



* B R 1 0 2 0 1 8 0 1 6 0 4 2 A 2 *

República Federativa do Brasil

Ministério do Desenvolvimento, Indústria,
Comércio e Serviços

Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102018016042-7 A2

(22) Data do Depósito: 06/08/2018

(43) Data da Publicação Nacional:
22/08/2023

(54) Título: PROCESSO DE OBTENÇÃO DE COBALTO SILICATO MESOPOROSO E PRODUTO OBTIDO

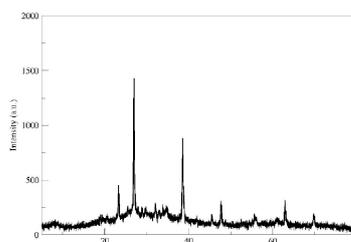
(51) Int. Cl.: B01J 23/75; B01J 29/04; B01J 21/08; B01J 37/00; C01B 37/00; (...).

(52) CPC: B01J 23/75; B01J 29/041; C07C 2523/72; B01J 21/08; B01J 37/009; (...).

(71) Depositante(es): UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JULIO DE MESQUITA FILHO.

(72) Inventor(es): JOSÉ GERALDO NERY; DAVI RUBINHO RATERO.

(57) Resumo: PROCESSO DE OBTENÇÃO DE COBALTO SILICATO MESOPOROSO E PRODUTO OBTIDO. A presente patente de invenção descreve a obtenção de um novo cobalto silicato sintetizado por via hidrotérmica utilizando direcionadores de estrutura orgânicos, em uma rota de síntese em que os sais de cobalto são empregados diretamente no gel da reação juntamente com os direcionadores orgânicos, ao contrário dos métodos tradicionais de síntese de materiais zeolíticos em que os sais de cobalto são impregnados com os direcionadores orgânicos. Dessa forma, é obtido um cobalto silicato mesoporoso com estrutura e morfologia inéditas, apresentando cobalto como parte integrante da estrutura cristalina do material, o que é uma característica importante e difícil de ser obtida, aumentando o valor agregado ao produto final, dito material mesoporoso que pode ser aplicado em catálise heterogênea, em reações que envolvem o cobalto como agente catalítico, além de aplicações como peneira molecular e agente adsorvente de íons em solução.



PROCESSO DE OBTENÇÃO DE COBALTO SILICATO MESOPOROSO E PRODUTO OBTIDO

CAMPO TÉCNICO

[001] A presente patente de invenção descreve a obtenção de um novo cobalto silicato sintetizado por via hidrotérmica utilizando direcionadores de estrutura orgânicos, em uma rota de síntese em que os sais de cobalto são empregados diretamente no gel da reação juntamente com os direcionadores orgânicos, provendo um material mesoporoso que pode ser aplicado em catálise heterogênea, em reações que envolvem o cobalto como agente catalítico, além de aplicações como peneira molecular e agente adsorvente de íons em solução.

[002] ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[003] Zeólitas constituem uma classe de aluminossilicatos que são caracterizadas por suas estruturas abertas, com características cristalinas, microporosas e geralmente contendo cátions alcalinos e alcalinos terrosos em sua composição, tendo como fórmula molecular:

[004] Fórmula 1: fórmula molecular das zeólitas

[005] $M^m[(SiO_2)_x(AlO_2)_y] \cdot zH_2O$

[006] Onde:

[007] M = cátion de compensação, que pode ser metal alcalino ou alcalino terroso;

[008] m = número de valência do cátion de compensação;

[009] x = número de silício por fórmula unitária;

[010] y = número de alumínio por fórmula unitária;

[011] z = número de moléculas de água no sistema de cavidades.

[012] A estrutura cristalográfica de uma zeólita é formada por uma rede tridimensional de tetraedros, do tipo $[SiO_4]$ e $[AlO_4]^{-1}$, que compartilham

átomos de oxigênio, formando cavidades e canais de dimensões moleculares. Quando a estrutura da zeólita é composta apenas por silício $[\text{SiO}_4]$, a carga total da rede cristalina é neutra; no entanto, quando a estrutura é composta por tetraedros mistos de silício e alumínio, a carga da rede cristalina é negativa devido a presença dos tetraedros de $[\text{AlO}_4]^{-1}$, sendo que esta carga negativa é compensada por cátions de metais alcalinos e/ou alcalinos terrosos, mono e/ou bivalentes, dentro das cavidades [SMART, L. E.; MOORE, E. A. Solid State Chemistry: Na Introduction. 2. Londres: CRC Press, 1995.].

[013] As zeólitas possuem propriedades químicas e físicas que as tornam extremamente úteis e funcionais como catalisadores heterogêneos. Entre essas propriedades destacam-se a alta estabilidade térmica de sua estrutura a base de alumínio e silício, sua grande área superficial interna tipicamente em torno de $300\text{-}700\text{ m}^2\text{g}^{-1}$, e a presença de uma alta concentração de sítios catalíticos ácidos ou básicos que são facilmente modulados pelo processo de troca iônica. Essas propriedades fazem das zeólitas excelentes catalisadores para serem usados em processos catalíticos industriais que ocorrem em condições de alta temperatura e pressão [SMART, L. E.; MOORE, E. A. Solid State Chemistry: Na Introduction. 2. Londres: CRC Press, 1995.], [CUNDY, C. S.; COX, P. A. The hydrothermal synthesis of zeolites: History and development from the earliest days to the present time. Chemical Reviews, v. 103, n. 3, p. 663-701, Mar 2003. ISSN 0009-2665. Disponível em: <<Go to ISI>://WOS:000181603000002 >.] , [CUNDY, C. S.; COX, P. A. The hydrothermal synthesis of zeolites: Precursors, intermediates and reaction mechanism. Microporous and Mesoporous Materials, v. 82, n. 1-2, p. 1-78, Jul 5 2005. ISSN 1387-1811. Disponível em: <<Go to ISI>://WOS:000230274200001 >.] .

[014] A substituição dos átomos de Silício (Si) ou Alumínio (Al) da rede cristalográfica desses materiais por átomos como Titânio (Ti), Vanádio (V), Zircônio (Zr), Germânio (Ge), Estanho (Sn), Nióbio (Nb), Ítrio (Y), Cromo (Cr), Molibdênio (Mo) favorece a obtenção de zeólitas com diferentes características físico-químicas e possivelmente com novas topologias de poros, canais e cavidades.

[015] Zeólitas contendo átomos de silício com geometria tetraédrica e átomos de metais de transição com geometria octaédrica ou pentaédrica em suas redes cristalográficas são definidos como materiais microporosos de estruturas mistas ou materiais OPT, ou seja, as unidades monoméricas de formação destes polímeros inorgânicos são os tetraedros de silício (SO_4) e os octaedros (MO_6) ou pentaedros (MO_5) de metais de transição.

[016] Os primeiros trabalhos relacionados à síntese e caracterização dos materiais microporosos de estruturas mistas (OPT), incluindo materiais à base de cobalto silicatos datam do final da década de 80 e início da década de 90 [KUZNICKI, S. M. New crystalline titanium silicate molecular sieve zeolite| with defined X-ray powder diffraction pattern, as adsorbent and catalyst: Engelhard Minerals Corp; Engelhard Corp.], [ROCHA, J.; ANDERSON, M. W. Microporous titanosilicates and other novel mixed octahedral-tetrahedral framework oxides. European Journal of Inorganic Chemistry, n. 5, p. 801-818, May 2000. ISSN 1434-1948. Disponível em: <<Go to ISI>://WOS:000087022200002 >.), [ROCHA, J.; LIN, Z. Microporous mixed octahedral-pentahedral-tetrahedral framework silicates. Micro- and Mesoporous Mineral Phases, v. 57, p. 173-201, 2005 2005. ISSN 1529-6466. Disponível em: <<Go to ISI>://WOS:000234711800006 >.), [CHUKANOV, N. V.; PEKOV, I. V. Heterosilicates with tetrahedral-octahedral frameworks:

Mineralogical and crystal-chemical aspects. *Micro- and Mesoporous Mineral Phases*, v. 57, p. 105-143, 2005 2005. ISSN 1529-6466. Disponível em: <<Go to ISI>://WOS:000234711800004 >], [PEKOV, I. V.; CHUKANOV, N. V. Microporous framework silicate minerals with rare and transition elements: minerogenetic aspects. *Micro and Mesoporous Mineral Phases*, v. 57, p. 145-171, 2005 2005. ISSN 1529-6466. Disponível em: <<Go to ISI>://WOS:000234711800005 >].

[017] Materiais com estrutura zeolítica a base de cobalto silicatos vem sendo estudados, desde a década de 80, devido a suas propriedades catalíticas [LEE, Dong-Keun; IHM, Son-Ki. Hydrogenation of carbon monoxide over cobalt containing zeolite catalysts. *Applied catalysis*, v. 32, p. 85-102, 1987.], [SHAMSI, Abolghasem et al. Zeolite-supported cobalt catalysts for the conversion of synthesis gas to hydrocarbon products. *Industrial & engineering chemistry product research and development*, v. 23, n. 4, p. 513-519, 1984.], [ROSSIN, Joseph A.; SALDARRIAGA, Carlos; DAVIS, Mark E. Synthesis of cobalt containing ZSM-5. *Zeolites*, v. 7, n. 4, p. 295-300, 1987.].

[018] Dentre as aplicações em catálise, destaca-se a redução de NO_x [MARTÍNEZ-HERNÁNDEZ, Angel; FUENTES, Gustavo A. Redistribution of cobalt species in Co-ZSM5 during operation under wet conditions in the reduction of NO_x by propane. *Applied Catalysis B: Environmental*, v. 57, n. 3, p. 167-174, 2005.]; reações de Fischer-Tropsch [MARTÍNEZ, Agustín et al. Fischer-Tropsch synthesis of hydrocarbons over mesoporous Co/SBA-15 catalysts: the influence of metal loading, cobalt precursor, and promoters. *Journal of Catalysis*, v. 220, n. 2, p. 486-499, 2003.]; oxidação de compostos aromáticos [ROGOVIN, Marina; NEUMANN, Ronny. Silicate xerogels containing cobalt as heterogeneous catalysts for the side chain oxidation of alkyl

aromatic compounds with tert-butyl hydroperoxide. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, v. 138, n. 2, p. 315-318, 1999.] e reações de hidrogenação [BACKMAN, L. B. et al. A novel Co/SiO₂ catalyst for hydrogenation. *Catalysis today*, v. 43, n. 1, p. 11-19, 1998.].

[019] Existem vários métodos para síntese de materiais zeolíticos contendo cobalto, seja integrado à estrutura, ou impregnado na superfície, ou mesmo adsorvido sob o processo de troca iônica [JONG, Sung-Jeng; CHENG, Soofin. Reduction behavior and catalytic properties of cobalt containing ZSM-5 zeolites. *Applied Catalysis A: General*, v. 126, n. 1, p. 51-66, 1995.]. Em geral, são utilizadas sínteses hidrotermais num meio reacional contendo sais de cobalto e uma fonte de sílica, em meio aquoso ácido ou básico, com temperaturas que variam na faixa de 100-200°C. Assim, nos métodos tradicionais de síntese de materiais zeolíticos, os sais de cobalto são impregnados aos suportes ou matrizes zeolíticas através de reações em meio tal como descrito nos documentos US5302622; US3274124 e US5874381.

[020] A literatura patentária apresenta exemplos de aplicação de materiais cristalinos contendo metais de transição, como peneiras moleculares [US9452423 e US6521206] e como catalisadores, por exemplo, em reações de conversão de hidrocarbonetos [US8529752] e redução de óxidos de nitrogênio [US10/956276].

[021] Os documentos US20040200757, US20040187684, US20080027256, US5098684, US20160137516, US20060110321 e US20150025291 descrevem processos de obtenção de peneiras moleculares ou zeólitas com diferente composição química do material descrito na presente patente de invenção. Nestas anterioridades, os templates orgânicos são diferentes dos templates orgânicos utilizados na obtenção dos cobaltos silicatos descrito na presente patente de

invenção. Por exemplo o documento US6521206 descreve um zincosilicato (CIT-6), ao passo que o documento US20040187684 descreve a síntese da peneira molecular (zeolita) SSZ-65. Este aluminosilicato foi sintetizado usando como templates os cations orgânicos:

1-[1-(4-chlorophenyl)-cyclopropylmethyl]-1-ethyl-pyrrolidinium or 1-ethyl-1-(1-phenyl-cyclopropylmethyl)-pyrrolidinium.

[022] Dessa forma, é objeto da presente patente de invenção um processo de obtenção de cobalto silicato mesoporoso que utiliza brometo de 6,10-dimetil-5-azoniaspiro[4.5]decano como direcionador orgânico de estrutura, elemento não reportado em processos para a síntese de cobalto silicatos, onde os sais de cobalto são empregados diretamente no gel da reação juntamente com os direcionadores orgânicos, sendo obtido um cobalto silicato mesoporoso com estrutura e morfologia inéditas, apresentando cobalto como parte integrante da estrutura cristalina do material, o que é uma característica importante e difícil de ser obtida, aumentando o valor agregado ao produto final.

[023] SUMÁRIO

[024] A invenção descreve um processo de obtenção de cobalto silicato mesoporoso sintetizado por via hidrotérmica, utilizando direcionadores de estrutura orgânicos, utilizando uma rota de síntese em que os sais de cobalto são empregados diretamente no gel da reação, juntamente com os direcionadores orgânicos, diferenciando-se dos métodos tradicionais de preparação que se utilizam da impregnação do cobalto.

[025] A invenção descreve a obtenção de cobalto silicato mesoporoso que pode ser aplicado em catálise heterogênea, em reações que envolvem o cobalto como agente catalítico, além de aplicações como peneira molecular e agente adsorvente de íons em solução, tal como resíduos industriais e remediação ambiental.

[026] BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

[027] A figura 1 apresenta o Difratoograma de Raios-X do cobalto silicato mesoporoso obtido após o tratamento térmico para remoção do direcionador orgânico.

[028] A figura 2A apresenta as imagens de micrografias do cobalto silicato mesoporoso com ampliação de 40.000 vezes, a figura 4B apresenta as imagens de micrografias do cobalto silicato mesoporoso com ampliação de 60.000 vezes e a figura C apresenta as imagens de micrografias do cobalto silicato mesoporoso com ampliação de 10.000 vezes.

[029] A figura 3 apresenta o espectro de EDS do cobalto silicato mesoporoso.

[030] A figura 4A apresenta imagens de micrografias de transmissão eletrônica de alta resolução para o cobalto silicato mesoporoso ampliado em 100 nm, a figura 4B com ampliação de 20nm e a figura 4C com ampliação de 2nm.

[031] A figura 5 apresenta o espectro de transmissão no infravermelho para as amostras de cobalto silicato mesoporoso submetidas à análise antes do processo de tratamento térmico (linha preta), e depois da retirada do direcionador orgânico pela calcinação (linha vermelha).

[032] A figura 6 apresenta a representação gráfica das curvas de Análise termogravimétrica do cobalto silicato mesoporoso.

[033] A figura 7 apresenta a representação gráfica da análise de área de superfície por isotermas Brunauer, Emmett e Teller (BET) para o cobalto silicato mesoporoso.

[034] DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[035] O processo de obtenção de cobalto silicato mesoporoso, objeto da presente patente de invenção, compreende um processo de síntese

sol-gel com direcionadores de estrutura orgânico para servir como molde para o crescimento orientado do material policristalino.

[036] Em uma primeira etapa, é preparada uma solução de cristalização, sob agitação constante, que inclui uma primeira formulação que compreende entre 65,0 a 70,0% de água deionizada, entre 13,0 a 15,5% de uma fonte de silício, preferencialmente selecionada Ludox HS-30, entre 7,0 a 8,8% de um agente direcionador da estrutura selecionado dentre brometo de 6,10-dimetil-5-azoniaspiro[4.5] decano e derivados da 2,6 dimetilpiperidina, entre 0,5 a 2,0% de um agente alcalino, tal como NaOH e entre 3,0 a 5,0% de um agente estabilizante selecionado dentre um sal inorgânico.

[037] Uma segunda formulação compreende entre 65,0 a 72,0% de água deionizada e entre 28,0 a 35,0% de uma fonte de cobalto selecionado dentre um sal inorgânico de cobalto, como cloretos, nitratos.

[038] Em seguida, é misturada a segunda solução na primeira solução, sendo formado um gel homogêneo. A mistura é mantida sob agitação constante por uma hora com pH de 13,0.

[039] O gel obtido na etapa anterior é depositado em um reator hidrotermal e mantido em uma estufa por 7 dias a 180°C. Findo este período, são obtidas uma fase sólida e uma fase líquida.

[040] A fase sólida é separada por filtração e lavada com água deionizada, e seca em estufa a 60°C por 12 horas, sendo obtido um sólido de cor rósea.

[041] Para ser retirada a molécula orgânica que impregna o sólido, é realizado um tratamento térmico que consiste em uma calcinação em uma mufla, seguindo a seguinte rampa de temperatura: 30min de 25-100°C; mais 30min de 100-200°C; mais 30min de 200 a 300°C, em

seguida mais 30min de 300-400°C e outros 30min de 400-500°C. A amostra foi mantida então por mais 3 horas a 500°C e em seguida resfriada naturalmente até a temperatura ambiente.

[042] O material calcinado apresenta a cor roxa escura e mantém a sua estrutura cristalina.

[043] Caracterização físico-química da estrutura, morfologia e composição química do cobalto silicato mesoporoso, obtido através do processo de síntese anteriormente descrito:

[044] As análises de Difração de Raios-X (DRX) foram realizadas em Difratorômetro Rigaku Miniflex II operando em 30kV e 15 mA, utilizando filtro de níquel e radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$). Os padrões de difração foram obtidos utilizando-se uma faixa de 2θ de 3° a 80° com o goniômetro a uma taxa de 2° (2θ) min⁻¹.

[045] Conforme apresentado na figura 1, o difratograma apresenta seis picos de difração significativos, correspondendo a uma célula unitária calculada de parâmetros $A = B = 10,39\text{\AA}$ e $C = 12,21\text{\AA}$; com ângulos $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ apresentando simetria tetragonal, com volume de 1317,4 \AA^3 . As distâncias interplanares foram calculadas em 3,79; 3,28; 2,32; 1,90; 1,47 e 1,34 \AA .

[046] As análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) utilizaram um microscópio eletrônico de varredura modelo Magellan 400L, com feixe de elétrons submetidos a uma tensão de 2kV. Nas imagens é possível observar uma morfologia constituída de um emaranhado de estruturas em forma de linhas, que se parecem com uma estrutura de corais, apresentando poros e cavidades, conforme apresentado nas figuras 2A, 2B e 2C.

[047] Conforme apresentado na figura 3, o espectro de EDS coletado juntamente com as imagens de micrografia, evidencia os elementos

que compõem a superfície do cobalto silicato mesoporoso, tendo em vista os ingredientes do gel de síntese (Si, Co, K e Na). Na superfície do material não são verificados sinais do carbono do direcionador de estrutura, indicando que se ele ainda está presente só poderia ser no interior da estrutura. A porcentagem atômica de Silício na superfície foi de 23,7% enquanto que a de Cobalto foi de 9,9%, o que fornece uma relação Si/Co de aproximadamente 2,4; que concorda com os resultados obtidos pela análise de ICP-OES.

[048] As análises de Microscopia de Transmissão Eletrônica de Alta Resolução (HTEM) utilizam um microscópio de transmissão modelo FEI TECNAI G2 F20 HRTEM, com elétrons submetidos a 200 keV e corrente de 1nA.

[049] Conforme apresentado na figura 4, não foi possível identificar regiões com alta concentração de cobalto, o que indica que o cobalto presente compõe a estrutura do material e não está depositado em pontos específicos. Pode ser notado na figura os planos atômicos que compõem parte da estrutura cristalina identificada na micrografia.

[050] As análises de espectrometria de infravermelho foram realizadas em Espectrômetro Shimadzu IRTracer-10), com as amostras analisadas com 32 scans com capacidade de resolução de 2 cm^{-1} entre os comprimentos de onda de 400 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} , usando a técnica de pellet de KBr.

[051] A análise química elementar para o Silício (Si), Cobalto (Co), Sódio (Na) e Potássio (K) foi determinada por Espectroscopia de Emissão Óptica de Plasma Acoplado Indutivamente usando um Spectro ICP-OES modelo Arcos, com digestão de amostras feita por fluorização e fusão alcalina com tetraborato de lítio, seguida de dissolução com ácido nítrico, utilizando aproximadamente 75mg de

material para cada amostra.

[052] Na figura 5 estão apresentados dois espectros de transmissão no infravermelho para as amostras de cobalto silicato mesoporoso submetidas à análise antes do processo de tratamento térmico (linha preta) e depois da retirada do direcionador orgânico pela calcinação (linha vermelha). Os resultados mostram que há uma faixa de banda na região de $2800-3000\text{ cm}^{-1}$ que desaparece após a calcinação, podendo estar associada à presença dos grupos amina do direcionador orgânico, retirado após o processo térmico. A banda em torno de 3400 cm^{-1} está associada aos grupos O-H ainda presentes na estrutura do material, como moléculas de água intra estrutural, mesmo após o tratamento térmico. A faixa entre $1400-1800\text{ cm}^{-1}$ pode ser associada aos estiramentos das ligações C-C presentes no direcionador orgânico, no espectro do cobalto silicato mesoporoso antes da calcinação; após o tratamento térmico, há uma diminuição e deslocamento dessas bandas. A banda em torno de 1600 cm^{-1} é associada a moléculas de água intra estrutural, presente nos dois espectros. A faixa em torno de 1000 cm^{-1} corresponde aos estiramentos assimétricos das ligações Si-O e a região entre $600-800\text{ cm}^{-1}$ aos estiramentos assimétricos envolvendo Si-O e Co-O. A banda em 450 cm^{-1} corresponde às vibrações de dobramento dos Si-O nos tetraedros de SiO_4 .

[053] A análise térmica por Termogravimetria (TGA) foi realizada utilizando uma termo balança modelo sTA i 1500 - isi; na faixa de temperatura de 25 a 1000°C . As análises de BET foram realizadas a -196°C em um analisador de adsorção Micromeritics modelo ASAP 2020; para isso, aproximadamente 0,2g de amostra foi submetida ao fluxo de gás a 150°C por 24h e em seguida analisadas pelo método de BET. O volume total de poro foi calculado com base na quantidade de

N₂ adsorvido.

[054] Conforme apresentado na figura 6, à medida em que aumenta a temperatura, o cobalto silicato mesoporoso passa por quatro grandes perdas de massa: a primeira na faixa de aproximadamente 83°- 200°C, em que há a perda de moléculas de água da parte externa da estrutura cristalina do material; em seguida, de 300°- 530°C há a perda de 20,21% em massa devido à completa perda das moléculas orgânicas do direcionador de estrutura; seguidas de mais duas perdas de massa, em 650°C e 800°C, provavelmente associadas à perda de água estrutural, seguidas pelo colapso da estrutura em aproximadamente 900°C. Este comportamento evidencia que o processo para retirada do direcionador a 500°C é eficaz, não danificando a estrutura cristalina do sólido. Além disso, os resultados mostram que o cobalto silicato mesoporoso apresenta uma estrutura capaz de suportar altas temperaturas, da ordem de 700°C sem colapsar.

[055] Os dados de análise da área de superfície por isotermas Brunauer, Emmett e Teller (BET) do cobalto silicato mesoporoso, apresentados na figura 7, mostram que a área de superfície é de 27,9 m²g⁻¹, enquanto que o tamanho médio calculado dos poros do material é de 169Å, o que indica um comportamento mesoporoso. O volume total de poro calculado a partir da quantidade de N₂ adsorvido foi de 0,1184 cm³g⁻¹.

[056] A análise química quantitativa do cobalto silicato mesoporoso foi realizada por Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Acoplado Indutivamente (ICP-OES) e os resultados são apresentados na Tabela 1. A partir da porcentagem elementar em massa, foi possível calcular as proporções entre os elementos e as proporções na composição molar do material foi obtida como 1,0 K: 2,5 Na : 3,7 Co : 8,1 Si : 23,8

O.

[057] Tabela 1: Composição química percentual em massa do cobalto silicato mesoporoso

Elemento	Porcentagem em Massa (1%=10000 ppm)
Si	16,30
Co	15,40
Na	8,24
K	5,60

REIVINDICAÇÕES:

1. PROCESSO DE OBTENÇÃO DE COBALTO SILICATO MESOPOROSO caracterizado por compreender as etapas:
 - a) preparo da uma solução de cristalização, sob agitação constante, que inclui:
 - a.1) uma primeira formulação que compreende entre 65,0 a 70,0% de água deionizada, entre 13,0 a 15,5% de uma fonte de silício, entre 7,0 a 8,8% de um agente direcionador da estrutura, entre 0,5 a 2,0% de um agente alcalino e entre 3,0 a 5,0% de um agente estabilizante selecionado dentre um sal inorgânico;
 - a.2) uma segunda formulação que compreende entre 65,0 a 72,0% de água deionizada e entre 28,0 a 35,0% de uma fonte de cobalto;
 - b) mistura da primeira e da segunda formulação, com a mistura final mantida sob agitação constante por uma hora, com pH de 13,0;
 - c) mistura depositada em um reator hidrotermal e mantida em uma estufa por 7 dias a 180°C;
 - d) separação por filtração e lavagem da fase sólida, seguida de secagem em estufa a 60°C por 12 horas;
 - e) fase sólida submetida à calcinação, seguindo a seguinte rampa de temperatura: 30min de 25-100°C; mais 30min de 100-200°C; mais 30min de 200 a 300°C, em seguida mais 30min de 300-400°C e outros 30min de 400-500°C;
 - f) fase sólida resfriada até a temperatura ambiente.
2. PRODUTO OBTIDO a partir do processo descrito em 1, caracterizado por apresentar composição molar 1,0 K: 2,5 Na : 3,7

Co : 8,1 Si : 23,8 O.

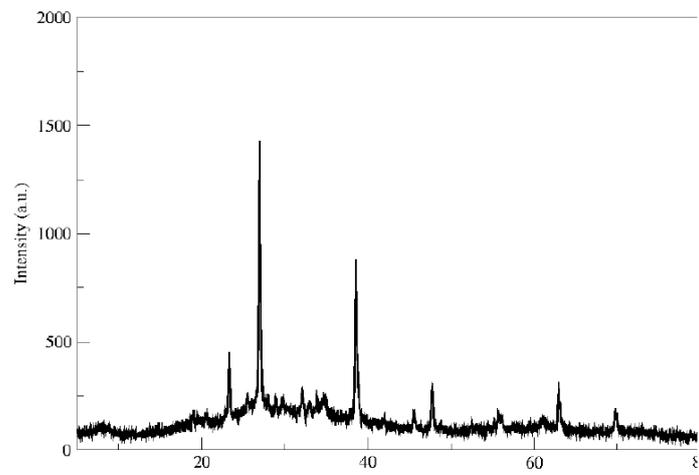


Figura 1

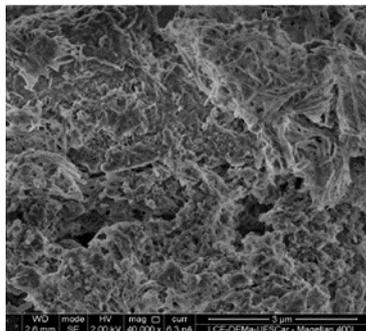


Figura 2A

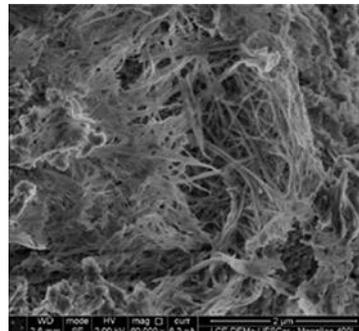


Figura 2B

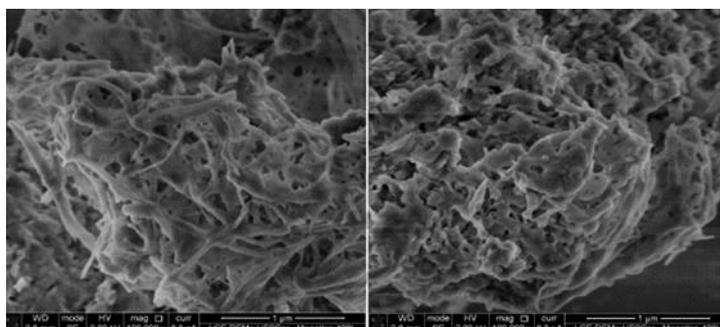
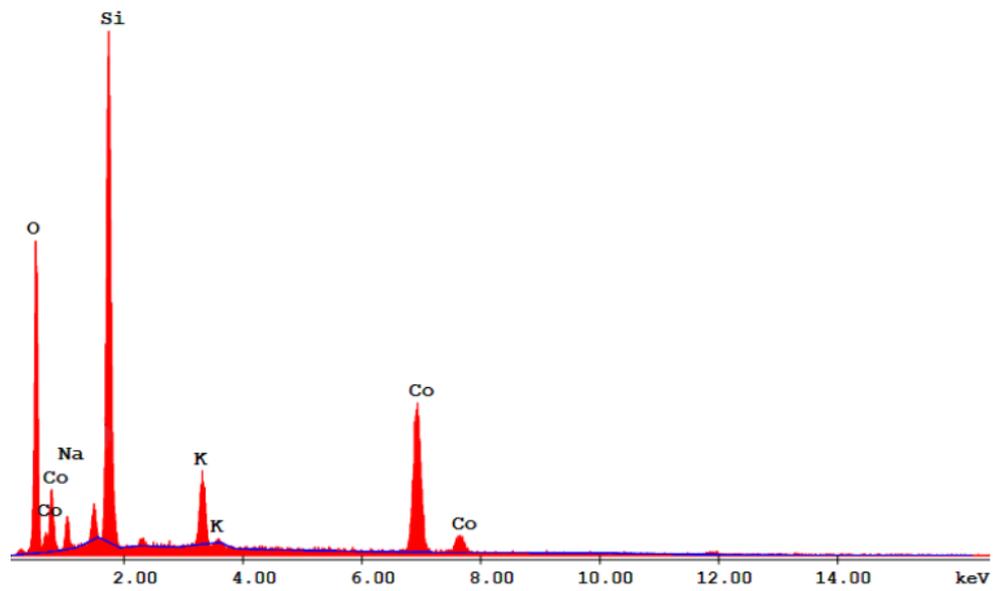


Figura 2C

**Figura 3**

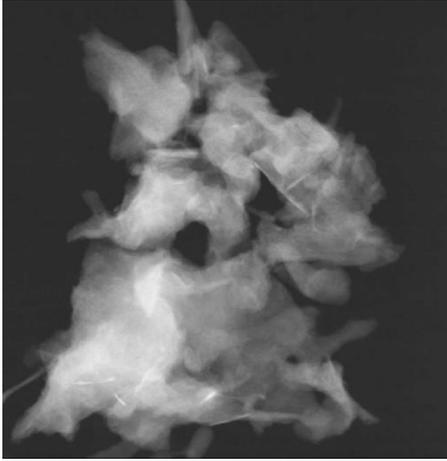


Figura 4A

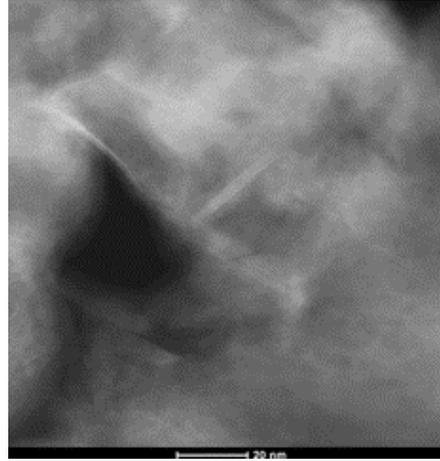


Figura 4B

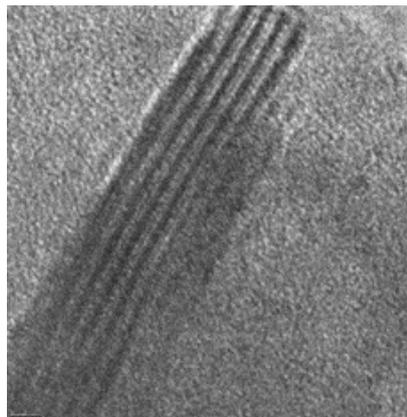


Figura 4C

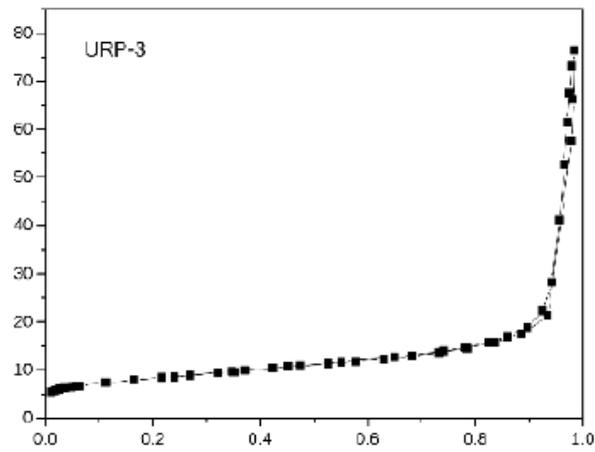


Figura 7

RESUMO
PROCESSO DE OBTENÇÃO DE COBALTO SILICATO
MESOPOROSO E PRODUTO OBTIDO

A presente patente de invenção descreve a obtenção de um novo cobalto silicato sintetizado por via hidrotérmica utilizando direcionadores de estrutura orgânicos, em uma rota de síntese em que os sais de cobalto são empregados diretamente no gel da reação juntamente com os direcionadores orgânicos, ao contrário dos métodos tradicionais de síntese de materiais zeolíticos em que os sais de cobalto são impregnados com os direcionadores orgânicos. Dessa forma, é obtido um cobalto silicato mesoporoso com estrutura e morfologia inéditas, apresentando cobalto como parte integrante da estrutura cristalina do material, o que é uma característica importante e difícil de ser obtida, aumentando o valor agregado ao produto final, dito material mesoporoso que pode ser aplicado em catálise heterogênea, em reações que envolvem o cobalto como agente catalítico, além de aplicações como peneira molecular e agente adsorvente de íons em solução.