

## Efeito da substituição parcial do sítio A do niquelato de lantânio na formação da fase perovskita.

Murillo Cruz Alves (IC)\*, Sidnei de O. Souza (IC), José Carlos dos Santos (PG), Marcelo J. B. Souza (PQ), Anne M. G. P. Souza (PQ).

Universidade Federal de Sergipe, Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Departamento de Química. Cidade Universitária Prof. José Aloísio de Campos, São Cristóvão-SE, Brasil. nomedmca@yahoo.com.br

Palavras Chave: Síntese e Caracterização, Perovskita.

### Introdução

As perovskitas são óxidos cerâmicos mistos com estrutura química  $ABO_3$ , sendo A uma terra rara, metal alcalino ou alcalino terroso e B um metal de transição d; Estes óxidos apresentam propriedades catalíticas<sup>1</sup>, elétricas e eletromagnéticas<sup>2</sup> e ópticas.

No presente trabalho foram sintetizados catalisadores do tipo  $La_{1-x}M_xNiO_3$  (M = Ca ou Sr e x = 0 e 0,2) utilizando o método dos precursores poliméricos<sup>3</sup>, e usando ácido cítrico, etilenoglicol e nitratos metálicos como fontes dos metais. Após a síntese houve um tratamento térmico à 300 °C e em seguida os materiais foram calcinados à 700 °C por 1h e caracterizados por análise termogravimétrica (TG), espectroscopia de infravermelho (IV) e difração de raios-X (DRX).

### Resultados e Discussão

Nos espectros de infravermelho das amostras  $La_{1-x}M_xNiO_3$  tratadas termicamente a 300 °C foram observadas bandas largas entre 3700 e 3400  $cm^{-1}$  e bandas fortes entre 1580 a 1300  $cm^{-1}$  que indicam a presença do estiramento O-H de água remanescente da síntese e a coordenação do  $Ni^{3+}$  ao grupo carboxílico na forma de um complexo bidentado respectivamente<sup>3</sup>. Para as perovskitas tratadas a 700°C foi observado o desaparecimento destas bandas indicando a saída dos agentes orgânicos utilizados durante a síntese.

As curvas termogravimétricas dos materiais tratados termicamente a 300°C mostram uma quantidade razoável de perda de massa referente à desidratação na faixa de temperatura de 30 a 200°C e mostra ainda duas outras faixas de perda de massa, uma entre 200 a 400°C e outra entre 400 a 700°C, estas perdas referentes às decomposições dos precursores remanescentes do processo de síntese.

Os difratogramas de raios-X para as amostras tratadas a 300°C não apresentam picos de difração, indicando a ausência de fases cristalinas. A formação destas fases pode ser observadas no difratograma do material calcinado a 700°C (Figura 1). No difratograma de raios-X para a perovskita  $LaNiO_3$  é possível observar a formação de um pó altamente cristalino e com estrutura perovskita

monofásica. A fase perovskita foi identificada pelos seus picos principais a  $2\theta = 32.8^\circ$ ,  $47.3^\circ$  e  $58.7^\circ$ .

Para as perovskitas com substituição parcial do sítio A (La) por Ca ou Sr observa-se o aparecimento de fases secundárias, pois existem picos de difração além dos característicos da estrutura perovskita. O aparecimento de fases secundárias pode ser justificado pelas diferenças nos tamanhos dos raios iônicos, bem como devido a diferenças nos estados de oxidação dos cátions o que não possibilitou a substituição total do sítio A.

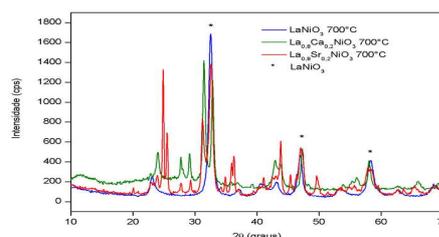


Figura 1. DRX dos catalisadores  $La_{1-x}M_xNiO_3$

### Conclusões

Os resultados de DRX mostraram que os materiais sintetizados e calcinados apresentaram a formação da fase perovskita, sendo que para os materiais dopados houve o aparecimento também de fases secundárias além da perovskita. Os espectros de infravermelho e a análise termogravimétrica, do material tratado termicamente, apresentaram uma quantidade de água adsorvida. Isto foi evidenciado, por uma perda significativa de massa na faixa de 40 a 200 °C e por bandas devido a grupos OH. Os resultados também mostraram que a calcinação à 700°C é suficiente para retirar os agentes precursores do material.

### Agradecimentos

Ao PIBIC/UFS, a FAIPTec/SE e ao CNPq.

<sup>1</sup> Xiong, C. S.; Wei, F.F.; Xiong, L. J. *J. Alloy. and Comp.* **2009**, 474, 318-320.

<sup>2</sup> Bouhemadou, A.; Khenata, R.; e Djabi, F. *Sol. Stat. Sci.* **2009**, 11, 556-561.

<sup>3</sup> Fernandes, J.D.G; Melo D.M.A; Zinner L.B. *Mat. Letters* **2002**, 53, 122-125.