

Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT

Número do Processo: BR 10 2023 021789 3

Dados do Depositante (71)

---

Depositante 1 de 2

**Nome ou Razão Social:** FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE ESTADUAL DO CEARÁ - FUNECE

**Tipo de Pessoa:** Pessoa Jurídica

**CPF/CNPJ:** 07885809000197

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Jurídica:** Instituição de Ensino e Pesquisa

**Endereço:** Av. Dr. Silas Munguba, 1700 - Itaperi

**Cidade:** Fortaleza

**Estado:** CE

**CEP:** 60714-903

**País:** Brasil

**Telefone:** (85) 3101 9667

**Fax:** (85) 3101 9667

**Email:** agin@uece.br

## Depositante 2 de 2

**Nome ou Razão Social:** FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO GRANDE DO NORTE - FUERN

**Tipo de Pessoa:** Pessoa Jurídica

**CPF/CNPJ:** 08258295000102

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Jurídica:** Instituição de Ensino e Pesquisa

**Endereço:** Rua Almino Afonso, nº 478, Centro

**Cidade:** Mossoró

**Estado:** RN

**CEP:** 59610-210

**País:** BRASIL

**Telefone:** (84) 331 52139

**Fax:**

**Email:** reitoria@uern.br

## Dados do Pedido

---

**Natureza Patente:** 10 - Patente de Invenção (PI)

**Título da Invenção ou Modelo de Utilidade (54):** PROCESSO DE SÍNTESE PARA A OBTENÇÃO DE ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E NÍQUEL MESOPOROSOS

**Resumo:** A presente inovação se concentra na síntese controlada de óxidos mesoporosos de níquel e zircônio, utilizando um método simples. O objetivo é produzir óxidos que apresentem boa cristalinidade, boa resistência térmica e porosidade em escala mesoscópica. O processo começa com a dissolução de 2,5 g de P123 em 25 g de etanol, agitada por 30 minutos. O precursor do metal é então adicionado à solução e agitado vigorosamente. A formação da estrutura mesoporosa foi obtida com êxito, sem utilizar moldes rígidos. Por fim, é possível obter óxidos mesoporosos de níquel e zircônio com boa cristalinidade e resistência térmica, ampliando seu potencial de aplicação.

**Figura a publicar:** 5

Dados do Inventor (72)

---

Inventor 1 de 6

**Nome:** JESYKA MACÊDO GUEDES

**CPF:** 09208630439

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Pesquisador

**Endereço:** Av. Sargento Hermínio Sampaio, nº 2755

**Cidade:** Fortaleza

**Estado:** CE

**CEP:** 60320-504

**País:** BRASIL

**Telefone:** (85) 310 19973

**Fax:**

**Email:** jesyka.mg@gmail.com

Inventor 2 de 6

**Nome:** HÉLCIO SILVA DOS SANTOS

**CPF:** 77045050330

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Pesquisador

**Endereço:** Rodovia CE 040, nº 700, Coaçu

**Cidade:** Eusébio

**Estado:** CE

**CEP:** 61760-908

**País:** BRASIL

**Telefone:** (85) 310 19973

**Fax:**

**Email:** helciodossantos@gmail.com

Inventor 3 de 6

**Nome:** ANNE GABRIELLA DIAS SANTOS

**CPF:** 05004206457

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Pesquisador

**Endereço:** Rua José Negreiros nº 21, Centro.

**Cidade:** Mossoró

**Estado:** RN

**CEP:** 59610-170

**País:** BRASIL

**Telefone:** (85) 310 19973

**Fax:**

**Email:** anngabriella@uern.br

**Inventor 4 de 6**

**Nome:** FERNANDO RODRIGO DANTAS FERNANDES

**CPF:** 08425480418

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Pesquisador

**Endereço:** Rua Francisco da Costa Gondim, nº 220, Santa Delmira

**Cidade:** Mossoró

**Estado:** RN

**CEP:** 59616-676

**País:** BRASIL

**Telefone:** (85) 310 19973

**Fax:**

**Email:** fe.rodrico@hotmail.com

**Inventor 5 de 6**

**Nome:** EWELANNY LOUYDE FERREIRA DE LIMA

**CPF:** 10517163497

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Físico, químico, meteorologista, geólogo, oceanógrafo e afins

**Endereço:** Rua Antônia Gertrudes dos Santos Gomes, abolição IV, nº 85

**Cidade:** Mossoró

**Estado:** RN

**CEP:** 59617-260

**País:** BRASIL

**Telefone:** (85) 310 19973

**Fax:**

**Email:** ewelannylouyde@hotmail.com

**Inventor 6 de 6**

**Nome:** MIGUEL MARTINS DOS SANTOS NETO

**CPF:** 01386698482

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Pesquisador

**Endereço:** Avenida Alberto Maranhão, nº 3691

**Cidade:** Mossoró

**Estado:** RN

**CEP:** 59621-000

**País:** BRASIL

**Telefone:** (85) 310 19973

**Fax:**

**Email:** miguelmartins378@gmail.com

## Documentos anexados

---

Tipo Anexo	Nome
Comprovante de pagamento de GRU 200	Comprovante Jesyka.pdf
Documento de Cessão	Termos de Cessão UECE.pdf
Resumo	PROCESSO DE SÍNTESE PARA A OBTENÇÃO DE ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E NÍQUEL MESOPOROSOS - RESUMO.pdf
Reivindicação	REIVINDICAÇÕES.pdf
Desenho	PROCESSO DE SÍNTESE PARA A OBTENÇÃO DE ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E NÍQUEL MESOPOROSOS - FIGURAS.pdf
Relatório Descritivo	PROCESSO DE SÍNTESE PARA A OBTENÇÃO DE ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E NÍQUEL MESOPOROSOS - RELATÓRIO DESCRITIVO.pdf

### Acesso ao Patrimônio Genético

---

- Declaração Negativa de Acesso - Declaro que o objeto do presente pedido de patente de invenção não foi obtido em decorrência de acesso à amostra de componente do Patrimônio Genético Brasileiro, o acesso foi realizado antes de 30 de junho de 2000, ou não se aplica.

### Declaração de veracidade

---

- Declaro, sob as penas da lei, que todas as informações acima prestadas são completas e verdadeiras.

25/09/2023 - BANCO DO BRASIL - 09:26:54  
000800008 0002

COMPROVANTE DE PAGAMENTO DE TITULOS

CLIENTE: IEPRO FUNECE-CURSOS  
AGENCIA: 0008-6 CONTA: 24.004-4

=====

BANCO DO BRASIL

00190000090294091623809710616179395060000007000

BENEFICIARIO:  
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIED

NOME FANTASIA:

INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE I

CNPJ: 42.521.088/0001-37

PAGADOR:

FUNDACAO UNIVERSIDADE ESTADUAL DO C

CNPJ: 07.885.809/0001-97

-----

NR. DOCUMENTO 92.207

NOSSO NUMERO 29409162309710616

CONVENIO 02940916

DATA DE VENCIMENTO 17/10/2023

DATA DO PAGAMENTO 22/09/2023

VALOR DO DOCUMENTO 70,00

VALOR COBRADO 70,00

=====

NR.AUTENTICACAO 5.72E.2D6.75B.C8C.954

=====

Central de Atendimento BB

4004 0001 Capitais e regioes metropolitanas

0800 729 0001 Demais localidades.

Consultas, informacoes e servicos transacionais.

SAC BB

0800 729 0722

Informacoes, reclamacoes, cancelamento de

produtos e servicos.

Ouvidoria

0800 729 5678

Reclamacoes nao solucionadas nos canais

habituais agencia, SAC e demais canais de

atendimento.

Atendimento a Deficientes Auditivos ou de Fala

0800 729 0088

Informacoes, reclamacoes, cancelamento de cartao,

outros produtos e servicos de Ouvidoria.

-----

Transação efetuada com sucesso por: JB752890 DOMINGOS ANTONIO DA SILVA.



**Governo do Estado do Ceará  
Secretaria da Ciência Tecnologia e Educação Superior  
Universidade Estadual do Ceará  
Pró-Reitoria de Planejamento  
Núcleo de Inovação Tecnológica**



AGIN - UECE  
FL. N° 31  
Bresley  
RUBRICA

**TERMO DE CESSÃO**

Por este instrumento, **Jesyka Macêdo Guedes, mestre e doutora em Ciências Naturais, Pesquisadora, nascido em 09/09/1992, casada, RG: 2868531, CPF: 092.086.304-39, domicílio: Av. Sargento Hermínio Sampaio, 2755, CEP: 60.320.504, e-mail: jesyka.mg@gmail.com** doravante denominado INVENTOR.

Sendo um dos Inventores da invenção intitulada **"PROCESSO DE SÍNTESE PARA A OBTENÇÃO DE ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E NÍQUEL MESOPOROSOS"** tem conhecimento do pedido de patente e do ajuste de propriedade intelectual envolvendo a invenção supracitada, e para a qual um pedido será depositado no Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI) no Brasil, cede e transfere à Fundação Universidade Estadual do Ceará (FUNECE), estabelecida na Avenida Doutor Silas Munguba, nº 1700, Bairro Itaperi, Fortaleza-Ceará, CEP: 60.714-903, inscrita no CNPJ sob o nº. 07.885.809/0001-97, doravante denominada CESSIONÁRIA, neste ato representado pelo seu Presidente, Sr. Hidelbrando dos Santos Soares, todos os direitos à referida invenção e dá pleno consentimento para que a referida cessionária deposite qualquer pedido correspondente em repartição competente, reivindicando a prioridade do referido pedido de acordo com os Tratados e Convenções Internacionais. Este Instrumento é assinado em condição irrevogável e irretratável pelo prazo de vigência da Patente supracitada.

O INVENTOR declara, sob as penas da lei, que todas as informações fornecidas são verdadeiras.

Fortaleza, 10 de agosto de 2023.

Cedente: Jesyka Macêdo Guedes  
**Jesyka Macêdo Guedes**

Cessionária: Hidelbrando dos Santos Soares  
**Hidelbrando dos Santos Soares  
Fundação Universidade Estadual do Ceará**

Testemunhas:

Nome: \_\_\_\_\_  
CPF: \_\_\_\_\_

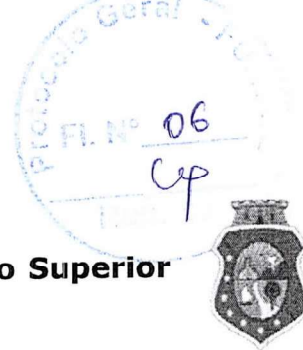
Nome: \_\_\_\_\_  
CPF: \_\_\_\_\_

Dra. Roberta Nunes  
Procuradora Jurídica da Funece  
OAB/Ce nº 42.288 - A  
OAB/Sp nº 179.810





**Governo do Estado do Ceará**  
**Secretaria da Ciência Tecnologia e Educação Superior**  
**Universidade Estadual do Ceará**  
**Pró-Reitoria de Planejamento**  
**Núcleo de Inovação Tecnológica**



**TERMO DE CESSÃO**

Por este instrumento, **Ewelanny Louyde Ferreira de Lima, brasileira, mestre em ciências naturais, nascida em 16/01/1995, solteira, RG: 3152355, CPF: 105171634-97, domicílio: Rua Antônia Gertrudes dos Santos Gomes, abolição IV, nº 85, RN, CEP: 59617-260, e-mail: ewelannylouyde@hotmail.com**, doravante denominado INVENTOR.

Sendo um dos Inventores da invenção intitulada **"PROCESSO DE SÍNTESE PARA A OBTENÇÃO DE ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E NÍQUEL MESOPOROSOS"** tem conhecimento do pedido de patente e do ajuste de propriedade intelectual envolvendo a invenção supracitada, e para a qual um pedido será depositado no Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI) no Brasil, cede e transfere à Fundação Universidade Estadual do Ceará (FUNECE), estabelecida na Avenida Doutor Silas Munguba, nº 1700, Bairro Itaperi, Fortaleza-Ceará, CEP: 60.714-903, inscrita no CNPJ sob o nº. 07.885.809/0001-97, doravante denominada CESSIONÁRIA, neste ato representado pelo seu Presidente, Sr. Hidelbrando dos Santos Soares, todos os direitos à referida invenção e dá pleno consentimento para que a referida cessionária deposite qualquer pedido correspondente em repartição competente, reivindicando a prioridade do referido pedido de acordo com os Tratados e Convenções Internacionais. Este Instrumento é assinado em condição irrevogável e irretroatável pelo prazo de vigência da Patente supracitada.

O INVENTOR declara, sob as penas da lei, que todas as informações fornecidas são verdadeiras.

Fortaleza, 10 de agosto de 2023.


Cedente: Ewelanny Louyde Ferreira de Lima  
Ewelanny Louyde Ferreira de Lima

Cessionária: Hidelbrando dos Santos Soares  
Hidelbrando dos Santos Soares  
**Fundação Universidade Estadual do Ceará**

Testemunhas:

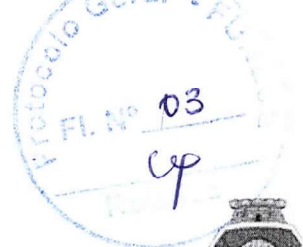
Nome: \_\_\_\_\_  
CPF: \_\_\_\_\_

Nome: \_\_\_\_\_  
CPF: \_\_\_\_\_

  
**Dra. Roberta Nunes**  
Procuradora Jurídica da Funece  
OAB/Ce nº 42.288 - A  
OAB/Sp nº 179.810



**Governo do Estado do Ceará**  
**Secretaria da Ciência Tecnologia e Educação Superior**  
**Universidade Estadual do Ceará**  
**Pró-Reitoria de Planejamento**  
**Núcleo de Inovação Tecnológica**



**TERMO DE CESSÃO**

Por este instrumento, **Hélcio Silva dos Santos, mestre e doutor em Química Orgânica, Pesquisador, nascido em 31/07/1976, casado, RG: 93002402351, CPF: 770.450.503-30, domicílio: Rodovia CE 040, 700, CEP: 61.760-908, e-mail: helciodossantos@gmail.com** doravante denominado INVENTOR.

Sendo um dos Inventores da Invenção intitulada **"PROCESSO DE SÍNTESE PARA A OBTENÇÃO DE ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E NÍQUEL MESOPOROSOS"** tem conhecimento do pedido de patente e do ajuste de propriedade intelectual envolvendo a invenção supracitada, e para a qual um pedido será depositado no Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI) no Brasil, cede e transfere à Fundação Universidade Estadual do Ceará (FUNECE), estabelecida na Avenida Doutor Silas Munguba, nº 1700, Bairro Itaperi, Fortaleza-Ceará, CEP: 60.714-903, inscrita no CNPJ sob o nº. 07.885.809/0001-97, doravante denominada CESSIONÁRIA, neste ato representado pelo seu Presidente, Sr. Hidelbrando dos Santos Soares, todos os direitos à referida invenção e dá pleno consentimento para que a referida cessionária deposite qualquer pedido correspondente em repartição competente, reivindicando a prioridade do referido pedido de acordo com os Tratados e Convenções Internacionais. Este Instrumento é assinado em condição irrevogável e irretratável pelo prazo de vigência da Patente supracitada.

O INVENTOR declara, sob as penas da lei, que todas as informações fornecidas são verdadeiras.

Fortaleza, 10 de agosto de 2023.

Cedente: Hélcio Silva dos Santos

**Hélcio Silva dos Santos**

Cessionária: Hidelbrando dos Santos Soares

**Hidelbrando dos Santos Soares**  
**Fundação Universidade Estadual do Ceará**

Testemunhas:

Nome: \_\_\_\_\_  
CPF: \_\_\_\_\_

Nome: \_\_\_\_\_  
CPF: \_\_\_\_\_

  
**Dra. Roberta Nunes**  
Procuradora Jurídica da Funeci  
OAB/Ce nº 42.288 - A  
OAB/Sp nº 179.810

**RESUMO****PROCESSO DE SÍNTESE PARA A OBTENÇÃO DE ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E NÍQUEL MESOPOROSOS**

A presente inovação se concentra na síntese controlada de óxidos mesoporosos de níquel e zircônio, utilizando um método simples. O objetivo é produzir óxidos que apresentem boa cristalinidade, boa resistência térmica e porosidade em escala mesoscópica. O processo começa com a dissolução de 2,5 g de P123 em 25 g de etanol, agitada por 30 minutos. O precursor do metal é então adicionado à solução e agitado vigorosamente. A formação da estrutura mesoporosa foi obtida com êxito, sem utilizar moldes rígidos. Por fim, é possível obter óxidos mesoporosos de níquel e zircônio com boa cristalinidade e resistência térmica, ampliando seu potencial de aplicação.

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo de síntese do óxido mesoporoso de níquel, por soft-template, sem utilização de molde rígido, segundo a reivindicação 1, **caracterizado pela** utilização da fonte de níquel na mistura reacional o cloreto de níquel.
2. Processo de síntese do óxido mesoporoso de zircônio, por soft-template, sem utilização de molde rígido, segundo a reivindicação 2, **caracterizado pela** utilização da fonte de zircônio na mistura reacional o nitrato de zircônio.
3. Processo de síntese dos óxidos mesoporosos de níquel e zircônio, por soft-template, sem utilização de molde rígido, segundo a reivindicação 4, **caracterizado por** exibirem tamanho médio de cristalito excelente.
4. Processo de síntese dos óxidos mesoporosos de níquel e zircônio, por soft-template, sem utilização de molde rígido, segundo a reivindicação 5, **caracterizado por** exibirem excelente estabilidade.
5. Processo de síntese dos óxidos mesoporosos de níquel e zircônio, por soft-template, sem utilização de molde rígido, segundo a reivindicação 6, **caracterizado por** exibirem isotermas do tipo IV, característico de materiais mesoporosos, confirmam a obtenção de poros em escala mesoscópica.

## DESENHOS

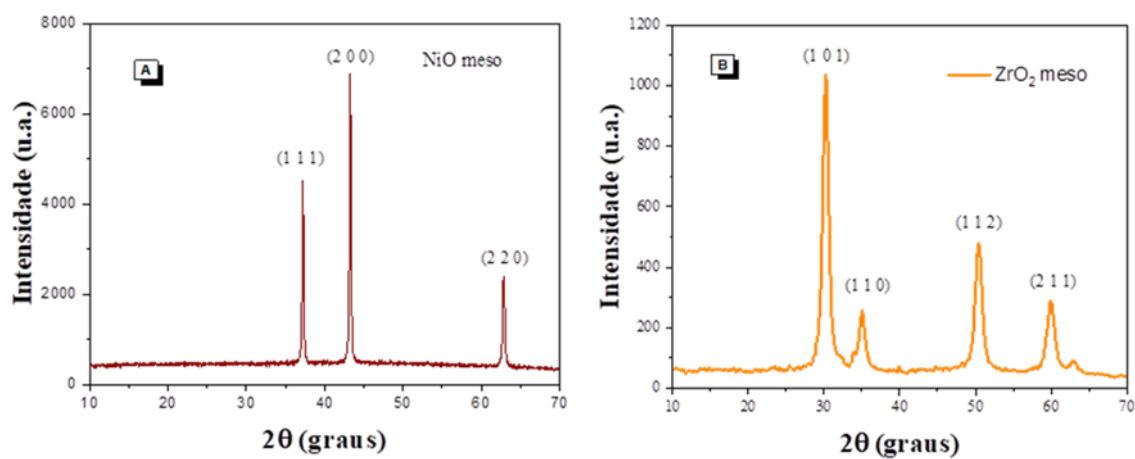


Figura 1

Amostras	Picos (2θ)	D <sub>(hkl)</sub>	a <sub>0</sub> (nm)
NiO meso	43,3 °	20,8	41,6
ZrO <sub>2</sub> meso	30,1 °	29,6	41,8

Figura 2

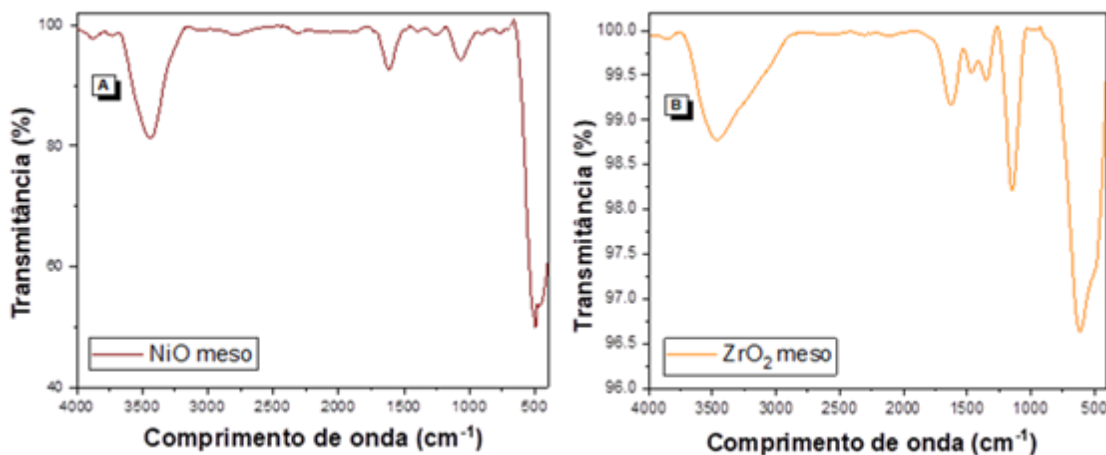


Figura 3

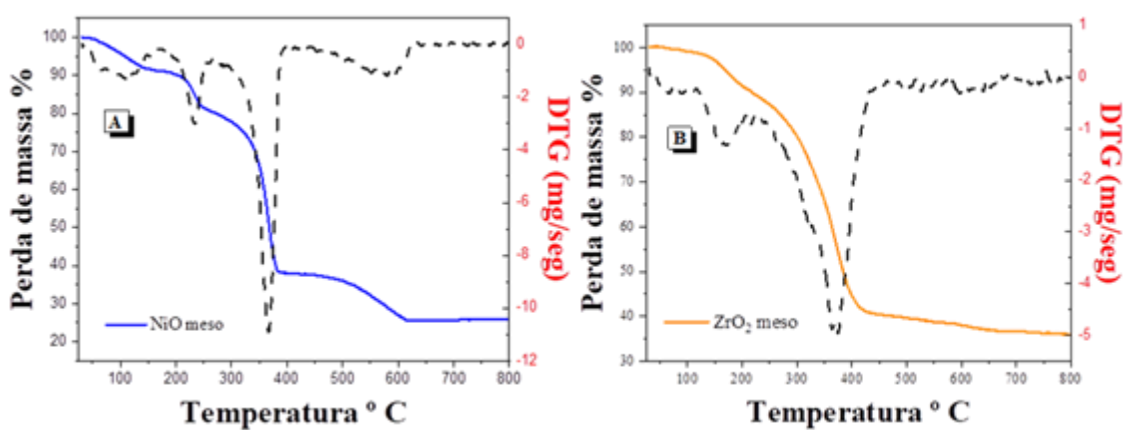


Figura 4

Amostras	Faixa de temperatura (°C)			Perda de massa (%)			
	I	II	III	I	II	III	Resíduo
NiO meso	25-173	173-265	265-421	8	12	43	37
ZrO <sub>2</sub> meso	25-225	225-445	445-520	11	38	19	32

Figura 5

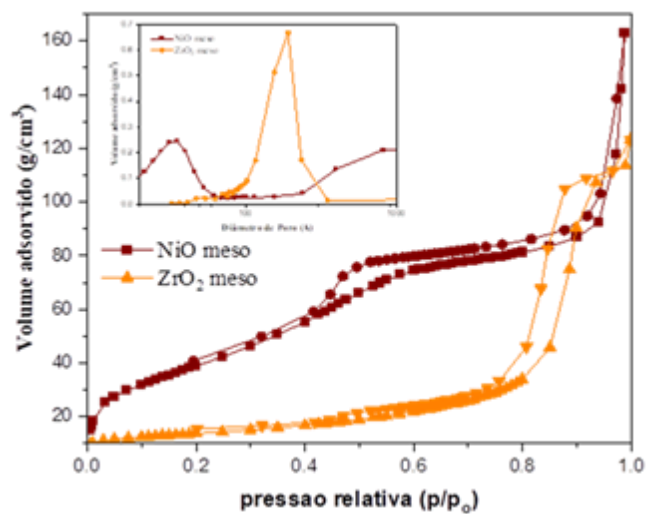


Figura 6

Amostra	$S_{\text{BET}}$ ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) <sup>a</sup>	$V_{\text{T}}$ ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) <sup>b</sup>	$d_{\text{P}}$ (nm) <sup>c</sup>
NiO meso	125	0,25	3,3
ZrO <sub>2</sub> meso	49	0,19	19

Figura 7

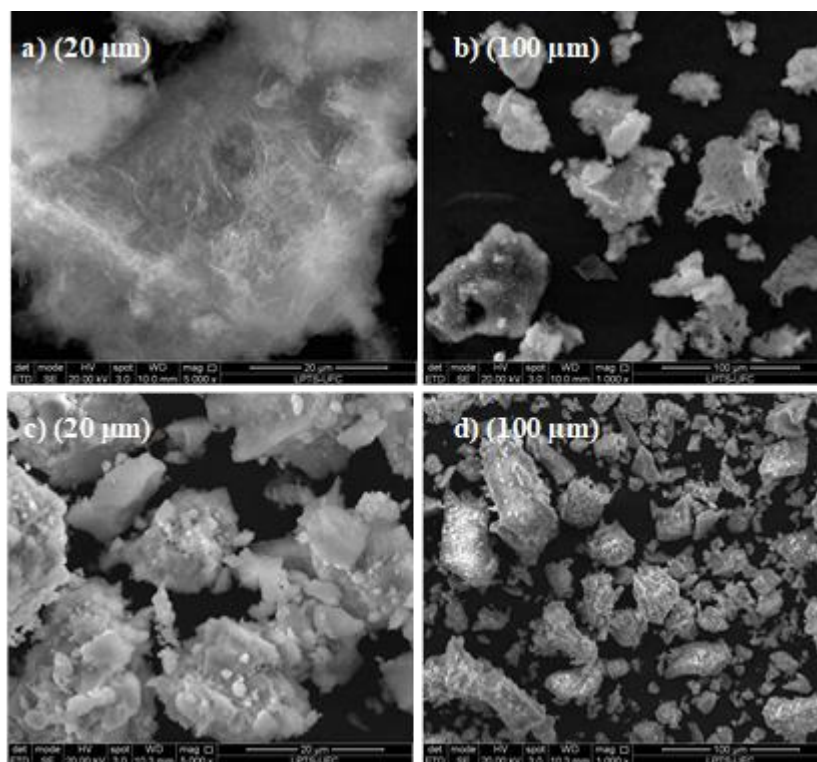


Figura 8

## PROCESSO DE SÍNTESE PARA A OBTENÇÃO DE ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E NÍQUEL MESOPOROSOS

### Campo da invenção

[001] O campo de invenção está relacionado à síntese de materiais e descreve a metodologia de preparação controlada dos óxidos de níquel e zircônio através em um único recipiente, desde a formação do gel até a etapa de secagem, para obter óxidos mesoporosos que podem representar um avanço na síntese de materiais em termos de eficiência, tamanho de partícula e outras características desejadas.

[002] na presente invenção, o processo de síntese foi realizado para a obtenção de óxidos mesoporosos de níquel, sem a utilização de estruturas rígidas, em que inicialmente foi misturado 2,5 g de P123 foram dissolvidos em 25 g de etanol e agitados por 30 minutos. Em seguida, o precursor do óxido de níquel (3,56 g de  $\text{NiCl}_2$ ) foi adicionado à solução com agitação vigorosa. Após 1,5 horas de agitação, a solução foi transferida para placas de Petri e mantida em temperatura ambiente por 10 dias para formar um gel. O gel obtido foi tratado a 250 °C por 12 horas. Após essa etapa, o pó resultante foi submetido a uma calcinação a uma temperatura de 550 °C por 6 horas, utilizando uma taxa de aquecimento de 1 °C/min.

[003] o processo de síntese foi realizado para a obtenção de óxidos mesoporosos de zircônio, sem a utilização de estruturas rígidas, em que inicialmente foi misturado 2,5 g de P123 foram dissolvidos em 25 g de etanol e agitados por 30 minutos. Em seguida, o precursor do óxido de zircônio (3,46 g de  $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$ ) foi adicionado à solução com agitação vigorosa. Após 1,5 horas de agitação, a solução foi transferida para placas de Petri e mantida em temperatura ambiente por 10 dias para formar um gel. O gel obtido foi tratado a 250 °C por 12 horas. Após essa etapa, o pó resultante foi submetido a uma calcinação a uma temperatura de 550 °C por 6 horas, utilizando uma taxa de aquecimento de 1 °C/min.

[004] contudo, a presente invenção apresenta as seguintes vantagens: i) o método de síntese é considerado simples comparado com os encontrados na literatura para a de óxidos mesoporosos; ii) O processo de síntese acontece em apenas uma etapa, simplificando o procedimento; iii) não é necessário a utilização de moldes rígidos para a



formação da estrutura mesoporosa; iv) a obtenção de óxidos mesoporosos de níquel e zircônio com boa cristalinidade e resistência térmica é possível.

### **Fundamentos da invenção**

[005] os óxidos metálicos mesoporosos têm se destacado como materiais promissores em uma variedade de aplicações devido às suas características únicas. A combinação das propriedades dos óxidos metálicos com a estrutura mesoporosa confere a eles vantagens distintas em diversas aplicações. Sua utilização tem potencial para melhorar a eficiência e a sustentabilidade em diversos campos científicos e tecnológicos.

[006] uma das principais áreas de utilização dos óxidos metálicos mesoporosos é a catálise. Sua estrutura porosa proporciona um maior contato entre os reagentes e os catalisadores, aumentando a eficiência das reações químicas. Além disso, a organização mesoporosa dos óxidos metálicos pode melhorar a seletividade e a estabilidade dos catalisadores, tornando-os ideais para reações específicas.

[007] outra importante aplicação dos destes materiais está no campo da adsorção. A alta área superficial e o volume de poros significativo permitem a remoção eficiente de contaminantes e poluentes do meio ambiente. Esses materiais podem ser utilizados como adsorventes em processos de purificação de água, filtragem de ar e tratamento de efluentes industriais, garantindo a melhoria da qualidade ambiental.

[008] além disso, estes materiais têm sido explorados em tecnologias de armazenamento de energia, como baterias e supercapacitores. Sua estrutura porosa facilita a difusão dos íons no material, demonstrando a capacidade de armazenamento e a eficiência energética desses dispositivos.

[009] O uso de óxidos metálicos como catalisadores nos processos de produção de biocombustíveis reduz os teores de água e oxigênio do bio-óleo, aumentando o rendimento de hidrocarbonetos. Sabe-se que o aumento da área superficial dos catalisadores é benéfico para a exposição de sítios ativos, adsorção, transferência de massa e dessorção dos reagentes, e assim por diante. Portanto, o desenvolvimento de catalisadores eficientes e de baixo custo para produção de hidrocarbonetos é uma área de pesquisa crescente. Óxidos metálicos, como NiO e ZrO<sub>2</sub> são cada vez mais aplicados nas reações de produção de biocombustíveis, promovendo maior seletividade na formação de hidrocarbonetos e uma diminuição de compostos oxigenados.

[010] existe alguns métodos de criação de mesoporos na estrutura dos óxidos metálicos, entre eles estão: o método por soft-template (molde macio) e hard-template (molde rígido).

[011] pelo método de soft-template, a obtenção dos mesoporos ocorre pela formação de micelas em solução, provenientes de surfactantes ou copolímero em bloco, a formação da mesoestrutura nesses materiais ocorre de acordo com alguns parâmetros, como temperatura, tempo de síntese, proporção molar do direcionador orgânico ou pH. Após a síntese, à remoção do surfactante pode ocorrer por meio de calcinação a baixa temperatura ou extração de solvente.

[012] a formação das micelas pode ocorrer em meio aquoso ou com solvente não-aquoso, sendo que pelo meio aquoso é primordial controlar a hidrólise e condensação da espécie metálica, além disso, a escolha é de extrema importância, uma vez que os tamanhos dos poros modelados na estrutura dependem principalmente dos volumes hidrofóbicos do surfactante. A estrutura ou geometria da micela pode apresentar diferentes padrões, tais como esférico, cilíndrico, lamelar, bicamada e assim por diante.

[013] após buscas realizadas sobre patentes abordando a obtenção de óxidos mesoporosos de níquel e zircônio, não foi encontrado nenhum registro.

### **Breve descrição dos desenhos**

A Figura 1 Difractogramas de raios-X das amostras a alto ângulo

A Figura 1.A. NiO meso.

A Figura 1.B. ZrO<sub>2</sub> meso.

Figura 2 Valores do espaçamento interplanar e parâmetro de rede dos óxidos mesoporosos.

A Figura 3. Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier.

A Figura 3.A. NiO meso.

A Figura 3.B. ZrO<sub>2</sub> meso.

A Figura 4 Resultados de TG/DTA das amostras

A Figura 4.A. NiO meso.

A Figura 4.B. ZrO<sub>2</sub> meso.

A Figura 5. Quantificação das etapas de perdas de massa dos óxidos mesoporosos.

A Figura 6. Isotermas de adsorção/dessorção de N<sub>2</sub> e Diâmetro de poro dos óxidos mesoporosos.

A Figura 7 Propriedades texturais dos óxidos mesoporosos.

A Figura 8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).

A Figura 8.A. NiO meso (20  $\mu\text{m}$ ).

A Figura 8.B. NiO meso (100  $\mu\text{m}$ ).

A Figura 8.C. ZrO<sub>2</sub> meso (20  $\mu\text{m}$ ).

A Figura 8.D. ZrO<sub>2</sub> meso (100  $\mu\text{m}$ ).

### Descrição da invenção

[014] processo de síntese do óxido de níquel por soft-template (molde macio), foi realizado de acordo com as etapas de: preparar a mistura reacional com surfactante foi dissolvido 2,5 g de P123 foram em 25 g de etanol; submeter em agitação vigorosa a mistura reacional por um período de 30 min; adicionar o precursor do óxido de níquel (3,56 g de NiCl<sub>2</sub>) à solução com agitação por 60 min; transferir a mistura obtida para placas de Petri e manter em temperatura ambiente por 7 dias para formar um gel; Secar o gel obtido a 250 °C por 12 horas. O pó resultante é calcinado a uma temperatura de 550 °C por 6 horas, utilizando uma taxa de aquecimento de 1 °C/min.

[015] Processo de síntese do óxido de zircônio mesoporoso por soft-template (molde macio), foi realizado de acordo com as etapas de: preparar a mistura reacional com surfactante foi dissolvido 2,5 g de P123 foram em 25 g de etanol; submeter em agitação vigorosa a mistura reacional por um período de 30 min; adicionar o precursor do óxido de zircônio (3,46 g de ZrO(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) à solução com agitação por 60 min; transferir a mistura obtida para placas de Petri e manter em temperatura ambiente por 7 dias para formar um gel; Secar o gel obtido a 250 °C por 12 horas. O pó resultante é calcinado a uma temperatura de 550 °C por 6 horas, utilizando uma taxa de aquecimento de 1 °C/min.

[016] a análise de difração de raios-X (DRX) foi utilizado o equipamento Rigaku modelo Mini Flex II. Foi empregado o método do pó, sendo a amostra previamente pesada para então ser analisada. Utilizou-se radiações de CuK $\alpha$ , em uma voltagem de 30 KV e corrente de tubo de 15 mA. O ângulo em estudo variou de 0,5° até 5,0° a um passo de 0,01 a 1 segundo. Para a alto ângulo, de 5° até 70° a um passo de 0,01 a 1 segundo.

[017] o tamanho médio do cristalito foi avaliado a partir do pico de difração DRX de maior intensidade calculados a partir do pico a 43,3° do plano de difração (200) para o NiO e no plano (101) para o ZrO<sub>2</sub> usando a equação de Scherrer (equação 1).

$$\text{(Equação 1)} \quad D_{(hkl)} = K_{\lambda} / \beta_{(hkl)} \cdot \cos \theta_{(hkl)}$$

onde  $D$  é o tamanho do cristalito,  $K$  é a constante de Scherrer.  $K$  é assumido o valor de 1,  $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação (1,5418 Å para radiação Cu  $K\alpha$ ),  $\beta$  é a largura do pico, corrigido na metade da intensidade máxima,  $\theta$  é o ângulo de Bragg correspondente e  $(hkl)$  são os índices de Miller do respectivo plano cristalino.

[018] a análise termogravimétrica (TG/DTG) foi realizada com o intuito de estudar a estabilidade térmica dos óxidos. As curvas TGA foram obtidas através de equipamento de análises simultâneas TG-DSC Netzsch modelo STA 449 F3 utilizando cadinho de alumina com rampa de aquecimento de 10°C.min<sup>-1</sup> e fluxo de N<sub>2</sub> de 60 mL.min<sup>-1</sup>.

[019] a técnica de adsorção e dessorção de nitrogênio (N<sub>2</sub>) a temperatura constante de 77 K permite determinar as propriedades texturais dos catalisadores. O adequado tratamento da isoterma resultante permite calcular diferentes parâmetros dos catalisadores, tais como: superfície específica, superfície externa, volume de microporos, etc. Para esse procedimento os materiais foram previamente desgaseificados a uma temperatura de 300°C por 10 horas. As medidas foram realizadas em uma faixa de pressão que variou de 0,05 a 0,98 p/p<sub>0</sub>. A área superficial específica foi determinada pelo método BET e o volume total dos poros foi obtido na pressão de p/p<sub>0</sub> de 0,98. O diâmetro médio dos poros foi obtido usando o método VBS, usando o ramo de adsorção, e como base a equação de Kevin. O cálculo de área específica foi realizado seguindo o método BET (Brunauer, Emmett e Teller) e para estimar o diâmetro médio e a distribuição dos poros utilizou-se o modelo matemático B.J.H. (Barrett, Joyner, Halenda) para a isoterma de dessorção. Para tal análise utilizou-se o equipamento ASAP 2020 da Micromeritic.

[020] Todas as amostras após a calcinação foram submetidas à espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), a fim de identificar as possíveis alterações nas frequências e intensidades de vibração.

[021] A análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada com a finalidade de observar morfologicamente a agregação dos materiais sintetizados, bem como o tamanho das partículas.

### **Exemplos de concretizações da invenção**

[022] A Figura 1A mostra a fase cristalina associada ao óxido de níquel. A análise indica que o NiO formado possui uma estrutura cúbica policristalina, exibindo picos de difração em ângulos de  $2\theta = 37,0^\circ$ ,  $43,3^\circ$  e  $63,0^\circ$ . Esses picos são atribuídos aos planos de reflexão: (111), (200) e (220), respectivamente, com base na ficha cristalográfica

(JCPDS-75-0197). Na Figura 1B, é apresentada a distribuição dos picos de difração para o  $\text{ZrO}_2$  tetragonal, que ocorre em ângulos específicos de  $2\theta = 30,1^\circ, 35,0^\circ, 50,4^\circ, 60,0^\circ$  e  $62,0^\circ$ . Esses picos são atribuídos aos planos de reflexão: (101), (200), (112), (211) e (302) respectivamente, com base na ficha cristalográfica (JCPDS-89-7710).

[023] O tamanho médio do cristalito foi avaliado a partir do pico de difração XRD de maior intensidade calculados a partir do pico a  $43,3^\circ$  do plano de difração (200) para o NiO e no plano (101) para o  $\text{ZrO}_2$  usando a equação de Scherrer, conforme apresentadas na Tabela 1. Os óxidos mesoporosos apresentaram um tamanho médio de cristalito excelente. Esse parâmetro é crucial, pois esses materiais necessitam de estruturas de parede cristalizadas para obter alta resistência estrutural e propriedades eletromagnéticas.

[024] A medida espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) foi realizada com o objetivo de identificar as principais frequências vibracionais e suas respectivas atribuições na estrutura dos óxidos mesoporosos.

[025] A Figura 3A apresenta o espectro do NiO, a banda de absorção em torno de  $462\text{ cm}^{-1}$  está associada à vibração de flexão do Ni-O. A banda em torno de  $1.068\text{ cm}^{-1}$  corresponde à vibração de estiramento da ligação Ni-O. Em  $1.400\text{ cm}^{-1}$  é atribuída à vibração de flexão da ligação O-Ni-O. Em  $1.630\text{ cm}^{-1}$  é proveniente da vibração de estiramento da ligação O-H. Além disso, o amplo pico característico em  $3440\text{ cm}^{-1}$  atribuído a vibrações de estiramento do grupo OH- ou umidade presente no material.

[026] os espectros do  $\text{ZrO}_2$  (Figura 3B) apresentam bandas de absorção que correspondem às vibrações moleculares das ligações químicas presentes. Na banda de absorção em torno de  $615\text{ cm}^{-1}$  é típica do  $\text{ZrO}_2$  tetragonal (t- $\text{ZrO}_2$ ). A banda em torno de  $1.400\text{ cm}^{-1}$  é referente à vibração de estiramento da ligação O-Zr-O. E em torno de  $1.630\text{ cm}^{-1}$  é atribuída à vibração de flexão da ligação O-Zr-O. Em torno de  $3400\text{ cm}^{-1}$  são atribuídos às vibrações de alongamento e flexão do O-H, devido a moléculas de água adsorvidas.

[027] as curvas termogravimétricas (TG) revelam a excelente estabilidade térmica dos catalisadores. O catalisador de NiO meso (Figura 4A) apresenta quatro eventos de perda de massa. De acordo com os valores apresentados na Figura 5, o primeiro evento de perda de massa em temperaturas inferiores a  $173^\circ\text{C}$  pode ser atribuído à dessorção de água fisicamente adsorvida. O segundo evento, entre  $173\text{-}265^\circ\text{C}$ , pode ser proveniente

da saída de água quimicamente coordenada, além da saída dos cloretos coordenados, até o terceiro evento, relacionado à formação do óxido de níquel, que ocorre em temperaturas próximas a 421 °C. Todos esses valores estão de acordo com a literatura. Novamente, todos os eventos ocorrem em temperaturas inferiores a 550 °C.

[028] o ZrO<sub>2</sub> meso (Figura 4B) apresentou três eventos de perda de massa. As perdas de massa em temperaturas inferiores à 225 °C é proveniente da saída das moléculas de água fisicamente adsorvidas. A segunda perda de massa ocorreu até 445 °C é atribuída à decomposição dos componentes orgânicos residuais do surfactante usado na síntese do óxido. Em temperaturas acima de 500 °C, a curva é constante e as mudanças de peso são mínimas. Os óxidos mesoporosos demonstraram excelente estabilidade em um ambiente oxidante.

[029] as isotermas de adsorção/dessorção de N<sub>2</sub> (Figura 6) de ambos os óxidos exibem o padrão tipo IV, característico de materiais mesoporosos. O NiO meso apresenta loop de histerese H4 que indica a presença de dois conjuntos de mesoporos em sua estrutura, mesoporosos e micro-mesoporosos. O ZrO<sub>2</sub> meso apresenta o loop de histerese do Tipo H2 (b), com condensação capilar ocorrendo apenas em valores maiores de P/P<sub>0</sub>, indicando menores tamanhos de poros e contribuição da porosidade interpartícula. O comportamento das isotermas confirma a mesoporosidade dos catalisadores.

[030] A análise mostrou ausência de microporos para ambos os óxidos. O maior diâmetro médio de poro medido foi apresentado para o ZrO<sub>2</sub> meso, o valor inferior apresentado pelo NiO possivelmente se deve a contribuição da porosidade interpartícula.

[031] as imagens do microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Figura 8) representam a estrutura morfológica da superfície dos óxidos mesoporosos. O NiO mesoporoso exibe uma estrutura complexa em forma de chama e uma distribuição uniforme de partícula na forma de grãos moldados. Já as partículas de ZrO<sub>2</sub> mesoporosas apresentam morfologias assimétricas, desordenadas e não esféricas. A forma varia de uma superfície relativamente lisa e uniforme para uma microestrutura discreta.