

Estudo da Influência da Modificação da Razão TEOS/Zeólita nas Propriedades físico-químicas do Compósito Zeólita Beta/SBA-15.

Brenda S. Sousa.¹; Anna B. S. Girão¹; Antonia L. D. Silva¹; Daniela S. Oliveira¹; Anne G. D. Santos¹

¹Universidade do Estado do Rio Grande do Norte, Laboratório de Catálise, Ambiente e Materiais, Departamento de Química, 59610-090, Mossoró/RN¹.

Resumo/Abstract

RESUMO - Este estudo investiga como a variação da razão TEOS/Zeólita afeta as propriedades estruturais e texturais do compósito zeólita Beta/SBA-15. As caracterizações por DRX, MEV-EDS e fisorção de N₂ indicam que o aumento da razão TEOS/Zeólita favorece maior organização mesoporosa e morfologia mais homogênea das amostras. A análise morfológica revelou que compósitos obtidos com maior proporção de TEOS mantêm as características típicas da SBA-15, enquanto menores proporções resultam em aglomeração da zeólita. A análise de adsorção-dessorção de N₂ a 77 K evidenciou que as propriedades texturais variam significativamente com a razão TEOS/Zeólita, sendo o material R 3,0:1 o que apresentou maior volume de poros e estrutura mais ordenada. Conclui-se que a razão TEOS/Zeólita é um parâmetro chave na modulação da estrutura e das propriedades texturais dos compósitos zeólita Beta/SBA-15, podendo ser ajustada conforme o desempenho desejado para aplicações específicas.

Palavras-chave: Compósitos micromesoporosos, Zeólita Beta, SBA-15, Parâmetros de síntese, Propriedades texturais.

ABSTRACT - This study investigates how variations in the TEOS/Zeolite ratio affect the structural and textural properties of the Beta zeolite/SBA-15 composite. Characterization techniques including X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy with energy-dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDS), and nitrogen physisorption indicate that increasing the TEOS/Zeolite ratio promotes greater mesoporous ordering and more homogeneous morphology in the samples. The analyses show that higher TEOS proportions lead to improved formation of the SBA-15 matrix and a more uniform distribution of Beta zeolite, positively influencing the textural properties of the composites. Thermal analysis suggests that the removal of structure-directing agents was more efficient in samples with higher TEOS/Zeolite ratios, consistent with the enhanced mesostructural organization observed.

Keywords: Micro-mesoporous composites, Beta Zeolite, SBA-15, Synthesis parameters, Textural Properties.

Introdução

A busca por materiais porosos com desempenho otimizado tem impulsionado o desenvolvimento de compósitos que integrem microporosos como a zeólita Beta com mesoporosos como a SBA-15 visando combinar as propriedades desses materiais, ao passo que supera limitações individuais desses materiais (1). Este trabalho investiga como a variação da razão TEOS/Zeólita afeta as propriedades estruturais e texturais do compósito zeólita Beta/SBA-15.

Experimental

Síntese e caracterização dos materiais.

O SBA-15 e a Beta foram obtidos com base nos métodos de Zhao et al. (1998) e Cambor et al. (1997) respectivamente (2, 3). Para o compósito, a Beta foi dispersa em solução de P123, HCl e n-butanol, seguida da adição de TEOS em diferentes razões molares (0,5:1; 2,0:1; 3,0:1), sob aeração a 35°C, seguido de envelhecimento a 105 °C em autoclave. Após filtração, secagem e calcinação a 550 °C, as amostras foram denominadas como R 0,5:1, R 2,0:1 e R 3,0:1 e caracterizadas por DRX, MEV-EDS e fisorção de N₂ a 77 K.

3,0:1 e caracterizadas por DRX, MEV-EDS e fisorção de N₂ a 77 K.

Resultados e Discussão

Estrutura, Morfologia, Composição e propriedades texturais (DRX, MEV-EDS e Adsorção e Dessorção de N₂)

A figura 1 exibe os difratogramas de raios X de baixo ângulo (a) e a alto ângulo (b) e os dados de MEV-EDS das amostras nas razões R 0,5:1 (c), R 2,0:1 (d) e R 3,0:1 (e).

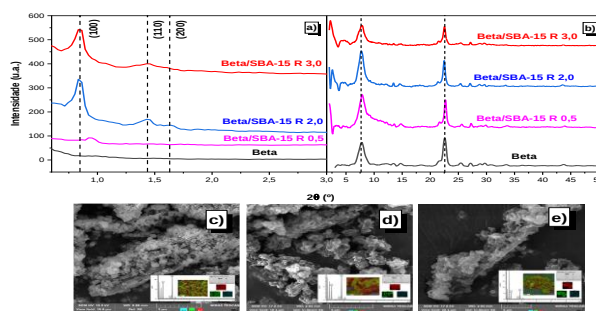


Figura 1. Difratogramas de raios X de baixo ângulo (a) e a alto ângulo (b) e os dados de MEV-EDS das amostras nas razões R 0,5 (c), R 2,0 (d) e R 3,0 (e).

As isotermas de adsorção e dessorção de N₂ a 77 K são apresentadas na Figura 2 (a) para os materiais compostos e (b) para o SBA-15 e a zeólita Beta,

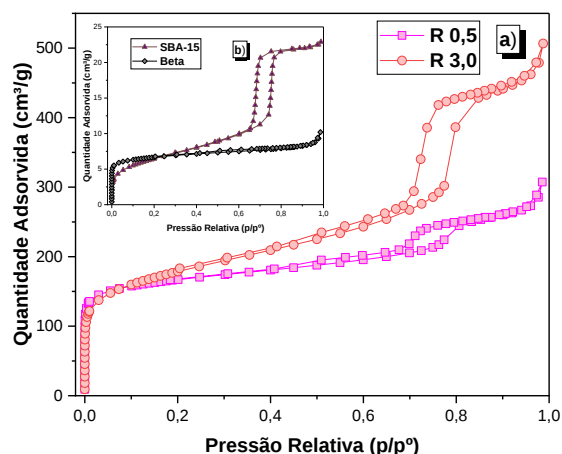


Figura 2. Isotermas de adsorção e dessorção de N₂ a 77 K do SBA-15 e Beta (a) e dos materiais composto R 0,5:1 e R 3,0:1 (b).

Os resultados das análises estruturais, morfológicas e texturais indicam que o aumento da razão TEOS/Zeólita favorece a organização mesoporosa e a formação de estruturas mais homogêneas nos compostos. Os difratogramas de baixo ângulo revelaram que as amostras R 2,0:1 e R 3,0:1 preservam a estrutura hexagonal da SBA-15, enquanto R 0,5:1 apresentou perda de ordenação, provavelmente devido ao maior teor de zeólita Beta. Essa tendência foi corroborada pelas imagens de MEV: enquanto R 3,0:1 manteve a morfologia alongada e organizada da SBA-15, R 2,0:1 apresentou agregados moderados e R 0,5:1 revelou aglomeração intensa da fase zeolítica, com possível obstrução da rede mesoporosa. A análise EDS confirmou a presença dos elementos constituintes esperados (Si, O, Al), mas sem permitir inferências sobre sua distribuição espacial. As isotermas de adsorção-dessorção de N₂ reforçaram essa correlação: a R 3,0:1 exibiu histerese tipo H1, típica de materiais com poros cilíndricos e bem distribuídos, enquanto a R 0,5:1 apresentou histerese H2(a)/H4, associada a gargantas estreitas e presença significativa de microporos, característica da zeólita. Assim, maiores proporções de TEOS contribuíram para maior acessibilidade e conectividade da rede mesoporosa, em conformidade com padrões descritos na literatura (6, 7).

Conclusões

A razão TEOS/Zeólita influenciou diretamente a estrutura e as propriedades texturais dos compostos Zeólita Beta/SBA-15. A razão 3:1 apresentou melhor formação da matriz SBA-15 e distribuição mais regular da fase zeolítica, enquanto a razão 0,5:1 resultou em possível encobrimento da estrutura mesoporosa. As análises indicam que a organização mesoestrutural afeta diretamente o comportamento térmico dos materiais. Futuras etapas contemplarão o efeito da temperatura de síntese na integração das fases micro e mesoporosa, visando otimizar a porosidade e a estabilidade estrutural do composto.

Agradecimentos

Ao CNPQ pelo suporte financeiro. A Universidade do Estado do Rio Grande do Norte-UERN. Ao laboratório de Catálise, Ambiente e Materiais - LACAM, ao LAMOP e ao CSAMA pelas análises realizadas e equipamentos cedidas para realização das sínteses.

Referências

1. Vasconcelos AA, Len T, de Oliveira AdN, Costa AAFd, Souza ARdS, Costa CEFd, Luque R, Rocha Filho GNd, Noronha RCR, Nascimento LASd, Applied Sciences. **2023**, 13(2):1897.
2. Zhao, D.; Huo, Q.; Feng, J.; Chmelka, B. F.; Stucky, G. D. *Journal of the American Chemical Society*, **1998**, 120, 6024-6030.
3. Cambor, M. A.; Corma, A.; Mifsud, A.; Pérez-Pariente, J.; Valencia, S. *Studies in Surface Science and Catalysis*, **1997**, 105, 341-348.
4. Taral, P., Vishal J., Mayani and Suranjana V. M., *ACS Omega* **2023**, 8, 1, 346–356.
5. Romeo, HM, José, G. P. S., José, E. A, Torres Torres, J. G., Perez, V. H., Lunagómez, R. M. A., Romero, D. C, Mária, C. B. *Superficies y Vacío*, **2020**, [S. l.], v. 33, p. 200301.
6. Thommes, M.; Cychosz, K. A. *Pure & Applied Chemistry* **2014**, 86, 1793-1802.
7. Shanqing Yu., Yuqing Liu., Jiasong Yan., Shuangqin Zeng., Xuejing Zhang., Shuo Guo, *Ind. Eng. Chem. Res.* **2025**, 64, 8, 4309–4318.

¹ breda.sango@gmail.com