



# Pulberi nanometrice de $\text{LaCoO}_3$ obtinute prin metoda sol-gel



L.Predoana<sup>a</sup>, B.Malic<sup>b</sup>, D.Crisan<sup>a</sup>, N.Dragan<sup>a</sup>, J.M.Calderon Moreno<sup>a</sup>, M.Caldararu<sup>a</sup>, M.Zaharescu<sup>a</sup>  
<sup>a</sup> Institutul de Chimie Fizica "Ilie Murgulescu" al Academiei Romane, 202 Splaiul Independentei, 060021 Bucuresti  
<sup>b</sup> Institutul Jozef Stefan, 39 Jamova, 1001 Ljubljana, Slovenia

**INTRODUCERE:** Oxizii micști tip perovskit cu formula generală  $\text{ABO}_3$  pot fi considerati materiale strategice datorită proprietăților magnetice, electrice și catalitice pe care le prezintă. Compusul  $\text{LaCoO}_3$  face parte din această clasă de materiale prezentând proprietati electrice și catalitice interesante, datorită unei conductivități electronice și ionice ridicate.

**SCOPUL LUCRARI:** obținerea de pulberi nanometrice de  $\text{LaCoO}_3$  cu structura de perovskit folosind metoda sol-gel, ruta apoasă, pornind de la precursori diferiti cum ar fi azotații sau acetatii corespunzatori.

## EXPERIMENTAL

### Prepararea probelor:

Precursori: azotatii  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} : \text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 1:1$  – proba N1  
acetatii  $\text{La}(\text{CH}_3\text{COO})_3 : \text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 1:1$  – proba A1  
Acid citric :  $\Sigma$ precursori = 1:1

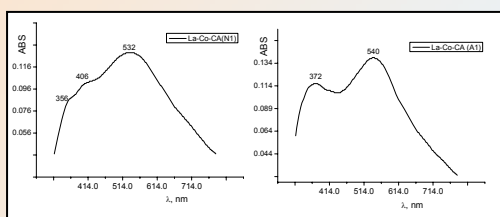
### Formarea gelului:

Omogenizare 3 h temperatura camerei  
Gelifiere la  $80^\circ\text{C}$  dupa 36 h

## RESULTATE SI DISCUTII

### Caracterizarea gelului

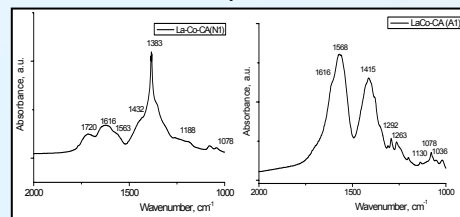
#### Spectre UV-VIS



#### Atribuirea benzilor UV-VIS

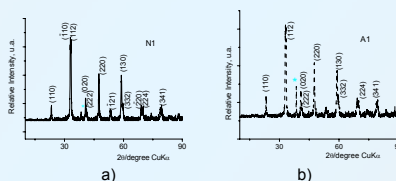
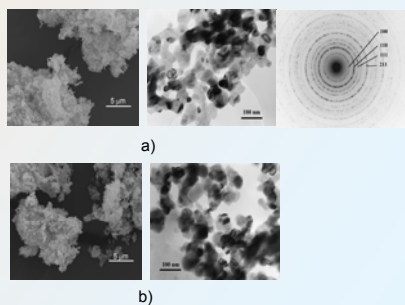
Proba	Banda	Atribuirea
N1	406 nm	${}^4T_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}(P)$
	532 nm	Splitting
A1	372 nm	${}^4T_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}(P)$
	540 nm	Splitting

#### Spectre IR

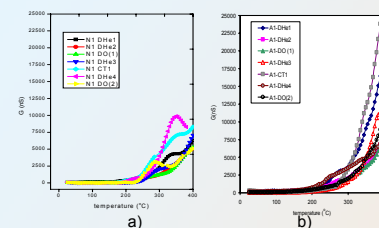


- ✓ Metoda de preparare utilizata conduce la obtinerea unor geluri amorphe in care:
  - ionii  $\text{Co}^{2+}$  se gaseste in coordonare octaedrica.
  - gruparilor carbonil sunt ionizate indicand formarea unui complex polinuclear gelic.

### Caracterizarea pulberilor



Difractogramele probelor tratate termic la  $600^\circ\text{C}$ -6h, (a) proba N1 si (b) proba A1; \* Al suportul



Dependenta de temperatură a conductanței G în timpul încălzirii în diferite gaze: (a) proba N1 si (b) proba A1

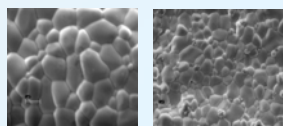
Imaginile SEM și TEM pentru probele tratate termic la  $600^\circ\text{C}$ , (a) proba N1, (b) proba A1

- ✓ Se formeaza agregate poroase cu cristalite de 50-70 nm.
- ✓ Prin SAED și XRD s-a determinat formarea compusul  $\text{LaCoO}_3$  cu structura perovskit.
- ✓ Ambele probe sunt semiconductori de tip n.
- ✓ Conductanta probei A1 este cu mult mai mare decat a probei N1, atribuita unei suprafete specifice mai mari.

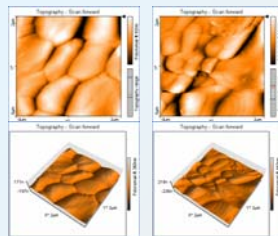
#### Suprafata specifica BET

Proba	BET ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
$\text{LaCoO}_3$ (N1)	8.82
$\text{LaCoO}_3$ (A1)	13.30

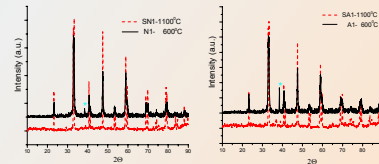
### Caracterizarea ceramicii sinterizate



SN1 SA1  
Imaginile SEM ale probelor sinterizate la  $1100^\circ\text{C}$



SN1 SA1  
Imaginile AFM ale probelor sinterizate la  $1100^\circ\text{C}$



Difractogramele pulberii de  $\text{LaCoO}_3$  și pastila sinterizata la  $1100^\circ\text{C}$  preparata din azotati (N1) și din acetati (A1)

- ✓ Se poate observa efectul precursorului asupra dimensiunii particulei și porozității, particule mai mici cu porozitate ridicată se obțin în cazul pastilelor obținute din pulbere A1 față de N1.
- ✓ Rezultatele AFM confirmă rezultatele SEM.
- ✓ În cazul probelor sinterizate se observă aceeași structură perovskit.

## CONCLUZII

- ✓ S-au obținut pulberi nanometrice de  $\text{LaCoO}_3$  cu structura de perovskit folosind metoda sol-gel, ruta apoasă, pornind de la precursori diferiti cum ar fi azotații sau acetatii corespunzatori.
- ✓ La  $600^\circ\text{C}$  s-a obținut pulbere pură de  $\text{LaCoO}_3$  cu structura perovskit, această temperatură fiind mai scăzută în comparație cu datele menționate în literatură.
- ✓ Pulberile prezintă o structură asemănătoare dar cu morfologii diferite.
- ✓ Sinterizarea s-a realizat în domeniul de temperatură cuprins între  $800$ - $1200^\circ\text{C}$  cu palier 2h, ceramica densă obținându-se începând cu  $1000^\circ\text{C}$ .
- ✓ Pulberea obținută din acetati prezintă o tendință la sinterizare mai scăzută și o morfologie mai puțin omogenă.
- ✓ Folosind pulbere de  $\text{LaCoO}_3$  obținută din azotati s-au obținut cele mai bune rezultate.