



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

(21) BR 102012001392-4 A2

(22) Data do Depósito: 20/01/2012

(43) Data da Publicação: 27/03/2018



**(54) Título:** EQUIPAMENTO E PROCESSO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS

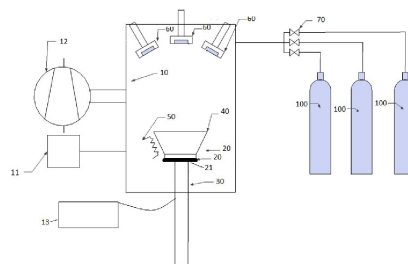
**(51) Int. Cl.:** C23C 14/50; C23C 14/54; C23C 16/458; C23C 16/52

**(52) CPC:** C23C 14/505, C23C 14/541, C23C 14/548, C23C 16/4584, C23C 16/52

**(73) Titular(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

**(72) Inventor(es):** DARIO EBERHARDT; PAULO EMMANUEL DE GRYP DA CUNHA E SILVA JR.; RENATO VITALINO GONÇALVES; JAIRTON DUPONT; ADRIANO FRIEDRICH FEIL; PEDRO MIGOWSKI DA SILVA; SÉRGIO RIBEIRO TEIXEIRA

**(57) Resumo:** RESUMO EQUIPAMENTO E PROCESSO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS É descrito um equipamento para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados que promove a agitação dos suportes dentro da região de evaporação através de um sistema de agitação variável, possibilitando encontrar as frequências de ressonância para cada suporte a ser impregnado e/ou revestido, produzindo um material evaporado extremamente puro e limpo, sem a necessidade das etapas de calcinação e redução química que podem gerar resíduos e contaminantes indesejados no material obtido. Ainda, a é descrito um processo para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados impregnados com qualquer tipo de metal, materiais semicondutores, poliméricos e cerâmicos, que produz catalisadores, cerâmicas metalizadas, cerâmicas magnéticas, suportes magnéticos, suportes metalizados, suportes recobertos com material semicondutor, suportes recobertos com material metálico, suportes recobertos com material bi-metálico, uso de cobertura sobre remédios, substratos com sistemas ainda não utilizados devido às limitações dos processo(...)



## EQUIPAMENTO E PROCESSO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS

### CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção diz respeito a um equipamento e processo para  
5 deposição de materiais pulverizados em suportes particulados. Mais  
especificamente compreende um equipamento que permite a realização de  
processos deposição de materiais metálicos, cerâmicos, poliméricos e  
materiais semicondutores homogeneamente sobre suportes utilizando sistemas  
convencionais de evaporação com controle do percentual depositado na  
10 superfície do suporte a ser usado.

### ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

A busca em obter produtos com o menor custo, sem gerar resíduos,  
mantendo ou melhorando suas propriedades físico-químicas, é constante do  
ponto de vista tecnológico. A tecnologia de revestimento/impregnação de  
15 suportes particulados é uma das áreas que busca não só novos materiais que  
venham atender cada vez melhor a produção de materiais mais leves e mais  
resistentes, mas melhorar cada vez mais as suas interfaces.

A obtenção de novas partículas por novos métodos traz um vasto  
horizonte de possibilidades Existem várias aplicações para materiais em forma  
20 de pó, que vão desde as aplicações estruturais (Alexander A. Golovin, Peter W.  
Voorhees, and Stephen H. Davis, Self-Assembly, Pattern Formation and  
Growth Phenomena in Nano-Systems, Series II: Mathematics, Physics and  
Chemistry – Vol. 216-, p. 123-156), itens alimentares (K. Dhanalakshmi, S.  
Ghosal & S. Bhattacharya, Critical Reviews in Food Science and Nutrition,  
25 Volume 5, 2011), medicamentos (David Morton, Qi Zhou, Li Qu, Ian Larson and  
Peter Stewart, 1st Electron. Conf. Pharm. Sci. 2011, a004:1-6; G. An, Dong  
Ying Ju, Pei Bian, T. Kumazawa, M. Okasabe, Advanced material Science and  
Technology, V -675-677, p. 303-306), entre outros.

Os tratamentos sobre a superfície de materiais particulados apresentam  
30 melhorias no seu desempenho, aumentam sua área de aplicação e fornecem

ao mercado novos materiais a serem aplicados em suas áreas de interesse. (Li, Kang, Ceramic membranes for separation and reaction, British Library Cataloguing in Publication Data, John Wiley & Sons Ltd, The Atrium, Southern Gate, Chichester, 2007).

5 No contexto da nanotecnologia, a síntese de nanopartículas em pó tem atraído uma atenção considerável (Muhammad D. P. , Mian M. N. , Jpak mater soc., 2010, 4(1); M.S. Datta, A. K. Bandyopadhyay and B. Chowdhury, Indian J.Physics-A, 78 (2004)257; K.S. Kumara, H. Van Swygenhoven, S. Suresh, Acta Materialia 51 (2003) 5743–5774). Atualmente a obtenção de suportes  
10 impregnados ou recobertos com outros materiais é realizada, em sua maioria, a partir de processos químicos que utilizam diversas etapas até a obtenção do produto final. Também é realizado o recobrimento por processo físico. Muitos dos suportes utilizados ficam limitados a reações químicas possíveis e muitas vezes de baixa reprodutibilidade e controle, restringindo assim o seu uso. Além  
15 disso, algumas condições físicas agredem, ou até mesmo destroem os suportes, devido à incompatibilidade de diferentes suportes com os meios reacionais utilizados.

A literatura técnica relata alguns dos métodos mais utilizados para a impregnação e recobrimento por meio químico, tal como impregnação, através  
20 de sais de metal, co-precipitação, micro-emulsão, sol-gel, troca iônica (*Ion-Exchange*); *cold spray* que compreende uma tecnologia para formar depósitos mediante pulverização de partículas em substratos em alta velocidade com um fluxo de gás supersônico, *dip coating* que consiste em mergulhar perpendicularmente o substrato dentro da solução contendo o precursor e  
25 depois retirá-lo da mesma, CVD (Chemical Vapor Deposition), deposição eletroquímica, dentre outras.

Os processos de deposição física também abrangem uma vasta área da indústria, sendo os processos mais citados são: spray pirólise, galvanoplastia a fogo, aspersão térmica, evaporação por aquecimento resistivo, DC magnetron  
30 sputtering, RF (radio frequency) magnetron sputtering, electron beam, DVD

(Direct Vapour Deposition), Cryo-melting, dentre outros.

O cuidado com os dejetos industriais originados por revestimentos químicos de eletrodeposição é uma preocupação não só da empresa que realiza, bem como a sociedade que sofre com vazamentos ou mesmo a  
5 irresponsabilidade com o manuseio destes resíduos. Para os processos de deposição física, a geração de resíduos no processo é muito inferior ao químico, a qualidade e a pureza dos materiais é melhor controlada, bem como sua forma e massa. A redução do número de etapas nos processos de deposição física até a obtenção do produto final também é um fator favorável.

10 Dentre todos os métodos descritos, os métodos de por deposição física de vapor são os que possibilitam a deposição de uma maior gama de materiais em praticamente qualquer suporte.

A literatura técnica evidencia essa flexibilidade do emprego deste tipo de metodologia. Foi demonstrado que é possível depositar sobre partículas de  
15 ferro em pó com diâmetro médio de  $2\mu\text{m}$  uma camada de alumínio. ( H. Kersten, P. Schmetz, G.M.W. Kroesen, Surface and coatings Technology 108-109 (1998) 507-512). Estas partículas foram aprisionadas em um plasma de RF e nesta "nuvem" de plasma foi realizada a deposição do alumínio através de magnetron sputtering DC.

20 Foi também demonstrado a deposição sobre suportes através de magnetron sputtering dentro de um barril hexagonal girante (M. Hara a, Y. Hatano , T. Abe , K. Watanabe , T. Naitoh , S. Ikeno , Y. Honda, Journal of Nuclear Materials, 320(2003) p 265-271). Neste modelo foram realizados testes em polímeros (Takayuki Abe, Satoshi Akamaru , Kuniaki Watanabe , Y. Honda,  
25 Journal Alloys and Compunds 402 (2005) 227-232), algumas cerâmicas (Takayuki Abe, Shingo Higashide, Mitsuhiro Inoue, Satoshi Akamaru, Plasma Chem. Plasma Process (2007) 27:799-811), suportes para catalisadores (Mitsuhiro Inoue, Toshiharu Nishimura, Satoshi Akamaru, Akira Taguchi, Minoru Umeda, Takayuki Abe, Eletrochimica Acta 54 (2009) 4764-4771), em células à

combustível (Arrelaine A. Dameron, Tim S. Olson, Steven T. Christensen, Jennifer E. Leisch, Katherine E. Hurst, Svitlana Pylypenko, Justin B. Bult, David S. Ginley, Ryan P. O'Hayre, Huyen N. Dinh, and Thomas Gennett, ACS Catalysis (2011) 1307- 1315) e em peças metálicas (Akira Taguchi, Tomohito  
5 Kitami, Satoshi Akamaru, Takayuki Abe, Surface Coatings Technology- 201 (2007) 9512-9517).

Entretanto, os métodos descritos até o presente momento se limitam a utilização de somente um tipo de deposição física. Por exemplo, a deposição no barril hexagonal, não permite o uso de outras técnicas de evaporação, tais  
10 como electron beam, CVD, resistivo, dentre outros. Além de ser um processo fechado, onde não é possível alocá-lo em outros equipamentos de evaporação.

Dessa forma, é objeto da presente invenção um equipamento que permite a realização de processos deposição de materiais metálicos, cerâmicos, poliméricos e materiais semicondutores homoganeamente sobre  
15 suportes particulados, utilizando sistemas convencionais de evaporação, com controle do percentual depositado na superfície do suporte a ser usado, possibilitando o uso da maioria dos processos físicos de deposição, dito processo que se diferencia do processo utilizado por deposição física de barril hexagonal em função de prover agitação e pela possibilidade de utilizar outros  
20 tipos de métodos de evaporação.

## **SUMÁRIO**

A presente invenção provê um equipamento para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados que promove a agitação dos suportes dentro da região de evaporação através de um sistema de agitação variável,  
25 possibilitando encontrar as frequências de ressonância para cada suporte a ser impregnado e/ou revestido.

A invenção provê um equipamento para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados que produz um material evaporado extremamente puro e limpo, sem a necessidade das etapas de calcinação e  
30 redução química que podem gerar resíduos e contaminantes indesejados no

material obtido.

A invenção provê um equipamento para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados de fácil instalação, para o uso em câmaras de evaporação já existentes, trabalha com gerador de frequências  
5 adequado aos materiais e recipientes a serem usados para transportar o suporte, e possibilita a redução de passos para a obtenção do produto final.

A invenção provê um processo para obtenção de materiais particulados impregnados com qualquer tipo de metal, materiais semicondutores, poliméricos e cerâmicos, que permite uma deposição por igual em toda a  
10 superfície do particulado.

A presente invenção provê um equipamento para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados dotado de um recipiente que possui conector magnético de fácil acoplagem e de simples transporte na câmara de evaporação.

15 A presente invenção provê um equipamento para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados dotado de um eixo móvel que possibilita a regulagem de altura do recipiente até os evaporadores.

A presente invenção provê um processo para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados impregnados com qualquer tipo de  
20 metal, materiais semicondutores, poliméricos e cerâmicos, que produz catalisadores, cerâmicas metalizadas, cerâmicas magnéticas, suportes magnéticos, suportes metalizados, suportes recobertos com material semicondutor, suportes recobertos com material metálico, suportes recobertos com material bi-metálico, uso de cobertura sobre remédios, substratos com  
25 sistemas ainda não utilizados devido às limitações dos processos anteriores e outros processos ainda não utilizados nos processos convencionais.

A presente invenção provê um processo para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados que permite a deposição sobre líquidos que possuem baixa pressão de vapor e que não evaporam com a pressão de  
30 base desejável para a deposição.

A presente invenção provê um processo para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados que apresenta grande potencial industrial ao eliminar os processos de impregnação e calcinação.

5 A presente invenção provê um processo para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados que possibilita nitretar peças de quaisquer formatos, permitindo uma nitretação por igual na superfície da peça.

#### **BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS**

A figura 1 apresenta uma representação esquemática do equipamento para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados.

10 A figura 2 apresenta as imagens do microscópio de transmissão da deposição de ouro sobre alumina, onde (a) apresenta partículas de tamanho médio de 15nm e (b) apresenta partículas com tamanho médio de 7nm, com alterações nos parâmetros de deposição.

15 A figura 3 mostra imagens do microscópio de varredura eletrônica (MEV) da deposição de cobre sobre alumina, analisada por mapeamento químico, onde (a) apresenta o mapeamento químico de cobre sobre o suporte e (b) apresenta a imagem do MEV do substrato observado.

20 A figura 4 mostra a comparação entre o catalisador produzido pelo processo e equipamento objeto da presente invenção e um catalisador comercial produzido pela empresa Degussa para a reação de hidrogenação de cicloexeno realizada a 6 bar de pressão de H<sub>2</sub> e 75°C de temperatura e pressão.

#### **DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO**

Para fins da presente invenção, os seguintes termos são conceituados:

25 a) Nanopartículas - objetos com tamanho na escala nanométrica, podendo ser selecionados dentre nanotubos, nanoporos, nanofios, nanopartículas e nanopilares ou similares, tendo ao menos uma dimensão variando de 0,5 a 200 nm;

30 b) Suporte – material que pode apresentar elevada área superficial, pode ou não ser ativo aos efeitos do material evaporado e serve como sólido que

permite que as reações químicas aconteçam, podendo ser cerâmico, polímero, metal, carbono, etc;

c) Materiais pulverizados – são todos os materiais que são usados nos modelos de evaporação física e por CVD, tal como os metais, cerâmicos, 5 poliméricos e os semicondutores.

Conforme apresentado na figura 1, o equipamento para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados, objeto da presente invenção, compreende uma câmara de evaporação (10) hermeticamente fechada, de forma a garantir a pureza do processo, dita câmara de evaporação (10) que 10 apresenta na base um sistema de agitação (20) suportado por um eixo móvel (30).

Sobre o sistema de agitação (20) é disposto um recipiente de tratamento (40) para disposição do particulado, e um sistema de aquecimento (50) que provê temperatura de até 300°C no suporte depositado no recipiente de 15 tratamento (40).

O sistema de agitação (20) é responsável por gerar oscilações no recipiente de tratamento (40), dito sistema de agitação (20) podendo ser mecânico, eletromagnético ou pneumático.

Na região superior da câmara de evaporação (10) são dispostos 20 evaporadores (60) de evaporação física.

A câmara de evaporação (10) apresenta válvulas de admissão de gases (70) controlada por controladores de vazão, ditas válvulas de admissão de gases (70) que controlam a entrada percentual de cada gás (100) inerte ou reativo à evaporação.

25 Os controladores de vazão podem apresentar selo de segurança para ultra-alto vácuo.

A câmara de evaporação (10) apresenta sensores de pressão interna e controle de vácuo (11) e um sistema de vácuo (12).

O sistema de agitação (20) funciona pela ressonância das partículas 30 através da propagação de ondas mecânicas originadas por um gerador de



freqüência (13).

A geração da onda mecânica será proporcional ao recipiente de tratamento (40) onde o particulado está disposto para a deposição física; o recipiente (40) varia de acordo com a quantidade e as características dos  
5 suportes a serem usados.

A freqüência de oscilação do recipiente de tratamento (40) está vinculada com a freqüência de oscilação ressonante do suporte particulado.

As freqüências de trabalho do recipiente de tratamento (40) preferentemente estão entre 7Hz a 1kHz, com a possibilidade de realizar  
10 sistemas com onda portadora e modeladora, de acordo com o material particulado a ser usado.

Para a oscilação estar em condições de revolucionar o suporte eficientemente, é usado um gerador de função (não representado) assistido por computador dotado de um programa que provê uma variação abrupta na  
15 freqüência de trabalho, revolvendo o pó para posições extremas do recipiente de tratamento (40). A variação abrupta só é possível com um amplificador operacional de tensão e corrente variável, que atenda as freqüências geradas pelo programa.

O recipiente de tratamento (40) pode ter a forma de elipsóide concêntrico,  
20 que permite a revolução total das partículas para as oscilações de acordo com a freqüência emitida, ou a forma de um cone, conforme apresentado na figura 1, dito recipiente de d tratamento (40) podendo ser de vidro, metal, cerâmico ou polimérico.

O eixo móvel (30) possibilita a regulagem de altura do recipiente de  
25 tratamento (40) até os evaporadores (60), permitindo o translado do recipiente (40) sempre no mesmo nível, garantindo a segurança do translado. O movimento do eixo móvel (30) permite ajustar a altura de evaporação e também a retirada do recipiente de tratamento (40).

Sobre o sistema de agitação (20) é disposta uma mesa oscilatória (21)  
30 que trabalha sob e sobre molas ajustáveis para cada recipiente de tratamento

(40) a ser usado. As molas permitem que o sistema "flutue", não exigindo uma energia maior para oscilar o sistema. Com potências da ordem de uma dezena de Watts já permitem uma oscilação superior a necessário para uma boa agitação das partículas.

5 O processo para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados impregnados com qualquer tipo de metal, materiais semicondutores, poliméricos e cerâmicos, objeto da presente invenção, provê o recobrimento de suportes por sistemas de evaporadores físicos e CVD (Chemical Vapor Deposition), ao contrário dos processos convencionais de  
10 deposição química utilizados atualmente pela indústria.

Conforme apresentado na figura 5, o processo para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados compreende em uma primeira etapa a escolha do material a ser evaporado e do tipo de suporte a ser usado.

15 A seguir, é determinada a taxa de evaporação de acordo com as condições de cada produto, onde a escolha da taxa de evaporação está relacionada com o tamanho médio das partículas e o tempo de evaporação para o recobrimento total ou parcial do suporte.

Uma terceira etapa prevê a determinação da distância do recipiente de tratamento (40) ao evaporador (60) em função da taxa de evaporação definida.

20 Em uma etapa seguinte, é definida a frequência adequada de trabalho que está relacionada com o tipo de suporte e o recipiente de tratamento (40) a ser usado para sustentar o pó durante o processo de deposição.

A seguir, é realizada a evacuação da câmara de evaporação (10) que pode ser mediante processo lento no regime turbulento, garantido assim a não  
25 diferença de pressão abrupta sobre o pó e provendo uma desaeração sem agredir o suporte, ou mediante processo turbulento em uma antecâmara, garantindo assim a limpeza da câmara de evaporação (10).

Opcionalmente, no processo turbulento, pode ser realizado conjuntamente o processo de aquecimento do suporte.

30 A evacuação para o regime molecular, se necessário, é realizada

posteriormente ao processo turbulento.

Iniciado o processo de evaporação, com a escolha do material a ser evaporado e os gases que podem ser usados na evaporação.

Os materiais a serem evaporados podem ser selecionados dentre

5 Titânio (Ti), Zircônio (Zr), Vanádio (V), Nióbio (Nb), Tântalo (Ta), Háfnio (Hf), Cromo (Cr), Molibdênio (Mo), Tungstênio (W), Ferro (Fe), Cobalto (Co), Níquel (Ni), Cobre (Cu), Cério (Ce), Prata (Ag), Alumínio (Al), Manganês (Mn), Zinco (Zn), Rutênio (Ru), Ródio (Rh), Paládio (Pd), Cádmi (Cd), Índio (In), Estanho (Sn), Antimônio (Sb), Rênio (Re), Iridio (Ir), Platina (Pt), Ouro (Au), Gálio (Ga),

10 Germânio (Ge), Arsênio (As), Selênio (Se), Silício (Si), Carbono (C), Ítrio (Y), Lântanio (La), Bário (Ba), Dióxido de Silício ( $\text{SiO}_2$ ), Óxido de Háfnio(IV)  $\text{HfO}_2$ , Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), Óxido de Estanho(IV) ( $\text{SnO}_2$ ), Estrôncio (Sr), Óxido de Índio (III) ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ), Óxido de Estrôncio (SrO), Nitreto de Alumínio (AlN), Rutarato de Estrôncio ( $\text{SrRuO}_3$ ), óxido de estanho (IV) dopado com índio (ITO), Titanato de

15 Estrôncio ( $\text{SrTiO}_3$ ), Óxido de Lantânio (III) ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ), Boro (B), Hexaboreto de Lantânio ( $\text{LaB}_6$ ), Óxido de Tântalo (V)  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , Carbetto de Boro ( $\text{B}_4\text{C}$ ), Trifluoreto de Lantânio ( $\text{LaF}_3$ ), Carbetto de Tântalo (TAC), Fluoreto de Lítio (LiF), Nitreto de Tântalo (III) TaN, Óxido de Bário (BaO), Magnésio (Mg), Siliceto de Tântalo ( $\text{TaSi}_2$ ), Titanato de Bário e Estrôncio  $\text{BaSrTiO}_3$ , Boreto de Magnésio  $\text{MgB}_2$ ,

20 Tértio (Tb), Titanato de Bário ( $\text{BaTiO}_3$ ), Fluoreto de Magnésio ( $\text{MgF}_2$ ), Bismuto (Bi), Óxido de Magnésio (MgO), Óxido de Bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), Óxido de Titânio (III) ( $\text{Ti}_2\text{O}_3$ ), Titanato de Bismuto ( $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ), Diboreto de Titânio ( $\text{TiB}_2$ ), Ferrato de Bismuto ( $\text{BiFeO}_3$ ), Carbetto de Titânio (TiC), Nitreto de Boro (BN), Carbetto de Molibdênio ( $\text{Mo}_2\text{C}$ ), Nitreto de Titânio (TiN), Sulfeto de Molibdênio (IV) ( $\text{MoS}_2$ ),

25 Seleneto de Cádmi (CdSe), Sulfeto de Cádmi (CdS), Telureto de Cádmi (CdTe), Óxido de Titânio (II) (TiO), Dióxido de Titânio ( $\text{TiO}_2$ ), Cálcio (Ca), Siliceto de Molibdênio ( $\text{MoSi}_2$ ), Fluoreto de Cálcio ( $\text{CaF}_2$ ), Siliceto de Titânio ( $\text{TiSi}_2$ ), Óxido de Cálcio (CaO), Nitreto de Nióbio (NbN), Cádmi (Cd), Carbetto de Nióbio (NbC), Óxido de Vanádio (III) ( $\text{V}_2\text{O}_3$ ), Óxido de Cério (IV) ( $\text{CeO}_2$ ),

30 Óxido de Cério (II) (CeO), Nióbia ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ), Óxido de Vanádio (IV) ( $\text{V}_2\text{O}_5$ ),

Nitreto de Vanádio (VN), Dióxido de Vanádio (VO<sub>2</sub>), Pentóxido de Vanádio (VO<sub>5</sub>), Sulfeto de Níquel (NiS), Carbeto de Tungstênio (WC), Boreto de Cobalto e Ferro (CoFeB), Ósmio (Os), Óxido de Tungstênio (VI) WO<sub>3</sub>, Chumbo (Pb), Siliceto de Tungstênio (WSi<sub>2</sub>), Fluoreto de Chumbo (II) (PbF<sub>2</sub>), Óxido de

5 Chumbo (II) (PbO), Óxido de Cromo (III) (Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), Telureto de Chumbo (PbTe), Seleneto de Chumbo (PbSe), Sulfeto de Chumbo (PbS), Óxido de Ítrio (III) (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), Carbeto de Cromo (Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>), Titanato de Chumbo (PbTiO<sub>3</sub>), Óxido de Ítrio Bário e Cobre (YBCO), Siliceto de Cromo (CrSi<sub>2</sub>), Zirconato de Chumbo (PbZrO<sub>3</sub>), Óxido de Magnésio e Zinco (ZnMgO<sub>2</sub>), Óxido de Cobre (II) (CuO),

10 Óxido de Cobre (I) (Cu<sub>2</sub>O), Praseodímio (Pr), Óxido de Zinco (ZnO), Európio (Er), Óxido de Ferro (III) Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Magnetita (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), Óxido de Ferro (II) (FeO), Antimônio (Sb), Sulfeto de Zinco (ZnS), Selênio (Se), Óxido de Gálio (III) Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Seleneto de Zinco (ZnSe), Telureto de Zinco (ZnTe), Nitreto de Gálio (GaN), Nitreto de Silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>), Gadolínio (Gd), Carbeto de Silício (SiC),

15 Zircônio (Zr), Boreto de Zircônio (ZrB<sub>2</sub>), Carbeto de Zircônio (ZrC), Óxido de Germânio (IV) GeO<sub>2</sub>, Óxido de Silício (II) SiO, Óxido de Zircônio (IV) ZrO<sub>2</sub>, poli-fluoreto de vinila (PVF), poli-fluoreto de vinilideno (PVDF), politetrafluoroetileno (PTFE), poli-clorotrifluoroetileno (PCTFE), Resina de polímero perfluoroalcóxico (PFA), poli-co-hexafluoropropileno tetrafluoroetileno (FEP), poli-co-etilenotetrafluoroetileno (ETFE), poli-co-clorotrifluoroetileno-etileno (ECTFE), Poliéterperfluorado (PFPE), polifluorenos, polifenilenos, polipirenos, poliazulenos, polinaftalenos, poliacetilenos, polifenileno vinileno, polipirróis, policarbazolas, polindolas, poliazepinas, politiofenos (PT), poli(3,4-etilenodioxítiofeno) (PEDOT), poli(p-sulfeto de fenileno) (PPS), polietileno (PE),

25 polipropileno (PP), polimetilpenteno (PMP), polibuteno-1 (PB-1), Polisobutileno (PIB), Poliacido glicólico (PGA), Polietilenotereftalato (PET), Policaprolactona (PCL), polianidridos, Silicones, Poliamidas

Preferentemente, são utilizados materiais e gases de grau de pureza estabelecido, garantindo a qualidade do material.

30 Os materiais a serem evaporados podem ser depositados ou co-

depositados na forma de ligas ou misturados entre si.

Por fim, o produto é retirado da câmara de evaporação (10) diretamente no ambiente ou em uma antecâmara e posterior câmara de luvas, de forma a proteger, se necessário, a pureza e qualidade do produto.

- 5 Opcionalmente, é prevista uma antecâmara e uma câmara de luvas para materiais oxidantes ou tóxicos para prover a inserção do suporte no interior da câmara de evaporação (10).

**REIVINDICAÇÕES**

1. EQUIPAMENTO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS caracterizado por compreender:
  - 5 a) uma câmara de evaporação (10) hermeticamente fechada dotada de válvulas de admissão de gases (70) controlada por controladores de vazão, sensores de pressão interna e controle de vácuo (11) e um sistema de vácuo (12);
  - 10 b) um sistema de agitação (20) suportado por um eixo móvel (30) disposto na base da câmara de evaporação (10), dito sistema de agitação (20) que funciona pela ressonância das partículas através da propagação de ondas mecânicas originadas por um gerador de frequência (13);
  - c) uma mesa oscilatória (21) disposta sobre o sistema de agitação (20), dita mesa oscilatória (21) que trabalha sob e sobre molas ajustáveis;
  - 15 d) um recipiente de tratamento (40) disposto sobre o sistema de agitação (20);
  - e) um sistema de aquecimento (50) do recipiente de tratamento (40);
  - f) evaporadores (60) de evaporação física na região superior da câmara de evaporação (10);
  - 20 g) um gerador de função (não representado) assistido por computador dotado de um programa que provê uma variação abrupta na frequência de trabalho através de um amplificador operacional de tensão e corrente variável.
- 25 2. EQUIPAMENTO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato do sistema de agitação (20) ser mecânico, eletromagnético ou pneumático.
3. EQUIPAMENTO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS, de acordo com a reivindicação 1,

caracterizado pelo fato das frequências de trabalho do recipiente de tratamento (40) preferentemente se situarem entre 7Hz a 1kHz.

4. EQUIPAMENTO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato do recipiente de tratamento (40) ter a forma de elipsóide concêntrico.

5. EQUIPAMENTO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato do recipiente de tratamento (40) ter a forma de um cone.

6. EQUIPAMENTO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de opcionalmente ser prevista uma antecâmara e uma câmara de luvas anterior à câmara de evaporação (10).

7. PROCESSO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS, caracterizado por compreender as etapas de:

a) escolha do material a ser evaporado;

b) escolha do tipo de suporte a ser usado;

c) determinação da taxa de evaporação relacionada com o tamanho médio das partículas e o tempo de evaporação para o recobrimento total ou parcial do suporte;

d) determinação da distância do recipiente de tratamento (40) ao evaporador (60) em função da taxa de evaporação definida;

e) definição da frequência de trabalho;

f) evacuação da câmara de evaporação (10);

g) iniciado o processo de evaporação com a escolha do material a ser evaporado e dos gases;

h) retirada do produto da câmara de evaporação (10).

8. PROCESSO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM

SUPORTES PARTICULADOS, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato da evacuação da câmara de evaporação (10) ser realizada mediante processo lento no regime turbulento.

5 9. PROCESSO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato da evacuação da câmara de evaporação (10) ser realizada em processo turbulento em uma antecâmara.

10 10. PROCESSO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato da evacuação para o regime molecular, se necessário, ser realizada posteriormente ao processo turbulento.

15 11. PROCESSO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato dos materiais a serem evaporados serem selecionados dentre Titânio (Ti), Zircônio (Zr), Vanádio (V), Nióbio (Nb), Tântalo (Ta), Háfênio (Hf), Cromo (Cr), Molibdênio (Mo), Tungstênio (W), Ferro (Fe), Cobalto (Co), Níquel (Ni), Cobre (Cu), Cério (Ce), Prata (Ag), Alumínio (Al), Manganês (Mn), Zinco (Zn), Rutênio (Ru), Ródio (Rh), Paládio (Pd), Cádmio (Cd), Índio (In), Estanho (Sn), Antimônio (Sb), Rênio (Re), Irídio (Ir), Platina (Pt), Ouro (Au), Gálio (Ga), Germânio (Ge), Arsênio (As), Selênio (Se), Silício (Si), Carbono (C), Ítrio (Y), Lântanio (La), Bário (Ba), Dióxido de Silício (SiO<sub>2</sub>), Óxido de Háfênio(IV) HfO<sub>2</sub>, Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), Óxido de Estanho(IV) (SnO<sub>2</sub>), Estrôncio (Sr), Óxido de Índio (III) (In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), Óxido de Estrôncio (SrO), Nitreto de Alumínio (AlN), Rutanato de Strôncio (SrRuO<sub>3</sub>), óxido de estanho (IV) dopado com índio (ITO), Titanato de Estrôncio (SrTiO<sub>3</sub>), Óxido de Lantânio (III) (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), Boro (B), Hexaboreto de Lantânio (LaB<sub>6</sub>), Óxido de Tântalo (V) Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Carbeto de Boro (B<sub>4</sub>C), Trifluoreto de Lantânio (LaF<sub>3</sub>), Carbeto de Tântalo (TAC), Fluoreto de Lítio (LiF), Nitreto de Tântalo (III) TaN, Óxido de Bário (BaO), Magnésio (MG),  
25 30 Siliceto de Tântalo (TaSi<sub>2</sub>), Titanato de Bário e Estrôncio BaSrTiO<sub>3</sub>, Boreto

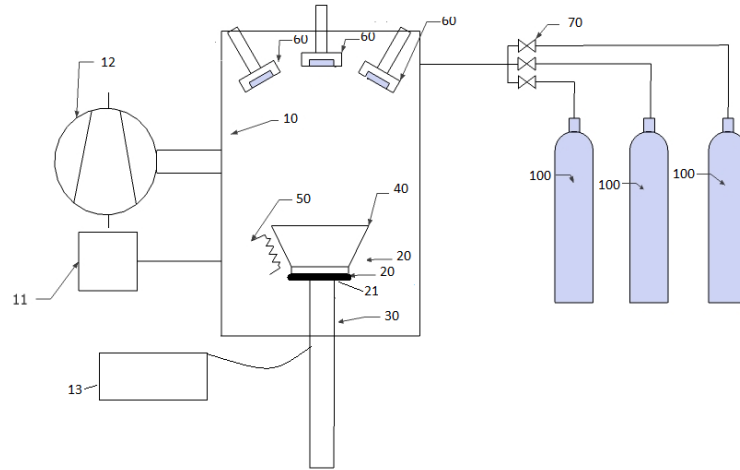


de Magnésio  $MgB_2$ , Tértbio (Tb), Titanato de Bário ( $BaTiO_3$ ), Fluoreto de Magnésio ( $MgF_2$ ), Bismuto (Bi), Óxido de Magnésio ( $MgO$ ), Óxido de Bismuto ( $Bi_2O_3$ ), Óxido de Titânio (III) ( $Ti_2O_3$ ), Titanato de Bismuto ( $Bi_4Ti_3O_{12}$ ), Diboreto de Titânio ( $TiB_2$ ), Ferrato de Bismuto ( $BiFeO_3$ ),  
5 Carbeto de Titânio (TiC), Nitreto de Boro (BN), Carbeto de Molibdênio ( $Mo_2C$ ), Nitreto de Titânio (TiN), Sulfeto de Molibdênio (IV) ( $MoS_2$ ), Seleneto de Cádmio (CdSe), Sulfeto de Cádmio (CdS), Telureto de Cádmio (CdTe), Óxido de Titânio (II) (TiO), Dióxido de Titânio ( $TiO_2$ ), Cálcio (Ca), Siliceto de Molibdênio ( $MoSi_2$ ), Fluoreto de Cálcio ( $CaF_2$ ),  
10 Siliceto de Titânio ( $TiSi_2$ ), Óxido de Cálcio (CaO), Nitreto de Nióbio (NbN), Cádmio (Cd), Carbeto de Nióbio (NbC), Óxido de Vanádio (III) ( $V_2O_3$ ), Óxido de Cério (IV) ( $CeO_2$ ), Óxido de Cério (II) (CeO), Nióbia ( $Nb_2O_5$ ), Óxido de Vanádio (IV) ( $V_2O_5$ ), Nitreto de Vanádio (VN), Dióxido de Vanádio ( $VO_2$ ), Pentóxido de Vanádio ( $VO_5$ ), Sulfeto de Níquel (NiS),  
15 Carbeto de Tungstênio (WC), Boreto de Cobalto e Ferro (CoFeB), Ósmio (Os), Óxido de Tungstênio (VI)  $WO_3$ , Chumbo (Pb), Siliceto de Tungstênio ( $WSi_2$ ), Fluoreto de Chumbo (II) ( $PbF_2$ ), Óxido de Chumbo (II) (PbO), Óxido de Cromo (III) ( $Cr_2O_3$ ), Telureto de Chumbo (PbTe), Seleneto de Chumbo (PbSe), Sulfeto de Chumbo (PbS), Óxido de Ítrio (III) ( $Y_2O_3$ ),  
20 Carbeto de Cromo ( $Cr_3C_2$ ), Titanato de Chumbo ( $PbTiO_3$ ), Óxido de Ítrio Bário e Cobre (YBCO), Siliceto de Cromo ( $CrSi_2$ ), Zirconato de Chumbo ( $PbZrO_3$ ), Óxido de Magnésio e Zinco ( $ZnMgO_2$ ), Óxido de Cobre (II) (CuO), Óxido de Cobre (I) ( $Cu_2O$ ), Praseodímio (Pr), Óxido de Zinco (ZnO), Európio (Er), Óxido de Ferro (III)  $Fe_2O_3$ , Magnetita ( $Fe_3O_4$ ), Óxido de Ferro (II) (FeO), Antimônio (Sb), Sulfeto de Zinco (ZnS), Selênio (Se),  
25 Óxido de Gálio (III)  $Ga_2O_3$ , Seleneto de Zinco (ZnSe), Telureto de Zinco (ZnTe), Nitreto de Gálio (GaN), Nitreto de Silício ( $Si_3N_4$ ), Gadolínio (Gd), Carbeto de Silício (SiC), Zircônio (Zr), Boreto de Zircônio ( $ZrB_2$ ), Carbeto de Zircônio (ZrC), Óxido de Germânio (IV)  $GeO_2$ , Óxido de Silício (II) SiO,  
30 Óxido de Zircônio (IV)  $ZrO_2$ , poli-fluoreto de vinila (PVF), poli-fluoreto de

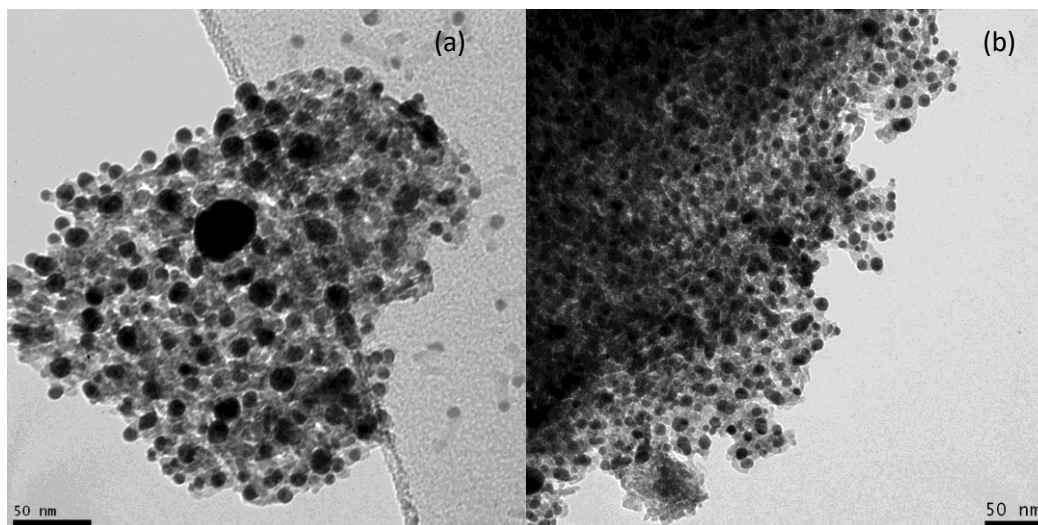
vinilideno (PVDF), politetrafluoroetileno (PTFE), poli-clorotrifluoroetileno (PCTFE), Resina de polímero perfluoroalcóxico (PFA), poli-co-hexafluoropropilenotetrafluoroetileno (FEP), poli-co-etilenotetrafluoroetileno (ETFE), poli-co-clorotrifluoroetileno-etileno (ECTFE), Poliéterperfluorado (PFPE), polifluorenos, polifenilenos, polipirenos, poliazulenos, polinaftalenos, poliacetilenos, polifenilenovinileno, polipirróis, policarbazolas, polindolas, poliazepinas, politiofenos (PT), poli(3,4-etilenodioxitiofeno) (PEDOT), poli(p-sulfeto de fenileno) (PPS), polietileno (PE), polipropileno (PP), polimetilpenteno (PMP), polibuteno-1 (PB-1), Polisobutileno (PIB), Poliácido glicólico (PGA), Polietilenotereftalato (PET), Policaprolactona (PCL), polianidridos, Silicones, Poliamidas.

12. PROCESSO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato dos materiais a serem evaporados serem depositados ou co-depositados na forma de ligas ou misturados entre si.

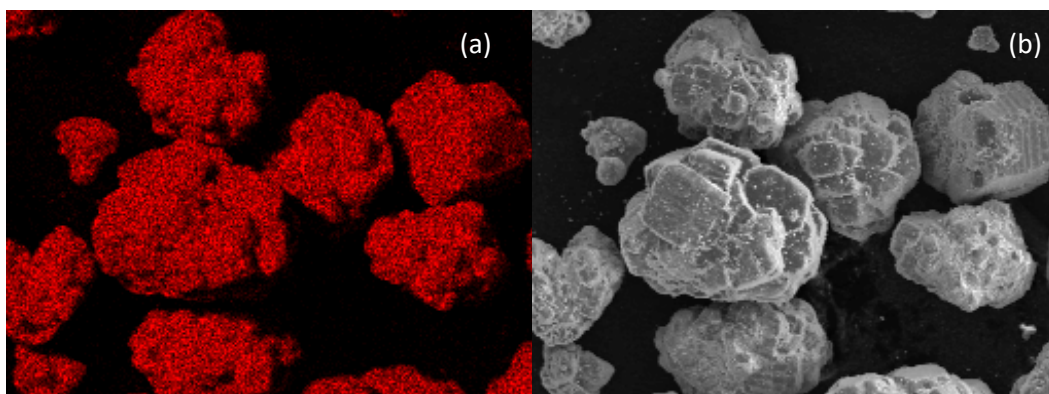
**FIGURAS**



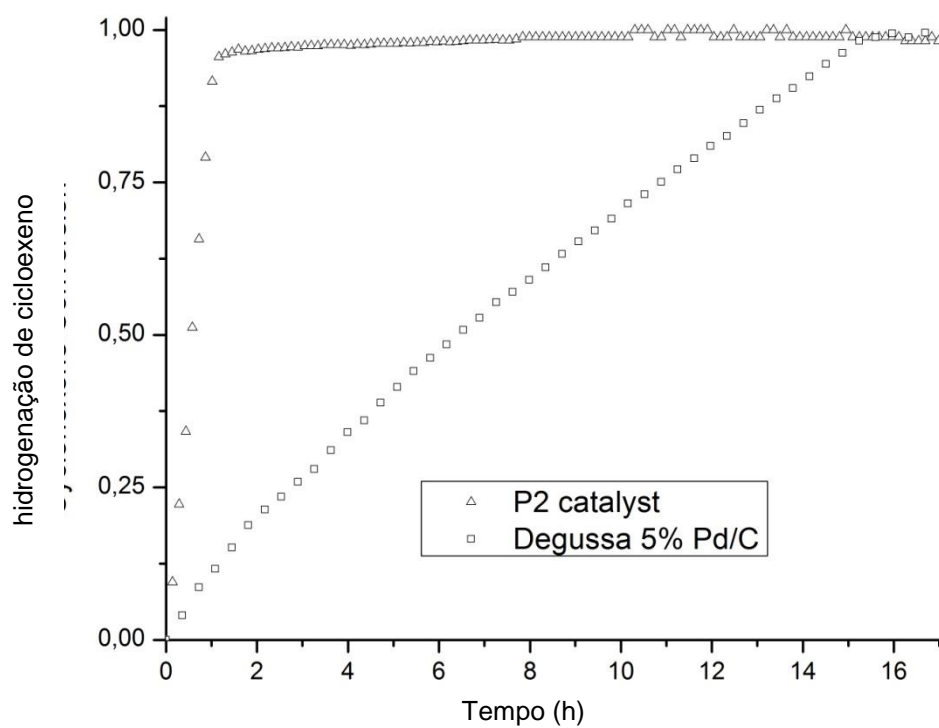
**Figura 1**



**Figura 2**



**Figura 3**

**Figura 4**

**RESUMO****EQUIPAMENTO E PROCESSO PARA DEPOSIÇÃO DE MATERIAIS  
PULVERIZADOS EM SUPORTES PARTICULADOS**

É descrito um equipamento para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados que promove a agitação dos suportes dentro da região de evaporação através de um sistema de agitação variável, possibilitando encontrar as frequências de ressonância para cada suporte a ser impregnado e/ou revestido, produzindo um material evaporado extremamente puro e limpo, sem a necessidade das etapas de calcinação e redução química que podem gerar resíduos e contaminantes indesejados no material obtido. Ainda, a é descrito um processo para deposição de materiais pulverizados em suportes particulados impregnados com qualquer tipo de metal, materiais semicondutores, poliméricos e cerâmicos, que produz catalisadores, cerâmicas metalizadas, cerâmicas magnéticas, suportes magnéticos, suportes metalizados, suportes recobertos com material semicondutor, suportes recobertos com material metálico, suportes recobertos com material bi-metálico, uso de cobertura sobre remédios, substratos com sistemas ainda não utilizados devido às limitações dos processos anteriores e outros processos ainda não utilizados nos processos convencionais.