

ESTABILIDAD TÉRMICA DE $\text{LaPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ SINTETIZADO POR PRECIPITACIÓN

Mendoza Joana¹, Pierini Beatriz² y Alconchel Silvia³

^{1,2,3}Química Inorgánica II, Departamento de Química, Universidad Nacional del Litoral, Facultad de Ingeniería Química, Santiago del Estero 2829, Santa Fe S3000AOM, Argentina

salconchel@fiq.unl.edu.ar

INTRODUCCIÓN

- Los ortofosfatos de tierras raras integran una gran familia de compuestos con aplicación en diversos materiales luminiscentes y como posibles medios de disposición de desechos nucleares.
- La variante *rabdozano* se destaca como fase precursora de nanoestructuras *monacita*. Un entorno acuoso y tratamientos a baja temperatura son esenciales para su formación, tal como se confirmó en un trabajo previo. Asimismo un grado de hidratación variable ($n\text{H}_2\text{O}$) puede dar origen a diferentes estructuras *rabdozano* [2, 3], las cuales anteceden a la transformación hacia la fase *monacita*.
- Como parte de un estudio de síntesis y luminiscencia de nanoestructuras de LaPO_4 *monacita* dopadas con Eu^{3+} , en este trabajo se extiende la preparación previa de $\text{LaPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ por precipitación, incluyendo tratamientos térmicos en mufla a diferentes temperaturas.

MATERIALES Y MÉTODOS

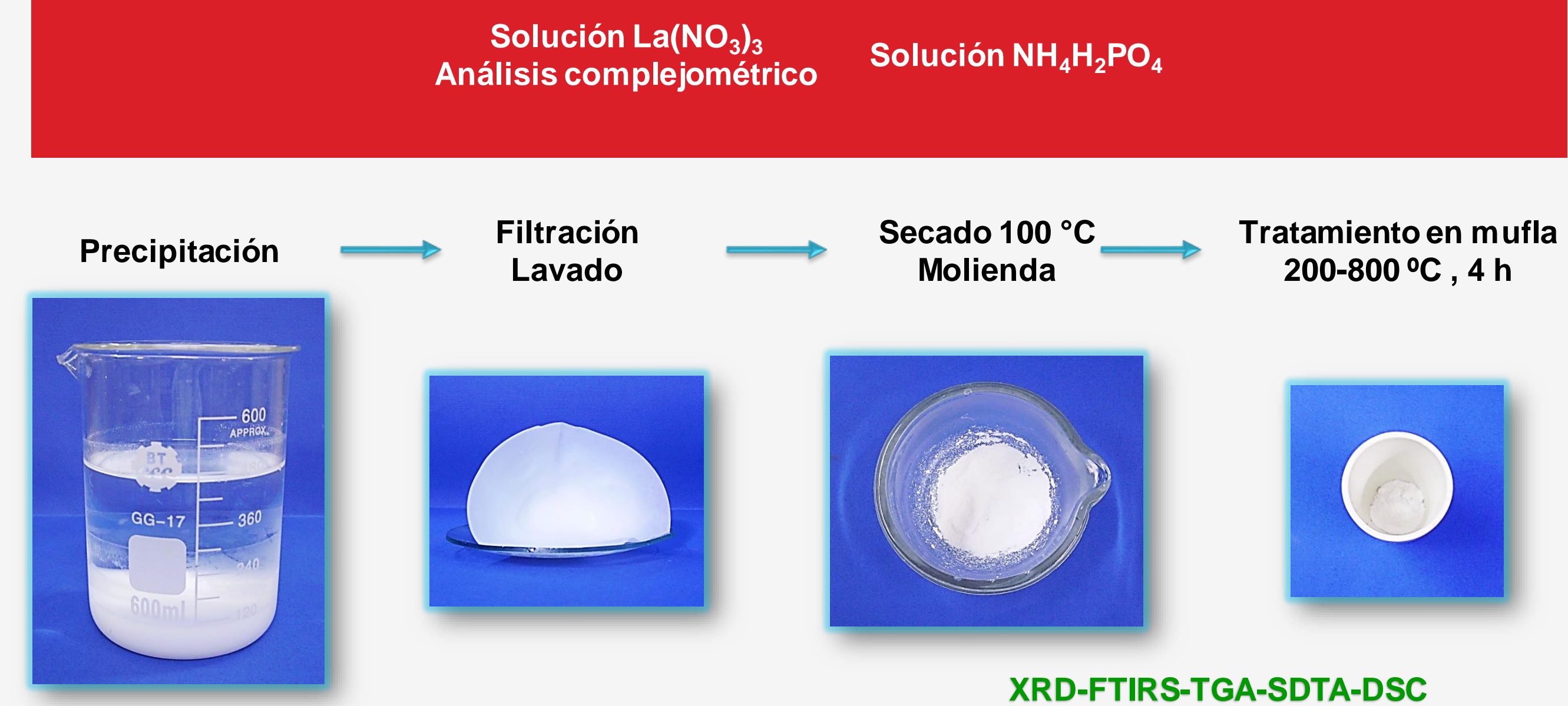


Figura 1 Esquema representativo de la síntesis y caracterización de ortofosfato de lantano. XRD: difracción de rayos X; FTIRS: espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier; TGA: análisis termogravimétrico; SDTA: análisis térmico diferencial simulado; DSC: calorimetría de barrido diferencial.

RESULTADOS

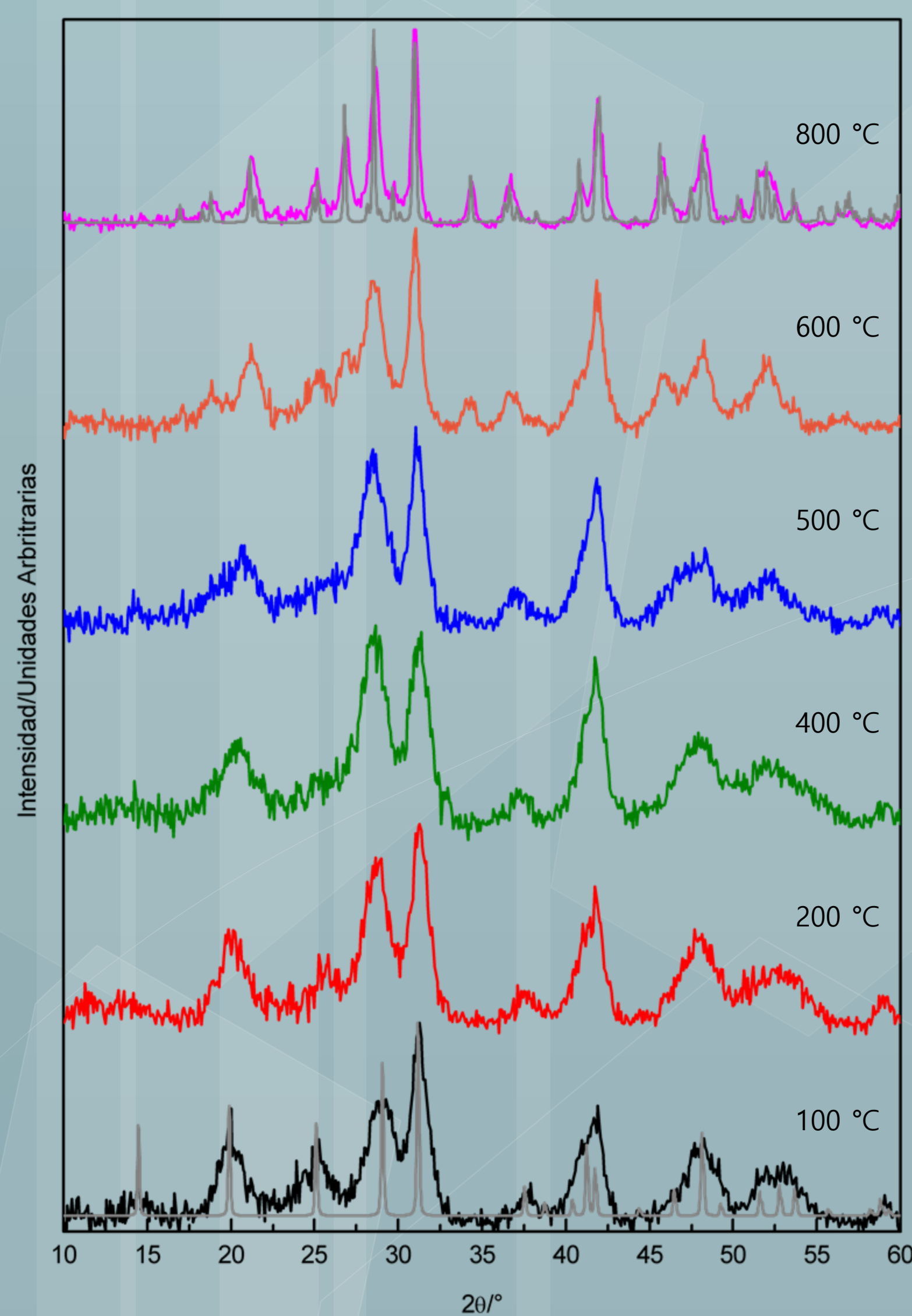


Figura 2: Diagramas XRD de ortofosfato de lantano tratado a diferentes temperaturas. Línea gris: PDF 46-1439 hemidrato hexagonal inferior; PDF 32-0493 anhidro monoclinico superior.

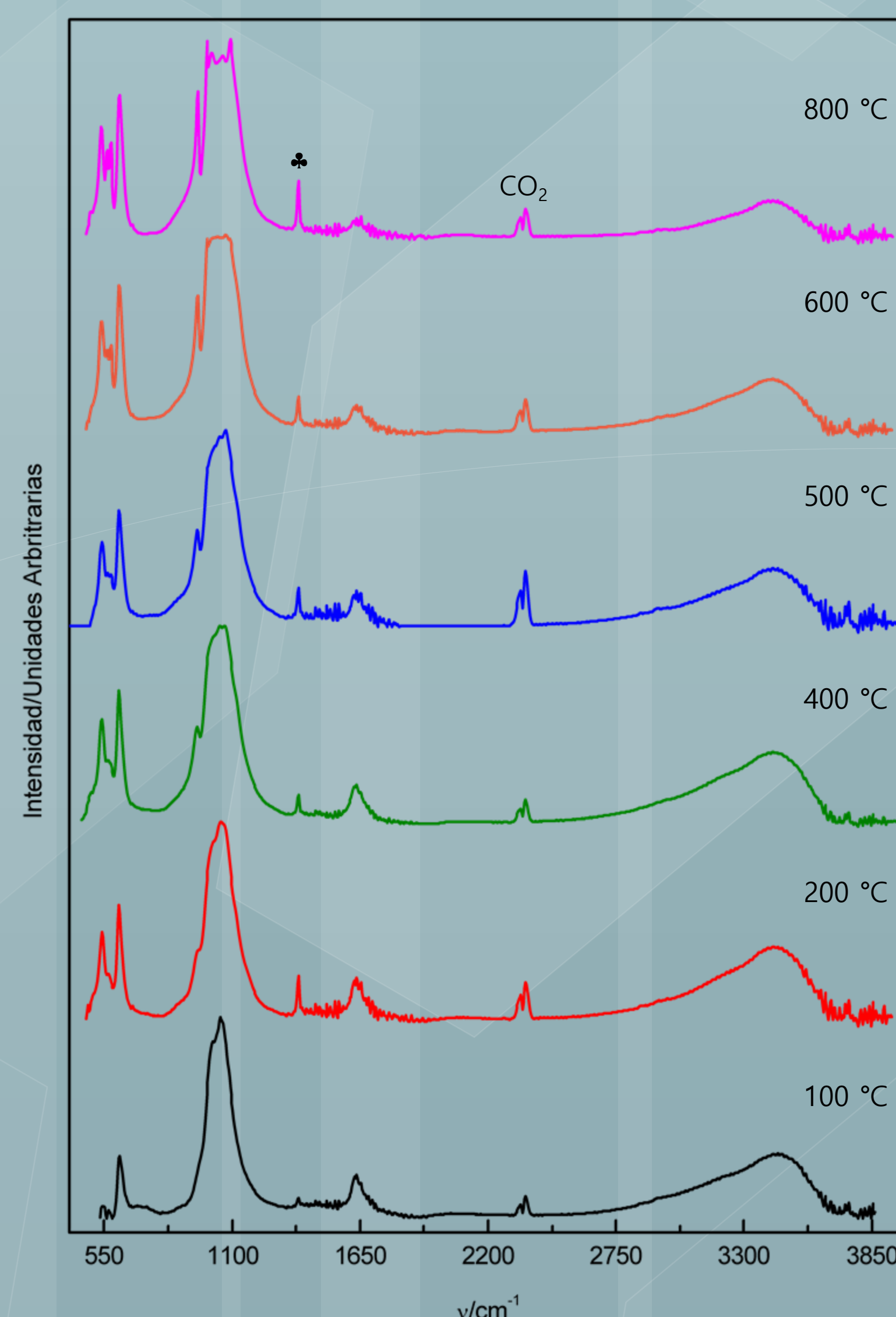


Figura 3: Espectros FTIR de ortofosfato de lantano tratado a diferentes temperaturas..

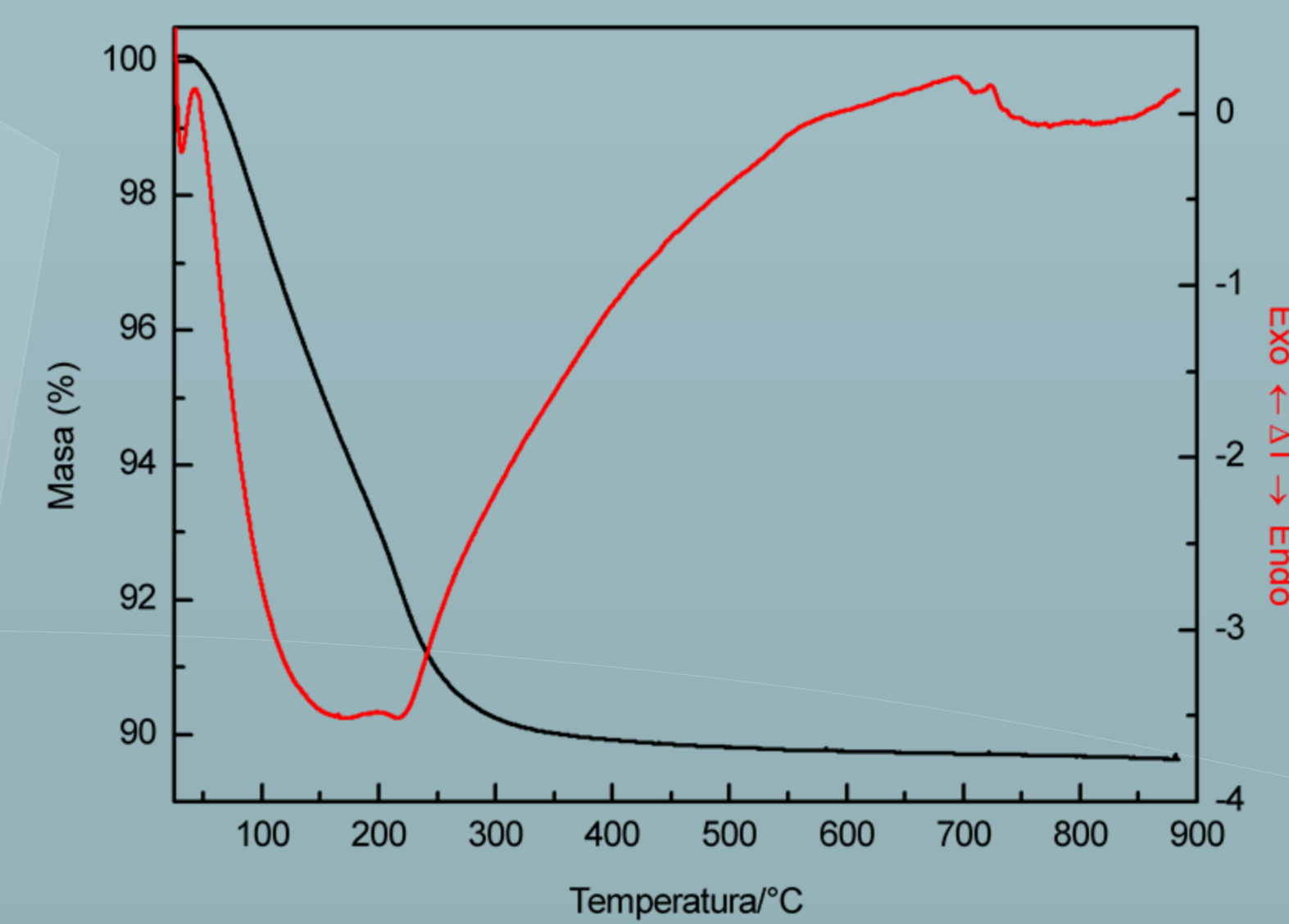


Figura 4: Perfiles TGA/SDTA de ortofosfato de lantano tratado a 100 °C.

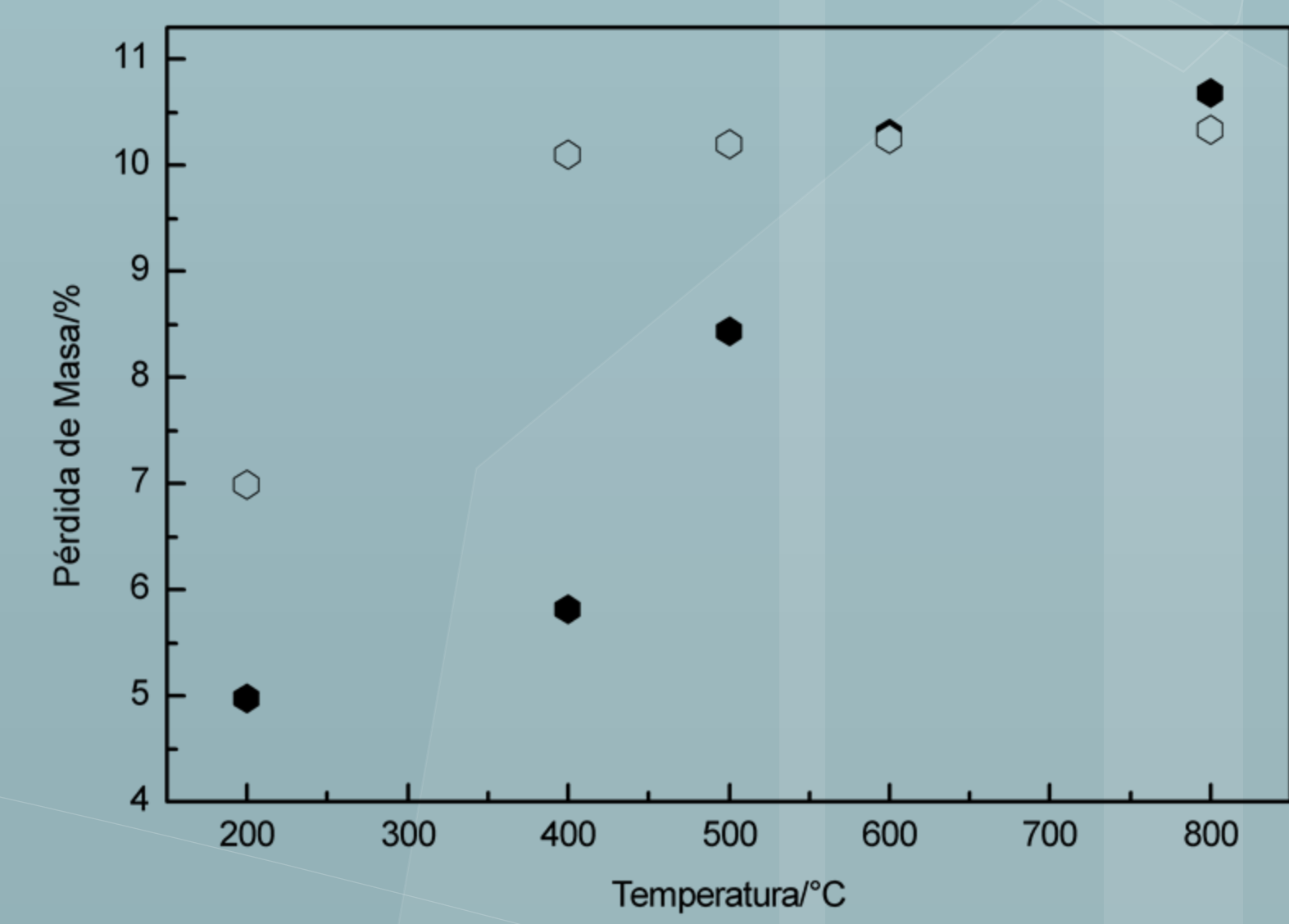


Figura 5: Pérdida de masa de ortofosfato de lantano en función de la temperatura de tratamiento en mufla (símbolo lleno) y según el perfil TGA (símbolo vacío).

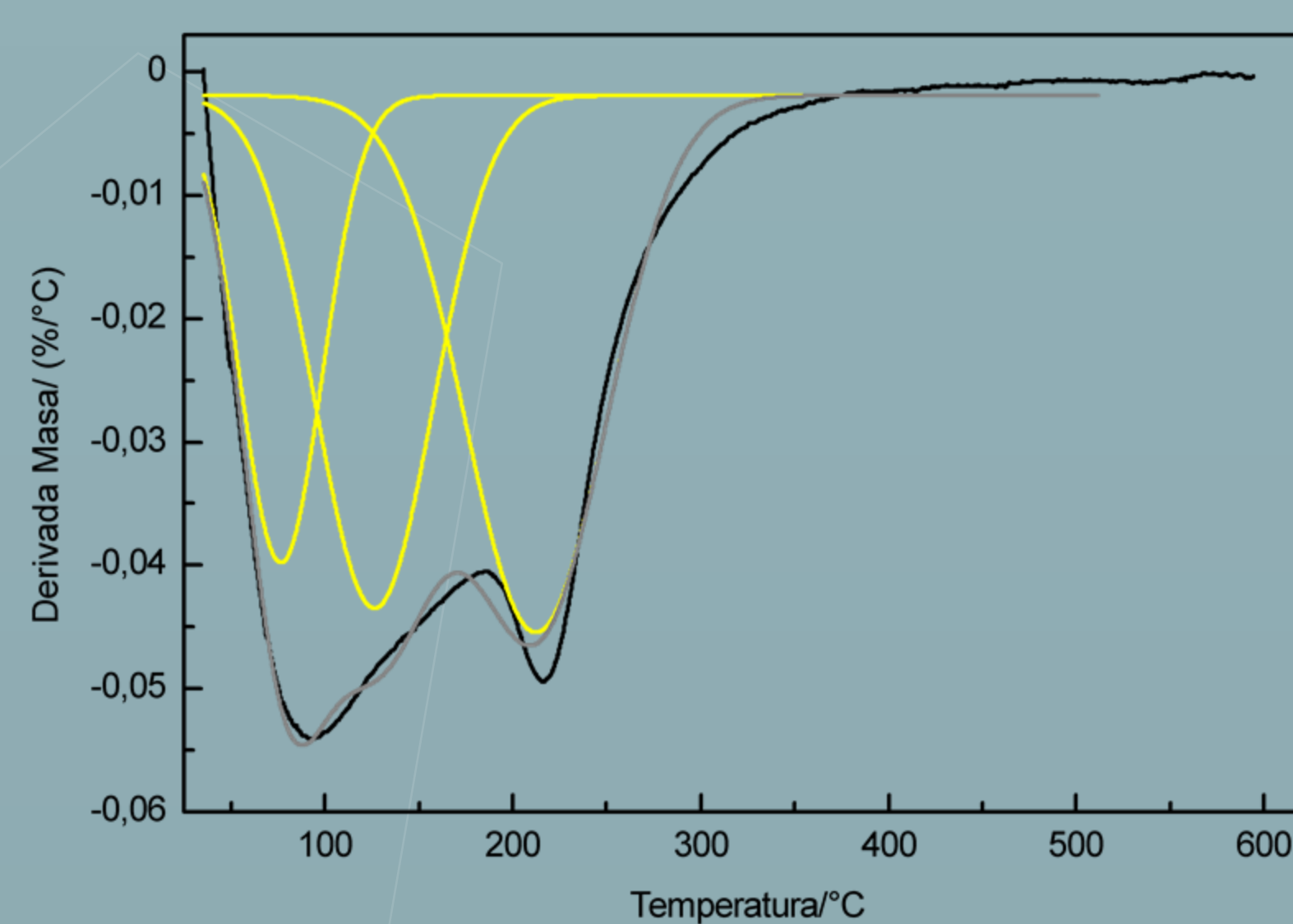


Figura 6: Perfil DTGA de ortofosfato de lantano tratado a 100 °C.

Pico 1: 77 °C, 2,07 %
Pico 2: 126 °C, 3,25 %
Pico 3: 212 °C, 4,10 %
PM total: 9,42 %
"n_t = 1,3"

$$n = \frac{(\text{PM \%}/100)M_{\text{LaPO}_4}}{(1-\text{PM \%}/100)M_{\text{H}_2\text{O}}}$$

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

- El análisis por XRD (Fig. 2) indicó que la estructura *rabdozano*, identificada en el precipitado seco, se retiene hasta 500 °C. La transformación hacia la fase *monacita* se detectó en el rango de 600-800 °C.
- Los espectros FTIR (Fig. 3) presentaron las bandas típicas del agua (~3450-3200 cm^{-1} ; ~1640 cm^{-1}) y de los grupos PO_4^{3-} (~1030 cm^{-1} ; ~570 cm^{-1}). Los cambios de estas bandas con el aumento de la temperatura fueron consistentes con la transformación antes citada. La banda a ~1380 cm^{-1} podría indicar la presencia de grupos NO_3^- .
- La deshidratación de $\text{LaPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ("n > 1") se produjo en al menos tres etapas endotérmicas (Figs. 4, 6 y 7). El proceso estaría correlacionado con la secuencia propuesta por Mesbah et al. [2, 3], en cuanto al rango de temperaturas e incluyendo la eliminación de agua superficial. La pérdida de masa se estabilizó a distintas temperaturas conforme al tipo de experimento (mufla/TGA, Fig. 5). La transformación irreversible *rabdozano* → *monacita* se asoció al pico SDTA exotérmico observado a 724 °C (Fig. 4). La señal DSC aguda a 164 °C podría estar relacionada a la presencia de NO_3^- [4], de confirmarse los resultados FTIR.
- Se prevé avanzar en el análisis estructural y térmico de toda la serie de muestras preparadas.

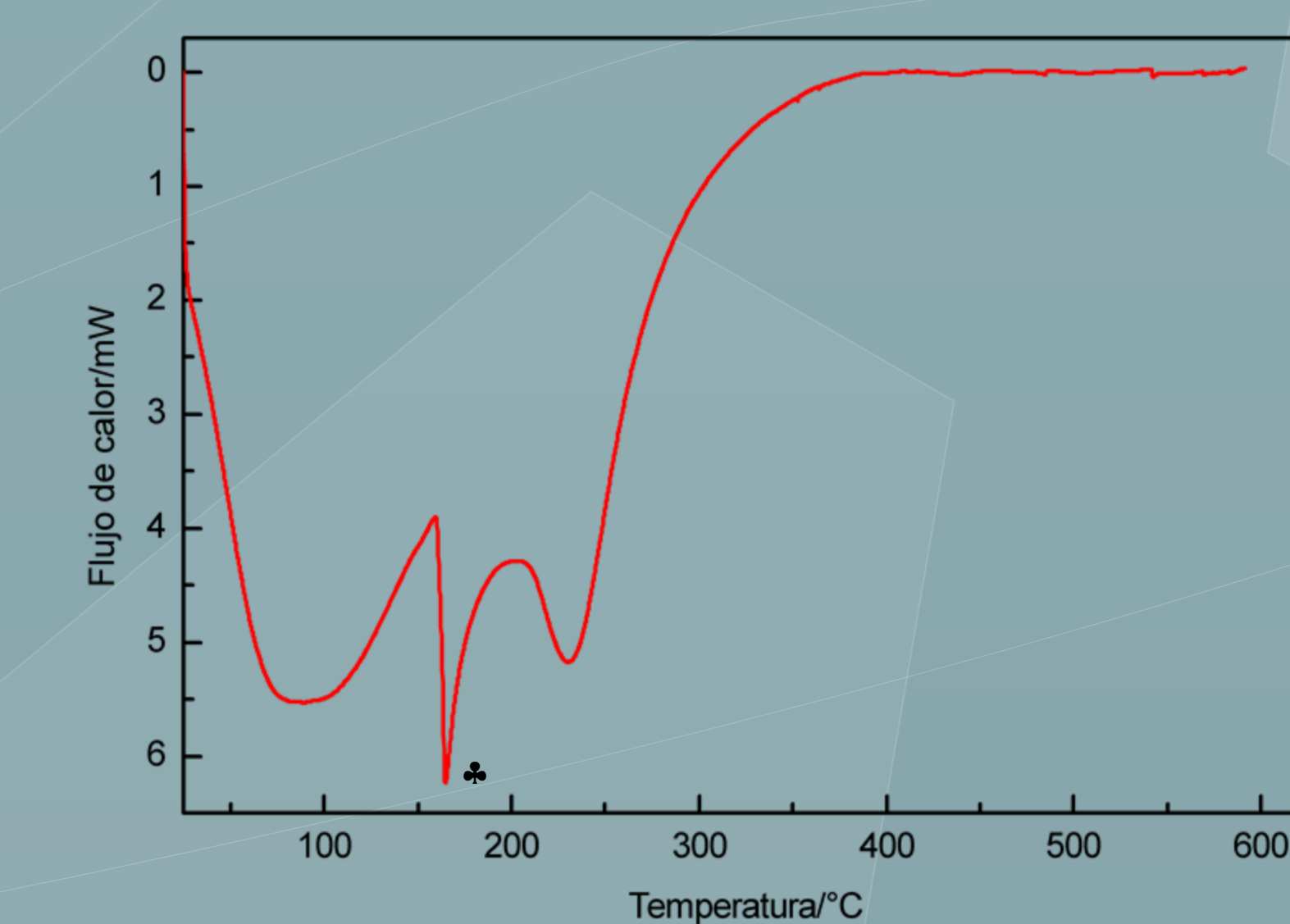
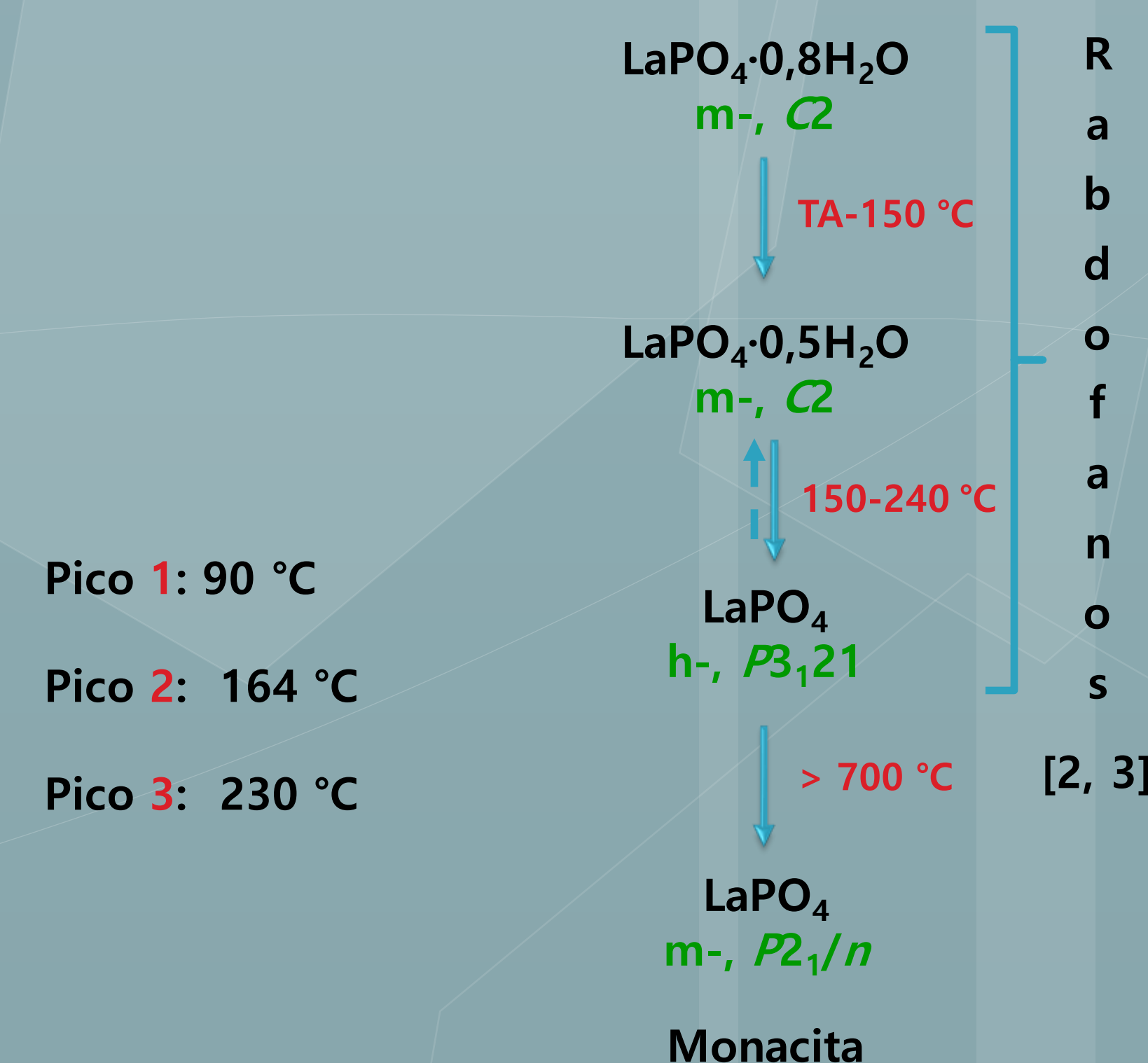


Figura 7: Perfil DSC de ortofosfato de lantano tratado a 100 °C.



AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue financiado por la Universidad Nacional del Litoral, en el marco del proyecto C.A.I.+D 2016 PE-50220150100013LI.

REFERENCIAS

- [1] Mendoza, J., XIII EJI de la UNL, 2019, Ciencias Exactas, Química.
[2] Mesbah, A., *Cryst. Grow Des.*, 2014, 14, 5090-5098.
[3] Mesbah, A., *J.Solid State Chem.*, 2017, 249, 221-227.
[4] Colomer, M., *Ceram. Int.*, 2015, 41, 8080-8092.