

Síntese, Caracterização e Estudo Termoanalítico de Citratos de Terras Raras em Diferentes Estequiometrias: 1:1 e 2:3.

Mauro F. P. da Silva ¹(PG)^{*}, Jivaldo R. Matos (PQ)¹, Paulo C. Isolani (PQ) ¹

¹Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, São Paulo, SP 05513-970.

*mfps@iq.usp.br

Palavras-Chave: Lantanídeos, Citratos de lantanídeos, Citratos cristalinos, Análises térmicas.

Introdução

Citratos de metais são atualmente utilizados para a síntese de óxidos de alta pureza por decomposição térmica a temperaturas moderadas, usualmente menores que 1000 ° C. No entanto, na literatura, encontram-se poucos estudos focados na síntese, caracterização e análises térmicas dos sais de citratos.

Neste sentido, o presente estudo mostra a síntese caracterização através de CH, FTIR, DRX, espectro de emissão na região do visível e o estudo termoanalítico TG/DTG/DTA de citratos de lantanídeos em duas estequiometrias: [LnCit.xH₂O] e [Ln₂Cit₃.2H₂O]. Vale lembrar que os sais [Ln₂Cit₃.2H₂O] não foram ainda reportados na literatura.

Resultados e Discussão

Sintetizaram-se sais de citratos de lantanídeos: sais [LnCit.xH₂O], (série 1) e sais [Ln₂(HCit)₃.2H₂O] (serie 2) onde Ln = La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu. Efetuaram-se análises de CH, FTIR, DRX, TG/DTG/DTA das duas séries de sais.

As análises elementares de CH sugeriram as fórmulas gerais [LnCit.xH₂O] para a série 1, e [Ln₂(HCit)₃.2H₂O] para a serie 2. As análises de FTIR são compatíveis com a coordenação do grupo carboxilato por quelação ou por ponte simétrica em ambas as séries. Os difratogramas de raios – X evidenciaram a característica amorfa dos sais da série 1 e a natureza cristalina e isomorfa dos sais da série 2.

Os espectros de emissão na região do visível dos sais de európio sugeriram, microssimetrias C_{2v}, C_{4v} respectivamente para [EuCit.08H₂O] e [Eu₂(Hcit)₃.2H₂O]. As análises térmicas das duas series, com exceção dos citratos de cério, foram interpretadas em termos de quatro eventos distintos e consecutivos, resumidos na Tabela 1 e Figura 1. Os citratos de cério de ambas as séries decompõe-se em um único evento.

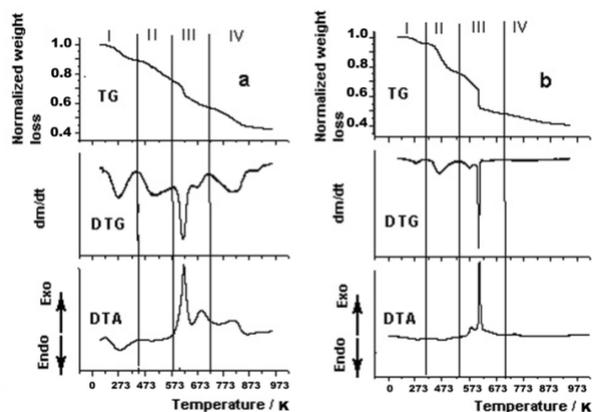


Figura 1. Tg/DTG/TA dos sais a) [EuCit.xH₂O] e b) [Eu₂(Hcit)₃.2H₂O]

Tabela 1. Resumo das análises TG/DTG/DTA

Eventos	LnCit.xH ₂ O		Ln ₂ (HCit) ₃ .2H ₂ O	
	Produtos	Temp.(°C)	Produtos	Temp.(°C)
I	[LnCit.xH ₂ O]		[Ln ₂ (Hcit) ₃ .2H ₂ O]	
II	[Ln(Citrato)]	100	[Ln ₂ (Hcit) ₃]	100
III	[Ln(Acotinat)]	273	[Ln ₂ (Itaconato) ₃]	200
IV	[Ln ₂ (CO ₃) ₃]	350	[LnO ₂ CO ₃]	350
	Ln ₂ O ₃	700	Ln ₂ O ₃	700

Conclusões

Os dados sugerem, fortemente as fórmulas [LnCit.xH₂O] e [Ln₂(HCit)₃.2H₂O] como representativa das duas séries de sais. Os dados de análises térmicas das duas séries de sais estão sendo úteis no entendimento dos mecanismos de síntese de óxidos, por decomposição térmica com morfologias definidas.

Agradecimentos

IQ – USP, CAPES, Tereza S. Martins (IF-USP), Marilda M. G. R. Vianna (EP-USP)

¹ D'Assunção, L. M.; Giolito, I.; Ionashiro, M. *Thermochim. Acta*, 137 (1989) 319.

² G. A. M. Hussein, *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, 1996, 37, 111.

³ Pechini, M. P., *U.S. Pat. No. 3, 231, 328*, 1966.