



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DA ECONOMIA
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº PI 1002753-0

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: PI 1002753-0

(22) Data do Depósito: 27/08/2010

(43) Data da Publicação Nacional: 08/01/2013

(51) Classificação Internacional: B82B 3/00.

(54) Título: PROCESSO DE SÍNTESE DO NANOCOMPÓSITO DE ALUMÍNIO E NANOTUBOS DE CARBONO, NANOCOMPÓSITOS ASSIM OBTIDOS

(73) Titular: UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ, Brasileira. Endereço: Avenida Augusto Correa, nº 1, Guamá, Belém, PA, BRASIL(BR), 66075-900, Brasileira; UNIVERSIDADE DO PORTO (FACULDADE DE ENGENHARIA), Portuguesa. Endereço: Rua Dr. Roberto Frias, s/n 4200-465 - Porto, PORTUGAL(PT), Portuguesa

(72) Inventor: MARCOS ALLAN LEITE DOS REIS; MANUEL FERNANDO GONÇALVES VIEIRA; JORDAN DEL NERO.

Prazo de Validade: 10 (dez) anos contados a partir de 11/05/2021, observadas as condições legais

Expedida em: 11/05/2021

Assinado digitalmente por:

Liane Elizabeth Caldeira Lage

Diretora de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados



“PROCESSO DE SÍNTESE DO NANOCOMPÓSITO DE ALUMÍNIO E NANOTUBOS DE CARBONO, NANOCOMPÓSITOS ASSIM OBTIDOS”.

[001] A presente invenção refere-se ao processo de síntese do nanocompósito de matriz metálica de alumínio e nanotubos de carbono, nanocompósitos obtidos a partir deste processo e seu uso em sensores termo-piezo-resistivos. Este nanocompósito obtido por este processo possui característica intercalar, onde os nanotubos de carbono de paredes múltiplas estão nucleados, revestidos e preenchidos parcialmente por partículas metálicas de alumínio.

[002] O processo de síntese do nanocompósito é realizado através de uma única etapa por arco voltaico a uma tensão elétrica contínua de 20 V e corrente elétrica de 80 A até 120 A, onde o plasma é produzido entre os eletrodos anodo e catodo dentro de uma câmara de aço inox pressurizada de 40 kPa até 133,32 kPa com gás inerte (hélio ou argônio) misturado com gás de hidrocarbonetos ou cetonas, como por exemplo, metano ou propanona. O eletrodo anodo é constituído de uma barra de carbono de alta pureza preenchido com partículas metálicas e o eletrodo catodo é do mesmo metal utilizado no preenchimento do anodo, porém na forma de barra ou disco metálico. O produto resultante deste processo tem propriedades elétricas, preferencialmente, resistência elétrica variável analogicamente em função da temperatura e tensão mecânica.

[003] O documento US20070074601 de titularidade da Korea Advanced Institute of Science and Technology descreve a preparação de um nanocompósito de matriz metálica e nanotubos de carbono através da sua dispersão em solução por ondas de ultrassom de 40 kHz até 60 kHz. Outros processos de preparação de nanocompósitos são descritos na literatura, como por exemplo, por S. R. Dong (Dong, S. R. et al., Materials Science and Engineering, A313:83-87 (2001)), B. Q. Wei (Wei, B. Q. et al., Carbon 37:855-

858 (1999)), e por D. K. Lim (Lim, D. K. et al., *Materials Science and Engineering*, A507:194-199 (2009)), os quais descrevem processos convencionais de síntese e mistura de pós metálicos com nanotubos de carbono para obtenção de nanocompósitos de matriz metálica. Entretanto, estes processos necessitam de no mínimo duas etapas no processo de preparação, isto é, síntese dos nanotubos de carbono e mistura dos pós. A primeira etapa é realizada por ablação a laser, arco voltaico ou deposição química de vapor, e posteriormente, na segunda etapa os nanotubos de carbono são dispersos nos pós por ultrassom, agitação mecânica ou moinho de bolas. Recentemente, A. K. Keshri (Keshri, A. K. et al., *Carbon* 48:431-442 (2010)) publicou o processo de síntese de nanotubos de carbono em pós de óxido de alumínio também realizada através de uma única etapa, porém por deposição química de vapor.

[004] Em comparação com os processos de síntese de nanocompósitos acima descritos, dos quais não apresentam produção de nanotubos de carbono diretamente da matriz metálica por arco voltaico em atmosfera inerte com moléculas orgânicas ricas em carbono, e, além disso, a morfologia dos aglomerados nucleados e intercalados por partículas metálicas, e suas propriedades elétricas, também são características que distinguem o processo, objeto desta invenção, dos demais métodos de produção. Por conseguinte, pode-se usar qualquer metal durante o processo de síntese, seja como catodo ou no preenchimento do anodo, no qual resultará na matriz secundária do produto final.

[005] O nanocompósito de alumínio e nanotubos de carbono, produzido por este processo, apresenta propriedades elétricas singulares, ou seja, a sua resistência elétrica diminui em função do aumento da temperatura e/ou com o aumento de uma tensão mecânica, como por exemplo, uma força de compressão. As características elétricas exibidas por este nanocompósito são

típicas de sensores termo-piezo-resistivos, onde sua resistência elétrica é sensibilizada pela temperatura e pressão, exibindo mudanças de resistência na faixa de $10^3 \Omega$. A relação entre a condutância térmica G_t e a condutância elétrica G_e deste nanocompósito é:

$$G_t = \frac{\pi^2 k_B^2 T}{3e^2} G_e,$$

onde k_B e T são, respectivamente, a constante de Boltzmann e temperatura. Esta fórmula é obtida através da relação entre condutância elétrica quântica de sistemas unidimensionais descrita por Landauer, como os nanotubos de carbono, e a condutância térmica quântica. Isto é, por essa fórmula torna-se evidente a contribuição da temperatura para o aumento da corrente elétrica que atravessa o material, e conseqüentemente, a diminuição da resistência elétrica total, no qual é expressa por:

$$R = \frac{h}{e^2} \left(\frac{L}{l_m} + \frac{L}{l_Q} \right),$$

onde a razão h/e^2 é a resistência elétrica quântica, que é inversamente proporcional a condutância elétrica quântica, L é o comprimento dos nanotubos de carbono, l_m é o meio-caminho livre do espalhamento dos fônons e l_Q é o meio-caminho dos elétrons sob ação do campo elétrico aplicado.

[006] A sensibilidade do nanocompósito à força de compressão é resultado da própria morfologia do material obtida pelo processo de síntese, ou seja, os aglomerados de nanotubos preenchidos, nucleados e intercalados por partículas metálicas, quando sujeitos a uma força de compressão absorvem a energia mecânica aplicada, diminuindo de volume e aumentando o número de canais de condução unidimensionais, desta forma, aumentam a passagem de elétrons pelo material. Este processo ocorre de forma reversível e reprodutível.

[007] Em comparação com sensores disponíveis no mercado, baseados em nanotubos de carbono, os sensores produzidos pelo nanocompósito obtido por este processo pode simultaneamente medir variação de temperatura e pressão, enquanto que os convencionais medem separadamente estas grandezas físicas. Além disso, seus nanotubos de carbono são dispostos linearmente em filme fino e não na forma aglomerada como é obtida pelo nosso processo.

[008] As figuras apresentadas nos desenhos pertinentes a este pedido de patente têm a seguinte relação:

[009] A fig.1 mostra uma imagem de microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução do nanocompósito, onde nanotubos de carbono de paredes múltiplas (1) estão nucleados, preenchidos e intercalados por partículas metálicas (2).

[010] A fig.2 mostra uma imagem de microscopia eletrônica de varredura do nanocompósito, onde é observada a morfologia aglomerada resultante do processo de síntese.

[011] A fig.3 mostra o espectro da composição química do aglomerado obtida por dispersão de raios X, onde as letras C, O, Al e Si são, respectivamente: carbono, oxigênio, alumínio e silício.

[012] A fig.4 mostra o gráfico da característica elétrica do nanocompósito em função da variação da temperatura, onde na ordenada temos a resistência elétrica ($k\Omega$) com a temperatura ($^{\circ}C$) e na abscissa temos o tempo (minutos). Por conseguinte, é observado o decréscimo polinomial da resistência elétrica total do nanocompósito em função do aumento da temperatura. As medidas foram feitas pelo método das duas pontas com multíteste convencional.

[013] A fig.5 mostra o gráfico da característica elétrica do nanocompósito em função da variação da força de compressão aplicada (pressão), onde na ordenada temos a resistência elétrica ($k\Omega$) com a massa (em gramas) utilizada

para gerar a tensão mecânica e na abscissa temos os valores de compressão (kgf/cm²).

[014] Industrialmente, o processo para síntese de nanocompósitos de alumínio e nanotubos de carbono, os materiais obtidos a partir deste e suas propriedades tem potencial aplicabilidade como sensores de temperatura e pressão em geral, como por exemplo, sensores de toque. Além disso, sensores de temperatura que ao serem associados a circuitos eletrônicos pode ser aplicado como fusível térmico.

REIVINDICAÇÕES

1. “Processo de síntese do nanocompósito de alumínio e nanotubos de carbono” é **caracterizado por** uma única etapa de processamento, o qual consiste na produção de arco voltaico de 20 V cuja intensidade de corrente elétrica promovida de 80 A até 120 A produz um plasma entre uma barra de carbono preenchido com partículas metálicas de alumínio que constitui o eletrodo anodo em contato com o eletrodo catodo de alumínio, sob uma atmosfera pressurizada de 40 kPa até 133,32 kPa, com um gás inerte misturado com moléculas orgânicas voláteis baseadas em hidrocarbonetos ou cetonas.
2. “Nanocompósito de alumínio e nanotubos de carbono” obtido conforme a reivindicação 1, **caracterizado** por apresentar morfologia aglomerada de nanotubos de carbono (1) preenchidos, nucleados e intercalados por partículas metálicas (2).
3. “Nanocompósito de alumínio e nanotubos de carbono” de acordo com a reivindicação 2, é **caracterizado** por apresentar nanotubos de carbono do tipo múltiplas paredes e alumínio na composição das partículas que os preenchem, nucleiam e os intercalam.

Fig.1

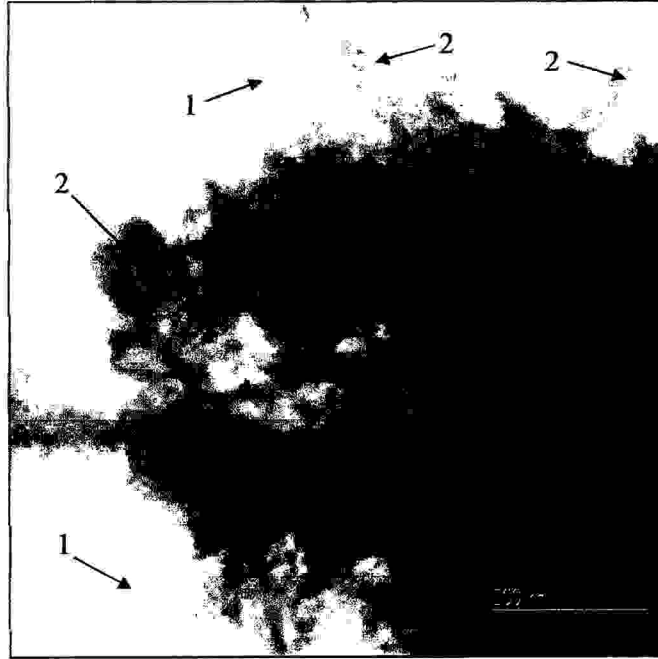


Fig.2

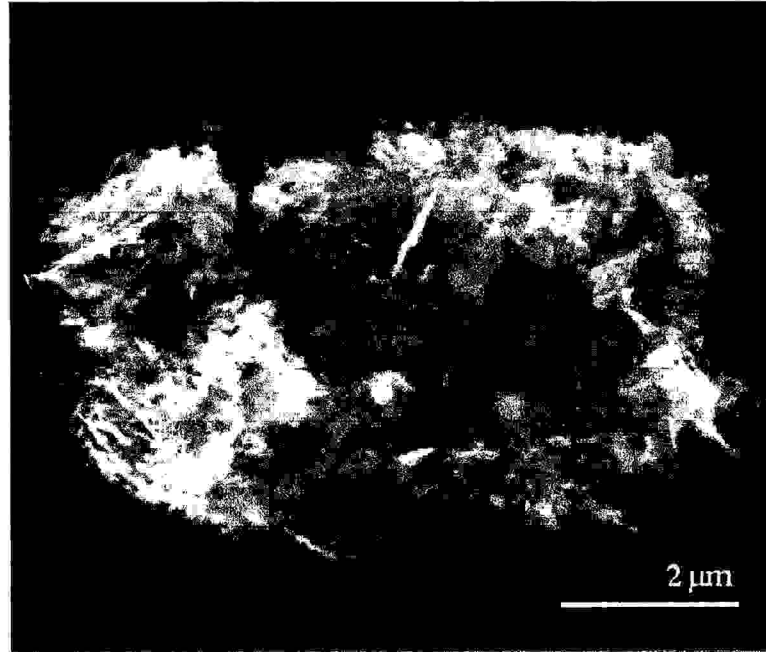


Fig.3

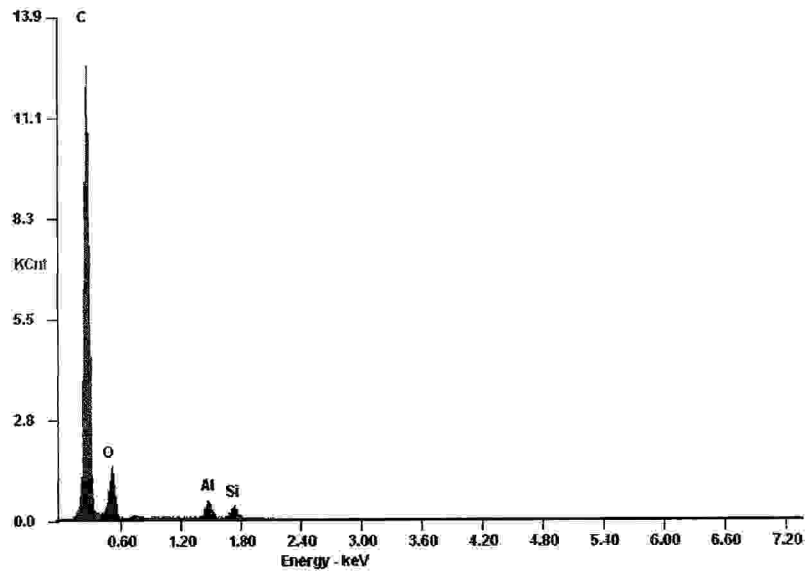


Fig.4

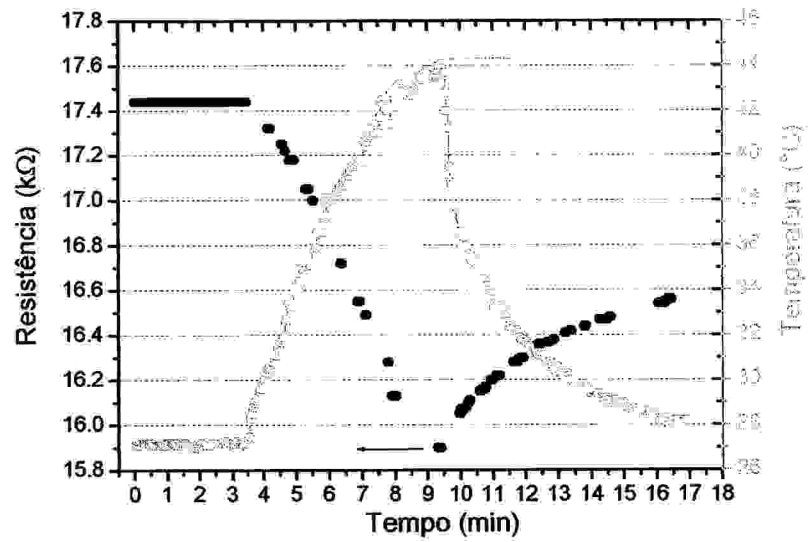


Fig.5

