

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

(21) **PI 0609340-0 A2**

\*BRPI0609340A2\*

(22) Data de Depósito: 27/03/2006  
(43) Data da Publicação: 20/12/2011  
(RPI 2137)

(51) *Int.Cl.:*  
B82B 1/00  
B82B 3/00

(54) **Título:** MÉTODOS E APARELHOS PARA O ACÚMULO DE ESTRUTURAS FILAMENTARES NANOMÉTRICAS

(30) **Prioridade Unionista:** 25/03/2005 US 60/664,953

(73) **Titular(es):** Institut National de la Recherche Scientifique

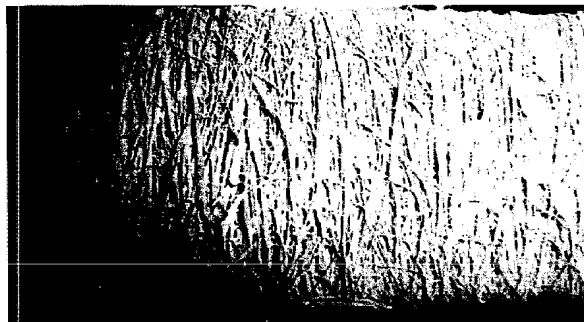
(72) **Inventor(es):** BARRY L. STANSFIELD, FRÉDÉRIC LAROUCHE, OLIVIER SMILJANIC

(74) **Procurador(es):** Matos & Associados - Advogados

(86) **Pedido Internacional:** PCT CA2006000458 de 27/03/2006

(87) **Publicação Internacional:** WO 2006/099749de 28/09/2006

(57) **Resumo:** MÉTODOS E APARELHOS PARA O ACÚMULO DE ESTRUTURAS FILAMENTARES NANOMÉTRICAS. A invenção se refere a um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas. O método compreende a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos; e à prevenção, ao menos substancial, da ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas nanométricas depositadas durante o acúmulo. A invenção também se refere a um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, assim como a métodos e aparelhos para a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas, e a conjuntos macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas.





PI0609340-0

## RELATÓRIO DESCRITIVO

Pedido de Patente de Invenção para "MÉTODOS E APARELHOS PARA O ACÚMULO DE ESTRUTURAS FILAMENTARES NANOMÉTRICAS".

### 5 **Campo Técnico da Invenção**

A presente invenção se refere a melhoramentos no campo da produção de estruturas filamentosas nanométricas. Mais especificamente, a invenção se refere a métodos e aparelhos para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, tais como os nanotubos de carbono de parede simples  
10 ou os nanotubos de carbono de parede múltipla. Ela também se refere a vários outros métodos e aparelhos que podem ser úteis na produção de estruturas filamentosas nanométricas, assim como aos conjuntos macroscópicos de tais estruturas filamentosas nanométricas.

### **Fundamentos da Invenção**

15 Na última década, diversas estruturas filamentosas nanométricas foram sintetizadas. Com efeito, o interesse por estas estruturas unidimensionais tem crescido consideravelmente. Diversos esforços e progressos foram feitos na síntese, caracterização de propriedade, agrupamento e aplicações destas estruturas unidimensionais. Alguns desses desenvolvimentos recentes foram  
20 reportados em (J. Liu, S. Fan e H. Dai, *J. MRS Bull.* 24 (2004), 244; J. Sloan et al., *MRS Bull.* 24 (2004), 265; Walt A. de Heer, *MRS Bull.* 24 (2004), 281; Y. Xia et al., *Advanced Materials* 15 (2003), 353.), os quais são aqui incorporados como referências em suas totalidades. No entanto, há ainda espaço para a melhoria dos métodos propostos. Como muitas destas estruturas filamentosas  
25 nanométricas podem ser particularmente voláteis, elas são difíceis de serem acumuladas ou recuperadas sem a perda de ao menos uma porção delas. Até agora, o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas tem sido feito, na maior parte das vezes, por termoforese. Tal técnica geralmente requer grandes superfícies refrigeradas com água, agindo como coletoras do produto. Tal técnica  
30 não é ideal para uma produção em larga escala e, freqüentemente, resulta em um acúmulo ou depósito que possui uma forma de pó ou de membrana, e que é relativamente de difícil recuperação. Seria, portanto, desejável a providência de

um método e aparelho que prevenissem tais desvantagens.

Dentre estas estruturas filamentosas nanométricas unidimensionais, os nanotubos de carbono têm demonstrado propriedades muito interessantes. Nanotubos de carbono estão disponíveis como nanotubos de parede múltipla ou de parede simples. Os nanotubos de carbono de parede múltipla possuem propriedades excepcionais, assim como excelentes condutividade elétrica e condutividade térmica. Eles têm aplicação em numerosos campos técnicos, tais como o armazenamento de hidrogênio (C. Liu, Y. Fan, M. Liu, H. T. Cong, H.M. Cheng, M.S. Dresselhaus, *Science* 286 (1999), 1127; M.S. Dresselhaus, K.A. Williams, P.C. Eklund, *MRS Bull.* (1999), 45) ou de outros gases, a adsorção de bombas de calor, o reforço de materiais ou a nanoeletrônica (M. Menon, D. Srivastava, *Phy. Rev. Lett.* 79 (1997), 4453). Os nanotubos de carbono de parede simples, por outro lado, possuem propriedades que são significativamente superiores às dos nanotubos de parede múltipla. Para qualquer aplicação industrial, tal como o armazenamento ou o reforço de materiais, a quantidade de nanotubos de carbono de parede simples produzida deve ser de pelo menos alguns poucos quilogramas por dia. Uma dificuldade encontrada na síntese de nanotubos de carbono de parede simples, especialmente em sua recuperação, provém do fato de que eles são muito voláteis e podem ser perdidos durante a síntese. Utilizando-se os métodos conhecidos de produção de nanotubos de carbono de parede simples, uma forma em pó ou de membrana é obtida, e grandes fluxos de fluido refrigerador são necessários para acumular os nanotubos transportados no gás.

Nos métodos e aparelhos que foram propostos, até agora, para a produção de estruturas filamentosas nanométricas, não há uma solução proposta que seja eficiente para determinar a qualidade e/ou a quantidade das estruturas produzidas durante a síntese. Com efeito, tal análise é feita apenas quando a produção é completada. Assim, é muitas vezes complicado fazer modificações ou testar alguma variante de um processo de síntese, na medida em que os resultados ou o impacto de tais modificações só podem ser verificados ou conhecidos quando as estruturas filamentosas nanométricas são recuperadas. Não há, assim, uma maneira confiável, durante uma síntese, de determinar se uma

dada quantidade de estruturas já produzida está sendo contaminada por estruturas de baixa qualidade. Não há, também, uma maneira confiável de determinar se a eficiência da produção (isto é, a quantidade de estruturas produzida) é mantida durante todo o processo, ou se é reduzida ou consideravelmente diminuída durante um certo tempo.

Com relação à síntese de estruturas filamentosas nanométricas, muitos métodos foram propostos, em que as estruturas se acumulam sobre uma superfície resfriada, tal como uma chapa metálica. No entanto, quando tais métodos são utilizados, o resultado é a formação de um pó, e grandes fluxos de fluido refrigerador são necessários. Com efeito, diversos tipos de estruturas filamentosas nanométricas tendem a ser compostos de finos pós ou de membranas, que são de complicada recuperação, e que também tendem a se dissipar no ar. Tais pós finos podem representar produtos nocivos que são prejudiciais à saúde humana. Seria, portanto, altamente desejável a providência de um método que permitisse a recuperação ou a reparação das estruturas filamentosas nanométricas sem que estas desvantagens fossem encontradas.

US 6,899,945 descreve um material de bloco sólido de nanotubo de carbono de parede simples tridimensional, o assim chamado material *buckyrock*. Tal material é descrito como sendo bastante sólido, rígido, de um modo geral inflexível, e eficaz para o uso em armaduras. Esse documento declara que tal material possui uma densidade de  $0,7205 \text{ g/cm}^3$ .

US 6,979,709 descreve uma fibra de carbono macroscópica que compreende ao menos aproximadamente  $10^6$  nanotubos de carbono de parede simples, agrupados entre si em uma orientação geralmente paralela. Os nanotubos de carbono de parede simples são arranjados em uma estrutura triangular regular, ou seja, em uma estrutura de grupos fechados. Tal fibra de carbono macroscópica é obtida por uma técnica de crescimento, em que a tampa hemisférica de fulereno é removida das extremidades superiores das moléculas tubulares de carbono dentro do arranjo, e então as extremidades superiores das moléculas tubulares de carbono no arranjo entram em contato com um metal catalítico. Uma fonte gasosa de carbono é suprida à extremidade do arranjo, enquanto uma energia localizada é aplicada à extremidade do arranjo, para que a

extremidade seja aquecida a uma temperatura na faixa de aproximadamente 500°C até aproximadamente 1300°C.

Uma outra grande desvantagem da síntese de nanotubos de carbono é que os métodos que foram propostos até agora não são contínuos. Com efeito, para se obter um método contínuo para a produção de nanotubos de carbono, a síntese e o acúmulo e/ou a recuperação têm de ser realizados de uma maneira contínua.

### **Sumário da Invenção**

É portanto um objetivo da presente invenção superar as desvantagens acima.

É um outro objetivo da presente invenção prover um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas que permita a fácil recuperação de uma proporção satisfatória destas estruturas preparadas durante uma síntese.

É um outro objetivo da presente invenção prover um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas que permita a fácil recuperação de uma proporção satisfatória destas estruturas preparadas durante uma síntese.

É um outro objetivo da presente invenção prover um método contínuo para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas.

É um outro objetivo da presente invenção prover um aparelho que permita o acúmulo contínuo de estruturas filamentosas nanométricas.

É um outro objetivo da presente invenção prover um método que permita a melhor determinação, em tempo real, da qualidade e/ou da quantidade de nanotubos produzidos durante uma síntese.

É um outro objetivo da presente invenção prover um aparelho que permita a melhor determinação da qualidade e/ou da quantidade de nanotubos produzidos durante uma síntese.

É um outro objetivo da presente invenção prover um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas que permita a redução dos riscos para um trabalhador de ser exposto às estruturas filamentosas nanométricas.

É um outro objetivo da presente invenção prover um aparelho para

o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas que permita a redução dos riscos para um trabalhador de ser exposto às estruturas filamentosas nanométricas.

É um outro objetivo da presente invenção prover um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas que permita a fácil recuperação de uma proporção satisfatória destas estruturas preparadas durante uma síntese.

É um outro objetivo da presente invenção prover uma forma específica de estruturas filamentosas nanométricas que permita que alguns problemas encontrados com as estruturas filamentosas nanométricas que estão na forma volátil de pós ou de membranas fossem evitados.

É um outro objetivo da presente invenção prover um conjunto de estrutura filamentar nanométrica que seria útil como um suporte catalisador, eletrodos de baterias de lítio, eletrodos de células combustíveis, eletrodos de baterias de Ni/MH, membranas supercapacitoras, um material de filtração ou para a dispersão em um material matricial, tal como uma matriz polimérica para fabricar materiais compósitos.

De acordo com um aspecto da invenção, é fornecido um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, o método compreendendo:

- a passagem de uma fase gasosa ou de uma composição gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos; e
- a prevenção ao menos substancial, durante o acúmulo, da ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas acumuladas.

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, o método compreendendo:

- a) o provimento de um conjunto de eletrodos que compreenda pelo menos dois eletrodos, um primeiro eletrodo e um segundo eletrodo

definindo um espaço entre eles;

b) a aplicação de uma diferença de potencial entre os eletrodos para gerar um campo elétrico;

c) a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas  
5 filamentosas nanométricas através do espaço para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas sobre ao menos um dos eletrodos; e

d) a prevenção ao menos substancial, durante o acúmulo, da ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas acumuladas.

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um  
10 método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, o método compreendendo:

- a passagem de uma fase gasosa ou de uma composição gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico,  
15 para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas sobre ao menos um dos eletrodos; e

- a remoção ao menos substancial, durante o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas, de quaisquer estruturas que estejam ligando do menos dois dos eletrodos de tal posição pela remoção de ao menos uma  
20 porção destas estruturas que estão em contato com um dos eletrodos.

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, o método compreendendo:

- a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas  
25 filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos; e

- a remoção substancial, durante o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas, de quaisquer estruturas que estejam simultaneamente  
30 em contato com ao menos dois eletrodos de tal posicionamento pela remoção do contato de ao menos uma porção destas estruturas com um dos eletrodos.

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um

método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, o método compreendendo:

5 a) o provimento de um conjunto de eletrodos compreendendo ao menos dois eletrodos, um primeiro eletrodo e um segundo eletrodo definindo um espaço entre eles;

b) a aplicação de uma diferença de potencial entre os eletrodos de modo a gerar um campo elétrico; e

10 c) a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através do espaço para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos,

sendo que durante o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas, é feita a remoção substancial de quaisquer estruturas que estejam ao menos dois eletrodos de tal posicionamento através da remoção do contato de ao menos uma porção destas estruturas com um dos eletrodos.

15 Foi descoberto que pela utilização de qualquer um dos cinco métodos acima de acúmulo de estruturas nanométricas da presente invenção, é possível facilitar consideravelmente a produção de tais estruturas pelo provimento de seu eficaz acúmulo e de sua simples recuperação. Com efeito, foi demonstrado que pela utilização de tais métodos, é possível melhorar a  
20 produtividade de métodos e aparelhos para a produção de estruturas filamentosas nanométricas ao permitir a rápida recuperação das estruturas filamentosas nanométricas e realizar tal tarefa a um baixo custo. Utilizando-se os métodos da presente invenção para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas permite a produção das estruturas por um período de tempo prolongado em  
25 comparação com as soluções propostas no estado da técnica. Particularmente, quando se utiliza um método em que os eletrodos sejam ao menos substancialmente prevenidos de serem ligados pelas estruturas, diversos incidentes tais como curtos-circuitos, entupimentos e entavamentos são evitados, desta forma permitindo a realização do processo (a produção das  
30 estruturas filamentosas nanométricas) por períodos de tempo prolongados. Tais métodos realmente permitem a realização da síntese das estruturas filamentosas nanométricas de uma maneira de fato contínua. Conseqüentemente, a eficiência

do processo para a produção destas estruturas é consideravelmente melhorada. Além disso, os custos para a produção de tais estruturas são consideravelmente reduzidos.

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas. O método compreende:

- a) o fornecimento de um aparelho compreendendo:
  - uma abertura de entrada;
  - uma válvula que compreende uma abertura de entrada e pelo menos duas aberturas de saída, sendo as aberturas de saída adaptadas para que sejam seletivamente postas em comunicação de fluxo de fluido com a abertura de entrada da válvula, estando a abertura de entrada da válvula em comunicação de fluxo de fluido com a abertura de entrada do aparelho;
  - ao menos duas unidades de acúmulo, cada uma das unidades compreendendo um conjunto de pelo menos dois eletrodos, um primeiro eletrodo e um segundo eletrodo definindo um espaço entre eles, estando o espaço em comunicação de fluxo de fluido com uma das aberturas de saída da válvula e sendo suas dimensões projetadas para receber uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas;
- b) a passagem da fase gasosa através da abertura de entrada do aparelho, da válvula e de uma unidade de acúmulo selecionada; e a aplicação de uma diferença de potencial entre os eletrodos da unidade de acúmulo selecionada para desta forma acumular estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos; e
- c) a seleção de uma outra unidade de acúmulo e a repetição da etapa (b).

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um método contínuo para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas em eletrodos. O método compreende a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas por entre ao menos dois eletrodos de um conjunto de eletrodos selecionado (isto é, um primeiro conjunto) que gera um campo elétrico para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas por sobre

ao menos um dos eletrodos do conjunto; e então, em um momento desejado, a seleção de um outro conjunto de eletrodos (isto é, um segundo conjunto) compreendendo ao menos dois eletrodos e a passagem por entre eles da fase gasosa para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos do outro conjunto. O método preferivelmente compreende a etapa de recuperação das estruturas depositadas em um conjunto de eletrodos enquanto se acumula estruturas por entre o outro conjunto de eletrodos. Uma pessoa versada neste campo técnica compreenderia que tal método pode ser realizado caso haja pelo menos dois conjuntos de eletrodos. Ele pode ser realizado vantajosamente através da utilização de uma pluralidade de diferentes conjuntos de eletrodos (preferivelmente de 3 a 10, e mais preferivelmente de 4 a 8) de modo que seja possível a recuperação ao tempo devido do material acumulado em conjuntos de eletrodos enquanto se acumula as estruturas em outros conjuntos. É também possível separar mais eficientemente diferentes amostras ou lotes de estruturas acumuladas, as quais podem ter diferentes níveis de pureza. Com efeito, durante um processo para a produção de tais estruturas, a qualidade, o tamanho, e outras propriedades são, preferivelmente, mantidas tão constantes quanto for possível.

Foi descoberto que pela utilização dos dois últimos métodos acima, é possível acumular, de uma maneira contínua, as estruturas filamentosas nanométricas, tais como as produzidas durante uma síntese de fase gasosa. Ao se utilizar tal método, é possível realizar a produção e a recuperação das estruturas filamentosas nanométricas acumuladas, sem interromper a sua produção ou sem desligar o aparelho utilizado para produzi-las em uma síntese de fase gasosa.

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, o método compreendendo:

- a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos; e

a coleta, sob uma atmosfera inerte, das estruturas filamentosas nanométricas em ao menos um dos eletrodos.

O método pode compreender ainda o agrupamento das estruturas filamentosas nanométricas sob uma atmosfera inerte. O método pode compreender também o desligamento da diferença de potencial entre os eletrodos antes da realização da etapa de coleta. Durante a etapa de acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas, quaisquer estruturas que estejam ligando ao menos dois eletrodos podem ser substancialmente deslocadas de tal posicionamento, através da remoção do contato de ao menos uma porção destas estruturas com um dos eletrodos. Alternativamente, este método pode compreender ainda a etapa de prevenção da ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas nanométricas durante o acúmulo. O método pode compreender ainda a etapa de análise do comportamento da corrente ao longo de um período de tempo determinado e/ou a análise do tamanho, da densidade, ou do formato das estruturas filamentosas nanométricas, ou de agregados destas.

Foi descoberto que pela utilização do último método acima, é possível acumular as estruturas filamentosas nanométricas em eletrodos, deste modo recuperando uma porção satisfatória das estruturas filamentosas nanométricas produzidas durante uma síntese de fase gasosa. Foi descoberto também que tal método permite evitar a modificação das propriedades das estruturas produzidas, através da considerável redução dos riscos da exposição delas ao oxigênio ou à umidade. Foi descoberto também que tal método reduz os riscos para os funcionários de exposição às estruturas filamentosas nanométricas, que podem ser nocivas e prejudiciais à saúde humana.

25

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas compreendendo:

- um estojo que é preferivelmente um membro alongado, o membro alongado definindo um furo interno, uma abertura de entrada e uma abertura de saída, estando a abertura de entrada e a abertura de saída em comunicação de fluxo de fluido com o furo; e

30

- um primeiro eletrodo e um segundo eletrodo dispostos no furo interno, o primeiro e o segundo eletrodos definindo um espaço com as dimensões projetadas para receber uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas, estando o primeiro eletrodo conectado ao membro alongado e estando o segundo eletrodo conectado a um membro de suporte adjacente ao membro alongado, sendo os eletrodos adaptados para gerar um campo elétrico para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um deles.

Foi descoberto que, pela utilização do último aparelho acima, é possível recuperar uma porção satisfatória das estruturas filamentosas nanométricas produzidas durante uma síntese de fase gasosa.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas compreendendo:

- um estojo que define um furo interno, uma abertura de entrada e uma abertura de saída, estando a abertura de entrada e a abertura de saída em comunicação de fluxo de fluido com o furo;

- um primeiro eletrodo e um segundo eletrodo dispostos no furo interno, o primeiro e o segundo eletrodo definindo por entre eles um espaço com as dimensões projetadas para receber uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas, estando o primeiro eletrodo conectado ao estojo e estando o segundo eletrodo conectado a um membro de suporte adjacente ao estojo, sendo os eletrodos adaptados para gerar um campo elétrico para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos; e

- uma unidade de ionização que compreende meios para gerar uma corrente, uma corrente induzida ou uma foto-ionização, e estando em comunicação de fluxo de fluido com o furo e acima do primeiro e segundo eletrodos, sendo a unidade eficaz para a ionização das estruturas antes que elas sejam recebidas e polarizadas dentro do espaço.

Foi descoberto que, pela utilização do último aparelho acima, é possível recuperar uma porção satisfatória das estruturas filamentosas

nanométricas produzidas durante uma síntese de fase gasosa. Em particular, foi descoberto que tal unidade de ionização facilita a agregação ou o acúmulo.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas compreendendo:

- um estojo que define um furo interno, uma abertura de entrada e uma abertura de saída, estando a abertura de entrada e a abertura de saída em comunicação de fluxo de fluido com o furo;
- um primeiro eletrodo e um segundo eletrodo dispostos no furo interno, o primeiro e o segundo eletrodos definindo por entre eles um espaço com as dimensões projetadas para receber uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas, estando o primeiro eletrodo conectado ao estojo e estando o segundo eletrodo conectado a um membro de suporte adjacente ao estojo, sendo os eletrodos adaptados para gerar um campo elétrico para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos; e
- meios para prevenir ao menos substancialmente a ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas nanométricas.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas compreendendo:

- pelo menos dois eletrodos que definem por entre eles um espaço com as dimensões projetadas para receber uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas, sendo os eletrodos adaptados para gerar um campo elétrico para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos; e
- meios para prevenir ao menos substancialmente a ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas nanométricas.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas compreendendo:

- um estojo que define um furo interno, uma abertura de

entrada e uma abertura de saída, estando a abertura de entrada e a abertura de saída em comunicação de fluxo de fluido com o furo; e

- um primeiro eletrodo e um segundo eletrodo dispostos no furo interno, o primeiro e o segundo eletrodos definindo um espaço por entre eles com as dimensões adaptadas para receber uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas, estando o primeiro eletrodo conectado ao estojo e estando o segundo eletrodo conectado a um membro de suporte adjacente ao estojo, estando os eletrodos em rotação um com relação ao outro e sendo eles adaptados para gerar um campo elétrico para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos.

Foi descoberto que, pela utilização dos três últimos aparelhos acima, é possível acumular estruturas filamentosas nanométricas por um período de tempo prolongado em comparação com os métodos pertencentes ao estado da técnica. Pela utilização de tais aparelhos, é possível facilitar consideravelmente a produção de tais estruturas ao permitir o seu eficiente acúmulo e a sua simples recuperação. Estes aparelhos permitem a melhoria da produtividade de aparelhos para a produção de estruturas filamentosas nanométricas ao proporcionarem a rápida recuperação das estruturas filamentosas nanométricas e a realização de tal tarefa a um baixo custo. Em particular, ao se utilizar um método em que os eletrodos são ao menos substancialmente prevenidos de serem ligados pelas estruturas, uma diversidade de incidentes tais como curto-circuitos, entupimentos e entravamentos são evitados, desta forma permitindo a realização do processo (a produção de estruturas filamentosas nanométricas) por um período de tempo prolongado. Os custos para a produção de tais estruturas são assim significativamente reduzidos.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas compreendendo:

- pelo menos uma abertura de entrada com as dimensões adaptadas para receber uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas;
- pelo menos um dispositivo seletor compreendendo uma

abertura de entrada e pelo menos duas aberturas de saída, sendo as aberturas de saída adaptadas para serem seletivamente postas em comunicação de fluxo de fluido com a abertura de entrada do dispositivo seletor, estando a abertura de entrada do dispositivo seletor em comunicação de fluxo de fluido com a abertura de entrada do aparelho; e

- pelo menos duas unidades de acúmulo, cada uma das unidades compreendendo um conjunto de pelo menos dois eletrodos, um primeiro eletrodo e um segundo eletrodo definindo por entre eles um espaço com as dimensões adaptadas para receber a fase gasosa, estando o espaço em comunicação de fluxo de fluido com uma abertura de saída do dispositivo seletor, sendo os eletrodos adaptados para gerar um campo elétrico para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um deles.

Foi descoberto, que pela utilização do último aparelho acima, é possível recuperar e acumular estruturas filamentosas nanométricas de uma maneira contínua. Em outras palavras, é possível realizar a produção de uma maneira contínua. Tais métodos podem de fato ser realizados de uma maneira contínua. Através utilização de tais aparelhos, é possível facilitar a produção de tais estruturas ao permitir o seu eficiente acúmulo e a sua rápida recuperação. Estes aparelhos melhoram a produtividade de aparelhos para a produção de estruturas filamentosas nanométricas ao proporcionarem a rápida recuperação das estruturas filamentosas nanométricas e realizarem tal tarefa a um baixo custo.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um método para formar agregados de estruturas filamentosas nanométricas compreendendo a passagem de uma fase gasosa que compreende as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico de modo a agregar as estruturas filamentosas nanométricas na fase gasosa. O método pode compreender ainda a etapa de condensação dos agregados e/ou de acúmulo dos agregados sobre uma superfície.

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, o método compreendendo a passagem de uma fase gasosa que compreende as estruturas

filamentares nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, para o acúmulo das estruturas filamentares nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos, sendo que, antes do acúmulo das estruturas filamentares nanométricas, as estruturas são ao menos parcialmente ionizadas para que sejam polarizadas, desta forma facilitando a sua agregação ou o seu acúmulo. A ionização preferivelmente permite que as estruturas sejam ao menos parcialmente ionizadas.

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um método para o acúmulo de estruturas filamentares nanométricas, o método compreendendo a ionização ao menos parcial das estruturas filamentares nanométricas, compreendidas em uma fase gasosa, para polarizar as estruturas, e a passagem da fase gasosa através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, para o acúmulo das estruturas filamentares nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um método para a produção de estruturas filamentares nanométricas compreendendo as etapas de produção das estruturas filamentares nanométricas, o acúmulo das estruturas filamentares nanométricas e então a recuperação das estruturas filamentares nanométricas, com o melhoramento, antes do acúmulo das estruturas filamentares nanométricas, da ionização das estruturas para polarizá-las, deste modo facilitando a sua agregação ou o seu acúmulo. A ionização preferivelmente permite ao menos a ionização parcial das estruturas.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um método para a produção de estruturas filamentares nanométricas compreendendo as etapas de produção das estruturas filamentares nanométricas, o acúmulo das estruturas filamentares nanométricas e então a recuperação das estruturas filamentares nanométricas, com o melhoramento, antes do acúmulo das estruturas filamentares nanométricas, da monitoração em tempo real da produção das estruturas pela introdução em uma câmara de monitoração, quando desejado e durante um período de tempo selecionado, de uma porção das estruturas produzidas para analisar de uma maneira quantitativa e/ou qualitativa a produção das estruturas por meio do comportamento da corrente e/ou por meio de uma

sonda óptica. A análise pode ser feita respectivamente pela verificação da evolução do comportamento da corrente e/ou da potência transmitida como uma função do tempo.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um dispositivo para produzir estruturas filamentosas nanométricas compreendendo uma câmara acumuladora onde as estruturas são formadas, com o melhoramento da câmara de acúmulo ser acoplada a uma câmara de monitoração que compreende: (i) meios para permitir ou não permitir a passagem das estruturas para dentro da câmara de monitoração para a monitoração, em tempo real, quando desejado, da produção das estruturas, (ii) meios para permitir que as estruturas saiam da câmara de monitoração quando desejado, e (iii) uma sonda óptica para detectar as estruturas.

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um método para a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas, o método compreendendo:

- a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, para causar um aumento da corrente entre os eletrodos; e
- a análise do comportamento da corrente ao longo de um período de tempo predeterminado e/ou a análise do tamanho, densidade ou formato de estruturas filamentosas nanométricas ou de agregados destas. Os resultados obtidos a partir da análise podem então ser comparados com gráficos padronizados para determinar a qualidade e/ou a quantidade de estruturas produzidas.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um método para a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas. O método compreende a detecção de uma fase aquosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas para analisar de uma maneira quantitativa as estruturas que são transportadas na fase gasosa. A análise é preferivelmente feita através da análise da densidade das estruturas filamentosas nanométricas suspensas na fase gasosa. A análise da densidade das estruturas filamentosas

nanométricas é preferivelmente feita pela análise da absorção óptica das estruturas filamentosas nanométricas presentes na fase gasosa. A detecção é preferivelmente feita em tempo real. A etapa de detecção é também preferivelmente realizada através da utilização de uma sonda óptica.

5 De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um método para a monitoração da formação de estruturas filamentosas nanométricas durante a produção das estruturas. O método compreende a detecção, em tempo real, de uma amostra das estruturas filamentosas nanométricas produzidas por meio de uma sonda óptica para analisar as estruturas. A análise pode ser feita  
10 através da análise da densidade das estruturas filamentosas nanométricas. A etapa de detecção pode ser realizada em uma câmara de monitoração que é uma câmara diferente de uma câmara de produção ou de um dispositivo em que as estruturas são produzidas. Ela também pode ser realizada acima da abertura de entrada da câmara de produção, em uma região onde não haja um campo elétrico, para  
15 monitorar a taxa de produção do aparelho quanto à produção de estruturas filamentosas nanométricas.

Foi descoberto que, pela utilização dos últimos três métodos acima, é possível monitorar em tempo real e detectar a presença das estruturas filamentosas nanométricas na fase gasosa. Tais métodos são especialmente úteis,  
20 porque eles permitem a avaliação da qualidade e/ou da quantidade de estruturas produzidas em tempo real e a interrupção da produção em um momento selecionado caso a qualidade e/ou a quantidade das estruturas assim produzidas no momento selecionado não satisfaça certos requisitos. Sendo assim, é possível rapidamente detectar problemas encontrados durante a síntese e evitar a  
25 contaminação das estruturas acumuladas por estruturas de qualidade inferior. Além disso, proporciona-se uma rápida e eficiente avaliação do impacto de certas modificações introduzidas no processo sobre a qualidade e/ou quantidade de estruturas filamentosas nanométricas produzidas.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um  
30 aparelho para a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas, o aparelho compreendendo:

- um estojo que define um furo interno adaptado para receber

as estruturas e contendo uma abertura de entrada e uma abertura de saída em comunicação com o furo; e

- meios, em comunicação de fluxo de fluido com o furo, para a análise do comportamento da corrente ao longo de um período de tempo predeterminado.

Os meios para a análise do comportamento da corrente podem compreender um conjunto de eletrodos compreendendo ao menos dois eletrodos. O aparelho pode compreender ainda um meio para a análise do tamanho, da densidade ou do formato das estruturas filamentosas nanométricas, ou de agregados destas, tal como uma câmara ou uma sonda óptica. A sonda óptica pode ser selecionada a partir do grupo que consiste em um feixe de laser, um feixe de luz infravermelha, um feixe de luz visível ou um feixe de luz ultravioleta ou misturas destes. Os meios para a análise do tamanho, densidade ou formato das estruturas, ou de agregados destas, podem ser dispostos dentro do furo ou adjacentes ao furo. Os meios para a análise do tamanho, densidade ou formato das estruturas filamentosas nanométricas podem também ser dispostos dentro da abertura de entrada do aparelho. A abertura de entrada pode ser adaptada para estar em comunicação de fluxo de fluido, quando desejado, com um aparelho para a produção das estruturas filamentosas nanométricas. A abertura de entrada pode compreender uma válvula, que permite que a comunicação entre a câmara interna e o aparelho para a produção de estruturas filamentosas nanométricas seja seletivamente permitida ou não permitida.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um aparelho para a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas, o aparelho compreendendo:

- um estojo, que define um furo interno adaptado para receber as estruturas, e que contém uma abertura de entrada e uma abertura de saída em comunicação com o furo; e
- meios para a análise do tamanho, da densidade ou do formato das estruturas filamentosas nanométricas, ou de agregados destas, em uma fase gasosa.

Os meios para a análise da densidade das estruturas filamentosas

nanométricas podem compreender uma sonda óptica. A sonda óptica pode ser selecionada a partir do grupo que consiste em um feixe de laser, um feixe de luz infravermelha, um feixe de luz visível ou um feixe de luz ultravioleta, e misturas destes. A abertura de entrada pode ser adaptada para estar em comunicação de  
5 fluxo de fluido, quando desejado, com um aparelho para a produção de estruturas filamentosas nanométricas. A abertura de entrada pode compreender uma válvula, que permite que a comunicação entre a câmara interna e o aparelho para a produção de estruturas filamentosas nanométricas seja seletivamente permitida ou não permitida. Os meios para a análise das estruturas ou de agregados destas  
10 podem também ser dispostos dentro da abertura de entrada do aparelho. O aparelho pode incluir ainda um conjunto de eletrodos que compreende pelo menos dois eletrodos.

De acordo com um aspecto adicional da invenção, é fornecido um aparelho para a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas, o aparelho compreendendo:  
15

- um estojo, que define um furo interno adaptado para receber as estruturas, e que contém uma abertura de entrada e uma abertura de saída em comunicação com o furo;
- meios para a análise do tamanho, da densidade ou do  
20 formato das estruturas filamentosas nanométricas, ou de agregados destas, em uma fase gasosa; e
- meios, em comunicação de fluxo de fluido com o furo, para a análise do comportamento da corrente ao longo de um período de tempo predeterminado.

25 Foi descoberto que, pela utilização dos últimos três aparelhos acima, é possível monitorar em tempo real e detectar a presença das estruturas filamentosas nanométricas na fase gasosa. Estes aparelhos são particularmente úteis porque, eles permitem a avaliação da qualidade e/ou da quantidade das estruturas filamentosas nanométricas em tempo real e a interrupção da produção  
30 em um momento selecionado caso a qualidade e/ou a quantidade das estruturas filamentosas nanométricas assim produzidas não cumpra certos requisitos no momento desejado. Eles também permitem a avaliação rápida e em tempo real do

impacto de modificações ou variantes introduzidas no processo. Conseqüentemente, não é mais preciso esperar até que as estruturas filamentosas nanométricas sejam recuperadas para que seja possível determinar se uma certa modificação ou variante é favorável ou desfavorável para a produção das estruturas.

De acordo com um aspecto da invenção, é fornecido um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, compreendendo a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, desta forma acumulando as estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos.

De acordo com um outro aspecto da invenção, é fornecido um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, compreendendo as etapas de:

- a) o fornecimento de um conjunto de eletrodos compreendendo pelo menos dois eletrodos, um primeiro eletrodo e um segundo eletrodo que definem um espaço por entre eles;
- b) a aplicação de uma diferença de potencial entre os eletrodos para gerar um campo elétrico; e
- c) a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através do espaço, desta forma acumulando as estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos.

Foi descoberto que, pela utilização dos dois últimos métodos acima, é possível recuperar uma porção satisfatória das estruturas filamentosas nanométricas produzidas durante uma síntese de fase gasosa.

Foi também descoberto que os métodos e aparelhos da presente invenção são muito versáteis, porque eles podem ser utilizados em combinação com uma pluralidade de métodos e aparelhos para a preparação de estruturas filamentosas nanométricas. Com efeito, os métodos e aparelhos da presente invenção podem ser utilizados com maçaricos a plasma (RF, ou maçaricos a plasma por indução, maçaricos a plasma por transferência de arcos, maçaricos a plasma de c.c., maçaricos a plasma de microondas, etc.), HiPco (processo de

monóxido de carbono de alta pressão), vaporização a laser, deposição de vapor química de fase gasosa, ablação a laser e arco elétricos; na verdade, qualquer síntese de fase gasosa de nano-estruturas 1D. Os métodos e aparelhos da presente invenção podem ser utilizados em combinação com métodos e aparelhos de purificação como definidos no pedido de patente internacional No. WO2006099740, intitulado "Métodos e Aparelhos para a Purificação de Estruturas Filamentares de Carbono", o qual é aqui incorporado em sua totalidade como referência.

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas. O conjunto macroscópico compreende uma pluralidade de conjuntos microscópicos de estruturas filamentosas nanométricas substancialmente alinhados em uma mesma direção e conectados ou agrupados entre si. Cada um dos conjuntos microscópicos compreende pelo menos uma estrutura filamentar nanométrica ou pelo menos um agrupamento de estruturas filamentosas nanométricas. O conjunto macroscópico possui uma densidade menor do que  $8 \text{ mg/cm}^3$ .

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas. O conjunto compreende uma pluralidade de conjuntos microscópicos de estruturas filamentosas nanométricas substancialmente alinhados entre si em uma mesma direção e conectados entre si. Cada um dos conjuntos microscópicos compreende uma pluralidade de membros que definem por entre eles uma pluralidade de espaços ou lacunas. Cada um dos membros compreende pelo menos uma estrutura filamentar nanométrica ou pelo menos um agrupamento de estruturas filamentosas nanométricas, sendo o conjunto macroscópico na forma de uma espuma.

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas. O conjunto macroscópico compreende uma pluralidade de conjuntos microscópicos de estruturas filamentosas nanométricas substancialmente alinhados em uma mesma direção e conectados ou agrupados entre si. Cada um dos conjuntos microscópicos compreende uma pluralidade de membros que definem por entre

eles uma pluralidade de espaços ou lacunas. Cada um dos membros compreende pelo menos uma estrutura filamentar nanométrica ou pelo menos um grupo de estruturas filamentosas nanométricas. Os grupos têm um diâmetro menor do que aproximadamente 100 nm.

5 De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido um conjunto macroscópico compreendendo uma pluralidade de conjuntos microscópicos de estruturas filamentosas nanométricas, o conjunto macroscópico sendo obtido pela passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois  
10 eletrodos que geram um campo elétrico, sendo que os conjuntos microscópicos de estruturas filamentosas nanométricas são formados, substancialmente alinhados de acordo com o campo elétrico, agrupados entre si, e acumulados por sobre ao menos um dos eletrodos, deste modo formando o conjunto macroscópico. Os conjuntos microscópicos são preferivelmente substancialmente  
15 agrupados entre si ao longo de linhas do campo elétrico.

Foi descoberto que os conjuntos macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas da presente invenção possuem propriedades únicas. Estes conjuntos macroscópicos possuem uma densidade particularmente baixa, que provê a eles um aspecto espumoso. Estes conjuntos macroscópicos também  
20 compreendem quantidades consideravelmente altas de lacunas ou interstícios, e eles portanto têm uma alta porosidade e uma alta área específica. Os conjuntos macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas da presente invenção também possuem uma alta absorção. Tais características e propriedades particulares fazem com que eles sejam especialmente interessantes para  
25 aplicações como suportes de catalisador, membranas supercapacitoras, membranas de filtro, eletrodos de baterias de lítio, eletrodos de células combustível, eletrodos de baterias Ni/MH, e para a dispersão dentro de um material matricial, tal como uma matriz polimérica para fabricar materiais compósitos, etc. Eles também podem ser utilizados, dado o seu aspecto  
30 espumoso, para substituir vários catalisadores utilizados, por exemplo, no campo da eletroquímica. Foi também descoberto que tais conjuntos macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas com um grande volume podem ser clara e

rapidamente distinguidos das usuais estruturas filamentosas nanométricas que freqüentemente estão em forma de pó ou de membrana, tais como os nanotubos de carbono de parede simples. Com efeito, os conjuntos macroscópicos da presente invenção estão na forma de uma espuma, que se contrasta claramente a  
5 uma forma de pó ou de membrana. Foi descoberto que tal forma espumosa minimiza os riscos à saúde associados à manipulação do produto, porque eles têm menos tendência a serem volatilizadas.

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecida uma espuma que compreende um conjunto macroscópico de estruturas  
10 filamentosas nanométricas. O conjunto macroscópico compreende uma pluralidade de conjuntos microscópicos de estruturas filamentosas nanométricas, substancialmente alinhados em uma mesma direção e conectados entre si. Cada um dos conjuntos microscópicos compreende uma pluralidade de membros que definem por entre eles uma pluralidade de espaços ou lacunas. Cada um dos  
15 membros compreende pelo menos uma estrutura filamentar nanométrica, ou pelo menos um grupo de estruturas filamentosas nanométricas. Os grupos têm um diâmetro menor do que 100 nm.

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas. O conjunto  
20 macroscópico compreende uma pluralidade de estruturas filamentosas nanométricas enroscadas, e agrupamentos destas, conectados entre si e substancialmente alinhados em uma mesma direção, tendo o conjunto macroscópico uma densidade menor do que  $8 \text{ mg/cm}^3$ .

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido  
25 um filamento compreendendo pelo menos um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas como definida na presente invenção.

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido um filamento compreendendo pelo menos um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas. O conjunto macroscópico compreende uma  
30 pluralidade de conjuntos microscópicos de estruturas filamentosas nanométricas conectados entre si. Cada um dos conjuntos microscópicos compreende uma pluralidade de membros substancialmente alinhados em uma mesma direção, os

membros definindo por entre eles uma pluralidade de espaços ou lacunas. Cada um dos membros compreende pelo menos uma estrutura filamentar nanométrica ou pelo menos um agrupamento de estruturas filamentosas nanométricas. Os grupos têm um diâmetro menor do que aproximadamente 100 nm.

5 De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido um enroscamento de estruturas filamentosas nanométricas e agrupamentos desta, sendo que o enroscamento possui uma densidade menor do que aproximadamente  $8 \text{ mg/cm}^3$ .

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido  
10 um enroscamento compreendendo uma pluralidade de filamentos como descritos na presente invenção.

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido um filamento e uma combinação de membros alongados compreendendo pelo menos um filamento como definido na presente invenção e pelo menos um  
15 membro alongado. Pelo menos um tal filamento é enrolado em torno do membro alongado. A combinação pode também compreender um enroscamento de filamentos enrolados em volta do membro alongado. O membro alongado é preferivelmente um eletrodo.

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido  
20 um método para a preparação de um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas compreendendo a passagem de uma fase gasosa que compreende as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, sendo que conjuntos microscópicos de estruturas filamentosas nanométricas são  
25 formados, substancialmente alinhados de acordo com o campo elétrico ou na direção do campo elétrico, agrupados entre si, e acumulados por sobre ao menos um dos eletrodos, deste modo formando o conjunto macroscópico. Os conjuntos microscópicos são preferivelmente substancialmente agrupados entre si ao longo das linhas do campo elétrico.

30 De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido um método para a preparação de um conjunto macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas como definidas na presente invenção, o método

compreendendo a passagem de uma fase gasosa que compreende as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, sendo que conjuntos microscópicos das estruturas filamentosas nanométricas são formados, substancialmente alinhados de acordo com o campo elétrico, agrupados entre si, e acumulados por sobre ao menos um dos eletrodos, deste modo formando o conjunto macroscópico. Os conjuntos microscópicos são preferivelmente substancialmente agrupados entre si ao longo de linhas do campo elétrico.

Foi descoberto que os dois últimos métodos acima permitem a preparação de um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas que possuem propriedades muito interessantes, tal como uma baixa densidade, uma alta área específica, e uma alta porosidade. Tais métodos se contrastam com as técnicas de crescimento usualmente utilizadas para a preparação de estruturas filamentosas nanométricas. Nas técnicas de crescimento para nanotubos de carbono, o crescimento é realizado sobre um substrato ou a partir de uma semente. Na verdade, os nanotubos irão crescer a partir das partículas catalisadoras ou continuar o crescimento de um conjunto de nanotubos existente. O processo de crescimento irá começar quando um gás contendo carbono entrar em contato com as partículas catalisadoras ou com o conjunto de nanotubos. Carbono será portanto adicionado às partículas ou ao conjunto, de modo a formar novos nanotubos. Então, mais carbono será incorporado à estrutura, para formar nanotubos mais longos ou conjuntos destes, e assim por diante. Entretanto, nos métodos da presente invenção, as estruturas filamentosas nanométricas (preferivelmente nanotubos de carbono de parede simples) na fase gasosa já estão desenvolvidos, e são então alinhados de acordo com o campo elétrico, agrupados ou conectados entre si, e acumulados sobre os eletrodos. Os últimos dois métodos acima não são, portanto, processos de crescimento. Tais métodos também permitem a produção de estruturas filamentosas nanométricas de uma forma que permite a redução do risco à saúde humana, na medida em que estes conjuntos macroscópicos têm menos tendência a serem volatilizadas.

A expressão "estruturas filamentosas nanométricas", como aqui utilizada, se refere a estruturas nanométricas unidimensionais. Tais estruturas,

preferivelmente, têm um alto momento de dipolo quando elas são carregadas, porque tais estruturas nanométricas possuem uma alta razão aparente (comprimento / diâmetro), a qual é preferivelmente acima de 10. Preferivelmente, elas têm um diâmetro que é inferior a aproximadamente 100  
5 nm, o que permite um aumento significativo do campo elétrico local na ponta ou na superfície das estruturas, de modo que elas podem prontamente emitir elétrons através do campo ou do efeito de emissão de Schottky.

A expressão "estrutura microscópica parecida com uma teia", como aqui utilizada quando se refere a estruturas filamentosas nanométricas, se refere a  
10 uma estrutura parecida com uma teia, tendo um tamanho de 1 cm ou menos, e na qual as estruturas filamentosas nanométricas e os agregados destas estão enroscados e ligados entre si por forças eletrostáticas e/ou de polarização, tais como as forças de Van der Waals.

A expressão "estrutura macroscópica parecida com uma teia", como  
15 aqui utilizada quando se refere a estruturas filamentosas nanométricas, se refere a uma estrutura parecida com uma teia, tendo um tamanho maior do que 1 cm, e na qual as estruturas filamentosas nanométricas ou os agregados destas estão enroscados e ligados entre si por forças eletrostáticas e/ou de polarização, tais como as forças de Van der Waals.

O termo "agregados", como aqui utilizado quando se refere a  
20 estruturas filamentosas nanométricas, se refere a um conjunto de uma pluralidade de estruturas filamentosas nanométricas e/ou grupos destas que podem estar enroscados com um certo alinhamento ao longo de uma direção preferencial para formar filamentos macroscópicos. Este conjunto preferivelmente contém uma  
25 elevada proporção de lacunas, e é obtido durante um processo de agregação induzido por um campo elétrico.

Nos métodos e aparelhos da presente invenção, as estruturas filamentosas nanométricas podem compreender nanofios, nano-hastes, nanofibras, nanolaços, nanotubos ou agrupamentos destes, ou misturas destes. As  
30 estruturas filamentosas nanométricas são preferivelmente estruturas filamentosas nanométricas de carbono. Mais preferivelmente, as estruturas filamentosas nanométricas são selecionadas a partir do grupo que consiste em nanotubos de

carbono de parede simples, nanotubos de carbono de parede múltipla, fibras nanométricas de carbono, e misturas destes. Os nanotubos de carbono de parede simples são particularmente preferidos. Alternativamente, as estruturas filamentosas nanométricas podem ser nano-estruturas unidimensionais (tais como nanofios, nano-hastes, nanofibras, nanolaços, ou nanotubos ou agrupamentos destes) de um membro, preferivelmente, selecionado a partir do grupo que consiste em C, BN, B, Si, Ge, Bi, Sn, Te, Se, Hg, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MH<sub>2</sub>, sendo que M é Ti, Zr, Hf, Nb, Ta, Mo, W ou Re e X é S, Se ou Te, InP, InAs, GaN, GaP, GaAs, Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>V<sub>3</sub>O<sub>7</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, CdO, SiO<sub>2</sub>, SnO<sub>2</sub>, CuO, (SN)<sub>x</sub>, Cu<sub>2</sub>S, B<sub>x</sub>C<sub>y</sub>N<sub>z</sub>, NiCl<sub>2</sub>, InS, ZnS, ZnSe, CdS, CdSe, Ag<sub>2</sub>Se, SiC, B<sub>4</sub>C, M<sub>2</sub>MoX<sub>6</sub>, sendo que M é Li ou Na e X é Se ou Te, e estruturas revestidas destes, e misturas destes.

A fase gasosa ou composição gasosa utilizada nos métodos e aparelhos da presente invenção podem compreender um gás portador e as estruturas filamentosas nanométricas. Ela pode possuir uma densidade de aproximadamente  $1 \times 10^6$  até aproximadamente  $1 \times 10^{12}$ , preferivelmente de aproximadamente  $1 \times 10^6$  até aproximadamente  $1 \times 10^{12}$ , e mais preferivelmente de aproximadamente  $5 \times 10^8$  até aproximadamente  $5 \times 10^{10}$  estruturas filamentosas nanométricas por cm<sup>3</sup>. O gás portador pode ser selecionado a partir do grupo que consiste em He, Ar, H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>, CO, N<sub>2</sub>, Kr, Xe, Ne, e misturas destes. Preferivelmente, o gás portador é Ar, He, ou uma mistura destes. A fase gasosa ou composição gasosa é preferivelmente injetada ou passada através do espaço, substancialmente perpendicularmente ao campo elétrico. Um outro gás pode ser também injetado na fase gasosa, preferivelmente de maneira contrária ao fluxo. O outro gás pode ser injetado através do espaço (definido por entre os eletrodos), para desacelerar as estruturas filamentosas nanométricas que passam através do espaço e/ou para aumentar a densidade local de partículas suspensas. O outro gás, preferivelmente, possui uma densidade que é mais baixa do que a densidade da fase gasosa. O outro gás é, preferivelmente, o argônio, o hélio, ou uma mistura destes.

Nos métodos e aparelhos da presente invenção em que é feito um acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, o acúmulo pode compreender

uma pluralidade de filamentos. Cada um dos filamentos pode compreender uma pluralidade de conjuntos macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas, ou de agregados destas, como definidos na presente invenção. Estes filamentos podem formar em conjunto uma estrutura microscópica parecida com uma teia.

5 Os filamentos podem alternativamente formar uma estrutura macroscópica parecida com uma teia.

As estruturas filamentosas nanométricas e os agregados de estruturas filamentosas nanométricas acumulados podem ter uma densidade bastante baixa. Como um exemplo, para estruturas filamentosas nanométricas de carbono, tais como os nanotubos de carbono de parede simples, o limite mínimo para a densidade da estrutura macroscópica semelhante a uma teia formada (enroscamento de filamentos do produto bruto de 10 cm de comprimento) pode ser tão baixo quanto  $1,3 \text{ mg/cm}^3$ , uma vez que ela praticamente flutua no ar. Durante o processo, o acúmulo é facilmente comprimido, devido às forças de Van der Waals entre os nanotubos de carbono. Um grama do acúmulo bruto manipulado pode então ocupar um volume de aproximadamente  $125 \text{ cm}^3$ , o que pode dar um limite máximo de aproximadamente  $8 \text{ g/cm}^3$  para a densidade do acúmulo. A sua densidade é então aumentada quando eles são manipulados, de modo a alcançar o limite máximo de  $8 \text{ g/cm}^3$ .

20 Nos métodos e aparelhos da presente invenção, quando é feito o uso de eletrodos, os eletrodos podem ser eletrodos planos ou eletrodos na forma de um prisma retangular. Eles podem também ser eletrodos cilíndricos. Preferivelmente, uma densidade de corrente com uma intensidade de aproximadamente 0,01 até aproximadamente 500, e mais preferivelmente de aproximadamente 0,1 até aproximadamente  $10 \text{ } \mu\text{A/cm}^2$  pode ser aplicada aos eletrodos. O campo elétrico pode ser um campo elétrico macroscópico com um valor de aproximadamente  $1 \times 10^4 \text{ V/m}$  até aproximadamente  $5 \times 10^6 \text{ V/m}$ . A diferença de potencial aplicada entre os eletrodos pode ser um potencial de Corrente Contínua (c.c.). A diferença de potencial aplicada entre os eletrodos também pode ser um potencial de Corrente Alternada (c.a.). Antes da passagem da fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através do espaço, a fase gasosa pode ser tratada para ionizar as estruturas filamentosas

nanométricas ali contidas, antes que as estruturas filamentosas nanométricas se tornem polarizadas. A ionização pode ser feita com um conjunto de eletrodos por entre os quais uma corrente flui. Ela pode ser feita também por foto-ionização. O campo magnético pode ser produzido por uma bobina, um ímã permanente, um eletroímã, ou um solenóide. A ionização pode ser feita através da utilização de uma corrente alternada (preferivelmente com uma frequência acima de 1 KHz), ou de uma corrente contínua. A foto-ionização pode ser realizada com uma fonte de fótons, tais como uma lâmpada de flash, uma lâmpada de mercúrio, uma lâmpada ultravioleta, ou similares. Um gás aditivo pode ser também adicionado à fase gasosa, para modificar, inibir ou favorecer a ionização das estruturas filamentosas nanométricas. As estruturas filamentosas nanométricas podem também ser dopadas com um composto compreendendo B, F, N, K, ou misturas destes, para modificar, inibir ou favorecer a ionização das estruturas filamentosas nanométricas. O gás aditivo pode ser selecionado a partir do grupo que consiste em N<sub>2</sub>, SF<sub>6</sub>, O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, HF, H<sub>2</sub>S, CH<sub>3</sub>SH, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>SH, CO<sub>2</sub>, CO, e misturas destes. Preferivelmente, o gás aditivo é N<sub>2</sub>, SF<sub>6</sub>, O<sub>2</sub>, CO ou H<sub>2</sub>O.

Nos métodos e aparelhos da presente invenção, quando é feito o uso de eletrodos, os eletrodos podem estar em rotação uns com relação aos outros, para prevenir que o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas os ligue. Na verdade, os eletrodos estão em rotação uns com relação aos outros de modo a enrolar, ao menos parcialmente, as estruturas acumuladas em torno de ao menos um dos eletrodos, desta forma prevenindo, ao menos substancialmente, que os eletrodos sejam ligados pelas estruturas filamentosas nanométricas. Um primeiro eletrodo pode compreender um membro alongado, que define um furo interno com as dimensões projetadas para receber um segundo eletrodo. O primeiro e segundo eletrodos podem ser substancialmente paralelos um com relação ao outro. O segundo eletrodo pode ser longitudinalmente alinhado com o primeiro eletrodo. Preferivelmente, o segundo eletrodo é disposto em um alinhamento substancialmente coaxial dentro do furo interno. Alternativamente, o segundo eletrodo é disposto dentro do furo interno de uma maneira substancialmente perpendicular ao membro alongado. Preferivelmente, pelo menos um dos eletrodos é adaptado para ser girado, onde o acúmulo de estruturas

filamentares nanométricas é ao menos parcialmente enrolado em torno deste eletrodo. O segundo eletrodo pode ser girado a uma velocidade predeterminada, deste modo prevenindo que o acúmulo ligue os eletrodos. O eletrodo pode ser girado a uma velocidade de aproximadamente  $10^{-2}$  até aproximadamente 200 rpm, preferivelmente a uma velocidade de aproximadamente 0,1 até aproximadamente 100 rpm, e mais preferivelmente a uma velocidade de aproximadamente 1 até aproximadamente 30 rpm.

Nos métodos e aparelhos da presente invenção, a detecção ou a monitoração da presença de estruturas filamentares nanométricas dentro da fase gasosa é preferivelmente feita. Tal etapa de detecção ou de monitoração pode ser realizada através da análise do comportamento da corrente ao longo de um período de tempo predeterminado e/ou da análise do tamanho, da densidade ou do formato das estruturas filamentares nanométricas, ou de agregados destas. A etapa de detecção ou de monitoração pode ser realizada em uma câmara adjacente, em comunicação com o espaço. A detecção ou a monitoração é preferivelmente feita em tempo real e, mais preferivelmente, ao longo de um período de menos de 100 segundos. A análise do comportamento da corrente pode ser feita pela análise da derivada da corrente como uma função do tempo. A análise do comportamento da corrente pode também ser feita pela análise da intensidade média da corrente como uma função do tempo, e de seu desvio padrão, ou através da análise da resistência da corrente como uma função do tempo. A análise da densidade das estruturas filamentares nanométricas pode ser feita pela análise da absorção óptica das estruturas filamentares nanométricas presentes na fase gasosa. A análise das estruturas filamentares nanométricas é preferivelmente feita por meio de uma sonda óptica. A sonda óptica pode ser selecionada a partir do grupo que consiste em um feixe de laser, um feixe de luz infravermelha, um feixe de luz visível ou um feixe de luz ultravioleta, e misturas destes. A análise do tamanho, da densidade e do formato das estruturas filamentares nanométricas, ou de agregados destas acumulados, pode também ser feita através da monitoração do acúmulo das estruturas filamentares nanométricas com uma câmara. A análise é preferivelmente feita em tempo real durante a passagem da fase gasosa através do espaço pela monitoração da

variação da corrente ou de uma resistência ao longo do tempo. A análise é preferivelmente feita em tempo real dentro de uma faixa de tempo menor do que 100 segundos. Durante a análise, uma comparação dos dados obtidos pode ser feita em confronto com gráficos padronizados, para determinar a presença ou a ausência das estruturas filamentosas nanométricas. Como um exemplo, um gráfico ilustrando a corrente ou a resistência como uma função do tempo pode ser utilizado para determinar e confirmar que as estruturas desejadas foram produzidas. Em particular, a análise pode ser comparada com um gráfico padronizado, calibrada com uma Análise Termogravimétrica (ATG) *ex-situ*, um Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET), um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e uma espectroscopia de Raman, para estimar a qualidade do acúmulo. Ao se utilizar um método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, a etapa de detecção ou a análise pode ser feita na câmara principal, onde o acúmulo é feito, ou pode ser feita em uma câmara secundária, adjacente à câmara principal, e em comunicação de fluxo de fluido com ela. A utilização de tal câmara secundária pode ser particularmente vantajosa, porque ela permite a análise das estruturas que foram recentemente produzidas, através da detecção periódica das estruturas assim que elas são produzidas. Com efeito, fazendo-se tal análise na câmara secundária, é possível monitorar em tempo real a qualidade e/ou a quantidade das estruturas produzidas. A análise feita na câmara secundária diz respeito apenas às estruturas que foram ali introduzidas em um momento selecionado. Portanto, ao se repetir tal análise na câmara secundária em intervalos de tempo desejados, é possível determinar mais precisamente quando a qualidade e/ou a quantidade das estruturas produzidas mudaram durante a produção. Assim, isto irá eventualmente permitir a detecção de quando uma qualidade insuficiente é produzida, e um operador será capaz de interromper a produção, antes que a quantidade das estruturas previamente acumuladas seja mais contaminada por estruturas de baixa qualidade. A câmara secundária pode, opcionalmente, ser limpa em um momento desejado, tal como entre a detecção de dois lotes.

Nos métodos e aparelhos da presente invenção, os eletrodos podem estar em rotação uns com relação aos outros. Eles podem ser também adaptados

para gerar um campo elétrico, para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos. O estojo pode ser na forma de um membro alongado. O membro alongado pode ser o primeiro eletrodo. O membro alongado pode compreender, ainda, pelo menos uma janela de observação. O segundo eletrodo pode ser longitudinalmente alinhado com o membro alongado. Preferivelmente, o segundo eletrodo é substancialmente paralelo ao primeiro eletrodo e, mais preferivelmente, o segundo eletrodo é disposto em um alinhamento substancialmente coaxial com o membro alongado. O segundo eletrodo pode, alternativamente, ser disposto dentro do furo interno, em um alinhamento substancialmente perpendicular ao membro alongado. O segundo eletrodo pode ser montado de maneira giratória sobre o membro de suporte. O membro de suporte pode compreender um motor para a rotação do segundo eletrodo. Os meios para a prevenção, ao menos substancial, da ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas nanométricas acumuladas (ou para remover substancialmente quaisquer estruturas que estejam ligando ao menos dois eletrodos) podem compreender pelo menos um eletrodo adaptado para ser girado, de modo a enrolar as estruturas em torno dele. Os meios para a prevenção, ao menos substancial, da ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas nanométricas acumuladas podem ser caracterizados por ao menos um dos eletrodos ser adaptado para ser girado, para enrolar ao menos parcialmente as estruturas filamentosas nanométricas em torno dele, deste modo prevenindo ao menos substancialmente a ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas nanométricas. Os meios para a prevenção, ao menos substancial, da ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas nanométricas acumuladas podem compreender meios para cortar as estruturas filamentosas nanométricas. Os meios para cortar as estruturas filamentosas nanométricas podem ser uma lâmina, uma lâmina de laser, etc. Pelo menos um dos eletrodos pode, também, ser adaptado para que seja impulsionado a um movimento ou deslocamento de translação, deste modo permitindo a remoção, ao menos substancial, de quaisquer estruturas que estejam ligando ao menos dois dos eletrodos de tal posicionamento. Com efeito, o movimento de translação conferido a pelo menos um eletrodo uns com relação aos outros pode permitir o corte das estruturas das

ligações, ou pelo menos remover uma porção destas estruturas do contato com os eletrodos. Os eletrodos podem ser adaptados para estarem em translação uns com relação aos outros, deste modo permitindo a prevenção ao menos substancial de sua ligação pelas estruturas.

5 Um motor para a rotação de pelo menos um dos eletrodos com relação ao outro eletrodo pode ser também compreendida. O primeiro e segundo eletrodos podem ser eletrodos planos ou eletrodos na forma de um prisma retangular. Eles também podem ser eletrodos cilíndricos.

Nos aparelhos da presente invenção, uma unidade de ionização é  
10 preferivelmente adicionalmente compreendida. Tal unidade de ionização, preferivelmente, compreende meios para a geração de uma corrente, meios para a geração de um campo magnético, ou meios de fotoionização, e pode estar em comunicação de fluxo de fluido com o furo e acima do primeiro e segundo  
15 eletrodos. A unidade pode ser disposta dentro do furo ou adjacente a ele. A unidade pode ser eficaz para a ionização das estruturas antes que elas sejam recebidas e polarizadas dentro do espaço. Os meios para a geração do campo magnético preferivelmente compreendem um par de eletrodos, uma bobina, um imã permanente, um eletroímã, ou um solenóide. A abertura de saída do aparelho preferivelmente compreende um filtro. A unidade de ionização, preferivelmente,  
20 compreende pelo menos um par de eletrodos a partir dos quais cargas são emitidas, de modo a ionizar as estruturas filamentosas nanométricas presentes na fase gasosa. A unidade de ionização pode compreender uma corrente alternada (preferivelmente com uma frequência acima de 1 KHz), ou uma corrente contínua. Os aparelhos podem compreender ainda um dispositivo de monitoração  
25 ou uma câmara secundária, que é adaptada para estar, quando desejado, em comunicação de fluxo de fluido com o espaço, para detectar a presença de estruturas filamentosas nanométricas, para monitorar a densidade das estruturas filamentosas nanométricas na fase gasosa, ou a taxa de suprimento das estruturas filamentosas nanométricas na abertura de entrada. O dispositivo de monitoração  
30 pode compreender pelo menos dois eletrodos, que definem por entre eles um espaço com as dimensões projetadas para receber a fase gasosa, que compreende as estruturas filamentosas nanométricas, sendo os eletrodos adaptados para gerar

um campo elétrico para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos. O dispositivo de monitoração também inclui meios para a análise do comportamento da corrente entre os eletrodos ao longo de um período de tempo predeterminado e/ou a análise do tamanho, da densidade ou do formato das estruturas filamentosas nanométricas, ou de agregados destas. O dispositivo de monitoração pode compreender meios para a análise da absorção óptica das estruturas filamentosas nanométricas presentes na fase gasosa. Os meios para a análise da absorção óptica podem compreender uma sonda óptica, a qual é preferivelmente selecionada a partir do grupo que consiste em um feixe de laser, um feixe de luz infravermelha, um feixe de luz visível ou um feixe de luz ultravioleta, e misturas destes. O dispositivo de monitoração é preferivelmente adaptado para detectar a presença de estruturas filamentosas nanométricas, para monitorar a densidade das estruturas filamentosas nanométricas na fase gasosa, ou a taxa de suprimento das estruturas filamentosas nanométricas na abertura de entrada. Os aparelhos podem compreender ainda meios para a coleta das estruturas filamentosas nanométricas depositadas por sobre ao menos um dos eletrodos. O raspador, quando ligado, permite a raspagem das estruturas depositadas em pelo menos um dos eletrodos. O raspador pode possuir várias configurações. Ele pode ser adaptado para ser montado de forma deslizante sobre um dos eletrodos ou em uma estrutura adjacente a eles e, quando desejado, o raspador pode ser utilizado para raspar as estruturas do eletrodo. Os aparelhos podem compreender ainda uma câmara de coleta, adaptadas para estarem, quando desejado, em comunicação de fluxo de fluido com o espaço, para a coleta das estruturas filamentosas nanométricas a partir de ao menos um dos eletrodos. A câmara de coleta é preferivelmente mantida sob uma atmosfera inerte, de modo a prevenir ou reduzir os riscos de exposição das estruturas filamentosas nanométricas ao oxigênio ou à umidade.

Nos conjuntos macroscópicos e nos métodos de preparação destes, as combinações de filamentos, enroscamentos, espuma, e membros alongados da presente invenção, o conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas está preferivelmente na forma de uma espuma. As estruturas filamentosas nanométricas utilizadas na fase gasosa preferivelmente já são

estruturas filamentosas nanométricas desenvolvidas. Em ao menos uma porção, os conjuntos microscópicos substancialmente alinhados em uma mesma direção podem ser substancialmente paralelos e espaçados entre si. Ao menos uma porção dos membros dos conjuntos microscópicos pode ser substancialmente enroscada, ou na forma de um enroscamento. Os conjuntos microscópicos são preferivelmente montados em conjunto ao longo das linhas do campo elétrico. Os conjuntos macroscópicos podem possuir uma densidade menor do que  $8 \text{ mg/cm}^3$ , preferivelmente menor do que aproximadamente  $7 \text{ mg/cm}^3$ , mais preferivelmente menor do que aproximadamente  $5 \text{ mg/cm}^3$ , e mais preferivelmente ainda menor do que  $3 \text{ mg/cm}^3$ . Alternativamente, os conjuntos macroscópicos podem possuir uma densidade de aproximadamente 0,8 até aproximadamente  $6 \text{ mg/cm}^3$ , preferivelmente de aproximadamente 1,0 até aproximadamente  $5,8 \text{ mg/cm}^3$  e mais preferivelmente de aproximadamente 1,3 até aproximadamente  $5,5 \text{ mg/cm}^3$ . Os conjuntos macroscópicos podem ter um diâmetro menor do que aproximadamente 100 nm, preferivelmente menor do que aproximadamente 50 nm, e mais preferivelmente menor do que 30 nm. Alternativamente, o diâmetro pode ser de aproximadamente 1 nm até aproximadamente 100 nm, preferivelmente de aproximadamente 2 nm até aproximadamente 75 nm, e mais preferivelmente de aproximadamente 5 nm até aproximadamente 50 nm. Os conjuntos macroscópicos podem compreender pelo menos aproximadamente  $10^4$  estruturas filamentosas nanométricas. Nos conjuntos macroscópicos, as estruturas filamentosas nanométricas são preferivelmente nanotubos de carbono, e mais preferivelmente nanotubos de carbono de parede simples. Os conjuntos microscópicos podem ter um comprimento de pelo menos aproximadamente 10  $\mu\text{m}$ , preferivelmente de pelo menos aproximadamente 50  $\mu\text{m}$ , e mais preferivelmente de pelo menos aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ . Alternativamente, o comprimento pode ser de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  até aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ . Os conjuntos microscópicos conectados entre si podem formar substancialmente um padrão fractal. Os conjuntos microscópicos são preferivelmente conectados entre si, e são substancialmente alinhados ao longo de um eixo longitudinal. Mais preferivelmente, os conjuntos microscópicos são

conectados entre si e substancialmente alinhados ao longo de um eixo longitudinal, de maneira tal que, em ao menos uma grande porção, os membros de dois conjuntos microscópicos adjacentes fiquem substancialmente alinhados na mesma direção. Cada um dos membros, preferivelmente, compreende uma  
5 estrutura filamentar nanométrica, ou um agrupamento simples de estruturas filamentosas nanométricas. Os conjuntos macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas podem ter uma pureza de pelo menos aproximadamente 25% por peso, de preferivelmente pelo menos aproximadamente 40% por peso, mais preferivelmente de pelo menos  
10 aproximadamente 45% por peso, mais preferivelmente ainda de pelo menos aproximadamente 50% por peso, e ainda mais preferivelmente de pelo menos aproximadamente 55% por peso. Eles podem até mesmo ter uma pureza de pelo menos aproximadamente 60% ou de pelo menos aproximadamente 75% por peso.

15 Algumas partículas metálicas e/ou uma substância de revestimento (tal como carbono amorfo, carbono grafitico, fulerenos, ou misturas destes) podem ser despejados por entre os membros dos conjuntos microscópicos. Os conjuntos macroscópicos são preferivelmente na forma de um filamento e/ou de uma espuma. As estruturas filamentosas nanométricas podem ser nanotubos de  
20 carbono de parede simples dopados. Os nanotubos de carbono de parede simples podem compreender um elemento de dopagem, selecionado a partir do grupo que consiste em B, F, N, K, Na, Li, Si, e misturas destes. O elemento de dopagem pode estar na forma de nanopartículas.

Os filamentos podem ter um comprimento de pelo menos  
25 aproximadamente 1 cm, preferivelmente de pelo menos aproximadamente 20 cm, e mais preferivelmente de pelo menos aproximadamente 100 cm. No enrolamento, os filamentos são, preferivelmente, ao menos parcialmente enrolados em torno de um membro alongado. O membro alongado é preferivelmente um eletrodo. Os métodos para a preparação de conjuntos de  
30 estruturas filamentosas nanométricas são preferivelmente realizados com a prevenção substancial da ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentosas nanométricas acumuladas. O enrolamento de filamentos forma, preferivelmente,

uma estrutura macroscópica parecida com uma teia.

Os métodos e aparelhos descritos na presente invenção são preferivelmente utilizados abaixo de processos de síntese de fases gasosas, uma vez que eles são adaptados para tratar estruturas filamentosas nanométricas em fase gasosa. Caso um aparelho ou método para a produção de estruturas filamentosas nanométricas não produza tais estruturas por meio de uma síntese de fase gasosa, é possível recuperar as estruturas filamentosas nanométricas e inseri-las em uma fase gasosa, de modo a utilizar os métodos e aparelhos descritos na presente invenção. Além disso, é possível produzir os conjuntos, espuma, filamentos, e os enroscamentos macroscópicos da presente invenção, e misturas destes, com um alto grau de pureza através da mistura conjunta com estruturas filamentosas nanométricas de alta pureza com um gás portador, de modo a formar uma fase gasosa. Esta fase gasosa, então, é tratada através da utilização de um método como descrito na presente invenção, de modo a que se obtenha os desejados conjuntos, espuma, filamentos, e os enroscamentos da presente invenção e as misturas destes.

A pessoa versada na técnica compreenderia que todas as modalidades preferidas previamente apresentadas podem ser úteis, quando aplicáveis, em qualquer um dos aparelhos ou métodos da presente invenção.

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecido um método para a preparação de um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas, conforme definidas na presente invenção. O método compreende a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço, definido por entre ao menos dois eletrodos, que geram um campo elétrico, para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos, deste modo formando um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas.

De acordo com um outro aspecto da presente invenção, é fornecida uma espuma de estruturas filamentosas nanométricas.

### 30 **Breve Descrição dos Desenhos**

Os aspectos e vantagens adicionais da invenção se tornarão mais prontamente evidentes a partir da seguinte descrição de modalidades preferidas,

conforme ilustradas através de exemplos e dos desenhos apensos, nos quais:

A Fig. 1 é uma vista esquemática seccional elevada de um sistema compreendendo um aparelho para a produção de nanotubos de carbono e um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma modalidade preferida da presente invenção;

A Fig. 2 é uma vista esquemática seccional elevada de um outro sistema compreendendo um aparelho para a produção de nanotubos de carbono e um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção;

A Fig. 3 é uma vista esquemática seccional elevada de um outro sistema compreendendo um aparelho para a produção de nanotubos de carbono e um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção;

A Fig. 4 é uma vista esquemática seccional elevada que representa em detalhes o aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas esquematicamente representado nas Figs. de 1 a 3;

A Fig. 5 é uma vista esquemática elevada de um eletrodo, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção;

A Fig. 6 é uma vista frontal elevada de um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma modalidade preferida da presente invenção;

A Fig. 7 é uma vista lateral elevada do aparelho mostrado na Fig. 6;

A Fig. 8 é uma fotografia de uma estrutura microscópica parecida com uma teia de nanotubos de carbono de parede simples obtida pela utilização de um método e de um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com modalidades preferidas da presente invenção;

A Fig. 9 é uma fotografia que mostra filamentos de conjuntos macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção, na qual os filamentos são enrolados em torno de um membro alongado, e na qual as estruturas filamentosas nanométricas são nanotubos de carbono de parede simples obtidos através da utilização de um método e de um aparelho para o acúmulo de estruturas

filamentares nanométricas, de acordo com modalidades preferidas da presente invenção;

A Fig. 10 é uma vista mais próxima dos filamentos de conjuntos macroscópicos de estruturas filamentares nanométricas (nanotubos de carbono de parede simples) mostrados na Fig. 9;

A Fig. 11 é um gráfico que mostra a variação da corrente ao longo do tempo durante a utilização de um método para o acúmulo de estruturas filamentares nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção, na qual nanotubos de carbono de parede simples são acumulados;

A Fig. 12 é uma vista esquemática seccional elevada de um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentares nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção, na qual o aparelho acumulador inclui um aparelho para a monitoração da produção de estruturas filamentares nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da invenção;

A Fig. 13 é uma vista esquemática seccional elevada que representa em detalhes o aparelho para a monitoração da produção de estruturas filamentares nanométricas esquematicamente representado na Fig. 12;

A Fig. 14 é uma vista esquemática seccional elevada de um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentares nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção, na qual o aparelho pode compreender vários tipos de unidades de ionização;

A Fig. 15 é uma vista esquemática seccional elevada que representa em detalhes uma unidade de ionização ou um aparelho para a ionização de estruturas filamentares nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção e que é esquematicamente representada na Fig. 14.

A Fig. 16 é uma vista esquemática seccional elevada que representa em detalhes uma unidade de ionização, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção e que é esquematicamente representada na Fig. 14;

A Fig. 17 é uma vista esquemática seccional elevada de um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção;

5 A Fig. 18 é uma fotografia que mostra agregados de estruturas filamentosas nanométricas fluindo em uma fase gasosa em um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção, na qual as estruturas são nanotubos de carbono de parede simples;

10 A Fig. 19 é uma fotografia que mostra conjuntos macroscópicos acumuladas de estruturas filamentosas nanométricas, formando uma estrutura parecida com uma teia, de acordo com uma modalidade preferida da presente invenção, em um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção, na qual os meios para prevenir que os eletrodos sejam ligados pelas  
15 estruturas foram propositadamente desativados para mostrar as estruturas ligando os dois eletrodos do aparelho, e na qual as estruturas filamentosas nanométricas são nanotubos de carbono;

A Fig. 20 é uma imagem de um Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) de estruturas filamentosas nanométricas acumuladas obtidas  
20 através de um método e de um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com modalidades preferidas da presente invenção, na qual as estruturas acumuladas são nanotubos de carbono de parede simples;

A Fig. 21 é um espectro de Raman de estruturas filamentosas  
25 nanométricas recuperadas através de um método e de um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com modalidades preferidas da presente invenção, na qual as estruturas acumuladas são nanotubos de carbono de parede simples;

A Fig. 22 é um gráfico de uma Análise Termogravimétrica (ATG)  
30 das estruturas filamentosas nanométricas analisadas na Fig. 21;

A Fig. 23 é um gráfico que mostra a variação da corrente ao longo do tempo obtida quando se utiliza um método para a monitoração da produção de

estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção, na qual as estruturas são nanotubos de carbono de parede simples;

5 A Fig. 24A é um gráfico que mostra a variação da corrente ao longo do tempo obtida quando se utiliza um método para a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção, na qual as estruturas são nanotubos de carbono de parede simples, e o gráfico mostra o comportamento da corrente obtido durante uma produção normal e eficiente de nanotubos de carbono de  
10 parede simples;

A Fig. 24B é um gráfico que mostra a variação da corrente ao longo do tempo obtida quando se utiliza um método para a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da presente invenção, na qual as estruturas são nanotubos de carbono de  
15 parede simples, e o gráfico mostra o comportamento da corrente obtido durante uma produção problemática e ineficiente de nanotubos de carbono de parede simples;

A Fig. 25 é um gráfico que mostra a variação da resistência do aparelho de monitoração ao longo do tempo, obtido através dos gráficos das Figs.  
20 24A e 24B;

A Fig. 26 é um gráfico da absorção óptica que representa a potência transmitida como uma função do tempo e obtida com um dispositivo óptico durante um método para a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma outra modalidade preferida da invenção, na  
25 qual o dispositivo óptico compreende um laser He-Ne de 632,8 nm e as estruturas são nanotubos de carbono de parede simples;

A Fig. 27 é uma fotografia que mostra um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma modalidade preferida da presente invenção, na qual as estruturas filamentosas nanométricas  
30 são nanotubos de carbono de parede simples; e

A Fig. 28 é uma fotografia que mostra um conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas, de acordo com uma modalidade

preferida da presente invenção, na qual o conjunto macroscópico compreende uma pluralidade de conjuntos microscópicos como mostrado na Fig. 27.

### **Descrição Detalhada de Modalidades Preferidas da Invenção**

Os exemplos seguintes representam, de uma maneira não limitativa, as modalidades preferidas da presente invenção.

Com referência primeiramente à Fig. 1, é mostrado um sistema 9 para a produção de estruturas filamentosas nanométricas, compreendendo um maçarico a plasma 12, contendo um tubo de plasma 14, com uma extremidade de descarga de plasma 16. O maçarico a plasma pode gerar, por exemplo, um plasma 18, compreendendo uma porção de átomos ionizados de um gás inerte, uma substância contendo carbono, e um catalisador metálico, quando as estruturas filamentosas nanométricas desejadas forem nanotubos de carbono. O sistema também compreende um tubo de quartzo 20 em comunicação de fluxo de fluido com a extremidade de descarga de plasma 16. O tubo 20 é disposto em um forno 22. Um aparelho 24 para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas é disposto abaixo do tubo 20, e está em comunicação de fluxo de fluido com este. As partículas ionizadas contidas no plasma 18 adentram o forno 22. Quando o sistema é utilizado para produzir nanotubos de carbono, os átomos ou as moléculas de carbono e os átomos do catalisador metálico dentro do forno 22 são condensados para formar uma fase gasosa compreendendo estruturas filamentosas nanométricas, tais como os nanotubos de carbono de parede simples, os nanotubos de carbono de parede múltipla ou uma mistura destes. Os nanotubos de carbono de parede simples são particularmente preferidos. A fase gasosa ou a composição gasosa é então introduzida no aparelho 24, onde as estruturas filamentosas nanométricas são depositadas (acumuladas) e posteriormente recuperadas.

Como pode ser visto a partir das Figs. 2 e 3, os sistemas 10 e 11 para a produção de estruturas filamentosas nanométricas são semelhantes ao sistema 9, com a exceção de que cada um dos sistemas 10 e 11 compreende dois aparelhos 24 (ou unidades acumuladoras), para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas. Além disso, cada um dos sistemas 10 e 11 compreende um dispositivo distribuidor ou dispositivo seletor 26. A diferença

entre o sistema 10 e o sistema 11 reside em seus meios para a seleção de uma ou outra unidade acumuladora, tal como as válvulas 28 e 29, respectivamente. Ambos os sistemas 10 e 11 permitem a alimentação seletiva de qualquer um de seus dois aparelhos ou unidades acumuladoras 24 por meio de seus dispositivos distribuidores 26.

O aparelho 24, detalhado na Fig. 4, compreende um membro alongado ou uma câmara acumuladora 30, que define um furo interno, e que tem uma abertura de entrada 32 e uma abertura de saída 34. O membro alongado 30, preferivelmente, atua como um primeiro eletrodo, e um segundo eletrodo 36 é inserido através do membro alongado 30. Os eletrodos 30 e 36 estão espaçados um do outro, e um espaço 38 é definido por entre eles. Os eletrodos 30 e 36 estão em uma associação substancialmente paralela e, preferivelmente, estão em associação paralela. Mais preferivelmente, eles estão substancialmente alinhados de maneira coaxial. Uma diferença de potencial é aplicada entre o eletrodo 30 e o eletrodo 36 para gerar um campo elétrico. O eletrodo 36 é montado de maneira giratória sobre um membro de suporte 39 que compreende um motor 40. A Fig. 5 representa um eletrodo 37, que é uma variante do eletrodo 36 mostrado na Fig. 4.

As Figs. 6 e 7 representam fotografias de um aparelho 109, que é similar ao aparelho 24 esquematizado na Fig. 4. A principal diferença entre os aparelhos 24 e 109 é que este último aparelho compreende as janelas de observação 42, 44 e 46, que permitem que um operador observe o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas por sobre o eletrodo 37.

A Fig. 12 representa um aparelho 124 para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas. O aparelho compreende um membro alongado ou estojo 130, que define um furo interno, e que tem uma abertura de entrada 132 e uma abertura de saída 134. A abertura de entrada 132 está em comunicação de fluxo de fluido com um tubo de quartzo 120 de um maçarico a plasma (não mostrado) utilizado para a produção de estruturas filamentosas nanométricas, tais como os nanotubos de carbono e, mais particularmente, os nanotubos de carbono de parede simples. O membro alongado 130 atua como um primeiro eletrodo, e um segundo eletrodo 136 é inserido através do membro alongado 130. Os eletrodos 130 e 136 estão espaçados um do outro, e um espaço 138 é definido por

entre eles. A abertura de entrada 132 está em comunicação de fluxo de fluido com o espaço 138 e com a abertura de saída 134. Os eletrodos 130 e 136 estão em uma associação substancialmente paralela, e preferivelmente em associação paralela. Preferivelmente, eles estão alinhados substancialmente de forma coaxial. Uma diferença de potencial é aplicada entre o eletrodo 130 e o eletrodo 5 136. O aparelho também compreende uma sonda óptica 121, a qual inclui um laser 122, que gera um feixe 123, e um fotodetector 125. A sonda óptica 121 é preferivelmente disposta entre o tubo 120 e a abertura de entrada 132, e é adaptada para que o seu feixe 123 esteja em comunicação visual com as 10 estruturas que fluem no tubo 120 e na abertura de entrada 132. O aparelho 124 é também fornecido com um aparelho de monitoração 137 que tem uma abertura de saída 234, que pode estar seletivamente em comunicação de fluxo de fluido com o espaço 138 e com a abertura de saída 132, através do acionamento de uma válvula 229. O eletrodo 136 é montado de maneira giratória sobre um membro de 15 suporte 139, que compreende um motor 140. A pessoa versada na técnica compreenderia claramente que tal aparelho é adequado para o acúmulo de nanotubos de carbono, assim como para o acúmulo de uma pluralidade de estruturas filamentosas nanométricas, como previamente definidas.

A pessoa versada na técnica também compreenderia que o aparelho 20 124 é adaptado para ser montado sobre qualquer tipo de maçarico a plasma, assim como abaixo de qualquer aparelho para a produção de estruturas filamentosas nanométricas, tais como o HiPco (processo de monóxido de carbono de alta pressão), a vaporização a laser, a deposição de vapor química de fases gasosas, arco elétrico e chama. Com efeito, ele pode ser montado sobre qualquer 25 síntese de fase gasosa de estruturas filamentosas nanométricas.

Como detalhado na Fig. 13, o aparelho de monitoração 237 30 compreende um membro alongado ou estojo 230, que define um furo interno, e que tem uma abertura de entrada 232 e uma abertura de saída 234. A abertura de entrada 232 está em comunicação de fluxo de fluido com uma válvula (não mostrada). O membro alongado 230, preferivelmente, atua como um primeiro eletrodo, e um segundo eletrodo 236 é inserido através do membro alongado 230. Os eletrodos 230 e 236 estão espaçados entre si, e um espaço 238 é definido por

entre eles. A abertura de entrada 232 está em comunicação de fluxo de fluido com o espaço 238 e com a abertura de saída 234. Os eletrodos 230 e 236 estão em uma associação substancialmente paralela, e preferivelmente em associação paralela. Mais preferivelmente, eles estão alinhados substancialmente de forma coaxial. Uma diferença de potencial é aplicada entre o eletrodo 230 e o eletrodo 236 para gerar um campo elétrico. O eletrodo 236 é montado de maneira rotativa sobre um membro de suporte 239, o qual compreende um motor 240. Uma sonda óptica ou um dispositivo 221 é disposto adjacente à abertura de entrada 232, que está em comunicação de fluxo de fluido com o espaço 238. O dispositivo 221 compreende um laser 222, que gera um feixe de laser 223, e um fotodetector 225. O dispositivo 221 também compreende as janelas 227, que permitem que o feixe 223 passe através do membro 230.

Como mostrado na Fig. 14, um aparelho 324 para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas compreende um membro alongado ou estojo 330, que define um furo interno, e que tem uma abertura de entrada 332 e uma abertura de saída 334. A abertura de entrada 332 está em comunicação de fluxo de fluido com uma abertura de saída 337 de uma unidade de ionização 335 ou 335', a qual possui uma abertura de entrada 333 adaptada para receber estruturas filamentosas nanométricas a partir de um aparelho para a preparação de tais estruturas. Tal aparelho pode ser de processos de síntese de diferentes estruturas filamentosas nanométricas, tais como o HiPco (processo de monóxido de carbono de alta pressão), vaporização a laser, deposição de vapor química de fases gasosas, arcos elétricos e chamas. De fato, ele pode ser montado sobre qualquer síntese de fase gasosa de estruturas filamentosas nanométricas. Com efeito, ambos os tipos de unidade de ionização 335 e 335' podem ser utilizados (ver Figs. 15 e 16). O membro alongado 330 atua como um primeiro eletrodo, e um segundo eletrodo 336 é inserido através do membro alongado 330. Os eletrodos 330 e 336 são espaçados entre si, e um espaço 338 é definido por entre eles. A abertura de entrada 332 está em comunicação de fluxo de fluido com o espaço 338 e com a abertura de saída 334. Os eletrodos 330 e 336 estão em uma associação substancialmente paralela, e preferivelmente em associação paralela. Mais preferivelmente, eles estão alinhados substancialmente de maneira coaxial.

Uma diferença de potencial é aplicada entre o eletrodo 330 e o eletrodo 336. O eletrodo 336 é montado de maneira giratória sobre um membro de suporte 339, o qual compreende um motor 340.

5 Como detalhado na Fig. 15, a unidade de ionização 335 compreende a abertura de entrada 333, a abertura de saída 337, e um par de eletrodos 342 e 344. Como detalhado na Fig. 16, a unidade de ionização 335' compreende a abertura de entrada 333, a abertura de saída 337, e uma bobina 346 que gera um campo magnético variável com relação ao tempo.

A Fig. 17 mostra um aparelho 424 para o acúmulo de estruturas  
10 filamentosas nanométricas, que compreende um membro alongado ou estojo 430 que define um furo interno, e que tem uma abertura de entrada 432 e uma abertura de saída 434. O membro alongado 430 preferivelmente atua como um primeiro eletrodo, e um segundo eletrodo 436 é inserido através do membro alongado 430. Os eletrodos 430 e 436 são espaçados entre si, e um espaço 438 é  
15 definido por entre eles. A abertura de entrada 432 é adaptada para receber uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentosas nanométricas a partir de um aparelho para a produção destas estruturas. A abertura de entrada compreende uma válvula 447 para seletivamente permitir a passagem das estruturas a partir do aparelho para a produção das estruturas (não mostrado) para o aparelho 424.  
20 O aparelho 424 também compreende um raspador 440 que inclui os membros 442 e 444. Os membros 442 são montados de forma deslizante no aparelho 424, e são adaptados para fazer com que o membro 444 raspe as estruturas depositadas sobre o eletrodo 436. Os membros 442, quando movimentados para baixo, são eficazes para raspar as estruturas que podem estar depositadas sobre o  
25 eletrodo 430. O aparelho 424 compreende ainda uma unidade de coleta 439, que inclui uma câmara coletora 441 e um membro receptor 443. Uma válvula 445 é fornecida entre a câmara 441 e o membro 443 para permitir, quando desejado, a passagem das estruturas para dentro da câmara 441. A unidade de coleta 439 também inclui meios para o transporte das estruturas para dentro da câmara 441,  
30 tais como um pistão 449. Tais meios podem ser, também, uma corrente gasosa (preferivelmente uma corrente gasosa de um gás inerte, tal como o argônio e o

h lio) ou um sistema pressurizado. O aparelho 424 tamb m compreende diversas janelas de observa o 427.

No sistema 9 (Fig. 1), a fase gasosa compreendendo estruturas filamentosas nanom tricas   primeiramente introduzida na abertura de entrada 32 do aparelho 24 (Fig. 4), antes de passar atrav s do espa o 38. Um campo el trico   gerado no espa o 38 pela diferen a de potencial el trico aplicada entre os eletrodos 30 e 36. As estruturas filamentosas nanom tricas, quando submetidas a tal campo el trico, tender o a se agregar na fase gasosa, antes de serem auto-agrupadas em grandes estruturas filamentosas. No come o do processo, a corrente   praticamente inexistente, porque n o h  part culas ionizadas suspensas na fase gasosa. As estruturas filamentosas nanom tricas podem ser facilmente ionizadas quando submetidas a um campo el trico. Ent o, estas part culas ionizadas ir o se agregar, porque a carga portada por estas estruturas unidimensionais de elevada raz o aparente ir  induzir um alto momento de dipolo el trico (ou momentos mais altos). Como um exemplo,   poss vel calcular a magnitude do momento de dipolo  $\mu$ , para um agrupamento de nanotubos de carbono de parede simples de 5  $\mu\text{m}$  de comprimento, portando uma carga  $q$  de 4 el trons. Em tal caso, um valor  $10^5$ - $10^6$  maior do que o momento de dipolo da  gua ( $\mu_{\text{ gua}} = 6,0 \times 10^{-30} \text{ C.m}$ )   encontrado:

$$\mu = qL = 4 \times 1,6 \times 10^{-19} \text{ C} \times 5 \mu\text{m} = 5,3 \times 10^5 \mu_{\text{ gua}}$$

Este elevado momento de dipolo   at pico; ele   causado pela alta raz o aparente (comprimento / di metro) desta nanoestrutura. Tal dipolo permite a agrega o dos diferentes nanotubos de carbono, uma vez que a energia de intera o dipolar ir  superar a energia t rmica para uma dist ncia de separa o da ordem de alguns poucos micr metros, o que explica por que uma densidade cr tica   necess ria para observar a agrega o de nanotubos.   medida que o processo de agrega o ocorre na fase gasosa, os agregados se tornar o mais influenciados pela intera o Coulombiana, porque a intensidade relativa da intera o dipolar ( $\propto 1/r^3$ ), em compara o com a intera o Coulombiana ( $\propto 1/r^2$ ), decai   propor o que a dist ncia de separa o entre os agregados aumenta. As part culas resultantes ir o se difundir, e ser o atra das em dire o ao eletrodo ou a outros agregados de polaridade oposta. O processo ir  durar at  que os

agregados de nanotubos de carbono sejam agrupados em grandes filamentos macroscópicos (maiores do que 1 cm), que tentarão ligar os eletrodos. Fenômenos semelhantes são observados quando partículas com dipolos elétricos permanentes ou induzidos são suspensas em uma fase gasosa, como descrito em  
5 Abrahamson, et al. em *Journal of Electrostatics* 55, (2002), 43-63; Tang et al. em *Science* 297, (2002), 237-240; e Schleicher et al. em *Journal of Colloid and Interface Science* 180, (1996), 15-21. Todas estas referências são aqui incorporadas como referências.

Devido às estruturas filamentosas nanométricas terem dimensões  
10 nanométricas (ou seja, diâmetros menores do que aproximadamente 100 nm), que permitem um aumento significativo do campo elétrico local na ponta ou na superfície da estrutura, elas podem, portanto, prontamente emitir elétrons através do campo ou do efeito de emissão de Schottky. Este efeito ocorre mesmo que as estruturas filamentosas nanométricas sejam isolantes, semicondutoras ou  
15 condutoras.

No aparelho 24, enquanto as estruturas filamentosas nanométricas se acumulam gradualmente por sobre o eletrodo 36, o campo elétrico e o fluxo de elétrons aumentam, devido ao campo ou ao efeito de emissão Schottky. O mesmo se aplica aos aparelhos 24, 124, 237, 324, e 424. O campo elétrico local  
20 se torna grande o suficiente para que haja uma ruptura na ponta destas partículas e, assim, ocorre uma avalanche que se propaga, formando conjuntos macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas e, eventualmente, formando filamentos de tais conjuntos macroscópicos. A pluralidade de filamentos forma então um enroscamento de filamentos, que possui uma  
25 estrutura ou configuração parecida com uma teia, como mostrado na Fig. 19. É assim que uma estrutura macroscópica parecida com uma teia é obtida. Tal enroscamento ou estrutura parecida com uma teia compreende estruturas filamentosas nanométricas e seus agregados, que são enroscados e ligados entre si por forças eletrostáticas e de polarização. O aquecimento subsequente pode  
30 também formar ligações mais fortes. A teia de nanotubos de carbono de parede simples pode ser vista como o resultado da descarga elétrica entre os eletrodos; ela terá, portanto, a mesma estrutura que as fitas elétricas da descarga. Na

verdade, os agregados de nanotubos de carbono de parede simples se alinham com o campo elétrico de maneira semelhante aos preenchimentos de ferro nas linhas dos campos magnéticos. Isto permite a geração dos conjuntos macroscópicos da presente invenção. Uma pluralidade de tais conjuntos forma uma rede tal como uma configuração de teia (ver na Fig. 8 estrutura microscópica parecida com uma teia, e na Fig. 9 estrutura macroscópica parecida com uma teia), o que indica a presença de nanotubos de carbono, uma vez que o carbono amorfo não acentua suficientemente o campo elétrico local (pequena razão aparente) para formar uma configuração de teia. Na presença de carbono amorfo somente, são formados apenas pequenos flocos. As partículas contidas no fluxo gasoso, que não são acumuladas, irão sair do aparelho 24 por meio da abertura de saída 34. Tal abertura de saída também compreende um filtro (não mostrado), que previne a emissão de partículas perigosas.

Devido às estruturas filamentosas nanométricas terem a tendência de ligar os eletrodos 30 e 36 e, eventualmente, ao longo de um certo período de tempo, obstruir a passagem por entre eles (o espaço 38), o eletrodo 36 é preferivelmente girado para permitir uma operação contínua. A rotação do eletrodo 36 irá fazer com que os filamentos que formam o enroscamento ou a estrutura parecida com uma teia sejam enrolados em torno do eletrodo 36, assim prevenindo que o acúmulo ligue os eletrodos e, eventualmente, obstrua o espaço 38. Conseqüentemente, o acúmulo não fica mais parecido com uma teia. Tal configuração enrolada é semelhante à configuração de um algodão doce, e é claramente mostrada nas Figs. 9 e 10. O eletrodo 37, mostrado na Fig. 5 possuindo uma configuração preferida, permite a otimização do enrolamento do acúmulo em torno do eletrodo. Os enroscamentos obtidos através da utilização de tal método são tão longos quanto o eletrodo 36 ou 37. Além disso, os filamentos dos conjuntos macroscópicos de nanotubos de carbono de parede simples obtidos são bastante alinhados, e eles possuem uma densidade bem baixa. Isto é, portanto, uma característica interessante. Tais propriedades são particularmente de interesse quando se utiliza tais conjuntos para preparar materiais condutivos. O acúmulo pode ser feito também com um eletrodo não giratório 36 ou 37,

porém, o espaço 38 será mais facilmente obstruído ao longo de grandes períodos de tempo.

Uma síntese de estruturas filamentosas nanométricas pode ser realizada de uma maneira contínua pela utilização dos sistemas 10 ou 11, mostrados na Fig. 2 e 3, respectivamente. Quando a fase gasosa sai do tubo 20 e é introduzida no dispositivo de distribuição 26, ela pode ser seletivamente direcionada para qualquer um dos aparelhos 24 por meio da válvula 28 ou 29. Como um exemplo, quando a fase gasosa é alimentada em um dos aparelhos 24 para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas ali, a diferença de potencial elétrico no outro aparelho 24 é desligada, e as estruturas filamentosas nanométricas acumuladas por sobre o eletrodo 36 ou 37 podem ser recuperadas. Em tal caso, o motor 40 e o eletrodo 36 podem ser utilizados novamente para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas. O acúmulo é então realizado em cada aparelho 24 alternativamente.

O aparelho 124 mostrado na Fig. 12 é semelhante ao aparelho 24 mostrado na Fig. 4, com a exceção de que ele compreende uma sonda óptica 121 e um aparelho de monitoração 237. As estruturas filamentosas nanométricas são assim acumuladas dentro do aparelho 237 (no membro alongado ou na câmara acumuladora 130) de uma maneira análoga à previamente definida para o aparelho 24. Com relação à sonda 121 e ao dispositivo de monitoração 237, o aparelho 124 funciona da seguinte forma. As estruturas filamentosas nanométricas produzidas estão fluindo através do tubo 120 e da abertura de entrada 132 antes de adentrarem o aparelho 124 e, particularmente, antes de entrarem no espaço 138 se acumularem por sobre os eletrodos, preferivelmente em particular por sobre o eletrodo 136. Antes que as estruturas entrem no espaço 138 e sejam expostas ao campo elétrico, um feixe de laser 123 permite opcionalmente a detecção das estruturas para que elas sejam analisadas. Muitas informações podem ser assim adquiridas a partir de tal etapa de detecção, tal como a densidade e a taxa de produção das estruturas. O dispositivo de monitoração 237 (ver Figs. 12 e 13) pode estar, quando desejado, em comunicação de fluxo de fluido com o espaço 138, para detectar ou sondar regularmente a fase gasosa que entra pela abertura de entrada 132. A válvula 229

é assim aberta, por um período de tempo selecionado, para que se obtenha uma amostra da fase gasosa que acaba de ser produzida contendo as estruturas desejadas. Uma vez que a válvula 229 é fechada, um campo elétrico é aplicado sobre o eletrodo central 236, para a produção de uma característica de corrente-tempo que depende da densidade das estruturas filamentosas nanométricas, tais como os nanotubos de carbono suspensos na câmara de monitoração. A partir do comportamento desta característica, é possível monitorar a densidade e a qualidade dos nanotubos de carbono contidos na fase gasosa, através de uma comparação com um gráfico padronizado calibrado com uma medição *ex situ* (Análise Termogravimétrica (ATG)), MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura), MET (Microscópio Eletrônico de Transmissão). É possível também obter mais algumas informações sobre a fase gasosa pela detecção desta com a sonda óptica 221 que pode ou não ser polarizada. As informações adicionais obtidas podem ser a densidade, a taxa de produção, a natureza e o grau de alinhamento das estruturas suspensas. É portanto possível produzir, com o aparelho de monitoração, gráficos como os mostrados nas Figs. de 23 a 26. Uma vez que esta análise é feita, o campo elétrico pode ser desligado; o eletrodo central 236 pode ser girado para enrolar os filamentos de nanotubos que ligam os eletrodos, antes que uma nova amostragem do novo fluxo possa então ser feita através da re-abertura da válvula. É possível limpar o aparelho de monitoração 237 entre cada sondagem da fase gasosa. Opcionalmente, uma pluralidade de aparelhos de monitoração pode ser também utilizada.

No começo do processo de monitoração, a corrente entre os eletrodos do aparelho de monitoração ou acumulador é desprezível, porque não há uma quantidade significativa de partículas ionizadas em suspensão. À medida que a fase gasosa ou a composição gasosa contendo os nanotubos de carbono entra pela abertura de entrada do aparelho semelhante ao da Fig. 12, a corrente aumenta, porque estas partículas de carbono podem emitir elétrons e ser mais facilmente carregadas. A corrente, assim, é acentuada dramaticamente, à proporção que a densidade de nanotubos de carbono aumenta no aparelho. Por exemplo, a corrente pode variar de 10  $\mu\text{A}$  até mais do que 1 mA quando a fase gasosa contendo os nanotubos de carbono é introduzida. Outras partículas de

carbono irão também aumentar a corrente, porém nunca ao nível que os nanotubos o fazem.

É importante notar que um grande aumento de corrente ocorre quando uma densidade crítica de nanotubos é atingida. Nesta densidade limite, um processo de agregação dos nanotubos de carbono em grandes filamentos, tentando ligar os eletrodos, se inicia. A corrente aumenta bastante quando estes longos filamentos de nanotubos ficam suspensos na fase gasosa. Quando estas estruturas são prevenidas de ligar os eletrodos 130 e 136, por exemplo, ao enrolá-los sobre o eletrodo central, o nível da corrente ainda se mantém alto. Obviamente, se os filamentos estiverem livres para ligar os eletrodos, a corrente irá aumentar substancialmente, em até 10 ou 20 vezes.

Estes interessantes efeitos podem ser utilizados para detectar a presença de nanotubos de carbono, e também para comparar as suas taxas de produção em experimentos de síntese. Com efeito, diferentes taxas de produção de nanotubos de carbono levarão a diferentes densidades de partículas suspensas, o que irá afetar a corrente resultante que flui entre os eletrodos. O comportamento da corrente foi também utilizado experimentalmente para otimizar as condições de síntese do processo de maçarico a plasma.

A análise da corrente que flui no aparelho de monitoração 237 ao longo do tempo pode ser realizada com parâmetros quantitativos. A corrente média, o seu desvio padrão, a resistência entre os eletrodos e a derivada do aumento da corrente durante a agregação de nanotubos podem ser úteis na monitoração da produção de nanotubos de carbono. Uma corrente média elevada é associada a uma alta densidade de nanotubos de carbono na fase gasosa do aparelho de monitoração. A razão do desvio padrão da corrente a partir de seu valor médio está relacionada ao enrolamento dos filamentos de nanotubos de carbono formados por entre os eletrodos. Na verdade, é mais fácil enrolar os filamentos formados na fase gasosa quando a concentração deles for alta, porque eles são mais longos. Em baixas concentrações, os pequenos filamentos de nanotubos tendem a permanecer suspensos na fase gasosa por sobre ambos os eletrodos ao invés de serem enrolados. Esta situação irá geralmente resultar em

mais picos de corrente durante a rotação do eletrodo 136, ou seja, em uma maior razão do desvio padrão da corrente com relação ao seu valor médio.

A partir do comportamento da corrente, é também possível calcular a resistência entre os eletrodos da câmara de monitoração. Uma produção sem nanotubos pode dar uma resistência maior do que  $50\text{ M}\Omega$  para o presente aparelho de monitoração 237, enquanto que uma boa produção de nanotubos pode fornecer uma resistência abaixo de  $50\text{ M}\Omega$ , quando se utiliza o aparelho 237. A resistência pode até mesmo atingir valores bastante baixos da ordem de alguns poucos  $\text{k}\Omega$  se os filamentos não forem prevenidos de ligar os eletrodos, e dependendo do tamanho do aparelho de monitoração. O aumento agudo da corrente no começo do processo de agregação pode ser medido através da derivada da corrente com relação ao tempo. Para a mesma taxa de produção de partículas no dispositivo de monitoração, o aumento da corrente, ou seja, a derivada, será maior para uma melhor pureza da produção, porque isto resulta em uma maior densidade de nanotubos de carbono na fase gasosa.

O tempo de reação do aparelho de monitoração é determinado pelo seu volume e pela taxa de produção de nanotubos, porque uma densidade crítica é necessária antes que se observe a “assinatura” característica do comportamento da corrente. É portanto uma vantagem considerável ter pelo menos um aparelho de monitoração em comunicação de fluxo de fluido com a câmara de acúmulo, como mostrado na Fig. 12, para sondar ou detectar regularmente a produção de nanotubos de carbono. Além disso, tal aparelho de monitoração permite que sejam evitadas irregularidades na análise da corrente.

A análise da corrente é de interesse durante a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas. Uma sonda óptica pode ser também utilizada simultaneamente para complementá-la, na medida em que a absorção óptica permite a monitoração da taxa de produção ou a avaliação da densidade de estruturas filamentosas nanométricas suspensas imediatamente antes do processo de agregação ocorrer. Uma ou mais sondas ópticas podem ser utilizadas. Como mostrado na Fig. 12, um dispositivo óptico pode ser disposto adjacente à abertura de entrada do aparelho acumulador 124 em uma região onde não haja um campo elétrico aplicado. Um outro dispositivo óptico pode ser

disposto adjacente à abertura de entrada do aparelho de monitoração, como mostrado na Fig. 13. A absorção óptica aumenta à proporção que a densidade de partículas aumenta no aparelho de monitoração, e cai abruptamente quando a densidade crítica é atingida. É portanto possível utilizar este máximo de absorção para avaliar a densidade de estruturas filamentosas nanométricas, tais como os nanotubos de carbono, necessária para que se obtenha a agregação destas estruturas. Tal medição é consistente com a substância contendo carbono injetada no processo para a preparação das estruturas desejadas e com a energia da interação dipolar entre as estruturas suspensas. Um feixe de laser localizado em uma região onde o campo elétrico da câmara de monitoração é aplicado, conforme mostrado na Fig. 13, pode ser utilizado para realizar estas medições da absorção. A típica potência transmitida obtida com um laser He-Ne e um fotodetector é apresentada na Fig. 26. Outros tipos de laser, tais como os lasers Argônio (488 e 514 nm), YAG (532 e 1.064 nm), Ruby (694 nm), Dye e diodos laser podem também ser utilizados. Na verdade, qualquer laser nas faixas ultravioleta, visível e infravermelha do espectro pode ser utilizado. O feixe de laser pode também ser polarizado antes de sondar as estruturas suspensas. A partir destes dados, é possível estimar grosseiramente a densidade das estruturas suspensas, tais como os nanotubos de carbono, através da utilização, por exemplo, da relação de Beer-Lambert para a potência transmitida I:

$$I = I_0 e^{-\frac{n_{swnt} \cdot N_{swnt} \cdot \sigma R}{N_A}}$$

$$\Rightarrow n_{swnt} = \frac{N_A}{N_{swnt} \sigma R} \ln(I_0 / I)$$

Os parâmetros contidos na relação de Beer-Lambert são a potência inicial transmitida  $I_0$ , a densidade de nanotubos de carbono suspensos  $n_{swnt}$ , o número de átomos de carbono por nanotubo  $N_{swnt}$ , (aproximadamente  $10^6$  átomos por  $\mu\text{m}$  de nanotubo), o número de Avogadro  $N_A$  ( $6 \times 10^{23}$  átomos/mol), a seção transversal da absorção óptica  $\sigma$ , e o caminho óptico  $R$  que é da ordem de centímetros. O valor da seção transversal da absorção óptica é determinado conforme indicado por Islam et al., em *Physical Review Letters*, 93, 2004, 037404, o qual é aqui incorporado como referência, dependendo da energia

luminosa e da distribuição da orientação dos nanotubos suspensos. Os resultados apresentados na Fig. 26 correspondem a uma densidade de nanotubos na faixa de  $10^9$  nanotubos/cm<sup>3</sup>. O diagnóstico da absorção óptica pode requerer calibrações para dar a densidade absoluta precisa. No entanto, a técnica é muito sensível e pode ser muito útil para a comparação relativa entre diferentes amostras da produção de estruturas filamentosas nanométricas. Foi observado que a potência transmitida diminui lentamente após o processo de agregação. Isto pode se dar pelo fato de que a(s) janela(s) de observação são por vezes cobertas por um revestimento de carbono, e tal situação pode ser evitada pela utilização de um fluxo gasoso em direção às janelas de observação, permitindo a passagem ao feixe, para prevenir que as partículas de carbono as cubram. Estes métodos e aparelhos para a monitoração podem ser aplicados a uma pluralidade de métodos e aparelhos de síntese de estruturas filamentosas nanométricas, tais como maçaricos a plasma (RF, ou indução, arcos transferidos, maçaricos de CC, maçaricos a microondas, etc.), HiPco (processo de monóxido de carbono de alta pressão), vaporização a laser, deposição de vapor química de fase gasosa, arco elétrico e chama. Na verdade, eles podem ser incorporados à qualquer síntese de fase gasosa de estruturas filamentosas nanométricas.

O aparelho 324 mostrado na Fig. 14 é semelhante ao aparelho 24 mostrado na Fig. 4, com a exceção de que ele compreende uma unidade de ionização 335 ou 335'. As estruturas filamentosas nanométricas são assim acumuladas dentro do aparelho 324 de uma maneira análoga à previamente definida quanto ao aparelho 24. Com relação à unidade de ionização 335 ou 335' (ver Figs. 15 e 16), o aparelho 324 funciona da seguinte maneira. Primeiramente, deve-se notar que a unidade de ionização é utilizada para aumentar a eficiência do aparelho acumulador para o mesmo comprimento de eletrodo e a mesma tensão (voltagem) aplicada. Quando a fase gasosa é introduzida na unidade de ionização 335 ou 335', as estruturas ali contidas são submetidas a uma corrente que flui por entre os eletrodos 342 e 344 (na unidade 335) ou a uma corrente induzida por um campo magnético que pode ser gerado pela bobina 346 (na unidade 335'). Ao separar as etapas de ionização e de acúmulo, é mais conveniente carregar uniformemente e, conseqüentemente, polarizar as estruturas

suspensas na fase gasosa antes que elas entrem no espaço 338. A ionização é realizada quando uma corrente flui através das partículas carregadas na fase gasosa. Devido às partículas estarem, neste ponto, bastante carregadas, haverá um agrupamento mais rápido dos nanotubos sob a estrutura parecida com uma teia, à medida que o gás flui no espaço 338 em direção à abertura de saída de gases. Ao se adicionar a unidade de ionização 335 ou 335', as estruturas filamentosas nanométricas podem também ser acumuladas a uma potência elétrica mais baixa no aparelho acumulador, uma vez que alguma potência para ionizar as partículas suspensas já foi utilizada. Assim, isto também ajuda a prevenir a danificação das estruturas durante a etapa de acúmulo.

O aparelho 424 mostrado na Fig. 17 é semelhante ao aparelho 24 mostrado na Fig. 4, com a exceção de que ele compreende uma câmara coletora 441, um elemento de recepção 443 e um pistão 449. As estruturas filamentosas nanométricas são assim depositadas por sobre os eletrodos (preferivelmente o eletrodo 436) de uma maneira semelhante à descrita quanto ao aparelho 24. Quando a produção de estruturas é terminada, as estruturas filamentosas nanométricas depositadas sobre o eletrodo 436 são raspadas por meio do raspador 440. Os membros 442 são movimentados para baixo para entrarem em contato com o membro 444 para raspar as estruturas depositadas sobre o eletrodo 436. Tal movimentação deslizante faz também com que os membros 442 raspem as estruturas depositadas sobre o eletrodo 430. As estruturas removidas dos eletrodos 430 e 436 são recuperadas pelo elemento de recepção 443, e são então conduzidas para dentro da câmara coletora 441 por meio do pistão 449. As estruturas podem ser também agrupadas dentro da câmara 441. Preferivelmente, a unidade coletora 439 é mantida sob uma atmosfera inerte de modo a reduzir os riscos de exposição das estruturas ao oxigênio e à umidade.

Os conjuntos macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas de acordo com a presente invenção (Fig. 28) podem formar filamentos e mais particularmente enroscamentos de filamentos. O conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas é composta por uma pluralidade de conjuntos microscópicos como mostrado na Fig. 27. Os conjuntos macroscópicos podem estar em forma espumosa. A estrutura pode ser referida

como uma estrutura semelhante a uma estrutura de aerogel formada durante uma transição aerossol-aerogel (ver Lushnikov et al., em *Chemical Physics Letters* 175, (1991), 138-142; e Schleicher et al. em *Journal of Colloid and Interface Science* 180, (1996), 15-21). A estrutura é um conjunto de nanotubos individuais e/ou de cordões de nanotubos enroscados entre si em uma rede macroscópica com um certo grau de alinhamento. Ela compreende uma fração importante de lacunas ou interstícios que resultam em um material de densidade muito baixa. Por exemplo, os filamentos formados por entre os eletrodos podem ter uma estrutura fractal similar à de relâmpagos e podem possuir uma densidade tão baixa que eles podem flutuar no fluxo gasoso ou no ar, o que indica uma densidade ligeiramente menor do que  $1,3 \text{ mg/cm}^3$ . Enquanto os filamentos são agrupados e enrolados sobre o eletrodo central, eles são comprimidos a uma densidade abaixo de  $5 \text{ mg/cm}^3$  devido às ligações cruzadas com ligações covalentes, tais como as forças de Van der Waals ou ligações de hidrogênio ou similares. Manipulações subseqüentes podem também compactar as estruturas, mas elas geralmente mantêm uma densidade de aproximadamente  $5 \text{ mg/cm}^3$  ou menos. Deve-se notar que estas densidades são de amostras não purificadas contendo aproximadamente 15-20% de peso em nanopartículas catalisadoras de ferro. Tal conjunto contendo uma estrutura espumosa ou como aerogel possui uma baixa resistência mecânica e pode ser facilmente deformado e comprimido. Contudo, podem ser obtidos tratamentos para modificar as fracas ligações cruzadas e conseqüentemente reforçar a estrutura. Estes tratamentos podem ser o recozimento, o aquecimento ôhmico e a irradiação ultravioleta. Os conjuntos macroscópicos de estruturas filamentosas nanométricas, tais como os nanotubos de carbono, podem ser também funcionalizados em extremidades ou em paredes laterais para formar ligações cruzadas covalentes e iônicas.

### **Exemplos**

Os seguintes exemplos representam apenas modalidades preferidas da presente invenção.

#### **Exemplo 1: Acúmulo de Estruturas Filamentosas Nanométricas**

Um experimento foi realizado com a utilização de um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas de acordo com uma

modalidade preferida da invenção. Para este experimento, um aparelho semelhante ao aparelho esquematicamente representado na Fig. 4 foi utilizado. O aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas foi utilizado abaixo de um maçarico a plasma para a produção de nanotubos de carbono de parede simples para o acúmulo de tais estruturas. O maçarico a plasma utilizado foi semelhante ao maçarico a plasma representado na Fig.1 de US 2003/0211030, o qual é aqui incorporado em sua totalidade como referência. Todos os parâmetros relacionados ao maçarico a plasma são controlados por um computador utilizando-se o software LABVIEW®. Os parâmetros podem ser também controlados manualmente. O gás inerte utilizado para gerar o plasma primário foi o argônio, o catalisador de metal foi o ferroceno, o gás contendo carbono foi o etileno e o gás refrigerador foi o hélio. Hélio foi também injetado na direção da extremidade de descarga de plasma para prevenir o acúmulo de carbono. O ferroceno foi aquecido até aproximadamente entre 80°C e 100°C antes de ser injetado. O fluxo de argônio variável foi de aproximadamente 3.200 sccm (centímetros cúbicos convencionais por minuto). Ambos os fluxos de hélio foram estabilizados em aproximadamente 3.250 sccm, e o fluxo de etileno variou entre 50 e 100 sccm. A temperatura do forno foi mantida em aproximadamente 900-1.000°C e medida com um pirômetro. A potência da fonte que gerava as radiações eletromagnéticas (microondas) foi de 150 W, e a potência refletida foi de aproximadamente 200 W. Os membros tubulares resistentes ao calor eram feitos de quartzo. O tubo de plasma era feito de latão. O conduto de alimentação era feito de aço inoxidável. O catalisador metálico (ferroceno) e a substância contendo carbono (etileno) foram utilizados a uma razão atômica de átomos metálicos / átomos de carbono igual a 0,02-0,06. O experimento foi realizado em pressão atmosférica sob condições inertes (hélio e argônio).

O eletrodo interno foi girado a uma velocidade na faixa de 3 a 200 rpm. A polaridade do eletrodo interno foi de entre -1.000 a -2.000 V. O campo elétrico em torno do eletrodo central era aproximadamente igual a  $2,5 \times 10^5$  V/m. O fluxo de hélio injetado no sentido contrário à corrente foi de aproximadamente 1.500 sccm. Através da utilização de tal aparelho contendo um eletrodo giratório, a formação de filamentos compreendendo conjuntos macroscópicos de nanotubos

de carbono de parede simples foi observada, e a rotação do eletrodo preveniu a ligação dos dois eletrodos pelos nanotubos de carbono de parede simples. Assim, a corrente permaneceu em um valor relativamente baixo de aproximadamente 1 até aproximadamente 10 mA. Os filamentos foram de fato enrolados em volta do eletrodo e o acúmulo foi semelhante ao acúmulo mostrado nas Figs. 9 e 10. Uma quantidade de aproximadamente 500 mg de parede simples foi obtida em uma hora e a pureza foi de aproximadamente 40 a 50% por peso. A densidade dos conjuntos macroscópicos obtidos foi de aproximadamente  $5 \text{ mg/cm}^3$ . O acúmulo era na forma de uma espuma. Os conjuntos macroscópicos de nanotubos de carbono de parede simples obtidos por tal técnica de maçarico a plasma podem possuir uma pureza (ou conteúdo de nanotubos de carbono de parede simples por peso) de ao menos 25% por peso, preferivelmente ao menos 40% por peso, mais preferivelmente ao menos 45% por peso, ainda mais preferivelmente de ao menos 50% por peso, e muito mais preferivelmente ainda de ao menos 55% por peso. Eles podem até possuir uma pureza de ao menos 60% ou de ao menos 75% por peso. Foi descoberto que, ao se utilizar um método e/ou aparelho de purificação como definidos no pedido de patente internacional No. WO2006099740, intitulado “Métodos e Aparelhos para a Purificação de Filamentares de Carbono”, em combinação com os métodos e aparelhos da presente invenção, os conjuntos macroscópicos de nanotubos de carbono de parede simples podem possuir uma pureza de ao menos 60%.

#### **Exemplo 2: Acúmulo de Estruturas Filamentares Nanométricas**

Este exemplo foi realizado utilizando-se um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas semelhante ao aparelho mostrado na Fig. 12. Mais particularmente, o aparelho para o acúmulo das estruturas filamentosas nanométricas foi disposto abaixo de um maçarico a plasma para a produção de nanotubos de carbono de parede simples (como mostrado na Fig. 1). O maçarico a plasma utilizado foi semelhante ao maçarico a plasma descrito na Fig. 2 de US 2003/0211030. O maçarico a plasma foi operado de uma maneira semelhante à descrita no Exemplo 1.

Como a produção de nanotubos de carbono de parede simples começa no processo do maçarico a plasma, a fase gasosa contendo as partículas

sintetizadas ou as estruturas filamentosas nanométricas é suprida à abertura de entrada do aparelho acumulador. Esta fase gasosa é similar a uma fumaça e vai se acumulando na câmara de acúmulo, na qual uma voltagem é aplicada sobre o eletrodo central para gerar um campo elétrico. No presente exemplo, uma  
5 diferença de potencial negativa de 3.000 V foi aplicada entre o eletrodo interno com um diâmetro de 0,3 cm e o eletrodo externo com um diâmetro de 25 cm, o que corresponde a um campo elétrico macroscópico aproximadamente igual a  $2,3 \times 10^5$  V/m. A corrente que flui por entre os eletrodos do aparelho acumulador ao longo do tempo é mostrada na Fig. 11.

10 Quando a densidade de nanotubos de carbono suspensos atingiu uma densidade crítica, depois de aproximadamente 1 ou 2 minutos, a corrente aumentou abruptamente, porque os nanotubos de carbono suspensos passaram por um processo de agregação e formaram pequenos agregados de nanotubos de carbono (com um comprimento da ordem de centímetros (ver Fig. 18)).  
15 Subseqüentemente, conjuntos macroscópicos de nanotubos de carbono de parede simples foram formados, provendo grandes filamentos que têm a tendência natural de ligar os eletrodos do aparelho acumulador. O comprimento destes filamentos formados é limitado pelo espaçamento entre os eletrodos 130 e 136 (aproximadamente 10 cm como mostrado na Fig. 19). Estes filamentos foram  
20 então enrolados por sobre o eletrodo central, uma vez que este eletrodo é girado para formar o enroscamento de filamentos enrolados como mostrado nas Figs. 9 e 10. O conjunto de estruturas filamentosas nanométricas (nanotubos de carbono de parede simples no presente exemplo) tinha um aspecto espumoso. No presente exemplo, a velocidade da rotação foi de aproximadamente 30 rpm. A velocidade  
25 de rotação é preferivelmente baixa o suficiente de modo a otimizar o enrolamento dos filamentos, os quais possuem uma escala de tempo de formação da ordem de segundos. Esta escala de tempo irá variar de acordo com o espaçamento entre os eletrodos, com a densidade dos nanotubos na fase gasosa e no membro alongado ou câmara de acúmulo, e com a tensão (voltagem) aplicada.

30 A eficiência do processo pode variar de acordo com o comprimento da câmara de acúmulo, a taxa de fluxo, a taxa de produção de nanotubos, a pureza dos nanotubos, a velocidade rotacional e o campo elétrico aplicado. As

partículas que não são acumuladas irão fluir para o escapamento antes de serem capturadas em um filtro (não mostrado), e serão perdidas a partir do ponto de vista da produção. No presente exemplo, a eficiência do acúmulo atingiu mais do que 98% com um comprimento do acúmulo de 60 cm, uma taxa de fluxo de 10 SLM e uma taxa de produção de aproximadamente 0,2 g/hora.

Algumas análises foram feitas sobre os nanotubos de carbono de parede simples acumulados obtidos. De fato, um microscópio eletrônico de transmissão (MET) (Fig. 20), uma espectroscopia de Raman (Fig. 21) e uma análise termogravimétrica (ATG) (Fig. 22) indicaram claramente a presença de nanotubos de carbono de parede simples. Estas análises também confirmaram a pureza dos nanotubos acumulados sobre os eletrodos. Com efeito, a imagem do MET (ver Fig. 20) do enroscamento de filamentos enrolados em torno de um eletrodo (ver Figs. 9 e 10) mostra nanotubos de carbono de parede simples com um diâmetro da ordem de um nanômetro, e organizados em pequenos grupos que têm um diâmetro de aproximadamente 5 nm. As nanopartículas catalisadoras amorfas de carbono e de ferro produzidas no processo de síntese com os nanotubos de carbono podem também ser vistas. O espectro de Raman mostrado na Fig. 21 e obtido com um laser emitindo a 785 nm também confirma a presença de nanotubos de carbono de parede simples, uma vez que a característica de modo de respiração radial (MRR) na faixa de baixas frequências de tais nanotubos é observada nesta última Figura. A pureza global da amostra acumulada de nanotubos de carbono de parede simples foi avaliada com a ATG da Fig. 22 em mais do que 50% do peso com os seguintes parâmetros experimentais: taxa de variação de 5°C/min, fluxo gasoso de 55sccm, massa da amostra de 4 mg, composição gasosa de 95% em N<sub>2</sub> e 5% em O<sub>2</sub>. O conteúdo de cinzas, o qual é freqüentemente utilizado como um indicador da pureza do acúmulo, teve um valor de 27% conforme indicado na Fig. 22. A densidade do conjunto macroscópico de nanotubos de carbono de parede simples assim obtido foi de aproximadamente 5 mg/cm<sup>3</sup>.

**Exemplo 3: Monitoração da Produção de Estruturas Filamentares Nanométricas**

Este exemplo foi realizado com a utilização de um aparelho semelhante ao aparelho mostrado na Fig. 13. Mais particularmente, o aparelho para a monitoração da produção de estruturas filamentosas nanométricas foi montado em um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas semelhante ao aparelho mostrado na Fig. 12. O aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas foi disposto abaixo de um maçarico a plasma para a produção de nanotubos de carbono de parede simples conforme mostrado na Fig. 1 e como descrito na Fig. 2. No presente exemplo, o comportamento particular dos nanotubos de carbono suspensos em uma fase gasosa, quando submetidos a um campo elétrico, foi utilizado para detectar e monitorar a produção de nanotubos.

As condições ideais para a síntese de nanotubos de carbono de parede simples variam quando são feitas modificações no plasma utilizado no processo de síntese. Por exemplo, se os parâmetros de resfriamento do maçarico a plasma são consideravelmente modificados, são necessárias iterações dos parâmetros experimentais para que se descubra as condições ideais. Através da utilização de um aparelho de monitoração semelhante ao aparelho mostrado na Fig. 13, muitas iterações dos parâmetros experimentais no mesmo experimento foram obtidas rapidamente, até que as condições ideais para a síntese de nanotubos fossem alcançadas: isto é, até que a corrente média que fluía por entre os eletrodos do aparelho de monitoração fosse maximizada e grandes filamentos fossem formados na fase gasosa para a mesma taxa de produção. Assim, o aparelho e o método utilizados permitiram que as condições apropriadas para a síntese dos nanotubos fossem rapidamente encontradas. Além disso, tornou-se possível fazer estas modificações em tempo real e sem a necessidade de realizar diversos experimentos antes da obtenção de condições apropriadas. Pode ser visto a partir da Fig. 23 que o nível de corrente era muito baixo até 8 minutos antes que as condições da síntese se tornassem muito ruins para formar nanotubos de carbono. A partir de 8 minutos até 13 minutos, as condições foram melhoradas através da variação dos parâmetros experimentais, tais como o fluxo de gases inertes e a razão de ferroceno em etileno injetado no maçarico a plasma. Neste estágio, uma baixa densidade de pequenos filamentos de agregados de

nanotubos (como visto na Fig. 8) apareceu, porém, foi apenas depois de 13 minutos que as condições ideais foram alcançadas. Houve, de fato, a formação de grandes filamentos (como visto na Fig. 19) e uma alta corrente no dispositivo de monitoração.

5                   Uma vez que os parâmetros para a síntese de nanotubos sejam otimizados, a produção pode ser monitorada com o mesmo dispositivo para assegurar que a qualidade da produção é mantida ao longo do tempo e em cada novo experimento. Uma corrente média mais elevada foi observada de um modo geral em uma produção normal (ver Fig. 24A), na qual houve um acúmulo de  
10 nanotubos de carbono de boa qualidade em comparação com uma produção problemática (ver Fig. 24B). A razão do desvio padrão (DP na Fig. 24) da corrente média, que é expressa como um percentual na Fig. 8, foi maior quando a quantidade relativa de nanotubos era baixa. Este efeito é visto nas Figs. 24A e 24B, nas quais a razão do desvio padrão da corrente com relação ao seu valor  
15 médio varia de 16% a 42% respectivamente em uma produção normal e em uma produção problemática.

A partir do comportamento da corrente, a resistência entre os eletrodos da câmara de monitoração foi também calculada. Na Fig. 25, a resistência foi calculada para a produção boa e para a produção problemática de  
20 nanotubos de carbono das Figs. 24A e 24B para mostrar a resistência mais baixa obtida na produção normal. O aumento agudo da corrente no início do processo de agregação foi medido através da derivada da corrente com relação ao tempo. A maior inclinação da Fig. 24A em comparação com a Fig. 24B foi atrelada à diferença no aumento da corrente entre uma produção normal e uma produção  
25 problemática de nanotubos de carbono.

#### **Exemplo 4: Acúmulo de Estruturas Filamentares Nanométricas com a Utilização de uma Unidade de Ionização**

Neste exemplo, um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas fornecido com uma unidade de ionização foi utilizado.  
30 O aparelho utilizado para o propósito do presente exemplo foi semelhante ao aparelho acumulador esquematicamente representado na Fig. 14, e foi fornecido com uma unidade de ionização semelhante à representada na Fig. 15. A unidade

de ionização compreende um conjunto de eletrodos por entre os quais flui uma corrente (ver Fig. 15) para ionizar as partículas de nanotubo transportadas na fase gasosa. Como mostrado na Fig. 15, o eletrodo da unidade de ionização foi suprido com uma fonte de alimentação de bobina Tesla de baixa potência (< 30  
5 Watts), a qual dá um sinal de alta frequência (~0,5 MHz) e de alta voltagem (10-50 kV). Foi observado que a utilização de uma unidade de ionização em um método ou aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, conforme detalhado no Exemplo 2, permite a melhoria da eficiência de tal método ou aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas.  
10 Com efeito, a eficiência do acúmulo foi aumentada de aproximadamente 70% para aproximadamente mais do que 90% com os mesmos parâmetros de produção (taxa de produção e pureza dos nanotubos) da descrição do Exemplo 2, ainda que a voltagem aplicada nos eletrodos do aparelho acumulador fosse reduzida de 3.000 V para 2.000 V. Ao se adicionar uma unidade de ionização, os  
15 nanotubos assim foram acumulados a uma potência elétrica mais baixa no aparelho acumulador. A minimização do abastecimento de potência elétrica ao aparelho acumulador pode ser bastante vantajosa, na medida em que potências mais elevadas podem causar danos aos nanotubos produzidos.

Todos os documentos que são referidos no presente documento são  
20 aqui incorporados como referências.

Embora a invenção tenha sido descrita com referência específica às modalidades ilustradas, deve ser entendido que numerosas modificações irão surgir para os versados na técnica. Desta forma, a descrição acima e os desenhos apensos devem ser compreendidos como ilustrações da invenção e não em um  
25 sentido limitativo.

## REIVINDICAÇÕES

1. Conjunto macroscópico de estruturas filamentosas nanométricas, o referido conjunto macroscópico compreendendo uma pluralidade de estruturas filamentosas nanométricas entrelaçadas, e/ou agrupamentos destas, conectadas entre si e substancialmente alinhadas na mesma direção, **caracterizado pelo** referido conjunto macroscópico possuir uma densidade menor do que aproximadamente  $8 \text{ mg/cm}^3$ .
2. Conjunto macroscópico de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** referido conjunto macroscópico possuir uma densidade menor do que aproximadamente  $7 \text{ mg/cm}^3$ .
3. Conjunto macroscópico de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** referido conjunto macroscópico possuir uma densidade entre aproximadamente  $0,8 \text{ mg/cm}^3$  e aproximadamente  $6 \text{ mg/cm}^3$ .
4. Conjunto macroscópico de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** referido agrupamento ter um diâmetro menor do que aproximadamente 100 nm, preferivelmente menor do que aproximadamente 50 nm, e mais preferivelmente menor do que aproximadamente 30 nm.
5. Conjunto macroscópico de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** referido agrupamento ter um diâmetro de aproximadamente 2 nm até aproximadamente 25 nm.
6. Conjunto macroscópico de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **caracterizado pelo** referido conjunto macroscópico estar na forma de um filamento.
7. Conjunto macroscópico de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, **caracterizado pelo** conjunto macroscópico estar na forma de uma espuma.
8. Conjunto macroscópico de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, **caracterizado por** algumas partículas metálicas e/ou uma substância de revestimento estarem dispostas por entre as referidas estruturas filamentosas nanométricas e/ou agrupamentos destas.

9. Conjunto macroscópico de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, **caracterizado pelas** referidas estruturas filamentosas nanométricas serem nanotubos de carbono.

5 10. Conjunto macroscópico de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, **caracterizado pelas** referidas estruturas filamentosas nanométricas serem nanotubos de carbono de parede simples.

10 11. Conjunto macroscópico de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, **caracterizado pelas** referidas estruturas filamentosas nanométricas estarem conectadas entre si formarem um padrão substancialmente fractal.

12. Método para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, **caracterizado por** compreender:

15 - a passagem de uma fase gasosa compreendendo as referidas estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, para depositar as referidas estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos eletrodos; e

- o impedimento ao menos substancial de que as referidas estruturas filamentosas nanométricas liguem os referidos eletrodos durante o acúmulo.

20 13. Método de acordo com a reivindicação 12, **caracterizado pelas** referidas estruturas filamentosas nanométricas serem ao menos substancialmente impedidas de ligar os referidos eletrodos durante o referido acúmulo por remover ao menos substancialmente, durante o acúmulo, quaisquer estruturas que estejam ligando os eletrodos ao menos dois referidos eletrodos de  
25 seus posicionamentos ao tirar ao menos uma porção dessas estruturas do contato com um dos referidos eletrodos.

30 14. Método de acordo com a reivindicação 12, **caracterizado pelos** referidos eletrodos estarem em rotação uns em relação aos outros ou em translação uns em relação aos outros de modo a impedir que as referidas estruturas filamentosas nanométricas os liguem.

15. Método de acordo com a reivindicação 12, **caracterizado por** um dos referidos eletrodos ser adaptado para girar, para que o referido

acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas seja ao menos parcialmente enrolado em volta do referido eletrodo para impedir que as referidas estruturas filamentosas nanométricas liguem os referidos eletrodos durante o referido acúmulo.

5                   16. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 15, **caracterizado pelo** referido campo elétrico ser um campo elétrico macroscópico com um valor de  $1 \times 10^4$  V/m até  $1 \times 10^7$  V/m.

10                   17. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 15, **caracterizado pelo** referido campo elétrico ser um campo elétrico macroscópico com um valor de  $1 \times 10^5$  V/m até  $5 \times 10^6$  V/m.

15                   18. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 17, **caracterizado pela** referida fase gasosa possuir uma densidade de aproximadamente  $1 \times 10^6$  até aproximadamente  $1 \times 10^{12}$ , e preferivelmente de  $1 \times 10^7$  até  $1 \times 10^{11}$  estruturas filamentosas nanométricas por  $\text{cm}^3$ .

15                   19. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 17, **caracterizado pela** referida fase gasosa possuir uma densidade de aproximadamente  $5 \times 10^8$  até aproximadamente  $5 \times 10^{10}$  estruturas filamentosas nanométricas por  $\text{cm}^3$ .

20                   20. Método para monitorar a produção de estruturas filamentosas nanométricas, **caracterizado por** compreender:

- a passagem de uma fase gasosa compreendendo as referidas estruturas filamentosas nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, para causar um aumento da corrente entre os referidos eletrodos; e

25                   - a análise do comportamento da referida corrente por um período de tempo predeterminado e/ou a análise do tamanho, densidade ou forma das referidas estruturas filamentosas nanométricas ou agrupamentos destas.

30                   21. Método de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado pelo** comportamento da referida corrente ser analisado e pela referida análise do comportamento da referida corrente ser realizada através da análise da derivada da corrente como uma função do tempo, analisando-se a intensidade média da

corrente como função do tempo e seu desvio padrão, e/ou analisando-se a resistência como uma função do tempo.

22. Método de acordo com a reivindicação 20 ou 21, **caracterizado pelo** tamanho, densidade ou forma das estruturas filamentosas nanométricas serem analisados, sendo a análise realizada através da análise da absorção óptica das estruturas filamentosas nanométricas presentes na referida fase gasosa, ou através do monitoramento do acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas com uma câmera.

23. Método de acordo com a reivindicação 20 ou 21, **caracterizado pelo** comportamento da referida corrente ser analisado e pela referida análise ser realizada em tempo real durante a passagem da referida fase gasosa através do referido espaço monitorando-se a variação da referida corrente ou de uma resistência ao longo do tempo.

24. Método de acordo com a reivindicação 23, **caracterizado pela** referida análise ser comparada com um gráfico padrão para determinar a presença ou ausência das referidas estruturas filamentosas nanométricas e/ou para avaliar a qualidade das referidas estruturas filamentosas nanométricas.

25. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 24, **caracterizado pelas** referidas estruturas filamentosas nanométricas serem estruturas unidimensionais, tais como nano-fios, nano-hastes, nanofibras, nanofitas ou nanotubos, ou agrupamentos destes, de um membro preferivelmente selecionado dentre C, BN, B, Si, Ge, Bi, Sn, Te, Se, Hg,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{V}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MX}_2$ , sendo que M é Ti, Zr, Hf, Nb, Ta, Mo, W ou Re e X é S, Se ou Te, InP, InAs, GaN, GaP, GaAs,  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ , ZnO,  $\text{In}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{V}_3\text{O}_7$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ , MgO, CdO,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SnO}_2$ , CuO,  $(\text{SN})_x$ ,  $\text{Cu}_2\text{S}$ ,  $\text{B}_x\text{C}_y\text{N}_z$ ,  $\text{NiCl}_2$ , InS, ZnS, ZnSe, CdS, CdSe,  $\text{Ag}_2\text{Se}$ , SiC,  $\text{B}_4\text{C}$ ,  $\text{M}_2\text{MoX}_6$ , onde M é Li ou Na e X é Se ou Te, e estruturas revestidas destes e misturas destes.

26. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 25, **caracterizado pelas** referidas estruturas filamentosas nanométricas serem nanotubos de carbono.

27. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 25, **caracterizado pelas** referidas estruturas filamentosas nanométricas serem nanotubos de carbono.

5 28. Aparelho para o acúmulo de estruturas filamentosas nanométricas, **caracterizado por** compreender:

- um estojo que define um furo interno, uma abertura de entrada e uma abertura de saída, estando as referidas abertura de entrada e abertura de saída em comunicação de fluxo de fluido com o referido furo;

10 - um primeiro eletrodo e um segundo eletrodo dispostos no referido furo, os referidos primeiro e segundo eletrodos definindo por entre eles um espaço com as suas dimensões projetadas para receber uma fase gasosa compreendendo as referidas estruturas filamentosas nanométricas, sendo o referido primeiro eletrodo conectado ao referido estojo e sendo o referido segundo eletrodo conectado a um membro de suporte adjacente ao referido estojo, sendo os referidos eletrodos adaptados para gerar um campo elétrico para o acúmulo das referidas estruturas filamentosas nanométricas por sobre ao menos um dos referidos eletrodos; e

15 - meios para impedir, ao menos substancialmente, a ligação dos referidos eletrodos pelas referidas estruturas filamentosas nanométricas acumuladas.

20 29. Aparelho de acordo com a reivindicação 28, **caracterizado pelos** eletrodos serem adaptados para estar em rotação uns em relação aos outros para impedir ao menos substancialmente que as estruturas os liguem.

25 30. Aparelho de acordo com a reivindicação 28 ou 29, **caracterizado por** compreender ainda um dispositivo de monitoramento que é adaptado para estar, quando desejado, em comunicação de fluxo de fluido com o referido espaço para detectar a presença de estruturas filamentosas nanométricas, para monitorar a densidade das referidas estruturas filamentosas nanométricas na fase gasosa ou a taxa de suprimento na entrada das referidas estruturas filamentosas nanométricas.

30 31. Aparelho de acordo com qualquer uma das reivindicações 28 a 30, **caracterizado por** compreender ainda meios para colher as referidas

estruturas filamentosas nanométricas depositadas por sobre ao menos um dos referidos eletrodos.

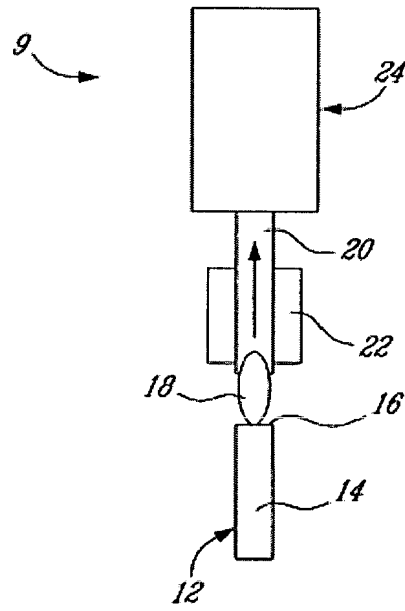


FIG. 1

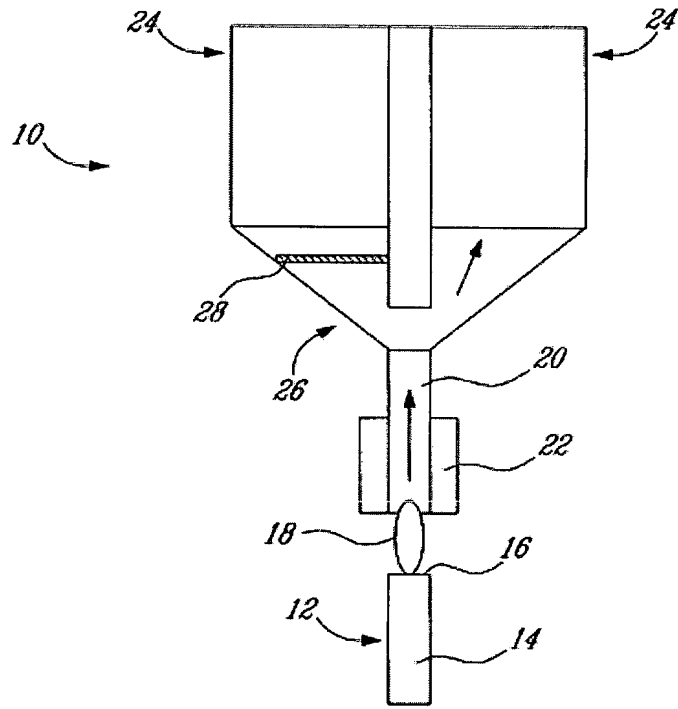


FIG. 2

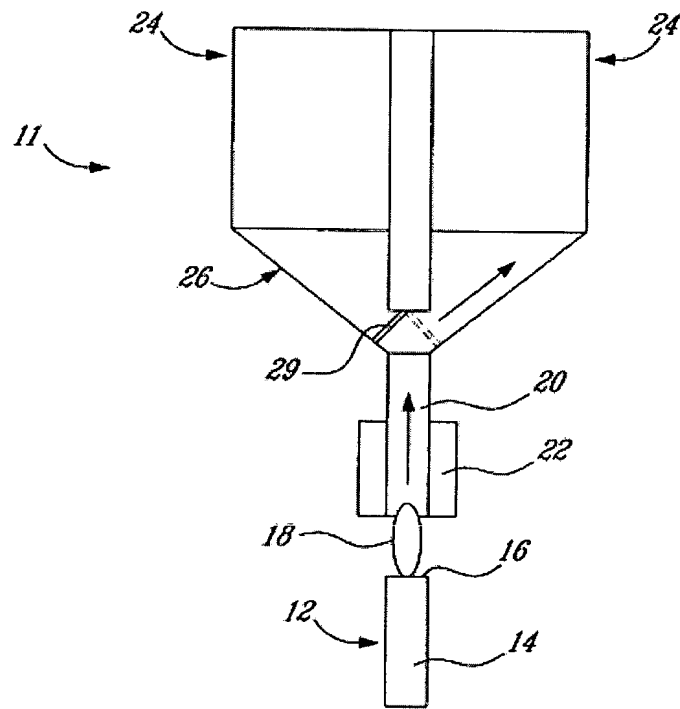


FIG. 3

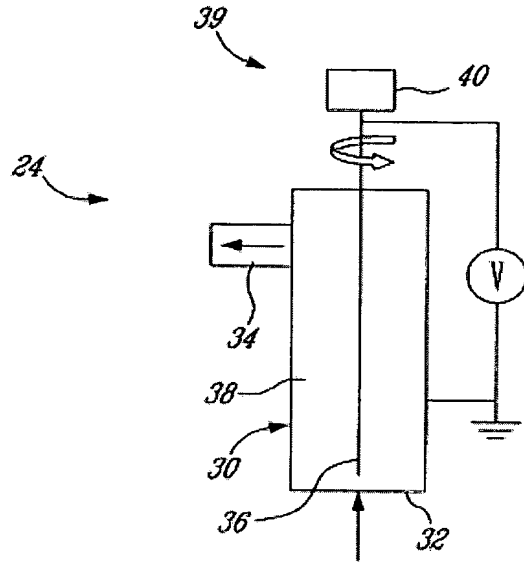


FIG. 4

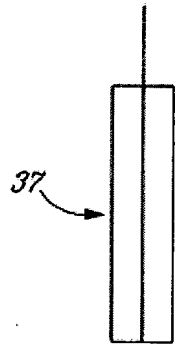


FIG. 5

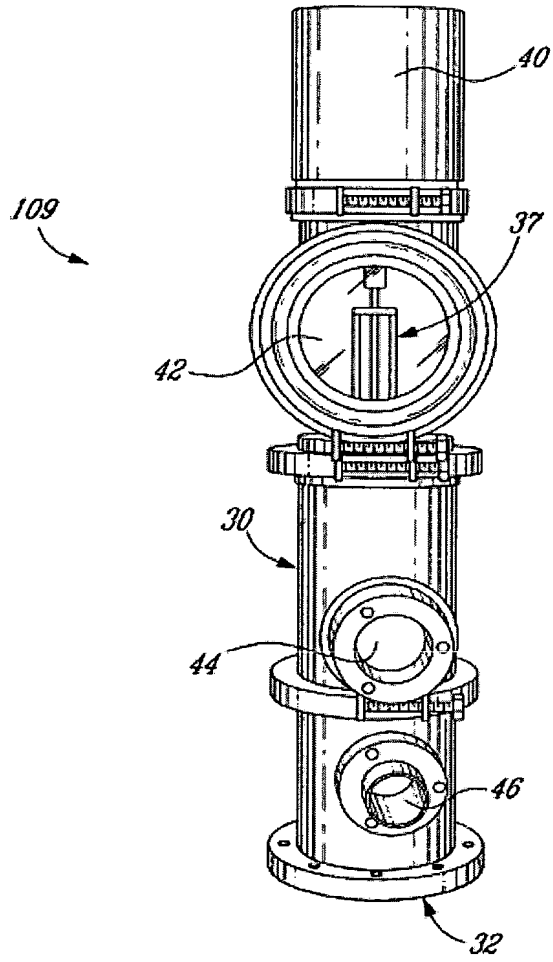


FIG. 6

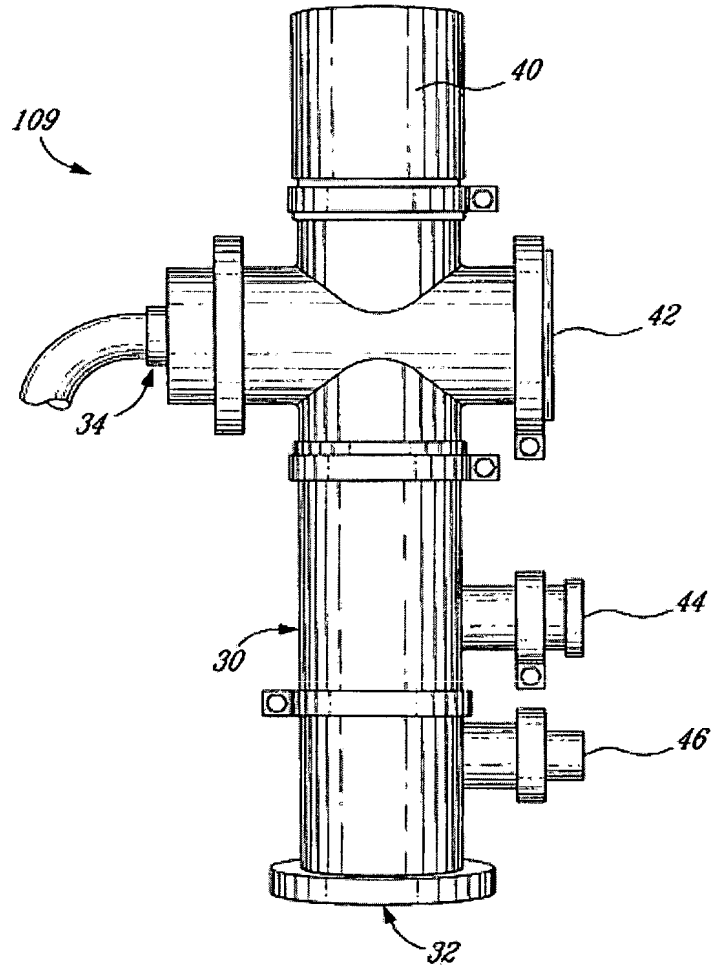
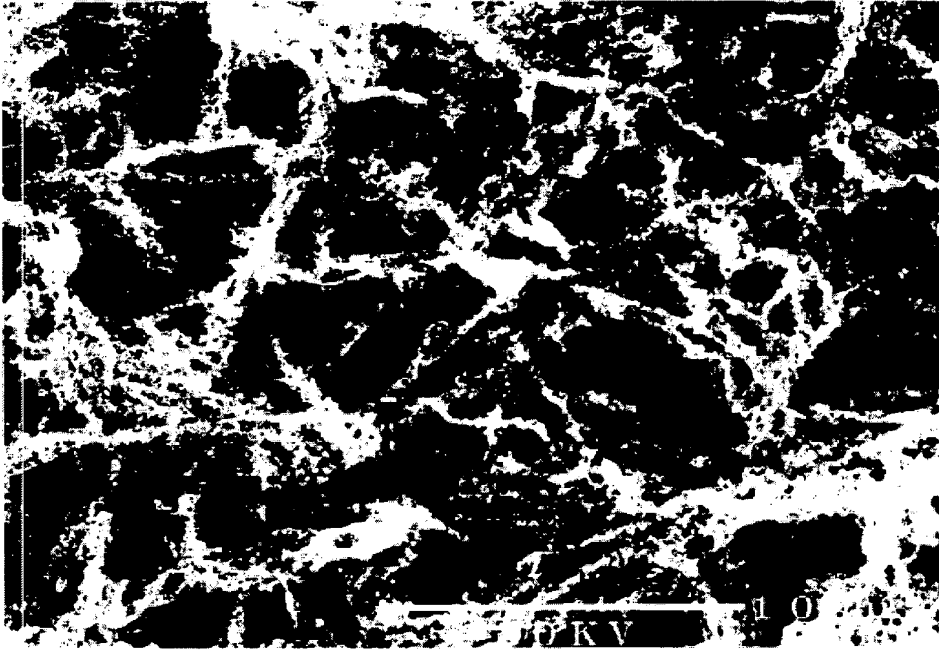


FIG. 7

7/24



736-8



2 cm

736-9

8/24

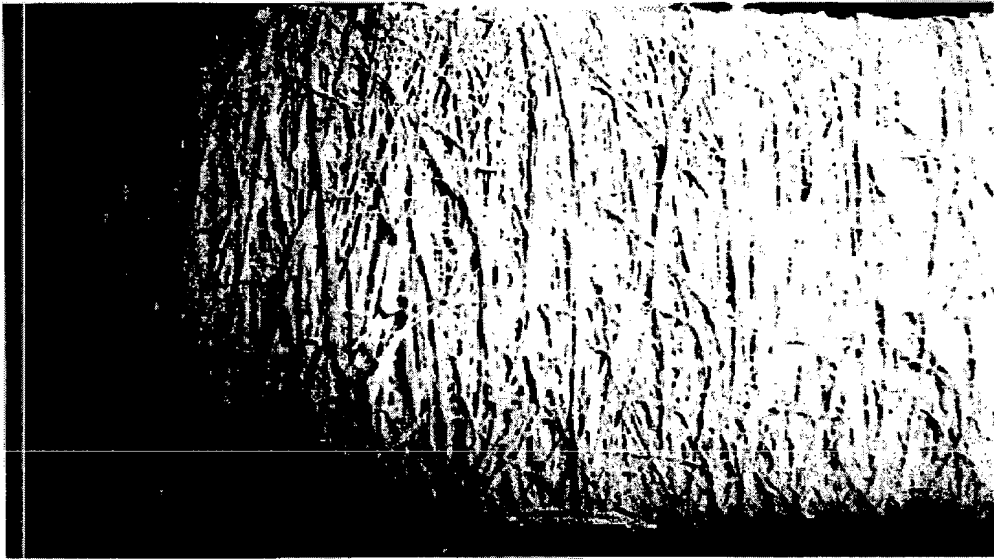


FIG. 10

9/24

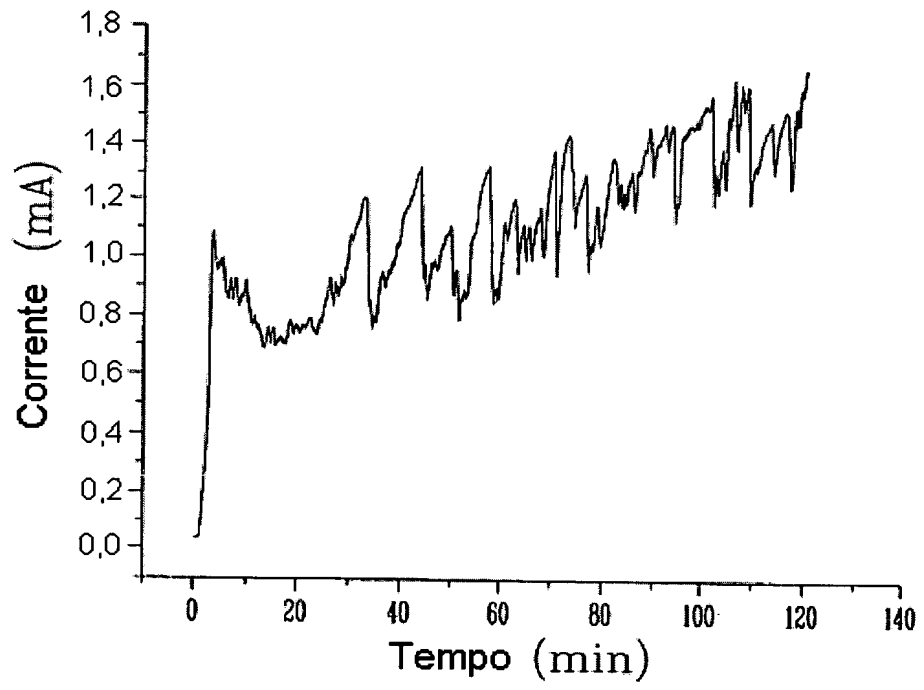


FIG. 11

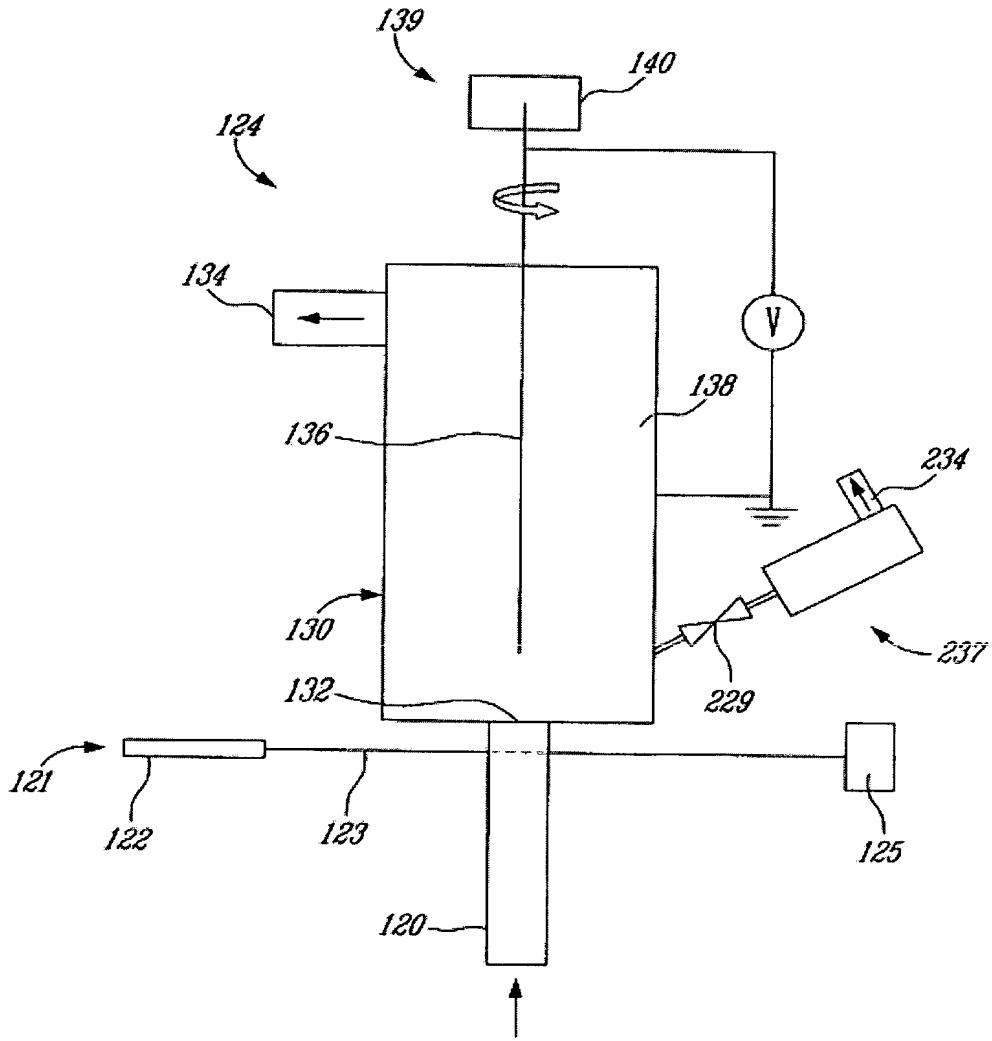


FIG. 12

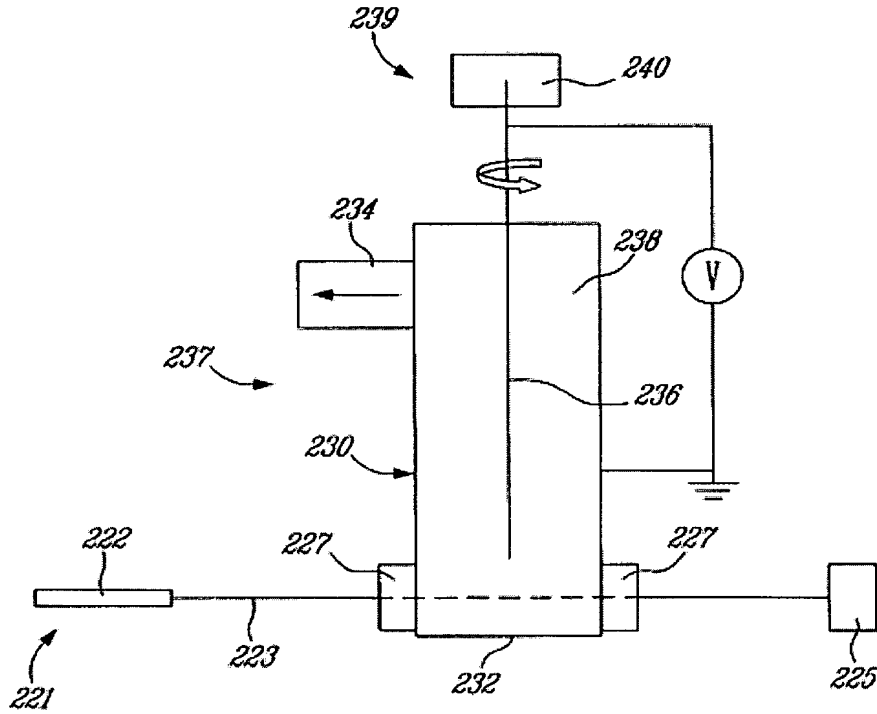


FIG. 13

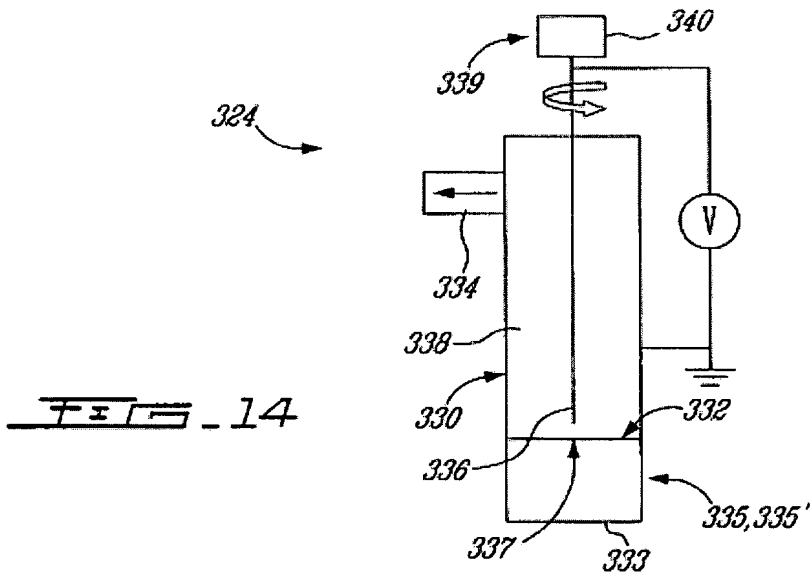


FIG. 14

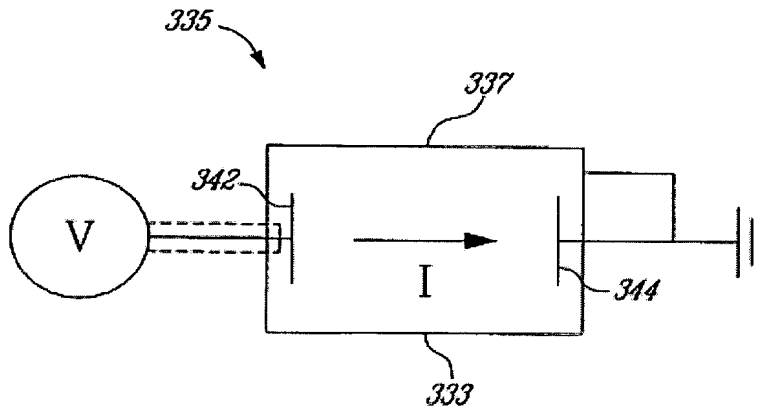


FIG. 15

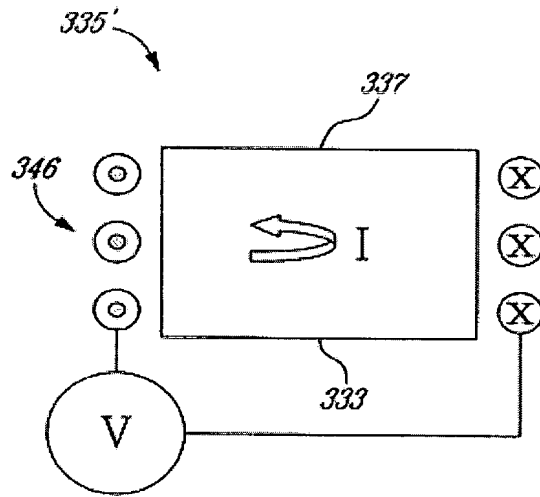
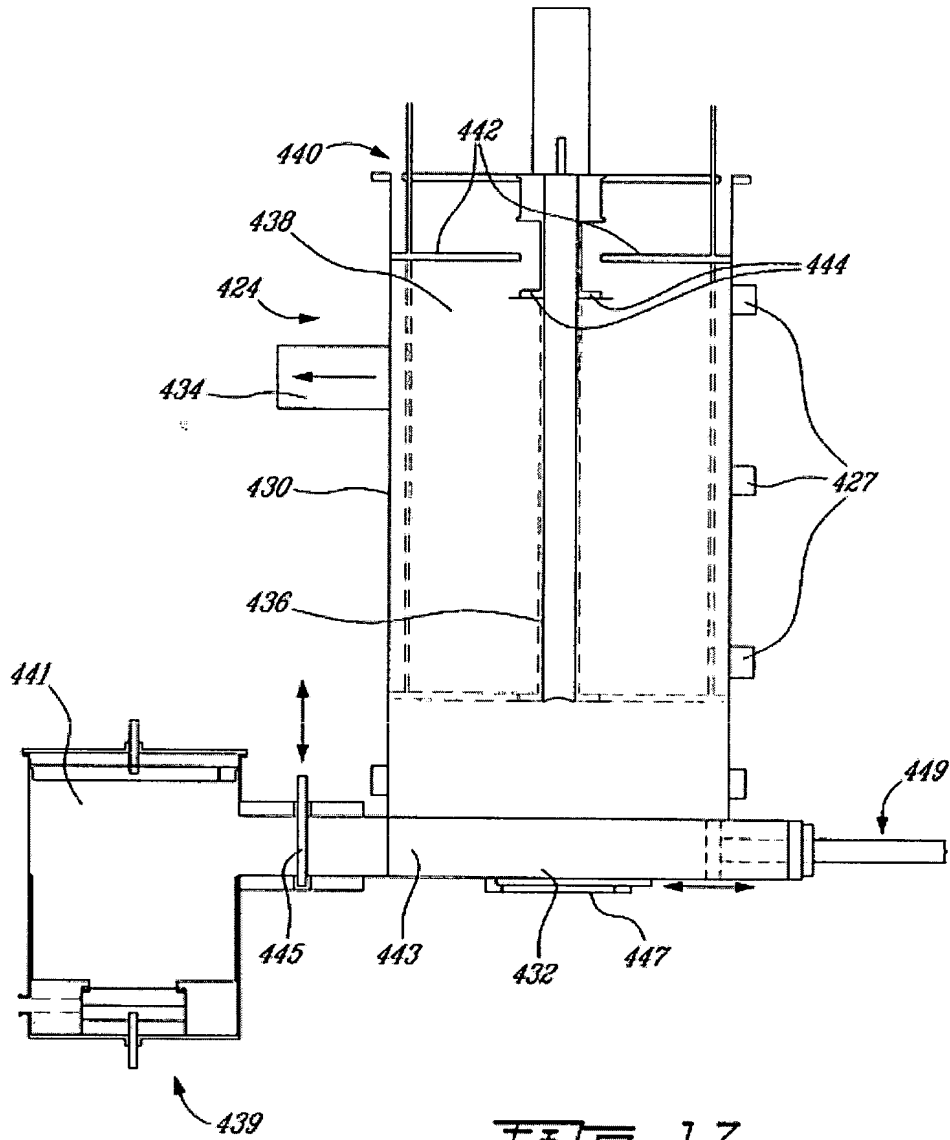
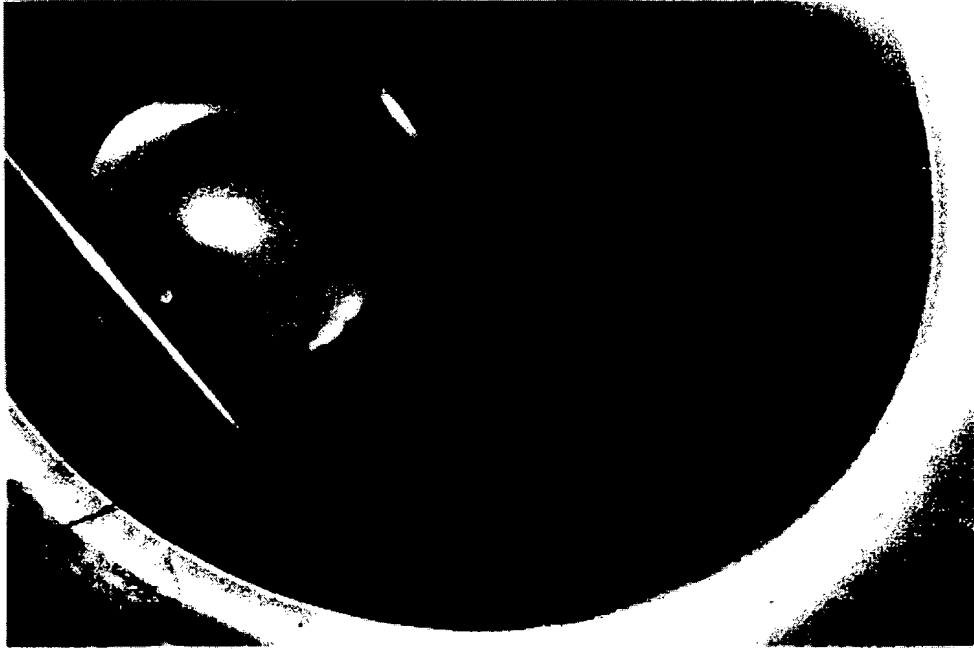


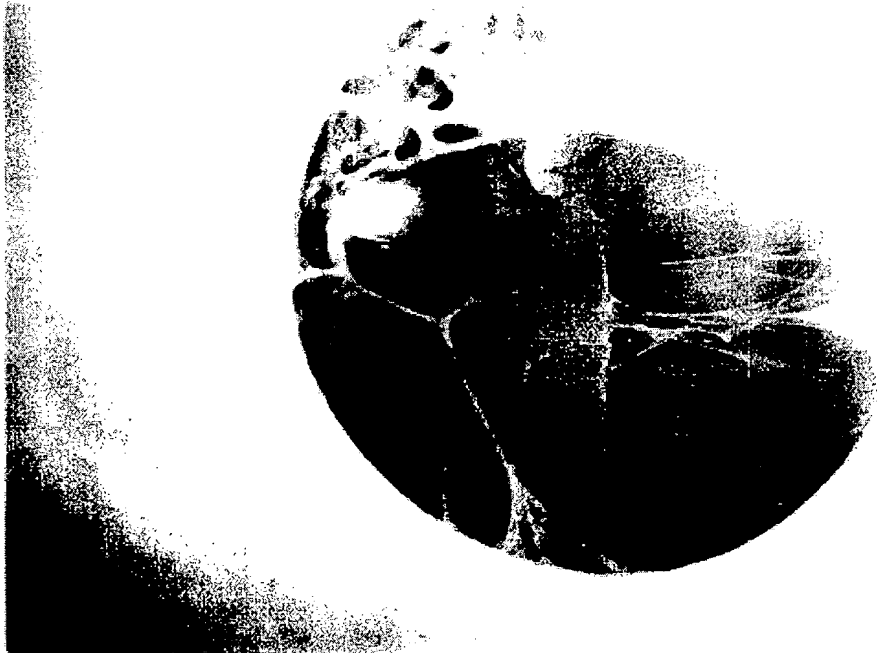
FIG. 16



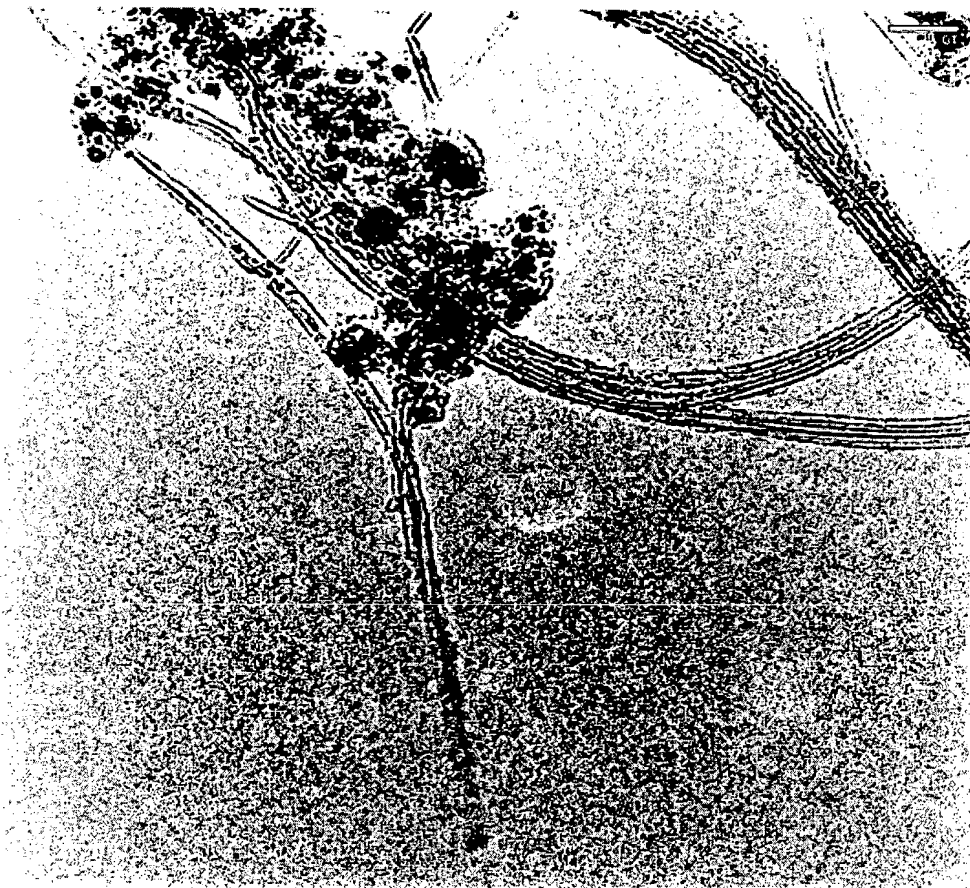
14/24



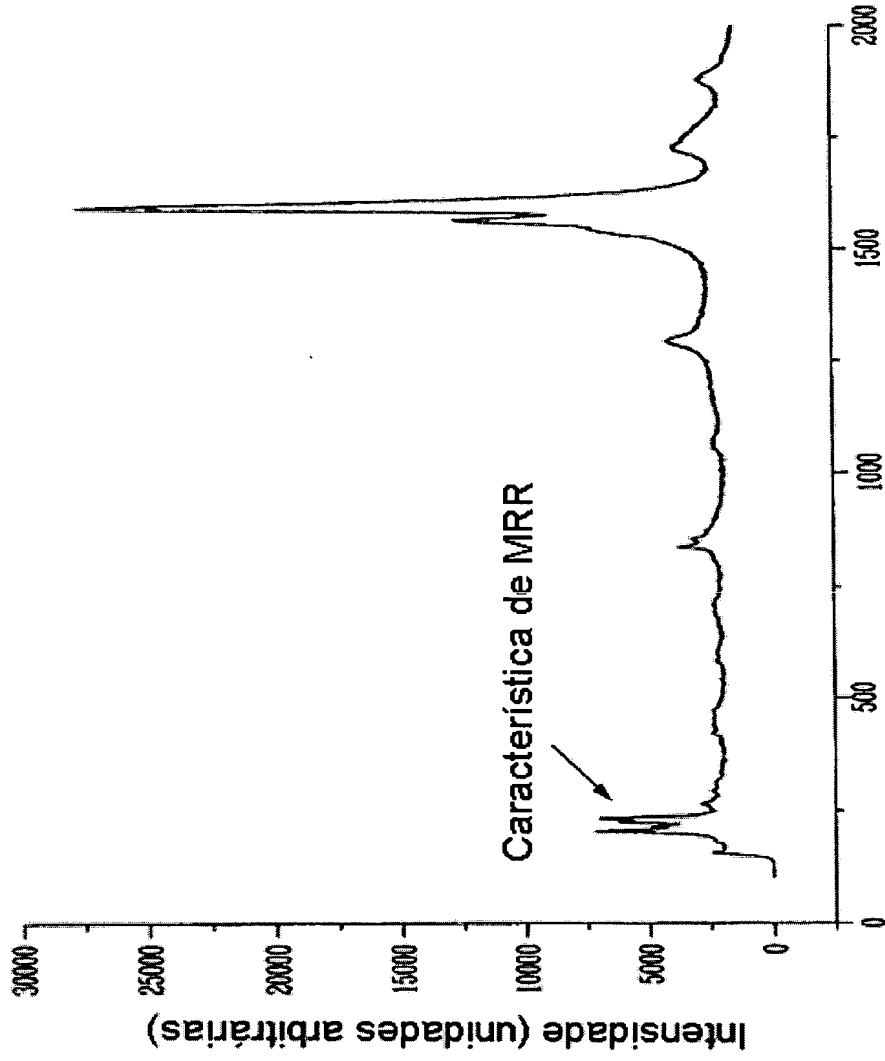
FEB-18



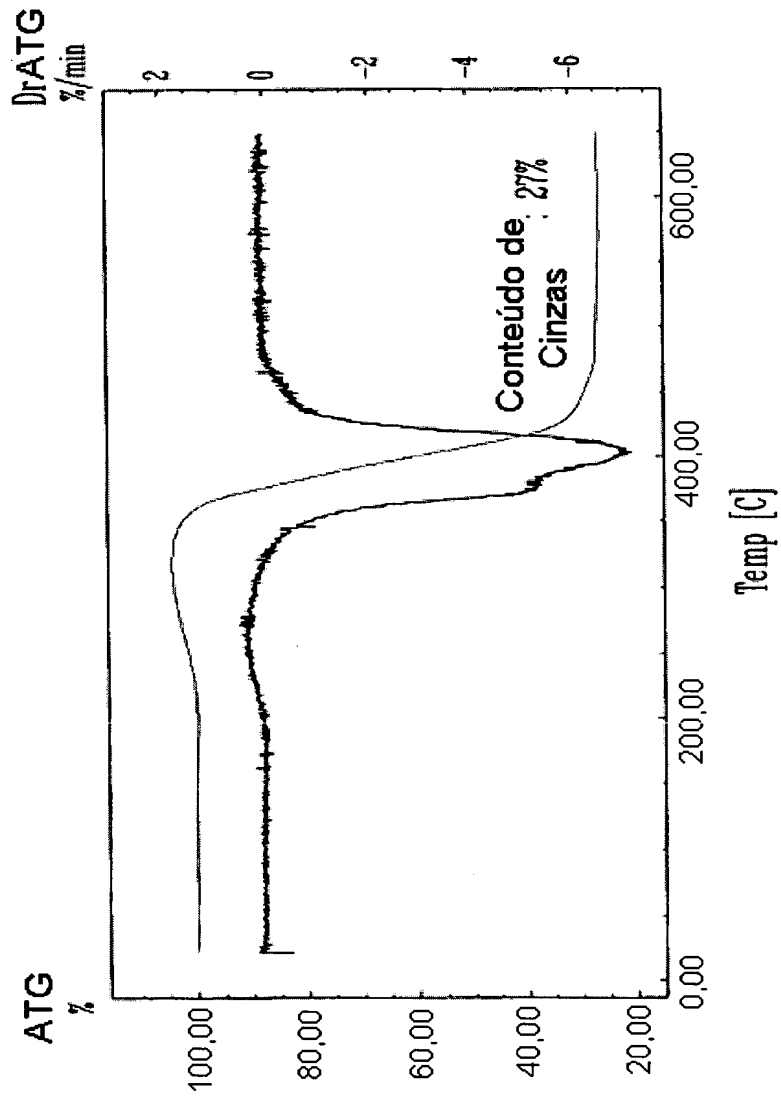
FEB-19



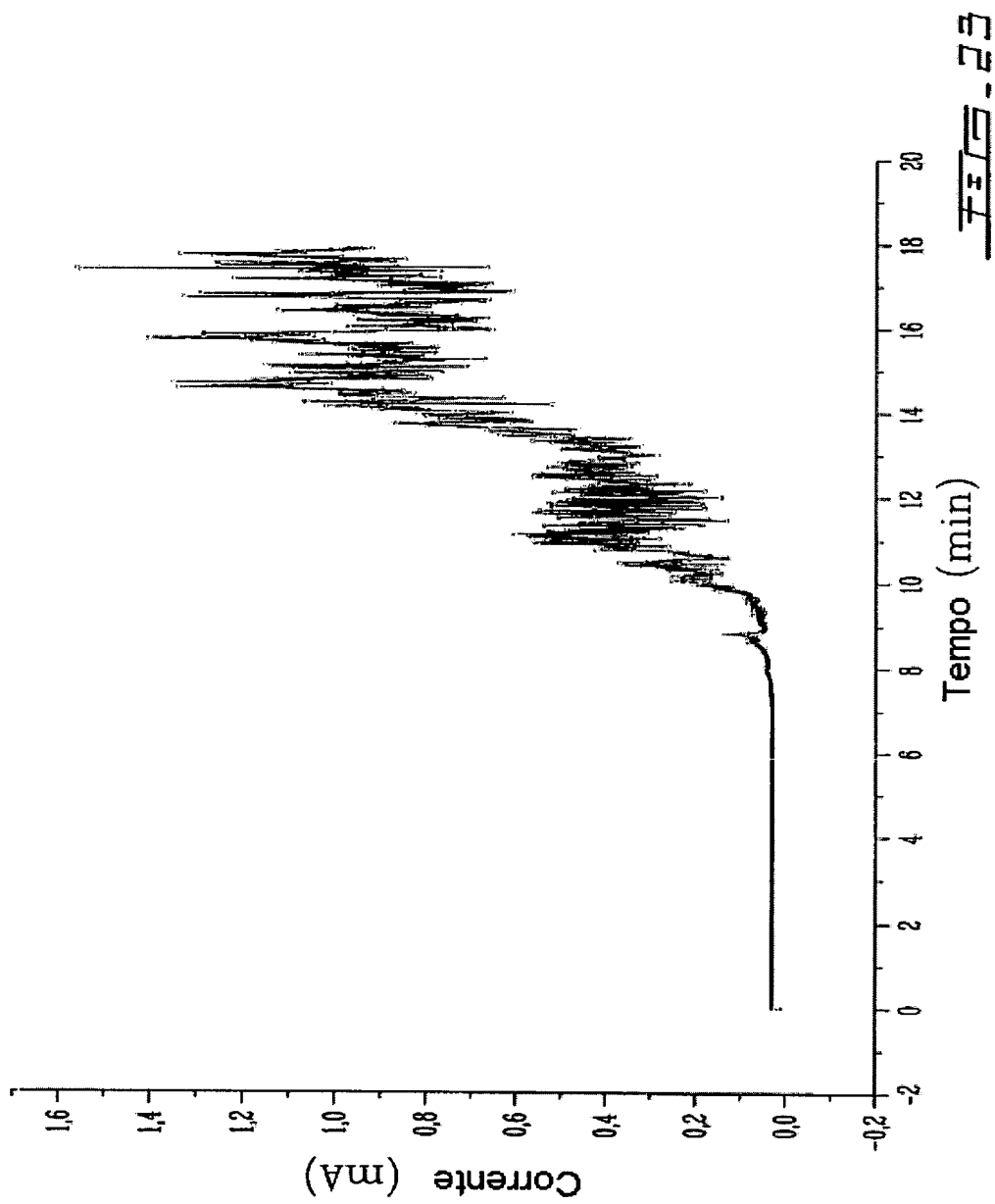
FETS - 20

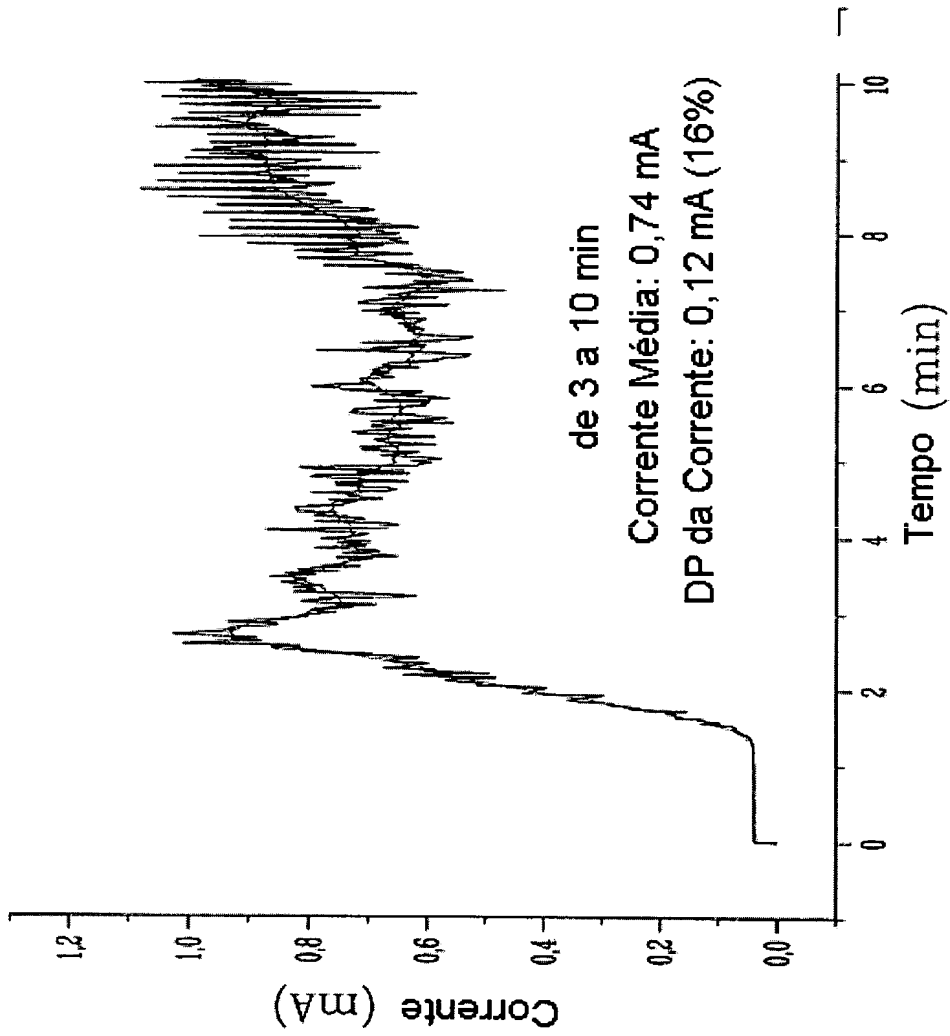


Variação de Raman (cm<sup>-1</sup>) FEI 21

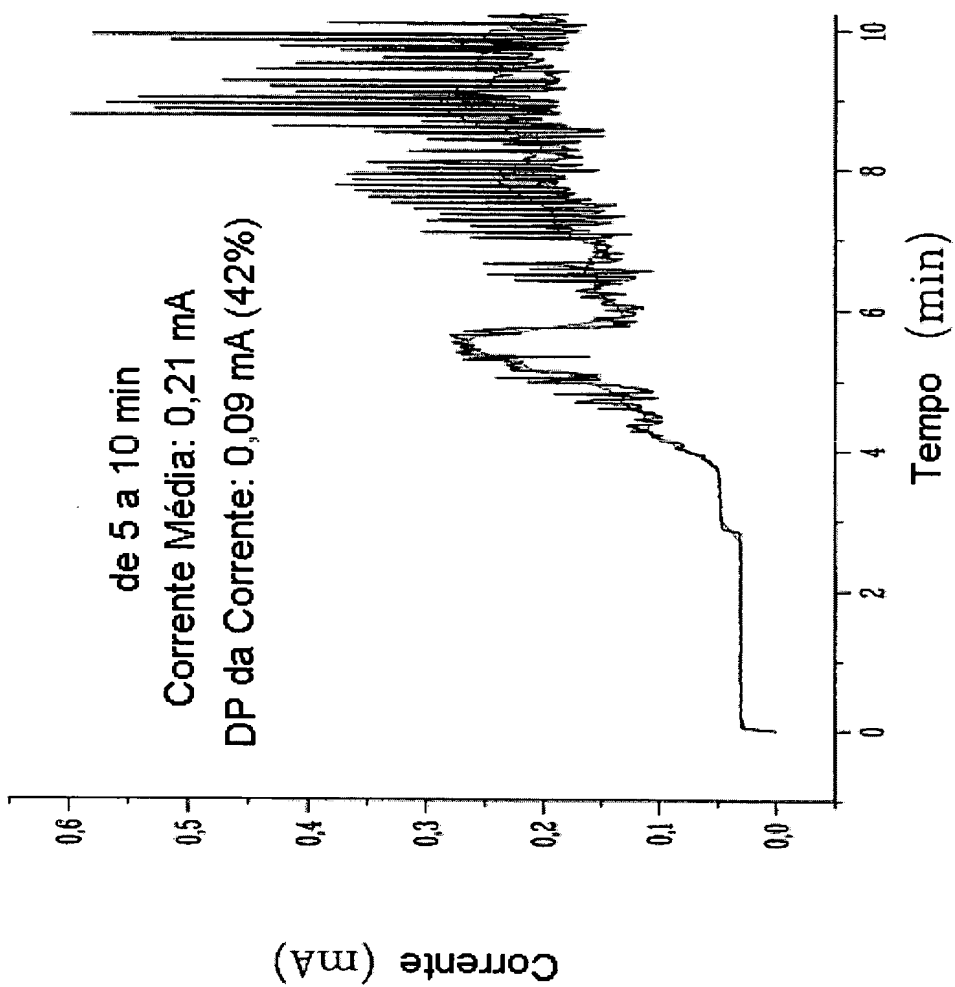


FE15 - 22

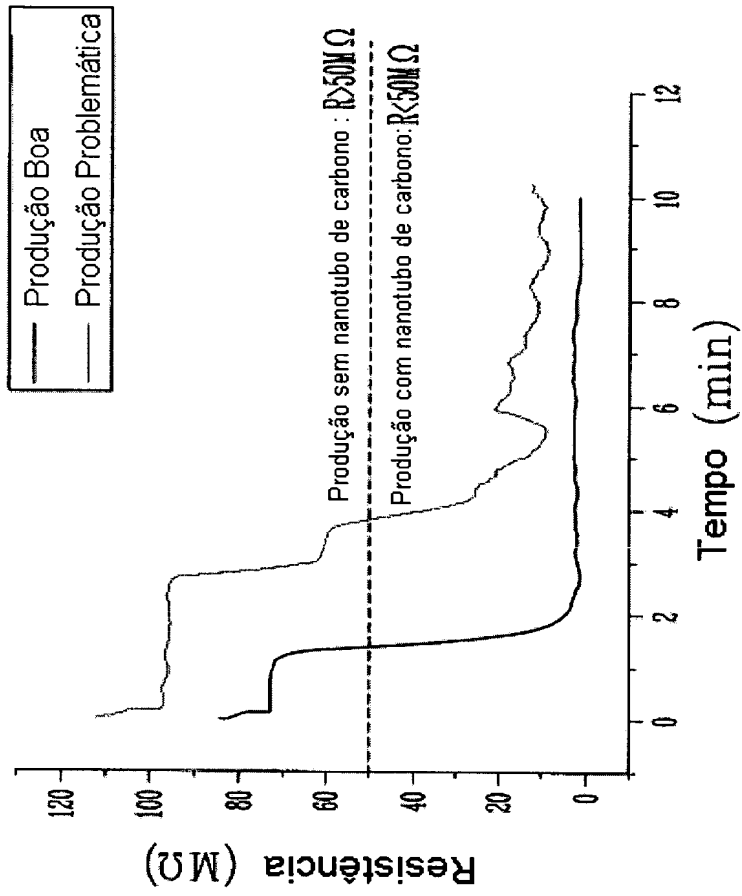




F3E-24A

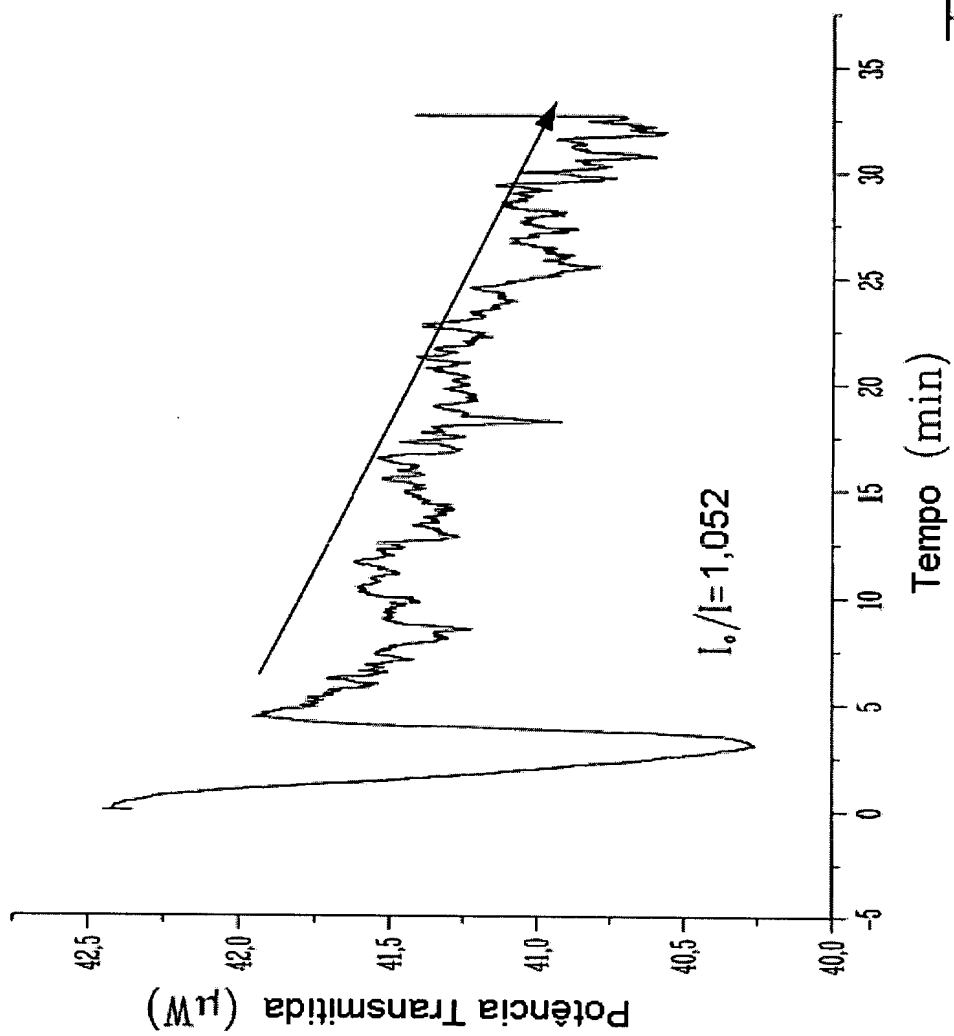


FEI0.24B



FEB - 25

22/24



FEBO-26

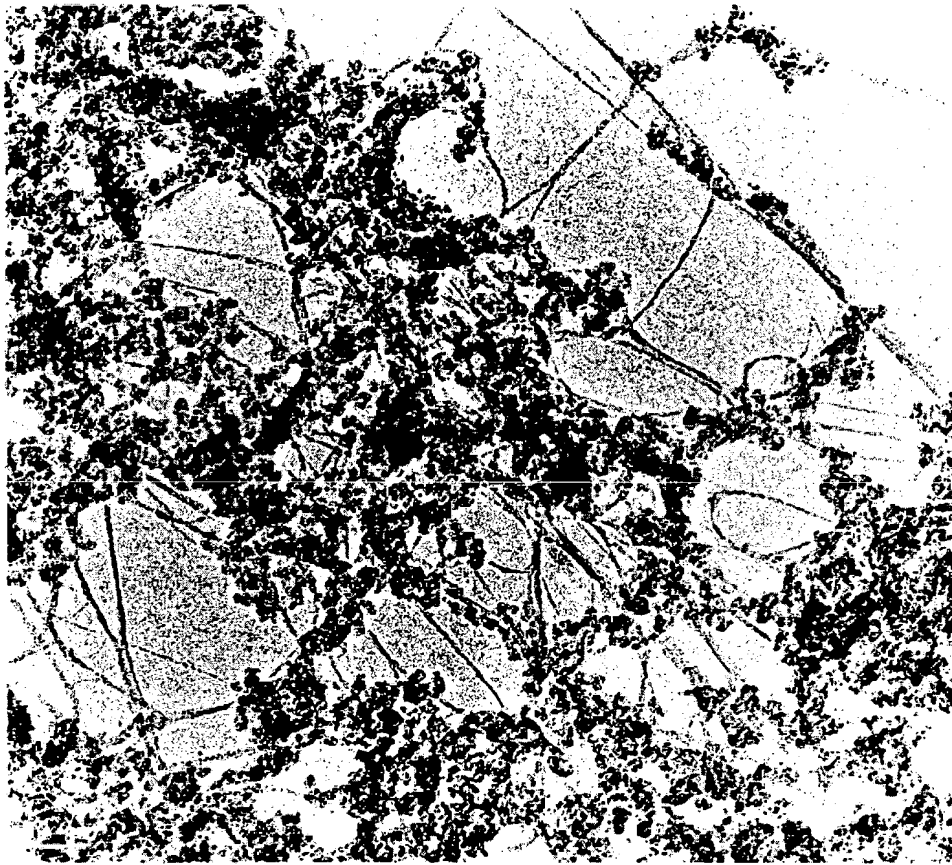


FIG. 27

24/24

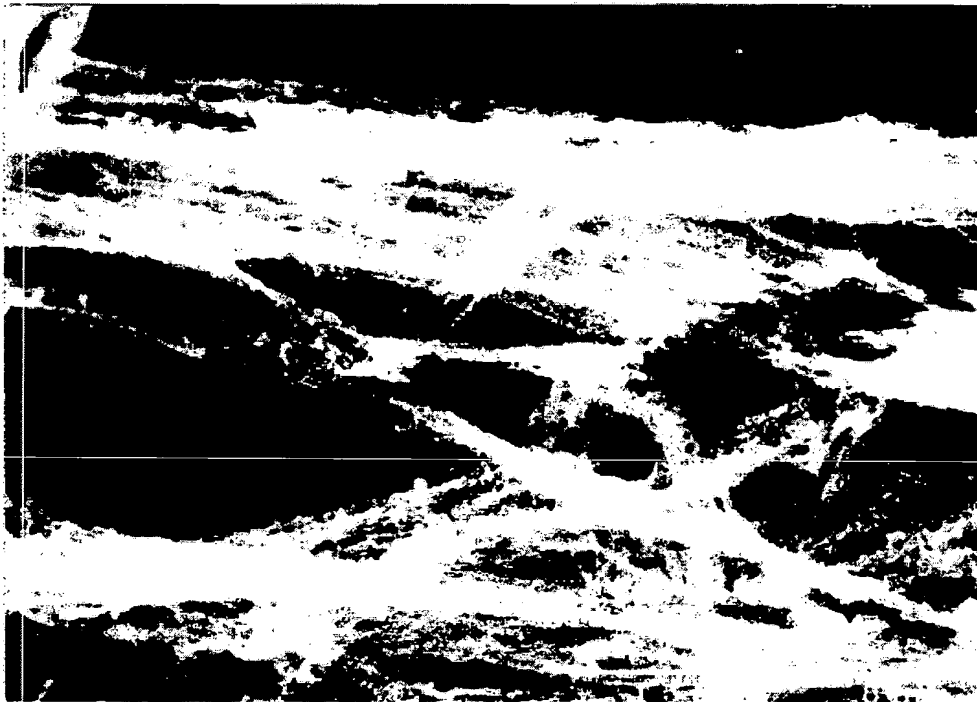


FIG. 28

**RESUMO**

Pedido de Patente de Invenção para "MÉTODOS E APARELHOS PARA O ACÚMULO DE ESTRUTURAS FILAMENTARES NANOMÉTRICAS".

5 A invenção se refere a um método para o acúmulo de estruturas filamentares nanométricas. O método compreende a passagem de uma fase gasosa compreendendo as estruturas filamentares nanométricas através de um espaço definido por entre ao menos dois eletrodos que geram um campo elétrico, para o acúmulo das estruturas filamentares nanométricas por sobre ao menos um  
10 dos eletrodos; e à prevenção, ao menos substancial, da ligação dos eletrodos pelas estruturas filamentares nanométricas depositadas durante o acúmulo. A invenção também se refere a um aparelho para o acúmulo de estruturas filamentares nanométricas, assim como a métodos e aparelhos para a  
15 monitoração da produção de estruturas filamentares nanométricas, e a conjuntos macroscópicos de estruturas filamentares nanométricas.