

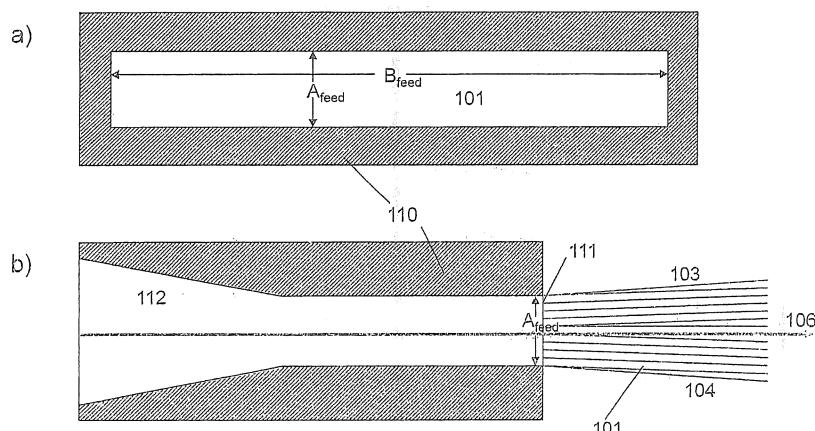


- (12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ  
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)   
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ 1-0022983  
(51)<sup>7</sup> B22F 9/12, B01J 12/02, C01B 13/18, B01J (13) B  
19/26, 19/12, C01B 21/06, B22F 9/28,  
9/30, C01B 13/20, B01J 4/00, B22F 1/00,  
C01G 9/03

- 
- (21) 1-2014-03928 (22) 26.04.2013  
(86) PCT/IB2013/053304 26.04.2013 (87) WO2013/160874 31.10.2013  
(30) 20120493 27.04.2012 NO  
(45) 25.02.2020 383 (43) 25.02.2015 323  
(73) REACTIVE METAL PARTICLES AS (NO)  
Neslia 1, N-1344 Haslum, Norway  
(72) Eirik Ruud (NO)  
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)
- 

(54) PHƯƠNG PHÁP VÀ THIẾT BỊ TẠO HẠT CHẤT RẮN

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp và thiết bị tạo các hạt chất rắn dựa trên nguyên lý làm bay hơi khí tro, phương pháp này bao gồm bước tạo ra dòng khí nạp liên tục bao gồm hơi chất bão hoà, và phun dòng khí nạp liên tục này vào vùng không gian trống của buồng phản ứng thành dòng phun nạp, và tạo ra ít nhất một dòng phun chất lỏng làm mát liên tục và phun ít nhất một dòng phun chất lỏng làm mát này vào buồng phản ứng, dòng phun nạp được tạo ra bằng cách đưa dòng nạp vào với áp suất cao hơn áp suất buồng phản ứng từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa qua vòi phun có chức năng như cửa vào lò và có miệng có tiết diện hình chữ nhật với chiều cao  $A_{feed}$  và chiều rộng  $B_{feed}$ , với tỷ lệ hình dạng  $B_{feed}/A_{feed} \geq 2:1$ , và  $A_{feed}$  nằm trong khoảng từ 0,1 đến 40 mm, và mỗi trong số ít nhất một dòng phun chất lỏng làm mát được tạo ra bằng cách đưa chất lỏng làm mát qua vòi phun, mà dẫn dòng phun chất lỏng làm mát này sao cho nó giao với dòng phun nạp một góc từ 30 đến  $150^\circ$ , và trong đó mỗi trong số ít nhất một dòng phun chất lỏng làm mát này đều trộn với hau như toàn bộ chất khí của dòng phun nạp tại một khoảng cách định trước cách khỏi miệng vòi phun dòng phun nạp.



## Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp và thiết bị tạo hạt cỡ micro, nhỏ hơn micro và/hoặc nano dựa trên phương pháp làm bay hơi khí tro.

## Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hiện nay, các hạt có cỡ hạt micromet hoặc nhỏ hơn đang được quan tâm rất nhiều do chúng có diện tích bề mặt lớn và kéo theo đó là các hoạt tính hóa học mạnh, điều này làm cho chúng phù hợp cho nhiều ứng dụng. Ví dụ, các hạt kim loại cỡ nhỏ hơn micro hoặc cỡ nano có nhiều ứng dụng trong, ví dụ, lĩnh vực y sinh, lĩnh vực quang học và lĩnh vực điện tử. Mặc dù trước đây đã có các hạt với kích thước này, nhưng hạt nano đã được nghiên cứu chuyên sâu trong những năm gần đây đối với các hiện tượng không bình thường, ví dụ, hiệu ứng lượng tử, mà hạt nano rất có thể gây ra.

Các phương pháp tổng hợp đối với các hạt cỡ nhỏ hơn micro hoặc cỡ nano có thể được chia thành ba nhóm chính: Nhóm thứ nhất dựa trên pha lỏng và bao gồm các phản ứng hóa học trong các dung môi để tạo hạt, thường dưới dạng chất keo. Nhóm thứ hai dựa trên sự phát triển bề mặt của các hạt trong điều kiện chân không bằng cách nguyên tử hóa nguyên liệu đầu vào và có nguyên tử khuếch tán về phía bề mặt lắng phủ. Nhóm thứ ba dựa trên sự tổng hợp pha khí, và là đối tượng của sáng chế.

Đã có một vài phương pháp tạo hạt cỡ nhỏ hơn micro và cỡ nano dựa trên bước thứ nhất là chuyển chất rắn kim loại sang pha hơi tương ứng của nó, bước thứ hai sau đó là ngưng tụ có kiểm soát pha hơi này để tạo ra các hạt cỡ nano và/hoặc các hạt cỡ nhỏ hơn micro. Các phương pháp này khác nhau ở cách thức thực hiện bước thứ nhất và bước thứ hai của chúng. Bước thứ nhất có thể được thực hiện, ví dụ, bằng phương pháp bay hơi bằng

nhiệt, phương pháp phóng điện plasma ghép đôi cảm ứng, phương pháp phóng điện hồ quang, và phương pháp nổ điện. Bước thứ hai có thể được thực hiện, ví dụ, bằng phương pháp ngưng tụ khí tro.

Các phương pháp làm ví dụ khác để tạo hạt nano tại áp suất khí quyển thì sử dụng phương pháp plasma ghép đôi cảm ứng và phương pháp nổ điện, chẳng hạn theo cách như được bộc lộ trong các tài liệu WO 01/58625A1, US2007/0221635, US2007/0101823 và US 5665277. Hiện nay, có thể gây ra sự giảm nhiệt độ đột ngột theo vài cách:

- (i) làm quá nhiệt hơi một cách cục bộ trong môi trường được làm mát, sau đó hơi này giãn nở ra môi trường được làm mát xung quanh nó để nhờ đó được làm nguội đột ngột;
- (ii) dòng chất lỏng làm mát được đưa vào vùng mà tại đó hơi được làm quá nhiệt cục bộ, trong đó, dòng khí này có mang theo một phần hơi, và xảy ra sự tạo mầm để tạo ra hạt nano trong dòng khí làm mát này;
- (iii) hơi quá nhiệt, phần lớn là ở dạng lửa plasma, được đưa vào buồng hoặc khu vực làm nguội có nhiệt độ tương đối là thấp hơn so với nhiệt độ của hơi quá nhiệt; và
- (iv) giãn nở đoạn nhiệt hơi này.

Tài liệu WO 03/062146 đề xuất phương pháp liên tục để tạo các ống nano, phương pháp này bao gồm bước tạo ra dòng phun plasma, đưa chất xúc tác kim loại hoặc tiền chất xúc tác kim loại vào dòng phun plasma này để tạo ra hơi kim loại xúc tác, đưa một hoặc nhiều dòng khí làm nguội vào dòng plasma này để dập plasma và đưa hỗn hợp thể khí thu được qua lò luyện, một hoặc nhiều chất tạo ống nano được cho vào để nhờ đó tạo ra các ống nano dưới sự ảnh hưởng của chất xúc tác kim loại, và được kéo dài đến độ dài mong muốn trong lúc đi qua lò luyện, và thu gom các ống nano tạo ra được này. Một phương pháp được đề xuất để liên tục tạo các ống nano, phương pháp này bao gồm bước tạo ra dòng phun plasma, đưa chất xúc tác kim loại hoặc tiền chất xúc tác kim loại vào dòng phun plasma này để tạo ra

hơi kim loại xúc tác, đưa một hoặc nhiều dòng khí làm nguội vào dòng plasma này để dập plasma và đưa hỗn hợp thể khí thu được qua lò luyện, một hoặc nhiều chất tạo ống nano được cho vào để nhờ đó tạo ra các ống nano dưới sự ảnh hưởng của chất xúc tác kim loại, và được kéo dài đến độ dài mong muốn trong lúc đi qua lò luyện, và thu gom các ống nano tạo ra được này.

Các phương pháp đã biết nêu trên để tạo hạt nano thường sử dụng các hơi chất trong khoảng nhiệt độ từ 5000 đến 10000 độ K; việc nung các vật chất đến nhiệt độ cao như thế là rất tốn năng lượng. Ngoài ra, việc sử dụng nhiệt độ cao như thế còn có nhược điểm nữa là các tạp chất trong nguyên liệu thô đưa vào cũng sẽ bị theo vào các hạt nano tạo ra được. Nói cách khác là cần phải sử dụng các nguyên liệu thô có độ tinh khiết cao để tạo ra các hạt nano có độ tinh khiết cao. Ngoài ra, quá trình làm nguội hơi quá nhiệt xảy ra trong thể tích hoặc không gian tĩnh, nên gradient nồng độ và/hoặc gradient nhiệt độ, ví dụ, giữa vách buồng và không gian giữa các vách buồng, sẽ làm thay đổi kiểu hỗn loạn và kiểu chảy của chất lỏng làm mát và hơi trong buồng. Các gradient này gây ra các tình trạng tạo mầm khác nhau, vốn có xu hướng làm cho phô kích thước và đặc tính hạt trở nên rộng hơn.

Một bài báo của Swihart (2003) [1] đã đánh giá các phương pháp tổng hợp pha hơi. Bài báo này cho biết rằng một dấu hiệu chung của các phương pháp này là gây ra các điều kiện mà trong đó pha hơi của chất tạo hạt được làm cho không ổn định về mặt nhiệt động so với quá trình hình thành pha rắn. Bài báo này nêu rằng phương pháp có lẽ là đơn giản nhất để gây ra tình trạng quá bão hòa là phương pháp ngưng tụ khí tro, trong đó, chất rắn được gia nhiệt cho đến khi bốc hơi và trộn hơi chất rắn này với khí nền/khí mang, rồi sau đó trộn khí nền/khí mang này với khí lạnh để giảm nhiệt độ. Bài báo này cho biết rằng, bằng cách gây ra tình trạng quá bão hòa với mức độ đầy đủ và tình trạng động học phản ứng phù hợp, thì có thể đạt được sự tạo

mầm đồng nhất của các hạt với kích thước xuống tới cỡ nano. Các hạt cỡ nhỏ hơn được tạo ra nhờ tình trạng quá bão hoà cao rồi sau đó là trực tiếp làm nguội pha khí, bằng cách loại bỏ nguồn gây quá bão hoà hoặc giảm chậm động học sao cho các hạt ngừng lớn. Bài báo này cho biết rằng các quá trình này thường diễn ra nhanh, tới hàng mili giây, và thường theo cách không được kiểm soát tương đối.

Tài liệu WO 2007/103256 đề xuất phương pháp và thiết bị tạo hạt nano với nồng độ cao dựa trên sự phân tán sol khí chất rắn thông với ống lò có buồng bay hơi và buồng pha loãng. Phần tử toả nhiệt bao quanh ống lò này. Nhiệt từ phần tử toả nhiệt sẽ nung nóng khối chất được chứa trong dòng khí trong buồng bay hơi đến nhiệt độ đủ để chuyển khối chất này sang pha hơi. Sau đó, hơi khối chất này được đưa vào buồng pha loãng, trong đó khí trơ được đưa vào qua cửa cấp khí pha loãng. Dòng khí trơ đi vào buồng pha loãng qua cửa cấp khí pha loãng là đủ để đẩy khối chất ra khỏi cửa thoát của buồng pha loãng, nhờ đó làm ngưng khối chất này thành các hạt cỡ nano trong dòng khí với thể tích đủ để ngăn chặn sự kết tụ của các hạt cỡ nano này.

Bài báo đánh giá của Kruis và cộng sự (1998) [2] cho biết rằng hệ thống lò nung là các hệ thống đơn giản nhất để tạo hơi bão hoà của chất có áp suất hơi lớn tại các nhiệt độ trung gian (lên đến 1700°C), và rằng các hệ thống này có thể được kết hợp với tính chất làm nguội giãn nở tự do của hơi bão hoà để tạo ra chất khí có thể ngưng tụ. Bài báo này nói rằng các vòi phun hội tụ để gây ra sự giãn nở đoạn nhiệt trong dòng áp suất thấp đã cho phép tạo ra các hạt nano, nhưng quá trình bay hơi-ngưng tụ thông thường lại cho ra sự phân bố kích thước hạt tương đối rộng. Tuy nhiên, các vòi được thiết kế đặc biệt đã được tạo ra để giảm thiểu các hiệu ứng lớp biên và do đó tiến tới gradient nhiệt độ một chiều theo chiều dòng chảy, điều này làm cho tốc độ làm nguội trở nên đồng đều với mức độ cao để tạo ra các hạt nano với sự phân bố kích thước hẹp. Bài báo này không cung cấp thông tin

về thiết kế thực tế của các vòi này.

Tài liệu US 2006/0165898 đề xuất phương pháp làm giảm nhiệt độ ngọn lửa trong hệ thống phản ứng phun lửa, trong đó phương pháp này bao gồm các bước là cung cấp môi chất tiền chất bao gồm tiền chất cho hợp phần; phun lửa vào môi chất tiền chất này trong các điều kiện hiệu quả để tạo ra quần thể hạt sản phẩm; và giảm nhiệt độ ngọn lửa bằng cách cho ngọn lửa này tiếp xúc với môi chất làm mát. Sáng chế cho phép kiểm soát kích thước, thành phần và hình thái học của các hạt nano được tạo ra bằng phương pháp này. Sáng chế cũng đề xuất cụm vòi phun bao gồm vòi cấp phun mù kéo dài gần như theo chiều dọc, gồm ống dẫn môi chất phun mù và một hoặc nhiều ống cấp môi chất tiền chất kéo dài gần như theo chiều dọc. Cụm vòi phun theo sáng chế được sử dụng trong hệ thống phun lửa để tạo ra các hạt nano bằng các quy trình được mô tả ở đây.

Tài liệu US 2004/0013602 đề xuất thiết bị tạo các hạt nano, thiết bị này có thể bao gồm lò có vùng chứa hơi trong đó. Ống kết tủa có đầu vào và đầu ra được bố trí sao cho đầu vào thông với vùng chứa hơi của lò. Thiết bị cấp chất lỏng làm nguội sẽ cấp chất lỏng làm nguội ở thể khí và chất lỏng làm nguội ở thể lỏng. Cửa dẫn chất lỏng làm nguội đặt trong ống kết tủa được nối thông với thiết bị cấp chất lỏng làm nguội sao cho đầu vào của cửa dẫn chất lỏng làm nguội có thể nhận chất lỏng làm nguội ở thể khí và chất lỏng làm nguội ở thể lỏng. Cửa dẫn chất lỏng làm nguội này cung cấp dòng chất lỏng làm nguội vào ống kết tủa để làm kết tủa các hạt nano trong ống kết tủa. Thiết bị thu gom sản phẩm nối với đầu ra của ống kết tủa sẽ thu gom các hạt nano tạo ra được trong ống kết tủa.

Như nêu trên, một điều quan trọng là phải kiểm soát được hoàn toàn các gradient (nhiệt độ, áp suất, và khối lượng) trong vùng kết tủa khi tạo hạt bằng cách ngưng tụ pha khí. Đường kính hạt càng nhỏ thì việc kiểm soát các gradient này càng trở nên quan trọng. Tuy nhiên cho đến nay, nhu cầu kiểm soát các gradient này một cách nghiêm ngặt vẫn khó có thể được phối

hợp với mong muốn mở rộng quy mô các dây chuyền sản xuất để đạt được tác dụng "kinh tế quy mô", để sản xuất các hạt rất nhỏ, chẳng hạn các hạt cỡ nhỏ hơn micro và các hạt cỡ nano, vì thể tích dòng càng lớn thì kích thước lò phản ứng cũng phải càng lớn và khả năng kiểm soát các gradient này trong khu vực phản ứng bị giảm.

### Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Một mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp và thiết bị tạo các hạt chất rắn theo cách có thể mở rộng quy mô, có thể tái sản xuất và có tính kinh tế với tốc độ sản xuất cao.

Mục đích nữa của sáng chế là đề xuất phương pháp và thiết bị tạo các hạt chất rắn với đường kính ngoài cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro hoặc cỡ nano, theo cách có thể mở rộng quy mô, có thể tái sản xuất và có tính kinh tế với tốc độ sản xuất cao.

Theo sáng chế, có thể kiểm soát rất nghiêm ngặt các gradient khối lượng, nhiệt độ và áp suất vốn cần thiết để tạo các hạt nhỏ, chẳng hạn các hạt cỡ nano, với sự phân bố kích thước hẹp, bằng cách ngưng tụ từ pha khí, đối với các dòng thể tích lớn, bằng cách duy trì kích thước nhỏ cần thiết theo chiều đặc trưng này của khu vực phản ứng và gây ra sự tăng thể tích dòng bằng cách giãn nở theo chiều đặc trưng kia. Tức là, nhờ sử dụng thiết kế vòi đặc biệt, thì có thể gần như làm tăng năng suất bằng cách làm tăng thể tích dòng mà vẫn duy trì các gradient cần thiết của khối lượng, nhiệt độ và áp suất trong khu vực kết tủa, vốn cần thiết để tạo các hạt cỡ nano hoặc các hạt cỡ lớn hơn.

Do đó, khía cạnh thứ nhất của sáng chế đề xuất phương pháp tạo các hạt chất rắn, phương pháp này bao gồm các bước:

tạo ra dòng khí nạp liên tục bao gồm hơi bão hòa của chất này, và phun dòng khí nạp liên tục này qua cửa vào vào vùng không gian trống của buồng phản ứng thành dòng phun nạp thoát ra từ cửa vào, và

tạo ra ít nhất một dòng phun liên tục của chất lỏng làm nguội và phun ít nhất một dòng phun của chất lỏng làm nguội này vào buồng phản ứng, trong đó:

dòng phun nạp này được tạo ra bằng cách đưa dòng nạp vào, với áp suất cao hơn áp suất buồng phản ứng từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa, qua vòi phun vốn có chức năng như cửa vào lò phản ứng và có miệng vòi có diện tích tiết diện hình chữ nhật với chiều cao  $A_{feed}$  và chiều rộng  $B_{feed}$ , trong đó

tỷ lệ hình dạng  $B_{feed}/A_{feed}$  là  $\geq 2:1$ , và

chiều cao  $A_{feed}$  nằm trong khoảng từ 0,1 đến 40 mm, và

mỗi trong số ít nhất một dòng phun của chất lỏng làm nguội đều được tạo ra bằng cách đưa chất lỏng làm nguội này qua vòi phun, vốn dẫn dòng phun của chất lỏng làm nguội này, sao cho nó giao với dòng phun nạp tại góc giao từ 30 đến  $150^\circ$ , và trong đó, mỗi trong số ít nhất một dòng phun của chất lỏng làm nguội này, dù là riêng rẽ hay kết hợp, đều trộn với hầu như toàn bộ khí của dòng phun nạp tại một khoảng cách định trước cách khỏi miệng vòi để phun dòng phun nạp này.

Khía cạnh thứ hai của sáng chế đề xuất thiết bị tạo các hạt chất rắn, thiết bị này bao gồm:

hệ thống nạp để tạo ra dòng khí nạp liên tục bao gồm hơi bão hòa của chất này, và trong đó, dòng nạp vào này được tăng áp đến áp suất cao hơn áp suất buồng phản ứng từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa,

hệ thống để tạo ra ít nhất một dòng nạp chất lỏng làm nguội liên tục,

lò phản ứng có buồng không gian trống, cửa ra để dẫn khí và bộ thu gom hạt để giữ lại và tách ra các hạt chất rắn tạo ra được,

vòi phun nối thông với dòng khí nạp liên tục, và được đặt sao cho nó phun dòng nạp vào thành dòng phun nạp thò ra từ miệng phun của vòi vào vùng không gian trống của buồng phản ứng, và

ít nhất một vòi phun chất lỏng làm nguội nối thông với vòi cấp liên tục, và để phun ít nhất một dòng phun chất lỏng làm nguội vào buồng phản

ứng,

trong đó:

miệng voi phun, đê phun dòng phun nạp, có diện tích tiết diện hình chữ nhật với chiều cao là  $A_{feed}$  và chiều rộng là  $B_{feed}$ , trong đó  
tỷ lệ hình dạng  $B_{feed}/A_{feed}$  là  $\geq 2:1$ , và

chiều cao  $A_{feed}$  nằm trong khoảng từ 0,1 đến 40 mm, và  
ít nhất một voi phun đê phun ít nhất một dòng phun chất lỏng làm  
nguội này có miệng voi tạo ra dòng phun chất lỏng làm nguội, và được đặt  
saو cho ít nhất một dòng phun chất lỏng làm nguội này giao với dòng phun  
nạp tại góc giao từ 30 đến  $150^\circ$ , và, dù là riêng rẽ hay kết hợp, trộn với hầu  
như toàn bộ chất khí của dòng phun nạp tại một khoảng cách định trước  
cách khỏi miệng voi đê phun dòng phun nạp này.

Thuật ngữ “voi phun đê phun dòng phun nạp” được sử dụng ở đây có  
nghĩa là voi đã biết bất kỳ hoặc voi có thể được tạo ra mà có miệng voi có  
tiết diện hình chữ nhật như được thể hiện dưới dạng lược đồ trên Fig.1a) và  
Fig.1b). Fig.1a) là hình thể hiện voi phun này khi được quan sát thẳng từ  
miệng 111 của rãnh chảy của voi. Chiều cao của miệng voi được biểu thị  
bằng hình mũi tên  $A_{feed}$  và chiều rộng của miệng voi được biểu thị bằng  
hình mũi tên  $B_{feed}$ . Fig.1b) là hình thể hiện voi này khi được nhìn từ bên  
sườn. Voi theo phương án làm ví dụ được thể hiện trên Fig.1 này có rãnh  
chảy hội tụ 112. Tuy nhiên, đây chỉ là một ví dụ về kết cấu khả thi của voi  
phun chứ không nhằm giới hạn sáng chế. Sáng chế không bị giới hạn ở bất  
kỳ thiết kế cụ thể nào của voi phun, ngoại trừ miệng hình chữ nhật với  
chiều cao  $A_{feed}$  và chiều rộng  $B_{feed}$ , trong đó, tỷ lệ hình dạng này nằm ở một  
trong số các khoảng đã nêu trên, ngoài ràng buộc này ra thì bất kỳ thiết kế  
nào đã biết của voi phun dòng nạp vào, hoặc bất kỳ thiết kế nào mà có thể  
được tạo ra, cũng đều có thể được sử dụng. Để tránh làm rối mắt thì Fig.1  
không thể hiện dòng khí chạy trong rãnh chảy 112. Khi thoát ra khỏi miệng  
111, thì dòng chất khí cấp vào sẽ tạo ra dòng phun 101 có vectơ vận tốc

chảy 106, bề mặt chính bên trên 103 và bề mặt chính bên dưới 104.

Việc thu hẹp chiều cao,  $A_{feed}$ , của vòi phun của dòng nạp vào có tác dụng thu hẹp sự mở rộng trong không gian của khu vực kết tủa theo một chiều đặc trưng, nhờ đó có thể kiểm soát được các gradient của khối lượng, nhiệt độ và áp suất. Do đó, sáng chế có thể cho phép tạo ra các hạt chất rắn với đường kính ngoài bằng khoảng 5  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn, xuống đến cỡ 1 nm. Tức là sáng chế có thể cho phép tạo ra các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro, và/hoặc cỡ nano đối với gần như bất kỳ chất rắn nào mà có thể được ngưng tụ từ pha khí của nó. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “các hạt cỡ nhỏ hơn micro” có nghĩa là các hạt mà có đường kính ngoài nằm trong khoảng từ 100 đến 1000 nm, và thuật ngữ “các hạt nano” có nghĩa là các hạt có đường kính ngoài bằng khoảng 100 nm hoặc nhỏ hơn. Sáng chế có thể được sử dụng để tạo ra các hạt chất rắn với đường kính ngoài nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 1 nm đến 5  $\mu\text{m}$ , từ 5 đến 100 nm, từ 100 đến 1000 nm, hoặc từ 1 đến 2  $\mu\text{m}$ .

Việc mở rộng chiều rộng,  $B_{feed}$ , của vòi phun của dòng nạp vào mà không tăng kích thước và các gradient liên quan đối với chiều cao,  $A_{feed}$ , sẽ cho phép tăng thể tích dòng, và kéo theo là tốc độ tạo hạt, mà không làm mất khả năng kiểm soát các gradient nhiệt độ vốn cần thiết để tạo ra các hạt nhỏ này. Về nguyên lý thì không có giới hạn trên nào đối với chiều rộng của vòi theo sáng chế, vì việc kiểm soát các gradient được thực hiện dựa trên các ràng buộc đối với chiều cao,  $A_{feed}$ . Do đó, theo sáng chế, chiều rộng  $B_{feed}$  có thể có giá trị khả thi bất kỳ. Trên thực tế, có thể có lợi nếu sử dụng vòi phun cho dòng nạp vào với tỷ lệ hình dạng,  $B_{feed}/A_{feed}$ , nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 10000:1 đến 2:1; từ 2500:1 đến 5:1; từ 1000:1 đến 5:1; từ 750:1 đến 5:1; từ 400:1 đến 10:1; từ 200:1 đến 10:1; hoặc từ 100:1 đến 2:1. Chiều cao  $A_{feed}$  của tiết diện hình chữ nhật của miệng vòi có thể nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 0,1 đến 40 mm, từ 0,15 đến 35 mm, từ 0,2 đến 30 mm, từ 0,25 đến 25 mm, từ 0,3 đến

20 mm, từ 0,4 đến 15 mm, từ 0,4 đến 10 mm, từ 0,5 đến 10 mm, từ 0,5 đến 5 mm, từ 0,75 đến 5 mm, từ 0,75 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2 mm, từ 0,1 đến 2 mm, hoặc từ 0,1 đến 1 mm.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ "hơi bão hoà" có nghĩa là áp suất riêng phần của hơi chất trong dòng chất khí (hơi chất này có thể được trộn hoặc không được trộn với khí mang tro) cấu thành dòng chất cấp vào khu vực kết tủa (thường là trong không gian lò phản ứng) khi áp suất riêng phần của hơi chất này cân bằng nhiệt động với các pha ngưng tụ của chất đó tại nhiệt độ và áp suất cụ thể trong hệ thống để liên tục cung cấp hơi chất (vào không gian lò phản ứng). Tức là pha khí của dòng nạp hơi chất có chứa hơi chất ở mức nhiều nhất có thể mà không làm ngưng tụ hơi chất ở nhiệt độ và áp suất thực tế. Do đó, thuật ngữ "hơi quá bão hoà" được sử dụng trong bản mô tả này có nghĩa là điều kiện mà trong đó áp suất riêng phần của hơi chất là cao hơn áp suất bão hoà sao cho điều kiện ổn định nhiệt động bao gồm sự ngưng tụ hơi chất trong pha khí. Tức là tùy theo động học phản ứng kết tủa mà có thể tạo ra các hạt kết tủa trong pha khí chứa hơi chất quá bão hoà.

Chất khí cấp vào có thể bao gồm nhiều hơi chất. Có thể tạo ra chất khí cấp vào bằng cách trộn hai hoặc nhiều khí của các hơi chất ở phía ngược của vòi phun vốn tạo ra dòng phun nạp, tức là bằng cách sử dụng hai hoặc nhiều buồng bay hơi, hoặc các nguồn hơi khác, mà mỗi trong số đó đều tạo ra dòng hơi chất, rồi sau đó kết hợp các dòng khí này thành một dòng khí để cấp vào vòi phun. Các khí khác nhau này có thể là trơ với nhau, ví dụ hai hoặc nhiều hơi kim loại mà sẽ tạo ra các hạt kim loại hợp kim, hoặc các khí này có thể phản ứng với nhau để tạo ra hợp chất hóa học ở pha khí rồi sau đó được ngưng tụ thành hạt chất rắn.

Sẽ có lợi nếu sử dụng khu vực làm nguội với thể tích nhỏ để đạt được gradient nhiệt độ đồng đều hơn, kéo theo đó là tốc độ làm nguội đồng đều, để có thể kiểm soát sự phân bố kích thước của các hạt được tạo ra. Do đó,

lý tưởng là dòng phun nạp bên trong buồng phản ứng được chứa trong không gian sao cho diện tích tiết diện của dòng, vốn trực giao với chiều chạy, không bị mở rộng hay thay đổi hình dạng dọc theo đường chạy của dòng phun bên trong buồng phản ứng. Tức là dòng phun cần tạo ra hình hộp chữ nhật gần như hoàn toàn lý tưởng và thò vào không gian trống của buồng phản ứng. Tuy nhiên, do áp suất của khí trong dòng phun nạp, nên không thể tránh khỏi việc chất khí của dòng phun nạp sẽ bắt đầu giãn ra khi đi vào không gian trống của buồng phản ứng, từ đó làm cho dòng phun nạp tạo ra hình phễu thò vào buồng phản ứng, như được thể hiện bằng lược đồ trên Fig.2. Hình vẽ này thể hiện sự mở rộng thông thường trong không gian của dòng phun 101 sau khi thoát ra khỏi miệng của vòi phun (không được thể hiện trên hình vẽ) có diện tích tiết diện hình chữ nhật với chiều cao  $A_{feed}$  và chiều rộng  $B_{feed}$  trong hệ toạ độ hình chữ nhật. Khí chạy theo chiều x sao cho dòng 101 sẽ có mặt phẳng đối xứng 102 trên mặt phẳng xy và một bề mặt chính 103, 104 ở mỗi bên của mặt phẳng đối xứng 102 nhưng có một góc nghiêng nhỏ sao cho diện tích tiết diện của mặt phẳng yz tăng lên theo chiều x. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "diện tích tiết diện" là mặt cắt nằm trên mặt phẳng trực giao với vectơ vận tốc chảy của dòng phun (trừ khi được nói khác đi), như theo ví dụ được thể hiện trên Fig.2 thì đó là mặt phẳng song song với mặt phẳng yz. Vectơ vận tốc này nằm dọc theo trực đối xứng của mặt phẳng đối xứng theo chiều của dòng chảy.

Sự giãn nở của dòng phun nạp là điều bất lợi vì nó làm cho hơi bão hòa bị phân tán trong không gian và làm giảm nhiệt độ đoạn nhiệt của dòng phun vốn làm cho hơi trở nên quá bão hòa, và làm cho khó kiểm soát được động học kết tủa và sự đồng đều của gradient nhiệt độ và gradient nồng độ để tạo ra các hạt có kích thước mong muốn và sự phân bố kích thước hẹp. Một giải pháp cho vấn đề giãn nở của dòng phun nạp là đặt ít nhất một dòng phun chất lỏng làm nguội sao cho chất lỏng làm nguội này giao với dòng phun nạp và tạo ra khu vực làm nguội nằm cách miệng của vòi phun

nạp một khoảng cách ngắn. Khoảng cách này có thể thay đổi tùy theo vận tốc của dòng phun nạp (tức là áp suất tác động và kích thước của rãnh chảy của vòi) và thời gian lưu cần thiết để làm lớn kích thước hạt mong muốn (tức kích thước hạt được dự định). Do đó, sáng chế có thể sử dụng nhiều khoảng cách, tùy theo các thông số xử lý thực tế, nhưng trên thực tế thì khoảng cách được sử dụng theo sáng chế giữa miệng vòi và khu vực làm nguội sẽ nằm trong khoảng từ 1 mm đến 100 mm. Các thực nghiệm của tác giả sáng chế đã cho thấy rằng nếu sử dụng dòng phun nạp được tạo áp suất đến áp suất cao hơn áp suất của chất khí (hoặc chân không) từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa trong không gian trống của buồng phản ứng bằng vòi có miệng với đặc điểm như đã được mô tả ở khía cạnh thứ nhất nêu trên của sáng chế, thì sẽ có lợi nếu khoảng cách cách khỏi miệng vòi phun nạp là từ 1 đến 50 mm, hoặc tốt hơn nữa nếu nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 1 đến 30 mm, từ 1 đến 20 mm, từ 1 đến 10 mm, từ 1 đến 6 mm, và từ 2 đến 6 mm. "Khoảng cách cách khỏi miệng vòi" ở đây có nghĩa là khoảng cách thẳng dọc theo vectơ vận tốc chảy của dòng phun tính từ miệng của vòi phun vốn tạo ra dòng phun đến điểm tiếp xúc đầu tiên với vectơ vận tốc chảy của dòng phun giao cắt.

Yếu tố khác ảnh hưởng đến sự giãn nở của dòng phun nạp sau khi đi vào không gian trống của buồng phản ứng là độ giảm áp suất trên vòi phun. Độ giảm áp suất này càng cao thì tốc độ dòng càng lớn, kéo theo đó là tốc độ giãn nở trong không gian càng nhỏ. Trên thực tế, sáng chế có thể phát huy tác dụng với độ giảm áp suất bất kỳ, tức sự chênh lệch áp suất giữa chất khí trong rãnh chảy của vòi phun và áp suất khí trong buồng phản ứng, trong một trong số các khoảng sau đây; từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa, từ  $0,015 \times 10^5$  đến  $15 \times 10^5$  Pa, từ  $0,015 \times 10^5$  đến  $10 \times 10^5$  Pa, từ  $0,02 \times 10^5$  đến  $5 \times 10^5$  Pa, từ  $0,25 \times 10^5$  đến  $2,5 \times 10^5$  Pa, từ  $0,25 \times 10^5$  đến  $2,0 \times 10^5$  Pa, từ  $0,3 \times 10^5$  đến  $1,5 \times 10^5$  Pa, hoặc từ  $0,3 \times 10^5$  đến  $1,0 \times 10^5$  Pa.

Vấn đề giãn nở của dòng phun có thể tiếp tục được giảm bớt bằng cách

sử dụng phương tiện dẫn hướng dòng để giảm sự giãn nở của dòng phun khi đi vào không gian trống của buồng phản ứng. Các phương tiện này có thể là phương tiện dẫn hướng dòng bên trong, được tạo ra nhờ thiết kế của rãnh chảy của vòi phun, và/hoặc phương tiện dẫn hướng dòng bên ngoài, chẳng hạn các van đổi hướng, v.v., được đặt tại miệng của vòi phun. Như đã nêu trên, sáng chế không bị giới hạn ở bất kỳ thiết kế cụ thể nào của vòi phun, ngoại trừ sự ràng buộc là phải tạo ra dòng phun nạp có diện tích tiết diện hình chữ nhật với tỷ lệ hình dạng như đã nêu trên. Ngoài ràng buộc này ra thì bất kỳ thiết kế nào đã biết, hoặc bất kỳ thiết kế khả thi nào của vòi phun mà có thể tạo ra dòng phun nạp như đã mô tả trên đây, cũng đều có thể được sử dụng, bao gồm vòi hội tụ, vòi phân kỳ, vòi venturi, vòi phân kỳ-hội tụ.

Ngoài ra, sáng chế cũng không bị giới hạn ở bất kỳ phương tiện cụ thể nào để dẫn hướng dòng phun từ bên ngoài. Các phương tiện dẫn hướng dòng đã biết hoặc khả thi bất kỳ mà phù hợp để sử dụng cùng với các vòi phun dùng cho các phương pháp tổng hợp pha hơi của các hạt cỡ nhỏ hơn micro hoặc các hạt cỡ nano cũng đều có thể được sử dụng dưới dạng dấu hiệu bổ sung để dẫn hướng dòng phun nạp và/hoặc ít nhất một dòng phun khí làm mát.

Theo một phương án thực hiện khác, thiết kế của miệng vòi phun vốn tạo ra dòng phun chất lỏng làm nguội là có thiết kế hình chữ nhật tương tự như của vòi phun dòng phun nạp. Tức là vòi phun để tạo ra dòng phun chất lỏng làm nguội có miệng hình chữ nhật có chiều rộng,  $B_{quench}$ , và chiều cao,  $A_{quench}$ , với tỷ lệ hình dạng ( $B_{quench}/A_{quench}$ ) nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 10000:1 đến 2:1; từ 2500:1 đến 5:1; từ 1000:1 đến 5:1; từ 750:1 đến 5:1; từ 400:1 đến 10:1; từ 200:1 đến 10:1; hoặc từ 100:1 đến 2:1; chiều cao  $A_{quench}$  nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 0,1 đến 40 mm, từ 0,15 đến 35 mm, từ 0,2 đến 30 mm, từ 0,25 đến 25 mm, từ 0,3 đến 20 mm, từ 0,4 đến 15 mm, từ 0,4 đến 10 mm, từ 0,5 đến 10 mm, từ

0,5 đến 5 mm, từ 0,75 đến 5 mm, từ 0,75 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2 mm, từ 0,1 đến 2 mm, hoặc từ 0,1 đến 1 mm; và áp suất của chất lỏng làm nguội trong dòng phun chất lỏng làm nguội, khi thoát ra khỏi miệng vòi, là lớn hơn áp suất buồng phản ứng với một trong số các khoảng sau đây; từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa, từ  $0,015 \times 10^5$  đến  $15 \times 10^5$  Pa, từ  $0,015 \times 10^5$  đến  $10 \times 10^5$  Pa, từ  $0,02 \times 10^5$  đến  $5 \times 10^5$  Pa, từ  $0,25 \times 10^5$  đến  $2,5 \times 10^5$  Pa, từ  $0,25 \times 10^5$  đến  $2,0 \times 10^5$  Pa, từ  $0,3 \times 10^5$  đến  $1,5 \times 10^5$  Pa, hoặc từ  $0,3 \times 10^5$  đến  $1,0 \times 10^5$  Pa.

Bằng cách tạo ra dòng phun chất lỏng làm nguội có tiết diện hình chữ nhật tương tự như của dòng phun nạp, thì có thể sử dụng một dòng phun chất lỏng làm nguội một cách hiệu quả để làm nguội toàn bộ khí cấp vào trong một thể tích không gian rất nhỏ của không gian trống của buồng phản ứng nếu dòng phun chất lỏng làm nguội có chiều rộng ít nhất là bằng chiều rộng của dòng phun nạp, tức là chiều rộng,  $B_{quench}$ , của miệng vòi phun chất lỏng làm nguội cần lớn hơn hoặc bằng chiều rộng,  $B_{feed}$ , của miệng vòi phun;  $B_{quench} \geq B_{feed}$ . Có thể có lợi nếu đánh đổi số gia độ rộng của dòng phun chất lỏng làm nguội giữa nhu cầu giảm bớt toàn bộ chiều rộng của dòng phun nạp và nhu cầu tránh sử dụng quá nhiều lượng khí làm nguội, tức là trên thực tế, có thể có lợi nếu số gia độ rộng,  $\Delta B$ , này bằng một trong số các giá trị sau đây; 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, hoặc 10 mm. Số gia độ rộng,  $\Delta B$ , này liên quan đến chiều rộng của các vòi phun, như sau;  $B_{quench} = B_{feed} + \Delta B$ .

Dấu hiệu này có ưu điểm là cấu tạo thiết bị đơn giản hơn và điều kiện vận hành dễ dàng hơn so với khi sử dụng nhiều dòng khí làm nguội, và điều quan trọng hơn là có thể dễ dàng kiểm soát được động học kết tủa, động học phát triển hạt và sự đồng đều của gradient nhiệt độ trong khu vực làm nguội. Có thể đạt được tác dụng này bằng cách bố trí dòng phun chất lỏng làm nguội hình lưỡi dao khí sao cho các mặt phẳng đối xứng của dòng phun nạp và dòng phun chất lỏng làm nguội giao nhau dọc theo đường gần như

trực giao với các vectơ vận tốc chảy, như được thể hiện bằng lược đồ trên Fig.3. Fig.3 chỉ thể hiện các mặt phẳng đối xứng của các dòng phun để thể hiện hướng của các dòng phun này rõ hơn. Dòng phun nạp thoát ra khỏi vòi phun (không được thể hiện trên hình vẽ) và tạo ra mặt phẳng đối xứng 102 chứa vectơ vận tốc chảy 106. Từ phía trên dòng phun nạp này, dòng phun chất lỏng làm nguội thoát ra khỏi vòi phun chất lỏng làm nguội (không được thể hiện trên hình vẽ) và tạo ra mặt phẳng đối xứng 107 chứa vectơ vận tốc chảy 108. Tại khoảng cách D1 cách khỏi vòi phun dòng nạp vào, mặt phẳng đối xứng 102 của dòng phun nạp giao với mặt phẳng đối xứng 107 của dòng phun làm nguội theo giao tuyến 109. Khoảng cách giữa giao tuyến 109 và miệng vòi phun chất lỏng làm nguội được đánh dấu bằng kí hiệu D2. Các mặt phẳng đối xứng này được định hướng sao cho chúng nghiêng với nhau một góc  $\alpha_1$ . Theo phương án này, góc  $\alpha_1$  cấu thành góc giao giữa dòng phun nạp và dòng phun khí làm nguội. Vectơ vận tốc chảy 106 của dòng phun nạp giao với giao tuyến 109 tại góc  $\alpha_2$  và vectơ vận tốc chảy 108 của dòng phun chất lỏng làm nguội giao với giao tuyến này tại góc  $\alpha_3$ .

Sẽ có lợi nếu định hướng các dòng phun này sao cho các góc  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  và  $\alpha_3$  càng tiến tới góc vuông càng tốt. Tuy nhiên, sáng chế có thể sử dụng góc giao  $\alpha_1$ , giữa dòng phun nạp và dòng phun làm nguội, trong khoảng từ 30 đến 150°, hoặc trong một trong số các khoảng; từ 45 đến 135°, từ 60 đến 120°, từ 75 đến 105°, từ 80 đến 100°, hoặc từ 85 đến 95°. Điều này cũng áp dụng chung cho khía cạnh thứ nhất và khía cạnh thứ hai của sáng chế (tức là bao gồm các phương án thực hiện khác so với phương án được thể hiện trên Fig.2). Tuy nhiên, khi áp dụng phương án cụ thể như được thể hiện trên Fig.2, thì các góc giao  $\alpha_2$  và  $\alpha_3$  có thể nằm trong khoảng từ 80 đến 100°, hoặc nằm trong một trong số các khoảng từ 85 đến 95°, từ 87 đến 93°, từ 88 đến 90°, hoặc từ 89 đến 91°. Thuật ngữ "gần như trực giao với các vectơ vận tốc chảy" ở đây có nghĩa là các góc giao  $\alpha_2$  và  $\alpha_3$  nằm trong

khoảng từ 80 đến 100°.

Thuật ngữ "chất lỏng làm nguội" như được sử dụng ở đây có nghĩa là chất khí hoặc chất lỏng đã biết hoặc khả thi bất kỳ mà phù hợp để dùng làm môi chất làm nguội trong các phương pháp tổng hợp pha hơi để tạo các hạt chất rắn. Chất lỏng làm nguội này có thể trơ hoặc có phản ứng với khí của dòng phun nạp, tùy theo hơi chất thực tế được dùng và loại hạt cần tạo. Nhiệt độ của chất lỏng làm nguội này cần đủ thấp để đạt được tác dụng làm nguội nhanh khi tiếp xúc với chất khí của dòng phun nạp mà đang được phun vào buồng phản ứng. Tuy nhiên, sự chênh lệch nhiệt độ thực tế giữa chất khí của dòng phun nạp và dòng phun chất lỏng làm nguội sẽ phụ thuộc vào các thông số cụ thể, chẳng hạn vận tốc chảy (kéo theo đó là áp suất) của chất lỏng làm nguội, vị trí của khu vực giao cắt nhau (mà ở đó diễn ra sự làm nguội), tình trạng quá bão hòa trong dòng phun nạp, động học phản ứng của quá trình kết tủa, tốc độ lớn của các hạt, và kích thước dự định của các hạt. Mức chênh lệch nhiệt độ  $\Delta T$  phù hợp giữa chất khí của dòng phun nạp và chất lỏng làm nguội có thể nằm trong một trong số các khoảng; từ 50 đến 3000°C, từ 100 đến 2500°C, 200 đến 1800°C, từ 200 đến 1500°C, từ 300 đến 1400°C, hoặc từ 500 đến 1300°C. Áp suất của dòng nạp vào khi thoát ra khỏi miệng vòi có thể lớn hơn so với áp suất buồng phản ứng với một trong số các khoảng sau đây; từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa, từ  $0,015 \times 10^5$  đến  $15 \times 10^5$  Pa, từ  $0,015 \times 10^5$  đến  $10 \times 10^5$  Pa, từ  $0,02 \times 10^5$  đến  $5 \times 10^5$  Pa, từ  $0,25 \times 10^5$  đến  $2,5 \times 10^5$  Pa, từ  $0,25 \times 10^5$  đến  $2,0 \times 10^5$  Pa, từ  $0,3 \times 10^5$  đến  $1,5 \times 10^5$  Pa, hoặc từ  $0,3 \times 10^5$  đến  $1,0 \times 10^5$  Pa.

Sáng chế không bị giới hạn ở bất kỳ loại hạt chất rắn cụ thể nào cần tạo ra, và sáng chế có thể được áp dụng để tạo ra các loại hạt đã biết hoặc khả thi bất kỳ mà có thể được tạo ra bằng các phương pháp tổng hợp pha hơi và có thể có kích thước bất kỳ nằm trong khoảng từ 5000 đến 1 nm. Ví dụ, sáng chế có thể được sử dụng để tạo các hợp kim kim loại bằng cách tạo ra dòng phun nạp bao gồm hỗn hợp chứa hơi kim loại thứ nhất và hơi

kim loại thứ hai và làm nguội dòng phun nạp này bằng chất lỏng không phản ứng. Điều này có thể được áp dụng cho tổ hợp các kim loại mà trong đó kết cấu của các hợp kim là khả thi về mặt nhiệt động, bao gồm các hợp kim có các pha giả bền. Theo cách khác, các hạt hợp kim có thể được tạo ra bằng phương pháp hữu cơ kim loại, vốn khả dụng khi cacbua kim loại tương ứng là có lợi về mặt nhiệt động tại các điều kiện xử lý. Trong trường hợp này, chất khí cấp vào thứ cấp, có chứa hơi kim loại và hợp chất hữu cơ kim loại, sẽ được đưa vào dòng phun nạp, vốn được làm nguội bằng chất lỏng làm nguội trơ. Hợp chất hữu cơ kim loại này sẽ phân huỷ khi được trộn với hơi kim loại nóng, nhờ đó có thể tạo ra các hợp kim tinh khiết, hoặc các hợp kim có chứa cacbon. Ngoài ra, bằng cách sử dụng khí làm nguội có phản ứng, thì sáng chế có thể cho phép tạo ra gốm hoặc các hợp chất kim loại khác có chứa các nguyên tố phi kim, bằng cách vừa cho phản ứng hóa học giữa các hơi kim loại, vừa làm ngưng tụ, để gây ra sự kết tủa của các hạt. Theo phương án khác, có thể sử dụng dòng chất lỏng làm nguội trơ thứ hai sau khi trộn hơi kim loại với khí làm nguội có phản ứng. Các phương pháp này có thể được sử dụng để tạo ra các nitrat bằng cách tạo ra dòng phun nạp của hơi kim loại có phản ứng vào nitơ được làm nguội bằng chất khí nitơ. Bằng cách làm nguội bằng khí oxy thay vì khí nitơ, thì sáng chế có thể được sử dụng để tạo ra các hạt oxit kim loại. Cũng bằng cách sử dụng cacbon có chứa chất khí cấp vào thứ cấp cùng với hơi của kim loại mà cacbua có lợi về mặt nhiệt động, thì sáng chế có thể được áp dụng để tạo ra các hạt cacbua.

Tóm lại, theo phương án làm ví dụ này của sáng chế, thì quá trình làm nguội dòng phun nạp diễn ra gần như trong thể tích không gian rất nhỏ của không gian trống của buồng phản ứng so với kích thước của thiết bị của giải pháp kỹ thuật đã biết tương ứng, nhờ "các lưỡi dao khí" tương đối mỏng được làm giao nhau dọc theo giao tuyến vốn gần như trực giao với các vectơ vận tốc chảy, như được thể hiện bằng lược đồ trên Fig.3. Do đó,

có thể đạt được các điều kiện tạo mầm gần như giống nhau đối với các nhân hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc hạt cỡ nano, nhờ đó có thể tăng cường khả năng kiểm soát các đặc tính hạt, ngay cả khi tạo hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc hạt cỡ nano với tốc độ cao. Sáng chế có thể cho phép tái chế chất lỏng làm nguội.

Ngoài ra, sáng chế có thể bao gồm phương tiện để thu gom ướt đối với các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano, và/hoặc phương tiện để làm kết tủa tĩnh điện để tránh bị tích tụ. Phương pháp thu gom ướt đối với các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano là có lợi, nhất là đối với các hạt nano có phản ứng mà có thể tự cháy, ví dụ, các hạt nhôm, các hạt magie và các hạt nano nhiệt nhôm. Xét về mặt quay vòng chất lỏng làm nguội và giảm sự kết tụ giữa các hạt micro, nhỏ hơn micro, và/hoặc các hạt nano, thì có thể có lợi nếu sử dụng chất lỏng trơ để thu gom các hạt từ chất lỏng làm nguội này. Ngoài ra, bằng cách quay vòng chất lỏng làm nguội và ngăn chặn tình trạng kết tụ mạnh giữa các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt nano nhờ sử dụng chất lỏng thu gom trơ, thì quá trình phân tán và các huyền phù tương ứng, so với các bột khô, sẽ tạo ra điểm khởi đầu tốt để tiếp tục phát huy chức năng và để dùng làm các chất phản ứng trong các quá trình hóa học ướt khác nhau. Lớp oxy hóa thụ động hoá, như được sử dụng theo giải pháp thông thường để cho phép xử lý và vận chuyển các hạt nano một cách dễ dàng hơn trong môi trường giàu oxy, chẳng hạn không khí, sẽ làm giảm tác dụng của các hạt nano; sáng chế hạn chế nhu cầu sử dụng các lớp phủ oxit này đối với sản phẩm có dạng huyền phù.

Sáng chế nhằm khắc phục các vấn đề liên quan đến các quy trình hơi-rắn để tạo các hạt cỡ micro, các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano. Sẽ có lợi nếu các hạt được hình thành bằng cách làm nguội hơi đến thể rắn tại vùng không gian nhỏ cụ thể, khác với các phương pháp khác để tạo các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc cỡ nano mà trong đó quá

trình tạo hạt xảy ra trên vùng không gian lớn mà ở đó xuất hiện các gradient của nồng độ và/hoặc nhiệt độ. "Vùng không gian nhỏ cụ thể" ở đây có nghĩa là vùng không gian trong không gian trống của buồng phán ứng mà ở đó tồn tại các điều kiện gần như đẳng hướng trong không gian để tạo ra các hạt. Không thể làm cho tính đẳng hướng này hoàn hảo, tức hoàn toàn đồng đều trong không gian, nên "sự đẳng hướng" này được xác định một cách có lợi sao cho sự biến thiên của các thông số vật lý trong vùng không gian nhỏ cụ thể này là nhỏ hơn 50%, tốt hơn nếu sự biến thiên này nhỏ hơn 5%, và tốt nhất là nhỏ hơn 0,5%. Một vùng không gian mà có thể được coi là "vùng không gian nhỏ cụ thể" thì phụ thuộc vào các tỷ lệ hình dạng và chiều cao của các miệng vòi phun, khoảng cách giữa các miệng vòi và giao điểm của các dòng phun, và mức độ giãn nở của các dòng phun.

Việc sử dụng vùng không gian nhỏ cụ thể để tạo ra các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và cỡ nano trong đó sẽ cho phép thu được môi trường tạo mầm đồng đều và ổn định hơn nhiều với khả năng kiểm soát dễ dàng hơn nhiều đối với các hạt nhân, điều này tạo thuận lợi cho quá trình tạo các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano. Sáng chế có ưu điểm là cho phép tạo các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano với tốc độ cao nhờ sử dụng dòng phun nạp và dòng phun chất lỏng làm nguội với tốc độ phụt cao trong vùng không gian nhỏ cụ thể. Quy trình tạo hạt theo sáng chế là có thể được mở rộng quy mô một cách dễ dàng bằng cách mở rộng vùng không gian nhỏ cụ thể này theo chiều ngang bằng cách tăng các chiều rộng  $B_{quench}$  và  $B_{feed}$ . Có thể điều chỉnh các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc cỡ nano bằng cách điều chỉnh mức chênh lệch nhiệt độ tương đối và tốc độ dòng của chất lỏng cấp vào và chất lỏng làm nguội, ngoài việc thay đổi nhiệt dung của chất lỏng làm nguội bằng các khí tro khác nhau hoặc các hỗn hợp khác nhau của chúng ra.

Dòng khí nạp liên tục bao gồm hơi chất bão hòa được tạo ra một cách có lợi từ lượng nguyên liệu thô rắn, mặc dù sáng chế cũng có thể được thực

hiện nhờ sử dụng các chất lỏng hoặc khí để tạo ra dòng nạp vào thẻ khí; một cách tùy chọn, các nguyên liệu thô không tinh khiết cũng có thể được sử dụng để tạo ra dòng nạp vào thẻ khí này. Một cách tùy chọn, các nguyên liệu thô, mà đã được phân huỷ bằng nhiệt, có thể được tận dụng để thu được các sản phẩm phân huỷ để tạo các hạt theo sáng chế; ví dụ, sẽ có lợi nếu các nguyên liệu thô này là các chất hữu cơ kim loại được phân huỷ thành kim loại, các chất hữu cơ nhờ các sản phẩm như cacbon dioxit, và nước. Tuy nhiên, cho dù nguồn hơi nào được sử dụng, thì dòng nạp vào thẻ khí cũng sẽ phải trải qua quá trình chuyển pha thành thể rắn khi được làm nguội trong vùng không gian nhỏ cụ thể với tốc độ đủ nhanh để tạo các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro, và/hoặc cỡ nano.

Một cách tùy chọn, thiết bị này bao gồm buồng thu gom được ghép thông với buồng phản ứng và được tạo kết cấu sao cho các hạt cỡ micro, các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano tạo ra được trong buồng phản ứng được gom trong buồng thu gom này. Một cách tùy chọn nữa, đường ghép này bao gồm hệ thống làm nguội để làm nguội các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc cỡ nano đi qua đó. Hệ thống làm nguội cùng với đường ghép này có tác dụng là giảm khả năng mà các hạt cỡ micro, nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano tạo ra được lại quay ngược lại vào buồng phản ứng, nhờ đó tạo ra các điều kiện tạo hạt cỡ micro, nhỏ hơn micro và/hoặc cỡ nano tối ưu hơn, và có thể duy trì năng suất tạo hạt cao hơn. Một cách tùy chọn nữa, buồng thu gom bao gồm hệ thống dẫn chất lỏng thu gom để thu gom các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc cỡ nano, vốn đi vào buồng thu gom, vào chất lỏng thu gom. Việc sử dụng chất lỏng thu gom sẽ giảm nguy cơ mà các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano kết tụ với nhau và tạo ra các nhóm hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc cỡ nano dính nhau lớn hơn, vốn khó tách sau đó. Một cách tùy chọn nữa, hệ thống dẫn chất lỏng thu gom này có thể quay vòng chất lỏng thu gom qua buồng thu gom. Một cách tùy chọn nữa, buồng

thu gom bao gồm hệ thống thu gom tĩnh điện (VB) để thu gom các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano được vận chuyển từ buồng phản ứng đến buồng thu gom.

Một cách tùy chọn, thiết bị này được thực hiện sao cho hệ thống làm nguội dòng nạp vào có thể phụt dòng chất lỏng làm nguội trơ về phía vùng không gian nhỏ cụ thể nêu trên.

Một cách tùy chọn, thiết bị này được làm cho có chức năng như hệ thống vòng kín để làm nguội quay vòng và/hoặc thu gom các chất lỏng hoặc các chất khí trong đó.

Một cách tùy chọn, thiết bị này có thể được làm thích ứng để đưa khí mang trơ vào buồng bay hơi để tạo ra hơi chất bão hòa được pha loãng có áp suất hơi riêng phần gần cân bằng nhiệt động với các pha ngưng tụ của chất tại nhiệt độ cụ thể. Dấu hiệu này có thể là có lợi khi tạo các hạt nhỏ vì sự pha loãng sẽ làm giảm tốc độ tăng trưởng bằng cách giảm bớt gradient nồng độ (tức lượng hơi chất khả dụng) ở lớp ranh giới hạt-hơi trong quá trình lớn lên của các hạt. Do đó, việc đưa khí mang trơ vào hơi chất có thể cho phép tăng cường kiểm soát sự tăng trưởng hạt.

Một cách tùy chọn, thiết bị này được làm thích ứng để tạo ít nhất một trong số: các kết cấu dạng thanh kéo dài cỡ micro, các hạt dạng ống kéo dài cỡ micro, các hạt dạng tinh thể kéo dài cỡ micro, các hạt dạng buckyball cỡ micro, các kết cấu dạng thanh kéo dài cỡ nhỏ hơn micro, các hạt dạng ống kéo dài cỡ nhỏ hơn micro, các hạt dạng tinh thể kéo dài cỡ nhỏ hơn micro, các hạt dạng buckyball cỡ nhỏ hơn micro, các kết cấu dạng thanh kéo dài cỡ nano, các hạt dạng ống kéo dài cỡ nano, các hạt dạng tinh thể kéo dài cỡ nano, các hạt dạng buckyball cỡ nano. Một cách tùy chọn, phương pháp theo sáng chế được làm thích ứng để tạo các hạt gần như cỡ nano. Một cách tùy chọn, phương pháp này được làm thích ứng để tạo các hạt gần như cỡ nhỏ hơn micro.

### Mô tả văn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện miệng voi có tiết diện hình chữ nhật theo một phương án làm ví dụ, trong đó, Fig.1 a) thể hiện hình khi được nhìn thẳng vào từ miệng voi, còn Fig.1 b) thể hiện voi này khi được nhìn từ bên sườn.

Fig.2 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện sự giãn nở thông thường trong không gian của dòng phun nạp sau khi thoát ra khỏi miệng voi phun (không được thể hiện trên hình vẽ).

Fig.3 là hình vẽ thể hiện sơ đồ hướng của các mặt phẳng đối xứng lần lượt của dòng phun nạp và dòng phun chất lỏng làm nguội, theo một phương án làm ví dụ của sáng chế.

Fig.4a) là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện thiết bị theo một phương án làm ví dụ theo khía cạnh thứ hai của sáng chế.

Fig.4b) là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện các voi lần lượt để phun dòng phun nạp và dòng phun chất lỏng làm nguội, theo một phương án làm ví dụ.

Fig.5 là hình vẽ thể hiện sơ đồ của bộ thu gom hạt để bắt giữ và tách ra các hạt tạo được, dựa trên nguyên lý bắt giữ bằng bụi chất lỏng, theo một phương án làm ví dụ.

Fig.6 là hình vẽ thể hiện sơ đồ của bộ thu gom hạt để bắt giữ và tách ra các hạt tạo được, dựa trên nguyên lý bắt giữ tĩnh điện, theo phương án làm ví dụ khác.

Fig.7 là hình vẽ thể hiện sơ đồ của thiết bị khác theo khía cạnh thứ hai của sáng chế.

Các hình vẽ từ Fig.8a) đến Fig.8f) lần lượt là các hình thể hiện hình ảnh dưới kính hiển vi điện tử truyền qua của các hạt kẽm tạo ra được trong các bài thử nghiệm kiểm định từ 1 đến 6.

### Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn có dựa vào một phương án làm ví

dụ và các bài thử nghiệm kiểm định được thực hiện theo phương án làm ví dụ này.

Thiết bị theo phương án làm ví dụ theo khía cạnh thứ hai của sáng chế được thể hiện dưới dạng sơ đồ trên Fig.4 a) và Fig.4 b). Thiết bị này theo sáng chế bao gồm vòi phun thứ nhất 1 thông suốt với buồng bay hơi 9 để dẫn dòng hơi bão hòa qua đó và phun hơi này từ đầu mở của vòi phun 1, như được thể hiện trên hình vẽ, để tạo ra dòng phun nạp 3. Thiết bị này còn bao gồm vòi phun thứ hai 2 để dẫn dòng chất lỏng làm mát qua đó để phun từ đầu mở của vòi phun 2 để tạo ra dòng phun làm nguội 4. Dòng phun nạp 3 giao với dòng phun làm nguội 4 tại vùng không gian nhỏ cụ thể 5 mà các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano được tạo ra ở đó trong các điều kiện đẳng hướng trong không gian. Bằng cách điều chỉnh tốc độ và thành phần của dòng phun nạp 3 và dòng phun làm nguội 4, thì các hạt tạo được có thể có dạng phồng cầu, dạng kéo dài, dạng ống hoặc dạng phẳng. Có thể liên tục tách ra các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano với chất lượng được kiểm soát tốt từ vùng không gian nhỏ cụ thể 5.

Như được thể hiện trên Fig.4 b), vùng không gian nhỏ cụ thể 5 là rộng theo bề ngang để làm tăng tốc độ tạo các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano trong khi vẫn giữ được các đặc tính có lợi của các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano tạo ra được. Bằng cách gây ra sự chênh lệch đủ lớn về nhiệt độ và tốc độ dòng giữa dòng phun nạp 3 và dòng phun làm nguội 4, thì có thể tạo ra các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và các hạt cỡ nano. Sẽ có lợi nếu dòng phun làm nguội 4 là trơ đối với chất trong dòng phun nạp 3, ví dụ, sẽ có lợi nếu dòng phun làm nguội 4 bao gồm nitơ, argon và/hoặc heli. Các hạt cỡ micro, các hạt cỡ nhỏ hơn micro, hoặc các hạt cỡ nano, hay đồng thời một hoặc nhiều trong số đó, được tạo ra tùy theo các thông số của dòng phun nạp 3 và dòng phun làm nguội 4 và các điều kiện vật lý xung quanh chúng.

Sẽ có lợi nếu dòng phun nạp 3 được tạo ra từ lượng nguyên liệu thô rắn, mặc dù sáng chế cũng có thể được áp dụng với chất lỏng hoặc chất khí để tạo ra dòng phun nạp 3; một cách tùy chọn, các nguyên liệu thô không tinh khiết cũng có thể được sử dụng để tạo ra dòng phun nạp 3. Một cách tùy chọn, các nguyên liệu thô, mà đã được phân huỷ bằng nhiệt, có thể được tận dụng để thu được các sản phẩm phân huỷ để tạo các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano theo sáng chế; ví dụ, sẽ có lợi nếu các nguyên liệu thô này là các chất hữu cơ kim loại được phân huỷ thành kim loại, các chất hữu cơ nhờ các sản phẩm như cacbon dioxit, và nước. Tuy nhiên, cho dù nguồn hơi nào được sử dụng, thì dòng phun nạp 3 cũng sẽ phải trải qua quá trình chuyển pha thành thể rắn khi được làm nguội trong vùng không gian nhỏ cụ thể 5 với tốc độ đủ nhanh để tạo các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano.

Thiết bị này được biểu diễn bằng số chỉ dẫn 20 trên Fig.4 a). Các quy trình như được thể hiện trên Fig.1 a), Fig.1 b), Fig.2, Fig.3, và Fig.4 b) diễn ra trong buồng phản ứng 8 của thiết bị 20 này. Các hơi của dòng phun nạp 3 được tạo ra bằng cách làm bay hơi chất rắn trong buồng bay hơi 9 trong hệ thống nạp 10 để tạo ra dòng nạp hơi bão hòa liên tục. Buồng bay hơi 9 được nối thông với vòi phun hơi 1, vốn dẫn vào buồng phản ứng 8. Ngoài ra, buồng bay hơi 9 còn được tạo kết cấu sao cho sự giãn nở thể tích của chất trong buồng bay hơi 9 do sự chuyển pha của chất và sự tăng nhiệt độ liên quan có thể vận chuyển hơi qua vòi phun 1 và vào buồng phản ứng 8. Ở hệ thống nạp 10, nguồn gia nhiệt phù hợp được sử dụng để nung nguyên liệu thô được chứa trong buồng bay hơi 9. Nguồn gia nhiệt này có thể được thực hiện theo vài cách khác nhau; ví dụ, gia nhiệt bằng điện trở trực tiếp, gia nhiệt bằng cách nung cảm ứng, gia nhiệt bằng chùm electron, gia nhiệt bằng laze, gia nhiệt bằng sóng cực ngắn, hoặc sự kết hợp bất kỳ giữa các phương pháp gia nhiệt này cũng có thể được sử dụng. Lúc đầu, nguyên liệu thô trong buồng bay hơi 9 để bay hơi thường là kim loại rắn, nhưng tác

dụng của thiết bị 20 là không bị giới hạn ở khả năng làm bay hơi các vật liệu kim loại, ví dụ, như đã nêu trên.

Buồng phản ứng 8 được nối thông với buồng thu gom 12 qua đường 11. Một cách tùy chọn, đường 11 bao gồm các cơ cấu 30 để các chất lỏng làm nguội và các hạt đi qua đó. Hoạt động làm mát có thể được thực hiện một cách thuận tiện nhờ sử dụng, ví dụ, các phần tử làm mát điện-nhiệt kiểu Peltier, thiết bị bơm nhiệt làm lạnh, dòng chất lỏng làm mát xung quanh ít nhất một phần vách của đường 11, máy bay hơi heli, v.v.. Do chất lỏng làm nguội cháy từ buồng phản ứng 8 đến buồng thu gom 12 có tốc độ cháy cao so với khí bốc qua vòi phun 1, nên chất lỏng làm nguội này sẽ mang các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano tạo ra được từ buồng phản ứng 8 đến buồng thu gom 12 một cách hiệu quả. Ở buồng thu gom 12, các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano tạo ra được sẽ được tách ra khỏi chất lỏng làm nguội, tức chất lỏng làm nguội được cung cấp qua vòi phun 2. Các ví dụ không nhằm mục đích giới hạn về phương pháp để tách các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano tạo ra được khỏi chất lỏng làm mát bao gồm một hoặc nhiều trong số: máy lọc, phương pháp kết tủa tĩnh điện, phương pháp kết tủa từ trường, hệ thống thu gom bằng chất lỏng. Khi chất lỏng làm nguội đã được tách các hạt, thì chất lỏng làm nguội sẽ được tách khỏi buồng 12 qua van 16 rồi sau đó đi qua ống nối 13 vào khối bơm 14 mà ở đó nó được nén lại, sau đó, nhiệt độ của nó được điều hoà trước khi được vận chuyển qua ống nối 15 đến buồng phản ứng 8 để lại được phun ra từ vòi phun 2, như đã nêu trên. Do đó, chất lỏng làm mát, ví dụ, khí tro như heli và/hoặc agon, được quay vòng trong thiết bị 20 để đạt được hiệu quả kinh tế so với việc sử dụng các chất khí, trong khi vẫn cho phép tạo các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano với tốc độ cao; nói cách khác, thiết bị 20 này sẽ quay vòng khép kín chất lỏng làm mát và vận chuyển vốn được sử dụng để tạo các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano, điều này là rất có lợi.

Nồi chứa nguyên liệu, buồng bay hơi 9 và vòi phun 1 liên quan của nó có thể được làm từ grafit và được nung bằng phương pháp nung cảm ứng. Ngoài ra, buồng bay hơi 9 có thể được bơm khí trơ hoặc giảm áp suất môi trường để giảm tốc độ thoái hóa cho vật liệu chế tạo nồi và buồng bay hơi 9. Để tạo ra dòng nạp nguyên liệu thô liên tục cho buồng phản ứng 8, thì một phương pháp tùy chọn khác là sử dụng nhiều buồng bay hơi 9 với nhiều bộ gia nhiệt để tăng cường độ tin cậy hoạt động và/hoặc khả năng cung cấp nguyên liệu cho buồng phản ứng 8 liên tục trong thời gian dài. Buồng bay hơi 9 có thể có kết cấu tùy chọn là một chuỗi nồi, trong đó, nồi thứ nhất trong số các nồi này được sử dụng để nung chảy nguyên liệu từ thể rắn sang trạng thái nóng chảy, và nồi thứ hai trong số các nồi này được sử dụng để nhận nguyên liệu nóng chảy từ nồi thứ nhất và làm bay hơi nguyên liệu nóng chảy này để tạo ra hơi tương ứng để cung cấp vào vòi phun 1. Một cách tùy chọn, nồi thứ nhất là nồi chứa lớn, và nồi thứ hai là nồi tương đối nhỏ hơn có nhiệt độ cao. Kết cấu nồi tiếp này có lợi ích là nguyên liệu có thể được cho vào nồi thứ nhất mà không làm ảnh hưởng ngay đến sự hoạt động của nồi thứ hai. Một cách tùy chọn, vòi phun 1 được cung cấp nhiệt năng để làm giảm khả năng mà hơi ngưng tụ lên các vách trong của vòi.

Một cách tùy chọn, thiết bị 20 được tạo kết cấu để hoạt động sao cho nguyên liệu thô rắn được làm bay hơi trong buồng bay hơi 9 ngay trên nhiệt độ sôi của nguyên liệu để tạo ra hơi tương ứng, khác với các hơi quá nhiệt vốn thường được sử dụng tại áp suất khí quyển theo các giải pháp đã biết. Điều này cho phép buồng bay hơi 9 và một hoặc nhiều nồi của nó phát huy chức năng một cách hiệu quả bằng cách chưng cất nguyên liệu thô; các tạp chất có nhiệt độ sôi thấp hơn trong nguyên liệu thô sẽ được làm bay hơi rồi sau đó được tập hợp vào bãy lạnh, nhờ đó được ngăn không cho đi vào buồng phản ứng 8, nhờ đó có thể tạo ra các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano với độ tinh khiết cao.

Các tạp chất có nhiệt độ sôi cao hơn so với bản thân nguyên liệu thì sẽ nambi lại ở một hoặc nhiều nồi này và được rút bỏ một cách định kỳ. Cách hoạt động theo kiểu chung cất này cho phép sử dụng nguyên liệu có độ tinh khiết thấp hơn trong một hoặc nhiều nồi của buồng bay hơi 9 để thiết bị 20 có thể tạo các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano với độ tinh khiết cao từ buồng phản ứng 8.

Buồng thu gom 12 có thể được thực hiện theo nhiều cách khác nhau. Một ví dụ về buồng thu gom 12 và các thành phần liên quan của nó được biểu diễn chung bằng số chỉ dẫn 18 trên Fig.5. Buồng 12 sử dụng chất lỏng 28 để thu gom các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano vốn được vận chuyển bởi chất lỏng làm nguội 17 vốn đi vào buồng 12 qua đường 11. Khi chất lỏng làm mát cùng với các hạt 17 chảy vào buồng thu gom 12, chúng sẽ gặp bụi chất lỏng mà voi 19 tạo ra. Bụi chất lỏng từ voi 19 này là có thể được điều chỉnh hình dạng và tính chất bằng cách thay đổi loại voi được sử dụng và áp suất để đẩy chất lỏng qua voi 19. Chất lỏng 28 là trơ hoặc không trơ, tùy theo yêu cầu. Sẽ có lợi nếu chất lỏng 28 là trơ vì nó sẽ không phản ứng hóa học với các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano thu gom được. Ngoài ra, chất lỏng 28 được thu gom tại vùng đáy của buồng thu gom 12. Các hệ thống làm mát 32 khác nhau, ví dụ, các tấm hoặc các ống được làm mát bằng nước, máy bơm nhiệt làm mát, v.v., được ưu tiên sử dụng cùng với buồng 12, ví dụ, ở trong buồng 12, để kiểm soát nhiệt độ của chất lỏng 28.

Nếu chất lỏng 28 dễ bay hơi được sử dụng trong buồng thu gom 12, thì mong muốn là chất lỏng này không bị thất thoát qua van 16 và vô tình bị đưa vào buồng phản ứng 8. Sự thất thoát chất lỏng 28 này có thể làm bẩn chất lỏng làm mát. Sẽ có lợi nếu chất lỏng 28 được bơm từ buồng thu gom 12 qua van 21 rồi sau đó qua ống 22 đến máy bơm chất lỏng 23. Máy bơm 23 có tác dụng là bơm chất lỏng 28 qua ống 24 đến voi 19 để phun vào buồng thu gom 12 nhằm mục đích giữ lại các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc

các hạt cỡ nano được vận chuyển qua đường 11.

Ở buồng thu gom 12 như được thể hiện trên Fig.5, chất lỏng 28 có thể được sử dụng liên tục sao cho nồng độ hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro, và/hoặc cỡ nano trong nó tăng lên liên tục khi nó thu gom thêm các hạt. Khi chất lỏng 28 đã đạt đến ngưỡng nồng độ hạt nhất định, thì ít nhất một phần của chất lỏng 28 có thể được rút khỏi buồng thu gom 12 qua vòi 25. Chất lỏng 28 mới, ví dụ, không có các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano, có thể được đưa vào qua vòi thứ hai 26, nhờ đó bảo đảm lượng tối thiểu chất lỏng 28 trong buồng thu gom 12 được duy trì trong quá trình hoạt động. Do chất lỏng 28 hình thành màng khí tại mặt trên của nó, nên chất lỏng 28 có thể được rút khỏi và được bơm vào buồng thu gom 12 mà không làm ảnh hưởng đáng kể đến môi trường khí của nó; như đã nêu trên, sẽ có lợi nếu môi trường khí trong thiết bị 20 là trơ và được quay vòng khép kín để sử dụng các nguyên liệu hiệu quả.

Chất lỏng 28 bao gồm các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano được tách ra từ buồng thu gom 12 có thể được ưu tiên sử dụng trực tiếp trong các ứng dụng, ví dụ, sản xuất các lớp phủ chuyên dụng, sơn, các lớp bề mặt trên các đế như đế thuỷ tinh và đế kim loại, thuốc, mĩ phẩm, các điện cực dùng cho ác quy, các điện cực dùng cho pin nhiên liệu, chất phản ứng dùng cho các quá trình hoá học ướt, v.v.. Theo cách khác, chất lỏng 28 bao gồm các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano có thể được xử lý để loại bỏ các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano này khỏi nó, để chúng có thể được sử dụng trong các quy trình khác, ví dụ, để sản xuất sợi có độ bền cao, composit đặc, v.v.. Các thành phần silic cacbua nung kết sản xuất được theo sáng chế đã được mô tả trong phần nêu trên.

Như đã nêu trên, thiết bị 20 có thể được cải biến sao cho buồng thu gom 12 sử dụng phương pháp kết tủa tĩnh điện, thay vì phương pháp thu gom bằng chất lỏng, đối với các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc

các hạt cỡ nano tạo ra được; thiết bị 20 theo phương án này được thể hiện trên Fig.6 và được biểu diễn chung bằng số chỉ dẫn 40. Thiết bị 40 được thực hiện sao cho buồng thu gom 12 của nó bao gồm các vách sườn dẫn điện, ví dụ, được làm bằng vật liệu Hastelloy, đây là một hợp kim thép dẫn điện chịu mòn; "Hastelloy" là nhãn hiệu của tập đoàn Haynes International Inc. Hastelloy là hợp kim thép có thành phần tạo hợp kim cơ bản là kẽm. Các nguyên tố tạo hợp kim tùy chọn khác trong Hastelloy bao gồm một hoặc nhiều trong số: molypđen, crom, coban, sắt, đồng, mangan, titan, zircon, nhôm, cacbon và vonfram. Hastelloy và các chất tương tự, ví dụ, Inconel và các thép ferit austenitic tương tự, khi được sử dụng cho thiết bị 20, 40, thì có thể chịu được sự ăn mòn và nhiệt độ cao, nhờ đó cho phép thiết bị 20, 40 thích hợp với các loại hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc cỡ nano; một cách tùy chọn, Hastelloy, hoặc các vật liệu tương tự, cũng được sử dụng trong kết cấu của thiết bị 20. Thiết bị 40 còn bao gồm bàn hoặc đĩa 42 cách điện được ghép qua mạch định thiên tĩnh điện VB vào các vách của buồng 12. Một cách tùy chọn, đĩa hoặc bàn 42 được làm nổi bằng từ tính và được nối điện linh hoạt theo cách cách ly khỏi các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano để ngăn chặn nguy cơ hình thành các đường ngắn mạch từ đĩa hoặc bàn 42 đến các vách của buồng thu gom 12 trong quá trình hoạt động do sự lắng phủ đǎng hướng của các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano. Một cách tùy chọn, đường 11 bao gồm nguồn tia cực tím (UV) để ion hóa các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano để làm cho chúng đẩy nhau để giảm nguy cơ kết tụ với nhau, và cho phép chúng được gia tốc nhờ điện trường 44 được tạo ra trong buồng thu gom 12 sao cho các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano này được gắn bằng lực lên bàn hoặc đĩa 42, hoặc bất kỳ vật hoặc để nào khác được đặt trên đó, trong quá trình hoạt động; một cách tùy chọn, tia UV cũng được rọi ở các vùng khác của thiết bị 40. Một cách tùy chọn, buồng thu gom 12 của thiết

bị 40 bao gồm hệ thống làm mát 32 như đã mô tả trên đây. Cũng có thể dùng tia UV để khử các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano trong thiết bị 20, ví dụ, trong buồng phản ứng 8, trên đường 11, hoặc trong buồng thu gom 12, hoặc tổ hợp bất kỳ giữa chúng. Một cách tùy chọn, đĩa hoặc bàn 42 bao gồm khoá liên động khí (không được thể hiện trên hình vẽ) để nó có thể được đưa vào và được rút khỏi buồng thu gom 12 mà không làm nhiễu loạn sự cân bằng khí trong thiết bị 40.

Thiết bị 20 có thể được giản lược để tạo ra thiết bị được biểu diễn chung bằng số chỉ dẫn 60 trên Fig.7. Thiết bị 60 này bao gồm buồng phản ứng 8 và buồng thu gom 12 kết hợp với nhau, trong đó, chất lỏng 28 được bơm qua máy bơm 14 để tạo ra bụi làm nguội từ vòi phun 2 về phía dòng phun nạp từ nồi qua vòi phun 1. Các dòng phun từ các vòi phun 1, 2 gặp nhau tại vùng làm nguội trong không gian nhỏ cụ thể 5, dưới dạng đường ngang mà trong đó các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano được tạo ra và được quét xuống đáy buồng 8, 12 nhờ chất lỏng làm nguội 28, vốn cũng có chức năng như chất lỏng thu gom 28. Sẽ có lợi nếu chất lỏng 28 mới được bổ sung định kỳ vào buồng 8, 12 trong quá trình hoạt động, và chất lỏng 28 chứa các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano được rút ra khỏi thiết bị 60. Sẽ có lợi nếu rút chất lỏng khỏi và bơm chất lỏng vào thiết bị 60 một cách định kỳ và/hoặc một cách liên tục. Thiết bị 60 này cấu thành hệ thống khép kín có khả năng hoạt động liên tục. Một cách tùy chọn, có nhiều nồi được bố trí trong buồng bay hơi 9 để đảm bảo sự cung cấp hơi một cách tin cậy qua vòi phun 1 vào vùng không gian nhỏ cụ thể 5.

Thiết bị 20, 40, 60 có khả năng tạo ra các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano để sử dụng trong các linh kiện tích cực, chẳng hạn các tế bào năng lượng mặt trời cải tiến và các thiết bị phát sáng cải tiến. Ví dụ, các hạt nano kéo dài hình cây được tạo ra từ kẽm oxit có khả năng phát ra ánh sáng trắng khi có dòng điện chạy qua. Nhờ sự cộng

hướng plasmon diễn ra mạnh mẽ bên trong mà các hạt nano có thể tạo ra cơ sở cho các tế bào năng lượng mặt trời để phát điện từ ánh sáng mặt trời ("năng lượng tái sinh xanh"). Ngoài ra, các hạt nano có thể được sử dụng để sản xuất các polyme dẫn điện, nhờ đó có thể tạo ra các mạch điện tử có thể in được.

Mặc dù thiết bị 20, 40, 60 đã được mô tả trong phần nêu trên để tạo các hạt cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano, nhưng các điều kiện tại vùng không gian nhỏ cụ thể 5 có thể được thay đổi để tạo các kết cấu dạng thanh và dạng ống cỡ micro, cỡ nhỏ hơn micro, và cỡ nano, ví dụ, các tinh thể nano kéo dài, các thanh nano kéo dài, các ống nano kéo dài và buckyball. Các thanh nano và các ống nano này là có lợi để sản xuất các linh kiện phát sáng cơ học lượng tử kích thích bằng dòng điện.

### Kiểm định sáng chế

Để kiểm định tác dụng của sáng chế, thì thiết bị theo phương án được thể hiện trên Fig.4 a), Fig.4 b) và Fig.5 được sử dụng để làm bay hơi các mẫu kẽm nguyên tố thành các hạt cỡ nhỏ hơn micro và/hoặc các hạt cỡ nano.

Tất cả các thử nghiệm này đều có đặc điểm chung là kim loại kẽm được nung cho đến khi bốc hơi trong bình chứa grafit kín có cửa dẫn khí grafit ra được tạo dạng thành vòi phun với miệng vòi có tiết diện hình chữ nhật. Cả bình chứa grafit lẫn vòi phun đều được nung bằng phương pháp nung cảm ứng để duy trì nhiệt độ từ 907 đến 1050°C để tạo ra dòng hơi kẽm bão hòa liên tục và ổn định tại nhiệt độ điểm sôi của nó (907°C) qua vòi phun vào buồng phản ứng dưới dạng dòng phun nạp có hình "lưỡi dao khí". Chất lỏng làm mát là khí nitơ với nhiệt độ xấp xỉ nhiệt độ phòng, và được phun qua vòi phun làm bằng thạch anh ( $\text{SiO}_2$ ) có miệng hình chữ nhật để tạo ra dòng chất lỏng làm mát hình "lưỡi dao khí". Hai lưỡi dao khí này được định hướng như được thể hiện trên Fig.3 với các góc  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ , và  $\alpha_3$  gần bằng  $90^\circ$ . Sau khi tiếp xúc với nhau, thì các khí chứa các hạt sẽ chạy

qua đường đi vào buồng thu gom, ở đó chúng được làm tiếp xúc với spirit trắng để thu gom các hạt. Mỗi bài thử đều được thực hiện cho đến khi tất cả mẫu kẽm kim loại đã bốc hơi.

Các bài thử được thực hiện với các vòi phun có kích thước khác nhau. Các thông số của bài thử được tóm tắt trên Bảng 1, và các hạt kẽm thu được được thể hiện bằng cách quét ảnh hiển vi, như được thể hiện trên các hình vẽ từ Fig.8 a) đến Fig.8 f). Chiều rộng của các vòi phun này tương ứng với khoảng cách được biểu diễn bằng các hình mũi tên B, còn chiều cao thì tương ứng với khoảng cách được biểu diễn bằng các hình mũi tên A trên Fig.1. Khoảng cách D1 là khoảng cách dọc theo vectơ vận tốc chảy của dòng phun nạp tính từ miệng vòi cấp đến giao điểm với vectơ vận tốc chảy của dòng phun khí làm mát, còn khoảng cách D2 là khoảng cách dọc theo vectơ vận tốc chảy của dòng phun chất lỏng làm mát tính từ miệng vòi phụ chất lỏng làm mát đến giao điểm với vectơ vận tốc chảy của dòng phun nạp.

Bảng 1: Các thông số xử lý được sử dụng trong các bài thử nghiệm kiểm định

Thông số	Số thứ tự bài thử					
	1	2	3	4	5	6
Chiều rộng vòi cấp [mm]	35	11	11	20	20	20
Chiều cao vòi cấp [mm]	2	1	1	1	1	1
Chiều rộng vòi làm mát [mm]	37	13	13	22	22	22
Chiều cao vòi làm mát [mm]	1	1	1	1	1	1
Khoảng cách D1 [mm]	6	4	4	3	2	2
Khoảng cách D2 [mm]	10	6	3	3	2	2
Tốc độ chảy của khí nitơ	2	2	2	2	2	1,2

[m <sup>3</sup> /giờ]						
Tốc độ dòng khí nạp vào [g/phút]	14,6	10,5	10,5	20	13,2	9,7
Lượng Zn trong mẫu [g]	146	178	243	250	370	340

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tạo các hạt chất rắn, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

tạo ra dòng khí nạp liên tục bao gồm hơi bão hòa của chất này, và phun dòng khí nạp liên tục này qua cửa vào vào vùng không gian trống của buồng phản ứng ở dạng dòng phun nạp thò ra từ cửa vào, và

tạo ra ít nhất một dòng phun liên tục của chất lỏng làm nguội và phun ít nhất một dòng phun của chất lỏng làm nguội này vào buồng phản ứng, trong đó:

dòng phun nạp này được tạo ra bằng cách đưa dòng nạp vào, ở áp suất cao hơn áp suất buồng phản ứng từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa, qua vòi phun vốn có chức năng như cửa vào lò phản ứng và có miệng vòi có diện tích tiết diện hình chữ nhật với chiều cao  $A_{feed}$  và chiều rộng  $B_{feed}$ , trong đó:

tỷ lệ hình dạng  $B_{feed}/A_{feed}$  là  $\geq 2:1$ , và

chiều cao  $A_{feed}$  nằm trong khoảng từ 0,1 đến 40 mm, và

mỗi trong số ít nhất một dòng phun của chất lỏng làm nguội đều được tạo ra bằng cách đưa chất lỏng làm nguội này qua vòi phun, mà vòi phun này dẫn dòng phun của chất lỏng làm nguội này, sao cho nó giao với dòng phun nạp tại góc giao từ 30 đến  $150^\circ$ , và trong đó, mỗi trong số ít nhất một dòng phun của chất lỏng làm nguội này, dù là riêng rẽ hay kết hợp, đều trộn với gần hầu toàn bộ khí của dòng phun nạp tại một khoảng cách định trước cách khỏi miệng vòi để phun dòng phun nạp này.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó:

dòng phun nạp được tạo ra bằng cách đưa dòng nạp vào qua vòi phun có tỷ lệ hình dạng ( $B_{feed}/A_{feed}$ ) nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 10000:1 đến 2:1; từ 2500:1 đến 5:1; từ 1000:1 đến 5:1; từ 750:1 đến 5:1; từ 400:1 đến 10:1; từ 200:1 đến 10:1; hoặc từ 100:1 đến 2:1, và chiều cao

$A_{feed}$  nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 0,1 đến 40 mm, từ 0,15 đến 35 mm, từ 0,2 đến 30 mm, từ 0,25 đến 25 mm, từ 0,3 đến 20 mm, từ 0,4 đến 15 mm, từ 0,4 đến 10 mm, từ 0,5 đến 10 mm, từ 0,5 đến 5 mm, từ 0,75 đến 5 mm, từ 0,75 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2 mm, từ 0,1 đến 2 mm, hoặc từ 0,1 đến 1 mm,

và trong đó:

áp suất của dòng nạp vào này là lớn hơn so với áp suất buồng phản ứng với một trong số các khoảng sau đây; từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa, từ  $0,015 \times 10^5$  đến  $15 \times 10^5$  Pa, từ  $0,015 \times 10^5$  đến  $10 \times 10^5$  Pa, từ  $0,02 \times 10^5$  đến  $5 \times 10^5$  Pa, từ  $0,25 \times 10^5$  đến  $2,5 \times 10^5$  Pa, từ  $0,25 \times 10^5$  đến  $2,0 \times 10^5$  Pa, từ  $0,3 \times 10^5$  đến  $1,5 \times 10^5$  Pa, hoặc từ  $0,3 \times 10^5$  đến  $1,0 \times 10^5$  Pa.

### 3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó:

ít nhất một dòng phun chất lỏng làm mát giao với dòng phun nạp với góc giao  $\alpha_1$  bằng từ 30 đến  $150^\circ$  tại khoảng cách nằm cách khỏi miệng vòi phun nạp với một trong số các khoảng sau đây: từ 1 đến 30 mm, từ 1 đến 20 mm, từ 1 đến 10 mm, từ 1 đến 6 mm, và từ 2 đến 6 mm, và

mức chênh lệch nhiệt độ  $\Delta T$  giữa chất lỏng làm mát và chất khí của dòng phun nạp là nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 50 đến  $3000^\circ\text{C}$ , từ 100 đến  $2500^\circ\text{C}$ , 200 đến  $1800^\circ\text{C}$ , từ 200 đến  $1500^\circ\text{C}$ , từ 300 đến  $1400^\circ\text{C}$ , hoặc từ 500 đến  $1300^\circ\text{C}$ .

### 4. Phương pháp theo điểm 1, 2 hoặc 3, trong đó: dòng phun chất lỏng làm mát được tạo ra bằng cách sử dụng vòi phun có miệng vòi có tiết diện hình chữ nhật có chiều rộng, $B_{quench}$ , và chiều cao, $A_{quench}$ , với tỷ lệ hình dạng ( $B_{quench}/A_{quench}$ ) nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 10000:1 đến 2:1; từ 2500:1 đến 5:1; từ 1000:1 đến 5:1; từ 750:1 đến 5:1; từ 400:1 đến 10:1; từ 200:1 đến 10:1; hoặc từ 100:1 đến 2:1; chiều cao $A_{quench}$ nằm trong một trong số các khoảng sau đây; từ 0,1 đến 40 mm, từ 0,15 đến 35 mm, từ

0,2 đến 30 mm, từ 0,25 đến 25 mm, từ 0,3 đến 20 mm, từ 0,4 đến 15 mm, từ 0,4 đến 10 mm, từ 0,5 đến 10 mm, từ 0,5 đến 5 mm, từ 0,75 đến 5 mm, từ 0,75 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2 mm, từ 0,1 đến 2 mm, hoặc từ 0,1 đến 1 mm; và áp suất của chất lỏng làm nguội trong dòng phun chất lỏng làm nguội, khi thoát ra khỏi miệng voi, là lớn hơn áp suất buồng phản ứng với một trong số các khoảng sau đây: từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa, từ  $0,015 \times 10^5$  đến  $15 \times 10^5$  Pa, từ  $0,015 \times 10^5$  đến  $10 \times 10^5$  Pa, từ  $0,02 \times 10^5$  đến  $5 \times 10^5$  Pa, từ  $0,25 \times 10^5$  đến  $2,5 \times 10^5$  Pa, từ  $0,25 \times 10^5$  đến  $2,0 \times 10^5$  Pa, từ  $0,3 \times 10^5$  đến  $1,5 \times 10^5$  Pa, hoặc từ  $0,3 \times 10^5$  đến  $1,0 \times 10^5$  Pa.

5. Phương pháp theo điểm 4, trong đó dòng phun nạp và dòng phun chất lỏng làm mát được định hướng sao cho:

các mặt phẳng đối xứng của các dòng này cắt nhau theo giao tuyến nằm cách một khoảng cách là D1 khỏi miệng voi phun của dòng phun nạp, và cách một khoảng cách là D2 khỏi miệng voi phun của dòng phun khí làm mát,

các mặt phẳng đối xứng này được làm nghiêng so với nhau một góc  $\alpha_1$ , và

vector vận tốc chảy của dòng phun nạp giao với giao tuyến tại góc  $\alpha_2$  và vector vận tốc chảy của dòng phun chất lỏng làm mát giao với giao tuyến này tại góc  $\alpha_3$ .

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó:

góc giao  $\alpha_1$  nằm trong một trong số các khoảng sau đây: từ 30 đến  $150^\circ$ , từ 45 đến  $135^\circ$ , từ 60 đến  $120^\circ$ , từ 75 đến  $105^\circ$ , từ 80 đến  $100^\circ$ , hoặc từ 85 đến  $95^\circ$ , và

các góc giao  $\alpha_2$  và  $\alpha_3$  nằm trong một trong số các khoảng sau đây: từ 80 đến  $100^\circ$ , từ 85 đến  $95^\circ$ , từ 87 đến  $93^\circ$ , từ 88 đến  $90^\circ$ , hoặc từ 89 đến  $91^\circ$ .

7. Phương pháp theo điểm 4, 5, hoặc 6, trong đó,  $B_{quench} \geq B_{feed}$ .
8. Phương pháp theo điểm 4, 5, hoặc 6, trong đó,  $B_{quench} = B_{feed} + \Delta B$ , trong đó  $\Delta B$  có một trong số các giá trị sau đây; 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, hoặc 10 mm.
9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất khí cấp vào là hơi kẽm, và chất lỏng làm mát là khí nitơ.
10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó, chất khí cấp vào là hỗn hợp của hai hoặc nhiều hơi chất.
11. Phương pháp theo điểm 10, trong đó chất khí cấp vào là một trong số: hỗn hợp chứa hai hoặc nhiều hơi kim loại, hỗn hợp chứa ít nhất một hơi kim loại và ít nhất một hợp chất phi kim thể khí, hoặc hỗn hợp chứa ít nhất một hơi kim loại và ít nhất một khí tro.
12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó các hạt được tạo ra có đường kính ngoài nằm trong một trong số các khoảng sau đây: từ 1 nm đến 5  $\mu\text{m}$ , từ 5 đến 100 nm, từ 100 đến 1000 nm, hoặc từ 1 đến 2  $\mu\text{m}$ .
13. Thiết bị tạo các hạt chất rắn, thiết bị này bao gồm:
- hệ thống nạp để tạo ra dòng khí nạp liên tục bao gồm hơi bão hòa của chất này, và trong đó dòng nạp vào này được tăng áp đến áp suất cao hơn áp suất buồng phản ứng từ  $0,01 \times 10^5$  đến  $20 \times 10^5$  Pa,
  - hệ thống để tạo ra ít nhất một dòng nạp chất lỏng làm nguội liên tục, lò phản ứng có buồng không gian trống, cửa ra để dẫn khí và bộ thu

gom hạt để giữ lại và tách ra các hạt chất rắn được tạo thành,

vòi phun nối thông với dòng khí nạp liên tục, và được đặt sao cho nó phun dòng nạp vào thành dòng phun nạp thò ra từ miệng phun của vòi vào vùng không gian trống của buồng phản ứng, và

ít nhất một vòi phun chất lỏng làm nguội nối thông với vòi cấp liên tục, và để phun ít nhất một dòng phun chất lỏng làm nguội vào buồng phản ứng,

trong đó:

miệng vòi phun, để phun dòng phun nạp, có diện tích tiết diện hình chữ nhật với chiều cao là  $A_{feed}$  và chiều rộng là  $B_{feed}$ , trong đó:

tỷ lệ hình dạng  $B_{feed}/A_{feed}$  là  $\geq 2:1$ , và

chiều cao  $A_{feed}$  nằm trong khoảng từ 0,1 đến 40 mm, và

ít nhất một vòi phun để phun ít nhất một dòng phun chất lỏng làm nguội này có miệng vòi tạo ra dòng phun chất lỏng làm nguội, và được đặt sao cho ít nhất một dòng phun chất lỏng làm nguội này giao với dòng phun nạp tại góc giao từ 30 đến  $150^\circ$ , và dù là riêng biệt hay kết hợp, trộn với hầu như toàn bộ chất khí của dòng phun nạp tại một khoảng cách định trước cách khỏi miệng vòi để phun dòng phun nạp này.

#### 14. Thiết bị theo điểm 13, trong đó:

miệng vòi phun để phun dòng phun nạp có tỷ lệ hình dạng ( $B_{feed}/A_{feed}$ ) nằm trong một trong số các khoảng sau đây: từ 10000:1 đến 2:1; từ 2500:1 đến 5:1; từ 1000:1 đến 5:1; từ 750:1 đến 5:1; từ 400:1 đến 10:1; từ 200:1 đến 10:1; hoặc từ 100:1 đến 2:1, và

chiều cao  $A_{feed}$  nằm trong một trong số các khoảng sau đây: từ 0,15 đến 35 mm, từ 0,2 đến 30 mm, từ 0,25 đến 25 mm, từ 0,3 đến 20 mm, từ 0,4 đến 15 mm, từ 0,4 đến 10 mm, từ 0,5 đến 10 mm, từ 0,5 đến 5 mm, từ 0,75 đến 5 mm, từ 0,75 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2 mm, từ 0,1 đến 2 mm, hoặc từ 0,1 đến 1 mm.

15. Thiết bị theo điểm 13 hoặc 14, trong đó:

vòi phun để phun dòng phun nạp và ít nhất một vòi phun để phun ít nhất một dòng phun chất lỏng làm mát được định hướng sao cho dòng phun nạp và ít nhất một dòng phun chất lỏng làm mát giao nhau với góc giao  $\alpha_1$  bằng từ 30 đến  $150^\circ$  tại một khoảng cách D1 cách khỏi miệng vòi phun nạp với một trong số các khoảng sau đây: từ 1 đến 30 mm, từ 1 đến 20 mm, từ 1 đến 10 mm, từ 1 đến 6 mm, và từ 2 đến 6 mm.

16. Thiết bị theo điểm 13, 14, hoặc 15, trong đó thiết bị này sử dụng một vòi phun để phun dòng phun chất lỏng làm mát, và trong đó:

vòi phun này có tiết diện hình chữ nhật với miệng vòi có chiều rộng là  $B_{quench}$  và chiều cao là  $A_{quench}$ , tạo ra tỷ lệ hình dạng ( $B_{quench}/A_{quench}$ ) nằm trong một trong số các khoảng sau đây: từ 10000:1 đến 2:1; từ 2500:1 đến 5:1; từ 1000:1 đến 5:1; từ 750:1 đến 5:1; từ 400:1 đến 10:1; từ 200:1 đến 10:1; hoặc từ 100:1 đến 2:1; và

chiều cao  $A_{quench}$  nằm trong một trong số các khoảng sau đây: từ 0,1 đến 40 mm, từ 0,15 đến 35 mm, từ 0,2 đến 30 mm, từ 0,25 đến 25 mm, từ 0,3 đến 20 mm, từ 0,4 đến 15 mm, từ 0,4 đến 10 mm, từ 0,5 đến 10 mm, từ 0,5 đến 5 mm, từ 0,75 đến 5 mm, từ 0,75 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2,5 mm, từ 1 đến 2 mm, từ 0,1 đến 2 mm, hoặc từ 0,1 đến 1 mm.

17. Thiết bị theo điểm 16, trong đó vòi phun để phun dòng phun nạp và vòi phun để phun ít nhất một dòng phun chất lỏng làm mát được định hướng sao cho:

các mặt phẳng đối xứng của các dòng phun này cắt nhau theo giao tuyến nằm cách một khoảng cách là D1 khỏi miệng vòi phun của dòng phun nạp, và cách một khoảng cách là D2 khỏi miệng vòi phun của dòng phun khí làm mát,

các mặt phẳng đối xứng này được làm nghiêng so với nhau một góc  $\alpha_1$ , và

vectơ vận tốc chảy của dòng phun nạp giao với giao tuyến tại góc  $\alpha_2$  và vectơ vận tốc chảy của dòng phun chất lỏng làm mát giao với giao tuyến tại góc  $\alpha_3$ .

18. Thiết bị theo điểm 17, trong đó:

góc giao  $\alpha_1$  nằm trong một trong số các khoảng sau đây: từ 30 đến  $150^\circ$ , từ 45 đến  $135^\circ$ , từ 60 đến  $120^\circ$ , từ 75 đến  $105^\circ$ , từ 80 đến  $100^\circ$ , hoặc từ 85 đến  $95^\circ$ , và

các góc giao  $\alpha_2$  và  $\alpha_3$  nằm trong một trong số các khoảng sau đây: từ 80 đến  $100^\circ$ , từ 85 đến  $95^\circ$ , từ 87 đến  $93^\circ$ , từ 88 đến  $90^\circ$ , hoặc từ 89 đến  $91^\circ$ .

19. Thiết bị theo điểm 16, 17, hoặc 18, trong đó  $B_{quench} \geq B_{feed}$ .

20. Thiết bị theo điểm 16, 17, hoặc 18, trong đó  $B_{quench} = B_{feed} + \Delta B$ , trong đó  $\Delta B$  có một trong số các giá trị sau đây: 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, hoặc 10 mm.

21. Thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 13 đến 20, trong đó hệ thống nạp để cấp dòng khí nạp liên tục bao gồm buồng bay hơi để làm bay hơi kim loại kẽm, và hệ thống để cung cấp ít nhất một dòng nạp chất lỏng làm mát liên tục bao gồm đường cấp chất khí nitơ có nhiệt độ phòng và áp suất cao hơn áp suất buồng phản ứng trong khoảng từ  $0,02 \times 10^5$  đến  $5 \times 10^5$  Pa.

22. Thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 13 đến 21, trong đó, hệ thống nạp để cấp dòng khí nạp liên tục bao gồm hai hoặc nhiều buồng bay

hơi nối thông với vòi phun dòng phun nạp, và trong đó các đường cấp nối các buồng bay hơi với nhau được nối thành một ống dẫn khí nối thông với vòi phun.

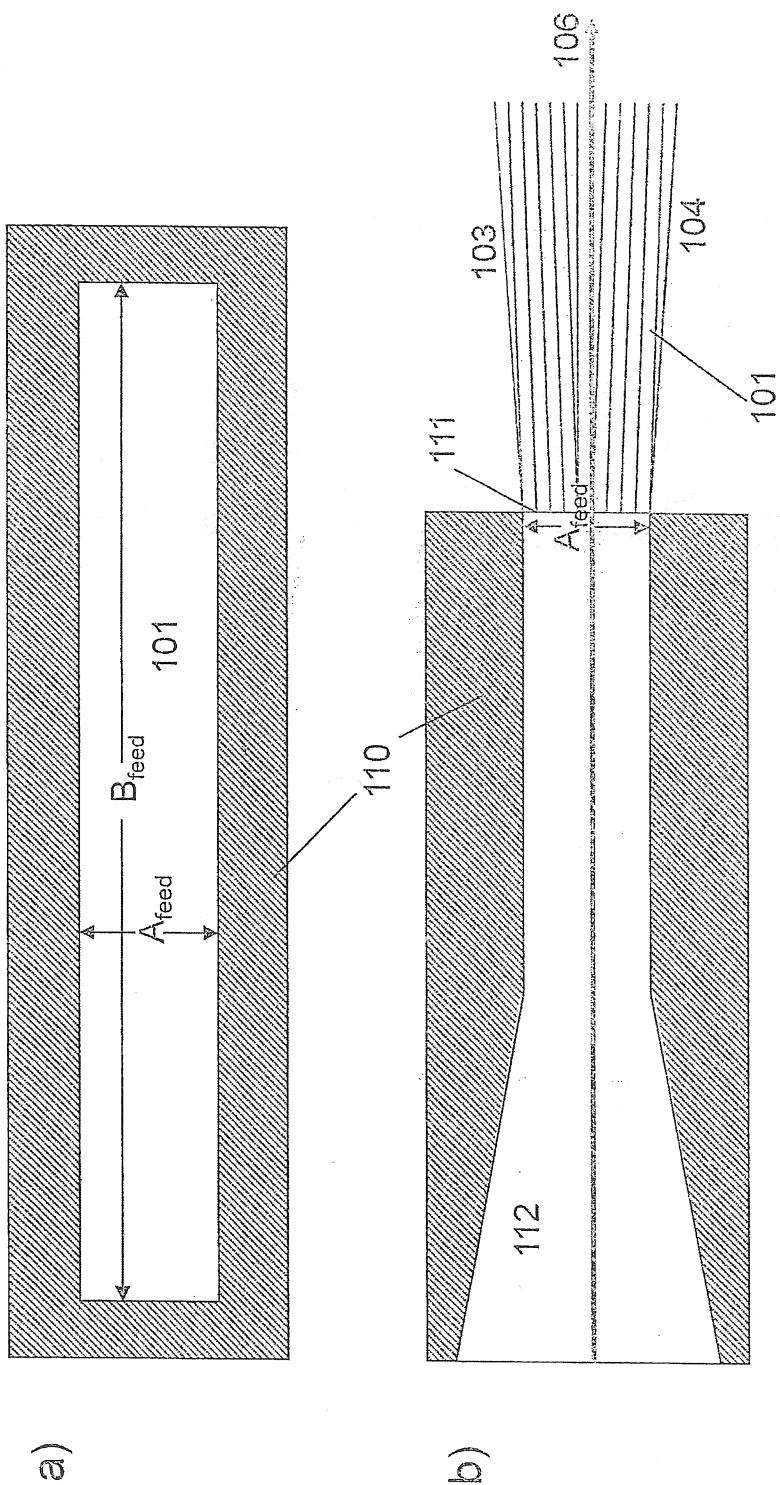


Fig. 1

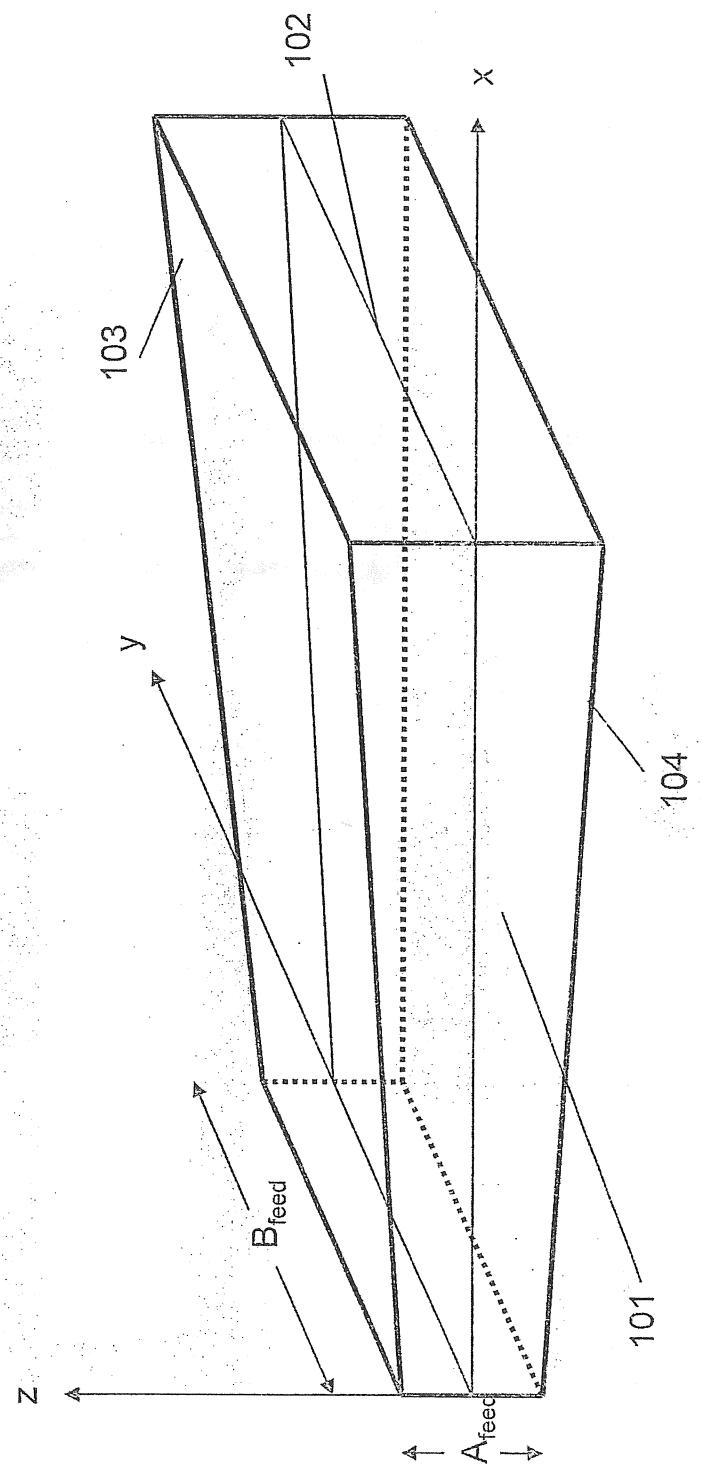


Fig.2

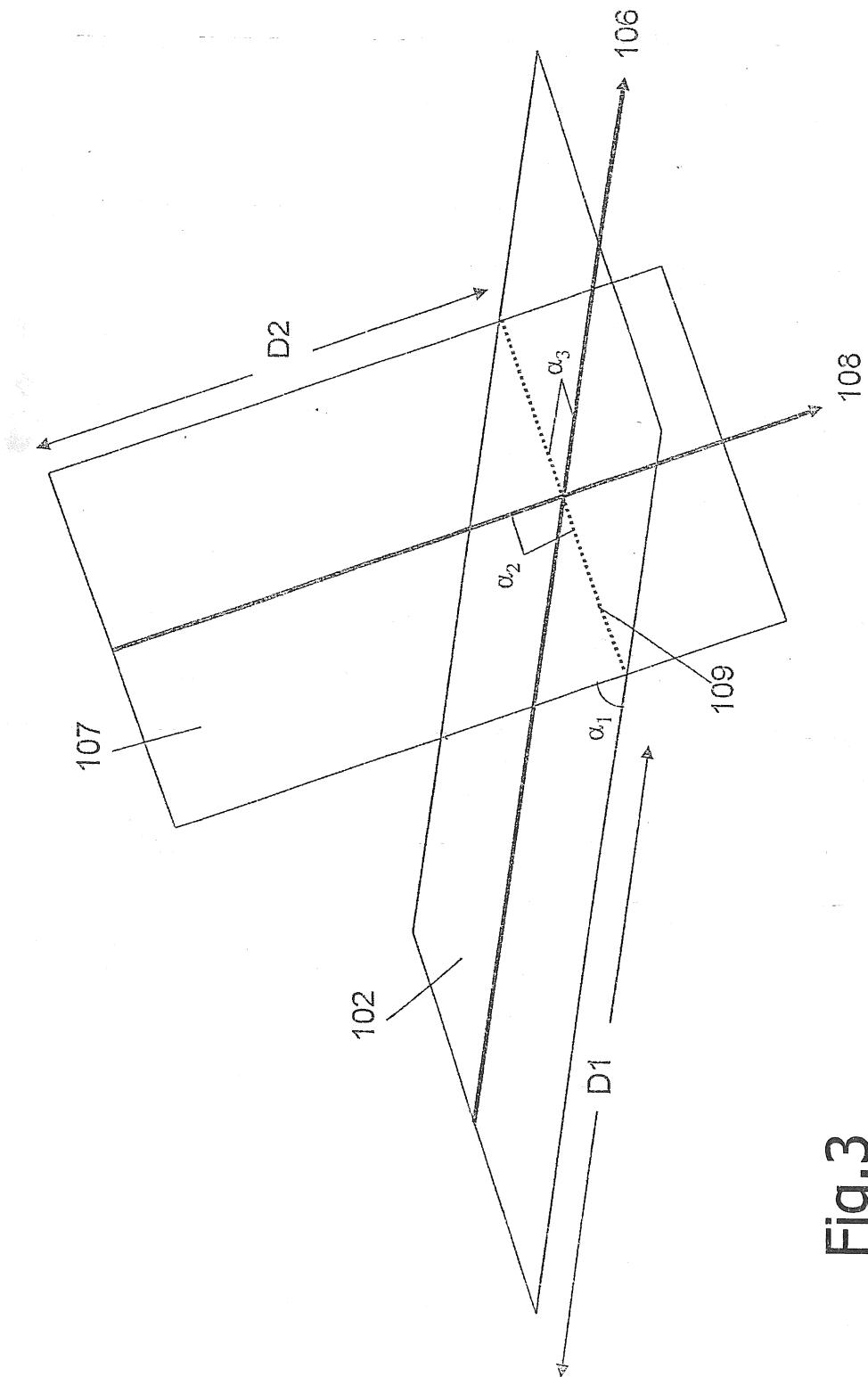


Fig.3

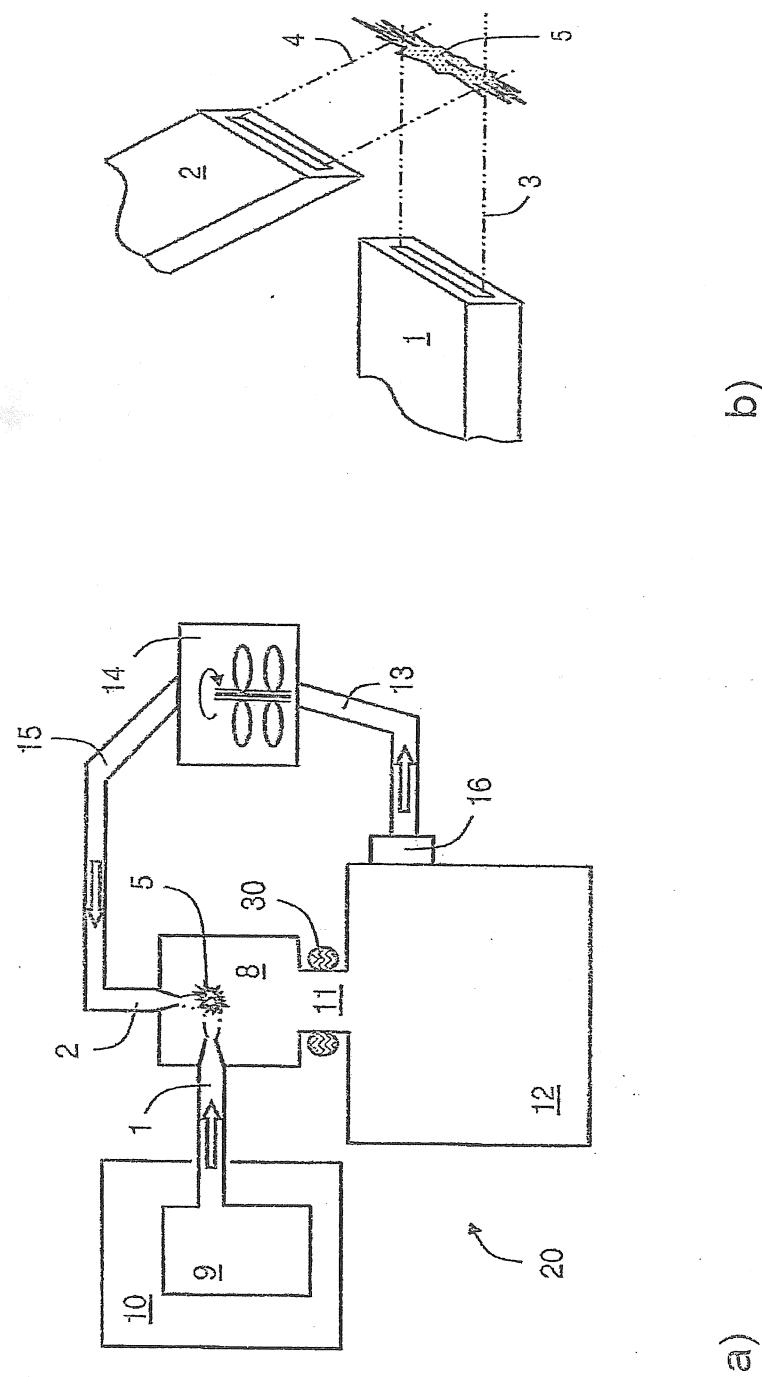


Fig.4

a)

b)

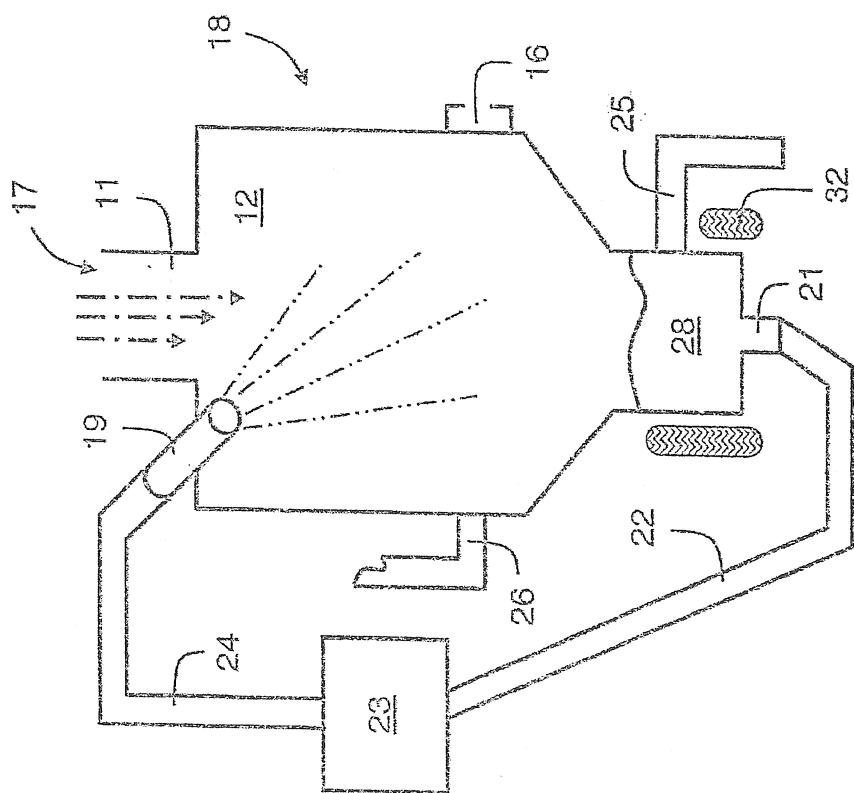


Fig.5

Fig.6

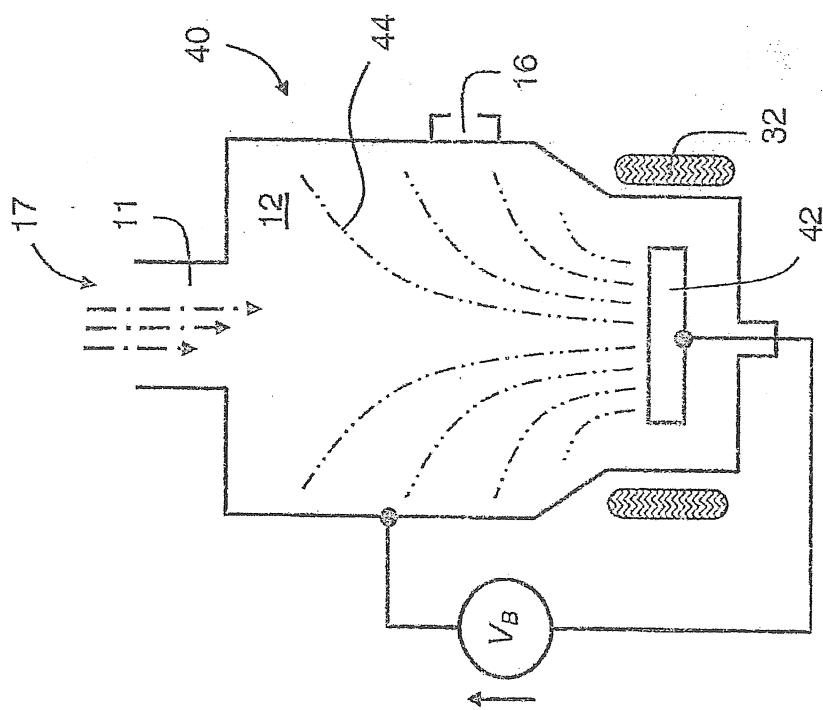
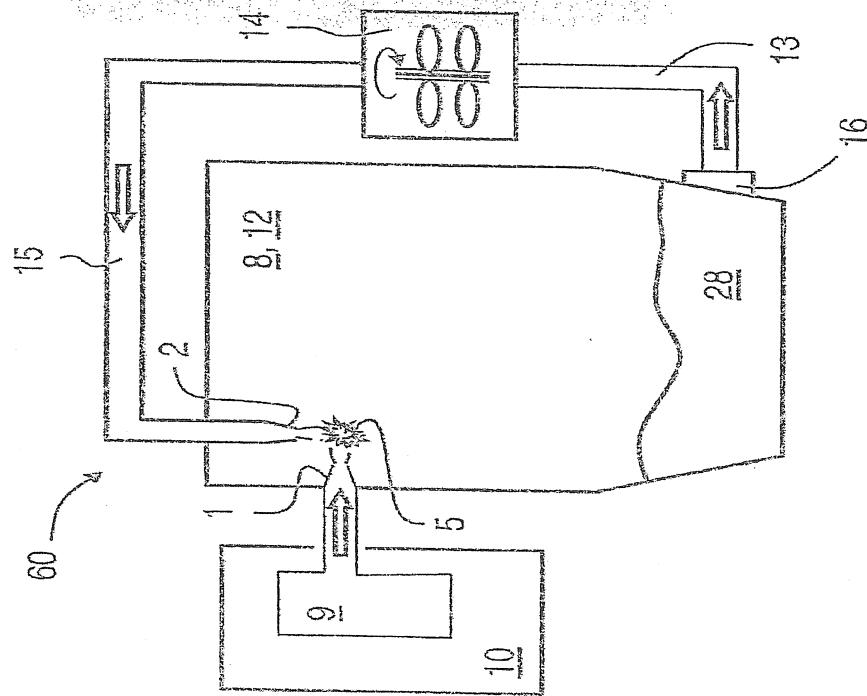
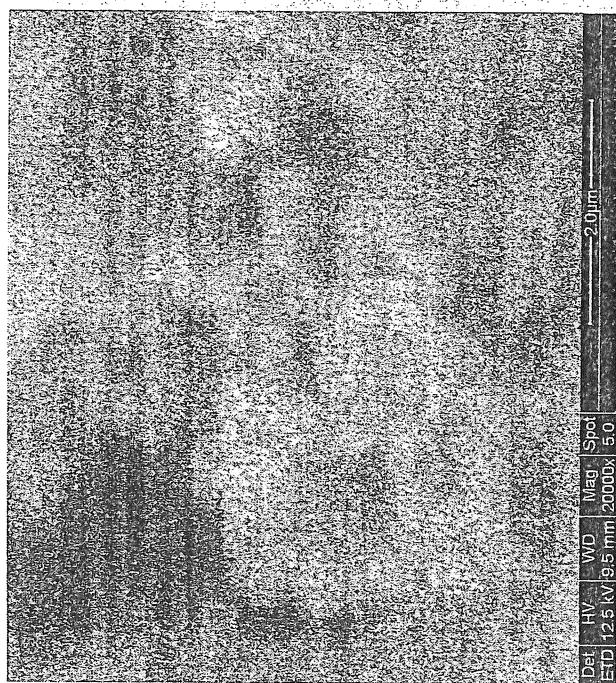


Fig.7





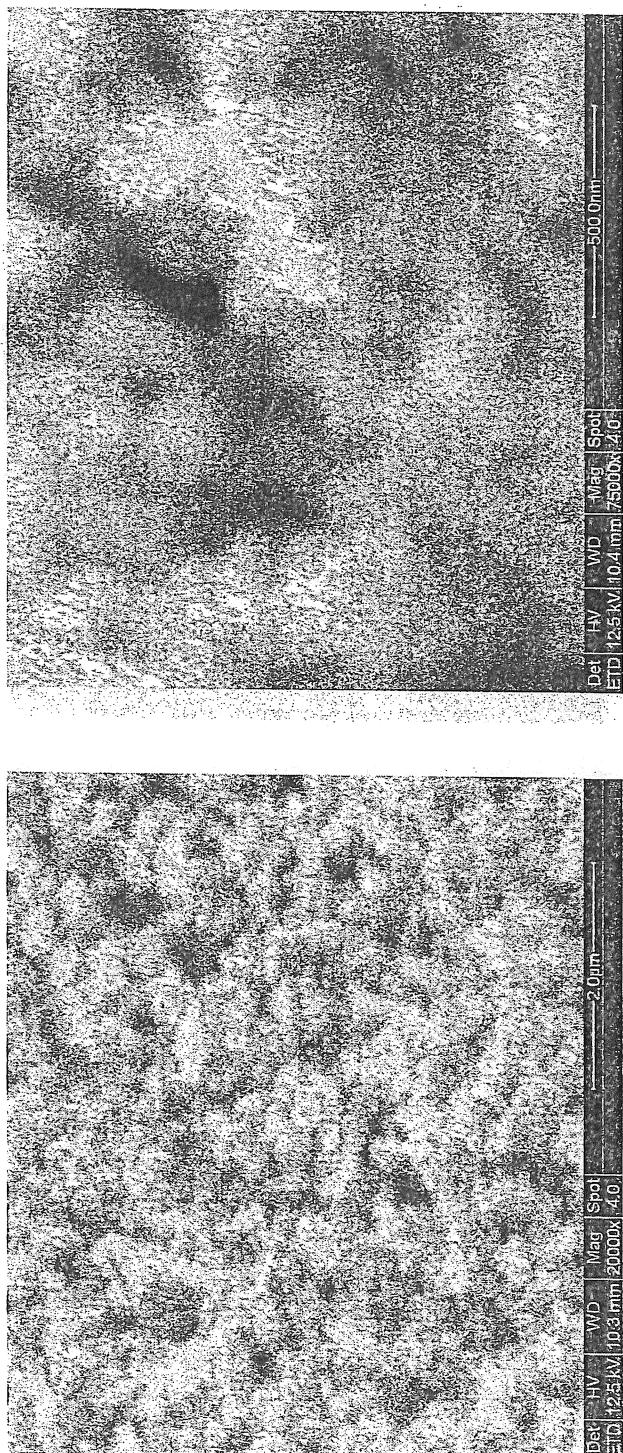
20000X

Fig.8 a) Thử nghiệm 1

Fig.8 b) Thử nghiệm 2

75000X

Det HV WD Mag Spot  
EID 125 kV 104 mm 75000X 4.0  
EID 125 kV 103 mm 75000X 4.0

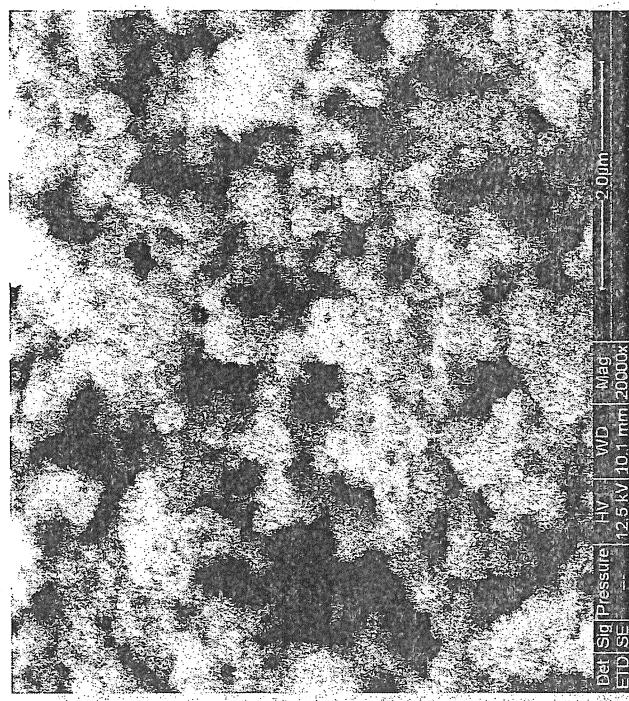


20000X

22983

Fig.8 c) Thủ nghiệm 3

20000X



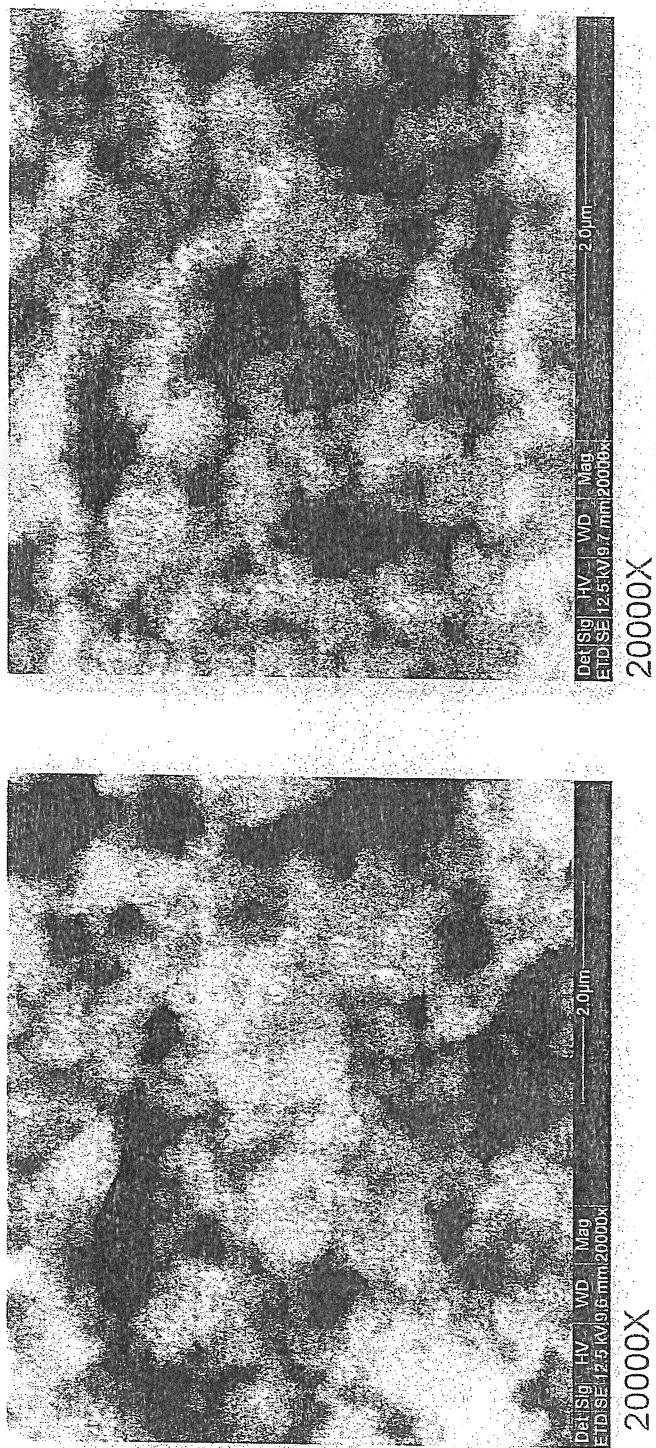


Fig.8 d) Thủ nghiệm 4

Fig.8 e) Thủ nghiệm 5

20000X

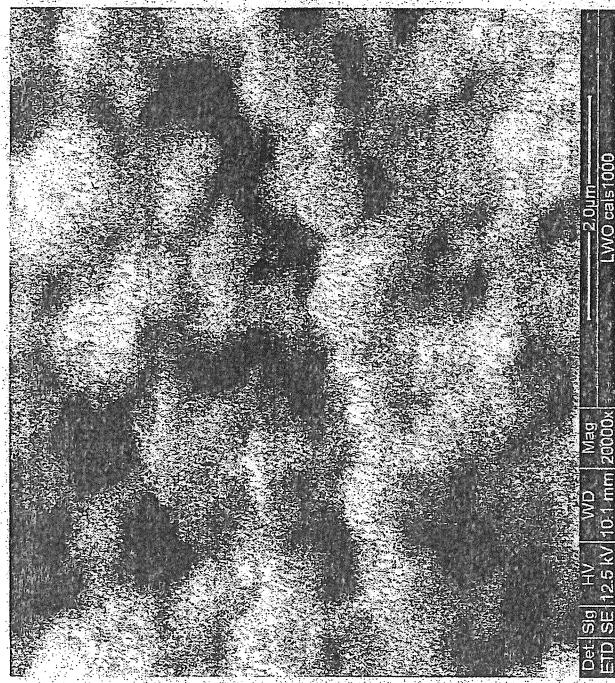


Fig.8 f) Thủ nghiệm 6

20000X

