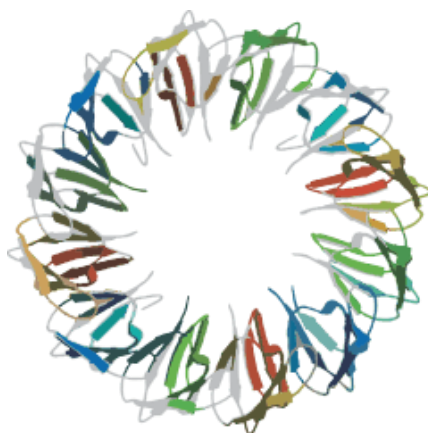


LIBRO DE RESÚMENES – PROGRAMAS



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía 1 - 3 de Noviembre de 2023 - Mar del Plata

XI Taller de la Asociación Argentina de Cristalografía

Aplicaciones de técnicas de difracción para análisis texturales y de tensiones en materiales
31 de Octubre de 2023 - Mar del Plata

XIV Escuela de la Asociación Argentina de Cristalografía

Técnicas neutrónicas y de rayos-X aplicadas al estudio de materia blanda y nanomateriales
6 - 10 de Noviembre de 2023 - Mar del Plata

Organizan:



Auspician:



FUNDACIÓN
JOSÉ A. BALSEIRO





Asociación Argentina de Cristalografía

Comisión Directiva

Presidente:	Dr. Sebastián Klinke
Vice-presidente:	Dr. Carlos A. López
Secretario:	Dr. Martín E. Saleta
Secretaria segunda:	Dra. Clarisa E. Álvarez
Tesorera:	Ing. Marta M. Dailoff
Pro-tesorera:	Dra. Valeria C. Fuertes
Vocales titulares:	Dr. Pablo M. Botta
	Lic. Susana Conconi
	Ing. María A. Miranda
	Dra. Vanina G. Franco
Vocales suplentes:	Dra. María C. Bernini
	Dr. Félix M. Ferroni

INDICE DE RESÚMENES – XVIII Reunión Anual y XI Taller de la AACr

Conferencias Plenarias

REPENSANDO EL ROL DE LA CRISTALOGRAFÍA MACROMOLECULAR EN TIEMPOS DE ALPHAFOLD, Javier González	1
APORTES ARQUEOMÉTRICOS PARA EL ESTUDIO SOCIEDADES PREHISPÁNICAS. EXPERIENCIAS EN ANTOFAGASTA DE LA SIERRA Y EL VALLE EL BOLSON (PROV. CATAMARCA), Verónica Puente.....	2
USE OF XRD TOOLS IN THE DEVELOPMENT OF POLYMER BASED BIO NANOCOMPOSITES, Vera A. Álvarez.....	3
HISTORIA DE UN PROYECTO EN CRISTALOGRAFÍA DE PROTEÍNAS EN 30 AÑOS DE EVOLUCIÓN DE LAS TÉCNICAS CRISTALOGRÁFICAS, Hugo L. Monaco.....	4
SIRIUS: THE LATIN AMERICA SYNCHROTRON SOURCE, Mateus B. Cardoso.....	5

Conferencias Semiplenarias

ANÁLISIS ESTRUCTURAL CON FOCO EN EL DESARROLLO DE METALOFÁRMACOS, Natalia Alvarez.....	7
APORTES DE LA CRISTALOGRAFÍA APLICADA AL ESTUDIO DE PIEZAS CERÁMICAS ARQUEOLÓGICAS: TEMPERATURAS DE COCCIÓN, MATERIAS PRIMAS, PIGMENTOS Maria Susana Conconi.....	8
MATERIALES AVANZADOS DE BAJO COSTO CON POTENCIAL APLICACIÓN TECNOLÓGICA EN ENERGÍAS ALTERNATIVAS, Valeria C. Fuertes.....	9
ELECTRODOS CERÁMICOS NANOESTRUCTURADOS BASADOS EN CeO ₂ PARA SU USO COMO ÁNODOS DE CELDAS DE COMBUSTIBLE DE ÓXIDO SÓLIDO, Lucía M. Toscani	10
PEROVSKITAS DE HALURO METÁLICO: QUÍMICA Y FÍSICA DEL SOLIDO EN LOS FENÓMENOS DE CONVERSIÓN FOTOVOLTAICA Y CONMUTACIÓN RESISTIVA, Mariana Berruet.....	11

Contribuciones Orales

ON THE CATALYTIC BEHAVIOR OF NADP-MALIC ENZYME ISOFORMS TO DETERMINE THE RESIDUES RESPONSIBLE FOR THEIR VARYING EFFICIENCY, Fernando Zamarreño et al.....	13
MEGAPROTEÍNAS: DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL POR CRYO-EM DE UNA HEMOCIANINA DE MOLUSCO DE 8 MDA CON IMPACTO BIOMÉDICO SUBSTANCIAL, Matías N. Ellena et al.....	14
ELUCIDACIÓN ESTRUCTURAL Y CARACTERIZACIÓN MULTIDIMENSIONAL DEL OXALATO DE TIOCONAZOL, Aldana B. Moroni et al.....	15
SÍNTESIS Y ESTUDIO ESTRUCTURAL Y ESPECTROSCÓPICO DE UN NUEVO DERIVADO DEL CARIOLAN-1-OL: ESTUDIO EXPERIMENTAL Y TEÓRICO, Ana C. Muro et al.....	16
EVOLUCIÓN DE LA ESTRUCTURA DE UN CAOLÍN NATURAL ARGENTINO POR TERMODIFRACCIÓN DE NEUTRONES, Diego Richard et al.....	17

EFFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LAS PROPIEDADES ESTRUCTURALES Y LUMINISCENTES DEL FÓSFORO $\text{La}_{1-x}\text{PO}_4: \text{Eu}_x^{3+}$, Silvia A. Alconchel et al.....	18
ESTUDIO DEL SISTEMA CERMET $\text{Ni}/\text{Sr}_{11}\text{Mo}_4\text{O}_{23}$: PROPIEDADES ELÉCTRICAS Y ANÁLISIS TEM, Diego H. Lizarraga et al.....	19
ESTABILIDAD DEL ZIRCONATO DE LITIO EN CONDICIONES AMBIENTALES: EFECTO DEL HIERRO COMO DOPANTE, Nicolás G. Orsetti et al.....	20
THE RHIZOBIAL COPPER NITRITE REDUCTASE FROM <i>BRADYRHIZOBIUM JAPONICUM</i> USDA110: STRUCTURE AND BIOPHYSICS, Cintia S. Ramírez et al.....	21
CRYSTALLOGRAPHY AND COMPLEMENTARY ASSAYS FOR STRUCTURAL STUDY OF <i>T. cruzi</i> PROTEINS, Mailén Cabrera et al,.....	22
ANÁLISIS CRISTALOQUÍMICO DE ÓXIDOS PERTENECIENTES AL SISTEMA $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2\text{-La}_2\text{O}_3$, María G. Zimicz et al.....	23
ESTUDIO ESTRUCTURAL Y MAGNÉTICO DE LAS SOLUCIONES SÓLIDAS $\text{YBaFeCu}_{1-x}\text{MT}_x\text{O}_5$ CON $\text{MT} = \text{Ni}, \text{Co}$, Diego G. Franco et al.....	24
ANÁLISIS DE LA MOVILIDAD IÓNICA MEDIANTE DIFRACCIÓN DE NEUTRONES: PEROVSKITAS $0\text{D Cs}_4\text{PbX}_6$ CON $\text{X} = \text{Br y I}$, Carmen Abia et al.....	25
NUEVA INSTALACIÓN EN EL LABORATORIO DE CRISTALOGRAFÍA APLICADA DEL ITECA, UNSAM-CONICET: DETALLES INSTRUMENTALES Y PRIMEROS RESULTADOS DE DISPERSIÓN DE RAYOS X A ULTRA BAJO ÁNGULO (USAXS), Cristián Huck Iriart et al.....	26
CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE CALCOGENUROS TERMOELÉCTRICOS TIPO $\text{AgSn}_m(\text{Sb}_x\text{Bi}_{1-x})\text{Q}_{m+2}$ ($\text{Q} = \text{Se}, \text{Te}$) Y FASES DOPADAS CON BROMO, Daniela Delgado et al.....	27
DETERMINACIÓN DE LA ESTRUCTURA LOCAL DE NANOPARTÍCULAS DE $\text{A}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ ($\text{A} = \text{Ni}, \text{Zn}$): UN PARÁMETRO CLAVE PARA DETERMINAR LAS PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y CATALÍTICAS, Martín E. Saleta et al.....	28
CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y DE TRANSPORTE ELÉCTRICO EN TITANO-HEMATITAS $(\text{Fe}_{1-x}\text{Ti}_x)_2\text{O}_3$, Carlos D. Miranda et al.....	29
SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y ESTUDIOS ÓPTICOS DE 3 PEROVSKITAS HIBRIDAS BIDIMENSIONALES, Johan D. Lozano et al.....	30
Posters	
SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE UN COMPLEJO DE $\text{Ni(II)-2-MERCAPTOPIRIDINA}$, Andrés Santarelli et al.....	32
IBANDRONATO DE SODIO: ESTUDIOS ESTRUCTURALES Y TÉRMICOS, Cynthia Hucailuk et al.....	33
ESTUDIO ESTRUCTURAL Y TEÓRICO DE UNA BASE DE SCHIFF SIMÉTRICA DERIVADA DEL 2-NITROBENZALDEHÍDO, Camila Merlini et al.....	34
INTERACCIONES NO COVALENTES EN UN NUEVO DERIVADO HIDROXILADO DEL EUCALIPTOL: ESTUDIO ESTRUCTURAL Y TEÓRICO, Carolina E. Galvez et al.....	35

CRISTALES MULTICOMPONENTE DE PREGABLINA, Pablo E. Gaztañaga et al.....	36
DERIVADOS DE TIOFENOS EN LA BÚSQUEDA DE MODELOS SIMPLIFICADOS DE HIDROGENASAS: SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL, Andrés Santarelli et al..	37
DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD TEÓRICA DE GEOPOLIMEROS A PARTIR DE DRX, Belén Carranza et al.....	38
ESTUDIOS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X Y ESPECTROSCOPIA RAMAN EN CUENTAS DE MINERAL PROCEDENTES DE TACUIL (SALTA), Eleonora Freire Espeleta et al.....	39
DEFECTOS ESTRUCTURALES Y PROPIEDADES ÓPTICAS EN NANOHILOS DE ZnO, Myriam H. Aguirre et al.....	40
RETENCIÓN DE VATERITA NANOPARTICULADA A TEMPERATURA AMBIENTE, María M. Gonzalez et al.....	41
ESTUDIO AB INITIO DE POSIBLES SISTEMAS DURANTE LA ETAPA INICIAL DE LA DESHIDROXILACIÓN DE LA CAOLINITA Y MODELADO COMPUTACIONAL DE SUS PROPIEDADES, Iván A. Polcowñuk Iriarte et al.....	42
EL COLOR DE LAS PIEZAS CERÁMICAS DEL ÁREA FUNDACIONAL DE MENDOZA (ARGENTINA). UNA RELACION ENTRE LA ARQUEOMETRÍA Y LA CRISTALOGRAFÍA M. Silvina Lassa et al.....	43
CARACTERIZACIÓN DE LA ESTRUCTURA CRISTALINA DE LA SOLUCIÓN SÓLIDA $ZrO_2 - X\%$ MOL DE BaO ($X = 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14$ Y 16) SINTETIZADA POR GELIFICACIÓN-COMBUSTIÓN Y CALCINADA A $700\text{ }^\circ\text{C}$, Gabriel M. Silva et al.....	44
ANÁLISIS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X DE PIGMENTOS APLICADOS EN ALFARERÍA PREHISPÁNICA DEL SITIO ARQUEOLÓGICO LOS TRES CERROS 2 (DEPARTAMENTO VICTORIA, ENTRE RÍOS), Violeta S. Di Prado et al.....	45
LA CERÁMICA PREHISPÁNICA DE ESTILO MOLINOS. CARACTERIZACIÓN TECNOLÓGICA Y COMPOSICIONAL DE MUESTRAS DE ANTOFAGASTA DE LA SIERRA Y EL VALLE CALCHAQUÍ, CA. 1200-800 AP, Verónica Puente et al.....	46
EFFECTO DE LA SUSTITUCIÓN CON SELENIO EN LA ESTRUCTURA Y EL COMPORTAMIENTO MAGNÉTICO Y ELÉCTRICO EN Cr_xTe_y , Diego G. Franco et al.....	47
CARACTERIZACIÓN POR TÉCNICAS DRX/SAXS DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA PRODUCIDAS POR SÍNTESIS VERDE UTILIZANDO DESCARTES DE YERBA MATE, Keren I. Gepner et al.....	48
EFFECTO DE LA CANTIDAD DE CAPAS EN EL CRECIMIENTO DE PELÍCULAS DE ÓXIDO DE TITANIO MEDIANTE TÉCNICA DE INMERSIÓN (DIP COATING), Karen. M. Sequeira et al....	49
CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA DE FILMS DE $AlZnO$ OBTENIDOS POR NEBULIZACIÓN ULTRASÓNICA PIROLÍTICA, Luis Morinigo et al.....	50
PROPIEDADES LUMINISCENTES Y MAGNÉTICAS DE LA FAMILIA DE COMPUESTOS $La_{0,9}Ln_{0,1}In_{0,5}Ni_{0,5}O_{3-\delta}$ (Ln: Ce, Nd, Sm, Eu, Gd y Yb), Luis C. Pineda et al.....	51
ESTUDIO DE LA MODULACION DEL TAMAÑO DE PARTICULA Y DE LA ESTABILIDAD ESTRUCTURAL DEL MOF-76(Y), Z. Moreno et al.....	52

DOPAJES DE EUROPIO Y TERBIO EN REDES METAL-ORGÁNICAS PARA LA OBTENCIÓN DE MATERIALES LUMINISCENTES Y SENSORES DE MOLÉCULAS PEQUEÑAS, Oswaldo Rosas et al.....	53
ANÁLISIS DE MATERIALES COMPUESTOS DE CELULOSA BACTERIANA Y NANOPARTICULAS DE ZnO POR XPD Y WAXS, María F. Ladetto et al.....	54
FASES CRISTALINAS DURANTE LA PRODUCCIÓN DE MULLITA A PARTIR DE CAOLÍN, ALÚMINA Y ÓXIDO DE MOLIBDENO, Paula V. López et al.....	55
IDENTIFICACIÓN DE LA FASE CRISTALINA DEL MATERIAL $\text{La}_{0,75}(\text{Sr}_{0,25})\text{CrO}_3$ SINTETIZADO MEDIANTE EL MÉTODO SOL-GEL MICELAR Y CALCINADO A 800 °C, Gabriel M. Silva et al..	56
OBTENCIÓN DE PARTÍCULAS CORE-SHELL DEL SISTEMA $\text{BaTiO}_3@\text{CoFe}_2\text{O}_4$, Javier Camargo et al.....	57
MEDICIONES HALL EN EPITAXIAS DE HgCdTe (MCT) CRECIDAS SOBRE SUSTRATOS DE CdTe, Javier L. M. Núñez García et al.....	58
$\text{La}_4\text{BaCu}_{5-z}\text{Ni}_{z/2}\text{Co}_{z/2}\text{O}_{13\pm\delta}$ (Z= 1, 2 Y 3): SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE NUEVAS PEROVSKITAS CON POTENCIAL APLICACIÓN EN CELDAS DE COMBUSTIBLE DE ÓXIDO SÓLIDO, Jhoan F. Téllez et al.....	59
PROPIEDADES ESTRUCTURALES Y ELECTROQUÍMICAS DEL SISTEMA $\text{Ce}_{1-x}\text{Pr}_x\text{O}_{2-\delta}$ Maria E. Aristizabal et al.....	60
ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES ÓPTICAS EN RELACIÓN CON SU ESTRUCTURA CRISTALINA DE ÓXIDOS DE Cu y Cr OBTENIDOS MEDIANTE COMBUSTIÓN, M. Celeste Gardey Merino et al.....	61
DETERMINACIÓN DE LAS TEMPERATURAS DE CALCINACIÓN Y SINTERIZADO DE CERÁMICOS PIEZOELÉCTRICOS LIBRE DE PLOMO DE COMPOSICIÓN $0,5\text{Ba}(\text{Zr}_{0,2}\text{Ti}_{0,8})\text{O}_3-0,5(\text{Ba}_{0,7}\text{Ca}_{0,3})\text{TiO}_3$, Mauro Difeo et al.....	62
CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS EN FORMA DE MULTICAPAS, DE SnO_2 Y $\text{SnO}_2\text{-Ag-SnO}_2$, USANDO DRX, SEM-EDS Y GISAXS, Mariana P. Poiasina et al.....	63
ORTOFERRITA MULTIFERROICA $\text{GdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$: SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN, Daniel Velázquez Rodríguez et al.....	64
EVOLUCIÓN DE FASES CRISTALINAS Y NO CRISTALINAS DURANTE EL HINCHAMIENTO DE AGREGADOS CERÁMICOS LIVIANOS (ACL) BASADOS EN MEZCLAS DE ARCILLAS Y ACEITE DE GIRASOL, Evelin N. Sosa Fabré et al.....	65
PEROVSKITAS DE HALURO CsPbBr_3 CO-DOPADAS CON LOS IONES Eu^{3+} Y Na^+ : ANÁLISIS ESTRUCTURAL Y PROPIEDADES ÓPTICAS, Vanesa D. Ponce et al.....	66
CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES ANÓDICOS $\text{Ce}_{0,97}\text{Pd}_{0,03}\text{O}_2\text{-La}_{0,4}\text{Sr}_{0,4}\text{TiO}_3$ Y $\text{La}_{0,4}\text{Sr}_{0,4}\text{Ti}_{0,90}\text{Pd}_{0,10}\text{O}_3$ PARA CELDAS SOFC DE ALIMENTACIÓN DIRECTA DE METANO Yesica M. Torres et al.....	67
PROGRESS IN THE STUDY OF THE <i>Er-Nb</i> PHASE DIAGRAM, Carolina Corvalán Moya et al...	68
ESTUDIO DE LA RUGOSIDAD EN INTERFASES DE PELÍCULAS DE CIRCONIA Y ALEACIONES BASE CIRCONIO, Hernán Saraceni et al.....	69

IN SITU ANALYSES OF HYDROGEN EMBRITTLEMENT OF AISI 316L STAINLESS STEEL USING SYNCHROTRON RADIATION, John J. Hoyos et al.....	70
TENSIONES RESIDUALES EN UN RECUBRIMIENTO DE TiN DEPOSITADO SOBRE UN ACERO MODIFICADO SUPERFICIALMENTE, Diego A. Colombo et al.....	71
ANÁLISIS ESTRUCTURAL Y ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE MATERIALES CRISTALINOS DERIVADOS DE CAFÉINA, Juan M. Rey et al.....	72
HIPERSUPERFICIES DE ENERGÍA DESARROLLADAS CON REDES NEURONALES PARA LA PREDICCIÓN DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS, Pablo E. Gaztañaga et al.....	73
CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE DERIVADOS DEL ÁCIDO QUINURÉNICO, Guido A. Oppezzo et al.....	74
OPTIMIZACIÓN EFICIENTE DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS MOLECULARES UTILIZANDO ALGORITMOS GENÉTICOS: AVANCES, IMPLEMENTACIÓN Y RESULTADOS PRELIMINARES, K. N. Varela et al.....	75
ANÁLISIS ESTRUCTURAL Y DE INTERACCIONES INTERMOLECULARES NO COVALENTES EN UNA SERIE DE NUEVOS DERIVADOS DE AMINOFENAZONA, Mariana Rocha et al.....	76
EFFECTS OF THE BASE AND SOLVENT ON THE FORMATION OF HETEROMETALLIC SODIUM-PALLADIUM(II) COORDINATION NETWORKS WITH 2-HALONICOTINATES, Maricel Rodríguez et al.....	77
DISEÑO RACIONAL DE NUEVOS MATERIALES BIOINSPIRADOS BASADOS EN XANTINAS, Federico Movilla et al.....	78
ESTUDIOS TÉRMICOS Y ESTRUCTURALES DE DISTINTAS FORMAS CRISTALINAS DEL CLORHIDRATO DE TIPIRACILO, Diego F. Lionello et al.....	79
XI Taller de la AACr - Programa de actividades	
TEXTURAS PARA TODOS, Raúl E. Bolmaro.....	82
FIGURAS DE POLOS GENERALIZADAS EN ACERO DÚPLEX 2205 A PARTIR DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X Y EBSD, Natalia S. De Vincentis et al.....	83
DETERMINACION DE TENSIONES RESIDUALES EN LA ZONA DE TRANSICION DE UN TUBO DE ZIRCALOY4 LAMINADO POR COLD PILGERING MEDIANTE DIFRACCION DE NEUTRONES, Gabriel Juárez et al.....	84
MEDICIÓN DE TENSIONES EN PELÍCULAS DE CIRCONIA MEDIANTE RAYOS X DE SINCROTRÓN, Hernán Saraceni.....	85
IN SITU ANALYSES OF HYDROGEN EMBRITTLEMENT OF AISI 316L STAINLESS STEEL USING SYNCHROTRON RADIATION, John J. Hoyos et al.....	86
TENSIONES RESIDUALES EN RECUBRIMIENTOS CERÁMICOS CRECIDOS POR DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR, Cristian H. Tealdi et al.....	87



Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía

Comité Organizador Local, INTEMA (CONICET-UNMdP)

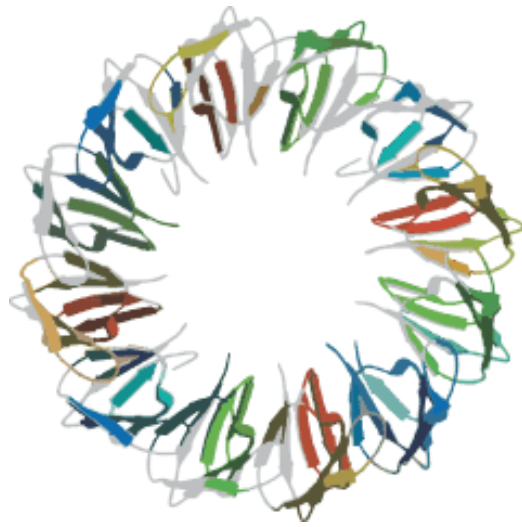
Pablo M. **Botta** (Chair)
Adrián A. **Cristóbal**
Vanessa **Fuchs**
Miriam S. **Castro**
Rodrigo **Parra**
Javier E. **Camargo**
Pedro A. **Calderón Bedoya**
Vanessa **Volcanes**
Dixon **Andi Grefa**
Martín **Lere**
Cecilia **Méndez Casariego**

Comité Científico

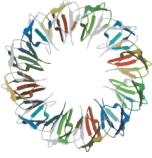
Alejandra **Fanovich** - INTEMA (CONICET-UNMdP)
Pablo **Botta** - INTEMA (CONICET-UNMdP)
Hugo **Mónaco** - Universidad de Verona (Italia)
Susana **Conconi** - CETMIC (CONICET-UNLP)
Martín **Saleta** - CAB (CONICET-CNEA)
Dina **Tobía** - CAB (CONICET-CNEA)
Diego G. **Lamas** - ITECA (CONICET-UNSAM)
Daniel **Vega** - CAC (CONICET-CNEA)
Florencia **Di Salvo** (CONICET-UBA)
Carlos **López** (CONICET-UNSL)
Valeria C. **Fuertes** (CONICET-UNC)
Clarisa E. **Álvarez** (CONICET-UNR)

PROGRAMA DE ACTIVIDADES

MIÉRCOLES 1 DE NOVIEMBRE			
8.00-8.45 h	Acreditación 8.45-9.00 h Apertura		
9.00 -10:00 h	Plenaria 1 Javier González - INBIONATEC (CONICET/UNSE)		
10:00-10:20 h	Oral 1 Clarisa Álvarez	10:20-10:40 h	Oral 2 Matías Ellena
10:40-11.10 h	Café		
11:10-11:50 h	Semiplenaria 1 Natalia Álvarez - Universidad de la República – Uruguay		
11:50-12:10 h	Oral 3 Aldana Moroni	12:10-12:30 h	Oral 4 Diego Gil
12.30: 14:00 h	Almuerzo		
14:00-15.00 h	Plenaria 2 Verónica Puente – INHUS (CONICET/UNMdP)		
15:00-15:40 h	Semiplenaria 2 Susana Conconi – CETMIC (CONICET/UNLP)		
15:40-16:30 h	<i>Sesión especial homenaje al Dr. Aldo F. Craievich</i>		
16.30-17:00 h	Café		
17:00-19:00 h	Sesión de posters I Brindis de bienvenida		
JUEVES 2 DE NOVIEMBRE			
9.00 -10:00 h	Plenaria 3 Vera Álvarez – INTEMA (CONICET/UNMdP)		
10:00-10:20 h	Oral 5 Iván Polkowñuk	10:20-10:40 h	Oral 6 Silvia Alconchel
10:40-11:10 h	Café		
11:10-11:50 h	Semiplenaria 3 Valeria Fuertes – INFIQC (CONICET/UNC)		
11.50-12:10 h	Oral 7 Diego Lizarraga	12:10-12:30 h	Oral 8 Daniela Delgado
12.30: 14:00 h	Almuerzo		
14:00- 15.00 h	Plenaria 4 Hugo Mónaco – Universidad de Verona, Italia		
15:00-15:20 h	Oral 9 Félix Ferroni	15:20-15:40 h	Oral 10 Juan Gómez
15:40 -16:10 h	Café		
16:10-18:10 h	Sesión de posters II		
18:10-20:10 h	<i>Asamblea ordinaria AACr</i>		
21:30 h	Cena de camaradería		
VIERNES 3 DE NOVIEMBRE			
9.00 -10:00 h	Plenaria 5 Mateus Cardoso – LNLS, Brasil		
10:00-10.40 h	Semiplenaria 4 Lucía Toscani – ITECA (UNSAM/CONICET)		
10:40- 11.10 h	Café		
11:10-11.30 h	Oral 11 María Zimicz	11:30-11:50 h	Oral 12 Diego Franco
11:50-12:10 h	Oral 13 Carlos López	12:10-12:30 h	Oral 14 Diego Lamas
12.30: 14:00 h	Almuerzo		
14:00- 14:40 h	Semiplenaria 5 Mariana Berruet – INTEMA (CONICET/UNMdP)		
14:40-15:00 h	Oral 15 Martina Gamba –	15:00-15:20 h	Oral 16 Martín Saleta
15:20-15:40 h	Oral 17 Carlos Miranda –	15:40-16:00 h	Oral 18 Johan Lozano
16:00 -16:15 h	<i>Acto de cierre</i>		
16:15- 16:45 h	Café de despedida		



Conferencias Plenarias



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

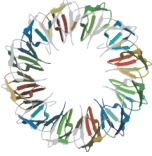
**REPENSANDO EL ROL DE LA CRISTALOGRAFÍA MACROMOLECULAR EN
TIEMPOS DE ALPHAFOLD**

Javier González*

Instituto de Bionanotecnología del NOA (INBIONATEC-CONICET), Universidad Nacional de Santiago del Estero (UNSE) RN9, Km 1125. Villa El Zanjón. (G4206XCP), Santiago del Estero. Argentina

*biojmg@gmail.com

A fines de 2020, a pesar de que el mundo estaba conmocionado por la pandemia de COVID-19, el anuncio de AlphaFold2 (AF2) como un método para predicción de estructuras de proteínas por inteligencia artificial, no pasó desapercibido. Los principales medios internacionales replicaban la noticia de que DeepMind, una empresa del grupo Google, había resuelto el problema del plegamiento de proteínas, que llevaba 50 años quitando el sueño a muchos especialistas. Desde entonces hubo mejoras en el algoritmo, de la mano de nuevos métodos para búsqueda y alineamiento de múltiples secuencias en forma rápida y eficiente, y la disponibilidad de unidades de procesamiento paralelo (GPUs) más potentes y económicas. Actualmente casi la totalidad de las 250 millones de entradas de UniProt tienen asociado un modelo estructural calculado con AF2. Sin embargo, el plegamiento de polipéptidos es solo una parte del problema central de la Biología Estructural, que busca predecir la función de una proteína a partir de su estructura. En esta charla abordaremos el impacto, logros y límites de AF2; y cómo los métodos experimentales de resolución de estructuras, tales como la cristalografía de rayos X, son todavía decisivos para evaluar hipótesis sobre mecanismos de catálisis enzimática.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**APORTES ARQUEOMÉTRICOS PARA EL ESTUDIO SOCIEDADES PREHISPÁNICAS.
EXPERIENCIAS EN ANTOFAGASTA DE LA SIERRA Y EL VALLE EL BOLSÓN
(PROV. CATAMARCA)**

Verónica Puente*

Laboratorio de Arqueología, Universidad Nacional de Mar del Plata e Instituto de Humanidades y Ciencias Sociales (INHUS), CONICET-UNMdP, Mar del Plata, Argentina.

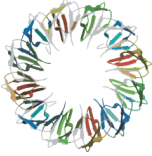
**vpuente@mdp.edu.ar*

La arqueología es una disciplina que genera información sobre dinámicas sociales del pasado. Para ello, se nutre del diálogo permanente con profesionales de otras ciencias, así como también, con las y los pobladores actuales que habitan los territorios estudiados. Estas interacciones enriquecen las posibilidades de construir conocimientos sobre modos de vida, historias y procesos sociales a distintas escalas y que acontecieron en tiempos pretéritos. Además, como resultado de ello posibilita recuperar y transferir saberes que se habían “abandonado”.

Particularmente, en Argentina la aplicación de técnicas analíticas provenientes de las ciencias exactas y naturales para responder a preguntas sobre el pasado humano, ha cobrado un fuerte impulso en los últimos veinte años. Esto se manifiesta en las numerosas instancias académicas de diálogo interdisciplinar -jornadas, congresos, talleres-, como en la cantidad y diversidad de publicaciones en revistas científicas. En este derrotero se insertan las investigaciones arqueométricas que venimos desarrollando en el valle El Bolsón y en Antofagasta de la Sierra, Provincia de Catamarca (Argentina).

Nuestros estudios se han enfocado en conocer las técnicas y materias primas utilizadas, entre 500 y 1200 años atrás, en la producción de cerámicas y pinturas en ambas regiones del noroeste argentino. Esta información sobre las tecnologías y los materiales empleados en el pasado nos permitió contribuir al conocimiento de prácticas y elecciones técnicas tradicionales, identidades sociales e interacciones entre los habitantes de valles y puna. Además, el estudio arqueométrico de afloramientos de pigmentos minerales y su utilización en distintos contextos posibilitó aportar sobre su significación en prácticas rituales y espacios sagrados.

En esta ponencia presentaré una síntesis de las preguntas arqueológicas y de las respuestas que pudimos darles desde análisis los químicos y mineralógicos, en un constante diálogo interdisciplinar que nos ha nutrido con y desde saberes diversos.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**USE OF XRD TOOLS IN THE DEVELOPMENT OF POLYMER BASED BIO
NANOCOMPOSITES**

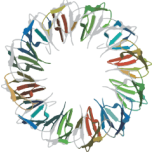
Vera Alejandra Alvarez*

Materiales Compuestos Termoplásticos (CoMP), INTEMA (CONICET-UNMDP), Av. Colón 10850 (7600) Mar del Plata

*veraalejandraalvarez@gmail.com

The use of biodegradable polymers in order to reduce the accumulation of traditional polymer products and the consequent contamination of the environment has been a very active field of research. In the last decades, the addition of nanometric-layered inorganic fillers, such as neat or modified clays, for enhancing the properties of polymeric matrices has attracted significant attention in both academic and industrial communities for different applications such as food packaging, biomedical applications, 3D printings, etc. Among the great variety of clays, bentonite is regarded as one the best inorganic nanofiller because of its natural abundance, low cost and mechanical and chemical resistance. The processing conditions and intercalant chemistry in clays are highly relevant on the dispersion, morphology and mechanical properties of polymeric based nanocomposites. So, that, employing complementary techniques (X-ray diffraction, small angle X-ray scattering, optical microscopy and transmission electron microscopy) to correlate nanomorphology to macroscale properties have become crucial. Among them, X-Ray Diffraction techniques are useful to characterize several aspects of polymer based bio nanocomposites. XRD analysis provides information on changes in the interlayer spacing of the clay layers. Small angle X-ray scattering (SAXS) technique is a well-established tool to obtain structural information in nanostructured materials. Clays are highly anisotropic 2D multilayer materials and their size, orientation and exfoliation degree are key factors in the rheological properties of polymer-clay composites.

In this talk, we will discuss the use of X-ray diffraction based techniques for the characterization of polymeric bio nanocomposites and their correlation with the morphology and final properties of such materials for different uses.



HISTORIA DE UN PROYECTO EN CRISTALOGRAFÍA DE PROTEÍNAS EN 30 AÑOS DE EVOLUCIÓN DE LAS TÉCNICAS CRISTALOGRÁFICAS.

Hugo L. Monaco*

Departamento de Biotecnología, Universidad de Verona (UNIVR). Ca Vignal 1, Strada Le Grazie 15 37134 Verona, Italia (última dirección académica, actualmente jubilado “per raggiunti limiti di età”).

* hugolmonaco@gmail.com

La historia que voy a exponerles es una experiencia personal que refleja lo que ocurría o podía ocurrir a los que ejercíamos el oficio de cristalógrafo de proteínas durante los años 80 y sucesivos. Como todos sabemos ése fue el período durante el cual la cristalografía de proteínas se desarrolló, cambió completamente y se transformó en lo que conocemos actualmente.

Un proyecto nacía identificando un problema biológico que se consideraba importante, si había más de una estructura por hacer era mejor y tenía que estar al alcance de los métodos existentes en la época, la radiación de sincrotrón era algo sobre cuyo uso en cristalografía todavía se discutía, así como su uso para hacer las radiografías a todos los habitantes de un país. Es decir, hubo cosas que funcionaron y otras no.

En la Figura 1 se resume el rol de la Retinol-binding protein del plasma (RBP4) en el metabolismo del retinol en los vertebrados. Los retinoides absorbidos con la dieta terminan almacenados en el hígado que sintetiza una proteína que se consideraba específica para el retinol (RBP4) que transporta en el plasma la vitamina asociada a otra proteína de mayor peso molecular, la transtirretina (TTR). Cuando el complejo TTR-RBP encuentra el receptor específico se disocia y la RBP apo, de peso molecular mucho menor que el complejo, se elimina a través del riñón.

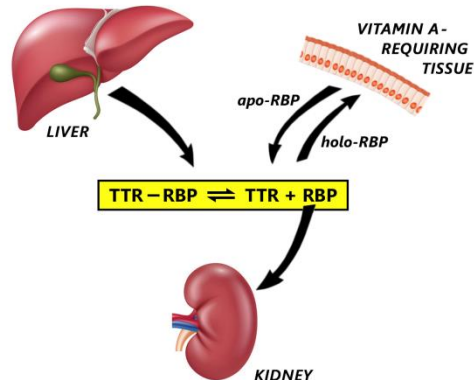
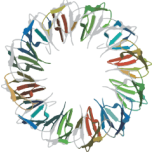


Figura 1. Representación esquemática del metabolismo del retinol en vertebrados.

Las estructuras de las que voy a hablar son la de la RBP (holo y apo) y del complejo de la RBP con la TTR o transtirretina que entonces se llamaba prealbúmina. Al final una sorpresa que nos enseña que nunca hay que tirar nada (sobre todo cristales) que podría servir en el futuro.

- [1] S. Ottonello et al., J. Mol. Biol. 163 (1983) 679-681.
- [2] M.E Newcomer et al., J. Biol. Chem. 259 (1984) 5230-5231.
- [3] H.L Monaco et al., J. Mol. Biol. 178 (1984) 477-479.
- [4] H.L. Monaco et al., Science 268 (1995) 1039-1041.
- [5] M. Perduca et al., BBActa Mol. Cel. Biol. Lipids 1863 (2018) 458-466.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

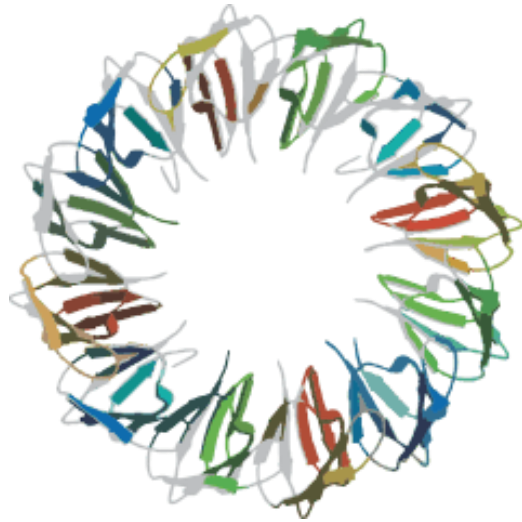
SIRIUS: THE LATIN AMERICA SYNCHROTRON SOURCE

Mateus B. Cardoso*

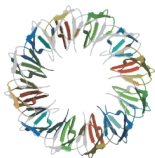
Brazilian Synchrotron Light Laboratory (LNLS), National Center for Research in Energy and Materials (CNPEM) CP 6154, CEP 13083-970, Campinas, São Paulo, Brazil

**cardosomb@lnls.br*

The Sirius synchrotron light source in Brazil represents a groundbreaking scientific endeavor in Latin America, propelling the region to the forefront of cutting-edge research in distinct fields. At its core, Sirius is a state-of-the-art 4th generation synchrotron radiation source, generating incredibly bright and focused beams of light across a wide spectrum, from infrared to X-rays. One significant advantage of Sirius arises from the utilization of coherent beams, which facilitate a variety of studies by offering an unprecedented level of detail in scientific investigations. This coherence enables researchers to study materials and biological samples at the nanoscale, unveiling intricate structural and functional information that was previously inaccessible. By harnessing the power of coherence, Sirius has been pushing the boundaries of scientific discovery, facilitating breakthroughs in fields like advanced materials development, structural biology, and nanotechnology. In this talk, we will describe the core concepts, technological developments, and scientific applications of Sirius, shedding light on its pivotal role in advancing knowledge and innovation on the continent. Further, we will introduce concepts related to nano and micro-imaging, coherent diffraction imaging, nano-spectroscopy, among others. We will also highlight how Sirius fosters multidisciplinary collaborations, enables transformative discoveries, and catalyzes scientific and technological progress across Latin America and the world.



Conferencias Semiplenarias



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**ANÁLISIS ESTRUCTURAL CON FOCO EN EL DESARROLLO DE
METALOFÁRMACOS**

Natalia Alvarez*

Área Química Inorgánica, Departamento Estrella Campos, Facultad de Química, Universidad de la República, Av.
General Flores 2124, 11800, Montevideo, Uruguay

*nalvarez@fq.edu.uy

La Química Inorgánica Medicinal tiene la capacidad de brindar soluciones aplicadas a la salud, por ejemplo, a través del desarrollo de nuevos y potentes potenciales agentes quimioterápicos. El desarrollo de la investigación en el desarrollo de nuevos complejos y compuestos organometálicos como potenciales metalofármacos creció exponencialmente luego del descubrimiento fortuito de a actividad citotóxica del cisplatino a fines de la década de 1960. Hoy en día existen diversos fármacos conteniendo diferentes centros metálicos aplicados en clínica, algunos ejemplos de ellos son la auranofina y el carboplatino para fines antireumáticos y anticancerígenos, respectivamente.

El diseño de compuestos conteniendo metales para fines biológicos presenta diversas ventajas. La elección del centro metálico y de los ligandos permite regular desde la geometría y la carga, hasta las propiedades redox y fisicoquímicas de los compuestos obtenidos. Además de las estrategias que buscan un efecto sinérgico a través de la coordinación de un metal a un ligando bioactivo.

En este trabajo se presenta la síntesis, caracterización estructural y evaluación de actividad biológica de compuestos de fórmula general [Cu(dipéptido)(fenantrolina)] donde fenantrolina es: 1,10-fenantrolina y los derivados 4,metil-, 2,9-dimetil, 5-nitro, 3,4,7,8-tetrametil y 2,9-difenil . En especial, la relación entre las interacciones intermoleculares de apilamiento pi y la magnitud de la unión al ADN para compuestos de la familia [Cu(dipéptido)(2,9-dimetil-1,10-fenantrolina)] [1-5]. Por otra parte, se comentará respecto a la relación entre la contribución de contactos polares a la superficie de Hirshfeld con la lipofilia de compuestos de fórmula general [Cu(dipicolinato)(NN)] [6], donde NN es bipyridilamina, fenantrolina, neocuproina y batofenantrolina. Además, se comentará sobre la variedad estructural de compuestos de organoestaño(IV) con ligandos adamantanhidrazincarbotiamida y el aumento de la actividad antimicrobiana tras la coordinación en *acinetobacter baumannii* y *staphylococcus aureus*.

[1] S. Iglesias, et. al, Journal of Inorganic Biochemistry, vol. 139, 2014, pp. 117-123.

[2] S. Iglesias, et. al, Structural Chemistry and Cryst. Communication, vol. 1, 2015, pp. 1-7.

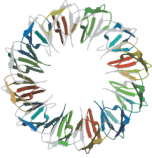
[3] N. Alvarez, et. al, Journal of Inorganic Biochemistry, vol. 203, 2020, pp. 110930.

[4] N. Alvarez, et. al, Journal of Biological Inorganic Chemistry, vol. 27, 2022, pp. 431-441.

[5] C.Y. Fernández, et. al, Molecules, vol. 28, 2023, pp. 896.

[6] N. Alvarez, et. al, Pharmaceutics, vol. 15, 2023, pp. 1345.

Agradecimientos: Programa de Desarrollo de las Ciencias Básicas (PEDECIBA), Comisión Sectorial de Investigación Científica (UdelAR) y Agencia Nacional de Investigación e Innovación (ANII).



**APORTES DE LA CRISTALOGRAFÍA APLICADA AL ESTUDIO DE PIEZAS
CERÁMICAS ARQUEOLÓGICAS: TEMPERATURAS DE COCCIÓN, MATERIAS
PRIMAS, PIGMENTOS**

Maria Susana Conconi *^{a,b}, Violeta Soledad Di Prado ^c, Miranda Rivas Gonzalez ^d

^a CETMIC, Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica. Camino Centenario 2499-2599, M.B.Gonnet

^b Dpto de Química, Facultad de Ciencias Exactas UNIP. Av.1 y 47 La Plata, Argentina

^c CONICET-INCUBA, Av. del Valle 5737, Olavarría 7400, Argentina

^d Instituto de Arqueología, Facultad de Filosofía y Letras, UBA 25 de mayo 217, 3º piso, CABA, Argentina

* msconconi@cetmic.unlp.edu.ar

En los estudios arqueológicos del Nordeste [1] y la región Pampeana [2] de Argentina, es de interés la reconstrucción de las condiciones de quema de la alfarería prehispánica. Entre las etapas de la producción alfarera, la quema es decisiva en la posterior historia de vida de la cerámica, debido a que condiciona la resistencia al estrés térmico y mecánico que sufren las piezas durante el uso, y su preservación a través del tiempo. La aplicación de técnicas físico-químicas puede describir las transformaciones que sufre la cerámica durante el proceso de cocción, identificando las fases cristalinas presentes y el grado de vitrificación. Las muestras estudiadas pertenecen a producciones cerámicas de las dos regiones mencionadas y han sido abordadas por distintas vías metodológicas, entre éstas, la difracción de Rayos X (DRX), análisis térmicos diferenciales (ATD), termogravimétricos (ATG) y la dilatometría (TMA).

Dentro de las etapas del proceso de elaboración de cerámica también se han estudiado las técnicas que contemplan el agregado de pigmentos a las superficies (e.g., pintado, engobado) y las materias primas colorantes utilizadas. Se analizaron pigmentos minerales recuperados en sitios arqueológicos de la región Pampeana, así como engobes de piezas cerámicas del sur del Nordeste. La asociación de los elementos cromóforos con materiales arcillosos fue estudiada por DRX, asociada a Microscopía Electrónica de Barrido y microanálisis por dispersión de energía de rayos-X con el fin de identificar las potenciales fuentes de aprovisionamiento.

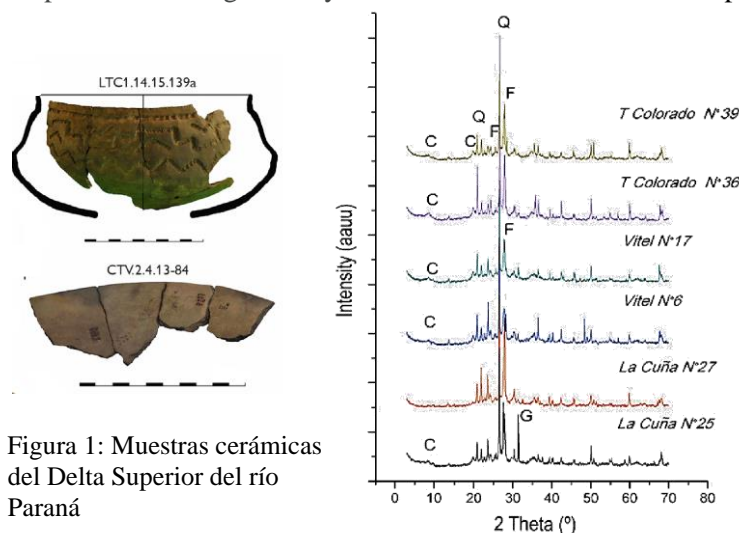


Figura 1: Muestras cerámicas del Delta Superior del río Paraná

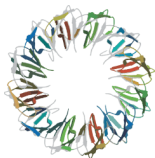


Figura 2: Muestras cerámicas del río Salado

Figura 3: Difractogramas de cerámicas del río Salado. (C: Arcillas, Q: cuarzo, F: Feldespatos, G: Gehlenita)

[1] V. S. Di Prado et al., Lo que ganamos con el fuego. Estudio arqueométrico de las temperaturas de cocción en alfarería prehispánica del Delta Superior del río Paraná (Argentina), Bol. Mus. Para. Emílio Goeldi. Cienc. Hum., Belém, v. 17, n. 3, e20210075, 2022

[2] M. Rivas Gonzalez et al, Cuadernos del Instituto Nacional de Antropología y Pensamiento Latinoamericano 30 (2): 25-40 (2021).



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

MATERIALES AVANZADOS DE BAJO COSTO CON POTENCIAL APLICACIÓN TECNOLÓGICA EN ENERGÍAS ALTERNATIVAS

Valeria C. Fuertes * ^{1,2}, Diana M. Arciniegas Jaimes ^{1,2}, Noelia Bajales Luna ^{3,4}, Verónica Brunetti ^{1,2}, Juan M. De Paoli ^{1,2}, Juliana M. Juárez ⁵, Miguel A. Laguna-Bercero ⁶, Omar E. Linarez Pérez ^{1,2}, E. Laura Moyano ^{1,2}, Marcelo A. Salguero ³ y Jhoan F. Téllez ^{1,2}

¹ CONICET, INFIQC, Av. Medina Allende s/n, 5000, Córdoba, Argentina.

² Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Nacional de Córdoba, Av. Medina Allende s/n, 5000, Córdoba, Argentina.

³ CONICET, IFEG, Av. Medina Allende s/n, 5000, Córdoba, Argentina.

⁴ Facultad de Matemática, Física y Computación, Universidad Nacional de Córdoba, Av. Medina Allende s/n, 5000, Córdoba, Argentina.

⁵ Universidad Tecnológica Nacional – Facultad Regional Córdoba, Maestro M. López esq. Cruz Roja Argentina, 5000, Córdoba, Argentina.

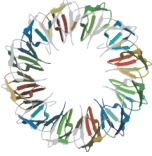
⁶ Instituto de Nanociencia y Materiales de Aragón, CSIC-Universidad de Zaragoza, Campus San Francisco, Pedro Cerbuna 12, 50009, Zaragoza, España.

* vfuertes@unc.edu.ar

En los últimos años, y debido a la creciente demanda energética, se ha generado la necesidad de desarrollar nuevos materiales que puedan desempeñarse en dispositivos tecnológicos con mayor rendimiento, menores costos de fabricación y que eviten generar compuestos contaminantes para el ambiente. Se ha vuelto primordial la obtención de precursores o reactantes a partir de biomasa o material de desecho, y es por esto que se están desarrollando nuevos métodos de síntesis que persigan la disminución de los costos generales de manufactura y promuevan el reciclaje, así como también que optimicen la morfología, el tamaño o la superficie de los materiales. Incluso, la combinación de materiales de distinta naturaleza (compósitos) puede promover una sinergia particular que potencia alguna propiedad específica.

Un ejemplo lo constituye el arroz, el cereal más cultivado del mundo. Cerca del 25% de la producción total corresponde a su cáscara, y una de sus características más notables es el alto contenido de sílice (~15% de su masa total). Recientemente, algunos trabajos han informado que la sílice contenida en diferentes biomásas y productos de desecho puede usarse en la síntesis de materiales mesoporosos como MCM-41, MCM-48 y SBA-15. Estos materiales son silicatos con disposición hexagonal uniforme y unidireccional, con un diámetro de poro comprendido entre 2 y 20 nm, y una elevada superficie específica de 500 a 1200 m² g⁻¹. Además, tienen alta resistencia térmica y estabilidad estructural que permiten su uso en procesos que ocurren a temperaturas relativamente altas (400-800 °C). Normalmente, estos materiales se fabrican a partir de tetraetoxisilano (TEOS) o silicato de sodio (Na₂SiO₃); sin embargo, el uso de residuos agrícolas como fuente de silicio ayuda a disminuir el costo de preparación de dichos materiales y conduce a un método de síntesis más respetuoso con el ambiente. Por otra parte, luego del descubrimiento del grafeno, los nanomateriales han sido ampliamente estudiados debido a sus propiedades y potenciales aplicaciones en ciencia y tecnología. Dentro de los nanomateriales grafénicos más estudiados en los últimos años, el óxido de grafeno (GO) ha surgido como una alternativa versátil, escalable y accesible. El GO posee propiedades únicas, tales como una gran área superficial y la presencia de grupos funcionales oxigenados sobre los planos basales y bordes de las láminas, posicionándolo como un material de gran interés en diversas áreas de aplicación, como el sensado de moléculas y la adsorción de contaminantes.

En esta presentación se expondrán algunos de los aportes de nuestro grupo de trabajo a estas temáticas. Por un lado, se mostrará una novedosa metodología para sintetizar óxidos con estructura de tipo perovskita dentro de moldes mesoporosos rígidos obtenidos a partir de la pirolisis rápida de cáscara de arroz y su potencial aplicación como electrodo en celdas de combustible de óxido sólido. Por otro, se presentará la obtención de GO reducido a diferentes temperaturas y su empleo en compósitos perovskita/material carbonoso para la preparación de electrodos con potencial aplicación en supercapacitores de alta eficiencia.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

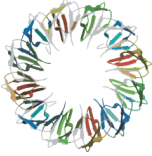
**ELECTRODOS CERÁMICOS NANOESTRUCTURADOS BASADOS EN CeO₂ PARA SU
USO COMO ÁNODOS DE CELDAS DE COMBUSTIBLE DE ÓXIDO SÓLIDO**

Lucía M. Toscani*

*ITECA-UNSAM-CONICET, Laboratorio de Cristalografía Aplicada (LCA), Escuela de Ciencia y Tecnología,
Universidad Nacional de San Martín, Prov. de Buenos Aires, Argentina*

*ltoscani@unsam.edu.ar

El estudio de nuevos materiales nanoestructurados con conductividad mixta iónica-electrónica es clave para el desarrollo de celdas de combustible de óxido sólido de temperatura intermedia (500-700°C). En particular, los materiales de ánodo nanoestructurados poseen una alta densidad de defectos superficiales que permiten acelerar la cinética de las reacciones de electrodo con el aumento de la cantidad de sitios activos para la oxidación del combustible. En este contexto el uso de técnicas avanzadas de caracterización in-situ resulta fundamental para poder correlacionar el efecto de la evolución de la estructura y la morfología en la respuesta eléctrica y electroquímica de los materiales en atmósferas y temperaturas de operación. En este trabajo se presentarán los desafíos actuales para la adopción de la tecnología de celdas SOFC como alternativa eficiente para la producción combinada de energía y calor. Se presentará el caso de estudio del óxido del material de CeO₂-ZrO₂ (Ce-Zr) utilizado ánodo de celdas SOFC. En particular, se hará foco en distintas estrategias de funcionalización de los electrodos para desarrollar materiales nanoestructurados, conductores mixtos iónicos y electrónicos con resistencia a la formación de depósitos de carbono y azufre en operación con combustibles con carbono en su composición (gas natural, biogás, bioetanol, etc). Se presentarán resultados del análisis de estabilidad estructural y redox en ensayos in-situ con luz sincrotrón utilizando técnicas de DRX y espectroscopía de absorción de rayos X dispersiva (DXAS) en atmósfera y temperatura. El objetivo es poder determinar cuál es la vinculación entre la microestructura y el comportamiento redox en el rendimiento catalítico y electrocatalítico de compuestos cerámicos y metal-cerámicos para su aplicación en electrodos de celdas tipo SOFC.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

PEROVSKITAS DE HALURO METÁLICO: QUÍMICA Y FÍSICA DEL SÓLIDO EN LOS FENÓMENOS DE CONVERSIÓN FOTOVOLTAICA Y CONMUTACIÓN RESISTIVA

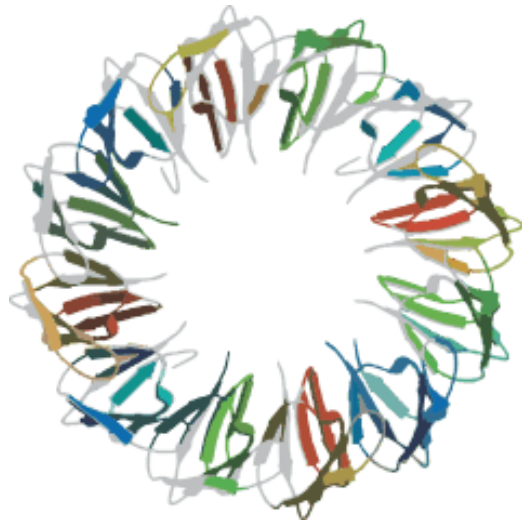
Mariana Berruet*

*Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales (INTEMA), Universidad Nacional de Mar del Plata, CONICET,
B7606BWV Mar del Plata, Argentina
mberruet@fi.mdp.edu.ar

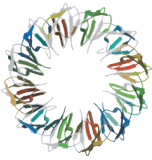
En siglos pasados, el término perovskita era específico de un mineral, el titanato de calcio (CaTiO_3), descubierto por primera vez en los Montes Urales de Rusia en 1839. En la actualidad el término se usa genéricamente para describir una estructura cristalina típica con la forma ABX_3 donde los sitios A y B son cationes cuya carga está equilibrada con los aniones del sitio X. Particularmente, en las perovskitas de haluro metálico híbridas A es un catión voluminoso orgánico, B es un metal como el plomo y X un haluro (yodo, bromo, cloro). En las últimas décadas, estos han ganado un papel protagónico como tecnología emergente por la modulación de sus propiedades eléctricas y ópticas para la fabricación de celdas solares fotovoltaicas y diodos emisores de luz. No obstante, existe un punto débil en la implementación comercial de estos dispositivos siendo la conductividad iónica debido al desplazamiento de vacancias uno de los factores críticos a la degradación. Esto causa efectos de memoria intrínseca (histéresis) en las curvas J-V con diferencias sustanciales en las corrientes según la dirección de barrido. Sin embargo, estas características son muy importantes para nuevas aplicaciones no-optoelectrónicas de almacenamiento de memoria y computación neuromórfica. Por lo tanto, según las observaciones las respuestas eléctricas que van en detrimento para una aplicación representan una mejora para la otra y viceversa.

En esta presentación se introducirán las similitudes estructurales de ambas tecnologías desarrolladas a partir de materiales avanzados del tipo perovskitas de haluro poniendo de manifiesto el estudio de la química y física del sólido. Para resolver de manera atractiva las limitaciones en el transporte de cargas y sobre la base del entendimiento en el funcionamiento de celdas solares de perovskitas se mostrará el desarrollo de un modelo eléctrico dinámico que describe la respuesta memristiva de perovskitas MAPI ($\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$) en contacto con electrodos de oro lo que permite obtener información física sobre el acoplamiento de propiedades iónicas y electrónicas. Luego se presentará un estudio sistemático con diferentes contactos metálicos según el grado de reactividad para ganar comprensión de los mecanismos fisicoquímicos que gobiernan los procesos internos de los memristores.

Por último, se introducirá una problemática ambiental y sanitaria inherente al uso de plomo en aplicaciones tecnológicas emergentes de este tipo y se presentará una alternativa de desarrollo sustentable para mitigar el impacto del uso.



Contribuciones Orales



**ON THE CATALYTIC BEHAVIOR OF NADP-MALIC ENZYME ISOFORMS TO
DETERMINE THE RESIDUES RESPONSIBLE FOR THEIR VARYING EFFICIENCY**

Fernando Zamarreño^b, Marcelo D. Costabel^b, María F. Drincovich^a, Verónica G. Maurino^c,
Clarisa E. Alvarez^{*a}

^a Centro de Estudios Fotosintéticos y Bioquímicos. CEFObi-CONCIET. Facultad de Ciencias Bioquímicas y Farmacéuticas. UNR. Argentina

^b Grupo de Biofísica, Instituto de Física del Sur (IFISUR), Departamento de Física, Universidad Nacional del Sur (UNS), CONICET. Argentina.

^c Molecular Plant Physiology, IZMB, University of Bonn, Alemania.

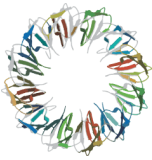
* alvarez@cefobi-conicet.gov.ar

Malic enzyme (ME) catalyzes the oxidative decarboxylation of malate to pyruvate, NAD(P)H, and CO₂ in the presence of a divalent metal ion. The ME family consists of evolutionarily related proteins whose biochemical and structural versatility allows them to participate in a variety of metabolic processes. In this context, we are conducting structural kinetic characterization of MEs that have the potential to be modified to lead to higher yield in species with agronomic importance. We have recently crystalized the photosynthetic (C₄) NADP-ME of maize and sorghum, which exhibit specific adapted properties compared to their no-photosynthetic (non-C₄) counterpart [1].

C₄ NADP-ME have improved catalytic efficiency compared to its non-C₄ counterpart [2]. To understand this different kinetic behavior, molecular dynamics simulations of C₄ and non-C₄ NADP-MEs complexed with NADP, malate and Mg²⁺ were conducted using GROMACS 2021 with the AMBER03 force field, as well as synergic complementary fluorescence and kinetic studies. Our results show a different relative positioning of malate and NADP in the catalytic site of C₄ and nonC₄NADP-ME. Deciphering how small modifications can confer desirable properties to enzymes without affecting its overall function is a highly sought-after technique for modifying proteins. In the near future, this analysis could shed light on how non-specialized isoforms, which are also found in C₃ species such as rice, wheat, and other important agronomical crops, can be improved to reach their maximum potential.

[1] C.E. Alvarez, A. Bovdilova, A Höppner, C-C Wolff, M. Saigo, F. Trajtenberg, T. Zhang, A. Buschiazzi, L. Nagel-Steger, M.F. Drincovich, M.J. Lercher, V.G. Maurino. Nature Plants. 5(2019) 755-765.

[2] C.E. Alvarez, M. Saigo, E. Margarit, C.S. Andreo, M.F. Drincovich Photosynthesis Research. 115 (2013) 65-80.



**MEGAPROTEÍNAS: DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL POR CRYO-EM DE UNA
HEMOCIANINA DE MOLUSCO DE 8 MDA CON IMPACTO BIOMÉDICO
SUBSTANCIAL**

Matías N. Ellena^{a*}, Sebastián M. M. Muñoz^b, Víctor C. Fernández^b,
Victoria C. G. Leguía^b, Andre L. B. Ambrosio^a

^a *Laboratorio de Biología estructural y fármacos, Instituto de Física de São Carlos, USP, São Carlos, Provincia de São Paulo, Brasil*

^b *Laboratorio de Bioquímica y Biología Molecular, Departamento de Biología, Facultad de Ciencias, Universidad de Chile, Santiago, Chile*

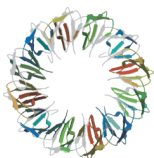
* matiasne@usp.br

Con la capacidad de proporcionar información estructural de alta resolución de complejos de proteínas grandes y dinámicos, la criomicroscopía electrónica de partícula única (Crio-EM) permitió el estudio de proteínas que eran casi imposibles de analizar con métodos anteriores, debido a su enorme tamaño y flexibilidad. Entonces, a través de esfuerzos colaborativos entre grupos de investigación de Chile y Brasil, se hizo posible un enfoque sinérgico para determinar la estructura crio-EM de la hemocianina de *Concholepas concholepas* (CCH), un organismo marino endémico de las costas del Pacífico sur. Las hemocianinas son oligómeros del tamaño de un mega Dalton que participan en el transporte de oxígeno en múltiples organismos invertebrados, utilizados como inmunoestimulantes naturales, no tóxicos e inespecíficos con aplicaciones biomédicas y clínicas críticas; por lo tanto, comprender los mecanismos moleculares precisos de las hemocianinas es esencial para futuras mejoras específicas. Hasta ahora, la hemocianina mejor estudiada desde un punto de vista estructural e inmunológico es KLH, de *Megathura crenulate*, cuyas unidades funcionales se revelaron mediante la combinación de crio-EM y cristalografía de rayos X, mostrando anillos homodecaméricos altamente simétricos con regiones extensamente glicosiladas. Sin embargo, independientemente de sus similitudes, las hemocianinas marinas presentan un grado significativo de diversidad estructural entre ellas, especialmente en lo que respecta a los patrones de glicosilación, lo que podría explicar su desigual eficiencia para generar efectos adyuvantes apropiados en terapias inmunológicas. El CCH ha mostrado aplicaciones biomédicas prometedoras, con una mayor estabilidad y solubilidad en comparación con sus homólogos. Sin embargo, a pesar del potencial biomédico único de CCH, su estructura e incluso su secuencia de aminoácidos siguen siendo desconocidas. Con dos cadenas polipeptídicas distintas que forman anillos heterodiméricos, cada subunidad presenta ocho dominios de unión a oxígeno globulares de cobre, denominados unidades funcionales (FU), y hasta 3 o 4 sitios de glicosilación. Por lo tanto, se construyó un mapa Crio-EM de 3,2 Å que permitió la construcción de la estructura completa de la proteína de 8 MDa con todas sus FU y glicosilaciones.

[1] C. J. Coates, H. Decker, *Cell. Mol. Life Sci.* 74 (2017) 293-317.

[2] S. Kato, T. Matsui, C. Gatsogiannis, Y. Tanaka, *Biophysical Reviews* 10 (2017) 191-202.

[3] P. Dolashka, A. Daskalova, A. Dolashki, W. Voelter, *Biomolecules* 10 (2020) 1470.



ELUCIDACIÓN ESTRUCTURAL Y CARACTERIZACIÓN MULTIDIMENSIONAL DEL OXALATO DE TIOCONAZOL

Aldana B. Moroni,^{a*} Elena Pérez-Mayoral,^b Diego F. Lionello,^c Daniel R. Vega,^c Teodoro S. Kaufman,^a
Natalia L. Calvo^a

^a Instituto de Química Rosario (IQUIR, CONICET-UNR), Área Análisis de Medicamentos, FCByF-UNR, Argentina.

^b Departamento de Química Inorgánica y Química Técnica, UNED, España.

^c Departamento Física de la Materia Condensada, Centro Atómico Constituyentes, CNEA, Argentina.

* moroni@iquir-conicet.gov.ar

Tioconazol (TCZ) es un antifúngico de amplio espectro cuya biodisponibilidad y eficacia se ven afectadas por la baja solubilidad que presenta en medios acuosos [1]. Con el fin de mejorar esta característica, se obtuvieron por primera vez monocristales del oxalato de TCZ (TCZ·OxH), los cuales fueron utilizados para la elucidación estructural mediante rayos X de monocristal (SCXRD). También se amplió la caracterización de la sal por métodos térmicos, espectroscopías FTIR-ATR y Raman, y velocidad de disolución intrínseca (IDR).

La nueva fase sólida mostró curvas de calorimetría diferencial de barrido y análisis termogravimétrico, así como también un patrón de rayos X de polvo, coincidentes con una fase parcialmente caracterizada en la literatura [2]. La estructura a 298 K se resolvió y refinó en el grupo espacial triclínico, resultando ser una sal cuyo empaquetamiento (Fig. 1) está dado por la formación de una cadena lineal de moléculas de ácido oxálico paralela al eje c, y a la cual se asocian las moléculas de TCZ mediante interacciones de puente de hidrógeno N⁺—H···O⁻. Los parámetros de celda son: a = 10,2546(3) Å, b = 10,7568(3) Å, c = 11,0504(3) Å, α = 112,2660(10) °; β = 105,7470(10) °, γ = 96,4240(10) ° y V = 1053,69(5) Å³.

Tanto el espectro FTIR-ATR del TCZ como el del ácido oxálico dihidrato, coinciden con los reportados en la literatura [1,3], mientras que TCZ·OxH mostró una señal amplia a 1710 cm⁻¹, asignable a νC=O del ácido carboxílico libre, junto con una banda ancha en la región de 3200-2000 cm⁻¹ (νOH). No se detectaron signos de agua, confirmando la naturaleza anhidra de la sal. Además, la región de la huella dactilar (1600 – 600 cm⁻¹) evidenció diferencias marcadas con los componentes individuales. Por otro lado, los espectros Raman del TCZ·OxH, mostraron bandas diferenciales para la identificación inequívoca del compuesto con respecto a sus componentes individuales a 223,8; 237,8; 309,9; 655; 823,1; 1083,6; 1285,7 y 1445,1 cm⁻¹.

Para evaluar el desempeño de la nueva fase, se llevó a cabo una prueba de IDR, utilizando TCZ como fármaco de comparación (IDR = 5,2 × 10⁻³ mg cm⁻² min⁻¹) en agua bidestilada acidificada a pH 4,3 (500 ml) a 37 °C y con una velocidad de rotación de las paletas de 50 rpm. El IDR de TCZ·OxH presentó un valor de 2,9 × 10⁻¹ mg cm⁻² min⁻¹, es decir que la sal es aproximadamente 56 veces más soluble que el fármaco base.

Estos resultados indican que la formación de un oxalato de TCZ mejoró notablemente el desempeño del fármaco, aumentando su solubilidad.

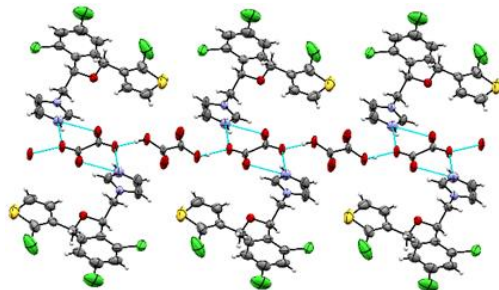
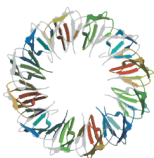


Figura 1. Diagrama de empaquetamiento de TZO·OxH que muestra los enlaces de hidrógeno (---)

[1] N.L. Calvo, V.A. Alvarez, M.C. Lamas, D. Leonardi, J. Pharm. Anal., 9 (2019) 40-48.

[2] K. Drodz, A. Manin, D. Boycov, A.V. Churakov, G.L. Perlovich, Cryst. Growth Des., 21 (2021) 7285-7297.

[3] F. Qi, R.S. Stein, T. Friščić, Green Chem., 16 (2014) 121-132.



SÍNTESIS Y ESTUDIO ESTRUCTURAL Y ESPECTROSCÓPICO DE UN NUEVO DERIVADO DEL CARIOLAN-1-OL: ESTUDIO EXPERIMENTAL Y TEÓRICO

Ana C. Muro ^a, Valeria Maturano ^a, Oscar E. Piro ^b, Gustavo A. Echeverría ^b, Diego M. Gil* ^a

^a INBIOFAL (CONICET – UNT). Instituto de Química Orgánica. Ayacucho 471. San Miguel de Tucumán. Argentina.

^b Departamento de Física, Facultad de Ciencias Exactas. Universidad Nacional de La Plata. C.C. 67, 1900. La Plata, Argentina.

* diego.gil@fbqf.unt.edu.ar

El alcohol terciario tricíclico cariolan-1-ol (**1**) se obtiene fácilmente por hidratación del cariofileno con ácido sulfúrico. Este compuesto es empleado en la industria de fragancias, asimismo presenta potente actividad antiasmática [1] y su 9-hidroxi derivado es anti-inflamatorio [2]. El cariolanol (**1**) posee un triciclo[6.3.1.0^{2,5}]dodecano con el anillo ciclobutano fusionado *trans* y cuatro centros quirales de configuración absoluta conocida. Este alcohol posee aspectos estereoquímicos, conformacionales y de reactividad que lo hacen un compuesto de interés en síntesis orgánica. Los antecedentes y especialmente sus propiedades antiasmáticas, conducen a la síntesis de derivados funcionalizados en diferentes posiciones. Se abordó la funcionalización del cariolanol con acetato de cromilo. Uno de los compuestos obtenidos de la oxidación es el 6-ceto cariolanol, el cual fue caracterizado por diferentes técnicas espectroscópicas (IR, Raman, UV-visible y RMN de ¹H y ¹³C). Se obtuvieron monocristales adecuados para su resolución estructural por DRX. El compuesto cristalizó en el grupo espacial ortorrómbico *P*2₁2₁2₁, con *Z*= 4 moléculas por celda unidad. La estructura del sólido se ve fuertemente estabilizada mediante enlaces de hidrógeno clásicos del tipo O-H...O que involucran al átomo de H del grupo hidroxilo y el átomo de O del grupo carbonilo como aceptor. Además, la estructura supramolecular del compuesto se estabiliza mediante contactos débiles del tipo C-H...O e H...H. Se realizó un estudio detallado de las interacciones intermoleculares mediante la evaluación de las superficies de Hirshfeld y sus diagramas de huella dactilar. Además, se estudiaron los diferentes dímeros responsables de la estabilidad cristalina y se determinaron sus energías de interacción (*E*_{tot}) con sus correspondientes energías particionadas en las componentes coulombica (*E*_{coul}), polarización (*E*_{pol}), dispersión (*E*_{dis}) y de repulsión (*E*_{rep}). La fuerza y naturaleza de los contactos intermoleculares que estabilizan la estructura del sólido se analizaron mediante numerosas herramientas computacionales tales como la teoría cuántica de “átomos en moléculas” (QTAIM), orbitales naturales de enlace (NBO) y superficies de interacciones no covalentes (NCIplots).

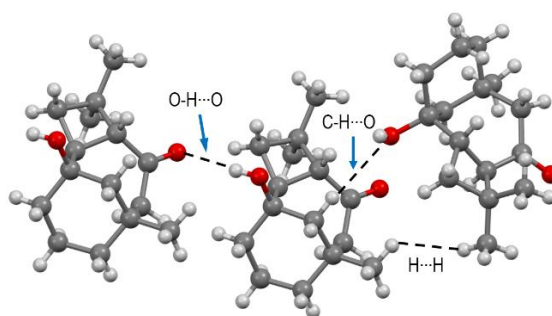
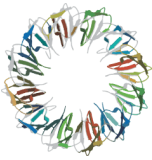


Figura 1. Vista parcial del empaquetamiento cristalino.

[1] J. Sun, L. Yu, P. Chen, Q. Xie, F. Tang, R. Bian, Yaoxue Xuebao. 22 (1987) 179-184.

[2] G. Delgado, M.S. Olivares, M.I. Chavez, T. Ramírez-Apan, E. Linares, R. Bye, F.J. Espinosa-García, J. Nat. Prod. 64 (2001) 861-864.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**EVOLUCIÓN DE LA ESTRUCTURA DE UN CAOLÍN NATURAL ARGENTINO POR
TERMODIFRACCIÓN DE NEUTRONES**

Diego Richard^a, Iván Polcowñuk Iriarte^{*a}, Paula V. López^a, Nicolás M. Rendtorff^a, Susana Conconi^a,
Javier Campo Ruiz^b, Inés Puente Orench^{b,c}, Fabio Scé Natale^b, Gabriela Aurelio^{d,e}

^a Centro de Tecnología de recursos Minerales y Cerámica (CETMIC, CONICET-CIC PBA-UNLP)

^b Instituto de Nanociencia y Materiales de Aragón (España)

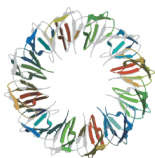
^c Instituto Laue-Langevin, Grenoble (Francia)

^d Instituto Balseiro

^e Laboratorio Argentino de Haces de Neutrones del RA-10

* ivanp@cetmic.unlp.edu.ar

Argentina posee varios depósitos de caolín que son explotados comercialmente, empleado tanto por la industria cerámica como las industrias del cemento, papel y plástico. Estas arcillas naturales presentan una mayor complejidad que la caolinita pura y bien cristalizada, debido a la presencia de fases adicionales como cuarzo e illita, como así también a los defectos estructurales que la fase caolinita puede poseer. A su vez, al ser tratada térmicamente a 400-600°C, la caolinita se deshidroxila, dando lugar al metacaolín, cuya estructura resulta difícil de modelar debido a su naturaleza amorfa o de baja cristalinidad. Por todo esto, el estudio de las posibles transformaciones de fase en estas arcillas al ser tratadas térmicamente resulta un desafío con gran atractivo por su potencial impacto en la optimización de los procesos industriales en los que son utilizados estos materiales. En este trabajo se estudia a través de difracción de neutrones un caolín nacional de uso industrial (caolín Sur del Río Blanco, comercializado por Piedra Grande SAMICAF) y se lo compara con una caolinita de referencia bien cristalizada del repositorio de la Sociedad Norteamericana de Arcillas (Kga-1). Para ello, se utilizó el difractor de neutrones para polvos D1B del Instituto Laue-Langevin (Grenoble, Francia) y se analizó la evolución de las fases cristalinas en ambas arcillas al ser tratadas térmicamente en el rango RT-900°C, como así también se estudió el proceso de deshidroxilación de las caolinitas en su transición al metacaolín. Complementariamente se han realizado en ambas arcillas caracterizaciones estructurales por difracción de rayos X de polvos (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB) y análisis térmico diferencial y termogravimétricos (ATD-TG). Los resultados preliminares de las medidas junto con los refinamientos basados en el método de Rietveld y las caracterizaciones complementarias permiten apreciar la potencialidad de la difracción de neutrones para el estudio de este tipo de materiales.



EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LAS PROPIEDADES ESTRUCTURALES Y LUMINISCENTES DEL FÓSFORO $\text{La}_{1-x}\text{PO}_4:\text{Eu}_x^{3+}$

Silvia A. Alconchel *^a, María Julieta I. Vilella^b, Beatriz T. Pierini^a

^a Departamento de Química, Facultad de Ingeniería Química, Universidad Nacional del Litoral, Santiago del Estero 2829, S3000AOM Santa Fe, Argentina

^b Departamento de Proyectos y Sistemas de Gestión, Facultad de Ingeniería Química, Universidad Nacional del Litoral, Santiago del Estero 2829, S3000AOM Santa Fe, Argentina

* salconchel@fiq.unl.edu.ar

Los fósforos basados en matrices de ortofosfatos activadas con Eu^{3+} integran una familia importante de materiales luminiscentes con aplicaciones emergentes en luces de estado sólido, pantallas, láseres y biomarcadores, entre otras. En particular, la activación con Eu^{3+} resulta en fósforos naranjas a rojos con bandas de emisión estrechas asignadas a las transiciones típicas $4f-4f$ [1]. La sintonía del color depende de la simetría del sitio cristalino que ocupa el ion Eu^{3+} en la matriz, y la intensidad luminiscente que se logra con excitación ultravioleta (UV) es un parámetro a optimizar en cada ortofosfato.

En una comunicación previa [2], ya se detalló el análisis estructural y luminiscente del fósforo $\text{La}_{1-x}\text{PO}_4:\text{Eu}_x^{3+}$ ($x = 0,02-0,20$) sintetizado por precipitación-calcinación a 800 °C. La composición $x = 0,15$ se identificó con el máximo de emisión en la región de color naranja, asociada a la transición dipolar magnética dominante, ${}^5\text{D}_0 \rightarrow {}^7\text{F}_1$. En este trabajo, se analiza el efecto del aumento de la temperatura de calcinación a 1200 °C sobre las propiedades estructurales y luminiscentes de composiciones seleccionadas, $\text{La}_{0,95}\text{PO}_4:\text{Eu}_{0,05}^{3+}$ y $\text{La}_{0,85}\text{PO}_4:\text{Eu}_{0,15}^{3+}$, junto a la correspondiente a la matriz de LaPO_4 . Para este análisis se utilizaron las técnicas de caracterización de difracción de rayos X (XRD), espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIRS) y espectroscopía de fotoluminiscencia (PLS).

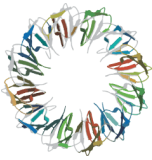
Los resultados de XRD indicaron una importante mejora en la cristalinidad de la estructura monacita de simetría monoclinica confirmando la sustitución del ion La^{3+} (N.C. 9; 1,216 Å) por Eu^{3+} (N.C. 9; 1,120 Å), y simultáneamente la estabilidad térmica de dicha fase a 1200 °C para todas las composiciones analizadas. La distorsión estructural generada en los poliedros $(\text{La}, \text{Eu})\text{O}_9$, debido a la diferencia de radios iónicos, se vio reflejada principalmente en el corrimiento de las bandas IR ν_3 (4) y ν_4 (4) de los grupos PO_4 hacia ν mayores con x creciente. Estos efectos junto a otros, fueron revelados con mayor definición al analizar la primera derivada de los espectros FTIR medidos. Con excitación en 393 nm, los espectros PL de emisión mostraron un aumento preferencial en la intensidad de la transición dominante ${}^5\text{D}_0 \rightarrow {}^7\text{F}_1$, resultando en un descenso de la relación de intensidades integradas $I({}^5\text{D}_0 \rightarrow {}^7\text{F}_2)/I({}^5\text{D}_0 \rightarrow {}^7\text{F}_1)$, hecho que contrasta con la bibliografía [3]. Así, el color de la emisión naranja fue levemente modificado, sin embargo, su pureza se vio más afectada por emisiones del ion Eu^{3+} de mayor energía (transiciones ${}^5\text{D}_{1,2} \rightarrow {}^7\text{F}_j$), principalmente por la emisión verde centrada en ~ 556 nm. Estas emisiones de baja intensidad, usualmente se han detectado en matrices con energías de fonones bajas [4], suelen ser “quenched” a altas concentraciones del ion activador, y hasta el presente no se han identificado en el fósforo $\text{LaPO}_4:\text{Eu}^{3+}$. No se descarta aún la posibilidad de autorreducción del ion Eu^{3+} como causal de estas emisiones y para su comprensión se están llevando a cabo otros análisis.

[1] J. Qiao, Z. Xia, J. Appl. Phys., 129 (2021) 200903.

[2] J.N. Mendoza, B.T. Pierini, S.A. Alconchel, XVI Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía, Santa Fe, Argentina, 2021, p. PO33.

[3] K. Maciejewska, P. Szklarz, A. Bednarkiewicz, M. Dramićanin, L. Marciniak, J. Alloy Compd., 935 (2023) 168064.

[4] G. Blasse, B. Grabmaier, Luminescent Materials, Springer, Berlin, 1994.



ESTUDIO DEL SISTEMA CERMET Ni/Sr₁₁Mo₄O₂₃: PROPIEDADES ELÉCTRICAS Y ANÁLISIS TEM.

Diego H. Lizarraga*^a, Diego G. Lamas^b, Eugenia Zelaya^c, Carlos A. López^a

^aINTEQUI (CONICET-UNSL), Facultad de Química Bioquímica y Farmacia, Universidad Nacional de San Luis, Ejército de los Andes 950, San Luis, Argentina.

^bITECA (UNSAM-CONICET), Escuela de Ciencia y Tecnología, Laboratorio de Cristalografía Aplicada, San Martín, Provincia de Buenos Aires, Argentina.

^cCentro Atómico Bariloche (CNEA-CONICET) – Av. Bustillo km 9.5 – Bariloche – Río Negro – (8400) – Argentina

* Lizarragadiego99@gmail.com

La demanda energética en el panorama mundial se suple principalmente a partir del uso de combustibles fósiles con el consecuente aumento de las emisiones de gases de efecto invernadero, siendo esto una constante señal de alerta. En consecuencia, en el panorama tecnológico actual, se están buscando alternativas para disminuir este consumo de combustibles fósiles y aumentar su eficiencia energética. Como alternativa, surgieron las Celdas de Combustible de Óxido Sólido (SOFC por sus siglas en inglés), dispositivos electroquímicos que juegan un rol fundamental por su alta eficiencia y su relativa versatilidad en el uso de combustibles. Las temperaturas de operación de las SOFC están limitadas por las propiedades de los materiales que las constituyen. Por este motivo, resulta necesario el desarrollo de nuevos materiales (para el cátodo, ánodo y/o electrolito) que permitan reducir, cada vez más, las temperaturas de operación y así extender su uso [1]. Una forma eficiente de obtener materiales anódicos prometedores es con sistemas compuestos metal-cerámicos (CERMET), por su acrónimo en inglés. En este sentido son conocidos por su buen desempeño los CERMETS: Ni/YSZ y Ni/GDC. Esto motiva la idea de usar Sr₁₁Mo₄O₂₃, un electrolito desarrollado en el grupo, [2,3] como base para obtener CERMETS del tipo Ni/Sr₁₁Mo₄O₂₃ (SMO) con el objeto que sean posibles candidatos como ánodos en SOFC. En el presente trabajo se desarrolla la síntesis de esta nueva familia de CERMETS con diferentes proporciones Ni/SMO. Las muestras se analizaron por difracción de rayos X y se refinaron las estructuras por el método Rietveld (figura 1a) obteniendo tanto parámetros estructurales como micro-estructurales y de composición. Además, se presenta el estudio de la conductividad en el rango de temperaturas de operación, mostrando valores comparables con CERMETS previamente reportados. Además, un análisis de las interacciones metal-cerámico a través de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) se llevó a cabo. Como se muestra en la figura 1 (b y c), se observaron cristalitas de entre 5 y 50 nm de diámetro medio. Se realizó también un análisis en profundidad de los patrones de difracción de electrones obtenidos por esta técnica.

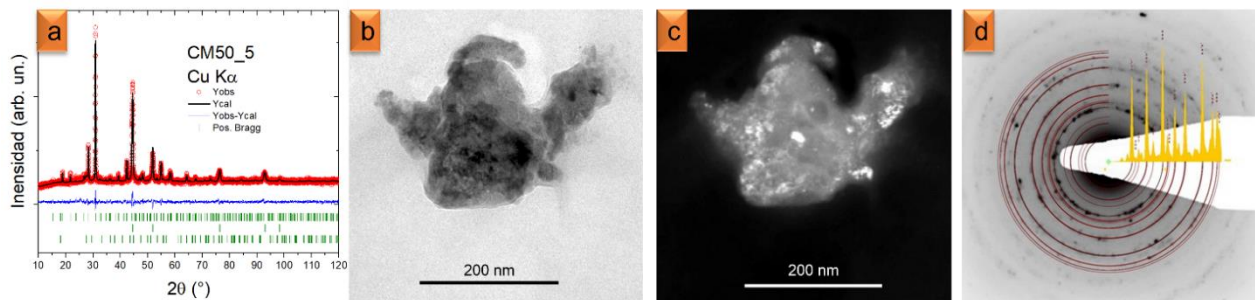
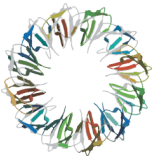


Figura 1. (a) Patrón de difracción refinado; (b y c) Micrografía de campo claro y campo oscuro de la misma partícula; (d) Negativo del patrón de difracción del área selecta.

[1] K. Kendall, M. Kendall, “High-Temperature Solid Oxide Fuel Cells for the 21st Century: Fundamentals, Design and Applications: Second Edition” Elsevier Inc. (2015).

[2] C.A. López, J.C. Pedregosa, D.G. Lamas, J.A. Alonso J. Appl. Cryst. 47 (2014) 1395.

[3] C.A. López, J.C. Pedregosa, M.T. Fernández-Díaz, J.A. Alonso J. Appl. Cryst. 49 (2016) 78.



ESTABILIDAD DEL ZIRCONATO DE LITIO EN CONDICIONES AMBIENTALES: EFECTO DEL HIERRO COMO DOPANTE

Nicolás G. Orsetti ^a, María A. Álvarez Manso ^a, Gustavo Suarez ^a, Martina Gamba* ^a

^a Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica (CETMIC), Cno. Centenario y 506, M. B. Gonnet, 1987, Buenos Aires, Argentina

* martina.gamba@cetmic.unlp.edu.ar

El zirconato de litio (LZO) es un material cerámico cuyo uso más extendido es como revestimiento de electrolitos y electrodos en baterías de litio, pues mejora la estabilidad de los materiales frente al ciclado, restringe la formación de interfaces de alta resistencia y ralentiza la evolución de dendritas en el ánodo de litio metálico [1]. Una estrategia ampliamente reportada para mejorar sus propiedades es la incorporación de un heteroátomo, ya sea en la posición cristalina del Li^+ o del Zr^{4+} , lo cual genera vacancias de Li^+ o de O^{2-} , respectivamente, que favorecen la difusión del litio en la red cristalina y por ende su conductividad iónica [2]. Desde 1998 [3] se conoce que el LZO es un absorbente selectivo y reversible de CO_2 a $T > 500$ °C. Sin embargo, la absorción de CO_2 a temperatura ambiente (RT) está menos estudiada y, menos aún, el efecto sobre este proceso de la presencia de un heteroátomo en la estructura.

En este trabajo estudiamos el añejamiento de dos muestras en polvo de estequiometría Li_2ZrO_3 (LZO) y $\text{Li}_2\text{Zr}_{0,97}\text{Fe}_{0,03}\text{O}_{2,985}$ (LZFO) que se sintetizaron a través de reacción en estado sólido y fueron sometidas a una exposición a atmosfera húmeda (75%) durante 9 meses, a RT. Se realizó un seguimiento periódico de las muestras por DRX, análisis térmico diferencial - termogravimetría (ATD-TG) y microscopio de barrido electrónico (SEM). En la Figura 1 se observan los DRX de las muestras LZO y LZFO recién sintetizadas ($t=0$) y luego del añejamiento ($t=9$ meses). A $t=0$, las muestras son cristalinas, con una fase principal correspondiente a Li_2ZrO_3 monoclinica. Por su parte, a $t=9$ meses los picos disminuyen su intensidad y se ensanchan, siendo más notorio el efecto en la muestra LZFO. Además, se pueden identificar la aparición de productos de la reacción de $\text{Li}_2\text{Zr}(\text{Fe})\text{O}_3$ con H_2O y CO_2 ambiente: ZrO_2 monoclinica, Li_2CO_3 , $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$. En el caso de LZFO, como fases secundarias, además de los productos mencionados se observa la presencia de ferritas de litio (LiFeO_2 y Li_5FeO_4). Estos resultados son coherentes con lo observado a partir de ATD-TG y SEM. Este estudio muestra que la presencia de Fe^{3+} en la estructura del zirconato de litio, favorece la hidratación y posterior carbonatación de la fase Li_2ZrO_3 a temperatura y humedad ambiente.

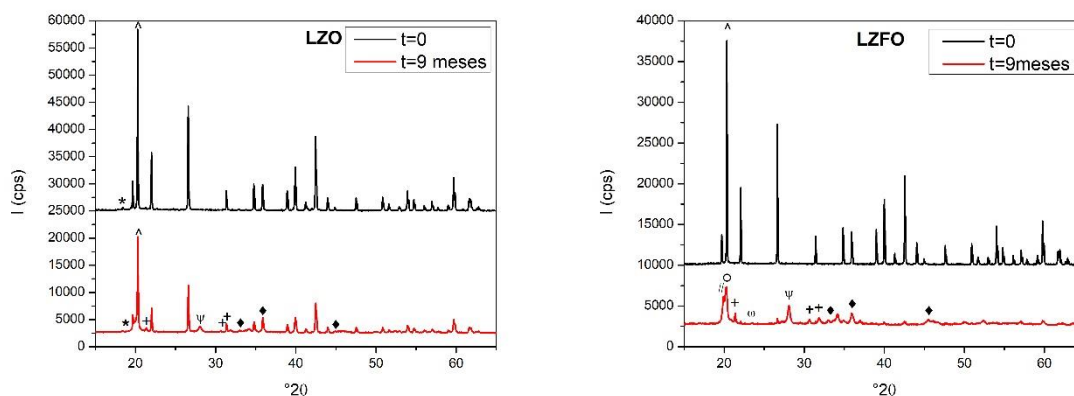
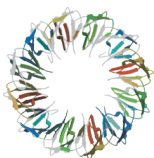


Figura 1. Difractogramas de las muestras recién sintetizadas ($t=0$) y luego del añejamiento ($t=9$ meses).
(\wedge) Li_2ZrO_3 (monoclinica), ($+$) Li_2CO_3 , (ψ) ZrO_2 , (\blacklozenge) $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$, ($\#$) LiFeO_2 , (ω) Li_5FeO_4 .

[1] N.G. Orsetti, M. Gamba, S. Gomez, J.P. Yasno, G. Suarez, *Ceramics International*, 48 (2022) 8930-8959.

[2] X. Zhan, Y.T. Cheng, M. Shirpour, *Journal of the American Ceramic Society*, 101 (2018) 4053-4065.

[3] K. Nakagawa, T. Ohashi, *Journal of the Electrochemical Society*, 145 (1998) 1344.



THE RHIZOBIAL COPPER NITRITE REDUCTASE FROM *BRADYRHIZOBIUM JAPONICUM* USDA110: STRUCTURE AND BIOPHYSICS.

Cintia S. Ramírez ^a, Carmien Tolmie ^b, Diederick J. Opperman ^b, María G. Rivas ^a, Pablo J. González ^a,
Carlos D. Brondino ^a, Felix M. Ferroni ^{*a}

^a Departamento de Física, Facultad de Bioquímica y Ciencias Biológicas. Universidad Nacional del Litoral (UNL). CONICET, Ciudad Universitaria. Paraje El Pozo, Santa Fe, Santa Fe, S3000ZAA, Argentina.

^b Department of Microbiology and Biochemistry, University of the Free State (UFS), 205 Nelson Mandela Drive, Bloemfontein, Free State, 9300, South Africa.

* fferroni@fbc.unl.edu.ar

Denitrification plays a key role in soil and nitrogen metabolism in *Rhizobacteria* used as bioinoculants [1]. The regulation of the number of endosymbiont-*Bradyrhizobium* nodules in the roots of soya plants is determined in part by the nitrite reductase activity [2]. We report here the crystal structure of the copper-containing nitrite reductase from the Gram-negative bacterium *B. japonicum* USDA110 (*BjNirK*) solved at 1.3 Å. It showed a striking resemblance with the overall structure of the well-known class I NirKs composed of two Greek key β -barrel domains [3]. The enzyme had lower activity than the class I NirKs, which can likely be ascribed to structural differences in the secondary proton channel (SPC), which transports two protons required by the stoichiometry of nitrite reduction to nitric oxide. We performed biophysics studies (EPR, UV-vis spectroscopy, and Resonance RAMAN) and bioinformatics to complement the structural data. We analyze the interaction with the physiological electron donor cytochrome *c*₅₅₀ (*BjCycA*), the proton channels, and the main functional features (T1Cu and T2CU centers).

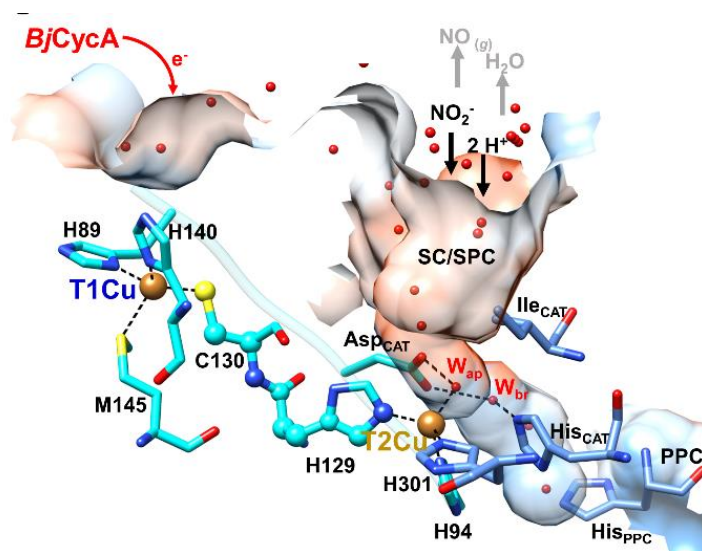
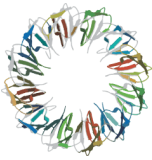


Figure 1. Structural and functional elements of *BjNirK*.

[1] S.K. Jaiswal *et.al.*, *Frontiers in Sustainable Food Systems* 4 (2021) 619676.

[2] M.J. Delgado *et.al.*, Chapter 6 - Denitrification in Rhizobia-Legume Symbiosis. In *Biology of the Nitrogen Cycle*. pp. 83-91, (2007) Elsevier, Amsterdam

[3] S.L. Rose, *et.al.* Copper-Containing Nitrite Reductase. In *Encyclopedia of Inorganic and Bioinorganic Chemistry*, (2022) R.A. Scott (Ed.).



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**CRYSTALLOGRAPHY AND COMPLEMENTARY ASSAYS FOR STRUCTURAL STUDY
OF *T. cruzi* PROTEINS**

Mailén Cabrera ^{a,b}, Natalia Carmona ^{a,b}, Juan A. Gomez Barroso ^{*a,b}

^aÁrea de Biología Molecular, Universidad Nacional de San Luis, Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia.

^bIMIBIO, Universidad Nacional de San Luis, CONICET;

* jagomez@email.unsl.edu.ar

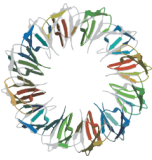
The Chagas' disease is caused by the protozoan parasite *Trypanosoma cruzi*. It has a high overall prevalence (6-8 million cases) and 65-100 million people are at risk of contracting this infection. It is an endemic disease in Latin America that affects 18–20 million people. Currently, there are no available vaccines and the drugs used in patients shows several undesirable side effects [1, 2]. The identification of new protein targets for chemotherapy is a priority in Chagas disease control. X-ray crystallography and complementary methods, principally *in silico* modeling and docking, are important tools for structural characterization. In this work, we study several *T. cruzi* proteins involved in important processes such as protein expression, energetic metabolism and mRNA maturation. The proteins involved on these metabolism processes, are potential targets for the rational design of drugs for the treatment of Chagas' disease. The ribosomal stalk is a pentameric complex formed by the P proteins: TcP0 and four TcP small proteins (TcP1 α , TcP1 β , TcP2 α and TcP2 β). *In silico* models for these proteins have been obtained in our laboratory using the Modeller program and AlphaFold2. The TcP0 model have an N-terminal globular domain linked to an alpha domain, whilst the four P small proteins have a N-terminal four helix up-and-down bundle domain [3]. The five P proteins have a C-terminal disordered domain which ends in an acidic bend. Cuspro and AlphaFold were used to pentamer association study and a multimeric model were proposed. Also, we studied some proteins involved in high-energy phosphate transfer from trypanosomatids: nucleoside diphosphate kinases (NDPK1, NDPK2, NDPK3) and adenylate kinases (AdK1 and other AdKn). We describe a quinary crystallographic structure for TcNDPK1 showing a multihexameric helix-like oligomer suggesting a model for enzyme regulation and storage [4]. The TcAdK1 protein was crystallized and the crystallization conditions are being refined for X-ray assays. *In silico* assays suggest a oligomerization model for this protein. A TcNDPK2 three-domain homology model was proposed. Finally, we also studied proteins involved in the mRNA maturation process: Pap1 interaction factor (FIP1 type) and the specific cleavage and polyadenylation factor (CPSF-30). These proteins are very difficult to crystallize and therefore to be solved by x-ray crystallography. By conformational and computational studies, we characterize these as intrinsically disordered proteins (IDPs) and complementary propose a docking structural model. X-ray three-dimensional structural studies and bioinformatics results are important to three-dimensional protein characterization in the rational design of drugs for the treatment of Chagas disease.

[1] [https://www.who.int/es/news-room/fact-sheets/detail/chagas-disease-\(american-trypanosomiasis\)](https://www.who.int/es/news-room/fact-sheets/detail/chagas-disease-(american-trypanosomiasis))

[2] N. Cortes-Serra, M. Gualdron-Lopez, M.J. Pinazo, A.C. Torrecilhas, C. Fernandez-Becerra, Journal of immunology research, (2022) 5230603.

[3] J.A. Gomez Barroso, C.F. Aguilar, Eur Biophys J., 43 (2014) 361-366.

[4] J.A. Gomez Barroso, M.R. Miranda, C.A. Pereira, R.C. Garratt, C.F. Aguilar, Acta Crystallogr D Struct Biol., 78 (Pt 1) (2022) 30-42.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

ANÁLISIS CRISTALOQUÍMICO DE ÓXIDOS PERTENECIENTES
AL SISTEMA CeO₂-ZrO₂-La₂O₃

María G. Zimicz ^{*a}, Ayelén Prado ^b, Analía L. Soldati ^b, Fernando D. Prado ^a

^a Instituto de Física del Sur – Departamento de Física UNS. Av. L.N. Alem 1253 (8000) – Bahía Blanca, Argentina

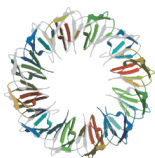
^b Instituto de Nanociencia y Nanotecnología, CNEA, CONICET, Centro Atómico Bariloche. Av. Bustillo 9500 (8400) S.C. de Bariloche, Argentina

* geno.zimicz@gmail.com

En este trabajo se estudiaron óxidos mixtos pertenecientes al sistema CeO₂-ZrO₂-La₂O₃, con vistas a su aplicación como catalizador de oxidación de metano [1, 2]. El método de síntesis elegido fue el de complejación de cationes con ácido cítrico, y posteriormente las muestras fueron calcinadas en aire estático a 600°C durante 1 hora. Se analizó la estructura cristalina de los óxidos utilizando un difractor Panalytical Empyrean III equipado con una cámara de alta temperatura Anton Paar HTK1200. Se colectaron los difractogramas in situ en el rango angular de 20 a 80°, en función de la temperatura desde T ambiente hasta 700°C. Posteriormente se realizaron refinamientos de Rietveld a fin de obtener los parámetros de red, tamaños de cristalita, y microtensiones. Además, se analizó el proceso de sinterizado de las muestras a través de ensayos de dilatometría a velocidad de calentamiento constante, con el fin de relacionar la cinética de sinterizado con el crecimiento de cristalita. La morfología de las muestras fue analizada mediante microscopía electrónica de transmisión, obteniéndose la distribución de tamaños de partícula para cada muestra. Por último, se analizó la presencia de defectos en la estructura cristalina a través de la técnica de espectroscopía Raman. Los óxidos sintetizados fueron los siguientes: Ce_{0.9}Zr_{0.1}O₂ (CZ), Ce_{0.9}Zr_{0.05}La_{0.05}O_{2-δ} (CZL) y Ce_{0.9}La_{0.1}O_{2-δ} (CL), resultando todos con estructura cúbica (*Fm3m*) y tamaño de cristalita nanométrico (entre 9 y 19 nm). A través de los ensayos de DRX a temperatura ambiente, se observó que el agregado de lantano al óxido de cerio lleva a una muestra con mayor tamaño de cristalita. Sin embargo, cuando se realiza simultáneamente el dopado con Zr y La, el óxido resultante evidencia el menor tamaño de cristalita. Al analizar los datos de DRX en función de la temperatura, se determinó que la muestra CZL evidencia un mayor crecimiento de tamaño de partícula que el resto de los óxidos, acentuándose este crecimiento por encima de 600°C. Esto se correlaciona con los ensayos de dilatometría, donde se pudo observar que el sinterizado de todas las muestras comienza aproximadamente a 630°C, pero por encima de 675°C la muestra CZL evidencia una velocidad de sinterizado mayor que el resto. Las diferencias en el proceso de sinterizado pueden ser debidas a diferencias en las propiedades morfológicas de los polvos, y a diferencias en los procesos que controlan el crecimiento de grano y la densificación. A través de los ensayos de TEM se observó que los óxidos no poseen una forma definida, y que las muestras CL y CZL evidenciaron una distribución de tamaños de partícula bimodal, mientras que la muestra CZ posee una distribución normal. Por último, por medio de espectroscopía Raman se determinó que la muestra CL posee una mayor concentración de defectos, que incrementan la movilidad de los oxígenos. Para ambas muestras que contienen La (CL y CZL), se observó la contribución de dos bandas asociadas a la presencia de defectos: una asociada a la creación de vacancias de oxígeno para compensar el desbalance de cargas introducido por el dopado con La⁺³, y otra banda asociada a la presencia de vacancias de oxígeno intrínsecas por la presencia de Ce⁺³. No se observaron modos vibracionales correspondientes a La₂O₃ o ZrO₂, confirmando que no existe segregación de fases en las muestras.

[1] Bo Zahng, Dao Li and Xingyi Wang. *Catalysis Today* 158 (2010) 348-353

[2] B. Zhao, Q. Wang, G. Li, R. Zhou. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 1 (2013) 534–543



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**ESTUDIO ESTRUCTURAL Y MAGNÉTICO DE LAS SOLUCIONES SÓLIDAS
YBaFeCu_{1-x}MT_xO₅ CON MT = Ni, Co**

Diego G. Franco * ^{a,b,c}, Javier H. Lohr ^{a,d}, Antonela Geuna ^b, Marcelo Vásquez ^{a,b,c}, Javier Campo^e,
Gabriela Aurelio ^{a,d,e}

^a CONICET

^b Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica

^c Instituto Balseiro, Universidad Nacional de Cuyo

^d Laboratorio Argentino de Haces de Neutrones, Comisión Nacional de Energía Atómica

^e Instituto de Nanociencia y Materiales de Aragón, CSIC-Universidad de Zaragoza, España

* diego.franco@ib.edu.ar

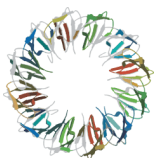
Recientemente ha surgido un gran interés en el antiferromagneto YBaFeCuO₅ debido a que se ha demostrado que posee magnetoelectricidad [1,2] a temperaturas cercanas a ambiente. Éste es un fenómeno en donde la magnetización se encuentra acoplada a la polarización eléctrica, lo cual permite el control de la magnetización (polarización) usando un campo eléctrico (magnético). Dicho acoplamiento es inusual dado que el antiferromagnetismo y la ferroelectricidad son propiedades que durante mucho tiempo se consideraban antagónicas.

El óxido YBaFeCuO₅ presenta una fase antiferromagnética colineal por debajo de los 450 K, la cual transiciona a un orden magnético de tipo espiral entre los 154 y los 310 K, según el desorden catiónico entre Cu y Fe. La posibilidad de sintonizar la temperatura de transición espiral hacia temperatura ambiente resulta de gran relevancia dado que es justamente la fase espiral la que presenta el acople magnetoeléctrico (ME). De hecho, es la ruptura de la simetría de inversión generada por el ordenamiento magnético tipo espiral la que induce la ferroelectricidad en este óxido complejo.

Buscando profundizar sobre el efecto del desorden catiónico sobre el acople ME, en este trabajo presentaremos resultados de un estudio de las propiedades cristalográficas, magnéticas y eléctricas de distintas soluciones sólidas YBaFeCu_{1-x}MT_xO₅ en donde parte del contenido de cobre ha sido reemplazado por otro metal de transición MT, níquel o cobalto. Los óxidos fueron sintetizados por método cerámico, y estudiados por difracción de rayos X, mostrando en todos los casos un alto grado de pureza para $x < 0.25$, valores por encima de los cuales se obtienen mezclas de fases que indicarían la desestabilización de la estructura de interés. Las temperaturas de orden magnético se obtuvieron a partir de mediciones de calorimetría diferencial de barrido y de magnetización. Finalmente, detalles cristalográficos y las secuencias de ordenamiento magnético se estudiaron mediante difracción de neutrones a distintas temperaturas, a partir de mediciones realizadas en el Paul Scherrer Institute de Suiza y el centro J-PARC de Japón.

[1] B. Kundys, et al., Appl. Phys. Lett. 94 (2009) 072506.

[2] Y. C. Lai et al., J. Phys.: Condens. Matter 29 (2017) 145801.



ANÁLISIS DE LA MOVILIDAD IÓNICA MEDIANTE DIFRACCIÓN DE NEUTRONES: PEROVSKITAS 0D Cs_4PbX_6 CON $\text{X} = \text{Br}$ y I

Carmen Abia ^a, Carlos A. López* ^b, María T. Fernández-Díaz ^c, José A. Alonso ^a

^a Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, CSIC, 28049 Madrid, España.

^b INTEQUI, (UNSL-CONICET) y Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia, UNSL, 5700 San Luis, Argentina.

^c Institut Laue Langevin, BP 156X, Grenoble F-38042, France.

* calopez@unsl.edu.ar

En la última década, se ha logrado un aumento notable en la eficiencia de conversión fotoeléctrica (PCE, por sus siglas en inglés) en dispositivos fotovoltaicos gracias al uso de fases basadas en haluros [1]. Sin embargo, estas fases presentan ciertos problemas de estabilidad por la exposición a agentes ambientales como la luz y la humedad [2]. Esto ha promovido un particular interés por nuevos sistemas basados en haluros con propiedades optoelectrónicas similares pero con una estabilidad superior. Se han desarrollado estrategias alternativas para diseñar nuevos materiales con propiedades atractivas, que incluyen diferentes topologías para las disposiciones octaédricas, desde tridimensionales (3D, por ejemplo, la perovskita CsPbBr_3) hasta bidimensionales (2D, por ejemplo, CsPb_2Br_5) o incluso cero dimensionales (0D, es decir, sin conexión entre octaedros), como es el caso de los haluros Cs_4PbX_6 ($\text{X} = \text{Br}$, I). Paralelamente, resulta de gran importancia conocer acabadamente las características cristalográficas de estos materiales, como son: defectos, vacancias, distorsiones, transiciones de fase, entre otras, para comprender tanto sus propiedades optoelectrónicas como su estabilidad fisicoquímica. En este sentido la Difracción de Neutrones resulta una herramienta fundamental para dilucidar determinados aspectos estructurales tanto en sistemas basados en haluros híbridos (orgánico-inorgánico) como puramente inorgánicos.

En este trabajo, se muestra la potencialidad de la Difracción de Neutrones para analizar las características cristalográficas de las fases de haluros con dimensionalidad cero $\text{Cs}_4\text{PbBr}_{6-x}\text{I}_x$ ($x = 0, 2, 4, 6$) obtenidas mediante procedimientos mecanoquímicos. A temperatura ambiente todas las estructuras se definieron en el grupo espacial trigonal $R\bar{3}c$ (#167). Se detectó la presencia de vacancias de Cs^+ y X^- lo que sugiere alguna movilidad iónica. Los posibles caminos de dicha movilidad se obtuvieron a través de los mapas de valencia de enlace (BVM) para los iones cesio y bromuro. Para Cs^+ se observó una conexión tridimensional completa en la fase de bromuro, en contraste con la de yoduro, como se muestra en la Figura 1. Además, se presentan los espectros de reflectancia difusa los cuales muestran que el *band gap* cambia según el contenido de yodo (x) en el rango de 3.60 a 3.06 eV.

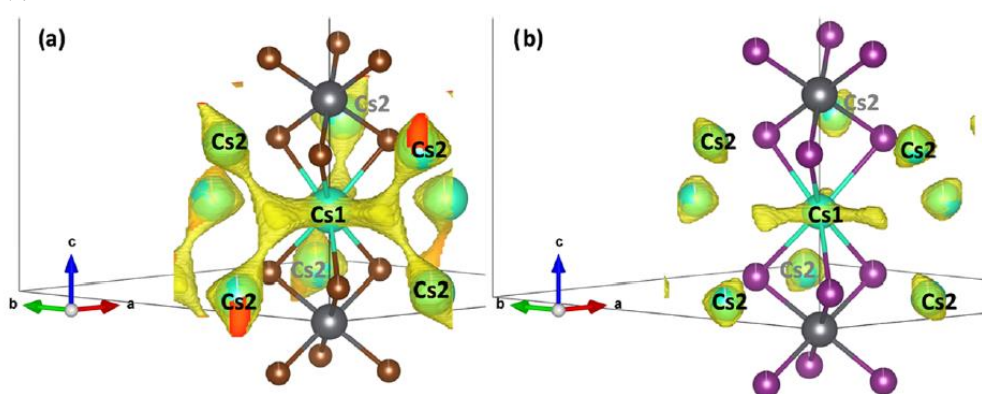
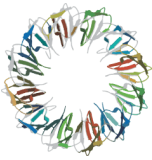


Figura 1. Isosuperficie de valencia obtenida a partir de los mapas de valencia de enlace alrededor de átomos Cs^+ revelando las posibles caminos de movilidad del Cs^+ para (a) Cs_4PbBr_6 y (b) Cs_4PbI_6 .

[1] I. Chung, et al., Nature, 485 (2012) 486–489.

[2] J.H. Noh, et al., Nano Lett., 13 (2013) 1764-1769.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

NUEVA INSTALACIÓN EN EL LABORATORIO DE CRISTALOGRAFÍA APLICADA DEL ITECA, UNSAM-CONICET: DETALLES INSTRUMENTALES Y PRIMEROS RESULTADOS DE DISPERSIÓN DE RAYOS X A ULTRA BAJO ÁNGULO (USAXS)

Cristián Huck Iriart ^{a, b}, Diego G. Lamas * ^a

^a *Instituto de Tecnologías Emergentes y Ciencias Aplicadas (ITECA), CONICET-UNSAM, Escuela de Ciencia y Tecnología, Laboratorio de Cristalografía Aplicada. Av. 25 de mayo 1169, (1650) San Martín, Provincia de Buenos Aires, Argentina*

^b *Sincrotrón ALBA, Carrer de la Llum 2-26, (08290) Cerdanyola del Vallès, Barcelona, España*

* dlamas@unsam.edu.ar

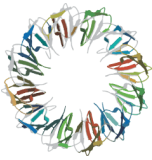
En abril de 2019 se inauguró el Laboratorio de Cristalografía Aplicada (LCA) en el ámbito de la Escuela de Ciencia y Tecnología (ECyT) de la Universidad Nacional de San Martín (UNSAM) y rápidamente abrió sus puertas a la comunidad científica y a la industria al incorporarse al Sistema Nacional de Rayos X del Ministerio de Ciencia, Tecnología e Innovación. Posteriormente, se sumó al nuevo Instituto de Tecnologías emergentes y Ciencias Aplicadas (ITECA), unidad ejecutora de doble dependencia de UNSAM-CONICET creada en 2020 y que desarrolla sus actividades en el marco de la ECyT.

El LCA cuenta con un difractor de rayos X de polvos modelo Empyrean de la empresa Malvern Panalytical y un equipo de dispersión de rayos X a bajo ángulo y ultra bajo ángulo (SAXS-USAXS), modelo XEUSS 2.0 de la empresa XENOS. Este último equipo cuenta además con un segundo detector que mide a ángulos intermedios (WAXS) en forma simultánea con el detector de SAXS-USAXS, lo que permite hacer estudios a distintas escalas de distancias. El mismo se instaló inicialmente en una configuración de 5 metros de largo (que es la habitual para experimentos de SAXS, permitiendo una distancia muestra-detector máxima de 2,5 metros) por falta de un espacio físico más amplio y así continuó dando servicios durante 4 años, pero desde fines de junio de este año se lo trasladó al subsuelo de la nueva Torre de Desarrollo Académico (TDA) del Campus Miguelete de la UNSAM donde quedó en forma definitiva con una configuración de 10,2 metros de largo (distancia muestra-detector de hasta aproximadamente 6,4 metros). Gracias a esta nueva instalación, actualmente este equipo permite realzar estudios a ultra bajo ángulo, siendo en el segundo equipo en América Latina con esa capacidad (el primero en instalarse se encuentra en el Instituto de Física de la Universidad de San Pablo en la ciudad de San Pablo, Brasil).

En este trabajo, se presentarán detalladamente las características técnicas de la nueva instalación, que se muestra en la Figura 1, y los primeros resultados que se han obtenido empleando la misma. Asimismo, se detallarán posibles aplicaciones que tienen las técnicas de SAXS/USAXS/WAXS, abarcando tanto sistemas sólidos como líquidos o geles, incluyendo por ejemplo nanomateriales con distintas morfologías, fármacos, materiales porosos, proteínas en solución, polímeros, cremas, sistemas grasos, etc.



Figura 1. Equipo de SAXS-USAXS XENOS modelo Xeuss 2.0 con medición simultánea de WAXS del Laboratorio de Cristalografía Aplicada, ITECA, CONICET-UNSAM (San Martín, Gran Buenos Aires).



CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE CALCÓGENUROS TERMOELÉCTRICOS TIPO $\text{AgSn}_m(\text{Sb}_x\text{Bi}_{1-x})\text{Q}_{m+2}$ (Q= Se, Te) Y FASES DOPADAS CON BROMO

Daniela Delgado *^a, Paulina Valencia-Gálvez^a, Silvana Moris^b, Antonio Galdámez^a

^a Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de Chile, Las Palmeras 3425, Chile.

^b Centro de investigación de estudios avanzados del Maule (CIEAM), Vicerrectoría de Investigación y Postgrado, Universidad Católica del Maule, Avenida San Miguel 3605, Talca 3480112, Chile.

* daniela.delgado@ug.uchile.cl

El aumento en la demanda energética global ha intensificado el interés en métodos de generación de energía alternativos que sean más eficientes y sustentables. Para esto se han empleado materiales termoeléctricos los cuales son capaces de convertir calor residual en electricidad [1]. Los materiales más utilizados hasta la actualidad son calcógenos nanoestructurados a base de plomo, como los sistemas $(\text{PbTe})_m\text{-AgSbTe}_2$ [2]. Debido a la presencia de plomo, un elemento tóxico, nuevos compuestos deben ser estudiados. Los seleniuros de estaño han generado interés debido a la baja conductividad térmica intrínseca de sus cristales. Además, las modificaciones químicas y el dopaje constituyen un enfoque potencial para optimizar las propiedades termoeléctricas [3].

El primer paso para estudiar estos nuevos materiales es su caracterización estructural. Estudiamos las fases $\text{AgSn}_m(\text{Sb}_x\text{Bi}_{1-x})\text{Q}_{m+2}$ (Q= Se, Te) y $\text{AgSn}_2(\text{Sb}_{0,8}\text{Bi}_{0,2})\text{Te}_{3,95}\text{Br}_{0,05}$ las cuales fueron sintetizadas por método cerámico a altas temperaturas. Los patrones de difracción de rayos X de polvos (DRXP) fueron refinados por el método Rietveld bajo el grupo espacial Pm-3m. La caracterización morfológica realizada mediante SEM-EDS, muestra que todas las fases propuestas son homogéneas. El análisis por microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HR-TEM) es consistente con la simetría cúbica y los resultados de EDS muestran una composición consistente con la nominal y coherente con los resultados obtenidos por SEM-EDS. La difracción de electrones (DE) muestra que para Q= Se, existen puntos muy débiles que no son compatibles con una red cúbica primitiva, ni con una simetría tetragonal (Fig. 1). Para Q= Te, los resultados son coherentes con una simetría cúbica, mientras que para el dopaje con bromo se observa una región de cristal micrométrico con simetría tetragonal.

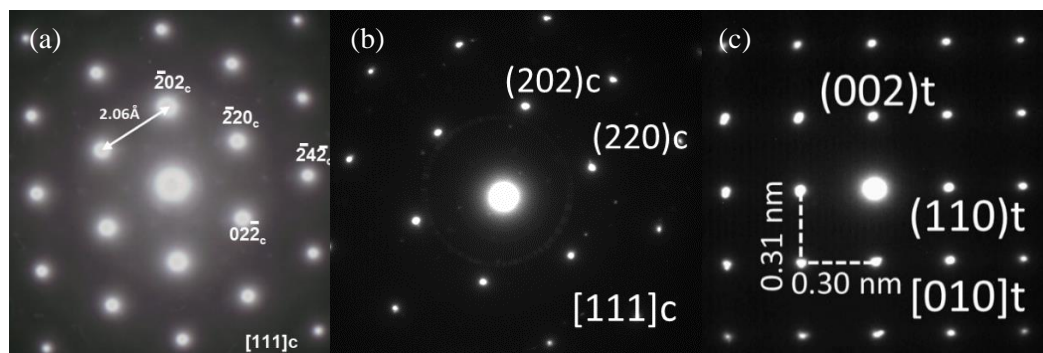
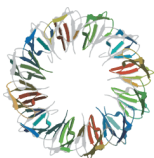


Figura 1. Difracción de electrones para (a) AgSnBiSe_3 ; (b) $\text{AgSn}_2(\text{Sb}_{0,8}\text{Bi}_{0,2})\text{Te}_4$ en el eje $[111]_c$ y (c) $\text{AgSn}_2(\text{Sb}_{0,8}\text{Bi}_{0,2})\text{Te}_{3,95}\text{Br}_{0,05}$ en el eje $[010]_t$.

[1] X. Zhang, L.D. Zhao, Journal of Materiomics, 1 (2015) 92–105.

[2] M.G. Kanatzidis, Chemistry of Materials, 22 (2010) 648–659.

[3] L.D. Zhao, S.H. Lo, Y. Zhang, H. Sun, G. Tan, C. Uher, C. Wolverton, V.P. Dravid, M.G. Kanatzidis, Nature, 508 (2014) 373.



DETERMINACIÓN DE LA ESTRUCTURA LOCAL DE NANOPARTÍCULAS DE $A_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ ($A = \text{Ni}, \text{Zn}$): UN PARÁMETRO CLAVE PARA DETERMINAR LAS PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y CATALÍTICAS

Martín E. Saleta * ^{a,b}, Teobaldo E. Torres ^{a,b}, Dina Tobia ^a, Enio Lima Jr. ^a

^a Instituto de Nanociencia y Nanotecnología (INN), CNEA-CONICET, Centro Atómico Bariloche, Av. Bustillo 9500, 8400 S. C. de Bariloche (RN), Argentina.

^b Instituto Balseiro, U.N. Cuyo y CNEA, Av. Bustillo 9500, 8400 S. C. de Bariloche (RN), Argentina.

* martin.saleta@cab.cnea.gov.ar

Debido a su gran diversidad de propiedades físico-químicas la ferrita ($A_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$) con sustituciones de iones metálicos Zn^{2+} o Ni^{2+} ha sido estudiada desde ya hace varios años. En particular, en nuestro grupo estudiamos el papel de los iones metálicos $3d$ divalentes (Fe , Zn y Ni) sobre la reacción Fenton heterogénea promovida por nanopartículas magnéticas con estructura espinela. En este trabajo presentamos una caracterización morfológica realizada por TEM y composicional por PIXE. La estructura local de las nanopartículas se estudió por espectroscopia de absorción de rayos X analizando la región EXAFS. La actividad catalítica de los sistemas nanoestructurados de ferrita sustituida para descomponer H_2O_2 en especies reactivas de oxígeno (ROS), en buffer de acetato 10 mM (pH= 5), fue medida por resonancia paramagnética electrónica (EPR) con el uso de DMPO como *spin trap*. Los estudios composicionales muestran que tanto la ferrita de Ni como la de Zn son deficientes en estos iones, habiéndose incorporado sólo $x= 0,59$ de Ni^{2+} y $x= 0,51$ de Zn^{2+} , completando el resto con iones Fe^{2+} . Este mismo comportamiento fue observado previamente [1,2]. Desde el punto de vista de la estructura local observamos que todos los iones Ni^{2+} se ubican en el sitio octaédrico (Fig. 1, izquierda) mientras que los iones Zn^{2+} se ubican puramente en los sitios tetraédricos (Fig. 1, centro). Los resultados obtenidos por EXAFS respaldan los resultados catalíticos obtenidos por EPR.

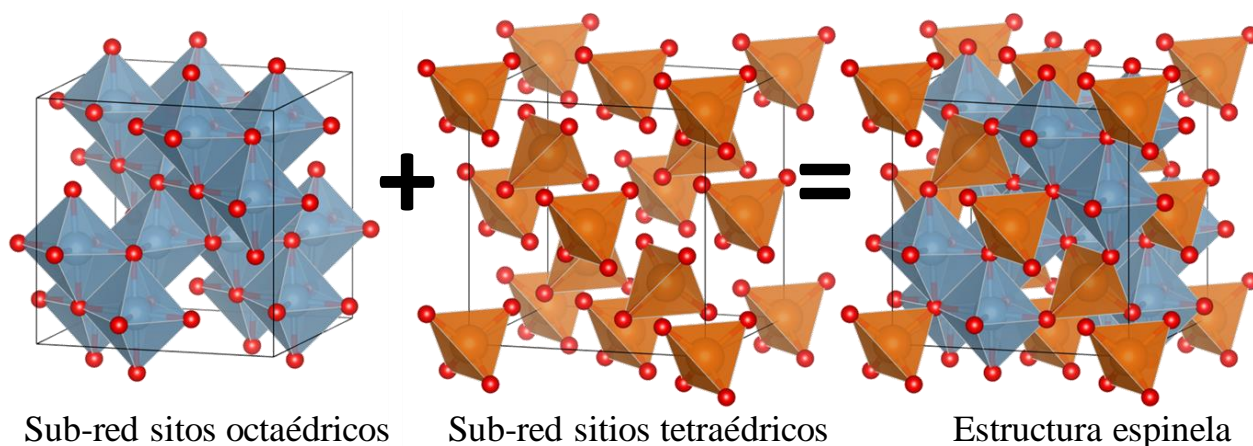
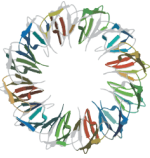


Figura 1. Representación de las dos sub-redes que forman la estructura espinela.

[1] G.C. Lavorato, M.E. Saleta, S.J.A. Figueroa, D. Tobia, J.C. Mauricio, J. Lohr, E. Baggio-Saitovitch, H.E. Troiani, R.D. Zysler, E. Lima Jr. & E.L. Winkler, *J. Alloys and Comp.*, 877 (2021) 160172.

[2] A.C. Moreno Maldonado et al., *J. Phys. Chem. C*, 123 (2019) 20617–20627.

Agradecimiento: Los autores agradecen el tiempo de haz al Sincrotrón Elettra, Trieste, Italia (20185378) y a los Dres. G. Aquilante, D. Olivera y R. Boada por su colaboración durante los experimentos EXAFS. Financiamiento: PICT 2019-01849 y SIIP-UNCUYO C050.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y DE TRANSPORTE ELÉCTRICO EN TITANO-HEMATITAS ($\text{Fe}_{1-x}\text{Ti}_x$) $_2\text{O}_3$

Carlos D. Miranda ^{* a}, Dina Tobia ^a, Javier H. Lohr ^b, Marcelo Vazquez Mansilla ^a, Virginia E. Tognoli ^a, Rodolfo D. Sánchez ^{a,c}, Martín E. Saleta ^{a,c}

^a Instituto de Nanociencia y Nanotecnología (CNEA - CONICET), Nodo Bariloche, Av. Bustillo 9500, (R8402AGP) San Carlos de Bariloche, Río Negro, Argentina.

^b Laboratorio Argentino de Haces de Neutrones (LAHN) – CNEA y CONICET, Av. Bustillo 9500, (R8402AGP) San Carlos de Bariloche, Río Negro, Argentina.

^c Instituto Balseiro, UNCuyo - CNEA, Av. Bustillo 9500, (R8402AGP) San Carlos de Bariloche, Río Negro, Argentina.

* carlosmiranda@cnea.gov.ar

El presente trabajo abarca el análisis de las condiciones de síntesis y las propiedades magnéticas de titanohematitas de composición $(\text{Fe}_{1-x}\text{Ti}_x)_2\text{O}_{3+z}$ ($x=0; 0,05$ y $0,10$) con estructura *corundum*. Las etapas de síntesis comprenden la preparación de un precursor y posteriores calcinaciones a 600°C , dando lugar a la formación de fases puras que conservan la estructura de hematita, comprobadas por el análisis Rietveld de sus patrones de DRXP.

Se observa que el parámetro de red aumenta ligeramente ($\sim 1\%$) con la inclusión de iones Ti(III/IV) en la estructura, de acuerdo con la ley de Vegard. La caracterización magnética involucró experimentos de magnetización en función de temperatura (VSM y SQUID), hallando que las muestras son de naturaleza AFM en el entorno de temperaturas desde 5 hasta 200 K, a partir de la cual se observa un ordenamiento magnético tipo *weak ferro*, donde la fase magnética se caracteriza por presentar un orden ferromagnético débil debida al canteo de espines. A la temperatura donde se ordena el material se la conoce como temperatura de Morin (T_M). Las curvas $M(T)$ se realizaron a campos de 1; 5 y 10 kOe, hallando que existe una correlación entre la T_M y el campo aplicado (Fig. 1).

Asimismo, se midieron propiedades eléctricas en función de la temperatura, con el fin de establecer una posible dependencia con el orden magnético en torno a la T_M .

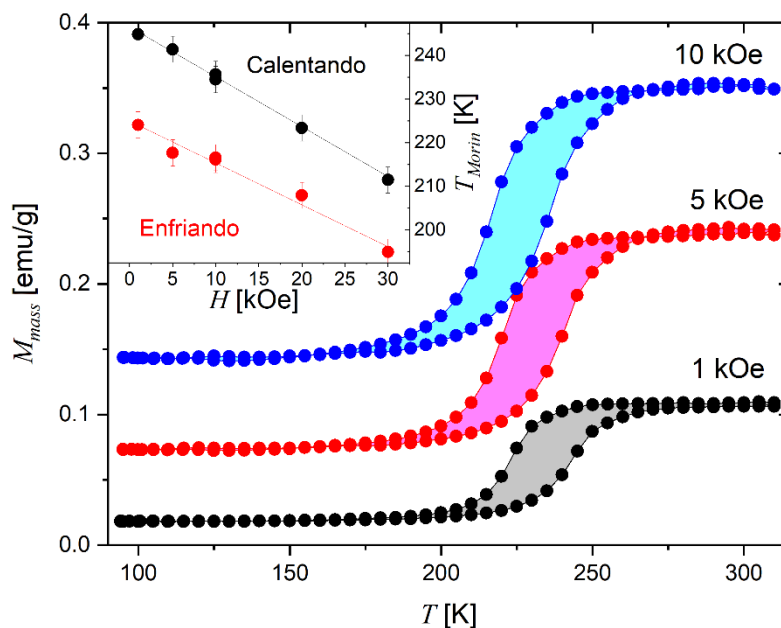
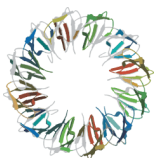


Figura 1. Curvas de magnetización en función de la temperatura para $H = 1; 5$ y 10 kOe, destacando en el inserto la variación de las temperaturas de Morin (T_M) con el valor de campo aplicado.



SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y ESTUDIOS ÓPTICOS DE 3 PEROVSKITAS HÍBRIDAS BIDIMENSIONALES

Johan D. Lozano *, Mario A. Macías

Cristalografía y Química de Materiales, Departamento de Química, Universidad de los Andes, Colombia.

* jd.lozanic@uniandes.edu.co

Los materiales clasificados como perovskitas (ABX_3) han atraído una amplia atención debido a múltiples propiedades optoelectrónicas como: fotoluminiscencia, fotoelectricidad, ferroelectricidad, propiedades ópticas no lineales, entre otras [1]. Específicamente, los sistemas híbridos, aquellos que en su estructura incorporan cationes orgánicos voluminosos en la posición A, presentan un gran interés debido a la alta versatilidad estructural [2]. Esto se debe principalmente a la gran cantidad de moléculas orgánicas que se pueden utilizar y sobretodo al direccionamiento en la red inorgánica causado por el empaquetamiento de dichos cationes. Particularmente, los anillos cíclicos orgánicos presentan empaquetamientos que pueden modular las propiedades físicas y químicas de las perovskitas [3]. Teniendo esto en cuenta, se obtuvieron monocristales mediante autoensamblaje en solución de tres perovskitas bidimensionales $(Anilina)_2CuCl_4$, $(Piperazina)_2PbCl_4$ y $[(2-Aminopirazina)_2Cl_2]PbCl_4$. Vale la pena recalcar que, para el caso del último compuesto, la posición A se encuentra ocupada tanto por la 2-aminopirazina como por iones de cloro. Con el fin de caracterizar los sistemas se utilizó difracción de rayos-X de monocristal y polvo, TGA, DSC, reflectancia difusa y fluorescencia aplicada en compuestos sólidos. En cuanto a los resultados más relevantes, se puede destacar la importancia del direccionamiento de los enlaces de hidrógeno entre las moléculas orgánicas y la red inorgánica, la gran estabilidad térmica de los tres compuestos y su potencial uso en aplicaciones ópticas como celdas solares y dispositivos de emisión luminiscente. En la siguiente imagen se presenta las estructuras cristalinas de los compuestos sintetizados.

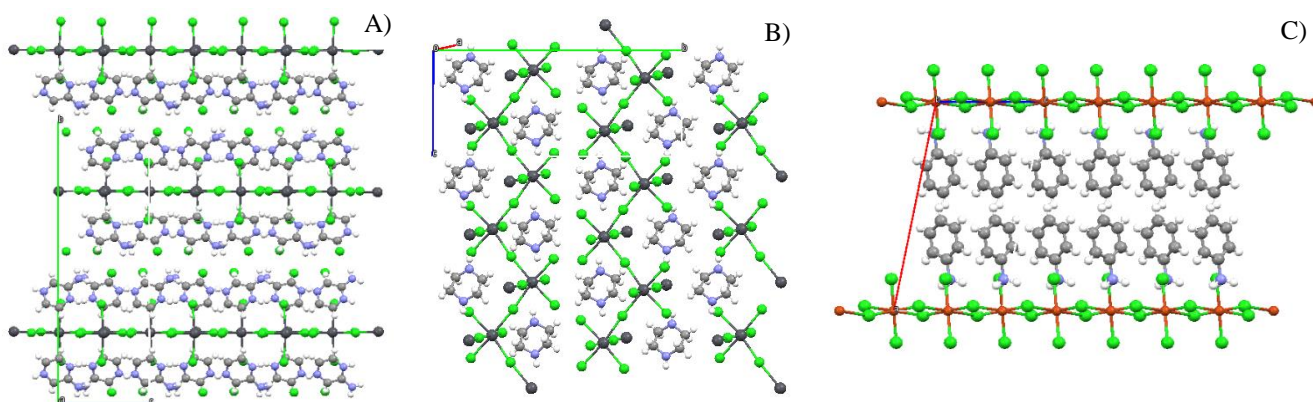
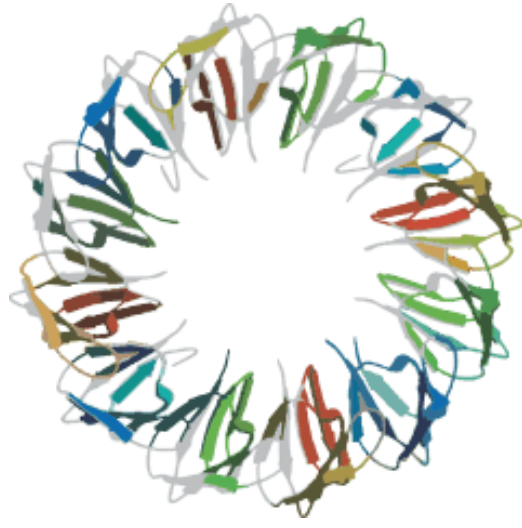
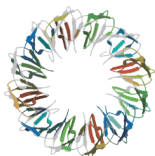


Figura 1. Estructuras cristalinas de A) $[(2-Aminopirazina)_2Cl_2]PbCl_4$, B) $(Piperazina)_2PbCl_4$ y C) $(Anilina)_2CuCl_4$

- [1] C. B. Carter, M. G. Norton, Introduction. In *Ceramic Materials*; Springer New York, 2013; pp 3–15
- [2] B. Saparov, D. Mitzi, Organic–Inorganic Perovskites: Structural Versatility For Functional Materials Design. *Chemical Reviews* 116 (2016) 4558-4596.
- [3] M. Smith, B. Connor, H. Karunadasa, *Chemical Reviews* 119 (2019) 3104-3113.



Posters



SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE UN COMPLEJO DE NI(II)-2-MERCAPTOPIRIDINA

Andrés Santarelli*^a, Enrique L. Larghi ^a, Gabriela N. Ledesma^a

^aInstituto de Química Rosario (IQUIR, CONICET-UNR) sede CCT-Rosario, Ocampo y Esmeralda, Rosario (Argentina) y Fac. de Ciencias Bioquímicas y Farmacéuticas, Universidad Nacional de Rosario, Suipacha 531, Rosario (Argentina).

*santarelli@iquir-conicet.gov.ar

El Ni es un elemento traza esencial para humanos, animales, plantas y bacterias, que se encuentra presente en diferentes enzimas redox. En las [NiFe] Hidrogenasas, cuya función es catalizar la producción de hidrógeno por reducción de protones, el átomo de Ni está coordinado a grupos tiolatos de los residuos cisteína (S_{Cys}), que permite el acceso a diferentes estados de oxidación del Ni (+I, +II, +III) durante el ciclo catalítico de la enzima [1]. Los complejos Ni-tiolato son explorados por su diversidad estructural, originada por la flexible geometría de coordinación de Ni(II) y por sus interesantes propiedades redox, que pueden conducir a la activación de moléculas pequeñas en su catálisis específica [2].

En este trabajo, presentamos la síntesis y caracterización de un nuevo complejo mononuclear de Ni(II) incluyendo el ligando bidentado difenilfosfinoetano (dppe) y el tiolato derivado de 2-mercaptopiridina. El complejo [Ni(*o*-S-C₅H₄N)₂(dppe)] se obtuvo por tratamiento de Ni(dppe)Cl₂ con 2-mercaptopiridina y trietilamina. El producto obtenido fue identificado y caracterizado por diversas técnicas espectroscópicas, como RMN de ¹H, ¹³C y ³¹P, espectroscopia vibracional FTIR y espectroscopia de absorción UV-vis. Para la caracterización en estado sólido de [Ni(*o*-S-C₅H₄N)₂(dppe)], se obtuvieron monocristales por recristalización a partir de diclorometano/etanol, que resultaron aptos para determinar su estructura cristalina por difracción de rayos X de monocristal.

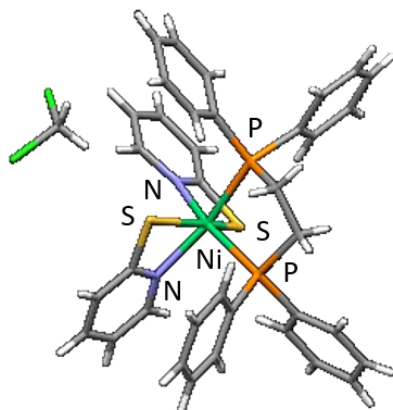
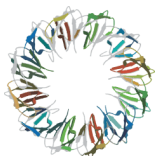


Figura 1. Estructura molecular de [Ni(*o*-S-C₅H₄N)₂(dppe)].

El proceso sintético seleccionado, basado en la sustitución de cloruro por el quelato 2-mercaptopiridina, condujo a la formación de un complejo neutro con dos ligandos bidentados *o*-mercaptopiridina. Este nuevo derivado cristaliza en el sistema monoclinico, grupo espacial *P*2₁/*c*(14) con 4 moléculas por celda unidad y los parámetros de celda: *a*= 20,6531(8) Å, *b*= 10,5894(4) Å, *c*= 17,0093(6) Å, β= 101,299(16)°, *V*= 3648.13(2) Å³ para C₃₇H₃₄Cl₂N₂NiP₂S₂, exhibiendo una estructura octaédrica levemente distorsionada alrededor del átomo de Ni. Las longitudes de los enlaces Ni-S, Ni-N y Ni-P y otros parámetros estructurales relevantes, son comparados en este trabajo con los de otros complejos de fosfinas terciarias de Ni.

[1] W. Lubitz, H. Ogata, O. Rüdiger, E. Reijerse, Chem. Rev., 114 (2014), 4081 – 4148.

[2] N. Pal, T. Naskar, A. Majumdar, Inorganica Chim. Acta, 531 (2022), 120738.



**IBANDRONATO DE SODIO:
ESTUDIOS ESTRUCTURALES Y TÉRMICOS**

Cynthia Hucailuk*^a, Cristian E. Oubiña^a, Natalia L. Calvo^b, Daniel R. Vega^a

^a Departamento Física de la Materia Condensada, CAC, CNEA. ECyT, UNSAM, Bs. As., Argentina

^b Área de Análisis de Medicamentos, Fac. de Cs. Bioq. y Farm., U.N.R., IQUIR, Santa Fe, Argentina

* hucailuk@tandar.cnea.gov.ar

El Ibandronato es un ingrediente farmacéutico activo usado para prevenir y tratar la osteoporosis en mujeres posmenopáusicas. Su forma habitual de administración es la de una sal sódica (Ibandronato de Sodio: IbNa) que muestra una buena estabilidad y solubilidad. Estudios previos sobre polimorfismo en IbNa han mostrado dos formas cristalinas: A y B [1], ambas utilizadas en la administración del activo y de interés comercial. La estructura cristalina y el comportamiento térmico de la forma B ha sido estudiado en detalle y publicado recientemente [2].

En este trabajo se obtuvo la forma A a partir de soluciones acuosas y difusión de alcoholes. Tanto la forma A como la B resultaron ser monohidratos. Por otra parte, se obtuvo un nuevo solvato de alcohol bencílico denominado C y el compuesto en estado amorfo probablemente IbNa dihidratado (ver Figura 1). Los mismos han sido estudiados por difracción de Rayos X de polvo. Adicionalmente, se obtuvieron monocristales del nuevo solvato C cuya estructura cristalina ha sido resuelta y refinada.

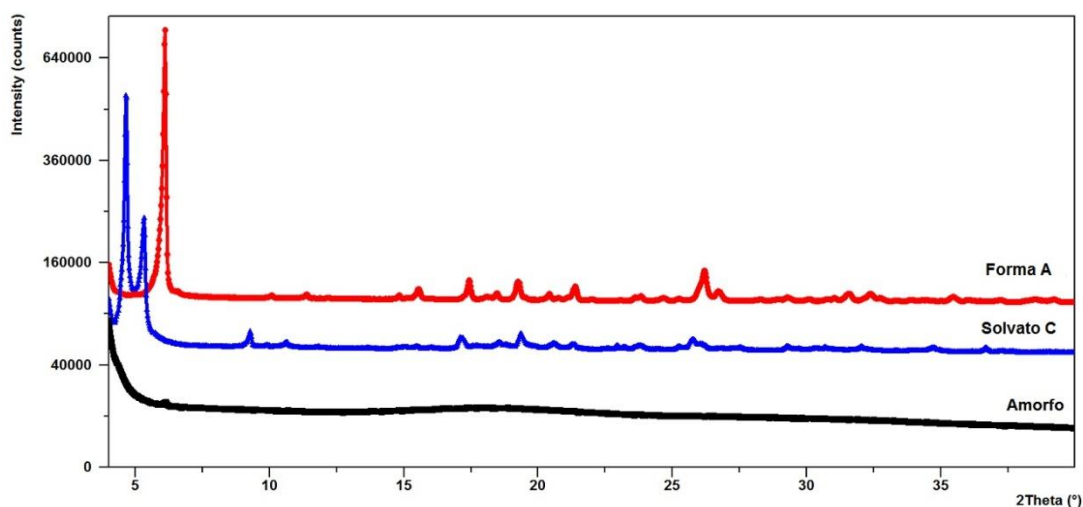
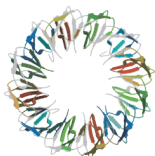


Figura 1. Difractogramas de polvo de la forma A, el solvato C y estado amorfo de IbNa.

[1] U. Eiermann U, B. Junghans, B. Knipp, T. Sattelkau. Ibandronate polymorph. US 2006/0172976 A1.

[2] L. Malpezzi, E. Maccaroni, G. Carcano, G. Ventimiglia, Journal Therm. Anal. Calorim. 109 (2012) 373-379.



ESTUDIO ESTRUCTURAL Y TEÓRICO DE UNA BASE DE SCHIFF SIMÉTRICA DERIVADA DEL 2-NITROBENZALDEHÍDO

Camila Merlini^{1*}, Oscar E. Piro², Gustavo A. Echeverría², Ignacio E. León³, Diego M. Gil¹

¹ INBIOFAL (CONICET – UNT). Ayacucho 471. San Miguel de Tucumán. Argentina.

² Departamento de Física, Facultad de Ciencias Exactas. Universidad Nacional de La Plata. C.C. 67, 1900. La Plata, Argentina.

³ CEQUINOR (UNLP, CONICET-CCT La Plata), Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata, Bv. 120 1465. La Plata (1900), Argentina.

* camila.merlini@fbqf.unt.edu.ar

Las bases de Schiff (BS) tienen gran importancia en la industria, medicina y otros campos de aplicación. Este tipo de compuestos muestran una marcada actividad antibacteriana, antitumoral y antiviral y juegan un importante rol en el desarrollo de la química de coordinación, dado que forman complejos estables con la mayoría de los metales de transición con importancia bioinorgánica (biometales) [1]. Estos complejos, en general, muestran actividad biológica mejorada con respecto a los ligandos sin acomplejar.

La BS se sintetizó por reacción entre cantidades estequiométricas de etilendiamina con 2-nitrobenzaldehído. El sólido amarillo obtenido se recrystalizó en etanol y se caracterizó mediante numerosas técnicas espectroscópicas (IR, Raman, UV-vis y RMN de ¹H y ¹³C). La estructura cristalina de BS se determinó mediante difracción de rayos X de monocristal. En la **Figura 1** se muestra la estructura molecular de la BS obtenida por DRX. El compuesto cristaliza en el sistema monoclinico, grupo espacial $P 2_1/c$, con 2 moléculas por celda unidad. La estructura en estado sólido se encuentra fuertemente estabilizada por interacciones intermoleculares débiles del tipo $\pi \cdots \pi$ que se producen entre anillos aromáticos vecinos. El empaquetamiento cristalino también está favorecido por una combinación de enlaces de hidrógeno C-H \cdots O y C-H \cdots N. Se determinaron las energías de interacción de los diferentes dímeros extraídos a partir de la estructura cristalina utilizando el programa CrystalExplorer 17.5 [2]. Un análisis detallado de las superficies de Hirshfeld muestra que los contactos H \cdots O/O \cdots H son los que más contribuyen. La fuerza y naturaleza de los contactos no convencionales se evaluaron mediante diferentes herramientas computacionales entre las que se encuentran la teoría de Bader de “átomos en moléculas” (QTAIM), superficies NCIPLOT y orbitales naturales de enlace (NBO).

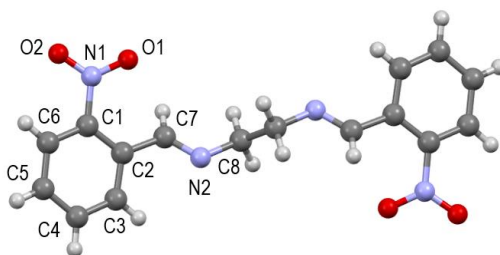
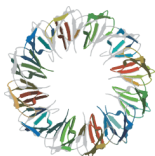


Figura 1: Estructura molecular de la base de Schiff obtenida a partir de etilendiamina y 2-nitrobenzaldehído.

[1] K.Y. El-Baradie, Monatshefte für Chemie 136 (2005) 1139.

[2] S.K. Wolff, D.J. Grimwood, J.J. McKinnon, M.J. Turner, D. Jayatilaka, M.A. Spackman. CrystalExplorer17 (Version 17.5), University of Western Australia, 2017.



INTERACCIONES NO COVALENTES EN UN NUEVO DERIVADO HIDROXILADO DEL EUCALIPTOL: ESTUDIO ESTRUCTURAL Y TEÓRICO

Carolina E. Galvez^{1,2}, María del H. Lonados¹, Diego M. Gil^{*1,2}

¹Instituto de Química Orgánica, Facultad de Bioquímica, Química y Farmacia, Universidad Nacional de Tucumán, San Miguel de Tucumán. Argentina.

² INBIOFAL (CONICET – UNT). Ayacucho 471. T4000INI. San Miguel de Tucumán. Argentina.

* diego.gil@fbqf.unt.edu.ar

El eucaliptol es un éter monoterpénico bicíclico muy abundante en el reino vegetal. El núcleo de eucaliptol fue incorporado a una amplia variedad de agentes de importancia terapéutica. En los últimos años, los derivados oxidados del eucaliptol han atraído considerablemente la atención debido a que sus ésteres son compuestos herbicidas lipofílicos ambientalmente aceptables, con productos de degradación no tóxicos [1-3]. La reducción de la dicetona simétrica *meso*-5,8-dioxoeucaliptol con NaBH₄ condujo exclusivamente a la formación del diol *meso*-5,8-dihidroxi-eucaliptol con un muy buen rendimiento (84%). El sólido blanco obtenido se recristalizó en metanol y por evaporación lenta del solvente se obtuvieron monocristales adecuados para resolución estructural por DRX. Los resultados estructurales revelaron que el compuesto cristaliza en el sistema ortorrómbico, grupo espacial *P* na2₁ con Z= 4 moléculas por celda unidad. Un análisis detallado de la estructura molecular revela que los dos grupos hidroxilos presentan una conformación diferente con respecto al enlace O-C. Esta diferencia en la orientación de uno de los grupos hidroxilos se debe a que uno de ellos participa en un enlace de hidrógeno intermolecular con una molécula de agua con la que cristaliza el 5,8-dihidroxi-eucaliptol (Figura 1). La conformación molecular del compuesto también se estabiliza mediante enlaces de hidrógeno intramoleculares del tipo C-H...O que involucran los átomos de H de los grupos metilos del anillo eucaliptol y los átomos de O de los grupos hidroxilo como aceptor. El ensamblado supramolecular del compuesto se estabiliza mediante dos interacciones fuertes del tipo O-H...OW que involucran los átomos de H del grupo hidroxilo y los átomos de OW de la molécula de agua de cristalización. Además, la estructura del sólido se estabiliza mediante interacciones débiles del tipo C-H...O, entre los átomos de H de los grupos metilos y los átomos de O de los grupos hidroxilos como aceptores. Un análisis detallado de las superficies de Hirshfeld nos permitió confirmar la existencia de este tipo de contactos intermoleculares y cuantificar la contribución de cada tipo de interacción a la superficie total de Hirshfeld. La fuerza y naturaleza de estas interacciones no covalentes se estudiaron mediante cálculos DFT al nivel B3LYP-D3/def2-TZVP y utilizando numerosas herramientas computacionales entre las que se encuentran las superficies de potencial electrostático molecular (MEP), teoría cuántica de Bader de “átomos en moléculas” (QTAIM) y superficies de interacciones no covalentes (NCI plot). El producto se caracterizó además por espectroscopia FTIR. El espectro IR del compuesto muestra una banda de mediana intensidad a 3257 cm⁻¹, la cual se asigna al modo de estiramiento $\nu(\text{O-H})$ correspondiente al grupo hidroxilo.

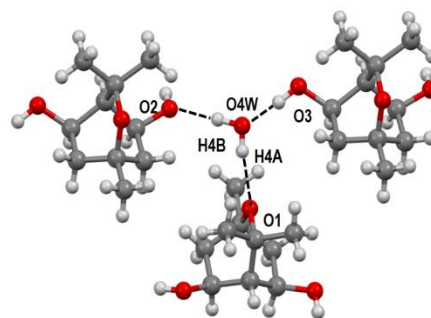
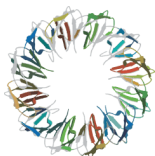


Figura 1

[1] S. Tariq, S.Wani, W. Rasool, K. Shafi, M.A. Bhat, A. Prabhakar, A.H. Shalla, A. Manzoor, Microbiol. Patog.,134 (2019) 103580.

[2] K. Sebei, F.Sakohi, W.Herchi, M.L. Khouja, S.Boukhchina, Biol. Res., 48(2015)7.

[3] M.Schaffarczyk, T.S.Balaban, M.Rychlik, A. Buettner, ChemPlusChem., 78 (2013) 77-85.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

CRISTALES MULTICOMPONENTE DE PREGABALINA

Pablo E. Gaztañaga*^a, Eleonora Freire^b, Daniel R. Vega^b

^a *Departamento de Física de la materia condensada, Gerencia de Investigación y Aplicaciones, Gerencia de área de Investigación, Desarrollo e Innovación, Centro atómico constituyentes, Comisión Nacional de Energía Atómica, Av Gral Paz 1499, San Martín, Buenos Aires, Argentina*

^b *Escuela de Ciencia y tecnología, Universidad nacional de San Martín, Martín de Irigoyen 3100, CP 1650, San Martín, Buenos Aires, Argentina*

*pablogaztanaga@cnea.gob.ar

Pregabalina es un ingrediente farmacéutico activo (IFA), derivado del ácido γ -aminobutírico utilizado en el tratamiento del dolor neuropático [1]. Al día de hoy solo es conocida una forma cristalina de Pregabalina libre, esta forma cristaliza en el grupo espacial $P2_12_12_1$ con parámetros de celda $a=6.4641(4)$ Å, $b=7.8224(5)$ Å, $c=18.6122(13)$ Å. En esta estructura la molécula de Pregabalina es un Zwitter-ión, que tiene fuertes interacciones N-H...O que cohesionan la estructura en el plano (0 0 1). Las interacciones de Van der Waals entre moléculas de Pregabalina en la dirección c mantienen la cohesión en dicha dirección [2]. Esta forma cristalina presenta baja solubilidad y los cristales que forma son frágiles, lo cual dificulta el desarrollo de tabletas para su administración. Es por esto que es deseable desarrollar nuevas formas cristalinas de Pregabalina. En este trabajo desarrollamos nuevas sales y cocrisales de Pregabalina utilizando como coformadores ácidos carboxílicos. Se realizaron estudios de difracción de rayos X de polvo y difracción de rayos X de monocristal para caracterizar estructuralmente los cristales multicomponente obtenidos. También se realizaron estudios de termogravimetría y análisis térmico diferencial sobre estos compuestos para caracterizar su comportamiento térmico.

Se observó que la transferencia de carga tiene un rol fundamental en el comportamiento térmico de los compuestos al ser calentados. Las sales de Pregabalina funden, mientras que los cocrisales de Pregabalina se disocian permaneciendo la Pregabalina en forma cristalina. Esto se explica porque la estructura cristalina de los cocrisales mantiene las interacciones de puente hidrógeno de la Pregabalina libre en el plano (0 0 1) mientras que el coformador tiende a alinearse en el eje c por interacciones O-H...O. Esta particular estructura permite remover el coformador por medio de tratamiento térmico preservando la estructura cristalina de Pregabalina libre. A diferencia de los cocrisales, en las sales los coformadores tienen múltiples interacciones puente hidrógeno con la Pregabalina, de manera tal que frente al aumento de temperatura las sales funden.

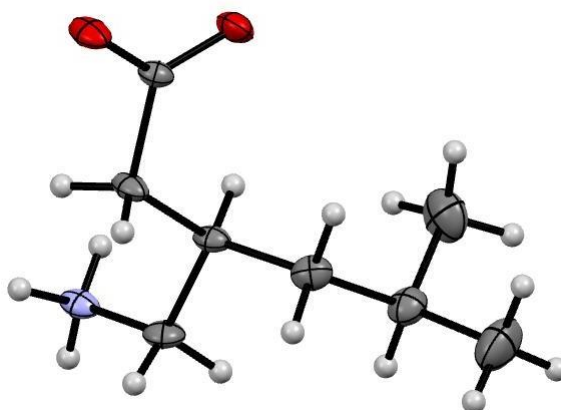
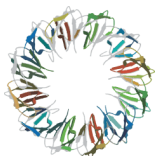


Figura 1. Molécula de Pregabalina

[1] R. Chunder, S. Afr. Pharm. J., 89, 2 (2022) 16-19

[2] N. Venu, P. Vishweshwar, T. Ram, D. Surya, B. Apurba, Acta Cryst. C63 (2007) o306-o308.



DERIVADOS DE TIOFENOS EN LA BÚSQUEDA DE MODELOS SIMPLIFICADOS DE HIDROGENASAS: SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL

Andrés Santarelli ^a, Enrique L. Larghi ^a, Gabriela N. Ledesma * ^a

^a Instituto de Química Rosario (IQUIR, CONICET-UNR) sede CCT-Rosario, Ocampo y Esmeralda, Rosario (Argentina) y Fac. de Ciencias Bioquímicas y Farmacéuticas, Universidad Nacional de Rosario, Suipacha 531, Rosario (Argentina).

* ledesma@iquir-conicet.gov.ar

En la Naturaleza, las Hidrogenasas (Hasas) catalizan la conversión de H₂ en protones y electrones y también la producción de hidrógeno [H₂ ↔ (H⁺ + H) ↔ 2H⁺ + 2e⁻], y se erigen como fuente de inspiración para el diseño de catalizadores que contribuyan a la transición hacia formas de energía más verdes [1]. El centro de Ni ubicado en su sitio activo varía el estado de oxidación entre +I y +III durante el ciclo catalítico, mientras que el centro de Fe permanece en el estado de oxidación +II [2]. Esto permite direccionar el estudio de miméticos de Hasas hacia modelos simplificados de Ni, inspirados en su sitio activo. Con la perspectiva de evaluar complejos metálicos artificiales que reproduzcan las particularidades del sitio activo de Hasas, trabajamos en el diseño y obtención de proligandos con átomos dadores propicios para la coordinación a Ni(II).

En este trabajo, presentamos la síntesis y caracterización del ácido 2,2'-(tiofeno-2,5-diil)diacético (**4**) y el ácido 2,2'-[[tiofeno-2,5-diilbis(metileno)]bis(sulfanodiil)]dibenzoico (**5**), intermediarios sintéticos clave en el camino hacia miméticos de Hasas. Su caracterización incluye la determinación estructural por difracción de rayos X de monocristal, así como el empleo de diversas técnicas espectroscópicas (espectroscopia vibracional IR y RMN de ¹H y ¹³C, mono y bidimensional).

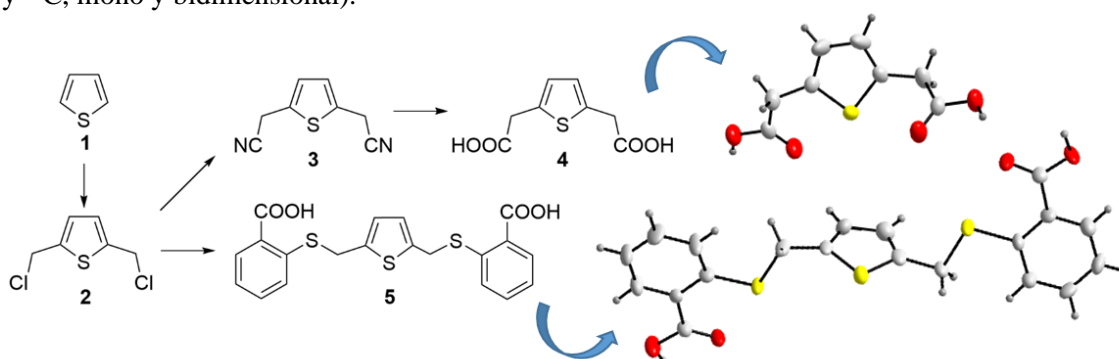
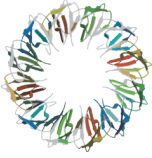


Figura 1. Esquema de obtención y estructura molecular de los derivados de tiofeno **4** y **5**.

4 cristaliza en el sistema ortorrómbico, grupo espacial *Pbcn* (60) con 4 moléculas por celda unidad y los parámetros de celda: $a = 4,3928(5)$ Å, $b = 11,3453(14)$ Å, $c = 17,7297(19)$ Å, $V = 883,61(18)$ Å³. Por su parte, **5** cristaliza en el sistema monoclinico, grupo espacial *C 1 2/c 1* (15) con los parámetros de celda: $a = 29,372(10)$ Å, $b = 7,973(3)$ Å, $c = 21,239(5)$ Å, $\beta = 132,320(11)^\circ$, $V = 3677,62(216)$ Å³ y 8 moléculas por celda unidad. En ambos derivados, se observan enlaces de H intermoleculares del tipo C-O...H que involucran oxígenos carbonílicos de una molécula y átomos de H del grupo oxhidrilo de una molécula vecina. Estos enlaces intermoleculares dan lugar a cadenas extendidas a lo largo de los ejes *c* y *a* (en **4** y **5**, respectivamente) que contribuyen a la estabilidad del empaquetamiento cristalino. La obtención y caracterización completa de **4** y **5**, incluyendo la dilucidación de sus estructuras cristalinas, resultan de interés en la preparación de sus complejos derivados de Ni.

[1] T.R. Simmons, G. Berggren, M. Bacchi, M. Fontecave, V. Artero, *Coord. Chem. Rev.*, 270 (2014) 127-150.

[2] D. Brazzolotto, L. Wang, H. Tang, M. Gennari, N. Queyriaux, C. Philouze, S. Demeshko, F. Meyer, M. Orto, V. Artero, M.B. Hall, C. Duboc, *ACS Catalysis*, 8 (2018) 10658-10667.



DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD TEÓRICA DE GEOPOLIMEROS A PARTIR DE DRX.

Belén Carranza*^{a,b,c}, Fernando N. Booth^{a,b}, Nora Okulik^{a,b}, Anabella Mocciaro^{c,d}, Nicolás M. Rendtorff^{c,d}.

^a Universidad Nacional Del Chaco Austral -Presidencia Roque Sáenz Peña, Chaco

^b INIPTA– Presidencia Roque Sáenz Peña, Chaco- Argentina

^c Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica, (UNLP-CIC-CONICET La Plata), Buenos Aires, Argentina.

^d Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata, Buenos Aires, Argentina

*carranzamb@uncaus.edu.ar

Los geopolímeros son polímeros inorgánicos obtenidos a partir de la mezcla a temperatura ambiente de un mineral basado en SiO_2 y Al_2O_3 con un agente químico alcalino. Las materias primas básicas pueden ser del tipo natural como el metacaolín (fuente de alúmina) y subproductos industriales como cenizas de cáscara de arroz (fuente de sílice). Estos materiales tienen un elevado potencial para ser usados principalmente como sustituto del cemento Portland. Tienen la gran ventaja de tener bajas emisiones de CO_2 en sus producciones, gran resistencia química y térmica y buenas propiedades mecánicas tanto a temperatura ambiente como extremas.

La fabricación de geopoliméricos basados en residuos inorgánicos industriales representa una oportunidad para la concreción de diseños de ciclos industriales dentro de la economía circular. El presente trabajo tiene como objetivo calcular los valores de densidad teórica y fase no difractante de los distintos materiales geopoliméricos a partir del método del patrón interno con CaF_2 al 15 % refinando las fases por el método de Rietveld [1] [2] a partir de los difractogramas experimentales.

Los geopolímeros fueron obtenidos a partir de mezclas de cenizas en distintas concentraciones 10, 20, 30 % p/p con metacaolín (arcilla Tinkar), y una solución activadora 10 M de NaOH/Silicato de Sodio. Los mismos se caracterizaron en términos de densidad y porosidad abierta con el método de Arquímedes.

Se obtuvieron gráficos de composición a 10, 20 y 30 % en peso

y a 28 días de fraguado utilizando los patrones de difracción de rayos X de polvo para realizar el seguimiento de las fases

crystalinas y no cristalinas. Estos resultados fueron comparados con la evolución de las propiedades texturales (densidad y porosidad abierta) y macroscópicas como módulo de ruptura y módulo de Young. De esta manera se pudo relacionar los valores de densidad teórica con los obtenidos experimentalmente y también ver la influencia que tiene esta propiedad en los valores de resistencia mecánica.

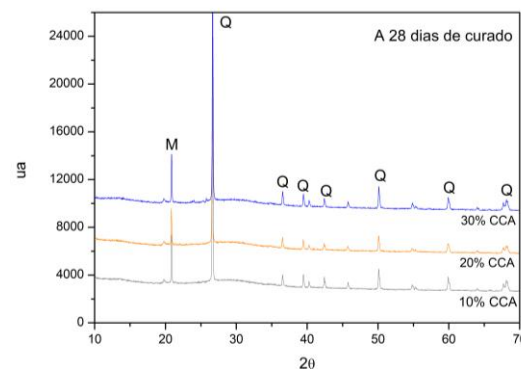
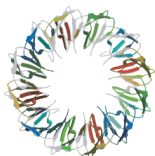


Figura 1. Difractogramas de geopolímeros con 10, 20 y 30 % obtenido a partir de ceniza de cáscara de arroz. M: Moscovita; Q: Cuarzo.

[1] H.M. Rietveld, J. Appl. Crystallography. 2 (1969) 65–71.

[2] D. L. Bish, S.A. Howard. J.Appl. Crystallography, 21 (1988) 86-91.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**ESTUDIOS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X Y ESPECTROSCOPIA RAMAN EN
CUENTAS DE MINERAL PROCEDENTES DE TACUIL (SALTA)**

Eleonora Freire Espeleta*^{a, b, c}, María E. Reinoso^{a, b, c}, Emilia Halac^a, C. Oubiña^a, Erico Gaál^e, Cecilia Castellanos^{b, f}, M. Florencia Becerra^{b, d}, Verónica I. Williams^{b, e}

^a Gerencia de Investigación y Aplicaciones, Comisión Nacional de Energía Atómica. Av. General Paz 1499 (B1650KNA).

^b Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas, CONICET.

^c Escuela de Ciencia y Tecnología, Universidad Nacional de San Martín, UNSAM.

^d Instituto de Arqueología, Facultad de Filosofía y Letras, Universidad de Buenos Aires (UBA).

^e Instituto de las Culturas, Universidad de Buenos Aires (UBA).

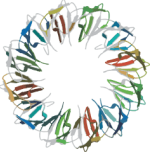
^f Instituto de las Investigaciones en Ciencias Sociales y Humanidades, Universidad de Salta (ICSOH-UNSa).

* efreire@unsam.edu.ar

En esta oportunidad presentamos el análisis composicional de un conjunto de cuentas de mineral y material sin formatizar provenientes del sitio arqueológico Tacuil Recintos Bajos (Valles Calchaquíes en Salta) que corresponde al denominado Período de Desarrollos Regionales (ca. 1100 y 1400 d.C.). Las muestras fueron caracterizadas por difracción de Rayos X (DRX) y espectroscopía Raman (RS) para identificar los minerales responsables del color. Complementamos los análisis con estudios elementales mediante SEM-EDS y fluorescencia de Rayos X.

Los resultados obtenidos indican que los responsables del color son fundamentalmente minerales de cobre. Los fragmentos sin formatizar, de acuerdo a los difractogramas, corresponden a atacamita ($\text{Cu}_2\text{Cl}(\text{OH})_3$), cristalita ($\text{Cu}_2\text{Zn}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), diopstasa ($\text{CuSiO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) y aragonita ($\text{Ca}(\text{CO}_3)$). La presencia de atacamita y aragonita fueron confirmadas por RS.

Las cuentas fueron confeccionadas con turquesa ($\text{CuAl}_6(\text{PO}_4)_4(\text{OH})_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) y crisocola ($(\text{Cu}_{2-x}\text{Al}_x)\text{H}_{2-x}\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$). Los resultados obtenidos arrojan luz sobre los materiales utilizados y las posibles fuentes de abastecimiento además desde un punto de vista arqueológico darán la oportunidad de proponer varias observaciones acerca de la producción lapidaria llevada a cabo en el lugar y cómo se relaciona con las otras formas de artesanía que se han estudiado previamente.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

DEFECTOS ESTRUCTURALES Y PROPIEDADES ÓPTICAS EN NANOHILOS DE ZnO

Myriam H. Aguirre ^a, Eduardo A. Heredia* ^b, Claudia D. Bojorge ^b, Horacio R. Cánepa ^b

^a Dept. Condensed Matter Physics-University of Zaragoza, C/Mariano Esquillor, s/n 50018 Zaragoza.

^b UNIDEF (MINDEF-CONICET), CITEDEF, J. B. de La Salle 4397, (1603) Villa Martelli, Pcia. de Buenos Aires.

* eheredia@citedef.gob.ar

En el presente trabajo se estudian los efectos producidos por recocidos en muestras de nanohilos de ZnO crecidos sobre películas sembradas de ZnO.

Los nanohilos de ZnO fueron crecidos por Síntesis Hidrotérmica [1] sobre películas de ZnO depositadas sobre sustratos de sílica (SiO₂). Se realizaron posteriormente tratamientos térmicos con el fin de estudiar los efectos producidos en la estructura cristalina de los nanohilos.

Se realizó Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía de transmisión electrónica simple (TEM) y en alta resolución (HRTEM) para la caracterización estructural de las muestras.

Se utilizó espectrometría UV-visible para la caracterización óptica. A partir de las mediciones de transmitancia se determinaron las energías del *band-gap* (E_g) y los parámetros de Urbach (E_U) de las muestras. Este último parámetro está asociado a todo tipo de defectos (puntuales, lineales y planares). El análisis de la cola de Urbach permite determinar los cambios en el parámetro E_U producidos por los recocidos.

Se analiza la correlación entre los resultados de TEM y HRTEM y los valores obtenidos de E_U .

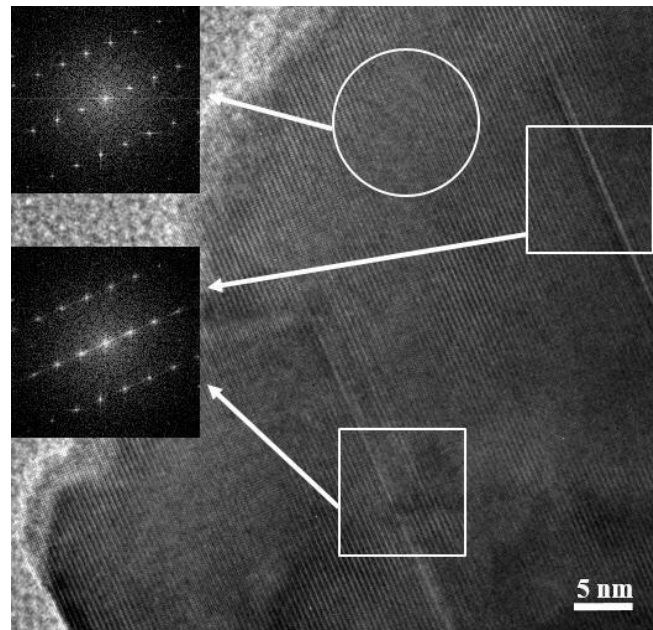
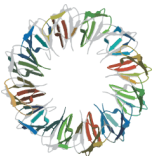


Figura 1. HRTEM de un nanohilo sometido a un recocido a 450°C. Se destacan notables diferencias en las figuras de difracción (streaks) en función de la presencia o ausencia de fallas de apilamiento, representadas respectivamente por símbolos cuadrados y circulares

[1] Jang Bo Shim, Hyuk Chang, and Sung-O Kim, Journal of Nanomaterials, 2011 (2011) 1.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

RETENCIÓN DE VATERITA NANOPARTICULADA A TEMPERATURA AMBIENTE

María M. Gonzalez*^{a,b}, Diego G.Lamas^c, Analía L. Soldati^{a,b}

^a *Departamento Ciclotrón y Radiofarmacia, Centro Integral de Medicina Nuclear y Radioterapia de Bariloche, INTECNUS-CNEA, San Carlos de Bariloche, Argentina.*

^b *Instituto de Nanociencia y Nanotecnología (CNEA - CONICET), Nodo Bariloche, Av. Bustillo 9500, (8400) S. C. de Bariloche (RN), Argentina.*

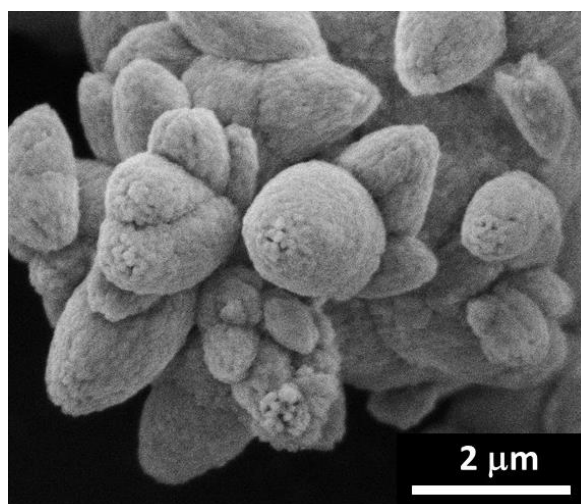
^c *Laboratorio de Cristalografía Aplicada, Instituto de Tecnología Emergentes y Ciencias Aplicadas (ITECA), UNSAM-CONICET, San Martín, Pcia. de Buenos Aires, Argentina.*

^d *Escuela de Ciencia y Tecnología, UNSAM, San Martín, Pcia. de Buenos Aires, Argentina.*

* maria.gonzalez@intecnus.org.ar

La síntesis y estabilización del polimorfo vaterita del carbonato de calcio (CaCO_3) es interesante desde el punto de vista farmacéutico para el tratamiento de cáncer. Este material suma las ventajas de la biocompatibilidad del CaCO_3 y la alta área superficial del polimorfo, permitiendo cargar y transportar moléculas hacia receptores biológicos, donde gracias al ambiente más ácido de las células tumorales, es posible liberarlas mediante una transformación de fase. El desafío, sin embargo, es retener la estructura metaestable de la vaterita durante la síntesis, la carga y el transporte del fármaco en condiciones biológicas.

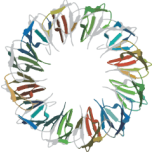
En este trabajo implementamos la nanoestructuración como una vía tecnológica para retener el polimorfo inestable. Utilizamos una ruta de precipitación desde los precursores inorgánicos CaCl_2 y Na_2CO_3 , asistida con polietilenglicol (PEG) como aditivo, controlando la velocidad de adición de precursores, la concentración del PEG, la velocidad de agitación, la temperatura y el pH. Estudiamos la pureza y estabilidad de la fase vaterita mediante difracción de rayos X de polvos y de dispersión de rayos X a ángulos intermedios, como así también su morfología empleando microscopías electrónicas de barrido y transmisión. Se logró la retención a temperatura ambiente de la fase vaterita prácticamente pura (con trazas de fase calcita del orden del 1 % m/m). La morfología hallada fueron partículas redondeadas y porosas, presentando una nanoestructura con cristalitas de alrededor de 100 nm, como muestra la Figura 1. Muestras analizadas un año después de la síntesis no mostraron variaciones en el porcentaje del polimorfo ni en su morfología.



Aditivo: PEG 1500
Temperatura: 35°C

- Precursor 1: Na_2CO_3
Velocidad agitación: 350 rpm
Caudal: 150 ml/h. Se dejó
- Precursor 2: CaCl_2
Velocidad agitación: 1500 rpm
Caudal: 50 ml/h

Figura 1. Micrografía de una muestra de vaterita nanoparticulada, junto a sus condiciones de síntesis.



ESTUDIO AB INITIO DE POSIBLES SISTEMAS DURANTE LA ETAPA INICIAL DE LA DESHIDROXILACIÓN DE LA CAOLINITA Y MODELADO COMPUTACIONAL DE SUS PROPIEDADES

Iván A. Polcowñuk Iriarte^{*a}, Nicolás M. Rendtorff^b, Diego Richard^c

^{a,b,c} Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica, Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata; Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas, Argentina.

* ivanp@cetmic.unlp.edu.ar

El caolín tiene una gran importancia dentro de diversas áreas tales como la cerámica, el cemento, y la ciencia de los materiales [1-2]. Argentina cuenta con importantes depósitos de arcillas del grupo caolín distribuidos en buena parte de su territorio y sus propiedades como material cementicio suplementario son materia de investigación en la actualidad [3]. Su uso industrial suele requerir de tratamientos térmicos que producen la deshidroxilación y eventual transición de la fase caolinita a un producto amorfo identificado como metacaolín. En el presente trabajo se estudia el proceso de activación térmica de la fase caolinita usando simulaciones computacionales. Para ello, se usaron métodos basados en primeros principios y en la teoría del funcional densidad (DFT, según sus siglas en inglés) para modelar el proceso de deshidroxilación y determinar las modificaciones que se producen en la estructura de la caolinita.

Los resultados obtenidos por DFT permiten simular diversas propiedades del sistema deshidroxilado que también son medidos, tales como patrones de DRX (Fig. 1) y modos normales de vibración, lo cual resulta de interés para contrastar las predicciones teóricas con los modelos experimentales. Asimismo, se presentan resultados preliminares de un estudio cinético por DFT de la deshidroxilación, para estimar la energía de activación del proceso y compararla con las determinaciones experimentales provenientes de ensayos térmicos (TG-ATD) en caolines. Estos resultados contribuyen a comprender el mecanismo por el cual la caolinita se transforma en metacaolín.

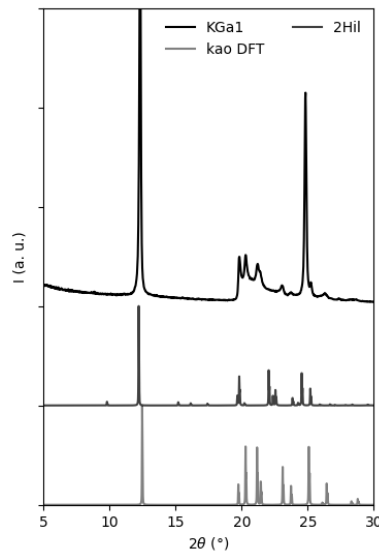
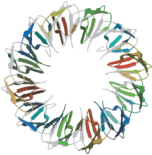


Figura 1. Difractograma experimental de caolinita con alto grado de cristalinidad (arriba – KGa1), Difractogramas simulados de caolinita con vacancia (centro) y caolinita sin vacancia (abajo).

[1] P. A. Schroeder, G. Erickson, Elements 10 (2014), 177.

[2] A. K. Chakraborty, Phase transformation of kaolinite. Springer (2016).

[3] E. Domínguez, M. Dondi, R. Etcheverry, C. Recio, C. Iglesias, Applied Clay Science vol. 131 (2016).



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**EL COLOR DE LAS PIEZAS CERÁMICAS DEL ÁREA FUNDACIONAL DE MENDOZA
(ARGENTINA). UNA RELACION ENTRE LA ARQUEOMETRÍA Y LA
CRISTALOGRAFÍA.**

M. Silvina Lassa^{a*}, H. F. Thompson^b, Cristina Prieto^{c,d}, M. D. Glascock^e, Jaume Buxeda i Garrigós^f,
Horacio Chiavazza^d, P. M. Day^g

^a *MEByM, Instituto Argentino de Nivología, Glaciología y Ciencias Ambientales. CONICET-Mendoza, Universidad Nacional de Cuyo, Gobierno de Mendoza. Av. Ruiz Leal s/n Parque General San Martín. Mendoza, Argentina. CP 5500*

^b *Department of Archaeology, The University of Sheffield. Minalloy House 10 – 16 Regent Street, Sheffield, S1 3NJ. United Kingdom*

^c *Instituto Argentino de Nivología, Glaciología y Ciencias Ambientales, CONICET, Mendoza, Universidad Nacional de Cuyo, Gobierno de Mendoza. Av. Ruiz Leal s/n, Parque General San Martín. Mendoza, Argentina. CP 5500.*

^d *Instituto de Arqueología y Etnología, Facultad de Filosofía y Letras, Universidad Nacional de Cuyo, Mendoza (Argentina). Centro Universitario M5502JMA. Mendoza*

^e *Research Reactor Center, University of Missouri, Columbia. 1513 Research Park Drive, Columbia, MO 6521.*

^f *ARQUB-GRACPE, Dpt. d'Història i Arqueologia, Universitat de Barcelona. Montalegre, 608001, Barcelona, Catalunya, España*

^g *Institute of Nanoscience and Nanotechnology, NCSR Demokritos, Atenas (Grecia)*

* slassa@mendoza-conicet.gov.ar

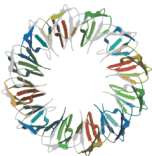
El objetivo del presente trabajo es hallar una correlación entre la estructura cristalina y el color de los esmaltes que permita a los arqueólogos, hacer una pre-clasificación rápida del material observado. Para ello se observó un conjunto de 28 individuos de cerámicas europeas y coloniales del Área Fundacional de Mendoza, específicamente de los sitios: Ruinas de San Francisco; Cabildo de Mendoza; Chacabuco 441; Edificio Plaza Huarpe; San Agustín.

Para el presente trabajo, se dividieron los tiestos cerámicos en dos partes a considerar: la pasta propiamente dicha y en el esmalte que le confiere el color e impermeabilización.

El color observado en las pastas cerámicas está relacionado no sólo a los elementos químicos presentes en su composición, sino también a su estructura cristalina y a la microestructura de la masa. Los cristales y las partículas en la cerámica pueden interactuar con la luz de diversas maneras, causando interferencia y dispersión que alteran la percepción del color. La interacción de la luz con la superficie de la cerámica determina qué colores son absorbidos por el material y cuáles son reflejados. Si un material absorbe ciertas longitudes de onda de luz y refleja otras, percibiremos el color correspondiente a las longitudes de onda reflejadas [1]. Por otra parte, el proceso de cocción de la cerámica, juega un papel fundamental en la definición del color final. Las altas temperaturas y los cambios químicos durante la cocción pueden influir en la forma en que se combinan y reaccionan los elementos, lo que afecta el color resultante.

En el caso de los esmaltes, cada uno está compuesto por elementos específicos o compuestos químicos que contribuyen a su color característico, por ejemplo, los óxidos de cobalto pueden ser responsables de los tonos azules, mientras que los óxidos de hierro pueden dar lugar a colores que van desde el amarillo hasta el rojo. Los pigmentos cerámicos contienen elementos con niveles de energía electrónica permitidos y prohibidos que son responsables de la absorción de ciertas longitudes de onda de luz y la emisión de otras, dando lugar al color observado. La estructura cristalina influye en cómo se distribuyen estos niveles y en las probabilidades de transición entre ellos. También pueden afectar la separación de energía entre los niveles electrónicos y las propiedades ópticas, lo que contribuye a la absorción y reflexión selectiva de diferentes longitudes de onda. Por otra parte, la presencia de vacancias o impurezas, pueden crear centros de color que alteran las transiciones electrónicas y, por lo tanto, influyen en el color observado [1]. En conclusión, el color de las cerámicas es el resultado de una interacción compleja entre la composición química, la microestructura, la reflexión y absorción de la luz, los fenómenos ópticos y el proceso de cocción.

[1] Nassau K. The physics and chemistry of color: the 15 mechanisms. In: SK Shevell, editor. The Science of Color: Second Edition, 2nd ed. Elsevier Ltd; 2003: 247–80.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**CARACTERIZACIÓN DE LA ESTRUCTURA CRISTALINA DE LA SOLUCIÓN SÓLIDA
ZrO₂ - X % MOL DE BaO (X = 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 Y 16) SINTETIZADA POR
GELIFICACIÓN-COMBUSTIÓN Y CALCINADA A 700 °C**

Gabriel M. Silva ^{*a,c}, Ismael O. Fábregas ^b, Rogério J. Prado ^c

^a *Departamento de Almacenamiento y Conversión de la Energía, Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), Av. General Paz 5445, San Martín, Buenos Aires, Argentina.*

^b *Instituto de Investigaciones Científicas y Técnicas para la Defensa (CITEDEF), Juan Bautista de la Salle 4397, Villa Martelli, Buenos Aires, Argentina.*

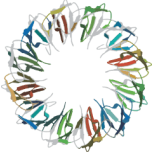
^c *Instituto de Física, Universidade Federal de Mato Grosso (UFMT), Av. Fernando Correa da Costa 2367, Cuiabá, Mato Grosso, Brasil.*

* gmagalhaes@inti.gob.ar

Una celda combustible de óxido sólido es una celda que convierte eficientemente energía química en electricidad. Contiene un electrolito que conduce iones a alta temperatura, generalmente basado en circonia (ZrO₂). La ZrO₂ pura presenta distintas fases cristalinas: fase monoclinica (ambiente - 1170 °C), la fase tetragonal (1170 - 2370 °C) y la fase cúbica de la estructura fluorita (2370 - 2680 °C). Las 2 últimas fases son las de interés porque son conductoras iónicas. Aparte, las fases de interés pueden ser obtenidas en temperatura ambiente por medio del dopaje [1]. Con intento de obtener una de las fases de interés de la circonia y de aumentar la conductividad iónica del material, se propone la sustitución parcial del ZrO₂ por baria (BaO), teniendo en vista, que hay dos mecanismos para aumentar la concentración de vacantes de O₂ con ese dopante: aliovalencia y distorsión de la sub-red O₂ ocasionado por el rayo iónico de Ba ser bien mayor que del Zr. Además, con el método de gelificación-combustión se pretende producir materiales nanoestructurados [2]. De esa forma, el objetivo consiste en sintetizar por gelificación-combustión la ZrO₂ - X % mol de BaO (X = 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 y 16) principalmente, caracterizar la estructura cristalina e identificar como la cantidad de dopante BaO influye en esa estructura. Se prepararon 8 muestras mediante el método de gelificación-combustión estequiométrica (ácido cítrico como combustible). También, fue usado NH₄OH para que las misturas quedasen como una solución y los reactivos quedaran 2,5 días en solución, con excepción de las muestras con 6 y 8 % mol de BaO que quedarán un par de horas. Las muestras fueran calcinadas a 700 °C/ 2 h, con excepción de las mismas muestras anteriores que fueran calcinadas durante 1,5 h. Las muestras en la forma de polvo fueran sometidas a difracción de rayos X a temperatura ambiente (difractómetro marca Philips, modelo PW3710) y se usó el programa FullProf para el refinamiento de Rietveld. Las muestras del sistema ZrO₂ - X % mol de BaO (X < 16) son todas monofásicas, fase tetragonal (P₄/nmc) de estructura pseudo-fluorita. Así fue posible obtener la fase tetragonal a temperatura ambiente, ya con 2 % mol de BaO. En continuación, la muestra con 16 % mol tiene, aparte de la tetragonal mencionada, la fase indeseada cubica de la perovskita del BaZrO₃. En cuanto al tamaño de la cristalita (D), todas las muestras son materiales nanoestructurados (D < 11 nm). Además, con el aumento de la cantidad Ba, se reduce el “D”. Así se observa que es necesario un menor “D” (menor grado de cristalinidad) para que la muestra agregue mayor cantidad de Ba en una estructura monofásica. A partir del refinamiento de Rietveld, para las muestras monofásicas, los valores promedios de los parámetros de celda “a” y “c” son, respectivamente, 3,6056 y 5,1811 Å. A medida que se aumenta la cantidad de Ba, se aumenta el parámetro “a”, mientras que, el parámetro “c” permanece prácticamente constante. Así, se reduce la razón c/a. Es decir, con más Ba, la estructura tiende a perder su “grado de tetragonalidad”, caminando a una fase cúbica. Desafortunadamente, no se forma la fase cúbica de la fluorita y, sí de la perovskita del BaZrO₃. Así pues, el método de gel-combustión produce materiales monofásicos nanoestructurados (D < 11 nm). A medida que se aumenta la cantidad de BaO, aumenta el valor del parámetro de red “a”; mientras que, reduce el tamaño de la cristalita y la razón entre los parámetros c/a.

[1] J. C. Morales, et al. Pilas de Combustible de Óxidos Sólidos (SOFC), Centro de la cultura popular canaria, 2008.

[2] P. M. Abdala et al, RSC advances, 12 (2012), 5205-5213.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**ANÁLISIS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X DE PIGMENTOS APLICADOS EN
ALFARERÍA PREHISPÁNICA DEL SITIO ARQUEOLÓGICO LOS TRES CERROS 2
(DEPARTAMENTO VICTORIA, ENTRE RÍOS)**

Violeta S. Di Prado ^a, María S. Conconi * ^b, María A. Alvarez Manso ^b

^a Instituto de Investigaciones Arqueológicas y Paleontológicas del Cuaternario Pampeano, UNCPBA - CONICET, Avenida del Valle 5737, CCT Tandil, Sede Olavarría (7400), Buenos Aires.

^b Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica, Camino Parque Centenario 2499-2599, Gonnet (1897), Departamento de Química, Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata, Buenos Aires.

* msconconi@cetmic.unlp.edu.ar

En el registro arqueológico del Nordeste argentino son abundantes los fragmentos de cerámica que en el pasado formaron parte de piezas con morfologías variadas (*i.e.*, vasos, cuencos, escudillas, cucharas, ollas, tinajas, botellas y campanas, [1]). En general, las superficies de los objetos cerámicos fueron alisadas o pulidas, y luego se aplicaron técnicas de desplazamiento de material, tales como el surco rítmico y el inciso de línea llena, y técnicas de agregado de material pigmentario, tales como el engobe y la pintura. Los pigmentos, principalmente rojos y, en menor medida, negros y blanco-crema, se aplicaron antes y después de la cocción para plasmar diseños geométricos y confeccionar guardas zonales o capas sobre toda la superficie de las piezas [2]. En el Delta Superior del río Paraná (DSP), en el sector meridional del Noreste, se han abordado exhaustivamente diferentes etapas de la historia de vida de la alfarería, como la selección y preparación de las materias primas y las condiciones de cocción, y las alteraciones generadas tanto por el uso como por procesos posdeposicionales [3] [4] [5] [6] [7], mientras que las etapas intermedias (*i.e.*, de terminación de las superficies) han sido escasamente estudiadas.

Con el objetivo de revertir este estado de situación elaboramos un diseño de investigación que contempla el empleo de técnicas microscópicas, elementales y mineralógicas para conocer la composición y los modos de aplicación de las capas colorantes de la alfarería prehispánica del DSP. En esta contribución presentamos los primeros resultados de la aplicación de Difracción de rayos X (DRX) en muestras cerámicas recuperadas en el sitio arqueológico Los Tres Cerros 2 (LTC2). Este sitio monticular posee forma subcircular y hasta el momento se excavaron 4 m². Fue ocupado entre *ca.* 1460 y 920 años AP para desarrollar actividades residenciales. El conjunto cerámico registrado en planta (n= 423), con estación total, comprende fragmentos de contenedores no restringidos y restringidos, apéndices zoomorfos figurativos y no figurativos, una posible campana, asas y desechos de manufactura (*e.g.*, masas de arcilla). En las superficies de vasijas y apéndices se reconocieron diversas terminaciones mediante la aplicación de pigmentos de color rojo, blanco-crema y negro, formando coberturas monocromas y bicromas que fueron analizadas mediante DRX en esta primera etapa.

[1] C.B. Silva, Goya Malabrigo: arqueología de una sociedad indígena del noreste argentino, Editorial UNICEN, Tandil, 2018, pp. 73-87.

[2] M.A. Caggiano, Revista do CEPA, 17, 29 (1990) 415-435.

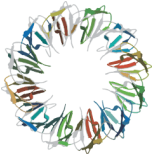
[3] V. Di Prado, Latin American Antiquity, 29, 3 (2018) pp. 552-571.

[4] C.C. Castro, Comechingonia. Revista de Arqueología 21, 2 (2017) pp. 125-144.

[5] C.B. Silva, Comechingonia, Revista de Arqueología 21, 2 (2017) pp. 145-174.

[6] V. Di Prado, C. Píccoli, C. Silva, C. Morosi, G.G. Politis, M. Bonomo, C. Barboza, Journal of Archaeological Science: Reports, 34, Part A (2020).

[7] V. Di Prado, M. Bonomo, S. Conconi, C. Castro, C. Genazzini, C. Silva, Bol. Mus. Para. Emílio Goeldi. Cienc. Hum., 17, 3 (2022).



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

LA CERÁMICA PREHISPÁNICA DE ESTILO MOLINOS. CARACTERIZACIÓN TECNOLÓGICA Y COMPOSICIONAL DE MUESTRAS DE ANTOFAGASTA DE LA SIERRA Y EL VALLE CALCHAQUÍ, CA. 1200-800 AP

Verónica Puente^{*a}, Pablo M. Botta^b, Paula M. Desimone^b, Marina Sprovieri^c, José M. Porto López^d, Lorena Cohen^e, Laura Quiroga^f, Silvana Urquiza^e

^a Laboratorio de Arqueología, Universidad Nacional de Mar del Plata e Instituto de Humanidades y Ciencias Sociales (INHUS), CONICET-UNMdP, Mar del Plata, Argentina.

^b Instituto de investigaciones en Ciencia y Técnicas de Materiales (INTEMA), CONICET-UNMdP, Mar del Plata, Argentina

^c División Arqueología, Facultad de Ciencias Naturales y Museo, CONICET – UNLP, La Plata, Argentina.

^d Laboratorio de Arqueología, UNMdP, Mar del Plata, Argentina

^e Instituto de Arqueología y Museo, Facultad de Ciencias Naturales e IML, UNT. Instituto Superior de Estudios Sociales, CONICET-UNT, San Miguel de Tucumán, Argentina.

^f Instituto de Historia Argentina y Americana Dr. Emilio Ravignani, CONICET-UBA, Buenos Aires, Argentina.

* vpunte@mdp.edu.ar

Presentamos la caracterización tecnológica y composicional de las pastas y pinturas de la cerámica de estilo Molinos hallada en la localidad de Punta de la Peña en Antofagasta de la Sierra (puna meridional argentina) y en sitios de la cuenca del río Molinos, valle Calchaquí medio (Salta). Este estilo alfarero fue definido en el valle Calchaquí y se caracteriza por cuencos, ollas y cántaros que poseen diseños geométricos pintados en color negro sobre un fondo rojo, crema o de la tonalidad natural de la pasta [1]. Desde una perspectiva arqueométrica aportamos a la interacción entre los habitantes de ambas regiones para una cronología entre 1200-800 años aP. Se integraron diferentes técnicas analíticas que permitieron responder a distintos interrogantes y analizar un número variable de muestras. La identificación de las modalidades de manufactura de las pastas se realizó a través de observaciones de cortes transversales por lupa binocular y microscopio petrográfico. Este último también permitió reconocer la naturaleza de las inclusiones no plásticas. La caracterización mineralógica de las pastas y pinturas -negra, crema y rojo- se realizó combinando estudios por difracción de rayos X y micro espectroscopía Raman (Fig.1). Además, se aplicaron estudios por microscopía electrónica de barrido acoplado con espectroscopía dispersiva en energía (SEM-EDS) para determinar la microestructura y composición elemental de algunas pastas y pinturas negras.

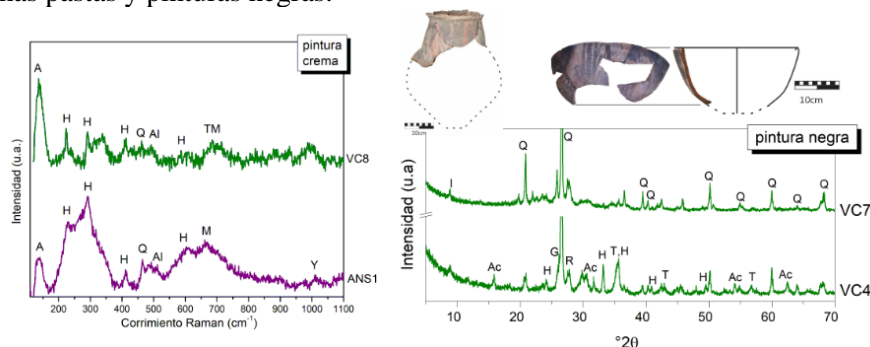
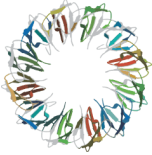


Figura 1. Espectros Raman, difractogramas de rayos X e ilustraciones de algunas muestras

Concluimos que los ejemplares recuperados en Punta de la Peña fueron elaborados con las mismas materias primas y elecciones técnicas que los del valle Calchaquí medio. Además, los antiplásticos presentes en la alfarería coinciden con los afloramientos del entorno de la cuenca de Molinos. A partir de ello, proponemos que los recipientes circularon desde el valle, posiblemente como parte de vínculos establecidos con familias que habitaron en Punta de la Peña.

[1] L. Baldini, Boletín del Museo Regional de Atacama 4 (2008) 26-35.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**EFFECTO DE LA SUSTITUCIÓN CON SELENIO EN LA ESTRUCTURA Y EL
COMPORTAMIENTO MAGNÉTICO Y ELÉCTRICO EN Cr_xTe_y**

Diego G. Franco * ^{a,b,c}, Maricel G. Rodriguez ^{a,d}, Gladys Nieva ^{a,b,c}

^a CONICET

^b Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica, Av. E. Bustillo 9500, S. C. de Bariloche 8400, Río Negro

^c Instituto Balseiro, Universidad Nacional de Cuyo

^d INQUIMAE, Intendente Güiraldes 2160 Ciudad Universitaria, Plaza Gregorio Klimovsky, Pabellón II Ciudad Autónoma de Buenos Aires (C1428EGA)

* diego.franco@ib.edu.ar

Recientemente los ferromagnetos de van der Waals bidimensionales han atraído la atención dada la potencial relevancia en dispositivos [1]. En este contexto la familia binaria Cr_xTe_y resulta muy interesante debido a que presenta un rico diagrama de fases magnético como así también un rango diverso de estequiometrías posibles debido a la intercalación de iones cromo en la estructura [2,3]. Muchas de estas fases son ferromagnéticas con temperaturas de orden cercanas a temperatura ambiente, lo cual aumenta sus potencialidades en aplicaciones tecnológicas. Adicionalmente se ha mostrado que el magnetismo de algunos compuestos Cr_xTe_y es sensible a la aplicación de presiones relativamente modestas, del orden de los gigapascales o menos [4,5].

En este trabajo presentaremos resultados de la síntesis, estructura y propiedades en la familia de compuestos $\text{Cr}_x\text{Te}_{1-y}\text{Se}_y$, en donde parte del telurio es reemplazado por selenio. El selenio es un ión más pequeño que el telurio y por lo tanto produce una presión química en la estructura cristalina en el mismo sentido que la aplicación de presión. Las muestras monocristalinas fueron crecidas mediante transporte en fase gaseosa utilizando yodo como agente de transporte. La evolución de los parámetros estructurales con el dopaje con selenio se estudió mediante difracción de rayos X de monocristal. Finalmente mostraremos resultados del comportamiento magnético y eléctrico analizados mediante mediciones de magnetización dc y resistencia eléctrica.

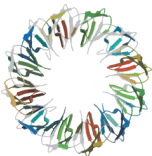
[1] K. S. Burch, et al., Nature 563 (2018) 47.

[2] H. Ipser, K. Komarek, J. of the Less-Common Metals 92 (1983) 265-282.

[3] W. Bensch, et al., Mat. Res. Bulletin 32 (1997) 305.

[4] M. Ishikuza, et al., J. of Alloys and Comp. 320 (2001) 24.

[5] T. Kanomata, J. of Mag. and Magn. Mat. 177 (1998) 589.



CARACTERIZACIÓN POR TÉCNICAS DRX/SAXS DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA PRODUCIDAS POR SÍNTESIS VERDE UTILIZANDO DESCARTES DE YERBA MATE

Keren I. Gepner^{*a}, María F. Ladetto^a, Germán A. Islan^a, Guillermo R. Castro^b, Diego G. Lamas^c

^a Laboratorio de Nanobiomateriales, CINDEFI, UNLP-CONICET, Calle 50 227, 1900, La Plata, Argentina.

^b NANOMED, UFABC. Av. dos Estados 5001, Santo André, São Paulo, Brasil.,

^c Laboratorio de Cristalografía Aplicada, ITECA, UNSAM-CONICET, Av. 25 de mayo 1169, (1650) San Martín, Provincia de Buenos Aires, Argentina.

* kerengepner@gmail.com

En los últimos años, las nanopartículas de plata (AgNPs) han ganado popularidad por sus destacadas propiedades antimicrobianas. Sin embargo, frecuentemente son sintetizadas a partir de agentes reductores fuertes tal como el NaBH_4 , el cual presenta riesgos toxicológicos y ambientales. En el presente trabajo, en búsqueda de un método de síntesis ecológicamente amigable, se utilizó AgNO_3 y extractos de descartes de Yerba Mate (*Ilex paraguariensis*) como agente reductor y estabilizante, para la síntesis de las NPs [1].

Las AgNPs obtenidas fueron caracterizadas mediante técnicas de difracción de rayos X de polvos (XPD) y de dispersión de rayos X a bajo ángulo (SAXS). Mediante XPD se pudo confirmar la pureza de las AgNPs, ya que sólo se identificaron picos de Ag de acuerdo a la base de datos COD 9008459, y su naturaleza nanocrystalina se evidenció por el importante ensanchamiento de los picos de Bragg (Figura 1a). La morfología de las nanopartículas se analizó probando distintos modelos para los datos de SAXS. Inicialmente se utilizó un modelo de Guinier-Porod de B. Hammouda [2], que no requiere contar previamente con la información de la morfología del material analizado y permite parámetros dimensionales, encontrándose que los datos son compatibles con objetos alargados como nanohilos o nanobarras. Con esta información se probaron distintos modelos, resultando un buen ajuste con elipsoides de revolución monodispersos, con un radio polar de $(31 \pm 1) \text{ \AA}$ y un radio ecuatorial de $(453 \pm 8) \text{ \AA}$. Finalmente se evaluó la actividad antimicrobiana de las AgNPs sintetizadas frente a inóculos 0,5 McFarland de bacterias Gram Positivas (*Enterococcus faecalis*) y Gram Negativas (*Salmonella typhi*) mediante ensayos de difusión en agar, observándose halos de inhibición en ambos casos.

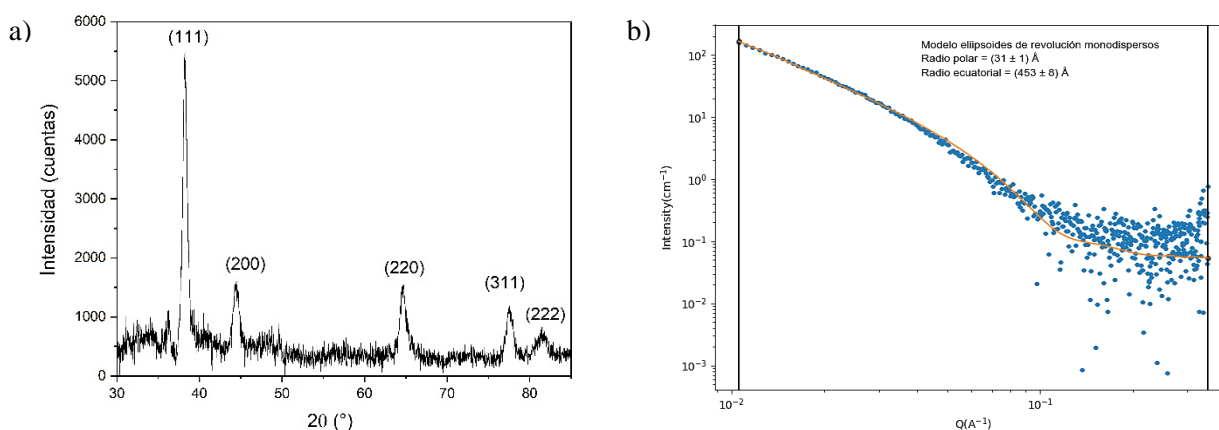
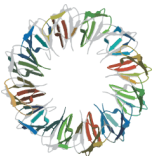


Figura 1. a) Difractograma de las AgNPs obtenidas donde se observan únicamente los picos correspondientes a Ag^0 . b) Ajuste de los datos de SAXS mediante un modelo de nanopartículas elipsoidales monodispersas.

[1] R.A. Arreche, G. Montes de Oca-Vásquez, J.R. Vega-Baudrit, P.G. Vázquez, *Wastes. Waste Biomass Valor* 11 (2020) 245–253.

[2] B Hammouda, *J. Appl. Cryst.* 43 (2010) 716-719.



EFFECTO DE LA CANTIDAD DE CAPAS EN EL CRECIMIENTO DE PELÍCULAS DE ÓXIDO DE TITANIO MEDIANTE TÉCNICA DE INMERSIÓN (DIP COATING)

Karen. M. Sequeira^{*1,2}, Luis Morinigo¹, Gustavo Suarez.², Matías Tejerina^{1,2}

¹ Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica, CETMIC (CONICET, CIC, UNLP) Cno. Centenario y 506, Gonnet, Buenos Aires, 1897. *

² Dpto. Cs Básicas, Facultad de Ingeniería (UNLP) 1 y 47, La Plata, Buenos Aires, Argentina, 1900.

*karensequeira509@gmail.com

El dióxido de titanio (TiO_2) es un material semiconductor y fotocatalizador, destacado por sus notables propiedades eléctricas y ópticas, así como por su bajo costo y su naturaleza no tóxica. En estudios previos, se han producido películas delgadas de TiO_2 por inmersión (Dip Coating) con diferentes números de capas (1-5 capas), con valores de energía de banda prohibida en el rango de 3,58-3,67 eV, donde además, no se observó un efecto significativo en el espesor promedio con el aumento del número de capas [1].

En base a estos antecedentes, el presente trabajo analiza la influencia de un mayor número de capas en el proceso mencionado de crecimiento de películas del óxido de titanio. Para la fabricación, se empleó una solución envejecida durante 18 días generado a partir del precursor tetrabutoóxido de titanio (TBT). Mediante este enfoque se obtuvieron dos muestras con diferente número de capas: una con 5 capas y la otra con 10 capas, ambas sometidas a un tratamiento térmico a 500°C durante 45 minutos. Usando espectroscopía UV, se midió la transmitancia y a partir de la misma, la energía de banda prohibida. Se observaron energías de banda prohibida de $3,8\pm 0,01$ eV y $3,7\pm 0,01$ eV para las muestras de 5 y 10 capas, respectivamente. En el espectro de transmitancia (Figura 1) de la muestra con mayor número de capas se pudo observar un aumento de oscilaciones, indicativo de un aumento de espesor, siendo los valores estimativos, para la muestra de 5 capas entre 90-120 nm y para la de 10 capas entre 240-260 nm (estas medidas fueron estimadas con el simulador de Filmetrics [2]). Estos resultados muestran las diferencias en las propiedades ópticas que surgen de la variación en el número de capas. En cuanto a la resistencia eléctrica a una distancia de 1 cm entre puntas, se obtuvieron valores de $1\pm 0,01$ G Ω y $0,5\pm 0,01$ G Ω para las muestras de 5 y 10 capas, respectivamente, indicando una mayor conductividad en estas últimas. En conclusión, como resultado preliminar, se observó una ligera reducción de la energía de banda prohibida y una disminución de la resistividad eléctrica al aumentar el número de capas, además de un notable aumento del espesor de las muestras.

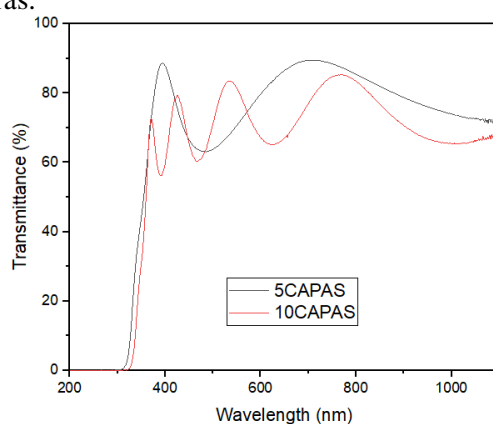
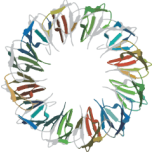


Figura 1. Transmitancias UV- vis de las películas de TiO_2 de 5 y 10 capas.

[1] K.Serrano, I. Gómez, (2016), Preparación de películas delgadas de TiO_2 con nanopartículas de Au. <https://quimicahoy.uanl.mx/index.php/r/article/download/205/170>

[2] Filmetrics. 22/08/2023. Reflectance Calculator. <https://www.filmetrics.com/reflectance-calculator>



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA DE FILMS DE AlZnO OBTENIDOS POR
NEBULIZACIÓN ULTRASÓNICA PIROLÍTICA**

Luis Morinigo^{*a}, Melanie Sequeira^a, Diego Richard^a, Pablo Vaveliuk^b, Matias R. Tejerina^a

^aCentro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica CETMIC (CIC-CONICET) Cno., Centenario y 506 Gonnet, La Plata 1897, Argentina.

^bCentro de Investigaciones Ópticas CONICET- CIC-UNLP, Cno. Centenario y 506, Gonnet, Bs As.

* luismorinigo@cetmic.unlp.edu.ar

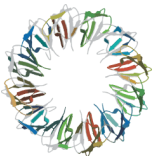
Los films de ZnO son muy utilizados en dispositivos optoelectrónicos debido a su buen desempeño como material semiconductor y por tener una transparencia alta en la región VIS del espectro electromagnético [1,2]. La nebulización pirolítica ultrasónica es una técnica de bajo costo, de fácil implementación y control del depósito de material para la obtención de films de óxidos transparentes de espesores del rango de los 300-500 nm. El proceso de nebulización implica la formación de partículas de una solución de partida que contiene los iones del material a depositar sobre un sustrato que se mantiene a una temperatura constante de entre 350 y 450°C. Para mejorar las propiedades eléctricas, una posibilidad es el dopaje con aluminio, que permite incrementar la concentración de electrones en el material para disminuir la resistividad de los films.

En este trabajo se estudiaron las propiedades eléctricas de films puros de ZnO y films de ZnO dopados con Al (AZO) fabricados mediante la técnica de nebulización pirolítica ultrasónica. Los films se depositaron en sustratos de vidrio utilizando diferentes concentraciones de aluminio.

Se realizaron caracterizaciones morfológicas, estructurales, ópticas y eléctricas que permiten resolver los efectos del dopaje en los films de ZnO. Se analizó el band gap con medidas de transmitancia óptica con un espectrofotómetro UV-VIS. Las propiedades eléctricas se estudiaron mediante la medición de resistividad utilizando el método de las 4 puntas de kelvin.

[1] L. Znaidi, MSEB,174 (2010) 18–30.

[2] A. Apaolaza, D. Richard, M.R. Tejerina, PACs 14 (2020) 362–371.



**PROPIEDADES LUMINISCENTES Y MAGNÉTICAS DE LA FAMILIA DE
COMPUESTOS $\text{La}_{0,9}\text{Ln}_{0,1}\text{In}_{0,5}\text{Ni}_{0,5}\text{O}_{3-\delta}$ (Ln: Ce, Nd, Sm, Eu, Gd y Yb)**

Luis C. Pineda ^{*a}, Mario A. Macías ^a

^a *Cristalografía y Química de Materiales. Departamento de Química. Universidad de los Andes, Colombia. 111711*

* lc.pinedav@uniandes.edu.co

Desde su descubrimiento hace casi dos siglos, las estructuras tipo perovskitas han recibido gran atención debido a sus propiedades ópticas, magnéticas, de transporte eléctrico, entre otras. Por su parte, el sistema LaInO_3 ha sido estudiado en la búsqueda de conductividad iónica, electrocatalisis, magnetismo y apenas hasta hace unos años en luminiscencia [1,2]. Por cuenta de los metales de transición paramagnéticos, el Ni^{2+} es uno de los principales en los análisis magnéticos, sin embargo, solo se ha encontrado en la literatura un sistema de tipo $\text{LaM}_{0,5}\text{Ni}_{0,5}\text{O}_3$ ($\text{LaAl}_{0,5}\text{Ni}_{0,5}\text{O}_3$) que permite magnetizar una estructura dopando al 50% [3]. Por otro lado, la luminiscencia en estos compuestos ha representado alto interés en los últimos años, no obstante, hasta donde se ha podido encontrar, solo se han estudiado dopajes de los siguientes lantánidos: Pr, Sm, Eu, Tb, Dy y Ho [1,2]. Por ello, se hace imperante en la actualidad preguntarse cómo la obtención de nuevos sistemas puede aportar a la búsqueda de propiedades que permitan el desarrollo tecnológico. De tal manera, este trabajo tiene por objetivo el estudio conjunto de las propiedades luminiscentes conferidas por la adición de tierras raras, y de las propiedades magnéticas causadas por la adición del Ni^{2+} en las perovskitas $\text{La}_{0,9}\text{Ln}_{0,1}\text{In}_{0,5}\text{Ni}_{0,5}\text{O}_{3-\delta}$ (Ln: Ce, Nd, Sm, Eu, Gd y Yb) (Fig. 1). Para esto, se plantea la síntesis por estado sólido para cerámicas. Una vez obtenidos los sistemas policristalinos, se realizará la caracterización estructural por medio de difracción de rayos-X de polvo, espectroscopía de RAMAN y de FTIR para sólidos. Consecuentemente, las propiedades magnéticas y luminiscentes se evaluarán a través de mediciones de la susceptibilidad magnética y de emisión luminiscente por espectroscopía de UV-Vis. Así pues, se espera tener como resultado emisiones características para los metales lantánidos Ce, Nd, Sm, Yb, Dy, Ho, Er y Gd y una variación en el comportamiento magnético por la presencia de centros magnéticos generados por el Ni^{2+} y el efecto dopante.

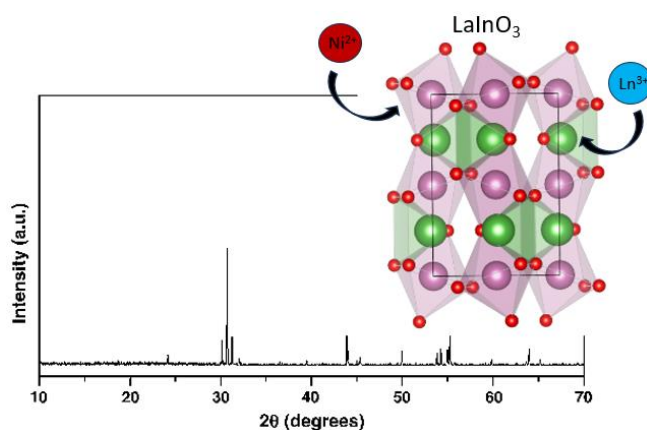
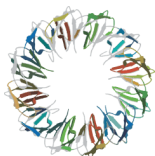


Figura 1. Difractograma del LaInO_3

[1] E. Yuhno *et al.*, *Journal of Luminescence*, 182 (2017) 123-129.

[2] N. Lakshminarasimhan *et al.*, *Materials Research Bulletin*, 41 (2006) 724-731.

[3] J. Palakkal, *et al.*, *Materials Chemistry and Physics*, 225 (2019) 316-319.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

ESTUDIO DE LA MODULACION DEL TAMAÑO DE PARTICULA Y DE LA ESTABILIDAD ESTRUCTURAL DEL MOF-76(Y)

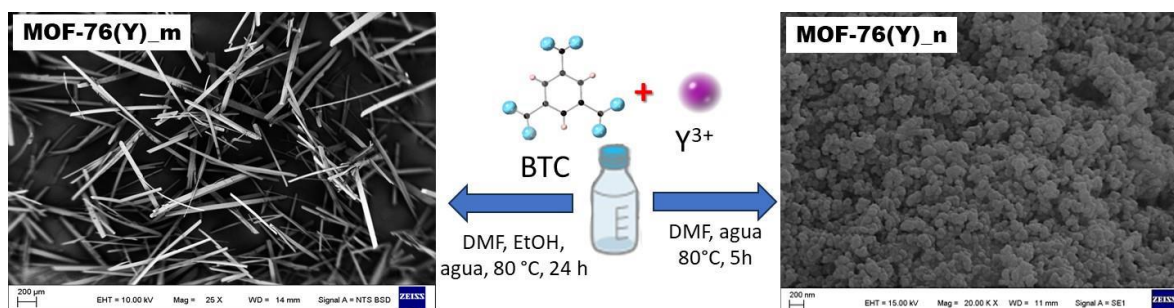
Z. Moreno^a, G. Narda^a, S. Collins^b y M. C. Bernini ^{*a}

^a Instituto de Investigaciones en Tecnología Química (INTEQUI-CONICET), Calle Almirante Brown 1455, San Luis. Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia, Universidad Nacional de San Luis.

^b Instituto de Desarrollo Tecnológico para la Industria Química (INTEC), Universidad Nacional del Litoral, CONICET, Güemes 3450, S3000GLN, Santa Fe, Argentina.

* celeste.bernini@gmail.com

Recientemente se ha encontrado que las redes metal orgánicas (MOFs) con estructura conocida como MOF-76 [1] poseen diversas propiedades de interés tecnológico [2]. En este trabajo se realizó la síntesis solvotermal del MOF-76(Y) a 80°C durante 24 h, empleando Y₂O₃, ácido trimésico (BTC) y una mezcla de 3 solventes. Así se obtuvo un polvo policristalino formado por cristales con forma de agujas de tamaño micrométrico denotado **MOF-76(Y)_m**. La caracterización por DRXP permitió comprobar que el compuesto sintetizado cristaliza en el grupo espacial tetragonal P₄322, cuya estructura se compone de poliedros de [YO₇] que se vinculan en el espacio a través de los ligandos BTC en un arreglo tridimensional [3]. Con el fin de modular el tamaño de partícula hacia la nanoescala se estudiaron variaciones de las condiciones de síntesis. En este contexto, se comprobó que la adición de acetato de sodio, la eliminación de uno de los solventes y la disminución del tiempo de síntesis, permiten obtener un sólido cristalino (**MOF-76(Y)_n**) que presenta las mismas señales en el patrón de DRXP que **MOF-76(Y)_m**, pero el mismo se compone de nanopartículas con diámetros de ~ 100 nm, según se pudo estimar a partir del análisis SEM. Estudios mediante microscopía TEM para determinar el tamaño y morfología con mayor precisión están en curso. Es conocido que las MOFs pueden sufrir transiciones de fase según sean expuestas a diferentes estímulos como presión, temperatura o solventes [4]. Para algunas de las aplicaciones, resulta necesario no sólo modular su tamaño de partícula, sino también conocer la estabilidad estructural de estas redes en diferentes condiciones. En este trabajo se evaluó la estabilidad los sólidos sintetizados en presencia de etanol y agua, para lo cual se estudió la influencia de someter a ultrasonido (1h y a temp. ambiente) una muestra de 10 mg de **MOF-76(Y)_m** en contacto con 1 mL de agua destilada o con 1 mL de etanol absoluto. En el primer caso el sólido recuperado exhibe un patrón de DRXP que indica la existencia de una transición de fase de **3D→1D** puesto que se observan las reflexiones de la fase P₄322 inicial y otras adicionales de una fase monoclinica (G.E. Cc). En cambio, cuando se usa etanol como solvente, la estructura tetragonal permanece inalterada. De manera similar, cuando el **MOF-76(Y)_n** es sometido al ultrasonido en solución acuosa por 5 min. comienza a cambiar su estructura hacia la fase 1D, mientras que cuando el solvente es etanol, la estructura original no se altera. Este tipo de estudios resultan indispensables para evaluar cuáles son las mejores condiciones que permiten que las MOFs encuentren aplicaciones concretas.

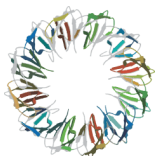


[1] X. Guo, G. Zhu, Z. Li, F. Sun, Z. Yang, S. Qiu Chem Commun 30, (2006) 3172.

[2] D. Capková, et al. J. Energy Storage, 51 (2022), 104419.

[3] T. Duan, B. Yan, J. Mater. Chem. C, 2 (2014), 5098-5104.

[4] C. Ma, L. Zheng, G. Wang, J. Guo, L. Li, Q. He, Y. Chen, H. Zhang Aggregate 3 (2022) e145.



DOPAJES DE EUROPIO Y TERBIO EN REDES METAL-ORGÁNICAS PARA LA OBTENCIÓN DE MATERIALES LUMINISCENTES Y SENSORES DE MOLÉCULAS PEQUEÑAS

Oswaldo Rosas^a, Maya Boone^b, Rik Van Deun^b, Germán E. Gomez^{*a}

^aInstituto de Investigaciones en Tecnología Química (INTEQUI), Almirante Brown 1455, Universidad Nacional de San Luis, Chacabuco y Pedernera, San Luis, Argentina.

^bL³ – Luminescent Lanthanide Lab, f-element coordination chemistry, Ghent University, Krijgslaan 281, Building S3, 9000 Gante, Bélgica.

* germangomez1986@gmail.com

Las redes metal-orgánicas (MOFs), son un tipo de materiales cristalinos formados por clusters metálicos coordinados por ligandos orgánicos polifuncionales. La gran variedad de centros metálicos así como de ligandos que pueden utilizarse permite que cada día se sigan sintetizando nuevos de estos materiales con diferentes propiedades mecánicas, magnéticas, ópticas térmicas, químicas que permiten su uso en catálisis, adsorción de gases, sensado, biomedicina, optoelectrónica [1-4]. Esta última bastante presente en MOFs basados o dopados con lantánidos, que muestran propiedades luminiscentes debido a la posibilidad de transiciones 4f-4f [3], de especial aplicación en el desarrollo de sensores y materiales de contraste.

En este trabajo se sintetizaron solvotermalmente MOFs basados en Y³⁺ y 1,3,5-benzenotricarboxilato (BTC³⁻), [Y(C₉H₃O₄)(H₂O)]×DMF, dopados con Eu³⁺ y Tb³⁺ (Figura 1a). Mediante difracción de rayos X de polvos, se constató el carácter isoestructural de las familias de MOFs que cristalizan en el grupo espacial tetragonal P₄322 (Figura 1b). Además, mediante estudios de fotoluminiscencia en estado sólido que involucró la obtención de los espectros de excitación, emisión y tiempos de vida, se pudieron caracterizar las principales transiciones provenientes de iones Eu³⁺ (⁵D₀→⁷F_n) y Tb³⁺ (⁵D₄→⁷F_n) cuando las fases son excitadas con luz UV (Figura 1c). Se confirmó además sensibilización de las emisiones centradas en los metales mediante excitación en el ligando BTC, fenómeno conocido como “efecto antena” [1]. Por último, se estudió el potencial empleo de una de las fases co-dopadas con Eu³⁺ y Tb³⁺ hacia la detección de moléculas pequeñas. En ciertos casos se observó exaltación de las señales 4f en presencia de ACN o DMF, mientras que en presencia de acetona y alcoholes el compuesto mostró *quenching* en sus emisiones (Figura 1d). Estos resultados son prometedores hacia el desarrollo de materiales cristalinos sensores basados en MOFs.

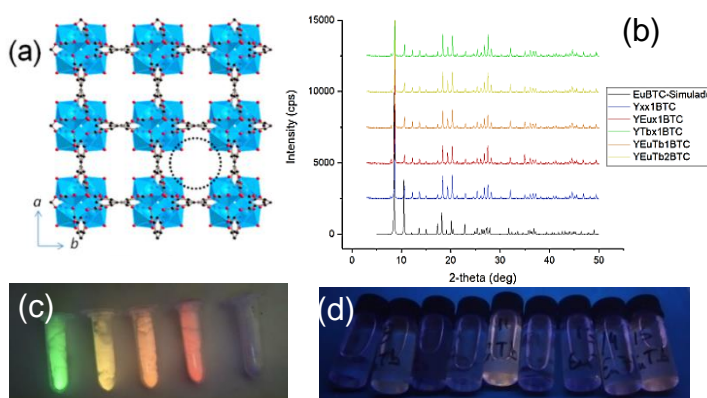
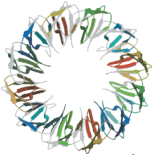


Figura 1. Estructura cristalina de la familia de MOFs sintetizados (a), patrones de difracción de Rayos X (b), fotoluminiscencia de los compuestos bajo luz UV (c) y efecto sensor de una de las muestras en distintos solventes (d).

- [1] G.E. Gomez, M. dos Santos Alfonso, H.A. Baldoni, F. Roncaroli, G.J.A.A. Soler-Illia, *Sensors*, 19 (2019) 1260.
[2] G.E. Gomez, E.V. Brusau, J. Sacanell, G.J.A.A. Soler-Illia, G. Narda, *Eur JIC*, (2018) 2452–2460.
[3] A.K. Cheetham, C.N.Rao, R.K. Feller, *Chem. Commun.* 46 (2006) 4780–4795.
[4] H.-C. Zhou, J. R. Long, O.M. Yaghi, *Chemical Reviews*, 112 (2012), 673–674.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

ANÁLISIS DE MATERIALES COMPUESTOS DE CELULOSA BACTERIANA Y
NANOPARTICULAS DE ZnO POR XPD Y WAXS

María F. Ladetto*^a, Keren I. Gepner^a, Germán A. Islan^a, Guillermo R. Castro^b, Diego. G. Lamas^c

^a Laboratorio de Nanobiomateriales, CINDEFI, UNLP-CONICET, Calle 50 227, 1900, La Plata, Argentina.

^b NANOMED, UFABC. Av. dos Estados 5001, Santo André, São Paulo, Brasil.

^c Laboratorio de Cristalografía Aplicada, ITECA, UNSAM-CONICET, Av. 25 de mayo 1169, (1650) San Martín, Provincia de Buenos Aires, Argentina.

* mflorencialadetto@gmail.com

Los materiales compuestos de celulosa bacteriana (CB) con nanopartículas (NPs) de óxido de zinc (ZnO) son reconocidos por sus promisorias aplicaciones biomédicas, ya que presentan propiedades antimicrobianas y de protección UV, en una matriz biocompatible. En el presente trabajo, se sintetizaron y caracterizaron materiales compuestos de CB con ZnONPs. La producción de CB se realizó mediante cultivos en lote estáticos de la cepa *Komagataeibacter xylinus* a 30°C durante 72 h. Su purificación comprendió lavados con NaClO 15% m/v, NaOH 0,1 N a 60°C por 12 h, y agua destilada [1]. La síntesis de CB/ZnONPs se realizó *in situ* por el método de coprecipitación, a partir de ZnSO₄·7H₂O 0,1M y en presencia de CB, utilizando NaOH 0,1N como agente precipitante en agitación constante durante 1 h a temperatura ambiente [2]. Las membranas CB/ZnONPs obtenidas fueron separadas, purificadas a pH neutro, y secadas a 60°C durante 24 h. A modo de corroborar la obtención de ZnONPs y caracterizar los compuestos CB/ZnONPs se emplearon técnicas de XPD ('X-ray Powder Diffraction', Difracción de Rayos X de polvos) utilizando un difractómetro Malvern Panalytical modelo Empyrean operado con radiación Cu-K α , y WAXS ('Wide-Angle X-ray Scattering', dispersión de rayos X a ángulos intermedios) con un equipo XENOXS modelo Xeuss 2.0 con dos detectores bidimensionales Dectris sincronizados Pilatus 200K y Pilatus 100K.

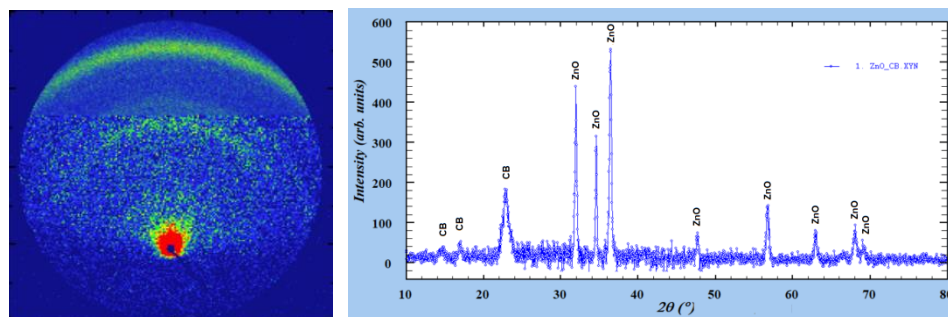


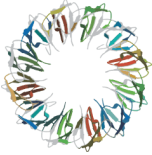
Figura 1. a) Anillos de Debye correspondientes al patrón de difracción de CB.
b) Difractograma de CB/ZnONPs.

Los diagramas revelaron tres picos de difracción característicos que revelan la presencia de celulosa cristalina I α y I β [3]. Además, en el análisis por WAXS se observaron gracias a los detectores bidimensionales empleados algunos anillos de Debye presentando intensidad variable, lo que indica la existencia de orientación preferencial de la celulosa. Por otro lado, se confirmó la identidad y pureza del ZnO con un sistema hexagonal tipo wurtzita, y su naturaleza nanocristalina se evidenció por el ensanchamiento de los picos de Bragg, estimando un tamaño medio de cristalita de 30 nm calculado de acuerdo a la ecuación de Scherrer.

[1] M. Horue et al., Mat. Sci. and Eng.: C, 116 (2020) 111152.

[2] S. Kumar et al., Int. Nano Letters, 3 (2013) 30,

[3] C. Ruan et al., Cellulose, 23 (2016) 3417–3427.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**FASES CRISTALINAS DURANTE LA PRODUCCIÓN DE MULLITA A PARTIR DE
CAOLÍN, ALÚMINA Y ÓXIDO DE MOLIBDENO**

Paula V. López^{ab}, María F. Hernández^{ab}, María S. Conconi^{ab}, Diego Richard^{ab}, Nicolás M. Rendtorff^{* ab}

^a Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata, 47 y 115, La Plata, Buenos Aires, Argentina.

^b CETMIC Centro de Recursos Minerales y Cerámica (CONICET La Plata-CIC PBA-UNLP), Cno. Centenario y 506, M.B.Gonnet, Buenos Aires, Argentina.

* rendtorff@cetmic.unlp.edu.ar

Las arcillas caoliníticas son utilizadas como materia prima en gran variedad de aplicaciones industriales tales como cerámica, refractarios, cemento, papel, plástico y cosmética, entre otras [1]. La fase más abundante de las arcillas caoliníticas es la caolinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) y en general se encuentra acompañada de cuarzo. En muchas de estas aplicaciones se utilizan tratamientos térmicos que producen transformaciones térmicas de sus componentes. Entre 500 y 600°C se produce la transición de caolinita a metacaolinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) con deshidroxilación de la caolinita. La fase mullita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) comienza a formarse a partir de aproximadamente 980°C, esta es una fase cerámica muy importante en muchas aplicaciones tecnológicas y de alta temperatura debido a sus buenas propiedades como refractariedad, comportamiento mecánico e inercia química [2]. En particular, los cerámicos porosos a base de mullita se utilizan ampliamente tanto en aplicaciones de filtrado como de aislamiento [3]. Con la incorporación de un aditivo sólido como el MoO_3 se puede desarrollar una microestructura con granos de mullita en forma de aguja que podrían actuar como refuerzo y presentar un mejor comportamiento mecánico. Es interesante estudiar las transformaciones que ocurren en estos materiales para poder entender la evolución térmica y microestructural.

En el presente trabajo se estudió la evolución de la proporción de fases desarrolladas durante el tratamiento térmico de cerámicos porosos de mullita a partir de un caolín nacional e industrial y alúmina calcinada (muestra M0). Además, se utilizó un aditivo precursor de MoO_3 en una proporción de 7% p/p para favorecer el crecimiento de granos aciculares (muestra M7) [4].

El método de procesamiento utilizado es el método cerámico para lo cual se realizó el mezclado y tamizado de las materias primas en polvo y se conformaron probetas mediante prensado uniaxial. El tratamiento térmico se realizó entre 300 y 1200°C seguido de un enfriamiento rápido al aire (*quenching*). Para esto, se utilizó un horno eléctrico con un programa de calentamiento hasta 1200°C y una velocidad de calentamiento de 5°C/min.

Se determinaron y refinaron las fases presentes de las muestras obtenidas (previamente molidas) y se realizó la cuantificación de las mismas mediante el método de Rietveld, para lo cual se utilizó la técnica de difracción de rayos X de polvo (DRX). Además, los resultados fueron comparados con: la pérdida por calcinación durante el tratamiento térmico y la evolución microestructural realizada mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). También se analizaron los materiales de partida y los materiales calcinados a 1500°C, temperatura a la cual se desarrolla óptimamente la mullita acicular [5].

Los resultados obtenidos permiten describir la termoquímica de los procesos de las mezclas complejas durante el procesamiento de estos materiales de interés tecnológico.

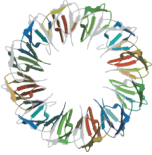
[1] P. A. Schroeder, G. Erickson, Elements, 10 (2014) 177-182.

[2] H. Schneider, J. Schreuer, B. Hildmann, J. Eur. Ceram. Soc., 28 (2008) 329-344.

[3] R. Roy, D. Das, P.K. Rout, Eng. Sci. 18 (2022) 20-30.

[4] P.V. López, M.F. Hernández, M.S. Conconi, N.M. Rendtorff, 5tas Jornadas Nacionales de Investigación Cerámica, La Plata, Argentina, 2022, p.105-106.

[5] H. Guo, W. Li, F. Ye, Ceram. Int., 42 (2016) 4819-4826.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**IDENTIFICACIÓN DE LA FASE CRISTALINA DEL MATERIAL $\text{La}_{0,75}(\text{Sr}_{0,25})\text{CrO}_3$
SINTETIZADO MEDIANTE EL MÉTODO SOL-GEL MICELAR Y CALCINADO A 800 °C**

Gabriel M. Silva * ^{a,b}, Diego G. Lamas ^a, Márcia C. de A. Fantini ^b

^a *Departamento de Almacenamiento y Conversión de la Energía, Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), Av. General Paz 5445, San Martín, Argentina y Escuela de Ciencia y Tecnología, Universidad Nacional de San Martín (UNSAM), Av. 25 de Mayo 1169, San Martín, Argentina.*

^b *Instituto de Física, Universidade de São Paulo (USP), Rua do Matão 1371, São Paulo, Brasil.*

* gmagalhaes@inti.gov.ar

La celda de combustible de óxido sólido (SOFC, por sus siglas en inglés) se destaca como un dispositivo de máxima eficiencia en la conversión de energía química en eléctrica. Sin embargo, uno de los desafíos en su desarrollo radica en la obtención de materiales adecuados para sus electrodos. Esta dificultad se acentúa cuando el mismo material es usado concomitantemente en el cátodo y en el ánodo, ya que obtener en un solo material todas las propiedades deseadas para ambos electrodos es complejo. Un buen punto de partida es el óxido tipo perovskita basado en la cromita de lantano (LaCrO_3), conocido por su estabilidad redox y empleado como material interconector en la SOFC. Además, la estructura porosa es una característica esencial para los materiales de electrodos y el óxido LaCrO_3 tiene gran capacidad de conservar la coordinación octaédrica con los iones óxido, lo que dificulta su densificación y lo torna más atractivo para ser usado como electrodo. Por otro lado, la introducción de iones Sr^{2+} en el sitio A, en cantidades iguales o mayores al 10% en mol, induce la retención de la simetría romboédrica a temperatura ambiente [1]. Esto es importante, pues la simetría romboédrica es mejor conductora electrónica que la ortorrómbica (la fase estable a temperatura ambiente). Es decir, la transición de fase de ortorrómbica a romboédrica, entre 240 y 290 °C, está acompañada por una discreta reducción del volumen del material que puede generar stress y comprometer la estabilidad mecánica de la celda tras varios ciclos térmicos de operación [2].

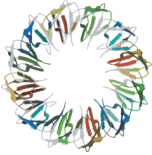
Por lo anteriormente mencionado, en este trabajo se optó por la composición química $\text{La}_{0,75}(\text{Sr}_{0,25})\text{CrO}_3$ (75LSC). Asimismo, se empleó de manera innovadora la técnica de síntesis denominada “sol-gel micelar”, reconocida por producir materiales porosos con estructura ordenada [3]. En consecuencia, el objetivo de esta investigación se centró en sintetizar e identificar la fase cristalográfica $\text{La}_{0,75}(\text{Sr}_{0,25})\text{CrO}_3$ calcinada a 800 °C (denominada 75LSC_800). El material 75LSC se sintetizó por el método sol-gel micelar con el agregado de agentes director (Pluronic® P123) y dilatador de estructura (1,3,5 tri-isopropilbenceno) y fue calcinado a 800 °C. Las mediciones de difracción de rayos X se realizaron a temperatura ambiente, empleando un difractómetro D8 Da Vinci Discover (Bruker). Por otra parte, el material 75LSC_800 cristalizó bajo la estructura perovskita en la fase ortorrómbica (grupo espacial Pbnm, N° 62), acompañado por una fase espuria de SrCrO_4 (P12_{1/n}1). En este punto es necesario aclarar que más allá de contar con un significativo grado de sustitución por Sr^{2+} , no fue posible promover la transición de la fase ortorrómbica hacia la romboédrica por medio del efecto del dopaje. Esto posiblemente se debe al hecho de que una parte de iones Sr^{2+} se segrega como SrCrO_4 , una impureza clásica en este tipo de materiales, no incorporándose en su totalidad a la estructura perovskita. Finalmente, puede resaltarse que la técnica de síntesis empleada fue capaz de producir el material deseado, si bien aún no fue posible estabilizar la fase cristalográfica conductora completamente pura. Se proyecta a corto plazo mejorar el rendimiento buscado probando otras condiciones experimentales (aumento de la temperatura de calcinación, dopante en sitio B que promueva la transición, entre otras).

[1] J.C. Morales et al., Pilas de Combustible de Óxido Sólido (SOFC), Centro de la cultura popular canaria, 2008.

[2] T. Hashimoto et al., Solid State Ion., 132 (2000) 183–190.

[3] D. Zhao et al, Science, 279 (1998) 548–552.

Agradecemos a FAPESP (2013/03257-2) por el apoyo financiero recibido.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

OBTENCIÓN DE PARTÍCULAS CORE-SHELL DEL SISTEMA $\text{BaTiO}_3@ \text{CoFe}_2\text{O}_4$

Javier Camargo *^a, M. Castro^a

^a Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales, INTEMA, Av. Colon 10850, 7600, Mar del Plata, Argentina.

* jcamargo@fi.mdp.edu.ar

Los materiales magnetoeléctricos permiten interrelacionar fenómenos magnéticos y eléctricos. Sin embargo, dentro de los comúnmente estudiados materiales magnetoeléctricos monofásicos, este comportamiento es débil a temperatura ambiente [1]. Para subsanar este inconveniente, los materiales compuestos conformados a partir de la conjunción de un material piezoeléctrico y uno magnético, constituyen una buena alternativa [2-3]. En estos materiales, se debe potenciar la interacción entre ambas fases y evitar la percolación de la fase magnética para reducir las pérdidas dieléctricas. Por este motivo, este trabajo se enfoca en la síntesis de partículas cerámicas con estructura core-shell $\text{BaTiO}_3@ \text{CoFe}_2\text{O}_4$ que combinan un núcleo magnético con un recubrimiento piezoeléctrico.

En primera instancia se obtuvieron nanopartículas de CoFe_2O_4 (CFO) mediante coprecipitación, mezclando 6 mmoles de nitrato de hierro [$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] y 3 mmoles de nitrato de cobalto [$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] en 60 ml de agua desionizada. Se adicionó 0,3 moles NaOH y se agitó durante 1 h a 70 °C para asegurar la precipitación. Los precipitados se lavaron 4 veces en agua desionizada y se separaron con la ayuda de un imán. En el siguiente paso, se prepararon soluciones de 3 mmoles de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ en 30 ml de agua desionizada y 3 mmoles de isopropóxido de titanio en 30 ml de etanol. Estas soluciones, junto con las nanopartículas de CFO previamente preparadas, se sometieron a sonicación durante 4 h para facilitar el crecimiento de una capa de BTO a su alrededor. Por último, el producto resultante fue secado 100°C, hasta peso constante, y calcinado a 700 °C por 2 horas.

Los polvos fueron analizados mediante Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Fluorescencia de rayos X por energía dispersiva (EDS), Microscopía electrónica de transmisión (TEM) y Espectroscopía Raman.

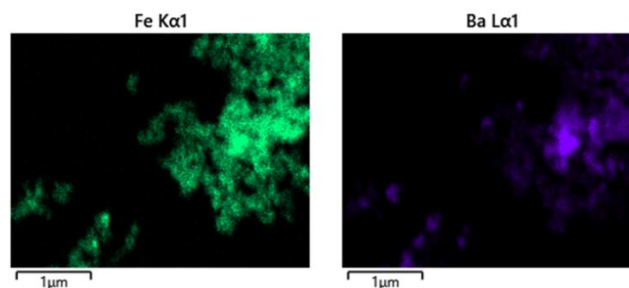


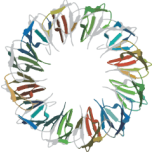
Figura 1. Fluorescencia de rayos X por energía dispersiva de las partículas calcinadas a 700 °C.

Con base en la información adquirida mediante el análisis de las difracciones de rayos X, se sugiere la posibilidad de obtener las fases deseadas. Los resultados de los mapeos EDS revelan la presencia de elementos característicos de ambas fases, como se ilustra en la Figura 1. A partir de estos hallazgos, se puede inferir que el método investigado podría considerarse como una vía potencial para la generación de partículas core-shell.

[1] V. A. Murashov, D. N. Rakov, V. M. Ionov, I. S. Dubenko, Y. V. Titov, and V. S. Gorelik, *Ferroelectrics* 162 (1994), 11–21.

[2] J. Van Den Boomgaard, D. R. Terrell, R. A. J. Born, and H. F. J. I. Giller, *J. Mater. Sci.* 9 (1974), 1705–1709.

[3] C.-W. Nan, L. Liu, N. Cai, J. Zhai, Y. Ye, Y. H. Lin, L. J. Dong, and C. X. Xiong, *Appl. Phys. Lett.* 81 (2002), 3831–3833.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**MEDICIONES HALL EN EPITAXIAS DE HgCdTe (MCT) CRECIDAS SOBRE
SUSTRATOS DE CdTe**

Javier L. M. Núñez García ^{a,b}*, Eduardo A. Heredia ^a, Ulises E. Gilabert ^b

^a UNIDEF, MINDEF, CONICET – DECAPE, Juan B. de La Salle 4397 (CP 1603), Villa Martelli, Pcia. de Buenos Aires.

^b Centro de Tecnologías Químicas (CTQ), Departamento de Ingeniería Química, UTN – FRBA, Medrano 951 (CP 1179), CABA, Pcia de Buenos Aires.

* jnunez@citedef.gob.ar

El efecto Hall surge como resultado de la interacción entre corrientes eléctricas y campos magnéticos que atraviesan la muestra, un fenómeno que permite caracterizar las propiedades eléctricas fundamentales de los materiales conductores y especialmente semiconductores. Dicha interacción resulta en la generación de un campo eléctrico perpendicular que da origen a un voltaje transversal. Mediante este efecto se efectúa la identificación del tipo de semiconductor, en tipo n o p. Además, permite la determinación del número de portadores de carga en el material. Midiéndose la resistividad (ρ), es posible calcular la movilidad (μ) y la densidad de los portadores de carga [1,2].

La medición de la resistividad juega un papel fundamental en la industria de fabricación de semiconductores y dispositivos electrónicos, es esencial para verificar la calidad y uniformidad de los materiales utilizados. Mantener una resistividad uniforme es crítico para asegurar un rendimiento coherente de los dispositivos.

Además, la resistividad está interconectada con otras propiedades materiales tales como la conductividad eléctrica, la movilidad de los portadores de carga y la densidad de portadores [3].

Mediante el uso de un equipo construido íntegramente en nuestro laboratorio [4], se realizaron mediciones Hall de muestras de $Hg_xCd_{1-x}Te$ crecidas sobre un sustrato de CdTe. Dichos crecimientos se realizaron por medio de un horno VPE (Vapor Phase Epitaxy). La tabla siguiente muestra los resultados obtenidos para las epitaxias y el sustrato:

Muestra		Temperatura (K)	N° de portadores (n o p) [1/cm ³]	Resistividad (ρ) [Ω cm]	Movilidad (μ) [cm ² /V*seg]
Tipo	Material				
Sustrato	CdTe <100>	297	1,024 x 10 ¹³	845,914	720,665
Epitaxia n° 1	HgCdTe	297	6,140 x 10 ¹⁶	0,042	2393,457
Epitaxia n° 1	HgCdTe	297	4,651 x 10 ¹⁶	0,042	3159,682
Epitaxia n° 1	HgCdTe	77 (Nitrógeno)	1,345 x 10 ¹⁷	0,039	1205,497
Epitaxia n° 2	HgCdTe	297	1,199 x 10 ¹⁷	0,047	1110,190
Epitaxia n° 2	HgCdTe	297	1,708 x 10 ¹⁷	0,047	1215,218
Epitaxia n° 2	HgCdTe	77 (Nitrógeno)	1,070 x 10 ¹⁷	0,042	1075,615

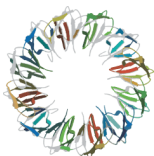
Por medio de estos resultados podemos llegar a la conclusión que el crecimiento de la epitaxia de HgCdTe modifica las propiedades del material volviéndolo menos resistivo, lo que lleva a que mejore la conducción de los materiales.

[1] M.H. Aguirre, Tesis Doctoral, FCEN-UBA, Departamento de Física, (2001).

[2] P. Capper, Emis Datareviews Series N°10, Inspec, 1994. p 221-225.

[3] A.G. Korotaev, I.I. Izhnin, K.D. Mynbaev, A.V. Voitsekhovskii, et al, Surface & Coatings Technology 393 (2020) 125721, ed. Elsevier.

[4] E. Heredia, Tesis de Licenciatura; FCEN-UBA, Departamento de Física, (1988).



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**La₄BaCu_{5-z}Ni_{z/2}Co_{z/2}O_{13±δ} (Z= 1, 2 Y 3): SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL
DE NUEVAS PEROVSKITAS CON POTENCIAL APLICACIÓN EN CELDAS DE
COMBUSTIBLE DE ÓXIDO SÓLIDO**

Jhoan F. Téllez^{1,2*}, E. Laura Moyano², Valeria C. Fuertes¹, Miguel A. Morales³, Miguel A. Laguna-Bercero³,
Juan M. De Paoli¹

¹INFIQC (UNC-CONICET) – Departamento de Fisicoquímica – Facultad de Ciencias Químicas – Universidad Nacional de Córdoba, Ciudad Universitaria, Córdoba, Argentina.

²INFIQC (UNC-CONICET) – Departamento de Química Orgánica – Facultad de Ciencias Químicas – Universidad Nacional de Córdoba, Ciudad Universitaria, Córdoba, Argentina.

³Instituto de Nanociencia y Materiales de Aragón – CSIC – Universidad de Zaragoza, Zaragoza, España.

* jhoan.tellez@unc.edu.ar

A lo largo de los últimos años, las celdas de combustible de óxido sólido (SOFC) se han convertido en foco de diversas investigaciones, ya que estos dispositivos brindan una alta eficiencia para la conversión de energía química en energía eléctrica, lo que hace atractivo su desarrollo. Esta tecnología consta básicamente de un electrolito, un cátodo y un ánodo. Cada uno de estos componentes juega un papel crucial en el funcionamiento de estas celdas. Actualmente, la mayor parte de las investigaciones se centran en desarrollar diversos materiales que mejoren la performance de este tipo de dispositivos, haciéndolos comercialmente viables [1]. La gran mayoría de materiales que han sido probados como cátodos y ánodos para SOFC son compuestos inorgánicos con estructura tipo perovskita, los cuales han mostrado un buen comportamiento y rendimiento. Sin embargo, este tipo de materiales requieren mejorar aún algunos aspectos para ser aplicados en esta tecnología (tales como estabilidad térmica, reactividad, entre otros), por lo que se hace imperativo seguir en la búsqueda de nuevos compuestos que presenten propiedades adecuadas para ser empleados en las SOFC y mejorar las condiciones de funcionamiento de las mismas.

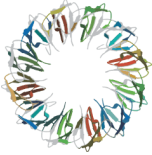
En este trabajo se presenta el estudio de tres nuevos compuestos con estructura tipo perovskita, pertenecientes a la familia La₄BaCu_{5-z}Ni_{z/2}Co_{z/2}O_{13±δ} (z= 1, 2 y 3). Estos materiales se derivan del óxido mixto La₄BaCu₅O_{13±δ} (x= 0), conocido por presentar vacancias ordenadas de aniones, así como también, conductividad mixta [2]. Del mismo modo, se han reportado distintas variantes de este material mediante el dopaje con diferentes cationes en el sitio B (La₄BaCu_{5-x}M_xO_{13±δ} con M= Fe, Co, Ni y Zn), obteniendo así compuestos con 4 cationes [3]. Con el objetivo de modificar las propiedades de estos materiales ya estudiados, se llevó a cabo un dopaje del Cu presente en el sitio B por iguales cantidades de Co y Ni (z/2 de cada uno), generando una perovskita con 5 cationes. Las muestras sintetizadas fueron obtenidas por método sol-gel a 900 °C con un alto grado de pureza, presentando una fase cristalina única isoestructural con el compuesto La₄BaCu₅O_{13±δ}, tal y como lo dejó en evidencia los estudios realizados por difracción de rayos X de polvos [4]. Por último, se realizó una caracterización básica de los tres nuevos compuestos mediante espectroscopia de impedancia electroquímica, con el objetivo de evaluar sus potenciales aplicaciones en SOFC.

[1] M.A. Yattoo, F. Habib, A.H. Malik, M.J. Qazi, S. Ahmad, M.A. Ganayee, Z. Ahmad, MRS Commun., 13 (2023) 378-384.

[2] M.A. Macias, M.V. Sandoval, N.G. Martínez, S. Vázquez-Cuadriello, L. Suescun, P. Roussel, S. Konrad, G.H. Gauthier, Solid State Ionics, 288 (2016) 68-75.

[3] P.S. Anderson, C.A. Kirk, J.M.S. Skakle, A.R. West, J. Solid State Chem., 170 (2003) 1-8.

[4] C. Michel, L. Er-Rakho, B. Raveau, Mater. Res. Bull., 20 (1985), 667-671.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

PROPIEDADES ESTRUCTURALES Y ELECTROQUÍMICAS DEL SISTEMA $Ce_{1-x}Pr_xO_{2-\delta}$

Maria E. Aristizabal*^a, Jesús Vega-Castillo^{a,b}, Sol Otero^a, Yésica M. Torres^a, Miguel D. Sánchez^a,
Fernando Prado^a

^a Instituto de Física del Sur (IFISUR), Departamento de Física, Universidad Nacional del Sur (UNS), CONICET,
Av Alem 1253, B8000CPB, Bahía Blanca, Argentina.

^b YPF Tecnología, Av. del Petróleo Argentino 900-1198, Berisso, Buenos Aires, Argentina

*elizabeth.aristizabalv@gmail.com

El CeO_2 dopado con praseodimio es un conductor mixto con estructura cristalina tipo fluorita. El dopaje con $Pr^{3+/4+}$ es particularmente interesante porque promueve la formación de vacancias de oxígeno a $T > 400$ °C, lo cual incrementa los valores de conductividad iónica [1], al mismo tiempo que agrega niveles Pr 4f en el interior de la banda prohibida del CeO_2 que le da el carácter también de conductor electrónico, aumentando su conductividad total [2]. Debido a su conducción mixta, el $Ce_{1-x}Pr_xO_{2-\delta}$ ha sido propuesto previamente como material de cátodo para celdas SOFC [3,4], y más recientemente nuestro grupo ha estudiado el sistema compuesto $Ce_{1-x}Pr_xO_{2-\delta}/La_{0.4}Pr_{0.1}Ba_{0.5}Co_{0.975}O_{3-\delta}$ con $x = 0.1$ y 0.2 como material de cátodo, obteniendo resultados prometedores para el material compuesto $Ce_{0.9}Pr_{0.1}O_{2-\delta}/La_{0.4}Pr_{0.1}Ba_{0.5}Co_{0.975}O_{3-\delta}$ con una relación en peso de 70:30. Este material compuesto sobresale por presentar valores de resistencia de polarización similares a los obtenidos con la perovskita sola, además de una disminución del coeficiente de expansión térmico (TEC) de aproximadamente el 40% respecto del TEC que presenta la perovskita [5].

En este trabajo, abordamos el estudio del comportamiento de los compuestos $Ce_{1-x}Pr_xO_{2-\delta}$ con $x = 0.1$ y 0.2 como material de cátodo para celdas SOFC. En particular nos interesa relacionar el comportamiento estructural y superficial del $Ce_{1-x}Pr_xO_{2-\delta}$ en distintas atmósferas reductoras con el comportamiento electroquímico de estos compuestos. Las muestras fueron preparadas por el método de citratos. Los datos de difracción de Rayos-X (XRD) indican que las muestras son puras, sin fases secundarias. Se realizaron tratamientos térmicos a diferentes temperaturas (500 y 900°C) y en diferentes atmósferas, aire, argón e hidrógeno. Se realizó el análisis estructural y superficial de las muestras mediante las técnicas de XRD y espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS), determinando la relación del parámetro de red de la fluorita, el tamaño de cristalita, contenido de Pr^{3+} y Pr^{4+} en la superficie, en función del contenido de Pr en la muestra, la temperatura de síntesis y el tratamiento de reducción. Por último, se realizaron medidas de impedancia electroquímica (EIS) en celdas simétricas, evaluando la respuesta electroquímica de las muestras de $Ce_{1-x}Pr_xO_{2-\delta}$ como electrodos de reducción de oxígeno en el rango de temperaturas entre 500°C y 700°C, en función de la presión parcial de oxígeno ($4 \times 10^{-4} \leq pO_2 \leq 1$) usando Ar como gas portador. A partir de los datos obtenidos se busca correlacionar las variaciones estructurales y superficiales del sistema con las etapas limitantes para la reacción de reducción de oxígeno en los electrodos de $Ce_{1-x}Pr_xO_{2-\delta}$.

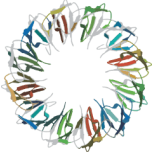
[1] R. Chiba, H. Taguchi, T. Komatsu, H. Orui, K. Nozawa, H. Arai, Solid State Ionics 197 (2011) 42-48.

[2] S.R. Bishop, T.S. Stefanik, H.L. Tuller, Phys. Chem. Chem. Phys. 13 (2011) 10165–10173.

[3] D. Chen, S. Bishop, H. Tuller, J. Electroceram. 28 (2012) 62-69.

[4] H. G. Seo, D.H. Kim, J. Seo, S. J. Jeong, S. J. Jeong, J. Kim, H. Tuller, Ji-Won Son, W.C. Jung, Adv. Energy Mater. 12 (2022) 2202101.

[5] M. E. Aristizabal, J. Vega-Castillo, G. Zimicz, F. Prado, Materials Letters 350 (2023) 134966.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

**ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES ÓPTICAS EN RELACIÓN CON SU ESTRUCTURA
CRISTALINA DE ÓXIDOS DE Cu y Cr OBTENIDOS MEDIANTE COMBUSTIÓN**

M. Celeste. Gardey Merino ^{*,a}, Mariana E. Rodríguez ^a, Silvina Lassa ^b, Patricia G. Vázquez ^c, Carlos López ^d

^a Grupo CLIOPE, Universidad Tecnológica Nacional - Facultad Regional Mendoza, Rodríguez 273, (5500), Mendoza, Argentina.

^b MEByM - IANIGLA CONICET-Mendoza, Av. Ruiz Leal s/n Parque Gral. San Martín, CC. 131, M5502IRA, Mendoza, Argentina.

^c Centro de Investigación y Desarrollo en Ciencias Aplicadas, Dr. Jorge J. Ronco, CCT CONICET- La Plata, 47, N° 257, (B1900AJK), Buenos Aires, Argentina.

^d INTEQUI - CONICET - CCT- San Luis, Fac. Qca. Bqca. y Far, U.N.S.L, Almirante Brown 1455 (CP 5700, San Luis, Argentina.

*mcgarde23@gmail.com

El óxido CuCr_2O_4 es una espinela semiconductor con un band gap estrecho muy utilizada como pigmento para absorbentes solares [1]. Diferentes métodos han sido utilizados para obtener esta espinela incluyendo coprecipitación, síntesis hidrotermal, método cerámico, sol-gel, método de oxalatos y de combustión por sol-gel, etc. [2]. Aquí se presenta la obtención de óxidos de Cu y Cr mediante síntesis por combustión estequiométrica utilizando tris-hidroximetil-aminometano (TRIS) y ácido etileno-diamino-tetra-acético (EDTA) como combustibles. Una vez obtenidos fueron calcinados a 800 y 1000 °C durante dos 2 hs al aire. Luego se caracterizaron mediante DRX, espectroscopía de absorción por transformada de Fourier (FT-IR), color y reflectometría infrarroja. El objetivo fue estudiar la influencia de las estructuras cristalinas con las propiedades ópticas para evaluar su aplicación como pigmentos para absorbentes solares. Las estructuras cristalinas identificadas y las coordenadas de Color CIELab. se muestran en la tabla 1.

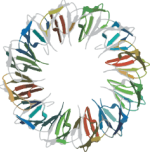
Tabla 1. Estructuras cristalinas observadas y Coordenadas de Color CIELab.

Muestra	Estructura cristalina observada	Coordenadas CIELab.		
		L	a	b
TRIS 800 °C	CuCrO_2	33,23	-2,35	0,91
TRIS 1000 °C	CuCrO_2	27,77	-1,73	-1,66
EDTA 800 °C	CuCrO_2 , CuCr_2O_4	25,82	0,43	-1,12
EDTA 1000 °C	CuCrO_2	28,23	-0,74	-2,5

De acuerdo con los patrones de DRX a partir de los 800°C se comienza a formar la estructura del CuCrO_2 (delafosita) y su aparición se ve influenciada por el tipo de combustible. Para el caso del TRIS se observan los picos principales del CuCrO_2 tanto a 800 y a 1000°C, sin embargo, para el caso del EDTA sólo a 1000 °C. El óxido obtenido con EDTA y calcinado a 800°C presenta la estructura del CuCr_2O_4 y del CuCrO_2 . En esta última muestra la coordenada CIELab es menor en comparación a las otras muestras, un L más bajo quiere decir una luminosidad más baja, es decir más cercana al color negro y más absorbente de la radiación solar, entonces la presencia del CuCr_2O_4 podría disminuir L. Pigmentos de CuCr_2O_4 obtenidos mediante síntesis por combustión utilizando mezclas de urea y glicina como combustibles se obtuvieron valores de L entre 18 y 33, donde aparte se determinó una absorbancia solar entre 0,8 y 0,9 en una escala del 0 al 1 [2]. Podemos deducir que a una temperatura de calcinación entre 700 y 800 °C se podría estabilizar el CuCr_2O_4 y así disminuir L.

[1] Q. Geng, X. Zhao, X. Gao, S Yang, G. Liu, J-Sol-Gel Sci Technol, 61 (2012) 281-288.

[2] E. Pakzada, Z. Ranjbara, M. Ghaharic, Prog Org Coat. 132 (2019) 21–28.



DETERMINACIÓN DE LAS TEMPERATURAS DE CALCINACIÓN Y SINTERIZADO DE CERÁMICOS PIEZOELECTRICOS LIBRE DE PLOMO DE COMPOSICIÓN $0,5\text{Ba}(\text{Zr}_{0,2}\text{Ti}_{0,8})\text{O}_3-0,5(\text{Ba}_{0,7}\text{Ca}_{0,3})\text{TiO}_3$

Mauro Difeo*^a, Leandro A. Ramajo^a, Miriam S. Castro^a

^a Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales (INTEMA), Av. Colón 10850, Mar del Plata.

* maurodifeo@outlook.com.ar

Los materiales piezoeléctricos basados en titanato de circonato de plomo (PZT) son ampliamente utilizados en dispositivos electrónicos debido a sus excelentes propiedades eléctricas. Sin embargo, la legislación actual restringe el uso de sustancias peligrosas y fomenta los nuevos desarrollos de sustancias sin plomo [1,2]. En consecuencia, los sistemas libres de plomo, tales como el BZT-BCT ($0,5\text{Ba}(\text{Zr}_{0,2}\text{Ti}_{0,8})\text{O}_3-0,5(\text{Ba}_{0,7}\text{Ca}_{0,3})\text{TiO}_3$), han tenido gran interés debido a la coexistencia de las fases tetragonal y romboédrica cerca del límite de fase morfotrópica (MPB), que genera propiedades piezoeléctricas comparables a las del sistema PZT (d_{33} máximo de 600 pC/N) [3].

En este trabajo nos enfocamos en la obtención del sistema BZT-BCT a través del método de reacción en estado sólido, con activación mecanoquímica de los reactivos, utilizando los precursores BaCO_3 , CaCO_3 , TiO_2 y ZrO_2 . El objetivo principal fue determinar las temperaturas óptimas de calcinación y sinterizado, además de analizar las fases secundarias que se formaron durante el proceso. En la etapa de calcinación, se mantuvo la temperatura máxima durante 3 horas y se investigaron tres temperaturas (1200, 1250 y 1300°C), mientras que la sinterización se llevó a cabo a 1350 o 1400°C durante 4 horas. La selección de las mejores temperaturas de tratamiento se realizó mediante el análisis, por difracción de rayos X (DRX), de las fases presentes y el estudio de la evolución microestructural, a través de microscopía electrónica de barrido (SEM).

Los resultados revelaron que las condiciones más adecuadas para la obtención del sistema BZT-BCT libre de fases secundarias fueron una temperatura de calcinación de 1250°C durante 3 horas y una temperatura de sinterizado de 1400°C durante 4 horas. Estas conclusiones se basaron en los análisis detallados de la estructura cristalina y la microestructura de las muestras, así como en la evaluación de las propiedades piezoeléctricas desarrolladas.

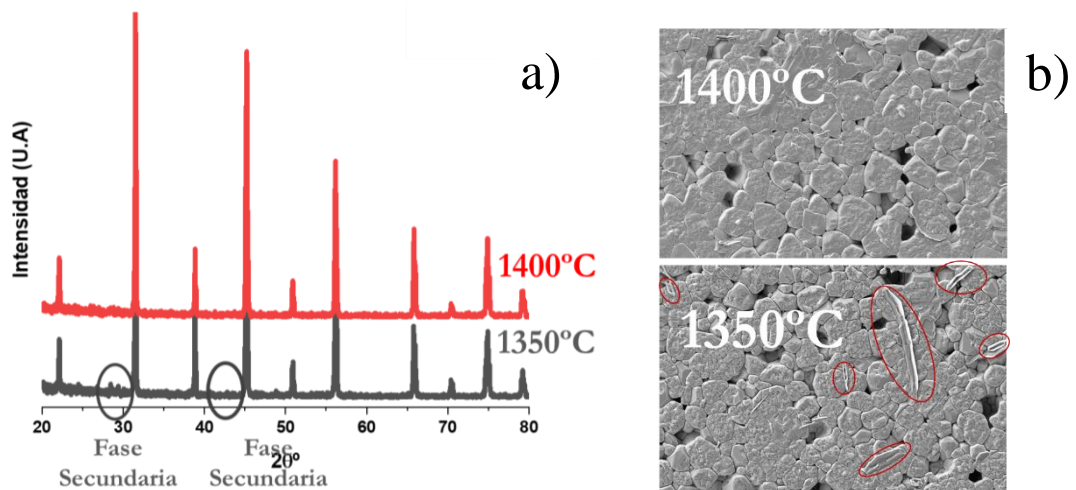
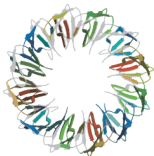


Figura 1. DRX (a) y SEM (b) de los cerámicos de composición 0,5BZT-0,5BCT.

[1] Y. Sung, J. Kim, J. Cho, T. Song, M. Kim, T. Park, Applied Physics Letters, 96 (2010) 202901.

[2] N. Petnoi, P. Bomlai, S. Jiansirisomboon, A. Watcharapasorn, Ceramics International, 39 (2013) S113-S117.

[3] B. Li, M. Ehmke, J. Blendell, K. Bowmana, Journal of the European Ceramic Society, 33 (2013) 3037–3044.



CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS EN FORMA DE MULTICAPAS, DE SnO₂ Y SnO₂-Ag-SnO₂, USANDO DRX, SEM-EDS Y GISAXS

Mariana P. Poiasina*^a, Mario F. Bianchetti^a, Eduardo A. Heredia^a, Claudia D. Bojorge^a

^a CITEDEF-UNIDEF-CONICET, Departamento de Materiales y Procesos Estratégicos (DEMAPE), J. B. de La Salle 4397, 1603 Villa Martelli, Pcia. de Bs. As. Argentina

* mppoiasina@gmail.com

El dióxido de estaño (SnO₂) es un semiconductor de estructura cristalina de rutilo tetragonal con un *band gap* de aproximadamente 3.6 eV. Este cerámico exhibe la propiedad intrínseca de modificar su resistividad eléctrica en respuesta a la exposición a gases tóxicos y/o explosivos específicos (por ejemplo, H₂, H₂S, CO, VOCs, entre otros). Esta propiedad lo hace adecuado para la fabricación de sensores altamente sensibles capaces de detectar concentraciones de partes por millón (ppm) de dichos gases. La funcionalidad del SnO₂ como sensor, radica en su composición química, microestructura y la naturaleza catalítica de su superficie. La literatura consultada revela avances notables en la sensibilidad y estabilidad del material mediante la aplicación de técnicas como el dopaje [1], la incorporación de capas catalíticas [2], o el uso de nanomateriales [3], entre otros. Investigaciones previas han evaluado el uso de películas delgadas compuestas por multicapas y la presencia de defectos cristalinos, que podrían intensificar la sensibilidad del sensor al acelerar la difusión de gas a través del material [4].

En esta línea, este trabajo se enfoca en la fabricación y estudio, de un sistema de películas delgadas superpuestas, compuesto por una capa de SnO₂ puro obtenido mediante el método *sol-gel* y *dip-coating*. Se depositó una capa intermedia de plata metálica (Ag) por medio de *sputtering*, seguida por una capa superficial de SnO₂ puro. Un tratamiento térmico a 400°C posibilitó la difusión de la Ag dentro del SnO₂, llevando a cabo el dopaje.

Las películas obtenidas fueron estudiadas mediante difracción de rayos X (DRX) para evaluar la cristalinidad y el tamaño promedio de cristalita, microscopía electrónica de barrido con microsonda electrónica (SEM-EDS) para analizar características superficiales, como así también, la composición química y dispersión de rayos X de bajo ángulo con incidencia rasante (GISAXS) para el análisis de la porosidad y el radio promedio de poro. Se analiza la influencia del dopaje en las características cristalinas, estructurales y morfológicas del material, en particular en el tamaño promedio de poro, comparando con el SnO₂ no dopado. Estos resultados proporcionan una base fundamental para futuros trabajos, donde se investigará un compuesto de SnO₂ dopado simultáneamente con óxido de cobre (CuO) y plata (Ag). El objetivo es desarrollar un sensor altamente sensible para el gas sulfhídrico (H₂S), con el propósito de mejorar el rendimiento de sensores previamente desarrollados en nuestro grupo de investigación [5].

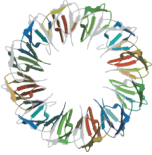
[1] J. Sukunta, A. Wisitsoraat, A. Tuantranont, S. Phanichphant, C. Liewhiran, *Sensor. Actuator. B Chem.* 242 (2017) 1095–1107.

[2] Yang He, Biyao Sun, Lai Jiang, Xinlan Li, Yuning Ma, Kexin Wang, Peng Han, Shaowei Jin, *Vacuum*, Volume 194, (2021), 110587.

[3] N. Yamazoe, *Sensors and Actuators B*, 5 (1991) 7-19.

[4] M. P. Poiasina, C. L. Arrieta, M. F. Bianchetti, N. E. Walsöe de Reca, Chapter 1: Resistive Thick and Thin Film Gas Sensors Built with Nanomaterials and Related Research, *Advances in Sensors: Reviews*, Vol. 6, Book Series, ISBN: 978-84-09-03031, (2018) pp. 1-37.

[5] M. P. Poiasina, M. F. Bianchetti, E. Heredia, H. Canepa, N. E. Walsöe de Reca, *Journal of the Argentine Chemical Society*, 109 (2022) 20-38.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

ORTOFERRITA MULTIFERROICA $GdFe_{1-x}Ni_xO_3$: SINTESIS Y CARACTERIZACIÓN

Daniel Velázquez Rodríguez ^{a,b}, Carlos Miranda ^a, Florencia E. Lurgo ^{a,b}, Martín E. Saleta* ^{a,b},
Rodolfo D. Sánchez ^{a,b}

^a Instituto de Nanociencia y Nanotecnología (CNEA - CONICET), Nodo Bariloche, Av. Bustillo 9500, (R8402AGP) San Carlos de Bariloche, Río Negro, Argentina.

^b Instituto Balseiro, UNCUYO - CNEA, Av. Bustillo 9500, (R8402AGP) San Carlos de Bariloche, Río Negro, Argentina.

*martin.saleta@cab.cnea.gov.ar

En las últimas décadas, los materiales multiferroicos han captado la atención de la comunidad científica debido a la coexistencia en estos materiales de propiedades como el ferromagnetismo, ferroelectricidad y ferroelasticidad. La mayor atención se centra en materiales magnetoelectricos en los cuales el ferromagnetismo y la ferroelectricidad se encuentran acoplados y por ende es posible manipular las propiedades magnéticas mediante campos eléctricos y viceversa. En 2012 Bashir *et al.* [1] reportaron que la sustitución de Fe por Ni en las ortoferritas de Gd ($GdFe_{1-x}Ni_xO_3$) modifica sus propiedades estructurales, eléctricas y magnéticas. Posteriormente, Chang *et al.* [2] reportaron la posibilidad de controlar las propiedades magnéticas mediante la aplicación de campos eléctricos en películas delgadas del mismo sistema.

En el presente estudio se sintetizaron mediante el método de sol-gel ortoferritas de $GdFe_{0.8}Ni_{0.2}O_3$ (GFNO) con el objetivo de comprobar la existencia de acople magneto-eléctrico. Mediante difracción de rayos X (XRD) se obtuvo el difractograma de polvo de la muestra, el cual se refinó por el método Rietveld utilizando código libre FullProf. En la Fig. 1a se muestran los difractogramas de GFNO y del compuesto $GdFeO_3$ a modo de comparación. Del refinamiento se extrajeron los parámetros de red del GFNO los cuales difieren en menos de un 5% de los reportados en la literatura [1]. Las curvas de M/H vs T (Fig. 1b) fueron medidas con campos magnéticos aplicados de 100 Oe y 1 kOe. La curva para un campo aplicado $H = 100$ Oe muestra un orden ferrimagnético ($210 K \leq T \leq 250 K$) y antiferromagnético ($8 K \leq T \leq 15 K$). Para un campo $H = 1$ kOe la muestra presenta orden paramagnético en todo el rango de temperaturas. El comportamiento magnético antes descrito fue reportado en la literatura [1] y fue atribuido a la competencia entre el comportamiento paramagnético de los iones de Gd^{3+} y el ordenamiento antiferromagnético de la red de iones de Fe^{3+}/Ni^{3+} . La componente ferromagnética observada muy cerca de T_{amb} se debe al canteo de los momentos magnéticos de la red antiferromagnética que forman los iones de Fe^{3+}/Ni^{3+} producto de la deformación que crea en la estructura perovskita un ion con gran radio iónico como el Gd^{3+} . Justamente, en este rango de temperaturas donde se observa el orden ferrimagnético es donde se obtiene el acople magnetoeléctrico en este compuesto [2].

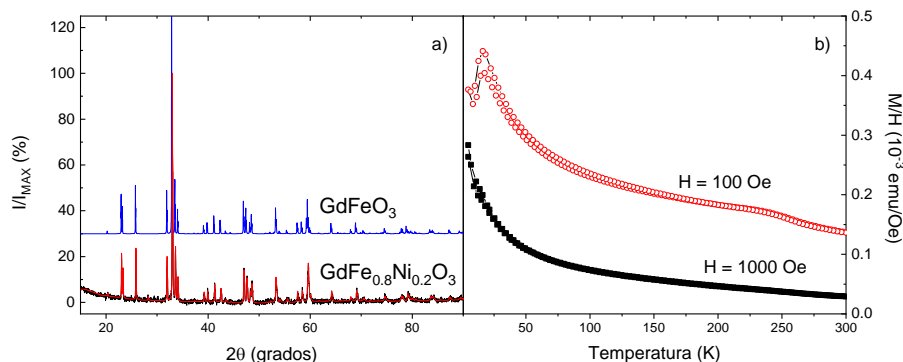
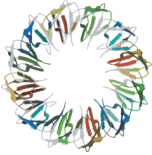


Figura 1. a) Difractogramas de las muestras $GdFe_{0.8}Ni_{0.2}O_3$ y $GdFeO_3$. b) Curvas M vs. T medidas con campos magnéticos aplicados de 100 Oe y 1 kOe.

[1] A. Bashir, M. Ikram, R. Kumar, P. N. Lisboa-Filho, J. Alloys Compd., 521 (2012) 183–188.

[2] S. J. Chang, et al., ACS Appl Mater Interfaces, 11 (2019) 31562-31572.



EVOLUCIÓN DE FASES CRISTALINAS Y NO CRISTALINAS DURANTE EL HINCHAMIENTO DE AGREGADOS CERÁMICOS LIVIANOS (ACL) BASADOS EN MEZCLAS DE ARCILLAS Y ACEITE DE GIRASOL

Evelin N. Sosa Fabr e^a, Anabella Mocciaro^a, Mar a A. Alvarez Manso^a, Mar a S. Conconi^{a, b},
Nicol s M. Rendtorff^{a, b}.

^a Centro de Tecnolog a de Recursos Minerales y Cer mica CETMIC (CIC-CONICET) Cno., Centenario y 506 Gonnet, La Plata 1897, Argentina

^b Departamento de Qu mica, Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata, 47 y 115, La Plata 1900, Argentina

*rendtorff@cetmic.unlp.edu.ar

Los Agregados Cer micos Livianos (ACL) o LECA (en ingl s) se producen principalmente a partir de arcillas pl sticas que se expanden durante el tratamiento t rmico y el agregado de agentes formadores de poros. Como resultado se obtiene un material liviano con una estructura porosa que lo hace vers til para su uso en variedad de aplicaciones: en la producci n de hormigones livianos, bloques ligeros, como material absorbente en la eliminaci n de contaminantes, etc. El mecanismo de expansi n sucede en un rango de temperatura de la deformaci n pirol stica, se libera gas dentro de los pellets, quedando atrapado en  l durante el enfriamiento, los compuestos org nicos se queman obligando a los gr nulos a expandirse (o hincharse). La producci n de ACL requiere de la generaci n de gas y la retenci n de los mismo simult neamente. Este mecanismo es conocido como hinchamiento (Bloating).

La econom a circular plantea la utilizaci n de residuos como recursos en la fabricaci n de nuevos productos para reingresar al sistema productivo, en este caso la producci n de ACL permite incorporar distintos residuos industriales como agentes formadores de poros.

El objetivo del presente trabajo fue realizar un estudio sistem tico a escala de laboratorio de las transformaciones termoqu micas generadas durante el tratamiento t rmico de ACL en funci n de la temperatura (1050-1150  C) y el tiempo de procesamiento (0-20 min). Para ello se realizaron ACL usando arcillas ill ticas y aceite de girasol, como residuo industrial mod lico.

Se obtuvieron gr ficos t-t-t (temperatura - tiempo - transformaci n) utilizando los patrones de difracci n de rayos X de polvo para realizar el seguimiento de las fases cristalinas y no cristalinas. Se refinaron los par metros estructurales con el m todo de Rietveld [1] y el m todo del patr n interno [2] para la estimaci n de la fase no cristalina de composici n mayoritariamente sil cea, y la descomposici n de las acillas, los cuales permiten estimar el avance de las transformaciones: descomposici n de las arcillas y formaci n de fase amorfa sil cea. Estos resultados fueron comparados con la evoluci n de las propiedades texturales (densidad y porosidad abierta) y macrosc picas como la expansi n diametral de los ACL y el color (escala Munsell).

Las estrategias experimentales permitieron describir la cin tica global de los procesos termoqu micos estudiados y demostraron ser una buena herramienta para el seguimiento y optimizaci n del hinchamiento de los ACL.

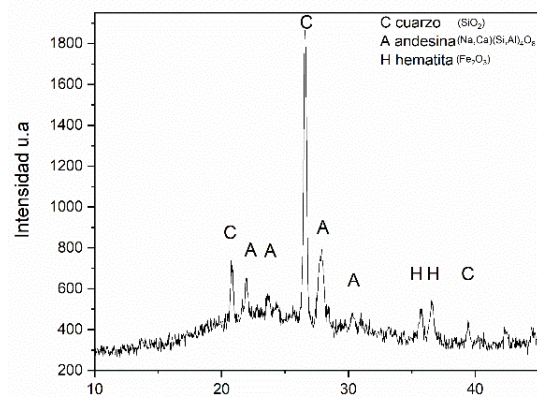
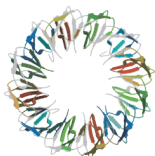


Figura 2. Difractograma de ACL calcinado a 1100  C con incorporaci n de aceite de girasol.

[1] H.M. Rietveld, J. Appl. Crystallogr. 2 (1969) 65–71.

[2] A. G De La Torre, S. Bruque, and. M. A. G. Aranda, J. Appl. Cryst. 34 (2001) 196-202.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

PEROVSKITAS DE HALURO CsPbBr₃ CO-DOPADAS CON LOS IONES Eu³⁺ Y Na⁺:
ANÁLISIS ESTRUCTURAL Y PROPIEDADES ÓPTICAS

Vanesa D. Ponce^{*a}, Germán E. Gomez^a, Carlos A. López^a, Griselda E. Narda^a, Rick Van Deun^b, Dirk Poelman^c, Maxime Delaey^c

^aINTEQUI (UNSL-CONICET). FQByF (UNSL), Almirante Brown 1455, 5700, San Luis, Argentina.

^bL³ – Luminescent Lanthanide Lab, f-element coordination chemistry, Ghent University, Krijgslaan 281, Building S3, 9000, Belgium.

^cLumiLab, Dept. Solid State Sciences, Ghent University, Krijgslaan 281-S1, B-9000, Ghent, Belgium.

* vanesap70@gmail.com

En los últimos años, los materiales basados en perovskitas de haluro, tanto híbridas como puramente inorgánicas, han atraído tanto a la comunidad académica como industrial por su aplicación en celdas solares. Esto se debe a que mostraron excelentes propiedades ópticas, alta eficiencia de conversión y bajo costo de procesamiento. El sistema CsPbX₃ (siendo X=haluro) surge como un material alternativo capaz de absorber luz y ha demostrado una sobresaliente resistencia a la humedad y al calor [1]. A su vez, estos sistemas pueden ser huéspedes de iones lantánidos (Ln³⁺) permitiendo modular sus propiedades ópticas y semiconductoras [2,3]. Este trabajo está centrado en la síntesis de fases inorgánicas del tipo CsPbBr₃ co-dopadas con los iones Eu³⁺ y Na⁺ siguiendo la estequiometría CsPb_{1-2x}Eu_xNa_xBr₃, con x= 0; 0,01; 0,05 y 0,1. La síntesis fue realizada por el método de cristalización directa a partir de sistemas mono- y multi-componentes partiendo de las soluciones de los iones constituyentes. Las fases obtenidas fueron caracterizadas mediante difracción de rayos X de polvos seguido por un análisis Rietveld ajustando los parámetros estructurales que corroboran la presencia de la fase ortorrómbica (Grupo espacial: *Pbnm*) [4] y comprueban la pureza de las fases obtenidas. Además, se realizó un estudio morfológico mediante microscopía electrónica de barrido (Figura 1, derecha) observándose cristales cúbicos de ~10 μm de espesor. Asimismo, sus propiedades ópticas en estado sólido fueron estudiadas mediante fotoluminiscencia y reflectancia difusa. La muestra conteniendo un 1% de Eu³⁺ presentó una emisión ~3 veces mayor con respecto a la matriz (625 nm), mientras que para dopajes superiores este aumento es relativamente menor (de 2 veces en relación a la matriz). Por otro lado, se calcularon los *band gaps* por el método de Tauc (Figura 1, izquierda) los cuales mostraron valores muy similares entre sí. Estos resultados son promisorios hacia el diseño de materiales cristalinos para el desarrollo de dispositivos sensores y celdas solares con amplias perspectivas.

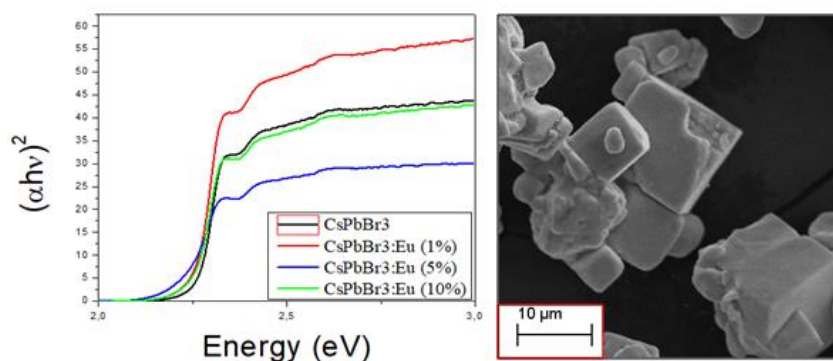


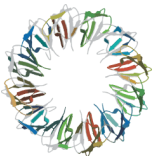
Figura 1. Izquierda: Gráficas de Tauc de CsPbBr₃ sin dopar y dopadas. Derecha: Imagen de SEM para CsPb_{0,8}Eu_{0,1}Na_{0,1}Br₃ a 500X.

[1] J. Zhang, G. Hodes, Z. Jin, S.(F). Liu, Angew. Chem. Int. Ed., 58 (2019) 15596.

[2] K. Binnemans, Chem. Rev., 109(2009) 4283–4374.

[3] J.-C.G. Bünzli, Chem. Rev., 110 (2010) 2799–2755.

[4] C.A. López, C. Abia, M.C. Alvarez-Galván, Bo-Kyung Hong, M.V. Martínez-Huerta, F. Serrano-Sánchez, F.Carrascoso, A. Castellanos-Gómez, M.T. Fernández-Díaz, J.A. Alonso, ACS Omega,11 (2020) 5931–5938.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES ANÓDICOS $Ce_{0.97}Pd_{0.03}O_2-La_{0.4}Sr_{0.4}TiO_3$ Y $La_{0.4}Sr_{0.4}Ti_{0.90}Pd_{0.10}O_3$ PARA CELDAS SOFC DE ALIMENTACIÓN DIRECTA DE METANO

Yesica M. Torres^a, María E. Aristizabal^a, María G. Zimicz^a, Fernando D. Prado^a, Miguel D. Sánchez^{*a}

^a Instituto de Física del Sur (IFISUR), Departamento de Física, Universidad Nacional del Sur (UNS), CONICET, Av. L. N. Alem 1253, B8000CPB - Bahía Blanca, Argentina
*msanchez@uns.edu.ar

La reacción de reformado de metano genera gas de síntesis que puede ser utilizado como combustible de celdas SOFC. Sin embargo, la deposición de carbón y el envenenamiento por azufre son problemas a considerar cuando se utiliza metano como combustible de alimentación directa. En este sentido, la modificación de los materiales de ánodo o la combinación con otro conductor o catalizador activo, para formar un ánodo compuesto, permitirían mejorar la conductividad y el rendimiento electrocatalítico del mismo [1]. Se ha comprobado que catalizadores de Pd/Al₂O₃ modificados con CeO₂ resultaron activos y selectivos en la reacción de reformado seco siendo resistentes a la formación de depósitos de carbón [2]. En un estudio previo de nuestro grupo, se exploró el comportamiento en atmósferas reductora y oxidante de los materiales Ce_{1-x}Pd_xO₂ (con x = 0.01, 0.03 y 0.05) encontrándose que el Pd migra a la superficie en un proceso reversible de exsolución/solución [3]. Por su parte, los óxidos de perovskitas (La,Sr)TiO₃ (LST) con deficiencia en el sitio A, son candidatos viables como materiales de ánodo por su elevada conductividad eléctrica en atmósferas reductoras [4]. Asimismo, estos materiales dopados en el sitio B con metales de transición forman por exsolución, nanopartículas catalíticamente activas [5].

En este trabajo se sintetizaron muestras de Ce_{0.97}Pd_{0.03}O₂ mediante el método de citratos, y La_{0.4}Sr_{0.4}TiO₃ y La_{0.4}Sr_{0.4}Ti_{0.90}Pd_{0.10}O₃ a través del método de PECHINI modificado. Mediante mezcla mecánica, en proporción 50:50 en peso, se preparó el material compuesto Ce_{0.97}Pd_{0.03}O₂-La_{0.4}Sr_{0.4}TiO₃. Los sistemas así obtenidos fueron caracterizados por difracción de rayos X (DRX) no observándose la presencia de fases secundarias. Asimismo, se comprobó la estabilidad y la no reactividad entre fases del material compuesto luego de un tratamiento de oxidación a 1000°C por 12 horas. Muestras oxidadas en aire y reducida en H₂ a 600 °C por períodos de 1 a 3 horas fueron analizadas por espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) y DRX para evaluar el proceso de exsolución del metal y su estabilidad estructural. Estos estudios junto con medidas de conductividad eléctrica en atmosfera reductora y ensayos en reacción de reformado de CH₄, permitirán de forma comparativa relacionar las características estructurales y superficiales con el rendimiento electrocatalítico de los sistemas para ser aplicados en celdas SOFC de alimentación directa.

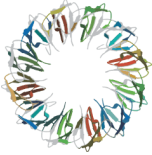
[1] L. Fan, Ch. Li, P. V. A., W. Cai, M. Han, N. Brandon, J. Power Sources, 538 (2022), 231573.

[2] C.E. Gigola, M. S. Moreno, I. Costilla, M. D. Sánchez, Appl. Surf. Sci., 254 (2007), 325–329.

[3] Y. M. Torres, et al., Trabajo en preparación.

[4] C. D. Savaniu, D. N. Miller, J. T. Irvine, J. Am. Ceram. Soc., 96 (2013), 1718-1723.

[5] D. Neagu, G. Tsekouras, D. N. Miller, H. Ménard, J. T. Irvine, Nat. Chem., 5 (2013), 916-923.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

PROGRESS IN THE STUDY OF THE *Er-Nb* PHASE DIAGRAM

Carolina Corvalán Moya^{a,*}, Said Kardellas^b, Sergio Soria^c, Diego Cuscueta^d, Diego Lionello^e, J-M. Joubert^f

^aGerencia Materiales, CAC-CNEA, CONICET, UNTREF, Buenos Aires, Argentina

^bEcole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Université Mohammed V, Rabat, Morocco

^cDivisión Física de Metales, CAB-CNEA, CONICET, Bariloche, Rio Negro, Argentina.

^dDpto. de Materiales Metálicos y Nanoestructurados, CAB-CNEA, CONICET, IB-UNCu, Bariloche, Río Negro, Argentina

^eDepartamento Física de la Materia Condensada, CAC-CNEA. Instituto Sabato, UNSAM, Buenos Aires., Argentina

^fInstitut de Chimie et des Matériaux Paris-Est, CNRS-Université Paris-Est Créteil 2-8 rue Henri Dunant, Thiais, France

* corvalan@cnea.gov.ar

Improving energy efficiency in nuclear reactors requires two main measures that might enhance the overall performance and power output of the reactor. The crucial step is to improve energy conversion and reduce energy losses. The other task is to reduce environmental effects by optimizing resource consumption while minimizing waste output. Due to their high neutron absorption capacity, *Er* is commonly used to control the early reactivity in a nuclear power reactor, a vital time in fuel replacement. New designs of nuclear fuel elements that improve their burning efficiency propose to incorporate *Er* in the pellet with UO_2 or in the metal tube of the cladding. In the last case, it is possible to preserve the *Zr*-based alloys with their well-known properties against neutrons, corrosion, and mechanics and to add a layer of a new material with *Er*, a burnable poison. In this context, to understand and predict the microstructural properties, it is mandatory to know the phase diagrams of the elements involved, particularly binary and ternary systems. From them, and with adequate modeling through *CALPHAD method*, phase diagrams of multicomponent systems of industrial interest can be predicted. The alloys of the nuclear cladding fuel used in Argentina power nuclear plants are *Zr*-based alloys, with *Sn* or *Nb* as main alloying elements. In relation to the binary systems involved, the *Zr-Er* system was previously studied [1] and the *Er-Nb* binary system has few references [2]. In the current study, the *Er-Nb* binary system was investigated. Four compositions: $Er_{50}Nb_{50}$, $Er_{86}Nb_{14}$, $Er_{91}Nb_9$, and $Er_{96}Nb_4$ were strategically chosen for the synthesis of the samples, as shown in Figure 1a with solid orange circles. These samples have a heat treatment at $1400^\circ C$ for 24h. One of the characterizations carried out was by *X-ray diffraction*; the results were refined using the *Rietveld method* (Figure 1b). The calculated and obtained results with Thermo-calc software and for cell parameters, phase fractions and *Vol/at.* versus *Er* mole fraction, respectively, are shown and discussed.

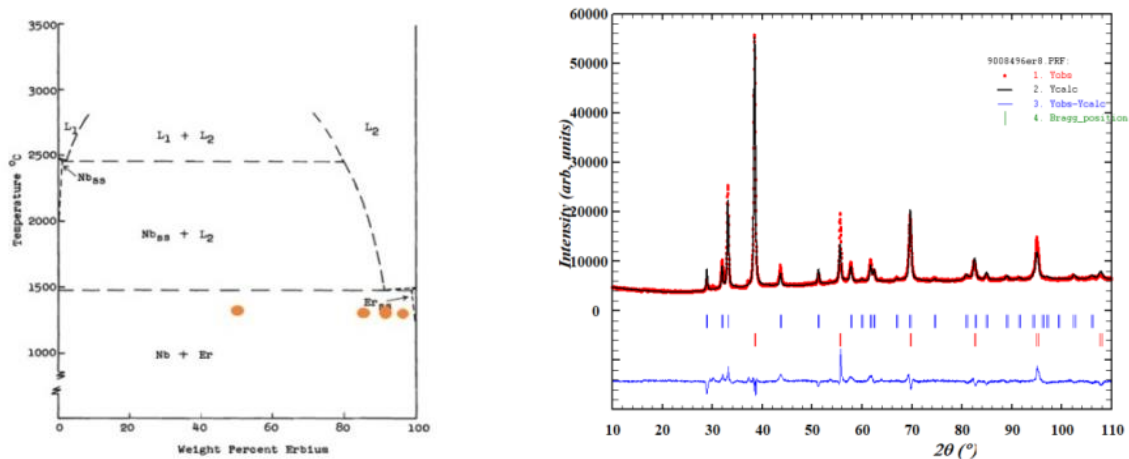
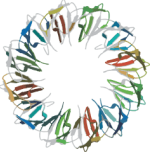


Figure 1. Synthesized samples (orange circles) in the tentative *Er-Nb* phase diagram (a), Diffractogram (red points), his refined (black line) and the associated error (blue line) of the sample $Er_{50}\%Nb_{50}\%$ (b).

[1] Jourdan et al. Journal of Nuclear Materials, Volume 402, Issues 2–3, 31 July 2010, 102-107

[2] B. Love, "Properties of yttrium and the rare metals: oxygen and alloy systems", Research Chemicals, WADD technical report, United States, 1961.61-123



ESTUDIO DE LA RUGOSIDAD EN INTERFASES DE PELÍCULAS DE CIRCONIA Y ALEACIONES BASE CIRCONIO

Hernán Saraceni^{*a,b}, Adriana Serquis^{a,b,d}, Liliana Lanzani^a, Javier Santisteban^{a,c,d}

^a Comisión Nacional de Energía Atómica, Av. Del Libertador 8250, CABA

^b Instituto de Nanociencia y Nanotecnología

^c Laboratorio Argentino de Haces de Neutrones

^d Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas, Godoy Cruz 2290, CABA

* hernan.saraceni@cab.cnea.gov.ar

Las aleaciones base circonio son un material fundamental en la industria nuclear. Esto se debe a su baja sección eficaz de absorción neutrónica, alta resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas adecuadas para su uso en las condiciones de operación de los reactores [1].

El mecanismo del proceso de corrosión en estas aleaciones representa aún un problema abierto. En particular, no han sido dilucidadas las razones por las cuales se da la aparición de la fase cristalográfica tetragonal del óxido de circonio (circonia), la cual es metaestable en las condiciones de presión y temperatura en las que operan los reactores. Esta fase podría actuar como pasivante, alargando la vida útil de los correspondientes materiales [2], por lo que un mayor entendimiento de la misma resulta de interés. Una hipótesis altamente aceptada es que las tensiones residuales en el óxido serían uno de los factores estabilizantes de esta fase. Una posible herramienta para la determinación de tales tensiones sería el estudio de la rugosidad de la interfase óxido/sustrato [3].

En este trabajo se realiza un análisis exhaustivo de la rugosidad de la interfase óxido/sustrato para diversas secciones de la misma en distintas muestras y se comparan los resultados para las aleaciones Zircaloy-4 y Zr-2.5Nb. Esto se logró mediante la puesta a punto de un método que involucra la adquisición de imágenes de las distintas muestras mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y un subsecuente procesamiento de las mismas mediante el software ImageJ, de manera de poder obtener el parámetro de rugosidad R_{dq} .

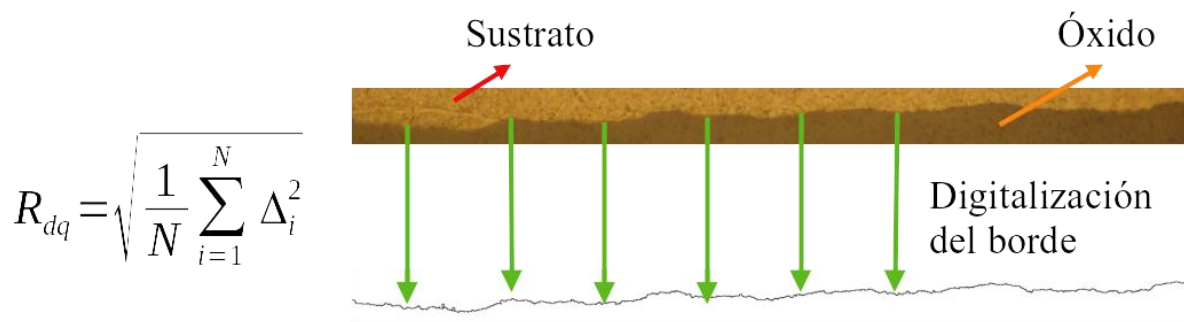
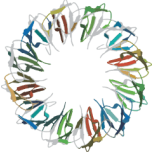


Figura 1: Ilustración del proceso de digitalización de una sección de la interfase óxido/sustrato para la obtención del parámetro de rugosidad.

[1] A. T. Motta, JOM 63 (2011) 59.

[2] S. Müller, L. Lanzani, J. Nucl. Mater. 439, 251 (2013).

[3] P. Platt, S. Wedge, P. Frankel, M. Gass, R. Howells, M. Preuss, J. Nucl. Mater. 459 (2015) 166.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

IN SITU ANALYSES OF HYDROGEN EMBRITTLEMENT OF AISI 316L STAINLESS STEEL USING SYNCHROTRON RADIATION

John J. Hoyos*^a, Silvina Segui^b, Juana L. Gervasoni^c

^a *Departamento de Materiales Metálicos y Nanoestructurados, CAB, CNEA, CONICET, Av. Bustillo 9500, San Carlos de Bariloche, 8400, Río Negro, Argentina*

^b *Instituto de Física Enrique Gaviola (IFEG-CONICET), Facultad de Matemática, Astronomía, Física y Computación (FAMAF), Universidad Nacional de Córdoba. 5000 Córdoba, Argentina.*

^c *Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica, and Instituto Balseiro, Universidad Nacional de Cuyo., Av. Bustillo 9500, 8400 S.C. de Bariloche, Argentina.*

* johnhoyos@cnea.ar

The austenitic stainless steel (ASS) 316L is a modified ultra-low carbon alloy based on the Fe-Cr-Ni-Mo system, which is suitable for applications in corrosive environments requiring high mechanical strength. It has been widely employed for structural and high-pressure applications, such as chemical and petrochemical process, heat exchangers, and nuclear applications [1-3]. Nevertheless, it could undergo hydrogen embrittlement when exposed to hydrogen both from external sources and internal reactions [4-5]. Therefore, it is necessary to have a better understanding of the phenomena involved in hydrogen embrittlement. In this work, the influence of hydrogen on the martensitic transformation and strain hardening in ASS 316L was assessed. For this, both hydrogenated and non-hydrogenated specimens of AISI 316L were tested by simultaneous uniaxial tensile tests and X-ray diffraction measurements at room temperature, with an energy of 8 KeV. In addition, the specimens were hydrogenated at room temperature for 7 days in a solution of 0.1 M H₂SO₄ + 10 mgL⁻¹ As₂O₃, with an intensity current of 20 mA/cm². For these conditions, it was found that hydrogen does not have a significant effect on both martensitic transformation and strain hardening near to the surface. Consequently, the influence of hydrogen on the mechanical properties cannot be deemed significant.

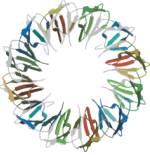
[1] T. Michler, J. Naumann, M. Hock, K. Berreth, M.P. Balogh, E. Sattler, *Materials Science and Engineering A*, 628 (2015) 252-261.

[2] S.K. Lee, S.-H. Yun, H.G. Joo, S.J. Noh, *Current Applied Physics*, 14-10 (2014) 1385-1388.

[3] N. Baddo, *Journal of Constructional Steel Research* 64 (2008) 1199-1206.

[4] C. San Marchi, B.P. Somerday, X. Tang, G.H. Schirokyb, *International journal of hydrogen energy*, 33 (2008) 889-904

[5] M.El-Tahawya, T. Um, H.-S. Nam, H. Choe, J. Gubicza. *Materials Science and Engineering A*, 739 (2019) 31-36.



TENSIONES RESIDUALES EN UN RECUBRIMIENTO DE TiN DEPOSITADO SOBRE UN ACERO MODIFICADO SUPERFICIALMENTE

Diego A. Colombo ^a, Alejo D. Mandri ^a, Federico Agliano ^a, Cristian H. Tealdi * ^a, Sonia P. Brühl ^b,
Ricardo C. Dommarco ^a

^a Área Metalurgia, Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales, UNMdP, CONICET, Facultad de Ingeniería, Av. Colón 10850, B7606BWV Mar del Plata, Argentina.

^b Grupo de Ingeniería de Superficies, Fac. Reg. Concepción del Uruguay, Universidad Tecnológica Nacional (FRCU-UTN), Ing., Pereira 676, E3264BTD Concepción del Uruguay, Argentina.

* cristian.tealdi@fi.mdp.edu.ar

Numerosos elementos de máquina trabajan sometidos a elevadas y localizadas cargas ocasionadas por el contacto con superficies de otros componentes. Atendiendo a ello, con intención de proteger las piezas del desgaste y reducir la fricción se han desarrollado diversos tratamientos superficiales aplicables a los aceros y otras aleaciones. En particular, los recubrimientos de TiN aplicados mediante deposición física de vapor (PVD) suelen utilizarse para combatir el desgaste abrasivo por su elevada dureza [1]. Como resultado del proceso de deposición los recubrimientos a menudo poseen elevadas tensiones residuales de compresión, que se superponen a las tensiones de servicio reduciendo el nivel real de sollicitación, dificultando así la nucleación de fisuras y prolongando su vida a la fatiga [2]. El presente trabajo consistió en estudiar cómo se modifican las tensiones residuales en recubrimientos de TiN aplicados por PVD sobre sustratos de acero SAE 4140 templado y revenido con y sin modificación superficial previa de nitruración. Para ello se realizaron barridos de difracción de rayos X aplicando el método del $\text{sen}^2\psi$ que se basa en la medición del espaciado interplanar de un determinado pico de difracción (hkl). Las mediciones se realizaron sobre el recubrimiento de TiN y el sustrato, así como en muestras de acero sin recubrir (con y sin tratamiento de nitruración). La figura 1 muestra los valores de tensiones residuales obtenidos. Aquellos recubrimientos depositados sobre el acero sin modificar mostraron tensiones residuales de compresión superiores ($\sigma_\varphi = -2800$ MPa) a las de los recubrimientos aplicados sobre el sustrato de acero nitrurado ($\sigma_\varphi = -1576$ MPa). A su vez, los sustratos en los cuales fue depositado el recubrimiento de TiN muestran menores valores compresivos que aquellos en que no fue depositado ningún recubrimiento (con o sin modificación superficial).

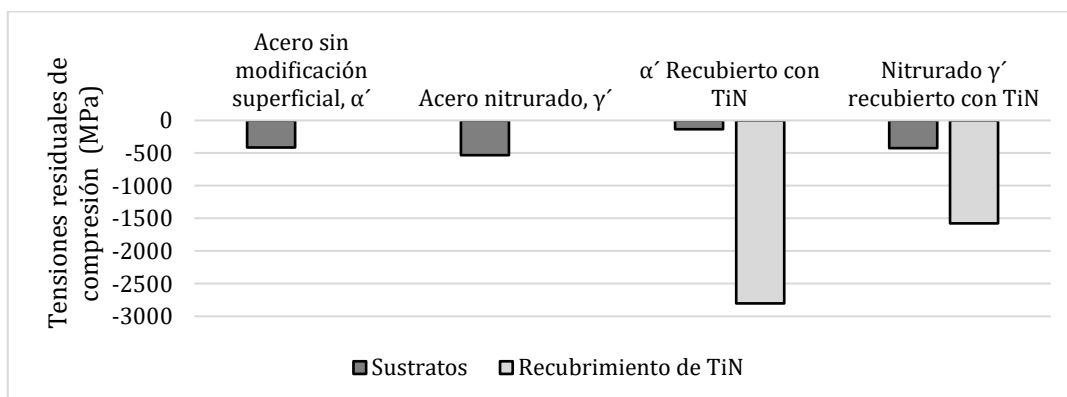
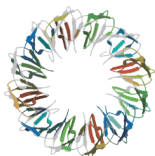


Figura 1. Tensiones residuales de compresión en los distintos sustratos de acero y en los recubrimientos de TiN.

[1] K. Holmberg, A. Matthews, Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering, 2da ed. Elsevier, Oxford, UK, 2009.

[2] R.C. Dommarco, K.J. Kozaczek, P.C. Bastias, G.T. Hahn, C.A. Rubin, Wear, 257 (2004) 1081-1088.



ANÁLISIS ESTRUCTURAL Y ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE MATERIALES CRISTALINOS DERIVADOS DE CAFEÍNA

Juan M. Rey*^a, Federico Movilla^a, Antonio Requena^a, José H. Hodak^a, Florencia Di Salvo^a

^a *DQIAQF / INQUIMAE - CONICET, FCEN, UBA, Buenos Aires, Argentina*

* *juanmarey@qi.fcen.uba.ar*

Durante la última década se han reportado monocristales que, contrariamente a lo que se consideró durante mucho tiempo, muestran deformaciones mecánicas mediante la influencia de diferentes estímulos externos. Este comportamiento está relacionado con el empaquetamiento cristalino del sistema, establecido por el balance que se desarrolla de las diferentes interacciones intermoleculares [1]. Los movimientos mecánicos que suelen observarse en materiales cristalinos moleculares son la flexión elástica, la flexión plástica, la torsión helicoidal, "el salto" y la "auto-reparación" [2]. Entre las aplicaciones e intereses, se encuentran los cristales de ingredientes farmacéuticos activos (IFAs) dado que estos materiales se encuentran expuestos a diferentes estímulos mecánicos durante la etapa de formulación y procesado. La cafeína es un IFA que presenta varias aplicaciones terapéuticas, pero en los últimos años ha despertado gran interés debido a su uso innovador como estimulante de la performance deportiva de alto rendimiento. Tanto la cafeína como sus sales se han postulado como fuentes nutricionales de nitrógeno y de aniones de relevancia biológica, como el nitrato [3].

En este trabajo se reporta la síntesis, el estudio estructural y de respuesta mecánica de material cristalino obtenido a partir de cafeína monohidrato (CAF). Se realizó la síntesis de sales en presencia de distintos ácidos, dando lugar a la obtención de a nuevos materiales cristalinos como el nitrato de la cafeína (CAF-NO₃) y el perclorato de cafeína (CAF-ClO₄). La estructura cristalina de los materiales se determinó por Difracción de Rayos X (DRX) de Monocristal, y se caracterizaron por difracción de Rayos X de Polvo (PDRX), microscopía de luz polarizada y microscopía electrónica de barrido (SEM). Además, se evaluaron las propiedades mecánicas y se las comparó con los materiales obtenidos para otras xantinas estructuralmente emparentadas. Para CAF se obtuvieron cristales con forma de aguja que presentan una respuesta irreversible (plástica) frente a la deformación. Aunque existen reportes previos de material cristalino flexible obtenido a partir de co-cristales de cafeína [4], a nuestro entender este es el primer material sintetizado empleando únicamente cafeína para el cual se ha observado una respuesta mecánica de este tipo.

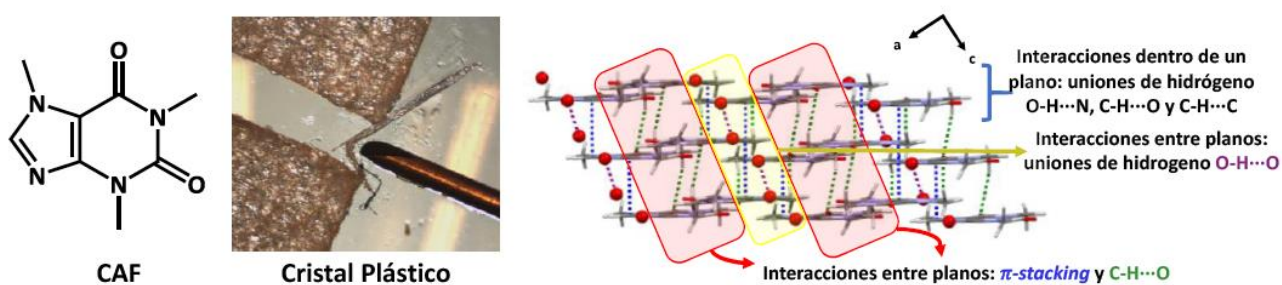


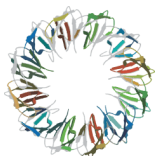
Figura 1. Izquierda: Estructura de la Cafeína. Centro: cristal plástico de C luego de ser flexionado. Derecha: Interacciones intermoleculares presentes en C.

[1] S. Saha, M. K. Mishra, C. M. Reddy, G. R. Desiraju, *Acc Chem Res*, 51 (2018) 2957–2967.

[2] S. Ghosh, M. K. Mishra, *Cryst Growth Des*, 21 (2021) 4 2566

[3] C. Gao, S. Guptam T. Adli, et al., *J Int Soc Sports Nutr*, 18 (2021) 55.

[4] A. B. Singaraju et al., *Cryst Growth Des*, 16 (2016) 4383.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

HIPERSUPERFICIES DE ENERGÍA DESARROLLADAS CON REDES NEURONALES
PARA LA PREDICCIÓN DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS

Pablo E. Gaztañaga*^{a,b,c}, Gabriel I. Pagola.^{a,b}, Marta B. Ferraro.^{a,b}

^a Departamento de física, Facultad de ciencias exactas y naturales, Universidad de Buenos Aires, Pabellón I, Ciudad Universitaria, CABA, Argentina

^b Instituto de Física de Buenos Aires, CONICET, Pabellón I, Ciudad Universitaria, CABA, Argentina

^c Departamento de Física de la materia condensada, Gerencia de investigación y aplicaciones, Gerencia de área de Investigación, Desarrollo e Innovación, Centro atómico constituyentes, Comisión Nacional de Energía Atómica, Av Gral Paz 1499, San Martín, Buenos Aires, Argentina

*pablogaztanaga@cnea.gob.ar

La predicción de estructuras cristalinas (CSP) pretende obtener partiendo únicamente del diagrama molecular 2D de una dada molécula los parámetros de celda y las posiciones de los átomos de las estructuras cristalinas observadas experimentalmente de la misma. Los esfuerzos de la comunidad científica en este sentido se reflejan en el resultado de los test ciegos organizados por la base de datos de estructuras de Cambridge (CCDC). El último test ciego reportado fue el sexto [1], en donde se observó el avance producido en CSP por medio de algoritmos genéticos para generar estructuras candidatas [2] y la introducción de los métodos basados en teoría del funcional densidad con corrección por dispersión (DFT-D) para el ranqueo de estructuras. En base a la generación de estructuras nuestro grupo ha sido capaz de predecir correctamente las estructuras experimentales de Glicina y sus estabildades relativas utilizando Quantum Espresso [3] para implementar DFT-D [4]. Sin embargo, DFT-D es un método muy demandante computacionalmente en especial para sistemas con mayor cantidad de átomos.

En este trabajo se desarrolló una red neuronal para la predicción de hipersuperficies de energía de cristales basada en la idea previamente reportada por Behler y Parrinello [5]. La red consiste en múltiples redes feed-forward en paralelo, una por cada tipo de átomo presente en la unidad asimétrica, de manera que la energía final de la estructura se obtiene como la suma de las energías de cada átomo presente en la unidad asimétrica. De esta manera la red puede ser entrenada con estructuras cristalinas de distintas moléculas y predecir las energías de otras moléculas compuestas por los mismos tipos de átomos. La red fue entrenada con estructuras de prueba de Metanol, Etanol y Propanol y ha demostrado buena capacidad de predicción para las energías de estructuras de Butanol y 2-Butanol, siendo una herramienta prometedora para acelerar los cálculos de estructuras de moléculas con mayor cantidad de átomos.

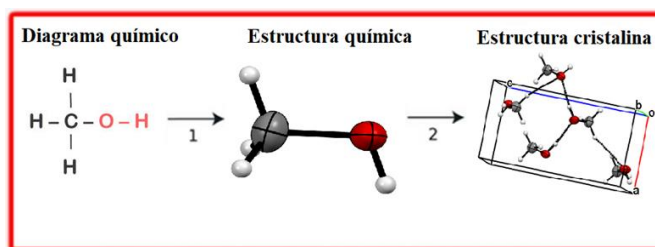


Figura 1. Esquema del proceso de CSP. Partiendo del diagrama 2D de una molécula se pretende obtener la estructura cristalina observada experimentalmente por medio de métodos computacionales

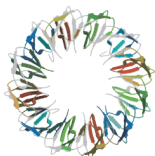
[1] A.M. Reilly et.al., Acta Cryst. B72 (2016) 439–459

[2] V.E. Bazterra, M.B. Ferraro, J.C. Facelli, J. Chem. Phys. 116 (2002) 5984.

[3] www.quantum-espresso.org

[4] A. Lundt et. al., Chemical Physics Letters, 626 (2015) 20–24.

[5] J. Behler, M. Parrinello, PRL 98 (2007) 146401.



CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE DERIVADOS DEL ÁCIDO QUINURÉNICO

Guido A. Opezzo^a, M. Sol Shmidt^{a*}, Florencia Di Salvo^b, M. Mercedes Blanco^a

^a Cátedra de Química Orgánica I e Instituto de Tecnología Farmacéutica y Biofarmacia (InTecFyB), Facultad de Farmacia y Bioquímica, Universidad de Buenos Aires, (C1113AAD), CABA, Argentina.

^b Dto. de Departamento de Química Inorgánica, Analítica y Química Física (DQIAQ) e Instituto de Química, Física de los Materiales, Medio Ambiente y Energía (INQUIMAE, CONICET-UBA), Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Buenos Aires (C1428EHA), CABA, Argentina.

* solshmidt@gmail.com

Los compuestos heterocíclicos que contienen el núcleo 4-quinolinona presentan tautomería prototrópica, en donde la posición del equilibrio γ -piridona \rightleftharpoons γ -hidroxipiridina es difícil de predecir; la misma depende del medio de reacción y es así que, ambas formas son reportadas en la literatura. La comprensión de este fenómeno permite explicar no solo las propiedades fisicoquímicas, sino también su reactividad y su comportamiento biológico. Nuestro grupo se avoca a la síntesis de heterociclos polifuncionalizados derivados del ácido quinurénico (ácido 4-quinolinona-2-carboxílico, KYNA) considerando diferentes aplicaciones, por ejemplo, como potenciales inhibidores de Integrasa de VIH dada la analogía con el Elvitegravir, o en el área de los biomarcadores debido a las propiedades fluorescentes, entre otras. Por otro lado, el ácido 3-hidroxi-4-quinolinona-2-carboxílico (3-HOKA) es un compuesto que posee propiedades fluorescentes, y por su biocompatibilidad, representa una sonda fluorescente muy promisorio [1].

Con el objetivo de modular las propiedades fotofísicas, variando la posición y tipo de sustituyente preparamos una serie de derivados del KYNA sustituidos en el anillo bencénico, a través de una secuencia que implica la hidroaminación de acetiléndicarboxilato de metilo con anilinas sustituidas y posterior heterociclación. Se lograron obtener monocristales de varios productos de síntesis, que fueron caracterizados mediante diferentes espectroscopías y difracción de rayos X de monocristal y polvos. Al contar con una amplia variedad de grupos funcionales (halógenos, OCH₃, CH₃, N(CH₃)₂, NO₂), estos compuestos presentan interesantes propiedades estructurales y una gran diversidad de tipos de arreglos supramoleculares. Los resultados obtenidos mediante el análisis estructural se pudieron correlacionar en algunos casos, con otras propiedades como reactividad, solubilidad, y/o estabilidad térmica, entre otras. Por otro lado, la caracterización espectroscópica y cristalográfica de derivados N- y O-sustituidos del KYNA como estructuras límite del sistema tautomérico, permite establecer que, cuando existe la posibilidad, en solución prevalece la forma carbonílica. En cambio, el estudio estructural en el estado sólido cristalino del 3-HOKA confirma la estabilización por formación de un zwitterión como resultado de la formación de enlaces H mediados por moléculas de agua de cristalización, un comportamiento similar al descrito previamente para el KYNA [2].

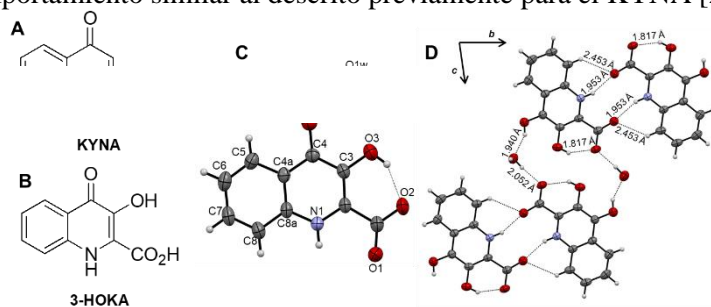
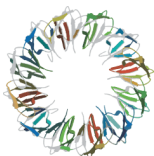


Figura 1. Estructuras del KYNA (A) y 3-HOKA (B); estructura cristalina (C) y arreglo supramolecular para cristales de 3-HOKA (D)

[1] M. S. Shmidt, M. C. García Vior, S. D. Ezquerro Riega, J. M. Lázaro-Martínez, M. I. Abasolo, A. Lázaro-Carrillo, A. Tabero, A. Villanueva, A. G. Moglioni, M. M. Blanco, J. C. Stockert, *Dyes and Pigments* 162 (2019) 552-561.

[2] D. Pogoda, J. Janczak, S. Pawlak, M. Zaworotkodand, V. Videnova-Adrabsinska, *Acta Cryst.* C75 (2019) 793–805.



OPTIMIZACIÓN EFICIENTE DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS MOLECULARES UTILIZANDO ALGORITMOS GENÉTICOS: AVANCES, IMPLEMENTACIÓN Y RESULTADOS PRELIMINARES.

K. N. Varela ^{*a}, G I Pagola ^a, M B Ferraro ^a, A M Lund ^b, A M Orendt ^c, J C Facelli ^b

^a Universidad de Buenos Aires, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Departamento de Física, y CONICET - Universidad de Buenos Aires, Instituto de Física de Buenos Aires (IFIBA).

^b Department of Biomedical Informatics, University of Utah, Salt Lake City, US

^c Center for High Performance Computing, University of Utah, Salt Lake City, US

* kvarelamuzzati@df.uba.ar

Una nueva versión del código MGAC (Modified Genetic Algorithm for Crystals) para la predicción de estructuras cristalinas está en marcha y se presentan sus primeros resultados. Las estructuras cristalinas son generadas por el código propio MGAC empleando un algoritmo genético elitista. El software Quantum espresso (QE) [1] es el encargado de realizar las optimizaciones locales de las estructuras cristalinas a nivel de DFT. Estas optimizaciones locales son distribuidas de manera asincrónica en la **Open Science Grid (OSG)** [2], donde a través de la implementación de un Self-Checkpoint se optimizó el uso de los recursos disponibles, permitiendo hacer cortes programados a los cálculos más largos de QE generando una salida provisional para que posteriormente la OSG pueda reiniciar el cálculo sin perder las horas previas de cómputo y así evitar el colapso de los nodos. Además, el sistema de colas de la OSG tiene la posibilidad de reubicar el cálculo en otro nodo disponible y finalizar la optimización con éxito. Esta nueva versión también incluye la implementación de un algoritmo propio que, comparando pares de estructuras cristalinas a través de sus distancias y ángulos entre átomos, detecta y descarta estructuras cristalinas duplicadas producto de la convergencia del MGAC al mínimo local de energía.

Estas implementaciones han permitido predecir exitosamente la estructura cristalina del alcohol Metanol (Figura 1), molécula de prueba por su tamaño e intereses bibliográfico [3], y además presentamos resultados preliminares de la predicción de la estructura cristalina del Etanol y 2-Butanol

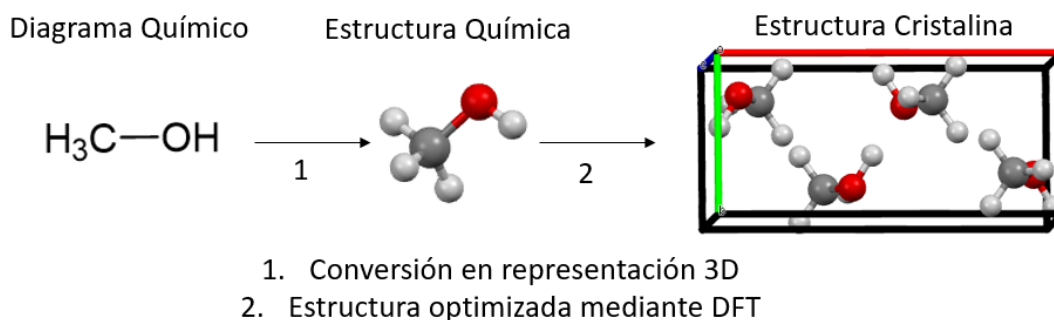
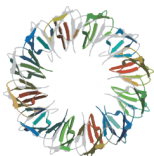


Figura 1. Descripción general del proceso para la predicción de estructuras cristalinas representada para la molécula de Metanol.

[1] www.quantum-espresso.org

[2] www.opensciencegrid.org

[3] T. Lin et al., Phys. Chem. Chem. Phys. 18 (2016) 2736-2746



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

ANÁLISIS ESTRUCTURAL Y DE INTERACCIONES INTERMOLECULARES NO
COVALENTES EN UNA SERIE DE NUEVOS DERIVADOS DE AMINOFENAZONA

Mariana Rocha^{1,2*}, Diego M. Gil^{1,2}, Oscar E. Piro,³ Gustavo A. Echeverría,³ Mauricio F. Erben⁴

¹ Instituto de Química Orgánica, Facultad de Bioquímica, Química y Farmacia, Universidad Nacional de Tucumán, San Miguel de Tucumán. Argentina.

² INBIOFAL (CONICET – UNT). Ayacucho 471. T4000INI. San Miguel de Tucumán. Argentina.

³ Departamento de Física, Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata e Instituto de Física La Plata, IFLP (UNLP, CONICET, CCT-La Plata), C. C. 67, 1900 La Plata, Argentina.

⁴ CEQUINOR (UNLP-CONICET, CCT-La Plata), Departamento de Química, Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata, Boulevard 120 e/ 60 y 64 N°1465 La Plata B1900., Argentina

* rochamarian@gmail.com

Las aminofenazonas o amidopiridinas son compuestos que presentan numerosas aplicaciones desde el punto de vista farmacológico [1], siendo ampliamente utilizados como analgésicos antifebriles y antiinflamatorios [2]. Desde el punto de vista estructural y biológico, es saliente la presencia de un enlace amídico y de un anillo pirazólico [3]. En este trabajo se sintetizaron tres nuevos derivados de la 4-aminofenazona (por brevedad, serie NAM) mediante reacción de condensación con derivados de ácidos carboxílicos sustituidos.

La estructura cristalina de estos compuestos se resolvió utilizando datos de difracción de rayos-X (DRX) de monocristal. El análisis detallado del empaquetamiento cristalino reveló la presencia de dímeros moleculares con energías considerables.

En términos generales, el análisis de los resultados reveló que los enlaces de hidrógeno C-H...O son los principales responsables del auto ensamblado supramolecular. En NAM-4 (Fig. 1-a) las interacciones intermoleculares forman dímeros que involucran enlaces C-H...O y además C-H...N, con valores de energía en el rango de -33,2 kJ/mol a 46,8 kJ/mol. En NAM-5 (Fig. 1-b) los dímeros más relevantes tienen una energía total de -87,8 kJ/mol y están formados por interacciones N-H...O y C-H...O. En NAM-6 (Fig. 1-c) los principales dímeros se estabilizan por interacciones C-H...O, C-H... π y C-H...N. Estos dímeros presentan una energía de -50,3 kJ/mol con una marcada contribución de la componente dispersiva.

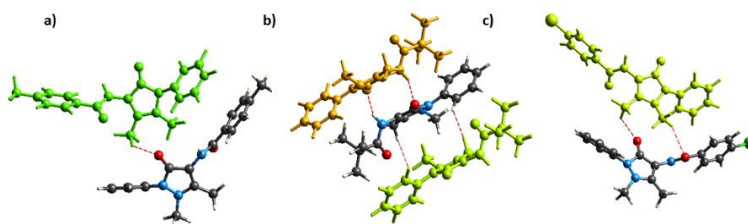


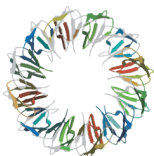
Figura 1. Principales dímeros moleculares observados en la serie NAM de compuestos cristalinos. Las interacciones intermoleculares más relevantes se muestran mediante líneas de rayas.

Finalmente, la naturaleza y fuerza de estas interacciones intermoleculares se estudiaron utilizando numerosas herramientas computacionales como el análisis topológico de la densidad electrónica (QTAIM), orbitales naturales de enlace (NBO) y análisis de las interacciones no-covalentes (NCIplots).

[1] F. de Campos, R. Correa, M.M.D. Souza, R.A. Yunes, R.J. Nunes, V. Filho. *Arzneimittelforschung*, (2002) 455-461.

[2] D. Romer, *Br. J. Clin. Pharmacol.* (1980) 247S-251S.

[3] A. Saeed, M. Rocha *et al.* *New J. Chem.* 44 (2020) 19541-19554.



EFFECTS OF THE BASE AND SOLVENT ON THE FORMATION OF HETEROMETALLIC SODIUM-PALLADIUM(II) COORDINATION NETWORKS WITH 2-HALONICOTINATES

Maricel Rodríguez ^{*a}, Fabio Doctorovich ^a, Boris-Marko Kukovec ^b, Ivan Kodrin ^c, Nives Politeo ^b,
Željka Soldin ^c, Vesna Sokol ^b

^a INQUIMAE-CONICET-Universidad de Buenos Aires, Intendente Güiraldes 2160, Pabellón 2, Piso 3, C1428EGA, Buenos Aires, Argentina.

^b Department of Physical Chemistry, Faculty of Chemistry and Technology, University of Split, Ruđera Boškovića 35, HR-21000 Split, Croatia.

^c Department of Chemistry, Faculty of Science, University of Zagreb, Horvatovac 102a, HR-10000 Zagreb, Croatia.

* mrodriguez@qi.fcen.uba.ar

The effect of the base and solvent choice on the formation of 2D heterometallic sodium-palladium(II) coordination polymers with 2-halonicotinates (2-chloronicotinate (2-Clnic) and 2-bromonicotinate (2-Brnic)) was studied. These ligands are suitable for construction of coordination polymers due to their bridging potential. The choice of the halosubstituent type (chloride vs. bromide) in the same position (-2) on the halonicotinate pyridine ring and its influence on their dimensionality (1D vs. 2D polymers) and physical properties is also of interest [1]. The 2D coordination polymers, $\{[\text{Na}_2(\text{H}_2\text{O})_2(\mu\text{-H}_2\text{O})_4\text{PdCl}_2(\mu\text{-2-Clnic-N:O}')_2]\}_n$ (**1**) and $\{[\text{Na}_2(\text{H}_2\text{O})_2(\mu\text{-H}_2\text{O})_4\text{PdBr}_2(\mu\text{-2-Brnic-N:O}')_2]\cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ (**2**), were formed in aqueous solution in the presence of NaHCO_3 , whilst the palladium(II) monomers with the same halonicotinates, $[\text{PdCl}_2(2\text{-ClnicH-N})_2]\cdot 2\text{DMF}$ (**3**) and $[\text{PdCl}_2(2\text{-BrnicH-N})_2]\cdot 2\text{DMF}$ (**4**), were obtained from DMF/water mixture (Figure 1).

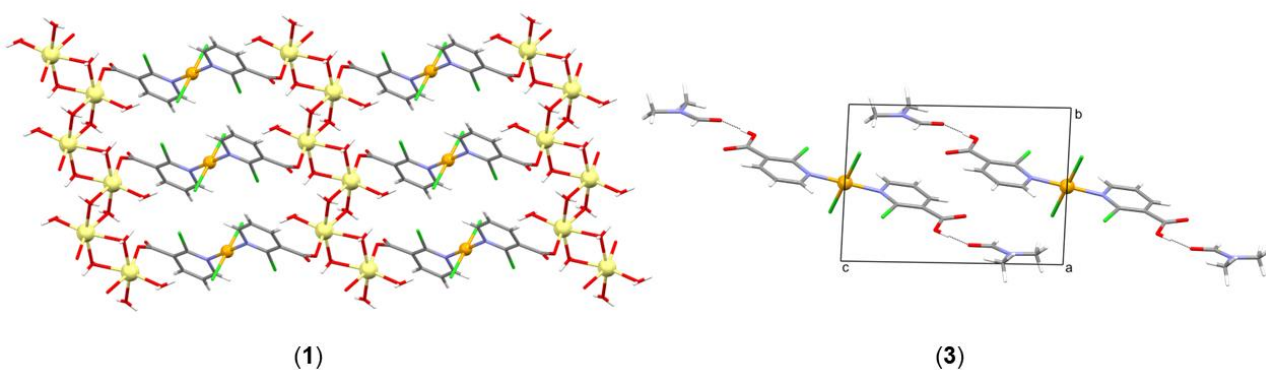
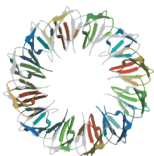


Figure 1. The 2D sodium-palladium(II) coordination polymer (**1**) and palladium(II) monomer (**3**).

Since the carboxylic groups are deprotonated in the presence of base, the carboxylate O atoms are able to coordinate to sodium ions. Hence, the resulting 2D coordination networks of (**1**) and (**2**) are composed of the zigzag chains of water-bridged sodium ions, which are in turn bridged by $[\text{PdCl}_2(2\text{-Clnic})_2]^{2-}$ (in (**1**)) or $[\text{PdBr}_2(2\text{-Brnic})_2]^{2-}$ (in (**2**)) building blocks. On the contrary, the carboxylic groups are not deprotonated in the DMF/water mixture. Therefore, the carboxylic O atoms can't coordinate to sodium ions, leading to the formation of simple palladium(II) monomers (**3**) and (**4**), which are further stabilized by $\text{O-H}\cdots\text{O}$ hydrogen bonds between their carboxylic groups and lattice DMF molecules. All the experimental findings were correlated and explained by DFT calculations.

[1] L. Hok, E. Lluch Sanchez, R. Vianello, B. M. Kukovec, Z. Popović, Eur. J. Inorg. Chem. 2021, 1470-1480.



XVIII Reunión Anual de la Asociación Argentina de Cristalografía
1-3 de Noviembre de 2023 – Mar del Plata

DISEÑO RACIONAL DE NUEVOS MATERIALES BIOINSPIRADOS BASADOS EN
XANTINAS

Federico Movilla^a, Juan Manuel Rey^a, Antonio Requena^{*a}, José H. Hodak^a, Florencia Di Salvo^a

^a DQIAQF / INQUIMAE - CONICET, FCEN, UBA, Buenos Aires, Argentina

* antonioe.requena@gmail.com

Los materiales monocristalinos orgánicos con capacidad de flexión elástica (reversible), conocidos como EOSC (de las siglas en inglés de *Elastic Organic Single Crystals*), han despertado gran interés en los últimos años debido a sus interesantes propiedades y potenciales aplicaciones [1]. Previamente en el grupo se obtuvieron materiales bioinspirados con estas propiedades utilizando una sal de una molécula de relevancia biológica: el cloruro de guaninio dihidrato (**G-Cl**) [2]. Los cristales de guanina biogénica presentan refractividad y reflectividad, y están relacionados con la producción de color estructural en diferentes seres vivos [3]. Adicionalmente, se observó que, en presencia de un dopante como Naranja de Acridina en el medio de cristalización, se obtiene material cristalino con la incorporación intracristalina del colorante en pequeña proporción. Mientras que la identidad de la forma cristalina obtenida no se vio alterada, se observó una mayor flexibilidad y la incorporación de las propiedades ópticas del dopante (fotoluminiscencia). Para el diseño de nuevos materiales es importante realizar un estudio a nivel estructural sobre las interacciones intermoleculares presentes, ya que están relacionadas con las propiedades macroscópicas observadas [4].

En este trabajo se sintetizaron nuevos materiales basados en guanina utilizando otros contraiones: bromuro (**G-Br**) y yoduro (**G-I**), como así también con otra xantina relacionada: adenina (cristalizado como dicloruro de adeninio = **A-Cl**). La estructura cristalina de los materiales se determinó por Difracción de Rayos X de Monocristal, y se caracterizaron por difracción de Rayos X de Polvo, microscopía de luz polarizada y microscopía electrónica de barrido. Además, se evaluaron las propiedades mecánicas.

A partir de los resultados obtenidos se puede establecer una relación entre la estructura cristalina y la respuesta mecánica de cada material. En el caso de **G-Br**, **G-I** y **A-Cl** se obtuvieron cristales rígidos, que presentan en su estructura interacciones intermoleculares de magnitud similar y distribuidas isotrópicamente. Por otra parte, los cristales de **G-Cl**, presentan planos con interacciones fuertes y direccionales a lo largo de uno de los ejes cristalográficos, e interacciones más débiles y dispersivas en el eje perpendicular, permitiendo que las moléculas pueden desviarse levemente de la posición de equilibrio.

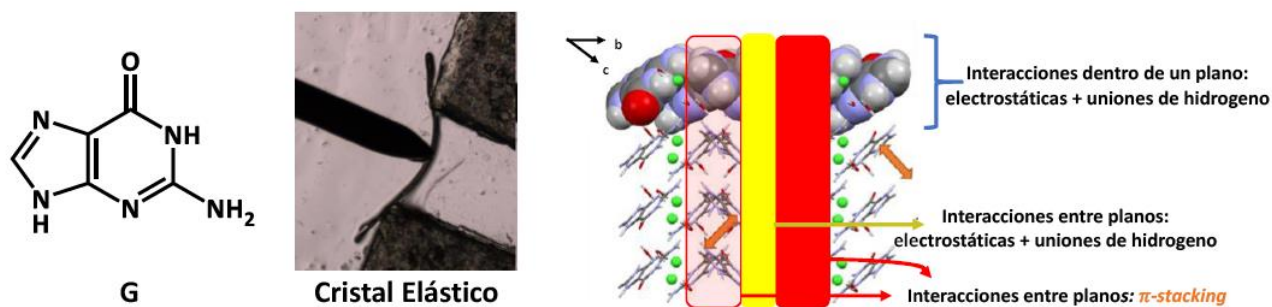


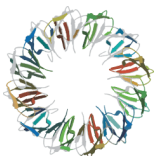
Figura 1. Izquierda: Estructura de la guanina. Centro: cristal elástico de **G-Cl** flexionado. Derecha: Interacciones intermoleculares presentes en **G-Cl**.

[1] P. Naumov, et al., J. Am. Chem. Soc., 2020, 142, 13256-13272.

[2] F. Movilla, J. H. Hodak, F. Di Salvo, trabajo enviado a Crystal Growth & Design, 2023.

[3] D. Gur, B. A. Palmer, S. Weiner, L. Addadi, Adv. Func. Mater. 2017, 27, 1603514.

[4] S. Saha, M. K. Mishra, C. M. Reddy, G. R. Desiraju, Acc. Chem. Res. 2018, 51, 2957-2967.



ESTUDIOS TÉRMICOS Y ESTRUCTURALES DE DISTINTAS FORMAS CRISTALINAS DEL CLORHIDRATO DE TIPIRACILO

Diego F. Lionello ^{* a}, Natalia L. Calvo ^b, Aldana B. Moroni ^b, Javier Rodríguez ^a, Eleonora Freire Espeleta ^a, Daniel R. Vega ^a

^a Departamento Física de la Materia Condensada, CAC, CNEA. ECyT, UNSAM, Bs. As., Argentina

^b Instituto de Química Rosario (QUIR, CONICET-UNR), Área Análisis de Medicamentos, FCByF-UNR, Argentina

* lionello@cnea.gov.ar

En este trabajo se presentan las distintas estructuras cristalinas encontradas para el clorhidrato de tipiracilo (TIP-HCl). El tipiracilo (TIP) es un ingrediente farmacéutico activo (IFA) que se ha utilizado en combinación con la trifluoridina para el tratamiento de distintos tipos de cáncer como el colorrectal y estomacal [1]. En los últimos años, se han realizado estudios sobre la capacidad del TIP como inhibidor de la proliferación viral y es considerado un compuesto prometedor en este aspecto [2]. TIP se produce y comercializa en estado sólido, en este caso en su forma clorhidrato. Por ende, resulta relevante caracterizar las posibles formas cristalinas de TIP-HCl y sus propiedades estructurales y térmicas para evaluar el impacto en la biodisponibilidad de este IFA. Las estructuras de las Formas I, III y una nueva forma hidratada fueron resueltas y refinadas mediante difracción de rayos X de monocristal a (293 ± 2) K. La Forma I fue resuelta en el grupo espacial $P2_1/n$ y presentó parámetros de celda $a= 10.332(2)$ Å, $b= 10.337(2)$ Å, $c= 11.630(2)$ Å, $\beta = 102.03(3)^\circ$. La Forma III fue resuelta en el grupo espacial Pn con los parámetros de red: $a= 10.398(8)$ Å, $b= 9.904(9)$ Å, $c= 11.757(11)$ Å, $\beta = 100.27(2)^\circ$.

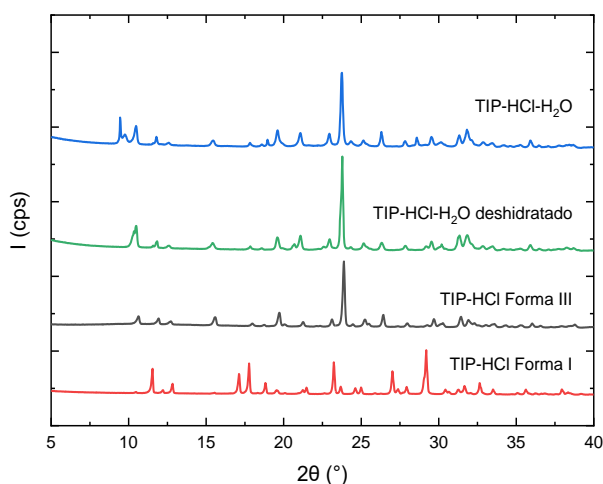
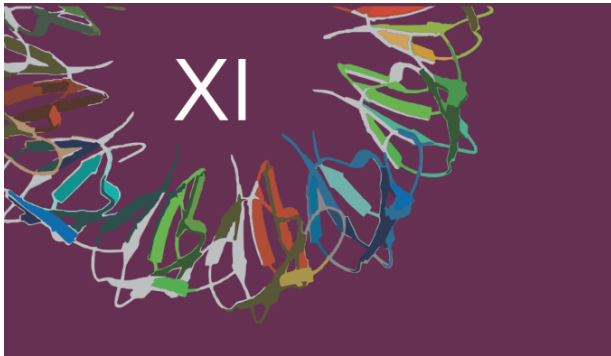


Figura 1. Difractogramas de polvo de las distintas estructuras cristalinas del TIP-HCl.

Finalmente, el hidrato fue resuelto y refinado en el grupo espacial $P2_1/n$ y sus parámetros de celda son: $a= 10.498(2)$ Å, $b= 9.967(2)$ Å, $c= 13.033(2)$ Å, $\beta = 109.020(2)^\circ$. Adicionalmente, se realizaron experimentos de difracción de polvos (Figura 1) y estudios térmicos mediante termogravimetría y calorimetría diferencial de barrido. Para completar la caracterización, se desarrollaron simulaciones y experimentos de espectroscopía infrarroja. Los autores agradecen la provisión de las muestras de TIP-HCl a Laboratorios Richmond SACIF.

[1] E. Van Cutsem et al., *Annals of Oncology*, 25 (2014), p.iii1.

[2] A. Khandazhinskaya, E. Matyugina, and M. Novikov, *Annual Reports in Medicinal Chemistry*, 2021, K. Seley-Radtke, Editor. Academic Press. p.175.



Taller de la Asociación Argentina de Cristalografía

Aplicaciones de técnicas de difracción para análisis texturales y de tensiones en materiales

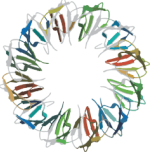
Organizadores:

Pablo M. Botta
Adrián A. Cristóbal

INTEMA (CONICET-UNMdP)
INTEMA (CONICET-UNMdP)

Programa de actividades

MARTES 31 DE OCTUBRE	
8.30 –9.15 h	Acreditación
9.15 -9.30 h	Apertura
9.30 -10.30 h	Conferencia 1 Raúl Bolmaro - IFIR (CONICET/UNR) <i>“TEXTURAS PARA TODOS”</i>
10.30-11.10 h	Conferencia 2 Natalia De Vincentis – IFIR (CONICET/UNR) <i>“FIGURAS DE POLOS GENERALIZADAS EN ACERO DÚPLEX 2205 A PARTIR DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X Y EBSD”</i>
11.10 -11.40 h	Café
11.40-12.00 h 12.00-12.20 h	Oral 1 John Hoyos – “In situ analyses of hydrogen embrittlement of AISI 316L stainless steel using synchrotron radiation” Oral 2 Cristian Tealdi – “Tensiones residuales en recubrimientos cerámicos crecidos por deposición física en fase vapor”
12.20 – 14.00 h	Almuerzo
14.00 - 15.00 h	Conferencia 3 Gabriel Juárez – LAHN (CNEA) <i>“DETERMINACION DE TENSIONES RESIDUALES EN LA ZONA DE TRANSICION DE UN TUBO DE ZIRCALOY4 LAMINADO POR COLD PILGERING MEDIANTE DIFRACCION DE NEUTRONES”</i>
15.00 -15.40 h	Conferencia 4 Hernán Saraceni – INN (CNEA/CONICET) <i>“MEDICIÓN DE TENSIONES EN PELÍCULAS DE CIRCONIA MEDIANTE RAYOS X DE SINCROTRÓN”</i>
15.40 – 17.10 h	<i>Sesión experimental en Laboratorio de Microscopía Electrónica – Análisis por EBSD</i>



XI Taller de la Asociación Argentina de Cristalografía 31 de Octubre de 2023 – Mar del Plata

TEXTURAS PARA TODOS

Raúl E. Bolmaro*^a, Emanuel Benatti^a, Martina Avalos^a, Natalia De Vincentis^a, Jairo Muñoz Bolaños^b, Heinz-Günter Brokmeier^c

^a Instituto de Física Rosario, Centro Científico Tecnológico Rosario. CONICET. Bv. 27 de febrero 210 bis. Rosario.

^b Department of Materials Science and Engineering EEBE, Universidad Politécnica de Catalunya, c/Eduard Maristany 10-14, 08019 Barcelona, Spain.

^c Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, TU Clausthal, Agricolastr. 6, Clausthal-Zellerfeld, 38678, Germany.

* bolmaro@ifir-conicet.gov.ar

El entendimiento del concepto y las aplicaciones de la textura de los materiales se ha desarrollado a lo largo de casi 80 años desde los trabajos iniciales de Goss [1] y Wasserman [2] y los avances mostrados en las conferencias ICOTOM desde hace casi 60 años. En la actualidad resulta difícil pensar en avances importantes que puedan dar lugar a una carrera académica competitiva en esta temática. Sin embargo, las aplicaciones tecnológicas y las derivaciones en otras ramas de la ciencia continúan en crecimiento, a la vez que incorporan nuevas herramientas de medición y análisis. Los grandes equipamientos dedicados a la caracterización de texturas, así como nuevas herramientas de laboratorio y herramientas informáticas confluyen hoy en un conglomerado de nuevas posibilidades al alcance de muchos nuevos alumnos e investigadores. La herramienta que permitió caracterizar masivamente la textura de los materiales fue la difracción de rayos X y de neutrones. Actualmente otro método de difracción, de electrones, propone un avance importantísimo y un replanteo de la manera de enseñar y aprovechar la información. Haremos una discusión de las principales herramientas, progresos y estados actuales del conocimiento académico y tecnológico con el objetivo de discutir los posibles caminos para asentar este conocimiento, tanto en las carreras de grado como en las de posgrado, a los fines de mantener dichos conocimientos en el acervo de nuestras ingenierías y ciencias básicas.

Finalmente discutiremos una técnica, basada en la difracción de radiación sincrotrón, que permite el cálculo de texturas y parámetros estructurales como tamaño de grano y densidad de dislocaciones y su posterior comparación con técnicas de EBSD. Debido a la gran resolución espacial que posee la técnica de EBSD, juntamente con la todavía dificultosa aplicación a la medición de defectos acumulados, la comparación con técnicas de difracción de rayos X de alta brilliancia (radiación sincrotrón), que resulta tener capacidades opuestas a EBSD, permite la confirmación de la textura y de las funciones de distribución orientacional de densidad de dislocaciones y tamaño de dominios con gran exactitud.

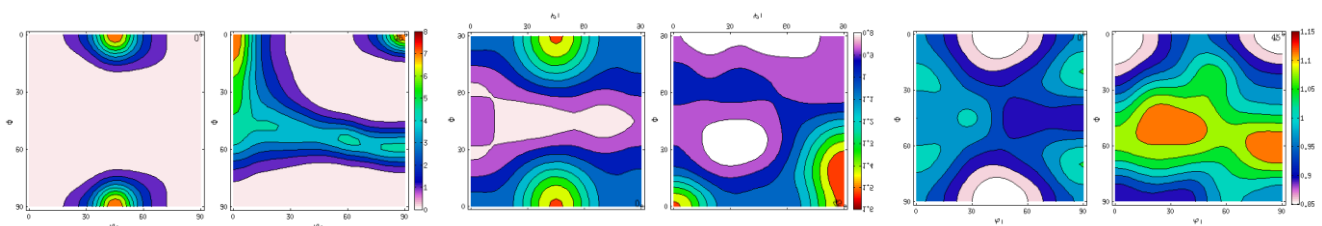
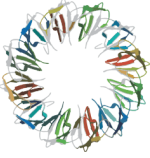


Figura 1. Acero IF laminado en frío 75%. a) Función Distribución de Orientaciones Cristalinas, b) Función Distribución de Tamaño de Dominio, c) Función Distribución Densidad de Dislocaciones. $\Phi_2=0^\circ$ y $\Phi_2=45^\circ$.

[1] Goss, N.P. (1934). Trans. ASM, 23, 511.

[2] Texturen metallischer Werkstoffe. G. Wassermann and J. Green. Springer-Verlag. 2nd edition. 1962.



XI Taller de la Asociación Argentina de Cristalografía
31 de Octubre de 2023 – Mar del Plata

FIGURAS DE POLOS GENERALIZADAS EN ACERO DÚPLEX 2205 A PARTIR DE
DIFRACCIÓN DE RAYOS X Y EBSD

Natalia S. De Vincentis ^{* a}, Jairo A Muñoz ^a, Hugo R.Z. Sandim ^b, Martina C. Avalos ^a, H-G. Brokmeier ^c,
Raúl E. Bolmaro ^a

^a Instituto de Física Rosario, Bv. 27 de Febrero 210 bis, Rosario, Santa Fe, Argentina.

^b Lorena School of Engineering, University of Sao Paulo, Lorena, SP, 12602-810, Brazil

^c Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, TU Clausthal, Agricolastr. 6, 38678 Hamburg, Germany.

* devincentis@ifir-conicet.gov.ar

La obtención de materiales con propiedades mecánicas y estructurales óptimas para una dada aplicación requiere un profundo control sobre su microestructura, textura y defectos cristalinos. Pueden usarse diferentes técnicas para la caracterización de algunas de estas propiedades, pero es la combinación de las mismas lo que brinda un conocimiento integral del desarrollo microestructural y orientacional del material. Por un lado, la difracción de electrones retrodifundidos (EBSD) permite no sólo la observación de la microestructura de un material sino la cuantificación de tamaños de granos y densidad de dislocaciones en zonas cercanas a la superficie, por lo que la información obtenida es de carácter relativamente local [1]. Por el contrario, la difracción de rayos X (XRD) permite estimar densidades de defectos en una pieza, caracterizando la misma de forma más global. Esto es posible ya que la presencia de defectos tales como pequeños dominios de difracción y la alta densidad de dislocaciones repercuten en los picos de difracción, por lo que pueden usarse distintos modelos que correlacionen ambas características [2]. En lo referido a orientaciones cristalinas, el análisis de texturas permite identificar el desarrollo de orientaciones preferenciales en la pieza a través de las Figuras de Polos (PFs), pero además puede extenderse este tipo de representación para caracterizar la presencia de defectos cristalinos en distintas orientaciones, a través de Figuras de Polos Generalizadas (GPFs) [3].

En este trabajo se analizarán la microestructura y texturas de piezas de acero dúplex 2205 laminadas en frío hasta 80% de reducción. Para cada caso, a partir de datos obtenidos mediante radiación sincrotrón, se analizarán las texturas cristalográficas y se obtendrán los tamaños de dominios y densidades de dislocaciones para distintas orientaciones, representadas en GPFs (Fig. 1 a). Esta información se combinará con las estructuras de granos y subgranos y sus orientaciones y desorientaciones relativas obtenidas mediante EBSD para una caracterización integral de los efectos de la deformación introducida en el material estudiado (Fig. 1 b).

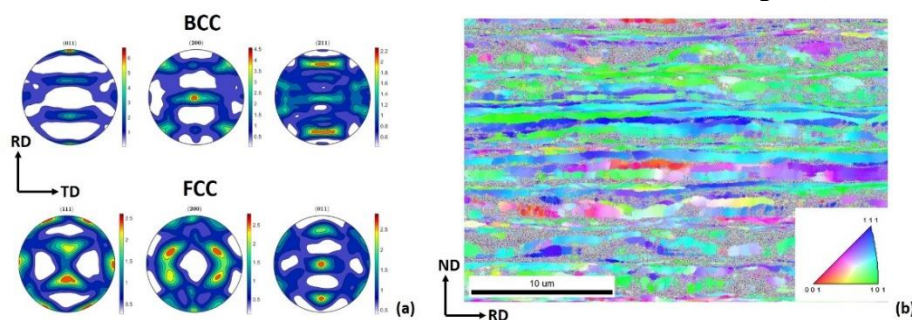
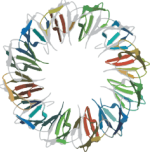


Figura 1. a) Figuras de Polos y b) mapa de Figura de Polos Inversa obtenidos para la muestra de acero dúplex 2205 laminada al 80% de reducción.

[1] A.J. Schwartz, M. Kumar, B.L. Adams, D.P. Field, Electron Backscatter Diffraction in materials science, 2nd Ed., Kluwer Academic / Plenum Publishers, 2000.

[2] R.E. Chowdhury, A. Sarkar *et al.*, Mater. Charact., 61 (2010) 1061–1065.

[3] E.A. Benatti, N.S. De Vincentis, N. Al-Hamdany, N. Schell, H-G. Brokmeier, M. Avalos, R.E. Bolmaro, J. Synch. Rad., 29 (2022) 732–748.



XI Taller de la Asociación Argentina de Cristalografía
31 de Octubre de 2023 – Mar del Plata

DETERMINACION DE TENSIONES RESIDUALES EN LA ZONA DE TRANSICION DE UN TUBO DE ZIRCALOY4 LAMINADO POR COLD PILGERING MEDIANTE DIFRACCION DE NEUTRONES

Gabriel Juárez*^a, M.A.Vicente Álvarez^b, J. Santisteban^b

^a Laboratorio Argentino de Haces de Neutrones, Centro Atómico Ezeiza, Buenos Aires, Argentina

^b Laboratorio Argentino de Haces de Neutrones, Centro Atómico Bariloche, Rio Negro, Argentina

* gjuarez@cae.cnea.gov.ar

Las macrotensiones residuales son lo que clásicamente se ha considerado como tensiones residuales. Las macrotensiones surgen al considerar que el material es homogéneo desde un punto de vista macroscópico. Se sabe que las macrotensiones residuales afectan a las propiedades de los materiales y pueden ser beneficiosos o perjudiciales para el rendimiento de un material. Las macrotensiones también inhiben la capacidad de mantener el control dimensional de los componentes durante las operaciones de fabricación porque, a medida que se elimina material tensionado, las tensiones se redistribuyen y el material restante se deforma [1, 2, 3]. Los métodos de difracción son atractivos para medir las tensiones residuales porque son no destructivos, precisos, capaces de medir las tensiones tanto cerca de la superficie como en el interior de los materiales, y son capaces de proporcionar el tensor de tensiones tridimensional completo.

En este trabajo se presenta la distribución de tensiones residuales macroscópicas de una probeta cónica de Zircaloy-4 de ~300 mm de largo, correspondiente a la zona de trabajo del primer paso de laminación de la ruta de fabricación de vainas de elementos combustibles de reactores PHWR argentinos, como se indicada en la figura (Fig. 1). El tubo de entrada, provisto por Wah Chang Co., corresponde a un TREX de 44,7 mm de diámetro externo y 7,7 mm de espesor; y el tubo resultante tiene un diámetro externo de 25,5 mm y un espesor de 2,5 mm, lo que da lugar a una reducción de área de ~80%.

Los experimentos se realizaron mediante difracción de neutrones en el instrumento Stress Spec, Heinz Maier - Leibnitz Zentrum, Technical University of Munich, Alemania, usando una longitud de onda $\lambda=1,75\text{\AA}$ determinada por un monocromador de Si y $2\theta=80^\circ$ de tal manera de asegurar un volumen de medición aproximadamente cúbico de $2\times 2\times 2\text{ mm}^3$. Teniendo en cuenta que el haz difractado es captado por un detector bidimensional con una amplitud angular de $\sim 10^\circ$ es posible determinar la posición angular de 4 reflexiones ($\{20\bar{2}0\}$, $\{11\bar{2}2\}$, $\{20\bar{2}1\}$ y $\{0004\}$) en la posición 2θ indicada.

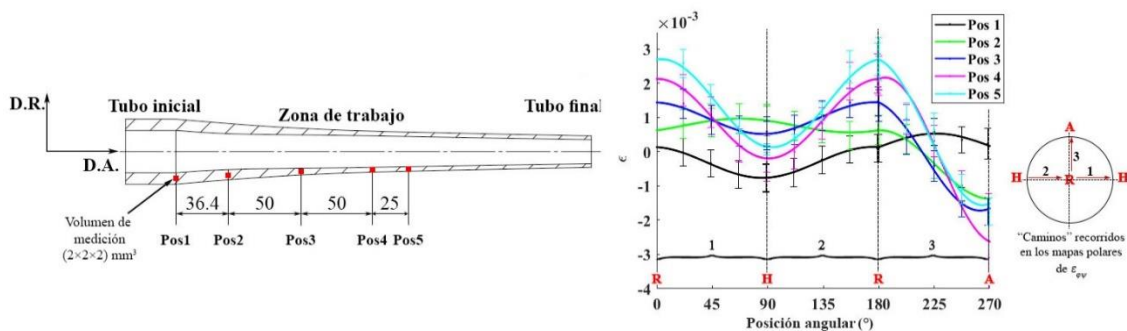
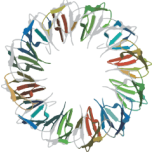


Figura 1. Posiciones axiales elegidas para la medición de $d\phi\psi$ y distribución de deformación.

[1] W. Reimers, A.R. Pyzalla, A. Schreyer, H. Clemens. Neutrons and synchrotron radiation in engineering materials science. From Fundamentals to Material and component characterization, 2008.

[2] M. E Fitzpatrick, A. Lodini. Analysis of residual stress by diffraction using neutron and synchrotron radiation. CRC Press, 2003.

[3] V. Hauk. Structural and residual stress analysis by nondestructive methods: Evaluation-application-assessment. 1997.



XI Taller de la Asociación Argentina de Cristalografía
31 de Octubre de 2023 – Mar del Plata

MEDICIÓN DE TENSIONES EN PELÍCULAS DE CIRCONIA MEDIANTE RAYOS X DE SINCROTRÓN

Hernán Saraceni*

Instituto de Nanociencia y Nanotecnología, Comisión Nacional de Energía Atómica, Av. Del Libertador 8250, CABA
*hernan.saraceni@cab.cnea.gov.ar

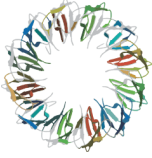
Las aleaciones base circonio son el material de preferencia en la fabricación de vainas de combustible y elementos estructurales para los reactores nucleares de potencia desde hace más de 60 años. Sin embargo, su uso aún presenta cuestiones a resolver, para lo cual es necesario lograr un mayor entendimiento del mecanismo de corrosión de las mismas.

Es de particular interés la aparición de la fase tetragonal del dióxido de circonio (circonia), la cual es termodinámicamente inestable en las condiciones de operación de los mencionados reactores. En la búsqueda de los posibles factores estabilizantes hay evidencias que apoyan la idea de un rol fundamental por parte de tensiones en la capa de óxido.

En este trabajo se determinaron las tensiones en circonia formada sobre muestras producidas a partir de tubos de presión de Zr-2.5Nb y láminas de Zircaloy-4. Las mismas fueron sometidas a diferentes procesos de corrosión en autoclave, emulando las condiciones de operación de un reactor.

Las mediciones se realizaron en la línea KMC-2 del sincrotrón BESSY-II, en Berlín, la cual posee, entre otras facilidades, una cuna de Euler y un detector 2D. Se hizo incidir un haz monocromático de 1,54 Å de manera rasante sobre las muestras, de manera de maximizar la intensidad de los picos provenientes de reflexiones en la capa delgada de óxido. Se cubrió un rango 2θ de 26° a 38°, dentro del cual se hallan los picos más intensos de ambas fases de la circonia presentes en las muestras.

Los datos fueron analizados ajustando la expresión funcional $\sin^2(\psi)$ de la deformación elástica, de manera de poder establecer los valores del tensor de tensiones.



XI Taller de la Asociación Argentina de Cristalografía
31 de Octubre de 2023 – Mar del Plata

IN SITU ANALYSES OF HYDROGEN EMBRITTLEMENT OF AISI 316L STAINLESS STEEL USING SYNCHROTRON RADIATION

John J. Hoyos^a, Silvina Segui*^b, Juana L. Gervasoni^c

^a *Departamento de Materiales Metálicos y Nanoestructurados, CAB, CNEA, CONICET, Av. Bustillo 9500, San Carlos de Bariloche, 8400, Río Negro, Argentina*

^b *Instituto de Física Enrique Gaviola (IFEG-CONICET), Facultad de Matemática, Astronomía, Física y Computación (FAMAF), Universidad Nacional de Córdoba. 5000 Córdoba, Argentina.*

^c *Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica, and Instituto Balseiro, Universidad Nacional de Cuyo., Av. Bustillo 9500, 8400 S.C. de Bariloche, Argentina.*

* johnhoyos@cnea.ar

The austenitic stainless steel (ASS) 316L is a modified ultra-low carbon alloy based on the Fe-Cr-Ni-Mo system, which is suitable for applications in corrosive environments requiring high mechanical strength. It has been widely employed for structural and high-pressure applications, such as chemical and petrochemical process, heat exchangers, and nuclear applications [1-3]. Nevertheless, it could undergo hydrogen embrittlement when exposed to hydrogen both from external sources and internal reactions [4-5]. Therefore, it is necessary to have a better understanding of the phenomena involved in hydrogen embrittlement. In this work, the influence of hydrogen on the martensitic transformation and strain hardening in ASS 316L was assessed. For this, both hydrogenated and non-hydrogenated specimens of AISI 316L were tested by simultaneous uniaxial tensile tests and X-ray diffraction measurements at room temperature, with an energy of 8 KeV. In addition, the specimens were hydrogenated at room temperature for 7 days in a solution of 0.1 M H₂SO₄ + 10 mgL⁻¹ As₂O₃, with an intensity current of 20 mA/cm². For these conditions, it was found that hydrogen does not have a significant effect on both martensitic transformation and strain hardening near to the surface. Consequently, the influence of hydrogen on the mechanical properties cannot be deemed significant.

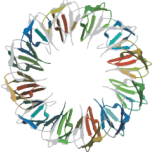
[1] T. Michler, J. Naumann, M. Hock, K. Berreth, M.P. Balogh, E. Sattler, *Materials Science and Engineering A*, 628 (2015) 252-261.

[2] S.K. Lee, S.-H. Yun, H.G. Joo, S.J. Noh, *Current Applied Physics*, 14-10 (2014) 1385-1388.

[3] N. Baddo, *Journal of Constructional Steel Research* 64 (2008) 1199-1206.

[4] C. San Marchi, B.P. Somerday, X. Tang, G.H. Schirokyb, *International journal of hydrogen energy*, 33 (2008) 889-904

[5] M.El-Tahawya, T. Um, H.-S. Nam, H. Choe, J. Gubicza. *Materials Science and Engineering A*, 739 (2019) 31-36.



XI Taller de la Asociación Argentina de Cristalografía
31 de Octubre de 2023 – Mar del Plata

**TENSIONES RESIDUALES EN RECUBRIMIENTOS CERÁMICOS CRECIDOS POR
DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR**

Cristian H. Tealdi *^a, Juan P. Quintana^b, Adriana B. Márquez^b, Diego A. Colombo^a

^a Área Metalurgia, Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales, UNMdP, CONICET, Facultad de Ingeniería, Av. Colón 10850, Mar del Plata, Argentina.

^b Instituto de Física del Plasma, UBA, CONICET, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Intendente Güiraldes 2160, Ciudad Autónoma de Buenos Aires, Argentina.

* cristian.tealdi@fi.mdp.edu.ar

Los recubrimientos cerámicos surgen y evolucionan debido a la necesidad constante de modificar las propiedades de superficie de algunos materiales para aumentar su vida en servicio, disminuir los tiempos y costos de producción y/o las paradas por mantenimiento, entre otros factores. Entre las técnicas de deposición física en fase vapor (PVD) se encuentran las descargas de tipo arco catódico (CAD), las cuales resultan muy atractivas en la producción de recubrimientos debido a la alta tasa de crecimiento y a las propiedades que pueden obtenerse. En la técnica CAD convencional, los recubrimientos se depositan con el sustrato polarizado con algunos cientos de volts negativos. Bajo esas condiciones, la energía con que impactan los iones (~ 100 eV) es suficiente para penetrar unas capas atómicas desde la superficie del recubrimiento a medida que el mismo crece. Esto provee mayor movilidad a los átomos del mismo provocando algunos reordenamientos atómicos. Este efecto densifica la estructura y previene la formación de poros en el film. Por otro lado, cuando se emplean polarizaciones superiores a 1 kV, la energía con que impactan los iones supera los keV. Así, los iones proveen suficiente energía como para facilitar que los átomos cercanos al sitio de impacto realicen un reordenamiento atómico significativo, conduciendo a la relajación de esfuerzos y tensiones locales [1]. Si un sustrato se polariza negativamente con una tensión pulsada de decenas de kV se produce un proceso de deposición combinado con implantación iónica (PBII&D). Durante el ciclo de polarización, cuando la alta tensión no es aplicada, las especies de relativamente baja energía se adhieren a la superficie dando lugar a una deposición convencional, mientras que al aplicar la tensión negativa los iones son implantados. El impacto de iones de alta energía provee el beneficio adicional de formar una interfase donde sustrato y recubrimiento se entremezclan.

En este trabajo se presenta el estudio de tensiones residuales en recubrimientos cerámicos crecidos mediante PVD y evalúa la influencia de las características de los recubrimientos (material, espesor de película, estructura monocapa o bicapa) y del proceso de deposición (equipos industriales y experimentales, técnica de deposición). Los materiales analizados fueron CrN, TiN y TiAlN, con espesores nominales de 0,7; 1,4 o 2,1 μm . Las técnicas de deposición barridas fueron CAD convencional con flujo de nitrógeno constante o variable y PBII&D con flujo de nitrógeno constante. Los recubrimientos fueron crecidos en todos los casos sobre fundición esferoidal austemperada (ADI). Las determinaciones de tensiones residuales se realizaron mediante difracción de rayos X (DRX), utilizando el método del $\text{sen}^2\psi$ para la obtención de los datos y asumiendo un estado biaxial de tensiones [2]. Se empleó un equipo PANalytical X'Pert PRO, con radiación $K\alpha$ de Cu ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$). Se utilizaron slits de 1° y una máscara de 10 mm. Se registraron las reflexiones del pico (422) de las fases CrN, TiN y TiAlN, en un rango de 2θ desde 125° hasta 135° para CrN y desde 120° hasta 132° para TiN y TiAlN. Los ángulos ψ utilizados fueron: 0° ; 25° ; 37° ; 48° y 59° . Los resultados indican que la técnica de DRX permitió caracterizar cuantitativamente las tensiones residuales de los distintos recubrimientos depositados sobre ADI. Las mismas resultaron compresivas en todos los casos, mientras que su magnitud depende del material, el espesor y la variante de deposición empleada.

[1] M.M.M. Bilek, D.R. McKenzie, R.N. Tarrant, S.H.M. Lim, D.G. McCulloch, Surf. Coat. Technol., 156 (2002) 136-142.

[2] U. Welzel, J. Ligot, P. Lamparter, A.C. Vermeulen, E.J. Mittemeijer, Journal of Applied Crystallography, 38 (2005) 1-29.