

SÍNTESE DE LaPO_4 , CePO_4 e NdPO_4 PARA UTILIZAÇÃO COMO PADRÕES EM LA-ICPMS

Lorena Guering A. de Melo¹, Sandra Andrade², Lucelene Martins³,

¹ Instituto de Geociências – Universidade de São Paulo, e-mail: lorena.melo@usp.br;

² Instituto de Geociências – Universidade de São Paulo, e-mail: sandrade@usp.br;

³ Instituto de Geociências – Universidade de São Paulo, e-mail: lucemart@usp.br.

A técnica de *laser ablation* acoplada à espectrometria de massa (LA-ICPMS) tem sido amplamente utilizada nas determinações das composições químicas pontuais de diversos minerais. Para a obtenção de dados confiáveis é necessário utilizar padrão de composição bem conhecida, homogêneo e em quantidade suficiente que garanta sua utilização por um longo tempo. Neste trabalho buscamos contribuir com a síntese de fosfatos de terras raras para uso no LA-ICPMS e outros laboratórios de microanálise do Núcleo de Apoio à Pesquisa (NAP) Geoanalítica do Instituto de Geociências (IGc)-USP. Assim foi realizada a síntese do LaPO_4 , CePO_4 e NdPO_4 .

Para a obtenção do material sintético foi adotada metodologia já considerada na literatura (Cherniak et al, 2004; *American Mineralogist*, 89(10): 1533-1539), porém com algumas adaptações necessárias ao uso do Laboratório de Química do NAP Geoanalítica (material inicial, menores tempos de resfriamento e fusão e tempos de secagem variável de acordo com a umidade do composto microcristalino). As sínteses foram subdivididas em três procedimentos: (1) síntese do fosfato microcristalino a partir de nitratos hidratados [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] e óxido [Nd_2O_3] dissolvidos em água destilada e HNO_3 ; (2) fusão pelo fluxo de uma mistura de $\text{MoO}_3 \cdot \text{Li}_2\text{CO}_3$ ou Na_2CO_3 ; (3) dissolução em meio básico com água destilada e NaOH para obtenção dos cristais finais.

Os cristais obtidos apresentaram textura lamelar fina, de fácil quebra, hábito prismático e dimensões sub a milimétricas. Os cristais de LaPO_4 foram os de menor dimensão, enquanto os de CePO_4 e o NdPO_4 apresentaram tamanhos similares. Cada fosfato apresentou determinada cor: (1) LaPO_4 incolor; (2) CePO_4 amarelo claro e (3) NdPO_4 lilás. Os cristais apresentaram faces regulares e leve zoneamento para as bordas (imagens de elétrons retroespalhados), não confirmada e análises químicas semi-quantitativas. Todos os cristais apresentaram pequenas inclusões. Mesmo com as adaptações necessárias, foram obtidos resultados satisfatórios, uma vez que os fosfatos sintetizados atingiram até 1,5mm. Apesar da textura lamelar fina, os cristais são bastante similares, inclusive na cor, aos grãos obtidos no trabalho de referência. Acredita-se que a hábito lamelar fino e o comportamento quebradiço dos grãos seja devido às adaptações realizadas em relação à metodologia original, de aumento e diminuição da temperatura na etapa de fusão do composto microcristalino. Essas diferenças devem ser melhor analisadas e compreendidas em etapas futuras do trabalho.

Apoio: Núcleo de Apoio à Pesquisa Geoanalítica – Universidade de São Paulo

Palavras-chave: fosfato, terras raras, síntese, LA-ICPMS