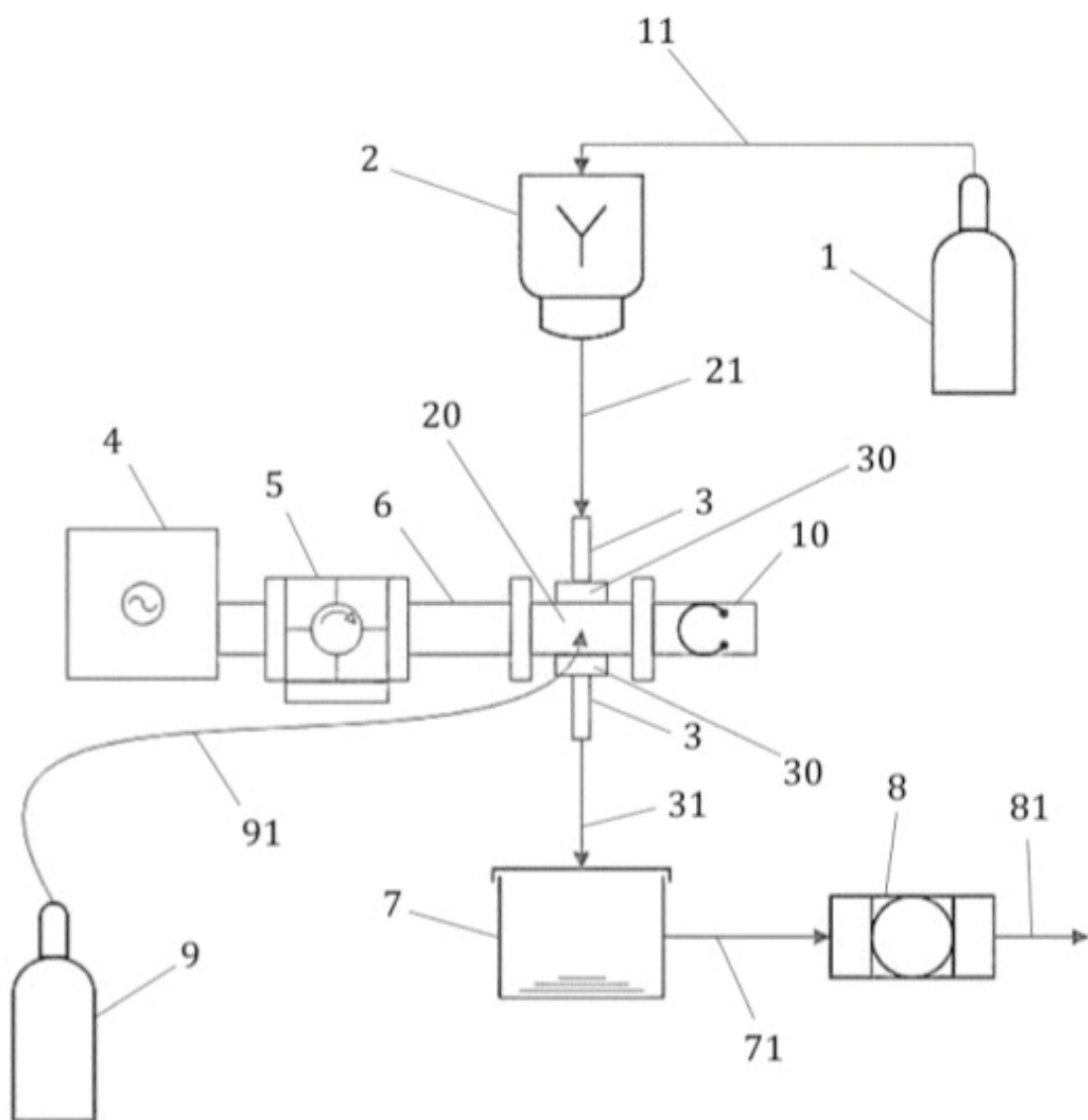


FIG. 1

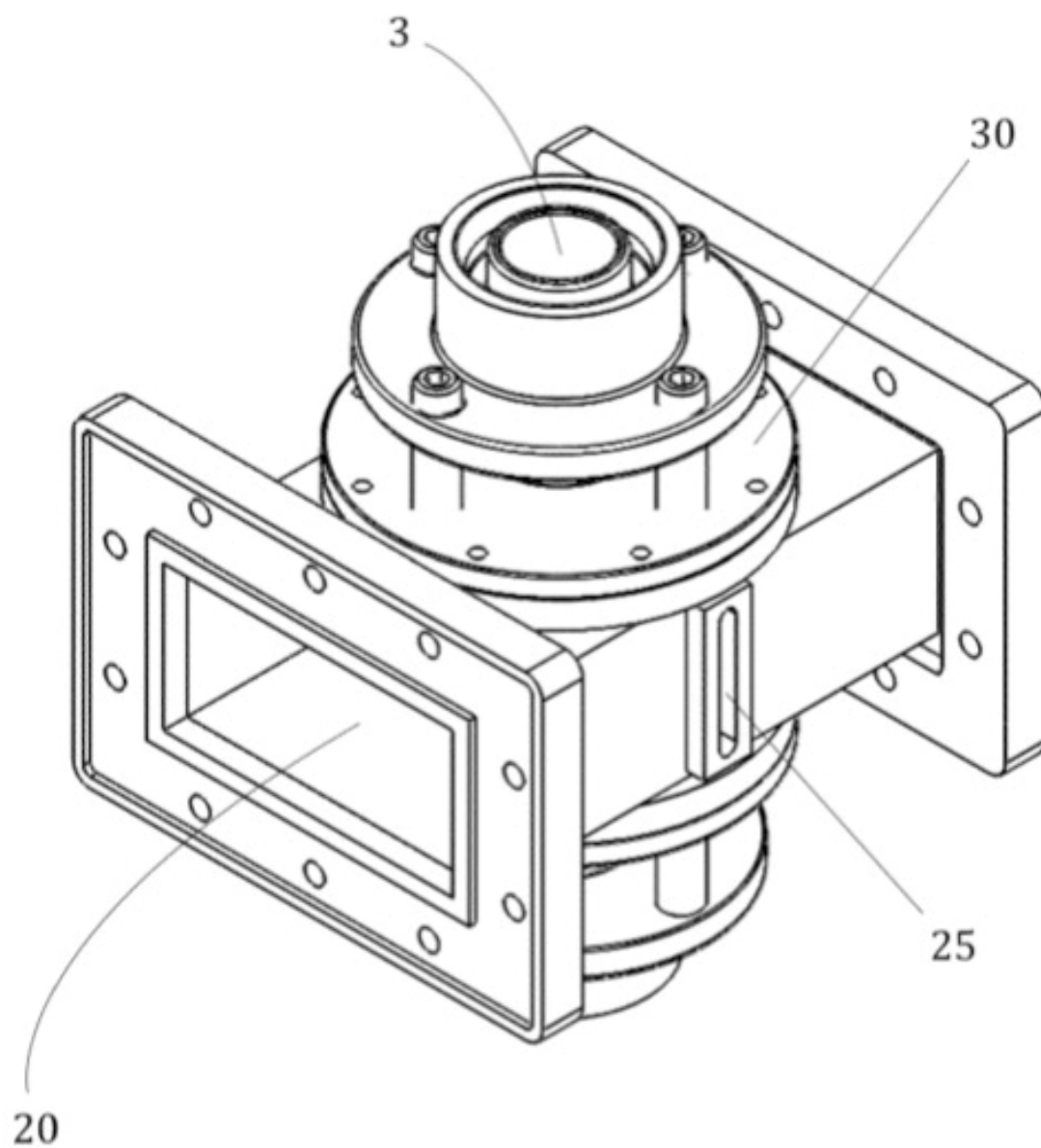


FIG. 2

FIG. 3

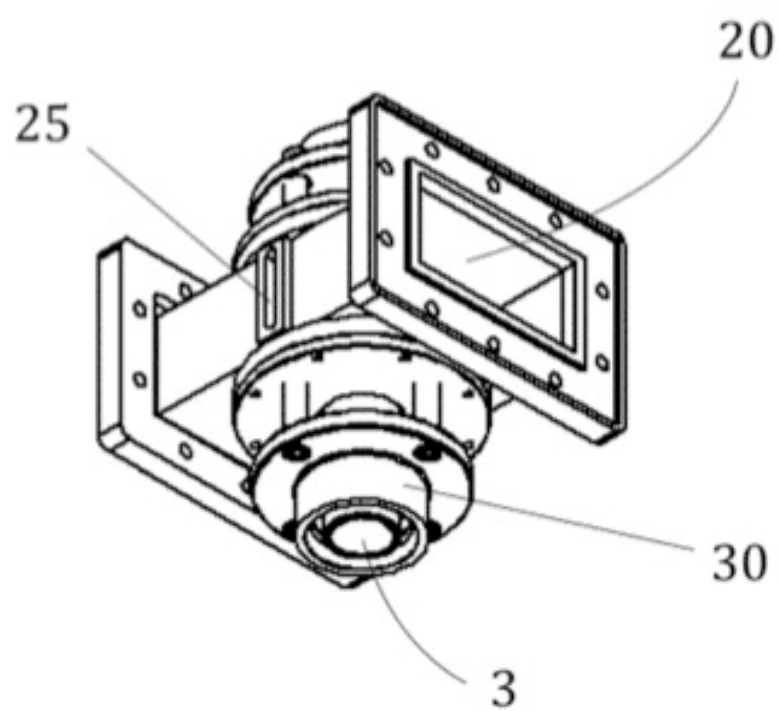
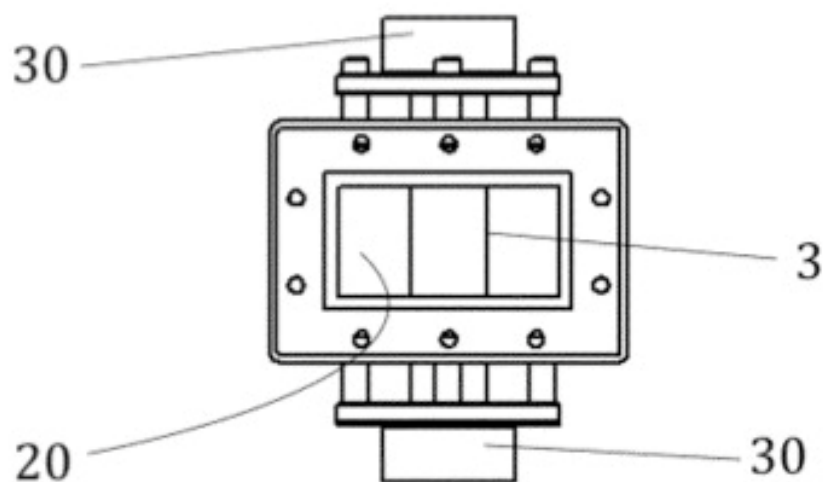


FIG. 4

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

Esta lista de referencias citadas por el solicitante es únicamente para la comodidad del lector. No forma parte del documento de la patente europea. A pesar del cuidado tenido en la recopilación de las referencias, no se pueden excluir errores u omisiones y la EPO niega toda responsabilidad en este sentido.

Documentos de patentes citados en la descripción

• US 2014287162 A1 [0006]

• US 2020314991 A1 [0007]