



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

(21) BR 102017008343-8 A2



(22) Data do Depósito: 24/04/2017

(43) Data da Publicação Nacional: 06/11/2018

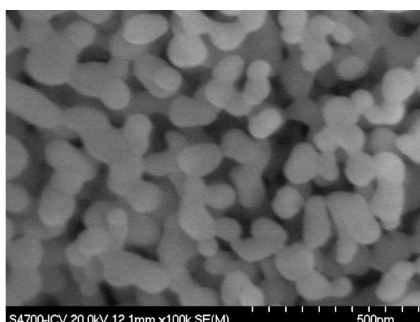
(54) **Título:** PROCESSO DE OBTENÇÃO DE FILME CERÂMICO SOBRE SUBSTRATO POR COMBUSTÃO DE SOLUÇÃO ASPERGIDA (CSA)

(51) **Int. Cl.:** C23C 24/08; C04B 35/50.

(71) **Depositante(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL.

(72) **Inventor(es):** DIEGO PEREIRA TARRAGÓ; VÂNIA CALDAS DE SOUSA; CÉLIA DE FRAGA MALFATTI.

(57) **Resumo:** A presente invenção descreve o desenvolvimento de um novo processo para deposição de filmes finos cerâmicos sobre superfícies cerâmicas ou metálicas com controle de porosidade e tamanho de grão, visando a obtenção de nanoestruturas. No método proposto utilizam-se como matérias-primas sais metálicos e compostos orgânicos oxidantes que são dissolvidos em água, formando uma solução precursora. Especificamente, o invento possibilita a obtenção de filmes finos de materiais cerâmicos avançados com microestrutura fina e porosa, utilizando um equipamento de baixo custo e temperaturas de processo relativamente baixas e com pouco desperdício de matéria-prima. O emprego da técnica de CSA tem potencial para reduzir os custos finais de diversos artefatos, tornando produtos de alta tecnologia mais acessíveis à população. A presente invenção se situa no campo da Química e Engenharia de Materiais.



## **Relatório Descritivo de Patente de Invenção**

### PROCESSO DE OBTENÇÃO DE FILME CERÂMICO SOBRE SUBSTRATO POR COMBUSTÃO DE SOLUÇÃO ASPERGIDA (CSA)

#### **Campo da Invenção**

**[0001]** A presente invenção descreve o desenvolvimento de um novo processo para deposição de filmes finos cerâmicos de alta porosidade sobre superfícies cerâmicas ou metálicas com controle de porosidade e tamanho de grão, visando a obtenção de nanoestruturas. No método proposto utilizam-se como matérias-primas sais metálicos e compostos orgânicos oxidantes que são dissolvidos em água, formando uma solução precursora. A presente invenção se situa no campo da Química e Engenharia de Materiais.

#### **Antecedentes da Invenção**

**[0002]** No caso do processamento de cerâmicas avançadas utilizam-se matérias-primas de elevado custo e normalmente são utilizados equipamentos caros e robustos ou, em outros casos, são utilizadas temperaturas elevadas de processamento. Isso faz com que os produtos fabricados com estes materiais apresentem a tendência de possuir um custo final alto.

**[0003]** Nesse sentido, o invento possibilita a obtenção de filmes finos de materiais cerâmicos avançados com microestrutura fina e porosa, utilizando um equipamento de baixo custo e temperaturas de processo relativamente baixas e com pouco desperdício de matéria-prima. O emprego da técnica de CSA tem potencial para reduzir os custos finais de diversos artefatos, tornando produtos de alta tecnologia mais acessíveis à população

**[0004]** O principal diferencial da técnica de CSA é que a mesma surge da união de duas técnicas convencionais, a spray-pirólise (SP) e a síntese por combustão de solução (SCS). Na SP utiliza-se um aerógrafo para aspergir uma solução preparada para realização uma reação de pirólise sobre o substrato para formar um filme. Utilizando uma solução típica de SCS (que é utilizada unicamente para a obtenção de pós) no aerógrafo, pode-se modificar o

mecanismo da reação química que ocorre sobre substrato. Nesse caso, estará ocorrendo uma reação exotérmica de combustão, bem diferente da pirólise, que é uma reação endotérmica. Na combustão há grande liberação de gases e de calor e esses produtos são utilizados para a formação de poros, formação da microestrutura e adesão do filme no substrato.

**[0005]** Na busca pelo estado da técnica em literaturas científica e patentária, foram encontrados os seguintes documentos que tratam sobre o tema:

**[0006]** A patente US 2014/0285303 A1 propõe à fabricação de filmes finos de cerâmicas avançadas partindo do material em pó misturado com uma resina termofixa, ou seja, envolve antes a síntese do material e depois a deposição utilizando a resina como veículo. No invento proposto o material é sintetizado diretamente na forma de filme fino sendo, portanto, um método de deposição por via úmida.

**[0007]** Em comparação com a patente US 2012/0204950 A1, o invento proposto diferencia-se primeiramente com relação ao substrato (superfície onde será depositado o filme), que na patente comparada, deve possuir características condutoras ou semicondutoras e, na proposta, pode também ser uma material isolante elétrico. Além disso, o material a ser depositado é obtido em pó e basicamente composto de materiais metálicos.

**[0008]** Na patente PI0211413-5B1 o método protegido envolve a preparação prévia de um substrato mesoporoso e, após a impregnação com uma solução líquida contendo agentes reticulantes e precursores do material a ser formado no filme. Assim, sendo a CSA é um método que envolve uma reação química para formação do material, um substrato que não necessita de prévio tratamento para receber o filme e que utiliza um aparato da aspensão para aplicar a solução, há diferenças relativas ao substrato, ao veículo de formação do filme (solução precursora) e a forma como é aplicada a solução no substrato.

**[0009]** O método proposto pela patente CN103132035 foca na preparação de alvos para sputtering magnético. A técnica é utilizada para a obtenção de

filme finos de cerâmicas avançadas com grande versatilidade e controle. Porém, diferentemente do método proposto no presente invento, utiliza equipamentos caros e robustos e a deposição ocorre no estado gasoso, isto é, o material a ser depositado é transportado até o substrato na forma de um gás, que solidifica na superfície para formar o filme.

**[0010]** A patente WO2012108914 visa à fabricação de filmes finos densos para aplicações térmicas, sendo que o método de CSA proposto aplica-se à filmes porosos e inclui diversas aplicações além do uso das propriedades térmicas do filme.

**[0011]** O invento da patente KR20120122103 trata de filmes para aplicação em células solares e utiliza a técnica de spray-pirólise que, talvez, a mais próxima do presente invento. A diferença da spray-pirólise para CSA é fundamentalmente na composição da solução precursora, pois dependendo dessa composição podem-se produzir reações químicas de produção do filme bastante distintas. A solução da spray-pirólise é produzida com a intenção de provocar uma reação endotérmica de pirólise e no caso da CSA a composição da solução visa à ocorrência de uma reação exotérmica de combustão. Assim, do que se depreende da literatura pesquisada, não foram encontrados documentos antecipando ou sugerindo os ensinamentos da presente invenção, de forma que a solução aqui proposta possui novidade e atividade inventiva frente ao estado da técnica.

**[0012]** O principal diferencial da técnica de Combustão de Solução Aspergida (CSA) da presente invenção é que a mesma surge da união de duas técnicas convencionais, a spray-pirólise (SP) e a síntese por combustão de solução (SCS). Na SP utiliza-se um aerógrafo para aspergir uma solução preparada para realização uma reação endotérmica de pirólise sobre o substrato para formar um filme. A solução típica de SCS é utilizada tradicionalmente para a obtenção de pós de alta área superficial e, quando usada no aerógrafo, pode-se modificar o mecanismo da reação química que ocorre sobre substrato em comparação com a SP. Nesse caso, estará ocorrendo uma reação exotérmica

de combustão, bem diferente da pirólise, que é uma reação endotérmica. Na combustão há grande liberação de gases e de calor e esses produtos são utilizados para a formação de poros, formação da microestrutura e adesão do filme no substrato.

### **Sumário da Invenção**

**[0013]** O método de Combustão de Solução Aspergida (CSA) desenvolvido permite a obtenção de filmes finos cerâmicos de alta porosidade sobre substratos cerâmicos densos ou metálicos e, em muitos casos, a temperaturas inferiores às utilizadas em processos cerâmicos convencionais.

**[0014]** Dessa forma, a presente invenção tem por objetivo resolver os problemas constantes no estado da técnica a partir do desenvolvimento de um novo processo para deposição de filmes finos cerâmicos sobre superfícies cerâmicas ou metálicas com controle de porosidade e tamanho de grão, visando a obtenção de nanoestruturas.

**[0015]** No método proposto utiliza-se como matéria-prima sais metálicos e compostos orgânicos oxidantes que são dissolvidos em água, formando uma solução precursora

**[0016]** A composição da solução precursora varia de acordo com o material que se deseja obter e, além disso, também é possível alterar parâmetros na solução precursora que irão modificar a microestrutura e formação dos poros do produto obtido.

**[0017]** Na preparação da solução precursora é utilizada a técnica de síntese por combustão de solução, que permite determinar a razão estequiométrica de nitratos e dos compostos orgânicos que atuarão como combustível da reação exotérmica de obtenção do material cerâmico.

**[0018]** A síntese por combustão de solução é utilizada na síntese de pós cerâmicos de alta pureza e, no presente invento, será adaptada para a fabricação de filmes finos cerâmicos, originando um novo processo de deposição desses filmes.

**[0019]** A utilização de um aerógrafo para realizar a deposição já conhecida em outras técnicas, sendo a mais semelhante a spray-pirólise, onde a solução utilizada é preparada de modo a promover uma reação de decomposição endotérmica, ao contrário da combustão onde, com o auxílio do oxidante orgânico, a reação que ocorre é uma combustão exotérmica.

**[0020]** Portanto, o que se pretende proteger é o processo através do qual se obtém filmes finos cerâmicos e porosos sobre substratos cerâmicos densos ou metálicos aquecidos, aspergindo com um aerógrafo sobre eles uma solução precursora como as utilizadas na síntese por combustão. Assim, unindo a versatilidade dos processos de aerografia e a simplicidade da técnica de síntese por combustão para obtenção de pós cerâmicos, é desenvolvida uma nova técnica de fácil execução e de baixo custo de equipamento e de processo para fabricação de filmes finos cerâmicos com porosidade elevada.

**[0021]** Em um primeiro objeto a presente invenção descreve um processo de obtenção de filmes finos cerâmicos sobre substratos densos ou metálicos aquecidos aspergindo sobre eles uma solução precursora.

**[0022]** Em uma concretização, o processo compreende as etapas de:

- pré-aquecimento do dito substrato;
- preparação de uma solução precursora;
- aspersão da dita solução precursora sobre os substratos com um aerógrafo formando gotículas;
- evaporação gradual do solvente de cada gotícula durante seu percurso até o substrato;
- autoignição de cada gotícula ao atingir o substrato aquecido;
- formação de um filme de fina porosidade;
- tratamento térmico do substrato com o filme depositado para estabilização microestrutural da fase obtida.

**[0023]** Em um segundo aspecto, a presente invenção define um aparato de deposição compreendendo:

- uma placa metálica;

- um sistema de aquecimento;
- uma placa refratária;
- um aerógrafo;
- uma pipeta;

em que a placa metálica é ajustada sobre o sistema de aquecimento, com o auxílio de uma placa refratária e à certa distância do aerógrafo, o qual é posicionado transversalmente à placa metálica de deposição, em que o controle da quantidade de solução depositada é realizado através da pipeta e o controle da vazão é ajustado no aerógrafo.

**[0024]** Ainda, o conceito inventivo comum a todos os contextos de proteção reivindicados resolve da mesma forma o mesmo problema.

**[0025]** Estes e outros objetos da invenção serão imediatamente valorizados pelos versados na arte e pelas empresas com interesses no segmento, e serão descritos em detalhes suficientes para sua reprodução na descrição a seguir.

#### **Breve Descrição das Figuras**

**[0026]** Com o intuito de melhor definir e esclarecer o conteúdo do presente pedido de patente, são apresentadas as presente figuras:

**[0027]** A figura 1 mostra um esquema do aparato utilizado para fabricar os filmes finos

**[0028]** A figura 2 mostra um exemplo de um aparato de deposição para fabricação de filmes finos por CSA.

**[0029]** A figura 3 mostra o padrão de DRX do filme fabricado

**[0030]** A figura 4 mostra a Micrografia de MEV do filme obtido.

**[0031]** A figura 5 mostra a Micrografia da seção transversal do filme produzido.

**[0032]** A figura 6 mostra o Gráfico de Arrhenius do filme obtido.

#### **Descrição Detalhada da Invenção**

**[0033]** Para a execução do processo foi construído um aparato onde uma placa metálica é ajustada sobre um sistema de aquecimento, com o auxílio de uma placa refratária e à certa distância do aerógrafo, que está posicionado com o bico em direção ao solo, transversalmente à placa metálica de deposição. Através da pipeta faz-se o controle da quantidade de solução depositada e o controle da vazão é ajustado manualmente no aerógrafo. Dessa forma, os parâmetros do processo que podem ser controlados são: distância do bico aspersor, temperatura do substrato, pressão do ar, vazão e quantidade de solução utilizada.

**[0034]** Um desenho esquemático do aparato de deposição é mostrado na Figura 1. A solução a ser depositada é conduzida da pipeta (1) pela mangueira de alimentação (5) até o aerógrafo (2), enquanto o compressor de ar (10) injeta, sob pressão controlada, ar seco e filtrado pela mangueira de ar (4). Através do controle de vazão (3) ajusta-se a taxa de deposição do filme, que é formado sobre o substrato situado na placa de deposição (6). A placa de deposição (6) é sustentada pela proteção refratária (7), que diminui a perda de calor no sistema. O forno de aquecimento (9) fornece calor ao substrato, que tem sua temperatura medida por um termopar (8), que fica em contato com a face oposta à deposição do filme, e que é controlada por um sistema (11) durante o processo.

**[0035]** A partir desse esquema de montagem do sistema de deposição, vários parâmetros importantes podem ser ajustados, permitindo um excelente controle na deposição para cada tipo de solução ou substrato utilizado.

**[0036]** Na solução precursora, as variáveis que podem ser alteradas são o tipo de material a ser obtido, a fração e o tipo de combustível utilizado, o solvente e a diluição da solução.

**[0037]** No aerógrafo, é controlada a vazão da solução durante o processo e no restante do aparato é regulado o volume de solução depositada, a distância do aerógrafo, a pressão do ar e a temperatura do substrato. Da mesma forma que a variação dos parâmetros permite diversas configurações na deposição do



filme, também torna necessário saber os parâmetros que mais influenciam as propriedades finais dos filmes.

**[0038]** Para os testes do método de CSA foi desenvolvido um aparato de deposição no Laboratório de Biomateriais & Cerâmicas Avançadas (LABIOMAT) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS).

**[0039]** Uma fotografia do aparato em uso é mostrada na Figura 2, onde podem ser observados os principais componentes do sistema descritos anteriormente, além do substrato (4) e do grampo (1) que mantém acionado o aerógrafo.

**[0040]** No inserto da Figura 2 é mostrado o pino de acionamento do aerógrafo (2), que é pressionado para abertura da válvula de entrada do ar comprimido, e o parafuso de controle de vazão (3) que, através do seu fuso, controla a taxa de deposição.

**[0041]** O aparato de deposição pode ter variações, por exemplo, no tipo de aerógrafo, na placa de deposição, no controle de vazão, entre outros, sem alterar a aplicação, mas apenas introduzindo melhores condições de controle do processo de CSA.

**[0042]** Em um primeiro aspecto a presente invenção define um processo de obtenção de filme cerâmico sobre substrato compreendendo:

- pré-aquecimento do dito substrato;
  - aspersão de uma solução precursora sobre o dito substrato;
- em que o dito substrato é denso ou metálico.

**[0043]** Em uma concretização do processo da presente invenção, a aspersão se dá por meio de um aerógrafo.

**[0044]** Em uma concretização, o processo compreende as etapas de:

- pré-aquecimento do dito substrato;
- preparação de uma solução precursora;
- aspersão da dita solução precursora sobre os substratos com um aerógrafo formando gotículas;

- evaporação gradual do solvente de cada gotícula durante seu percurso até o substrato;

- autoignição de cada gotícula ao atingir o substrato aquecido;
- formação de um filme de fina porosidade;
- tratamento térmico do substrato com o filme depositado; e
- estabilização microestrutural da fase obtida.

**[0045]** Em uma concretização do processo, a preparação da solução precursora compreende a dissolução de pelo menos um sal metálico e pelo menos um composto orgânico oxidante em água.

**[0046]** Em uma concretização do processo, a solução precursora é preparada com a técnica de síntese por combustão de solução.

**[0047]** Em uma concretização do processo, o sal metálico é um nitrato e o composto orgânico oxidante é ureia.

**[0048]** Em um segundo aspecto, a presente invenção define um aparato de deposição compreendendo:

- uma placa metálica;
- um sistema de aquecimento;
- uma placa refratária;
- um aerógrafo;
- uma pipeta;

em que a placa metálica é ajustada sobre o sistema de aquecimento, com o auxílio de uma placa refratária e à certa distância do aerógrafo, o qual é posicionado transversalmente à placa metálica de deposição, em que o controle da quantidade de solução depositada é realizado através da pipeta e o controle da vazão é ajustado no aerógrafo.

### **Exemplo 1. Realização Preferencial**

**[0049]** Os exemplos aqui mostrados têm o intuito somente de exemplificar uma das inúmeras maneiras de se realizar a invenção, contudo sem limitar o escopo da mesma. Utilizando este aparato, será dada a seguir a descrição de

um procedimento de deposição executado no LABIOMAT, assim como os resultados gerados na caracterização do filme obtido.

### **Exemplo I**

**[0050]** Nesse exemplo será fabricado um filme fino e poroso de manganita de lantânio dopada com estrôncio (LSM) com composição  $\text{La}_{0,9}\text{Sr}_{0,1}\text{MnO}_{3-\delta}$ , sobre um substrato denso de zircônia estabilizada com ítria (YSZ) com 10 mm de diâmetro. Estes são dois materiais típicos utilizados como cátodo e eletrólito, respectivamente, em células de combustível de óxido sólido (SOFC), que são dispositivos para a geração de energia elétrica. No caso das SOFC a fabricação de filmes finos de materiais cerâmicos com porosidade controlada é extremamente importante, pois o filme atuará como um catalisador.

**[0051]** Assim, o filme deve ser de elevada pureza para manter suas propriedades eletroquímicas, deve estar bem aderido ao substrato para realizar o transporte de carga com o mínimo de perdas possível, deve possuir uma microestrutura porosa que permita sua permeação com gases e que tenha elevada área de sítios ativos para catalisar as reações químicas. Além disso, a temperatura de processamento não pode ser elevada demais, pois pode promover reações indesejadas entre o substrato e o filme e, se a temperatura máxima do processo for baixa o suficiente, abre-se a possibilidade para a deposição do filme no interconector metálico, um outro componente das SOFC.

**[0052]** O presente processo há a possibilidade de deposição tanto em substrato cerâmico quanto em substrato metálico, isso significa que a deposição pode ser feita em diferentes componentes da SOFC, o que pode facilitar o processo de montagem e/ou promover a utilização de materiais mais baratos nos seus componentes.

**[0053]** Na solução precursora foram utilizados dois combustíveis, sacarose e ureia, além dos nitratos de lantânio, estrôncio e manganês, em uma razão de redutores:oxidantes de 1:1:2 (sacarose e ureia, respectivamente), ou seja, na proporção estequiométrica de nitratos para combustível de 100% de sacarose e de 200% de ureia para a quantidade de nitratos utilizada. Em termos

de quantidade mássicas, foram utilizadas 0,411 g de nitrato de lantânio hexahidratado [ $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ], 0,023 g de nitrato de estrôncio [ $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ], 0,265 g de nitrato de manganês tetra hidratado [ $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ], 0,339 g de ureia [ $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ] e 0,121 g de sacarose [ $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ ]. Os reagentes foram dissolvidos em 5 mL de água destilada visando uma produção de 250 mg de LSM. A deposição foi realizada com bico do aerógrafo a 20 cm de distância da placa de deposição, que estava a uma temperatura de 650°C. O substrato de YSZ foi posicionado na placa sobre o termopar e 2 mL da solução precursora foram depositados sobre ele a uma vazão de 1 mL/h. A pressão aplicada no compressor de ar foi de 1 bar. Após a deposição a meia célula passou por um tratamento térmico a 850°C por 1 h e taxas de aquecimento e resfriamento de 5°C/min.

**[0054]** Primeiramente foram utilizados os métodos de difração de raios-X (DRX) para determinação da material obtido no filme e microscopia eletrônica de varredura (MEV) para avaliação microestrutural dos filmes de LSM. O difratograma obtido na DRX confirmou a obtenção da fase desejada, uma perovskita de LSM (ICDD 01-089-0648), conforme o difratograma mostrado na Figura 2. Os picos adicionais são devido ao substrato de YSZ (ICDD 01-082-1243).

**[0055]** Nas micrografias de MEV, Figura 4, observa-se a microestrutura obtida que se apresenta de forma bastante promissora, devido a sua porosidade, o tamanho dos poros e sua distribuição. Além disso, o tamanho dos grãos está em escala nanométrica (tamanho médio 83 nm), o que pode favorecer o desempenho do filme durante a operação da SOFC, assim como de muitos outros dispositivos e peças de engenharia.

**[0056]** A espessura dos filmes foi medida por MEV após a realização de um corte transversal na amostra, o filme atingiu 13 µm de espessura, conforme está mostrado na Figura 5. É uma espessura considerada adequada para cátodos de SOFC, tendo em vista que é possível que 90% das reações eletroquímicas nesse eletrodo ocorram em até 10 µm de distância da interface

com o eletrólito. Assim, filmes mais espessos tendem a diminuir o desempenho em aplicação, pois aumentam a resistência interna da célula sem promover aumento na taxa em que ocorrem as reações eletroquímicas.

**[0057]** A caracterização eletroquímica do filme demonstrou um bom desempenho do filme. Através do gráfico de Arrhenius, na Figura 6, é calculada a energia de ativação. A energia de ativação ( $E_a$ ) foi determinada em 1,33 eV, que é um valor relativamente baixo quando comparado com a literatura, o que pode incrementar o desempenho do eletrodo e célula em operação, visto que as transferências de carga podem ocorrer com menor energia. A menor  $E_a$  também pode permitir a operação das células em temperaturas mais baixas, facilitando a montagem e acionamento das SOFC.

**[0058]** Além do exemplo descrito também é possível a utilização do método de CSA fabricação de filmes cerâmicos de outros materiais e também sobre outros substratos. A limitação do processo restringe a composição química dos filmes àqueles cujos sais metálicos precursores sejam adequados para síntese do material pela reação de combustão, ou seja, com bom caráter oxidante. Com relação aos substratos, estes devem suportar as temperaturas de processo, podendo ser utilizados materiais cerâmicos e também metálicos com baixa tendência de oxidação nas temperaturas exigidas. Como exemplos, dentro do campo das células a combustível de óxido sólido, pode-se citar a fabricação de camadas funcionais baseadas em óxidos cério depositadas sobre cerâmicos densos ou deposição de filmes com características anódicas baseadas em óxidos de cromo-lantânio ou de titânio depositadas sobre um aço AISI 430. Em suma, o substrato pode ser cerâmico ou metálico e o filme fabricado deve ser um material cerâmico cuja composição depende da enorme variedade de sais metálicos disponíveis para a reação de combustão. Além disso, dependendo da composição do filme, as propriedades podem ser diversas, podendo-se fabricar filmes cerâmicos com outras finalidades e para outros tipos de dispositivos.

**[0059]** De um modo geral, é possível observar que a CSA é uma técnica em que o equipamento de deposição pode ser construído com baixo custo e que,

quando ajustados adequadamente os parâmetros do processo, pode-se obter filmes nanoestruturados com baixa espessura, de aspecto poroso e com propriedades eletroquímicas apreciáveis. Além disso, a máxima temperatura do processo, que é atingida após a deposição quando os filmes passam por tratamento térmico, é relativamente baixo quando comparada com outros métodos na literatura, o que permite a utilização tanto de substratos cerâmicos, como também metálicos.

**[0060]** Os versados na arte valorizarão os conhecimentos aqui apresentados e poderão reproduzir a invenção nas modalidades apresentadas e em outras variantes, abrangidas no escopo das reivindicações anexas.

### Reivindicações

1. Processo de obtenção de filme cerâmico sobre substrato **caracterizado** por compreender:

- pré-aquecimento do dito substrato;
- aspersão de uma solução precursora sobre o dito substrato; em que o dito substrato é denso ou metálico.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pela aspersão se dar por meio de um aerógrafo.

3. Processo de acordo com as reivindicações 1 ou 2, **caracterizado** por compreender as etapas de:

- pré-aquecimento do dito substrato;
- preparação de uma solução precursora;
- aspersão da dita solução precursora sobre os substratos com um aerógrafo formando gotículas;
- evaporação gradual do solvente de cada gotícula durante seu percurso até o substrato;
- autoignição de cada gotícula ao atingir o substrato aquecido;
- formação de um filme de fina porosidade;
- tratamento térmico do substrato com o filme depositado; e
- estabilização microestrutural da fase obtida.

4. Processo de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pela preparação da solução precursora compreender a dissolução de pelo menos um sal metálico e pelo menos um composto orgânico oxidante em água.

5. Processo de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado** pela solução precursora ser preparada com a técnica de síntese por combustão de solução.

6. Processo de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado** pelo sal metálico ser um nitrato e pelo composto orgânico oxidante ser ureia.

7. Aparato de deposição **caracterizado** por compreender:
- uma placa metálica;

- um sistema de aquecimento;
- uma placa refratária;
- um aerógrafo;
- uma pipeta;

em que a placa metálica é ajustada sobre o sistema de aquecimento, com o auxílio de uma placa refratária e à certa distância do aerógrafo, o qual é posicionado transversalmente à placa metálica de deposição, em que o controle da quantidade de solução depositada é realizado através da pipeta e o controle da vazão é ajustado no aerógrafo.



FIGURAS

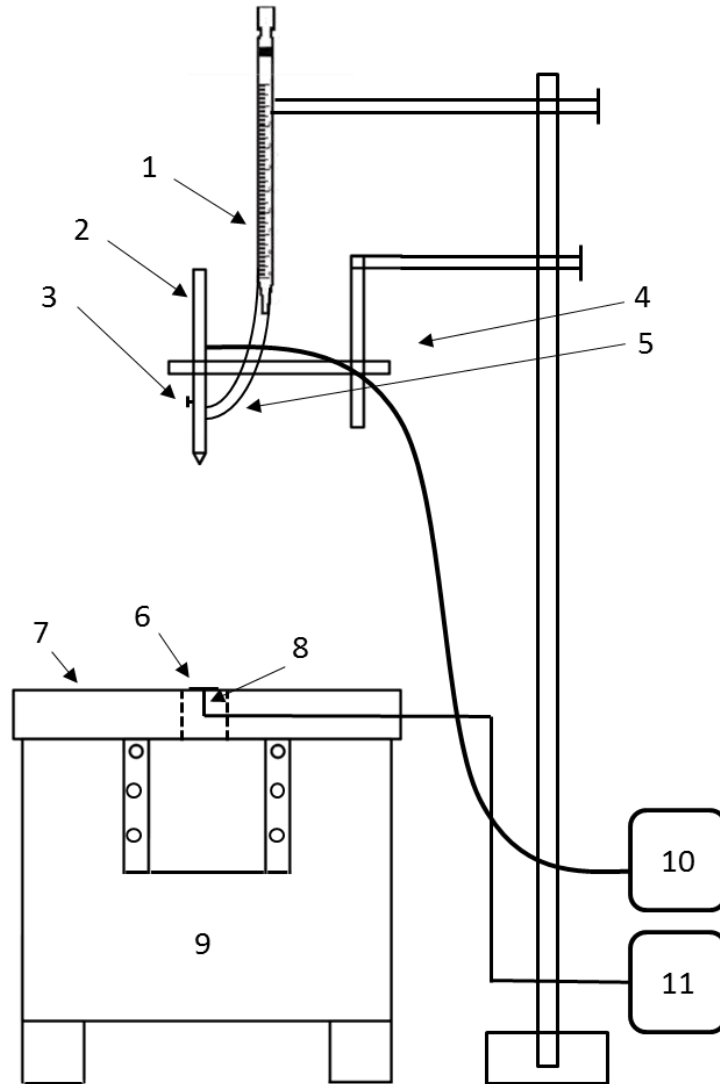


Figura 1

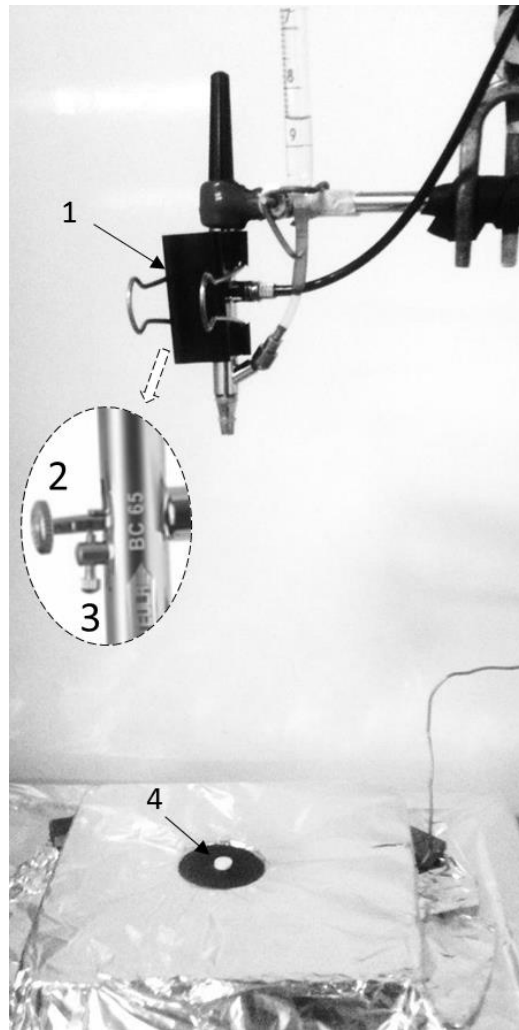


Figura 2

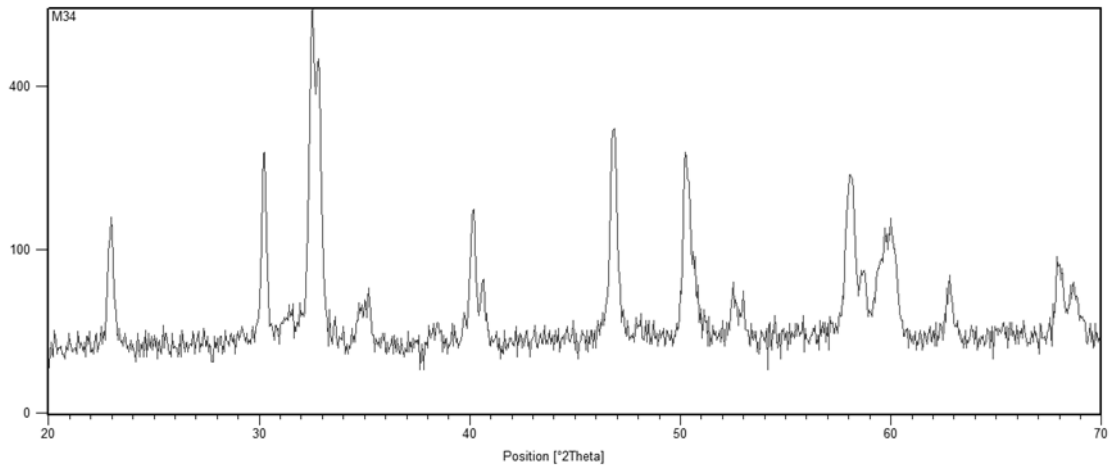


Figura 3

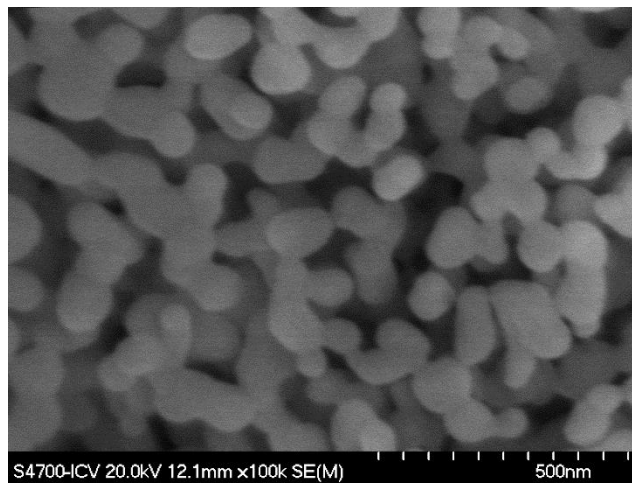


Figura 4

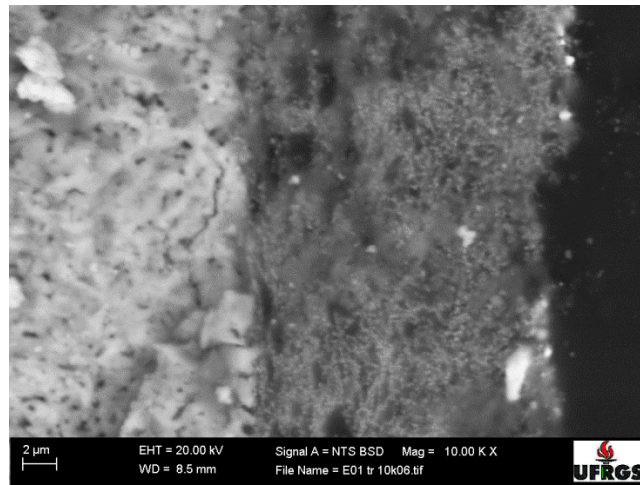


Figura 5

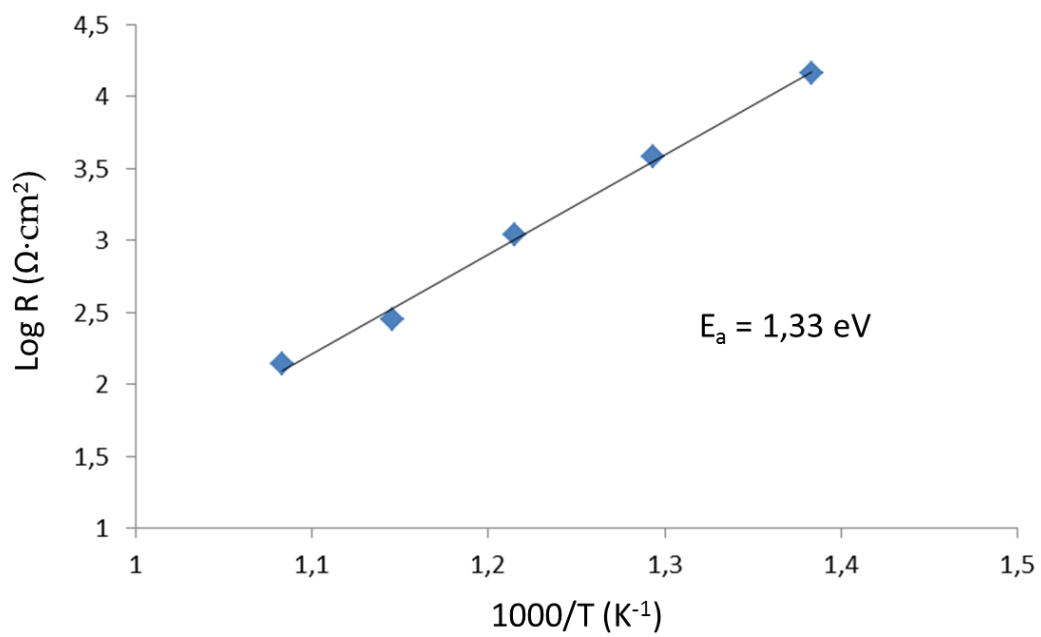


Figura 6

**Resumo****PROCESSO DE OBTENÇÃO DE FILME CERÂMICO SOBRE SUBSTRATO POR  
COMBUSTÃO DE SOLUÇÃO ASPERGIDA (CSA)**

A presente invenção descreve o desenvolvimento de um novo processo para deposição de filmes finos cerâmicos sobre superfícies cerâmicas ou metálicas com controle de porosidade e tamanho de grão, visando a obtenção de nanoestruturas. No método proposto utilizam-se como matérias-primas sais metálicos e compostos orgânicos oxidantes que são dissolvidos em água, formando uma solução precursora. Especificamente, o invento possibilita a obtenção de filmes finos de materiais cerâmicos avançados com microestrutura fina e porosa, utilizando um equipamento de baixo custo e temperaturas de processo relativamente baixas e com pouco desperdício de matéria-prima. O emprego da técnica de CSA tem potencial para reduzir os custos finais de diversos artefatos, tornando produtos de alta tecnologia mais acessíveis à população. A presente invenção se situa no campo da Química e Engenharia de Materiais.