



**XVAACr**

Reunión Anual de Cristalografía

# **Libro de Resúmenes**

XV Reunión Anual de la Asociación  
Argentina de Cristalografía

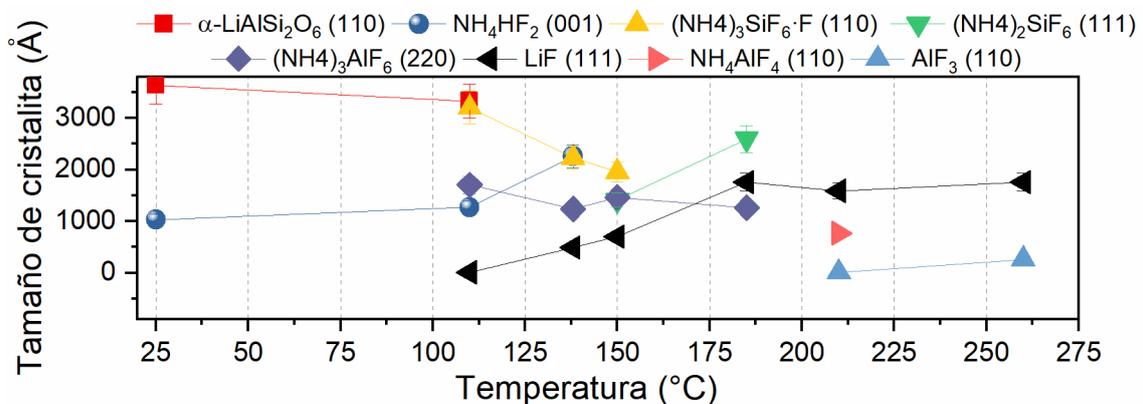
**BARILOCHE – 2019**

**P41 - ESTUDIO DE LA REACCIÓN DE  $\alpha$ -LiAlSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub> CON NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub> POR DRX**A. C. J. Resentera<sup>1</sup>; G. D. Rosales<sup>1\*</sup>; M. H. Rodríguez<sup>1</sup>; M. R. Esquivel<sup>2,3</sup><sup>1</sup> Laboratorio de Metalurgia Extractiva y Síntesis de Materiales (MESiMat), Instituto Interdisciplinario de Ciencias Básicas, ICB-FCEN-UNCuyo-CONICET, Padre Contreras 1300, CP 5500, Mendoza.<sup>2</sup> Centro Atómico Bariloche (CNEA, CONICET), Instituto Balseiro (UNCuyo, CNEA), Av. Bustillo 9500, (R8402AGP) S.C. de Bariloche, Río Negro, Argentina<sup>3</sup> Universidad Nacional del Comahue (UNCo-Bariloche), Quintral 1250, CP 8400, Bariloche, Argentina.\* [gd\\_rosales@hotmail.com](mailto:gd_rosales@hotmail.com)

En este trabajo se presentan los resultados del análisis de los productos generados por la reacción entre  $\alpha$ -LiAlSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub> y NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub> ( $\alpha$ -E y BiF, respectivamente) desde 25 hasta 260°C, mediante difracción de rayos X (DRX). Las mezclas  $\alpha$ -E:BiF fueron preparadas a una relación 3:15 (m:m), respectivamente. En cada ensayo, al llegar a la temperatura de trabajo, el sistema se mantuvo isotérmico durante 1 hora y luego, se enfrió hasta 25°C. Mediante DRX, se identificaron las fases obtenidas y sus parámetros estructurales y microestructurales usando un difractómetro PAN'alytical Empyrean, operado a 40 kV y 30 mA.

Durante el proceso propuesto se producen múltiples reacciones en un acotado rango de temperaturas. La reacción de fluoración comienza a los 78 y finaliza a 133°C, produciendo LiF, (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SiF<sub>6</sub>·F, (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>, NH<sub>3(g)</sub> y H<sub>2</sub>O<sub>(g)</sub>. A temperaturas mayores de los 150°C, el (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SiF<sub>6</sub>·F se transforma a (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>. Finalmente, entre 190 y 260°C el (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub> sublima y el (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub> se descompone en dos etapas formando NH<sub>4</sub>AlF<sub>4</sub> y, luego, AlF<sub>3</sub>.

En la Figura 1 se presentan los resultados de la variación del tamaño de cristalita (*D*) en función de la temperatura para todos los compuestos cristalinos que intervienen en el proceso. A 110°C, el *D* del  $\alpha$ -LiAlSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub> disminuye levemente como consecuencia del comienzo de la reacción de fluoración. Luego de esta temperatura,  $\alpha$ -E no es detectado, de acuerdo a límite de resolución de la técnica utilizada. Para NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub>, *D* muestra un crecimiento continuo hasta los 138°C, debido a que cerca de su punto de fusión se acelerarían los procesos difusivos entre los iones, eliminando las fronteras entre dominios cristalinos. Además estos procesos, explicarían los elevados desarrollos cristalinos de los productos (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub> y (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SiF<sub>6</sub>·F. Para el (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SiF<sub>6</sub>·F, *D* disminuye al aumentar la temperatura, como consecuencia de su transformación a (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>. Las fases (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub> y (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub> presentan un aumento progresivo de *D* respecto de los valores observados a 150°C. A 210°C, el valor de *D* para el NH<sub>4</sub>AlF<sub>4</sub> es menor que el correspondiente al de la fase que proviene. Éste último fenómeno, se repite a los 260°C para la formación AlF<sub>3</sub>. El LiF obtenido a los 110°C posee un bajo *D* ya que su desarrollo cristalino no se encontraría favorecido por los procesos difusivos. Finalmente, el análisis antes descrito muestra la relevancia que tiene la técnica de DRX para el estudio y seguimiento de reacciones en sistemas multifásicos complejos.

**Figura 1:** Efecto de la temperatura sobre el tamaño de cristalita.

Palabras clave: Fluoración; Análisis microestructural; DRX.