

## Síntese e Caracterização de nanofios de beta-AgVO<sub>3</sub>

Felipe de Moraes Yamamoto<sup>1</sup>, Maria Tereza Fabbro<sup>1,2</sup>, Sérgio Luiz Mineiro<sup>1</sup>,  
Luís Presley Serejo dos Santos<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, SP, Brasil  
Aluno de Mestrado do curso de Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores – CMS.

<sup>2</sup>Instituto Federal de São Paulo, Campus SJC, São José dos Campos, SP, Brasil

<sup>3</sup>Universidade Federal de São Paulo, Campus SJC, São José dos Campos, SP, Brasil

fyamamoto97@gmail.com

---

**Resumo.** O objetivo do presente trabalho é a síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas (MAH) de nanofios de AgVO<sub>3</sub> monofásico. Neste trabalho foi realizada a síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas do material desejado, e para garantir a obtenção da fase do material foi realizada sua caracterização estrutural e morfológica por meio das técnicas de difração de raios-X (DRX), espectroscopia Raman, microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (FEG-MEV).

---

**Palavras-chave:** Hidrotermal; Caracterização estrutural; Espectroscopia.

### 1. Introdução

O AgVO<sub>3</sub> é um material semicondutor cujas principais características estudadas estão relacionadas à sua capacidade fotocatalítica na degradação de compostos orgânicos como corantes e alguns resíduos industriais (XU, et al., 2009). Devido as suas propriedades semicondutoras também são explorados alguns usos na área de sensores como, por exemplo, um sensor para detecção de sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S) (MAI, et al., 2010). Alguns trabalhos estudam o uso deste material em transistores (FENG, LUO, et al., 2013). Na área aeroespacial existem alguns estudos do uso deste material como lubrificante sólido para trabalhar em elevadas temperaturas (SINGH, et al., 2010) (LUSTER, et al., 2011).

Vários métodos têm sido usados para a preparação de nanoestruturas de AgVO<sub>3</sub> (SONG, LIN, et al., 2009), (VALI, SARKER, et al., 2019), (SIVAKUMAR, SURESH, et al., 2015). Entre eles, o método hidrotérmico é um dos métodos mais usados para a preparação de nanomateriais com diferentes morfologias e formatos.

Neste trabalho o AgVO<sub>3</sub> foi sintetizado pelo método de coprecipitação e posteriormente tratado utilizando o método hidrotérmico assistido por micro-ondas, na temperatura de 180°C por 30 minutos, foi analisado pelas técnicas de difração de raios-X (DRX) e espectroscopia Raman para o estudo estrutural. A caracterização morfológica foi realizada através de microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (FEG-MEV).

## 2. Metodologia

### 2.1. Síntese do $\text{AgVO}_3$

Para a obtenção dos nanofios de beta- $\text{AgVO}_3$  primeiramente foram dissolvidos separadamente 1 mmol de metavanadato de amônio ( $\text{NH}_4\text{VO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ; pureza de 99,5%, Sigma-Aldrich) em 50 mL de água deionizada, enquanto 1 mmol de nitrato de prata ( $\text{AgNO}_3$ ; pureza de 99,8%, Sigma-Aldrich) foi dissolvido em 50 mL de água deionizada, em seguida a solução de nitrato de prata foi gotejada na solução de metavanadato de amônio e deixado sob agitação por 15 minutos para a formação de precipitados. A mistura foi transferida para um vaso de Teflon que foi colocado no sistema hidrotérmico assistido por micro-ondas e tratado a  $180^\circ\text{C}$  por 30 minutos. Os precipitados formados foram centrifugados, lavados repetidas vezes em uma solução de 50% água deionizada 50% etanol e, por fim, secos em estufa a  $40^\circ\text{C}$  por 12 horas.

### 2.2 Caracterizações

Para comprovação da obtenção da fase estrutural na amostra obtida foram utilizadas 2 técnicas, a de difração de raios-X e a espectroscopia Raman, para o DRX foi utilizado um difratômetro Ultima IV diffractometer (Rigaku) com radiação  $\text{Cu-K}\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) na faixa  $2\theta$  de  $10-90^\circ$  com passo de  $0,02^\circ \text{ min}^{-1}$ , para a espectroscopia Raman foi utilizado um espectrometro Raman modular (Horiba-LabRam HR Evolution) com laser de Argônio de 514 nm. A obtenção de imagens para estudo da morfologia da amostra foi realizada por microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (Mira3-Tescan), operando em tensões de 5 kV.

## 3. Resultados e Discussão

### 3.1. DRX

A Figura 1 ilustra o difratograma da amostra de  $\text{AgVO}_3$  sintetizado. Os padrões de DRX mostram os picos de difração completamente definidos, onde todos os picos foram indexados como a fase monoclinica do beta- $\text{AgVO}_3$  (JCPDS 86-1154), não se observando a presença de fases secundárias.

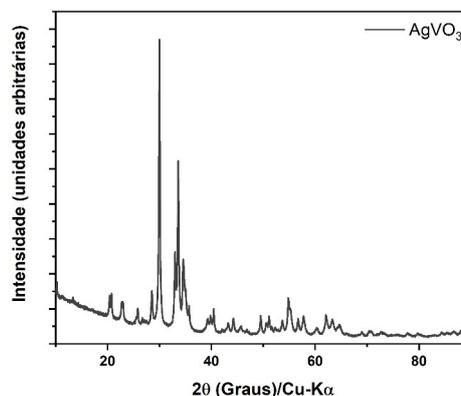
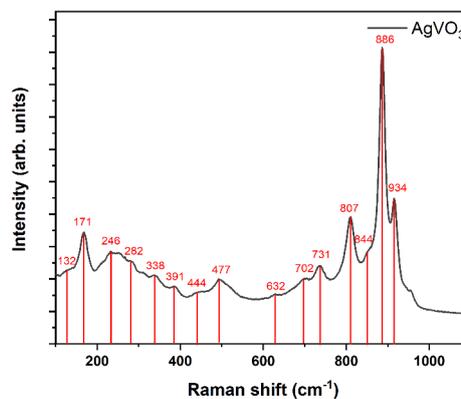


Figura 1: Difratograma do beta- $\text{AgVO}_3$  sintetizado a  $180^\circ$  por 30 minutos.

Os picos também se mostram coerentes ao trabalho de Fabbro et al. 2022. Além disso, ainda em relação à Fabbro et al. 2022 o método adotado possibilitou a redução do tempo de síntese mantendo, ainda, a formação da fase desejada do material, o que demonstra uma otimização do processo sem a perda da qualidade do material resultante.

### 3.2. Espectroscopia Raman

O espectro Raman dos nanofios de beta- $\text{AgVO}_3$  é mostrado na Figura 2. Todas as bandas vibracionais Raman estão de acordo com as relatadas para o beta- $\text{AgVO}_3$  sintetizados por outros métodos (HOLTZ et al., 2010) (HOLTZ et al., 2012) e (LIANG, et al. 2021). Esses dados corroboram com os dados apresentados pelo DRX para a fase monoclinica do beta vanadato de prata. A banda intensa em  $886 \text{ cm}^{-1}$  origina-se da interação V-O-Ag ou de vibrações O-V-O e em  $934 \text{ cm}^{-1}$  é atribuída ao estiramento simétrico de  $\text{VO}_4$  (BAO, et al. 2007). As bandas em  $844$ ,  $807$ ,  $731$  e  $518 \text{ cm}^{-1}$  são atribuídas aos estiramentos assimétricos e simétricos, respectivamente (SIVAKUMAR, et al. 2015). As bandas em  $632$ ,  $477$  e  $444 \text{ cm}^{-1}$  são atribuídas ao estiramento da vibração do oxigênio compartilhado por dois vanádios (V-O-V). Uma vibração do  $\text{VO}_4$  foi observada pela presença da banda Raman em  $338 \text{ cm}^{-1}$ . Os modos vibracionais  $702$ ,  $391$ ,  $282$ ,  $246$ ,  $171$  e  $132 \text{ cm}^{-1}$  pertencem ao grupo  $\text{VO}_4$  (HARDCASTLE, WACHS. 1991).

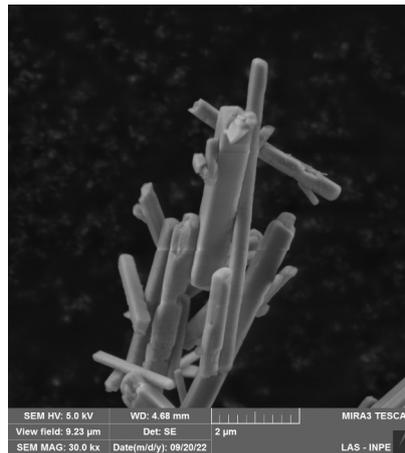


**Figura 2: Espectro Raman do beta- $\text{AgVO}_3$  sintetizado a  $180^\circ\text{C}$  por 30 minutos.**

### 3.3. FEG-MEV

Na Figura 3 é possível observar a imagem da morfologia do material sintetizado, que pode ser comparado com formato tipo bastão. O material sintetizado é constituído de um grupo de precipitados com tamanhos de comprimento alongado variando de 2 a 7 microns. A espessura

dos precipitados é de escala nanométrica. Em alguns trabalhos é descrito como nanofios, e, inclusive, já foram feitos nanodispositivos eletrônicos com este material se aproveitando desse tipo peculiar de morfologia (FENG, LUO, et al., 2013).



**Figura 3: FEG-MEV do beta-AgVO<sub>3</sub> sintetizado a 180°C por 30 minutos.**

#### 4. Conclusão

Nanofios de beta-AgVO<sub>3</sub> com fase pura foram eficientemente obtidos pelos métodos de coprecipitação e de tratamento hidrotérmico assistido por micro-ondas. Esses métodos permitem a obtenção da fase desejada rapidamente e sem necessidade de posterior calcinação. Pela difração de raios-X e espectroscopia Raman foi demonstrado a formação da fase desejada, sem a presença de fases secundárias. A morfologia resultante foi estudada através da técnica FEG-MEV. O que demonstra que a metodologia escolhida para a síntese do AgVO<sub>3</sub> é perfeitamente capaz de obter sua fase com um tempo de preparo reduzido em relação às técnicas convencionais de obtenção deste material.

**Agradecimentos:** Agradecemos ao INPE pela infraestrutura usada neste projeto, à UNIFESP pela disponibilização do equipamento para a análise de DRX, à CAPES pelo incentivo pelo suporte financeiro e ao IFSP - Campus SJC.

#### Referências

- BAO, Q. et al. Lithium Insertion in Channel-Structured  $\beta$ -AgVO<sub>3</sub>: In Situ Raman Study and Computer Simulation. **Chemistry of Materials**, v. 19, p. 5965–5972, 2007.
- FABBRO, M. T. et al. Study and evaluation of nanostructured  $\beta$ -AgVO<sub>3</sub> as an inactivator of microorganisms. **Journal of Engineering Research**, v. 2, p. 1-10, 2022.
- FENG, M. et al. P-Type beta silver vanadate nanoribbons for nanoelectronic devices with tunable electrical properties. **Advanced Functional Materials**, v. 23, p. 5116-5122, 2013.

- HARDCASTLE, F. D.; WACHS, I. E. Determination of vanadium-oxygen bond distances and bond orders by Raman spectroscopy. **Journal of Physical Chemistry**, v. 95, p. 5031–5041, 1991.
- HOLTZ, R. D. et al. Development of nanostructured silver vanadates decorated with silver nanoparticles as a novel antibacterial agent. **Nanotechnology, Biology, and Medicine**, v. 21, p. 185102, 2010.
- HOLTZ, R. D. et al. Nanostructured silver vanadate as a promising antibacterial additive to water-based paints. **Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine**, v. 8, p. 935–940, 2012.
- LIANG, S. et al. Facile synthesis of  $\beta$ -AgVO<sub>3</sub> nanorods as cathode for primary lithium batteries. **Materials Letters**, v. 74, p. 176–179, 2012.
- LUSTER, B. et al. Textured VN coatings with Ag<sub>3</sub>VO<sub>4</sub> solid lubricant reservoirs. **Surface and Coatings Technology**, v. 206, p. 1932-1935, 2011.
- MAI, L. et al. Single  $\beta$ -AgVO<sub>3</sub> nanowire H<sub>2</sub>S sensor. **Nano Letters**, v.10, p. 2604-2608, 2010.
- SINGH, D. P. et al. Room temperature synthesis and high temperature frictional study of silver vanadate nanorods. **Nanotechnology**, v. 21, p. 325601-325608, 2010.
- SIVAKUMAR, V. et al. AgVO<sub>3</sub> nanorods: Synthesis, characterization and visible light photocatalytic activity. **Solid State Sciences**, v. 39, p. 34–39, 2015.
- SONG, J.-M., LIN, Y.-Z., YAO, H.-B., *et al.* "Superlong  $\beta$ -AgVO<sub>3</sub> Nanoribbons: High-Yield Synthesis by a Pyridine-Assisted Solution Approach, Their Stability, Electrical and Electrochemical Properties", **ACS Nano**, v. 3, n. 3, p. 653–660, 24 mar. 2009.
- VALI, A., SARKER, H. P., JEE, H. W., *et al.* "Electrodeposition of Silver Vanadate Films: A Tale of Two Polymorphs", **ChemPhysChem**, v. 20, n. 20, p. 2635–2646, 2019.
- XU, H. et al. Enhanced photocatalytic activity of Ag<sub>3</sub>VO<sub>4</sub> loaded with rare-earth elements under visible-light irradiation. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 48, p. 10771-10778, 2009.