

## Síntese e caracterização de vanadato de bismuto utilizando nanozeólitas como suporte sólido

Rodrigo de Mello<sup>1</sup>, Murilo F. Gromboni<sup>2</sup>, Lúcia H. Mascaro<sup>3</sup>

1. Estudante de IC n Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica da Universidade Federal de São Carlos – LIEC – UFSCAR; \*[rodrigomello.ufscar@gmail.com](mailto:rodrigomello.ufscar@gmail.com)

2. Pós-doutorando no LIEC – UFSCAR;

3. Professora na UFSCAR;

Palavras Chave: matrizes zeólitas,  $\text{BiVO}_4$  monoclinico, síntese por combustão, band-gap, Espectroscopia micro-Raman,

### Introdução

Óxidos mistos como  $\text{BiVO}_4$  e  $\text{AlVO}_4$  são vastamente descritos na literatura por apresentarem aplicações como sensores de gás, catalisadores na fotólise da água, degradação de moléculas orgânicas, entre outros<sup>1</sup>. O  $\text{BiVO}_4$  apresenta alta atividade fotocatalítica. Por esse motivo, tornou-se objeto de estudo neste trabalho, cujo objetivo foi apresentar uma rota simples para obtenção de filme sobre nanozeólitas (peneira molecular 3 Å) em uma única etapa visando a sua utilização em reatores de fotodegradação.

### Resultados e Discussão

Para obter o filme de  $\text{BiVO}_4$  sobre as nanozeólitas foram preparadas duas suspensões:

- Suspensão A – 3 mL de polietilenoglicol (PEG-300) com 300 mg de metavanadato de amônio;
- Suspensão B – 3 mL de PEG-300 com 1,2432 g de nitrato de bismuto.

Homogeneizaram-se as suspensões utilizando um agitador vortex durante 3 min, em seguida colocou-as por 10 min em um banho de ultrassom termostatizado a 10 °C. A seguir juntaram-se as duas suspensões, que foram homogeneizadas 3 min no vortex e colocaram-nas no ultrassom por 15 min.

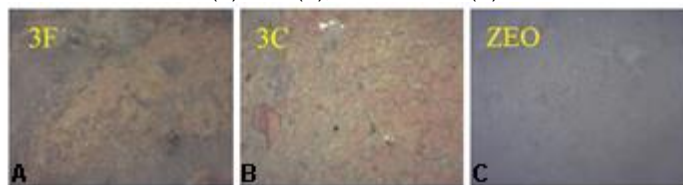
A seguir, colocou-se 890 mg de peneira molecular de 3 Å, de forma a ocupar o fundo de um cadinho de zircônia, onde foram adicionados 2 mL da suspensão. Os filmes obtidos nessas matrizes estão identificados por 3C. Em um tubo cônico foram colocados 890 mg da mesma matriz zeólita e 2 mL da suspensão. Este tubo permaneceu no ultrassom por 10 min e, a seguir, foi retirado o excesso do líquido e o restante foi transferido para um outro cadinho de zircônia. Os filmes obtidos nessas matrizes estão identificados por 3F. Ambos os cadinhos foram colocados em um forno para calcinação por 8 horas a 400 °C.

As caracterizações dos filmes sobre as matrizes de zeólitas foram realizadas por: Microscopia Óptica para analisar a distribuição do filme sobre a superfície; Espectroscopia micro-Raman (EmR) com o intuito de identificar o material no filme assim como possível fase cristalina; espectroscopia de UV-Visível para a determinação do band-gap óptico ( $E_g$ ).

Na Figura 1 A-B-C pode-se observar que a superfície da matriz zeólita (C) alterou-se e foi totalmente recoberta pelo filme, no caso da amostra 3C(B) e parcialmente recoberta para as da 3F(A), o que demonstra que o método de síntese do filme obteve sucesso.

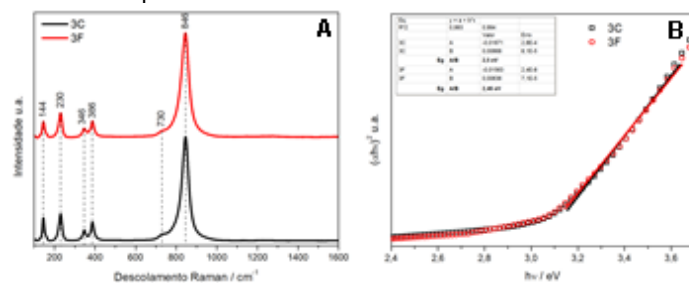
Também foram avaliadas as aderências dos filmes às matrizes para que possam ser utilizadas em reatores de fotodegradação. Por esse motivo, 5 matrizes foram colocadas em um microtubo contendo 2 mL de uma solução de sulfato de sódio a 1 mol L<sup>-1</sup>. A coloração da solução foi monitorada para verificar se o filme se desprendia das matrizes e, após 120 horas, não foi observada nenhuma alteração na cor da solução e nem das amostras.

Figura 1. Imagens obtidas por microscopia óptica com aumentos de 100x das amostras 3F (A) e 3C (B); matriz zeólita (C).



Na Figura 2A estão representados os espectros de micro-Raman obtidos para as amostras, sendo possível observar apenas os picos característicos para o  $\text{BiVO}_4$  localizados em 144, 230, 346, 386, 730 e 846  $\text{cm}^{-1}$ . As bandas localizadas em 730 e 846 são atribuídas às ligações assimétricas entre V-O. Já as bandas a 346 e 386  $\text{cm}^{-1}$  estão relacionados com os modos de flexão dos tetraedros  $\text{VO}_4$ . Por fim as bandas em 144 e 230  $\text{cm}^{-1}$  estão relacionadas com a fase monoclinica do vanadato bismuto. Observa-se que a proporção dessas últimas bandas (144 e 230  $\text{cm}^{-1}$ ) tem um maior valor para as amostras 3C. Indicando uma maior formação da fase monoclinica que é mais fotocatalítica das fases do  $\text{BiVO}_4$ .

Figura 2. (A) Espectros de micro-Raman e (B) gráficos de Wood-Tauc para as amostras obtidas.



Na Figura 2B estão representados os gráficos de Wood-Tauc, utilizado para a determinação do band-gap a partir dos espectros de absorvância UV-Vis. O  $E_g$  para as amostras 3C foi de 2,50 eV e 2,46 eV para as amostras 3F. Valores esses compatíveis ao  $\text{BiVO}_4$  descrito na literatura.<sup>2</sup> A diferença entre os  $E_g$  estão relacionadas com os tamanhos das ligações nos cristais que é notado pela intensidade e proporção dos espectros de micro-Raman.

### Conclusões

Foi possível de obter o  $\text{BiVO}_4$  sobre as matrizes zeólitas. O filme apresentou uma boa aderência sobre o substrato sólido. Obteve-se a fase monoclinica do  $\text{BiVO}_4$  assim como o  $E_g$  obtido foi próximo ao da literatura. As duas rotas foram eficientes para a produção, entretanto, a rota 3C apresentou um filme mais homogêneo e com maior quantidade de  $\text{BiVO}_4$ .

### Agradecimentos

CNPq e CAPES

<sup>1</sup> L.H. Mascaro et al. / J Solid State Electrochem 19 (2014) 31

<sup>2</sup> R. Venkatesan et al. / Materials Chemistry and Physics 135 (2012) 842