

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

Rodrigo de Mello¹, Murilo F. Gromboni², Lúcia H. Mascaro³

1. Estudante de IC n Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica da Universidade Federal de São Carlos – LIEC – UFSCAR; *rodrigomello.ufscar@gmail.com

2. Pós-doutorando no LIEC – UFSCAR;

3. Professora na UFSCAR;

Palavras Chave: matrizes zeólitas, BiVO_4 monoclinico, síntese por combustão, band-gap, Espectroscopia micro-Raman,

Introdução

Óxidos mistos como BiVO_4 e AlVO_4 são vastamente descritos na literatura por apresentarem aplicações como sensores de gás, catalisadores na fotólise da água, degradação de moléculas orgânicas, entre outros¹. O 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 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.

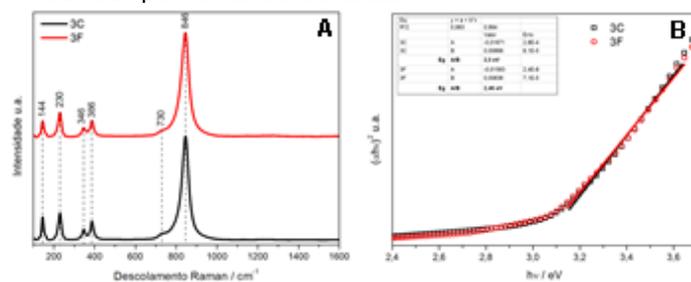
Também foram avaliadas as aderências dos filmes às matrizes para que possam ser utilizadas em reatores de fotodegradação. Por esse motivo, 5 matrizes foram colocadas em um microtubo contendo 2 mL de uma solução de sulfato de sódio a 1 mol L⁻¹. A coloração da solução foi monitorada para verificar se o 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 BiVO_4 localizados em 144, 230, 346, 386, 730 e 846 cm^{-1} . As bandas localizadas em 730 e 846 são atribuídas às ligações assimétricas entre V-O. Já as bandas a 346 e 386 cm^{-1} estão relacionados com os modos de flexão dos tetraedros VO_4 . Por fim as bandas em 144 e 230 cm^{-1} estão relacionadas com a fase monoclinica do vanadato bismuto. Observa-se que a proporção dessas últimas bandas (144 e 230 cm^{-1}) tem um maior valor para as amostras 3C. Indicando uma maior formação da fase monoclinica que é mais fotocatalítica das fases do 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 BiVO_4 descrito na literatura.² 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 BiVO_4 sobre as matrizes zeólitas. O filme apresentou uma boa aderência sobre o substrato sólido. Obteve-se a fase monoclinica do 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 BiVO_4 .

Agradecimentos

CNPq e CAPES

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

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