

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 α -LiAlSi₂O₆ CON NH₄HF₂ POR DRXA. C. J. Resentera¹; G. D. Rosales^{1*}; M. H. Rodríguez¹; M. R. Esquivel^{2,3}¹ Laboratorio de Metalurgia Extractiva y Síntesis de Materiales (MESiMat), Instituto Interdisciplinario de Ciencias Básicas, ICB-FCEN-UNCuyo-CONICET, Padre Contreras 1300, CP 5500, Mendoza.² Centro Atómico Bariloche (CNEA, CONICET), Instituto Balseiro (UNCuyo, CNEA), Av. Bustillo 9500, (R8402AGP) S.C. de Bariloche, Río Negro, Argentina³ Universidad Nacional del Comahue (UNCo-Bariloche), Quintral 1250, CP 8400, Bariloche, Argentina.* gd_rosales@hotmail.com

En este trabajo se presentan los resultados del análisis de los productos generados por la reacción entre α -LiAlSi₂O₆ y NH₄HF₂ (α -E y BiF, respectivamente) desde 25 hasta 260°C, mediante difracción de rayos X (DRX). Las mezclas α -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, (NH₄)₃SiF₆·F, (NH₄)₃AlF₆, NH_{3(g)} y H₂O_(g). A temperaturas mayores de los 150°C, el (NH₄)₃SiF₆·F se transforma a (NH₄)₂SiF₆. Finalmente, entre 190 y 260°C el (NH₄)₂SiF₆ sublima y el (NH₄)₃AlF₆ se descompone en dos etapas formando NH₄AlF₄ y, luego, AlF₃.

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 α -LiAlSi₂O₆ disminuye levemente como consecuencia del comienzo de la reacción de fluoración. Luego de esta temperatura, α -E no es detectado, de acuerdo a límite de resolución de la técnica utilizada. Para NH₄HF₂, *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 (NH₄)₃AlF₆ y (NH₄)₃SiF₆·F. Para el (NH₄)₃SiF₆·F, *D* disminuye al aumentar la temperatura, como consecuencia de su transformación a (NH₄)₂SiF₆. Las fases (NH₄)₂SiF₆ y (NH₄)₃AlF₆ presentan un aumento progresivo de *D* respecto de los valores observados a 150°C. A 210°C, el valor de *D* para el NH₄AlF₄ es menor que el correspondiente al de la fase que proviene. Éste último fenómeno, se repite a los 260°C para la formación AlF₃. 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.

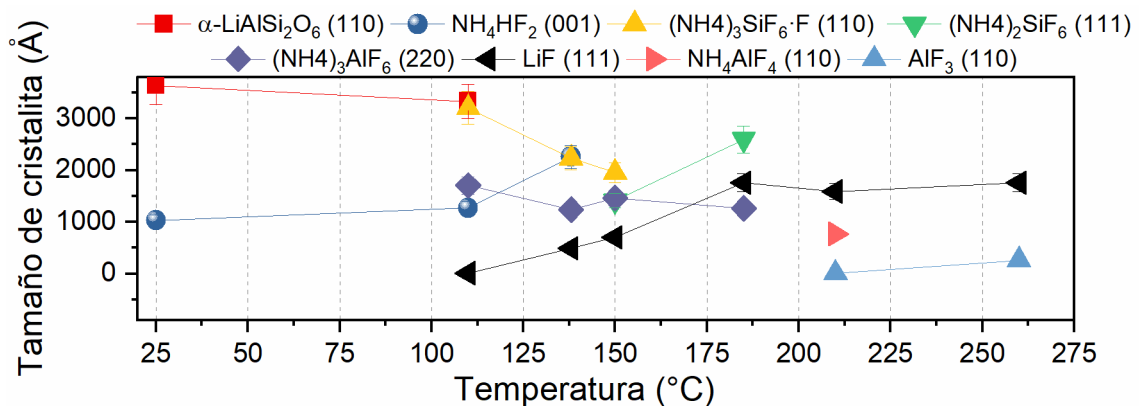


Figura 1: Efecto de la temperatura sobre el tamaño de cristalita.

Palabras clave: Fluoración; Análisis microestructural; DRX.