

Síntese do Lisicon $\text{Li}_2\text{Ni}_2(\text{MoO}_4)_3$ com diferentes quantidades de amido

Marcelo M. Marques¹(PG)*, José Márcio Siqueira Júnior²(PQ), Katia Zaccur Leal¹(PQ), Eduardo A. Ponzio¹(PQ)

¹Departamento de Físico-química – IQ- Universidade Federal Fluminense - CEP 24020-150, Niterói, RJ.

²Departamento de Química Inorgânica – IQ- Universidade Federal Fluminense - CEP 24020-150, Niterói, RJ.

*marcelomarques19@hotmail.com

Palavras Chave: síntese, amido, Lisicon.

Introdução

As reações entre fases sólidas são basicamente reações de “superfície”, pode-se considerar que as mesmas têm início nos pontos de contato entre os componentes de uma mistura heterogênea, mistura esta, constituída pelos reagentes.

Para que tais reações prossigam, faz-se necessária a difusão de átomos das fases reagentes através da fase resultante, produto formado na região de interface entre os reagentes^[1]. Estes processos são dependentes da temperatura e, em condições normais, só apresentam uma velocidade apreciável em temperaturas muito altas.

O presente trabalho se propõe utilizar o amido na síntese do Lisicon $\text{Li}_2\text{Ni}_2(\text{MoO}_4)_3$ a fim de diminuir a temperatura e o tempo de síntese do composto, que segundo a literatura é de 1200°C e 12 horas^[2] respectivamente e, além disso, estudar a influência de diferentes quantidades de amido na síntese. O uso do amido deve-se, sobretudo ao valor de entalpia de combustão que o mesmo apresenta, em torno de -1300 KJ.mol⁻¹.

Resultados e Discussão

A síntese foi realizada dissolvendo-se em 10 mL de água: 1,00g de $\text{C}_4\text{H}_6\text{NiO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 0,31g de LiNO_3 , 1,06g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ e 0,5; 1,0; 2,0 e 3,0g de $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$. Em seguida a solução foi homogeneizada em ponteira ultrassônica com amplitude de 50% por 10 minutos com pulso de 15s a cada 50s, após esse tempo observou-se a formação de um gel que foi colocado para secagem em estufa à temperatura de 120°C por 1 h.

Posteriormente, a amostra seca foi levada a 300°C em mufla por 1 hora e após nova homogeneização foi levada para calcinação por cerca de 5 horas a 600°C. O produto final apresentou coloração amarela e foi caracterizada por difratometria de raios X (DRX), espectrometria Raman e análise química elementar (EDS).

Analisando a estrutura da fase obtida, a amostra pode ser indexada como $\text{Li}_2\text{Ni}_2(\text{MoO}_4)_3$ na forma ortorrômbica [grupo espacial: Pmcn (62)] (JCPDS Ref.#70-0452). É possível observar na figura 1 que com o aumento da quantidade de amido há um aumento da cristalinidade o que gera aumento da

intensidade e melhor definição dos picos de difração, devido ao crescimento do cristalito.

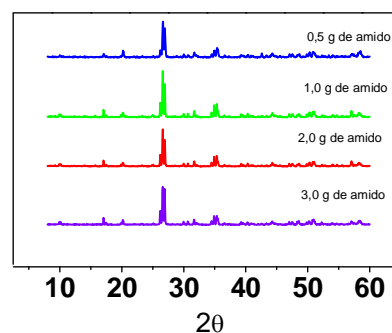


Figura 1: A) Difratograma de raios X dos géis calcinados a 600°C

A análise de Raman dos compostos mostrou as bandas características estão presentes, não havendo distinção significativa entre os mesmos. Por fim, a análise por EDS, revelou que independente da quantidade de amido que se coloque, ao final da reação resta apenas de 5 a 6% de carbono retido na estrutura do composto, o que comprova que o amido a altas temperaturas se decompõem, fazendo então com que as partículas do composto cresçam e como consequência disso formem cristais maiores e definidos.

Conclusões

O presente trabalho mostra uma maneira simples e viável de sintetizar o Lisicon $\text{Li}_2\text{Ni}_2(\text{MoO}_4)_3$, utilizando o amido como agente gerador de energia, fazendo com que a temperatura final da síntese e o tempo de calcinação fossem diminuídos consideravelmente. Comprovou-se também que a quantidade de amido é determinante na cristalinidade dos produtos formados.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Faperj (proc. E-26/110.173/2009), LDRX-UFF e Marcelo Monteiro Marques agradece a CAPES pela bolsa concedida.

¹ Rao, C.N.R., Gopalakrishnam, J., Acc.Chem.Res. **1987**, 20, 228.

² Prabaharam, S.R.S., et al., Solid State Ionics **2004**, 171, 157.