

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) (21) **PI 0501872-2 A**



(22) Data de Depósito: 13/05/2005
(43) Data de Publicação: **16/01/2007**
(RPI 1880)

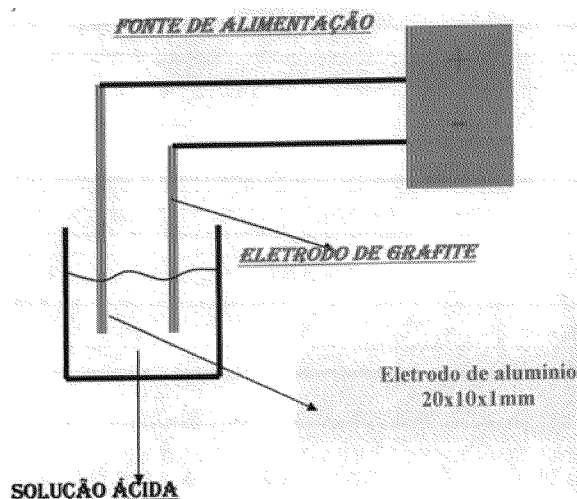
(51) Int. Cl⁷.:
B82B 3/00
C25B 1/00
C01F 7/42

(54) Título: **NOVO PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO POROSO DOPADO COM CARBONO**

(71) Depositante(s): Universidade Federal de Pernambuco
(BR/PE)

(72) Inventor(es): Walter Mendes de Azevedo, Helen Jamil Khoury,
Eronides Felisberto da Silva Junior

(57) Resumo: "NOVO PROCESSO DE PARA PREPARAÇÃO DE OXIDO DE ALUMÍNIO POROSO DOPADO COM CARBONO". Refere-se a presente invenção ao desenvolvimento de uma nova rota de síntese para a produção de oxido de alumínio nano poroso dopado com de carbono. Esta rota permite sintetizar o oxido de alumínio dopado com carbono através do método eletroquímico utilizando como eletrólito um ácido orgânico, que em seguida sofre um tratamento térmico para induzir a degradação da parte orgânica com a subsequente incorporação de carbono no oxido de alumínio poroso. A vantagem desta nova rota de síntese com relação aos métodos tradicionais de síntese de cristais de oxido de alumínio dopado com carbono, consiste no fato de não ser necessário o uso de fornos especiais de altas temperaturas e com gradiente de temperatura controlado, como também a não utilização de atmosfera altamente redutora para permitir a dopagem de carbono na estrutura cristalina dos óxidos de alumínio.



Relatório Descritivo da Patente de Invenção

“Novo processo de para preparação de oxido de alumínio poroso dopado com carbono”

5

10

15

20

25

30

Refere-se a presente invenção ao desenvolvimento de uma nova rota de síntese para a produção de oxido de alumínio nano poroso dopado com carbono. Esta rota utiliza o método eletroquímico em meio aquoso utilizando ácidos orgânicos para sintetizar os óxidos de alumínio nano porosos dopado com carbono com diferentes porosidades e espessuras, sendo um processo que depende do meio químico e do potencial aplicado ao eletrodo. A vantagem adicional desta nova rota de síntese com relação ao método tradicional de crescimento de mono cristais de alumínio dopados com carbono, consiste no fato de não ser necessário o uso de fornos especiais com gradientes bem controlados de temperaturas e/ou o uso de altas temperaturas como requeridas no processo de crescimento dos monos cristais, como também não necessita da utilização de atmosferas altamente redutoras para permitir a dopagem de carbono na estrutura cristalina dos óxidos de alumínio. Sendo assim desenvolvemos um método que pode ser utilizado a baixas temperaturas e atmosfera ambiente que pode ser desenvolvido para produção em larga escala. A idéia fundamental da nossa invenção consiste na decomposição térmica do ânion que foi incorporado no processo de síntese do oxido de alumínio, uma vez que o meio eletrolítico usado na síntese é orgânico, por atração eletrostática estes ânions são atraídos pelo potencial positivo do eletrodo e assim são

incorporado ao oxido formado, quando a amostra é aquecida haverá a decomposição do radical orgânico, e como produto desta decomposição em grande parte, carbono é incorporado a estrutura do oxido de alumínio. O desenvolvimento da nano tecnologia, em grande parte consiste em fabricar estruturas e dispositivos funcionais em escala nano métrica (1 nm equivale a 10^{-9} m) de modo bem-controlado. Isto representa um dos mais difíceis desafios que físicos, químicos e engenheiros de materiais enfrentam hoje em dia em seus laboratórios. O modo para organizar nano elementos em dispositivo de modo que os mesmos desempenhem funcionalidades desejadas usando técnicas de fabricação baratas é essencial do ponto de vista tecnológico. Devido às dimensões pequenas desses nano elementos, um processo auto organizado de baixo para cima freqüentemente provê uma aproximação viável para superar tais desafios tecnológicos. Uma das características importantes do método de auto organização baseia-se na capacidade de formar grandes áreas de estruturas uniformes através de reações de substância química de baixo custo ou usando processos biológicos.

Oxido de alumínio poroso produzido pelo método de oxidação eletroquímica em uma solução ácida apropriada é um material auto organizado que tem estrutura nanométrica em forma de canais de 50 nm de diâmetro e profundidade ou espessura que depende do tempo de oxidação chegando facilmente à ordem de até alguns microns. A estrutura de oxido de alumínio poroso pode ser descrita como um ordenamento de celas colunares, cada uma contendo um poro central na qual o tamanho e intervalo pode ser controlado mudando as

condições de síntese; Os materiais nano organizados que têm canais bem definidos de dimensão uniforme, estimularam interesse considerável da comunidade científica, em parte devido à utilização destes materiais como molde para a fabricação de materiais óticos, magnéticos, semicondutores e partículas metálicas na escala nanométrica. A característica mais importante apresentada por estes materiais, é relação entre diâmetro dos poros e a sua profundidade extremamente difícil de alcançar com técnicas litográficas convencionais.

A síntese das nano estruturas usando o oxido de alumínio como molde consiste basicamente de três passos: (a) polimento eletroquímico da chapa de alumínio em um eletrólito para limpar e preparar a superfície, (b) anodização da superfície polida eletroquimicamente em um solvente adequado com uma fonte de corrente continua para formar o nano filme de alumínio poroso e finalmente (c) eletrodeposição ou síntese química do material de interesse dentro dos poros.

A nossa proposta consiste do desenvolvimento de uma nova técnica de preparação de oxido de alumínio poroso dopado com carbono que não requer fornos de altas temperaturas nem atmosfera especiais para preparação das amostras.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO:

A presente invenção refere-se ao desenvolvimento de uma rota de síntese alternativa para a fabricação de oxido do alumínio poroso com propriedades específicas que poderá ser utilizado em diversas áreas de aplicação tecnológica. Esta

rota permite obter um óxido de alumínio com um alto grau de dopagem de átomos de carbono que é o principal elemento responsável pela criação de defeitos na estrutura do óxido de alumínio. A vantagem adicional apresentada por este novo método é o fato de que no processo da síntese do óxido de alumínio não ser necessário o uso de altas temperaturas e fornos com gradiente de temperatura controlados, como também dispensa o uso de atmosfera de gases altamente redutores com no processo de fabricação de mono cristais de óxido de alumínio. Basicamente o processo consiste como mostra a figura 1 de um processo de oxidação de um eletrodo de alumínio em meio de ácido, onde durante a oxidação que pode durar algumas horas dependendo da espessura do filme desejado o potencial é mantido alto para favorecer a formação da nano estruturas como mostra a figura 2 e estrutura cristalina amorfa como mostra o espectro de raio x na figura 3. A dopagem com os reagentes orgânicos é mostrado na figura 4. Onde temos uma comparação dos resultados espectroscópicos na região do infravermelho da síntese realizada em meio ácido inorgânico figura 4(a) e em meio ácido orgânico figura 4(b), podemos observar a incorporação da parte orgânica do ácido através das absorções no infravermelho na região de 1630 cm^{-1} . Constatamos na figura 4 que o meio reacional é de extrema importância para o processo de emissão de luz do óxido sintetizado, na figura 4(a) vemos que para um óxido sintetizado em meio ácido inorgânico quase nenhuma fluorescência é observada quando a amostra é irradiada com luz no ultravioleta, porém quando o meio de reação é um ácido orgânico observa-se na figura 4(b)

um aumento substancial na fluorescência do oxido. Outro aspecto importante do processo proposto é o tratamento térmico efetuado nos oxido após a síntese, que tem a finalidade de promover a decomposição da parte orgânica e a incorporação gradativa de carbono na estrutura do óxido, este tratamento térmico pode ser feito em atmosfera ambiente ou na presença de gases específicos para que haja maior eficiência no processo de incorporação do carbono na estrutura do oxido. As figuras 4(c) e 4(d) apresentam o resultado do tratamento térmico para dois gases distintos, na figura 4(c) temos o tratamento com um gás inerte e na figura 4(d) com um gás ativo observa-se que após o tratamento térmico, obtemos um aumento nas intensidades de emissão do óxido, porem somente no caso do gás ativo quimicamente obtemos um deslocamento para o azul da banda de emissão, isto significa que para se produzir uma determinada propriedade física é necessário o tratamento com uma atmosfera especifica.

REIVINDICAÇÕES

1 “Novo processo de para preparação de óxido de alumínio poroso dopado com carbono”

5

Reivindicamos o desenvolvimento da nova rota de síntese utilizando a síntese eletroquímica em meio ácido orgânico, com o subsequente tratamento térmico para a preparação de óxido de alumínio nano poroso dopado com carbono.

10

2 “Novo processo de para preparação de óxido de alumínio poroso dopado com carbono”

15

Reivindicamos o desenvolvimento da nova rota de síntese segundo reivindicação 1 para utilização de qualquer ácido orgânico ou meio orgânico ácido.

3 “Novo processo de para preparação de óxido de alumínio poroso dopado com carbono”

20

Reivindicamos o desenvolvimento da nova rota de síntese segundo reivindicação 1, que utilize qualquer atmosfera ativa, ou gases oxidantes para provocar a dopagem com carbono na estrutura do óxido,

4 “Novo processo de para preparação de óxido de alumínio poroso dopado com carbono”

25

Reivindicamos o desenvolvimento da nova rota de síntese segundo reivindicação 1, que utilize qualquer substância química quer no estado líquido, quer no estado sólido ou gasoso com a finalidade de provocar a decomposição da

parte orgânica e a conseqüente dopagem do óxido com carbono.

FIGURAS

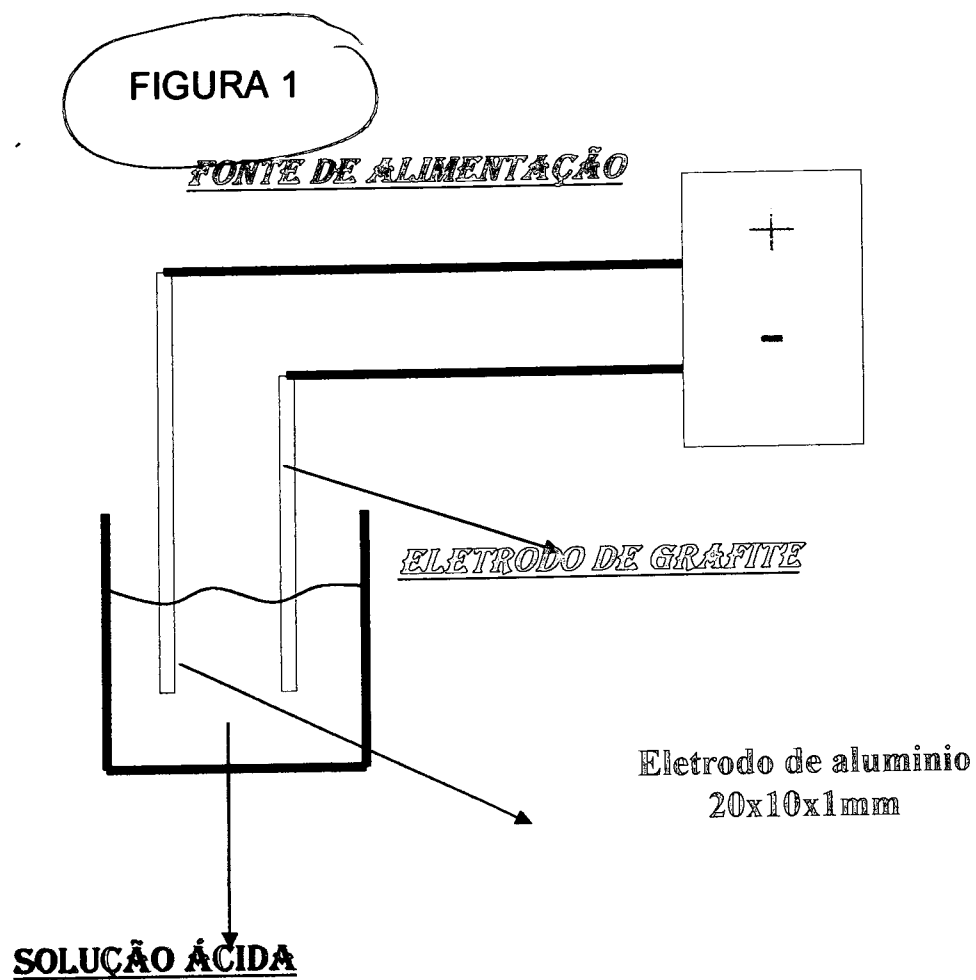


FIGURA 2

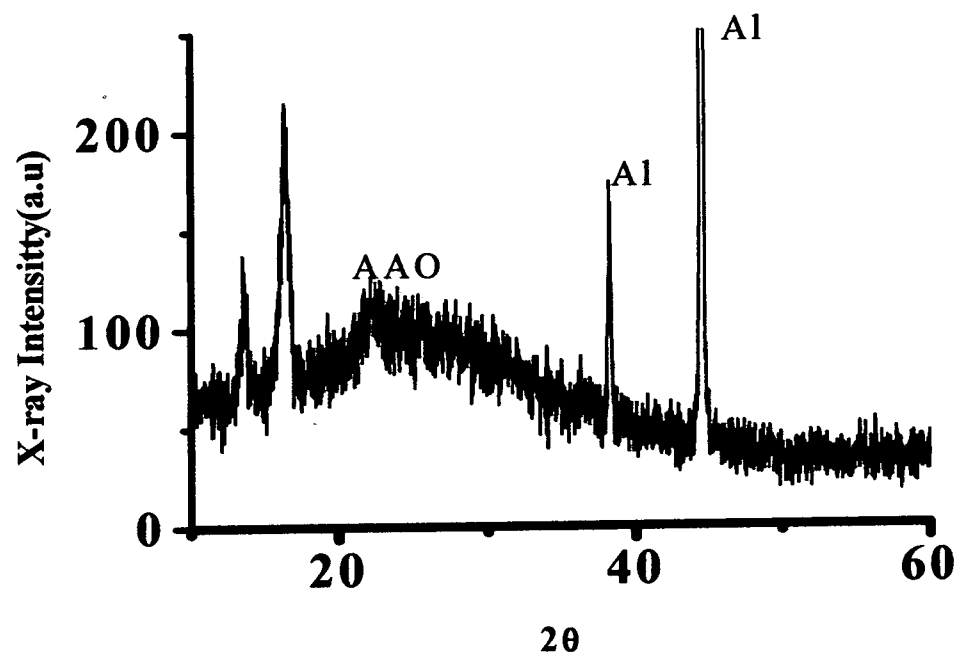


FIGURA 3

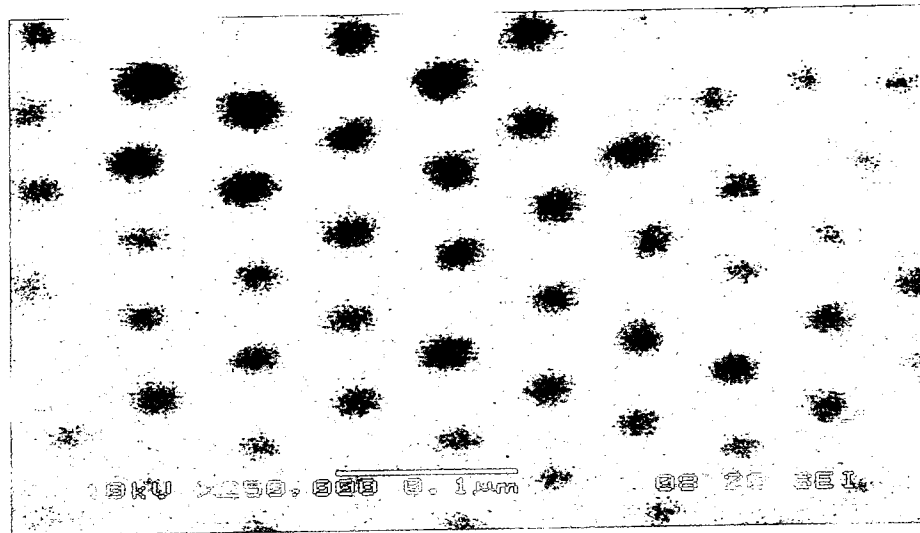


FIGURA 4

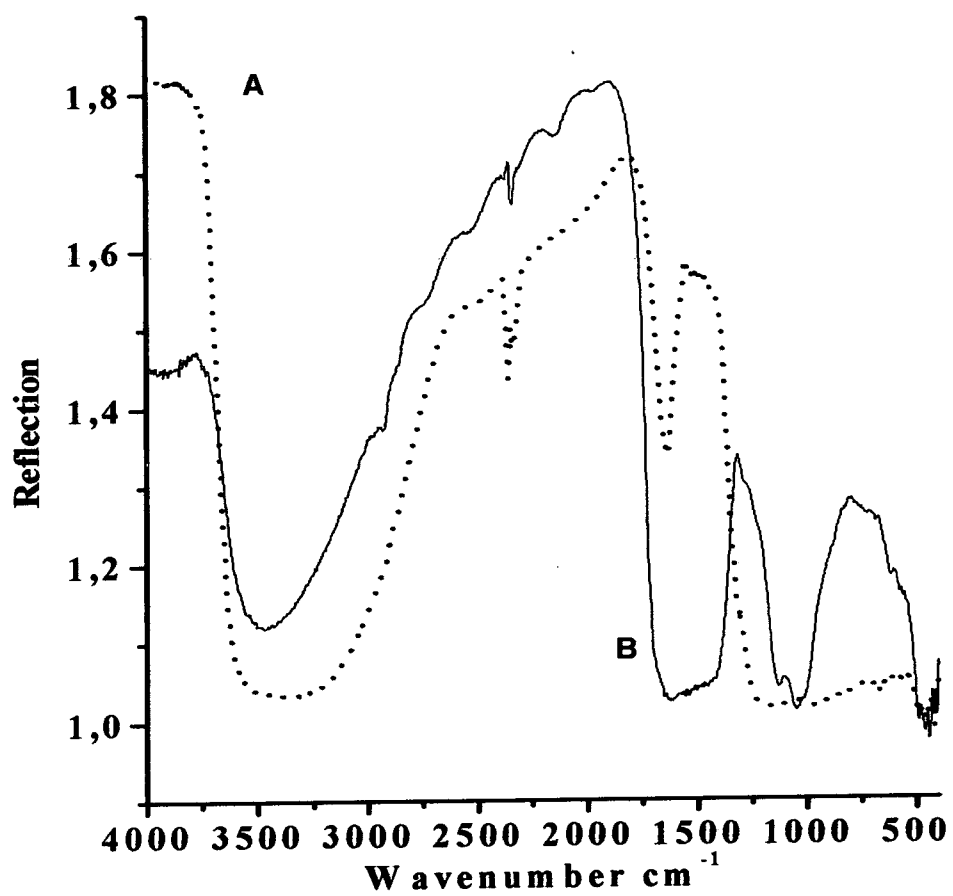
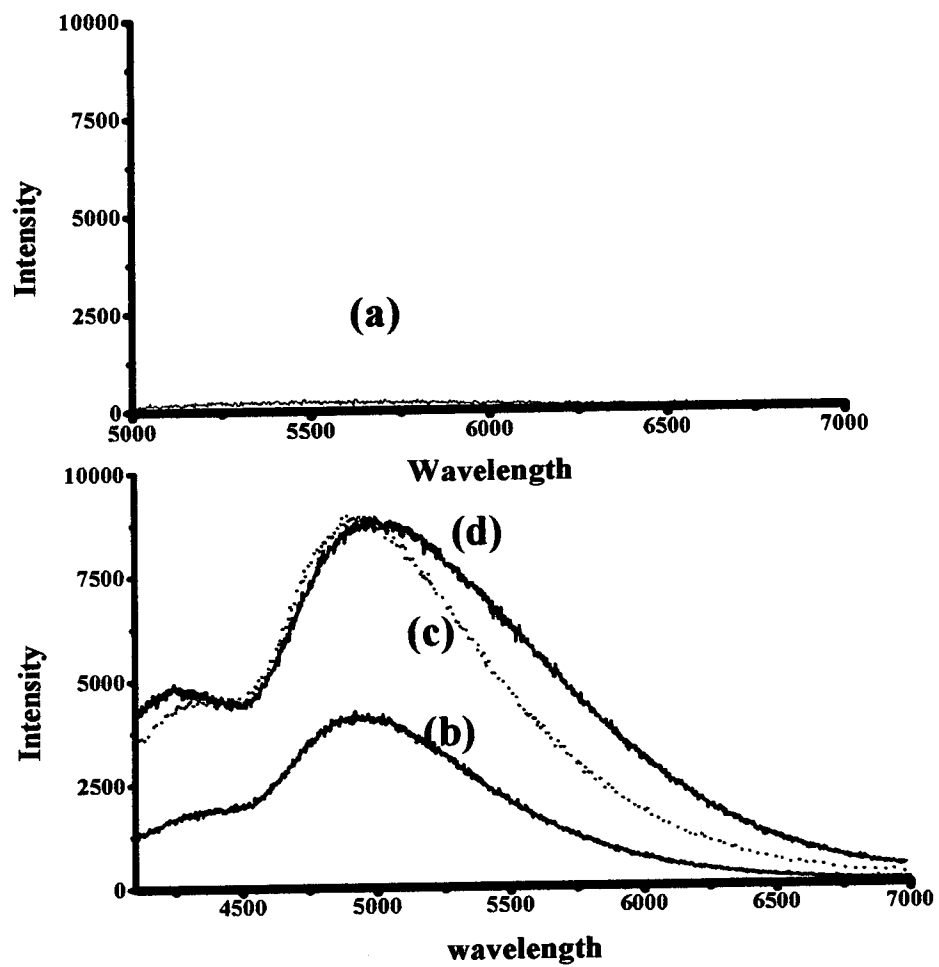


FIGURA 5



RESUMO

**“Novo processo de para preparação de oxido de alumínio
poroso dopado com carbono “**

5

Refere-se a presente invenção ao desenvolvimento de uma nova rota de síntese para a produção de oxido de alumínio nano poroso dopado com de carbono. Esta rota permite sintetizar o oxido de alumínio dopado com carbono através do método eletroquímico utilizando como eletrólito um acido orgânico, que em seguida sofre um tratamento térmico para induzir a degradação da parte orgânica com a subsequente incorporação de carbono no oxido de alumínio poroso.

10

15

A vantagem desta nova rota de síntese com relação aos métodos tradicionais de síntese de cristais de oxido de alumínio dopado com carbono, consiste no fato de não ser necessário o uso de fornos especiais de altas temperaturas e com gradiente de temperatura controlado, como também a não utilização de atmosfera altamente redutora para permitir a dopagem de carbono na estrutura cristalina dos óxidos de alumínio.

20