

TP 3

Préparation par la méthode citrate d'un oxyde mixte dopé de type pérovskite SrCeO_3 .

Les pérovskites de formule générale ABO_3 et leurs dérivés trouvent plusieurs applications dans divers domaines. Par exemple, ils ont été utilisés comme matériaux de cathodes électro-catalyseurs pour les piles à combustible (Solide Oxide Fuel Cell ; SOFC). Ce sont aussi de bons catalyseurs hétérogènes pour la combustion (oxydation) des hydrocarbures et dans plusieurs réactions de synthèse en chimie organique et aussi dans des applications environnementales comme dans la dégradation des colorants polluants. La substitution partielle (dopage) dans le site A et /ou dans le site B est pour améliorer leurs performances dans ces divers domaines d'application. L'oxyde de pérovskite SrCeO_3 a attiré une attention considérable au cours des deux dernières décennies. Il est bien connu que les oxydes SrCeO_3 dopés présentent une conductivité protonique à haute température dans une atmosphère contenant de l'hydrogène.

La méthode de préparation influe, certainement, sur plusieurs caractéristiques du matériau désiré comme l'homogénéité, la morphologie et la surface spécifique et en conséquence les performances sont aussi affectées.

Dans ce TP, on propose à élaborer une série des pérovskites du composé parent SrCeO_3 en substituant partiellement le Sr par le sodium, Na, est une substitution aliovalente pour avoir la composition générale $\text{Sr}_{1-x}\text{Na}_x\text{CeO}_3$ avec $x = 0 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3$. Pour la préparation, nous voulons utiliser l'une de la méthode sol-gel, la méthode citrate.

Les réactifs : $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$, l'acide citrique NH_4OH , HNO_3 .

(Regardez les notices sur les flacons pour prendre les bonnes formules)

Procédure

La quantité de la pérovskite désirée est de **2 g**. On dissout, dans l'eau distillée, les nitrates des cations pour obtenir une solution homogène et transparente, puis, on ajuste le pH à 3,5 par HNO_3 et NH_4OH dilués. L'acide citrique AC (dissous dans l'eau distillée et son pH ajusté aussi à 3,5) est ajouté avec un rapport molaire $\text{AC}/(\text{cations}) = 2/1$ sous agitation modérée. Le nouveau mélange est chauffé à 80°C pendant une heure avec agitation modérée. On peut suivre cette étape par l'ajout de l'éthylène glycol. A la fin, on abaisse la vitesse d'agitation et on laisse le mélange à une température autour de 90°C pour avoir le gel puis à environ 120°C pour éliminer la majorité du solvant. Le gel semi rigide obtenu sera traité à hautes températures à 500°C et 800°C pendant 2 heures pour avoir le produit final.

Le premier groupe prépare les deux premières compositions $x = 0$ et $x = 0,1$.

Le deuxième groupe prépare les deux autres $x = 0,2$ et $x = 0,3$.

Questions

- 1- Faire les calculs nécessaires pour chaque composition.
- 2- Quel est le rôle de l'AC et l'EG s'il est ajouté ?
- 3- Etablir un organigramme qui résume les étapes d'élaboration.
- 4- Calculer le rendement de la réaction en comparant avec la méthode de co-précipitation!
- 5- Citer les avantages et les inconvénients de cette méthode