

XX CONVEMI 2024

En esta edición especial se presentan los resúmenes del XX Congreso Venezolano de Microscopía y Microanálisis (XX CONVEMI), el cual se celebró del 11 al 13 de marzo del presente año, en las instalaciones del Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Altos de Pipe, estado Miranda, Venezuela. En esta ocasión el congreso se realizó en conmemoración del centenario del nacimiento del Dr. Humberto Fernández- Morán, científico venezolano quien dejó huellas importantes en el campo de la Microscopía Electrónica a nivel mundial y en particular para nuestro país.

Como parte de las actividades del evento, se dictaron 25 Cursos pre-congreso con la participación de destacados docentes-investigadores nacionales e internacionales, tanto en Ciencias Biológicas como en Ciencias de Materiales. En el XX CONVEMI se presentaron 107 trabajos: 7 Conferencias Plenarias y 100 presentaciones orales.

El XX Congreso Venezolano de Microscopía y Microanálisis contó con el apoyo de la Sociedad Venezolana de Microscopía y Microanálisis, del IVIC y del Ministerio del Poder Popular para Ciencia y Tecnología (Mincyt).



Dra. Caribay Urbina de Navarro

Centro de Microscopía Electrónica "Dr. Mitsuo Ogura"

Facultad de Ciencias

Universidad Central de Venezuela

Secretaria de la SVMM y Organizadora del CONVEMI



Abstract book

XX CONVEMI 2024

11 al 13 de marzo, 2024

Charlas invitadas

<i>SOCIEDAD VENEZOLANA DE MICROSCOPIA Y MICROANÁLISIS. BOSQUEJO HISTÓRICO.</i> Alan Castellano Ramírez	2
<i>DEGRADACIÓN DEL POLIFLUORURO DE POLIVINILIDENO: DESHIDROFLUORACIÓN Y CORROSIÓN EN PRESENCIA DE NAOH</i> C. Urbina de Navarro.....	4
<i>ESTUDIOS DE MORFOLOGÍA DE POLIETILENO</i> C. C. Puig.....	6
<i>ELECTRONIC DIFFRACTION, HYDROXYAPATITE AND PROGRESS TOWARDS THE IDENTIFICATION OF THE CRYSTALLOGRAPHIC UNIT CELL OF HUMAN DENTAL ENAMEL</i> José Reyes-Gasga	8

Resúmenes Ciencias de la Vida

EFFECTO DE LAS ESTATINAS SOBRE EL EPITELIO INTESTINAL Y SU IMPACTO EN LA MICROBIOTA DE *Rattus norvegicus* Sprague Dawley

Lorena Abadía-Patiño10

DIFERENCIA DE SUCEPTIBILIDAD DE AISLADOS DE *Trypanosoma cruzi* A 22-HIDRAZONA-IMIDAZOLIN-2-IL-5-COLESTA-3 β -OL

Antonio Gómez12

LA TAURINA COMO ANTIOXIDANTE SOBRE EL PANCREAS INMADURO DE RATAS EXPUESTAS A HIPEROXIA POSTNATAL

Luz Marina Rojas14

APLICACIÓN DE HIBRIDACIÓN FLUORESCENTE IN SITU (FISH) CUANTITATIVO PARA IDENTIFICAR Y ESTIMAR RIESGOS DE INFECCIÓN POR *Helicobacter pylori* EN FUENTES DE AGUA: CASO DE ESTUDIO LA GUAIRA

Milagro Fernández-Delgado16

MAREA ROJA DE AKASHIWO SANGUINEA (DINOFLAGELLATA, DINOPHYCEAE) AL SUR DE LA ISLA DE COCHE, COSTA ORIENTAL DE VENEZUELA

Gisela Estrella18

GAMETOGÉNESIS EN BIVALVOS TROPICALES Y SUBTROPICALES

Dwight Arrieche20

EVIDENCIAS DE MORFOLOGÍA CELULAR ELONGADA DE *PROTEUS MIRABILIS* ASOCIADA A SUPERVIVENCIA AMBIENTAL POR TÉCNICAS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

Milagro Fernández-Delgado22

**VARIACIONES MORFOLÓGICAS DE LA HIPÓFISIS DE OREOCHROMIS
MOSSAMBICUS DURANTE EL DESARROLLO GONADAL**

Trinidad Urbano.....24

**ULTRAESTRUCTURA DE LA MICROVASCULATURA DEL CEREBELO DE LA RATA SPRAGUE
DAWLEY EXPUESTA A HIPEROXIA POSTNATAL Y EL EFECTO ANTIOXIDANTE DE LA TAURINA**

Alba Liscano.....26

**APLICACIÓN DE LA CRIOMICROSCOPIA ELECTRÓNICA POR REPLICAS DE CRIOFRACTURA AL
ESTUDIO ESTRUCTURAL DE LIPOSOMAS.**

Fredi Sánchez.....28

**CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS PLÁSTICAS ASOCIADAS A SEDIMENTOS COSTEROS DE
PLAYA SAN LUIS, CUMANÁ, VENEZUELA**

Adriana Gamboa.....30

**CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE FIBRAS DE COLÁGENO TIPO I EN MUESTRAS FÓSILES,
PROVENIENTES DEL BREAL DE OROCUAL, EDO. MONAGAS, VENEZUELA.**

Alexandra C. Herrera N.....32

**ACONDICIONAMIENTO DE ZEOLITAS NATURALES CON Fe Y CARACTERIZACIÓN PARA LA
ADSORCIÓN DE FOSFATO EN MEDIO ACUOSO CON EL FIN DE RESTAURAR LAGUNAS URBANAS
EUTROFIZADAS**

Beatriz López Sánchez.....34

**EVALUACIÓN DE BIOPELÍCULAS EN PRÓTESIS DE TITANIO POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA
DE BARRIDO: CASO CLÍNICO CON INFECCIÓN MÚLTIPLE Y RESISTENCIA A ANTIBIÓTICOS**

Iván Vílchez.....36

**MORFOLOGÍA DE LAS BRANQUIESPINAS Y LA DENTICIÓN EN RELACIÓN CON LA DIETA Y EL
TAMAÑO DE POLYCENTRUS SCHOMBURGKII (PERCIFORME: POLYCENTRIDAE) EN LA
PENÍNSULA DE PARIA, VENEZUELA.**

Sandra Díaz.....38

NANOENCAPSULAMIENTO DE FÁRMACO ANTICANCERIGENO EN MATRIZ POLIMÉRICA

Jesus Orellano.....40

Resúmenes Ciencias de Materiales

INFLUENCIA DE DIFERENTES FUNCIONALIZACIONES EN UN COPOLÍMERO DE ESTIRENO-DIVINILBENCENO Y SU APLICACIÓN COMO CATALIZADOR

Diliana Capitillo42

SÍNTESIS ACUOSA DE NANOHIROGELES PAAm/PVA/Ag

María Cristina Hernández.....44

ORGANIC ACIDS IN WHEAT GLUTEN FOAMS: A STUDY OF CROSS-LINKING CAPACITY AND BIODEGRADABILITY IN COMPOSTING

González R. Karina N.....46

PREPARACIÓN MICRO Y NANOPARTICULAS POLIMÉRICAS BIODEGRADABLES PARA EL ENCAPSULAMIENTO Y LIBERACIÓN CONTROLADA DE LA HIRUDINA

Milagro Fernández-Delgado.....48

DETERMINACIÓN DE VIDA ÚTIL DE LÁMINAS GALVANIZADAS A PARTIR DEL ESPESOR Y OTRAS CARACTERÍSTICAS DEL RECUBRIMIENTO

Glorys López50

DESARROLLO DE RECUBRIMIENTOS DE HIDROXIAPATITA E HIDROXIAPATITA/TIERRAS RARAS SOBRE SUSTRATOS METÁLICOS MEDIANTE DEPOSICIÓN ELECTROQUÍMICA

Sara Escobar52

OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE OXIDACIÓN TÉRMICA DE LA ALEACIÓN Ti6Al4V. ESTUDIO MICROESTRUCTURAL DE LA ALEACIÓN Ti6Al4V. PARTE I.

Omar Mendoza55

OPTIMIZACION DEL PROCESO DE OXIDACION TERMICA DE LA ALEACION Ti6Al4V. ESTUDIO MORFOLOGICO Y QUIMICO DE LA ALEACION Ti6Al4V. PARTE II.

Maryuri Conde57

PRODUCTION OF BIOBASED SUPERABSORBENT CROSSLINKED WITH GENIPAP OIL FOR A CIRCULAR ECONOMY

Liliana B. Hurtado59

REMOCIÓN DE METALES PESADOS EN AGUA EMPLEANDO BIOADSORBENTES MAGNÉTICOS

Johana Espinoza61

IDENTIFICACION DE LOS MATERIALES CONSTITUYENTES DE FILTROS PLASTICOS DE RESPIRADORES ARTIFICIALES

Edgar Catarí63

ESTUDIO COMPARATIVO DEL COMPORTAMIENTO ELECTROQUÍMICO DE LOS RECUBRIMIENTOS VECALLOY B Y ALPHA PLUS DEPOSITADOS MEDIANTE PROYECCIÓN TÉRMICA A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE ARCO ELÉCTRICO.

Williams Flores65

ESTUDIO DE FALLA DE LOS INTERNOS DE UNA BOMBA DE DIRECCIÓN HIDRAÚLICA AUTOMOTRIZ

Irenemar Herrera67

CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL POR MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA (MFA) DE NANOPARTÍCULAS DE Cu OBTENIDAS POR ELECTROPRECIPITACIÓN DE ALTO VOLTAJE AC.

Henry López70

ESTADO DEL ARTE DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO: UN ANÁLISIS BIBLIOMÉTRICO.

Manuel Villarreal72

COMPREHENSIVE SYNTHESIS AND CHEMICAL ANALYSIS OF Cd_{1-x-y}Mn_xCryTe SEMICONDUCTOR SYSTEM: INSIGHTS INTO FERROMAGNETIC BEHAVIOR AND SURFACE CHARACTERISTICS

Pedro Silva74

CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE HIDROGELES Y SISTEMAS COBERTORES BASADOS EN QUITOSANO, ÁCIDO HIJALURÓNICO Y NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINC COMO MEDIO COBERTOR EN PROCESOS DE CICATRIZACIÓN.

Felipe Spena76

ESTUDIO DEL EFECTO DEL pH SOBRE LA MORFOLOGÍA Y COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ZIRCÓN E ILMENITA MEDIANTE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.

Nesmary Mendoza78

USO DE MATERIALES NANOESTRUCTURADOS PARA LA DETERMINACIÓN DE ACETONA CON POSIBLES APLICACIONES EN LA DETECCIÓN DE DIABETES MELLITUS.

Astrid Alviarez80

"SENSORES DE GASES BASADOS EN NANOMATERIALES: SÍNTESIS, FUNCIONALIZACIÓN Y DETECCIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS VOLÁTILES PARA EL DIAGNÓSTICO TEMPRANO DE ENFERMEDADES"

Daniela Rangel82

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO EN EL ESTUDIO DE LOS EFECTOS DEL pH PARA LA REMOCIÓN DE Al (III) USANDO CÁPSULAS DE MORINGA COMO BIOADSORBENTE EN SISTEMAS ACUOSOS.

Mirla Rodríguez84

ESTUDIO COMPARATIVO DE LA ABSORCIÓN DE GASOIL EMPLEANDO DOS TIERRAS DE DIATOMEAS

Zaidelys Ortiz86

ESTUDIO DE LA FALLA DEL CADENOTE DE SUJECIÓN DE UN VELERO DE CRUCERO

Luis Martínez89

ANÁLISIS POR ESPECTROSCOPIA INFRARROJA Y MICROSCOPIA ÓPTICA DE UN POTENCIAL SENSOR COLORIMÉTRICO BASADO EN UN HIDROGEL ENRIQUECIDO CON ANTOCIANINAS DE *Syzygium cumini*

Beruska Sucre91

OBTENCIÓN DE HIDROGELES DE ALGINATO Y QUITOSANO DOBLEMENTE ENTRECRUZADOS <i>Evis K. Penott-Chang</i>	93
CARACTERIZACIÓN DEL QUITOSANO OBTENIDO DE RESIDUOS DE CAMARÓN BLANCO PROCEDENTE DE LA LAGUNA DE UNARE, ESTADO ANZOÁTEGUI <i>Shirley Marfisi Valladares</i>	95
INFLUENCIA DE LOS NANOTUBOS DE CARBONO (MWNTC) EN LAS PROPIEDADES DE HIDROGELES DE POLIACRILAMIDA PARA APLICACIONES BIOMÉDICAS <i>Marielis Cova R</i>	97
DETERMINACIÓN DEL MECANISMO DE DEGRADACIÓN DE UN KIT DE EMBRAGUE UTILIZADO EN VEHÍCULOS LIVIANOS <i>Ronald González</i>	99
ESTUDIO DE LA ALEACIÓN Ti20Mg BAJO DIFERENTES CONDICIONES MICROESTRUCTURALES <i>Verónica González</i>	101
OPTIMIZACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE GRABADO ELECTROQUÍMICO EN LA FABRICACIÓN DE NANOPUNTA DE TUNGSTENO PARA STM Y FIM MEDIANTE INTELIGENCIA DE ENJAMBRE <i>Yordy González – Rondón</i>	103
ESTUDIO DE LA MORFOLOGÍA SUPERFICIAL Y VELOCIDAD DE CORROSIÓN EN LÁMINAS GALVANIZADAS EXPUESTAS A AMBIENTES COSTEROS <i>Yelitza Figueroa</i>	105
ESTUDIO DE LA MORFOLOGÍA DE HIDROGELES HÍBRIDOS OBTENIDOS A PARTIR DE MATERIALES ARCILLOSOS MODIFICADOS <i>Arnaldo Ramírez</i>	107
ESTUDIO DE MICROPLÁSTICOS COMO PORTADORES DE SUSTANCIAS BIOACUMULATIVAS, PERSISTENTES Y TÓXICAS (SBPT) <i>Jesús A. Lezama G.</i>	109

CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE HIDROGELES HÍBRIDOS OBTENIDOS A PARTIR DE POLIACRILAMIDA, QUITOSANO Y MONTMORILLONITA

María Laura Carpintero111

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO PARA LA CARACTERIZACIÓN DE UNA MEMBRANA CERÁMICA COMPUESTA DE ÓXIDO METÁLICO TIPO PEROVSKITA Y $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-La}_2\text{O}_3$.

Gaudy Rodríguez113

ANÁLISIS METALOGRAFICO Y MICRODUREZA DE LA ALEACIÓN DE ALUMINIO $\text{Al-Mg-Si-0,14\%La}$ DEFORMADA POR PRESIÓN EN CANAL ANGULAR DE SECCIÓN CONSTANTE

Solange Paredes115

EVALUACIÓN DE ESPESORES DE RECUBRIMIENTOS EN ACERO CROMADO Y ACERO ESTAÑADO MEDIANTE EDX Y SIMULACIONES DE MONTE CARLO

Carlos Rojas117

SINTESIS DE GRAFENOS BIOGÉNICOS MODIFICADOS CON NANOPARTÍCULAS DE COBRE Y ZINC: PROPIEDADES ÓPTICAS Y ESPECTRÓSCOPICAS

Sinaí Ortega119

ESTUDIO DE DEGRADACIÓN EN ÁLABES DE PRIMERA ETAPA RENE® 77 DE TURBINA A GAS EXPUESTO A DIEZ MIL HORAS DE SERVICIO

Yrané Salerno122

SINTESIS Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE MICROBARRAS DE Ag_2MoO_4

José Luis Villegas124

AVANCES EN LA FABRICACIÓN DE BIOCOMPUESTOS ELECTROHILADOS DE QUITOSANO/PVA CON NANOPARTÍCULAS DE SÍLICE Y NANOCRISTALES DE CELULOSA

Ray Arteaga126

CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS Fe/PCL MEDIANTE MICROSCOPIA DE FUERZA MAGNÉTICA (MFM)

Humberto Rojas128

ESTUDIO DE DEFECTOS PRESENTES EN ALAMBRÓN DE ACERO BAJO CARBONO

<i>Ervis Díaz</i>	130
CARACTERIZACIÓN DE HIDROGELES ACRÍLICOS CARGADOS CON LIDOCAÍNA COMO POTENCIALES APÓSITOS EN HERIDAS SUPERFICIALES, AGUDAS Y NO CONTAMINADAS	
<i>Blanca Rojas de Gascue</i>	132
EVALUACIÓN MICROESTRUCTURAL Y TÉRMICA DE REFRACTARIOS EMPLEADOS COMO MASA DE SOLERA EN HORNOS DE ARCO ELÉCTRICO (EAF) PARA LA FABRICACIÓN DE ACERO	
<i>Willian Barrios</i>	134
FRACTOGRAFÍAS DE LA ALEACIÓN AA7075 SOMETIDA AL TRATAMIENTO TÉRMICO T7	
<i>María del V. Valera M.</i>	137
ASPECTOS MOLECULARES Y MORFOLOGÍA DE HIDROGELES: DE LA SIMULACIÓN COMPUTACIONAL A LAS OBSERVACIONES MACROSCÓPICAS	
<i>Valentín Brito</i>	139
ESTUDIO DEL PROCESO DE SORCIÓN DE UN ANTIBIOTICO EN HIDROGELES DE GEOMETRÍA ESFÉRICA CON BASE DE UN POLÍMERO ACRÍLICO	
<i>Vicmary Rojas</i>	141
INFLUENCIA DEL AGENTE TRANSPORTANTE EN LA SINTESIS Y CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DEL SEMICONDUCTOR $FeIn_{0.8}Cr_{1.2}S_4$	
<i>Yeni Sánchez-León</i>	143
SINTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE FERRITA DE $CoFe_2O_4$ PARA SU POSIBLE APLICACIÓN EN SUPERCONDENSADORES	
<i>Sebastián Correa</i>	145
CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO INOXIDABLE DÚPLEX UNS S31803 TRATADO TÉRMICAMENTE A 650 °C	
<i>Deliany Díaz</i>	147
SINTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE DIÓXIDO DE TITANIO DOPADO CON COBRE PARA APLICACIONES FOTOCATALÍTICAS	
<i>Yhosmary Franco</i>	149

CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO AISI 304H SENSIBILIZADO SOMETIDO A TRATAMIENTOS DE DISOLUCIÓN A 900°C

Edda Rodríguez151

EFICIENCIA DE LOS CARBONES HIDROFÍLICOS VÍA HIDROTERMAL BASADOS EN QUITOSANO PARA LA ADSORCIÓN DE AZUL DE METILENO.

Arianny Chirino153

ESTUDIO MORFOLÓGICO Y COMPATIBILIDAD DE MEZCLAS DE PMMA CON PVA PREPARADAS EN SOLUCIÓN

Cristina Parra155

EFFECTO DE LA VARIACIÓN DE PRESIÓN EN LA SÍNTESIS DE NANO Y MICROESFERAS DE CARBONO MEDIANTE CARBONIZACIÓN HIDROTERMAL

María Elena Gomes.....157

EFFECTO DE TRATAMIENTOS SUPERFICIALES EN EL COMPORTAMIENTO ELECTROQUÍMICO DE RECUBRIMIENTOS BASE NÍQUEL OBTENIDOS MEDIANTE LA TÉCNICA DE PROYECCIÓN TÉRMICA Y TRATADAS TÉRMICAMENTE

Maribel Suárez159

OBTENCIÓN DE BARRAS AGITADORAS MAGNETICAS DE VIDRIO RECICLADO Y HEXAFERRITA DE BARIO MEDIANTE SINTERIZACIÓN DE POLVOS

Johana Cisneros161

OBTENCIÓN DE ÓXIDO DE GRAFENO (GO) A PARTIR DE FLEXICOQUE DE BAJO VANADIO

Carla Seijas163

CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO INOXIDABLE UNS S31803 TRATADO TÉRMICAMENTE A 800°C

Desiree Zencoff165

ELECTRODEPOSICIÓN DE PELÍCULAS DE Ni Y SU CARACTERIZACIÓN MEDIANTE AFM Y STM

Lesvia López167

NANOSISTEMAS MAGNÉTICOS Co/Cu ELECTRODEPOSITADOS Y SU CARACTERIZACIÓN MEDIANTE MEDIDAS DE MAGNETIZACIÓN, MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN Y PERFILES AUGER DE COMPOSICIÓN

Antonio Monsalve169

CARACTERIZACIÓN MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA ELABORADAS POR TÉCNICAS “DE ARRIBA A ABAJO” Y “DE ABAJO A ARRIBA”

Heidi Martínez171

EVALUACIÓN DE LOS CAMBIOS MORFOLÓGICOS EN MICROPLÁSTICOS DE POLIPROPILENO PRODUCTOS DE LA FOTOOXIDACIÓN INDUCIDA POR LA LUZ UV

Alejandro M. Materano F.173

ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DE LA ACTIVIDAD MINERA SOBRE TIARA, EDO. ARAGUA-VENEZUELA, MEDIANTE LACARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA Y QUÍMICA DE PARTÍCULAS ATMOSFÉRICAS PM10 Y PTS POR MEB-EDS.

Franlex Ramírez175

ESTUDIO COMPARATIVO DE DERIVADOS DEL GRAFENO EMPLEANDO MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Stephani Voelger.....177

SALA INMERSIVA PARA LA ENSEÑANZA VIRTUAL DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA Y LA OPERACIÓN REMOTA DE MICROSCOPIOS

Carlos Rojas179

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE CARBONES HIDROFÍLICOS BIOINSPIRADOS COMO POTENCIALES ADSORBENTES PARA LA CAPTURA DE AGUA DESDE LA ATMÓSFERA

Alexander Briceño181

EFECTO DE LA ADICIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINC EN LA CRISTALIZACIÓN DEL POLI(ÁCIDO LÁCTICO)

C. C. Puig183

FERRIHIDRITA: CARACTERIZACIÓN TEM DE NANOPARTÍCULAS NATURALES

Lisseta D’OnofrioXI.....185

APLICACIONES DE LA MICROSCOPIA AUGER DE BARRIDO (SAM) EN LA CARACTERIZACIÓN DE MULTICAPAS NANOESTRUCTURADAS

Carlos Rojas187

EVALUACION DEL RuO₄ UTILIZADO COMO AGENTE DE TINCIÓN DE UN PEAD POR MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISIÓN DE ALTA RESOLUCIÓN

Edgar Cañizales189

DESEMPEÑO DE MATERIALES EXPUESTOS EN SERVICIO DE HORNO DE UNIDADES DE REFINACIÓN: EFECTOS DE EXPOSICIÓN PROLONGADA A ALTA TEMPERATURA

Norelkis Peña191

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN ÓPTICA DE MATERIALES DE GRAFENO MODIFICADO CON METALES CON APLICACIÓN COMO CAPACITADORES ELECTROQUÍMICOS

Elsy Bastidas193

SISTEMAS NANOESTRUCTURADOS PARA LIBERACIÓN CONTROLADA DE UREA

Thalía Vidal195

USO DEL AFM PARA DETERMINAR FUERZA DE ADHESIÓN A ESCALA NANÓMETRICA: COMPARACIÓN CON LA ADHESIÓN MACROSCÓPICA

Jimmy Castillo197

USO DE NANOPARTÍCULAS DE Rh-Co EN LA ELECTROXIDACIÓN DEL ÁCIDO FÓRMICO.

Nayarik Herrera199

ESTUDIO COMPARATIVO DE ELECTROCATALIZADORES DEL TIPO CV/Nps Cu Y C/Nps Cu EMPLEADOS EN LA REDUCCION ELECTROQUIMICA DEL CO₂

Nayarik Herrera201

CARACTERIZACIÓN DE CIRCONIAS DOBLEMENTE DOPADAS CON TIERRAS RARAS, SISTEMA Ho₂O₃-ScSZ.

Josué O. Medina203

SÍNTESIS VERDE DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA

Maria Pirela205

SEM-EDS EN ESTUDIO DE CORROSIÓN DE RECUBRIMIENTO DE DOBLE PROCESO DE Ni-P ELECTROLESS EN ALTAS CONCENTRACIONES DE CLORURO

Orlando Pérez207

COMPARACIÓN MORFOLÓGICA DE PELÍCULAS BASADAS EN POLISACÁRIDOS Y PELÍCULAS DE TEREFTALATO DE POLIETILENO CON POTENCIALES USOS EN LA INDUSTRIA BIOMÉDICA

Sofía Salazar Bigott.....209

Charlas invitadas

SOCIEDAD VENEZOLANA DE MICROSCOPIA Y MICROANÁLISIS. BOSQUEJO HISTÓRICO.

Alan Castellano Ramírez (1), Caribay Urbina de Navarro (2)

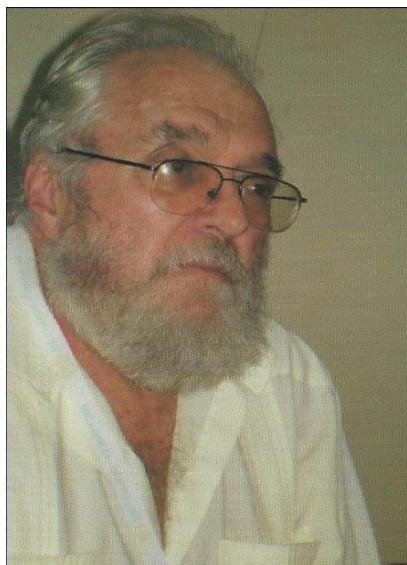
(1) Instituto de Investigaciones Biológicas. Universidad del Zulia. Maracaibo, Venezuela; (2) Centro de Microscopía Electrónica. Facultad de Ciencias. Universidad Central de Venezuela. Caracas

Email: alancastellano54@gmail.com

La Sociedad Venezolana de Microscopía y Microanálisis (SVMM) se funda el 30 de octubre de 1971, en Mérida, y nace como Sociedad Venezolana de Microscopía Electrónica (SVME), siendo sus fundadores un grupo de profesores e investigadores científicos, biólogos y médicos, que utilizaban el microscopio electrónico como herramienta en sus proyectos de investigación. Entre estos cabe mencionar a Orlando Castejón (LUZ), José A. Serrano (ULA), Ernesto Palacios (ULA), a Luis M. Carbonell (IVIC) y a Mitsuo Ogura (UCV). La SVME desde sus inicios organizó y aglutinó a los investigadores y técnicos que a nivel nacional se encontraban activos en el campo de la investigación y el servicio mediante la microscopía electrónica, y de esa manera fomentó la organización de actividades conjuntas, jornadas, cursos y talleres, que propiciaron el desarrollo de la investigación en el campo de la Ultraestructura. Así mismo facilitó la asociación de los especialistas que utilizan los distintos tipos de microscopios electrónicos con el objeto de estrechar los lazos de confraternidad entre sus asociados, fomentando el intercambio científico entre las personas dedicadas a la Microscopía Electrónica y aquellas otras que la utilizan como auxiliar en investigación, estimulando de esta manera la formación de científicos y técnicos en Microscopía Electrónica. En 1972 fueron creadas en Maracaibo la Sociedad Latinoamericana de Microscopía Electrónica, antecedente del actual Comité Interamericano de Sociedades de Microscopía Electrónica (CIASEM), y la Revista de Microscopía Electrónica, que se convirtió en el órgano oficial de las recién fundadas sociedades científicas. Desde el año 2007 y ante el auge experimentado por el componente analítico en las diversas formas de microscopía la SVME pasa a denominarse Sociedad Venezolana de Microscopía y Microanálisis. En el presente año la SVMM cumplirá 53 años de su creación, que gracias al apoyo de sus miembros se ha mantenido activa a través de sus congresos, charlas, cursos presenciales y en los últimos años, en tiempos de pandemia, hemos trabajado vía on-line, manteniendo así, de una manera moderna el objetivo de impartir conocimientos e intercambio científico para la comunidad interesada en aprender sobre el fascinante mundo de la Microscopía.

REFERENCIAS

[1] Castellano, A; Serrano, JA. (2018) *“Sociedad Venezolana de Microscopía y Microanálisis. Bosquejo Histórico”*. Madrid, Editorial Académica Española.



Dr. José A. Serrano (ULA)



Dr. Orlando Castejón (LUZ)



Dr. Ernesto Palacios Pru (ULA)



Dr. Mitsuo Ogura (UCV)



Dr. Luis M. Carbonell (IVIC)

DEGRADACIÓN DEL POLIFLUORURO DE POLIVINILIDENO: DESHIDROFLUORACIÓN Y CORROSIÓN EN PRESENCIA DE NAOH

C. Urbina de Navarro¹, M. Pérez-De-Obanos², N. L. Díaz¹, R. A. Caballero².

- (1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Microscopía Electrónica “Dr. Mitsuo Ogura”, Caracas, Venezuela.
(2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Metalúrgica. Caracas, Venezuela.

Palabras claves: Esferulitas, Lamelas, PVDF, MEB.

El fluoruro de polivinilideno(PVDF) es un polímero termoplástico semicristalino que cristaliza en cinco diferentes polimorfos(α , β , γ , δ y ϵ), posee excelentes propiedades físicas y químicas, con gran resistencia a álcalis y ácidos fuertes además de otros solventes altamente corrosivos [1]. Lovinger cataloga como mixtas a un tipo de esferulitas de menor tamaño que las α similar a éstas, pero más pequeñas, por lo que sus propiedades físicas son menores. En el presente trabajo se presentan algunos resultados que aportan claridad acerca de la falla de una tubería de PVDF frente al ataque por NaOH en condiciones de operación. Entre las técnicas utilizadas en este estudio están la fractografía, FTIR y la Microscopía Electrónica, esta última técnica fue de apoyo fundamental en el estudio de las fases cristalinas presentes en el material fallado, debido a las diferentes propiedades físicas y químicas que tienen las distintas fases del PVDF. A fin de investigar el tipo de esferulitas que pudieran estar presentes en el tubo fallado se prepararon muestras del tubo de poco uso y sin signos de deterioro, usado como referencia, y del tubo con fuertes evidencias de ataque para su observación mediante MEB, para ello se utilizaron dos tipos de ataques: el propuesto por Vaughan [2] y ataque con plasma química de Ar [3,4], a fin de revelar las posibles fases presentes. Los estudios fractográficos, permiten obtener imágenes como las mostradas en la figura 1. La que se muestra en la figura 1a, corresponde a la superficie interna del tubo de poco tiempo de uso, aparentemente sin muestras de ataque mientras que en las figuras 1b y 1c del tubo fallado puede observarse la presencia de hoyuelos y agrietamiento debido al ataque químico generalizado. El análisis químico realizado por EDX para la zona con poco uso se detectó en promedio un 67% de flúor, mientras que para la muestra con agrietamiento severo y de color marrón, se encontró un 57%. Esta pérdida de flúor está asociada al proceso de degradación térmico-química por deshidrofluoración, en este caso por la salmuera presente en las condiciones de trabajo. Las imágenes de la figura 2, tomadas en otras zonas del mismo tubo muestran un agrietamiento severo, las rosetas observadas, enmarcadas en círculo rojo, se asociaron con esferulitas del polímero, debido a la similitud de su forma con éstas: circulares y con lamelas radiales, en este caso estas estructuras muestran una fuerte corrosión. En la figura 3 se muestra la zona sana de tubo de PVDF que falló en servicio atacado con Plasma de Argón a 45 minutos, a este tiempo de ataque se alcanza revelar las

esferulitas del material en estudio, en esta condición es posible revelar la morfología de las esferulitas, en este caso se asocian a la presencia de esferulitas mixtas por su menor tamaño (esferulitas de 10-15 μm) con relación a otras zonas donde se observan esferulitas de mayor tamaño (60 nm en promedio) Ar [3,4]. El ataque preferencial de las esferulitas mixtas, aunado al fenómeno de deshidrofluoración y de corrosión general del PVDF, causó Agrietamiento Inducido por Esfuerzos (AIE) en presencia de hidróxido de sodio (NaOH) y propició la falla catastrófica de un sistema de tuberías fabricado con este material localizado a la salida anódica de los electrolizadores de una planta de Clorosoda.

AGRADECIMIENTOS

Al Centro de Microscopía Electrónica “Dr. Mitsuo Ogura”, Facultad de Ciencias, UCV.

REFERENCIAS

- [1] Lovinger, A. J., Polymer Sci., Polym Phys. (1980) (52) (793).
- [2] Vaughan, A.S. Journal of Materials Science, **28** (1993) 1805.
- [3] Díaz, N. (2003) TEG. “Estudio del PVDF preparado por bombardeo iónico para su observación por MEB y MET. Comparación con el ataque químico”. Universidad Central de Venezuela.
- [4] Pérez-Obanos, M. (2005) Trabajo de Especialización. “Ataque cristalino selectivo del PVDF por NaOH y su estudio por ME”. Universidad Central de Venezuela.

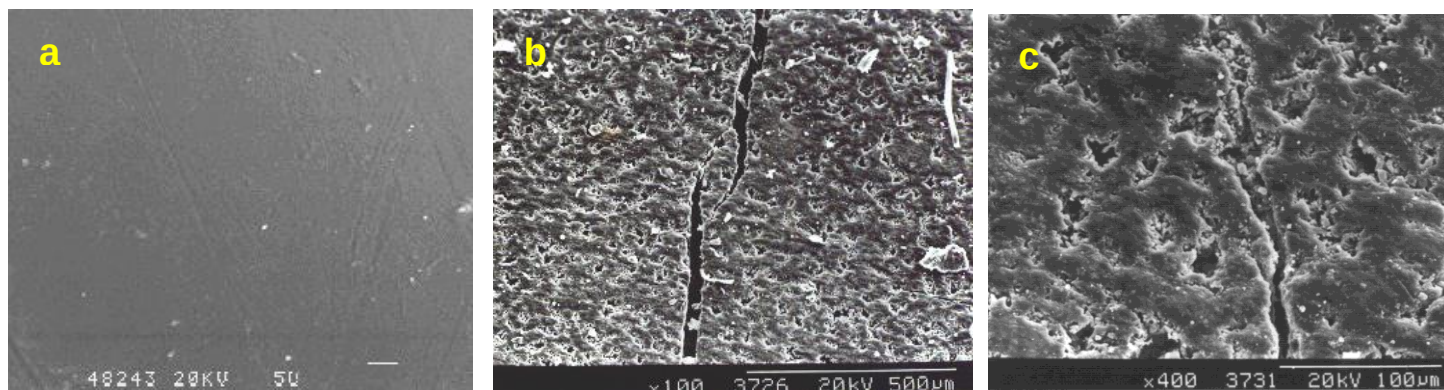
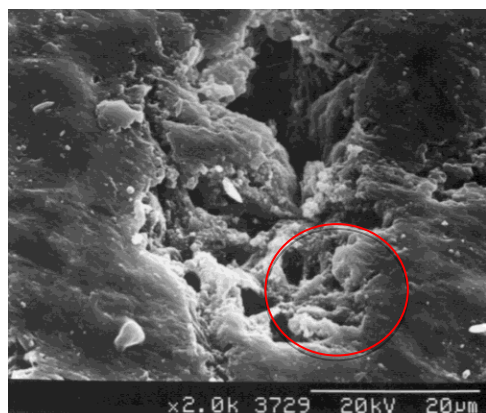


Figura 1.- Superficie interna del tubo con poco uso (a) y del tubo fallado (b,c).



2.- Superficie interna del tubo fallado.

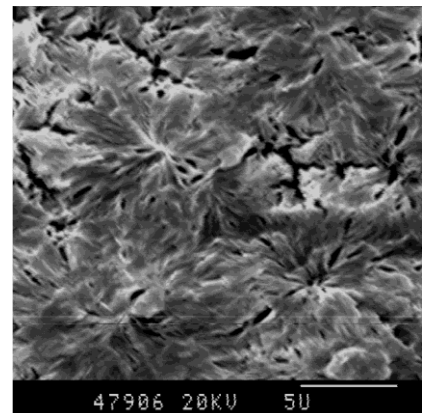
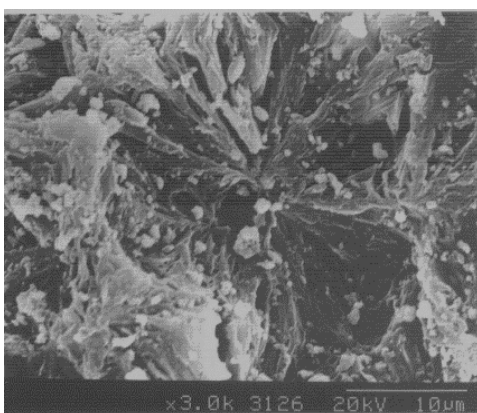


Figura 3.- Superficie interna del tubo de referencia.

ESTUDIOS DE MORFOLOGÍA DE POLIETILENO

C. C. Puig

Grupo de Polímeros USB, Departamento de Ciencia de los Materiales, Universidad Simón Bolívar, Valle de Sartenejas, Caracas 1080, Venezuela

Email: cpuig@usb.ve

El polietileno, en sus diferentes tipos, es el polímero de mayor producción en el mundo, ampliamente empleado en la industria del empaque, de la construcción, en la agricultura y en el sector médico, entre otros. En pocos años se cumplirán 100 años desde que por primera vez se desarrolló un proceso para la síntesis industrial de polietileno por la empresa Imperial Chemical Industries. Las propiedades mecánicas de este polímero, su ductilidad y tenacidad, se debe en gran medida al orden cristalino presente en el material. Los segmentos de la cadena macromolecular se agregan para formar dominios cristalinos a partir de interacciones de Vander Waals. El sistema cristalino de tipo ortorrómbico en parafinas fue dilucidado por C.W. Bunn en 1939 a partir de experimentos de difracción de Rayos X [1]. En 1957 A. Keller, luego de aislar cristales de polietileno y obtener que el eje de la cadena macromolecular era perpendicular a su superficie basal, postuló que la cristalización en polímeros procedía a través de plegamientos de la molécula, formando estructuras lamelares de espesores del orden de 10 nm y dimensiones laterales del orden de micrones [2]. El estudio de la morfología cristalina de polietileno, por las distintas técnicas de microscopía, contribuye a entender sus propiedades. Es usual encontrar que distintos tipos de polietilenos (lineales y ramificados) son mezclados para optimizar los beneficios obtenidos de ambos materiales. En los procesos de cristalización los eventos de nucleación son previos al crecimiento cristalino. En mezclas de polietilenos de cadena lineal y ramificados fue posible, haciendo uso de microscopía electrónica de transmisión, identificar el crecimiento de cristales del polietileno ramificado a partir de cristales de polietileno lineal preexistentes a temperaturas lo suficientemente elevadas que el polietileno ramificado puro no cristaliza, resultados que son consistentes con los obtenidos por calorimetría diferencial de barrido [3]. J. D. Hoffmann y J. J. Weeks identificaron que el crecimiento cristalino en polietileno de cadena lineal a una temperatura dada viene acompañado de un proceso en el que el espesor de los cristales lamelares aumenta con el tiempo, conocido como engrosamiento lamelar isotérmico [4]. En el caso de mezclas de polietilenos, los cristales lamelares en un polietileno lineal no alcanza los mismos valores de espesor cuando el proceso de cristalización isotérmico se da en presencia de un fundido mayoritario de polietileno ramificado, como se observa en micrografías obtenidas por microscopía electrónica de transmisión (figura 1) [5,6]. Las diferencias en espesor lamelar explican los cambios en las temperaturas de fusión observados por calorimetría diferencial de barrido. Es conocido que el proceso de cristalización en polietileno viene acompañado de un proceso de engrosamiento lamelar que por la presencia del fundido de polietileno ramificado se ve impedido. Un comportamiento similar también se encuentra en mezclas de polietilenos de cadena lineal de alta y baja masa molar [7]. Recientemente, este fenómeno ha sido descrito en términos de un desaceleramiento del engrosamiento lamelar [8]. El enfriamiento es una etapa en el procesamiento de materiales en la que el material se somete a un enfriamiento muy rápido, en el caso de mezclas de polietilenos (lineales y ramificados), debido a las diferencias estructurales, conduce a procesos de separación de fase y cocrystalización [9].

REFERENCIAS

- [1] Bunn, C. W. (1939), "The crystal structure of long-chain normal paraffin hydrocarbons. The "shape" of the $>\text{CH}_2$ group". Transactions of the Faraday Society. 35: 482-491.
- [2] Keller, A. (1957), "A note on Single Crystals in Polymers: Evidence for a Folded Chain Configuration". Philosophical Magazine. Series 8 2: 1171-1175.

- [3] Puig, C. C. (1997), "The nucleation effect of linear polyethylene lamella over the crystallization of branched polyethylene". *Polymer Bulletin*. 36: 361-367.
- [4] Hoffman, J. D., Weeks, J. J. (1965), "Study of Isothermal Thickening of Lamellae in Bulk Polyethylene at the Crystallization Temperature". *The Journal of Chemical Physics*. 42: 4301-4302.
- [5] Puig, C. C., Hill, M. J., Odell, J. A. (1993), "Absence of isothermal thickening for a blend of linear and branched polyethylene". *Polymer*. 34: 3402-3407.
- [6] Puig, C. C., Cedeño, A. (1999). "Isothermal lamellar thickening in blends of linear and low-density polyethylene". *Journal of Macromolecular Science, Part B Physics*. 38: 505-514.
- [7] Barreiro, I., Martín, S., Rodríguez, A., Puig, C. C. (2001). "Absence of isothermal lamellar thickening in a linear polyethylene blend". *Journal of Macromolecular Science, Part B Physics*. 40: 1097-1108.
- [8] de With, G. (2023). "Melting is Well-Known, but Is It Also Well-Undertstood?". *Chemical Reviews*. 123: 13713-13795.
- [9] Puig, C. C. (2001). "Enhanced crystallisation in branched polyethylenes when blended with linear polyethylene". *Polymer*. 42: 6579-6585.

FIGURAS

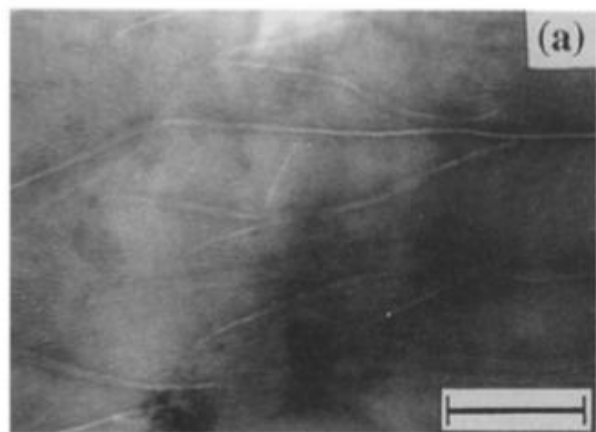


Figura 1. Imagen de microscopía electrónica de transmisión de una mezcla de 0,5% de polietileno de cadena lineal y 99,5% de polietileno ramificado, cristalizada isotérmicamente a 122°C y a 117°C. La microescala representa 0,5 μm .

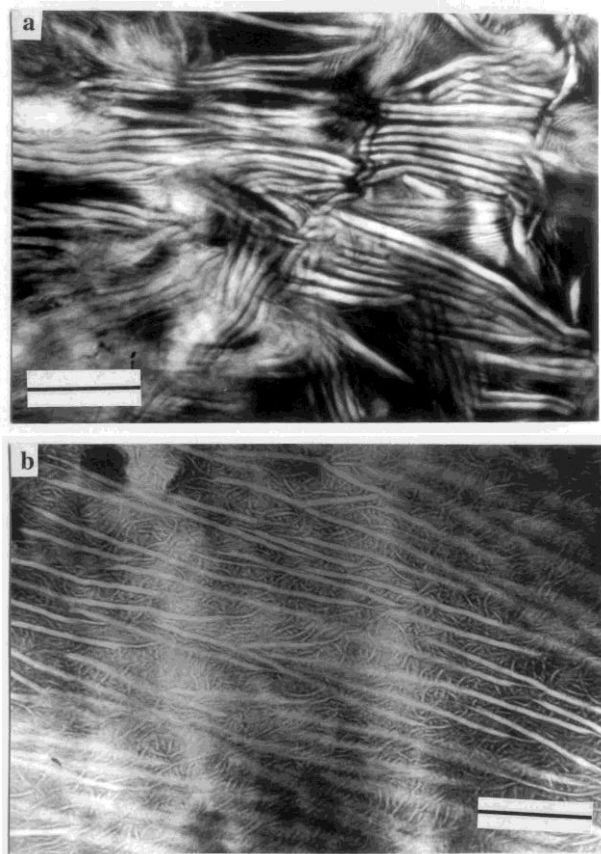


Figura 2. Imágenes de microscopía electrónica de transmisión de (a) polietileno de cadena lineal y (b) de una mezcla de 10% de polietileno de cadena lineal y 90% de polietileno ramificado, cristalizadas isotérmicamente a 126°C. La microescala en ambas imágenes representa 0,5 μm .

ELECTRONIC DIFFRACTION, HYDROXYAPATITE AND PROGRESS TOWARDS THE IDENTIFICATION OF THE CRYSTALLOGRAPHIC UNIT CELL OF HUMAN DENTAL ENAMEL

José Reyes-Gasga (1), Samuel Tehuacanero-Núñez (1), Francisco Sánchez-Ochoa (1)

(1) Departamento de Materia Condensada, Instituto de Física, UNAM, Circuito de la Investigación s/n, Ciudad Universitaria, Coyoacán 04510, CDMX, México.

Email: jreyes@fisica.unam.mx

Tooth enamel is the hardest tissue in the human body and its structural organization is identified as a hierarchical or multiscale composite material. At the micrometric level, it has been reported that human tooth enamel (HTE) is composed of 97% approximately of hydroxyapatite (HAP, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$), as well as an organic phase and water (3 %, approximately) [1]. However, experimentally there is still controversy over whether the hexagonal HAP phase of human tooth enamel occurs with the $\text{P6}_3/\text{m}$ group, or some other [2]. Furthermore, an excess/deficiency of hydrogen atoms has also been reported experimentally. The experimental observation of the elements C, Mg and Na in the HTE when it is analyzed in the scanning electron microscope (SEM) with the EDS technique (SEM-EDS) is explained by substitutions in the unit cell of HAP [1]. Thus, Ca^{2+} is replaced by Na^+ and Mg^{2+} ions; the PO_4^{3-} phosphate group is replaced with CO_3^{2-} ions; and the OH^- ions are replaced by CO_3^{2-} [1].

All this indicates that the unit cell of the HTE is not completely defined yet, although the model of the hexagonal structure of the HAP with space group $\text{P6}_3/\text{m}$ is used without complete verification. We have used density functional theory (DFT) to study the changes in the crystalline structure of the hexagonal HAP with space group $\text{P6}_3/\text{m}$ phase when the substitution of the OH^- , CO_3^{2-} , Mg^{2+} and Na^+ ions is carried out, taking care of their formation enthalpies values, and of the crystallography of the unit cell produced [3]. The crystallographic characteristics are analyzed through electron diffraction patterns, both in select area (SAED) and convergent beam (CBED) modes, all aimed at determining the HTE unit cell. The optimized structures of HAP, with and without substitutions, were visualized using the VESTA program. The HRTEM images and the SAEDPs were simulated using the SIMULATEM multilayer software. We have observed that when we do not restrict the unit cell to be hexagonal, it changes to triclinic easily. However, it is conclusively proven that the unit cell presented by the HTE is hexagonal, not triclinic, nor monoclinic [4]. Therefore, we have taken on the task of studying the above-mentioned substitutions, but within the hexagonal cell, and taking care that it is always maintained when the substitutions are made. By doing this, we observe that the minimum energy configuration implies that the positions of the substitutions within the unit cell are slightly modified. In the end, the results of the simulations carried out are compared with the experimental results, and the agreement they present is very good.

REFERENCES

- [1] Elliott, J. C. (1994). *Structure and chemistry of the apatites and other calcium orthophosphates*-Studies in Inorganic Chemistry, Vol. 18, Elsevier, Amsterdam.
- [2] Mugnaioli, E. et al., *Chem. Eur. J.* (2014) (20) (6849-6852)
- [3] Reyes-Gasga, J. et al., *Acta Crystallographica B* (2023) (79) (399–407)

ACKNOWLEDGMENTS

In this work we thank Rodrigo del Valle García for useful comments on this work, A. Morales Espino, D. A. Quiterio Vargas, R. Hernández Reyes, Dr. M. Moreno Ríos, Dr. S. Tehuacanero Cuapa and P. López Arriaga for the technical support provided. We thank the Central Microscopy Laboratory of the UNAM Institute of Physics for the characterization by electron microscopy. We also appreciate the financial support of DGAPA-UNAM through the PAPIIT project No. 100923.

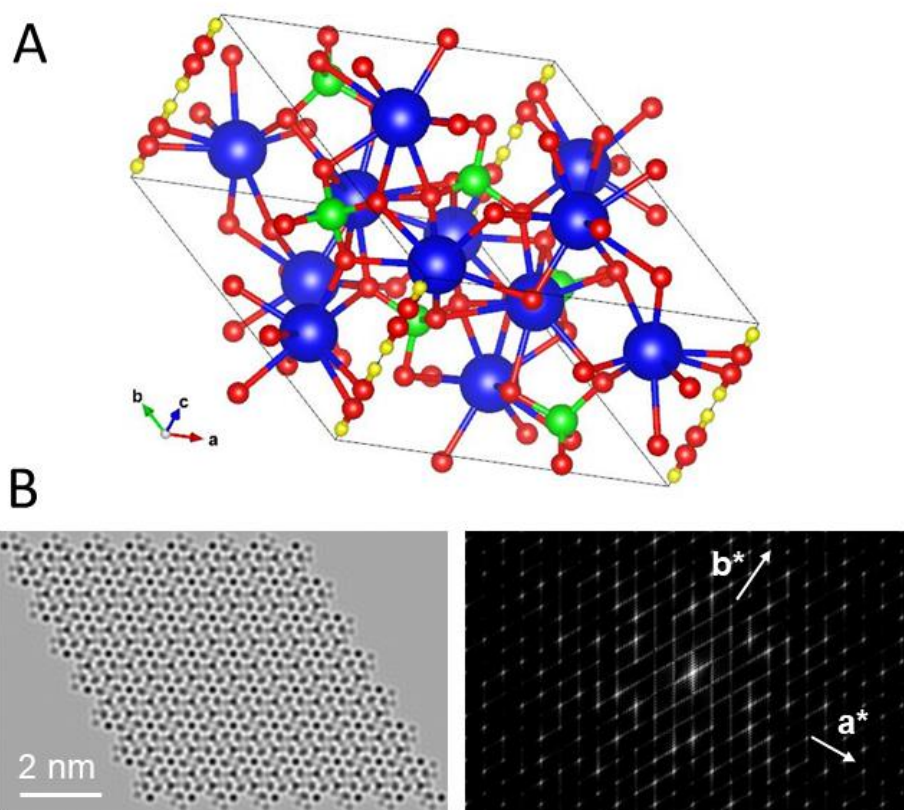


Figure 1. A) HAP unit cell with space group P63/m. Ca in blue, O in red, P in green, and H in yellow. .B) Simulated HRTEM images of the HAP hexagonal unit cell and their corresponding simulated SAEDP's. A) [0001], B) [10-10], C) [2-1-10]. The HRTEM simulation parameters were: Accelerating voltage of 200 kV, Cs of 0.1 mm, Scherzer defocus of -15.8 nm with point-to-point resolution of 0.12 nm.

Resúmenes

Ciencias

de la Vida

EFFECTO DE LAS ESTATINAS SOBRE EL EPITELIO INTESTINAL Y SU IMPACTO EN LA MICROBIOTA DE *Rattus norvegicus* Sprague Dawley

Lorena Abadía-Patiño (1), Luz Marina Rojas (2)

(1) Laboratorio de Resistencia Bacteriana del Dpto. de Biomedicina del IIBCAUDO, Cumaná, estado Sucre, Venezuela2)
Laboratorio de Histopatología del Dpto. de Biomedicina del IIBCAUDO Cumaná, estado Sucre, Venezuela.
labadia@udo.edu.ve

La atorvastatina se utiliza ampliamente en la población adulta con trastornos dislipidémicos (1). Recientemente se supo que las estatinas tienen actividad antibacteriana (2, 3). Por este motivo, se estudió el efecto de la atorvastatina en el intestino (hábitat de la microbiota intestinal). Se realizó un estudio experimental *in vivo* con un grupo control y otro con atorvastatina durante seis meses, en ratas Sprague Dawley macho adultas. Todos los ejemplares recibieron la misma cantidad y el mismo tipo de alimento por jaula. Se tomaron hisopos rectales de todas las ratas al inicio y cada mes hasta el sexto mes. Los hisopos se sembraron en agar EMB, para aislar cepas de *Escherichia coli*, y en agar BHI, suplementado con gentamicina y NaCl al 6,5%, para aislar *Enterococcus* spp. Al sexto mes del estudio, las ratas fueron sacrificadas para la obtención de la tripa, para su preparación en bloques de resina epóxica y posterior estudio histológico bajo microscopio óptico. El porcentaje de asimilación se realizó pesando la comida y la materia fecal de las ratas. Luego, todas las muestras fueron secadas e incineradas. Los resultados fueron recogidos en un documento Excel. Comparado con el grupo control [Fig. 1], el grupo atorvastatina [Fig. 2] mostró daños estructurales en el intestino (duodeno, yeyuno, íleon y colon), que van de moderados a graves. Los bordes del epitelio intestinal se observan rotos con pérdida de su integridad (Fig. 2A y 2B). Las criptas del grupo atorvastatina (Fig. 2A) disminuyeron de tamaño respecto a las del grupo control (Fig. 1A). También se observó edema a nivel de la submucosa (Fig. 2D) a diferencia del control (Fig. 1D). Respecto a las heces de las ratas, las de los controles fueron más voluminosas (91,21 mg) que las de las ratas tratadas con atorvastatina (33,45 mg). El porcentaje de asimilación varió en las ratas control (87%) respecto a las que estaban en tratamiento con atorvastatina (54%). En este estudio, la malabsorción en las ratas tratadas con atorvastatina durante seis meses, se traduce como el bajo rendimiento en la eficiencia de asimilación, no viene por problemas genéticos, sino por deterioro adquirido en la superficie de absorción del epitelio intestinal. En ratas tratadas con atorvastatina, se observó crecimiento de *E. coli* en los cuatro cuadrantes de la placa durante el primer mes, pero en menor medida que en las ratas de control. A partir del segundo mes de tratamiento, el crecimiento bajó a dos cuadrantes y se redujo el tamaño de las colonias. En ratas tratadas con atorvastatina, se observó una disminución en el tamaño de las colonias de *Enterococcus* y el crecimiento disminuyó gradualmente a lo largo de los meses. Conclusión: El uso prolongado de atorvastatina creó disbiosis intestinal al destruir la estructura histológica del intestino, hábitat de la microbiota intestinal.

REFERENCIAS

- [1] Bhattarai AK et al. Use of Statins as Lipid Lowering Agent in Hypercholesterolemia in a Tertiary Care Hospital: A Descriptive Cross-sectional Study. *JNMA J Nepal Med Assoc.* (2020) (58) (232):1031-1035.
- [2] Bergman P, et al. Studies on the antibacterial effects of statins - *in vitro* and *in vivo*. *PlosONE.* (2011)(6)(8):e24394.
- [3] Masadeh Met al. Antibacterial activity of statins: a comparative study of atorvastatin, simvastatin, and rosuvastatin. *Annals ClinMicrobiolAntimicrob.*(2012) (11):1–5.

AGRADECIMIENTOS

A los técnicos Antonio Gómez y Milagro Moreno.

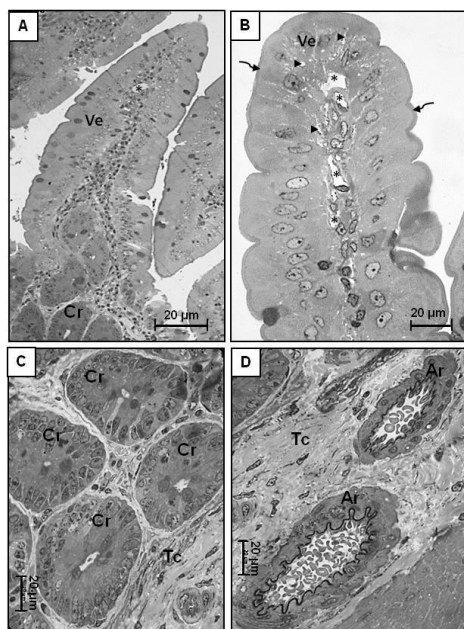


Figura 1. Cortes del intestino delgado a nivel del duodeno del grupo control. A y B. Vellosidades de la mucosa mostrando una estructura estable. C. Corte transversal de las criptas. D. Tejido conectivo del duodeno donde se evidencian arterias llenas de eritrocitos. Ve: Vellosidad; Asterisco: vaso quilífero central; Cabeza de flecha: vasos sanguíneos; Cr: Criptas; Tc: Tejido conectivo; Ar: Arteria.

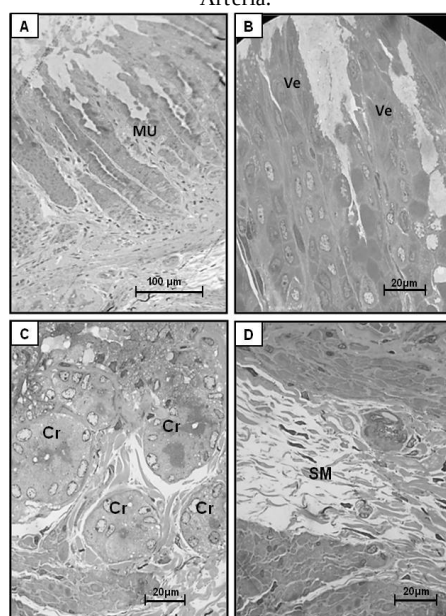


Figura 2. Cortes del intestino delgado a nivel del duodeno del grupo atorvastatina. A. Panorámica donde se observa la alteración de la mucosa. B. Detalle de las vellosidades mostrando irregularidades en el borde. C. Detalle de las criptas donde se evidencia la disminución de su tamaño con respecto al grupo control, la baja densidad celular y edema en sus zonas circundantes. D. Edema a nivel de la submucosa. Ve: Vellosidades necrosadas; Cr: Criptas; SM: Submucosa; ME: Muscular estriada.

DIFERENCIA DE SUCEPTIBILIDAD DE AISLADOS DE *Trypanosoma cruzi* A 22-HIDRAZONA-IMIDAZOLIN-2-IL-5-COLESTA-3 β -OL

Antonio Gómez¹, Zulay Simoni¹, Dwight Arrieche¹, Lourdes Figuera¹, Gonzalo Visbal² y Edgar Marchán¹

1. Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas Dra. Susan Tai, Universidad de Oriente, Venezuela.
2. Instituto Nacional de Metrologia, Normalizaçao e Qualidade Industrial-(Inmetro), Xerém, Brazil
antonioomez32@gmail.com

La Enfermedad de Chagas (ECh) es una parasitosis crónica causada por parásitos del Orden Kinetoplastida +*Trypanosoma cruzi*. La infección ocurre por medio de insectos hematófagos del Orden Rudiviidae. La invasión del hombre a los ecótopos naturales, así como el establecimiento de los vectores en las viviendas humanas, asociadas a precarias condiciones socioeconómicas, hacen de la ECh un grave problema de salud pública en América Latina [1, 2]. En ese sentido, hasta ahora las drogas de primera elección indicadas son Nifurtimox (Bayer) y Benznidazol (Roche), que actúan vía reducción del grupo nitro para formar radicales inestables como el nitroanión las cuales tienen una actividad significativa durante la fase aguda de la enfermedad, provocando la cura parasitológica hasta en un 80% de los pacientes tratados oportunamente, sin embargo, durante la fase crónica de la enfermedad tienen muy baja actividad tripanocida, siendo más del 80% de los pacientes tratados refractarios al tratamiento. Actualmente, no se cuenta con un tratamiento efectivo. En la búsqueda de nuevas alternativas quimioterapéuticas racionales, se evaluó la susceptibilidad de epimastigotes de *T. cruzi*, aislado SPG-I (*Panstrongylus geniculatus*, estado Sucre, genotipo Tc I) y aislado BHS (brote oral de municipio Chacao, Distrito Capital, genotipo Tc I) frente a 22-hidrazona-imidazolin-2-il-5-colesta-3 β -ol, potente inhibidor de 24-esterol-metiltransferasa (24-EMT, exclusiva de hongos y protozoarios). Los epimastigotes fueron mantenidos en fase exponencial en medio LIT con 10% de suero fetal bovino inactivado a 26°C con agitación a 120 rpm y tratados con la droga (rango μ M) por 72 horas. El crecimiento se determinó en cámara de Neubauer; el análisis ultraestructural utilizando métodos convencionales para Microscopía Electrónica de Transmisión (MET); el perfil lipídico por Cromatografía en Capa Fina (CCF) y la citotoxicidad en linfocitos humanos por exclusión de azul de tripano. Se encontró un potente efecto antiproliferativo dosis-dependiente en ambos aislados, asociado a pérdida de movilidad e hinchamiento previo a lisis celular. Asimismo, una diferencia de susceptibilidad entre los aislados reflejado en las concentraciones efectivas: SPG-I (CI₅₀=6,7 μ M/CMI=9 μ M) vs BHS (CI₅₀=12,7 μ M/CMI =13,6) con recuperación del crecimiento en esta última. Los perfiles lipídicos de los epimastigotes de ambos aislados tratados con las concentraciones efectivas de la droga fueron diferentes y consistentes con posible disminución de la proporción de esteroides esenciales, acompañado de acumulación de precursores de la 24-EMT, que corresponden con las alteraciones ultraestructurales observadas como: pérdida de la integridad de la membrana plasmática y mitocondrial, incluyendo evaginaciones características de células apoptóticas y abundantes vacuolaciones. En contraste, 30 μ M de la hidrazona (3,33 y 2,21 veces superiores a las CMIs de SPG I Y BHS, respectivamente) no resultó citotóxica en linfocitos humanos. Estos hallazgos demuestran una diferencia notable de susceptibilidad de aislados naturales de distinta procedencia a la misma droga, asociada con alteraciones de membranas característico de células apoptóticas consistentes con un posible bloqueo específico de 24-EMT, sin daño a células inmunocompetentes humanas, constituyendo así un posible blanco diferencial de acción tripanocida. En consecuencia, 22-hidrazona-imidazolin-2-il-5-colesta-3 β -ol es una prometedora herramienta quimioterapéutica racional a evaluar *in vivo* en modelos experimentales de la ECh.

REFERENCIAS

- [1] Urbina JA 2010. Specific chemotherapy of Chagas disease: relevance, current limitations and new approaches. *Act. Trop.* 115: 55–68.

- [2] World Health Organization (WHO,2023). "Chagas Disease". The disease and its impact". Emerging and other communicable disease surveillance and control (EMC). Ginebra.Mayo2000 .<<http://www.who.int/chagas-control.htm>> (28/01/24).

AGRADECIMIENTOS

- FONACIT Proyecto G-2005000827.

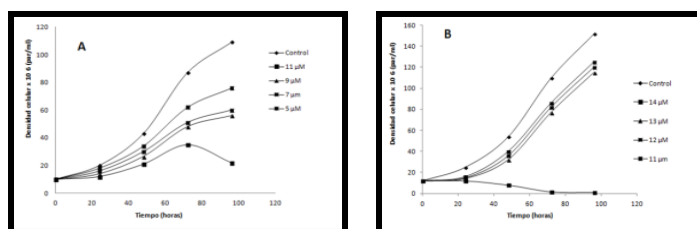


Fig. 1: Efecto de 22-hidrazona-imidazolin-2-il-5-colesta-3 β -ol sobre el crecimiento *in vitro* de epimastigotes de *T. cruzi*. A: Aislado SPG-I. B: Aislado BHS

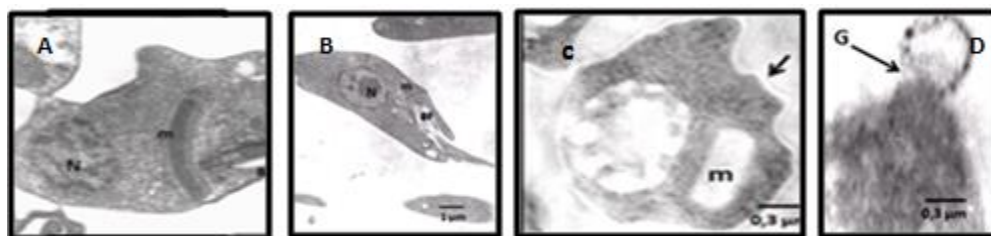


Fig 2: Ultraestructura de epimastigotes de *T. cruzi*, aislado SPG-I. A y B) Sin tratamiento; N: núcleo; m: mitocondria; C y D) Tratados con CI₅₀ de 22-hidrazona-imidazolin-2-il-5-colesta-3 β -ol.

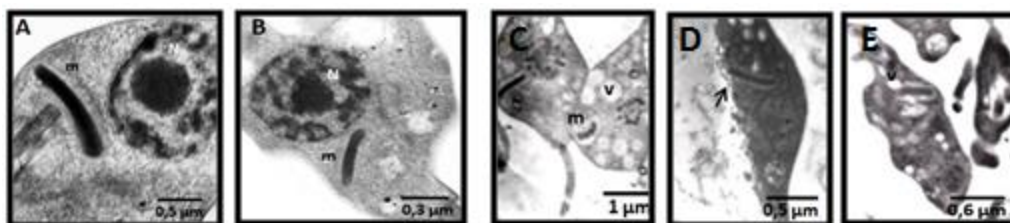


Fig 3: Ultraestructura de epimastigotes de *T. cruzi*, aislado BHS. A y B) Sin tratamiento; C, D y E) Tratados con CI₅₀ de 22-hidrazona-imidazolin-2-il-5-colesta-3 β -ol.

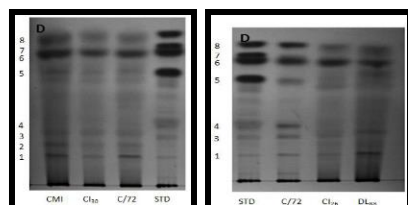


Fig 4: CCF de los lípidos neutros de epimastigotes de *T. cruzi*, aislado SPG-I, 72 horas post-tratamientoI,

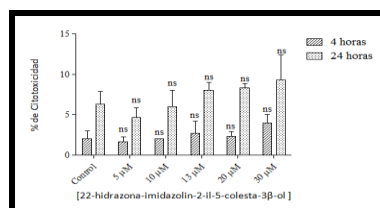


Fig 5: Evaluación de la Citotoxicidad 22-hidrazona-imidazolin-2-il-5-colesta-3 β -ol sobre linfocitos humanos durante 24 horas.

LA TAURINA COMO ANTIOXIDANTE SOBRE EL PANCREAS INMADURO DE RATAS EXPUESTAS A HIPEROXIA POSTNATAL

Luz Marina Rojas (1), Edgar Zapata (2), Horianny Hernández (1), Jenifer Ortiz (1), Ángel Camacho (1).

(1) Laboratorio de Histopatología del Dpto. de Biomedicina del IIBCAUDO Cumaná, estado Sucre, Venezuela.

(2) Laboratorio de Química, Escuela de Ciencias, Universidad de Oriente, Cumaná, estado Sucre, Venezuela.

lmarinarojas@gmail.com

El páncreas es una glándula mixta, con función, principalmente, exocrina que consiste en la secreción de enzimas digestivas producidas por los acinos pancreáticos y una función endocrina representada por los islotes de Langerhans, células que secretan y vierten, en el torrente sanguíneo, hormonas como la insulina y glucagón que controlan los niveles de glucosa en la sangre [1]. El páncreas nace inmaduro y cualquier parámetro adverso puede afectar su adecuado desarrollo y en consecuencia su buen funcionamiento. Para analizar el impacto de la oxigenoterapia y el efecto protector de la taurina (aminoácido antioxidante), sobre el páncreas del recién nacido prematuro, se utilizaron técnicas bioquímicas e histológicas. Para esto, dos grupos de ratas recién nacidas de la cepa Sprague-Dawley fueron expuestas a hiperoxia junto con su madre, desde su nacimiento hasta el día P6, P9 y P12. La madre de uno de los grupos tomó solución de taurina al 3% como agua de beber y la madre del otro grupo tomó solo agua. Dos grupos similares, pero sin hiperoxia fueron utilizados como controles. El estrés oxidativo se evaluó mediante el método de análisis de sustancias reactivas del ácido tiobarbitúrico (TBARS), por métodos espectrofotométricos, mientras que para la histología se aplicó la técnica de embebido en plástico [2]. La concentración de TBARS en el grupo hiperoxia fue significativamente superior a la de los demás grupos comparados. Los daños histológicos en el páncreas exocrino incluyeron procesos de necrosis y edematización del tejido intersticial con la inminente pérdida estructural del sistema exocrino del páncreas caracterizado por la separación de los acinos pancreáticos. En el páncreas endocrino se observó la edematización de los capilares en los islotes de Langerhans y sus zonas circundantes. El estrés oxidativo está involucrado en la patogénesis de la inflamación inducida por el daño a los islotes pancreáticos [3]. Esta alteración puede traer como consecuencia problemas de mala difusión del oxígeno y nutrientes hacia las células β que se encuentran asociadas a los capilares del islote (González-Mujica, 2017). Las células β son las encargadas de sintetizar y segregar la insulina, la hormona que controla los niveles de glucosa en la sangre. La falta de nutrientes en las células β puede conducir a la alteración estructural y fisiológica de las mismas y por consiguiente la disminución de la insulina en la sangre lo que puede conducir a problemas de hiperglucemia. En contraste, en el grupo hiperoxia-taurina disminuyó la concentración de TBARS indicando un descenso del estrés oxidativo en el tejido pancreático. En este grupo no se observaron procesos necróticos tanto el páncreas exocrino como en el endocrino mostraron una estructura similar a la del grupo control. Los resultados reflejan la eficiencia de la taurina como un agente antioxidante preventivo contra el daño oxidativo del páncreas causado por la hiperoxia postnatal en las ratas en desarrollo.

REFERENCIAS

- [1] Mahadevan, V. (2016) "Anatomy of the pancreas and spleen. Surgery". 34 (6): 261-265.
- [2] Rojas LM, Zapata E, Centeno P y Camacho A. (2022) "Histopatología y concentración de TBARS del músculo en ratas recién nacidas expuestas a hiperoxia y el efecto protector de la taurina". *Acta Mic.* 31 (1) 4-12.
- [3] Mense, M. y Rosol, T. (2018) "Endocrine Pancreas. Boorman's Pathology of the Rat: Reference and Atlas. Chapter". 35:695-704.

AGRADECIMIENTOS

Este estudio fue financiado por el Fondo Nacional de Ciencia, Tecnología e Innovación (FONACIT), el Consejo de Investigación del Núcleo de Sucre de la Universidad de Oriente (CINS-UDO) y el Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas de la Universidad de Oriente "Dra. Susan Tai" (IIBCAUDO).

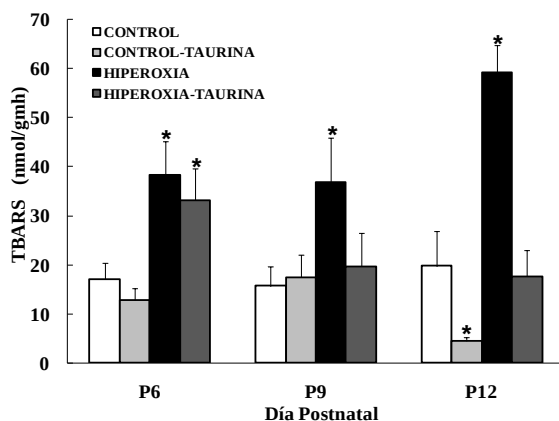


Figura 1. Comparación de la concentración de TBARS en el páncreas de las ratas en los grupos: control, control-taurina, hiperoxia, e hiperoxia-taurina en los días postnatales P6, P9 y P12. Los asteriscos significan las diferencias entre los tratamientos.

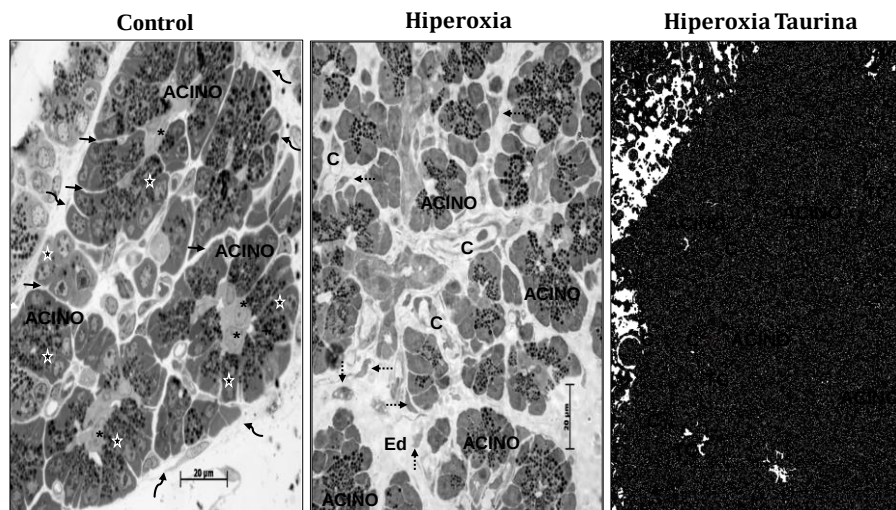


Figura 2. Micrografías del páncreas exocrino. A. Grupo control, B. Grupo Hiperoxia, C. Grupo hiperoxia-Taurina. Estrella: Célula acinar; Flecha recta: espacio entre células acinares; flechas curvas: lámina basal; C: Capilares; Ed: edema; Flecha punteada: Células estrelladas activadas; Tc: Tejido conectivo.

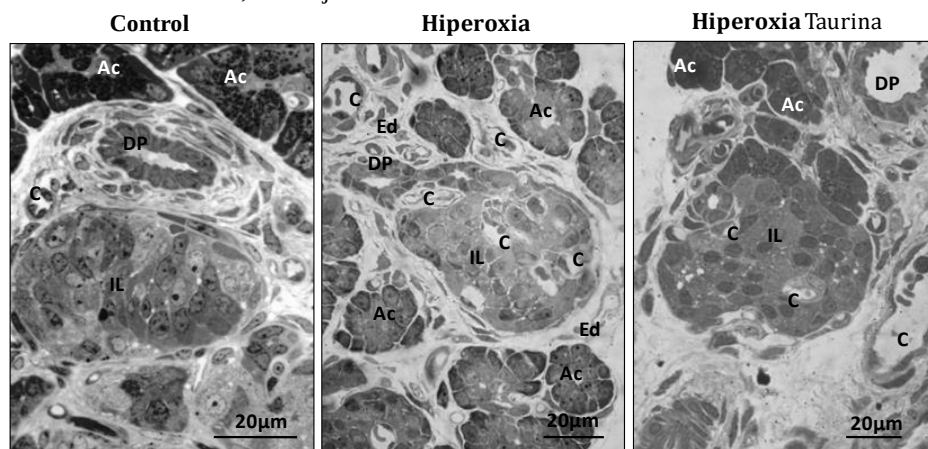


Figura 3. Micrografías del páncreas endocrino. A. Grupo control, B. Grupo Hiperoxia, C. Grupo hiperoxia-Taurina. IL: Islote de Langerhans; C: Capilares; Ed: edema; DP: Ducto pancreático Ac: Acino.

APLICACIÓN DE HIBRIDACIÓN FLUORESCENTE IN SITU (FISH) CUANTITATIVO PARA IDENTIFICAR Y ESTIMAR RIESGOS DE INFECCIÓN POR *Helicobacter pylori* EN FUENTES DE AGUA: CASO DE ESTUDIO LA GUAIRA

Milagro Fernández-Delgado* (1), Lorenzo Caniglia (1), Paula Suárez (2), Víctor Salazar (3), María Verónica Dávila (3), Andreina Bendayan (1), Iván Vilchez (1), Rosamar Lugo (1), Miguel Villegas (4), Christine Cagnon (5)

(1) Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Miranda, Venezuela. (2) Departamento de Biología de Organismos, Universidad Simón Bolívar, Caracas, Venezuela. (3) Centro de Biofísica y Bioquímica, IVIC. (4) Universidad Metropolitana, Caracas, Venezuela. (5) Université de Pau et des Pays de l'Adour, Francia.

Email: milagro.fernandez@gmail.com

La Guaira presenta deficiencia en el suministro y calidad del agua potable, contaminación por aguas servidas y escasa información epidemiológica sobre la prevalencia de patógenos gastrointestinales de transmisión acuática, particularmente *Helicobacter pylori*. Esta bacteria es agente causal de gastritis, úlceras y carcinoma gástrico [1]. Actualmente, se encuentra como candidato indicador de calidad del agua potable en la Agencia de Protección Ambiental de EEUU [2]. Debido a su difícil detección en fuentes de agua por cultivo y otros métodos convencionales, se han propuesto para su identificación fidedigna técnicas de biología molecular y microscopía. Entre éstas, la Hibridación Fluorescente *in situ* (FISH) presenta alta especificidad para la identificación de ácidos nucleicos de *H. pylori* en el ambiente, mayor sensibilidad que la Reacción en Cadena de la Polimerasa (PCR) y permite la visualización por microscopía de fluorescencia de la morfología celular bacteriana, biopelículas, entre otros factores de virulencia [3]. Por consiguiente, este estudio tuvo como objetivo evaluar *H. pylori* por FISH en fuentes de agua de Naiguatá, La Guaira, optimizando su identificación ambiental y estimando el riesgo de infección mediante su cuantificación celular por análisis de imágenes con el programa ImageJ (versión 1.5.4). Adicionalmente, se determinó la calidad bacteriológica de aguas recolectadas durante noviembre y diciembre de 2016, empleadas para consumo y uso humano de la localidad, donde se encuentra una planta potabilizadora de Hidrocapital en la sede de la Universidad Simón Bolívar (USB), con comedor para la comunidad de esta Institución, aguas superficiales y subterráneas provenientes del Parque Nacional Waraira Repano y playas. Se analizaron filtrados de agua mediante PCR para la detección del gen *16S ARNr* del género *Helicobacter* [4] y por FISH para la visualización, identificación y cuantificación de células positivas a *H. pylori* con la sonda Hpy-1 dirigida a una región específica del gen *16S ARNr* de esta bacteria. Para el FISH, los filtrados de agua se procesaron de acuerdo a Duarte et al. (2021). Imágenes representativas fueron escogidas de 5-10 campos visualizados en un microscopio Nikon Eclipse E600 con los filtros G2A y B2A para los fluoróforos Cy3-5' y Alexa Fluor 488 N-5', respectivamente [4]. Este estudio demuestra por primera vez la presencia del género *Helicobacter* por PCR y de *H. pylori* por FISH en aguas de La Guaira (Tabla 1), confirmando por esta última técnica la presencia de células con fluorescencia roja característica de la sonda específica de esta especie en todos los sitios de muestreo, a excepción de las aguas provenientes del P.N. Waraira Repano (sitio 1). Adicionalmente, se observó predominantemente la morfología cocoide de *H. pylori*, indicativa del estado latente o viable no cultivable (VNC) reportado como una fase infecciosa ambiental (1, 3-5) (Figura 1). El análisis cuantitativo en las muestras positivas a *H. pylori* demostró concentraciones de 150-900 cel/ml, sugiriendo un riesgo elevado de adquirir infección por este patógeno (Tabla 1). Finalmente, se estimaron en todos los sitios números superiores de coliformes totales y fecales (2-3.000 y 2-300 NMP/100ml, respectivamente; Tabla 1) a lo permitido por la normativa nacional para los fines de consumo y uso humano a excepción del agua de mar en playa Los Ángeles, cuyos valores indicaron que la misma es apta para uso recreacional. Estos resultados revelan que las aguas evaluadas en Naiguatá pueden actuar como vía de transmisión de la infección por *H. pylori* y son inadecuadas para consumo como agua potable, requiriendo métodos de tratamiento efectivos para su desinfección.

REFERENCIAS

- [1] Aziz, R.; Khalifa, M.; Sharaf, R. (2013) "Contaminated water as a source of *Helicobacter pylori* infection: A review". Journal of Advance Research. 6: 539-547.
- [2] USEPA (2016) Contaminant Candidate List (CCL) and regulatory determination. <https://www.epa.gov/ccl/draft-contaminant-candidate-list-4-ccl-4> (Acceso, Julio 2020).
- [3] Fernández-Delgado, M.; Contreras, M.; García-Amado, M.A.; Michelangeli, F.; Suárez, P. (2008) "Evidencias de la transmisión acuática de *Helicobacter pylori*". Interciencia. 33: 412- 417.
- [4] Duarte, N.; Salazar, V.; Casanova, G.; Suárez, P.; Fernández-Delgado, M. (2021) "Occurrence of *Helicobacter* spp. and fecal bacterial contamination in high altitude aquatic environments from the Andes". Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology. 107: 433-440.

Tabla 1. Determinación de *H. pylori* e indicadores bacteriológicos en aguas de Naiguatá, La Guaira

Sitios	<i>Helicobacter</i> spp. y <i>H. pylori</i>			Indicadores bacteriológicos de calidad de aguas	
	PCR	FISH		Coliformes totales (NMP ¹ /100 ml)	Coliformes fecales (NMP/100 ml)
	16S ARNr <i>Helicobacter</i>	16S ARNr <i>H. pylori</i> cualitativo	cuantitativo (cel/ml)		
1) Riachuelo proveniente del P.N. Waraira Repano, antes de Cantera		-	0	1.100	110
2) Aguas superficiales después de Cantera			350	3.000	300
3) Aguas subterráneas antes de tratamiento en planta potabilizadora de Hidrocapital			150	2	2
4) Agua tratada en planta potabilizadora de Hidrocapital	+	+	850	170	30
5) Agua de consumo en el comedor de la USB (agua tratada con filtro)			150	240	80
6) Agua marina (Playa Los Ángeles)			900	8	4

¹NMP: Número más probable

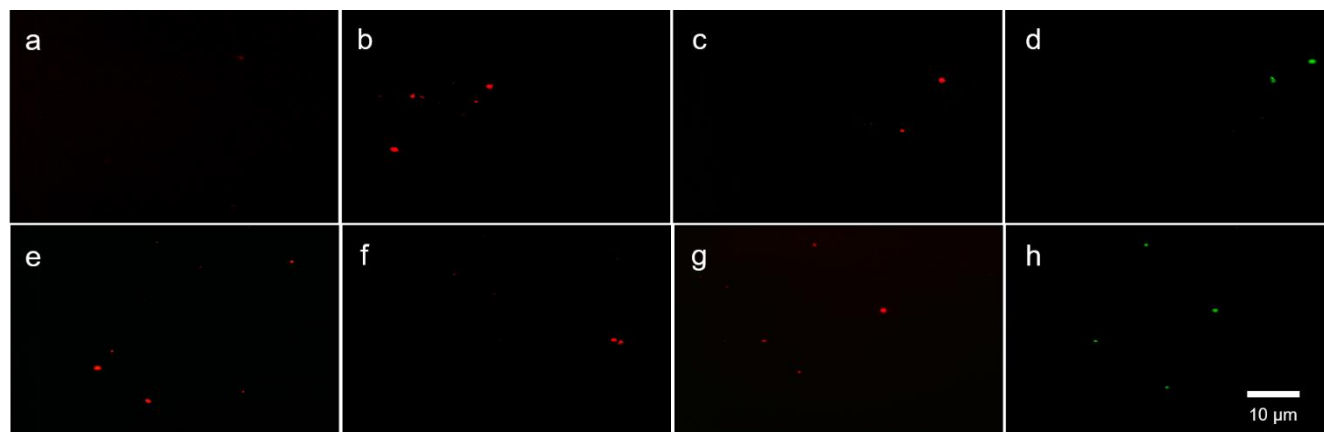


Figura 1. Detección de *H. pylori* por FISH en fuentes de agua de Naiguatá, La Guaira. Se observan células predominantemente cocoides con fluorescencia positiva a la sonda específica Hpy-1 (roja) en muestras de los sitios 2-6: aguas superficiales después de Cantera (b), subterráneas antes de tratamiento en planta potabilizadora de Hidrocapital (c), tratadas en planta potabilizadora de Hidrocapital (e), de consumo en el comedor de la USB (f) y agua marina en Playa Los Ángeles (g). La morfología cocoide es indicativa del estado VNC en *H. pylori* y le permite a la bacteria persistir por períodos prolongados en los sistemas acuáticos como una fase latente e infecciosa ambiental. No se identificó al patógeno en riachuelo proveniente del P.N. Waraira Repano o sitio 1 (a). Las imágenes (d) y (h) corresponden a eubacterias (control positivo del ensayo). Imágenes representativas fueron escogidas de 5-10 campos. Barra: 8 μm.

MAREA ROJA DE *AKASHIWO SANGUINEA* (DINOFLAGELLATA, DINOPHYCEAE) AL SUR DE LA ISLA DE COCHE, COSTA ORIENTAL DE VENEZUELA

Gisela Estrella¹, Zairelys García-Medina¹, Hernán Marín¹, José Lunar², Dwight Arrieche³

(1) Universidad de Oriente/ Escuela de Ciencias/Departamento de Biología Cumaná, Venezuela.

(2) Centro Nacional de Pesca y Acuicultura (CENIPA), Isla de Margarita, Venezuela.

(3) Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas (IIBCA)/Universidad de Oriente, Cumaná, Venezuela.

Email: gestrella62@gmail.com

Con frecuencia en las costas orientales de Venezuela se presentan floraciones algales, alguna de las cuales pueden ocasionar eventos nocivos por consumo de moluscos bivalvos. El impacto negativo de estos eventos es principalmente en las comunidades pesqueras locales que dependen económicamente de su extracción y procesamiento artesanal. Las especies fitoplanctónicas que ocasionan dichos eventos en las costas venezolanas pertenecen a varios grupos taxonómicos: dinoflagelados, diatomeas, rafidofitas y ciliados principalmente [1]. En el mes de julio del año 2023 se presentó una proliferación de microalgas (marea roja o turbio) al Sur de la isla de Coche a 2,4 Km de la costa frente a la población de Güinima (Fig. 1). Para conocer la especie que ocasionaba el turbio y las especies acompañantes se colectaron cuatro muestras de agua a nivel subsuperficial (aprox. 40 cm). La cuantificación se realizó por el método de sedimentación de Utermöhl en un microscopio invertido (MOTIC AE20/21). Para la identificación se usó un microscopio compuesto (OLYMPUS CH-2) y claves taxonómicas específicas. Se midieron las variables ambientales de temperatura y salinidad *in situ* con sonda multiparamétrica (YSI). y se obtuvo información adicional a través de la evaluación de imágenes satelitales. El agua presentó una temperatura de 27,7 °C y una salinidad de 37 ‰. La especie causante del turbio fue *Akashiwo sanguinea*, un dinoflagelado desnudo (sin placa tecal), con una densidad poblacional de 67.080 cels. L⁻¹ (Fig. 2). La talla de los individuos fue de 60 µm en promedio (n=25) y las células presentaron su forma de tendencia pentagonal característica, epicono redondeado e hipocono bilobulado. Presentaron dos flagelos: el transversal ondulado en el *cingulum* y el longitudinal en el *sulcus*. Se observa hacia la parte central de las células el núcleo dinocarión que caracteriza a los dinoflagelados (Fig. 3). Las células exhibían una coloración con diversidad de tonos amarillos. Los cloroplastos se disponen radialmente desde el centro hacia la periferia donde se observa, además, gránulos blancos refringentes (Fig. 4). *A. sanguinea* ha sido reportado como una especie formadora de mareas rojas y ha estado relacionada a mortandad de peces e invertebrados marinos. También está asociado a dos eventos de mortandad masiva de aves: *Melanitta perspicillata*, *M. deglandi* y *Uria aalge* [2]. En Venezuela se ha registrado la presencia de *A. sanguinea* al Norte de la isla de la Tortuga [3] y en la costa norte del estado Sucre en programas de vigilancia. Sin embargo, no hay registro de florecimientos masivos de esta especie. *A. sanguinea* representa una especie nociva que debe ser monitoreada especialmente en la zona de mayor cantidad de recursos pesqueros en el oriente del país.

REFERENCIAS

- [1] La Barbera, A. y Estrella, G. (1996) "Ocurrence of toxic dinoflagellates and PSP on the northeast coast of Sucre state, Venezuela: Relationship with environmental parameters" En: Harmful and Toxic Algal Blooms (117) Yasumoto, T. *et al* (Eds) IOC UNESCO
- [2] Jones, T., Parrish, J., Punt, A., Trainer, V., Kudela, R., Lang, J., Brancato, M., Odell, A. and Hickey, B. (2017). "Mass mortality of marine birds in the Northeast Pacific caused by *Akashiwo sanguinea*".
<https://www.int-res.com/abstracts/meps/v579/p111-127/>
- [3] Rodríguez-Centeno, M., Díaz-Ramos, J., Charzeddine, L., Subero-Pino, S., Troccoli-Ghinaglia, L. (2010) "Biomasa y abundancia del fitoplancton en la isla La Tortuga, Dependencia federal, Venezuela" Bol. Inst. Oceanogr. Venezuela 49 (1): 77-86

AGRADECIMIENTOS.

A la población de pescadores de Güinima (Isla de Coche), a la dirección del CENIPA a cargo de la Lcda. Katiana Cedeño y al personal de apoyo y directivos de la Asociación de Profesores del Núcleo de Sucre (APUDONS).



Figura 1. Área de estudio con la ubicación de las estaciones (•).



Figura 2. Aspecto general del turbio. Preservadas con solución de Lugol. Micrografía al microscopio invertido. Barra 20 µm.



Figura 3. *A. sanguinea*. Posición dorsal. Epicono redondeado, hipocono bilobulado. Con material granular denso del tipo de almidón, que es revelado por la tinción de Lugol. Microscopio invertido. Barra 10 µm.

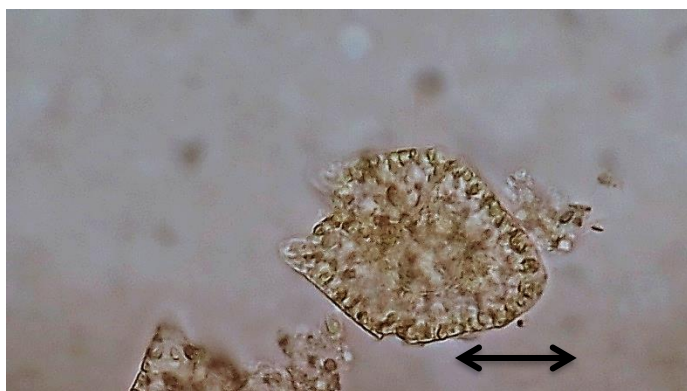


Figura 4. *A. sanguinea*, blanqueada con glicerina. Se observan inclusiones lipídicas en el borde de la célula, y estructuras globulares en el interior de reservas de almidón. Imagen en bajo foco al microscopio compuesto. Barra 5µm.

GAMETOGENESIS EN BIVALVOS TROPICALES Y SUBTROPICALES

Dwight Arrieche^{1*}, Trinidad Urbano de Sarcos², José M. Mazón³ y Alfonso N. Maeda³

(1) IIBCAUDO Dra. SusanTai, UDO.

(2) Laboratorio de Acuicultura, Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas, Sucre-Nueva Esparta.

(3) Centro de Investigaciones Biológicas del Noroeste S.C., La Paz, BCS, México

*darrieche@udo.edu.ve

Los moluscos son organismos apreciados como alimento a nivel mundial, con una producción en 2020 cercana a seis mil millones de toneladas por extracción y casi el triple por cultivo [1]. Este modelo de producción ha sido desarrollado en los últimos 50 años a través de la selección de especies, desarrollo de la tecnología para suplir un mercado en constante aumento, donde el conocimiento del ciclo gametogénico con las técnicas de acondicionamiento gonádico garantizan la producción continua de semillas. Los bivalvos presentan patrones anuales y estacionales de crecimiento, maduración y desoves dependientes de la disponibilidad de alimento y entre las variables ambientales la temperatura, que los separa en organismos tropicales, subtropicales, templados y de zonas muy frías. Un aspecto que me ha llamado la atención es el patrón de maduración sexual de las hembras de las familias Mytilidae y Pteridae del Caribe y el Golfo de California, en el cual la estacionalidad conduce a un patrón de maduración sexual sincronizada con máximos durante los meses de verano, mientras que en la costa nororiental de Venezuela, la disponibilidad de alimento junto a los pulsos de temperatura y surgencia, favorecen que se presenten desoves continuos a partir de la primera madurez sexual. Siendo el propósito de este trabajo hacer un análisis comparativo de las características microscópicas de la gametogénesis entre especies tropicales y subtropicales durante la primera madurez sexual y los desoves. Para la realización de este trabajo se recopiló la información obtenida de estancias de investigación, tesis doctoral del Golfo de California (GC) y proyectos desarrollados en el estado Sucre (ES), con la ostra perla de Calafia *Pinctada mazatlanica* (GC), el mejillón de laguna *Mytella strigata* (GC), el mejillón barbudo *Modiolus capax* (GC), la ostra perla del Atlántico *Pinctada imbricata* (ES) y el mejillón marrón *Perna perna* (ES). Las muestras fueron disectadas del complejo gónada y glándula digestiva, y procesadas por procedimientos para microscopía de luz de inclusión en parafina y tinción HE, Sudan Black y PAS, y de inclusión en resina epóxica con tinción de azul de toluidina. La escala de madurez sexual de la clase Bivalvia comprende cinco estadios; inmaduro (I), gametogénesis (II), madurez (III), desove (IV) y atresia (V) [2]. La gónada de *P. mazatlanica* en el estadio I no es posible distinguir macroscópicamente, los acinos están empaquetados en un fascículo con abundantes gametogonias circulares y células acompañantes de forma oval en la membrana del acino, y escasos ovocitos pedunculados de citoplasma denso (Fig. 1). Sin embargo en *P. imbricata* los gametos se forman intersticialmente en tejidos de la glándula digestiva y riñón hasta ordenarse en acinos compactos (Fig. 2, 3). *P. perna* presenta acinos dispersos entre las células adipogranulares que son desplazadas en la madurez sexual, con ovocitos agrupados en el lumen y gametos inmaduros en la periferia (Fig. 4). El desove se evidencia con los acinos vacíos y células inmaduras, donde se puede reiniciar la gametogénesis o lisarse los acinos, gametos y tejido de soporte. *Mytella strigata* se caracteriza por su potencial para colonizar, y se evidencia un alto contenido de reservas energéticas en los gametos (Fig. 5). *Modiolus capax* vive fijo a sustrato rocoso, formando colonias de varias cohortes que se han fijado en los progenitores, de modo que su esfuerzo reproductivo es menor, al garantizar mayor supervivencia de reclutas, destacando una pérdida de la integridad de las membranas y escasas reservas energéticas después del desove (Fig. 6). De modo que el éxito reproductivo de cada especie de bivalve está asociado a la disponibilidad de nutrientes, la edad, varía entre especies en respuesta a las tasas de supervivencia de las larvas y la disponibilidad de sustrato para fijarse.

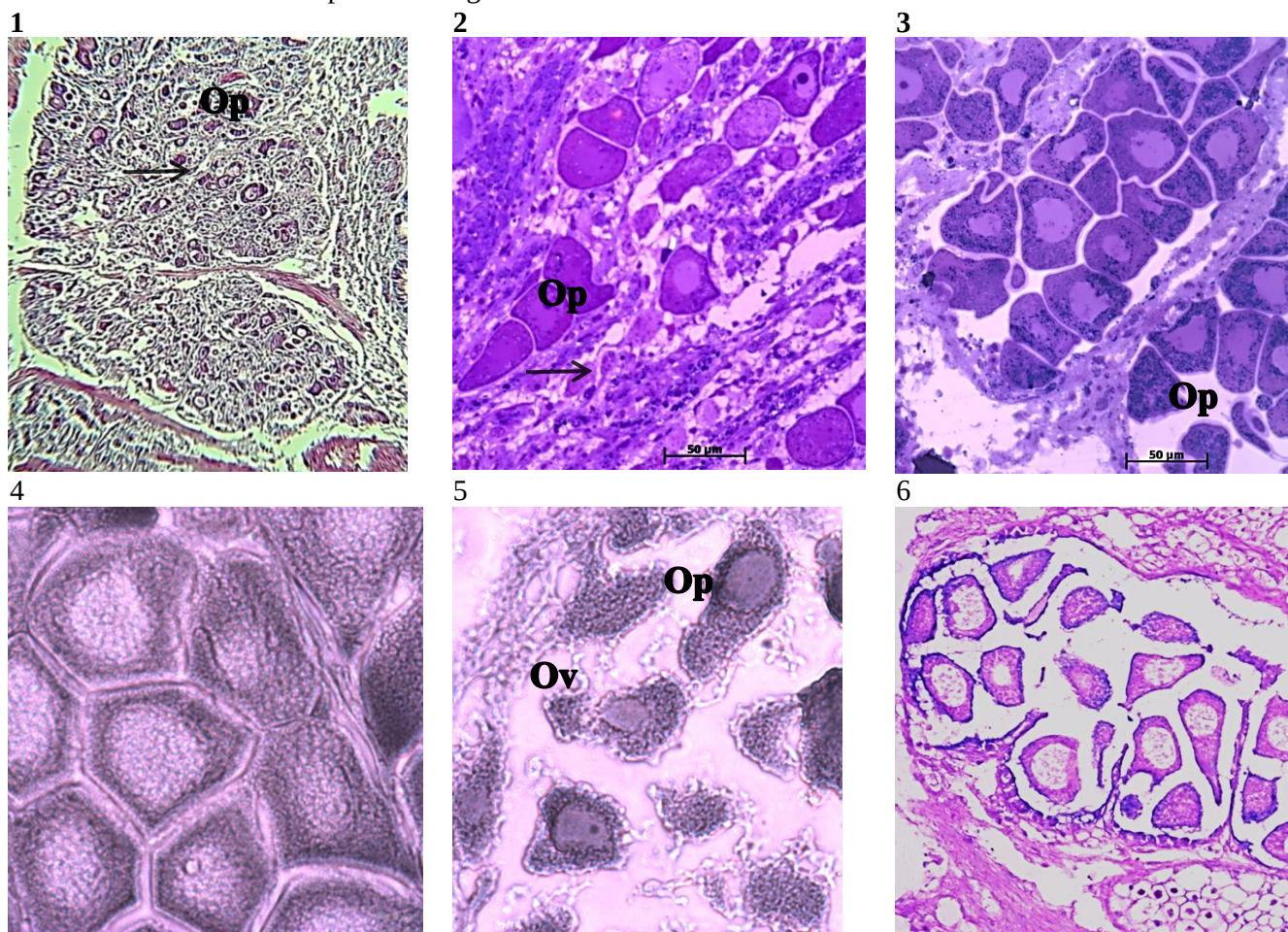
REFERENCIAS

- [1] FAO (2022) El estado mundial de la pesca y la acuicultura 2022. <https://doi.org/10.4060/cc0461es>
[2] Cáceres-Puig et al. (2016). Invertebrate Reproduction & Development, 60, 12 - 16.

AGRADECIMIENTOS.

Al Laboratorio de Histología del CIBNOR y los proyectos que financiaron el procesamiento de muestras. Al Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas por los insumos, equipos y apoyo para la realización de este trabajo. Al MinCyT y la Sociedad Venezolana de Microscopía y Microanálisis por su apoyo para la asistencia al CONVEMI 2024

Características microscópicas de las gónadas de hembras de bivalvos en los estadios de maduración sexual



1. *Pinctada mazatlanica* (GC) en estadio inmaduro, con abundantes ovogonias y células acompañantes en la membrana del acino, y ovocitos pedunculados. HE.

2. *Pinctada imbricata* (ES) en estadio inmaduro. Las ovogonias y ovocitos pedunculados se están agrupando para formar un acino. Flecha; célula acompañante. Ovogonia (Ov). Ovocito pedunculado (Op). AT.

Figura 3. *Pinctada imbricata* (ES) en gametogénesis, con ovocitos pedunculados (Op) en el acino. AT.

Figura 4. *Perna perna* (ES). Madurez sexual, con ovocitos viables en el lumen del acino. Se destaca el contenido de material lipídico en el citoplasma. Tinción Sudan Black.

Figura 4. *Mytella strigata* (GC). Estadio de madurez post desove y regeneración de gametos. Se observan restos celulares dispersos, con predominio de ovogonia y ovocito pedunculado. Imagen es sobre foco para contrastar la membrana celular del citoplasma cargado de componentes lípidos. Tinción Sudán Black.

Figura 5. *Modiolus capax* (GC). Estado de atresia. Hay ovocitos inmaduros con pérdida de la estructura nuclear y restos celulares dispersos. El tejido de soporte está vacuolizado. Tinción PAS.

EVIDENCIAS DE MORFOLOGÍA CELULAR ELONGADA DE *PROTEUS MIRABILIS* ASOCIADA A SUPERVIVENCIA AMBIENTAL POR TÉCNICAS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

Milagro Fernández-Delgado* (1), Fredi Sánchez (1), Andreína Bendayan (1), Víctor Salazar (2), Zoilabeth Duque (3), Paula Suárez (4)

- (1) Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Miranda, Venezuela. (2) Centro de Biofísica y Bioquímica, IVIC, Miranda, Venezuela. (3) Fundación Instituto Zuliano de Investigaciones Tecnológicas, INZIT, Zulia, Venezuela. (4) Departamento de Biología de Organismos, Universidad Simón Bolívar, Caracas, Venezuela. e-mail: milagro.fernandez@gmail.com

Proteus mirabilis es el principal agente causal de infecciones urinarias del tracto urinario superior y una bacteria oportunista. Este patógeno frecuentemente forma biopelículas sobre la superficie de catéteres y presenta multiresistencia a antimicrobianos. A pesar que se han descrito y caracterizado los mecanismos de patogenicidad y formación de biopelículas en cepas clínicas de *P. mirabilis* [1], muy poco se conoce de estos mecanismos en aislados ambientales (organismos superiores, moluscos, aguas, suelos, etc.), los cuales pueden actuar como potenciales patógenos y reservorios de genes de virulencia. Por consiguiente, el objetivo de esta investigación fue evaluar en una cepa ambiental de *P. mirabilis* (cepa M aislada de ostras del estado Falcón), la morfología celular y estructuras asociadas a biopelículas, supervivencia y patogenicidad, utilizando microscopía electrónica de transmisión (MET) y barrido ambiental (ESEM, por sus siglas en inglés). Similarmente, se evaluó una cepa clínica de referencia de *P. mirabilis* aislada de catéteres urinarios (CVCM Nro. 620). Para MET, ambas cepas fueron cultivadas en caldo Luria-Bertani a 37 °C hasta fase logarítmica, centrifugadas a 327 g por 10 min, resuspendidas en tampón Tris-HCl (10 $\mu\text{mol l}^{-1}$, pH 7,4) y teñidas negativamente con acetato de uranilo al 2%. Las muestras fueron examinadas en un microscopio modelo FEI CM10 a 80 kV. Para la observación de biopelículas por ESEM, ambas cepas fueron cultivadas con caldo infusión cerebro corazón con exoesqueletos de camarón estériles (empleados como superficie de quitina y denominados cupones). Todos los cultivos fueron incubados a 37°C por 4-96 h. Los cupones fueron fijados estérilmente en glutaraldehído al 2,5% con tampón cacodilato de sodio (0,1 M, pH 7,4), conservándose a 4°C hasta su observación en el microscopio Quanta 200FEG ESEM, operado a 4-6 kV y 130-190 Pa. Se seleccionaron aleatoriamente 20 posiciones sobre la superficie de cada muestra para obtener imágenes representativas. Se compararon diferentes morfologías y estructuras celulares observadas por TEM en los cultivos de ambas cepas y en biopelículas por ESEM. En la Figura 1, se determinó por TEM la presencia de bacilos elongados de 4-17 μm en la cepa ambiental (7,9%) y su ausencia en la cepa clínica (Figura 1a). Se estimaron promedios de longitud celular de $2,4 \pm 1,5 \mu\text{m}$ y $2,3 \pm 0,5 \mu\text{m}$ en las cepas clínica y ambiental, respectivamente. En base a la literatura [1], este estudio estableció como criterio de elongación a aquellas células con tamaño superior a 4 μm . Adicionalmente, las imágenes de MET muestran en ambos casos células bacilares con abundantes fimbrias, pero con escasos pili y flagelos (Figuras 1b y 1c). Las fimbrias se han descrito como uno de los factores de virulencia más importantes asociados con la adhesión de este patógeno a las células uroepiteliales y colonización de tejidos o superficies en la formación de biopelículas. Similarmente, los pili son estructuras ligeramente más largas que además participan en la conjugación bacteriana y transferencia de material genético. Por su parte, los flagelos son responsables de la motilidad y están implicados en el desarrollo temprano de las biopelículas [1]. Se confirmó por ESEM la morfología elongada de *P. mirabilis* ambiental y clínico en biopelículas, identificándose aglomerados de células alargadas de 4-20 μm , entrelazadas, en diferentes orientaciones e inmersas en matriz polimérica (Figura 2). Estos resultados muestran por primera vez evidencias de elongación celular en *P. mirabilis* de origen ambiental y la capacidad de estas células diferenciadas de conformar biopelículas. A pesar de no observarse por TEM células elongadas en la cepa clínica, éstas fueron identificadas por ESEM en las biopelículas. Trabajos previos han propuesto a dicha morfología como una estrategia de supervivencia y resistencia a condiciones adversas, así como un mecanismo de patogenicidad que le permite a la bacteria

colonizar las áreas más superiores del tracto urinario con la formación de biopelículas [1-3]. Estos estudios contribuyen al conocimiento de los factores de virulencia y mecanismos de patogenicidad de cepas clínicas y ambientales de *P. mirabilis*, cuya importancia es cada vez mayor en el área de salud pública. Posteriores estudios que empleen estas técnicas de microscopía y otras herramientas de biología molecular son necesarios para caracterizar la acción de fármacos y/o nanocompuestos en la inhibición de moléculas y estructuras implicadas en las biopelículas, como estrategias de control y tratamiento de infecciones causadas por este patógeno.

REFERENCIAS

- [1] Schaffer, J.N.; Pearson, M. (2016) “*Proteus mirabilis* and Urinary Tract Infections. Microbiol Spectr. 3: 10.
- [2] Belas, R.; Suvanasuthi, R. (2005) “The ability of *Proteus mirabilis* to sense surfaces and regulate virulence gene expression involves FliL, a flagellar basal body protein. J Bacteriol. 187: 6789-6803.
- [3] Wilks, S.A.; Fader, M.J.; Keevil, C.W. (2015) Novel Insights into the *Proteus mirabilis* Crystalline Biofilm Using Real-Time Imaging. PLoS One. 10: e0141711.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a K. Balzan, personal del INZIT y Y. Serrano (Departamento de Biología de Organismos, USB) por la asistencia y facilidades en el trabajo experimental, así como a H. Chirinos por su colaboración en el muestreo en el Golfete de Cuare, estado Falcón.

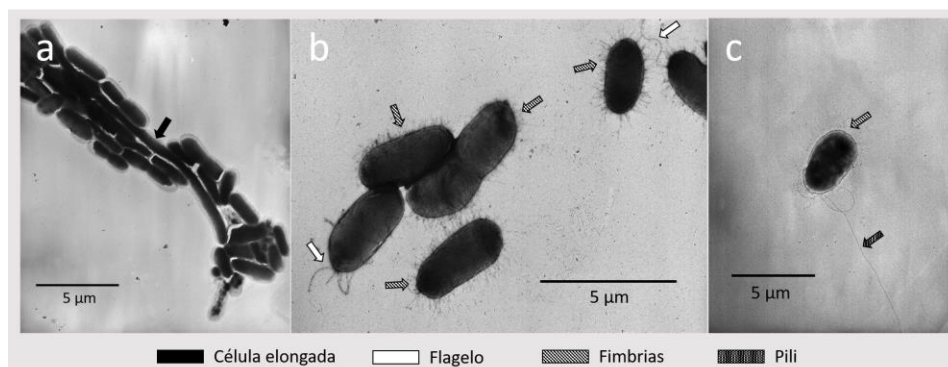


Figura 1. Micrografías representativas de MET que muestran célula elongada en cepa ambiental de *P. mirabilis* (a) y distintas estructuras celulares asociadas a adherencia y mecanismos de patogenicidad (fimbrias, pili y/o flagelos) en cepa ambiental (b) y clínica (c) de esta bacteria. Barra: 5 μ m.

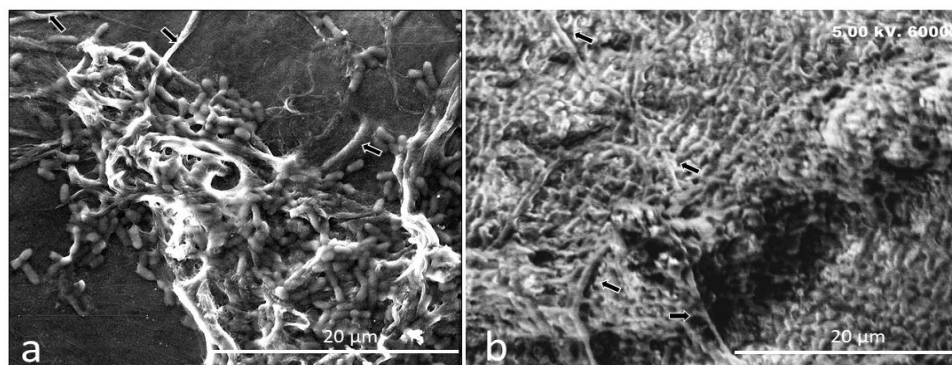


Figura 2. Micrografías representativas de ESEM que muestran células elongadas (señaladas con flechas) de cepas ambiental (a) y clínica (b) de *P. mirabilis* en biopelículas formadas sobre quitina. Barra: 20 μ m.

VARIACIONES MORFOLÓGICAS DE LA HIPÓFISIS DE *OREOCHROMIS MOSSAMBICUS* DURANTE EL DESARROLLO GONADAL

Trinidad Urbano (1), Dwight Arrieche (2), Luz Marina Rojas (2), Milagros Moreno (2), Raquel Salazar (3)

(1) Laboratorio de Acuicultura, Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas, Sucre-Nueva Esparta.

(2) IIBCAUDO Dra. SusanTai, UDO.

(3) Departamento de Biología, Escuela de Ciencias, UDO. Email: trinidadurbano@yahoo.es

La tilapia *Oreochromis mossambicus* es una especie introducida en Venezuela con fines de cultivo, que actualmente se encuentra en todo el territorio nacional producto de la liberación no controlada y la fuga accidental, integrándose con especies nativas [1]. El éxito reproductivo de las especies está relacionado con el mecanismo de liberación de las hormonas del eje hipotálamo-hipófisis, siendo el responsable de la producción de las hormonas para la producción de gametos [2]. La hipófisis consta de tres regiones bien definidas, la adenohipófisis con las células secretoras distribuidas en acinos, la *pars intermedia* que presenta una prolongación del tallo que la une al hipotálamo, y la neurohipófisis que contiene células del tipo neuronal. En la adenohipófisis se han descrito variaciones a nivel del citoplasma de la abundancia de los gránulos de secreción asociado al ciclo reproductivo [3]. En la Laguna de Los Patos, una marisma salobre al este de Cumaná, la tilapia ha llegado a establecerse representando una importante fuente de alimento para las comunidades asentadas en sus alrededores. El objetivo del trabajo fue el estudio de los cambios morfológicos de la hipófisis y su relación con el ciclo gametogénico usando microscopía de luz visible de alta resolución. Para esto se colectaron ejemplares de tilapia durante el período de sequía y lluvias entre mayo y diciembre 2017. Se usaron hembras en los estadios de gametogénesis activa (II), madurez (III), desove (IV) y regresión gonádica (V), usando una escala macroscópica de madurez y comprobada por los datos biométricos e índice gonadosomático. A cada organismo se le extrajo la hipófisis, que fue preservada en glutaraldehído (2,5%), precontrastado con tetróxido de osmio (1%) con ferrocianuro de potasio y procesada por el método convencional para microscopía electrónica de inclusión en resina epóxica. Se realizaron cortes semifinos (0,7 μ m) en un ultramicrotomo (Leica UM-UC6), que fueron teñidos con azul de toluidina y micrografados en un microscopio Zeiss, modelo Axioskop FL-40. Entre los estadios de maduración sexual se aprecian caracteres particulares en la citoarquitectura de las células endocrinas de la adenohipófisis. En el estadio de gametogénesis, los gonadotrofos presentan una forma oval con abundantes gránulos de secreción alrededor del núcleo, siendo el citoplasma escaso, con un arreglo bastante compacto. Es común observar acinos densos proyectados hacia la neurohipófisis (1A). En el estadio de madurez, en el que se observan gónadas con abundantes ovocitos listos para desovar, las células granulares presentan mayor volumen citoplasmático, en el cual aumentó proporcionalmente el área de gránulos secretorios, con algunas vacuolas citoplasmáticas de poca afinidad por el colorante; el citoplasma adquiere un aspecto en forma de estrella y el núcleo es eucromatínico (Fig. 1B). Durante el estadio de desove, las inclusiones granulares se conservan, con tendencia a presentar menor densidad e intensidad de color de las células granulares (Fig. C). Durante el estadio de regresión gonádica, se detectaron cambios significativos; se redujo la densidad de gránulos de secreción, con un incremento del contenido de heterocromatina y la formación de vacuolas lipídicas en el citoplasma (Fig. 1D). Estos cambios pueden tener efectos directos sobre el ciclo gametogénico. A nivel morfológico, las estructuras glandulares son responsables de las respuestas del organismo al medio ambiente, siendo posible que posteriormente al desove se emplee una vía metabólica de los lípidos para la síntesis de gránulos de secreción y dar inicio a un nuevo ciclo gametogénico, lo que sugiere que las células están en constante actividad celular, aunque con intensidad variable. Este comportamiento se correlacionaría con el desarrollo sincrónico por grupos que ha sido descrito en estas especies de tilapias.

REFERENCIAS

- [1] Salazar, S; Bello, J; Marval, F; Calvo, A; Salazar, H. (2019). Inventario íctico de la Laguna de Los Patos, Cumaná, estado Sucre Venezuela. Boletín del Instituto Oceanográfico de Venezuela 58(1): 42-50.
- [2] Zohar, Y.; Muñoz-Cueto, J.; Elizur, A.; Kah, O. (2010). Neuroendocrinology of reproduction in teleost fish. Gen. Comp. Endocrinol., 165: 438-455.
- [3] Mousa M.; Khalil, N.; Gaber, S. (2006). Distribution of immunoreactivities for adeno-hypophysial hormones in the pituitary gland of the Nile mormyrid, *Mormyrus kannume* (Teleostei, Mormyridae). J. Egypt. Germ. Soc. Zool. 51: 33-56.

AGRADECIMIENTOS. Al Posgrado en Biología Aplicada y al Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas por los insumos, equipos y apoyo para la realización de este trabajo. Al MinCyT y la Sociedad Venezolana de Microscopía y Microanálisis por su apoyo para la asistencia al CONVEMI 2024

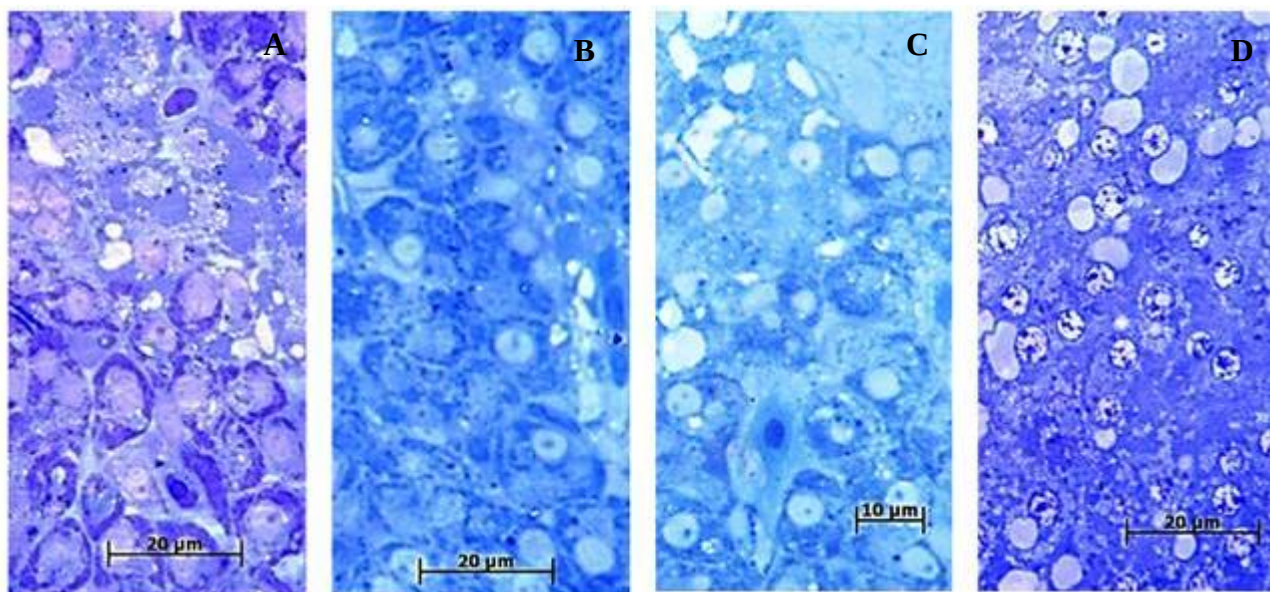


Figura 1. Hipófisis de hembras en los estadios de maduración gonadal. 1A. Hembra en gametogénesis. Células granulares de forma oval, de escaso citoplasma, con gránulos peri nucleares densos y agrupados. 1B. Hembra madura. Las células son de forma irregular, con el citoplasma cargado de gránulos de secreción. 1C. Hembra en desove. Se observan algunos espacios vacuolares en las células con gránulos de secreción. 1D. Hembra en regresión gonadal o atresia. Incrementó el tamaño y cantidad de vacuolas lipídicas. Las células granulares tienen núcleo heterocromático, con un nucléolo prominente.

ULTRAESTRUCTURA DE LA MICROVASCULATURA DEL CEREBELO DE LA RATA SPRAGUE DAWLEY EXPUESTA A HIPEROXIA POSTNATAL Y EL EFECTO ANTIOXIDANTE DE LA TAURINA

Alba Liscano (1), Luz Marina Rojas (1), Alpidio Boada (2), Palminio Rodríguez (2)

- (1) Laboratorio de Histopatología del Dpto. de Biomedicina del IIBCAUDO Cumaná, estado Sucre, Venezuela.
(2) Instituto de Estudios Científicos y Tecnológicos. Universidad Nacional Experimental Simón Rodríguez (IDECYTUNESR). Caracas, Venezuela.

lmarinarojas@gmail.com

Bajo condiciones normales, el encéfalo humano y el de muchos mamíferos nace inmaduro, condición que lo hace muy susceptible a cualquier cambio interno o ambiental que pueda alterar la homeostasis celular durante el desarrollo. Se ha demostrado que el oxígeno es el parámetro más nocivo para el encéfalo del recién nacido. El avance de la medicina ha ocasionado un aumento en la supervivencia de los niños prematuros, no obstante, en los supervivientes se puede presentar una importante morbilidad neurológica que, posiblemente, lo afecte en su vida juvenil y adulta [1]. La taurina es un aminoácido con propiedades antioxidantes y osmorreguladoras importante para el buen desarrollo del cerebro. Con el propósito de analizar el efecto de la hiperoxia postnatal sobre la microvasculatura cerebelosa del prematuro y efecto antioxidante de la taurina, dos grupos de ratas Sprague Dawley recién nacidas de la cepa Sprague-Dawley fueron expuestas a hiperoxia junto con su madre, desde su nacimiento hasta el día P6, P9 y P12. La madre de uno de los grupos tomó solución de taurina al 3% como agua de beber y la madre del otro grupo tomó solo agua. Dos grupos similares, pero sin hiperoxia fueron utilizados como controles. Se hizo un análisis ultraestructural aplicando la técnica de embebido en plástico y corte fino para la microscopía electrónica de transmisión [2]. En la figura 1-A se observa un capilar del cerebelo del grupo control perfectamente permeable mostrando el endotelio delgado, de grosor uniforme y un amplio lumen. En estrecho contacto con el capilar se observan los pies de los astrocitos pericapilares con su característica forma aplanada que constituyen la tercera línea de permeabilidad de la barrera hematoencefálica. En contraste con el grupo control, la microvasculatura cerebelosa de las ratas del grupo hiperoxia exhibe numerosas alteraciones probablemente ocasionadas por el estrés oxidativo producto de la los radicales libres [3]. La figura 1B muestra un microcapilar extremadamente tumefacto por edema endotelial en el que se aprecia el lumen dramáticamente reducido, largas prolongaciones endoteliales, membrana basal dilatada y edematización de los pies de los astrocitos pericapilares. Todas las estructuras que conforman la barrera hematoencefálica están alteradas. Las largas proyecciones o pliegues de la célula endotelial engloban una gran cantidad del plasma sanguíneo aumentando la tumefacción de esas células y por consiguiente haciendo aún más severa la obstrucción del capilar. En presencia de un ambiente tóxico como el provocado por la hiperoxia la primera reacción del organismo es obliterar los vasos sanguíneos para evitar la difusión del agente tóxico. La edematización de las células endoteliales logra disminuir el lumen del capilar provocando la disminución del tránsito de eritrocitos y en consecuencia una depresión de nutrientes como oxígeno y glucosa disponibles para el mantenimiento de las necesidades metabólicas y electrolíticas del parénquima cerebeloso. Esto provocará una isquemia y muy probablemente devenga en la producción de radicales libres y en consecuencia estrés oxidativo. En la figura 1C se observa un capilar del grupo hiperoxia-taurina con edema endotelial y escasas proyecciones citoplasmáticas que favorecen la conservación de un lumen bien dilatado, comparado con el grupo hiperoxia. A pesar de que la taurina tiene propiedades vaso-dilatadoras, en este grupo pudimos observar microarterias permeables con edema endotelial y microarterias obliteradas. En conclusión, la taurina logra disminuir sensiblemente, más no evitar del todo los efectos nocivos de la hiperoxia en la rata Sprague Dawley prematura expuesta a hiperoxia postnatal.

REFERENCIAS

- [1] Johnson, S, Hennessy E, Marlow N. (2011) "Educational outcomes in extremely preterm children: neuropsychological correlates and predictors of attainment". Dev Neurol. 36: 74-95.
[2] Rojas LM, Zapata E, Centeno P y Camacho A (2022). "Histopatología y concentración de TBARS del músculo en ratas recién nacidas expuestas a hiperoxia y el efecto protector de la taurina". Acta Mic. 31 (1) 4-12.
[3] Rojas LM, Liscano A, Boada-Sucre A, Palmar M, Moreno M, Gómez A, Prin JL. (2013). Daños observados en la sustancia gris del cerebelo de ratas en desarrollo expuestas a hiperoxia postnatal. Acta Mic. 2 (2) 160-168.

AGRADECIMIENTOS

Este estudio fue financiado por el Fondo Nacional de Ciencia, Tecnología e Innovación (FONACIT), el Consejo de Investigación del Núcleo de Sucre de la Universidad de Oriente (CINS-UDO) y el Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas de la Universidad de Oriente "Dra. Susan Tai" (IIBCAUDO).

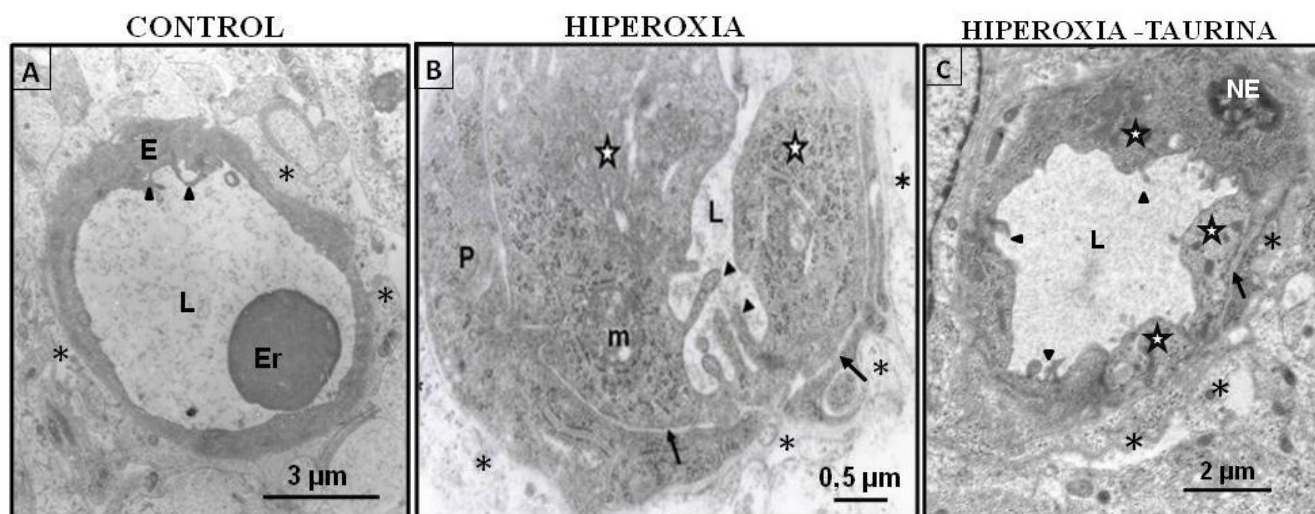


Figura 1. Micrografías de Microcapilares, en capa granular interna del cerebelo en ratas de 6 días postnatal. A. Grupo control, B. Grupo Hiperoxia, C. Grupo hiperoxia-Taurina. E: Endotelio capilar; L: Luz del capilar; Er: eritrocito, N: Núcleo del endotelio, As. Astrocito; PAPc: Prolongaciones astrogliales pericapilares; Estrella: Tumefacción; Cabeza de flecha: Proyecciones endoteliales; P: pericito.

APLICACIÓN DE LA CRIOMICROSCOPIA ELECTRÓNICA POR REPLICAS DE CRIOFRACTURA AL ESTUDIO ESTRUCTURAL DE LIPOSOMAS.

Fredi Sánchez

Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología. Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC). Altos de Pipe, Estado Miranda. República Bolivariana de Venezuela:

Email: sanfredi@gmail.com

Los liposomas son nano vesículas lipídicas con diámetros $\leq 100 \mu\text{m}$, cubiertas con una bicapa de fosfolípidos y colesterol, que al igual que las membranas citoplasmáticas son biocompatibles, biodegradables y con baja inmunogenicidad; las cuales alojan en su interior un componente activo en estado acuoso protegidas por la bicapa laminar, contra las enzimas proteolíticas de los organismos vivos. La viabilidad de estos tipos de compuestos depende de su composición lipídica, de los distintos tamaños, del número de bicapas que componen la población liposomal y del método empleado para su producción. Según su laminaridad se clasifican, como unilamelares (entre 0,1 nm a 100 nm), multilaminares (1 μm a 10 μm), vesículas gigantes (10 μm -100 μm) y multi vesiculares (con vesículas internas $\geq 1 \text{ nm}$). Actualmente, se cuentan con varios protocolos para su producción, dependiendo de la población liposomal requerida, su morfología, tamaños y laminaridad. Las técnicas que se emplean para calificar la eficiencia de protocolo son técnicas morfológicas de microscopía de luz, fluorescentes, confocal, fuerza atómica, microscopía electrónica convencional y criomicroscopía electrónica. La microscopía electrónica es una de las técnicas más empleadas para el análisis poblaciones heterogéneas en tamaños, formas y laminaridad por debajo del límite de resolución de la microscopía de luz (0,1 μm), además de brindar la posibilidad de analizar la arquitectura interna de las nano vesículas unilamelares. A partir de la criofractura o el método de réplicas Pt/C de muestras fracturadas congeladas, se obtiene información morfológica de las vesículas, su heterogeneidad poblacional y de los distintos grados de agregación que, a su vez, generan imágenes topográficas de las caras externas e internas de las bicapas lipídicas. Esta técnica, combinada con la tinción negativa, permite la evaluación cualitativa de los resultados, superando la aplicación de la microscopía electrónica de barrido ambiental (ESEM). En este trabajo se muestran imágenes de una población de liposomas logrados con el método de ultrasonido de membranas citoplasmáticas del cerebro de mamíferos (2). Estas muestras fueron fijadas en una solución de glutaraldehído al 4% en buffer cacodilato de sodio a pH 7.4 y 260 mOsm/l a 4 °C durante 2 horas, lavadas en agua destilada a 4 °C, glicerinadas, congeladas-hidratadas en Freón/N₂, fracturadas en un equipo de criofractura Balzers a -110 °C y sombreadas (45°) con Pt/C (2.7 nm). Las réplicas fueron analizadas a 80kV con un microscopio electrónico de transmisión Philips EM 400T. En la figura 1 se muestra la imagen de una población de nanovesículas con distintas formas y tamaños y en el centro del campo se distinguen las imágenes de una vesícula liposomal unilamelar (VU) donde se pueden detallar las caras de la bicapa lipídica externas (E) e internas (I). En la figura 2 la imagen correspondiente a un liposoma multilamilar con un diámetro aproximado de 500nm x 750 nm. En el recuadro se muestra la imagen aumentada correspondiente a la región de multilamilaridad. Lo que ratifica el uso la criofractura de replicas metálicas como una técnica que no solo revela la estructura y número láminas de importancia en su clasificación, sino también sus ventajas en comparación con el métodos de Microscopia electronica de barrido ambiental, tinción negativa y criomicroscopía electrónica de muestras congeladas-hidratadas. Información clave en la producción de fármacos y vacunas moleculares.

REFERENCIAS

- [1] Liu, G., Hou, S., Tong, P., & Li, J. (2022). Critical Reviews in Analytical Chemistry, 52(2), 392-412
- [2] Villegas, R., & Villegas, G. M. (1981). Nerve sodium channel incorporation in vesicles. Annual Review of Biophysics and Bioengineering, 10(1), 387-419.
- [3] Nsairat, H., Khater, D., Sayed, U., Odeh, F., Al Bawab, A., & Alshaer, W. (2022). Heliyon 8. E09394.

AGRADECIMIENTOS

Laboratorio de Ultraestructura. Centro de Biociencia. Instituto Internacional de Estudios Avanzados (IIDEA). Estado Miranda, Venezuela.

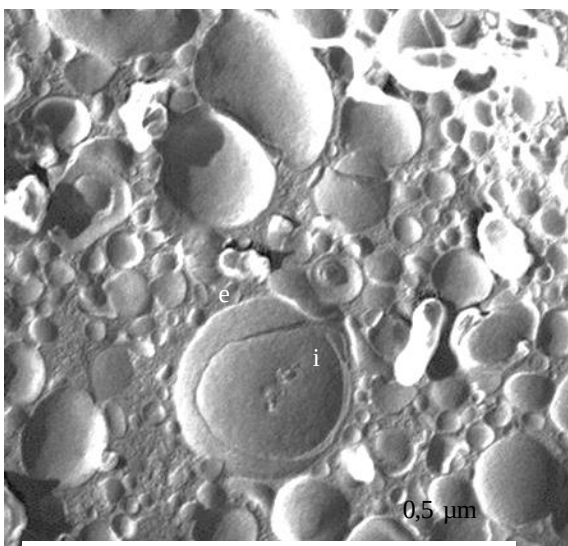


Figura 1. Agregado liposomal.
Cara externa (E) e interna (i) del
liposoma (24.000X)

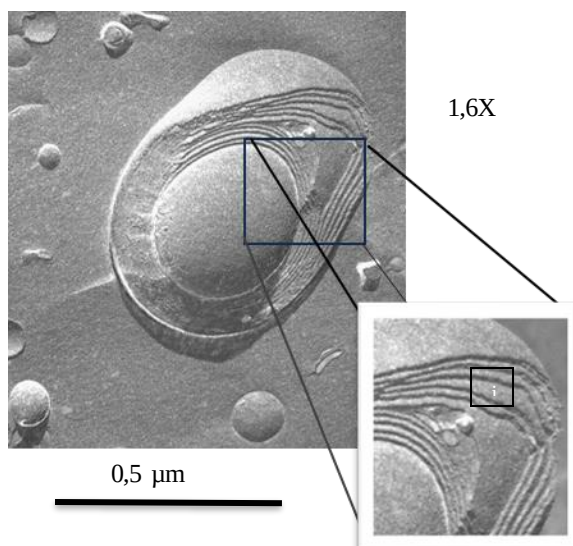


Figura 2. Liposoma multilamilar. Cara
interna del liposoma (i)) 40.000X

CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS PLÁSTICAS ASOCIADAS A SEDIMENTOS COSTEROS DE PLAYA SAN LUIS, CUMANÁ, VENEZUELA

Adriana Gamboa (1, 2), Blanca Rojas de Gascue (3), José Ignacio Ramírez (1), Carlos Pinto (1), Gabriel Gutiérrez (1), Valentín Brito (4)

(1) Universidad Politécnica Territorial de Oeste de Sucre Clodosbaldo Russián, Eje Académico de Procesos Químicos, Cumaná, Venezuela. (2) Universidade Federal de Santa Maria-Frederico Westphalen, Departamento de Engenharia Florestal, Brasil. (3) Universidad de Oriente. Laboratorio de Polímeros y afines. Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas, IIBCA-UDO, Cumaná, Estado Sucre. Venezuela. (4) Universidad de Oriente, Departamento de Química, Escuela de Ciencias, Cumaná, Estado Sucre.

Email: adrianacgam@gmail.com

Los plásticos, se volvieron un material sustituto del empaquetado en vidrio, metal o madera debido a su versatilidad, durabilidad, bajo coste de producción y precios altamente competitivos [1]. La generación de desechos plásticos ha crecido exponencialmente, siendo un problema ambiental preocupante, porque al estar expuestos al ambiente experimentan degradación, generando partículas de menor tamaño que alcanzan dimensiones menores de 5 mm denominadas microplásticos (MPs). Aunque, existe un incremento en las investigaciones de MPs en los últimos 5 años, hay una brecha en su caracterización [2]. La espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y Raman son métodos aplicados en la investigación de MPs para determinar la identidad química de los microplásticos. En Latinoamérica y el Caribe se ha reportado la presencia de MPs en playas y dunas costeras. Venezuela, cuenta con una zona costera que alcanza más de 3000 km y, aunque existen evidencias de contaminación por basura plástica, son escasos los estudios que reportan la presencia de MPs. Para determinar el contenido de MPs en sedimentos de una playa urbana del oriente venezolano, se realizó un muestreo en febrero de 2021 en dos sectores de playa San Luis (Cumaná, estado Sucre). El muestreo consistió en la recolección de 15 muestras ubicadas sobre tres transectos en cada sector. Posteriormente, las muestras se secaron a temperatura ambiente y fueron tamizadas para facilitar la extracción de las partículas plásticas. Luego, se empleó una separación por densidad con una solución de NaCl 5 mol/L. Las partículas plásticas se clasificaron según: (1) su tamaño, para efectos de este trabajo, en macroplásticos (>5mm), mesoplásticos (5 mm–0,5 mm) y microplásticos (<0,5 mm); (2) su forma en fibras, fragmentos, pellets, microesferas, láminas, esponjas y goma espumosa y (3) su color. Adicionalmente, fueron seleccionadas algunas partículas para su análisis por FTIR, utilizando el dispositivo de Reflectancia Total atenuada (ATR). Los resultados indicaron un total de 485 partículas en el sector A y 251 partículas en el sector B, siendo los fragmentos la forma predominante y los colores dominantes azul y verde. Para el análisis por ATR-FTIR se seleccionaron tres partículas distintivas: una fibra blanca (sector A), una goma azul oscura (sector B) y una goma negra (sector B). Estas partículas fueron fotografiadas con un microscopio óptico digital (AIGO EV 5610 con aumento 4X), donde se obtuvieron micrografías que ilustraron (Figura 1): (1a) las características de la fibra, (1b) la alta contaminación presente en la superficie de la goma negra, evidenciando el carácter nocivo de los MPs como agentes transportadores y (1c) la irregularidad superficial y porosidad de la goma azul. Los análisis por FTIR mostraron la humedad absorbida por la fibra, al presentar una banda ancha a 3334 cm^{-1} con la señal a 1653 cm^{-1} , mientras que la banda intensa ubicada entre 1050 y 1030 cm^{-1} indica grupos ésteres que presentan las fibras de poliéster. Además, los espectros FTIR de las gomas arrojaron algunas bandas en común (como las señales agudas a 2918 y 2850 cm^{-1} asignadas a la tensión, simétrica y asimétrica, de grupos CH_2 y las señales a 875 - 877 cm^{-1} típica en elastómeros por la deformación de dobles enlaces ($=\text{C-H}$), y una banda a 668 cm^{-1} atribuida a enlaces C-S). La goma negra arrojó bandas adicionales, de humedad y otras generadas posiblemente por la contaminación que evidenciaron sus micrografías MO (Figura 1b). Los espectros de FTIR indican que podría tratarse de gomas de poli(etilen-vinilacetato), con la influencia de señales debidas a los pigmentos que se emplearon en la fabricación de estos plásticos.

REFERENCIAS

- [1] Plastics Europe. (2019). Plastics – the Facts 2019 An analysis of European plastics production, demand and waste data.
- [2] Orona-Návar, C. et al. (2022). Microplastics in Latin America and the Caribbean: A review on current status and perspectives. *Environ. Manage.* 309, 114698.
- [3] Crawford C y Quinn B (2017). *Microplastic Pollutants*. Países Bajos. Elsevier Science.

AGRADECIMIENTOS

A la Prof. Rossianny Rodríguez, Coordinadora del Laboratorio de Microbiología de la UPTOS, y a la Dra. Iliana Jiménez por su apoyo con las micrografías. A la empresa Servolab Overseas Inc., por la donación del Microscopio Óptico digital.

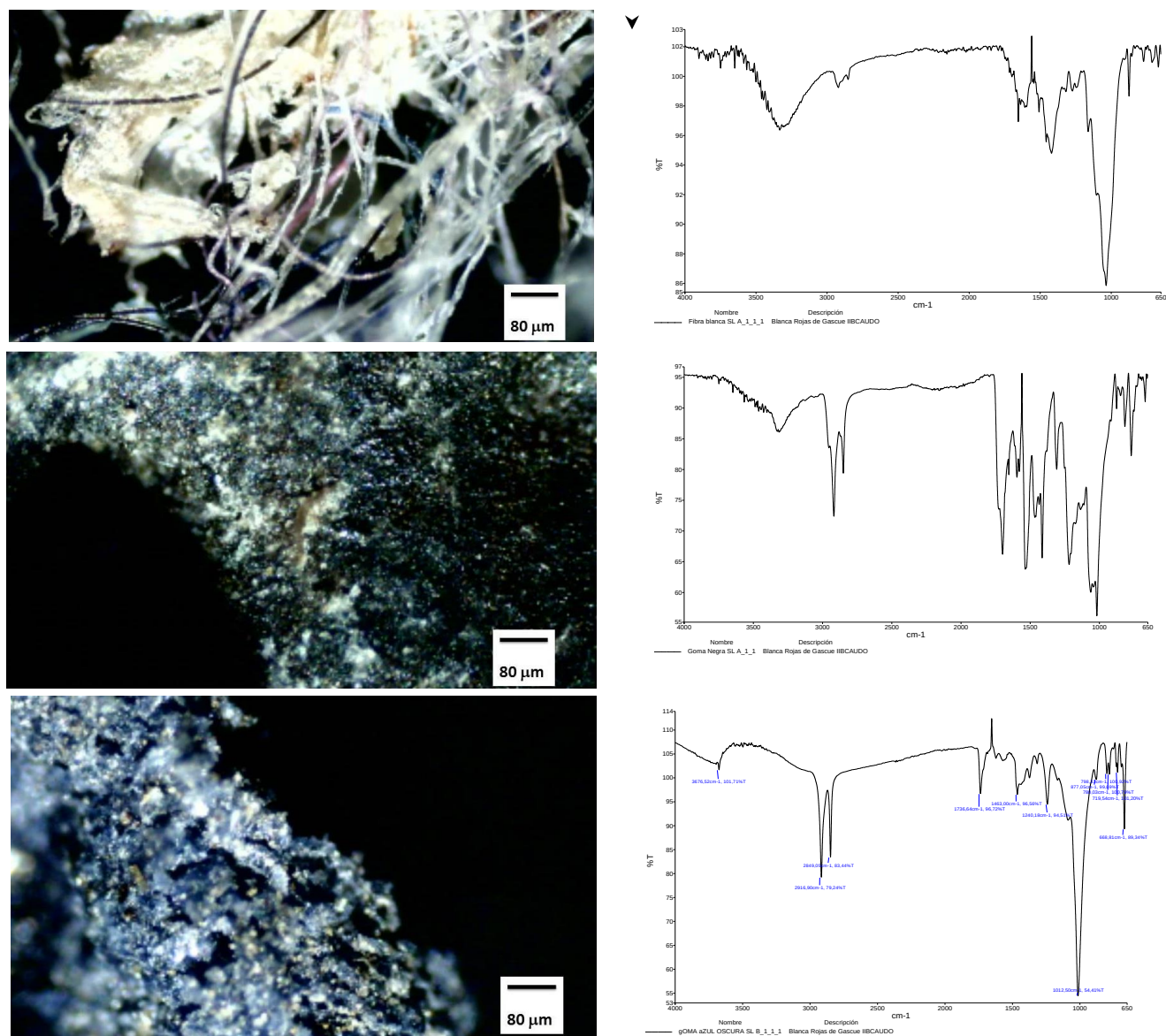


Figura 1. Micrografías MO y Espectro FTIR para los microplásticos de (a) fibra blanca (b) goma negra y c) goma azul.

CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE FIBRAS DE COLÁGENO TIPO I EN MUESTRAS FÓSILES, PROVENIENTES DEL BREAL DE OROCUAL, EDO. MONAGAS, VENEZUELA.

Alexandra C. Herrera N. (1,5), Edgar Cañizales (2), Jennifer Torre (3), Jimmy Castillo (3), Alexander Briceño (4), Gema González (5,6).

(1) Departamento de Química, Área de Tecnología, Universidad Nacional Experimental Francisco de Miranda. Santa Ana de Coro, Falcón, Venezuela. (2) Laboratorio de Caracterización Estructural y Magnética de Materiales, Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología. Altos de Pipe, Miranda, Venezuela. (3) Laboratorio de Espectroscopía Láser, Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela. Caracas, Venezuela. (4) Laboratorio de Síntesis y Caracterización de Nuevos Materiales, Centro de Química “Dr. Gabriel Chuchani”. Altos de Pipe, Miranda, Venezuela.

(5) Laboratorio de Síntesis y Tratamiento de Materiales, Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología. Altos de Pipe, Miranda, Venezuela. (6) School of Physical Sciences and Nanotechnology, Yachay Tech University, Urcuqui, Ecuador.

Email: alexandrachn@gmail.com

Estudios paleontológicos han demostrado que fósiles extraídos de pozos de brea se encuentran en buen estado de preservación, debido al efecto protector de algunos hidrocarburos del petróleo (1). Esta capa protectora reduce o minimiza los procesos de diagénesis que normalmente alteran tanto la fase orgánica (principalmente proteína de colágeno) como la inorgánica (minerales de hidroxiapatita) del tejido óseo, cuando éstos han estado expuestos al entorno. Venezuela posee dos grandes yacimientos prehistóricos de megafauna, uno de ellos ubicado en el Mene de Inciarte del estado Zulia y otro ubicado en el Breal de Orocual del estado Monagas (1). En la década de los 60 del siglo XX fue posible obtener, mediante microscopía electrónica de transmisión, imágenes de fibrillas de colágeno tipo I conservadas en este tipo de fósiles, provenientes de Rancho La Brea en California, Estados Unidos (2), uno de los yacimientos de megafauna usado como referencia para este tipo de fósiles (1). Dada su preservación por efecto del petróleo, el colágeno tipo I proveniente del tejido óseo extraído de pozos de brea es usado para determinar la edad de los especímenes por datación isotópica, para hacer estudios de paleodietas y paleoecología. El objetivo de este trabajo fue caracterizar morfológicamente las fibras de colágeno tipo I en tejido cortical proveniente del hueso húmero de un mamífero extinto del género *Toxodon*, cuyo fósil fue extraído del Breal de Orocual, en el estado Monagas, Venezuela. Las muestras fósiles de aproximadamente 1 cm de largo x 1 cm de ancho x 0,5 cm de profundidad fueron cortadas a la mitad con un disco de carburo de silicio y posteriormente fueron desbastadas con lija tamaño de grano 1500. El análisis morfológico fue llevado a cabo con un microscopio electrónico de barrido VEGA-TESCAN de bajo vacío y con un microscopio electrónico JEOL JSM 6390 de alto vacío, con EDX Oxford. Las muestras observadas en este último fueron sometidas a sputtering con oro. A nivel microestructural se observaron osteonas con sus canales de Havers, lamelas y lagunas (Fig. 1), todos elementos característicos de la unidad anatómica y estructural del tejido cortical. También se observaron fibras de colágeno y terrones (Fig. 2), posiblemente de la fase inorgánica que resultó desbastada en el proceso de preparación de las muestras. Para comprobar que efectivamente se trataba de fibras de colágeno, se realizaron observaciones a escala submicrométrica a través de microscopía de fuerza atómica. Se identificó el espaciado periódico entre bandas, característico en este tipo de estructuras biológicas (3). Para medir el diámetro y el espacio periódico de esta clase de colágeno, se llevó a cabo un estudio de la topografía en los ejes longitudinal y transversal de las fibrillas,

siguiendo la metodología reportada por Su y colaboradores, con modificaciones (3). Estos resultados muestran la caracterización morfológica de las fibras de colágeno tipo I en muestras fósiles provenientes de yacimientos de brea venezolanos, y se reporta por primera vez su existencia y estado de conservación, lo cual permite seguir ampliando el estudio de la fase orgánica, contribuyendo así con investigaciones sobre dataciones, paleodietas y paleoecología en fósiles de megafauna encontrados en territorio venezolano.

REFERENCIAS

- [1] A. Solórzano, A. D. Rincón, H. Gregory McDonald. *Science Series*, 42 (2015) 125–150.
- [4] R. G. Wyckoff, A. R. Doberenz. *Geology*. 53 (1965) 230-232.
- [3] H. N. Su, L. Y. Ran, Z. H. Chen, Q. L. Qin, M. Shi, X. Y. Song, X. L. Chen, Y. Z. Zhang, B. B. Xie. *Nanoscale* 6 (2014) 8134.

AGRADECIMIENTOS

Ing. Douglas Sojo Griman, de la Unidad Especializada del Ministerio Público de la República Bolivariana de Venezuela.

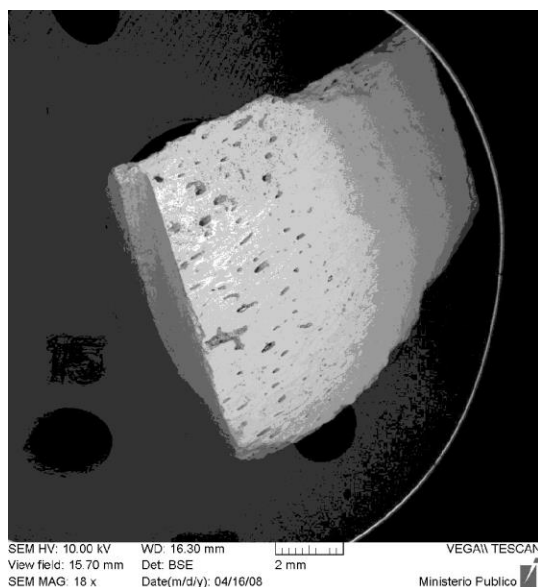


Fig. 1. Osteonas, canales de Havers, lamelas y lagunas en muestra fósil extraída de pozos de brea del Breal de Orocual.

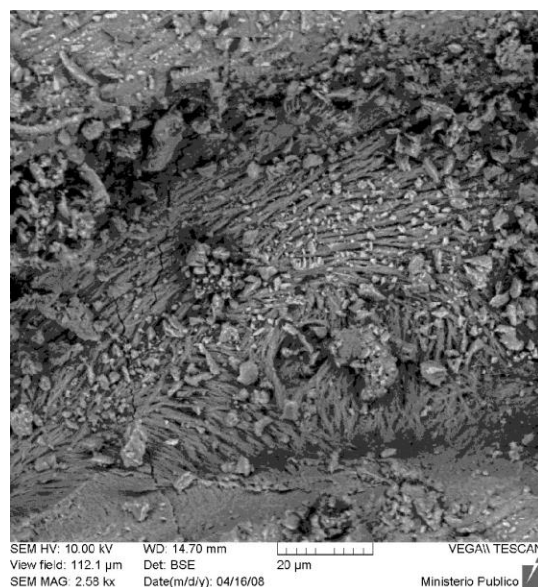


Fig. 2. Fibras de colágeno y posibles terrones de la fase inorgánica desbastados en el procesamiento de la muestra, en fósil extraído de pozos de brea del Breal de Orocual.

ACONDICIONAMIENTO DE ZEOLITAS NATURALES CON Fe Y CARACTERIZACIÓN PARA LA ADSORCIÓN DE FOSFATO EN MEDIO ACUOSO CON EL FIN DE RESTAURAR LAGUNAS URBANAS EUTROFIZADAS

Beatriz López Sánchez (1,2), Angeles I. Rodriguez (1,2), P. Leal (3), R. Sinistro (2), M. A. Trinelli (1,4)

- (1) Laboratorio de Aguas, Instituto de Geocronología y Geología Isotópica (INGEIS), CONICET-Universidad de Buenos Aires (UBA), Buenos Aires, Argentina.
 - (2) Laboratorio de Limnología, Dpto. de Ecología, Genética y Evolución, UBA- Facultad de Ciencias Exactas y Naturales (FCEN) / Instituto de Ecología, Genética y Evolución (IEGEBA)-CONICET-UBA, Argentina.
 - (3) Dpto. de Ciencias Geológicas, UBA-FCEN. Argentina.
 - (4) Dpto. Química Inorgánica, Analítica y Química Física, UBA-FCEN, Buenos Aires, Argentina
- *bealopezsanchez@gmail.com

La eutrofización artificial o enriquecimiento de las aguas como resultado de una entrada exógena de nutrientes limitantes para el fitoplancton (P, N), tiene una relevancia en los ecosistemas acuáticos urbanos y se reconoce como uno de los problemas más comunes asociados con el deterioro del agua en lagos y estanques urbanos. El enriquecimiento de nutrientes conduce a un crecimiento masivo de algas planctónicas y su acumulación, conduciendo a floraciones de cianobacterias productoras de toxinas. La necesidad de recuperar y mejorar la calidad del agua es una prioridad actual de la sociedad. Esta situación ha motivado el desarrollo de diversos métodos para la adsorción de fosfato en medio acuoso. Se ha demostrado que existe una alta correlación entre el contenido de fósforo total y el grado de eutrofización de los lagos [1]. Por lo cual en este trabajo se describen los resultados de una investigación donde se desarrolla un protocolo para la restauración de lagunas urbanas eutrofizadas. En este estudio se acondiciona una zeolita natural argentina con Cloruro de Sodio y Cloruro de Hierro (III) (ZNaFe) [2] para ensayar la adsorción de fosfato a través de isothermas en medio acuoso; también se analizan las características de superficie, a través de Microscopía Electrónica de Barrido / Espectroscopía de Energía Dispersiva (MEB / EDS). Las isothermas de adsorción de fosfato se prepararon en *batch* suspendiendo 800,0 mg de ZNaFe en 100,00 mL de solución acuosa de diferentes concentraciones iniciales de KH_2PO_4 . La fuerza iónica se ajustó al valor de 0,001M agregando KNO_3 . El pH se ajustó al valor de 7 con solución de NaOH (1,0M) y HNO_3 (0,1M) [3]. Los sistemas se colocaron sobre una plancha agitadora a temperatura del laboratorio. Todas las muestras se filtraron luego de alcanzar el equilibrio y la concentración de fosfato se determinó mediante el método espectrofotométrico del ácido ascórbico (Método estándar 4500-P E). El ajuste de los datos a los modelos de adsorción fue realizado usando el programa OriginPro2018®. La adsorción de fosfato presentó un mejor ajuste de los datos al modelo de Langmuir respecto al de Freundlich, con un recubrimiento máximo de $5,01 \text{ mg P g}^{-1}$ y la energía de interacción entre el ligando y la superficie de $(0,14 \pm 0,02) \text{ L/mg}$ (ver Figura 1). Las micrografías fueron obtenidas en un MEB Zeiss Crossbeam 340 con detector EDS Oxford Max80. La Figura 2A para la muestra de Zeolita sin tratar muestra una superficie heterogénea y rugosa con poros que van de 1,8 a $17,9 \mu\text{m}$. La Figura 2B corresponde a la Zeolita tratada con sodio y hierro (III) ZNaFe y presenta una distribución de poros más grandes que va desde 2,3 hasta $41,9 \mu\text{m}$ con una superficie heterogénea y rugosa. La Figura 2C corresponde a ZNaFe con fosfato adsorbido, muestra una imagen más homogénea y llana en su superficie, es decir menos rugosa, con menor cantidad de poros respecto de ZNaFe; estos muestran un tamaño que va de 7,1 hasta $28,6 \mu\text{m}$. La composición de las muestras de zeolitas en cuanto a los elementos mayoritarios oxígeno, silicio y aluminio se muestra en la Tabla 1, donde puede observarse que los valores se encuentran en los intervalos esperados para este tipo de minerales. En esta se detalla un incremento del hierro seis veces superior en la ZNaFe con respecto a la zeolita natural. También se observa la presencia de fósforo en la ZNaFe-P mostrando un porcentaje de 0,09% (P), lo cual demuestra la adsorción de fosfato sobre la superficie de esta. Los resultados de este trabajo indican que la zeolita tratada con cloruro de sodio y cloruro de hierro en la forma descrita es adecuada y promete una alternativa de bajo costo para la remediación de cuerpos de agua eutrofizados, quedando demostrada la adsorción del fosfato a través de la caracterización con MEB y EDS.

REFERENCIAS

- [1]- Hilt, S., Brothers, S., Jeppesen, E., Veraart, A.J., Kosten, S. (2017). Translating Regime Shifts in Shallow Lakes into Changes in Ecosystem Functions and Services. *Bioscience* 67, 928–936

- [2]- Jiménez-Cedillo, M. J., Olguín, M. T., Fall, C. (2009). Adsorption kinetic of arsenates as water pollutant on iron, manganese and iron–manganese-modified clinoptilolite-rich tuffs. *Journal of Hazardous Materials*, 163(2-3), 939-945
- [3] - Andreani, C., Leal, P., Rodríguez, A., Rodríguez, A., Llano, J., Dos Santos Afonso, M., Trinelli, M. A. (2014). Adsorptive removal of arsenic from waters using natural and modified Argentine zeolites. In 5th International Congress on Arsenic in the Environment, As. pp. 711-713.

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Carlos Bertoli miembro de la carrera del personal de apoyo del INN (CNEA-CONICET) por el procesamiento de las imágenes MEB y EDS. Se agradecen los subsidios de la Agencia Nacional de Promoción I+D+I y CONICET.

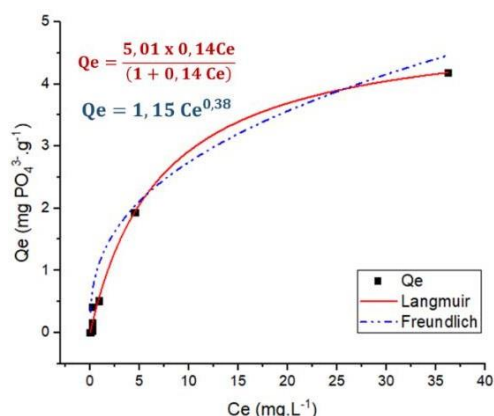


Figura 1. Datos experimentales de recubrimiento (Q_e) de fosfato sobre ZNaFe ajustados a los modelos de *Langmuir* (R^2 adj. = 0,99) y *Freundlich* (R^2 adj. = 0,96).

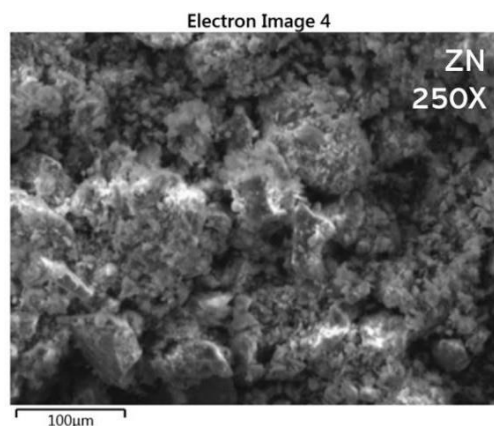


Figura 2A. Micrografía de Zeolita natural (ZN) en MEB

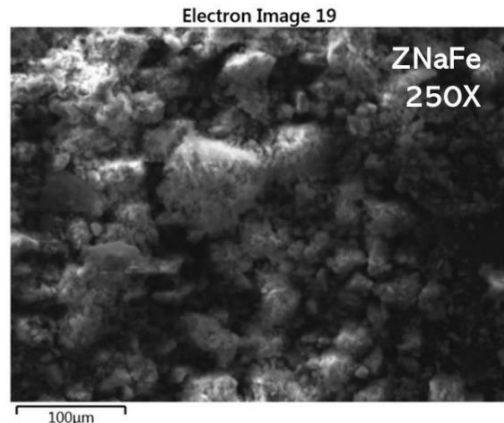


Figura 2B. Micrografía en MEB de Zeolita natural acondicionada con NaCl 0,1M y FeCl₃ 0,1M (ZNaFe).

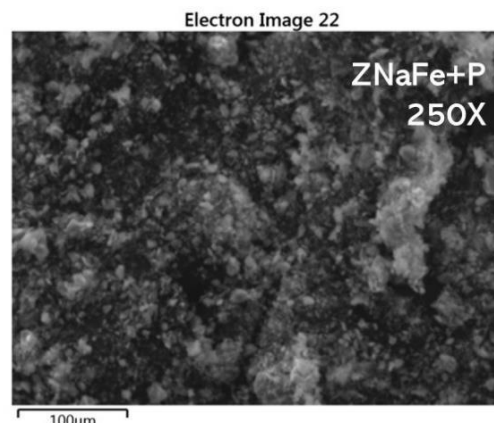


Figura 2C. Micrografía en MEB de Zeolita natural acondicionada con NaCl 0,1M y FeCl₃ 0,1M luego de adsorber fosfato en solución acuosa (ZNaFe+P).

Tabla. 1. Composición esperada para las zeolitas según resultados de EDS. Se muestran los promedios y los valores mínimos y máximos del porcentaje de abundancia de los elementos mayoritarios

Mineral	Porcentaje %	O	Si	Al	Fe	P
ZN	Media	64,4	23,6	5,5	0,6	-
	Mín-Máx	62,2-65,6	23,5-23,8	5,4-5,7	0,5-0,6	-
ZNaFe	Media	52,3	13,4	4,6	3,6	-
	Mín-Máx	43,3-65,0	8,7-21,3	4,5-4,7	2,3-6,1	-
ZNaFe +P	Media	61,4	16,9	3,7	2,9	0,09
	Mín-Máx	50,3-69,5	8,9-22,3	2,1-4,6	1,4-4,3	0,06-0,1

EVALUACIÓN DE BIOPELÍCULAS EN PRÓTESIS DE TITANIO POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO: CASO CLÍNICO CON INFECCIÓN MÚLTIPLE Y RESISTENCIA A ANTIBIÓTICOS

David Forero (1,2), Leonel Medina (3), Edgar Cañizales (4), Fredi Sánchez (4), Milagro Fernández-delgado (4), Iván Vélchez* (4), Natasha Camejo (5), Carolina Macero (6), Napoleón Guevara (6)

(1) Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela. (2) Instituto de Investigación Biomédica y Vacunas Terapéuticas, Ciudad Bolívar, Venezuela. (3) Hospital Pérez de León II, Caracas, Venezuela. (4) Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Caracas, Venezuela. (5) Postgrado de Microbiología, IVIC, Caracas, Venezuela. (6) Centro Médico La Floresta. Caracas, Venezuela.

*e-mail: ivanvilchezchacin@gmail.com

Las biopelículas son comunidades de microorganismos adheridas a superficies y cubiertas de matriz extracelular que favorecen el crecimiento y la supervivencia a las células microbianas, proporcionándoles acceso a los nutrientes y protección contra compuestos tóxicos, condiciones ambientales adversas, antimicrobianos o la respuesta inmunitaria del huésped. A nivel mundial se estima que más del 60% de las infecciones humanas son causadas por biopelículas. Entre éstas, las infecciones relacionadas con dispositivos médicos e implantes óseos se asocian con elevada morbilidad en pacientes y representan una enorme carga financiera para la población afectada y los servicios de salud [1]. Diferentes estudios han demostrado la formación de biopelículas sobre titanio, superficie ampliamente utilizada en dispositivos, componentes biomédicos y cirugías de reemplazo óseo, a pesar de su resistencia a la corrosión y biocompatibilidad [2]. Debido a que en Venezuela existe escasa información epidemiológica sobre infecciones en prótesis óseas y muy pocos estudios referentes a biopelículas en estas superficies [3], la presente investigación tuvo como objetivo evaluar implantes de titanio por microscopía electrónica de barrido (MEB) extraídos de paciente femenino sujeta a intervención cervical, quien cursó con meningitis postneuroquirúrgica y bacteriemia multirresistente a antibióticos. Esto con la finalidad de determinar morfologías celulares y estructuras asociadas con la formación de biopelículas en dichos implantes. La paciente fue evaluada en el Servicio de Neurocirugía del Hospital Pérez de León II con diagnóstico de cuadriparesia disarmónica, hipoestesia desde C5 hasta S1 y lesión ocupante de espacio intramedular cervical C1–C4. Se realizó Artrodesis cervical con colocación de tornillos de titanio transarticulares en C1 y tornillos de masas laterales en C2–C5. Posterior a su intervención, presentó infecciones recurrentes por *Klebsiella pneumoniae* productora de carbapenemasas, meningitis e hidrocefalia obstructiva, a pesar de recibir tratamiento con distintos antibióticos. Es evaluada por Infectólogo, quien indica retiro de tornillos, identificándose en estos al mismo patógeno por cultivo microbiológico y pruebas bioquímicas. Finalmente, desarrolla múltiples infecciones por otros microorganismos multirresistentes (*Pseudomonas aeruginosa*, *Burkholderia cepacia* y *Candida spp.*) y la paciente fallece en unidad de cuidados intensivos. Cuatro muestras de dichos implantes fueron destinadas para su observación por microscopía electrónica de barrido (MEB), fijadas en glutaraldehído al 2,5% en tampón salino fosfato (PBS, 0,1 M, pH 7,2) estéril y conservadas a 4 °C. Una réplica se lavó tres veces con PBS y agua destilada en condiciones de esterilidad. Seguidamente, se deshidrató en etanol al 50%, secó en estufa por 40 min y cubrió con oro para su observación en el microscopio FEI INSPECT F50 del Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología (CIMN), IVIC, operado a alto vacío con voltaje acelerador de 10 kV. Los resultados de MEB demostraron en el implante de titanio la formación de biopelículas complejas con diferentes morfologías celulares y estructuras embebidas en abundante producción de matriz extracelular (Fig. 1a). Se observaron formas celulares bacterianas semejantes a cocos y bacilos de aproximadamente 0,5-1 μm (Fig 1b y 1c), posiblemente asociados a la infección por *K. pneumoniae*. Las formas cocoides son sugestivas de la entrada al estado viable no cultivable descrita en esta especie y otras bacterias gramnegativas como un mecanismo que le permite al patógeno permanecer por períodos prolongados en biopelículas y causando infección al hospedador, resistiendo a su respuesta inmunológica y la acción de antibióticos [4]. En la Fig. 1c se evidenciaron estructuras geométricas parecidas a cristales

probablemente de origen bacteriano. Adicionalmente, se encontraron morfologías celulares de mayor tamaño (5-7 μm) similares a eritrocitos (equinocitos y elipsocitos) en la superficie de las biopelículas (Fig. 1d), posiblemente incluidos en la fijación de las muestras con remanente de tejido sanguíneo. Estudios previos de biopelículas de *P. aeruginosa* desarrolladas *in vitro* en superficies empleadas y propuestas para prótesis óseas, indicaron que el titanio mostró un mayor número de agregados celulares, crecimiento de biopelículas y arquitectura en relación a las otras superficies (3). Nuestra investigación constituye el primer reporte que evidencia por MEB la formación de biopelículas en implantes de titanio asociados a cuadro clínico de múltiple infección y resistencia a antibióticos. Esta técnica de microscopía ofrece gran utilidad en el diagnóstico clínico de las biopelículas asociadas a implantes óseos.

REFERENCIAS

- [1] Centeleghe, I., Norville P., Hughes L & Maillard J-Y. (2023). *Klebsiella pneumoniae* survives on surfaces as a dry biofilm. American Journal of Infection Control. 51:1157–1162.
- [2] Gutiérrez, A.V., Fernández-Delgado, M., González, G., & Salazar, V. (2017). Characteristics of *Pseudomonas aeruginosa* biofilms evaluated by scanning electron microscopy on materials proposed for bone prostheses. XIV Congreso CIASEM. Varadero, Cuba. Resumen publicado en Acta Microscópica 26: Supp. A., 125-126.
- [3] Kokare, C. R., Chakraborty S., Khopade, A. N., & Mahadik, K. R. (2009). Biofilm: Importance and applications. Indian J Biotechnol 8:159–168.
- [4] Niinomi, M. (2003). Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods. Science and Technology of Advanced Materials, 4(5), 445.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a Lisbeth Losada del CIMN (IVIC), por su valiosa asistencia en la preparación de las muestras para MEB.

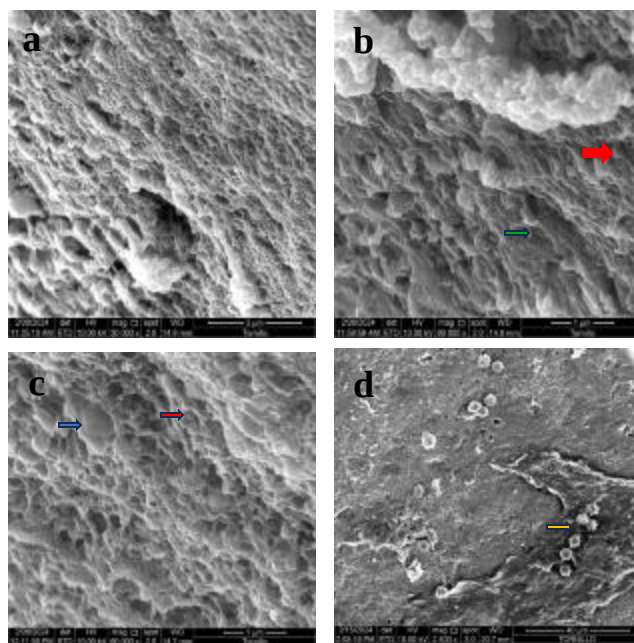


Figura 1. Imágenes representativas de MEB que demuestran la formación de biopelículas en implante de titanio. (a) Biopelículas con diferentes morfologías celulares y estructuras embebidas en matriz extracelular. (b y c) Células semejantes a cocos (flecha roja) y bacilos (flecha verde). (c) Estructuras geométricas semejantes a cristales (flecha azul). (d) Morfologías celulares similares a eritrocitos (equinocitos y elipsocitos) en la superficie de las biopelículas (flecha naranja).

MORFOLOGÍA DE LAS BRANQUIESPINAS Y LA DENTICIÓN EN RELACIÓN CON LA DIETA Y EL TAMAÑO DE *POLYCENTRUS SCHOMBURGKII* (PERCIFORME: POLYCENTRIDAE) EN LA PENÍNSULA DE PARIA, VENEZUELA.

Sandra Díaz (1)

(1) Laboratorio de Resistencia Bacteriana del Dpto. de Biomedicina del IIBCAUDO, Cumaná, estado Sucre, Venezuela.

sandraandreinadiaz@gmail.com

La relación de la dieta con la dentición y la morfología de las branquiespinas fue estudiada en el falso pez hoja *Polycentrus schomburgkii* [1], en tres humedales: una laguna permanente, sin sombra, ubicada en Guaraúnos municipio Benítez, un pantano herbáceo-arbustivo temporal, sin sombra, ubicado en la sabana de Venturini, municipio Cajigal y un manglar sombreado de *Avicennia germinans*, ubicado en Río Chiquito, municipio Mariño todos ubicados en la Península de Paria, estado Sucre. El análisis del contenido estomacal para 167 individuos durante un año completo mostró que la dieta no fue diferente entre localidades, pero sí diversa, en donde el grupo trófico de invertebrados acuáticos fue el más importante, seguido de invertebrados terrestres [2], por lo cual la especie demuestra ser carnívora oportunista. *P. schomburgkii* (ver Figura1) presenta un sistema digestivo bien diferenciado constituido por una boca; seguido por una región faríngea donde se encuentra el aparato branquial, continuando con esófago, estómago, intestino y finalmente el ano. La Boca es terminal en posición dorsal con premaxilar con gran protactibilidad, presenta dientes romos cortos, dispuestos en dos (2) hileras, y en la parte media del premaxilar y dentario se disponen en grupos. El dentario y el premaxilar son cónicos (ver Figura 2). El esófago forma un cilindro, corto de paredes gruesas con una longitud promedio de 1mm, oscilando entre 1 y 2mm. El estómago en forma de saco y en el tercio anterior se une al intestino, no presenta ciegos pilóricos; su longitud estuvo comprendida entre 3- 4mm. El intestino se apreció como una estructura de paredes gruesas, de dimensiones relativamente cortas con un valor promedio de 7mm, presenta una flexión hacia atrás y casi inmediatamente se dobla en espiral formando 3 asas para terminar en el ano [3]. El aparato branquial (ver Figura3) estuvo formado por cuatro (4) arcos branquiales que presentaron 11 branquiaspinas con 11 rudimentos branquiales. Las branquiespinas presentaron espinas muy pequeñas en forma de lancetas, distribuidas de manera irregular a lo largo de la cara interna de esta estructura. El espacio interbranquiespinas (ver Figura 4) el cual determina la capacidad de filtración, fue de 0,50mm [4]. Los ejemplares capturados fueron agrupados en intervalos (0,4cm) de longitud total (LT) del cuerpo; encontrándose que la longitud mínima fue de 2,10cm de LT para las estaciones Los Palmares y Guaraúnos y la máxima de 5,60cm de LT correspondiente a la estación Río Chiquito. El 83,23% (139) de los ejemplares capturados en las 3 estaciones presentaron longitudes entre 3,1- 4,5cm de LT. Se determinaron en total para las tres estaciones diecisiete ítems alimentarios y por otra parte se establecieron de acuerdo a la longitud total de los ejemplares capturados 8 intervalos de talla, las diferencias en cuanto al análisis del contenido estomacal por talla permitieron que se establecieran 2 grupos: Grupo 1. Conformado por organismos de tallas 1, y 2 (2,1-3,0 cm), la dieta en este grupo estuvo representada con los valores de frecuencia de aparición y ocurrencia numérica más altos para Amphipoda seguido por Diptera y Coleoptera, el resto de los componentes de origen insectívoro presentaron porcentajes en ambos métodos relativamente bajos. En cuanto al alimento de origen vegetal (algas filamentosas), estas registraron un porcentaje de frecuencia de aparición y Grupo 2. Conformado por organismos de tallas 7,8 y 9 (5,1-6,5 cm), este grupo al igual que el anterior, la dieta estuvo representada con los valores de frecuencia de aparición y ocurrencia numérica más altos para Amphipoda, Diptera y Coleoptera, y el resto de los componentes de la dieta relativamente bajos sin embargo se incluyen en este grupo los ítems alimenticios representados por Planorbidae, peces y Annelida. Por lo tanto *P. schomburgkii* se comporta como una especie de amplio espectro trófico, aunque se alimenta preferiblemente de Amphipoda.

REFERENCIAS

- [1] Cervigón, F. 1993. Los peces marinos de Venezuela. Fundación Científica Los Roques. 2da Ed. Vol. 2. Caracas, Venezuela. 497 pp.
- [2] Cummins, K.W. & R.W. Merritt. 2001. Application of invertebrate functional groups to wetlands ecosystem function and biomonitoring, p.85-111. In R.B. Rder, D.P. Batzer & S.A. Wissinger (eds.), Bioassessment and management of North America freshwater wetlands. John Wiley & Sons INC, New York, 469 pp.
- [3] Gerking, D.S. 1994. Feeding ecology of fish. Academic, California, EEUU. 416 pp.
- [4] Laevastú, T. 1971. Manual de métodos de Biología Pesquera. FAO. Editorial Acribia. Zaragoza, España. 243 pp.

AGRADECIMIENTOS

Al Consejo de Investigación de la Universidad de Oriente, proyecto N° CI-5-1901-095/00 y al FONACIT a través del proyecto G-2000001541, por haber financiado este trabajo.

Al Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas de la Universidad de Oriente (IIBCA-UDO) Susan Tai, por ceder el espacio físico para el procesamiento de las muestras, así como los recursos necesarios para el desarrollo de este estudio.



Fig. 1. *Polycentrus schomburgkii*.

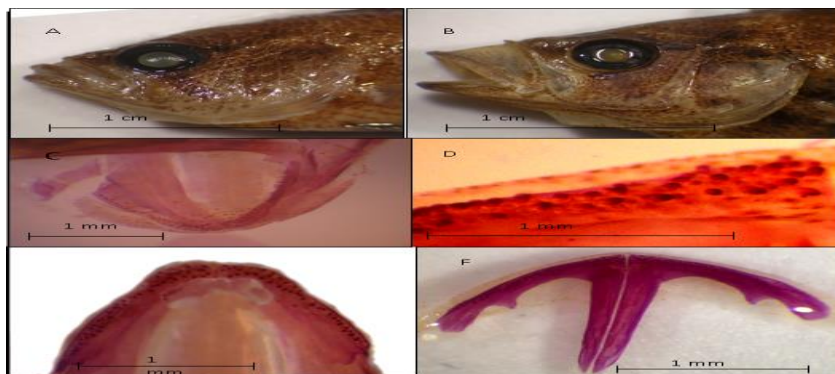


Figura.2. Morfología y estructuras bucales de *P. schomburgkii*.
A-Posición de la boca. B-Boca protrucible. C-Dentario. D-Hileras de
dientes romos del premaxilar. E-Dentario. F-Premaxilar.

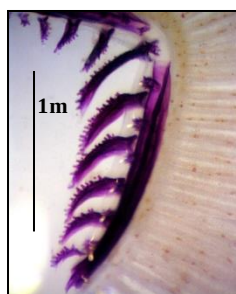


Figura 3: Primer arco branquial



Figura 4: Detalle de branquiespinas

NANOENCAPSULAMIENTO DE FÁRMACO ANTICANCERIGENO EN MATRIZ POLIMÉRICA

Jesus Orellano (1), Gleen Rodríguez (2), Angel Romero (3), Marcos Sabino (1).

(1) Grupo B⁵IDA, Departamento de Química, Sección de Química Orgánica, Universidad Simón Bolívar, Miranda-Venezuela.

(2) Laboratorio de superficies, Laboratorio E, Universidad Simón Bolívar, Miranda-Venezuela.

(3) Grupo de química orgánica medicinal, Instituto de Química Biológica, Facultad de ciencias, Universidad de la República, Montevideo-Uruguay.

Email: jesusorellano47@gmail.com

La necesidad de obtener sistemas de liberación controlada de fármaco (DDS) para el tratamiento del cáncer se ha vuelto una prioridad cada vez más presente en las últimas décadas para disminuir los efectos secundarios producto de las quimioterapias. La administración de fármacos convencionales a menudo requiere dosis altas o administración repetida para estimular un efecto terapéutico, sin embargo, estos requieren ser administrados por un tratamiento prolongado, lo que puede reducir la eficacia general e incluso provocar toxicidad. Es por ello que en las últimas décadas se han elaborado biomateriales, biodegradables y biocompatibles, como componente matriz para la fabricación de nanomateriales que contienen medicamento encapsulado para la entrega de fármacos de forma precisa a una tasa y periodo de tiempo específico y así, mejorar el rendimiento y la dosificación del medicamento en el cuerpo.[1] El encapsulamiento de Colchicina, un fármaco anticancerígeno comercial, se realizó en sistemas de micro/nanopartículas, utilizando políácido láctico (PLA) como vehículo. Para las partículas de PLA, se empleó la técnica de microemulsificación [2], con una concentración correspondiente a 3 veces su IC₅₀, es decir, a 32 μ M. [3] Se pudo verificar utilizando un microscopio electrónico de barrido (MEB), (figura 1a y 1b) que las partículas presentaron morfología esférica, en una distribución de tamaños entre la escala nanométrica y micrométrica. La encapsulación de la colchicina en las matrices poliméricas de las micro/nanopartículas pudo ser demostrada mediante la técnica de dispersión de energía de rayos X (EDX), sus valores aparecen expresados en la figura 1c. También, se utilizaron técnicas de espectroscopia infrarroja (FTIR-ATR) para caracterización y UV-Visible para su liberación (ver figura 1d). Posteriormente, se evaluó la degradación hidrolítica a 37 °C de los sistemas poliméricos durante 2 semanas, en dos condiciones distintas de soluciones buffer: a pH 7,4 (buffer de fosfato salino PBS) y a pH 4,8 (buffer de acetato/ácido acético). Fue realizada una curva de calibración, para luego poder obtener un perfil de liberación, el cual resultó ser una curva de liberación sostenida durante las 2 semanas en medio hidrolítico, obteniéndose al final de dicho periodo una liberación de 35% para el buffer a pH neutro y de 30% para el buffer a pH ácido. La degradación en los sistemas de partículas fue observada por MEB, ver figura 1e, y se evidenció algunos mecanismos de liberación como la erosión del tipo heterogénea, homogénea y la fragmentación.

REFERENCIAS

- [1] Rodrigo-Navarro, A., Sankaran, S., Dalby, M. J., del Campo, A., & Salmeron-Sanchez, M. (2021). "Engineered living biomaterials". *Nature Reviews Materials*. DOI:10.1038/s41578-021-00350-8.
- [2] Bamrungsap S., Zhao Z., Chen T., Wang L., Li C. (2012). "Nanotechnology in therapeutics: a focus on nanoparticles as a drug delivery system". *Nanomedicine*, Vol 7, N°8 A Review. DOI: 10.2217/nnm.12.87.
- [3] Hagraas M., Moshira A., El D., Heba S. A., Eslam B., Ahmed B. M., Eissa I. H. (2021). "Discovery of new quinolines as potent colchicine binding site inhibitors: design, synthesis, docking studies, and anti-proliferative evaluation". *Journal of Enzyme Inhibition and Medicinal Chemistry*, 36:1, 640-658. DOI: 10.1080/14756366.2021.1883598.

AGRADECIMIENTOS

A la sección de microscopía electronica del Laboratorio E, Universidad Simón Bolívar, Miranda-Venezuela.
 Al laboratorio de Carbón y residuos de petróleo, Departamento de procesos y sistemas, Universidad Simón Bolívar, Miranda-Venezuela.
 Al laboratorio de análisis instrumental, Laboratorio B, Universidad Simón Bolívar, Miranda-Venezuela

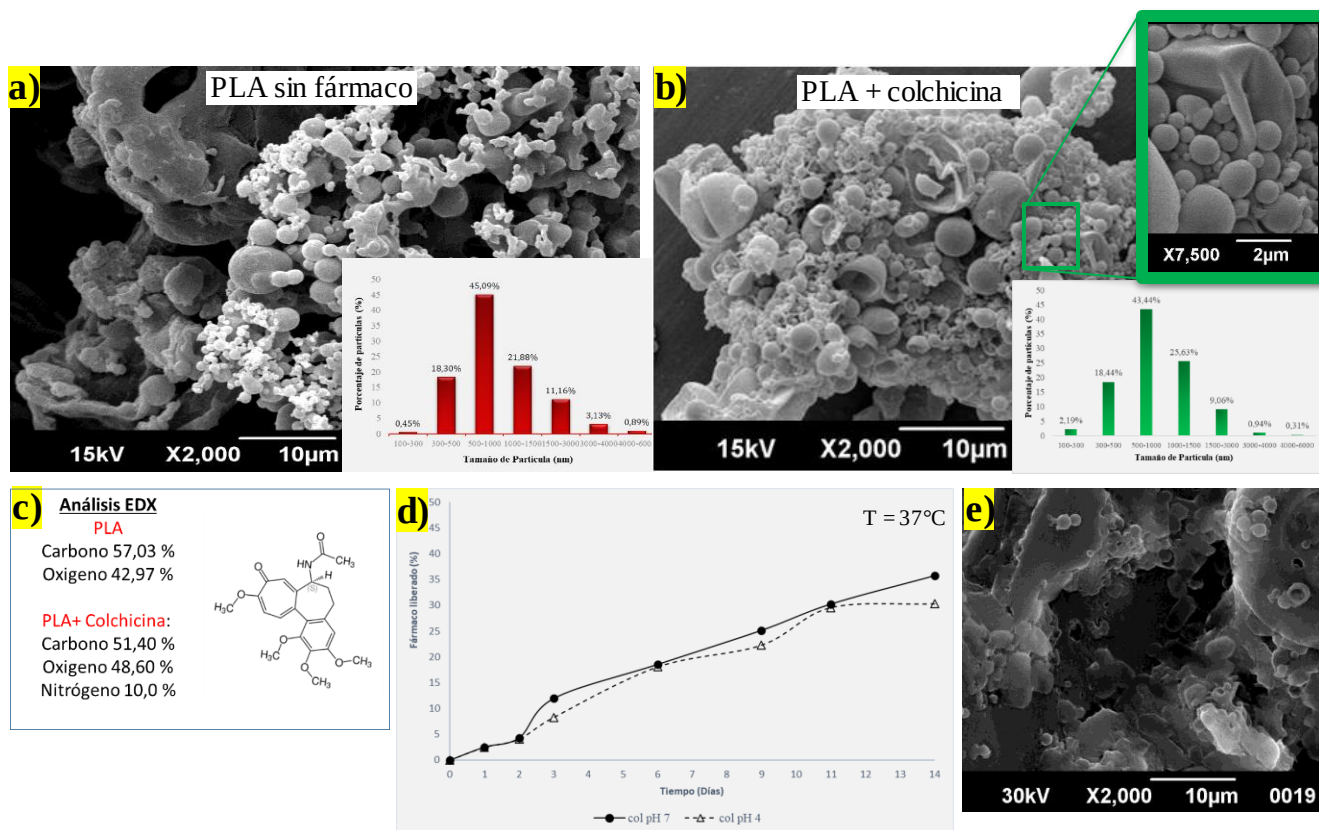


Figura 1. Micro/nanopartículas de PLA: a) micrografía y distribución de tamaños sin fármaco, b) micrografía y distribución de tamaños cargadas con colchicina, C) análisis EDX, d) perfil de liberación y e) micrografía después de 2 semanas de degradación hidrolítica.

Resúmenes

Ciencias

de

Materiales

INFLUENCIA DE DIFERENTES FUNCIONALIZACIONES EN UN COPOLÍMERO DE ESTIRENO-DIVINILBENCENO Y SU APLICACIÓN COMO CATALIZADOR

Diliana Capitillo (1), Carlos Chinae (1), Caribay Urbina de Navarro (2).

(1) Laboratorio de Polímeros, Centro de Química Orgánica, Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.

(2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Microscopía Electrónica “Dr. Mitsuo Ogura”.
Caracas-Venezuela.

Email: diliana.capitillo.ucv@gmail.com.

Los copolímeros macroporosos de estireno-divinilbenceno (Est-DVB) entrecruzados, tienen un amplio rango de aplicaciones, tales como resinas de intercambio iónicas y absorbentes, pero su aplicación como soporte para catalizadores, tal vez es la menos explorada, sin embargo estos materiales dado sus características físico-químicas, como la inercia, la estabilidad a un amplio rango de temperaturas de trabajo, así como ser a menudo regenerables y de baja toxicidad, pueden ser explorados para este tipo de aplicaciones [1][2]. En esta investigación se tiene como objetivo sintetizar copolímeros de Est-DVB, y estudiar a través de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) las posibles modificaciones de la morfología de las resinas poliméricas sintetizadas al sufrir diferentes funcionalizaciones. Se sintetizaron 4 copolímeros de Est-DVB bajo las condiciones indicadas en la Tabla 1 y 2, las mismas fueron caracterizadas con MEB, tal como se observa en las Figuras 1, 2 y 3 obteniéndose en todos los casos que los materiales sintetizados corresponde con la morfología esférica reportada en la literatura [3][4], así como la aparición de poros en todos los casos al ser removido el porógeno (poliestireno). Estos materiales fueron funcionalizados como resinas ácidas con H_2SO_4 (conc), bajo las condiciones descritas en la Tabla 2. Las observaciones por MEB evidencian los cambios morfológicos que presentan por efecto del ácido sulfúrico como agente sulfonante, tal como se observa en las Figuras 4 y 5[5]. Estas resinas ácidas fueron utilizadas como catalizadores ácidos para promover la deshidratación de glucosa y fructosa a 5-hidroximetilfurfural (5-HMF), obteniéndose valores de conversión en el caso de la fructosa por encima del 80% y de 60% partiendo de la glucosa. Por otra parte, estos materiales fueron utilizados como soportes para el desarrollo de dos catalizadores diferente. En el primer caso, la resina ácida identificada como 2, sufre una segunda funcionalización con CrCl_3 , con la finalidad de obtener una resina bifuncionalizada[6][7], con funcionalidad ácida Bronsted y Cr^{+3} , para ser utilizada como catalizador verde reutilizable para promover la isomerización y deshidratación ácida de la glucosa para la obtención de 5-HMF en condiciones heterogéneas en un solo paso. La resina bifuncional es caracterizada por MEB, como se observa en la Figura 6 que la morfología esférica de la resina se mantiene después de la funcionalización con cromo. Además, por la técnica de EDX, se obtiene la aparición de cromo con un porcentaje en peso de 5 %. Por otro lado, la resina ácida identificada como 4, fue utilizada para soportar nanopartículas de Rutenio (NPRu) para desarrollar un catalizador que permita en condiciones hidrotérmicas partiendo de 5-HMF el ácido 2,5-furandicarboxílico (FDCA), el cual tiene una posible aplicación en la síntesis de polímeros biodegradables [8][9]. La caracterización por MEB del catalizador desarrollado, Figura 7, permite observar pérdida de la morfología esférica de la resina, lo que puede deberse al proceso de molienda que sufren las mismas una vez que se ha soportado el metal. Sin embargo, se aprecia que el bloque principal de las misma es altamente poroso con una estructura macroporosa. Por otra parte, es difícil observar las nanopartículas de rutenio en la superficie del compuesto a partir de la imagen MEB, sin embargo, puede verse que las nanopartículas de rutenio resaltan ligeramente en la imagen como pequeños puntos brillantes en la Figura 8 por lo que podemos decir que están distribuidas uniformemente en la superficie de la resina, y podemos observar fácilmente que la superficie de R4 está ligeramente escamada y distribuida con muchos agujeros grandes irregulares, donde puede estar ocluido el metal.

REFERENCIAS

- [1]Capitillo, D. Síntesis y Funcionalización de un copolímero de estireno y divinilbenceno y su posible aplicación como soporte en la síntesis en fase sólida, Caracas: Universidad Central de Venezuela, 2013.
- [2] Corain, B. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical. J, vol. 177, n° 1, pp. 3-20, 2001.
- [3] Okay, O. Journal of Applied Polymer Science, vol. 74, n° 9, pp. 2181-2195, 1999.
- [4] Okay, O. Prog. Polym. Sci, vol. 25, pp. 711-779, 2000.
- [5] Capitillo, D. et at. (2022) Informador Técnico, vol. 87, n° 1, pp. 3-12.
- [6] Y. X. Li, et at. Green Chemistry, vol. 20, n° 4, p. 863–872., 2018.
- [7]. Ravasco, J., et at «Bifunctional Cr³⁺ modified ion exchange resins as efficient reusable catalysts for the production and isolation of 5-hydroxymethylfurfural from glucose, RSC Advances, vol. 7, n° 13, p. 7555–7559., 2017.
- [8] Béla Török, C. S. «Chapter 3 - Solid catalysts for environmentally benign synthesis, In Advances in Green and Sustainable Chemistry, Heterogeneous Catalysis in Sustainable, Elsevier, 2022, pp. 81-83.
- [9] Y. W. Huang, «2,5-Furandicarboxylic Acid Synthesis and Use. In Chemicals and Fuels from Bio-Based Building Blocks, 2016, pp. 191-216.
- [10] Ndolomingo, M., Journal of Materials Science, vol. 55, n° 15, p. 6195–6241, 2020.

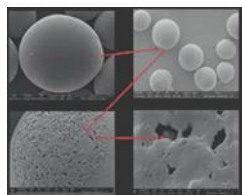


Figura 1. Esfera de la Resina 1

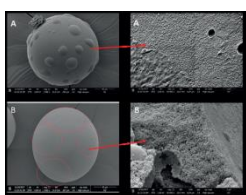


Figura 2. Resina: A) 2, B) 3

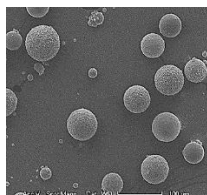


Figura 3. Resina R4 antes de funcionalizar

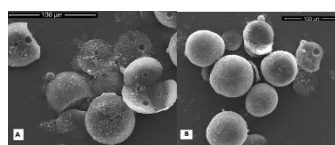


Figura 4. Resinas sulfonadas A) 2 B) 3

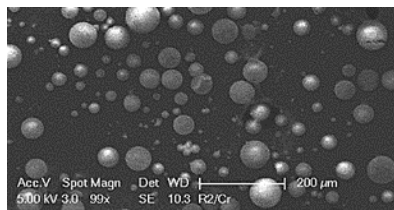


Figura 6. Resina de Cr³⁺/Resina Ácida

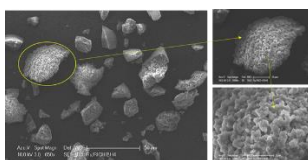


Figura 7. Nanocatalizador de Ru soportado en la R4

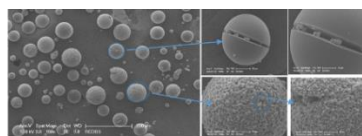


Figura 5. Resina R4 después de sulfonar

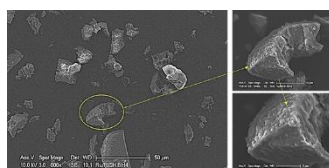


Figura 8. Nanocatalizador de Ru soportado en R4.

Tabla 1. Condiciones de reacción de síntesis de las Resinas 1, 2, 3

Parámetro	Resina 1		Resina 2		Resina 3	
Monómero (ml) Estireno (Est)	Est:30	DVB: 10	Est: 34	DVB: 6	Est: 25	DVB: 15
Divinilbenceno (DVB)						
Agente emulsificante	Solución de polivinilalcohol: preparada pesando 10 g de PVA disueltos en agua caliente y aforados a un volumen de 500 ml					
Iniciador	Aproximadamente 1 g de peróxido de benzoilo					
Solvente	Agua; relación capa acuosa/capa orgánica: 500ml/40ml					
Porógeno: Poliestireno (g)	1.0217		3.0233		3.083	
Condiciones del Reactor	Temperatura constante de 70 °C, y agitación constante de 750 rpm durante 6 h					

Tabla 2. Condiciones de reacción de síntesis de las Resinas

Parámetro	Resina R4
Fase Orgánica	20 ml
Fase acuosa	1000 ml
Iniciador	AIBN 2 %
Porógeno: Poliestireno (g)	10 %
Agente emulsificante	PVA al 88%de hidrólisis
Condiciones del Reactor	Temperatura constante de 60 °C, y agitación constante de 750 rpm durante 6 h

Tabla 3. Condiciones de reacción de síntesis de las Resina Bifuncional

	R2	R comercial
Resina de Intercambio iónico	1,050 ± 0,0001	1,021 ± 0,0001
CrCl ₃ ·6H ₂ O / Solv.: MeOH	0,344 g ± 0,001/ 3,4 ml ± 0,2	0,351 g ± 0,001/ 3,4 ml ± 0,2
Condiciones de Reacción	Temp.: 80 °C sin agitación por 12 h.	

SÍNTESIS ACUOSA DE NANOHIIDROGELES PAAm/PVA/Ag

María Cristina Hernández (1), Carlos Rojas (2), Pedro Estévez (3), Nelisa Bandres (3).

(1)Universidad Simón Bolívar, Departamento de Física, Caracas-Venezuela.

(2) Universidad Central de Venezuela, Escuela de Física, Caracas-Venezuela.

(3) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Materiales, Caracas-Venezuela.

Email: maheman@usb.ve

Los hidrogeles son redes poliméricas tridimensionales, caracterizadas por su capacidad de absorber y/o liberar grandes cantidades de agua de manera reversible sin afectar la estabilidad mecánica del material [1]. Su capacidad de absorción de agua se relaciona con el nivel de entrecruzamiento que se obtiene en el proceso de síntesis y se caracteriza por el grado de hinchamiento del material. Este hinchamiento ocurre cuando el hidrogel seco (xerogel) comienza a hidratarse, permitiendo la entrada de las moléculas de agua en la red polimérica y aumentando su volumen. Las moléculas de agua interactúan con grupos polares e hidrofílicos a través de la formación de puentes de hidrógeno y el nivel final de hidratación del gel se obtiene cuando se alcanza un equilibrio entre las fuerzas osmóticas, responsables de la difusión del agua hacia el interior del material, y las fuerzas cohesivas, generadas por el entrecruzamiento, que se oponen a la expansión y deformación de la red polimérica. Los hidrogeles semi interpenetrados (semi IPN) son hidrogeles en los que uno de los componentes que lo forma se encuentra entrecruzado, mientras que el otro es un polímero lineal. Este tipo de hidrogeles permite combinar las propiedades de los dos componentes y presenta un excelente comportamiento en cuanto a porosidad, elasticidad, resistencia mecánica y grado de hinchamiento. Recientemente ha surgido un marcado interés en el uso de hidrogeles como matriz de soporte y estabilización de nanoestructuras inorgánicas como nanopartículas metálicas, nano arcillas, nanotubos de carbono, etc [2]. El uso de matrices orgánicas, de naturaleza nanoestructurada, combinadas con una fase inorgánica a escala nano, permite el desarrollo de materiales con propiedades novedosas y una amplia posibilidad de aplicaciones en áreas como: farmacología, soporte y crecimiento de tejidos, desarrollo de sensores y dispositivos electrónicos, remediación de ecosistemas, catalizadores, etc [3]. En este trabajo se presenta una metodología novedosa de síntesis en medio acuoso de nanohidrogeles semi-interpenetrados (HGNCs), de poliacrilamida (PAAm) con alcohol polivinílico (PVA) y nanopartículas de plata (AgNPs). La síntesis de los HGNCs/AgNPs se realizó en dos fases: en una primera etapa se obtienen las AgNPs utilizando el método del poliol con el PVA como agente reductor y estabilizante de las nanopartículas metálicas, y en una segunda etapa se sintetizan *in situ* el hidrogel semi IPN PAAm/PVA/AgNPs. Se utiliza una relación en peso 2:1 PVA:AgNO₃ y 4:1 PAAm:PVA. Para evaluar la calidad del HGNCs/AgNPs obtenido, se analizan también las propiedades morfológicas y de hinchamiento de muestras blanco de PAAm y PAAm/PVA. La dispersión en la matriz polimérica, polidispersidad y tamaño de partícula de la nanofase metálica es evaluada a través de Microscopia Electrónica de Transmisión (MET). La estructura y tamaño de poros de los hidrogeles sintetizados es analizada por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) a partir de muestras liofilizadas. En la Figura 1 se comparan los hidrogeles sintetizados en condición de xerogel y completamente hidratados. Aparentemente se puede afirmar que la presencia del polímero lineal (PVA) y/o la nanofase metálica (AgNPs) no afectan el hinchamiento de la red de PAAm. El color marrón intenso de la muestra (c) se debe a la dispersión a escala nanométrica de las partículas de plata. En la Figura 2 se presentan las micrografías por MEB de las mismas muestras liofilizadas. Se observa que la presencia del polímero lineal reduce el tamaño de los poros, de unos 10 μm en la PAAm a unos 3 μm en la muestra con PVA y 0,7 μm para el nanohidrogel. Este comportamiento se puede explicar como consecuencia de la rigidez que aporta en la estructura del hidrogel semi IPN, la presencia de un polímero semicristalino como el PVA. En la Figura 3a) se presenta la micrografía por MET del nanohidrogel. Se observa la presencia de nanopartículas esféricas de plata con una dispersión uniforme en la matriz polimérica; del análisis de la distribución de tamaños de las

nanopartículas, Figura 3b), se obtiene un radio promedio de 9 nm y una polidispersidad relativamente baja (9 ± 4) nm. Los resultados obtenidos por MEB demuestran la formación de la red tridimensional así como la presencia de poros definidos. El estudio morfológico por MET en la muestra de nanohidrogel demuestra la formación de una nanofase inorgánica (AgNPs) con una distribución de tamaños de partícula estrecha y una dispersión uniforme.

REFERENCIAS

- [1] Ahmed E. Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review. *J Adv Res.* 2015; 6(2):105-121.
- [2] Ngo, C., Van de Voorde M. *Nanotechnology in a Nutshell From Simple to Complex Systems*. USA: Springer.; 2014.
- [3] Lu A, Salabas E, Schüth F. Nanoparticles: Synthesis, Protection, Functionalization, and Application. *Magn N Angew Chemie Int.* 2007;46(8):1222-1244.



Figura 1. Hidrogeles en condición de xerogel (izquierda) y completamente hinchadas (derecha):
a) PAAm; b) PAAm/PVA; c) PAAm/PVA/AgNPs

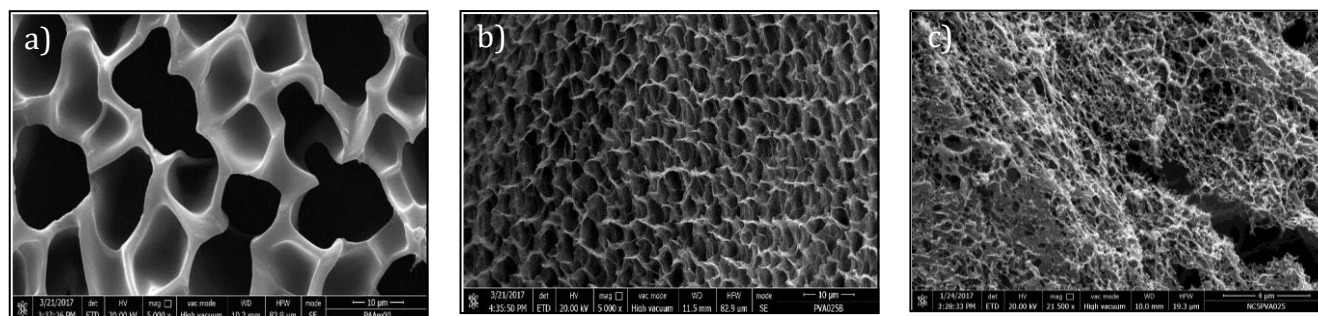


Figura 2. Microscopía electrónica de barrido de las muestras liofilizadas:
a) PAAm; b) PAAm/PVA; c) PAAm/PVA/AgNPs

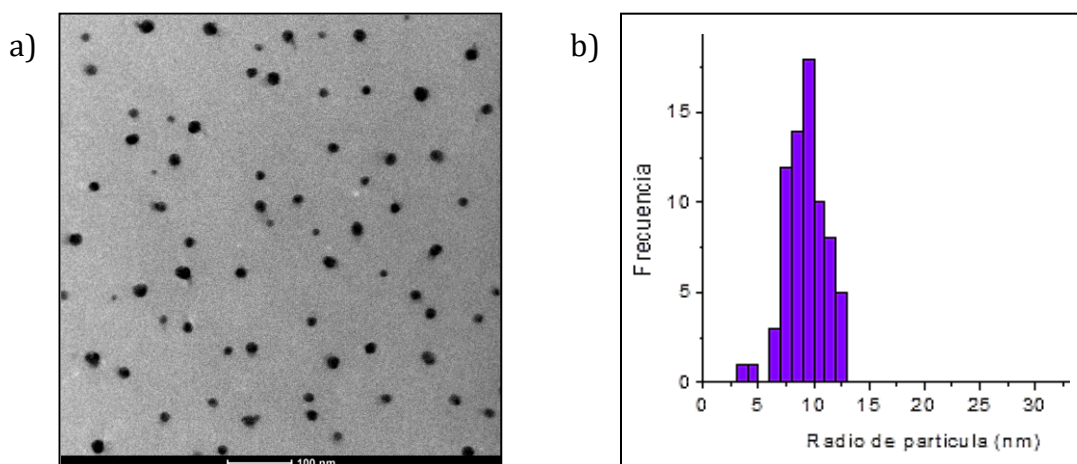


Figura 3. Microscopía electrónica de transmisión del nanohidrogel:
a) Las esferas oscuras corresponden a las AgNPs; b) histograma

ORGANIC ACIDS IN WHEAT GLUTEN FOAMS: A STUDY OF CROSS-LINKING CAPACITY AND BIODEGRADABILITY IN COMPOSTING

Leonardo A. Perdigón* (1), Gleen Rodriguez (2), Jean C. Gonzalez (3), Mikael S. Hedenqvist (4), Mercedes A. Bettelli (4), Marcos A. Sabino (1)

(1) Dept. of Chemistry, B5IDA research group, Simon Bolivar University. (2) Surfaces Laboratory of Laboratory E, Simon Bolivar University. (3) Dept. of Processes and Systems, and Carbon Laboratory of Laboratory B, Simon Bolivar University, Caracas 89000, Venezuela. (4) Dept. of Fibre and Polymer Technology, KTH Royal Institute of Technology, Stockholm

10044, Sweden.

(*)14-10806@usb.ve

Petroleum-based polymers (PBPs) are vital in industries such as packaging, textiles, agriculture, and healthcare, due to their affordability, versatility, and durability. These plastics are key in many production processes but pose environmental risks, with about 60% of plastic waste ending up in landfills, soil, and oceans. [1]. In response to this situation, there has been an increase in the research and development of new bio-based materials, originating from renewable sources such as starch, wheat gluten, chitosan, and cellulose [2,3]. These are characterized by their capacity for biodegradation under natural conditions, favorably contrasting with PBPs by not generating adverse impacts on the environment or contributing to plastic pollution, thus representing a sustainable and eco-friendly alternative [2,3]. This study examined the cross-linking capabilities of organic acids in proteins, specifically from agricultural co-products such as wheat gluten. Additionally, the compostability and degradation of bio-based foams produced through low-temperature dry extrusion were investigated [2]. These materials have a 70/30 weight ratio of wheat gluten protein (WG) and glycerol (G) as plasticizers, and 5% by weight of ammonium bicarbonate (ABC) as a chemical foaming agent. Additionally, 5% of gallic acid (GA) and 5% of citric acid (CA) were used as cross-linking agents in this formulation during extrusion. The compost degradation process, which lasted 8 weeks, revealed a 98% mass loss in those bio-based materials without cross-linking agents and approximately 78% for samples with 5% GA compared with 85% for those with CA, demonstrating the superior cross-linking ability of gallic acid in wheat gluten protein. Furthermore, a comprehensive analysis of the water absorption capacity of these materials was conducted, this involved their exposure to an environment with 100% humidity for a duration of six days at a constant temperature of 25 °C. The findings revealed that the various formulations exhibited a high capacity for water absorption, with those samples containing cross-linking agents achieving thermodynamic equilibrium more rapidly. Subsequently, during various degradation periods, the breakage of peptide bonds and the formation of degradative species in bio-based materials were studied through Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR-ATR). Alterations in both the external and internal surface matrices were observed, indicating heterogeneous radial degradation. Scanning Electron Microscopy (SEM) analyses revealed significant changes, such as cracks, erosion, and wear in the material structures. Finally, coriander plants (*Coriandrum sativum*) were used to evaluate the bioassimilation of the degraded samples in soil, comparing their efficacy as fertilizer to that of industrial products such as urea. It was found that these materials are completely bioassimilable by plants and soil microorganisms, showing a fertilization capacity that is superior to traditional fertilizers.

REFERENCES

- [1] Geyer R. et al. *Science advances* (2017) (3) (7) (e1700782).
- [2] Bettelli M. et al. *ACS Biomacromolecules* (2022) (23) (12) (5116–5126).
- [3] Capezza A. et al. *ACS Sustainable* (2019) (7) (5) (4532–4547).

ACKNOWLEDGMENTS

Dept. of Fibre and Polymer Technology, KTH Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden.
Carbon Laboratory of Laboratory B, Simon Bolivar University, Caracas, Venezuela

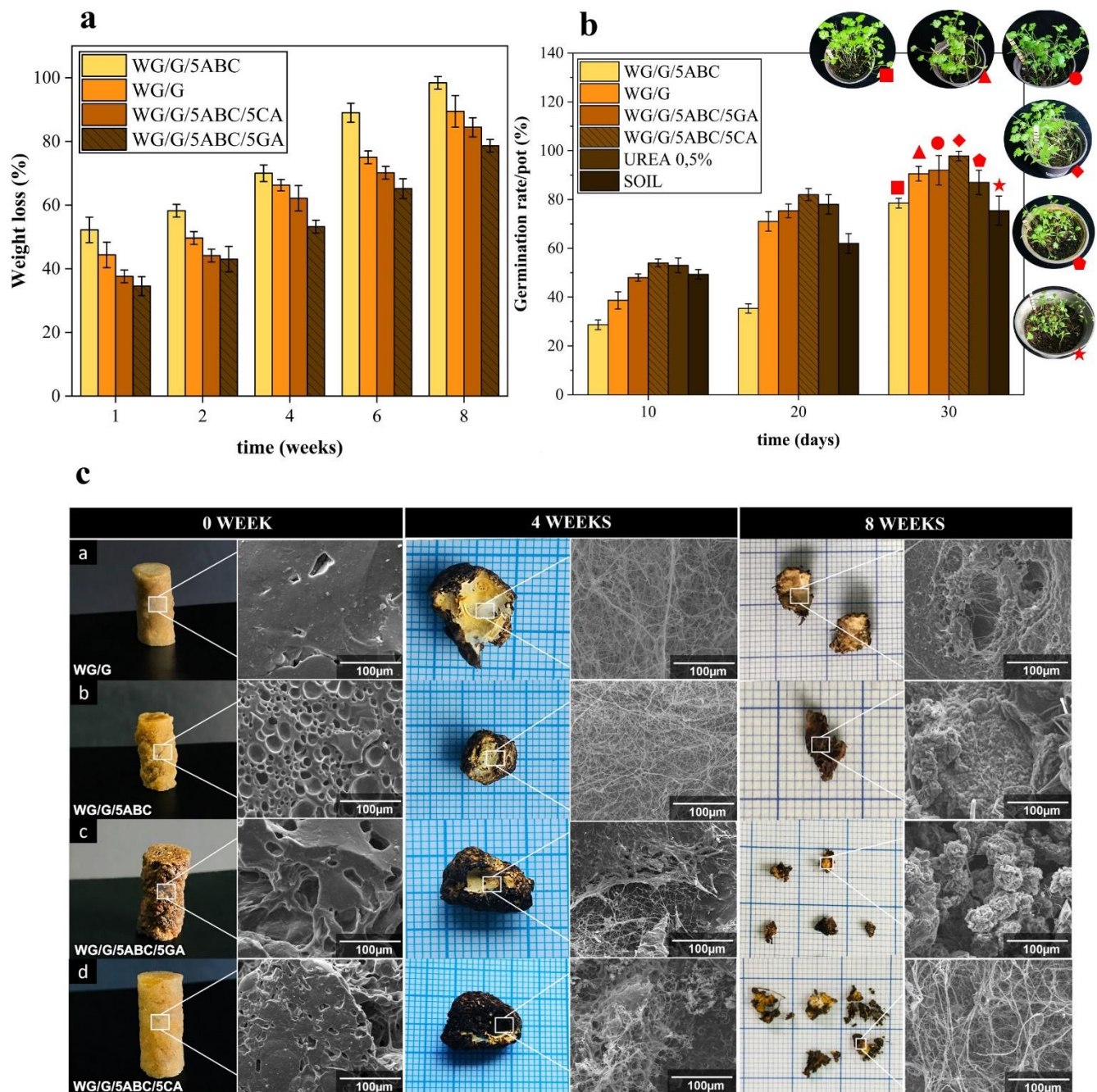


Figure 1: Weight loss of bio-based materials (a). Germination rate in the bioassimilation of nutrients by coriander plants, photos of the evolution of this plants after 30 days (b). Degradation during composting of the materials over 8 weeks, and observation by scanning electron microscopy before composting and at different degradation times (c).

PREPARACIÓN MICRO Y NANOPARTICULAS POLIMÉRICAS BIODEGRADABLES PARA EL ENCAPSULAMIENTO Y LIBERACIÓN CONTROLADA DE LA HIRUDINA

González R. Karina N. (1), González V. Gema (2)(3), Sabino Marcos A. (4)

- (1) Universidad Central de Venezuela (UCV). Facultad de Farmacia. Unidad de Química Medicinal. Caracas, Venezuela.
(2) Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Laboratorio de Materiales. Altos de Pipe, Venezuela.
(3) Escuela de Física y Nanotecnología, Universidad Yachay Tech. Ecuador
(4) Grupo de Investigación B5IDA. Dpto. de Química. Universidad Simón Bolívar USB. Valle de Sartenejas, Venezuela.
Email: karina.gonzalez@ucv.ve

Un fármaco encapsulado presenta ventajas de dosificación con respecto a otras vías de administración y se incluye dentro de la tecnología de formas farmacéuticas de liberación modificada de fármacos [1]. Asimismo, la encapsulación se ha convertido en una alternativa útil para desarrollar sistemas novedosos de liberación de péptidos y proteínas, tales como anticoagulantes [2]. En esta investigación se realizó la preparación y caracterización de sistemas micro y nanoparticulados en base a poliésteres biodegradables usando el método de microemulsificación para estudiar el encapsulamiento y liberación del fármaco hirudina (inhibidor de trombina y con propiedades anticoagulantes)[3]. Fueron preparados tres tipos de micro y nanopartículas poliméricas: (1) PLLA poli(ácido L-láctico), (2) la polimezcla PLLA-PEG poli(ácido L-láctico): poli(etilenglicol) en proporción 50:50 y (3) el copolímero PLGA poli(ácido láctico: glicólico), con fines de obtener una matriz de soporte para la encapsulación por post-incubación del fármaco. La preparación de las micro y nanopartículas se llevó a cabo siguiendo el método de microemulsificación [4]; usando como fase acuosa agua una solución al 0,25% de Polivinil Alcohol (PVA) como agente estabilizante, y el polímero fue disuelto en cloroformo manteniéndose bajo agitación controlada en un reactor con aletas internas, ultrasonido y empleando un ultramicrodispersor, durante 120 minutos. Una vez terminado el proceso, se dejó la solución bajo agitación hasta el día siguiente con el fin de evaporar el cloroformo. La solución fue centrifugada y las partículas sedimentadas fueron lavadas con agua desionizada, para su posterior liofilización. Este procedimiento estandarizado permitió preparar cada una de las partículas con PLLA, PLLA-PEG y PLGA. Para caracterizar la morfología y el tamaño de las partículas obtenidas se utilizó un microscopio electrónico de barrido, marca JEOL modelo JSM6390, previamente, las muestras fueron colocadas en porta muestras y recubiertas con oro usando un equipo Sputter-coater marca Balzers-SCD-030. En las Figuras 1, 2 y 3 se muestran las micrografías de las partículas obtenidas. En base a los resultados de microscopía se obtuvo una frecuencia de distribución de tamaños de partículas donde se aprecia que las dimensiones están predominantemente en la escala nanométrica. En todos los casos se observa una morfología simétrica de partículas esféricas. Posteriormente se procedió a la encapsulación por post-incubación de las micro y nanopartículas de PLLA, PLLA-PEG, PLGA con el fármaco hirudina, por lo que se procedió a colocar 0,5 mL de una solución del fármaco lepirudina que contenía 1 mg de hirudina (concentración 2 mg/mL) a una cantidad de las muestras de las micro-nanopartículas poliméricas de PLLA, PLLA-PEG y PLGA, colocadas en beaker de 50,0 mL. Se añadieron 2 mL de agua destilada estéril para favorecer la agitación y se dejó en agitación magnética, en nevera, por 72 horas. Luego de la carga de las partículas, se procedió a la liberación de la hirudina mediante un ensayo funcional de coagulación mediante la medición de tiempo parcial de tromboplastina activada (aPTT). Se evidenció que estos sistemas permiten una liberación controlada de la hirudina de hasta por 48 horas, bajo las condiciones experimentales del ensayo.

REFERENCIAS

- [1] Gálvez P, Ruiz A, Clares B. *Medicina Clinica (Barc)*. **2011**; 137(14):645-649.
[2] Sellers D, Kim T, Mount C, Pun S, Homer P. *Biomaterials*. **2014**; 35(31):8895-8902.
[3] González K. González G y Sabino M. **2023**. *Acta microscópica* 32 (2)

[4]Vanderhoff, J., El-Aaser, M. y Ugelstad, J. (1979). Estados Unidos, *Patente N° 4, 177,177*.

AGRADECIMIENTOS

A la Dra. María Eugenia Pineda y el Farmacéutico Miguel Tovar del Centro de Biotecnología de la Facultad de Farmacia de la Universidad Central de Venezuela, por la realización del ensayo funcional de coagulación. Al Licenciado Gleen Rodríguez del Lab de Superficies, Lab E de la USB por la preparación y observación de las muestras por microscopia electrónica de barrido.

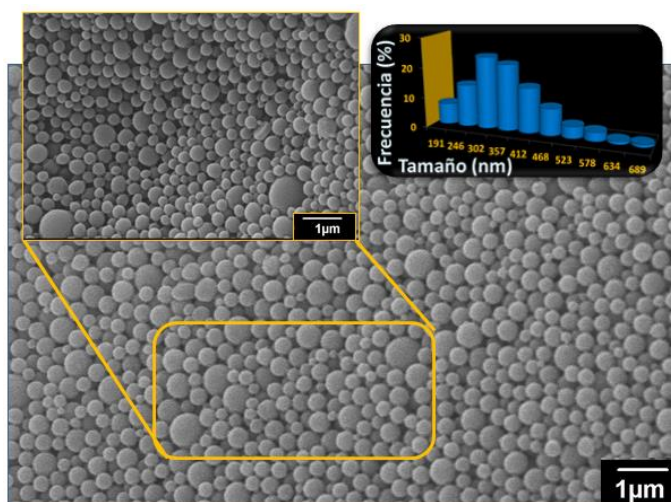


Figura 1. Imágenes de MEB de las micro y nanopartículas obtenidas a partir de PLLA.

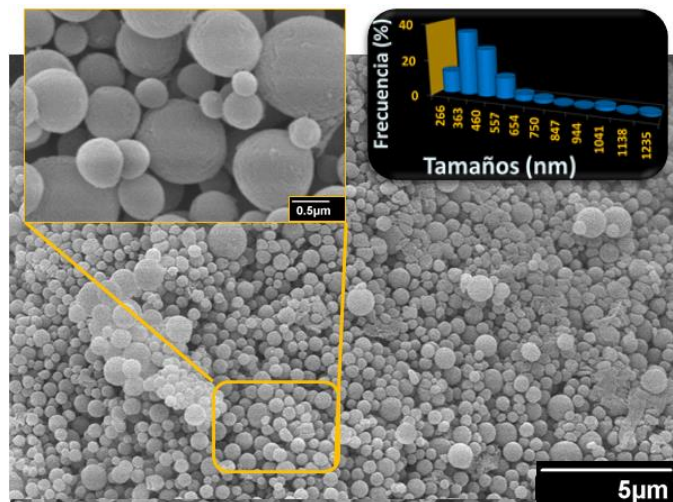


Figura 2. Imágenes de MEB de las micro y nanopartículas obtenidas a partir de la polimezcla PLLA-PEG (50:50).

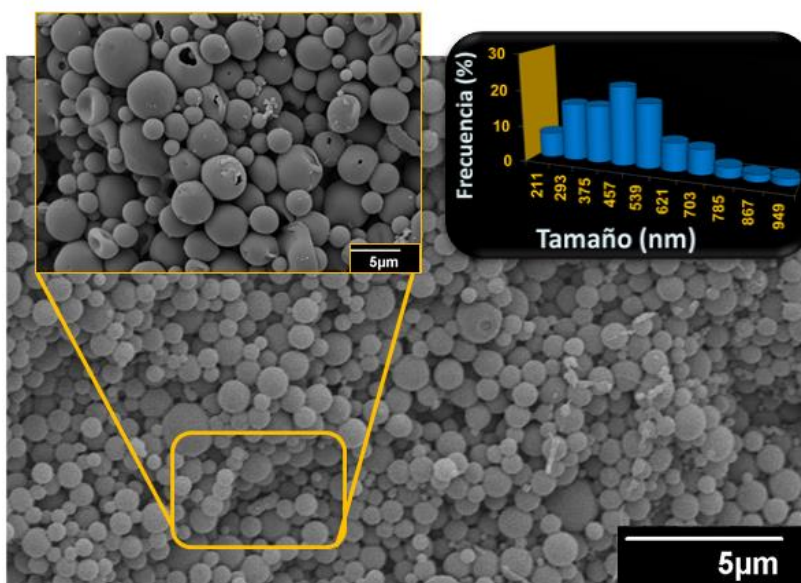


Figura 3. Imágenes de MEB de las micro y nanopartículas obtenidas a partir de PLGA.

DETERMINACIÓN DE VIDA ÚTIL DE LÁMINAS GALVANIZADAS A PARTIR DEL ESPESOR Y OTRAS CARACTERÍSTICAS DEL RECUBRIMIENTO

Glorys López (1), Glenda Palomino (2) y Yelitza Figueroa (3)

(1), (2) Depto. de Mecánica. Universidad de Oriente. Puerto la Cruz - Núcleo de Anzoátegui.

Email (1): glorys.v.lopez@gmail.com E mail (2): glendiita0894@gmail.com

(3) Laboratorio de corrosión. Instituto de Investigación de Biomedicina y Ciencias Aplicadas (IIBCA). Universidad de Oriente. Cumaná-Núcleo de Sucre. Email: velidegil@gmail.com

El galvanizado por inmersión continua en baño de Zn en caliente, es un proceso metalúrgico utilizado industrialmente para proteger piezas y componentes de acero contra la oxidación y la corrosión. La protección del recubrimiento de Zn puede aportar a los componentes recubiertos una vida entre 30 y 50 años dependiendo de las condiciones atmosféricas [1]. La Asociación Americana de Galvanizadores (AGA) ofrece tablas y gráficos para predicciones de vida útil de los recubrimientos galvanizados expuestos a diversos entornos [2]. Por otra parte, la Norma ISO 9223 define las categorías de corrosividad de los ambientes atmosféricos, basadas en la velocidad de corrosión detectada en un año en probetas normalizadas [3]. Esto permite aplicar las velocidades de corrosión para el zinc y el acero, para estimar la vida útil del producto galvanizado si se conoce el tipo de ambiente y espesor del recubrimiento. En el presente estudio se determinó la vida útil de láminas galvanizadas ASTM G-90 y calibre 26 (0,45), seleccionando para su caracterización, muestras (A, B, C y D) utilizadas en techos de edificaciones que estuvieron expuestas a tiempos de uso (8, 36, 240 y 0 meses) bajo condiciones atmosféricas en ambientes diferenciados principalmente por su lejanía de la costa marina (A: 1,1 km, B: 5,86 km, C: 0,35 km y D: 1,1 km bajo almacenamiento), tal como se indica en la Tabla 1. La caracterización se hizo mediante microdureza (HV), estudio metalográfico (MO y MEB) y evaluación de la distribución de elementos químicos a través del espesor del recubrimiento (EDS). Se llevó a cabo una combinación de micro abrasión con microscopía óptica (MO) y electrónica (MEB-EDS) para determinar el espesor del recubrimiento original y actual después de uso, de las láminas seleccionadas. La medición se realizó en la sección transversal de las muestras y por evaluación de dimensiones de cráteres o huellas producidas por micro abrasión de la capa de recubrimiento en la superficie externa de las láminas. El tiempo de vida útil (T), se calculó en base al espesor actual del recubrimiento y de la tasa de pérdida metálica del recubrimiento (V_{ra}), ocurrida durante el tiempo de servicio (t) de cada muestra en su medio atmosférico. Según la caracterización físico-química y la información obtenida en la Norma ASTM A-653, todos los sustratos están en conformidad con la denominación CS (Acero comercial tipo A y B), estimándose que las láminas A y D pertenecen al mismo lote de producción, que es distinto al de las láminas B y C. La distribución de elementos químicos en el recubrimiento está conforme a lo esperado, ya que en las proximidades del metal base o sustrato, el contenido de zinc disminuyó hasta un mínimo y el de hierro alcanzó un máximo, lo cual se refleja en una mayor dureza; pero en la superficie, la dureza es baja, como consecuencia de un mayor contenido de zinc y bajo de hierro. En las láminas A, B y D, los espesores del sustrato y del recubrimiento, se encuentran respectivamente conformes con el calibre 26 y la categoría de especificación G90, estando los espesores de recubrimiento muy cercanos al valor del límite inferior del rango de espesores permitido (12,80 - 22,19 μm), mientras que la lámina C se encontró fuera del rango especificado para el recubrimiento. La vida útil reportada en la Tabla 2, indica que la lámina C ha estado expuesta al medio más agresivo, por lo que su vida útil es la menor en comparación con el resto de las probetas, mientras que la muestra B reportó la mayor vida útil, relacionándose ambos comportamientos respectivamente con la menor y mayor lejanía de la costa marina. Sin embargo, en las láminas A y D que comparten la misma distancia desde la costa marina, la diferencia de vida útil estaría asociada a las características particulares del ambiente de servicio, que en A es a intemperie y en D es bajo techo.

REFERENCIAS

- [1] Flores, M. Ruiz, J. (2015). *La Galvanización en Caliente*. Asociación Técnica Española, España, vol. 1, pp. 1-17.
[2] Langill, T. (1998). *Lifetime vs. Coating Thickness*. American Galvanizers Association (AGA).
Disponible en: <https://galvanizeit.org/knowledgebase/article/lifetime-vs-coating-thickness>
[3] International Standard ISO 9223. (2012). *Corrosion of Metals and Alloys, Corrosivity of Atmospheres, Classification, Determination and Estimation*. Colorado.USA.

AGRADECIMIENTO

A la sección de Microscopía Electrónica del Laboratorio de Superficies, del Laboratorio E de la Universidad Simón Bolívar y al Laboratorio de Metalurgia del Dpto. de Mecánica de la Universidad de Oriente.

Tabla 1. Características de muestras seleccionadas para estudio

Muestra	Lejanía desde Costa Marina (Km)	Tiempo de Servicio (años)	Ambiente de Servicio
A	1,10	0,67	Atmosférico (Intemperie)
B	5,86	3,0	Atmosférico (Intemperie)
C	0,35	20,0	Atmosférico (Intemperie)
D	1,10	17,2	Climatizado (bajo techo)

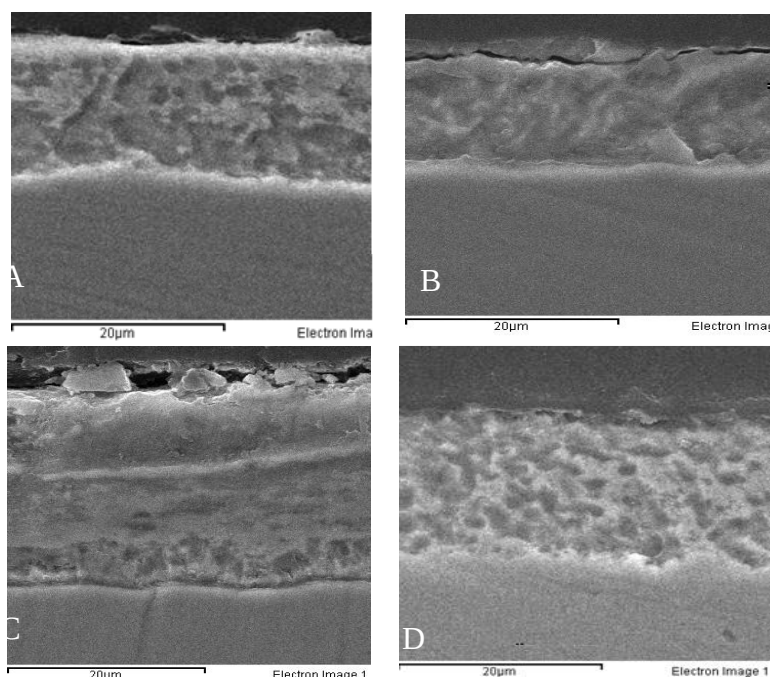


Figura 1. Imágenes MEB del recubrimiento de Zn sobre el sustrato de acero en las muestras A, B, C y D, donde se muestra la diferencia de espesores de los recubrimientos de Zn sobre el sustrato de acero. Destaca en la lámina C, una gruesa capa de depósito superficial donde solamente una pequeña capa de 5,7 µm de espesor corresponde al recubrimiento galvanizado y el resto es una gruesa capa de óxido rica en hierro.

Tabla 2. Parámetros y resultados de la determinación de vida útil de láminas galvanizadas

Muestra	Espesor original Eo (µm)	Espesor final Ef (µm)	Pérdida Metálica Eo-Ef (años)	Tiempo de Servicio t (años)		Tasa de pérdida Recubrimiento Vra (µm/año)	Vida Útil T (Años)
				Intemperie	Bajo techo		
A	14,5	14,3	0,2	0,67	-	0,30	47,7
B	14,5	13,7	0,8	3,0	-	0,27	50,7
C	14,5	5,7	8,8	20,0	-	0,44	13,0
D	14,5	13,0	1,5	-	17,2	0,10	130,0

DESARROLLO DE RECUBRIMIENTOS DE HIDROXIAPATITA E HIDROXIAPATITA/TIERRAS RARAS SOBRE SUSTRATOS METÁLICOS MEDIANTE DEPOSICIÓN ELECTROQUÍMICA

Sara Escobar (1), Nelly Rosas (2), Lennys Fernández (3), Patricio Espinoza (3), Diego Bolaños (3), Gema González (4), Rafael Uribe (1)

(1) Departamento de Ingeniería Química, Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador; sara.escobar@epn.edu.ec, rafael.uribe@epn.edu.ec (2) Departamento de Materiales, Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador, nelly.rosas@epn.edu.ec (3) Escuela de Ciencias Químicas, Pontificia Universidad Católica del Ecuador, Quito, Ecuador; mfemandez@puce.edu.ec, pespinoza646@puce.edu.ec, dgbolanos@puce.edu.ec (4) Escuela de Ciencias Físicas y Nanotecnología, Universidad Yachay Tech, Urcuqui, Ecuador; ggonzales@yachaytech.edu.ec

El papel crucial de los huesos en funciones metabólicas, estructurales y de protección ha llevado al desarrollo de materiales biocompatibles para regeneración o reemplazo en casos de enfermedades o lesiones. La evolución de los biomateriales, ha logrado desarrollar propiedades como biocompatibilidad y capacidad de generación de nuevos tejidos. Aunque materiales como acero inoxidable y titanio se han utilizado en reemplazos y uniones de tejido óseo, su falta de características bioactivas y susceptibilidad a la corrosión ha impulsado el desarrollo de biomateriales recubiertos con hidroxiapatita (HAp). La incorporación de elementos de tierras raras (REE) en la HAp ofrece propiedades antibacteriales y fotoluminiscentes, mejorando la interacción con tejidos. Estudios recientes demuestran el aumento de la biocompatibilidad y capacidad antibacterial mediante recubrimientos de HAp modificado con REE, abriendo perspectivas en aplicaciones biomédicas como implantes en los cuales el aumento de biocompatibilidad, características de osteointegración y aumento a resistencia a la corrosión de los sustratos metálicos es necesaria. En el presente trabajo de investigación se han desarrollado recubrimientos de HAp y HAp/REE sobre sustratos metálicos de titanio y acero inoxidable 316L mediante deposición electroquímica, a fin de optimizar las propiedades antibacteriales y de biocompatibilidad de los compuestos, al incrementar la resistencia a la corrosión. El recubrimiento se realizó mediante electrodeposición, el electrolito para el HAp consiste en una solución de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, con una relación atómica Ca/P igual a 1,67. Para HAp/Ce/Sm, se añade nitrato de cerio y nitrato de samario al electrolito. La electrodeposición se lleva a cabo en una celda electroquímica de tres electrodos (sustrato, contraelectrodo de grafito y electrodo de referencia de plata Ag/AgCl). Las condiciones de electrodeposición fueron; para titanio un potencial de -1,6 V durante 30 minutos y para acero inoxidable 316L -1,4 V, durante el mismo tiempo, todos los procesos se realizan a temperatura ambiente. Mediante los estudios electroquímicos se pudo analizar la respuesta a la corrosión de los recubrimientos en un medio similar al biológico. En las figuras 1 y 2 se muestran los gráficos de impedancia y la curva resultante de la voltametría cíclica respectivamente. Al analizar las curvas de impedancia se observa que los arcos de los sustratos con recubrimiento presentan mayor diámetro que el sustrato sin recubrimiento; en la figura 2 se observa los valores del potencial de corrosión, siendo el del recubrimiento de HAp mayor que el del sustrato sin recubrimiento. Estos resultados muestran la mejora significativa a la resistencia a la corrosión en los sustratos metálicos de titanio y acero inoxidable 316L, mostrando la eficacia protectora del recubrimiento. Los estudios de DRX y FTIR revelaron que el recubrimiento formado en los sustratos metálicos de titanio y acero inoxidable 316L consiste en fosfato de calcio tipo hidroxiapatita (HAp), e hidroxiapatita dopada con tierras raras (HAp-REE). En las figuras 3 y 4 se observa que los recubrimientos obtenidos de HAp y HAp/Ce presentan la morfología típica de los recubrimientos de HAp. Se muestra la deposición de la película de la HAp sobre el acero inoxidable, siendo la deposición de la película HAp más densa que la película de HAp/REE formada sobre el acero. El recubrimiento de HAp se muestra con morfología de microesferas, mientras que el recubrimiento de HAp/REE muestra una morfología amorfa no uniforme, siendo una mezcla de morfología tipo coral, característica de la HAp; sin embargo, al presentarse los recubrimientos con morfologías altamente texturizadas, lo que puede favorecer las respuestas

biológicas al momento de la interacción del material compuesto con el medio biológico. La incorporación estratégica de elementos de tierras raras en la matriz de HAp no solo contribuye a las propiedades antibacterianas del recubrimiento, sino que también amplía su potencial para aplicaciones biomédicas avanzadas. Este enfoque innovador abre la puerta a la creación de recubrimientos que no solo protegen contra la corrosión, sino que también presentan propiedades antimicrobianas, lo cual es crucial en entornos clínicos. En conjunto, los resultados altamente prometedores derivados de estos estudios indican que el material desarrollado no solo cumple con los estándares de resistencia y protección contra la corrosión, sino que también presenta propiedades añadidas, como actividad antibacteriana y luminiscente. Estas características hacen que el material sea altamente prometedor para futuras aplicaciones biomédicas, abriendo nuevas posibilidades en el diseño y desarrollo de dispositivos y materiales médicos avanzados.

REFERENCIAS

- [1] S. Sathishkumar. et al. *Advanced Materials and Devices* (2020) (5) (545).
- [2] R. Uribe A. et al. *Coatings*, (2022) (12) (440).
- [3] I. A. Neacsu. et al. *Nanostructures & Nanomaterials* (2022) (9) (135).

AGRADECIMIENTOS

Esta investigación fue financiada por el Proyecto PIS-22-11: “Optimización de un biosensor electroquímico enzimático mediante nanotubos de carbono funcionalizados con mezclas de HAp-metales para la detección de glucosa”. Escuela Politécnica Nacional, Quito-Ecuador.

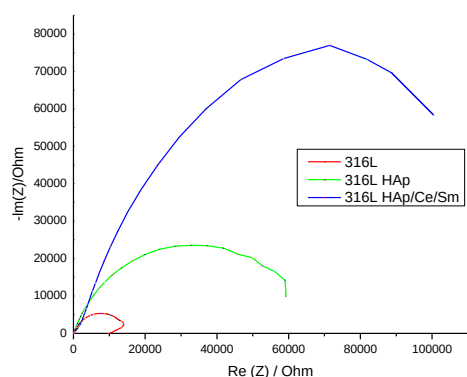


Figura 1. Espectro de Impedancia, gráfico de Nyquist. Sustratos de acero inoxidable con y sin recubrimiento

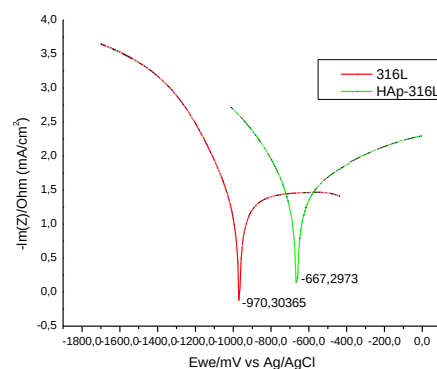


Figura 2. Curvas de polarización, sustratos de acero inoxidable con y sin recubrimiento

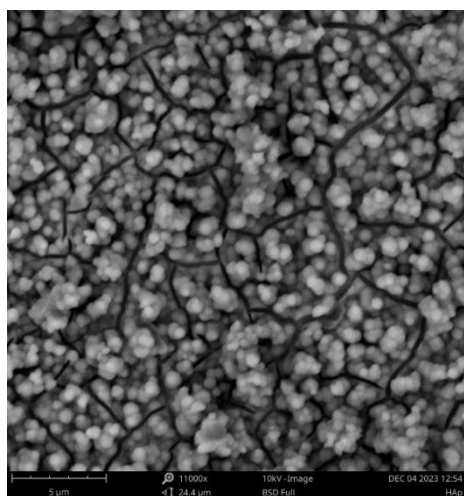


Figura 3. Micrografía del recubrimiento de HAp sobre Acero Inoxidable 316L

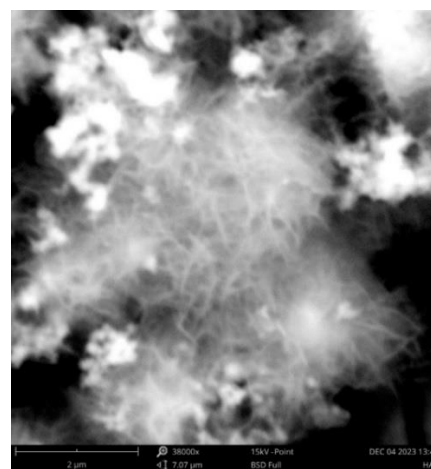


Figura 4. Micrografía del recubrimiento de HAp/Ce/Sm sobre Acero Inoxidable.

OPTIMIZACION DEL PROCESO DE OXIDACION TERMICA DE LA ALEACION Ti6Al4V. ESTUDIO MICROESTRUCTURAL DE LA ALEACION Ti6Al4V. PARTE I.

Omar Mendoza (1), Maryuri Conde (1), Gladys Navas (1).

(1) IUTFRP/UNETRANS. Departamento de Tecnología de Materiales, KM8 Panamericana, Las Salías,
Edo Miranda-Venezuela.
Email: omarbjmz@gmail.com

La aleación Ti6Al4V es la más común para uso médico debido a sus propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión. Sin embargo, el uso de esta aleación para aplicaciones de implantes presenta problemas por la lixiviación de V y Al que puede llegar a ser tóxico y a la gran diferencia existente entre el Módulo de Young (ϵ) de la aleación y el hueso [1]. Varios métodos de modificación de superficie han sido explorados para mejorar las propiedades químicas y mecánicas de la aleación, siendo la oxidación térmica uno de los más sencillos y permite la obtención in situ de un revestimiento cerámico, a base de rutilo TiO_2 [1]. En la parte I de este trabajo se efectuó el estudio comparativo microestructural de la aleación Ti6Al4V sin y con tratamiento de oxidación térmica. Las muestras fueron de dos manufacturas diferentes identificadas como M1 y M2, tratadas a temperaturas de 600, 700, 750 y 800°C y tiempos de 8 a 16 h en aire. La caracterización microestructural se efectuó por Microscopía Óptica. En la Figura 1a que corresponde a la M1 en estado de entrega, se observa una microestructura equiaxial, conformada por granos de α' , algunas zonas de β transformada, mientras que a mayor magnificación, Figura 1b, se evidencia la formación de maclas. Este tipo de arreglo microestructural donde sólo los granos α crecen y no se forman láminas de α dentro de los granos β , corresponde a los presentados en las estructuras totalmente equiaxial, pertenecientes a las aleaciones Ti tipo $\alpha+\beta$, donde, la fase β se encuentra en equilibrio en los puntos triples del grano que conforma la fase α' . En esta muestra, la aleación Ti6Al4V, presenta una microestructura de tipo equiaxial pero con mucho menos fase de β transformada en la matriz. La Figura 2a evidencia la microestructura de la M2 en estado de entrega, del tipo compleja, conformada por la α en su forma laminar y equiaxial, aunada a la presencia intergranular de la fase β . En la Figura 2b se detalla la morfología de la fase β en forma de bastones finos y alargados. Esta microestructura compleja se forma como producto de una globulización incompleta de las placas de alfa durante un tratamiento térmico luego del proceso de conformado [2]. Se puede apreciar que las muestras M1 y M2, presentan una fuerte varianza a nivel microestructural. La Figura 3 presenta las microestructuras de las muestras M1 y M2 sometidas al tratamiento de oxidación térmica a 700°C y 750°C /16h. Se observa para la M1, Figura 3 a-b, una matriz de α' con pequeños precipitados correspondientes a la fase β pero en forma esferodizadas, con variaciones muy significativas en comparación a la microestructura observada en la Figura 1. Esta diferencia microestructural se debe a que el tratamiento de oxidación térmica a temperaturas de 700°C por 16h y con enfriamiento lento en el horno origina un recocido y produce una esferodización “globulización” de la fase β transformada que deja los espacios entre los granos equiaxiales α' . La Figura 3c-d, M2 evidencia una microestructura con tamaño de grano equiaxial de α' más fino y con menor número de colonias que el observado en la Figura 2. En relación con las fases α' alargadas, también se nota una disminución en proporción en relación a la fase β , tendiendo a ser más estrechas y cortas, esto producto al afino de la fase α' por efecto del tratamiento por oxidación térmica que favorece la nucleación y crecimiento de la fase β , con una morfología de los bastones más gruesa y alargada. El efecto de la temperatura del tratamiento de oxidación térmica en la microestructura es muy marcado y depende de la estructura previa y pudiera incidir en la eficiencia de la oxidación térmica.

REFERENCIAS

- [1] Gautam, Geetanjali. Thermal oxidation of Ti6Al4V for bio-implementation. Department of Biotechnology and Medical Engineering, National Institute of Technology Rourkela. Rourkela, Republic of India : s.n., 2011.
[2] Omoniyi, P. O. Heat Treatments of Ti6Al4V Alloys for Industrial Applications: An Overview. s.l. : International Conference on Engineering for Sustainable World (ICESW 2020), 2021.

AGRADECIMIENTO

Fundación Instituto de Ingeniería. Caracas – Venezuela.

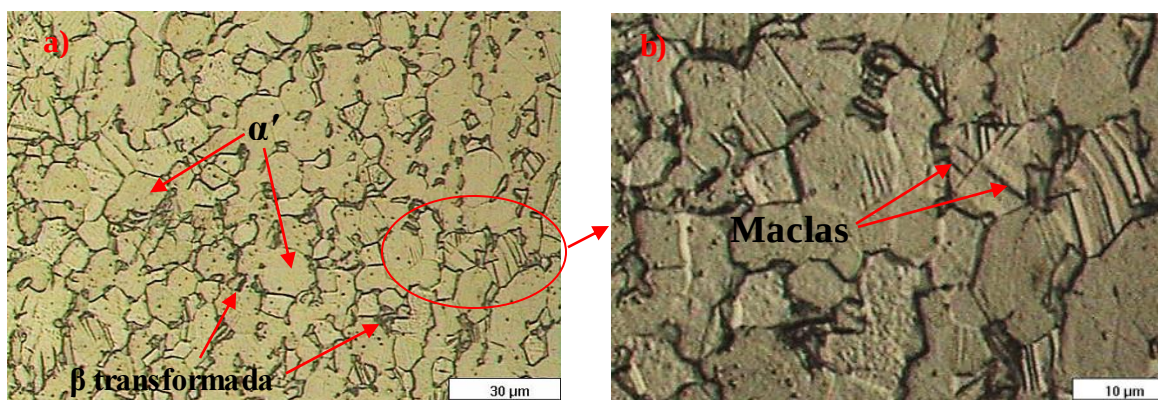


Figura 1. Análisis microestructural por M.O, estado de entrega, muestra M1, ataque químico con Kroll.
a) 400x y b) 1000x.

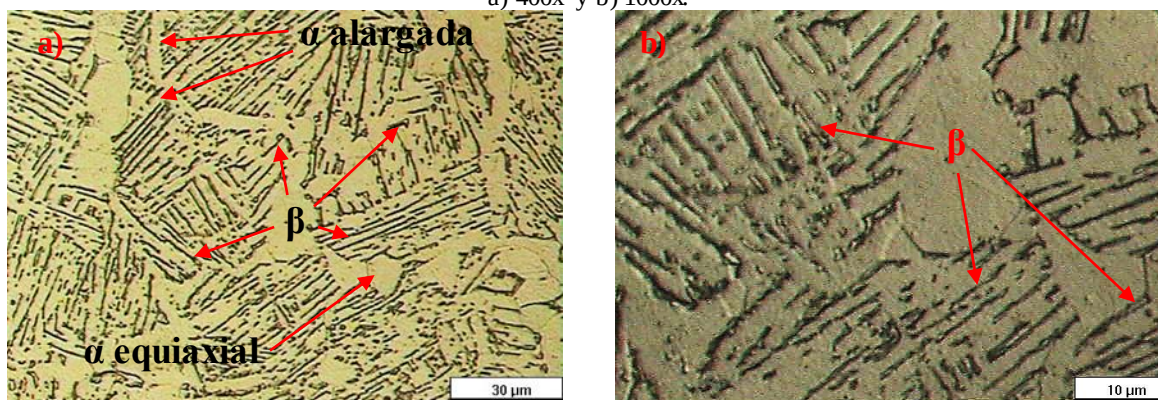


Figura 2 Análisis microestructural por M.O, estado de entrega, muestra M2, ataque químico con Kroll.
a) 400x y b) 1000x.

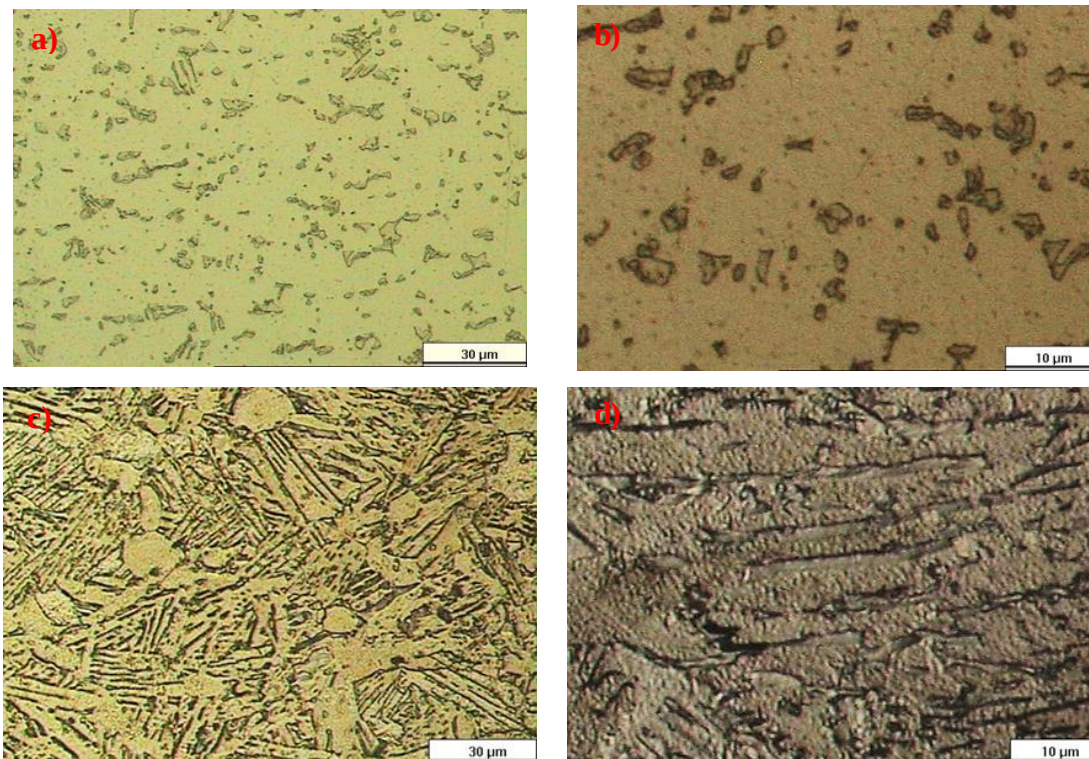


Figura 3. Análisis microestructural por M.O, muestras expuestas a oxidación térmica. Ataque químico con Kroll. a-b) M1 (700°C/16h), 400x y 1000x. c-d) M2 (750°C/16h), 400x y 1000x.

OPTIMIZACION DEL PROCESO DE OXIDACION TERMICA DE LA ALEACION Ti6Al4V. ESTUDIO MORFOLOGICO Y QUIMICO DE LA ALEACION Ti6Al4V. PARTE II.

Maryuri Conde (1), Omar Mendoza (1), Gladys Navas (1).

(1) IUTFRP/UNETRANS. Departamento de Tecnología de Materiales, KM8 Panamericana, Las Salias,
 Edo Miranda-Venezuela. Email: maryuri1985@gmail.com

La aleación Ti6Al4V es la más común para uso médico, sin embargo, tiene limitaciones para aplicaciones de implantes en cuanto a la lixiviación del V y Al que pueden llegar a ser tóxicos y a la gran diferencia existente entre el módulo de Young (ϵ) de la aleación Ti6Al4V (~110 GPa) y el hueso (~10–40 GPa) que podría causar insuficiente carga sobre el hueso y provocar la fractura del hueso. Varios métodos de modificación de superficie han sido explorados para mejorar las propiedades químicas y mecánicas de la aleación, siendo la oxidación térmica uno de los más sencillos y permite la obtención in situ de un revestimiento cerámico, a base de rutilo TiO₂. El presente trabajo está orientado a la optimización de las condiciones del proceso de oxidación térmica en la aleación Ti6Al4V para obtener la relación espesor y densidad de capa de óxido de Ti satisfactoria para mejorar la resistencia al desgaste, corrosión y de biocompatibilidad. Las muestras fueron tratadas a temperaturas de 600, 700, 750 y 800°C y tiempos de 8 y 16 h en aire, partiendo de dos microestructuras iniciales, una estructura tipo equiaxial y otra compleja. La caracterización morfológica y química de la aleación tratada térmicamente se efectuó mediante MEB-EDS y Difracción de Rayos X. En la Figura 1, se presenta la aleación Ti6Al4V tratada a 700 °C, 16 h, donde se evidencia en sección transversal (Figura 1a) un espesor de capa de óxido que varía entre 1.57- 4.37µm, con una interface con disminución del Ti e incremento del V. En la Figura 1b se observa la superficie de la capa de óxido de morfología granular, densa y uniforme. La relación O/Ti es de 0.79, y sugiere que hay un incremento de la solubilidad de oxígeno en titanio en comparación a las obtenidas a 600 °C. La aleación tratada a 750°C, 16 h, Figura 2a, muestra un espesor de capa de aproximadamente 8µm. En la Figura 2b a mayores aumentos se evidencia la morfología de la capa del óxido, caracterizada por una alta densidad, uniformidad y cristalinidad. La relación O/Ti es 0.75, similar a la muestra anterior. La morfología de los óxidos en ambas muestras a las temperaturas evaluadas es muy similar. A 800 °C, 16 h, Figura 3, se presentó exfoliación de la capa en áreas extensas de la muestra, por lo que se efectuó el análisis químico por EDS en ambas caras de la capa. La superficie expuesta al medio presenta una O/Ti de 0.5, mientras que, en la cara interna, la relación de O/Ti es de 1, lo que permitiría sugerir una mayor solubilidad del oxígeno en titanio. Sin embargo, el contenido de Al se incrementó a 19% lo que indica la presencia de Al₂O₃. El análisis por DRX evidencia que la capa está constituida por vanadato de titanio, alúmina y magnetita, con una proporción de rutilo muy baja, 8.6% y por ende no es idónea para la aplicación planteada. Con base en la morfología, composición química y relación O/Ti se considera que la mejor condición para efectuar el tratamiento de oxidación térmica es 700°C, 16h.

REFERENCIAS

- [1] Satendra, Kumar, Sankara, Narayanan and Ganesh, Sundara Raman. Thermal oxidation of Ti6Al4V alloy: Microstructural and electrochemical characterization. Materials Chemistry and Physics. Volume 119, Issues 1–2, 15 January 2010, Pages 337-346. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2009.09.007>.
- [2] Gautam, Geetanjali. Thermal oxidation of Ti6Al4V for bio-implementation. Department of Biotechnology and Medical Engineering, National Institute of Technology Rourkela. Rourkela, Republic of India : s.n., 2011.
- [3] Wang, Ziyuan. Surface Modification of Bio-implantable Ti6Al4V Alloy for Enhanced Osseointegration and Antibacterial Capability. Department of Mechanical Engineering, University of Manitoba. Winnipeg, Manitoba : s.n., 2014.

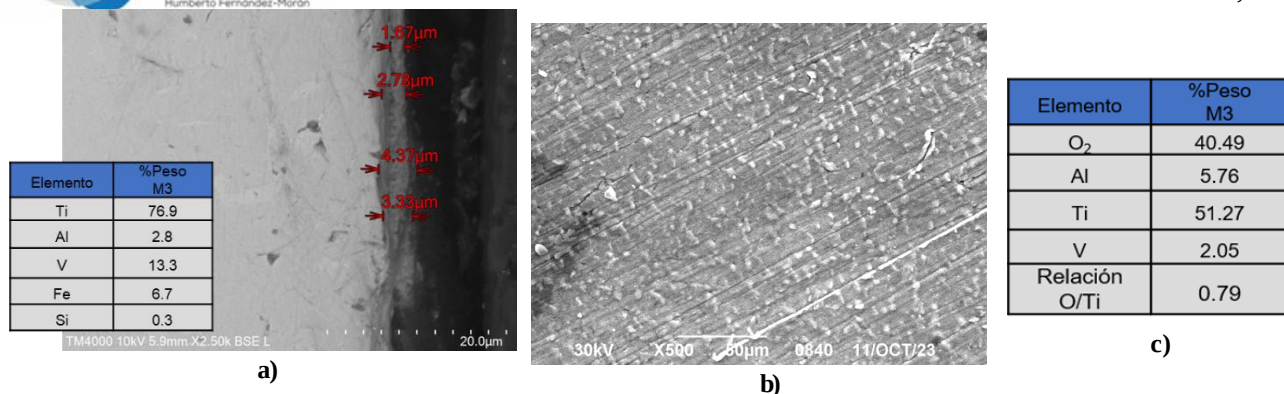


Figura 1. Aleación Ti6Al4V tratada a 700 °C, 16h. Análisis por MEB-EDS. a) Sección transversal. b) Morfología de la superficie. c) Análisis químico elemental de la superficie del óxido.

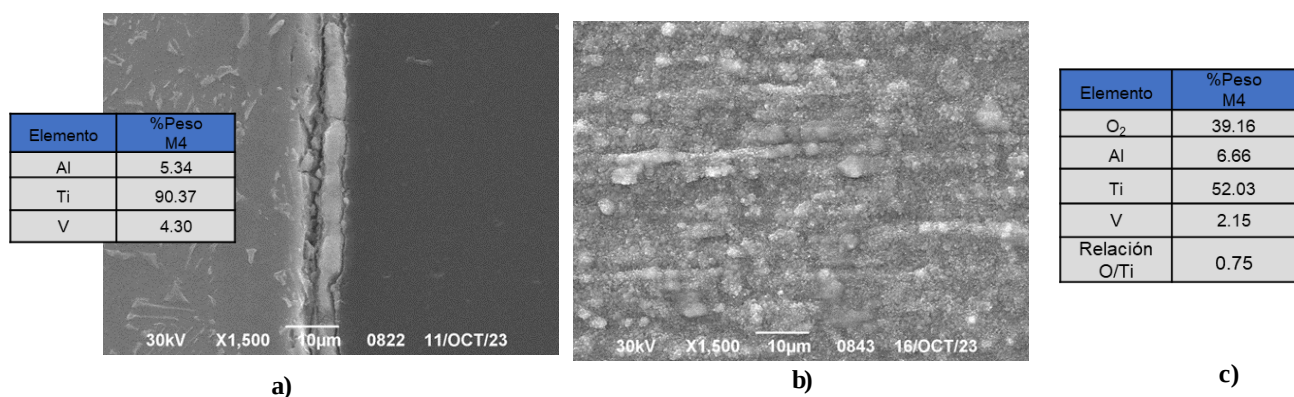


Figura 2. Aleación Ti6Al4V tratada a 750 °C, 16h. a) Sección transversal. b) Morfología de la superficie. c) Análisis químico elemental del óxido.

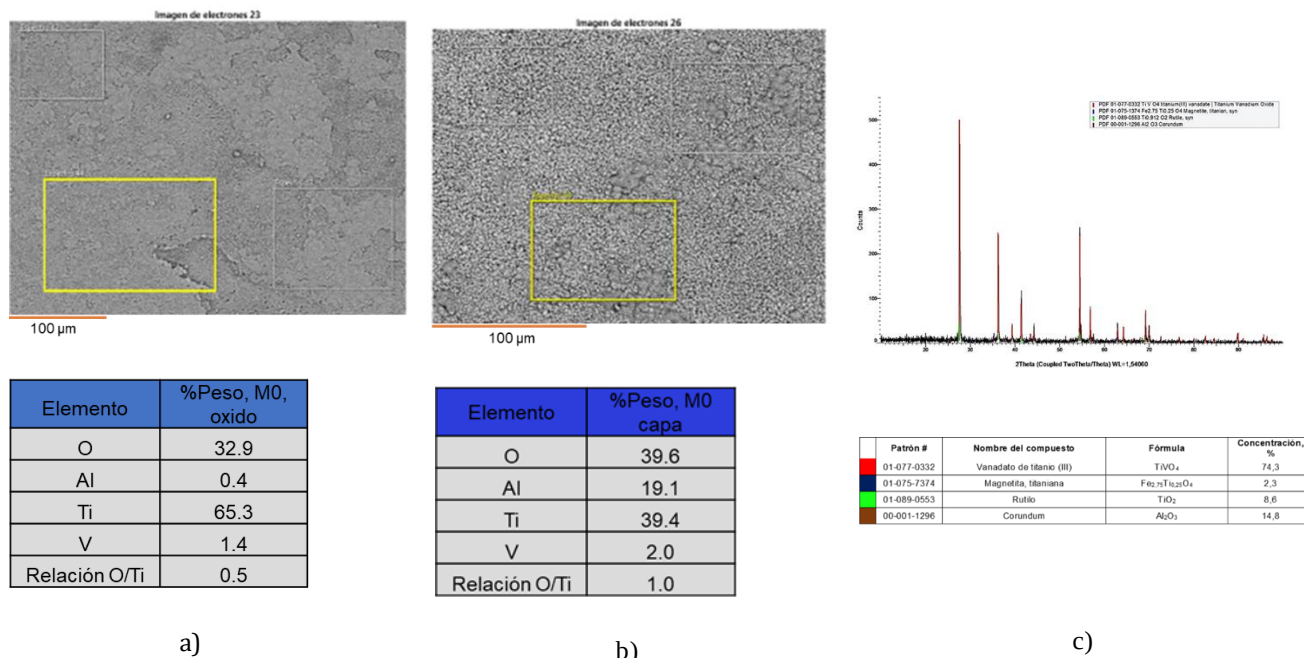


Figura 3. Aleación Ti6Al4V tratada a 800 °C, 16h. Análisis superficial de la capa exfoliada. a) Cara externa del óxido; b) Cara interna del óxido. c) Análisis químico por DRX.

PRODUCTION OF BIOBASED SUPERABSORBENT CROSSLINKED WITH GENIPAP OIL FOR A CIRCULAR ECONOMY

Liliana B. Hurtado (1, 2), Mercedes Jiménez-Rosado (3), Antonio J. Capezza (2), Marcos A. Sabino (1)

(1) Dept. of Chemistry, B5IDA research group, Simon Bolivar University, Caracas 89000, Venezuela. (2) Dept. of Fibre and Polymer Technology, KTH Royal Institute of Technology, Stockholm 10044, Sweden. (3) Dept. de Química y Física Aplicadas, Universidad de León, Campus de Vagazana, 24007 León, Spain.
lilianahurtado10@gmail.com

Superabsorbent polymers (SAPs) have a very high global demand, which reached during 2022 close to 3,500 thousand tons, and it is estimated that the demand for 2030 will be 5,300 thousand tons [1]. SAP's ability to absorb and retain large volumes of water and aqueous solutions within its polymer network gives it important characteristics within polymer science [2,3]. This allows SAPs to have applications in the personal hygiene industry, agricultural sector, separation technology, and wastewater treatment. SAPs have mostly been made from synthetic polymers derived from petroleum and under a linear economy system, which follows the buying, consumption and disposal guidelines [1,3]. This model generates a large amount of waste that is not managed but instead accumulates in landfills and contributes to pollution and global warming [1]. Due to these undesirable qualities, there has been an increase in interest in developing biodegradable biobased superabsorbents (SAB), such as those based on proteins and following circular economy principles [2,3]. The circular economy seeks to preserve and optimize the value of natural resources by reducing the generation of waste or managing it when that is not possible [1,3]. However, developing SABs that can compete with commercial SAPs requires investigating new formulation and processing alternatives [2], validating their behavior in technological applications, and managing waste at the end of the product's useful life. Considering the above, in this work, SABs were prepared from protein residues from the agricultural industry and crosslinked with a novel crosslinking agent rich in genipin [4], focusing on demonstrating the circularity performance of the materials thereof. Several formulations were proposed using various proteins (identified as Z, WG and PP), foaming agents (FA), glycerin as plasticizer (G), and the novel crosslinking agent (GO) blended in different proportions using a reactive extrusion (Table 1). The extruded samples were immersed in water for 24 hours at $T=25^{\circ}\text{C}$ to evaluate the liquid absorption capacity and thus validate their possible technological application. As a preliminary test for waste management, the effect of the presence of the samples on grass seed growth was evaluated. Figure 1a, obtained by scanning electron microscopy (SEM), shows that the porosity depends on the type of protein used as the main phase of the formulations. The swelling capacity shows that these formulations are superabsorbent ($> 250\%$ swelling in 24 h, see Figure 1b). Compared to the reference samples, the crosslinked samples could absorb a 6-15% more of water. In addition, the crosslinking process also increased the tensile strength and the percentage of deformation (Figure 1c). Grass growth was not affected by the presence of the prepared SABs. Therefore, these porous biobased and crosslinked formulations can be potential SABs for technological applications in a circular economy system.

REFERENCES

- [1] Vural Gursel, I. et al. *Sustainability* (2022) (14) (12780).
- [2] Capezza A. et al. *ACS Omega* (2019) (4) (19) (18257-18267).
- [3] Jiménez-Rosado M. et al. *Curr. Opin. Food Sci.* (2023) (49) (100975).
- [4] Hurtado L. et al. *RSC Sustain.* (2024) (2) (125-138).

ACKNOWLEDGMENTS

Bo Rydins Stiftelse för vetenskaplig forskning: F 30/19.
Programme Linnaeus-Palme: 3.3.1.34.15281-2021.
E-USB Surfaces Laboratory and Gleen Rodriguez.

Table 1. The composition of the samples prepared

Sample	Z (wt. %)	WG (wt. %)	PP (wt. %)	Glycerin (g/10g P*)	SB (g/10g P*)	GO (g/10gP*)
F1	75	25	0	5	0.5	0
F2	60	25	15	5	0.5	0
F1 _{GO}	75	25	0	5	0.5	0.25
F2 _{GO}	60	25	15	5	0.5	0.25

P* is the total protein used

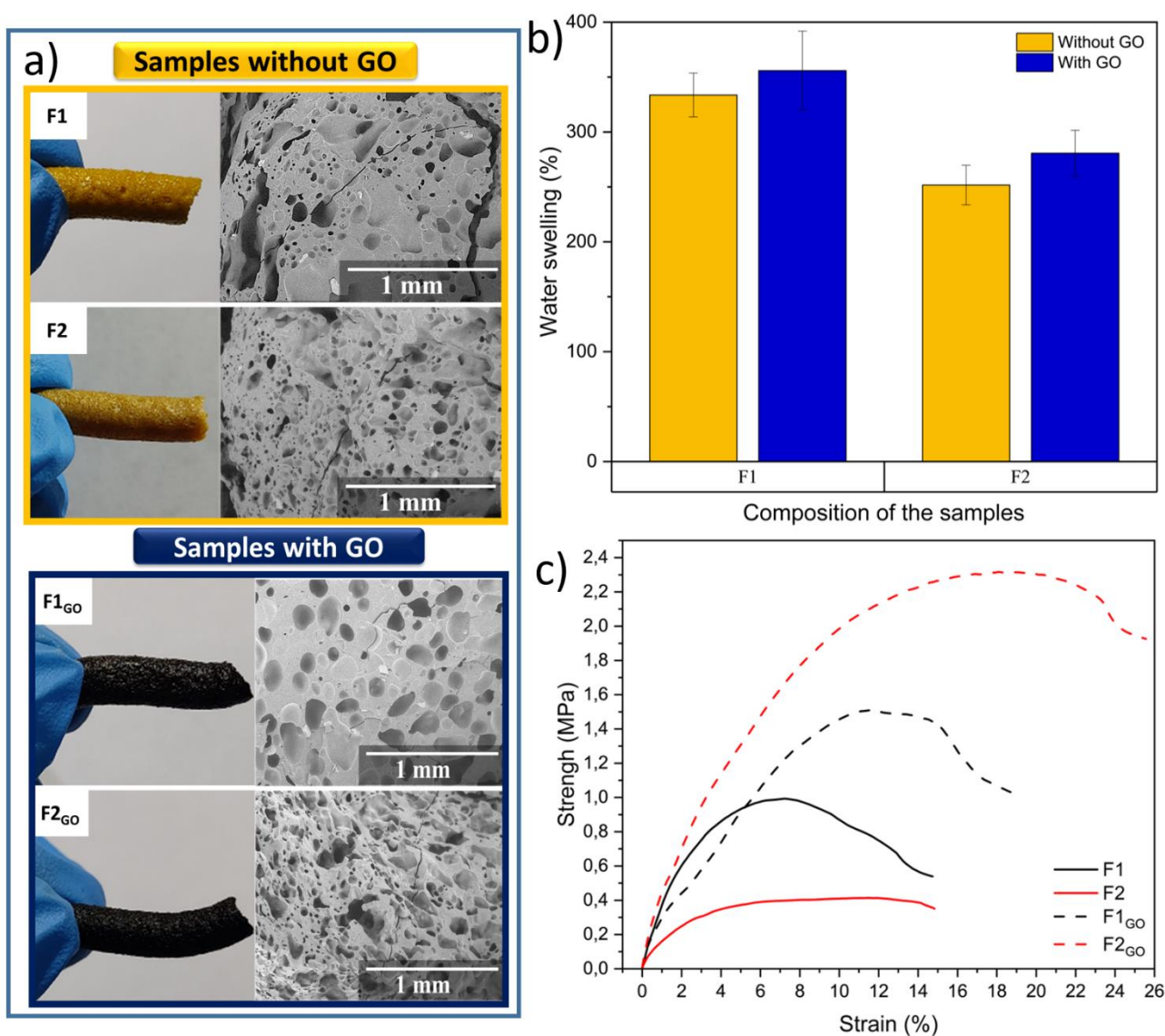


Figure 1 a) Scanning electron microscopy of the cross-section of the samples and their macroscopic appearance, b) swelling in water after 24 hours at T=25°C, c) Stress-strain curves.

REMOCIÓN DE METALES PESADOS EN AGUA EMPLEANDO BIOADSORBENTES MAGNÉTICOS

Julia Guerra (1), Johana Espinoza (1)

(1) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Termodinámica y Fenómenos de Transferencia. Caracas – Venezuela.
Email: johanar730@gmail.com / 15-10454@usb.ve

Actualmente, existe un gran número de industrias cuyas aguas residuales presentan concentraciones elevadas de contaminantes que alteran su calidad y terminan siendo derramadas hacia el medio ambiente. La descarga de estos contaminantes por parte de diversas actividades industriales representa una grave amenaza para el medio ambiente y todos los seres vivos que en él habitan. Particularmente, la contaminación de agua por metales pesados constituye una de las principales preocupaciones a nivel ambiental. Por consiguiente, se hace necesario contar con métodos de tratamiento de aguas simples, económicos y eficientes para lograr la máxima recuperación de efluentes infectados, antes de que éstos sean desechados a cuerpos acuíferos. El proceso de adsorción se ha adoptado, de forma global, como el método por excelencia para el tratamiento de agua con metales pesados, debido a que ofrece diversas ventajas a nivel ambiental. Por esta razón, en el presente proyecto se realizó la síntesis, caracterización y aplicación de un bioadsorbente de pectina – magnetita con propiedades magnéticas para la remoción de metales pesados en soluciones acuosas, en esquemas con operación estática, dinámica o una combinación de ambas. Para ello, se utilizaron hojas de Aloe Vera como fuente natural de pectina y se incorporaron nanopartículas de magnetita sobre su base vegetal a través del método de coprecipitación, siguiendo el procedimiento descrito por Portillo [1] y Foba - Tendo [2], con el fin de proporcionarle al sólido sus propiedades magnéticas. La caracterización del bioadsorbente se realizó mediante las técnicas de Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). En la Figuras 1 y 2 se presentan las microfotografías con la mayor resolución que fue posible de alcanzar en el análisis MEB; se aprecian zonas brillantes correspondientes a los cristales de magnetita, éstos se adhirieron a la pared celular de la planta y se impregnaron en el material base. Así mismo, fue posible definir un tamaño promedio de partícula a partir de estas microfotografías, el cual se encuentra por debajo del orden de $0,1\ \mu\text{m}$, confirmando de esta manera que las partículas de magnetita son del orden nanométrico. Para analizar la composición química de las muestras se empleó la técnica de los Electrones Retrodispersados de Rayos X (EDX) durante la ejecución de la MEB. Se observó que la proporción atómica de oxígeno superó al hierro casi 13 veces (Figura 3) dado que en el análisis se toma en cuenta tanto al oxígeno que forma parte de la magnetita (Fe_3O_4) como el que se encuentra presente en el polisacárido base de la pectina. Posteriormente, se estimó la capacidad máxima de adsorción para los iones Plomo (II) y Cromo (VI) a través de la elaboración de isothermas de adsorción; se obtuvieron $36,442\ \frac{\text{mg Pb}}{\text{g}}$ y $2,254\ \frac{\text{mg Cr}}{\text{g}}$, lo que sugiere que el material presenta mayor afinidad hacia el Plomo (II). Luego, se construyeron las curvas de ruptura para el Plomo (II) para un esquema de adsorbedor empacado con lecho fresco y reutilizado, se encontró que es posible regenerar el bioadsorbente a través de lavados simples con agua destilada. Para ambos casos se obtuvieron capacidades de adsorción de $9,6\ \frac{\text{mg Pb}}{\text{g}}$ y $5,3\ \frac{\text{mg Pb}}{\text{g}}$, respectivamente; las cuales fueron superiores a las reportadas en la literatura para otros materiales en esquemas de operación similares. Las propiedades magnéticas del material permitieron modificar los esquemas estudiados para proponer nuevos arreglos y comparar su eficiencia en términos de capacidad de adsorción y dimensiones (Tabla 1). Se observó que los esquemas más eficientes fueron la columna empacada y el tubo magnetizado; en este último se dispuso el adsorbente de forma anular sobre una pared recubierta.

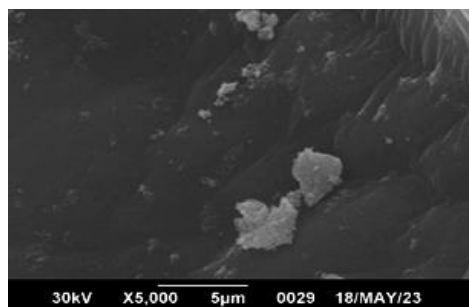
REFERENCIAS

[1] Foba-Tendo, J; Namanga, D; Yufanyi, D; T. Ndinteh; W. Krause. (2013). “A One Pot Green Synthesis and Characterisation of Iron Oxide-Pectin Hybrid Nanocomposite”. Open Journal of Composite Materials. 3:30-37.

[2] Portillo , A. (2018). Estudio de las propiedades del sistema magnetita - pectina como bioadsorbente de metales en agua.

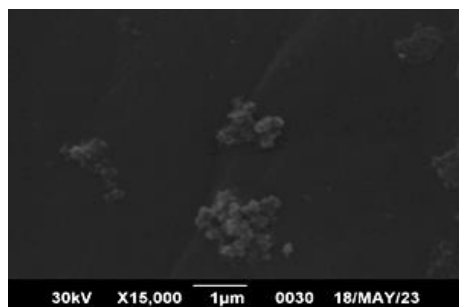
AGRADECIMIENTOS

A la sección de Microscopía Electrónica del Laboratorio “E”, Universidad Simón Bolívar.



5 µm

Figura 1. Cristales de magnetita sobre la base vegetal del bioadsorbente magnético



1 µm

Figura 2. Agregados de cristales sobre la base vegetal del bioadsorbente sintetizado

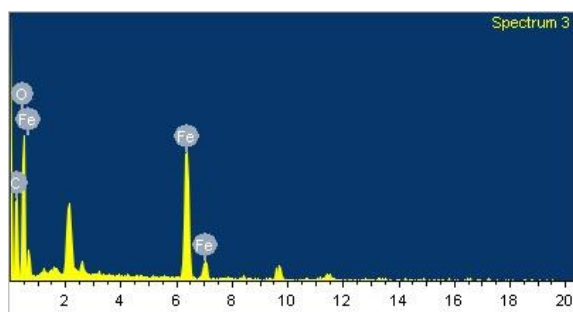


Figura 3. Composición porcentual y espectro EDX para el bioadsorbente sintetizado

Tabla 1. Comparación entre los esquemas de adsorción evaluados

Esquema	$q_{\text{adsorción}} \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}} \right)$	$\frac{V_{\text{solución tratados}}}{m_{\text{adsorbente}}} \left(\frac{\text{mL}}{\text{g}} \right)$	Tiempo de contacto	Aplicación de Campo Magnético Externo
Adsorción en estático	$8,3 \pm 0,2$	93,9	22 h	No
Columna empacada	$9,6 \pm 0,2$	122,2	Operación continua por 5 horas y media	No
Columna empacada con regeneración	$5,3 \pm 0,1$	88,9	Operación continua por 5 horas	Sí
Sistema por lotes	$1,3 \pm 0,1$	12,9	2, 5, 18 y 7 horas	No
Tubo magnetizado	$1,6 \pm 0,4$	234,0	15, 30 y 45 min	Sí
Sistema por lotes magnetizado	$1,2 \pm 0,5$	122,7	30 min	Sí

IDENTIFICACION DE LOS MATERIALES CONSTITUYENTES DE FILTROS PLASTICOS DE RESPIRADORES ARTIFICIALES

Edgar Catari (1), Edward Longa (1), Astrid Herrera (1), Lucelia Blanco (1), Emmanuel Bernal (1), Jeanhiasary Anzola (1), Damarys Soto Gil (2), María Elena Gomes Gomes (2), Mirian Suarez (3), Neyla Camacho (3), Víctor J. Torres (3), Odoardo Álvarez (3)

- (1) Laboratorio de Polimeros. Centro de Química “Dr. Gabriel Chuchani”. Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Altos de Pipe, Edo. Miranda, Venezuela.
- (2) Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología. IVIC, Altos de Pipe, Edo. Miranda, Venezuela.
- (3) Centro de Tecnología de Materiales (CTM). Fundación Instituto de Ingeniería para Investigación y Desarrollo Tecnológico (FIIIDT), Altos de Sartenejas, Edo Miranda, Venezuela.
Email: ecatari@gmail.com

Entre los años 2020 y 2022 la humanidad fue objeto de la pandemia de COVID-19 (SARS-CoV-2), según la Organización Mundial de la Salud (OMS) el coronavirus dejó más de 21 millones de personas fallecidas, no obstante, los esfuerzos del sector salud aunado al desarrollo de vacunas y tratamientos innovadores practicados a pacientes contagiados de Covid-19 lograron recuperar a más de 664 millones de personas.[1] Aproximadamente, el 5% de los contagiados presentaron distrés respiratoria, esta condición obligaba a la inducción del paciente a un estado de coma farmacológico para luego entubarlo y conectarlo a un respirador artificial, el paciente en esta condición de coma artificial es tratado con los medicamentos adecuados para erradicar el coronavirus de su organismo.[2], [3] En general, un respirador artificial emplea pequeños filtros de aire que deben ser reemplazados periódicamente ya que éstos filtros quedan impregnados del coronavirus reduciendo así su eficiencia. En Venezuela, estos filtros son artículos médicos importados muy costosos, motivo por el cual en el 2022 se presentaron ante el Ministerio de Ciencia y Tecnología dos proyectos de investigación y desarrollo con el objetivo de producir estos filtros en el país. El proyecto presentado por el Laboratorio de Polimeros del IVIC buscaba identificar y producir fibras poliméricas que pudiesen reemplazar los elementos internos filtrantes de los filtros de respiradores artificiales de clínicas y hospitales, empleando para ello materia prima nacional (polipropileno), el segundo proyecto presentado por Centro de Tecnología de Materiales del FIIIDT buscaba identificar los tipos de plásticos que conforman la carcasa externa de estos filtros, y producir dichas carcasas plásticas mediante molde o por inyección. En la imagen 1 se puede observar un tipo de filtro desechable plástico que se emplean en los respiradores artificiales, se observa una coraza externa hecha de un plástico azulado transparente, a su vez se aprecia una pequeña tapa plástica opaca mediante la cual se ingresan medicamentos y fármacos para el tratamiento prescritos para el paciente, en el interior de ésta coraza azulada plástica se observan elementos filtrantes blancos, los cuales posteriormente pudieron ser identificados como papel de filtrado y una espuma filtrante de polipropileno. El presente trabajo describe la metodología empleada para la identificación de las partes plásticas constituyentes del filtro desechable usado en los respiradores artificiales, los análisis empleados incluyeron: FTIR, DSC, TGA y SEM-EDX. Los análisis DSC, TGA y FTIR confirmaron que el material de la carcasa externa del filtro es polipropileno, los análisis de SEM-EDX confirmaron que el material del cual están constituidos los filtros filamentosos internos, son microfibras de polipropileno. El disco filtrante de PP esta a su vez constituido por dos capas externas (tela fina) de PP del tipo **spunbond**, [4], [5] este tipo de telas finas de PP se producen mediante la extrusión del polímero en forma de hileras parcialmente fundidas que son impactadas sobre una banda transportadora que posteriormente conduce el material a unos rodillos de calandrado, los cuales le proporcionan el espesor adecuado, en el proceso de calandrado se emplean cilindros de calandrado que poseen micro-grabados rectangulares los cuales funden rectángulos de polímero en las telas finas para proporcionarles así estabilidad y resistencia mecánica. Este proceso se denomina unión térmica o unión calandrada. El diámetro de las fibras de la capa externa de PP es de 20 μm . Por su parte, el disco central de PP es un material filtrante fabricado a partir de un proceso denominado **meltblown** [6], [7] o de soplado en fundido, el cual es un proceso industrial para la

fabricación de materiales no tejidos (non woven) que implica la conversión directa de un polímero en filamentos continuos, integrado con la conversión de los filamentos en una tela no tejida colocada al azar. El diámetro promedio de las fibras de PP del disco central filtrante es de 23 μm . Además, junto filtro de PP se encontró un rollo de papel de filtro de celulosa.

REFERENCIAS

- [1] "Covid-19 superó las 7 millones de muertes a finales de 2023: OMS," *Forbes México*, 2023.
<https://www.forbes.com.mx/covid-19-supero-las-7-millones-de-muertes-a-finales-de-2023-oms/>.
- [2] R. G. Castro García, M. J. Pazmiño Chancay, and R. A. Peñaherrera Cepeda, "Manejo de la vía aérea artificial en pacientes COVID-19," *Recimundo*, vol. 4, no. 4, pp. 207–215, 2020, doi: 10.26820/recimundo/4.(4).noviembre.2020.207-215.
- [3] D. J. Chávez Morillo and J. R. Uribe López, "Uso de máquina de anestesia como ventilador mecánico en pacientes COVID-19 en Áreas Críticas del Hospital de Especialidades Carlos Andrade Marín TT - Use of anesthesia machine as a mechanical ventilator in COVID-19 patient in Critical Areas of Carlos And," *Cambios rev. méd*, vol. 19, no. 2, pp. 89–103, 2020, [Online]. Available: <https://revistahcam.iesgob.ec/index.php/cambios/article/view/673/389%0Ahttps://fi-admin.bvsalud.org/document/view/9z28r>.
- [4] D. K. Lickfield, "Nonwoven technology in medical applications," *Ind. Fabr. Prod. Rev.*, vol. 78, no. 9, pp. 46–52, 2002.
- [5] Y. K. Kim, "The use of polyolefins in industrial and medical applications," in *Polyolefin Fibres: Structure, Properties and Industrial Applications: Second Edition*, 2017, pp. 135–155.
- [6] J. Drabek and M. Zatloukal, "Meltblown technology for production of polymeric microfibers/nanofibers: A review," *Phys. Fluids*, vol. 31, no. 9, 2019, doi: 10.1063/1.5116336.
- [7] X. Jinwei *et al.*, "Air-Filtering Masks for Respiratory Protection from PM2.5 and Pandemic Pathogens," *One Earth*, vol. November, no. 20, pp. 574–589, 2020.

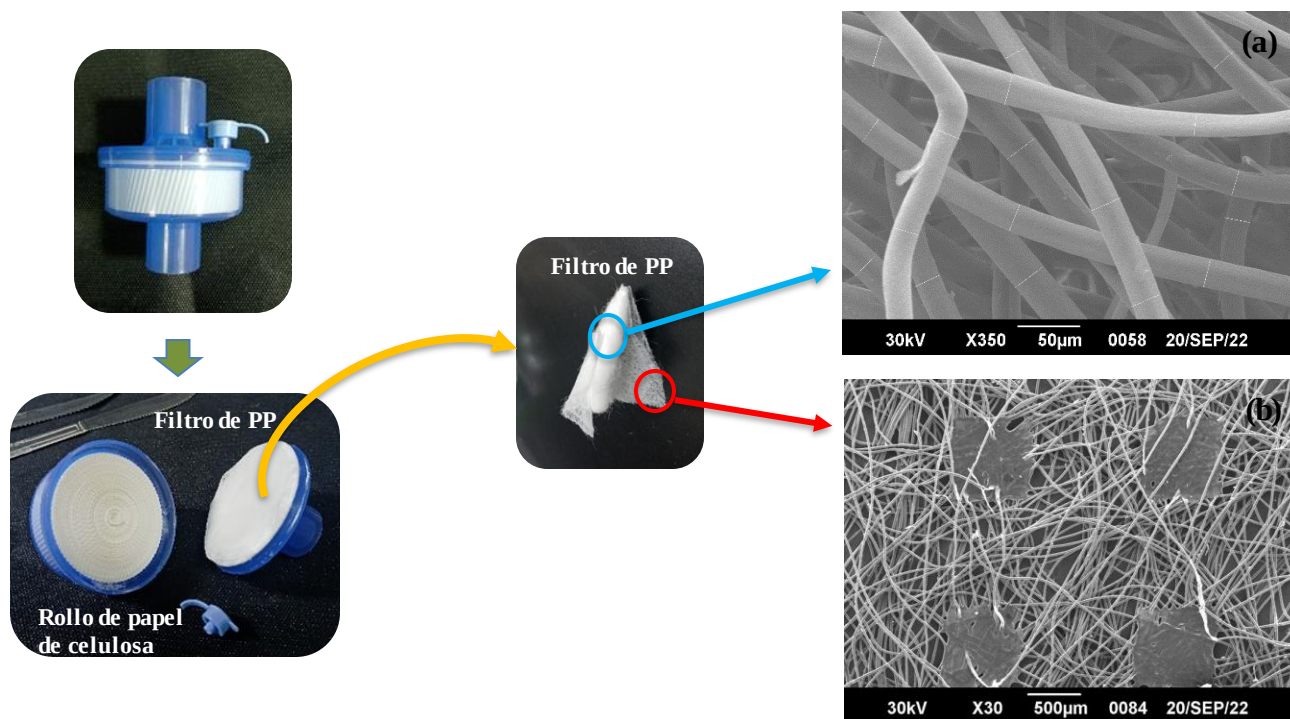


Figura 1: Micrografías SEM del (a) disco central meltblown de PP y (b) la capa de PP spunbond

ESTUDIO COMPARATIVO DEL COMPORTAMIENTO ELECTROQUÍMICO DE LOS RECUBRIMIENTOS VECALLOY B Y ALPHA PLUS DEPOSITADOS MEDIANTE PROYECCIÓN TÉRMICA A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE ARCO ELÉCTRICO.

Williams Flores (1), Wilfrido González (2), Edda Rodríguez (2), José B. León (1), Andrea Scagni (3), Maribel Suárez (1).

- (1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, Caracas-Venezuela.
- (2) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Ciencias de los Materiales, Caracas-Venezuela.
- (3) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Mecánica, Caracas-Venezuela.

Email: williamsflores404@gmail.com

Los fenómenos de corrosión representan sin duda uno de los grandes y principales problemas que se presentan repetitivamente en diferentes áreas industriales, entre ellas, la industria petrolera. Uno de los procesos que involucra daños acelerados por este fenómeno corresponde al proceso de extracción de crudo, el cual, al estar acompañado de agua, arena, sales y materia orgánica, tiende a causar daños acelerados por corrosión en máquinas, elementos y componentes que operan en estos procesos, incluyendo las bombas multifásicas de tornillo, las cuales están siendo actualmente recuperadas y reacondicionadas a través de la aplicación de recubrimientos metálicos. El presente estudio tiene como objetivo evaluar la resistencia contra la corrosión de los recubrimientos metálicos Vecalloy B y Alpha Plus+SS420 depositados mediante proyección térmica a través de la técnica de arco eléctrico. Para la caracterización microestructural de los recubrimientos se emplearon las técnicas de Microscopía Óptica (MO) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) utilizando diferentes aumentos. Asimismo, se empleó un espectrómetro de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS) acoplado al microscopio electrónico con el fin de realizar un análisis químico semicuantitativo de las fases presentes. Para evaluar el comportamiento electroquímico, se realizaron ensayos de polarización potenciodinámica y ensayos de espectroscopia de impedancia electroquímica, ambos en soluciones de NaCl al 3,5%. Los ensayos se llevaron a cabo empleando un potenciostato marca ACM Instruments modelo GuillAC 1260, y se utilizó una celda electroquímica de cuatro electrodos, conformada por un electrodo de referencia de Ag/AgCl, dos electrodos auxiliares de grafito puro, y un electrodo de trabajo correspondiente a las muestras en estudio. A partir de la caracterización microestructural, se encontró que ambos recubrimientos están conformados principalmente por lamelas, poros, óxidos y partículas no fundidas. Asimismo, se observaron algunas microgrietas y poros interlamelares en ambos recubrimientos (ver Figuras 1 y 2) [1]. En los ensayos electroquímicos se encontró que el recubrimiento Vecalloy B posee una mayor resistencia contra la corrosión al presentar una menor densidad de corriente de corrosión, así como un potencial de corrosión más noble en comparación con el Alpha Plus+SS420 (ver Tabla 1), pudiéndose verificar esto con las micrografías obtenidas de ambos recubrimientos posterior a los ensayos electroquímicos, donde se observó un ataque corrosivo considerablemente menor en el recubrimiento Vecalloy B en comparación al observado en el recubrimiento Alpha Plus+SS420, el cual pareciera presentar un daño considerablemente mayor tanto superficial como transversalmente (ver Figuras 3 y 4). El comportamiento observado se debe probablemente al menor porcentaje de porosidad que posee el recubrimiento Vecalloy B, así como a la presencia de algunos elementos de aleación que poseen mayor resistencia contra ataques electroquímicos [2,3].

REFERENCIAS

- [1] Singh, J. et. al. Abrasive wear characteristics and microstructure of Fe-based overlaid ploughshares in different field conditions. *Soil & Tillage Research*. 2021, vol. 205.
- [2] Cheng, J. et. al. Formation and properties of Fe-based amorphous/nanocrystalline alloy coating prepared by wire arc spraying process. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2009, vol. 355, pp. 1673-1678.
- [3] Qiao, L. et al. Influence of the high-velocity oxygen-fuel spray parameters on the porosity and corrosion resistance of iron-based amorphous coatings. *Surface & Coatings Technology*. 2019, vol. 366, pp. 296-302.

AGRADECIMIENTOS

Al Laboratorio de Electroquímica y Corrosión de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la Universidad Central de Venezuela, así como al Centro de Microscopía Electrónica adscrito al Laboratorio E de la Universidad Simón Bolívar.

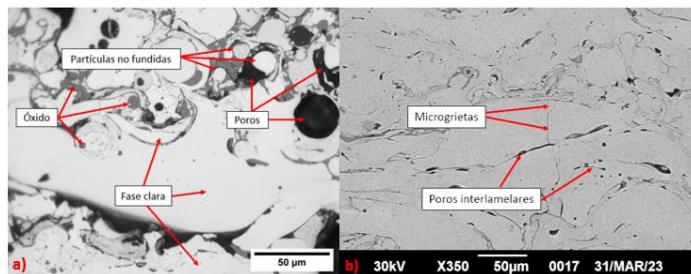


Figura 1. Microestructura del recubrimiento Vecalloy B: a) MO a 500x y b) MEB a 350x.

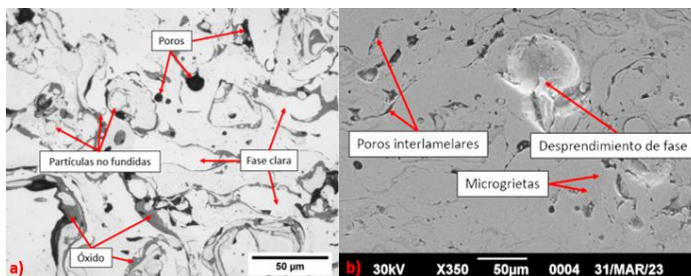


Figura 2. Microestructura del recubrimiento Alpha Plus+SS420: a) MO a 500x y b) MEB a 350x.

Tabla 1. Valores obtenidos a partir de las curvas de polarización de los recubrimientos Vecalloy B y Alpha Plus+SS420.

Material	E_{corr} (mV)	i_{corr} (mA/cm ²)
Vecalloy B	-341,66	1,13
Alpha Plus + SS420	-454,12	3,07

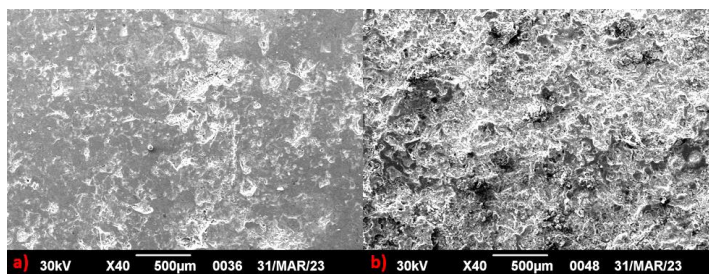


Figura 3. Micrografías de las superficies de los recubrimientos corroídos a través de MEB con aumento de 40X: a) Vecalloy B y b) Alpha Plus+SS420.

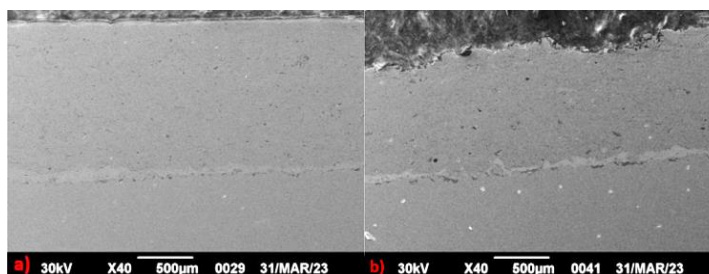


Figura 4. Micrografía de las secciones transversales de los recubrimientos corroídos a través de MEB con aumento de 40X: a) Vecalloy B y b) Alpha Plus+SS420.

ESTUDIO DE FALLA DE LOS INTERNOS DE UNA BOMBA DE DIRECCIÓN HIDRAÚLICA AUTOMOTRIZ

Irenemar Herrera (1), Gladys Navas (1).

(1) IUTFRP/UNETRANS. Departamento de Tecnología de Materiales, KM8 Panamericana, Las Salías, Edo Miranda-Venezuela.

Email: ireneherrera2011@gmail.com/materialesirene@gmail.com

La dirección hidráulica es uno de los desarrollos tecnológicos más importantes en el sector automotor, porque permite al conductor dirigir las ruedas del vehículo con mayor ligereza. A pesar de que los sistemas de dirección hidráulica requieren un menor mantenimiento, la falta del mismo incrementa el daño de los componentes de la dirección, en especial de la bomba, reduciendo el tiempo en servicio. La bomba suele presentar fallas, causadas por mecanismo de desgaste y corrosión, pero también por un diseño incorrecto, variaciones de temperatura y presión, humedad, uso de fluidos de bajo desempeño y/o contaminación del lubricante [1]. En este trabajo se presenta el estudio de la falla de los internos (engranaje - eje - cojinete) de una bomba de dirección hidráulica, la cual presentó problemas por pérdida de la presión del lubricante, rigidez en el volante, ruido, vibración y paro. Dicho estudio se llevó a cabo mediante la inspección visual de los componentes, análisis de la microestructura por microscopía óptica y análisis por MEB-EDS de la superficie de desgaste obtenida por replicado. La inspección visual, Figura 1 evidencio corrosión superficial en los internos, deformación del engranaje posiblemente como consecuencia del gripaje del cojinete, rayaduras en la superficie del vástago de mayor a menor profundidad producidas por partículas duras o contaminantes en el lubricante etc. La superficie interna del cojinete evidencio rayaduras o canales de desgaste, pérdida significativa del material antifricción dejando descubierto al metal, y grietas que se originan en el borde y se propagan al interior con hasta 1,5 cm de longitud. Se observó una línea longitudinal de unión tipo soldadura, posiblemente por resistencia eléctrica y una variación atípica en el espesor el revestimiento antifricción. El análisis microestructural y químico por EDS del cojinete, Figura 2, indicó que está constituido por un sustrato de acero al carbono ferrítico, tipo AISI SAE 1005 - 1010 revestido con una aleación de Al +Sn (Si,Cu), caracterizada por una capacidad de carga media a alta, baja tolerancia a embeber partículas y a la desalineación, con resistencia al desgaste adhesivo y a la corrosión pero pobre conformabilidad y su estructura puede favorecer la fatiga con múltiples iniciaciones de grieta[2]. En este tipo de revestimiento, el silicio está presente entre 5- 11% en peso para evitar la formación de intermetálicos Fe-Al en la interfase entre el revestimiento y el sustrato de acero que puede afectar la adherencia [2]. El espesor del revestimiento en las zonas sin daño varía entre 400-800 micras, indicativo de problemas de manufactura. La morfología de las superficies de desgaste, Figura 3 y 4 muestra que el engranaje en sus dientes presenta deformación y canales de desgaste abrasivo con presencia de óxidos de hierro originado por coalescencia de picaduras (tribocorrosión). El cojinete presentó desgaste abrasivo y fatiga de superficie. La presencia de corrosión y el análisis químico evidenció la contaminación del lubricante con agua libre y sales que promovieron la corrosión con formación de depósitos. Los resultados indican que los mecanismos de falla en el cojinete, son desgaste abrasivo, fatiga de superficie y tribocorrosión, asociados principalmente a un bajo desempeño del lubricante por deficiencia o contaminación del mismo.

REFERENCIAS

- [1] Revista turbo. El sistema de dirección: ¿qué es y cómo funciona? [En línea] 19 de marzo de 2019. <https://www.revistaturbo.com/el-sistema-de-direccion-que-es-y-como-funciona-1817/>
- [2] M.V.S Baba, A. Rama Krishna. Review of Journal Bearing Materials and Current Trends. American Journal of Materials Science and Tecnology , 2015, Vol. 4.



Figura 1. Apariencia macroscópica de los internos de la bomba. a) Eje – engranaje. b) Cojinete, superficie interna y sección transversal.

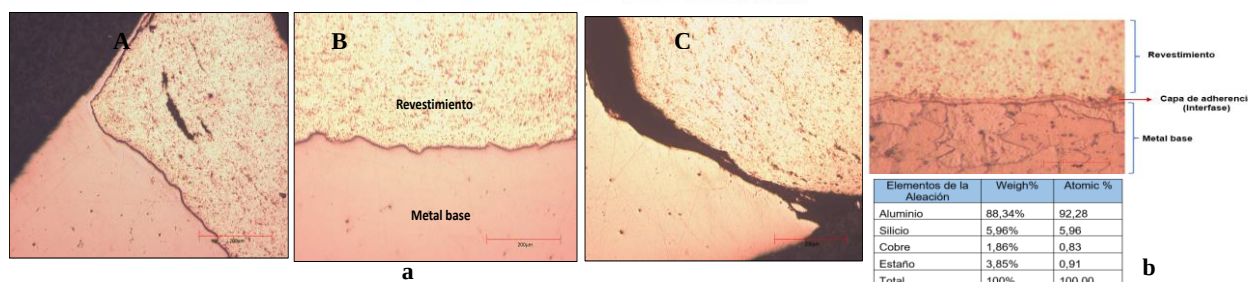


Figura 2. Análisis microestructural por M.O. Cojinete, Cara B, muestra 1, sin ataque químico. a) Zona A, B y C.100X. b) Detalle interfase metal-revestimiento y composición química del revestimiento por EDS. 500X.

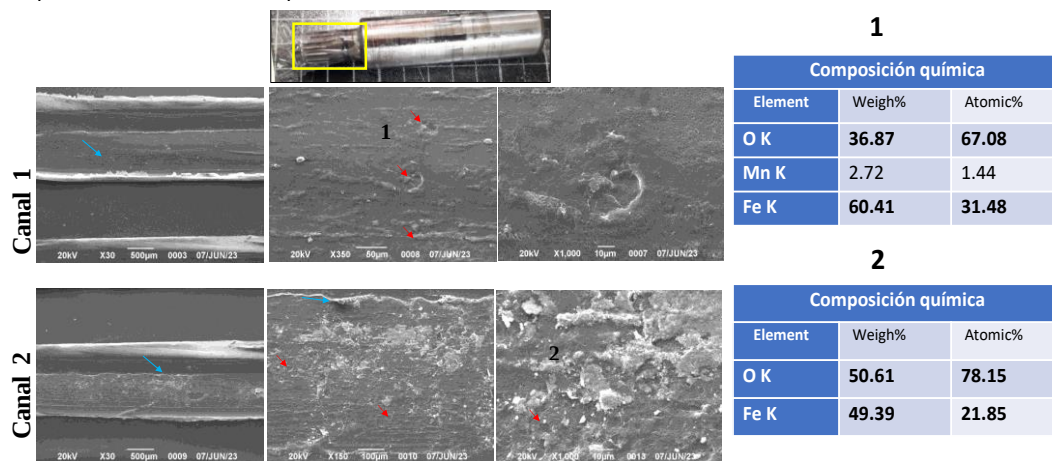


Figura 3. Análisis de la morfología de superficie del engranaje y análisis extraído de los depósitos, canales 1 y 2 del engranaje, obtenida por replica, MEB-EDS.

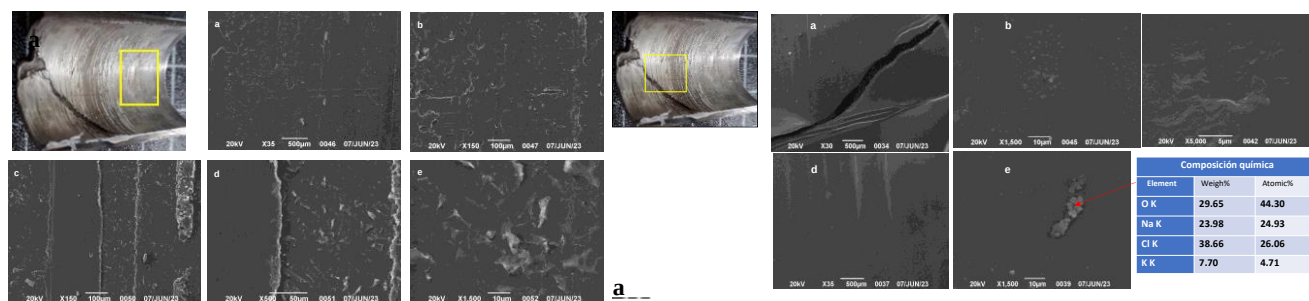


Figura 4. Análisis de la morfología de superficie del cojinete y análisis extraído de los depósitos, obtenida por replica, MEB-EDS. a) Zona 1, MEB. b) Zona 2, adyacente al agrietamiento, MEB-EDS.

CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL POR MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA (MFA) DE NANOPARTÍCULAS DE Cu OBTENIDAS POR ELECTROPRECIPITACIÓN DE ALTO VOLTAJE AC.

Henry López (1,2), Antonio Monsalve (2), Gladys Navas (1).

(1) IUTFRP/UNETRANS. Departamento de Tecnología de Materiales, KM8 Panamericana, Las Salías, Edo Miranda-Venezuela.

(2) IVIC. Laboratorio de Materiales, Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, KM11 Panamericana, Altos de Pipe, Las Salías, Edo Miranda-Venezuela.
lopez.henryleonardo@gmail.com

En las últimas décadas, las nanopartículas metálicas son de significativa importancia en el desarrollo de nanomateriales debido a las propiedades físicas y químicas que adquieren por su forma y tamaño nanométrico. El desarrollo y estudio de nanopartículas de cobre (NPsCu) ha adquirido gran interés por sus propiedades catalíticas, conductoras, ópticas, eléctricas y antimicrobianas, entre otras [1]. Los avances y desarrollos en los procesos de síntesis han contribuido al control preciso sobre los parámetros estructurales que gobiernan la formación de las nanopartículas, lo que ha permitido adaptar sus propiedades con el uso o aplicación específica. Los métodos de síntesis de nanopartículas suelen agruparse en dos categorías, de arriba hacia abajo (**Top-Down**) y de abajo hacia arriba (**Bottom-Up**) [2]. Este último método es mucho más popular en la síntesis de nanopartículas en general. Dentro de este último enfoque se encuentran la vía electroquímica; la cual, ha recibido mucha atención por parte de la comunidad científica e industrial debido a lo sencilla, flexible, económica, amigable con el ambiente, de fácil disponibilidad de equipos y sin necesidad de sistemas de vacío para la producción de ellas, y asegura un nivel de eficiencia significativo [3]. Este trabajo se orientó a la obtención de NPsCu mediante Electroprecipitación de alto voltaje AC a partir de una solución de cationes de Cu^{+2} obtenidos de cobre metálico disuelto en ácido nítrico (HNO_3), empleando parámetros constantes de distancia, corriente y voltaje, y para tres tiempos de descarga (30s, 60s y 90s). Para tal fin se desarrolló el banco experimental de síntesis que se muestra en la Figura 1. La caracterización estructural de las NPsCu obtenidas (tamaño, forma y distribución), se efectuó por Microscopia de Fuerza Atómica (MFA). Los resultados obtenidos definen una distribución de tamaños de forma esférica de NPsCu desde los 0,01nm hasta 8,6nm, y un promedio de 3,7nm, para el tiempo de descarga de 30s, tal como se muestra en la Figura 2 mientras que para el tiempo de descarga de 60s, Figura 3, se observó crecimiento y formación de clúster romboédricos con dimensiones del orden 1 μm , constituidos por NPsCu de tamaños entre 0,5nm -52nm y un promedio de 15nm y finalmente se observaron ramilletes de NPsCu, Figura 4, con tamaños de 2nm hasta 78nm y un promedio de 56nm para el tiempo de descarga 90s, respectivamente. Las imágenes de fase obtenidas para los 3 tiempos de descarga utilizados, definen claramente un solo contraste sobre toda el área de barrido, indicativo desde el punto de vista cualitativo la presencia de únicamente Cu metálico y no de otra posible fase como óxido de cobre CuO o CuO_2 , Figura 5. En base a la morfología observada, se determinó que para el tiempo de descarga de 30s la formación y morfología de las NPsCu es el más óptimo. La obtención de la NPsCu por la técnica de Electroprecipitación de alto voltaje AC generó una metodología propia y original de obtención de NPsCu sencilla, segura, rápida, económica y eco amigable, que no requiere el uso de surfactantes y agentes estabilizantes como en técnicas similares.

REFERENCIAS

- [1] Hashemipour, Hassan, et al. Investigation on Synthesis and Size Control of Copper Nanoparticle via Electrochemical and Chemical Reduction Method. International Journal of the Physical Sciences Vol. 6. (18), pp. 4331-4336, 9 September, 2011 DOI: 10.5897/UPS10.204 ISSN 1992-1950@2011.
- [2] Jesús M, Guajardo P. Síntesis de Nanopartículas de Cobre mediante Novedosa Ruta Química . San Luís Potosí. CIMAV, 2013.
- [3] Norazzizi N Siti Z, Hasan Zuahailie Zakaria A. Effect of Applied Voltage on Slow-Release of Cu (II) Ions on the Synthesis of Copper (II) Stearate Complex by Electrochemical Technique. J. Braz. Chem. Soc., Vol. 26, No. 6, 1115-1123, 2015. <http://dx.doi.org/10.5935/0103-5053.20150074>.

AGRADECIMIENTOS

Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, IVIC. Altos de Pipe, Las Salías, Edo Miranda-Venezuela.

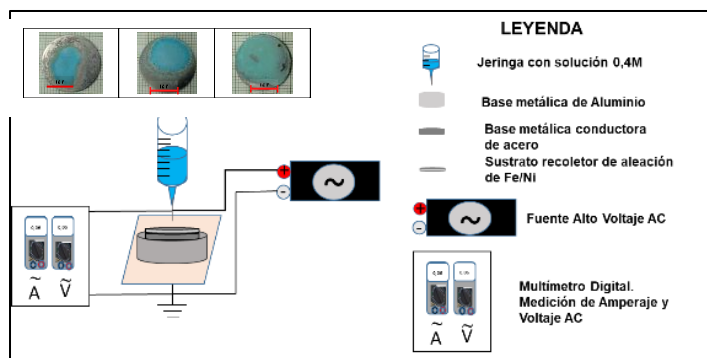


Figura 1. Banco experimental de Electroprecipitación de Alto Voltaje AC.

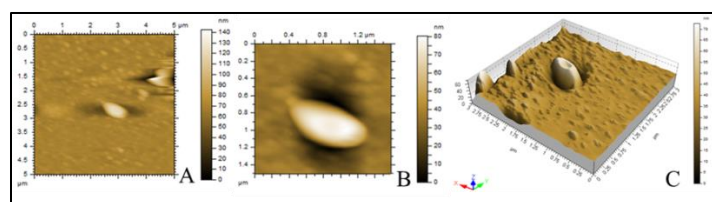


Figura 2. Composición Topográfica de 2D y 3D de MFA de las NPs Cu, modo Tapping, 30 s. A) 2D, área de barrido de 5µm x 5µm, B) 2D, área de barrido de 1,5µm x 1,5µm. C) 3D, área de barrido de 3µm x 3µm. NPs Cu esféricas.

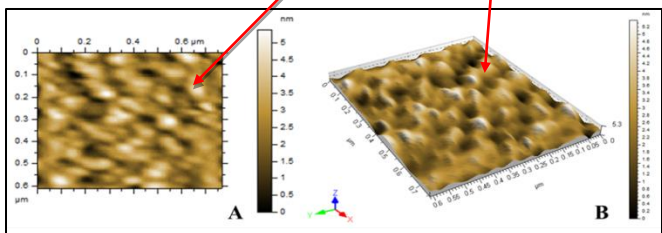
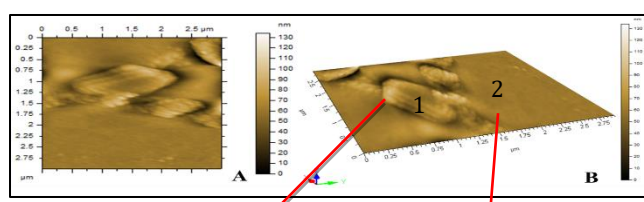
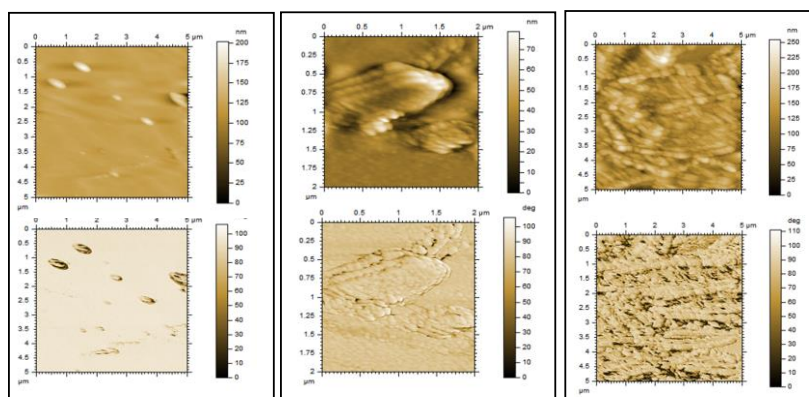


Figura 3. Composición Topográfica de 2D y 3D de MFA de las NPs Cu, modo Tapping, 60 s. A) 2D. B) 3D. Área de barrido de 3µm x 3µm. Formación de clusters romboédricos.

Figura 4. Composición Topográfica de 2D y 3D de MFA de las NPs Cu, modo Tapping, 90 s. A) 2D. B) 3D. Área de barrido de 5µm x 5µm. Ramilletes de tipo racimos de uvas, con NPs Cu de forma ovoide.



TIEMPO 30s

TIEMPO 60s

TIEMPO 90s

Figura 5. Imágenes de fase de las **NPsCu** a los tres tiempos de descarga. Se observa claramente un solo contraste sobre toda el área de barrido, indicativo desde el punto de vista cualitativo de la presencia de únicamente Cu metálico.

ESTADO DEL ARTE DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO: UN ANÁLISIS BIBLIOMÉTRICO

Juan Terán, Águeda Turatti, Manuel Villarreal

Universidade Federal do Rio Grande, Instituto de Matemática, Estatística e Física, Mestrado Nacional Profissional em Ensino de Física, Rio Grande, Rio Grande do Sul, Brasil.

Email: mavu8473@gmail.com

Se presenta el estado del arte de la microscopia electrónica de barrido (MEB) mediante un análisis bibliométrico. La MEB es una poderosa herramienta que permite la caracterización de materiales utilizando para ello un haz de electrones de alta energía que interactúa con la muestra, y ha desempeñado un papel fundamental en el avance de la ciencia de materiales. Por otra parte, las revisiones de producción científica y el análisis bibliométrico son herramientas fundamentales en el trabajo de investigación, debido a que evalúan y analizan datos e información de la literatura a fin de encontrar competencias en problemas, que no son tan obvias [1]. Para localizar y analizar los documentos en las bases de datos, se utiliza una herramienta de código abierto para la búsqueda cuantitativa en cienciometría y bibliometría basada en métodos de análisis bibliométrico. Mediante las aplicaciones R y Rstudio, se agrega una biblioteca desarrollada con estos métodos de análisis, llamada *BibliometrIX*, que permite una cartografía científica [2]. Existen varios métodos para resumir la cantidad de actividad científica en un dominio, pero la bibliometría tiene el potencial de introducir un proceso de revisión sistemática, transparente y reproducible que permite identificar datos como co-citación, acoplamiento, análisis de colaboración científica, palabras clave reportadas por el autor o por la revista, entre otros [2]. Desde esta perspectiva, el análisis bibliométrico consistió en 4 etapas, estableciendo una línea de investigación basada en evidencias: (1) selección de los documentos en la base Web of Science (WoS) de acuerdo con los criterios establecidos, y exportación de datos en formato txt, (2) descripción del conjunto de datos resultantes y análisis estadístico, (3) visualización de las relaciones, usando R y Bibliometrix, (4) análisis de los resultados y conclusiones. La primera etapa se realizó mediante un permiso solicitado al Portal de Jornais CAPES (CAPES/MEC, Brasil), que permitió el acceso remoto al contenido suscrito a través de la Universidade Federal do Rio Grande (FURG). La búsqueda fue delimitada en 3 criterios: (a) período de las publicaciones, de 2019 a 2023, (b) coincidir con el descriptor MEB y, (c) cumplir con la función lógica en el campo de registro (título, resumen, palabras clave del autor, palabras clave de la base de datos). En la segunda etapa, los datos recuperados de 1253 artículos (seleccionados para el estudio) fueron analizados usando Rstudio, importados y convertidos en un cuadro de datos bibliográficos. Luego, normalizados para ser ejecutados por duplicado y obtener resultados descriptivos del análisis de las citaciones, de las informaciones científicas y de la productividad. Para la tercera etapa, la marcha se realizó en duplicado con las funciones relevantes, en las cuales fueron calculadas y visualizadas las redes bibliométricas (citación, autor, país, palabras clave de autor y redes de palabras clave de la base de datos) y acoplamiento bibliográfico (citación conjunta, competencias de palabras clave), en una red bibliométrica direccional (bipartita) de matrices rectangulares de *Artículos x Atributos*. En la última etapa, además del análisis de cuantitativo de los datos, se realizó un análisis de interpretación a los 5 artículos más citados en el período. Se realizó un análisis de contenido de acuerdo con las etapas de preanálisis, lectura de los títulos y de los resúmenes; exploración del material, seleccionando segmentos de contenido para codificación y definición de las unidades de registro y de significación; tratamiento de los resultados, inferencia e interpretación-categorización, discusión y sistematización de los hallazgos de la investigación. En la Tabla 1 se presenta el número de documentos encontrados, que fueron refinados en artículos y en la categoría *Cristalografía*. La Figura 1 muestra las redes de colaboración entre países en las 1253 publicaciones seleccionadas. En la Figura 2 se observan las palabras clave informadas en los artículos analizados. En la Tabla 2 se presentan los 5 artículos más citados durante el período (2019-2023), que comparten un enfoque en la síntesis y caracterización de nanopartículas para diversas aplicaciones que incluyen síntesis orgánica, catálisis y medicina; destacando la importancia de las nanopartículas como materiales innovadores y sostenibles en diversos ámbitos de la ciencia.

REFERENCES

- [1] Corzo, G. D. et al. *Información tecnológica*. (2020) (31) (183).
- [2] Aria, M. et al. *Journal of Informetrics*. (2017) (11) (959).
- [3] Hemmati, S. et al. *Polyhedron*. (2019) (158) (8).
- [4] Maleki, B. et al. *Polyhedron*. (2019) (162) (129).
- [5] Maleki, B. et al. *Polyhedron*. (2019) (171) (193).
- [6] Hemmati, S. et al. *Polyhedron*. (2019) (158) (414).
- [7] Veisi, H. et al. *Polyhedron*. (2019) (157) (232).

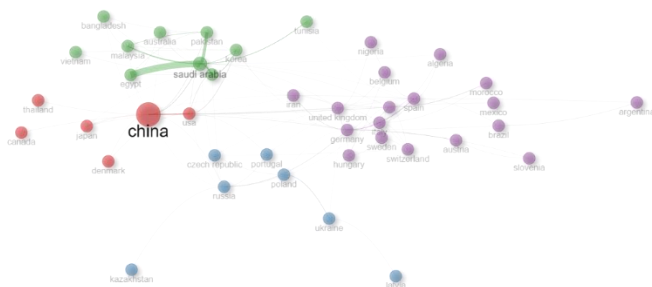


Figura 1. Redes de colaboración entre países.

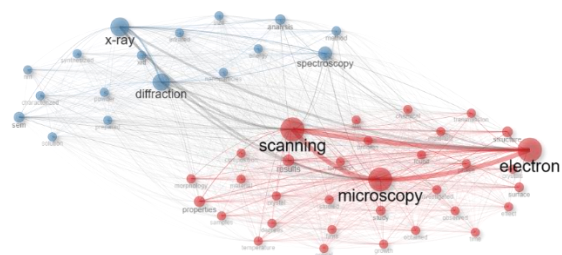


Figura 2. Palabras clave en los artículos analizados.

Tabla 1. Resultados de la consulta en la base de datos Web of Science.

Palabras clave	Número de documentos
Scanning electron microscopy (Topic) and 2023 or 2022 or 2021 or 2020 or 2019 (Publication Years)	150.971
Scanning electron microscopy (Topic) and 2023 or 2022 or 2021 or 2020 or 2019 (Publication Years) and Article (Document Types)	145.816
Scanning electron microscopy (Topic) and 2023 or 2022 or 2021 or 2020 or 2019 (Publication Years) and Article (Document Types) and Crystallography (Web of Science Categories)	1.253

Tabla 2. Artículos más citados según la Web of Science. Método de Análisis: Frecuencia de Citaciones.

Autores	Título	Año	Citaciones Locales, (CL)	Citaciones Globales (CG)	Cociente CL/CG (%)	Citación Global Normalizada
Hemmati, S. et al [3]	Green synthesis and characterization of silver nanoparticles using Fritillaria f...	2019	1	178	0,562	16,286
Maleki, B. et al. [4]	SO3H-dendrimer functionalized magnetic nanoparticles (Fe3O4@D NH (CH2)4SO3H) ...	2019	2	89	2,247	8,143
Maleki, A. et al. [5]	Preparation and characterization of an eco-friendly ZnFe2O4@alginate acid ...	2019	1	87	1,149	7,960
Hemmati, S. et al [6]	Immobilization of palladium nanoparticles on Metformin-functionalized graphene oxide ...	2019	1	76	1,316	6,953
Veisi, H. et al. [7]	Catalytic reduction of 4-nitrophenol over Ag nanoparticles immobilized on Stachys ...	2019	2	64	3,125	5,856

COMPREHENSIVE SYNTHESIS AND CHEMICAL ANALYSIS OF $\text{Cd}_{1-x-y}\text{Mn}_x\text{Cr}_y\text{Te}$ SEMICONDUCTOR SYSTEM: INSIGHTS INTO FERROMAGNETIC BEHAVIOR AND SURFACE CHARACTERISTICS

Richard Scherdien (1), Jorge Pimentel (1), Águeda Turatti (1), Manuel Villarreal (1), Pedro Silva (2,3), Ekadink Moreno[†] (4), Luis Nieves (4)

- (1) Universidade Federal do Rio Grande, Instituto de Matemática, Estatística e Física, Rio Grande, Rio Grande do Sul, Brasil.
(2) Universidade Federal de Pelotas, Programa de Pós-Graduação em Física, Capão do Leão, Rio Grande do Sul, Brasil.
(3) Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Centro de Física, Laboratorio de Física de la Materia Condensada, Caracas, Venezuela.
(4) Universidad de Los Andes, Departamento de Física, Centro de Estudio de Semiconductores, Mérida, Venezuela

[†] In memoriam

Email: pedro.mujica@ufpel.edu.br

Following the discovery of ferromagnetism in II-V semiconductors based on Mn, ferromagnetic semiconductors have been extensively studied for both their fundamental properties [1-2] and their application in spintronics [3-4]. For such applications to be realistic, the semiconductor material must exhibit ferromagnetism above room temperature while retaining its transport properties (high carrier concentration and mobility). The synthesis and chemical analysis, using the Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) technique, of the semiconductor system $\text{Cd}_{1-x-y}\text{Mn}_x\text{Cr}_y\text{Te}$ ($x = 0.33$ and $y \geq 0.05$) are reported. Structural analysis by X-ray diffraction (XRD) in the $\text{Cd}_{0.63-y}\text{Mn}_{0.37}\text{Cr}_y\text{Te}$ system (with $y = 0.10$), suggests that the alloy crystallizes in the zinc blende structure with a lattice parameter of $a = 6.410 \text{ \AA}$, without the presence of secondary phases [5]. The samples were synthesized using the direct fusion technique of their constituent elements, weighed in appropriate stoichiometric ratios, within vacuum-sealed quartz capsules. These capsules underwent prior pyrolysis to prevent pure components from reacting with quartz. In the first stage, the fusion process occurred in a vertically positioned furnace heated at a rate of 10°C/h for 100 hours until reaching 1150°C . Finally, the samples were cooled to room temperature at a rate of 5°C/h for 180 hours. The resulting samples exhibited a dark gray color. Chemical analysis of the samples was conducted using a JEOL scanning electron microscope, model JSM-6610LV, with EDS microprobe having a detection limit of 1%, an accelerating voltage of 15.0 KV, and a resolution of 3 nm. Tables 1, 2, and 3 present the atomic percentages and average stoichiometric ratios obtained for three different zones of the studied samples. The average values (total) were Cd: 0.65 ($\pm 1\%$), Mn: 0.29 ($\pm 2\%$), Cr: 0.08 ($\pm 1\%$), Te: 0.98 ($\pm 1\%$) for $y = 0.05$; Cd: 0.54 ($\pm 1\%$), Mn: 0.33 ($\pm 2\%$), Cr: 0.12 ($\pm 1\%$), Te: 1.02 ($\pm 1\%$) for $y = 0.10$; and Cd: 0.49 ($\pm 1\%$), Mn: 0.32 ($\pm 2\%$), Cr: 0.16 ($\pm 1\%$), Te: 1.03 ($\pm 1\%$) for $y = 0.15$, closely aligning with the expected $1-0.33-y:0.33:y:1$ ratio for these concentrations. Figure 1 displays micrographs of the $\text{Cd}_{1-x-y}\text{Mn}_x\text{Cr}_y\text{Te}$ system, revealing the appearance of certain dark points across the surface, more pronounced in the last two concentrations. These points are believed to be attributed to the presence of dispersed Cr that could not integrate into the fusion process of the sample-forming elements. In Figure 2, the surface characteristics of the studied samples are observed, highlighting specific points where EDX was performed. The images reveal three zones (light, grayish, and dark), with a low atomic percentage of Cr in the light and grayish zone, while the other zone (dark) show a high atomic percentage of Cr and a low percentage of Mn, in disagreement with the theoretical stoichiometry, affirming observations from Figure 1. Conversely, the experimental stoichiometry for the light for the light and grayish zones aligns, within experimental error, with the theoretical one.

REFERENCES

- [1] Dobrowolska, M. et al. *Nat. Mater.* (2012) (11) (444).
[2] Chen, L. et al. *Nano Lett.* (2011) (11) (2584).
[3] Prinz, G. A. *Science*. (1998) (282) (1660).
[4] Wolf, S. A. et al. *Science*. (2001) (294) (1488).

[5] Hwang, Y. H. et al. *Phys. Rev.* (2013) (88) (075205).

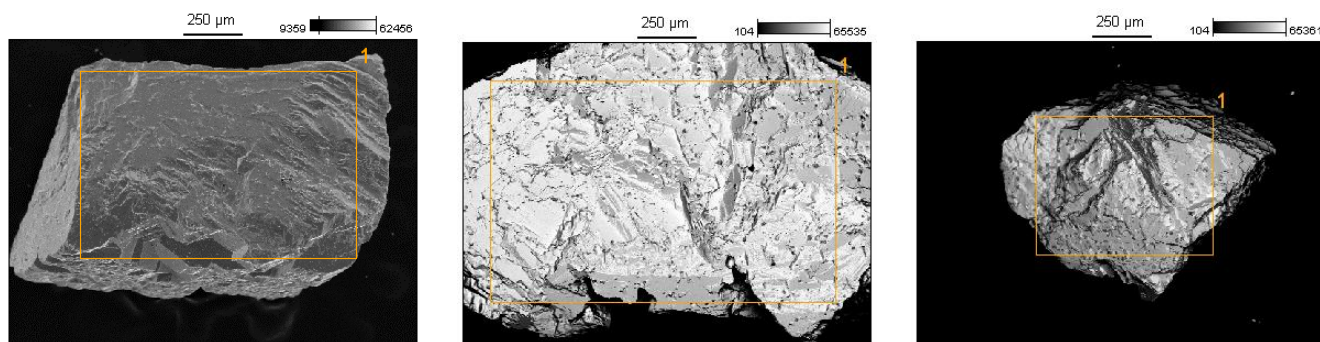


Figure 1. Micrographs of the semiconductor systems samples $\text{Cd}_{1-x-y}\text{Mn}_x\text{Cr}_y\text{Te}$, $y = 0.05, 0.10, 0.15$, respectively.

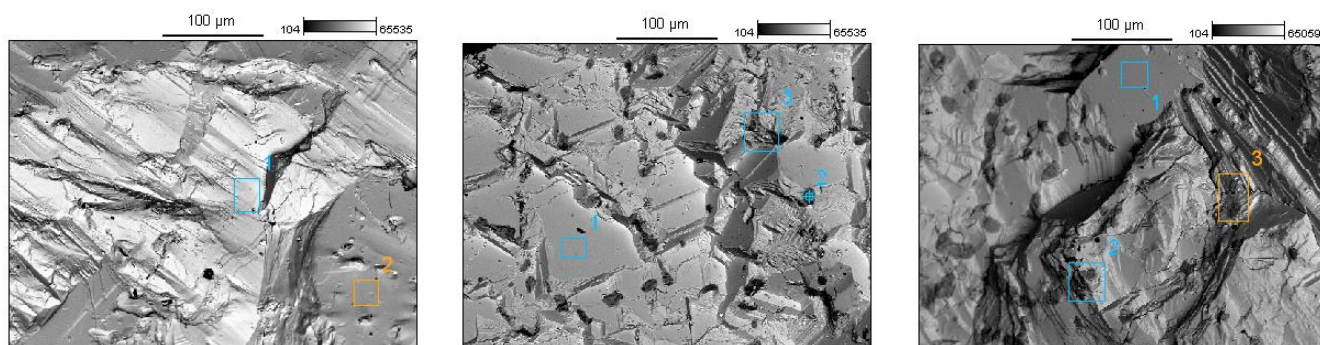


Figure 2. Surfaces of the studied samples, $y = 0.05, 0.10, 0.15$, respectively.

Table 1. Chemical analysis for concentration $x = 0.33$ and $y = 0.05$.

Element	Zone light			Zone grayish			Zone dark		
	%Atom	Error%	Stoich	%Atom	Error%	Stoich	%Atom	Error%	Stoich
Cd	32.28	0.51	0.65	32.33	0.52	0.65	33.13	0.43	0.66
Mn	16.34	0.99	0.33	16.22	1.01	0.32	10.90	0.70	0.22
Cr	0.32	0.29	0.01	0.45	0.30	0.01	10.57	0.44	0.21
Te	51.08	0.72	1.02	51.00	0.95	1.02	45.40	0.67	0.91

Table 2. Chemical analysis for concentration $x = 0.33$ and $y = 0.10$.

Element	Zone light			Zone grayish			Zone dark		
	%Atom	Error%	Stoich	%Atom	Error%	Stoich	%Atom	Error%	Stoich
Cd	29.82	0.47	0.59	25.76	0.36	0.52	25.13	0.53	0.50
Mn	17.30	0.62	0.35	16.21	0.85	0.32	15.60	0.97	0.31
Cr	3.38	0.40	0.07	6.54	0.28	0.13	7.47	0.40	0.15
Te	49.50	0.62	0.99	51.49	0.77	1.03	51.80	0.75	1.04

Table 3. Chemical analysis for concentration $x = 0.33$ and $y = 0.15$.

Element	Zone light			Zone grayish			Zone dark		
	%Atom	Error%	Stoich	%Atom	Error%	Stoich	%Atom	Error%	Stoich
Cd	26.65	0.60	0.53	24.85	0.37	0.50	21.67	0.62	0.43
Mn	16.29	0.93	0.33	15.77	0.99	0.31	15.28	1.06	0.31
Cr	5.60	0.41	0.11	8.40	0.57	0.17	10.78	0.74	0.21
Te	51.45	0.70	1.03	50.98	0.75	1.02	52.27	0.77	1.05

CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE HIDROGELES Y SISTEMAS COBERTORES BASADOS EN QUITOSANO, ÁCIDO HIALURÓNICO Y NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINC COMO MEDIO COBERTOR EN PROCESOS DE CICATRIZACIÓN.

Felipe Spena ⁽¹⁾, María Rodríguez ⁽¹⁾, Sofía Salazar ⁽¹⁾, Caribay Urbina de Navarro ⁽²⁾, Gleen Rodríguez ⁽³⁾.

(1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Laboratorio de Productos Naturales, Caracas Venezuela.

(2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Microscopía Electrónica “Mitsuo Ogura”, Caracas Venezuela

(3) Universidad Simón Bolívar, Laboratorio E Materiales y procesos de fabricación, Caracas Venezuela.

Felipe.spena96@gmail.com

La piel es la barrera natural de nuestro organismo frente al medio con el que se rodea impidiendo cualquier amenaza contra la homeostasis de cuerpo humano y permitiendo que se lleven a cabo el conjunto de reacciones bioquímicas que definimos como vida. Quemaduras y cortes generan daños en la piel, dando entrada a la colonización de bacterias, comprometiendo sus funciones y generando complicaciones a la salud de pacientes de diversas patologías. La piel cuenta con mecanismos de acción ante las lesiones, sin embargo, en pacientes inmunosuprimidos, de avanzada edad o con patologías que comprometen el proceso natural de cicatrización no se regenera el tejido con la velocidad o calidad a comparación de un paciente sano, surgiendo la necesidad de desarrollar sistemas cobertores que prevengan de complicaciones durante un proceso de cicatrización. Se prepararon diferentes sistemas cobertores a partir de un hidrogel de quitosano – ácido hialurónico con nanopartículas de óxido de zinc, soportadas en sílice. La adición del ácido hialurónico se justifica por su participación en la formación de tejido conjuntivo [1], que finalmente, se formará en el lugar de la lesión, tras finalizar el proceso de cicatrización. Adicionalmente, en las formulaciones se incorporó nanopartículas de ZnO entre el 1% y 4% para garantizar la actividad antimicrobiana [2], obteniendo un hidrogel con capacidad de detener la proliferación bacteriana. La composición del hidrogel formulado se optimizó para disminuir la formación de agregados neutros y variando el porcentaje de nanopartículas hasta determinar la concentración a la que se separan de la suspensión. Asimismo, se optimizó la relación de la matriz adhesiva de almidón – PVA, alcanzando una composición de 7,5% para ambos compuestos, incorporando en ésta el hidrogel. Con el uso de plastificantes como PVA se obtuvieron películas flexibles que pueden adaptarse al contorno de la piel. El estudio por MEB permitió evaluar las superficies obtenidas por los hidrogeles una vez incorporados a la matriz adhesiva, por comparación entre las imágenes de las gotas directas del hidrogel, de la matriz adhesiva sin nanopartículas y la formulación completa evaluando tres porcentajes de nanopartículas (1%, 2% y 3%). El primer aporte de información que se obtuvo es la heterogeneidad en la superficie de las muestras para las películas de las formulaciones con 2% y 4% de Nps ZnO donde se detallaron conglomerados sobre el continuo que aportaba la matriz de polisacáridos. La mayor carga de nanopartículas conllevó a la formación de zonas facetadas, mientras que la formulación al 1% presentó una morfología homogénea en todas las zonas observadas. Mediante EDS se confirmó la presencia de las nanopartículas de ZnO en los conglomerados que se obtienen al secado del hidrogel del principio activo, indicando la presencia de éstas dentro de la matriz. Finalmente, los resultados observados permitieron la selección de las formulaciones para posteriores pasos de optimización y ensayos biológicos, determinando que porcentajes mayores al 2% en nanopartículas conduce a la separación de los principios activos en el hidrogel una vez obtenidos las películas, por tanto, las películas más prometedoras son las formuladas con porcentajes inferiores.

REFERENCIAS

- [1] Vagani B. et al. *Expert Opinion on Drug Delivery* (2019) (16(7):715–40)
- [2] Díez-Pascual A. et al. *Biomacromolecules* (2015) (16(9):2631–44)
- [3] Spena F. (2023) “*Diseño de hidrogeles con propiedades antibacterianas basados en Quitosano/Nanopartículas de Óxido de Zinc/Ácido Hialurónico en matriz adhesiva de almidón como medio cobertor en procesos de cicatrización*”. TEG. UCV

AGRADECIMIENTOS:

Al grupo de Productos Naturales de la Escuela de Química UCV, a los centros de Microscopía “Mitsuo Ogura” y al Laboratorio E (Materiales y procesos de fabricación) de la USB por los espacios y apoyo en la realización de esta investigación.

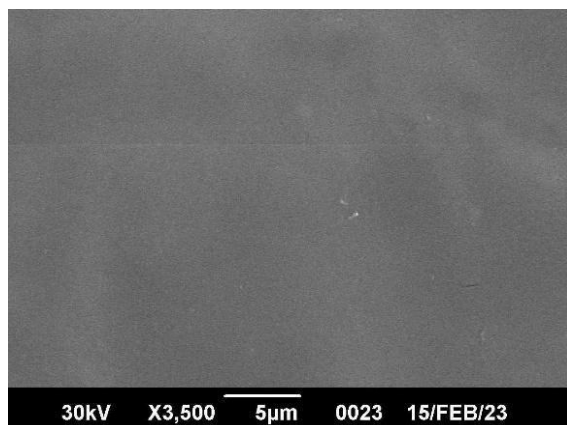


Figura 1. Micrografía de la película obtenida de la formulación sin nanopartículas.

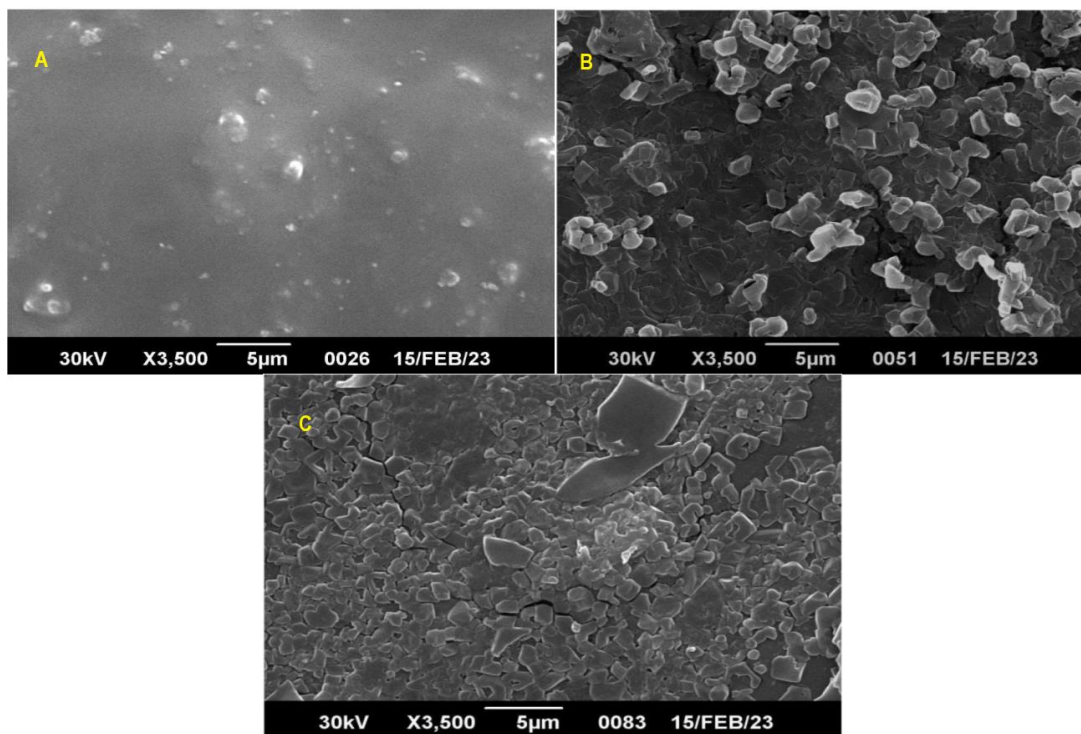


Figura 2. Micrografías de las películas con 1%(A) 2%(B) y 4%(C) de nanopartículas

ESTUDIO DEL EFECTO DEL pH SOBRE LA MORFOLOGÍA Y COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ZIRCÓN E ILMENITA MEDIANTE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.

Nesmary Mendoza (1), Carlos Barrios (2), Caribay Urbina de Navarro (3), Gleen Rodríguez (4).

- (1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Instituto de Ciencias de la Tierra. Caracas-Venezuela.
 - (2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Instituto de Ciencias de la Tierra. Caracas-Venezuela.
 - (3) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Microscopía Electrónica “Mitsuo Ogura”. Caracas-Venezuela.
 - (4) Universidad Simón Bolívar, Laboratorio E, Sección de Microscopía Electrónica. Caracas -Venezuela.
- Email: nesmarymd@gmail.com

El zircón (ZrSiO_4) y la ilmenita (FeTiO_3) son minerales pesados, es decir, poseen densidades mayores a 2,89 g/mL, y se encuentran comúnmente presentes en cantidades menores al 5% en rocas ígneas y metamórficas. En ellos es necesario conocer los procesos de disolución en ambientes con diferentes características de pH y temperatura, para comprender y tratar de predecir de forma cualitativa y cuantitativa la evolución de estos ambientes. Por lo tanto, este proyecto busca estudiar los efectos morfológicos, químicos y texturales que tienen lugar en ambientes de drenajes ácidos de mina, lluvia ácida, carbonático y condiciones extremas, tras simular los escenarios de pH que estos presentan. Para ello, previamente se tomaron muestras de suelos y se realizó una separación granulométrica, de líquidos densos y magnética [1], para luego seleccionar los minerales de interés con caras bien definidas, y exponerlos a soluciones buffer características del pH de cada ambiente por 31 días con agitación diaria, e igualmente exponer otros cristales a soluciones de pH 1 y 14 a 90°C por 3 horas. Posteriormente fueron observados los cristales no sumergidos en soluciones, así como todos los expuestos a las diferentes condiciones mediante lupa binocular, y de igual manera se observaron por microscopía electrónica de barrido (MEB), y se realizaron análisis de Rayos X característicos con un detector del tipo EDX. En los resultados obtenidos, el zircón presentó mayor alteración textural, morfológica y química en condición de ambiente carbonático y solución de pH 14, como se observa en las figuras 1 y 2, e igualmente presentó una tendencia mayor para la disminución del área de los cristales. Con estos cambios también ocurrió un enriquecimiento relativo de elementos tierras raras, Ca, Fe, y variaciones en la relación Si/Zr. Todo esto también lo soporta un análisis estadístico, ya que empleando la prueba de *t* de Student, las probabilidades de que existan cambios químicos aumentan a medida que se incrementa el pH y la temperatura, como se aprecia en la tabla 1. En cuanto a la ilmenita, esta presentó sus mayores cambios en la solución de pH 1 y ambiente de drenajes ácidos de mina, como se aprecia en las figuras 3 y 4, y se obtuvieron áreas significativamente menores en la solución de pH 1. En las dos condiciones más ácidas también se produjo un precipitado de nuevas fases sobre los cristales, estas pueden tener diferente morfología y funcionar como cemento de los minerales para el caso de drenajes ácidos de mina. La composición de las nuevas fases contiene elementos de los minerales expuestos y de los iones en solución, por otra parte, se produjo un enriquecimiento relativo en Cu, Ti y Mn, e igualmente el mineral presentó una evolución en las concentraciones de Fe y Ti, dando lugar a nuevas fases minerales según la Relación de Frost [2]. Es necesario mencionar que los productos de meteorización de la ilmenita son pseudomorfo (presentan la misma morfología que el mineral primario), y no se pudieron identificar por su morfología con la lupa binocular ni con el MEB, pero debido al análisis químico de Rayos X característicos puntual o en pequeñas zonas, se pudieron diferenciar estos tipos de minerales cuantitativamente. La tendencia de los cambios ocurridos también es soportada por un análisis estadístico, ya que como se observa en la tabla 2, existe una mayor probabilidad de que ocurran cambios químicos mientras el pH es más bajo y aumenta la temperatura. Es necesario destacar que, para el caso de pH básico en zircones y ácido en ilmenitas, hubo incrementos en las etapas de meteorización que estos presentaron [3].

REFERENCIAS

- [1] Campos, J., Meléndez, W., Ramírez, A., Yáñez, C., Barrios, C. (2005). Análisis morfológico de minerales pesados presentes en el yacimiento de bauxita de los Pijiguaos, Estado Bolívar. *Acta Microscópica*, 14(1-2), 10-14.
- [2] Frost, M. T., Grey, I. E., Harrowfield, I. R., Mason, K. (1983). The dependence of alumina and silica contents on the extent of alteration of weathered ilmenites from Western Australia. *Mineralogical Magazine*, 47(343), 201-208.
- [3] Andò, S., Garzanti, E., Padoan., Limonta, M. (2012). Corrosion of heavy minerals during weathering and diagenesis: A catalog for optical analysis. *Sedimentary Geology*, 280, 165-178.

AGRADECIMIENTOS

Al Centro de Microscopía Electrónica “Dr. Mitsuo Ogura”, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela.
Al Instituto de Ciencias de la Tierra, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela.
Al Laboratorio E de la Sección de Microscopía Electrónica, Universidad Simón Bolívar.

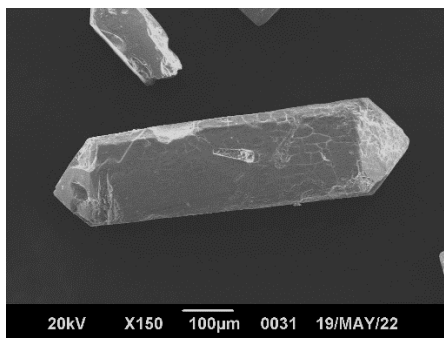


Figura 1. Zircón expuesto a pH de ambiente carbonático.

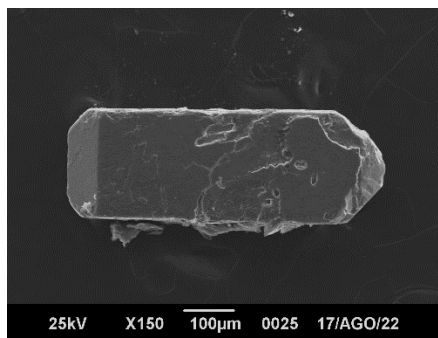


Figura 2. Zircón expuesto a pH 14 y 90°C.

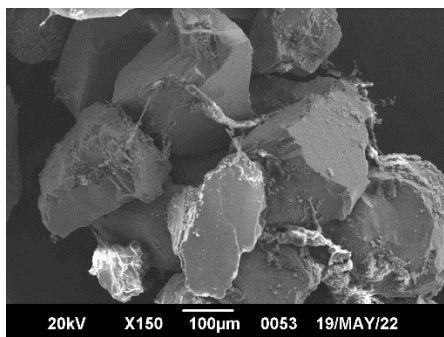


Figura 3. Ilmenitas expuestas a pH de drenajes ácidos de mina.

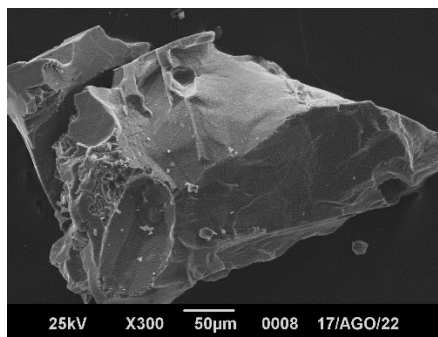


Figura 4. Ilmenita expuesta a pH 1 y 90°C.

Tabla 1. Resultados de la prueba t de Student de la relación Si/Zr en todas las condiciones.

Condición de pH simulada	Drenajes ácidos de mina	Lluvia ácida	Ambiente carbonático	pH 14 y 90°C
Valor P	0,96	0,96	0,88	0,47
Valor α	0,05	0,05	0,05	0,05

Tabla 2. Resultados de la prueba t de Student para la Relación de Frost en todas las condiciones.

Condición de pH simulada	Drenajes ácidos de mina	Lluvia ácida	Ambiente carbonático	pH 1 y 90°C
Valor P	0,12	0,15	0,75	0,04
Valor α	0,05	0,05	0,05	0,05

USO DE MATERIALES NANOESTRUCTURADOS PARA LA DETERMINACIÓN DE ACETONA CON POSIBLES APLICACIONES EN LA DETECCIÓN DE DIABETES MELLITUS.

Astrid Alvarez (1), Daniela Rangel (1), Sarah Briceño (2), Damarys Soto (3), Pedro Silva (4, 5), Yeni Sánchez-León (4)

(1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias. Caracas-Venezuela. (2) Yachay Tech University, School of Physical Sciences and Nanotechnology, 100119-Urcuquí, Ecuador. (3) Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, (4) Laboratorio de Física de la Materia Condensada Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Laboratorio de Física de la Materia Condensada. Caracas-Venezuela. (5) Post-Graduate Program in Physics, Federal University of Pelotas, 96160-000, Capão do Leão, RS, Brazil

Email: acar.roballo@gmail.com

Los nanomateriales siempre han exhibido propiedades extraordinarias debido a su tamaño, lo que ha abierto un amplio espectro de aplicaciones potenciales en constante avance desde el punto de vista científico. Particularmente, algunos de ellos se utilizan como sensores de gases para el diagnóstico de enfermedades mediante la determinación de compuestos orgánicos volátiles (COV). Estos COV, emitidos por el cuerpo humano a través del aliento, la piel, la saliva, la orina y las heces debido a procesos metabólicos, hacen del aliento exhalado la fuente más accesible y eficaz para el seguimiento de enfermedades. Entre los COV se encuentra la acetona, un biomarcador de la Diabetes Mellitus y una de las principales causas de mortalidad a nivel mundial en adultos y niños. Los pacientes con diabetes mellitus producen una concentración de acetona mayor que los pacientes sanos. El análisis de la concentración de acetona mediante un método rápido, reproducible, económico y no invasivo permite la detección masiva de la diabetes y la aplicación de tratamientos más satisfactorios [1]. En este trabajo, el objetivo es sintetizar y caracterizar materiales nanoestructurados para la determinación de acetona. Se utilizaron nanotubos de carbono multipared, sintetizados mediante la deposición química de vapor, y nanopartículas de MnFe_2O_4 y CoFe_2O_4 preparadas a través del método solvotérmico [2] con tiempos de reacción de 4 y 16 horas. Las micrografías de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en la Figura 1 muestran las nanopartículas de ferrita en la escala nanométrica, con un tamaño promedio entre 140 nm y 210 nm. Para ambos sistemas de nanopartículas se observa un incremento en la aglomeración de las mismas a 16 h de tiempo de reacción. La Figura 2 muestra la micrografía de MEB de los nanotubos de carbono multipared, cuya obtención fue confirmada a través de espectroscopía Raman mediante la presencia de las bandas D y G en la Figura 3. Para evaluar la respuesta del sensor, se determinó la variación de resistencia eléctrica con y sin gas para una concentración específica, utilizando medidas quimiorresistivas. Las pruebas se realizaron con dos tamaños diferentes de nanopartículas para entender la relación entre este factor y la eficiencia del sensor [3]. Se fabricó una pasta de nanotubos/ferrita con gotas de PVA como aglutinante, sobre un soporte de alúmina con contactos de Pt-Rh. Las pruebas se llevaron a cabo en presencia de aire, inyectando acetona en la cámara con una jeringa y evaporándola con un calentador para generar el vapor del gas. Se observó el tiempo de absorción y de recuperación del sensor en presencia del gas, su reproducibilidad y estabilidad, encontrándose que la respuesta del sensor no sólo depende del tipo de ferrita sino del tamaño promedio. Los sensores de gases con materiales nanoestructurados se presentan como una alternativa viable, mostrando una mejor respuesta para la ferrita de MnFe_2O_4 con respecto a la de cobalto en presencia de acetona para su uso en este tipo de sensores. El tamaño de las nanopartículas juega un papel crucial en la capacidad de detección de acetona del sensor, ya que se observó que los sensores con nanopartículas de 4 horas mostraron una mejor respuesta para la Ferrita de Manganeseo. En conclusión, el desarrollo de este tipo de sensores representa una forma rápida y menos costosa que puede ayudar en la prevención de algunas enfermedades.

REFERENCIAS

- [1] Zhou, X., Xue, Z., Chen, X., Huang, C., Bai, W., Lu, Z., & Wang, T. (2020). "Nanomaterial-based gas sensors used for breath diagnosis". Journal of materials chemistry B, 8(16), 3231-3248.
- [2] Wang, J., Ren, F., Yi, R., Yan, A., Qiu, G., & Liu, X. (2009). "Solvothermal synthesis and magnetic properties of size-controlled nickel ferrite nanoparticles". Journal of Alloys and Compounds, 479(1-2), 791-796.
- [3] Wan, X., Wang, J., Zhu, L., & Tang, J. (2014). "Gas sensing properties of Cu₂O and its particle size and morphology-dependent gas-detection sensitivity". Journal of Materials Chemistry A, 2(33), 13641-13647.

AGRADECIMIENTOS

Gracias al FONACYT por el financiamiento del proyecto 20220PGP131 y a la Universidad Simón Bolívar.

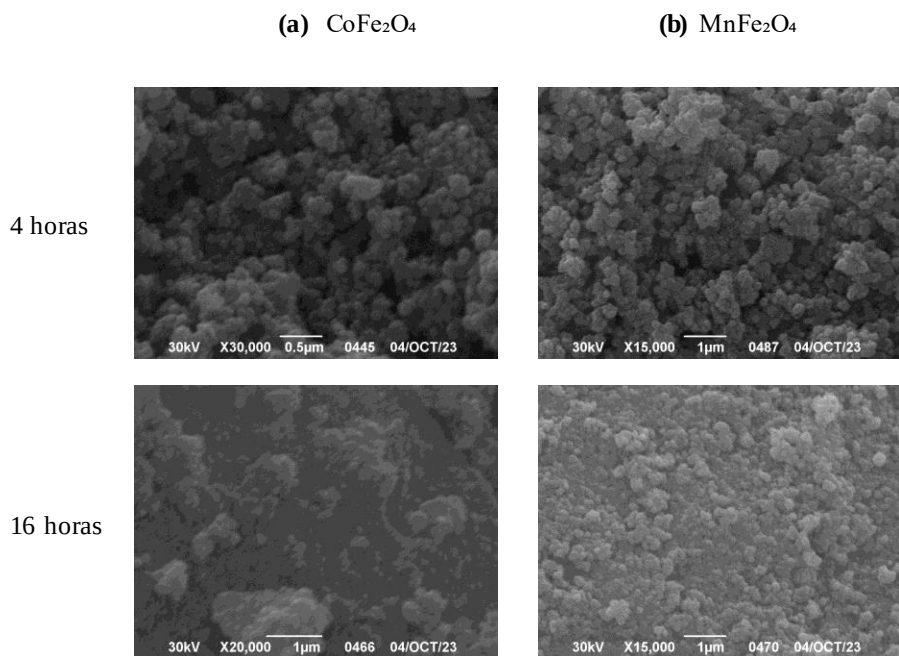


Figura 1. Micrografías de MEB de las nanopartículas de ferrita
(a) CoFe₂O₄ (b) MnFe₂O₄

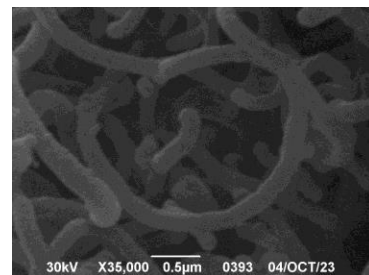


Figura 2. Micrografías de MEB de los Nanotubos de carbono multipared (NTC)

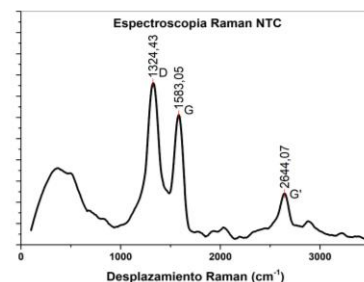


Figura 3. Espectroscopia Raman NTC

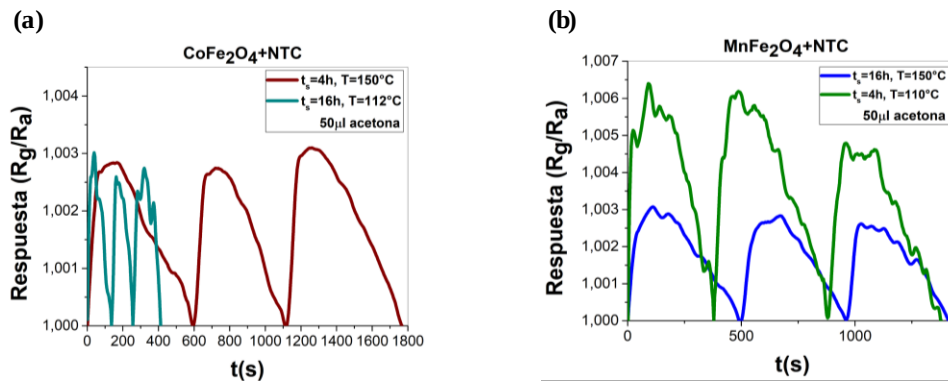


Figura 4. Curva dinámica respuesta-recuperación del sensor de gas basado en nanopartículas de
(a) CoFe₂O₄ /NTC. (b) MnFe₂O₄ / NTC.

"SENSORES DE GASES BASADOS EN NANOMATERIALES: SÍNTESIS, FUNCIONALIZACIÓN Y DETECCIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS VOLÁTILES PARA EL DIAGNÓSTICO TEMPRANO DE ENFERMEDADES"

Daniela Rangel(1), Astrid Alvarez(1), Sarah Briceño (2), Damarys Soto (3), Pedro Silva (4, 5) Yeni Sánchez-León (4)

- (1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias. Caracas-Venezuela. (2) Yachay Tech University, School of Physical Sciences and Nanotechnology, 100119-Urcuquí, Ecuador. (3) Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, (4) Laboratorio de Física de la Materia Condensada Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Laboratorio de Física de la Materia Condensada. Caracas-Venezuela. (5) Post-Graduate Program in Physics, Federal University of Pelotas, 96160-000, Capão do Leão, RS, Brazil
daniela.anais1@gmail.com
yenijosefinasanchez@gmail.com

Los sensores de gases que emplean materiales nanoestructurados desempeñan un papel fundamental tanto en la industria alimentaria como en la detección temprana de enfermedades con alta mortalidad, como el cáncer, la diabetes y el asma. La identificación de Compuestos Orgánicos Volátiles (COV) mediante estos sensores se presenta como una técnica no invasiva, ágil y eficaz para la detección temprana de enfermedades. Este enfoque no solo facilita la prevención generalizada de enfermedades, sino que, de manera crucial, permite la aplicación rápida de tratamientos efectivos a los pacientes. Esta investigación se impulsa por la urgencia del diagnóstico temprano de enfermedades, reconociendo las mayores tasas de supervivencia asociadas con diagnósticos en las primeras etapas del cáncer. Además, busca ofrecer un método de diagnóstico accesible, rápido y pasivo a través de la detección del aliento, un enfoque menos desafiante que la obtención y evaluación de otras matrices corporales. La síntesis propuesta implica la obtención de ferritas de Cobre y Níquel, mediante el método solvotérmico [1] debido a su estructura cristalina y actividad superficial estas estructuras producen una mejora considerable al sensar gases, junto con la deposición de nanotubos de carbono preparados mediante la deposición química en fase de vapor (CVD) [2]. Posteriormente, se prepararon nanocompuestos funcionalizados de ferrita y nanotubos de carbono, en una proporción de 70-30 en peso, que se depositaron en sensores de gases. La detección de Compuestos Orgánicos Volátiles se llevó a cabo mediante un enfoque quimiorresistivo, evaluando la variación de la resistencia en presencia de gases o solventes como acetona, propanol y etanol, biomarcadores asociados con pacientes de cáncer de pulmón [3]. Se realizaron caracterizaciones exhaustivas mediante espectroscopía Raman, espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y microscopía electrónica de barrido (MEB). El análisis morfológico por MEB (Figura 1) confirmó la presencia de ferritas nanoestructuradas y nanotubos de carbono. La espectroscopía Raman (Figura 2) validó aún más la formación de estos nanotubos, exhibiendo sus bandas características G y D. De manera significativa, las mediciones quimiorresistivas demostraron el potencial sustancial de los nanocompuestos de ferrita y nanotubos de carbono en la detección de compuestos orgánicos volátiles, especialmente en enfermedades como el cáncer de pulmón, una causa predominante de mortalidad por cáncer a nivel mundial; se puede observar en los resultados obtenidos el cambio en resistencia de los sensores ante la presencia del solvente, además de la reproducibilidad de resultados (Figura 3).

REFERENCIAS

- [1] M.P. Reddy, A.M.A. Mohamed, *One-pot solvothermal synthesis and performance of mesoporous magnetic ferrite MFe_2O_4 nanospheres*, Microporous and Mesoporous Materials (2015).
- [2] Valentin N. Popov, *Carbon nanotubes: properties and application*. Materials Science and Engineering R 43 (2004) 61–102
- [3] Amin Rezaeipour, Saijad Dehghani and Sedigheh Hoghoghifard. *VOC sensors based on nanoparticles and nanorods of nickel ferrite*. IEEE sensors journal. (2022). vol. 22 (16)16465.

AGRADECIMIENTOS

Gracias al FONACYT por el financiamiento del proyecto 20220PGP131 y a la Universidad Simón Bolívar.

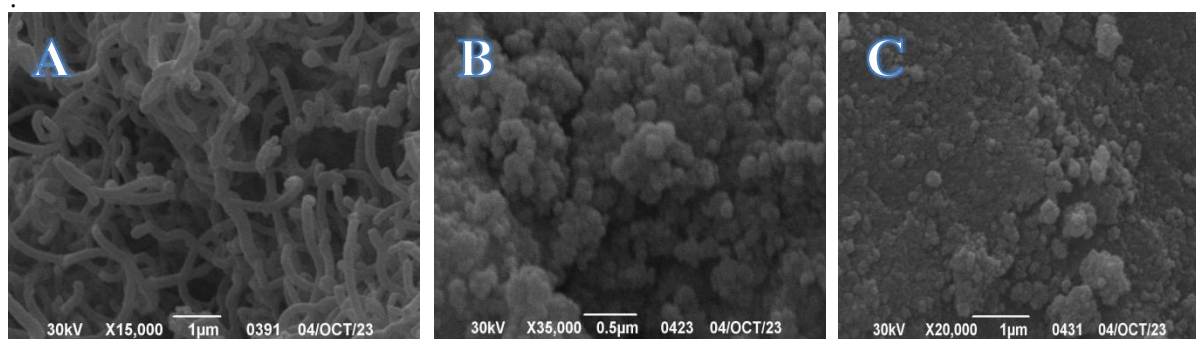


Figura 1: Micrografías de MEB. A) NTC funcionalizados. Nanopartículas B) $CuFe_2O_4$ C) $NiFe_2O_4$

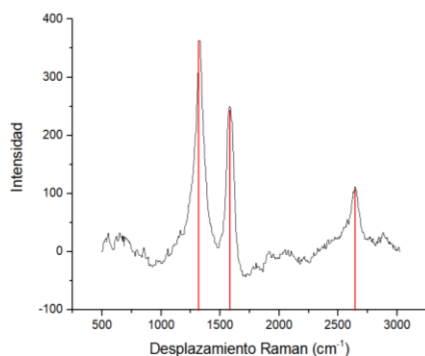


Figura 2: Espectroscopia Raman, NTC funcionalizados

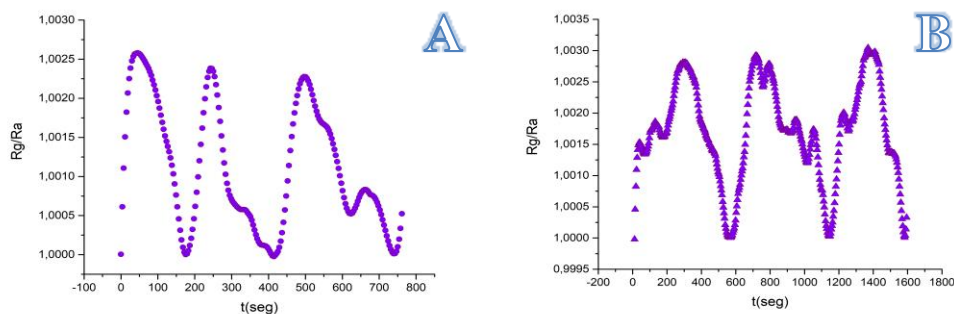


Figura 3: Resultados medidas quimiorresistivas para Propanol A) $CuFe_2O_4$ B) $NiFe_2O_4$

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO EN EL ESTUDIO DE LOS EFECTOS DEL pH PARA LA REMOCIÓN DE Al (III) USANDO CÁPSULAS DE MORINGA COMO BIOADSORBENTE EN SISTEMAS ACUOSOS.

Mirla Rodríguez (1), Damarys Soto (2), Saúl Flores (1)

(1) Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Centro de Biotecnología Agrícola, Altos de Pipe- Venezuela.

(2) Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Centro de Ing. De Materiales y Nanotecnología, Altos de Pipe- Venezuela.

Email: rodrigmj@gmail.com

Durante décadas, las plantas de tratamiento de agua potable han utilizado ampliamente coagulantes a base de aluminio (Al) para la eliminación de partículas coloidales suspendidas en el agua superficial [1]. Sin embargo, este procedimiento genera una gran cantidad de subproductos con altas concentraciones de aluminio en el agua tratada, generando un grave problema ambiental y de salud [1]. De acuerdo a la literatura, este metal en altas concentraciones altera las propiedades organolépticas del agua y también podría ser una posible causa de la enfermedad de Alzheimer y otras formas de demencia senil. Así como, el ablandamiento de los huesos, insuficiencia renal, fibrosis pulmonar y anemia microcítica en los seres humanos [1-2]. Por lo tanto, la Organización Mundial de la Salud (OMS) y la Agencia de Protección Ambiental (EPA) han fijado límites permisibles de Al (III) en agua potable de 0,20 mg/L [2]. Diversos métodos fisicoquímicos han sido empleados para la eliminación de este contaminante. Sin embargo, estos procesos implican el uso de reactivos tóxicos y elevados costos operativos. En la actualidad, la bioadsorción ha sido propuesta como un procedimiento de tratamiento alternativo, debido a su bajo costo y alta eficiencia para la eliminación de metales pesados en concentraciones muy bajas [3]. En este sentido, el propósito del presente trabajo está orientado a evaluar el potencial de las cápsulas de moringa como bioadsorbente para la remoción de Al (III) en soluciones acuosas. Las cápsulas fueron recolectadas en Guárico. Luego secadas (60°C), molidas y tamizadas hasta un tamaño de partícula de 595 μ m. Posteriormente, la remoción de Al (III) fue estudiada a diferentes condiciones de pH (2.0, 5.0, 7.0 y 9.0), biomasa (0,25 g), concentración de metal (50,0 mg/L), tiempo de contacto (30 min), velocidad de agitación (150 rpm), temperatura ambiente y volumen de la solución (30 ml). Todos los sólidos fueron caracterizados mediante microscopía electrónica de barrido acoplado a espectroscopia de rayos X por dispersión en la energía (SEM/EDS). La micrografía MEB mostrada en la figura 1 (a) revela que las cápsulas de moringa poseen una estructura relativamente porosa, heterogénea y con algunas deformaciones. En las imágenes MEB obtenidas después del proceso de bioadsorción del ión metálico Al (III) a pH=2 (Fig.1b), pH= 7 (Fig. 1c) y pH= 9 (Fig.1d) se observan ligeros cambios en la morfología con un leve recubrimiento en el área de la superficie. Esto es posiblemente a la deposición de los iones Al (III) sobre la superficie de las capsulas de moringa. En los respectivos espectros EDS se observa la aparición de la señal del elemento aluminio(Al). Estos resultados obtenidos mediante MEB/EDS sugieren que ha ocurrido el proceso de adsorción y que pareciese depender del pH de la solución que contiene los iones metálicos de Al (III). En este caso, se observa una mayor adsorción a pH= 7. Finalmente, las cápsulas de moringa poseen características prometedoras para la remoción de Al(III) en aguas contaminadas a bajo costo, fácil adquisición y amigable el ambiente.

REFERENCIAS

[1] Trejos A. et. al. *Ciencia y Tecnología*. (2020) (36) (21).

[2] Nepal, D. (2022) “ Adsorptive removal of aluminium (III) using chemically modified sugarcane bagasse from aqueous solution”. Tribhuvan University. Kathmandu, Nepal.

[3] Rodríguez M. et.al. *Acta Microscópica* .(2016)(25) (1) (13).

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecemos al MINCYT por su valioso apoyo en esta investigación . A la T.S.U Lisbeth Lozada del Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, IVIC e Ing. Ramses Montaña (UNEXPO).

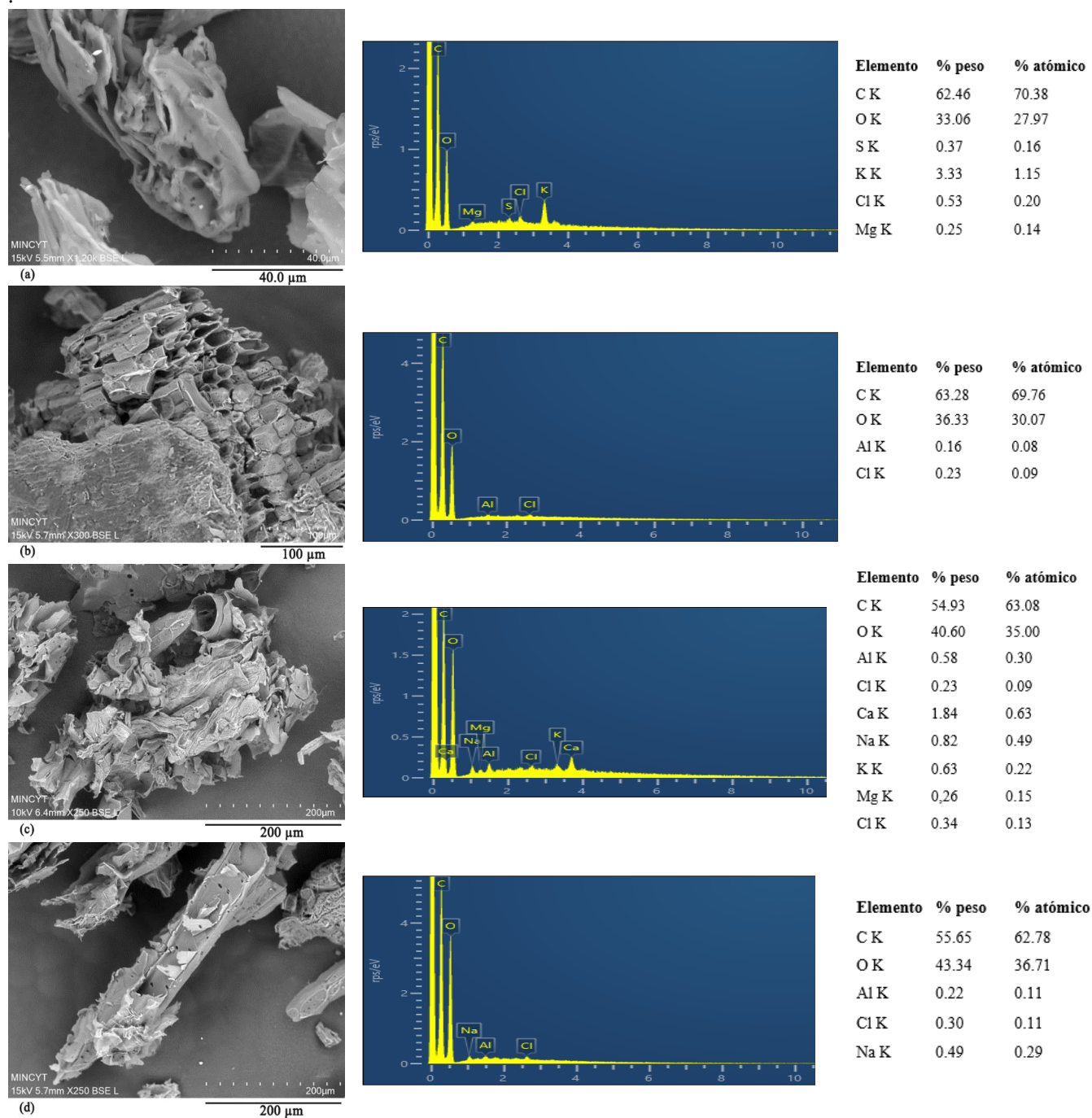


Figura 1. Imágenes MEB, espectros EDS y composición elemental de las cápsulas de moringa natural (a) y después del proceso de bioadsorción de Al (III) a pH = 2 (b), pH = 7 y pH = 9 (d) .

ESTUDIO COMPARATIVO DE LA ABSORCIÓN DE GASOIL EMPLEANDO DOS TIERRAS DE DIATOMEAS

Zaidelys Ortiz (1) Damarys Soto Gil (2), Maria Elena Gomes (2), Gema González (3).

(1) Departamento de Química, Universidad Nacional Experimental del Transporte, UNETRANS, Caracas, Venezuela.

(2) Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, IVIC, Caracas, Venezuela. (3) Escuela de Ciencias Físicas y Nanotecnología, Universidad Yachay TECH, Ecuador.

Email: zaidelysflor5@gmail.com

Las tierras de diatomeas son fósiles de organismos unicelulares con una pared celular de sílice, éstas poseen una estructura porosa que le confiere la capacidad de absorber diversos tipos de moléculas de interés [1] Se ha reportado su uso en la absorción de metales presentes en aguas de minería [2], entre otros. En este trabajo se plantea comparar la capacidad de absorción de gasoil en agua, usando tierra de diatomeas de la región de Guallabamba, Ecuador y del Estado Mérida, Venezuela (denominadas DE y DM respectivamente de ahora en adelante), como una contribución a posibles soluciones en la descontaminación de fuentes de agua. El proceso de absorción se llevó a cabo a temperatura ambiente, empleando 2g de tierra de diatomeas en contacto con 100 mL de una emulsión de 10% gasoil y 1 % de SLS en agua, durante 8 días para cada una de las tierras de diatomeas en estudio. Estas muestras fueron caracterizadas a través de FTIR, DCS-TGA, MEB-EDX y Fisisorción de N₂. El porcentaje de gasoil retenido por la tierra de diatomeas se determinó a través de análisis termogravimétrico, usando la ecuación propuesta por Lin *et al.* [3]. Los análisis por fisisorción de nitrógeno arrojaron un área BET de 80 m²/g para DE y 10.73 m²/g para DM. Esta última presenta una isoterma de adsorción con una leve histéresis, relacionada con la distribución de tamaño de poros observada por BJH desorción, (35 y 78 Å), sin embargo, presenta un incremento fuerte de volumen adsorbido a presiones relativas cercanas a uno, evidenciando alto volumen interpartículas (ver Fig. 1a). En cambio, la isoterma de adsorción de DE presenta una histéresis más pronunciada característica de materiales mesoporosos en la que además hay una importante contribución de microporos, aunado a una distribución ancha de tamaños de poros (32, 34, 223 y 354 Å) (Fig. 1 b). La morfología observada a través de Microscopía Electrónica de Barrido de la muestra DE es de frústulas cilíndricas con estrías lineales constituidas con filas de poros (areolas) ordenados de forma consecutiva (Fig. 2a). El largo de cada frústula es de aproximadamente 30 µm y cada poro alrededor de 1 µm, además se observa una gran cantidad de espículas no porosas a lo largo de toda la muestra, mientras que DM presenta frústulas rectangulares de aproximadamente 80 µm con estrías parcialmente ordenadas en forma lineal conformadas por areolas discontinuas de unas 0,2 µm (Fig. 2 c y d), lo que podría explicar su baja área superficial. El análisis por FTIR arrojó que ambas muestras son estructuras de SiO₂, las bandas de características del grupo O=Si=O están presentes en ambos espectros comprobando que se trata del mismo tipo de material: estiramiento asimétrico 1070 cm⁻¹, flexión a 796 cm⁻¹ y balanceo a 468 cm⁻¹. Finalmente, a partir de los datos obtenidos del análisis termogravimétrico se pudo calcular el porcentaje en peso de gasoil absorbido por cada una de las muestras, DE absorbió 1.86% y DM 5.3%. Las distribuciones de tamaño de poro por BJH desorción observadas en la Fig.2 podrían explicar por qué la diatomea con menor área superficial retuvo mayor cantidad de gasoil. Cabe recordar que el gasoil es una mezcla compleja de hidrocarburos, cada molécula tiene su propio tamaño y sólo aquellas con tamaños acordes a los poros del absorbente serán retenidas, de manera tal que la amplia distribución de tamaño de poro en DE podría estar restando eficiencia en la retención de las moléculas de gasoil.

REFERENCIAS

- [1] Borgel I. "Caracterización del Yacimiento de Diatomita de Loma Larga, Municipio de Acatlán, Hidalgo y Evaluación de sus aplicaciones alternas" Trabajo Especial de Grado. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, México. (2007)
- [2] Pérez L. "Evaluación de tierras diatomeas en el tratamiento de drenajes ácidos de minas de carbón". Trabajo Especial de Grado. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Colombia. (2019)

[3] Lin C. X. (Cynthia), Qiao S. Z., Yu C. Z., Ismadji .S and Lu G. Q. (Max) Microporous Mesoporous Mater (2009) (117) (213–9).

AGRADECIMIENTOS

Al Ministerio de Ciencia y Tecnología, MINCYT, por su apoyo en el desarrollo de esta investigación.

FIGURAS

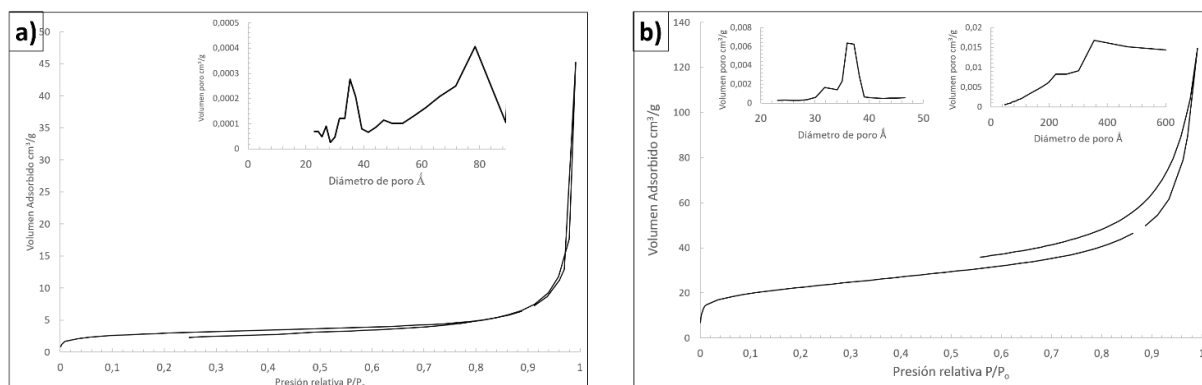


Figura 1. Isothermas de adsorción de N₂ y distribución de tamaño de poro por BJH desorción para las muestras de diatomeas. a) Diatomea de Mérida (DM) y b) Diatomea de Ecuador (DE).

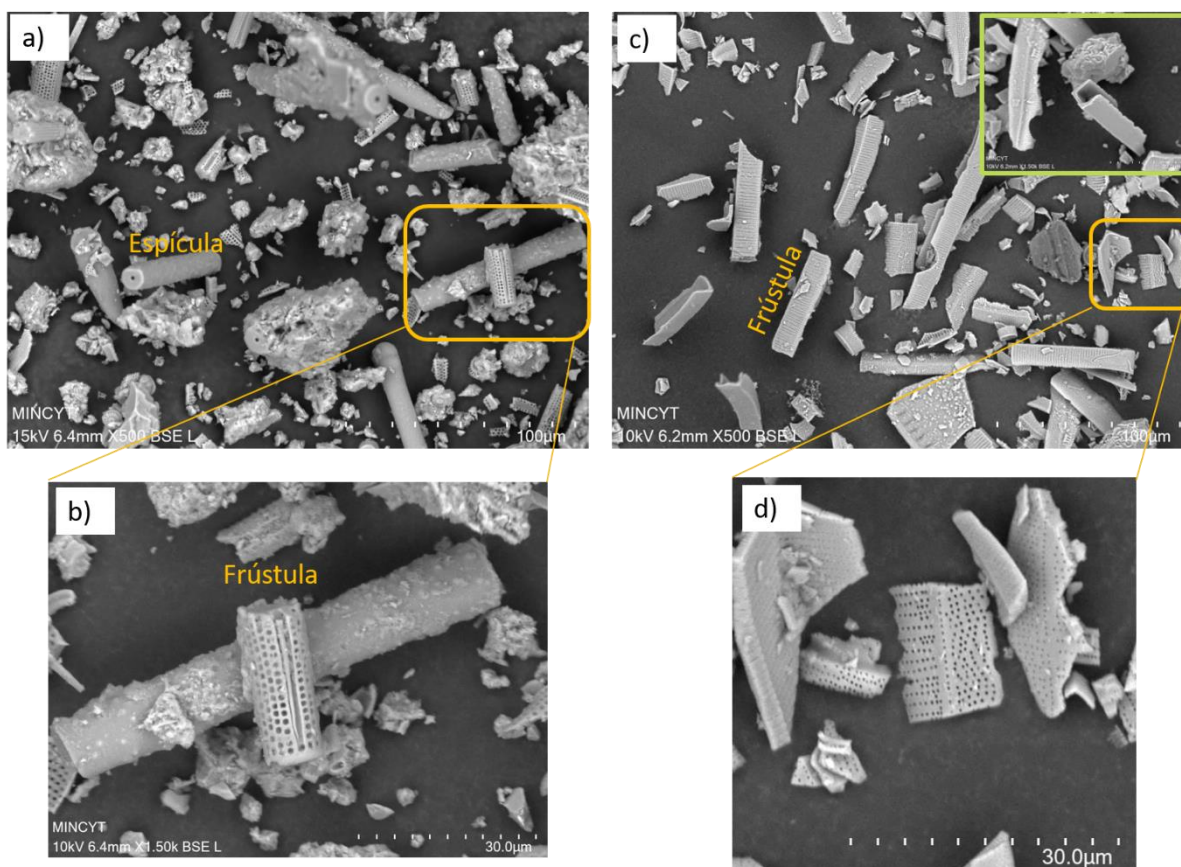


Figura 2. Imágenes de MEB de las muestras de tierras de diatomeas empleadas en este estudio. 2a) Diatomea de Ecuador (DE), se observan espículas y frústulas en vista cingular. 2b) Frústula presente en DE en la que se observa el arreglo ordenado de poros. 2c) Diatomea de Mérida, se observan frústulas en vista valvar (DM). 2d) Parte de una frústula presente en DM en la que se observa la discontinuidad de poros.

ESTUDIO DE LA FALLA DEL CADENOTE DE SUJECCIÓN DE UN VELERO DE CRUCERO

Luis Martínez (1), Leída Uzcátegui (1), Gladys Navas (1), Ronald González (1),

(1) IUTFRP/UNETRANS. Departamento de Tecnología de Materiales, KM8 Panamericana, Las Salías,
Edo Miranda-Venezuela.

Email: luism.dtm@gmail.com

Durante una travesía de rutina Los Roques – Puerto La Cruz y a la media hora de operación, la embarcación tipo velero presentó problemas ya que la Genova (Vela de proa) se soltó, quedando unida solo al rollerfuller, pieza de unos 21 kilos, la cual al bambolearse y golpear parte de las estructuras del velero, generó una situación de alto riesgo. Debido a esta situación, se procedió a recoger todas las velas y culminar la navegación a motor. La evaluación visual permitió detectar la fractura del cadenote. Este sujeta obenques y burdas y se encarga de recibir los esfuerzos de la jarcia y transmitirlos al casco, soportar y distribuir los esfuerzos de tracción y compresión en la mayor área posible, evitando deformación del casco. La fractura de este componente afecta la integridad estructural del velero [1]. El velero tiene 8 años de servicio, pero se desconoce si el componente fracturado data desde su construcción, así como fecha de última inspección y las condiciones previas de operación al momento de la falla. La evaluación de la falla abarcó la inspección visual, análisis microestructural de muestras extraídas del cadenote mediante M.O y análisis de la superficie de fractura por MEB-EDS. La Figura 1 muestra la apariencia macroscópica del componente. Se observan evidencias de una alta deformación por alargamiento en la zona de falla, con un incremento del 10% las dimensiones de la zona del cuerpo. La superficie interna del componente presenta corrosión incipiente tipo picaduras favorecido por la geometría que origina el confinamiento de depósitos en esta zona. Ambas caras de fractura presentan depósitos densos y bien adheridos, que por su coloración y morfología son indicativos de un proceso de corrosión en servicio y no son solo representativo de una inadecuada preservación del componente posterior a su rotura. La fractura correspondiente a la zona de mayor deformación es por ende la más pequeña y con menor presencia de depósitos de coloración verdusca, hasta amarillo rojizo, evidencia una zona final de fractura caracterizada por la formación de pliegues o capas de material bien definidos, mientras que la posible zona de inicio de fractura es más plana y debido al proceso de corrosión observado no se descarta que sea de origen múltiple asociados a picaduras presentes en la superficie externa, favorecido por el ambiente marino. La Figura 2 muestra el análisis por M.O en el borde externo con grietas trans- e intergranulares muy ramificadas, cuyo origen son picaduras, morfología típica de corrosión bajo tensión. La microestructura es monofásica, típico de un acero inoxidable austenítico con variación en el tamaño de grano de la fase austenítica poligonal, maclas, carburos de cromo e inclusiones no metálicas (MnS). El análisis químico del metal efectuado por EDS indica que corresponde a un acero tipo SS304. La Figura 3 presenta el análisis fractográfico por MEB-EDS. En la cara de fractura sin limpieza, Figura 3a, se evidencia que los depósitos corresponden a óxidos de hierro, sulfatos de cromo y sales corrosivas de ClNa y de K, mientras que la morfología de fractura posterior a la limpieza muestra que la zona de inicio típica de fractura frágil, con planos de clivaje y microgrietas tanto intergranular como trasgranular, zona de propagación de grietas de apariencia frágil, y una zona final de fractura de naturaleza dúctil con coalescencia de dimples altamente deformados. La fractura se considera mixta, dada por una zona de inicio a partir de corrosión por picadura, que es un concentrador de esfuerzos, se propaga de manera frágil (agrietamiento inter/trasgranular) y una zona final dada por sobrecarga. Este mecanismo de falla está dado por corrosión bajo tensión del SS 304 en ambiente de cloruros.

REFERENCIAS

[1] Francisco, Andreu Mico, Facultat de Nàutica de Barcelona Universitat Politècnica de Catalunya. Grau en Enginyeria en Sistemes i Tecnologia Naval. Propuesta del plan de mantenimiento para velero de 32 metros dedicado al uso privado. 27 de marzo 2017.

AGRADECIMIENTOS

Sección de Microscopia Electrónica. Laboratorio E. USB. Lic. Gleen Rodríguez.

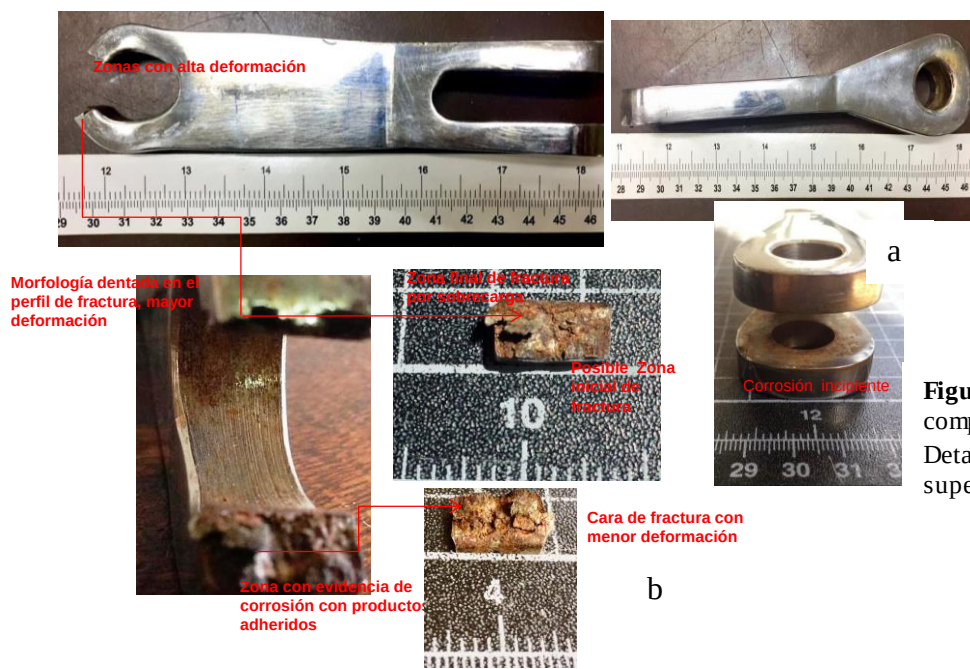


Figura 1. Apariencia macroscópica del componente fracturado. a) Vista general. b) Detalle de la superficie de fractura y de la superficie interna del componente.



Element	Weight%	Atomic%
Cr K	16.90	18.00
Fe K	74.06	73.47
Ni K	9.04	8.53
Totals	100.00	

d

Figura 2. Análisis microestructural por M.O, zona de falla. CT de la superficie de fractura, zona más deformada. a, b) Borde externo 100X, 50X. c) Metal base 100X. d) Análisis químico por EDS del metal.

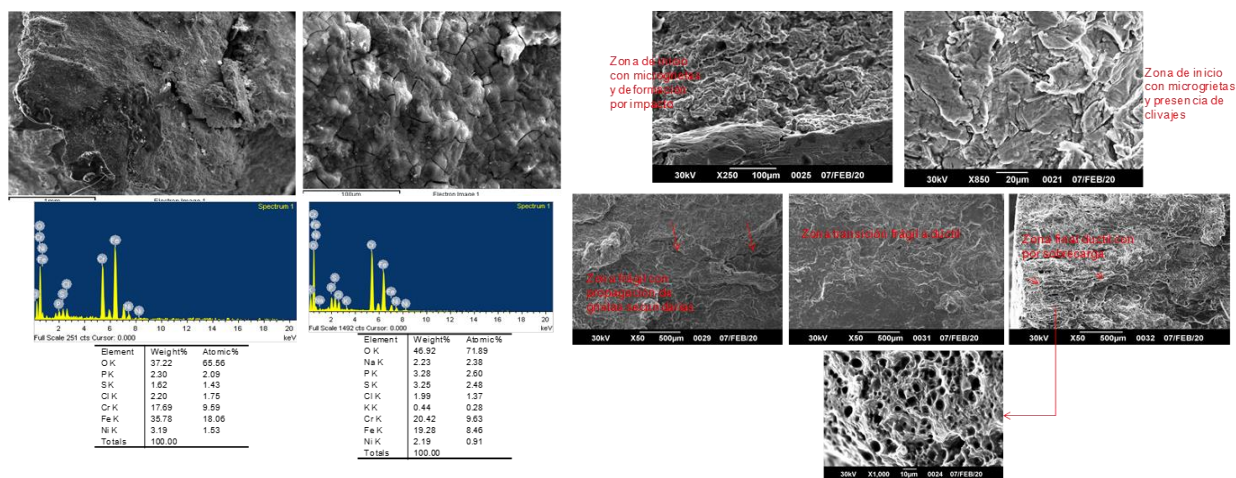


Figura 3. Análisis Fractográfico, MEB-EDS. a) Cara de fractura sin limpieza. b) Cara de fractura posterior a la limpieza. Zona de inicio y propagación con un comportamiento frágil y zona final dúctil por sobrecarga.

ANÁLISIS POR ESPECTROSCOPÍA INFRARROJA Y MICROSCOPÍA ÓPTICA DE UN POTENCIAL SENSOR COLORIMÉTRICO BASADO EN UN HIDROGEL ENRIQUECIDO CON ANTOCIANINAS DE *Syzygium cumini*

Beruska Sucre (1), Rita Tenía (1), José Luis Benítez (1), Blanca Rojas de Gáscue (2).

(1) Departamento de Química. Escuela de Ciencias. Universidad de Oriente. Núcleo de Sucre. Cumaná-Venezuela

(2) Grupo de Polímeros y afines. Departamento de Materiales. Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas, “Dra. Susan Tai”, Universidad de Oriente (IIBCA-UDO). Cumaná-Edo. Sucre. Venezuela.

E-mail: beruskasuc92@gmail.com

En los últimos años, se han utilizado ampliamente antocianinas extraídas naturalmente como dopantes de complejos poliméricos, biomateriales, como el composito polivinil alcohol/quitosano, para monitorear la calidad de los productos alimenticios en tiempo real [1]. Las antocianinas son pigmentos naturales, no tóxicos, solubles en agua y de fácil extracción. El *Syzygium cumini* es una fuente rica de antocianinas, exhibe color en un rango de pH muy amplio y es muy utilizado para la coloración de los alimentos [2]. En este sentido, el siguiente trabajo tiene como finalidad analizar, por espectroscopia infrarroja y microscopia óptica, las interacciones de un hidrogel de poli(acrilamida) enriquecido con antocianinas de *S. cumini*, como un potencial sensor colorimétrico con la capacidad de detectar grupos aminos formados durante la descomposición del pescado. Se preparó el hidrogel colorimétrico basado en poli(acrilamida) (HG-PAAm) y enriquecido con antocianinas de *S. cumini*, sumergiendo el HG-PAAm en una solución al 0,5% m/v del extracto por 4 días. Posteriormente, el HG-PAAm/*S. cumini* se secó a temperatura ambiente. La caracterización se llevó a cabo gravimétricamente para determinar su capacidad de absorción mediante la determinación del grado de hinchamiento (GH), espectroscopia infrarroja (FTIR-ATR) utilizando un equipo marca Pelkin-Elmer modelo Frontier, donde se analizaron directamente las pastillas empleando ATR, un accesorio para caracterizar en modo de Reflectancia Total Atenuada, las muestras se analizaron en un rango de número de onda de 4000 a 700 cm^{-1} , y microscopía óptica (MO) utilizando un microscopio óptico digital AIGO EV 5610 con aumentos de 10x. No se observó ninguna variación en el GH, obteniendo un porcentaje de hinchamiento de 950 % aproximadamente; no obstante, se comprobó la interacción entre el extracto y el hidrogel, ya que el HG adquirió la coloración de la solución de *S. cumini* (Figuras 1 y 2). En el espectro FTIR-ATR del HG-PAAm/*S. cumini* se observaron señales características de las antocianinas absorbidas por el HG: a 2957 cm^{-1} asignada al estiramiento C-H de alcanos, a 1044 cm^{-1} corresponden al estiramiento C-O de alcoholes primarios, confirmando la presencia de polifenoles y flavonoides, una señal importante es la que aparece alrededor de 1723 cm^{-1} característica del modo de estiramiento del C=O para grupos carboxilatos protonados que forman dímeros cíclicos (Figura 1b). El análisis por microscopia óptica permitió observar la superficie de los hidrogeles. En la Figura 2 se muestran la morfología de la superficie del HG-PAAm con y sin antocianinas de *S. cumini* obtenida por MO. En ambos casos se aprecia una superficie esponjosa, con visualización de estructura de poros abiertos e interconectados. En el caso del HG-PAAm/*S. cumini* se aprecia la coloración morada proveniente de las antocianinas absorbidas, confirmando la buena interacción. A partir de las micrografías se construyeron histogramas del tamaño y distribución de poros con valores que oscilaron en el HG de PAAm desde 1 hasta 120 μm . La absorción de las antocianinas generó mayores tamaños de poros ampliando la distribución desde 120 a 180 μm .

REFERENCIAS

- [1] Moradi, M.; Tajik, H.; Almasi, H.; Forough, M. y Ezati, P. 2019. Carbohydrate Polymers 222
- [2] Viana, A.; Lazzari, A. y Rodrigues, F. 2021. International Journal of Science and Research (IJSR), 460-468.

AGRADECIMIENTOS

Al Departamento de Química de la Universidad de Oriente (UDO), al Lcdo. Valentín Brito, por su instrucción con la construcción de la micromarca y los histogramas derivados de la Microscopia Óptica, a la Universidad Politécnica Territorial del Oeste de Sucre Clodosbaldo Russián (UPTOS) por el apoyo con sus instalaciones, y a los M.Sc. Jonny Ramos, M.Sc Alexander García y Lcdo. William Figueroa, por el apoyo brindado en sus laboratorios en la UPTOS.

Figura 1. (a) Isotermas de absorción de agua y extracto de *S. cumini* de los HG_PAAM y (b) Espectro FT-IR del HG-PAAM en agua y extracto *S. cumini*

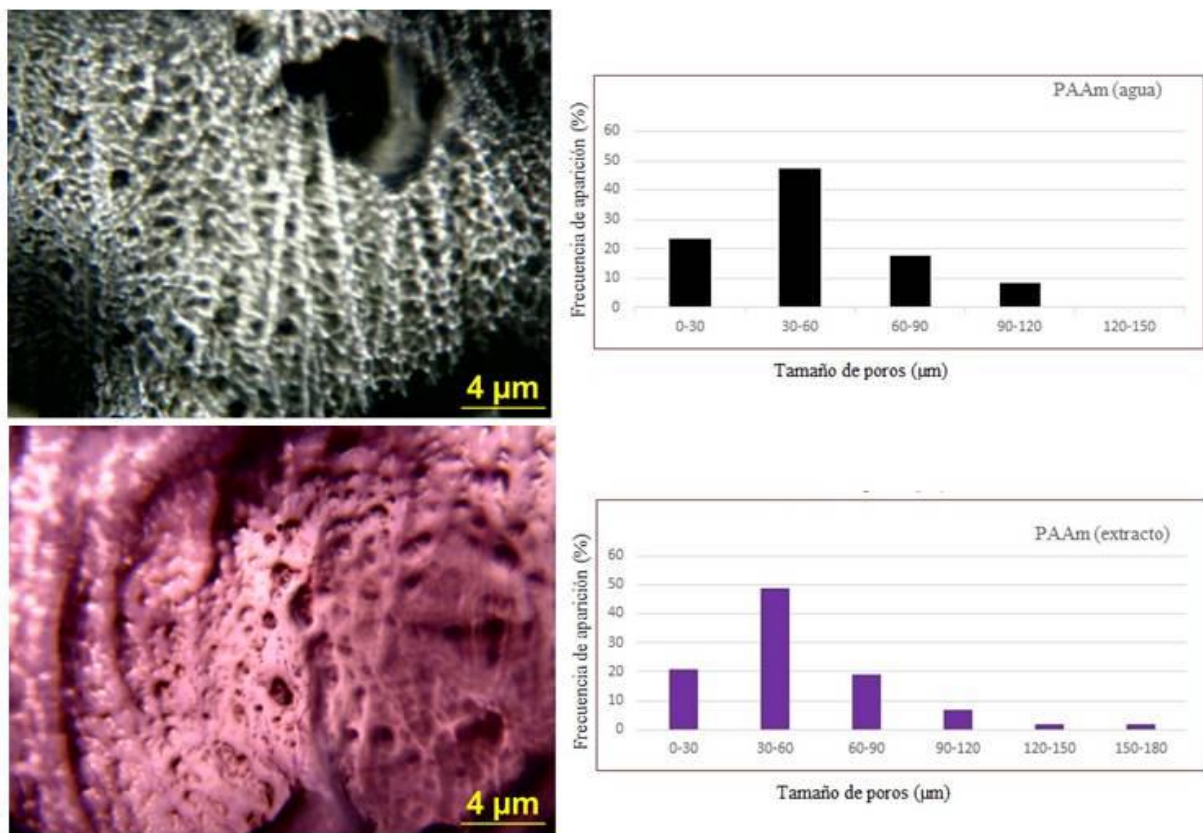


Figura 2. Micrografías ópticas e histogramas de: a)HG- PAAm/agua b) HG-PAAM/*S. cumini*

OBTENCIÓN DE HIDROGELES DE ALGINATO Y QUITOSANO DOBLEMENTE ENTRECruzADOS

Aldo S. Traversa (1), Juan V. López (1), Cristián C. Puig (1), Evis K. Penott-Chang (1)

(1) Grupo de Polímeros I USB, Departamento de Ciencias de los Materiales, Universidad Simón Bolívar, Caracas 1080A, Venezuela

Email: epenott@usb.ve

Los hidrogeles bio-basados contribuyen a la creación de materiales más sostenibles en términos ambientales, que exhiben una menor toxicidad en sistemas biológicos en comparación con aquellos materiales de origen fósil. El desarrollo de hidrogeles para aplicaciones farmacéuticas se posiciona como una alternativa para el tratamiento de diversas enfermedades y patologías. El presente trabajo muestra los resultados de la síntesis y caracterización de hidrogeles obtenidos a partir de mezclas de alginato y quitosano, empleando CaCO_3 como agente entrecruzante, con potencial aplicación para el transporte y liberación de fármacos. La síntesis de los hidrogeles se realizó según el procedimiento reportado por Tang *et al.* [1], utilizando diferentes concentraciones de CaCO_3 con respecto a la concentración de alginato, a temperatura ambiente. Los hidrogeles presentan una red física doblemente entrecruzada, formada por la interacción entre el alginato y los iones de calcio (Ca^{+2}), siguiendo el modelo “egg-box”, y por las interacciones electrostáticas entre los polielectrolitos de carga opuesta de alginato y quitosano. Tanto los iones Ca^{2+} como los grupos $-\text{NH}_3^+$ del quitosano interactúan con los grupos COO^- del alginato; el calcio con los segmentos G del alginato y el quitosano con los segmentos G y M [2]. Se determinó la fracción gel para cada uno de los hidrogeles sintetizados, encontrando que ésta aumenta con la incorporación del quitosano en la matriz polimérica y luego disminuye con el aumento de la concentración de CaCO_3 en la síntesis. Los geles secos (xerogeles) de alginato y Ca^{2+} resultaron transparentes, y los que contienen alginato, quitosano y Ca^{2+} presentaron una coloración amarilla, con una superficie más rugosa (Figura 1, A.1-A.3). Se evaluó la capacidad de absorción de los geles sintetizados; las isotermas de hinchamiento en agua destilada mostraron que el hidrogel Alg-10% CaCO_3 exhibe el mayor porcentaje de hinchamiento de todos los geles evaluados, la capacidad de absorción disminuyó con la incorporación del quitosano y con el aumento de CaCO_3 en la síntesis. En la Figura 1 (B.1-B.3) puede apreciarse los cambios dimensionales de los geles una vez que alcanzaron el equilibrio en los ensayos de hinchamiento; el gel sin quitosano presentó un mayor aumento en sus dimensiones, mientras que, al incorporar el quitosano y aumentar el contenido de CaCO_3 , los cambios dimensionales fueron menos pronunciados. A partir de los ajustes cinéticos, se determinó que el fenómeno de hinchamiento fue anómalo, gobernado por una componente difusiva, para todos los sistemas ensayados. Las superficies de fractura de las muestras fueron analizadas a través de microscopía electrónica de barrido (SEM) (Figura 2); los hidrogeles presentaron una estructura porosa irregular, y en algunos casos se observó la formación de redes fibrilares. Los ensayos de espectroscopía de energía dispersiva, EDS, indican la presencia de la fase formada entre el alginato y los iones Ca^{2+} (estructura “egg-box”). En el trabajo se evidenció el efecto de la incorporación de quitosano en la matriz polimérica y del contenido del agente entrecruzante en las propiedades físicas y morfológicas de los hidrogeles sintetizados.

REFERENCIAS

- [1] Tang S. et al. Chem. Eng. J. (2020) (393) (12472).
- [2] Koppin G. et al. RSC Adv. (2021) (11) (13780).

AGRADECIMIENTOS

Al Laboratorio E, Sección de Microscopía Electrónica, de la Universidad Simón Bolívar y al Lic. Gleen Rodríguez por la realización de los ensayos de SEM y EDS.

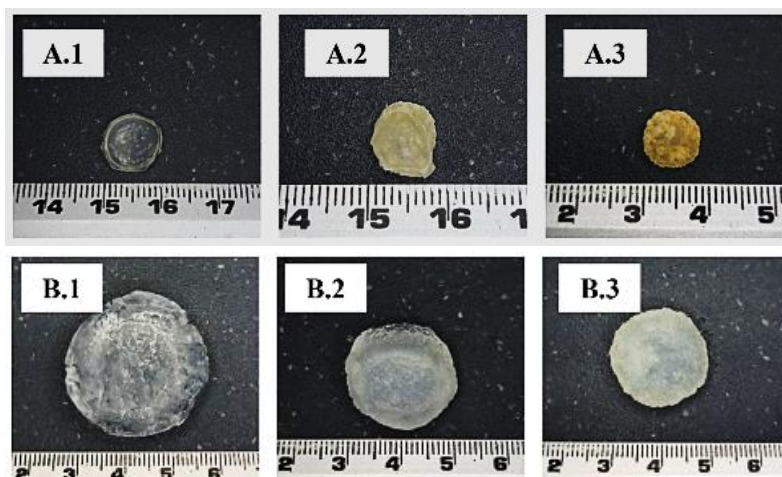


Figura 1. Muestras representativas de cada uno de los geles sintetizados de izquierda a derecha: Alg-10%CaCO₃, AlgQui-10%CaCO₃, AlgQui-20%CaCO₃ en estados (A) xerogel y (B) hinchado al equilibrio en agua destilada

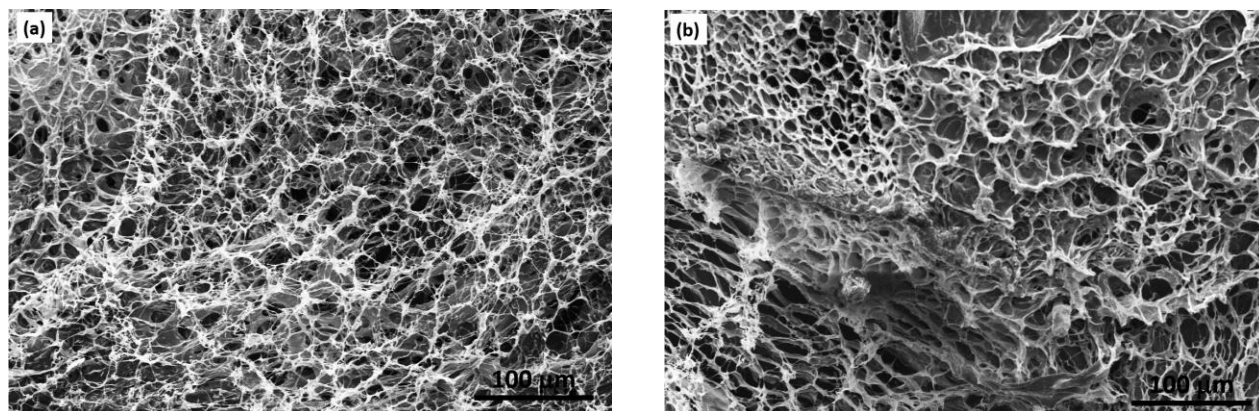


Figura 2. Imágenes de microscopía electrónica de barrido (SEM) de las superficies de fractura de (a) AlgQui-10%CaCO₃ y (b) AlgQui-60%CaCO₃.

CARACTERIZACIÓN DEL QUITOSANO OBTENIDO DE RESIDUOS DE CAMARÓN BLANCO PROCEDENTE DE LA LAGUNA DE UNARE, ESTADO ANZOÁTEGUI

Andrea Ávila Figueroa (1), Denniell Millán Aguilera (1), Shirley Marfisi Valladares (1), Odelina Osses (2)

- (1) Universidad de Oriente, Departamento de Ingeniería Química, Laboratorio “Sistemas Dispersos y Ambiente”, Grupo de Investigación “Sistemas Dispersos y Electroquímica”, Barcelona, Venezuela (2) Ampel de Venezuela, Lechería.
E-mail: smarfisi@udo.edu.ve - marfisi.shirley@gmail.com

El aprovechamiento de residuos pesqueros es una práctica sustentable por los beneficios económicos, ambientales y sociales como fuente generadora de empleos y de recursos, compatible culturalmente con las comunidades pesqueras. América Latina ocupa el segundo lugar a nivel mundial de producción y procesados de crustáceos (Ecuador, México, Nicaragua, Perú, Venezuela y Honduras) [1]. El quitosano es un polisacárido compuesto de dos subunidades D–glucosamina y N–acetil–D– glucosamina, conectadas por la unión (1–4) glicosídica, obtenido por la desacetilación de la quitina en medio alcalino [2]. En esta investigación se planteó obtener quitosano a partir de exoesqueletos de camarón blanco (*Penaeus vannamei*), procedente de la laguna de Unare en el estado Anzoátegui, con la finalidad de utilizarlo como auxiliar de formulación en productos artesanales gracias a sus propiedades funcionales y diversas aplicaciones en cosmética, farmacia, medicina, alimentación, agricultura, tratamiento de agua y textiles [3,4,5]. La metodología consistió en las siguientes etapas: a) Acondicionamiento (limpieza, descamado, lavado, secado, molienda, tamizado y pesado); b) Desproteización en una solución de hidróxido de sodio 0,8 N para la reducción de proteínas; c) Desmineralización en una solución de ácido clorhídrico al 10 % m/v para eliminar depósitos de calcio; d) Desacetilación parcial de la quitina en fase homogénea con solución de hidróxido de sodio al 50 % m/v a 60 °C; e) Secado; f) Caracterización del producto (ver figura 1). La tabla 1 reporta valores característicos del quitosano (% m/m): desacetilación 85,28 %, nitrógeno 6,83 %, grasas y aceites 0,69 % y humedad 3,16 %; los cuales se ubican dentro de los rangos recomendados [3,4]. Un grado de desacetilación entre 60 a 90 % es importante para asegurar la cicatrización de las heridas; así como bajos valores de grasas, aceites y humedad para un manejo y almacenamiento adecuado. La figura 2 muestra el resultado del análisis de espectroscopia de infrarrojo (espectrómetro FTIR Nicolet™ iS50) para la identificación de los grupos funcionales de la molécula de quitosano. Las vibraciones del estiramiento de los enlaces N-H y O-H se solapan en la longitud de onda 3.286,15 cm⁻¹, los grupos metil (C-H) a 2.876,05 cm⁻¹, amina (N-H) a 1.646,82 cm⁻¹ y carboxilos (COOH) a 1.457,57 cm⁻¹ y 1.476,55 cm⁻¹. Las bandas del grupo piranósico a 1.021,72 cm⁻¹ y 1.066,07 cm⁻¹ y vibraciones C–O–C del anillo a 1.014 cm⁻¹. La intensidad y posición de las bandas en las curvas de transmitancia (%T) mostraron similitud con el espectro vibracional del quitosano comercial Innovaquito®. Se concluyó que el proceso empleado para la extracción del quitosano fue exitoso en cuanto a la estructura molecular y la calidad del biopolímero, siendo factible recomendar su uso como materia prima de alto valor agregado en el mercado mundial para fomentar la economía circular en la zona costera.

REFERENCIAS

- [1] Lárez C. (2006). “Quitina y quitosano”. Avances en Química, 1(2):15-21.
[2] Yalpani, M, Johnson F, Robinson LE. (1992). Chitin and chitosan: sources, chemistry, biochemistry, physical properties and applications. Amsterdam: Elsevier.
[3] Martínez, S. (2014). Evaluación in vivo del efecto cicatrizante de un gel a base de quitosano obtenido de exoesqueleto de camarón blanco. Rev. Colomb. Biotecnol, 16(1): 45-50.
[4] Khan T, Peh K.; y Ch'ng H. (2002). Reporting degree of deacetylation values of chitosan: the influence of analytical methods. J. Pharmaceutical, 15(11): 205-212.
[5] López Muñoz F, García-Pérez A., Cárdenas VO, Meramo S, Mainardi D, Ricardez L, González A, León J. (2023). A bibliometric study of Chitosan Applications: Insights from processes. Rev. Ion, 35(1):59-78.

AGRADECIMIENTOS

Especial agradecimiento a las personas e instituciones (Universidad de Oriente, IIBCAUDO, Ampel de Venezuela) que hicieron viable la realización de este trabajo.



Figura 1. Proceso de obtención del quitosano a partir de exoesqueletos del camarón blanco, procedente de la laguna de Unare localizada en Puerto Píritu, estado Anzoátegui, Venezuela.

Tabla 1. Características del quitosano.

Parámetro	Quitosano obtenido	Quitosano [3]	Quitosano [4]
Desacetilación (% m/m)	85,28	76,50	79,0
Nitrógeno (% m/m)	6,83	6,23	6 – 8,4
Aceites y grasas (% m/m)	0,69	0,80	-
Humedad (% m/m)	3,16	2,73	11,58
Cenizas (% m/m)	-	0,51	0,60

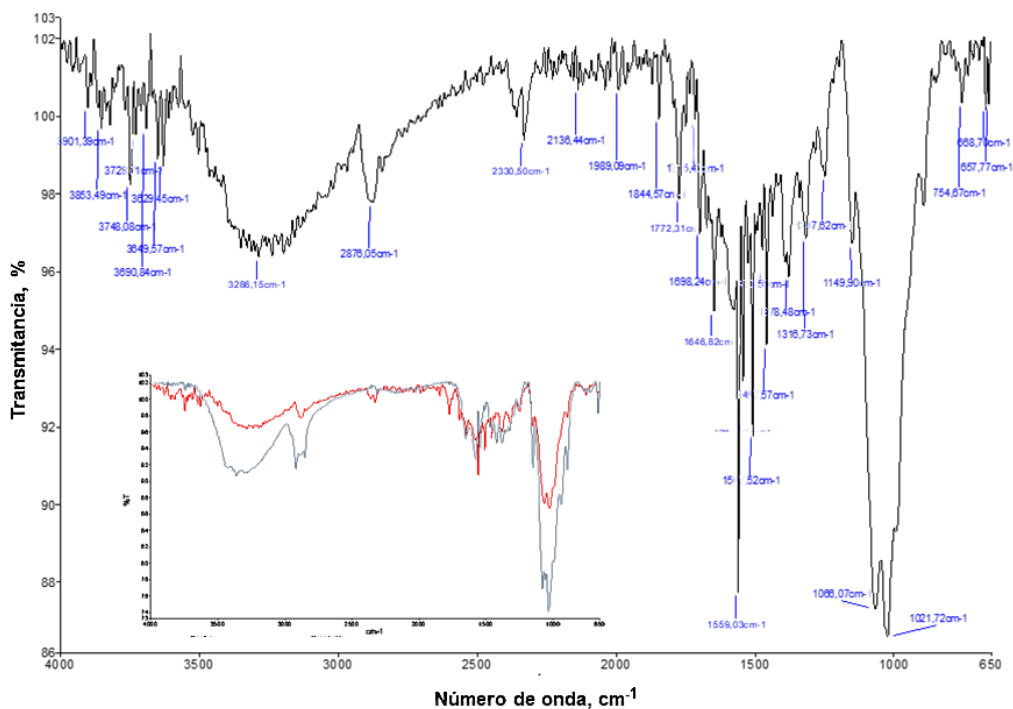


Figura 2. Espectro FTIR del quitosano extraído de los exoesqueletos de camarón blanco, mostrando las bandas que identifican los grupos funcionales. Incluye una comparación de espectros con un quitosano comercial (línea roja).

INFLUENCIA DE LOS NANOTUBOS DE CARBONO (MWNTC) EN LAS PROPIEDADES DE HIDROGELES DE POLIACRILAMIDA PARA APLICACIONES BIOMÉDICAS

Marielis Cova R (1), Iliana Jiménez (3), Fernando Mago (1), José Benítez (1), Valentín Brito (2), Blanca Rojas de Gáscue (2)

(1) Universidad de Oriente, Departamento de Química, Escuela de Ciencias, Cumaná, Estado Sucre. (2) Universidad de Oriente. Laboratorio de Polímeros y afines. Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas, IIBCA–UDO, Cumaná, Estado Sucre. (3) Universidad Politécnica Territorial del Oeste de Sucre “Clodosbaldo Russián”, Cumaná, Estado Sucre.

E-mail: marielisrojas11@gmail.com

La capacidad de obtener nanocompuestos mediante la combinación de materiales que presenten propiedades distintas a las que ningún otro material individual posee por sí solo, es lo que hace que los nanocompuestos sean particularmente atractivos. La creación de hidrogeles que contienen nanotubos de carbono (NTC) e iones plata (Ag^+) podría tener un gran impacto en la ciencia y la medicina. Los sensores basados en hidrogeles son potencialmente sensibles a los cambios en el entorno, como la temperatura, el pH y la presión. En el futuro estos nanocompuestos podrían utilizarse como sensores para detectar enfermedades y trastornos en el cuerpo humano. El presente trabajo se llevó a cabo con el propósito de preparar un nanocompuesto, realizando inicialmente la funcionalización y dopaje del alótropo de carbono con plata, para posteriormente evaluar su interacción con la matriz del hidrogel de poliacrilamida (PAAm). La modificación superficial de nanotubos de carbono de pared múltiple (MWNTC) con H_2SO_4 y AgNO_3 se efectuó mediante las técnicas de reflujo y ultrasonido, con el fin de disminuir la aglomeración de los MWNTC e incrementar su dispersión en el gel de PAAm, permitiendo transferir sus excepcionales propiedades de manera más eficiente. Por otra parte, el nanotubo dopado con el metal, proporcionaría la propiedad al nanocompuesto, de inhibir el crecimiento de bacterias u hongos, obteniendo al final, un material con posible uso en apósitos antibacteriales o sensores en el área biomédica. Para llevar a cabo la funcionalización, se colocaron 0,05 g de MWNTC, con 25 ml de H_2SO_4 en reflujo durante 4 h bajo agitación magnética, a 60 °C. Se aplicó ultrasonido durante 4 h, se filtraron y lavaron con agua destilada hasta $\text{pH} \sim 7$. Por último, se secaron en una estufa a 60 °C por 48 h. A continuación, se procedió a lavarlos con NaOH 0,01 M para después realizar un aclarado con agua destilada y una nueva filtración al vacío. Para el dopaje con plata, se añadieron 5 mg de MWNTC funcionalizados en una solución saturada de AgNO_3 , para luego colocar los MWNTC cargados con plata (MWNTC/Ag) con agitación magnética durante 30 min a 50 °C. Por su parte, los hidrogeles se sintetizaron mediante polimerización radical de acrilamida (AAm) en agua destilada, usando como agente entrecruzante N,N'-metilenbisacrilamida y como iniciador $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$. La morfología fue descrita a partir del aspecto de la superficie, mediante el uso de un Microscopio óptico digital (AIGO EV 5610 con aumentos 4X, 10X y 40X de magnitud), donde se obtuvieron micrografías de las muestras de hidrogeles de PAAm y de los nanocompuestos. A través del análisis de las micrografías MO para hidrogeles hinchados en equilibrio, se puede apreciar que los hidrogeles hinchados de PAAm muestran tamaños de poros variables, con red tridimensional derivado de las cadenas poliméricas entrelazadas. Se ha reportado que estas estructuras poseen poros regulares interconectados entre sí, en la superficie y hacia la parte interna del material, con destacadas diferencias en sus diámetros de poros [1]. El hidrogel de PAAm (Figura 1A) modificó su morfología porosa en comparación al hidrogel nanocompuesto de PAAm-MWNTC/Ag (Figura 1B), lo que se puede atribuir a la mayor cantidad de grupos hidrofílicos presentes en la estructura de la PAAm. Por otro lado, el nanocompuesto presenta un color oscuro con nanopartículas dispersas que pueden ser homogéneas o heterogéneas dependiendo de la distribución de las nanopartículas dentro de la matriz polimérica. La presencia de los MWNTC incrementó el grado de hinchamiento (%H) del hidrogel de PAAm (Figura 2), pero la adición de los iones Ag^+ en la red del hidrogel PAAm-MWNTC/Ag redujo la capacidad de absorción del nanocompuesto PAAm-MWNTC. Esto se origina por la interacción del ion Ag^+ mediante enlace iónico con los grupos carboxílicos presentes en los NTC [2]. Los resultados mostraron que la funcionalización fue

exitosa, lográndose modificar la estructura de los MWNTC, colocando grupos funcionales en sus paredes laterales, debido a que la hidrofobicidad de los MWNTC impiden su buena dispersión en los sistemas biológicos [3]. Las diferencias en la capacidad de absorción y la morfología en el hidrogel PAAm-MWNTC/Ag, evidenció los efectos de la interacción entre el AgNO_3 y los NTC funcionalizados, para la síntesis del nanocompósito PAAm-MWNTC/Ag.

REFERENCIAS

- [1] González N, Contreras J, López F, El-Halah A, Torres C, Prin J, Benítez J, Rojas de Gascue B. *Interciencia*, (2013) 38(6): 430.
- [2] Bal A, Çepni FE, Çakir Ö, Acar I, Güçlü G. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*. (2015) 32(2): 509.
- [3] Tenía R, Rojas M, Rojas de Gascue B, González O, Mago F, Prin JL, *Acta Microscópica*. (2013) 22, Suppl. A, 129

AGRADECIMIENTOS

A la Prof. Rossianny Rodríguez, Coordinadora del Laboratorio de Microbiología de la UPTOS por su apoyo con las micrografías. Y la empresa Servolab Overseas Inc., por la donación del Microscopio Óptico digital.

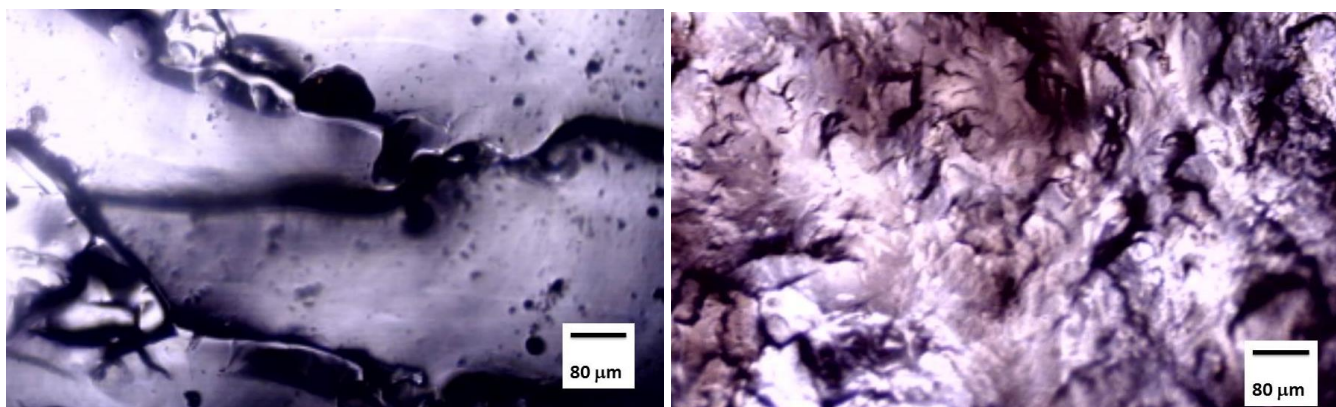


Figura 1. Micrografías obtenidas mediante MO para los hidrogeles hinchados en equilibrio: (a) poli(AAm); (b) PAAm-MWNTC/Ag 99,75/0,25 (nanocompósito).

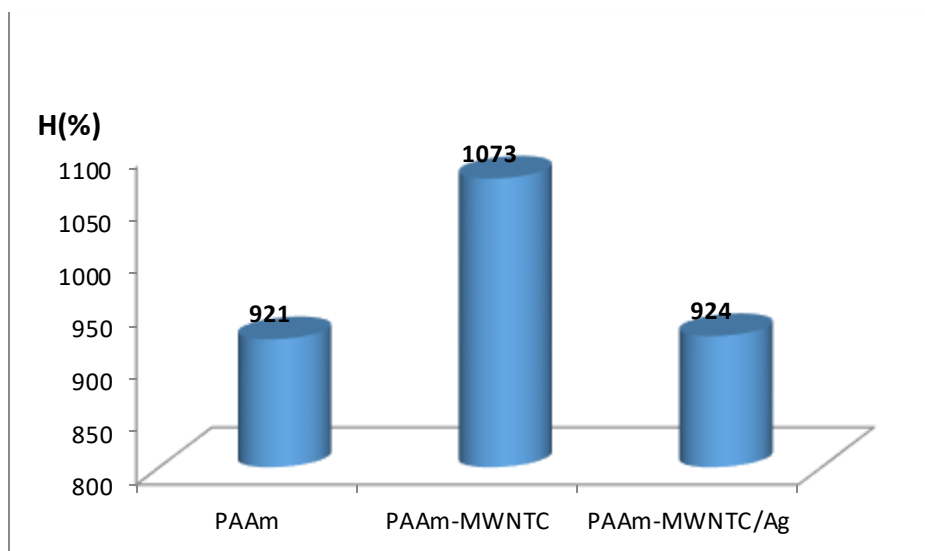


Figura 2. Índices de hinchamiento en agua desionizada obtenidas para los hidrogeles de poli(AAm) y los nanocompósitos hidratados hasta su equilibrio.

DETERMINACIÓN DEL MECANISMO DE DEGRADACIÓN DE UN KIT DE EMBRAGUE UTILIZADO EN VEHÍCULOS LIVIANOS

Ronald González, Luis Betancourt, Diego Briceño, Génesis Medina.

Universidad Nacional Experimental del Transporte, Departamento de Tecnología de Materiales. Laboratorios de Análisis Microestructural y Metalografía, Km 8 Carretera Panamericana, Municipio Los Salias, Estado Miranda, Venezuela.
E-mail: gonzalezlronaldh@gmail.com

El kit de embrague está presente en todos los vehículos de transmisión sincrónica y es el encargado de enviar la energía mecánica rotacional del motor hacia el exterior del vehículo a través de la caja de cambios hacia las ruedas. La finalidad del embrague es proporcionar al conductor, por medio de un pedal, un período de tiempo corto, para seleccionar la velocidad del carro. Este sistema está constituido por tres componentes básicos (plato de presión, disco de embrague y el collarín), los cuales deben poseer características específicas tales como resistencia a la tensión y torsión [1]. El objetivo de esta investigación consistió en determinar el mecanismo de degradación de un kit de embrague utilizado en vehículos livianos mediante una caracterización metalúrgica (inspección visual, evaluación microscópica y mecánica (dureza). La metodología experimental empleada abarcó las siguientes actividades: revisión de las especificaciones técnicas del kit, inspección visual y registro fotográfico al momento de recepción (evaluación macroscópica), selección de las zonas de corte, preparación metalográfica (ASTM E3-11/17 y ASTM E407), caracterización microestructural por microscópica óptica y dureza Vickers en zonas de interés (ASTM E92-17). Macroscópicamente se evidenció un patrón de corrosión generalizada, desprendimiento del material, fractura de algunos elementos de los componentes evaluados y falta de lubricación (Figura 1). Los resultados del análisis microestructural permiten indicar que la microestructura presente en los elementos del plato de presión corresponde a una matriz ferrito-perlítica y perlítica con grafito laminar tipo A y C, características de acero al carbono y fundición gris, respectivamente. Los elementos del disco presentan martensita revenida con islas de austenita retenida características de aceros al carbono tratados térmicamente y presencia de inclusiones no metálicas. Por último, la microestructura presente en los elementos del collarín corresponde a aceros de bajo carbono tratados térmicamente (temple y revenido) con un significativo grado de degradación y deformación en los balines, pistas, retenes y blindaje (Figura 2). La Dureza Vickers de los componentes (Tabla 1) arrojó para los insertos, tornillos y remaches 520HV; carcasa y diafragma del plato 100HV y disco de fundición gris 80HV. En el caso del disco se obtuvo que la base tiene una dureza de 680HV y resorte 703HV. Por último, el collarín reportó 690HV en los balines, blindaje 650HV, reten 520HV, pistas externa e interna, 830HV y 550HV, respectivamente. Finalmente, con toda la data levantada y apoyados en la Guía de Análisis de Avería Valeo®[2], se determinó que de los tres componentes que conforman el kit, el que sufrió mayor degradación fue el collarín, evidenciándose degradación por desgaste adhesivo (contacto metal-metal entre los balines y la pista interna, asociado a la pérdida de la película lubricante en todas sus secciones)[3]. Se concluye que el kit de embrague está compuesto en un 90% de aceros al carbono en su mayoría tratados térmicamente (Temple y Revenido), 5% de fundición gris y 5% de material polimérico (Poliacetal). La dureza encontrada corresponde a las condiciones originales del material y a las declaradas por los fabricantes.

REFERENCIAS

- [1] Camarena Lillo, Francisco. 2012. Diseño del Embrague de un Vehículo. Tesis de Grado, Escuela Politécnica Superior-Universidad Carlos III de Madrid.
- [2] Corporación Valeo: Guía de Diagnostico de Averías en Embragues. www.valeoservice.com (2009).
- [3] Dimas E. Portillo L.: Fallas por Desgaste-Abrasivo y Adhesivo Capítulo 11. (2012).



Figura 1. Evaluación macroscópica del kit de embrague. Se observa la vista general y cortes realizados a los tres componentes que conforman el kit (a-i): Vista superior del plato con todos sus elementos (a) y cortes de cada uno de sus elementos (b) y detalle del inserto-plato-carcasa (c); vista superior de los elementos que compone el disco y patrón de corrosión generalizada (d) y cortes realizados a la base de sujeción, remaches, resortes y disco de freno (e-f) y vista superior del collarín y elementos que lo componen (pista externa, pista interna, balines, reten y blindaje) (g-i), detalles del daño de la pista interna (h) y del desgaste en los balines (j).

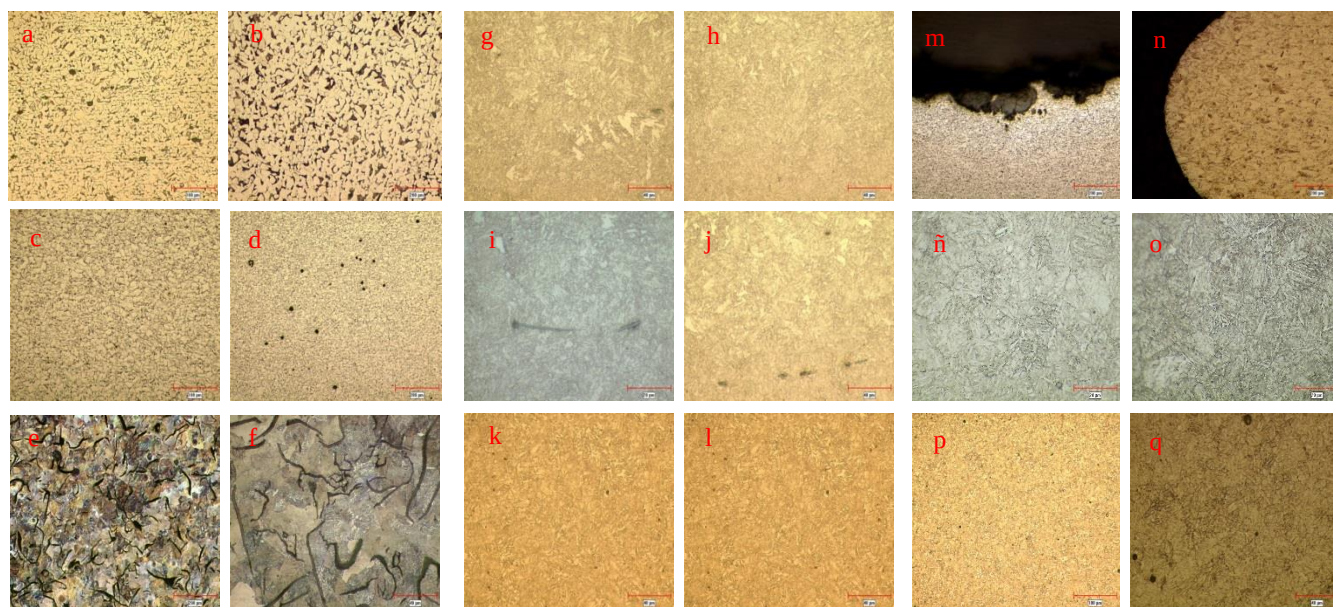


Figura 2. Evaluación microscópica. Se observa en los elementos del plato de presión una matriz ferrito-perlítica (a-d) y una matriz perlítica con grafito laminar tipo A y C (e-f), características de aceros al carbono y fundición gris, respectivamente. Los elementos del disco presentan una microestructura de martensita revenida con islas de austenita retenida características de aceros al carbono tratados térmicamente (g-l) y presencia de inclusiones no metálicas que por su morfología corresponden a sulfuros (i-j) y óxidos globulares de la serie fina (k-l). Las microestructuras presentes en los elementos del collarín corresponden a martensita revenida, característica de aceros al carbono tratados térmicamente (temple y revenido), mostrando un significativo grado de degradación en los balines (m-n) y deformación en las pistas, retenes y blindaje (ñ-q).

Tabla 1. Resultados del Ensayo de Dureza Vickers de los elementos que componen el kit de embrague

COMPONENTES	ELEMENTOS	DUREZA HV
PLATO DE PRESIÓN	Insertos, tornillos y remaches	520HV
	Carcasa y diafragma	100HV
	Disco	80HV
DISCO DE EMBRAGUE	Base	680HV
	Resorte	703HV
COLLARIN	Balines	690HV
	Blindaje	650HV
	Reten	520HV
	Pista externa	830HV
	Pista interna	550HV

ESTUDIO DE LA ALEACIÓN Ti20Mg BAJO DIFERENTES CONDICIONES MICROESTRUCTURALES

Verónica González (1,2), Ney Luiggi (2)

- (1) Instituto de Investigaciones en Biomedicinas y Ciencias Aplicadas de la Universidad de Oriente IIBCAUDO “Dra. Susan Tai”, Dpto. de Ciencia de los Materiales. Cumaná-Venezuela.
(2) Universidad de Oriente. Dpto. de Física. Grupo Física de Metales. Cumaná-Venezuela
Email: veronica_malave@hotmail.com

Se ha realizado un estudio a la aleación Ti20Mg, preparada por el proceso de aleación mecánica (AM). El resultado obtenido mediante AM es un polvo fino, que debe ser compactado y sometido a un tratamiento térmico a una temperatura por debajo de su punto de fusión, hasta producir la unión de partículas, para incrementar la fuerza y la resistencia de la pieza. La aleación obtenida además de ser ligera, debe tener condiciones físicas-metalúrgicas adecuadas que conduzcan a los valores óptimos de sus propiedades. Un uso potencial de estos aleados Mg-Ti, es para la absorción de hidrógeno, ya que presentan una mayor área superficial específica, debido a la obtención de partículas nanocristalinas, lo que aumenta su reactividad al contacto con el hidrógeno, además de producirse un refinamiento microestructural, el cual provoca un aumento de la densidad de bordes de grano, regiones preferenciales para la difusión del hidrógeno [1]. Para observar la obtención de la aleación, los cambios morfológicos, tamaño de las partículas y las transformaciones ocurridas, se utilizó difracción de rayos X (DRX) y microscopia electrónica de barrido (MEB con EDS). El estudio de DRX realizado en un difractómetro X-pertPRO, evidenció la formación del polvo aleado con una relación de peso Mg:Ti de 20:80 (Ti20Mg), así como la disminución del tamaño de partícula tras la molienda. La Figura 1, también nos muestra las reflexiones características de la solución sólida de Ti, Ti(Mg) con una estructura cristalina fcc, para 30 y 40 horas de molienda. Esta transición de hcp a fcc ocurre debido al proceso de molienda y a la participación de óxidos de Mg y Ti formados, con estructuras cristalinas diferentes a los polvos originales [2]. La MEB se realizó en dos microscopios electrónicos de barrido: FEI QUANTA 200 e INSPECT F50, bajo diferentes condiciones microestructurales: polvo, compactado y sinterizado. En la figura 2, la micrografía por MEB del aleado Ti20Mg en estado de polvo, muestra una variación apreciable en la forma de las partículas respecto a la forma inicial, esto es debido a la deformación plástica a la cual se someten los polvos, decreciendo el tamaño de las partículas formadas desde 100 μm , al inicio del proceso hasta una talla promedio de unos pocos nanómetros a las 40 horas de molienda. La molienda conduce a una distribución de tamaño de partícula multi-dispersa. En la figura 3 del aleado Ti20Mg se observan los polvos ya compactados, con una microestructura más homogénea y la presencia de poros irregulares. En promedio las partículas miden $\approx 80 \mu\text{m}$, no ha disminuido mucho su tamaño, ya que sólo han transcurrido 5 horas de molienda. El microanálisis revela que las partículas están conformadas mayormente por Ti y Mg. En la Figura 4, no es posible distinguir las partículas pero si poros, luego de la sinterización. Un acercamiento sobre las partículas claras muestra una especie de amalgamiento estructural de partículas de menor talla con una gran cantidad de partículas nanométricas sobresalientes. El microanálisis sólo se reportó la existencia de Mg y Ti en una relación de % en masa de 2:98. Lo que puede sugerir que el Ti comenzó a fundir y bañó la superficie de la muestra, debido a la alta temperatura del sinterizado (1100°C).

REFERENCIAS

- [1] Guzmán D. y Ordoñez S. J. *Alloys Compd.* (2007) (21) (7-12).
[2] González V. y Luiggi N. *Rev. Colombiana de Materiales.* (2022) (19) (3-13).

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Dra. Gloria Basanta (SIDOR) y el Tec. Joseba Echevarieta (IVIC) por la realización de los estudios de Microscopía Electrónica de Barrido.

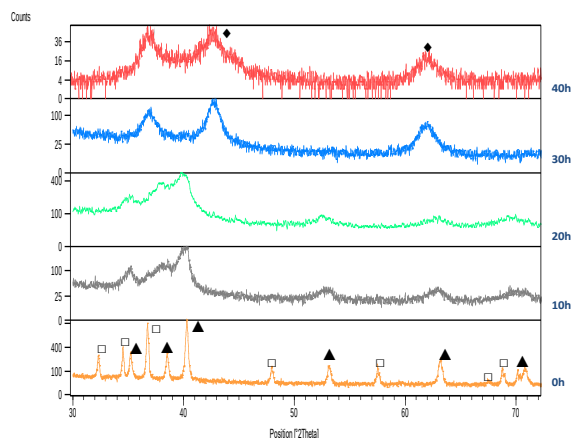


Figura 1. Difractogramas del aleado Ti20Mg, con 0, 10, 20, 30 y 40 horas de molienda (▲ Ti, □ Mg y ♦ Ti(Mg)).

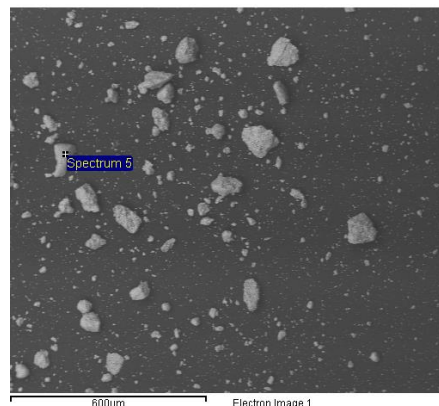


Figura 2. Micrografía por MEB del aleado Ti20Mg, con 30 horas de molienda en estado de polvo.

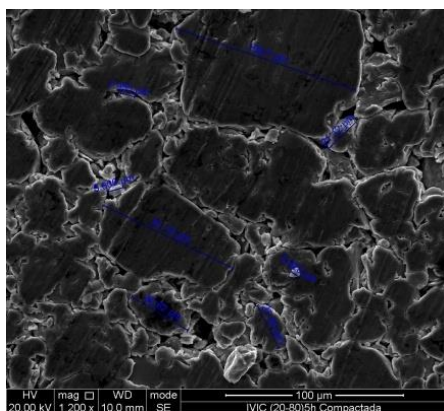
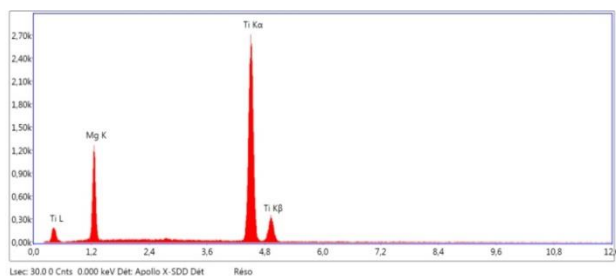
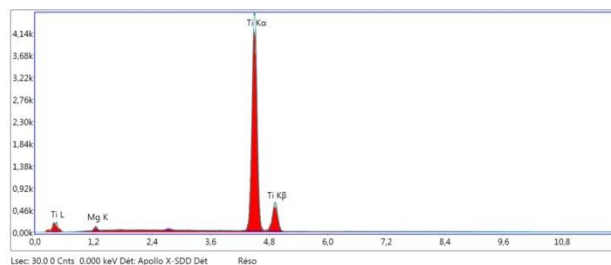
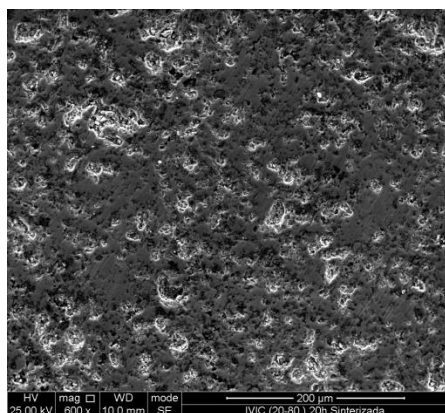


Figura 3. Micrografía por MEB y su microanálisis por EDS, del aleado Ti20Mg con 5 horas de molienda en estado: compactado.



Elemento	% de masa	% atómico	Intensidad total	Error %
MgK	21.91	35.6	318.61	8.13
TiK	78.09	64.4	1066.81	1.88



Elemento	% de masa	% atómico	Intensidad total	Error %
MgK	2.11	4.08	21.23	16.45
TiK	97.89	95.92	1834.29	1.34

Figura 4. Micrografías por MEB y su microanálisis por EDS, del aleado Ti20Mg, con 20 horas de molienda en estado: sinterizado.

OPTIMIZACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE GRABADO ELECTROQUÍMICO EN LA FABRICACIÓN DE NANOPUNTA DE TUNGSTENO PARA STM Y FIM MEDIANTE INTELIGENCIA DE ENJAMBRE

Yordy González – Rondón (1, 2)

- (1) Universidad de Oriente, Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas “Dra. Susan Tai”. Cumaná, Estado Sucre, Venezuela.
- (2) Universidad de Oriente, Centro de Termofluidodinámica y Mantenimiento (CTYM), Departamento de Mecánica. Puerto La Cruz, Estado Anzoátegui, Venezuela.
Email: yordygonzalez@hotmail.com

Los microscopios electrónicos de iones de campo (FIM) y efecto túnel (STM) tienen una amplia aplicación en la nanociencia y nanotecnología. Estos microscopios han impulsado el desarrollo de nanopuntas metálica afilada como parte principal para obtener imágenes de átomos, moléculas y nanoestructuras. En la FIM, reduciendo el radio de la nanopunta (R_t), se consigue un aumento de la corriente emitida por el campo, y en consecuencia, una mejora de la resolución y la ampliación de las imágenes. Asimismo, en la STM, reduciendo el radio del ápice se consiguen mejoras en la resolución de las imágenes. Para fabricar las nanopuntas con la calidad, confiabilidad y reproducibilidad deseada, el grabado electroquímico es el método por excelencia, y como primera opción el tungsteno suele ser el material, debido a la alta resistencia mecánica, conductividad eléctrica y durabilidad. Para conseguir que las nanopuntas tengan un menor radio mediante el grabado electroquímico se requiere ajustar adecuadamente los parámetros más importantes que influyen en el proceso, como son la concentración de electrolito (E_c), la longitud de inmersión del alambre de tungsteno (L_{im}), el diámetro interior del tubo catódico (D_c) y el voltaje del proceso (V_p). De la literatura consultada se determinó que a pesar de que estas nanopuntas se usan ampliamente, poco se sabe sobre la influencia que tienen E_c , L_{im} , D_c , y V_p sobre R_t en el proceso de grabado electroquímico. Además, se conocen escasos trabajos sobre la optimización de estos parámetros, y todos ellos se limitan a utilizar el método de Taguchi, el cual es una técnica que se restringe a seleccionar una posible solución de parámetros pre establecido. Por tal razón, este proyecto pretende desarrollar otro método para optimizar los parámetros del proceso de grabado electroquímico en la fabricación de nanopunta de tungsteno para STM y FIM, asumiendo pocas o ninguna hipótesis sobre el problema, y utilizando la inteligencia artificial en un algoritmo metaheurístico híbrido bioinspirado, denominado optimización por cúmulo de partículas [1]. La metodología consistió en tomar los resultados experimentales de Tahmasebipour et al., [2], mostrado en la tabla 1 y figura 1, de un grabado electroquímico para fabricar una nanopunta empleando un alambre de tungsteno de 0,3 mm de diámetro como ánodo, un tubo de grafito como cátodo y una solución de KOH en agua desionizada como electrolito. El parámetro de calidad que estudiaron fue el radio mínimo de la nanopunta según se muestra en la Figura 2, reportándose que R_t fue de 10 nm. Posteriormente se procedió a construir mediante un análisis de regresión, con el software MINITAB, la función objetivo del algoritmo que más se ajustara a los datos experimentales. Se utilizó el lenguaje de programación Python para diseñar el algoritmo basado en el método de enjambre de partículas, con el fin de que buscara un mínimo en la función objetivo y determinara los valores óptimos de los parámetros E_c , L_{im} , D_c y V_p . La filosofía del algoritmo consistió en darle valores aleatorios a los parámetros para obtener las posiciones y velocidades iniciales del enjambre. Luego se calculó la función objetivo que describe el comportamiento del enjambre y el procedimiento continuo con la determinación de la mejor posición de cada parámetro según la experiencia y la mejor posición de todo el cúmulo en el espacio de búsqueda. Finalmente, se actualizaron las posiciones de los parámetros y el procedimiento se repitió hasta un máximo de 30 ciclos, siendo este último el criterio de parada. Los reportes del algoritmo (ver figura 3) mostraron que los valores óptimo para conseguir un radio mínimo del ápice de la nanopunta de hasta 7,1 nm son: concentración de electrolito 2 M/lit, longitud de inmersión del alambre de tungsteno 2,5 mm, diámetro interior

del tubo catódico 40 mm y voltaje del proceso 3,5 V. Con estos resultados se demostró que se puede reducir el radio del ápice de la nanopunta en 2,9 nm en comparación con la técnica usada por Tahmasebipour et al., [2]. Asimismo, se pudo conocer que el método de inteligencia de enjambre que se desarrolló en este trabajo llegó a los mismos resultados de un segundo estudio de Tahmasebipour et al., [3]. Se concluye que el algoritmo de inteligencia de enjambre desarrollado tiene un alto potencial para gestionar la calidad en nanopuntas.

REFERENCIAS

- [1] González-Rondón Y. et al. *Revista Ingeniería Industrial*. (2021) 41(41): 29-48.
[2] Tahmasebipour G. et al. *Journal of Sciences, Islamic Republic of Iran* (2010) 21(1): 75-83.
[3] Tahmasebipour G. et al. *Int J Adv Manuf Technol* (2009) 44:80–90

Tabla 1. Diseño experimental de las nanopuntas [2].

Ec (M/lit)	1	1	1	1	2	2	2	2	3	3	3	3	4	4	4	4
Lim (mm)	2,5	4,0	5,5	7,0	2,5	4,0	5,5	7,0	2,5	4,0	5,5	7,0	2,5	4,0	5,5	7,0
Dc (mm)	40	55	75	110	55	40	110	75	75	110	40	55	110	75	55	40
Vp (V)	2,0	2,5	3,0	3,5	3,5	3,0	2,5	2,0	2,5	2,0	3,5	3,0	3,0	3,5	2,0	2,5
Rt (mm)	60	50	55	45	25	35	55	50	60	65	45	60	50	35	55	80

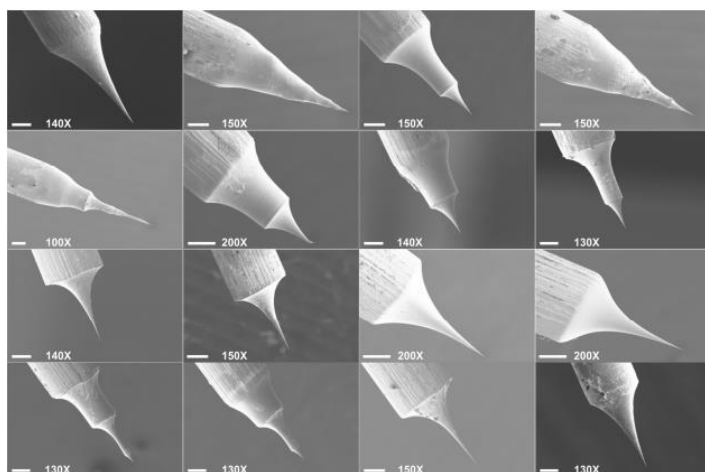


Figura 1. Nanopuntas fabricadas correspondiente a la tabla 1. En las imágenes, la barra de escala blanca es igual a 100 μm [2].

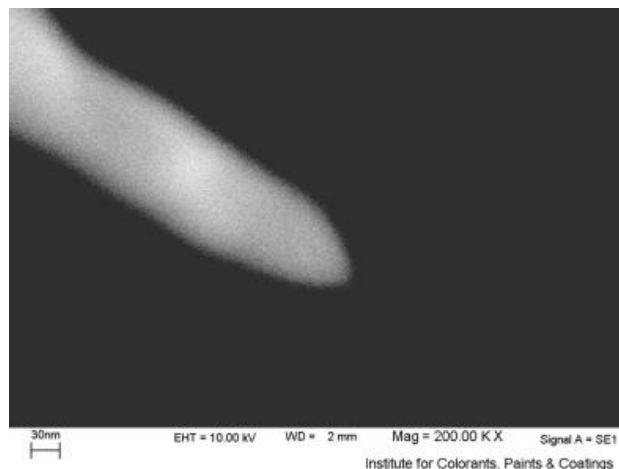


Figura 2. Imagen del radio mínimo del ápice de la nanopunta [2].

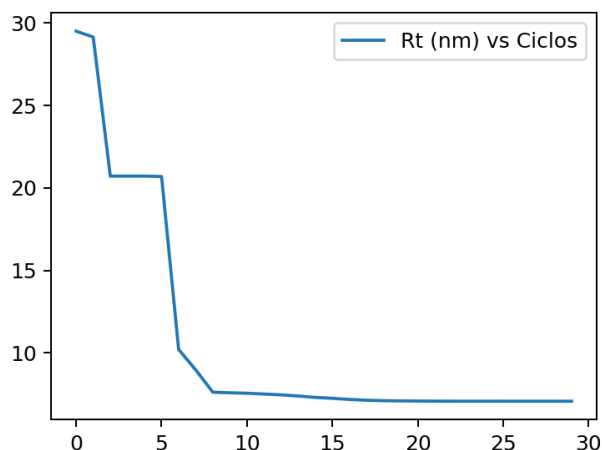


Figura 3. Resultados del algoritmo de optimización por inteligencia de enjambre.

Concentración de electrolito (Ec)=	2
Longitud de inmersión del alambre de tungsteno (Lim) =	2.5
Diámetro interior del tubo catódico (Dc) =	40
Voltaje de proceso (Vp) =	3.5
Radio del ápice de las nanopuntas (Rt) =	7.1
CICLOS =	30
No. MUESTRAS/VARIABLES =	20

ESTUDIO DE LA MORFOLOGÍA SUPERFICIAL Y VELOCIDAD DE CORROSIÓN EN LÁMINAS GALVANIZADAS EXPUESTAS A AMBIENTES COSTEROS

Yelitza Figueroa (1) Glenda Palomino (2) y Glorys López (3)

(1) Laboratorio de corrosión. Instituto de Investigación de Biomedicina y Ciencias Aplicadas (IIBCA). Universidad de Oriente. Cumaná-Núcleo de Sucre.

(2), (3) Depto. de Mecánica. Universidad de Oriente. Puerto la Cruz - Núcleo de Anzoátegui.

Email: yelidegil@gmail.com

Los recubrimientos metálicos son métodos ampliamente utilizados para la protección contra la corrosión de aleaciones metálicas, siendo el proceso de cincado por inmersión en caliente uno de los que presenta mayor evolución a nivel industrial [1]. Algunos de los productos galvanizados como las láminas y paneles de acero se utilizan para protección contra la corrosión atmosférica en techos de edificaciones y en otras instalaciones ya que se ha demostrado que el galvanizado previene o sustancialmente disminuye la corrosión atmosférica del acero, la cual está relacionada con las propiedades químicas y fisicoquímicas del medio, que definen la agresividad del ambiente, así como por las características del producto galvanizado [2]. Para evaluar el efecto del medio ambiente atmosférico y el tiempo de exposición en láminas galvanizadas, se ha realizado un estudio comparativo de cambios superficiales del recubrimiento y velocidad de corrosión de cuatro muestras de láminas de acero galvanizadas ASTM G-90 y calibre 26 (0,45), las cuales han sido expuestas a diferentes distancias en ambientes costeros con tiempos de exposición distintos. La evaluación de la morfología superficial se hizo en recortes extraídos de láminas de techos ubicados en distintas zonas al norte del estado Anzoátegui, cuyo aspecto superficial y proximidad al frente marino se indica en la Tabla 1. Se evaluó rugosidad superficial promedio Ra en las dos caras opuestas de cada muestra, utilizando para ello un rugosímetro marca Mitutoyo. Código N° SJ-201. Serial N° 305600709. Mediante MEB y EDS se observó la microestructura del recubrimiento en la sección transversal de las muestras previamente pulidas y atacadas para estudio metalográfico utilizando un Microscopio Electrónico de Barrido: model: 7582, Oxford Instruments. Finalmente, se realizaron pruebas electroquímicas en una solución de Na Cl al 3,5 %, determinándose el potencial a circuito abierto (Eoc) la resistencia a la polarización, utilizándose una velocidad de barrido de 2 mV/s. y para obtener una estimación precisa de la velocidad de corrosión del metal en el medio evaluado se empleó la técnica de extrapolación de Tafel, empleándose un potencióstato/galvanostato GAMRY Referecen 600 acoplado a la celda electroquímica cuyo montaje se hizo bajo la norma ASTM G109. Mediante la evaluación detallada de las superficies de las muestras A, B, C y D que se presentan en la Tabla 1, se determinó las características del relieve topográfico y su deterioro superficial como consecuencia de la interacción con el medio al que fueron expuestas las láminas durante su vida de servicio. Se puede observar que el mayor deterioro superficial está en la lámina C, cuya área se presenta corroída en un 100%. En cuanto a la lámina A, presenta mayor daño superficial, que las dos restantes, especialmente concentrado hacia los extremos donde por motivo del diseño y conformado, pareciera que éstas son zonas propensas a albergar y retener impurezas del ambiente como polvo, arenilla y sales del medio marino, que en combinación con la humedad del ambiente pueden crear sitios propicios para que se desarrollen mecanismos de corrosión general y localizada. La evaluación anterior se complementó con los resultados de las medidas de rugosidad promedio (Ra) que se presentan en la Tabla 2 donde existen diferencias apreciables en la rugosidad Ra de las caras interna y externa de las láminas. La interna presentó valores más bajos que la externa, lo cual es indicativo de una topografía menos accidentada o más lisa y menos afectada en comparación con la cara externa expuesta al medio atmosférico. En la Fig. 1 se presenta una imagen ampliada de las caras externa e interna del recubrimiento depositado en una de las muestras estudiadas, donde se identifican algunos de los poros en la superficie y dentro del recubrimiento, así como irregularidades topográficas en la interface recubrimiento-substrato. Las curvas de polarización mostraron diferencias en el comportamiento de las caras

interna y externa de las muestras, lo que ratifica que las variaciones de condiciones atmosféricas en un mismo sitio, como bajo techo e intemperie, tiene incidencia en el comportamiento de la corrosión. Se comprobó que el recubrimiento menos protector fue el de la muestra C, en la cual se observó una gruesa capa de óxido como se muestra en la figura 2, esta capa protege al sustrato pero no es suficiente para ofrecer una protección efectiva ante la corrosión, por ser ésta muy porosa, permeable y no protectora Fig.3.

REFERENCIAS

- [1] Hernández J. et al. *Revista de Ciencia y Tecnología*, (2020) (23) (40-52)
[2] Florentino da Costa R et al. *Mater. Res.* (2015) (18)(3)

Tabla 1. Designación y características superficiales y distancias de las costa marina de las probetas extraídas para el estudio

Designación (tiempo de servicio)	Aspecto Superficial del Recortes	Cercanía a costa marina (Km)	Tipo de probetas	Probetas Extraídas Número y dimensión (mm)
A (0,67 años)		1,1		3 de 20 x 20 3 de 14 x 14
B (3 años)		5,86		3 de 20 x 20 3 de 14 x 14
C (20 años)		0,35		3 de 20 x 20 3 de 14 x 14
D (Almacenamiento sin servicio)		1,1		3 de 20 x 20 3 de 14 x 14

Tabla 2 Rugosidad promedio de las láminas seleccionadas para estudio

Muestra	Rugosidad Promedio Ra			
	Cara Interna		Cara Interna	
	Prom. (µm)	Desv. Est (%)	Prom. (µm)	Desv. Est (%)
A	0,98	11,9	2,72	37,2
B	1,36	15,8	1,29	12,1
C	4,92	72,7	8,49	41,0
D	1,31	26,3	1,31	36,5

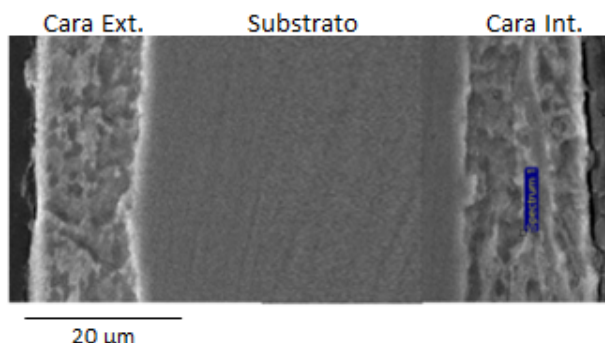


Fig. 1. Constitución microestructural de sección transversal de una de las muestras estudiadas.

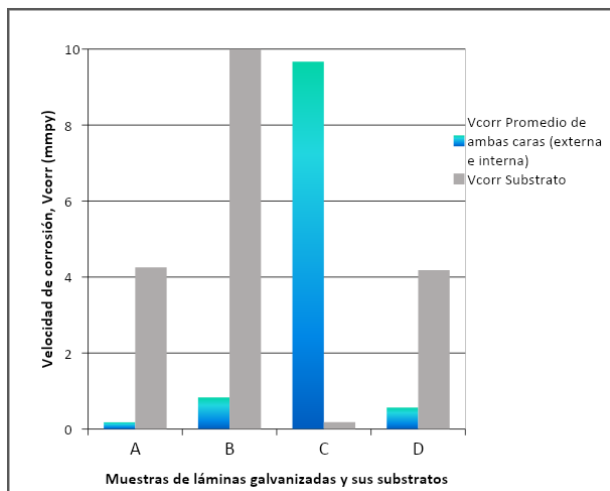


Fig. 3 Velocidad de corrosión promedio en las muestras galvanizadas en comparación con la de sus correspondientes substratos.

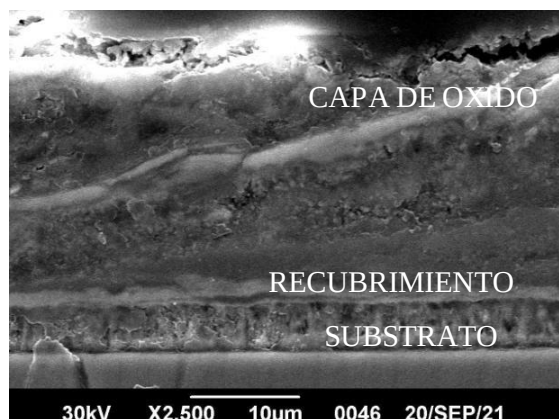


Fig. 2 Aspecto general de la capa de óxido y recubrimiento de zinc depositado sobre dos zonas distintas de la lámina C.

ESTUDIO DE LA MORFOLOGÍA DE HIDROGELES HÍBRIDOS OBTENIDOS A PARTIR DE MATERIALES ARCILLOSOS MODIFICADOS

Arnaldo Ramírez (1), Blanca Rojas de Gáscue (1), Leonir Gómez (2), Caribay Urbina de Navarro (3) Alejandro Müller (4,5,6).

- (1) Universidad de Oriente, Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas, IIBCAUDO "Dr. Susan Tai", Cumaná-Venezuela.
- (2) Centro de Investigación de Materiales (CIMAT), Universidad Nacional de Guayana, Ciudad Guayana-Venezuela.
- (3) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Microscopía Electrónica "Mitsuo Ogura". Caracas-Venezuela
- (4) Grupo de Polímeros USB, Departamento de Ciencia de los Materiales, Universidad Simón Bolívar, Miranda-Venezuela.
- (5) POLYMAT and Department of Advanced Polymers and Materials: Physics, Chemistry and Technology, Faculty of Chemistry, University of the Basque Country UPV/EHU, Donostia-San Sebastián, Spain.
- (6) IKERBASQUE, Basque Foundation for Science. Bilbao, Spain.

Email: arnaldoramirez@udo.edu.ve

En el siguiente trabajo se utilizaron el lodo rojo (LR) y los finos de ferrosilicomanganeso (FeSiMn) como materiales arcillosos en la síntesis de hidrogeles híbridos. Estas fases inorgánicas se obtienen como residuos de procesos productivos que realiza la industria minera nacional. En el caso del LR es generado por la empresa CVG BAUXILUM, y los grandes volúmenes producidos hacen difícil su manejo y disposición final, por eso se almacena en zonas conocidas como lagunas de LR. Estas lagunas representan un pasivo ambiental importante [1] y constituyen un riesgo tanto para el ecosistema del río Orinoco como a la población aledaña a estas lagunas, principalmente por su pH alcalino ($\text{pH} \approx 12$). El trabajo se enmarca en la búsqueda de aplicaciones para estos residuos, utilizándolos para mejorar las propiedades mecánicas y de absorción de los hidrogeles convencionales. En este estudio se modificaron estas fases inorgánicas mediante dos tratamientos orientados a disminuir su pH. En el primer tratamiento se utilizó agua de mar sintética para disminuir el pH de la fase inorgánica por debajo de 9 unidades. El agua de mar fue preparada en el Instituto Oceanográfico de Venezuela de la Universidad de Oriente, siguiendo la norma ASTM D1141 [2]. El procedimiento para realizar la modificación consistió en mezclar 20 g de la fase inorgánica (LR y FeSiMn) con el agua de mar preparada, con agitación por 6 h. Luego la mezcla se dejó en reposo monitoreando el pH de la misma, hasta que alcanzó un valor aproximadamente de 8,5. El segundo tratamiento fue una acidificación con HCl, esta modificación persigue disminuir el pH de la fase inorgánica a valores entre 3 y 4 unidades. Para las síntesis se utilizaron las fases inorgánicas en base seca, la cantidad necesaria de la fase inorgánica (10%, 1% y 0,1% de la masa total del monómero) fue dispersada en agua desionizada en tubos de ensayo y se sometió a agitación por ultrasonido por 15 min, posteriormente se disolvieron las cantidades respectivas de los monómeros y agente entrecruzante (N,N'-metilénbisacrilamida (NMBA)), finalmente se agregó el iniciador, persulfato de amonio (PSA). Una vez homogeneizada la mezcla se colocó bajo agitación por ultrasonido a 55 °C durante 3 h. Los hidrogeles se caracterizaron mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), para esto se hincharon en agua desionizada hasta alcanzar el equilibrio fisicoquímico y fueron observados en el microscopio electrónico Quanta FEG 250, operado en bajo vacío. Las mediciones en las imágenes digitalizadas se realizaron utilizando el software TPSDig 2. Las interacciones entre las fases inorgánicas y el polímero se estudiaron mediante espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) [3], y el índice de hinchamiento (H_p) de los hidrogeles se determinó gravimétricamente. Los resultados sobre el H_p muestran que a medida que aumenta el contenido de las fases inorgánicas el H_p disminuye, este comportamiento está asociado principalmente al entrecruzamiento físico generado por las interacciones entre las arcillas y la matriz entrecruzada. Al comparar la capacidad de absorción

de los hidrogeles híbridos obtenidos con las fases inorgánicas modificadas y sin modificar para un mismo porcentaje de arcilla, se puede observar que cuando se emplearon las arcillas modificadas la capacidad de absorción es inferior en todos los casos. Esto indica que las modificaciones realizadas estarían generando nuevas interacciones dentro del material, las cuales ocurrirían entre los átomos de alta concentración electrónica de la matriz orgánica (átomo de oxígeno del grupo carbonilo/átomo de nitrógeno del grupo amida) y alguno de los minerales presentes en las fases inorgánicas. En las micrografías obtenidas por MEB se observa el efecto de las modificaciones realizadas con HCl, sobre la porosidad de los materiales. Los resultados corresponden a hidrogeles obtenidos con 1% de la fase inorgánica. En el caso del hidrogel poliacrilamida/LR, la distribución porcentual de longitudes presenta una ligera disminución en la longitud de los poros cuando se emplea el LR modificado con HCl. En el caso del hidrogel híbrido de poliacrilamida/FeSiMn, la utilización de una fase inorgánica modificada disminuyó el tamaño de poro del gel de forma más evidente, aumentando a un 74 % la población de poros con longitudes inferiores a 4 μm (Figura 1). Los resultados indican que las modificaciones realizadas constituyen una vía para controlar la microestructura y propiedades de los hidrogeles híbridos sintetizados.

REFERENCIAS

- [1] WangS, Jin H, Deng Y, Xiao Y. *Journal of Cleaner Production*. (2021). **289**:125.
- [2] ASTM D1141-98(2021). Standard Practice for Preparation of Substitute Ocean Water. astm.org. ASTM International.
- [3] Ramírez A, Benítez J, Rojas L, Rojas de Gáscue B. *Rev. LatinAm. Metal. Mater.* (2016). **36** (2): 108.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece el financiamiento 2019-UDO/172930 recibido por parte de la Fundación Empresas Polar (Caracas, Venezuela).

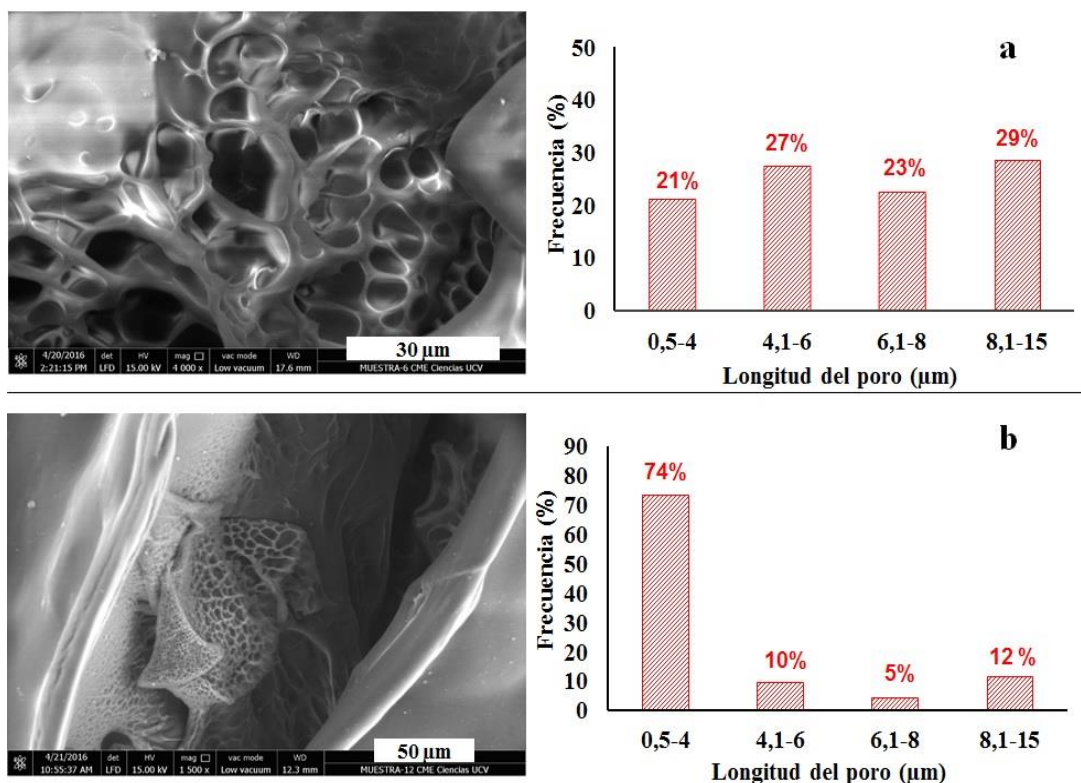


Figura 1. Comparación de las longitudes de poros de los hidrogeles híbridos sintetizados a partir de 1% de los FeSiMn: a) sin modificar (n=203), b) modificados con HCl (n=502).

ESTUDIO DE MICROPLÁSTICOS COMO PORTADORES DE SUSTANCIAS BIOACUMULATIVAS, PERSISTENTES Y TÓXICAS (SBPT)

Jesús A. Lezama G. (1,2), Alejandro M. Materano F. (1), Blanca Rojas de Gascue (2)

- (1) Universidad de Oriente, Núcleo de Sucre, Escuela de Ciencias, Departamento de Química, Cumaná, estado Sucre, Venezuela (2) Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas de la Universidad de Oriente Dra. Susan Tai (IIBCA-UDO), Laboratorio de Polímeros, Cumaná, estado Sucre, Venezuela.

Email: jlezgar@gmail.com

Actualmente la acumulación de desechos plásticos sintéticos constituye un preocupante problema de contaminación ambiental, por la generación de los denominados microplásticos (MP), fragmentos de plásticos cuyas dimensiones no exceden los 5 mm (1). Particularmente, los llamados MP secundarios, los cuales son productos de los efectos medioambientales, principalmente por procesos mecánicos y fotooxidativos, entre otros. La exposición de los materiales plásticos a la luz solar; inicia una serie de reacciones químicas fotooxidativas, que generan grupos químicos como carbonilos e hidroperóxidos, y favorecen las reacciones de escisión de la cadena polimérica (2). Se ha comprobado que estos MP fotooxidados pueden interactuar con sustancias bioacumulativas, persistentes y tóxicas (SBPT), contaminantes emergentes de distinto origen y composición química, sirviendo de vectores de contaminación a través del ambiente. En este sentido, se han reportado procesos de adsorción MP-contaminante, formando un sistema capaz de dispersarse a largas distancias con un alto potencial de entrada a la cadena trófica (3). En atención a lo anterior, se realizó un análisis morfológico superficial a muestras de MP previamente recolectados en zonas costeras, y de polipropileno fotooxidado (PP_{ox}) y sin modificar (PP), utilizando un microscopio óptico Olympus modelo BX50, con lentes de 4x y 10x, sin preparación previa de las muestras; y el software Digimizer®. Adicionalmente, se evaluó la capacidad de adsorción de diclofenac sódico y ketoprofeno por los MP de PP y PP_{ox} bajo condiciones controladas; mediante análisis por espectroscopia FTIR y modelaje computacional, usando la Teoría del Funcional de la Densidad (DFT), con el conjunto funcional-base B3LYP/6-31++G(d,p). En la figura 1, se pueden observar las fotomicrografías correspondientes a una muestra de MP recolectada en el sector playa Blanca de la localidad de Mochima, estado Sucre, Venezuela, con características de esponja, que exhibe una superficie irregular, donde se detallan una gran cantidad de poros de diámetros variados. En la figura 1.b se evidencia la presencia de impurezas (de color negro) sobre su superficie, aspecto que permitió considerarlos como un vector de agentes nocivos, favorecido por la presencia de poros lo que permitiría su traslado en el medio ambiente. A partir de los resultados de FTIR, y de acuerdo con los estándares de referencia, la muestra fue coincidente con poli(etilen-vinil acetato) (goma EVA), con señales entre 2950 cm^{-1} y 2840 cm^{-1} , 1720 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} , 1330 cm^{-1} y 1250 cm^{-1} . A pesar de que la impureza detectada no pudo ser identificada, los resultados evidencian la utilidad de la MO para el análisis superficial de este tipo de muestras. En la figura 2, se muestran las fotomicrografías de los MP de PP y PP_{ox} , se observan cambios en las superficies debido al tratamiento fotooxidativo. La principal diferencia es la pérdida de la homogeneidad y la apariencia lisa en diferentes regiones del PP_{ox} , explicado por la fragmentación de las cadenas del polímero que genera grietas y una superficie irregular con un aumento de regiones rugosas. De igual forma al comparar las figuras 2.a y 2.b, se observan bordes irregulares e indefinidos en el PP_{ox} . Los resultados de los análisis por FTIR para los sistemas PP_{ox} -diclofenaco y PP_{ox} -ketoprofeno, indican la formación de interacciones electrostáticas de tipo enlace de hidrógeno, evidenciadas por los desplazamientos de los máximos de absorción a números de ondas inferiores de las señales ubicadas en la región comprendida entre 3600 cm^{-1} y 3200 cm^{-1} correspondiente a los movimientos de estiramiento de los grupos O-H, no observadas en las muestras de MP de PP sin modificar. Lo que sugiere que la presencia de los grupos funcionales en los MP productos de la fotooxidación favorecen la asociación química con los fármacos y los cambios observados en la morfología de los MP de PP oxidados facilitan los procesos de adsorción en la superficie del material. Los valores calculados de $\Delta H_{\text{interacción}}$ (tabla 1) soportan la evidencia experimental de la formación de interacciones favorables entre los componentes de los sistemas estudiados. De

igual forma, los cálculos computacionales soportan la posibilidad de la ocurrencia de interacciones significativas que conducen a la formación de los sistemas asociados MP-SBPT, en los casos donde intervengan favorablemente los grupos funcionales polares, productos de la fotooxidación del polímero y los grupos presentes en las SBPT, de acuerdo con su composición química (figura 3).

REFERENCIAS

- [1] Lebreton, L.; Egger, M. y Slat, B. 2019. *Scientific Reports*. 9(1): 12922-12932.
- [2] Tsuji, H.; Echizen, Y. y Nishimura, Y. 2006. *Polymer Degradation and Stability*. 91(5): 1128-1137.
- [3] Imran, M.; Das, K. y Naik, M. 2019. *Chemosphere*. 213(1): 846-857.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad de Oriente (UDO) y al Laboratorio de Polímeros del IIBCA-UDO.

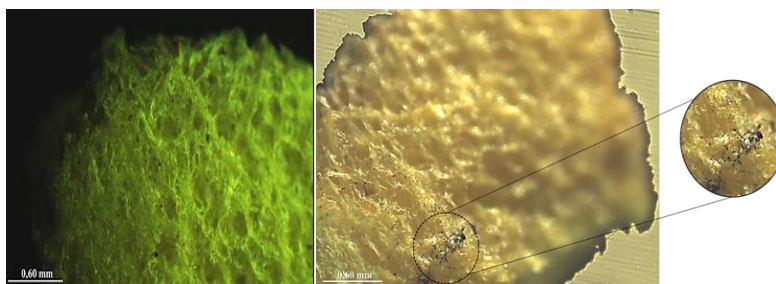


Figura 1. Imágenes obtenidas por microscopía óptica de: a) MP recolectado y b) ampliación de impureza observada.

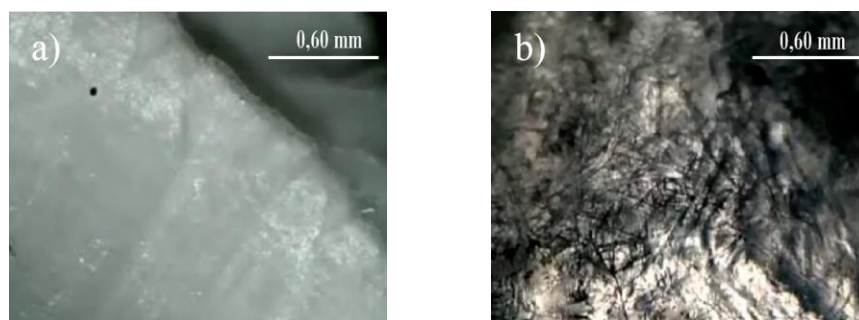


Figura 2. Imágenes obtenidas por microscopía óptica de MP de: a) PP y b) PPox.

Tabla 1. Parámetros termodinámicos calculados al nivel DFT-B3LYP/6-31++G(d,p) a 298,15 K y 1,0 atm.

Sistemas PP _{ox} -SBPT	$\Delta H_{\text{interacción}}$ (kJ/mol) (Fase gaseosa)	$\Delta H_{\text{interacción}}$ (kJ/mol) (Fase líquida)
PP _{ox} -diclofenaco	-100,00	-20,00
PP _{ox} -ketoprofeno	-80,00	-20,00

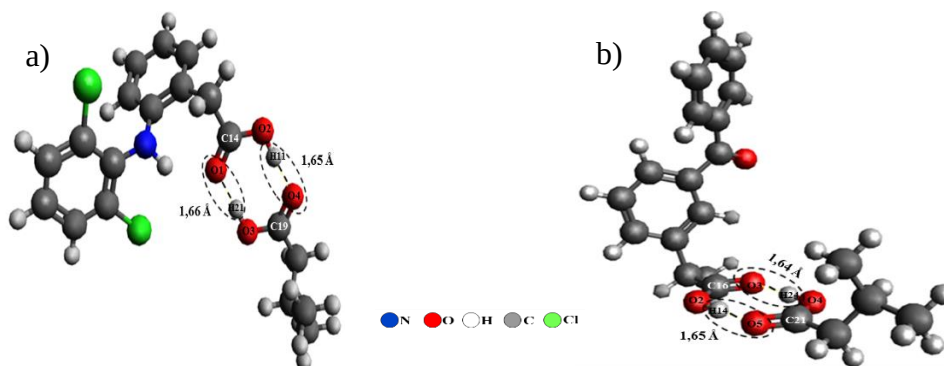


Figura 3. Interacciones propuestas para los sistemas: a) PP_{ox}-diclofenaco y b) PP_{ox}-ketoprofeno.

CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE HIDROGELES HÍBRIDOS OBTENIDOS A PARTIR DE POLIACRILAMIDA, QUITOSANO Y MONTMORILLONITA

María Laura Carpintero (1), Arnaldo Ramírez (2), Blanca Rojas de Gascue (2), Alejandro Materano (1)

- (1) Universidad de Oriente, Departamento de Química, Escuela de Ciencias, Núcleo de Sucre, Cumaná, Venezuela.
(2) Universidad de Oriente, Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas, IIBCAUDO "Dr. Susan Tai", Laboratorio de Polímeros y afines, Cumaná, Estado Sucre, Venezuela.
Email: marialauracarpintero@gmail.com

El quitosano (Q) es un biopolímero destacado en diversas investigaciones debido a sus excelentes propiedades biológicas integrales [1]. Este biopolímero puede ser utilizado para la preparación de hidrogeles (HG) semi-interpenetrados (semi-IPN), la preparación de este tipo de HG es una de las estrategias diseñadas para mejorar algunas propiedades de los HG convencionales. Otra estrategia consiste en la preparación de hidrogeles híbridos, los cuales presentan una fase orgánica (cadenas de polímero entrecruzadas) y una fase inorgánica con la que puede interaccionar físicamente [2]. Una de las estructuras más utilizadas como fase inorgánica es la nanoarcilla montmorillonita (MMT), la cual es capaz de entrecruzar físicamente las cadenas de polímeros, como el Q, para formar HG nanocompuestos con propiedades mecánicas y capacidad de absorción únicas [3]. Por esta razón, en este estudio se formularon hidrogeles de poliacrilamida (PAAm), Q y MMT, buscando analizar el efecto que tiene la incorporación de Q y MMT en la capacidad de absorción y porosidad del HG. Para ello, se llevó a cabo la síntesis de HG convencionales de PAAm, semi-IPN de PAAm/Q e híbridos compuestos de PAAm/Q/MMT, los cuales fueron preparados incorporando diferentes cantidades de MMT (1 %, 5 % y 10 %); todos estos HG fueron sintetizados mediante polimerización vía radicales libres, empleando como iniciador persulfato de sodio y como agente entrecruzante N,N'-metilenbisacrilamida, en proporciones de 0,5 % y 1 % en masa, respectivamente. La determinación del índice de hinchamiento de los HG se realizó sumergiendo cada pastilla de xerogel, de aproximadamente 0,1 g, en recipientes con agua desionizada, estas pastillas fueron extraídas a intervalos fijos de tiempo, se pesaron y se colocaron nuevamente en los recipientes con agua, este procedimiento se realizó hasta que no se observaron variaciones en la ganancia de agua por parte de los HG. A partir de las medidas gravimétricas realizadas a diferentes tiempos, se calculó el índice de hinchamiento (% H) de cada HG. Las características morfológicas de los HG fueron analizadas utilizando un microscopio óptico digital Aigo, con lentes 10x y 40x; a partir de las micrografías obtenidas se logró determinar el tamaño promedio de poro para cada HG, empleando el software Digimizer®. Al analizar los índices de hinchamiento obtenidos para cada HG (Figura 1) se puede observar que la síntesis de la PAAm en presencia de Q generó un incremento significativo en la capacidad de absorción, el HG de PAAm posee un porcentaje de hinchamiento de 882 %, mientras el HG de PAAm/Q presentó un índice de hinchamiento de 1466%. Este incremento se puede atribuir a la incorporación de numerosos átomos de oxígeno con electrones desapareados presentes en la estructura del Q, lo cual favorece la formación de un mayor número de enlaces de hidrógeno entre la red de HG y las moléculas de agua del medio; además, la presencia de grupos funcionales cargados en la estructura del Q ocluido produce un efecto repulsivo con las cadenas de PAAm, lo cual ocasiona la expansión de la red, facilitando la entrada de un mayor número de moléculas de agua. A partir de la Figura 2, se puede corroborar que el Q ocluido en la red de HG produce una expansión en la misma, como se puede apreciar, el HG de PAAm posee poros más pequeños (longitud promedio de 24,16 μm y desviación estándar 8,69 μm) en comparación con el HG de PAAm/Q, el cual presenta poros de mayor tamaño (longitud promedio de 40,40 μm y desviación estándar 18,58 μm). En la figura 1, también se puede notar que conforme se aumentó el contenido de arcilla en el HG, la capacidad de absorción disminuyó, hecho que se le puede atribuir a un aumento

significativo en la densidad de reticulación producido por la incorporación de esta arcilla, lo cual reduce el volumen libre dentro de la estructura del HG, impidiendo que este pueda albergar a un mayor número de moléculas de agua. Esta reducción del volumen libre dentro de la red está asociada a una disminución en la longitud de los poros del HG. El estudio morfológico en proceso muestra que la incorporación de Q conduce a la obtención de poros de mayor longitud, mientras que la MMT por su efecto entrecruzante genera una reducción en la longitud de los poros.

REFERENCIAS

- [1] Taokaew S, Kaewkong W, Kriangkrai W. *Gels*. (2023) 9(4): 277.
- [2] Ramírez A, Benítez J, Rojas L, Rojas de Gascue B. *Rev. LatinAm. Metal. Mater.* (2016) 36(2): 108-130.
- [3] Dou Z, Xie X. *ACS EST Engg.* (2023) 3(5): 682-689.

AGRADECIMIENTOS

Al Laboratorio de Polímeros del IIBCA-UDO, que permitió llevar a cabo cada uno de los análisis planteados en esta investigación, y al Lcdo. Valentín Brito por su apoyo logístico durante la toma de las micrografías MO.

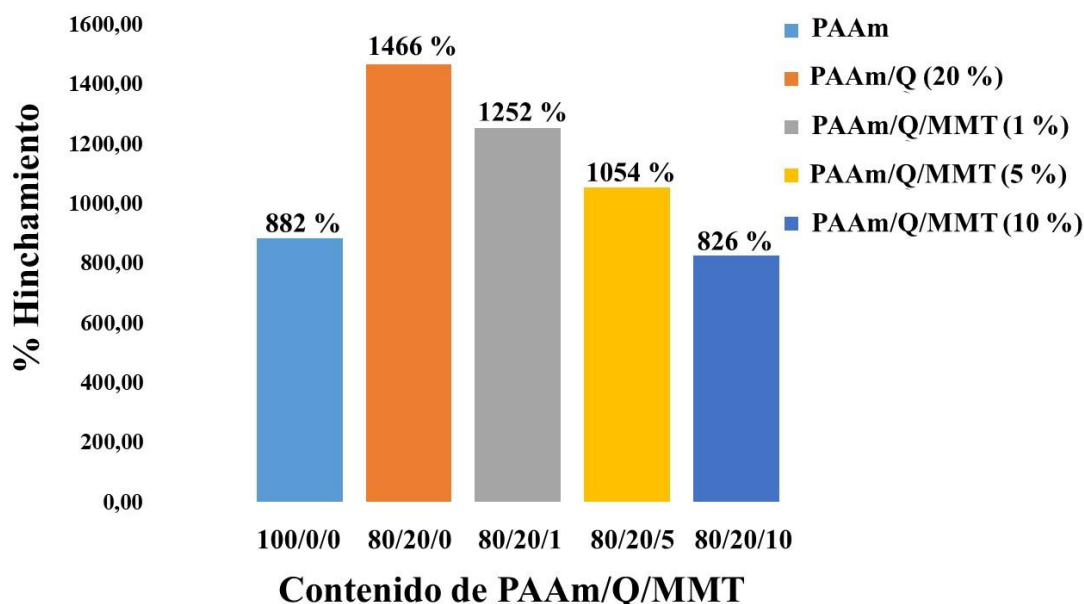


Figura 1. Diagramas de barras obtenidos a partir de la máxima capacidad de absorción de los HG en estudio. La proporción de MMT contenida en los HG híbridos se calculó en relación a un 100 % de la fase orgánica (PAAm/Q).

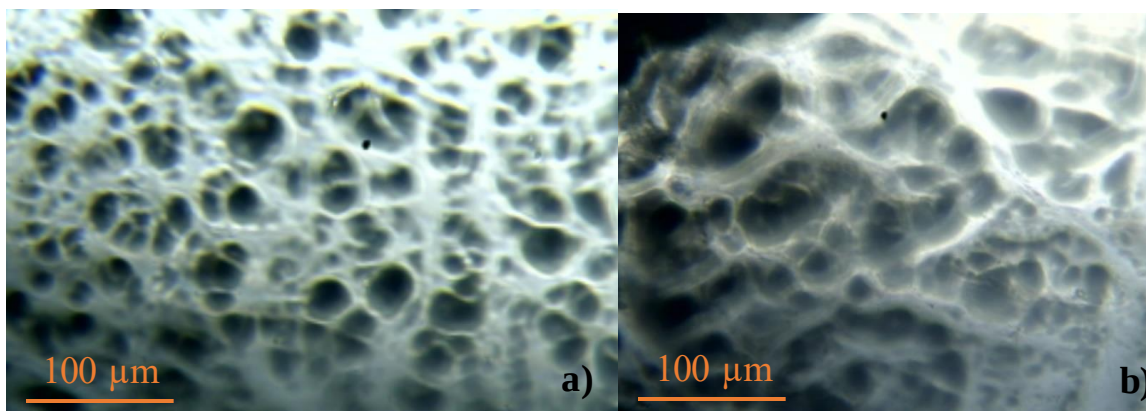


Figura 2. Micrografías obtenidas mediante microscopía óptica de un HG de a) PAAm y b) PAAm/Q.

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO PARA LA CARACTERIZACIÓN DE UNA MEMBRANA CERÁMICA COMPUESTA DE ÓXIDO METÁLICO TIPO PEROVSKITA Y $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-La}_2\text{O}_3$.

Gaudy Rodríguez (1), Liliana C. Maldonado (1), Terry's Humbría (1), Jeanhiasary Anzola (1), Yraida Diaz (1), Joaquín L. Brito (1,2), Raquel S. Del Toro* (1)

(1) Laboratorio de Físico Química de Superficies, Centro de Química "Dr Gabriel Chuchani", Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Caracas 1020-A, Venezuela.

(2) Universidad Regional Amazónica IKIAM, Tena, Ecuador

Email: (*) raquesof@gmail.com, () joygau@gmail.com

Con la finalidad de optimizar los procesos catalíticos en la industria, hoy día se continúa buscando catalizadores que presenten mejoras en cuanto a la estabilidad térmica, química y estructural [1-2]. A través del presente trabajo de investigación, se preparó y caracterizó una membrana cerámica catalítica mixta, compuesta de una capa densa de ferrita de lantano de estructura tipo perovskita soportado en una capa porosa de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-La}_2\text{O}_3$. La metodología consistió en las siguientes etapas: i) Síntesis de los óxidos metálicos denso y poroso en forma de polvos, ii) Preparación de la membrana cerámica mixta y iii) Caracterización por microscopía electrónica barrido (MEB), difracción de rayos X de polvo (DRX) y análisis textural por fisisorción de nitrógeno. Se evaluó el efecto de la carga de lantano en el soporte desde el punto de vista de su estabilidad: térmica y estructural. Para la síntesis del soporte, se utilizó el método sol-gel a través de la hidrólisis de bohemia partiendo de nitrato de aluminio y posterior calcinación a 500°C. El óxido mixto compuesto de alúmina y óxido de lantano, se preparó por impregnación incipiente de la alúmina con una solución acuosa de sal de lantano para obtener una carga de 3 y 16,7% peso de $\text{La}/\text{Al}_2\text{O}_3$, con posterior secado y calcinación a 600 y 800°C. Por otra parte, se sintetizó la ferrita de lantano y cerio (LCFO) tipo perovskita por síntesis sol-gel citrato [3]. Para la preparación de la membrana cerámica mixta, cada material sólido fue molido y tamizado hasta obtener un tamaño promedio de grano de <90 μm . Luego, los sólidos se mezclaron con un aglutinante y posterior secado y prensado uniaxial con prensa hidráulica (12,5 Mpa) en molde de acero cilíndrico con la alúmina y el óxido metálico LCFO, hasta obtener un disco plano con dimensiones aproximadas de 10mm de diámetro x 1mm de espesor. Finalmente, las muestras compactadas, se sinterizaron bajo aire estático a 1100 °C. En la figura 1, se presentan los resultados de DRX de polvos de alúminas sintetizadas con impregnación incipiente de La con cargas de 3 y 16,7% sometidas a 600 y 800°C. Se encontró que la alúmina sintetizada 500 °C es de estructura γ -alúmina. Al incorporar el 3% de lantano y calcinar a 600°C se observaron reflexiones definidas de la fase γ -alúmina con posible aumento de cristalinidad, la cual se mantuvo hasta 800°C. No hubo señales de DRX debidas al óxido de lantano, sin embargo, al realizar el análisis de mapeo elemental por EDX (Fig. 2) a los sólidos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-La}_2\text{O}_3$, fue confirmado la presencia del La de forma homogénea o dispersa a lo largo del sólido (3%) y con incremento de su abundancia, al aumentar su concentración a 16,7%. Se presume que el La_2O_3 esté disperso formando cristalitas muy pequeños. No se descarta el dopaje de La en la red cristalina de alúmina. Por otro lado, cuando se aumentó la carga del lantano a 16,7% se evidenció una mayor estabilidad a la fase inicial de la alúmina con morfología amorfa (Fig. 3 a). En cuanto a los resultados de área superficial, la alúmina sintetizada correspondió a un material mesoporoso con área superficial específica de 147,1m²/g, tamaño promedio de poro de 45,61Å y volumen de poro de 0,183cm³/g. Luego de la incorporación de 3% de Lantano, el óxido mixto presentó una disminución del área superficial específica (126,8 m²/g) y un aumento en el diámetro promedio de poro (73,6Å) y volumen de poro (0,2332) cm³/g. Las imágenes MEB de la membrana mixta LCFO/ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-La}_2\text{O}_3$ (Fig. 3c) mostró el confinado y compactación de los polvos de ambos óxidos cerámicos, sugiriendo que el método de prensado en frío y sinterizado de la membrana mixta fue eficiente. En las imágenes MEB (Figura 4a-c) se muestra la vista transversal de la membrana mixta, exponiendo la zona de unión de las dos capas cerámicas. En la interfase de contacto de los sólidos a mayores magnificaciones,

corroboró una adecuada compactación, con una zona frontera de entrecruzamiento de granos de LCFO con Al_2O_3 - La_2O_3 hasta cierta profundidad ($< 200 \mu\text{m}$) y sin fracturas entre las capas cerámicas.

REFERENCIAS

- [1] Juste E. et al. *J. Membr. Sci.* (2008) (319) (185-191)
- [2] Vivet A, et al. *J. Membr. Sci.* (2011) (372) (373-379)
- [3] L. Maldonado, M. Tosta, Y. Díaz, J. L. Brito, R. S. Del Toro, *Catálisis* (2019) (8) (55-62).

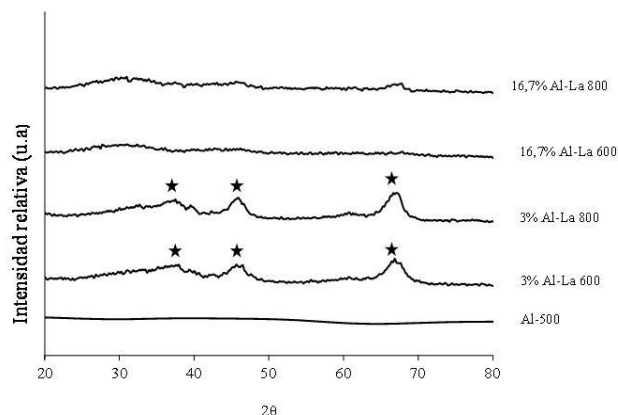


Figura 1. Difractogramas de las alúminas impregnadas con 3 y 16,7% de lantano a diferentes temperaturas de calcinación. Fases cristalográficas de γ -alúmina (*).

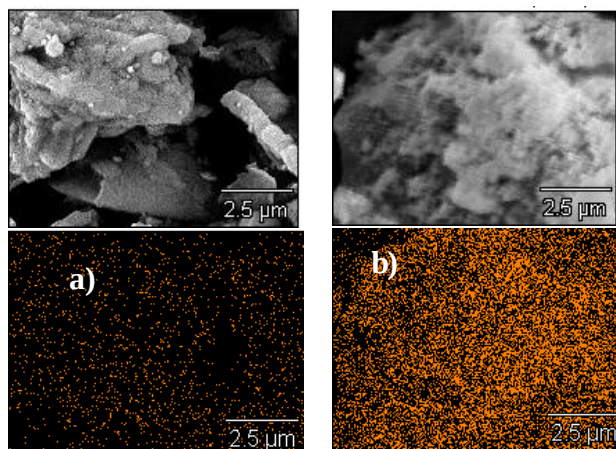


Figura 2. Mapeo elemental de a) Al_2O_3 - La_2O_3 al 3% calcinada a 600°C b) Al_2O_3 - La_2O_3 al 16,7% calcinada a 600°C

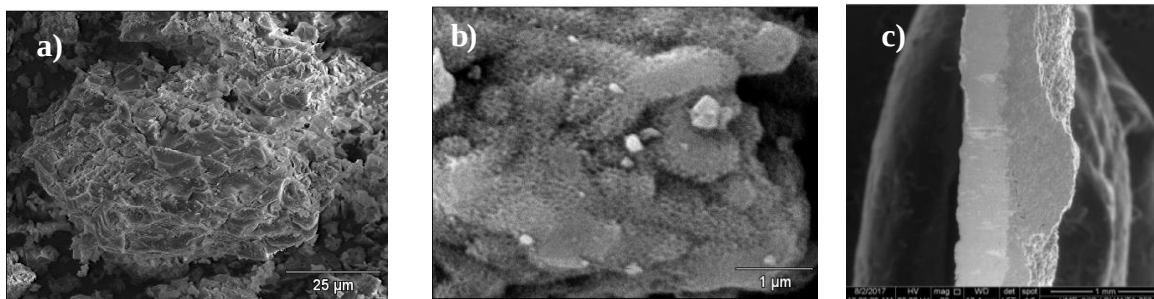


Figura 3. Imágenes SEM a) polvo de γ -alúmina b) polvo de Al_2O_3 - La_2O_3 al 3% calcinada a 600°C , c) Membrana mixta LCFO/ Al_2O_3 - La_2O_3 al 3% (1mm, 99X), lado izquierdo de membrana: LCFO y lado derecho: Al_2O_3 - La_2O_3 .

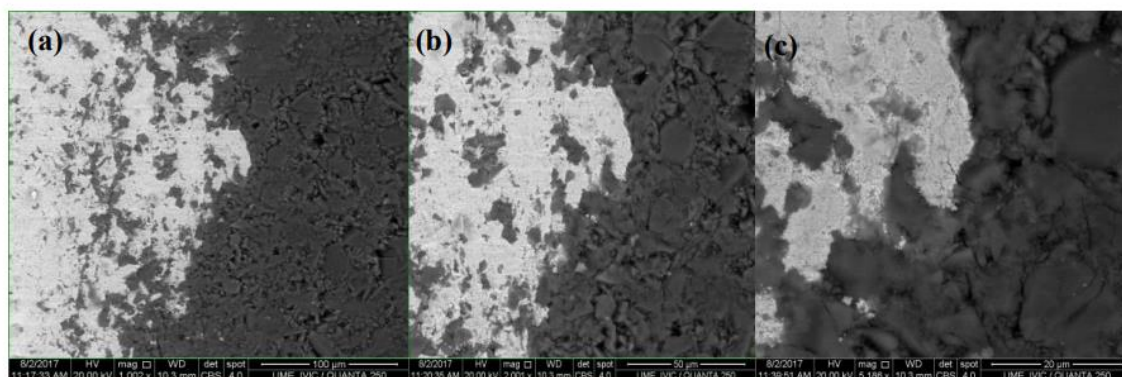


Figure 4. Imágenes MEB de membrana mixta Mem_LCFO/Mem_ Al_2O_3 , a) $100 \mu\text{m}$, 1000X, b) $50 \mu\text{m}$, 2000X, c) $20 \mu\text{m}$, 5000X

ANÁLISIS METALOGRÁFICO Y MICRODUREZA DE LA ALEACIÓN DE ALUMINIO Al-Mg-Si-0,14%La DEFORMADA POR PRESIÓN EN CANAL ANGULAR DE SECCIÓN CONSTANTE

Solange Paredes (1), Gloria Basanta (2)

(1) Universidad de Oriente, Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas “Dra. Susan Tai”. Cumaná - Venezuela. (2) Instituto de Investigaciones Metalúrgicas y de Materiales de CVG-Sidor, Puerto Ordaz - Venezuela.

Email: padu99@yahoo.com

La deformación por presión en canal angular de sección constante (ECAP por sus siglas en inglés equal channel angular pressing) es uno de los distintos métodos de deformación plástica severa utilizado para procesar metales y aleaciones de granos ultrafinos [1]. La matriz ECAP contiene dos canales de igual sección transversal interceptados un ángulo abrupto Φ y un ángulo adicional Ψ que define el arco de curvatura en el punto exterior de intersección de los dos canales. El proceso de deformación ECAP consiste en impulsar por medio de un flujo continuo de presión una muestra a través de la matriz como si fuera un proceso de extrusión, pero manteniendo el área de la sección transversal de la pieza. Lo que se consigue así es que la probeta sufra deformación por cizallamiento mediante el cambio de dirección en torno al ángulo Φ (Figura 1a)[2]. El presente estudio se enfoca en procesar por ECAP la aleación Al-Mg-Si-0,14%La en estado de colada y evaluar su efecto en la microestructura y microdureza de la aleación. El proceso de extrusión se llevó a cabo en una matriz con una configuración del canal tipo “L” de ángulos $\Phi=90^\circ$ y $\Psi=0^\circ$ a temperatura ambiente con una velocidad de prensado de 1mm/seg y la ruta B_C, que consiste en hacer rotar la muestra 90° cada vez que se pasa por la matriz ECAP [3]. Se procesaron probetas con uno, dos, tres y cuatro pases sucesivos en la matriz ECAP, de las cuales se cortaron muestras a lo largo de la dirección de la deformación y se pulieron mecánicamente. Para el estudio metalográfico las muestras se atacaron con una solución fresca de HF al 1% durante 6 min y se examinaron en un microscopio Nikon Eclipse MA 200, mientras que las medidas de microdureza Vickers se realizaron en muestras pulidas sin ataque químico utilizando un microdurómetro Wilson Hardness Tukon 1202. Micrografías ópticas de la microestructura de la aleación Al-Mg-Si-0,14%La en estado de colada y luego de procesada por ECAP se presentan en la Figura 1(b-f). La mayoría de los granos en la muestra inicial son equiaxiales con un promedio de tamaño de grano de 213,6 μm y aspecto de radio de 1,96. Con el primer pase por el ECAP los granos permanecen razonablemente equiaxiales con poco incremento en el aspecto de radio (2,74) pero con una disminución apreciable del tamaño de grano de 213,6 μm a 151,0 μm ; con el segundo pase el tamaño de grano se redujo a 127,0 μm con incremento en el aspecto de radio (5,19), se observa una estructura de bandas consistente de granos alargados y de límites de grano relativamente paralelos unos de otros con tendencia a inclinarse hacia la dirección del plano de corte. Después del tercer pase el tamaño y el aspecto de radio de los granos elongados en la estructura de bandas disminuye a 106,8 μm y 4,16 respectivamente, se sigue observando direccionalidad en las bandas y comienzan a observarse granos de límites curvos parecidos a los del primer pase. Cuando el material se somete a mayor deformación (cuarto pase) ocurre la mayor reducción en el tamaño de grano (75,5 μm) casi un tercio con respecto al tamaño de grano inicial; la estructura de banda se distorsiona considerablemente y se aprecian zonas de granos individuales de límites curvos con un aspecto de radio de 2,71 semejante a la del primer pase (2,74) sugiriendo que la estructura tiende a formar granos relativamente equiaxiales en concordancia con las predicciones teóricas en cuanto al restablecimiento de una estructura equiaxial de granos refinados cada cuatro pases usando la ruta B_C [4]. El promedio de las medidas de microdureza Vickers realizadas en cada una de las probetas procesadas se presenta en la Figura 2, en la que se observa un incremento de la dureza de 1,5 veces con respecto al material sin deformar. A partir de allí, el aumento de la dureza no fue tan pronunciado, observándose un efecto de saturación después del

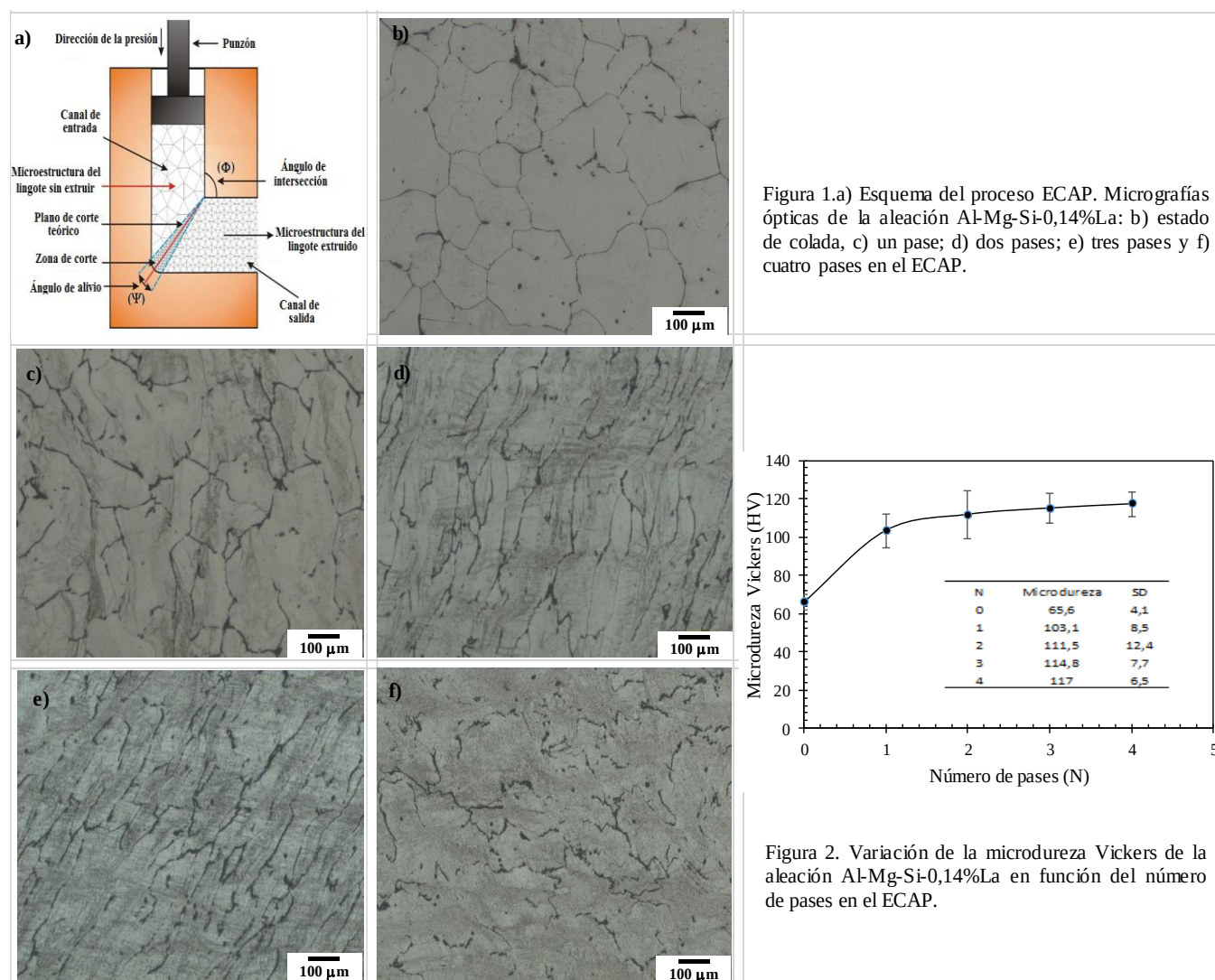
segundo pase. Estos resultados muestran que la extrusión por presión en canal angular de sección constante conduce a un importante refinamiento de grano con una mejora en la microdureza del material que puede deberse al fortalecimiento microestructural de acuerdo con la relación Hall-Petch.

REFERENCIAS

- [1] Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V., (2000). Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*.45(2): 103-189.
- [2] Segal V.M., (1996). Plastic deformation of crystalline materials. Patent United States 5513512 A.
- [3] Segal V.M., (1999). Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. *Materials Science and Engineering A*. 271(1-2):322-333.
- [4] Langdon T. G, Furukawa M, Nemoto M, Horita Z., (2000). Using equal channel angular pressing for refining grain size. *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*. 52(4): 30-33.

AGRADECIMIENTOS:

Al Instituto de Investigaciones Metalúrgicas y de Materiales de CVG-Sidor, Puerto Ordaz.



EVALUACIÓN DE ESPESORES DE RECUBRIMIENTOS EN ACERO CROMADO Y ACERO ESTAÑADO MEDIANTE EDX Y SIMULACIONES DE MONTE CARLO

Carlos Rojas (1) y Victor Salazar (1)

(1) Centro de Microscopía Electrónica y Escuela de Física, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, VENEZUELA.
Email: carlosrojas1@gmail.com

En Venezuela se fabrican láminas de acero cromado y de acero estañado, las cuales son típicamente usadas para el enlatado de alimentos. Ambas se fabrican mediante deposición electroquímica sobre láminas de acero, siendo las capas de Cr bastante delgadas (~ 20 nm) y las de Sn más gruesas (~ 500 nm). En el presente trabajo se propone un método para determinar el espesor de las capas de Cr y las de Sn mediante la adquisición de espectros por dispersión de energías (EDX) a dos inclinaciones de la muestra y el uso de simulaciones de Monte Carlo (MC) para generar espectros EDX. En la Figura 1 se presentan simulaciones de trayectorias electrónicas en una muestra consistente de un sustrato del material B recubierto por una capa delgada del material A, a) a incidencia normal y b) con la muestra inclinada. Un espectro EDX mostraría Rayos-X característicos tanto del sustrato B como de la capa A, con intensidades I_A e I_B . Si definimos la fracción espectral de A, $fe(A)$, como el cociente $I_A/(I_A+I_B)$, entonces en la muestra inclinada la fracción espectral de A sería mayor que en la muestra sin inclinación, tal como puede deducirse por el mayor número de trayectorias electrónicas dentro de la capa de la Figura 1b). Esto puede apreciarse en los espectros experimentales mostrados en la Figura 2, correspondientes a tres inclinaciones de una muestra de acero cromado, en los que la señal de Cr (en rojo) aumenta notablemente con la inclinación. El programa de análisis de espectros EDX de libre acceso, NIST DTSA-II, desarrollado por Nicholas Ritchie [1], permite simular espectros EDX bajo condiciones muy similares a las del experimento real, adaptados al tipo de muestra que aquí consideramos, usando simulaciones de Monte Carlo. Usando el NIST DTSA-II mostramos en la Figura 3a) un espectro simulado de acero con una capa de Cr de 40 nm de espesor, obtenido con un haz de 10 keV a incidencia normal y en la Figura 3b) un espectro de acero con una capa de Sn de 350 nm, obtenido con un haz de 25 keV, también a incidencia normal. El programa permite simular espectros a diferentes inclinaciones de la muestra. Los picos en color rojo corresponden al material del recubrimiento y los de color azul al Fe del sustrato. Para el caso del acero cromado, con un haz de electrones de 10 keV, se calcularon las fracciones espectrales $fe(Cr, 0^\circ)$ y $fe(Cr, 60^\circ)$ a partir de los espectros simulados para diferentes espesores, tanto a incidencia normal como con la muestra inclinada 60° . Si graficamos el producto de las fracciones espectrales a 0° y a 60° , $fe(Cr, 0^\circ) \cdot fe(Cr, 60^\circ)$, como función del espesor de la capa de Cr, obtenemos la gráfica 4a). La dependencia obtenida puede ser muy bien ajustada, usando el programa ORIGIN, por una curva sigmoide muy sensible al espesor, la cual puede ser usada para determinar el espesor si se adquieren los espectros a 0° y 60° de inclinación y se calcula el producto de las fracciones espectrales de Cr. Para el caso del acero estañado se utilizarían los resultados de la Figura 4b), adquiriendo los espectros EDX a 0° y a 60° de inclinación, usando una energía de 25 keV, debido al mayor espesor de los recubrimientos de Sn. Este sencillo método de determinación de espesores puede ser útil para el control de calidad en la producción de láminas o latas de acero cromado y de acero estañado.

REFERENCIAS

[1] "Spectrum Simulation in DTSA-II". Nicholas W.M. Ritchie. *Microsc. Microanal.* 15, (2009): 454–468.

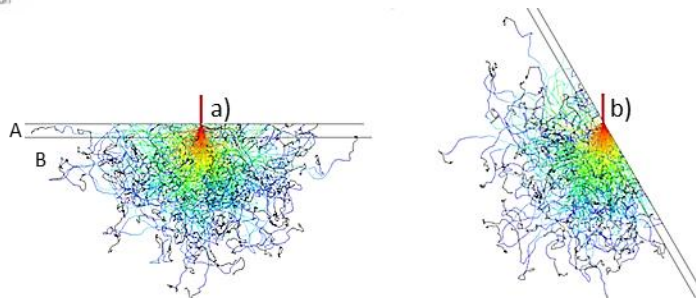


Figura 1. Simulación de MC de trayectorias electrónicas en acero cromado. a) lámina horizontal. b) lámina inclinada.

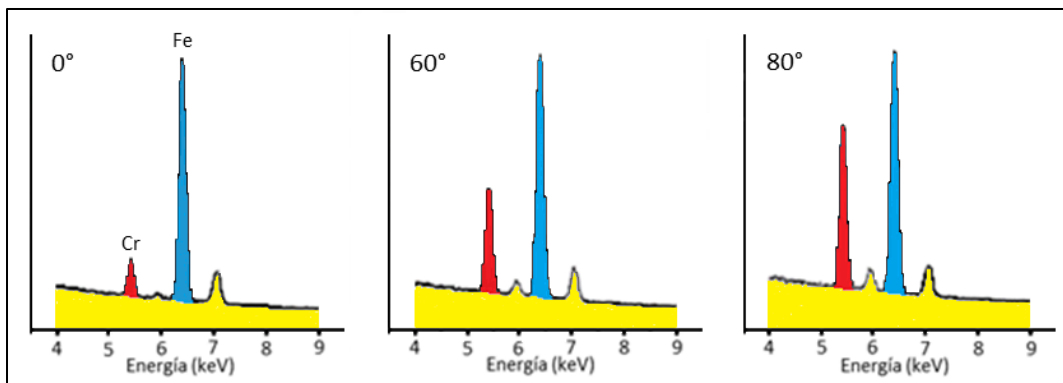


Figura 2. Espectros experimentales EDX de una lámina de acero cromado con diferentes inclinaciones (0°, 60 ° y 80°).

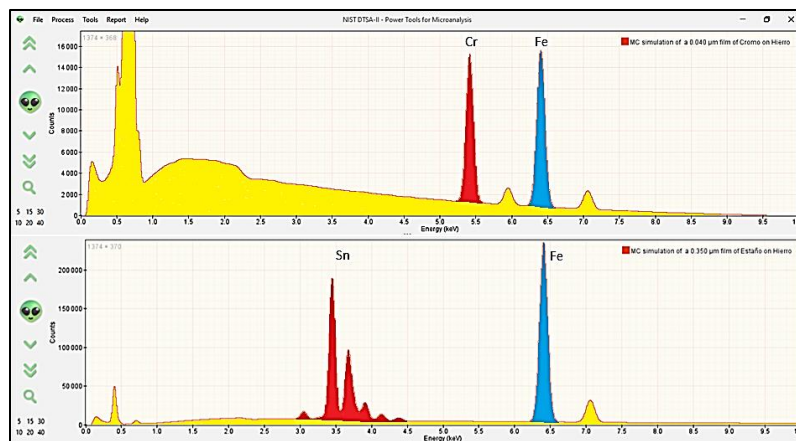


Figura 3. Simulaciones de MC de espectros EDX de a) una lámina de acero cromado y de b) una lámina de acero estañado.

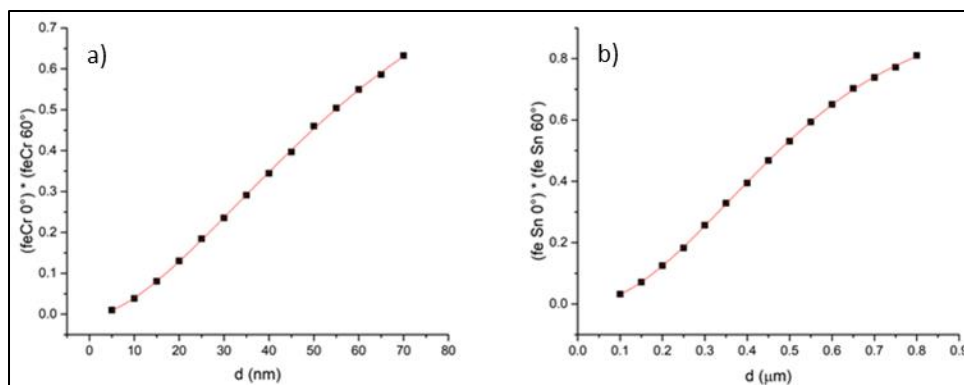


Figura 4. Producto de fracciones espectrales como función del espesor del recubrimiento. a) Cr/Fe. b) Sn/Fe.

SINTESIS DE GRAFENOS BIOGÉNICOS MODIFICADOS CON NANOPARTÍCULAS DE COBRE Y ZINC: PROPIEDADES ÓPTICAS Y ESPECTRÓSCOPICAS

Sinaí Ortega y Jimmy Castillo

Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Laboratorio de Espectroscopia Láser
Email: tequenvalen88@gmail.com

El grafeno es un material en dos dimensiones compuesto de átomos de carbono dispuestos en una estructura hexagonal que poseen una hibridación sp^2 . Desde el redescubrimiento del grafeno en 2004 por André Gueim y Konstantín Novosiólov (2), los esfuerzos por conocer y aprovechar las propiedades de este material han crecido de manera exponencial los últimos años, ofreciendo soluciones a numerosas problemáticas que se enfrenta la humanidad hoy día (1), que van desde el sector tecnológico hasta medicinal. Actualmente existen un gran número de rutas sintéticas para la obtención de los grafenos, desde la exfoliación mecánica del grafito hasta la exfoliación química del óxido de grafeno (3). El objetivo de este estudio consiste en la obtención de grafenos a partir de material biogénico (3), modificados con nanopartículas (Nps) de Cobre y Zinc. Para la modificación se utilizó la técnica de impregnación partiendo de las sales de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ y $Zn(O_2CCH_3)_2$, se realizaron dispersiones de las Nps en solución para posteriormente añadirlos a los grafenos previamente sintetizados. Por otro lado la caracterización se realizó a través, dispersión dinámica de la luz (DLS), espectroscopia infrarroja (IR), espectroscopia Raman, espectroscopia UV-Visible, medidas de carbono total, Microscopia electrónica de Barrido (MEB), microscopia de fuerza atómica (AFM). Dichas técnicas permiten conocer la morfología, tamaño y propiedades de los grafenos obtenidos bajo estas condiciones y compararlas con los grafenos modificados con Nps. A través de las distintas técnicas de caracterización se determinó que el porcentaje de carbono de los grafenos obtenidos en estas condiciones fue de 41, 986%, lo cual indica que el producto obtenido es grafeno parcialmente oxidado, y es consistente con los resultados obtenidos por espectroscopia IR. A través de microscopio de fuerza atómica fue posible observar el material y determinar que el grosor de las láminas obtenidas fue de aproximadamente 2 nm (figura 2). Los diámetros hidrodinámicos de las Nps de Cu sintetizadas varían entre 5 a 40 nm (figura 1.a) mientras que la espectroscopia de UV-Visible mostraba una banda de absorción a 750 nm para estas nanopartículas. De acuerdo a los resultados obtenidos, el grafeno sintetizado está parcialmente oxidado, con grupos CO y OH en su estructura, y las nanopartículas de cobre están asociadas al grafeno a través de esos grupos.

REFERENCIAS

- [1] Md Islam, Sadman Ahmed, Moshir Rashid, and Md Akanda. Mechanical and thermal properties of graphene over composite materials: A technical review. *Journal of Materials Synthesis and Processing*, 3:19–30, 03 2019. doi: 10.7494/jcme.2019.3.1.19.
- [2] K. S. Novoselov, A. K. Geim, S. V. Morozov, D. Jiang, Y. Zhang, S. V. Dubonos, I. V. Grigorieva, and A. A. Firsov. Electric field effect in atomically thin carbon films. *Science*, 306(5696):666–669, 2004. doi: 10.1126/science.1102896, London, Imperial College Press, pp. 135.
- [3] Mohammad Shafri Ismail, Norhaniza Yusof, Mohd Zamri, Mohd Yusop, Ahmad Ismail, Juhana Jaafar, Farhana Aziz, and Zulhairun Abdul Karim. Synthesis and characterization of graphene derived from rice husks. volume 15, 07 2019. doi: 10.11113/mjfas.v15n4.1228

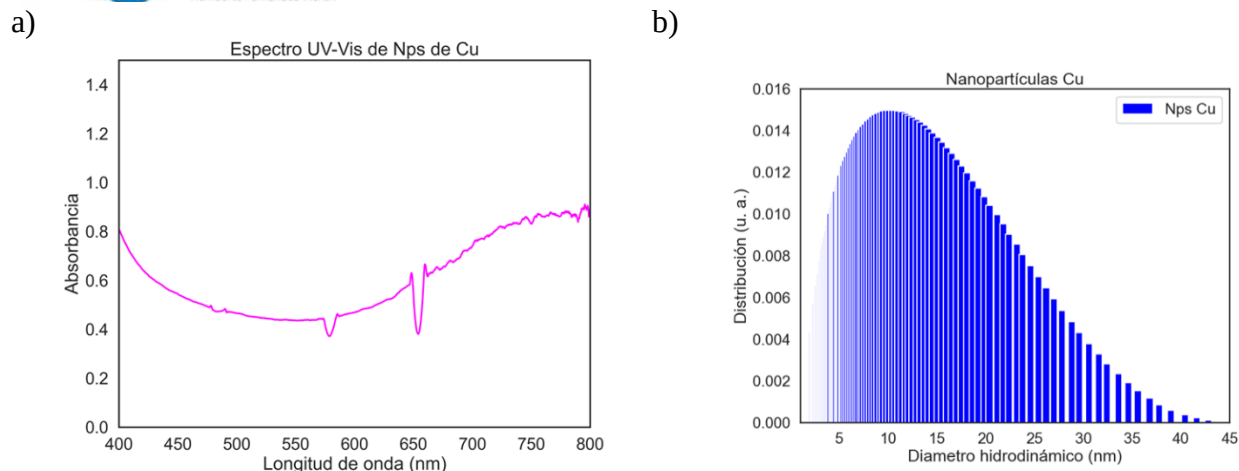


Figura 1: (1.a) Espectro UV-Visible de Nps de Cu (1.b) Dispersión dinámica de la Luz Cu

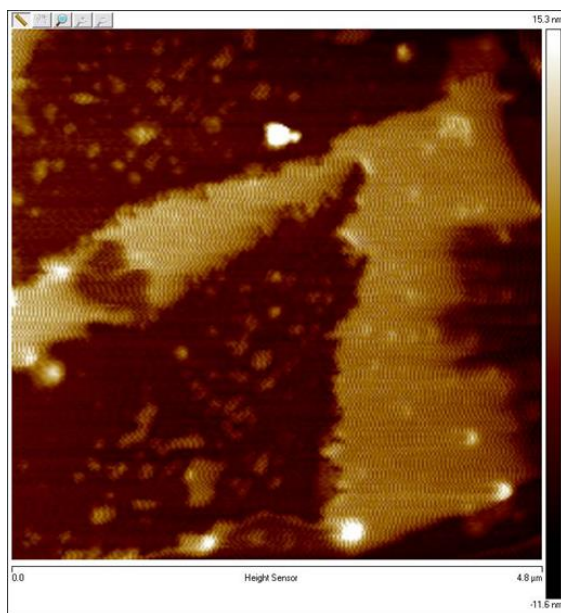


Figura 2: Micrografías obtenidos de grafeno obtenidas a partir de AFM

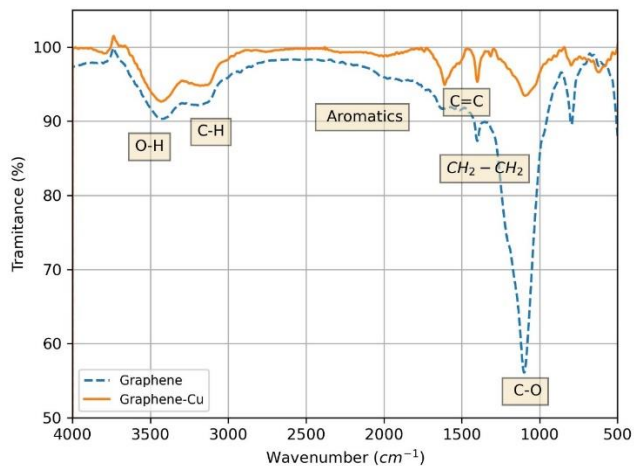


Figura 3. IR de grafenos y grafenos modificados con Nps de Cu

ESTUDIO DE DEGRADACIÓN EN ÁLABES DE PRIMERA ETAPA RENE® 77 DE TURBINA A GAS EXPUESTO A DIEZ MIL HORAS DE SERVICIO

Yrané Salerno (1), Akalia Suárez (1), Gladys Navas (1), Luis Martínez (1), Daniel Rodríguez (1)

(1) IUTFRP/UNETRANS. Dpto. de Tecnología de Materiales, KM8 Panamericana, Las Salías, Edo Miranda-Venezuela.
Email: yrane.maria@gmail.com

Una turbina de gas es una turbo máquina térmica capaz de convertir la energía térmica de un fluido en energía mecánica, hacia una mayor eficiencia operativa, y funciona a temperaturas estimadas de 1000 a 1500°C. Durante las últimas décadas, las temperaturas de funcionamiento de los motores de turbina de gas han aumentado para incrementar la potencia y eficiencia. Sin embargo, a altas temperaturas, debido a las extremas condiciones de operación, al tipo y calidad del combustible utilizado se afecta la resistencia mecánica y química del material. Estas condiciones de operación muy severas, provocan degradación (termofluencia, corrosión, oxidación, fatiga y erosión) en los alabes fijos y rotatorios, en los cuales se estima una vida de diseño entre 30-40.000 h. El daño incluye grietas en el borde de salida del alabe, pandeo y riesgo de falla del alabe [1]. La superaleación base de níquel René 77, se utiliza para elementos críticos como alabes o los discos de las turbinas a gas industriales como en este caso, en la primera etapa de una turbina de generación eléctrica, la turbina GE MS 7000 1B. Este tipo de alabe se fabrica mediante el método de fundición a cera perdida, que se utiliza en la producción de piezas de alta calidad [3]. En este trabajo se presenta el estudio microestructural de alabes de primera etapa Rene 77, ver Tabla 1, con tratamiento térmico de rejuvenecimiento, que, a las 10.000 horas de servicio, en inspección boroscópica de rutina se detectó agrietamiento superficial. En esta etapa de la turbina los alabes presentan sistema de enfriamiento para preservar su integridad y está constituida por 100 alabes, por lo que se requiere estudiar el mecanismo de agrietamiento presente en los alabes inspeccionados para así corroborar si los restantes pueden seguir en funcionamiento, ser recuperados o reemplazados. Se llevaron a cabo varias evaluaciones, incluida la inspección macroscópica y visual de la superficie exterior del alabe y evaluación microestructural y química por MEB-EDS de muestras extraídas en la zona más caliente, (hoja, y zona de agrietamiento, muestras 2, 61, 62 hasta la raíz, zona más fría muestras 8 y 9 y representativa de una microestructura con menor degradación. Los resultados obtenidos muestran una degradación significativa que afecta la estabilidad microestructural a lo largo de toda la estructura del alabe. Figuras 1, 2 3, 4 y 5, en las cuales se evidencia una morfología similar: las fases principales presentes definida matriz gama γ , gama prima (γ') fase intermetálica basada en $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ en forma cuboidal y carburos primarios del tipo MC corresponden a Ti y Mo, y los carburos secundarios, corresponden a precipitados de Cr, como de Mo en los límites de grano. El engrosamiento de la fase γ' provocó un cambio en su morfología, que afecta las propiedades mecánicas, puesto que la fase γ' actúa como barrera al movimiento de dislocación retardando la termofluencia, por lo que la resistencia a este mecanismo disminuyó significativamente. Se observa que el agrietamiento, Figura 3, se origina desde el borde externo por coalescencia de micro grietas en el borde de grano agravado por una alta oxidación, típico de termofluencia.

REFERENCIAS

- [1] Saravanan, R. and Karuppasamy, M. Structural Stability Investigation on Nickel Alloy 901 and Rene 77 made Gas Turbine Guide Vanes with Impingement Cooling. International Journal of Engineering Trends and Technology. Vol. 47, No. 6, pp. 364-368, May 2017. DOI 10.14445/22315381/IJETT-V47P260
- [2] Rajni Dewangan, et al. Gas Turbines Blades. A Critical Review of failure on First and Second Stages. International Journal of Mechanical Engineering and Robotics Research, Vol. 4, No. 1, pp. 216-223 January 2015.
- [3] M. Zielńska, et al. Surface Modification, Microstructure and Mechanical Properties of Investment Cast Superalloy. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. Vol. 35. Issue 1, pp. 55-62, 1 July, 2009.

AGRADECIMIENTOS

Profesores pertenecientes al laboratorio de Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) y Metalografía de IUT-RC/UNETRANS. Dpto. de Tecnología de Materiales, así como al Lic. Gleen Enrique Rodríguez Carrasco, Sección de Microscopia Electrónica, Laboratorio E, Universidad Simón Bolívar, Caracas, Venezuela.

Tabla 1. Composición Química Rene 77

Elemento	Al	Cr	Co	Mo	Ti	Si	C	Ni
wt. %	4.30	14.76	15.18	4.20	3.30	0.02	0.08	Bal.

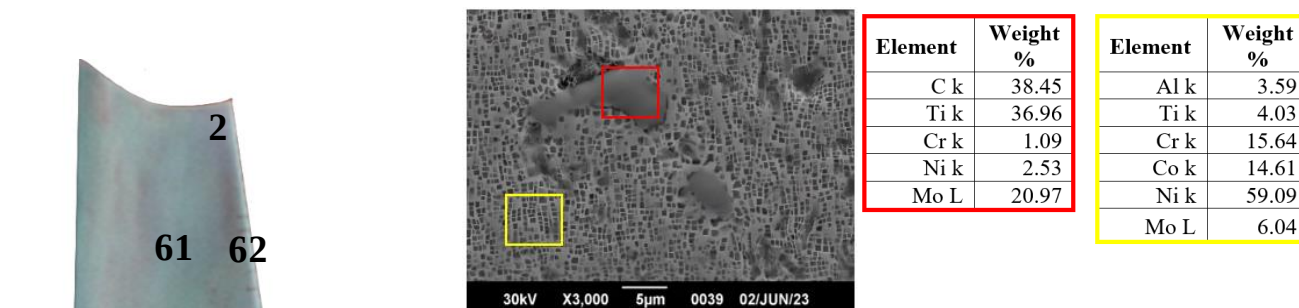


Figura 1. Muestra 2 - Rene 77. Análisis microestructural y químico. MEB-EDS. 3000x.

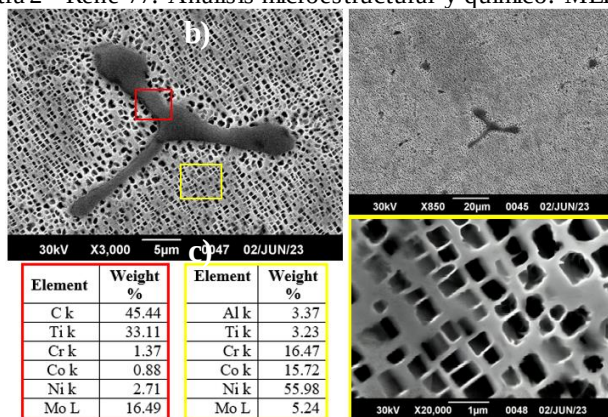


Figura 2. Muestra 61 - Rene 77. Análisis microestructural y químico. MEB-EDS
a) 3000x, b) 850x, c) 20000x

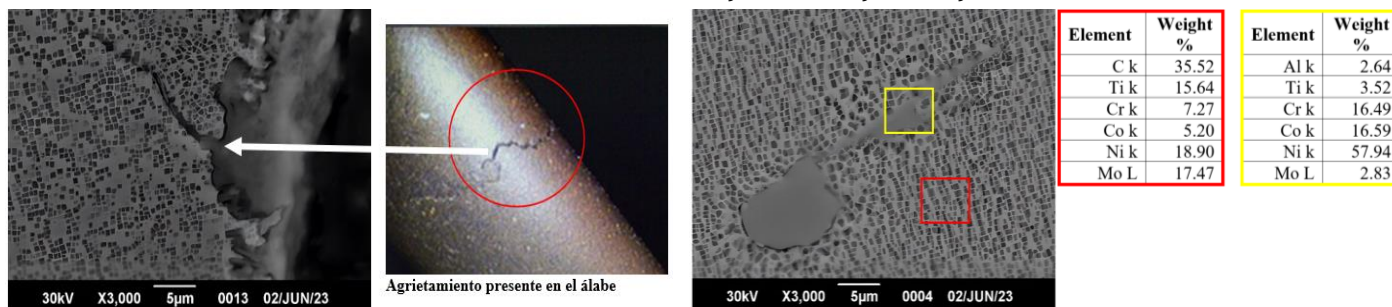


Figura 3. Muestra 62 - Rene 77. Análisis microestructural y químico en la zona de agrietamiento. MEB-EDS. 3000X.

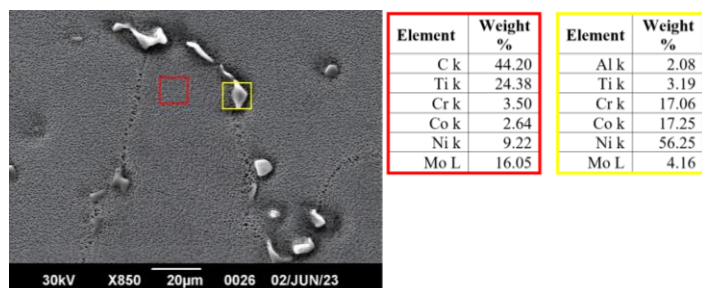


Figura 4. Muestra 8 - Rene 77. Análisis microestructural y químico. MEB-EDS. 850X.

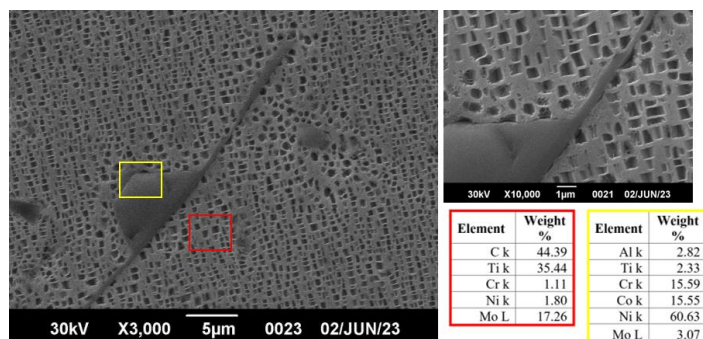


Figura 5. Muestra 9 - Rene 77. Análisis microestructural y químico. MEB-EDS. 3000X.

SINTESIS Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE MICROBARRAS DE Ag_2MoO_4

José Luis Villegas (1), Yeni Sánchez-León (1), Leonardo Vivas (2)

- (1) Laboratorio de Física de la Materia Condensada Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Laboratorio de Física de la Materia Condensada. Caracas-Venezuela.
- (2) Universidad Técnica Federico Santa María, Departamento de Ingeniería Eléctrica. Av. Vicuña Mackenna 3939. Santiago, Chile.

Email: leonardo.vivas@usm.cl

Los semiconductores indirectos Ag_2MoO_4 , han generado interés desde el punto de vista científico y tecnológico en aplicaciones fascinantes como lubricantes de alta temperatura, sensores, materiales luminiscentes, conductores vítreos iónicos y fotocatalisis todo esto por sus excelentes propiedades electrónicas, ópticas y eléctricas satisfactorias [1]. Estas características lo posicionan como un buen candidato en aplicaciones de supercondensadores. Se ha demostrado que los cristales de Ag_2MoO_4 se forman en dos fases características: una fase beta (β) más estable con una estructura cúbica similar a la espinela y un grupo espacial ($\text{Fd}\bar{3}\text{m}$), y una fase alfa (α) metaestable con una estructura tetragonal y un grupo espacial (P4_122). Para este trabajo se realizó la síntesis de microcristales de Ag_2MoO_4 mediante el método hidrotérmico a 150 °C por 12 horas. Los microcristales obtenidos fueron caracterizados estructuralmente mediante la difracción de rayos X (XRD), utilizando un difractómetro de polvo XRD-Shimadzu 6000 (radiación $\text{Cu-K}\alpha$, 40 kV y 30 mA). Las caracterizaciones microestructurales se realizaron utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM Zeiss a 30 kV). En la Fig. 1 se muestra el patrón de difracción de rayos X de microcristales de Ag_2MoO_4 . La muestra tiene los picos característicos de una estructura cúbica de tipo espinela con el grupo espacial ($\text{Fd}\bar{3}\text{m}$) correspondiente a la fase $\beta\text{-Ag}_2\text{MoO}_4$, como fase mayoritaria. Esto se verificó con la base de datos de difracción ICSD No. 36187. Además, se observa la aparición de algunos picos adicionales que pueden asociarse a fases minoritarias de óxidos de Mo y Ag. En la figura 2 se observan las micrografías de los cristales de Ag_2MoO_4 con distintos grados de magnificación. En la figura 2a observamos barras que corresponden a los cristales de $\beta\text{-Ag}_2\text{MoO}_4$ y cúmulos de material en forma cuasi esférica que corresponden a fases secundarias presentes en la muestra, posiblemente sean aglomeraciones de MoO_2 o Ag_2O como fases minoritarias observadas en la difracción de rayos-X. A medida se aumenta la magnificación se observa claramente las formas de las barras de $\beta\text{-Ag}_2\text{MoO}_4$ con diámetros promedios entre 320 nm y 640 nm. Nuestro método de síntesis nos permite obtener cristales más uniformes y limpios o con la menor cantidad de fases secundarias no deseadas.

REFERENCIAS

- [1] E.A.C. Ferreira, N.F. Andrade Neto, A.A.G. Santiago, C.A. Paskocimas, M.R.D. Bomio & F.V. Motta (2020). Synthesis and characterization of $\alpha\text{-Ag}_2\text{MoO}_4/\beta\text{-Ag}_2\text{MoO}_4$ heterostructure obtained by fast and simple ultrasonic spray pyrolysis method at different temperatures. Journal of Materials Science: materials in Electronics. Volume 31 pp 4271-4278.
- [2] Ng, C.H.B., Fan, W.Y., 2015. Uncovering Metastable $\alpha\text{-Ag}_2\text{MoO}_4$ phase under ambient conditions. overcoming high pressures by 2,3- bis(2-pyridyl)pyrazine doping. Cryst. Growth Des. 15, 3032–3037
- [3] Giancarlo da Silva Sousa, Francisco Xavier Nobre, Edgar Alves Araújo Júnior, Julio Ricardo Sambrano, Anderson dos Reis Albuquerque, Rosane dos Santos Bindá, Paulo Rogério da Costa Couceiro, Walter Ricardo Brito, Laécio Santos Cavalcante, Maria Rita de Moraes Chaves Santos, José Milton Elias de Matos (2018). Hydrothermal synthesis, structural characterization and photocatalytic properties of $\beta\text{-Ag}_2\text{MoO}_4$ microcrystals: Correlation between experimental and theoretical data. Arabian Journal of Chemistry (2020) 13, 2806–2825

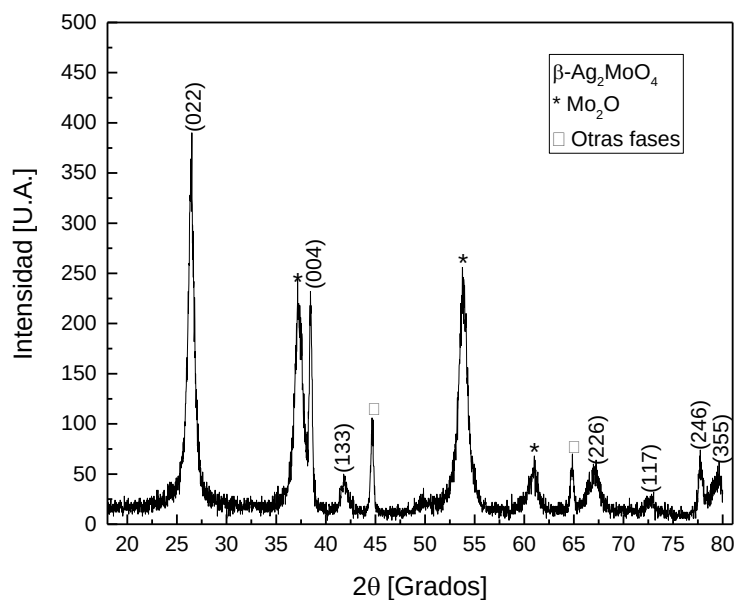


Fig. 1. Patrón de difracción de Rayos X de Ag_2MoO_4 .

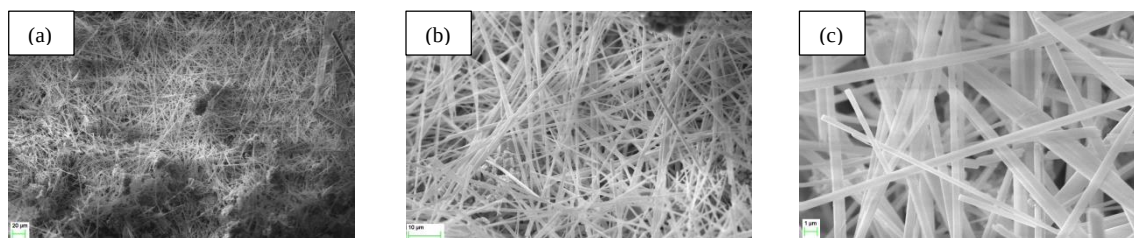


Fig. 2. Imágenes de microscopía electrónica de barrido de Ag_2MoO_4 con diferentes magnificaciones.

AVANCES EN LA FABRICACIÓN DE BIOCOMPUESTOS ELECTROHILADOS DE QUITOSANO/PVA CON NANOPARTÍCULAS DE SÍLICE Y NANOCRISTALES DE CELULOSA

Ray Arteaga (1), Jimmy Catillo (1), María Rodríguez (2), Manuel Fermín (2), José Martínez (1), Daniela Nogales (1).

- (1) Laboratorio de Espectroscopia Laser, Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas. (2) Laboratorio de Productos Naturales, Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas.

*ray.arteaga1@gmail.com

En la búsqueda constante de alternativas sostenibles y respetuosas con el medio ambiente, los biocompuestos han surgido como una solución prometedora en diversas aplicaciones médicas, farmacéuticas alimentarias e industriales. En este contexto el presente trabajo se centra en el desarrollo de biocompuestos electrohilados de quitosano/PVA reforzados con nanopartículas de sílice y nanocristales de celulosa para futuras aplicaciones en el transporte de compuestos bioactivos. El quitosano, un polímero natural derivado de la quitina, se ha utilizado ampliamente en diversas aplicaciones debido a su biocompatibilidad, biodegradabilidad y propiedades antimicrobianas. El PVA (alcohol polivinílico), por otro lado, es un polímero sintético soluble en agua con excelentes propiedades de formación de película. La combinación de estos dos polímeros puede dar lugar a biocompuestos con propiedades mejoradas. Además, la incorporación de nanopartículas de sílice y nanocristales de celulosa puede mejorar aún más las propiedades mecánicas y térmicas de estos biocompuestos, ampliando así su gama de aplicaciones potenciales. En este estudio, exploramos el proceso de desarrollo de estos biocompuestos y examinamos su aplicabilidad en la creación de películas con compuestos bioactivos. En primer lugar, se preparó una solución de alcohol polivinílico (PVA) al 10% en una mezcla de etanol y agua en una proporción de 40%. Paralelamente, se preparó una solución de quitosano al 3% en ácido acético al 5%. Las soluciones de PVA y quitosano se mezclaron en una proporción de 30/70. Es importante asegurarse de que las soluciones se mezclen completamente para obtener una solución homogénea. A continuación, se incorporaron nanopartículas de sílice (Nps) en una concentración de 0,1% p/p a la solución de PVA y quitosano. Se prepararon tres variantes de esta solución: una con Nps de sílice, otra con Nps de sílice marcadas con rodamina, y la última con nanocristales de celulosa, todas a una concentración de 0,1%. Finalmente, las soluciones se sometieron al proceso de electrohilado para obtener las nanofibras de quitosano/PVA con Nps de sílice y nanocristales de celulosa. En la primera etapa de este estudio, hemos logrado con éxito la fabricación del equipo de electrohilado. Este avance nos ha permitido obtener fibras ultrafinas a partir de soluciones de PVA, un paso esencial en la preparación de biocompuestos electrohilados de quitosano/PVA. Hemos explorado el desarrollo de biocompuestos electrohilados de quitosano/PVA reforzados con nanopartículas de sílice y nanocristales de celulosa. Nuestros resultados preliminares indican que es necesario optimizar los parámetros del proceso de electrohilado, como el voltaje, la distancia entre los electrodos, la velocidad de flujo de la solución y las condiciones ambientales, para obtener fibras de alta calidad y con las propiedades deseadas. Además, es importante realizar pruebas y caracterizaciones adicionales para confirmar las propiedades y el rendimiento de las nanofibras obtenidas.

REFERENCIAS

- [1] Roberto Castro-Muñoz, Mohammad Saeed Kharazmi, Seid Mahdi Jafari, Chitosan-based electrospun nanofibers for encapsulating food bioactive ingredients: A review, *International Journal of Biological Macromolecules*, Volume 245, 2023, 125424, <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.125424>.

- [2] Arbanah Muhammad, Alemayehu Kidanemariam, Dabin Lee, Thi-Thuy Duong Pham, Juhyun Park, Durability of antimicrobial agent on nanofiber: A collective review from 2018 to 2022, Journal of Industrial and Engineering Chemistry, Volume 130, 2024, Pages 1-24, <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2023.09.032>.
- [3] Mata, G.C.d.; Morais, M.S.; Oliveira, W.P.d.; Aguiar, M.L. Composition Effects on the Morphology of PVA/Chitosan Electrospun Nanofibers. *Polymers* **2022**, *14*, 4856. <https://doi.org/10.3390/polym14224856>

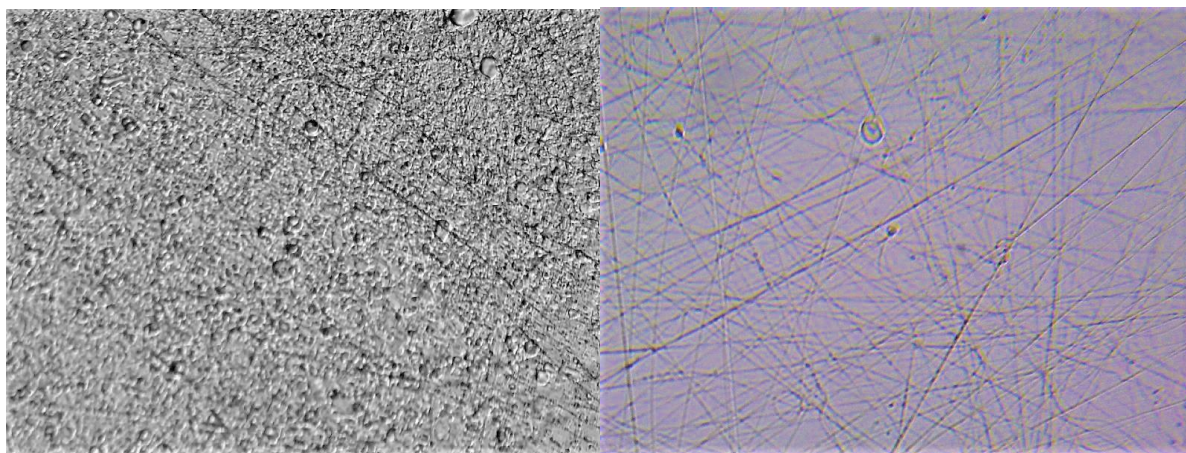


Figura 1. Electrohilado solución PVA 10%. Micrografías microscopio óptico (izq) aumento 4x, (der) aumento 10x

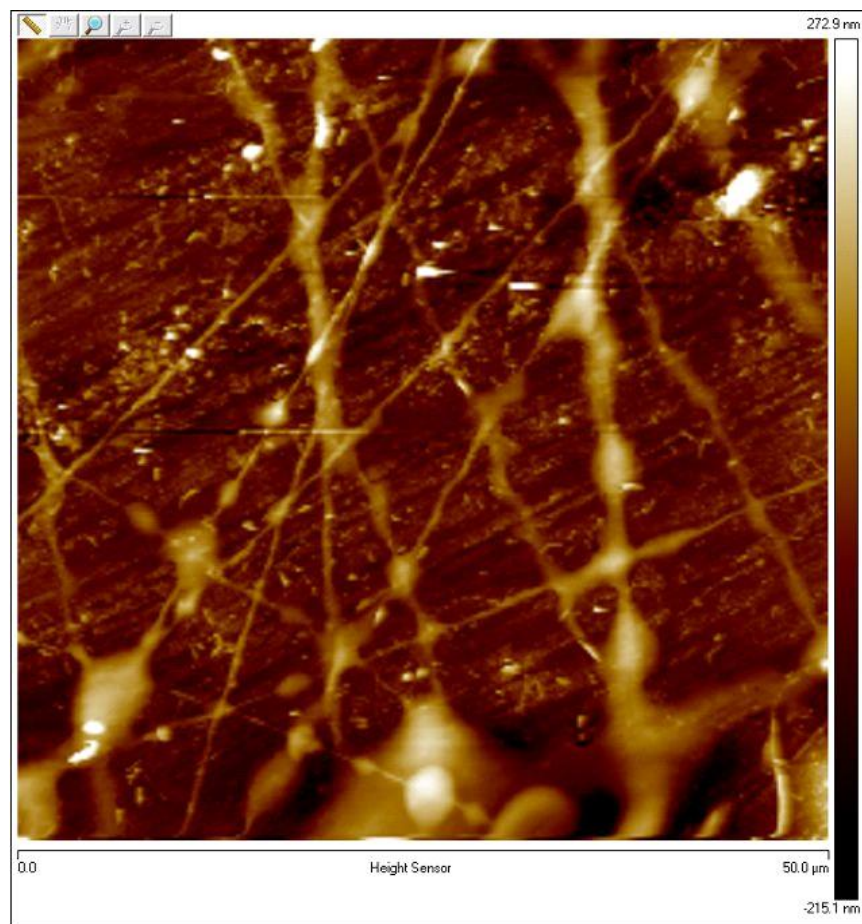


Figura 2. Electrohilado solución PVA 10%. Micrografía AFM

CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS Fe/PCL MEDIANTE MICROSCOPIA DE FUERZA MAGNÉTICA (MFM)

Joszaira Lárez (1), Carlos Rojas (2) y Humberto Rojas (2)

- (1) Escuela de Física, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.
- (2) Centro de Microscopía Electrónica y Escuela de Física, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.

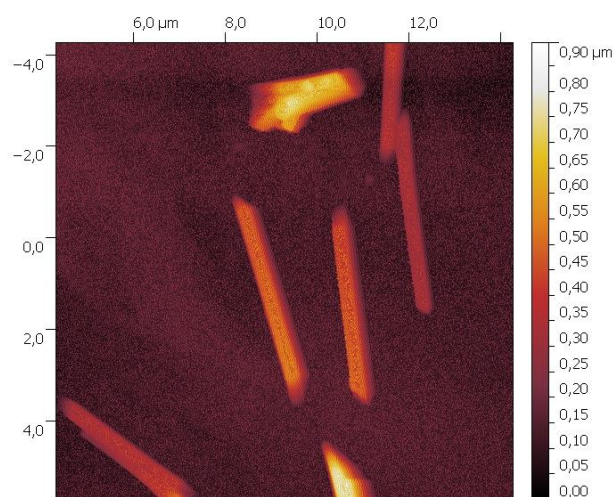
Email: humberto.rojas@gmail.com

La síntesis de materiales compuestos conformados por partículas metálicas incorporadas a matrices poliméricas despierta gran interés debido a la posibilidad de múltiples aplicaciones que presentan estos materiales, aprovechando las propiedades específicas de ambos componentes, además de las que aparecen a causa de la interacción entre los mismos. Para la elaboración de las muestras aquí estudiadas se diseñó y construyó un dispositivo termo-mecánico con control computarizado, adaptado a una cámara de Pulverización Catódica con Magnetron DC, con el objeto de fundir polímeros “in situ” e incorporarles las partículas metálicas provenientes de la pulverización [1]. Por otra parte, la caracterización mediante técnicas de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) [2] permite obtener información no sólo acerca de la topografía de la muestra, sino también mediante una serie de técnicas asociadas, acerca de la distribución espacial en su superficie de diversas propiedades físicas. En particular, la Microscopía de Fuerza magnética (MFM) [3] nos permite hacer un mapeo del comportamiento magnético local de los componentes de la muestra bajo estudio. La configuración más común del AFM utiliza un brazo o cantiléver con una punta muy afilada en su extremo, la cual es utilizada para barrer línea a línea la superficie de la muestra. Cuando la punta se acerca a la superficie, las fuerzas que existen entre ella y los átomos superficiales producen la deflexión del cantiléver. Esta deflexión constituye una medida de las fuerzas de interacción punta-muestra y puede ser detectada mediante un sistema óptico. En una variante de este procedimiento, el cantiléver se hace oscilar cerca de su frecuencia natural y es la variación tanto de la amplitud como de la fase entre la excitación del cantiléver y la señal detectada, lo que sirve para determinar la interacción entre la punta y la muestra. Este modo de operación se conoce como el modo “tapping”. En la técnica MFM, la punta del cantiléver está recubierta con un material ferromagnético, el cual es magnetizado previamente a la medida, y cuya interacción con los constituyentes magnéticos de la muestra puede ser detectada también como una deflexión del cantiléver. Para aplicar esta técnica bajo el modo tapping, primero se obtiene una imagen topográfica de la muestra y luego el cantiléver es alejado de la superficie a una distancia donde el mismo no es afectado por interacciones de corto alcance. A esta distancia, se barre el cantiléver de forma que su base reproduce el perfil previamente obtenido de la imagen topográfica. De esta manera, cualquier deformación en el cantiléver es producto de fuerzas de largo alcance, en particular la magnética, permitiendo aislar los efectos de la topografía de aquellos debidos a la interacción magnética. La muestra estudiada se elaboró mediante la técnica arriba descrita, usando un cátodo de Fe metálico y 12 g de Policaprolactona (PCL) fundida a 70 °C. La pulverización se mantuvo durante 4 h, sobre la superficie de un cilindro impregnado del polímero fundido, rotando a 0.2 rpm. La muestra fue preparada para su observación por Microscopía de Fuerza Magnética (MFM) utilizando un microscopio AFM con una punta recubierta de Co-Cr. Esta preparación consistió en fundir la muestra en una estufa convencional, manteniéndola presionada entre dos láminas de silicio colocadas horizontalmente sobre uno de los polos de un imán, con el objetivo de atraer hacia una cara de la muestra el componente magnético (Fe) del material. Una vez apagada la estufa, la muestra se solidifica y se retira la lámina de silicio que estaba en contacto con el imán para luego llevarla al microscopio para su observación. En la figura 1(a) se muestra una imagen topográfica de la superficie de la muestra obtenida en modo tapping. En la figura 1(b) se presenta una reconstrucción tridimensional de la imagen 1(a). En ambas se evidencia la morfología de nanofilamentos presente en la muestra. Por su parte en la Figura 2 se presenta una imagen magnética de la misma muestra donde se pone de manifiesto el comportamiento magnético de la mayoría de los nanofilamentos

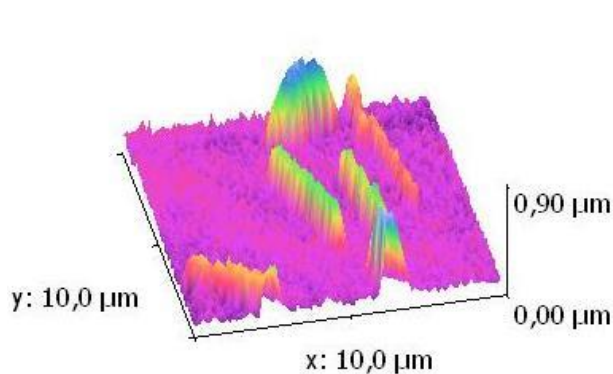
presentes. Estos últimos nanofilamentos se corresponden con los observados en las imágenes topográficas AFM, aunque son mucho más delgados, lo que parece indicar que los nanofilamentos de Fe pueden estar rodeados de una capa de óxido no magnético.

REFERENCIAS

- [1] Joszaira Lárez, Carlos Rojas, Luis Cortina, María Cristina Hernández. Elaboración de Nanocompuestos Metal-Polímero: Fe/PCL Rev. LatinAm. Metal. Mat. 2015; 35 (1): 78-85.
- [2] K. S. Birdi (2003), Scanning Probe Microscopes: Applications in Science and Technology CRC Press.
- [3] F.A. Ferri, M.A. Pereira-da-Silva and E.Marega Jr. Magnetic Force Microscopy: Basic Principles and Applications.



(a)



(b)

Figura 1: (a) Imagen AFM (topográfica) de la muestra Fe/PCL 4h. 0,2 rpm. (b) Reconstrucción 3D de la imagen topográfica de la muestra.

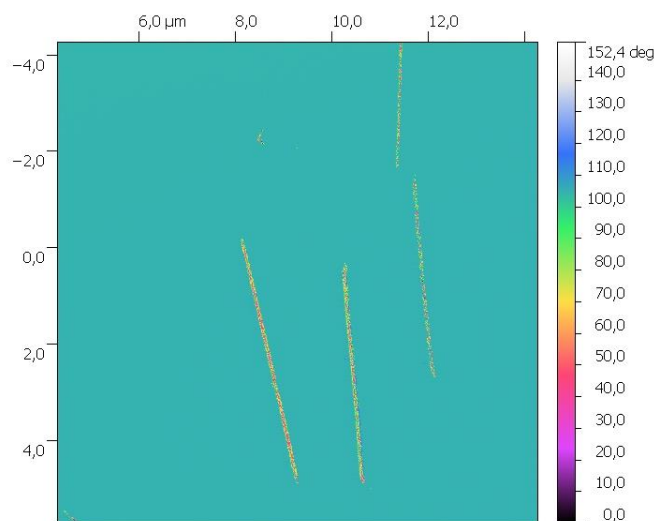


Figura 2: Imagen MFM (magnética) de la muestra Fe/PCL 4h. 0,2 rpm.

ESTUDIO DE DEFECTOS PRESENTES EN ALAMBRÓN DE ACERO BAJO CARBONO

Ervis Díaz (1), Gloria Basanta (1), Joan García (1), Yannellys Amundaraín (1), Maritza Barrera (1)

(1) Instituto de Investigaciones Metalúrgicas y de Materiales – SIDOR, Guayana, Venezuela.
Email: Ervisd2987@gmail.com

A fin de estudiar el origen de defectos superficiales de distintas tipologías, observados en rollos del producto alambroón de 12.5 mm de diámetro, provenientes del tren de Barras y Alambroón de SIDOR (ByA), se seleccionaron sectores representativos de rollos con defectos y de laminillas desprendidas a lo largo del proceso de laminación. Estas muestras de origen industrial, fueron fabricadas bajo la ruta tecnológica de fabricación de acero por Horno de Arco Eléctrico (EAF) con Colada Continua de palanquillas y posterior Laminación en Caliente en el tren de alambroón. Para su estudio se utilizaron técnicas de microscopía óptica (MO), microdureza y microscopía electrónica de barrido (MEB) acoplado con espectroscopía de energía dispersiva (EDS). Para la respectiva evaluación microestructural las muestras fueron preparadas por una secuencia estándar de desbaste y pulido, y posterior ataque con nital al 1.5 %. Los resultados evidencian que los defectos superficiales detectados, se originan por mecanismos de delaminación o separación de la superficie del alambroón en capas o laminillas, que durante el conformado en caliente adoptan distintas morfologías como Escamas, Pliegues, Colaminados y donde se desprenden se presenta en el borde del alambroón un Bajo Relieve, características que se ilustran en la figura 1. El análisis microestructural muestra que la periferia del Alambroón presenta descarburación de tipo parcial, alcanzando aproximadamente el 45% de la periferia y con profundidades de descarburación que alcanzan hasta las 700 μm en la zona cerca al defecto y de 250 μm en regiones alejadas al defecto; ésta pérdida de carbono en la superficie resulta en una estructura ferrítica con una microdureza menor que la matriz, explicando los cortes o fracturas interfaciales de las regiones descarburadas blandas con mayor deformación plástica respecto al resto del acero sin descarburación [1-3]. El origen de esta descarburación, se atribuye a que, en la superficie de las palanquillas durante el procesamiento en el horno de recalentamiento, por efecto combinado de las variables que intervienen en el horno como los son la temperatura, tiempos prolongados de recalentamiento y atmósfera oxidante. Otro aspecto relevado en la defectología evaluada es la presencia de óxidos de hierro subsuperficiales que se asocian a poros laminados, como ilustra la figura 2, los cuales se atribuyen a poros superficiales preexistentes en las palanquillas propiciados por la evolución de gases durante el proceso de colada continua [2,3], pudiendo los mismos representar caminos preferenciales para la propagación de las delaminaciones. Por su parte las laminillas evaluadas presentan características similares de descarburación y alteración de la morfología de los granos, como presencia de zonas de granos gruesos, granos finos y granos deformados producto de recristalización incompleta, lo que confirma el proceso de delaminación que ocurre en la superficie del acero a lo largo del proceso de laminación.

REFERENCIAS

- [1] Madías, J; Moreno, A & Genzano, C. Billet Defects: Pinhole and Bloholes Formation, Prevention and Evolution. Metallon - Argentina (2015).
- [2] Braganca, S; Vicenzi, J; Basegio, T & Lima, N. Reduction of the Hydrogen content in the continuous Casting of Steel. Researchgate-Brasil (2014)
- [3] Rothleutner, L. Understanding decarburization's fundamentals is vital to product performance. Metal Urgency (2019)

AGRADECIMIENTOS

Al laboratorio de Microscopía Electrónica de la Universidad Simón Bolívar, por el apoyo para la caracterización de las muestras consideradas, particularmente al Profesor Gleen Rodríguez.

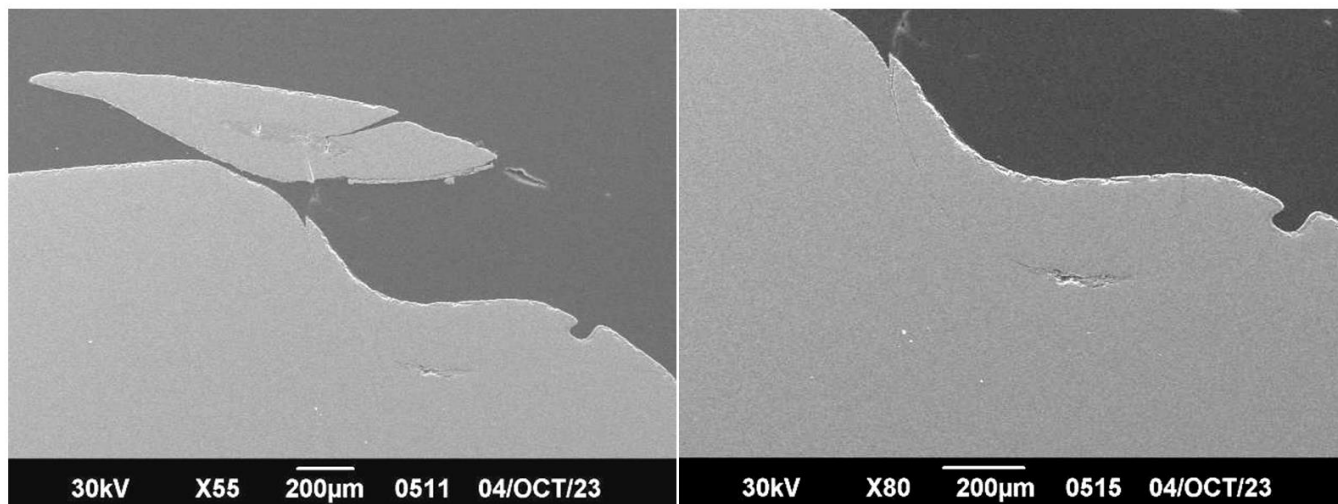


Figura 1: Microestructura de una de las Zonas con Defecto del tipo Escama, sección transversal.

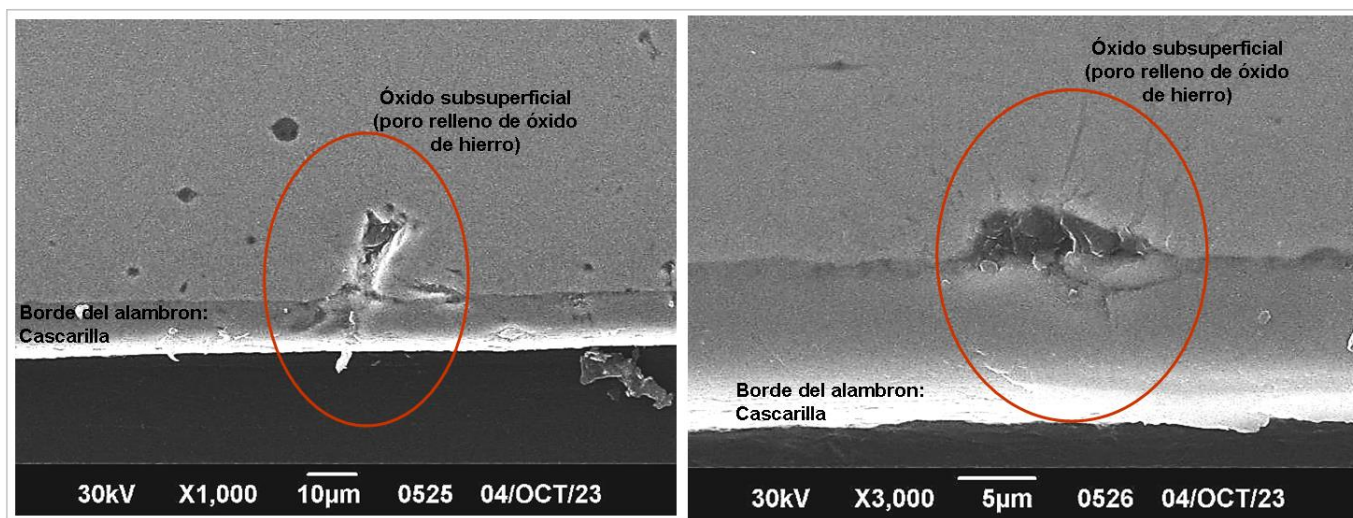


Figura 2: Observación de sección longitudinal de un alambra, con escasos óxidos subsuperficiales

CARACTERIZACIÓN DE HIDROGELES ACRÍLICOS CARGADOS CON LIDOCAÍNA COMO POTENCIALES APÓSITOS EN HERIDAS SUPERFICIALES, AGUDAS Y NO CONTAMINADAS

Blanca Rojas de Gascue (1), José Arturo Jiménez (1), Luisana Villarroel (2), Valentín Brito (1), Arnaldo Ramírez (1), Jesús Lezama (1,3).

- (1) Universidad de Oriente, Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas (IIBCA-UDO). Laboratorio de Polímeros y afines, Cumaná, Estado Sucre, Venezuela
- (2) Hospital Universitario. Servicio de Cirugía de la mano. piso 6. UCV, Caracas, Venezuela
- (3) Departamento de Química. Escuela de Ciencias. Universidad de Oriente. Núcleo de Sucre. Cumaná, Venezuela.
Email: blanca_gascue@yahoo.com

Los polímeros sintéticos se vienen investigando ampliamente en el campo de los biomateriales y la bioingeniería, entre ellos destacan los hidrogeles participando en apósitos y en sistemas de administración de fármacos [1]. En los apósitos para el cuidado de heridas superficiales se proponen los hidrogeles ya que se requiere un material que proporcione un ambiente húmedo para la regeneración de la piel mientras absorbe los exudados de la herida. La inclusión en los polímeros hidrogeles de fármacos favorables para contener la propagación de microbios e infecciones, e incluso de aliviar dolencias, es de alto interés biomédico. En esta vía, la lidocaína es un anestésico local frecuentemente usado ya que interrumpe la conducción nerviosa ligándose a los canales de sodio del cuerpo, aliviando el dolor. Por ello en este trabajo se cargó la lidocaína en hidrogeles de poliacrilamida (PAAm) sintetizados en el laboratorio [1,2] y en geles de Poliácrlato de sodio (PACNa), que es el hidrogel contenido en los pañales. La potencial aplicación de estos hidrogeles en apósitos anestésicos, requiere verificar la capacidad de carga de anestesia por parte de la matriz de los hidrogeles, para esto se determinó su absorción sumergiéndolos en clorhidrato de lidocaína, que es la sal iónica como se distribuye comercialmente. Xerogeles con una masa de $0,10 \pm 0,02$ g, antes y después de la absorción con clorhidrato de lidocaína y en estado seco, se analizaron en un intervalo entre 700 y 4000 cm^{-1} en un equipo FT-IR (Perkin Elmer, Frontier). En el dispositivo ATR (Reflectancia Total Atenuada), con una fuerza del brazo de 30 que garantizaba el contacto íntimo de la superficie del polímero con el cristal, registrándose el espectro de infrarrojo del hidrogel después de acumular 20 barridos a 2 cm^{-1} . Sólo en el caso del fármaco líquido se colocaron 0,5 mL en una celda de KBr para su análisis FTIR. Los espectros evidenciaron la absorción efectiva de la anestesia en los hidrogeles por la detección de nuevas señales en comparación al espectro IR del hidrogel antes de sumergirlo (Figura 1a). La señal del enlace NCl, atribuida al clorhidrato de lidocaína se desplazó a mayor longitud de onda (de 2075 a 2138 cm^{-1}), lo que indicó que se estaba restringiendo la vibración del enlace por sus interacciones con el hidrogel. Simultáneamente, se observó la señal a 2003 cm^{-1} , producto del estiramiento del enlace entre el grupo amida y el anillo aromático del clorhidrato de lidocaína. Además, en el espectro del hidrogel cargado con la anestesia, la señal a 1645 cm^{-1} del grupo carbonilo se solapó con la deformación del enlace NH que es a 1607 cm^{-1} , evidenciándose interacciones también por el grupo carbonilo [2]. Adicionalmente, se detectaron variaciones en las bandas del hidrogel que tienen su origen en las interacciones entre el clorhidrato de lidocaína y los hidrógenos del grupo amida de la PAAm, entre 3178 cm^{-1} y 3350 cm^{-1} , señales correspondientes a los enlaces NH. A partir de estos resultados, se propone la formación de un enlace iónico entre el átomo de cloro de clorhidrato de lidocaína y el carbonilo de la PAAm. Algunas de estas interacciones se esquematizan en la figura 1b. Los análisis preliminares con los hidrogeles de PACNa, arrojaron una absorción efectiva de la lidocaína (Figura 1c), capaces de contener el anestésico hasta 10 veces su peso en poco tiempo. A partir de las micrografías tomadas en un microscopio óptico digital Aigo, con lentes 4X y 10X, se logró determinar el tamaño promedio de poro de los hidrogeles de PACNa (Figura 2). Se encontraron poros muy grandes que alcanzan las $120\text{ }\mu\text{m}$, pero el hidrogel de PACNa es heterogéneo presentando poros desde $20\text{ }\mu\text{m}$. Los resultados obtenidos son positivos en cuanto al desarrollo de matrices [3] capaces de contener la lidocaína en grandes

proporciones, siendo una vía para ofrecer apósitos a los pacientes de bajos recursos, como una alternativa a las gasas importadas de alto costo.

REFERENCIAS

- [1] Ramírez A, Benítez J, Rojas L, Rojas de Gascue B. *Rev. LatinAm. Metal. Mater.* (2016) 36(2): 108.
- [2] Abreu JA, Ramírez A, Cova F, Velásquez P, Rojas de Gascue B. *Rev. LatinAm. Metal. Mater.* (2021) 41(2): 149.
- [3] Bilici C, Karaarslan D, Ide S, Oky O. *Polymer* (2018) 151:208.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece el apoyo de la Fundación Empresas Polar por la donación y mantenimiento del equipo FTIR-ATR a través de los Proyectos FP-112686/2013 y FP-172930/2019. También al FONACIT a través del proyecto F-2013000395.

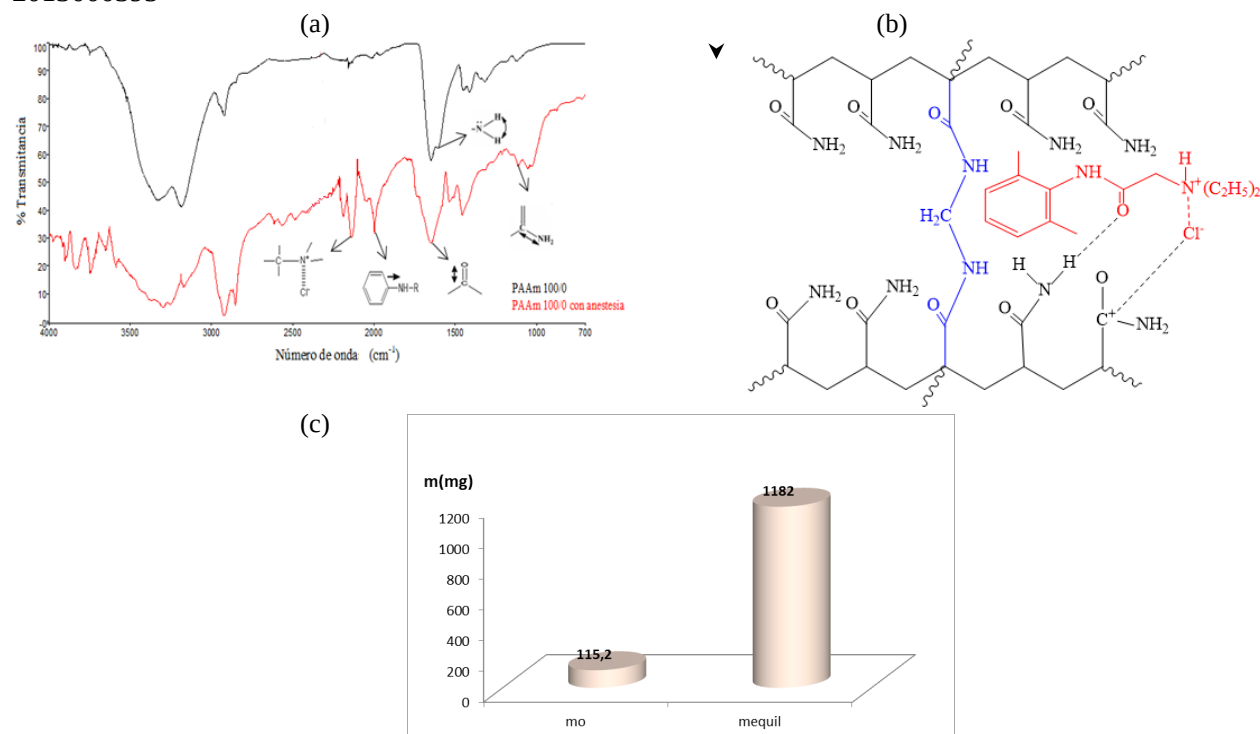


Figura 1. (a) Espectros FTIR-ATR de los xerogeles de PAAm antes y después de ser cargados con el clorhidrato de lidocaína. (b) Interacciones propuestas a partir de los análisis FTIR-ATR entre el hidrogel de poliacrilamida y el clorhidrato de lidocaína. (c) Masa inicial y en el equilibrio de los hidrogeles de PAAm después de sumergirlos en lidocaína [2].

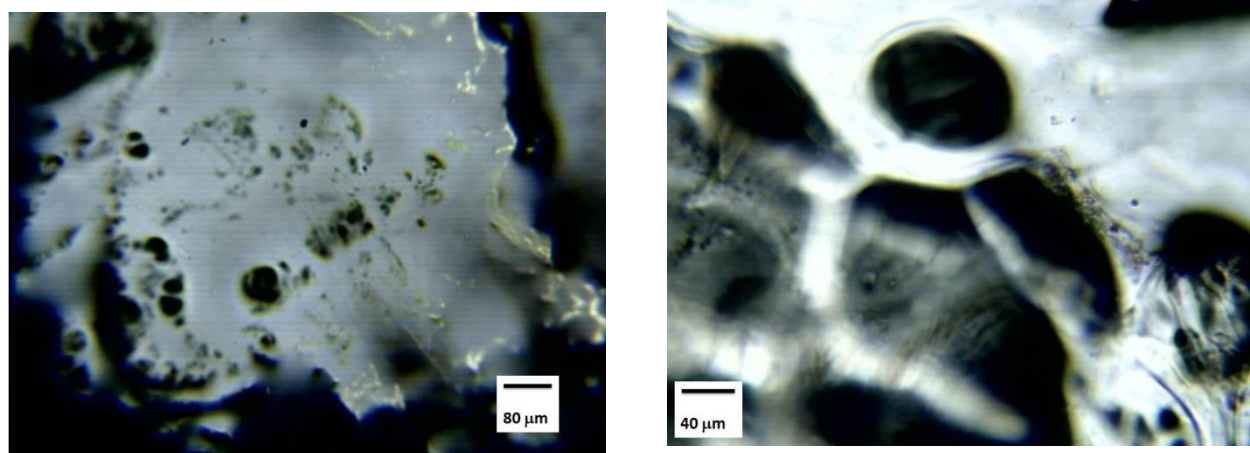


Figura 2. Micrográficas MO del Hidrogel de PAAm cargado con Lidocaína.

EVALUACIÓN MICROESTRUCTURAL Y TÉRMICA DE REFRACTARIOS EMPLEADOS COMO MASA DE SOLERA EN HORNO DE ARCO ELÉCTRICO (EAF) PARA LA FABRICACIÓN DE ACERO

Willian Barrios (1), Gloria Basanta (1), Ervis Díaz (1), Ramón Basanta (2), Maritza Barrera (1).

(1) Instituto de Investigaciones Metalúrgicas y de Materiales - SIDOR, Guayana, Venezuela.

(2) Acerías - SIDOR, Guayana, Venezuela.

Email: willianb58@gmail.com

El material refractario apisonable masa de solera en frío, es una mezcla de partículas de Magnesita Fundida de Alta pureza con partículas de una arena sinterizada de magnesio, calcio, hierro que se instala a granel en el fondo de la cuba del horno de fusión, con el propósito de retener el acero líquido en solera y bancos, es un material sometido a temperaturas de hasta 1760°C. El desarrollo tecnológico de este material se enfoca en diseños de mezclas, granulometrías y calidades de materias primas que garanticen alta resistencia, estabilidad mecánica y resistencia al ataque químico a temperaturas altas y que garantice que las operaciones en el horno de fusión de las acerías sean seguras y de alta durabilidad. El presente trabajo presenta los resultados del estudio de muestras representativas de masas de soleras de distintos fabricantes, que presentaron variados desempeños en planta. Para su caracterización se realizaron pruebas cualitativas de microreactividad química para determinar la presencia de carbonatos en el refractario ya que la presencia de estos en este tipo de materiales es desfavorable, además se emplearon una combinación de técnicas tales como Difracción de Rayos X (DRX), Termogravimetría (TGA), Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y las técnicas microscópicas de Microscopía Óptica (MO) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) acoplado con un microanalizador de energía dispersiva (EDX). Los análisis de microscopía permitieron determinar tamaño, distribución y proporción de partículas de Sínter con Ferrita Dicalcica (C2F) que es una fase esencial para formar puentes de unión entre los granos de MgO y así facilitar la sinterización del refractario. Se observó una correlación entre el desempeño de los distintos tipos de masas de soleras y las observaciones microestructurales obtenidas mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. Tal como se observan en las figuras 1 y 2, se revelaron las proporciones del sínter y magnesia fundida, los aspectos morfológicos de las partículas de la masa de solera y detalles de las uniones de las partículas del sínter, así como su composición química elemental. La correlación de estas observaciones con los distintos análisis, mostraron que las proporciones de la arena sinterizada y las partículas de magnesia fundida de la masa de solera, así como la presencia de compuestos hidratados y carbonatos que pudieran estar presentes, definen la temperatura de sinterización y por ende la calidad del desempeño en los hornos de fusión de la acería eléctrica de palanquillas de SIDOR con capacidad de 150 toneladas. Los análisis mediante técnicas microscópicas en conjunto con las evaluaciones termogravimétricas, calorimétricas y de reactividad química se establecieron como una metodología para conocer su estabilidad de la masa de solera en frío y predecir el comportamiento de sinterización de las masas de soleras de SIDOR cuando son sometidas a temperatura de trabajo.

REFERENCIAS

- [1] Wang S, Jin y, Li G. Theory and application of magnesia ramming material in ferroalloy refining furnaces. Proceedings: Tenth International Ferroalloys Congress; INFACON X: Transformation through Technology. ISBN: 0-9584663-5-1. South Africa (2004).
[2] Patente N° CN1300043C: Electric furnace bottom dry ramming mass and its making method. 2004.

AGRADECIMIENTO

Al laboratorio de Microscopía Electrónica de la Universidad Simón Bolívar, en especial al Profesor Gleen Rodríguez por el apoyo brindado en la caracterización por MEB de las muestras consideradas y al Laboratorio de CVG BAUXILUM y su personal técnico por la apertura para el análisis por DRX.

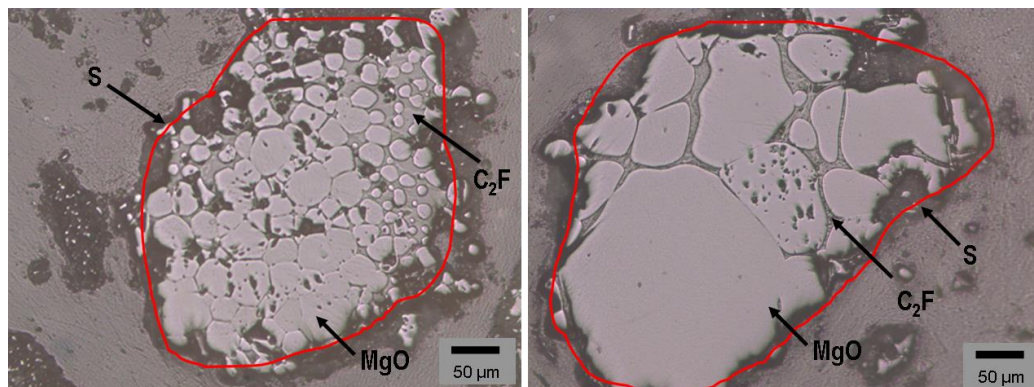


Figura 1: Detalle del agregado de partículas de sinter (S) observadas por microscopía óptica MO en la masa de solera.

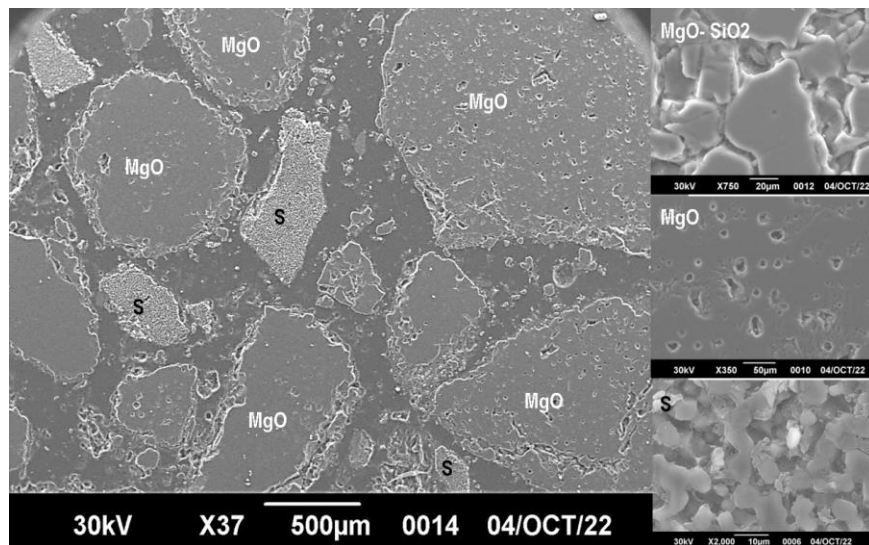


Figura 2: Detalle de las partículas de sinter (S) y de óxido de magnesio fundido, que constituyen la masa de solera, observada mediante MEB .

FRACTOGRAFÍAS DE LA ALEACIÓN AA7075 SOMETIDA AL TRATAMIENTO TÉRMICO T7

María del V. Valera M., Ney J. Luiggi A.

Grupo Física de Metales. Departamento de Física, Escuela de Ciencias, Núcleo de Sucre. Universidad de Oriente.
Email: mariadeg869@gmail.com

Por su alta ductilidad y elevada resistencia mecánica, la aleación comercial AA7075 (Al–5,1% wt Zn–2.1% wt Mg–1.2% wt Cu) es una de las aleaciones de aluminio con mayores aplicaciones y uso en el campo industrial; sus propiedades mecánicas, sensibles a mejoras con tratamientos térmicos apropiados [1,2], la hace objeto de muchos estudios en la literatura. El objetivo de esta investigación es presentar un estudio fractográfico y de las propiedades mecánicas de la aleación AA7075 sometida al tratamiento térmico T7. Este tratamiento consta de: homogeneización a 480°C por 30 min → temple en agua fría → envejecimiento a 25°C durante 2 h → envejecida a 170°C por 6 h. El T7 es un tratamiento térmico (TT) que promueve las precipitaciones de los precipitados η' y η durante el envejecimiento y apoyado en la elevada tasa de deformación genera propiedades mecánicas diferentes a otros TT [1]. Nuestro estudio está focalizado en dos etapas del TT: 1) muestras homogeneizadas y 2) muestras envejecidas (producto final), y en las mejoras que este tratamiento genera respecto a una probeta de entrega (muestra sin TT). Las muestras fueron evaluadas mediante ensayos de tracción y su fractografía mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). Para estos estudios se emplearon tres probetas cortadas y mecanizadas siguiendo las dimensiones establecidas en la norma ASTM E8/E8M–09. En la Figura 1 se muestran las curvas de esfuerzo real (σ) vs deformación real (ϵ) correspondiente a tres probetas AA7075 tratadas térmicamente con T7. Un compendio de las propiedades evaluadas y su comparación con las obtenidas en la muestra sin tratar se presenta en las tablas anexas donde se resaltan los parámetros en tracción elásticos y plásticos de esta aleación. En la Tabla 1 están reflejados los valores promedios de las propiedades mecánicas de la aleación ensayada AA7075-T7: esfuerzo de fluencia ($\sigma_{y0.2\%}$), resistencia a la tracción (S_{UTS}), esfuerzo real a carga máxima (σ_u), esfuerzo de fractura (σ_f), módulo de resiliencia (U_R) y de tenacidad (U_T), los cuales muestran un aumento de sus valores entre 7% y 10% con respecto a los obtenidos de la probeta de entrega. Estos resultados nos indica que la AA7075 es una de las aleaciones de Al que experimenta un incremento en su resistencia mecánica cuando es sometida a los tratamientos térmicos, en particular el T7, siendo mayor su efecto debido a la fina precipitación de partículas η' y η en la matriz. Cabe destacar que los valores de ductilidad y tenacidad de la aleación AA7075-T7 disminuyeron con el aumento de su resistencia mecánica, donde estos resultados concuerdan con lo manifestado por otros investigadores con respecto a las aleaciones de aluminio [3]. La Tabla 2 nos muestra los valores obtenidos, por medio de la Ley de Hollomon, de los parámetros correspondientes a la zona plástica en tracción de la AA7075-T7: el módulo plástico (K) y el exponente de endurecimiento (n); donde se observa un incremento de 8% en el valor de K con respecto a la probeta sin TT, mientras que n no sufrió variación. En las Figuras 2.a-c se muestran las fractografías correspondientes a la aleación ensayada AA7075 sin TT y tratadas térmicamente con T7. La Figura 2.a corresponde a la fractografía de la superficie fracturada de una de las probetas de tracción de la aleación sin TT; aquí se observan grietas transgranulares y pocas microcavidades propias de materiales dúctiles. Las Figuras 2.b-c pertenecientes a las fractografías de la superficie de fractura revelaron diferencias en cada etapa del tratamiento T7, donde se reportan fallas de carácter transgranular. Se evidenció una distribución amplia e irregular de microhoyuelos y precipitados en concordancia con los reportados en otros TT [2,4], estando los precipitados distribuidos sobre toda la superficie de fractura. El mecanismo responsable de esta falla es la formación, crecimiento y coalescencia de microhoyuelos, aunque este mecanismo parece ser más complejo en las muestras no tratadas debido a la abundante presencia de defectos [4]. Al comparar la fractografía de la Figura 2.c con los

valores dados en la Tabla 1 podemos inferir que en la medida que aumenta los microhoyuelos en la muestra también aumenta su resistencia mecánica y por ende disminuye la ductilidad de la misma.

REFERENCIAS

- [1] Luiggi N. J. and Valera M. V. J. *Therm. Anal. Calorim.* (2017) (130) (3) (1885).
- [2] Pantazopoulos, G. A. *Metals.* (2019) (9) (148) (1).
- [3] Vratnica M. et al. *Mater. Des.* (2010) (31) (1790).
- [4] Valera M. and Luiggi N. *Rev. LatinAm. Metal. Mat.* (2024) (42) (1).

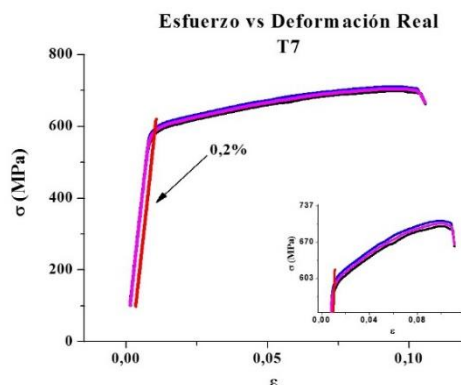


Figura 1. Curvas esfuerzo real vs deformación real correspondiente a la aleación AA7075-T7. Probetas: — 1, — 2, — 3. Inserto: Ampliación de la zona plástica de la aleación.

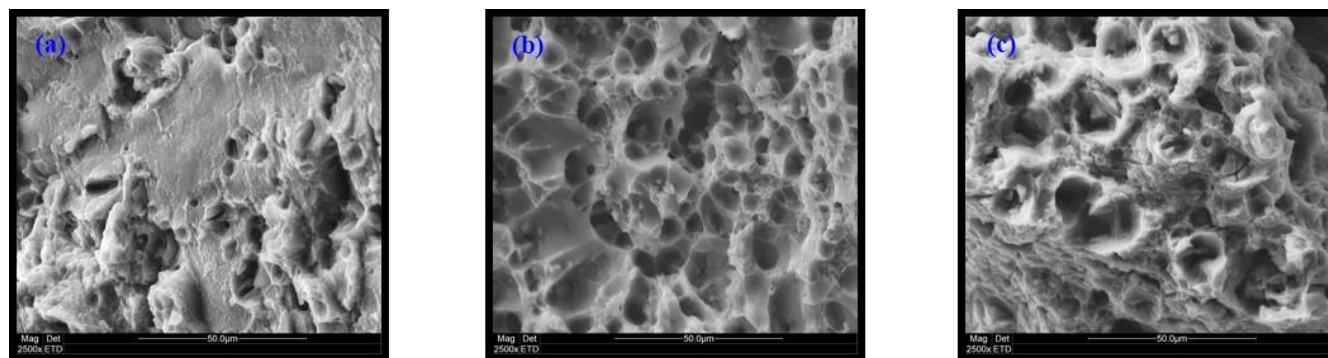


Figura 2. Fractografías de MEB de una aleación comercial AA7075 sometida a un ensayo de tracción: (a) Probeta de entrega, (b) Probeta Homogeneizada, y (c) Probeta con tratamiento T7.

Tabla 1. Propiedades mecánicas de la aleación comercial AA7075, con y sin tratamientos térmicos.

Tratamientos Térmicos (TT)	$\sigma_{y0,2\%}$ (MPa)	S_{UTS} (MPa)	σ_u (MPa)	σ_f (MPa)	Ductilidad		U_R (MPa)	U_T (MPa)
					%L (%)	%A (%)		
Probeta sin TT	544	596	636	557	6	8	2,02	73
Homogeneizada	260	443	488	434	5	8	0,47	42
T7	586	644	697	606	4	8	2,42	68

Tabla 2. Parámetros elasto-plásticos en tracción de la aleación comercial AA7075, con y sin tratamientos térmicos.

Tabla 2. Parámetros elasto-plásticos en tracción de la aleación comercial AA7075, con y sin tratamientos térmicos.

Tratamientos Térmicos (TT)	Ley de Hooke (zona elástica $\sigma = E \epsilon$)			Ley de Hollomon (zona plástica $\sigma = K \epsilon^n$)		
	E (GPa)	b	R ²	n	K (MPa)	R ²
Probeta sin TT	73,3	-5,81089	0,9996	0,08	798,8	0,991
Homogenizada	72,3	2,91976	0,9996	0,23	809,3	0,994
T7	71,0	4,71875	0,9998	0,08	859,8	0,991

ASPECTOS MOLECULARES Y MORFOLOGÍA DE HIDROGELES: DE LA SIMULACIÓN COMPUTACIONAL A LAS OBSERVACIONES MACROSCÓPICAS

Valentín Brito (1), Jesús Lezama (2), Blanca Rojas de Gascue (3)

(1) Laboratorio de Polímeros, Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas de la Universidad de Oriente (IIBCA-UDO), Cumaná, Venezuela. (2) Laboratorio de Físicoquímica Orgánica y Química Computacional, Universidad de Oriente, Núcleo de Sucre, Cumaná, Venezuela
Email: vnbrito2@gmail.com

Los hidrogeles (HG) son polímeros formados por una red tridimensional poco entrecruzada que, debido a su naturaleza hidrofílica, tienen la capacidad de absorber grandes cantidades de agua aumentando su volumen. Esta capacidad es conocida como índice de hinchamiento y es afectada principalmente por los grupos funcionales en las cadenas poliméricas de estos materiales, consecuencia de la composición química de partida en la síntesis de los mismos, así como del grado de reticulación, que se refiere a la densidad de entrecruzamientos. Entre las técnicas empleadas para caracterizar esta capacidad de absorción, se emplean mediciones gravimétricas, mientras que para analizar la estructura química de los grupos funcionales presentes se utiliza espectroscopia infrarroja (FTIR) y para evaluación de la morfología se aplica microscopia óptica o electrónica [1]. Por otra parte, la simulación molecular de estos sistemas se ha reportado a nivel teórico para calcular parámetros termodinámicos. Es por ello, que en este estudio se evaluaron, tanto teórica como experimentalmente, la absorción de agua en HG acrílicos, con el fin de complementar las observaciones macroscópicas con parámetros calculados mediante simulación molecular. Los HG evaluados fueron de poliacrilamida (PAAm) y copolímeros de poli(acrilamida-co-ácido acrílico) (PAAm-co-AAc), poli(acrilamida-co-ácido maleico) (PAAm-co-AM) y poli(acrilamida-co-ácido itacónico), sintetizados a partir de proporciones iniciales AAm/AX (X: AAc, AM y AI) de 90/10 en masa. El índice de hinchamiento en agua a temperatura ambiente, fue determinado mediante gravimetría, a partir de la diferencia en masa luego de sumergidos los HG en agua desionizada durante 72 h. La morfología de los HG se observó empleando un microscopio óptico digital Aigo EV5610 con aumentos de 4X, 10X y 40X, y el tamaño de poros promedio se determinó utilizando el software analizador de imágenes Digimizer. Finalmente, a partir de modelos de dímeros como molécula representativa de los HG, se empleó modelaje computacional, el cual se realizó mediante el paquete computacional Gaussian 09W, usando la Teoría del Funcional de la Densidad (DFT), con el conjunto funcional-base B3LYP/6-31++G(d,p) en fase gaseosa y fase condensada, con agua como solvente, implementado el modelo de polarización continua (CPCM), para calcular la energía de solvatación (ΔG_s) que puede describir la estabilidad entre las cadenas de los polímeros y el agua [2]. La formulación con mayor índice de hinchamiento resultó ser la de PAAm-co-AM de 9735 % (Figura 1). Este HG presentó una clara morfología de poros interconectados en comparación con las otras formulaciones (Figura 2), además de los poros de mayor tamaño de hasta 160 μm . En este sentido, los HG con ácidos dicarboxílico (dos grupos carboxílicos) polimerizados en sus cadenas presentaron mayor capacidad de absorción de agua que los HG con AAc y AAm, que solo contienen un grupo carboxilo y amidas, en los HG de PAAm-co-AAc y PAAm, respectivamente. Para el caso de PAAm-co-AM y PAAm-co-AI, la diferencia en su índice de hinchamiento puede ser explicada por las contribuciones morfológicas en el tamaño máximo de poros, a pesar de que el grupo $-\text{CH}_2-$ adicional del AI le brinda flexibilidad, y por ello los hidrogeles conteniendo AI han sido descritas en la literatura como materiales superabsorbentes. Sin embargo, la simulación molecular a partir de los modelos representados en la Figura 3 sugieren que la energía de solvatación del sistema D(AAm-AM) es más estable en la fase acuosa, en comparación con los otros dímeros (Tabla 1). Posiblemente, esta estabilidad influya durante el proceso de polimerización, junto con las diferencias estructurales de los monómeros en solución, afectando la morfología final de estos materiales y, por ende, en su índice máximo de hinchamiento [3]. Estos resultados abren nuevas vías para el diseño y la síntesis de hidrogeles, optimizando sus propiedades de absorción de agua.

REFERENCIAS

- [1] Ramírez, A. *et al.* 2016. *Rev. LatinAm. Metal. Mat.*, 36(2): 108-130
[2] Sánchez, L. *et al.* 2019. *Afinidad*, 76(586): 141-150
[3] Okay, O. 2000. *Prog. Polym. Sci.*, 25(6): 711-779.

AGRADECIMIENTO

A la empresa Servolab Overseas Inc., especialistas en servicios y suministros de análisis instrumental, por la pasantía de investigación en sus laboratorios, donde se realizaron las micrografías ópticas.

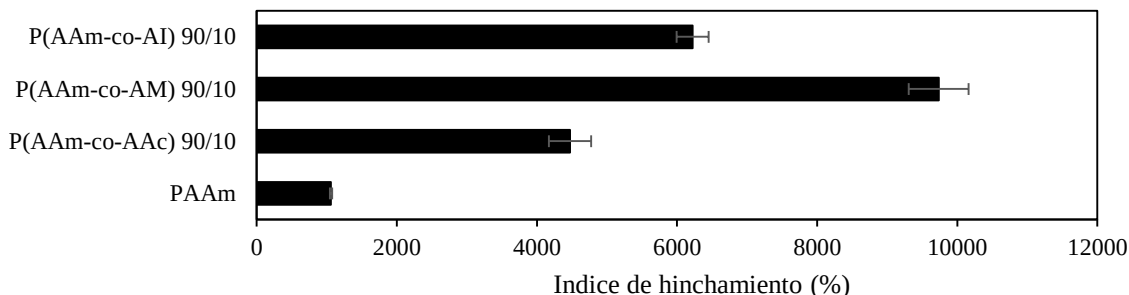


Figura 1. Índices de hinchamiento luego de 72 h de las diferentes formulaciones de HG en agua desionizada.

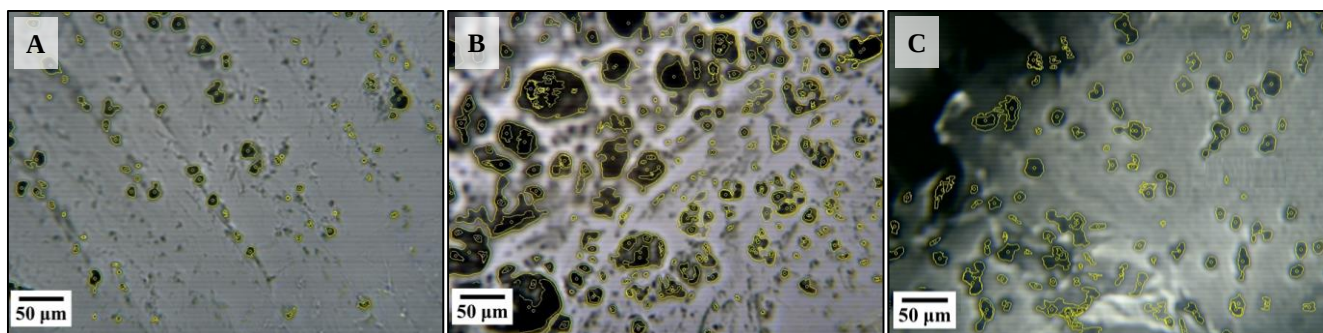


Figura 2. Micrografías obtenidas mediante MO de los HG de P(AAm-co-X) hidratados en agua desionizada. X: A) AAc, B) AM, y C) AI 90/10.

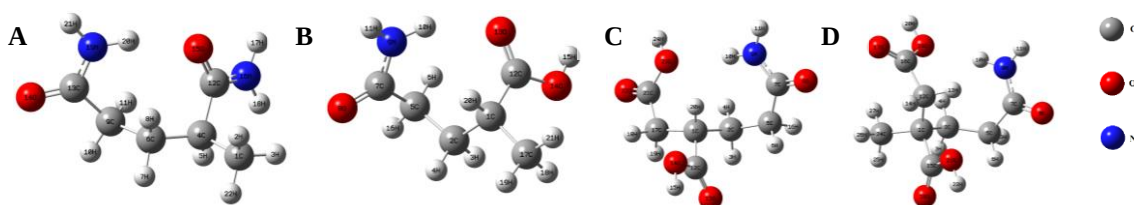


Figura 3. Estructuras optimizadas de los modelos de dímeros, en fase condensada con agua como solvente, de los HG estudiados calculadas mediante el método B3LYP/6-31G++(d,p) empleando CPCM. A) DAAM, B) D(AAm-AAc), C) D(AAm-AM), D) D(AAm-AI).

Tabla 1. Energías libres de Gibbs teóricas calculadas a 298,15 K y 1,00 atm de los modelos de dímeros en los HG, en fase gaseosa (ΔG_{gas}) y condensada (ΔG_{agua}) con agua como solvente.

Dímero	$\Delta G_{\text{agua}} \text{ (kJ/mol)} \times 10^3$	$\Delta G_{\text{gas}} \text{ (kJ/mol)} \times 10^3$	$\Delta G_s \text{ (kJ/mol)}$
DAAM	-1301,68	-1301,63	-52,23
D(AAm-AAc)	-1353,87	-1353,82	-53,59
D(AAm-AM)	-1848,96	-1848,89	-65,87
D(AAm-AI)	-1952,10	-1952,03	-62,11

ESTUDIO DEL PROCESO DE SORCIÓN DE UN ANTIBIOTICO EN HIDROGELES DE GEOMETRÍA ESFÉRICA CON BASE DE UN POLÍMERO ACRÍLICO

Vicmary Rojas^{(1)(*)}, Gleen Rodriguez⁽²⁾, Jean C. González⁽³⁾, Pedro Boschetti^(1,4), Marcos Sabino (1).

(1) Grupo B⁵IDA, Dept. de Química, (2) Laboratorio de superficies, Laboratorio E, (3) Dept. de Procesos y Sistemas, Lab. de Carbon-Lab B. Universidad Simón Bolívar, 89000. Caracas-Venezuela (4) Bahlmann Life and Science, Regulatory Affairs & Quality Management Specialist. Hechingen, WD, Deutschland.

(*) Email: invicmary@gmail.com

En los últimos años, ha venido en aumento el interés en los hidrogeles de polímeros hidrófilos y su posible aplicación en el área biotecnológica, agroindustrial y también como materiales biomédicos, gracias a alta permeabilidad al agua, posible liberación controlada de biomoléculas y fármacos, y biocompatibilidad [1–2]; no obstante, la información reportada sobre el comportamiento difusivo de hidratación, retención y liberación de estos compuestos específicamente, en hidrogeles acrílicos con geometría esférica es limitado. Por ello, en esta investigación se caracterizaron hidrogeles de base acrílica (caracterizado por espectroscopia IR) con geometría esférica y se estudiaron los procesos de absorción y desorción durante varios intervalos de tiempo hasta alcanzar el equilibrio termodinámico para evaluar una solución comercial del antibiótico Ciprofloxacina (200mg/100ml) a 25°C. Además de esto, la data experimental permitió llevar a cabo el análisis computacional del comportamiento difusivo de las muestras y su crecimiento en masa por el método de Lattice-Boltzmann (LBM) con formulación de tiempo de relajación múltiple (MRT) [3–4]. A través del uso de un microscopio electrónico de barrido (MEB) y macrolupa, se observó que las muestras secas presentaron un tamaño de 2 mm, morfología perfectamente esférica y superficie lisa, reflejado en la figura 1. Por medio de las técnicas de espectroscopia infrarroja (FTIR-ATR) y dispersión de energía de rayos X (EDX), se determinó que el material base de los hidrogeles estaba conformado por poli(acrilamida) y poli(acrilato de sodio), y al final se pudo verificar la presencia del fármaco en las perlas del hidrogel. El perfil volumétrico de absorción (%v/v) obtenido correspondió a una curva creciente, siendo el porcentaje mayor de hinchamiento de 1463% mm³/mm³; además, la curva volumétrica de desorción (%v/v) alcanzó un porcentaje de 12,5% mm³/mm³, reflejado en la figura 2. Por otra parte, el perfil másico de hinchamiento %H (m/m) alcanzó un valor de 1046% (g/g), y sirvió como parámetro de entrada para las simulaciones de absorción con el LBM-MRT, las cuales resultaron en ajustes acordes a la difusión en el equilibrio termodinámico; de igual forma, el porcentaje másico de deshinchamiento %D (m/m) fue de 13,43% (g/g). También, cabe destacar que las muestras adquirieron una coloración blanquecina tras el proceso de absorción, y la misma permaneció posterior a la desorción, donde la estructura deshinchada se aprecia en la figura 2, indicando la posibilidad de que las moléculas de ciprofloxacina hayan sido encapsuladas en la matriz del hidrogel y quedar retenidas en la red polimérica. Este comportamiento demuestra una característica súper absorbente en los hidrogeles comerciales y se comprueba que, al tener una posible estructura interna de red 3D e interconectada, representan potencialmente una excelente opción para ser candidatos a varias aplicaciones farmacológicas, biomédicas y biotecnológicas.

REFERENCIAS

- [1] Caló, E., 2014, “Biomedical applications of hydrogels: A review of patents and commercial products”, *Eur. Polym. J.* pp. 252–267.
- [2] Malmonge, S.M., Barboza, J.K., Castro, A., Ferreira, K., Sabino, M.A., 2023, “Natural Hydrogels for Drug Delivery Systems”, *Current Trends in Biomedical Engineering*. pp. 149–167.
- [3] Boschetti, P.J., Pelliccioni, O., Da Costa, K., Sabino, M.A., 2020a “Lattice Boltzmann simulation of swelling of an implant for microtia manufactured with IPN hydrogel” *Comput. Methods Biomech. Biomed. Engin.* 23, pp. 491–499.
- [4] Boschetti, P.J., Pelliccioni, O., Sabino, M.A., Vera, N., Pappaterra, M.F., 2020b.: Lattice Boltzmann simulation of swelling behavior of cylindrical IPN hydrogel tablets. *Fluid Phase Equilib.* 508, 112449.

AGRADECIMIENTOS

A la sección de microscopía electrónica del Laboratorio E, Universidad Simón Bolívar. Al laboratorio de Carbón y

residuales de petróleo, Departamento de Procesos y Sistemas, Universidad Simón Bolívar. Al Dr. Pedro Boschetti, por el desarrollo de las simulaciones computacionales.

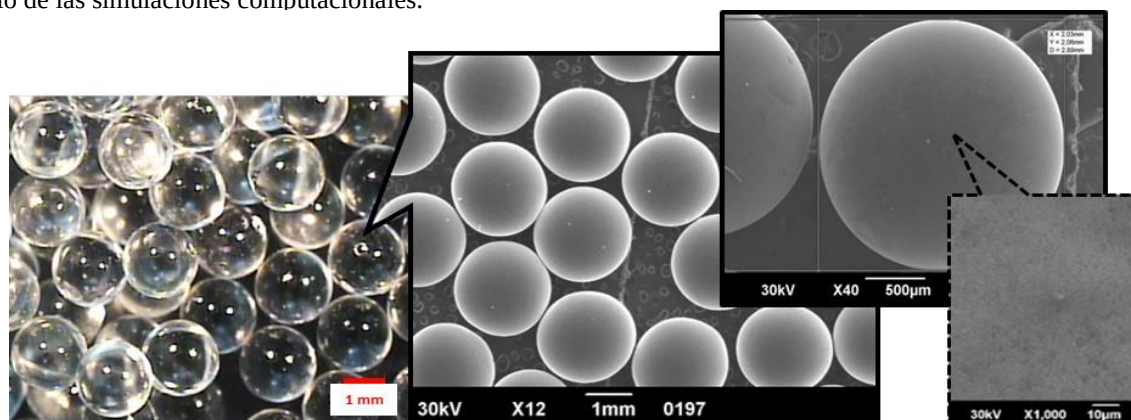


Figura 1. Imágenes por macrolupa x10 y MEB sobre las perlas secas del hidrogel acrílico (xerogel). Se aprecia la uniformidad en tamaño, dimensión y geometría esférica y de su superficie no porosa (a diferentes magnificaciones para su observación morfológica).

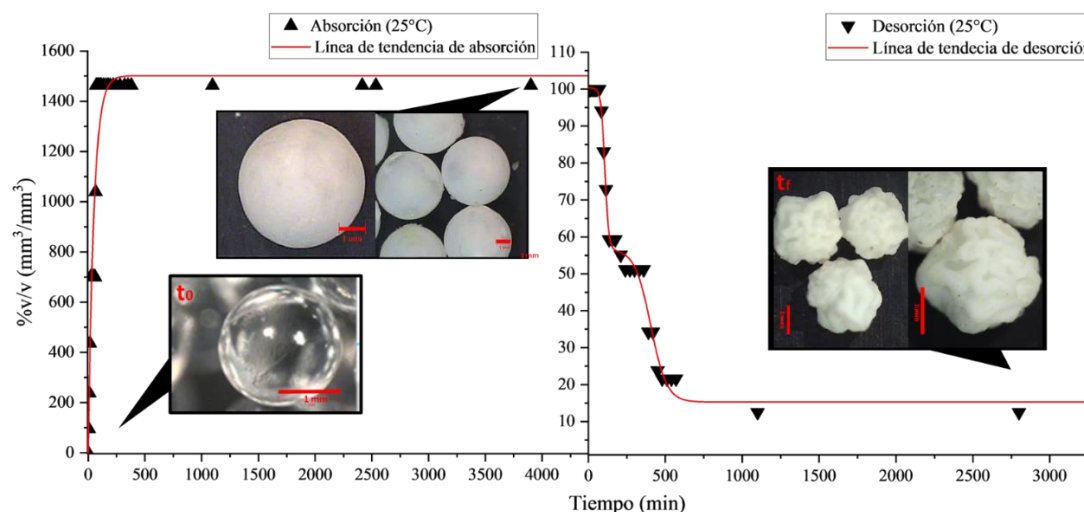


Figura 2. Isothermas de absorción y desorción en términos de %v/v vs. Tiempo (minutos) con la respectiva imagen de obtenidas por macrolupa en los estados: inicial, hinchado (en equilibrio termodinámico) y deshidratadas.

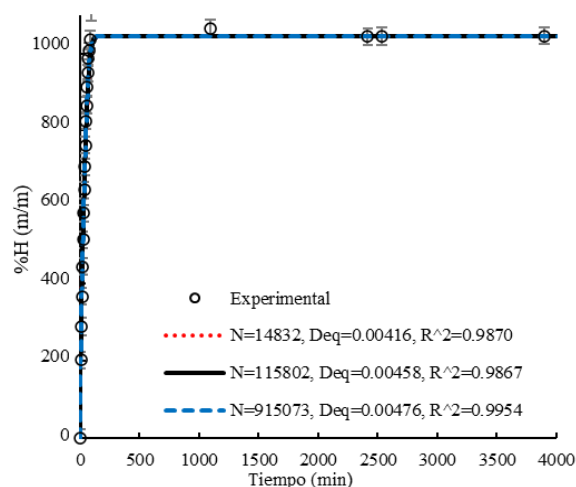


Figura 3. %H másico (g/g) vs. t a 25°C, comparación de data experimental con el LBM-MRT para distintas mallas (gruesa, media y fina)

INFLUENCIA DEL AGENTE TRANSPORTANTE EN LA SINTESIS Y CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DEL SEMICONDUCTOR $\text{FeIn}_{0.8}\text{Cr}_{1.2}\text{S}_4$

Yeni Sánchez-León (1), Gema González(2), Pedro Silva (1,3)

(1) Laboratorio de Física de la Materia Condensada Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Laboratorio de Física de la Materia Condensada. Caracas-Venezuela. (2) Yachay Tech University, School of Physical Sciences and Nanotechnology, 100119 Urcuquí, Ecuador. (3) Post-Graduate Program in Physics, Federal University of Pelotas, 96160-000, Capão do Leão, RS, Brazil
Email: yenijosefinasanchez@gmail.com

Los compuestos de espinela con fórmula general AB_2X_4 , son un grupo de materiales que despiertan gran interés en la comunidad científica, debido a su amplia gama de propiedades físicas. La característica de la espinela es que algunas de ellas tienen potencial de aplicaciones tecnológicas. Es por ello que los compuestos ternarios de FeCr_2S_4 y con algunas sustituciones con In, Cu, Co entre otras, son semiconductores magnéticos de calcogenuro con propiedades magnéticas y de transporte fuertemente correlacionadas. Observaciones recientes de la colosal magnetorresistencia, similar a la perovskita de manganeso y del comportamiento semimetálico, han renovado el interés en este tipo de material [1]. Sin embargo, este compuesto es altamente sensible a cambios sutiles en la estequiometría o en el método de preparación, lo que dificulta establecer los orígenes microscópicos detrás de estos fenómenos. En concreto, los cambios en la estequiometría provocan una alteración notable de las propiedades magnéticas y estructurales del mismo [2]. Es por ello que este trabajo se basa en la síntesis del semiconductor $\text{FeIn}_{0.8}\text{Cr}_{1.2}\text{S}_4$ utilizando el método de Transporte Químico de Vapor (CVT por sus siglas en inglés) con diferentes agentes transportantes tales como (CrCl_3 , NH_4Cl y I_2). Se realizó una caracterización por Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) y EDX. En la Figura 1, se muestran las micrografías electrónica de barrido donde se observó un cambio en la morfología a medida que se varió el agente transportante, particularmente, para CrCl_3 se observa la formación de cristales en forma piramidal de hasta 3mm en una de sus longitudes, mientras para NH_4Cl se observa la formación de granos en la superficie de los cristales más grandes y estos tienen diferentes morfologías y para I_2 se observa que los cristales formados tienen una arista, pero no forman un pirámide en ninguno de sus lados, y en la mayoría de los casos los cristales formados pueden tener formas variadas. Para CrCl_3 , los cristales son de gran tamaño, mientras que para los otros dos agentes transportantes se observa la presencia de polvo cristalino de la muestra, esto se debe a que este agente transportante favorece el crecimiento de cristales a pesar de que en este compuesto el Cr y el Fe tienen un elevado punto de fusión. En la determinación de la estequiometría por EDX se observa que para el Cr_3Cl hay un incremento en la concentración de cromo, debido a que existe una incorporación del agente transportante a la estructura cristalina, mientras que para los demás agentes transportantes la concentración de cromo está por debajo de la concentración elemental nominal. Además, no existen variaciones muy notables en el contraste de las muestras obtenidas, por lo que la formación de la fase es mayoritaria. Con este trabajo se concluye que utilizar diferentes agentes transportantes para la síntesis del semiconductor $\text{FeIn}_{0.8}\text{Cr}_{1.2}\text{S}_4$ puede influir en las propiedades morfológicas y magnéticas del semiconductor.

REFERENCIAS

- [1] V. Tsurkan, M. Baran, R. Szymczak, H. Szymczak, R. Tidecks (2001). Spin-glass like states in the ferrimagnet FeCr_2S_4 . *Physica B* 296 (2001) 301-305.
- [2] Donald M. Evans, Ola G. Grendal, Lilian Prodan, Maximilian Winkler, Noah Winterhalter-Stocker, Philipp Gegenwart, Somnath Ghara1, Joachim Deisenhofer, István Kézsmárki, and Vladimir Tsurkan. Resolving structural changes and symmetry lowering in spinel FeCr_2S_4 . (2022), *Phys. Rev. B* 105, 174107
- [3] Andrea Pisoni, Jacim Jacimovic, Osor S. Barišić, Arnaud Walter, Bálint Náfrádi, Phillipe Bugnon, Arnaud Magrez, Helmuth Berger, Zsolt Revay, László Forró. (2015). The Role of Transport Agents in MoS_2 Single Crystals. *The Journal of Physical Chemistry C*, 119(8), 3918–3922. doi:10.1021/jp512013n

AGRADECIMIENTOS

Gracias al FONACYT por el financiamiento del proyecto 20220PGP131.

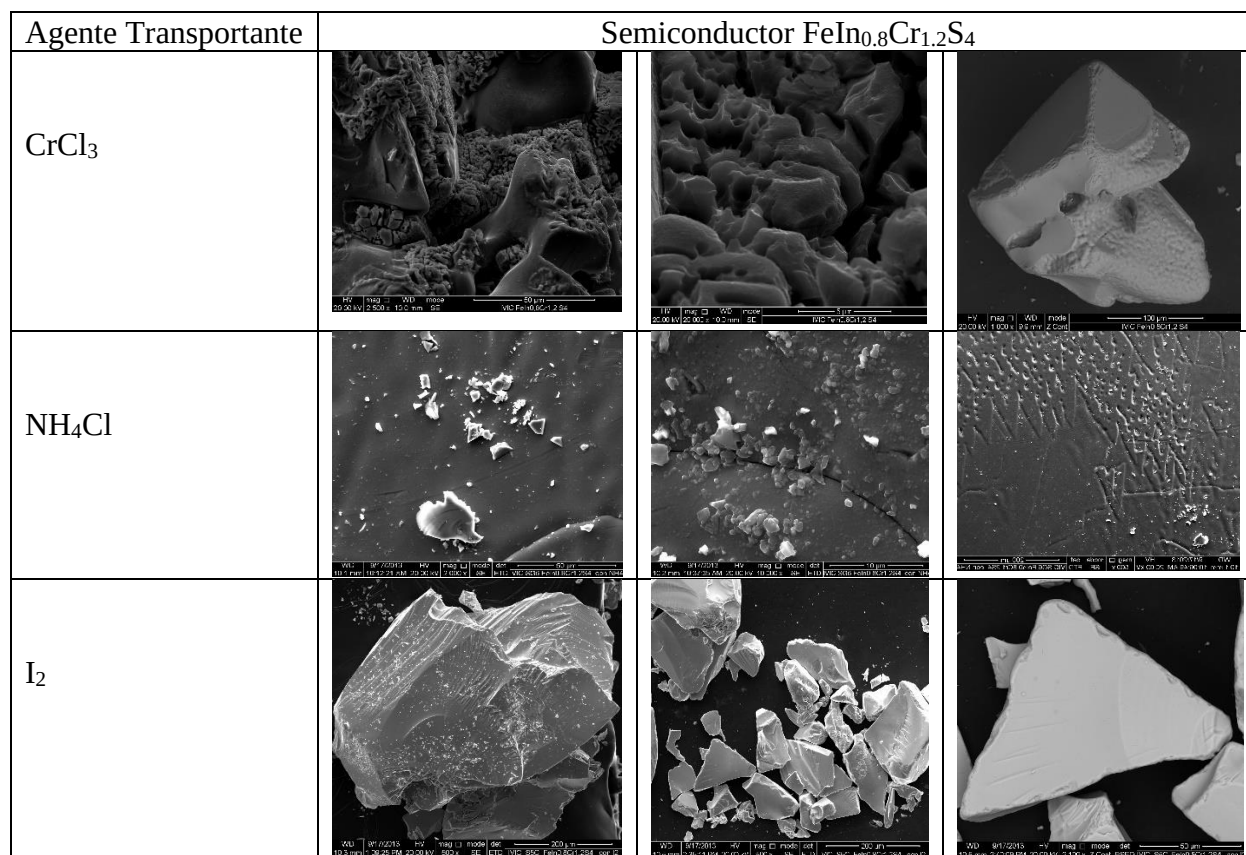


Figura 1. Micrografías Electrónica de Barrido de las ferritas $\text{FeIn}_{0.8}\text{Cr}_{1.2}\text{S}_4$.

Agente Transportante	Semiconductor	Muestra
CrCl_3	$\text{Fe}_{0.97}\text{In}_{0.55}\text{Cr}_{1.68}\text{S}_{3.80}$	$\text{FeIn}_{0.8}\text{Cr}_{1.2}\text{S}_4$
NH_4Cl	$\text{Fe}_{1.05}\text{In}_{0.7}\text{Cr}_{1.25}\text{S}_{3.45}$	$\text{FeIn}_{0.8}\text{Cr}_{1.2}\text{S}_4$
I_2	$\text{Fe}_{0.97}\text{In}_{0.7}\text{Cr}_{1.16}\text{S}_{4.02}$	$\text{FeIn}_{0.8}\text{Cr}_{1.2}\text{S}_4$

SINTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE FERRITA DE CoFe_2O_4 PARA SU POSIBLE APLICACIÓN EN SUPERCONDENSADORES

Sebastián Correa (1), Kevin Domínguez (1), Yanpiero Balladores(1), Pedro Silva (1), Yeni Sánchez-León (1)

(1) Laboratorio de Física de la Materia Condensada Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Laboratorio de Física de la Materia Condensada. Caracas-Venezuela. (2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias. Caracas-Venezuela. Email: yenijosefinasanchez@gmail.com

En respuesta al cambiante panorama mundial, la energía se ha convertido en un foco principal de las principales potencias mundiales y de la comunidad científica. Existe un gran interés en desarrollar y refinar dispositivos de almacenamiento de energía más eficientes. Uno de estos dispositivos es el supercondensador, el cual ha cambiado significativamente en la última década y surgió con el potencial para facilitar importantes avances en el almacenamiento de energía [1]. Es por ello que este trabajo se basa en el desarrollo de materiales híbridos con potenciales aplicaciones en supercondensadores (como electrodos activos) empleando óxidos de ferrita de CoFe_2O_4 , combinados con nanotubos de carbono y quitosano como agente aglomerante, debido a que este sistema es un material potencial por sus propiedades electroquímicas y puede ser utilizado en la fabricación de electrodos. Para ello se sintetizaron nanopartículas de ferritas de CoFe_2O_4 por el método hidrotérmico a 160°C por 10h [2]. La caracterización estructural se realizó utilizando las técnicas de Difracción de Rayos-X (DRX), Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) y Microscopia Electrónica de Transmisión (MET). Donde se observaron conglomerados de nanopartículas esféricas mayoritariamente con tamaños promedios de 15 nm. Para la caracterización magnética se obtuvieron curvas de magnetización en función del campo aplicado a temperatura ambiente. El campo coercitivo (H_c) y la magnetización de remanencia (M_r) es característica de un material que presenta un ordenamiento magnético a temperatura ambiente y la magnetización de saturación (M_s) es moderada y tiene un valor de 70 emu/g. Entre las propiedades electroquímicas se utilizó voltametría cíclica (CV) con KOH a 4M como electrolito, para analizar el rendimiento supercapacitivo de electrodos activos de CoFe_2O_4 con nanotubos de carbono. Se puede determinar que la capacitancia específica para este nanocompuesto es de 3 F/g y además, se puede observar buena ciclabilidad para este sistema incluso para 1000 ciclos en concordancia con lo reportado en la literatura [3]. En consecuencia, el CoFe_2O_4 puede utilizarse como un electrodo prometedor para aplicaciones de almacenamiento de energía. Se podría creer que esta forma de compuestos indica una excelente capacidad como supercondensadores electroquímicos.

REFERENCIAS

- [1] Ayman E. Elkholy, F. E.-T. (2017). Nanostructured spinel manganese cobalt ferrite for high-performance supercapacitors. RSC Advances, 7, 51888–51895.
- [2] Sánchez, Y. Briceño, S. Larionova, J. Long, J. Guari Y. Silva, P. Temperature dependence of the ferromagnetic resonance (FMR) for $\text{Mn}_x\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticles. (2021), Journal of Materials Research pp. 1-10. Doi:10.1557/s43578-021-000345-9.
- [3] V.A.Jundale, D.A.Patil, Abhijit A. Yadav. CoFe_2O_4 Thin Films for Super Capacitor Applications. International Journal for Research in Engineering Application & Management. 6th International Conference on Recent Trends in Engineering & Technology (2018). 284

AGRADECIMIENTOS

Gracias al FONACYT por el financiamiento del proyecto 20220PGP131 y a la Universidad Simón Bolívar.

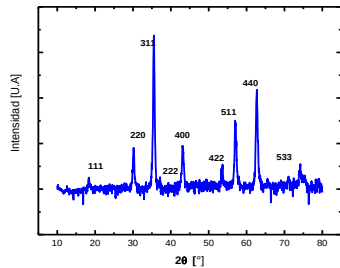


Figura 1. Patrón de difracción de las ferritas CoFe_2O_4

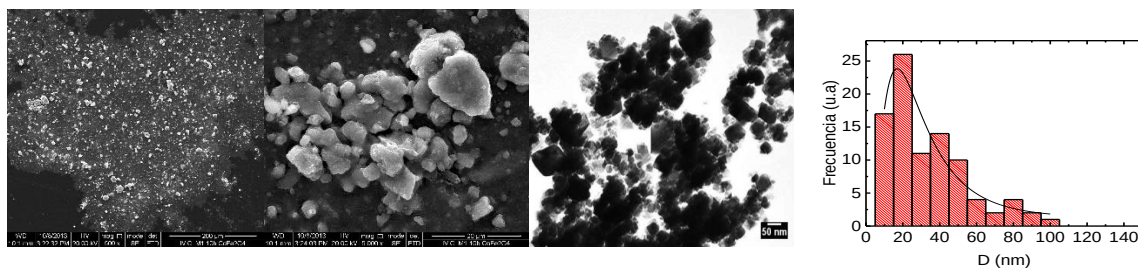
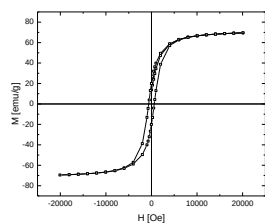


Figura 2. Micrografías de Barrido y Transmisión de las ferritas CoFe_2O_4 . Histograma



Ferrita	d [nm]	a [Å]	Hc [Oe]	Mr [emu/g]	Ms [emu/g]	C(F/g)
CoFe_2O_4	16 ± 4	0.838	610	20	70	3

Tabla #1. Propiedades d, a, Hc, Mr, Ms y capacitancia de la ferrita de CoFe_2O_4 a temperatura ambiente.

Figura 3. Curva M(H) a temperatura ambiente de la ferrita CoFe_2O_4 .

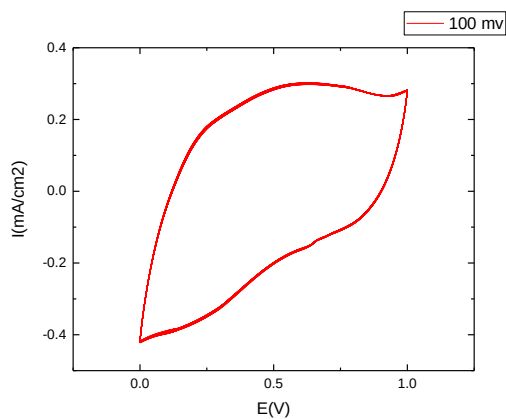


Figura 4. Voltametría cíclica de la ferrita CoFe_2O_4 .

CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO INOXIDABLE DÚPLEX UNS S31803 TRATADO TÉRMICAMENTE A 650 °C

Deliany Díaz (1), Adalberto Rosales (1), Edda Rodríguez (1)

(1) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Ciencias de los Materiales, Miranda, Venezuela

Email: 15-10417@usb.ve

Los aceros dúplex son aleaciones base hierro con cromo y molibdeno, y suficiente cantidad de estabilizadores de la austenita como lo son el níquel y el nitrógeno para lograr el balance entre las fases ferrita (α) y austenita (γ). Esta combinación de fases le confiere al material tenacidad, resistencia a la corrosión bajo tensión, así como a la corrosión por picadura. Su utilización se extiende a la industria petrolera particularmente en los equipos de perforación, válvulas surtidoras, instalaciones de gas, equipamiento general de las líneas de flujo, componentes mecánicos de las bombas, separadores y válvulas. No obstante, el elevado contenido de elementos aleantes los hace propensos a la precipitación de fases secundarias en ciertas condiciones de servicio o al ser expuestos a tratamientos térmicos [1]. Esta investigación tiene por objetivo la caracterización de muestras de acero inoxidable dúplex UNS S31803 que han sido tratadas térmicamente a 650 °C por 2h, 3h, 4h, 6h y 8h, con el fin de promover la precipitación de fases intermetálicas entre la que destacan las fases sigma (σ), nitruros (Cr_2N), carburos de cromo (M_{23}C_6) y austenita secundaria (γ_2). El estudio se llevó a cabo mediante Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido, y para revelar la microestructura se diseñó un ataque electrolítico combinado, empleando ácido oxálico al 10%, seguido de NaOH al 20%. La Figura 1, visualiza la microestructura de las muestras tratadas térmicamente. En esta se observa la presencia de precipitados alargados, principalmente en el interior de los granos de ferrita y en los bordes de grano de esta, concentrándose una mayor cantidad en el primer caso, con una distribución heterogénea en la microestructura. Su ubicación y morfología sugiere que corresponden a la formación de Cr_2N [1]. Por otro lado, se aprecian precipitados con morfología cúbica, triangular y redondeada, principalmente en las interfases α/γ y de forma minoritaria en los bordes de grano α/α y γ/γ , lo cual coincide con la información reportada en la literatura con relación a carburos del tipo M_{23}C_6 , cuya formación depende tanto de la disponibilidad de Cr como de C [1,2]. El análisis microestructural reportó el incremento del contenido de los diferentes precipitados con el tiempo de tratamiento, así como la presencia de islas de austenita, que crecen principalmente a partir de la interfase α/α , con apariencia semejante a la austenita primaria. La fracción de área determinada por metalografía óptica cuantitativa reportó una disminución de la fase α desde un $53,13 \pm 0,38\%$ hasta un $36,47 \pm 0,25\%$, un aumento de la fracción γ desde un $46,87 \pm 0,38\%$ hasta un $54,81 \pm 0,51\%$ y una fracción de precipitados de $8,72 \pm 0,26\%$. Adicionalmente, se analizó la composición elemental de las muestras mediante Espectroscopía de Rayos X de Energía Dispersada (EDX), con el propósito de evaluar la composición de las fases presentes. Los análisis revelaron el enriquecimiento en Cr de las regiones donde se concentran las diferentes partículas (Figura 2), lo que coincide con la presunta presencia de las fases Cr_2N y M_{23}C_6 . Por otra parte, a 8h de tratamiento se aprecia el crecimiento de la austenita con una morfología acicular, hacia el interior de la ferrita lo que sugiere la formación de γ_2 de tipo Widmanstätten (Figura 2, derecha), producto de la desestabilización de la ferrita [1]. Así mismo, se observan precipitados alargados y paralelos en islas de austenita a 3h de tratamiento térmico, que parecen extenderse desde las antiguas interfases α/γ y α/α hacia el interior de la ferrita. La presencia de estos precipitados podría estar relacionada con otro de los mecanismos de formación de la fase sigma a partir de carburos M_{23}C_6 , que da lugar a tiempos más largos de tratamientos tal como ha sido observado por Lee et al [3].

REFERENCIAS

[1] Gunn R. (1997) *Duplex stainless steels. Microstructure, properties and applications*, Woodhead Publishing Ltd. Cambridge, England. pp. 35-46, 175-184.

[2] Lo K. et al. *Materials Science and Engineering: R*. (2009) (65) (39)

[3] Lee K. et al. *Journal of Alloys and Compounds*. (1999) (285) (156)

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Laboratorio de Metalografía, Ing. Rafael Vásquez y al Laboratorio de Microscopía Electrónica del Laboratorio E de la Universidad Simón Bolívar, Lic. Glenn Rodríguez.

FIGURAS

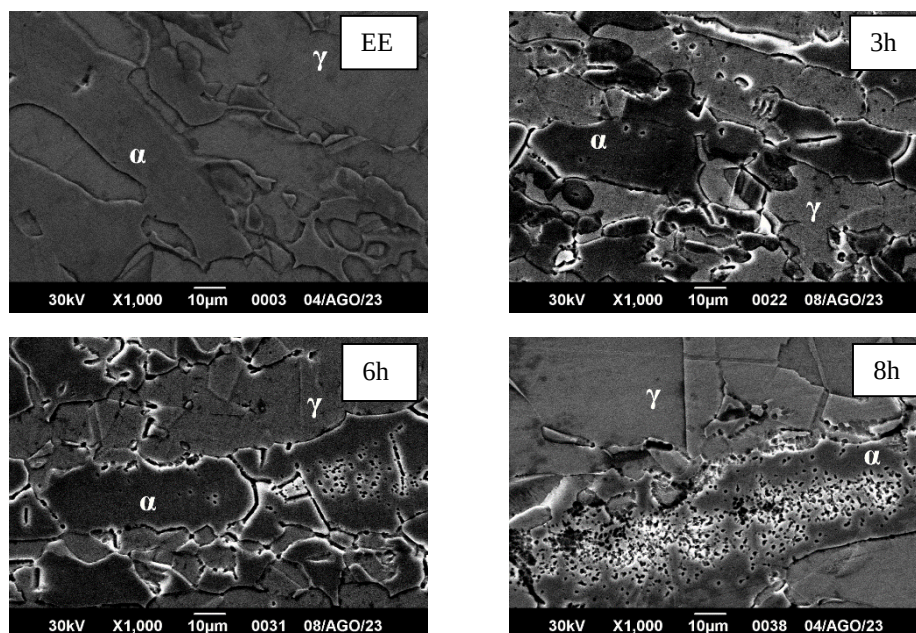


Figura 1. Evolución microestructural en las piezas sometidas a un tratamiento térmico a 650°C durante diversos periodos de tiempo.

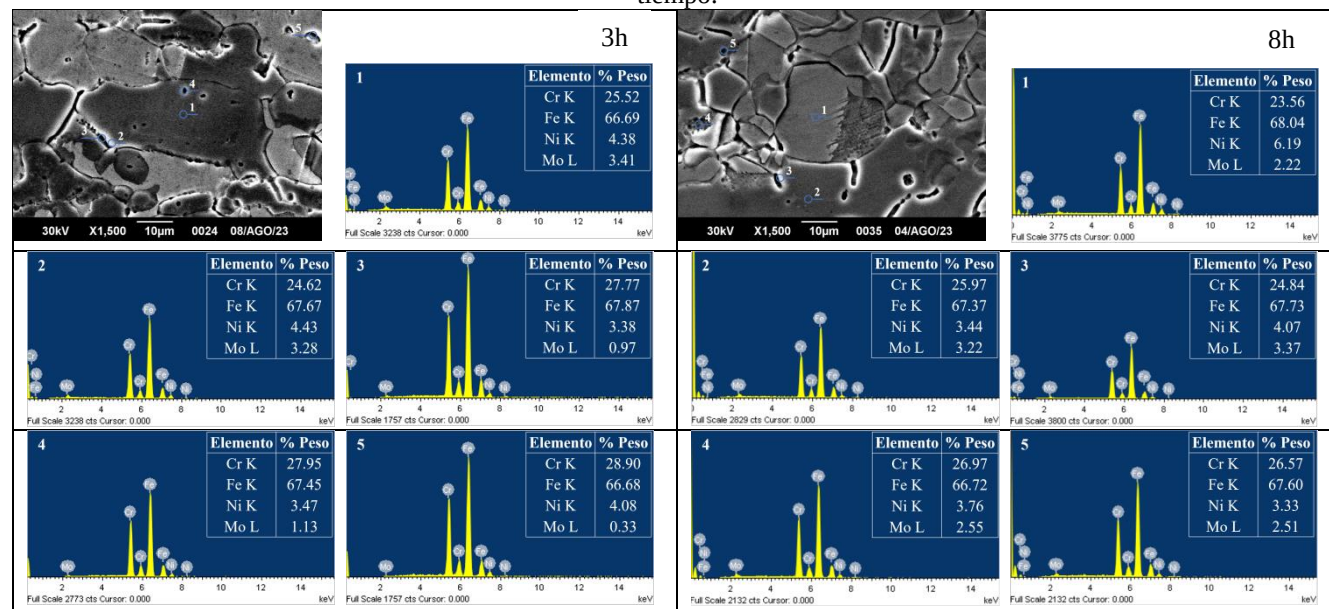


Figura 2. Microestructuras de las muestras tratadas por 3h y 8h a 650°C y sus correspondientes análisis por EDX.

SINTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE DIÓXIDO DE TITANIO DOPADO CON COBRE PARA APLICACIONES FOTOCATALÍTICAS

Yhosmary Franco (1), Jimmy Castillo (2) y Juan Carlos Pereira (1)

- (1) Laboratorio de Petróleo, Hidrocarburos y Derivados (PHD), Universidad de Carabobo, Valencia, Venezuela. (2) Laboratorio de Espectroscopía Láser y Nanotecnología, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.
Email: yhosmaryfranco@gmail.com

En las reacciones fotocatalíticas, el dióxido de titanio (TiO_2) ha sido ampliamente utilizado como fotocatalizador para la descontaminación de aire y aguas, demostrando ser altamente efectivo a lo largo de los años. Sin embargo, su capacidad de activación bajo la luz visible se ve limitada por el alto valor del BandGap de este compuesto. Para superar esta limitación, se han implementado diversas modificaciones, como la implantación de iones metálicos, el dopaje con metales y no metales, la sensibilización con colorantes, entre otros (1)(2). El objetivo de este estudio fue sintetizar y caracterizar nanopartículas (NP) de TiO_2 dopado con Cu u óxidos de cobre para evaluar su potencial en aplicaciones fotocatalíticas. Se emplearon técnicas de molienda mecánica e impregnación húmeda para la síntesis de los diferentes compuestos. La caracterización se realizó mediante dispersión dinámica de luz (DLS), microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (EDS), microscopía de fuerza atómica (AFM), espectroscopía UV-visible, espectroscopía Raman y capacitancia electroquímica. Estas técnicas proporcionaron datos sobre las propiedades de las NP, incluyendo su distribución de tamaño, morfología, composición química, propiedades ópticas y almacenamiento de energía. En el método de molienda mecánica se utilizó un dispersante inorgánico, mientras que en la impregnación húmeda se utilizó $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ como precursor del dopante, con diferentes porcentajes en peso de Cu (0,1%, 0,5% y 1,0%). Los resultados de las distribuciones de tamaño obtenidas por DLS para la muestra de TiO_2 comercial mostraron un rango de 1 a 225 nm, con un diámetro hidrodinámico centrado en 26,8 nm. La muestra luego de la molienda (NP TiO_2) presentó una distribución de tamaño menor, alrededor de los 19,12 nm. Respecto a las muestras de TiO_2 modificadas con Cu, los resultados indicaron un diámetro hidrodinámico centrado entre 15 y 17 nm. No se observó una diferencia significativa en el tamaño de partícula a medida que aumentaba el %Cu en las NP TiO_2 , lo cual podría explicarse por los bajos niveles de Cu empleados. Las imágenes por MEB revelaron la presencia de aglomerados de nanopartículas de forma irregular, esponjosas y rugosas (Figura 1). El análisis composicional mediante EDX confirmó la presencia de los elementos Ti y O, así como de Cu en el caso de la muestra modificada con 1% de cobre, en una relación de 52:46:1 (3). Se empleó AFM en modo tapping para analizar la topografía y distribución de tamaño del TiO_2 y 1%Cu- TiO_2 (Figura 2). Los resultados revelaron que las nanopartículas presentaron una morfología predominante semiesférica. El tamaño promedio de las NP TiO_2 fue de 7,32 nm, mientras que para las NP 1,0%Cu- TiO_2 fue de 8,70 nm. Además, se compararon los resultados obtenidos por AFM con los obtenidos por DLS, y se encontró que los tamaños de partículas determinados por AFM son considerablemente más pequeños, aunque se encuentran dentro del rango de distribución de tamaños obtenido por DLS, lo que indica que ambas técnicas arrojaron resultados consistentes. Se determinó la energía óptica de bandgap (E_g) utilizando la relación de Tauc a partir de los espectros de absorción de las NP TiO_2 , 0,1%Cu- TiO_2 , 0,5%Cu- TiO_2 y 1,0%Cu- TiO_2 . Se observó que E_g disminuyó a medida que aumentó el %Cu en las muestras. Los resultados revelan una reducción de E_g de 0,32 eV en la muestra de 1%Cu- TiO_2 (2,84 eV) en comparación con las NP TiO_2 (3,16 eV). Este cambio se atribuye a la presencia de óxidos de cobre en la estructura del TiO_2 extendiendo su absorción al espectro visible de manera efectiva. Por su parte, la espectroscopía Raman confirmó que el TiO_2 estudiado se encuentra en su fase anatasa (Figura 3). Finalmente, se llevó a cabo un análisis de voltamperometría cíclica utilizando electrodos preparados con grafito y 10% de TiO_2 . El estudio se realizó a una velocidad de 100 mV/s en una solución de KCl 1 M, con el objetivo de investigar el efecto del tamaño de partícula y el contenido de Cu en NP TiO_2 en la capacitancia específica (Figura 4). Los datos obtenidos indican que, en todos los casos, la

incorporación de TiO_2 modifica la respuesta electroquímica del grafito. Los resultados evidencian que las NP TiO_2 dopadas con Cu presentan un gran potencial en cuanto a eficiencia, efectividad y, lo que es más importante, escalabilidad para procesos fotocatalíticos.

REFERENCIAS

- [1] Warren Z, Guaraldo T, Martins A, Wenk J, Mattia D. Photocatalytic foams for water treatment: A systematic review and meta-analysis. J Environ Chem Eng [Internet]. 2023 Feb;11(1):109238. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S221334372202111X>
- [2] Kaur R, Kaur A, Kaur R, Singh S, Bhatti M, Umar A, et al. Cu-BTC metal organic framework (MOF) derived Cu-doped TiO_2 nanoparticles and their use as visible light active photocatalyst for the decomposition of ofloxacin (OFX) antibiotic and antibacterial activity. Adv Powder Technol [Internet]. 2021 May;32(5):1350–61. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.appt.2021.02.037>
- [3] Preda S, Pandeale-Cușu J, Petrescu S, Ciobanu E, Petcu G, Culiță D, et al. Photocatalytic and Antibacterial Properties of Doped TiO_2 Nanopowders Synthesized by Sol–Gel Method. Gels [Internet]. 2022 Oct 20;8(10):673. Available from: <https://www.mdpi.com/2310-2861/8/10/673>

AGRADECIMIENTOS

Agradecimiento al Fondo Nacional de Ciencia y Tecnología (Fonacit) por el apoyo financiero otorgado para el desarrollo de este proyecto de investigación.

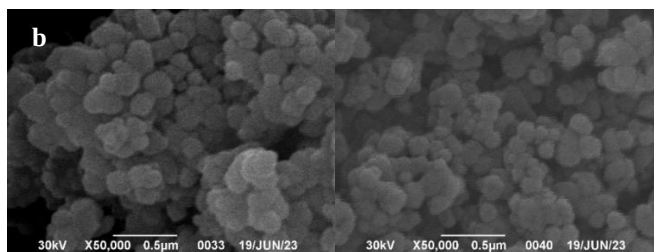


Figura 1. Micrografías obtenidas por MEB de las NP TiO_2 (a) y 0,1%Cu- TiO_2 (b).

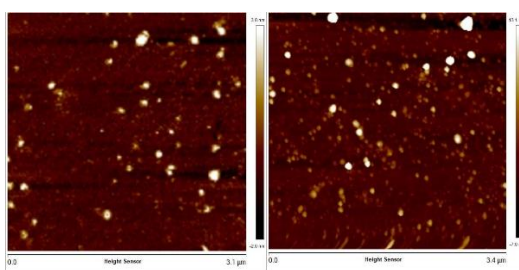


Figura 2. Micrografías obtenidas por AFM de las NP TiO_2 (a) y 0,1%Cu- TiO_2 (b).

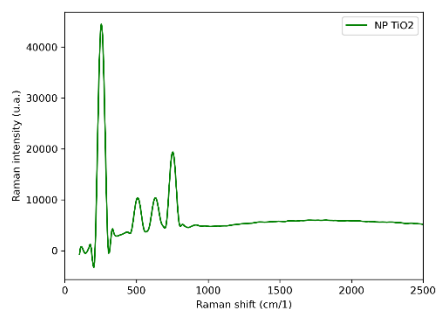


Figura 3. Espectro Raman de las NP TiO_2 .

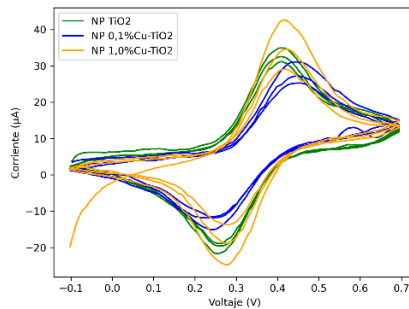


Figura 4. Voltamperometría cíclica de los electrodos con TiO_2 .

CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO AISI 304H SENSIBILIZADO SOMETIDO A TRATAMIENTOS DE DISOLUCIÓN A 900°C

Frederick Rodríguez (1), Oswaldo Rodríguez (1), Edda Rodríguez (1)

(1) Departamento de Ciencia de los Materiales/Universidad Simón Bolívar, Caracas Venezuela.

Email: eprato@usb.ve

El acero austenítico 304H posee una composición de 18% cromo, 8% níquel y un máximo de 0,08% de carbono. Este acero inoxidable es empleado en equipamiento de altos requerimientos ingenieriles. No obstante, a pesar de que poseen una alta resistencia a diversas condiciones, son susceptibles a presentar ciertos daños generando pérdidas incalculables. Cuando están expuestos a temperaturas comprendidas entre los 500° y 850°C, ya sea por soldadura o condiciones de trabajo por tiempos prolongados, son propensos a la formación de carburos de cromo y de fases intermetálicas en los bordes de grano, entre los cuales destacan la fase sigma (σ). Su presencia genera una disminución del cromo en la matriz, causando que la capa protectora pierda su continuidad y coherencia, reduciendo su capacidad protectora y convirtiendo estos lugares en sitios preferenciales para la corrosión localizada [1]. El propósito de esta investigación es la caracterización microestructural del acero AISI 304H en condiciones de sensibilización y su evaluación por medio de técnicas ultrasónicas convencionales, esto con el fin de promover la disolución de carburos de cromo y fase sigma presentes en el material. El seguimiento de la evolución microestructural se realizó a partir de la caracterización por microscopía electrónica de barrido (MEB) y la determinación de las variables acústicas por medio de la técnica ultrasónica pulso eco de contacto. En la Figura 1 se presenta la micrografía obtenida por MEB de las muestras sensibilizadas, evidenciándose tanto la matriz metálica como la de los precipitados con una morfología en forma de agujas y pequeñas partículas a lo largo de los bordes de grano que corresponden a la fase sigma, así como la de carburos de cromo en la matriz. La Figura 2 muestra la evolución microestructural en las piezas sometidas a tratamiento térmico durante diversos periodos de tiempo, con el fin de promover la disolución de las fases presentes. En la misma se aprecia la microestructura característica de los aceros austeníticos de granos con morfologías poligonales y zonas altamente contrastadas a lo largo de los bordes de grano, lo cual es consecuencia de la presencia de la fase sigma y de carburos de cromo preferencialmente en estas zonas de alta energía. No obstante, a medida que aumenta el tiempo de tratamiento se observa la aparición de pequeños precipitados de carburos de cromo a lo largo de toda la superficie, este incremento de su proporción podría deberse a la disolución de la fase sigma y, por lo tanto, al proceso de nucleación de carburos de cromo, que se da lugar a partir de 3h de tratamiento. Esto confirma lo reportado por otros estudios [2], los cuales indican que cuando se realiza un proceso de disolución y la cantidad de cromo y carbono superan un umbral del límite de solubilidad de dichos elementos en la aleación, se presenta la aparición en exceso de carburos tipo Cr_{23}C_6 . En cuanto a las mediciones ultrasónicas (Figura 3), estas reportaron una variación de la velocidad a medida que aumenta el tiempo de tratamiento, lo cual se debe al efecto de la fracción de la fase sigma y de los carburos presentes en la microestructura, así como también a anisotropía característica de este material. Hasta 1h de tratamiento el incremento observado sugiere que dicho comportamiento está correlacionado con la disolución principalmente de la fase sigma, facilitando el paso de la onda. No obstante, a 2h disminuye lo que podría deberse no solo a la disolución de la fase sigma, sino también a su distribución y morfología, además del incremento de la fracción de carburos a lo largo de la matriz. A partir de 3h la tendencia es al incremento debido a la disolución más significativa de la fase sigma, corroborando así el efecto de esta fase en la rigidez del material y cómo la velocidad de la onda está influenciada por la microestructura policristalina, fases intermetálicas y los cambios del módulo de elasticidad de los granos individuales. Por su parte, el coeficiente de atenuación muestra una tendencia que está relacionada principalmente a las pérdidas por dispersión por los cambios microestructurales que se dan en el material durante los tratamientos de disolución de los precipitados presentes [3].

REFERENCIAS

- [1] ASM International (2008), Stainless Steels for Design Engineers, Materials Park, Ohio 44073-0002.
- [2] Young-Su. J et al. *Mater. Charact.* (2017) (128) (23).
- [3] Rodríguez E. et al. *Mater. Test.* (2011) (53) (564).

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Sección de Microscopía Electrónica del Laboratorio E de la Universidad Simón Bolívar y al Lic. Gleen Rodríguez.

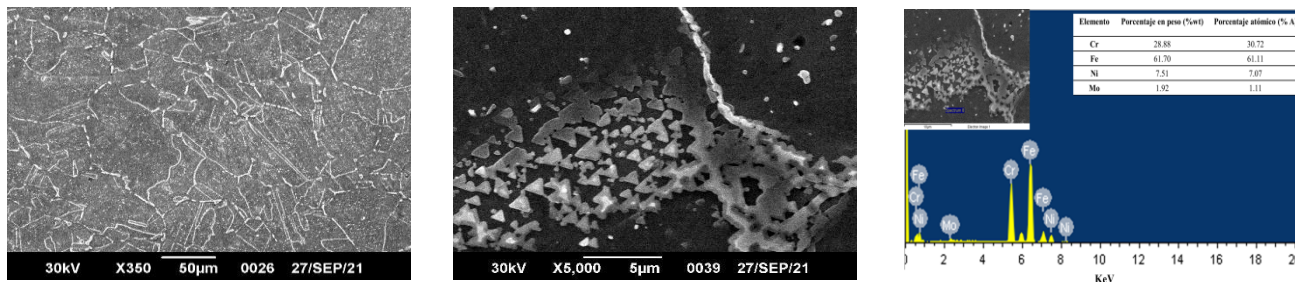


Figura 1. Microestructura del acero AISI 304H sensibilizado. En la misma se aprecia la presencia de la fase sigma y de carburos de cromo distribuidos uniformemente sobre la matriz.

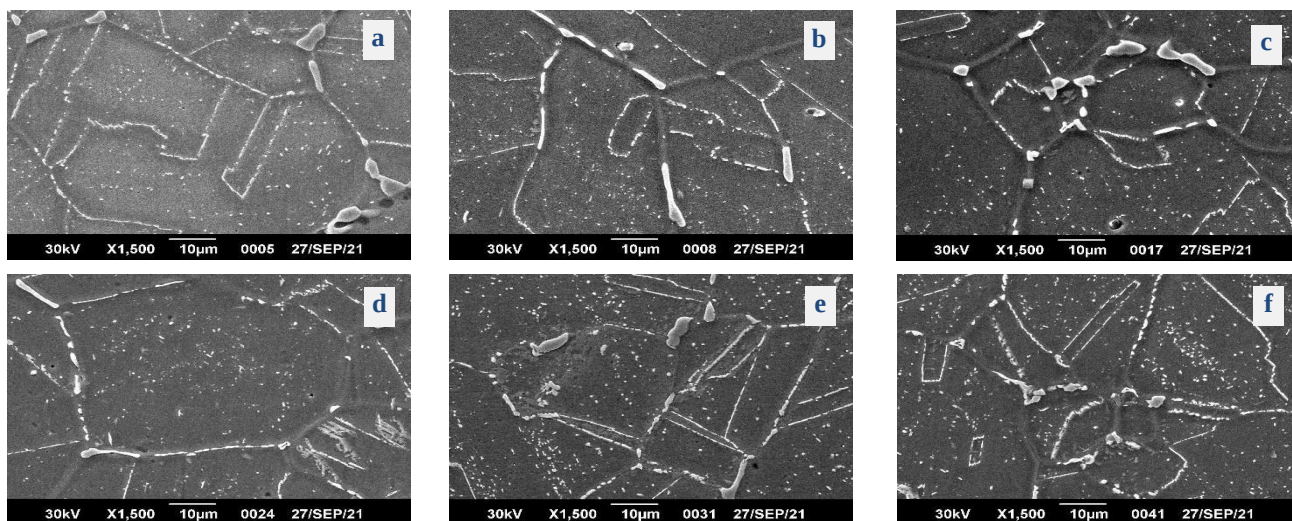


Figura 2. Evolución microestructural en las piezas sometidas a tratamiento térmico a 900°C durante diversos periodos de tiempo (a) 1h (b) 2h (c) 3h (d) 4h, (e) 5h y (f) 6h, con el fin de promover la disolución de las fases presentes.

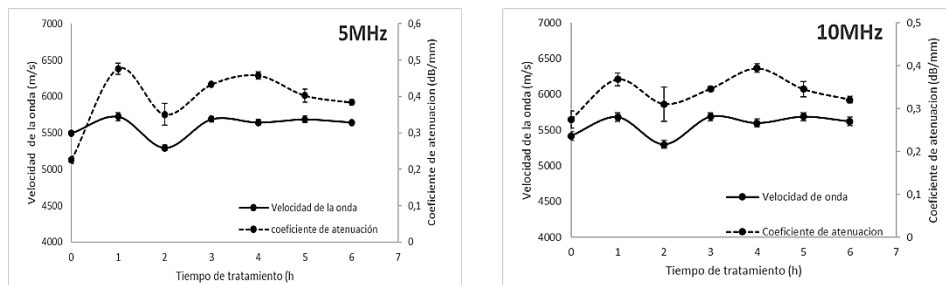


Figura 3. Velocidad de la onda ultrasónica longitudinal y coeficiente de atenuación de las piezas sometidas a tratamiento térmico a 900°C con palpadores de 5 MHz y 10 MHz.

EFICIENCIA DE LOS CARBONES HIDROFÍLICOS VÍA HIDROTHERMAL BASADOS EN QUITOSANO PARA LA ADSORCIÓN DE AZUL DE METILENO.

Arianny Chirino(1), Alexander Briceño(1).

(1) Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Laboratorio de Síntesis y Caracterización de Nuevos Materiales (LSCNM), Centro de Química. Miranda, Venezuela.

Email: ariannychirino05@gmail.com / abriceno@ivic.gob.ve

La remediación de aguas contaminadas con colorantes sintéticos es un reto significativo, porque son utilizados en la industria textil, alimenticia y cosmética. Sus desechos al ambiente representan un serio problema de contaminación debido a alta toxicidad y persistencia. Las propuestas, son adsorbentes con alta capacidad de adsorción y tolerancia a diferentes condiciones de pH y grupos funcionales, como, carbones activados, óxidos inorgánicos, bioadsorbentes y biopolímeros. Sin embargo, la preparación de carbones activados requiere alto consumo de energía, su obtención y regeneración puede ser costosa. No obstante, métodos hidrotérmicos ofrecen una alternativa de bajo costo para la preparación de adsorbentes de carbono porque permiten la carbonización directa de biomasa bajo condiciones suaves de reacción, además, modular la morfología, tamaño y textura de las partículas. En específico, el quitosano es un biopolímero natural biodegradable con variedad de aplicaciones, incluyendo la adsorción, donde su modificación con diferentes agentes químicos puede mejorar la capacidad de adsorción de colorantes. Se tiene como objetivo, demostrar la eficiencia de los carbones hidrofílicos vía hidrotérmica basados en quitosano para la adsorción de azul de metileno (AM), mediante la adición de, H_2O , CH_3COOH , $ZnCl_2$ y $NaCl$ para modificarlos. Asimismo, caracterizar los carbones hidrofílicos obtenidos por MEB, BET y FT-IR para evaluar la capacidad de adsorción del AM mediante UV-Visible. La metodología experimental se basó en pesar cantidades aproximadas de 1,0 g del quitosano comercial de peso molecular bajo (QPMB) más 10 mL H_2O (QPMB- H_2O), 10mL de CH_3COOH al 2% (QPMB- CH_3COOH), 10 mL de CH_3COOH al 2% + 1,5% de $ZnCl_2$ (QPMB- $ZnCl_2$) y 10 mL de CH_3COOH al 2% + 1,5 g de $NaCl$ (QPMB- $NaCl$), realizando la carbonización en reactores a 180 °C durante 24 h. Los sólidos resultantes se filtraron al vacío y se lavaron repetidamente con agua destilada hasta que la solución resultante mostrase una apariencia incolora, Por último, para la eliminación de la humedad, cada carbón hidrofílico se coloca a 60 °C durante 48 h. Por MEB, en la Figura 1, se muestra la formación de un material irregular con características amorfas, algunas zonas con relieve formando como microcanales, que se atribuye al autoensamblaje de las cadenas poliméricas durante el proceso de carbonización, quizá por el CH_3COOH que permite la disolución del biopolímero. La micrografía del QPMB- $ZnCl_2$, tiene zonas más claras en forma de láminas, asociadas a la formación de ZnO , distribuido de manera heterogénea, que a su vez como el QPMB- CH_3COOH , presenta una apariencia irregular y morfológicamente rugosa (ver Figura 2). La Figura 3, muestra cristales de $NaCl$. En el caso de sólidos tratados con cloruros de Na y Zn fue necesario realizar un lavado exhaustivo con H_2O y una solución de amoníaco a 100 °C, durante 24 h para remover el exceso de $NaCl$ y ZnO y evitar interferencias en la capacidad de adsorción. En la Tabla 1, se muestran el área superficial específica de los carbones hidrofílicos, apreciando pequeñas variaciones, donde al comparar, los de mayor valor corresponden al QPMB- $NaCl$ y los de menor al QPMB- H_2O . Mientras que el área y volumen de microporo del QPMB- CH_3COOH es el carbón con valores más altos. El FT-IR de los carbones hidrofílicos, en la Figura 4, la banda de 3433.45 cm^{-1} corresponde a NH y OH , así como los enlaces de hidrógeno intramoleculares. La banda de absorción de 2926.79 cm^{-1} se puede atribuir al estiramiento simétrico y asimétrico de CH . El pico a 1637.70 cm^{-1} se asocia a la presencia de $C=O$ de la banda de amida I y el de 1384.34 cm^{-1} al CN de la amida III. La banda de absorción a 1152.17 cm^{-1} puede atribuirse al estiramiento asimétrico del puente COC y el estiramiento con CO corresponde al pico de 1028.29 cm^{-1} . El espectro de absorción de AM por parte de los carbones hidrofílicos luego del contacto con la solución a $2 \times 10^{-5}\text{ mol.L}^{-1}$, a partir del cual se obtienen las concentraciones finales de cada carbón partiendo de los datos de absorbancia por el monitoreo mediante UV-visible (ver Figura 5), se confirma que acorde con los resultados presentados en cuanto a la tendencia de

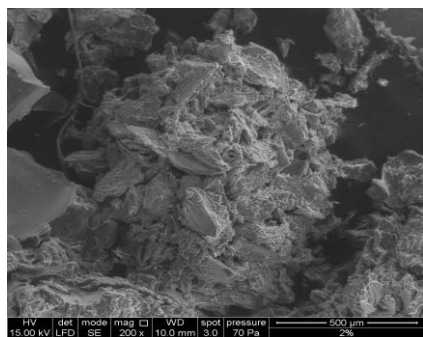
absorbancia que la remoción de AM por QPMB-ZnCl₂ > QPMB-NaCl > QPMB-CH₃COOH > QPMB-H₂O muestran la posibilidad de tratar aguas residuales contaminadas con AM.

REFERENCIAS

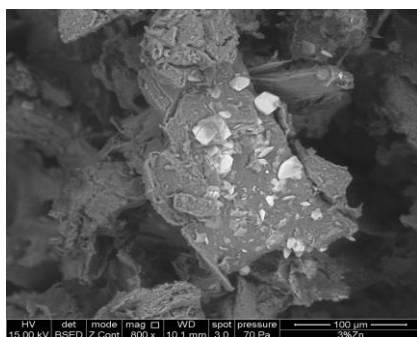
- [1] H. Marsh, y F. Rodriguez; Sciencies of carbonmaterials (2000) 674.
- [2]P. Pochanavanich, y W. Suntornsuk; Fungal chitosan production and its characterization. Letters in AppliedMicrobiology 35 (2002) 17-21.
- [3] Trujillo, P., Gonzalez, T., Brito, J. and Briceño, A; Surface recognition directed selective removal of dyes from aqueous solution on hydrophilic functionalized petroleum coke corbents a supremolecular perspective (2019). Ind. Eng. Chem. Res., 58(32): 14761-14774.

AGRADECIMIENTOS

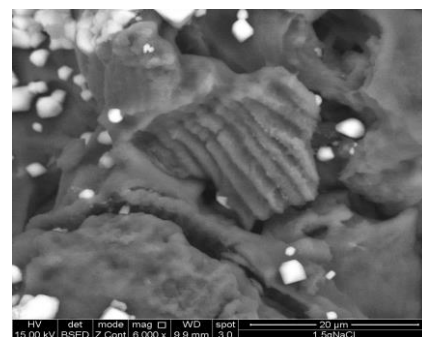
- Lic. Damarys Soto Gil. Personal del Laboratorio de Caracterización Estructural y Magnética de Materiales. Centro de Ingeniería de Materiales. IVIC.
- Ing. Yraida Diaz. Personal del Laboratorio de Fisicoquímica de Superficies. Centro de Química. IVIC.
- Lic. Edgar Cañizalez. Personal del Laboratorio de Microscopía Electrónica de Alta Resolución. PDVSA-INTEVEP.



500 μm



100 μm



20 μm

Figura 1. Carbón hidrofílico de QPMB con el agente modificador CH₃COOH.

Figura 2. Carbón hidrofílico de QPMB con el agente modificador ZnCl₂.

Figura 3. Carbón hidrofílico de QPMB con el agente modificador NaCl.

Tabla 1. Análisis textural de los carbones hidrofílicos por el método BET.

MUESTRA	QPMB			
	NaCl	CH ₃ COOH	ZnCl ₂	H ₂ O
Área Superficial Específica (m ² /g)	7,84	5,19	4,28	3,71
Área Microporo (m ² /g)	2,2083	3,7427	1,6695	0,7136
Volumen Microporo (cm ³ /g)	0,0014	0,0020	0,0012	0,0007

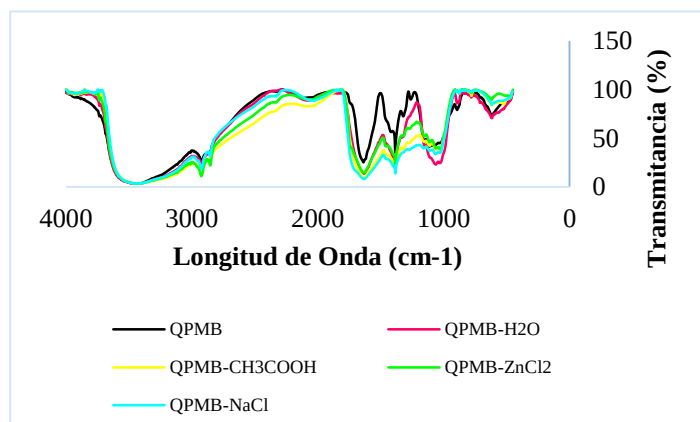


Figura 4. FT-IR del QPMB vs carbones hidrofílicos.

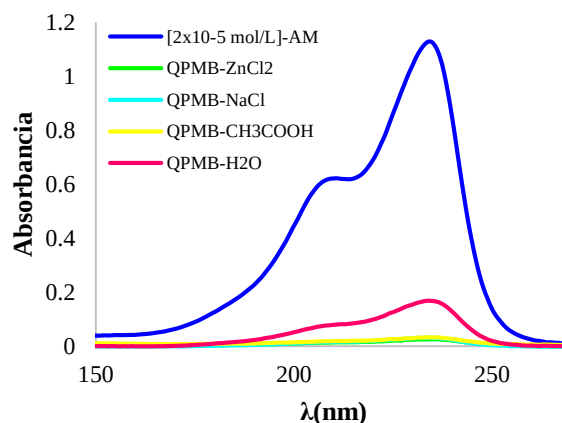


Figura 5. Absorción del AM por los carbones hidrofílicos.

ESTUDIO MORFOLÓGICO Y COMPATIBILIDAD DE MEZCLAS DE PMMA CON PVA PREPARADAS EN SOLUCIÓN

Cristina Parra (1), Yaribel Gualdron (2), Edgar Cañizales (1), María E. Gomes (1)

- (1) Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Centro de Nanotecnología, Altos de Pipe, Miranda-Venezuela.
(2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Postgrado en Química. Caracas-Venezuela.
Email: cpantojave@gmail.com

Los polímeros son materiales versátiles con innumerables aplicaciones en alimentos, empaques, construcción, electrónica, y en biomedicina, entre muchos otros [1]. Para alcanzar sinergia en las propiedades de interés, se han preparado polimezclas de manera exitosa, a pesar de los complejos procesos que gobiernan la miscibilidad polímero-polímero [2]. Particularmente, el estudio de mezclas basadas en polimetilmetacrilato (PMMA) y polivinil alcohol (PVA), ha sido reportado en la literatura debido a que estos materiales conjugan interesantes propiedades para su uso como biomateriales. Con base en lo anterior, en este trabajo se prepararon mezclas PMMA/PVA por disolución, a fin de estudiar su comportamiento de miscibilidad con miras a ser propuestas como fase sólida en cementos óseos. Mediante los diagramas de Baggeley [3], se determinaron los solventes adecuados para cada polímero: acetona para el PMMA y en una mezcla 50-50 etanol/agua para el PVA. Se prepararon polimezclas en distintas proporciones (90/10 hasta 50/50 PMMA/PVA), calentando las masas medidas de los polímeros en los solventes, hasta observar la disolución total. Las mezclas fueron precipitadas por efecto de cambio de solvente, centrifugadas y secadas por 48 horas, a 60°C. Se realizaron estudios por Espectroscopía Infrarrojo con un equipo Spectrum 100 Perkin Elmer, entre 4000 y 450 cm^{-1} , para corroborar la formación de interacciones intermoleculares entre ambos polímeros. A fin de revelar la morfología de las polimezclas, fueron inmersas en nitrógeno líquido durante 5 minutos para luego ser fracturadas. Las superficies expuestas fueron cubiertas con oro en un cubridor iónico Balzers modelo BAE 300 y observadas en un microscopio electrónico de barrido de presión variable, operando a 10 kV. El comportamiento térmico de los materiales fue evaluado por DSC-TGA empleando un Analizador Termogravimétrico TA Instruments, modelo SDT Q600, con un programa de calentamiento desde T_{amb} hasta 600°C, a velocidades de 10°C/min (PVA puro) y a 20°C/min (PMMA puro y PMMA/PVA). La figura 1 muestra los espectros FTIR del PMMA, PVA y la polimezcla. Se pueden apreciar las bandas de absorción características de los grupos funcionales representativos tanto del PMMA (carbonilo, C=O) a 1740 cm^{-1} e (hidroxilo, OH), fuerte y ancha en 3400 cm^{-1} , del PVA. En el espectro de la mezcla PMMA/PVA se observó un corrimiento hacia números de onda inferiores (1729 cm^{-1}) para el grupo carbonilo del PMMA y un pico bien agudo correspondiente al grupo OH del PVA, lo que pudiera estar asociado con la formación de puentes de hidrógeno del tipo PVA-O-H-O=C-PMMA. Estos resultados están en concordancia con lo observado mediante los estudios de DSC pues la temperatura de fusión del PVA en las mezclas (220°C) fue superior a la del polímero puro (190°C), lo que estaría indicando la formación de mezclas parcialmente miscibles entre ambos polímeros. Los estudios por TGA mostraron que las mezclas obtenidas, presentaban una apreciable estabilidad térmica, superior a la de los polímeros solos. La morfología mostrada por el PMMA, PVA y las mezclas, puede verse en las figuras 2, 3 y 4, respectivamente. En la figura 2, se observan algunas esferas de alrededor de 5 μm (en el círculo de color amarillo), que se asocian con la morfología propia del PMMA. Los agujeros observados pueden relacionarse con el desprendimiento de las partículas durante el proceso de fractura. En la figura 3, para el PVA, se ve una estructura altamente porosa con multicanales interconectados. Para las mezclas poliméricas se aprecian en la figura 4(a), como algunas partículas esféricas de PMMA reposan en los canales provistos por el PVA. Con mayor detalle y como producto de realizar una magnificación a la zona resaltada en amarillo (figura 4a), se revelan en la figura 4(b) múltiples partículas de PMMA de diversos tamaños, en el orden de las micras, embebidas en la matriz de PVA. Los resultados obtenidos por MEB corroboran de forma significativa, lo observado por FTIR y DSC, y certifican la formación de mezclas parcialmente miscibles durante el proceso de preparación en solución, de las polimezclas de PMMA con PVA.

REFERENCIAS

- [1] Michel Biron. Thermoplastics and Thermoplastic Composites: Chapter 7 - Plastics Solutions for Practical Problems. Third edition. 2018, Pages 883-1038.
- [2] S. G. Adoor, L. S. Manjeshwar, K. S. V. Krishna Rao, B.V. K. Naidu, T. M. Aminabhavi. Solution and Solid-State Blend Compatibility of Poly (vinyl alcohol) and Poly (methyl methacrylate). Journal of Applied Polymer Science, 2006, Vol. 100, 2415–2421.
- [3] Emilio Meaurio*, Eva Sanchez-Rexacha, Ester Zuzaa, Ainhoa Lejardia, Andrea del Pilar Sanchez-Camargo, Jose-Ramon Sarasua. Predicting miscibility in polymer blends using the Bagley plot: blends with poly (ethylene oxide). Polymer (2017), doi: 10.1016/j.polymer.2017.01.041.

AGRADECIMIENTOS

Los autores del trabajo extienden su agradecimiento al MINCYT por su valioso apoyo para la participación en el congreso.

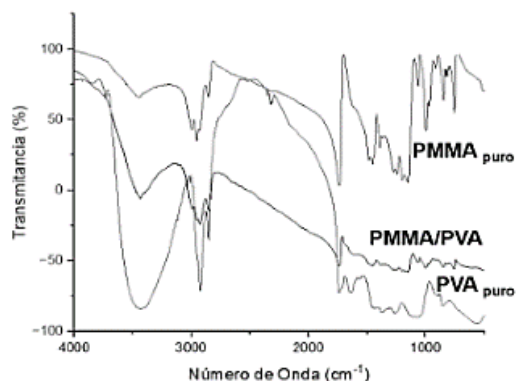


Figura 1. FTIR del PMMA, PVA y PMMA/PVA

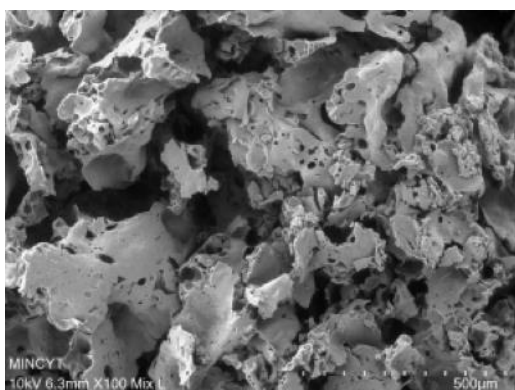


Figura 3. Morfología del PVA

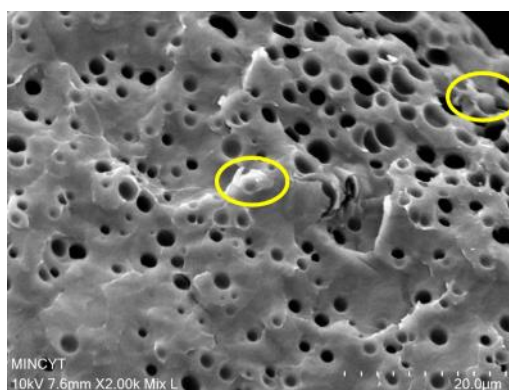


Figura 2. Morfología del PMMA

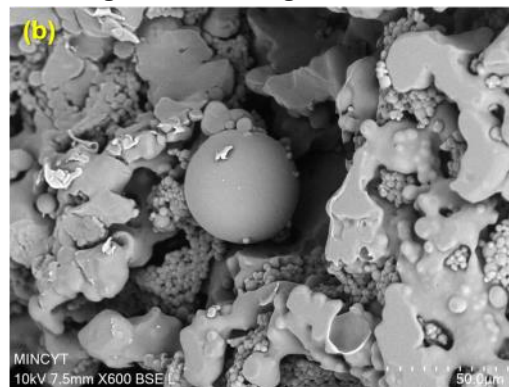
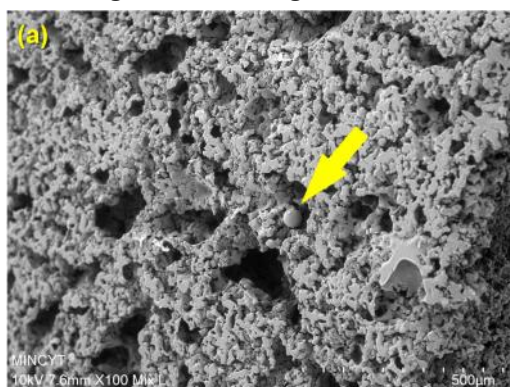


Figura 4. Morfología de las mezclas PMMA/PVA

EFFECTO DE LA VARIACIÓN DE PRESIÓN EN LA SÍNTESIS DE NANO Y MICROESFERAS DE CARBONO MEDIANTE CARBONIZACIÓN HIDROTHERMAL

María Elena Gomes (1), Damarys Soto (1), Iraima Vázquez (1), Lisbeth Lozada (1), Eric Plaza (1).

(1) Centro de Nanotecnología/ Instituto Venezolano de investigaciones Científicas (IVIC), Altos de Pipe, Venezuela,
Email: helain18@gmail.com

Las micro y nano esferas de carbono han estado en la vista de la comunidad científica desde hace una década debido a sus propiedades físico química, entre las que destacan, un proceso de preparación simple y barato, una gran área superficial, superficie funcionalizada, entre otras [1]. Existen en la literatura un par de mecanismos propuestos para describir el proceso de formación de las micro y nano esferas de carbono, el primero de ellos propuesto por Kang y Wang [2] el cual propone, que la nucleación de la esfera es consecuencia de la formación de anillos de carbono de 5, 6 y 7 miembros, seguido de un crecimiento de concha en espiral. Estos anillos forman estructuras con curvatura negativa o positiva que favorece el crecimiento en forma esférica cuando las capas de estas moléculas se agregan. El trabajo de Liu Shengwen [3] propone que la formación de las esferas es atribuida a la deshidratación y descomposición de las moléculas de agarosa polimerizadas, el agrupamiento de átomos de carbono y agregación de grupos de carbono durante la carbonización hidrotérmica. Si bien en la literatura existe mucha información sobre el proceso de síntesis y caracterización de las micro y nano esferas, hasta el inicio de este estudio no se ha reportado el efecto de la presión autógena del sistema en el proceso de nucleación. La presión y la temperatura son las variables físicas encargadas de romper los enlaces en la glucosa para la posterior formación de estructuras penta, hexa y heptagonales, que dan origen a la forma esférica. En este estudio proponemos variar la relación de volumen en función de la capacidad del reactor, para de esta manera modificar la presión autógena, y estudiar el efecto sobre la morfología de esferas resultantes. La síntesis de esferas de carbono mediante carbonización hidrotérmica (CHT), se llevó a cabo en un reactor de acero inoxidable con beaker de teflón, de 100 mL de capacidad. Se estudiaron tres volúmenes totales de solución 25, 50 y 75 mL que corresponden a 25, 50 y 75 % de la capacidad del reactor, con el fin de evaluar si la presión autógena influye en la morfología de las esferas. Se partió de glucosa como biomasa al 1% m/v, en agua. Se envejeció por 24 horas a 200° C, para luego filtrar por gravedad utilizando papel de filtro Whatman N° 2, posteriormente se lavó el precipitado con una solución etanol – agua 25:75. El material obtenido se secó en estufa a 105°C por 5 horas, y se caracterizó por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Espectroscopia Infrarrojo con Transformada de Fourier (FT-IR). Las imágenes de MEB mostradas en la figura 1, presentan los resultados de la síntesis para los volúmenes de 50mL y 75 mL (a y b) respectivamente. En ambos casos se observa la presencia de micro y nano esferas de carbono. En el caso de las esferas obtenidas utilizando el volumen de 50mL los resultados muestran un tamaño promedio de 0,75µm y para 75 mL un tamaño promedio de 1,79 µm. Estos hallazgos indican que el aumento de la presión autógena favorece un incremento en el tamaño de las esferas. Este fenómeno se atribuye al hecho de que un aumento en la presión implica una mayor cantidad de energía en el sistema, lo cual mantiene activa la reacción, promoviendo así la continuación del proceso de agregación de las esferas y, en consecuencia, aumentando su tamaño. La figura 2 muestra los espectros FTIR de las esferas para los 3 volúmenes estudiados. En todos los casos se observan las mismas bandas de absorción, indicando que están presentes los mismos grupos funcionales en las micro y nano esferas.

REFERENCIAS

- [1] Trevor Mwenya, Huiyang Fan, Han Dai, and Meicheng Li., International Journal of Photoenergy (2016)(057418).
- [2] Kang Z. C. and Wang Z. L. J. Phys. Chem. (1996) (100) (5163-5165).

[3] Shengweg Liu, Xianbiao Wang, Huijun Zhao, Weiping Cai, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. (2015) (484)(5) (386-393).

AGRADECIMIENTOS

Al MINCYT por su apoyo en el desarrollo de esta investigación.

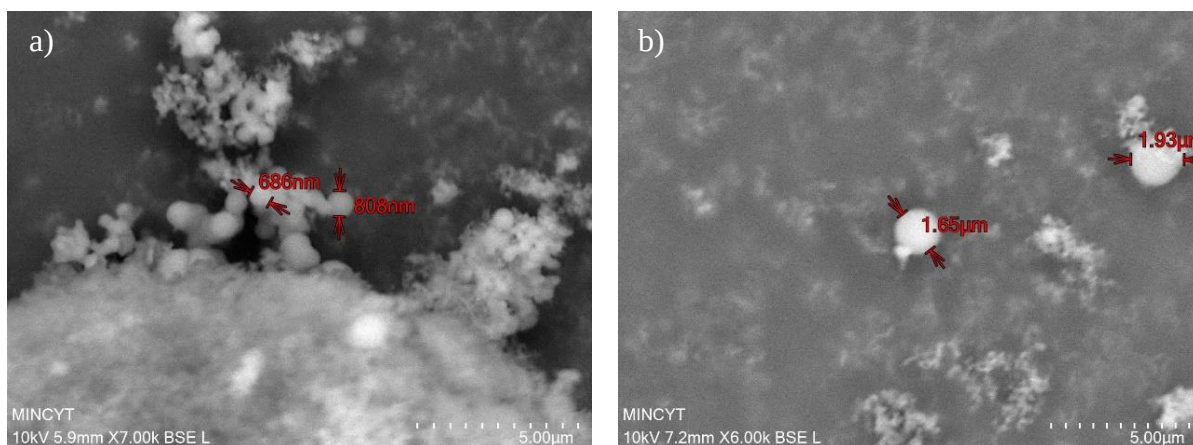


Figura 1. Imágenes de Microscopia Electrónica de Barrido de la síntesis de Micro y Nano esferas de Carbono a) Volumen de 50 mL (50% del volumen del reactor), b) Volumen de 75 mL (75% del volumen del reactor).

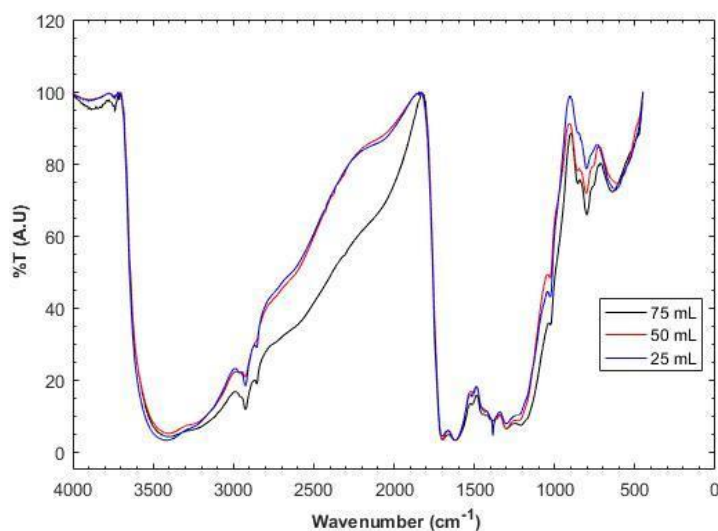


Figura 2. Espectros de FTIR de Micro y Nano esferas de Carbono para los Volúmenes de 25, 50 y 75 mL (25, 50, 75 % del volumen del reactor).

EFFECTO DE TRATAMIENTOS SUPERFICIALES EN EL COMPORTAMIENTO ELECTROQUÍMICO DE RECUBRIMIENTOS BASE NÍQUEL OBTENIDOS MEDIANTE LA TÉCNICA DE PROYECCIÓN TÉRMICA Y TRATADAS TÉRMICAMENTE

Ronald Alvarado (1), Wilfrido González (2), José B. León (1), Maribel Suárez (1).

- (1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, Caracas-Venezuela.
(2) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Ciencias de los Materiales, Caracas-Venezuela.
email: suarezm22@gmail.com

En una era de aceleradas mejoras tecnológicas la creciente preocupación que ha surgido en la última década en relación con los efectos de la industria de los recubrimientos tradicionales, tales como el niquelado, ha llevado al desarrollo de nuevos métodos de deposición y recubrimientos, como una alternativa [1]. Las exigencias que deben cumplir los materiales son múltiples: resistencia a elevadas cargas y presiones, ambientes corrosivos y elevadas temperaturas. La ingeniería de superficie es la respuesta a tales exigencias. La aplicación de recubrimientos permite modificar las propiedades de la superficie de los materiales estructurales, sin alterar sus propiedades internas. Un diseño superficial óptimo prolongará la vida media y la eficacia del componente mecánico. Además, disminuirá la frecuencia de reparación y de reemplazo de piezas de maquinaria que trabajan bajo condiciones muy severas, reduciendo por tanto los costos. Los recubrimientos proyectados térmicamente, suelen utilizarse en una gran variedad de industrias como, por ejemplo, la industria petrolera y naval. Normalmente sirven para el control y protección contra la corrosión y el desgaste. Los recubrimientos de níquel [1], han demostrado utilidad en la mejora de diferentes propiedades mecánicas y electroquímicas, permitiendo ser competitivos en las exigencias el mercado. Entre estas propiedades, se encuentra una elevada dureza, resistencia a la corrosión y a la abrasión, buena adherencia y un buen comportamiento a altas temperaturas. Existe una gran variedad de recubrimientos base níquel, los cuales dependiendo del método de deposición, cantidad y proporción de los elementos aleantes definirán las propiedades que tendrán y por lo tanto su posterior uso. En el presente trabajo, se evaluó el comportamiento electroquímico de un recubrimiento base níquel (NiCrFeSi)[2] depositado sobre un acero AISI 1010 mediante proyección térmica, en dos soluciones electroquímicas: NaCl al 3,5% y NaCl al 3,5% acidificado con HCl. Previo a los ensayos de corrosión, un lote de muestras fue tratado superficialmente bajo la acción de una llama oxiacetilénica, esto con el fin de conseguir una microestructura más compacta y cerrada que impida el paso de la solución hasta el sustrato. Todas las muestras con y sin tratamiento a la llama, fueron tratadas térmicamente bajo una atmosfera controlada por argón a una temperatura de 800°C, durante dos horas [3]. A partir de los resultados obtenidos en las técnicas electroquímicas [4] realizadas se determinó mediante los ensayos potenciodinámicos que la condición óptima la presentó la muestra con tratamiento superficial a la llama y tratada térmicamente, debido a que el potencial de corrosión obtenido fue el más noble (-460 mV) y presentó la menor densidad de corriente de corrosión ($2 \cdot 10^{-6}$ mA/cm²). En la Figura 1 se observa las micrografías de la sección transversal del recubrimiento NiCrFeSi ensayadas en una solución de NaCl al 3,5%, en condición como depositado sin tratamiento superficial (Fig. 1a) y con tratamiento superficial a la llama y tratado térmicamente a 800 °C, (Fig.1b).

REFERENCIAS

- [1] Martínez, G., Olaya, J., Morales, J. (2011). "Recubrimientos depositados con la técnica de proyección térmica por llama sobre sustratos de piezas navales". AVANCES Investigación en Ingeniería Vol. 8 - No. 1, pp. 54-66.
[2] Navas Guzmán, M. (2007). "Recubrimientos de NiCrBSi resistentes a la corrosión y al desgaste". Tesis Doctoral. Universidad de Granada. Granada.
[3] Hernández, D; Lino, R. (2013). "Estudio del efecto del tratamiento térmico a la llama, sobre el recubrimiento base níquel depositado por proyección térmica con plasma en aceros SAE 1045". Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela. Caracas

[4] Suarez, M., Bellayer, S., Traisnel, M., González, W., Chicot, D., Lesage, J., Puchi-Cabrera, E. S., Staia, M. H. (2008). "Corrosion behavior of Cr_2C_3 -NiCr vacuum plasma sprayed coatings". Surface & Coatings Technology 202: pp. 4566-4571.

AGRADECIMIENTOS

Al Laboratorio de Electroquímica y Corrosión de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la Universidad Central de Venezuela, así como al Centro de Microscopía Electrónica adscrito al Laboratorio E de la Universidad Simón Bolívar.

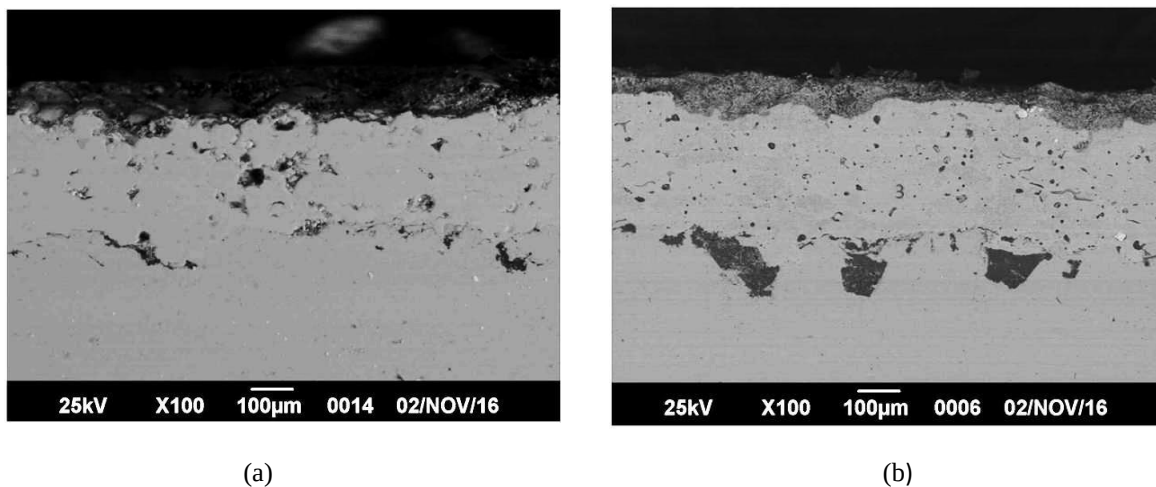


Figura 1 Micrografías de la sección transversal del recubrimiento NiCrFeSi (a) en condición como depositado sin tratamiento superficial (b) con tratamiento superficial y tratado térmicamente a 800 °C, ensayadas en una solución de NaCl al 3,5% a 100X

OBTENCIÓN DE BARRAS AGITADORAS MAGNETICAS DE VIDRIO RECICLADO Y HEXAFERRITA DE BARIO MEDIANTE SINTERIZACIÓN DE POLVOS

Johana Cisneros (1), Andrés Marichal (1), Haydee Contreras (1), Gladys Navas (1), Maximiliano Donat (1).

(1) IUTFRP/UNETRANS. Departamento de Tecnología de Materiales, KM8 Panamericana, Las Salías, Edo Miranda-Venezuela

Email: johaa.cisnerosb@gmail.com

Uno de los equipos empleados en la preparación de soluciones son los agitadores magnéticos, que, mediante un campo magnético, permiten mezclar cualquier solución que requiera agitación. Constan de una placa metálica compuesta por un magneto rotatorio, electroimanes y barra de agitación que propicia el campo magnético. Las barras agitadoras suelen tener un imán de ALNICO como alma y un recubrimiento de politetrafluoroetileno [1]. Existen otros agitadores cuya alma está compuesta por hexaferrita de bario ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) [1]. La sustitución parcial de materias primas por materiales reciclados en procesos industriales ha contribuido al auge del reciclaje, siendo la reutilización del vidrio una importante contribución al campo de la investigación de desechos de vidrio [2]. Para ello, este trabajo se orientó a la obtención barras magnéticas partiendo de vidrio reciclado y hexaferrita de bario mediante la sinterización de polvos. Inicialmente se obtuvo la hexaferrita de bario partiendo de Fe_2O_3 y BaCO_3 , la obtención de los polvos vítreos de borosilicato y sódico-cálcico, y la determinación de la dosificación y condiciones de sinterización. El inserto o imán de hexaferrita de bario ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$), se obtuvo mediante la calcinación de los precursores carbonato de bario (BaCO_3) y el óxido de hierro (Fe_2O_3) a una temperatura de 1100 °C. Luego de la molturación, dosificación en peso del 15, 25, 35, 45% de ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) se obtuvieron compactos de dimensiones $\varnothing 6\text{mm}$ y 1mm, que posteriormente fueron sinterizados a 900 °C. Los desechos de vidrio sodio/borosilicatos provenientes de ventana y de utensilios de laboratorio, se molturaron y se procedió a insertar de forma manual el imán de ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) en una cama de vidrio sódico-cálcico /borosilicato. Finalmente, se realizó la sinterización de polvos vítreos a temperaturas de 850 °C y 900 °C durante 5, 10, 20 y 30 min, respectivamente, Figura 1. Las muestras sinterizadas que presentaron mayor densidad, menor porosidad y que cubrieron totalmente al imán se caracterizaron mediante microscopia Estereoscópica, Microscopia Óptica (M.O.) y por Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (MEB-EDS). En la Figura 2, se presentan las condiciones de los mejores ejemplares y su macro y microestructura. Se evidencia una marcada porosidad a lo largo de toda la superficie de la sección trasversal de la muestra, así como también una zona de tonalidad amarilla entre la interfaz de ambas fases (hexaferrita-vidrio) para los ejemplares de vidrio sódico-cálcico/ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$. En contraste, los ejemplares de vidrio borosilicato/ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ exhiben menor presencia de porosidad y notorias fisuras tanto en el vidrio como en el imán, asociado a los cambios brusco de temperatura durante la sinterización. Las microestructuras obtenidas por M.O. revelan para la muestra de vidrio sódico-cálcico / $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ superficies irregulares con presencia de poros y burbujas de diferentes tamaños, mientras que para los de vidrio borosilicato / $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ microfisuras a lo largo de toda la superficie y una menor porosidad. El análisis superficial y químico por MEB-EDS, muestra en la Figura 3A una morfología totalmente irregular y caracterizada por presencia de porosidad abierta y cerrada, provenientes del vidrio sódico-cálcico sin presencia de hexaferrita de bario; Figura. 3B muestra la zona de interface/ interacción y con relativa adherencia entre el inserto y el vidrio. La Figura 4A muestra una morfología regular caracterizada por presencia de poros y grietas del vidrio borosilicato sin presencia de hexaferrita de bario; mientras que la Figura. 4B evidencia en la interface inserto-vidrio, con marcada migración, así como agrietamiento perpendicular a la interfase, posiblemente por contracción térmica. El EDS en ambas Figuras (3C-4C), permite contrastar una migración más marcada en los ejemplares de borosilicato / $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ que en los sistemas sódico-cálcico/ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$, donde se aprecia una orientación preferencial de la hexaferrita al vidrio, siendo los elementos más predominantes en la interfase: oxígeno, silicio y hierro. De forma tal, que el presente estudio evidenció que la interacción superficial y química entre los vidrios reciclados y la

hexaferrita obtenida a nivel de laboratorio suponen interacciones relevantes, pero no significativas, puesto no afectan ni las propiedades físicas ni magnéticas de los ejemplares, lo que permite establecer procedimientos de obtención, caracterización y recomendaciones de los sistemas vitreos-magnéticos estudiados.

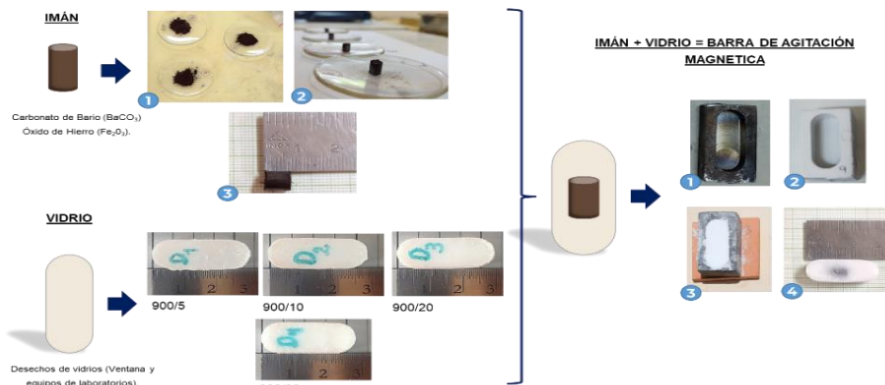
REFERENCIAS

- [1] Rosinguer, A. *Magnetic Stirrer*. 2350534 United States, 06 06, 1944.
[2] Ayala Valderrama, Diana M., et al. *Glass-Ceramic Materials Obtained by Sintering of Vitreous Powders from Industrial Waste: Production and Properties*. Basel, Switzerland. : MDPI, 2021.

AGRADECIMIENTO

Centro de Física, IVIC. Altos de Pipe, Las Salías, Edo Miranda-Venezuela. Laboratorio Servolabs C.A.

Figura 1. Metodología modular empleada para la obtención de barras de agitación magnética de vidrio reciclado y hexaferrita de bario, mediante sinterización de polvos.



Tipo de Barra	Ciclo térmico (°C/min)	Contenido de hexaferrita (%)	Propiedades Densidad (g/cm ³) Contracción (%) Porosidad (%)	Barra de agitación	Observación Macroscópica	Microestructura (M.O.)
Sódico-calcio +Hexaferrita	850 / 20	15	2.03 g/cm ³ 68.18 % 2.12 %			
Borosilicato +Hexaferrita	900 / 20	15	2.27 g/cm ³ 59.09 % 1 %			

Figura 2. Resumen de los mejores ejemplares de barras de agitación elaboradas a partir de vidrio sódico-cálcico y borosilicato. Apariencia macroscópica y microestructura por M.O.

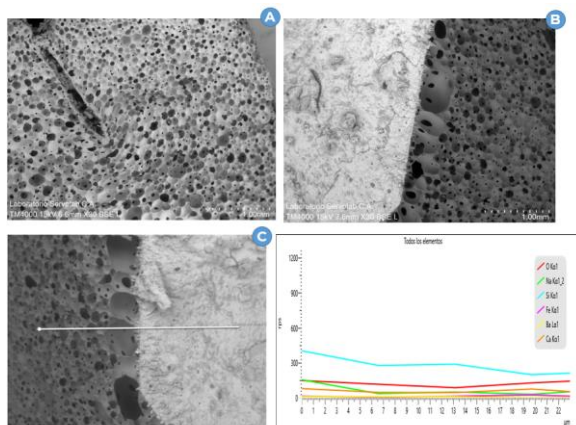


Figura 3. Análisis superficial y químico por MEB-EDS. Macroestructura a 30x de los sistemas hexaferrita de bario-sodio cálcico, (a) Vidrio sin hexaferrita, (b) Vidrio con 15% hexaferrita (c) Análisis químico elemental barrido entre vidrio-hexaferrita de bario.

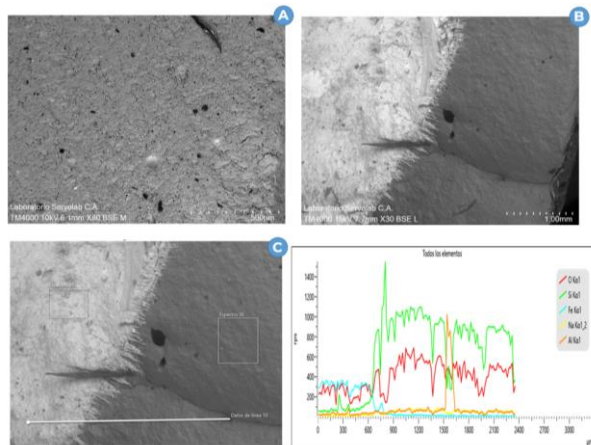


Figura 4. Análisis superficial y químico por MEB-EDS. Macroestructura a 30x de los sistemas hexaferrita de bario-borosilicato (a) Vidrio sin hexaferrita, (b) Vidrio con 15% hexaferrita (c) Análisis químico elemental barrido entre vidrio-hexaferrita de bario.

OBTENCIÓN DE ÓXIDO DE GRAFENO (GO) A PARTIR DE FLEXICOQUE DE BAJO VANADIO

Carla Seijas, Haydee Contreras, Gladys Navas (1).

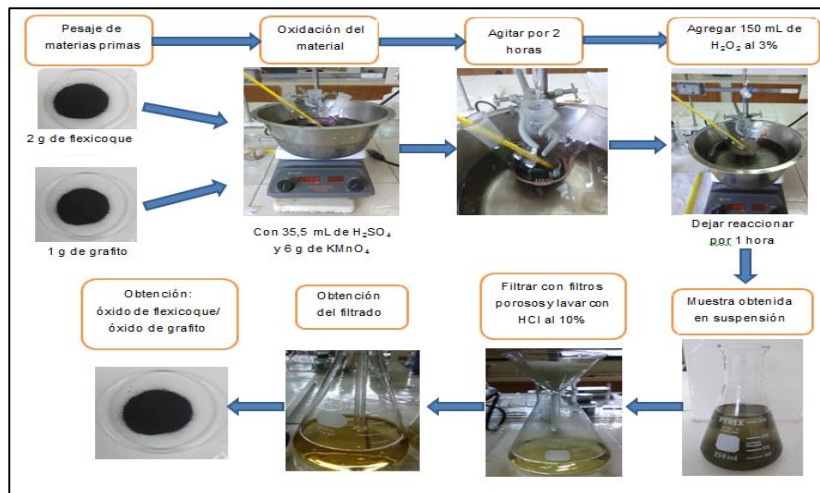
(1) IUTFRP/UNETRANS. Departamento de Tecnología de Materiales, KM8 Panamericana, Las Salías, Edo Miranda-Venezuela.

Email: seijascarla81@gmail.com

El óxido de grafeno, GO, es la variante del grafeno más conocida y, probablemente, la más utilizada comercialmente, gracias a su escala de producción, solubilidad en agua y facilidad de manipulación. El GO es un grafeno modificado, producido por la oxidación de grafito, con moléculas de oxígeno e hidrógeno ancladas a lo largo de su superficie; dichas moléculas, también conocidas como grupos funcionales o grupos oxigenados mantienen estables en dispersión a las láminas de grafeno y facilitan su interacción con otras nanoestructuras o moléculas para el diseño de nuevos productos[1]. Es un material adecuado para aplicaciones en revestimientos y tintas, electrónica, materiales compuestos, tecnología del agua y biomedicina. Para producir el GO se utiliza grafito como material carbonáceo precursor. Una de las desventajas que presenta el grafito es el costo y su disponibilidad. Para asegurar este precursor se consideró el uso del flexicoque de bajo vanadio, como material sustituto al grafito en la síntesis de compuestos carbonáceos ya que se dispone de este subproducto del proceso de flexicoquización a un menor costo y permite su reutilización en pro del saneamiento del medio ambiente. La obtención de GO se realizó mediante síntesis química, utilizando el método de Hummers modificado, utilizando permanganato de potasio como agente oxidante, Figura 1. Se emplearon 2 precursores: grafito comercial y flexicoque de bajo vanadio previamente calcinado a 950 °C. Las muestras oxidadas fueron caracterizadas mediante MEB-EDS, y Espectroscopía Ultravioleta-visible (UV-Vis). La Figura 2 presenta el GO obtenido a partir del grafito comercial, donde se evidencia una morfología del tipo multicapa, organizadas en diferentes direcciones, con cierto espacio de separación, y esto se debe a que no todo el grafito reacciona para convertirse en óxido. El análisis químico por EDS reporta la presencia de carbono, oxígeno y sílice procedentes de las impurezas intrínsecas del grafito utilizado. La Figura 3 presenta la morfología del GO partir del flexicoque calcinado en la cual se observan zonas sin una estructura laminar definida, asociado a baja oxidación, alternadas con zonas con estructura multicapa. El análisis por EDS reporta la presencia de carbono, azufre y vanadio, estos dos últimos posiblemente arrastrados durante la síntesis química y proveniente del precursor [2]. En la Figura 4 se muestra a mayores aumentos un detalle de la zona de estructura laminar, observada en la Figura 3, la cual presenta hojuelas multicapas, como una separación uniforme, más de lo esperado, ya que estas muestras no están sometidas a procesos de exfoliación. La técnica de UV-Vis en la muestra de GO obtenida a partir del flexicoque calcinado (Figura 5) reporto una absorción de luz emitida en el rango de 210 nm - 304 nm. El rango reportado para este material esta entre 210 - 230 nm, con una segunda señal a los 300 nm [3], por lo cual, se puede inferir que la muestras pueden corresponder a GO. El estudio evidenció la posibilidad de sintetizar GO que puede actuar como elemento de refuerzo en materiales compuestos, en un proceso sencillo de bajo costo.

REFERENCIAS

- [1] Smit. A, LaChance. A, Zeng. S, Liu. B, Sun. L Synthesis, properties, and applications of graphene oxide/reduced graphene oxide and their nanocomposites. Nano Materials Science. Volume 1, Issue 1, marzo 2019, Páginas 31-47
- [2] Blas A. Delgado, Edgar J. Cañizalez, Susana L. Martinez, Luis F. D Elia Camacho, Microestructura y morfología de coques de petróleo Venezolano. Vision tecnologica. PDVSA-INTEVEP. N1-2 2013.Vol. 16.
- [3] Arcaya, Andrés Eduardo Vidaurre. Síntesis de óxido de grafeno a partir de grafito mediante la técnica de exfoliación. Sartenejas, USB : s.n., 2020.



AGRADECIMIENTO

Centro de Ingeniería de Superficie. Laboratorio de MEB. USB, Caracas-Venezuela.

Figura 1. Síntesis de GO mediante el método de Hummers modificado.

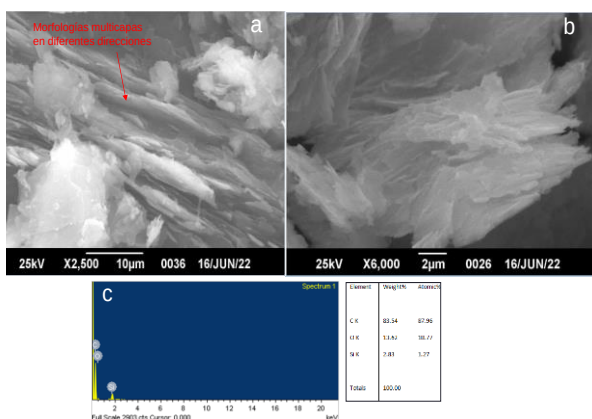


Figura 2. Análisis morfológico y químico por EDX-EDS. GO a partir de grafito comercial. a, b) Morfología multicapa. c) Análisis químico elemental.

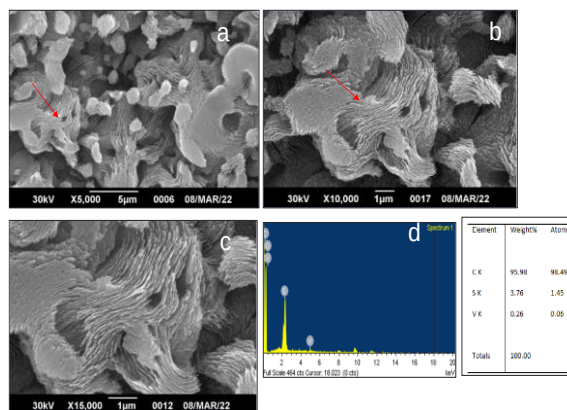


Figura 3. Análisis morfológico y químico por EDX-EDS. GO a partir de Flexicoque calcinado. a) Estructura mixta: zona irregular/zona laminar. b, c) Detalle zonas multicapas. d) Análisis químico elemental.

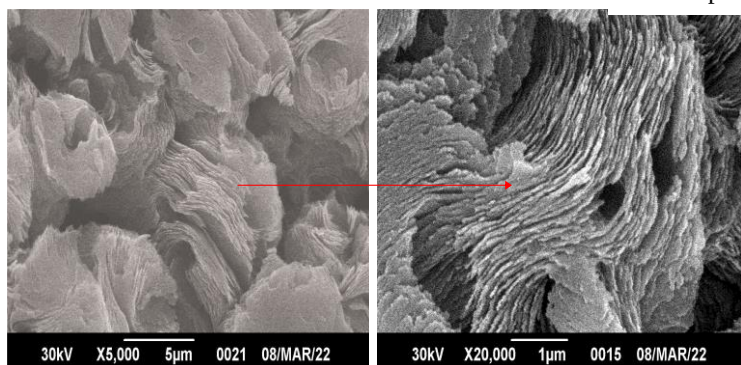


Figura 4. Análisis morfológico por EDX. GO obtenido a partir de Flexicoque calcinado. Detalle zona laminar.

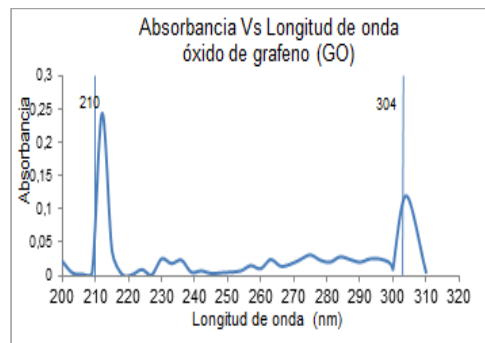


Figura 5. UV-vis, GO obtenido a partir del flexicoque calcinado.

CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO INOXIDABLE UNS S31803 TRATADO TÉRMICAMENTE A 800°C

Desiree Zencoff (1), Adalberto Rosales (1), Edda Rodríguez (1)

(1) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Ciencia de los Materiales. Caracas-Venezuela.
Email: D.zencoff@gmail.com

Los aceros inoxidable dúplex (AID) se caracterizan por tener una microestructura bifásica, compuesta por islas de austenita (γ) en una matriz ferrítica (α), en proporciones equitativas. Estos aceros exhiben una resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas superiores a las de los aceros inoxidables austeníticos estándar. Por esta razón, encuentran aplicaciones variadas en sectores como la industria química, petroquímica, alimenticia, médica y farmacéutica. No obstante, estos contienen una gran cantidad de elementos aleantes como el Cr, Mo, Ni, N, entre otros, lo que los hace propensos a la formación de fases secundarias durante los tratamientos térmicos [1]. El propósito de esta investigación fue estudiar la formación de las fases intermetálicas en un AID a partir de un tratamiento térmico a 800°C durante 30 min, 1h, 3h, 5h y 6h. Esta evaluación se llevó a cabo mediante técnicas de Microscopía Óptica (MO), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Análisis Elemental por medio de Espectroscopía de Rayos X de Energía Dispersada (EDX). La preparación de las muestras se realizó conforme al proceso estandarizado de la norma ASTM E3-01. El análisis microestructural reveló que la muestra en estado de entrega tiene un contenido de ferrita (α) de $52,05 \pm 1,91$ % y de austenita (γ) de $47,95 \pm 1,91$ %. Por su parte, las muestras sometidas al tratamiento térmico mostraron la presencia de fases intermetálicas como la fase sigma (σ), chi (χ) y austenita secundaria (γ_2), producto a la descomposición de la ferrita, mediante la reacción eutectoide $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$, la cual ocurre en las interfases α/γ o α/α . La formación de σ tiene lugar en tratamientos térmicos entre los 650°C y los 1000°C, donde la ferrita se consume y hay una difusión significativa de Cr y Mo [2]. En la Figura 1, se presentan las micrografías de las muestras de AID con o sin tratamiento térmico, donde la α es la fase oscura, mientras que γ es la fase clara y las fases intermetálicas se distinguen como zonas altamente contrastadas entre las interfases α/γ y α/α como muy oscuras y brillantes. Los resultados confirman que a medida que aumenta el tiempo de tratamiento la cantidad de fase sigma que ha precipitado aumenta, disminuyendo la fracción de la fase ferrítica y aumentando la fracción austenítica con respecto a la que existía originalmente. Es así como la fase α a 6h de tratamiento presenta una fracción de área de 15,44% y la γ un incremento de hasta 56,70% a 3h, para luego disminuir a 46,92% a las 6h. En cuanto a la fracción de fases intermetálicas principalmente de la fase sigma, los resultados reportaron a 6h un 37,64%. El análisis químico elemental permitió confirmar la presencia de cada una de estas fases, tal como se visualiza en la Figura 2. La fase σ presentó una estructura con un alto contenido de Cr y Mo en comparación a la ferrita, quien destaca con una menor cantidad de estos elementos y la fase austenítica con un alto contenido de Ni. Por otro lado, se observó un incremento de Mo en zonas altamente brillantes en las interfases α/γ en la muestra tratada por 5 h, lo que hace suponer la presencia de fase χ . Esta fase corresponde a una fase metaestable que suele aparecer entre los 700°C y 900°C durante tiempos muy cortos y que se transforma en fase σ a tiempos prolongados, por lo que su presencia a tiempos cortos se debe en gran medida a la baja energía interfacial de la interfase α/χ [2].

REFERENCIAS

- [1] Serna C. et al. *Scientia et Technica* (2007) (Año XIII) (36) (519)
- [2] Gunn R. (1997) *Duplex Stainless Steels – Microstructure, properties and applications*. Abington Publishing, pp. 30-42
- [3] Rodríguez. et al. *Mater. Test* (2011) (53)(9) (564)

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Sección de Microscopía Electrónica del Laboratorio E, de la Universidad Simón Bolívar y al Lic. Gleen Rodríguez.

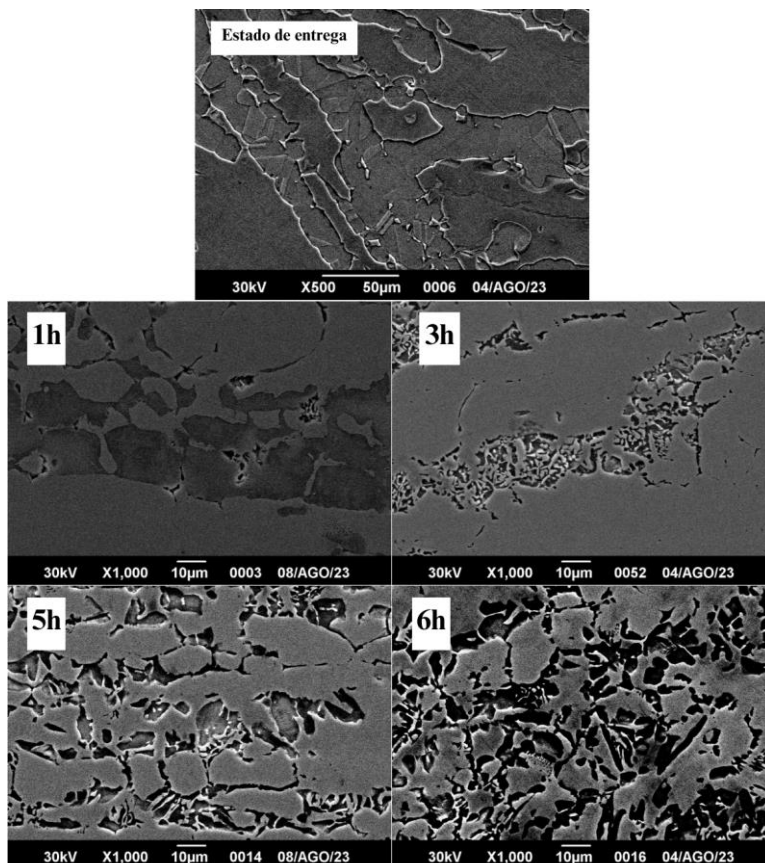


Figura 1. Evolución microestructural en las piezas sometidas a tratamiento térmico a 800°C durante diversos periodos de tiempo, con el fin de promover la precipitación de la fase sigma.

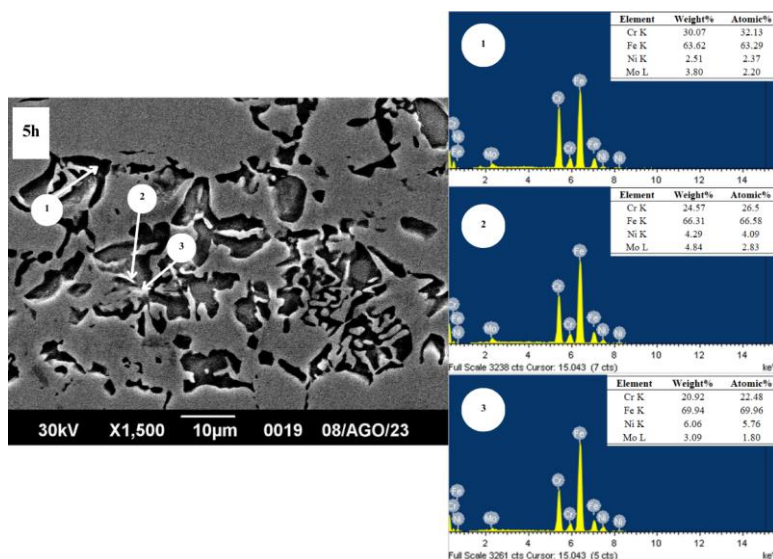


Figura 2. Microestructura de la muestra tratada por 5h a 800°C y su correspondiente análisis por EDX de las fases (1) σ , (2) χ y (3) γ_2 .

ELECTRODEPOSICIÓN DE PELÍCULAS DE Ni Y SU CARACTERIZACIÓN MEDIANTE AFM Y STM

Lesvia López (1), Carlos Rojas (1), Antonio Monsalve (2) y José Martínez (3)

(1) Escuela de Física, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.

(2) Lab. de Materiales del Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, IVIC, Altos de Pipe, Venezuela.

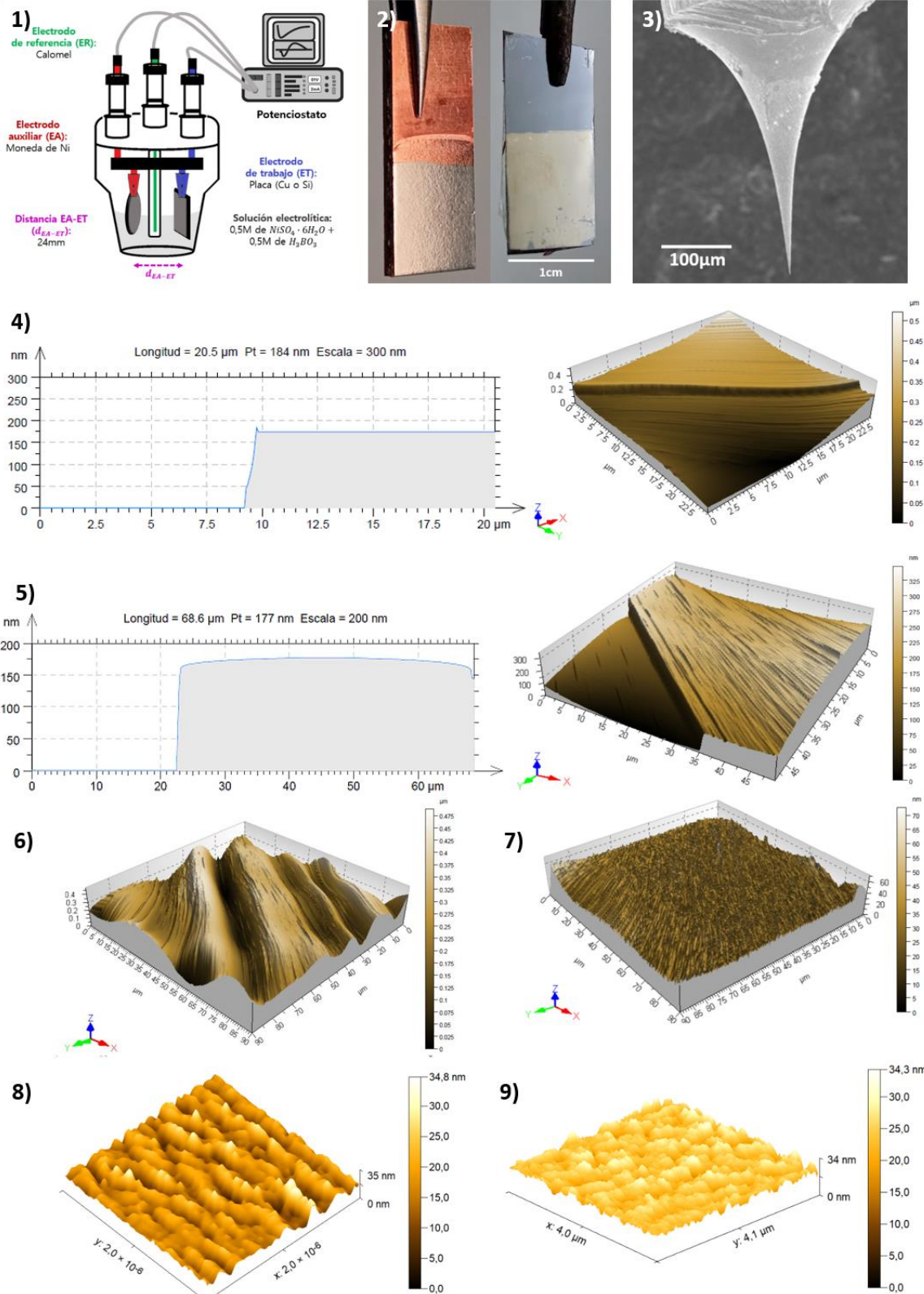
(3) Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.

Email: lesvialp@gmail.com

La deposición electroquímica de metales sobre sustratos conductores es una técnica de amplio uso en aplicaciones industriales para fines protectores, decorativos y de contacto eléctrico, especialmente por su versatilidad y bajo costo. En el caso de aplicaciones para almacenamiento magnético o para espintrónica es útil su uso para controlar la deposición de películas ferromagnéticas sobre semiconductores y sobre metales no magnéticos. En el presente trabajo mostramos los resultados de la electrodeposición de películas de Ni [1], un metal ferromagnético, sobre sustratos de Cu policristalino y sobre Si(100) tipo n, utilizando las técnicas de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) y Microscopía de Barrido por Efecto Túnel (STM) para su caracterización en términos de espesor y rugosidad superficial [2]. La deposición se llevó a cabo a temperatura ambiente en una celda electroquímica como la mostrada esquemáticamente en la Figura 1, utilizando un electrodo de Calomel como electrodo de referencia, una moneda de Níquel como contra-electrodo y sustratos de Cu o de Si como electrodos de trabajo, utilizando un potencial catódico fijo en el caso del sustrato de Cu y voltametría cíclica de barrido catódico en el caso del sustrato de Si. El electrolito usado fue una solución acuosa de $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.5M y H_3BO_3 0.5M. El sustrato de Cu fue electropulido para obtener una superficie brillante y el de Si fue atacado químicamente para eliminar la capa de óxido, ambos procesos realizados previo a la deposición. En la Figura 2 presentamos una fotografía de los resultados obtenidos donde se distingue la película de Ni depositada sobre cada sustrato, abarcando un área de 1 cm^2 . Para la caracterización mediante STM se elaboraron puntas [3] a partir de alambre de W de 0.3 mm de diámetro, electroquímicamente atacado en una solución de KOH 2M, con un voltaje de 0.5 V. En la Figura 3 se puede observar la imagen de electrones secundarios de una de las puntas fabricadas. En la Figura 4 se presenta un perfil y una imagen AFM de una película de Ni depositada sobre el sustrato de Cu, mientras que en la Figura 5 se presenta lo correspondiente a una película de Ni depositada sobre el sustrato de Si, ambas con espesores comparables. En las imágenes AFM de las Figuras 6 y 7 se comparan las rugosidades superficiales obtenidas para ambos casos, observándose una mayor rugosidad en el caso del sustrato de Cu. En las Figuras 8 y 9 se observa también que la película de Ni depositada sobre Cu es más rugosa, lo que seguramente se relaciona con la rugosidad original en la superficie del sustrato de Cu. La superficie monocristalina del sustrato de Si permite un depósito de Ni muy liso, aunque su naturaleza semiconductor dificulta la electrodeposición de Ni, lográndose ésta en un tiempo mucho mayor que en el caso del sustrato de Cu. La resolución de las imágenes obtenidas con STM resultó superior a la alcanzada con AFM. Los espesores medidos por AFM concuerdan con los espesores esperados usando la Ley de Faraday para la masa electrodepositada.

REFERENCIAS

- [1] J. D. Gallego J. M. Hernández. Deposición electrolítica de níquel. Observatorio de Yebes. Guadalajara, 2015.
- [2] Sergei N. Magonov, Myung-Hwan Whangbo, S. N. Magonov. Surface Analysis with STM and AFM: Experimental and Theoretical Aspects of Image Analysis. Wiley-VCH; 1996.
- [3] Gobind Basnet. Fabrication of tungsten tips suitable for scanning probe microscopy by electrochemical etching methods. University of Arkansas, 2013.



Figuras. 1) Celda electroquímica usada. 2) Substratos con película de Ni electrodepositada. 3) Punta de W para STM fabricada por ataque electroquímico. 4) Perfil de espesor e imagen AFM de Ni/Cu. 5) Perfil de espesor e imagen AFM de Ni/Si. 6) Imagen AFM de la rugosidad de Ni/Cu. 7) Imagen AFM de la rugosidad de Ni/Si. 8) Imagen STM de la rugosidad de Ni/Cu. 9) Imagen STM de la rugosidad de Ni/Si.

NANOSISTEMAS MAGNÉTICOS Co/Cu ELECTRODEPOSITADOS Y SU CARACTERIZACIÓN MEDIANTE MEDIDAS DE MAGNETIZACIÓN, MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN Y PERFILES AUGER DE COMPOSICIÓN

Antonio Monsalve (1), Carlos Rojas (2).

(1) Lab. de Materiales del Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, IVIC, Altos de Pipe, Venezuela

(2) Dpto. de Física y Centro de Microscopía Electrónica, Facultad de Ciencias, UCV. Venezuela.

Email: monsalve2367@gmail.com

Desde el descubrimiento del fenómeno de Magneto-Resistencia Gigante [1] se ha mantenido un gran interés en la elaboración y caracterización de sistemas magnéticos nanoestructurados. En el presente trabajo mostramos los resultados de la caracterización de multicapas elaboradas mediante la electrodeposición alternada de películas de Co, un metal ferromagnético, y de Cu, un metal no-magnético, todas de espesor nanométrico. Los sistemas elaborados fueron multicapas planas electrodepositadas sobre sustratos de Cu policristalino y nanoalambres nanoestructurados en capas electrodepositadas a través de membranas porosas. Los sustratos planos de Cu, de 1 cm² se hicieron a partir de láminas comerciales usadas para la fabricación de circuitos impresos. Las membranas porosas utilizadas para la elaboración de nanoalambres son de policarbonato, de 6 μm de espesor y con una densidad de poros de 4x10⁸ poros por cm², de 100 nm de diámetro, las cuales metalizamos con Ag en una de sus caras mediante pulverización catódica, para convertirla en un electrodo de trabajo, exponiendo un área de 1 cm². Para la electrodeposición se utilizó el método del baño doble, con un baño o celda electroquímica de iones Co²⁺ y contra-electrodo de platino y otra con iones Cu²⁺ y contra-electrodo de cobre. Se construyó un sistema automatizado controlado por una PC que permite programar el número y espesor de las capas y alternar el uso de cada una de las celdas, desplazando el sustrato y sumergiéndolo en el baño correspondiente, con valores de corriente y de tiempo de deposición predeterminados. Como ejemplo de los resultados obtenidos presentamos en la Fig. 1 un perfil Auger de composición en profundidad de la multicapa 10[Cu(29nm)/Co(79nm)]/(Cu), obtenido al bombardear la muestra con iones de Ar de 3 keV y una velocidad de decapado de 14 nm/min. En la Fig. 2 mostramos la correspondiente huella de decapado, una imagen de electrones secundarios de la zona afectada por el bombardeo iónico, la cual nos permite exponer y visualizar las diferentes capas del sistema. La imagen luce elíptica y no circular porque la muestra estaba inclinada 55° para enfrentarla al cañón de Argón. La intensidad relativa de los anillos depende del número atómico local. Los anillos claros corresponden al elemento pesado (Cu) y los oscuros al elemento liviano (Co). Esta imagen puede ser usada para identificar las diferentes capas mediante la obtención de un perfil Auger de composición lateral como el que se muestra en la Fig.3. Una vez controlado el método de elaboración de las multicapas planas Co/Cu quisimos observar su comportamiento magnético como función del espesor de las capas de Cu, lo cual puede afectar el acoplamiento magnético entre las capas ferromagnéticas de Co. Como muestra de referencia se depositó sobre un sustrato de Cu una capa de Co de 860 nm de espesor y se le midió la magnetización M(H) como función del campo magnético H aplicado en el plano de la capa. Esta misma cantidad de Co fue distribuida en 20 capas de 43 nm cada una, separadas entre sí por capas de Cu de espesores variables, de 5, 11 y 22 nm. En la Fig. 4 se presentan las correspondientes curvas M(H). Al igual que en la muestra de referencia, todas las multicapas presentan un comportamiento lineal, con menores valores de Magnetización que en la muestra de referencia, notándose que con una separación de 5 nm estos valores son notablemente más pequeños, lo que indicaría un acoplamiento antiferromagnético entre las capas de Co. Los nanoalambres fueron elaborados mediante el mismo sistema de electrodeposición automatizado, elaborándose a través de los poros la multicapa 110[Co(33nm)/ Cu(22nm)]. Para visualizar la estructura en multicapas de los nanoalambres recurrimos a su observación mediante Microscopía Electrónica de Transmisión. Para ello se realizaron cortes finos de la membrana con un ultramicrotomo para exponer los nanoalambres longitudinalmente. En la Fig. 5 se presentan imágenes TEM de los nanoalambres elaborados,

aunque observan fracturados debido a la acción de corte utilizada para preparar la muestra contenida en la membrana porosa. Debido a su grosor de 100 nm, no puede observarse la estructura interna de los nanoalambres sino su silueta, la cual sin embargo permite visualizar y medir el espesor de las capas.

REFERENCIAS

[1] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich, and J. Chazelas. : Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices. Physical Review Letters, 61(1988)2472.

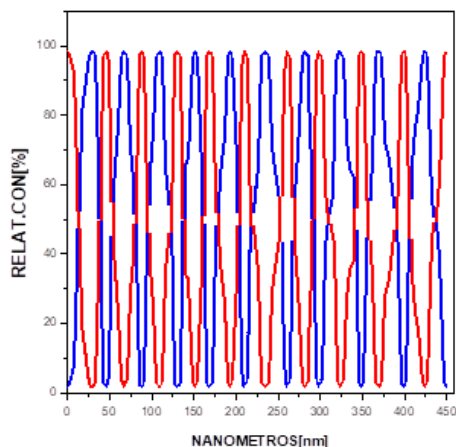


Fig. 1. Perfil Auger de composición en profundidad de la multicapa 10[Cu(29nm)/Co(79nm)]/(Cu).

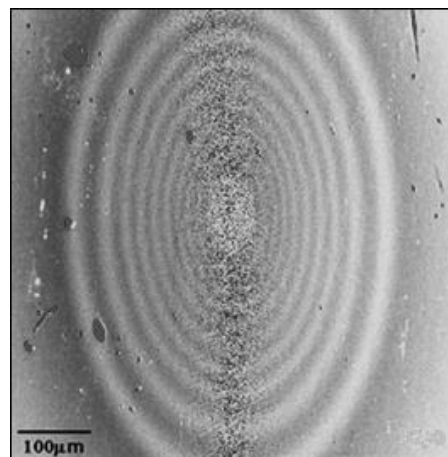


Fig. 2. Imagen de electrones secundarios de la huella de decapado de la multicapa 10[Cu(29nm)/Co(79nm)]/(Cu).

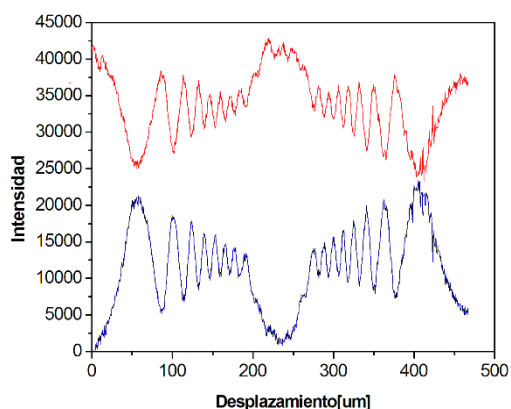


Fig. 3. Perfil Auger de composición lateral en la Fig. 2.

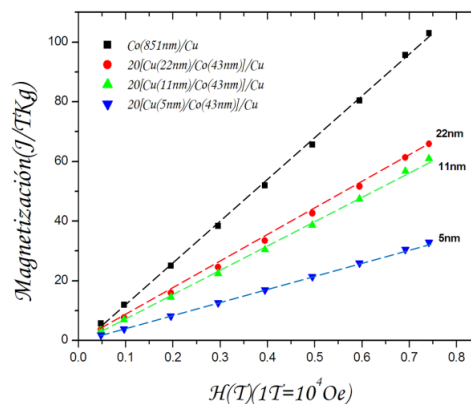


Fig. 4. Curvas M(H) mostrando acoplamiento antiferromagnético para separaciones de 5 nm.

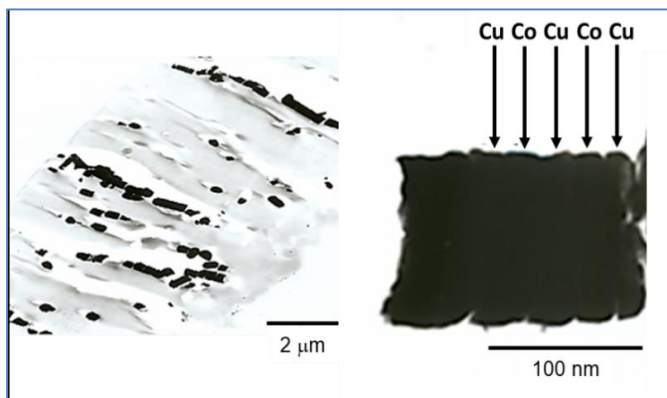


Fig. 5. Siluetas TEM de nanofilamentos nanoestructurados de Co/Cu.

CARACTERIZACIÓN MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA ELABORADAS POR TÉCNICAS “DE ARRIBA A ABAJO” Y “DE ABAJO A ARRIBA”

Heidi Martínez (1), Lisseta D’Onofrio (1) y Carlos Rojas (2).

- (1) Escuela de Física, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.
(2) Centro de Microscopía Electrónica y Escuela de Física, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.
Email: heidimg1@gmail.com

En el área de Nanociencia y Nanotecnología, la técnica llamada “de arriba a abajo” consiste en la descomposición de piezas macroscópicas o microscópicas de material para generar a partir de ellas las nanoestructuras requeridas, mientras que la técnica “de abajo a arriba” consiste en el ensamblaje de átomos y moléculas individuales en estructuras que van creciendo hasta alcanzar tamaños nanométricos. Debido a sus propiedades magnéticas, las nanoestructuras de magnetita son de gran interés tanto en estudios fundamentales como en aplicaciones donde nanopartículas, nanofilamentos o nanocapas de magnetita son combinadas con otros materiales que actúan como soportes o matrices envolventes para obtener sistemas magnéticos con propiedades de interés. En el siguiente trabajo se elaboraron nanopartículas de magnetita con la intención de incorporarlas a matrices poliméricas [1]. La técnica “de arriba a abajo” utilizada fue la molienda mecánica en atmósfera de nitrógeno, usando un molino de bolas vibratorio para triturar una muestra comercial de magnetita en polvo, con tiempos de molienda de hasta 3 h. La técnica “de abajo a arriba” utilizada fue la síntesis sonoquímica, a partir de una solución en acetona de cloruros ferroso y férrico, ajustando un pH básico con NH_3 y utilizando un generador de ultrasonido de 20 KHz durante 15 minutos, para lograr la precipitación de partículas de magnetita. En cuanto a forma, identidad y distribución de tamaños, las muestras elaboradas por molienda mecánica fueron caracterizadas mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM-EDX) y las elaboradas por síntesis ultrasónica fueron caracterizadas mediante Microscopía Electrónica de Transmisión Convencional (TEM). El polvo de magnetita utilizado como material de partida para la molienda consiste en barras rectangulares de unos 100 μm de largo con una estructura de malla tal como se aprecia en la imagen SEM de electrones secundarios de la Figura 1a). En la Figura 1b) se puede observar el efecto de 3 horas de molienda, generándose un polvo con granos de tamaño sub-micrométrico y nanométrico. En la Figura 1c) mostramos una imagen SEM de electrones secundarios de un pequeño y aislado aglomerado de partículas tras 3 horas de molienda, conjuntamente con el espectro EDX de la partícula central, el cual muestra una relación de los picos de O y de Fe correspondiente a magnetita, más que a hematita o a otro óxido de hierro. La distribución de tamaños de partícula lograda por esta técnica se recoge en el histograma de la Figura 1d), el cual nos muestra una marcada distribución log-normal, con una frecuencia máxima para partículas de unos 90 nm de tamaño promedio. La técnica de síntesis sonoquímica usada nos condujo a la producción de partículas de magnetita mucho más pequeñas, tal como se aprecia en la imagen TEM campo claro de la Figura 2a), la identidad de las cuales fue verificada como correspondiente a magnetita, gracias al patrón de difracción de electrones que se muestra en la Figura 2b). La distribución de tamaños obtenida se presenta en el histograma de la Figura 2c), el cual muestra una frecuencia máxima correspondiente a partículas de 10 nm, en una distribución bastante estrecha, correspondiente también a una distribución log-normal, aunque muy similar a una distribución simétrica normal.

REFERENCIAS

- [1] Heidi Martínez. Elaboración y Caracterización Morfológica, Estructural y Magnética de Nanopartículas de Magnetita (Fe_3O_4), Hematita (Fe_2O_3) y de Nanocompuestos de $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PMMA}$. Tesis Doctoral en Ciencias, mención Física. Publicación interna de la Universidad Central de Venezuela, 2016.

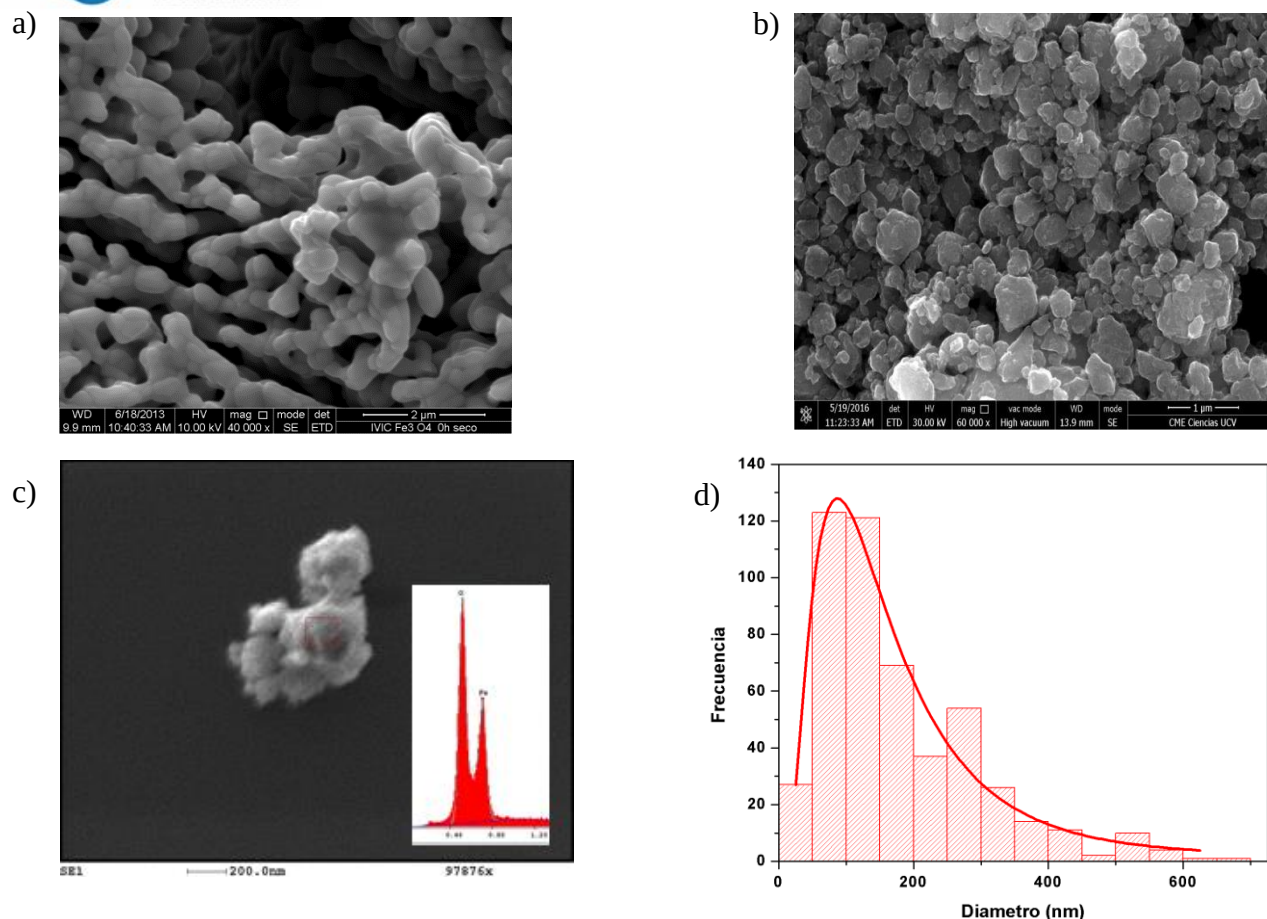


Figura 1. a) Imagen SEM de electrones secundarios de la magnetita antes de la molienda. b) Imagen SEM de partículas de magnetita después de 3 h de molienda. c) Imagen SEM de aglomerado aislado, después de 3 h de molienda, con espectro EDX correspondiente a magnetita. d) Histograma de distribución de tamaños después de 3 h de molienda.

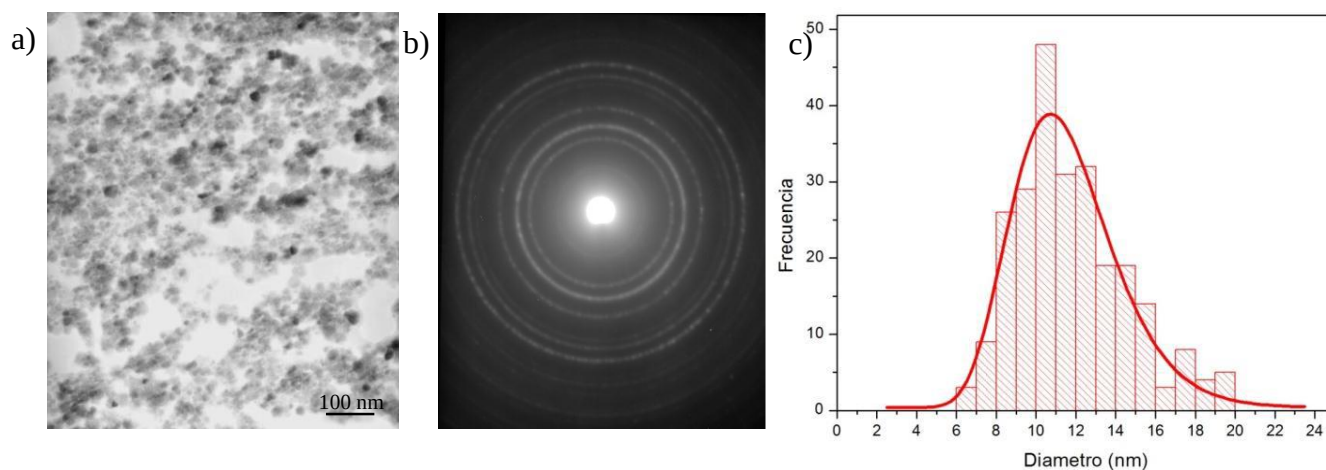


Figura 2. a) Imagen TEM campo claro de partículas de magnetita sintetizadas por sonoquímica. b) Patrón de difracción de electrones de la muestra sintetizada, con anillos correspondientes a la cristalinidad de hematita. c) Histograma de distribución de tamaños de la muestra sintetizada por sonoquímica.

EVALUACIÓN DE LOS CAMBIOS MORFOLÓGICOS EN MICROPLÁSTICOS DE POLIPROPILENO PRODUCTOS DE LA FOTOOXIDACIÓN INDUCIDA POR LA LUZ UV

Alejandro M. Materano F. (1), Jesús A. Lezama G. (1,2), Blanca Rojas de Gascue (2)

(1) Universidad de Oriente, Núcleo de Sucre, Escuela de Ciencias, Departamento de Química. (2) Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas de la Universidad de Oriente (IIBCA-UDO), Laboratorio de Polímeros y afines, Cumaná, Estado Sucre, Venezuela.
Email: alejandromaterano1@gmail.com

Los microplásticos (MP) son fragmentos de plástico cuyas dimensiones oscilan entre 1 μm y 5 mm [1]. Actualmente, los MP se consideran como un tipo de contaminante persistente en el ambiente y dadas sus características microscópicas pueden ser fácilmente introducidos en la cadena trófica. La incidencia de la luz UV sobre la superficie de los MP favorece la oxidación del material y la modificación de las cadenas poliméricas que lo constituyen, permitiendo la incorporación de grupos carbonílicos ($\text{C}=\text{O}$) [2], los cuales pueden ser identificados a través de técnicas como la espectroscopia FTIR. Morfológicamente, entre los cambios estructurales que se pueden apreciar en los MP producto de la oxidación, se incluyen el desgaste del material, amarillamiento, la erosión y el fisuramiento [3]. En este sentido, se evaluó experimentalmente el proceso de fotooxidación controlado de muestras de MP de PP J-643 bajo la incidencia de una lámpara de luz UV-B durante tiempos de exposición comprendidos entre 5, 15, 21, 50 y 75 días. Por medio de la espectroscopia FTIR se observó la aparición de las bandas de los grupos $\text{C}=\text{O}$ y se determinó el índice de carbonilo (IC) en un rango de número de onda comprendido entre 1580 cm^{-1} y 1850 cm^{-1} , como un indicativo de la fotooxidación del material. Adicionalmente, se analizaron los cambios morfológicos en la superficie de los MP con diferentes tiempos de exposición, empleando un microscopio óptico Olympus modelo BX50, con lentes de 4x y 10x, y utilizando el software Digimizer® para describir las dimensiones de las muestras. Los resultados espectroscópicos revelaron la presencia de bandas de carbonilos ubicadas a longitudes de ondas iguales a 1653 cm^{-1} , 1700 cm^{-1} , 1716 cm^{-1} , 1748 cm^{-1} y 1792 cm^{-1} (Figura 1), correspondientes a grupos $\text{C}=\text{O}$ de tipo aldehído, cetona, ácido carboxílico, éster y γ -lactonas, respectivamente. Los valores calculados del IC comprendidos entre 0,79 y 1,55 (Tabla 1) indican una relación entre el grado de oxidación de los MP y el tiempo de exposición a la fuente de radiación. Se ha reportado que los procesos fotooxidativos de los MP de PP suelen conducir a la formación de grietas en la superficie expuesta del material a la radiación UV, pudiendo evidenciarse estos resultados en la comparación de las micrografías de los MP de PP sin oxidar y oxidados por 75 días (Figura 2). Se logró observar una gran cantidad de zonas ennegrecidas y superficies rugosas producto de la exposición a la radiación UV, no observadas en el MP sin modificar químicamente. Cabe destacar, que este proceso puede ser explicado desde el punto de vista macromolecular, a través de la escisión aleatoria de las cadenas poliméricas, la cuál induce la fragilización del material plástico, la pérdida de la resistencia mecánica y finalmente, favoreciendo su fragmentación. Este tipo de efectos observados en la morfología de los MP de PP oxidados facilitan los procesos nocivos de adsorción de contaminantes en la superficie del material, dado que la rugosidad y la modificación estructural del polímero, permiten el desarrollo de las interacciones entre los MP y los contaminantes que se encuentren en el medio que los rodea.

REFERENCIAS

- [1] Ríos M, Márquez F, Gatti M, Galván D, Bravo G, Bigatti G y Brogger, M. *Academia Nacional de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales (ANCEFN)*, (2020) 16(1): 8-22.
- [2] Tsuji H, Echizen Y, Nishimura Y. *Polymer Degradation and Stability*, (2006) 91(5): 1128
- [3] Zhang, Y.; Kang, S.; Allen, D.; Gao, T. y Sillanpää, M. *Earth-Science Reviews*, (2020) 203(1): 103118.

AGRADECIMIENTOS

Al Laboratorio de Fisicoquímica Orgánica y Química Computacional y al Laboratorio de Polímeros del IIBCA-UDO, que permitieron el desarrollo de cada uno de los análisis empleados en este estudio.

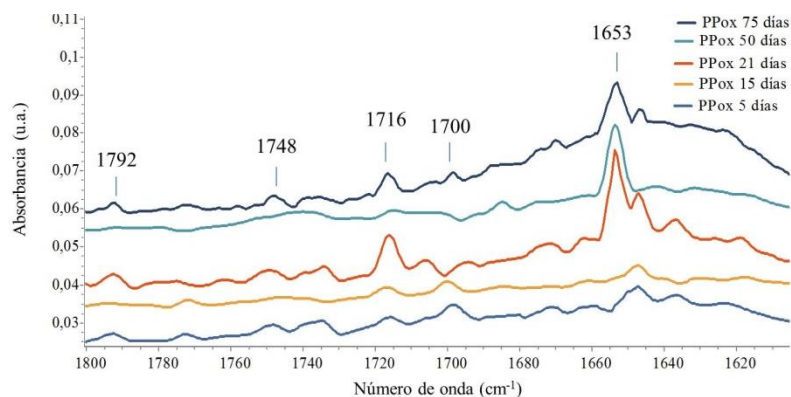


Figura 1. Espectro FTIR en la región comprendida entre 1900 cm^{-1} y 1550 cm^{-1} de los MP de PP oxidado.

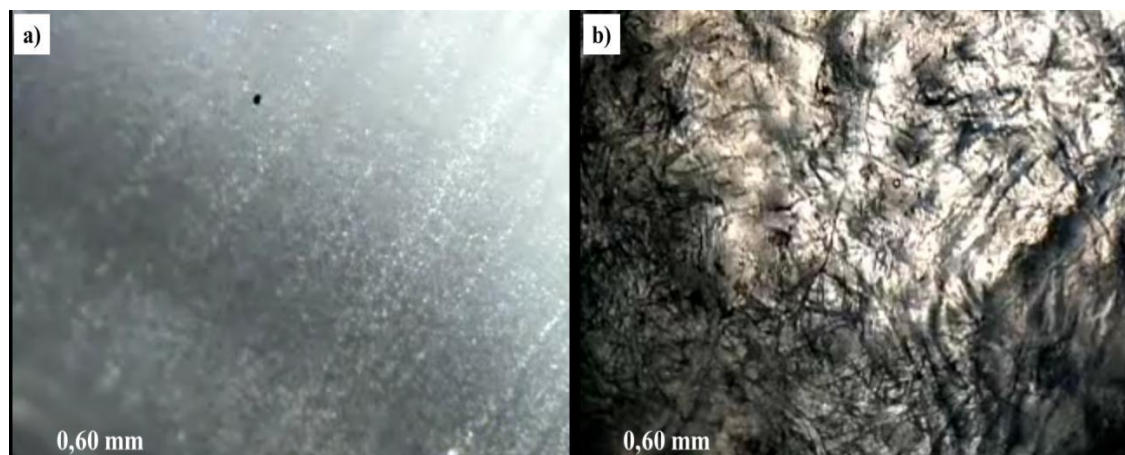


Figura 2. Micrografías obtenidas por microscopía óptica de MP de PP: a) sin oxidar y b) oxidados por 75 días.

Tabla 1. Índice de carbonilo (IC) a diferentes tiempos de oxidación de los microplásticos de polipropileno fotooxidados.

Tiempo de exposición (días)	$*A(\text{C=O})_{1850-1580}$	$*A(\text{C-C})_{820-790}$	IC
5	0,005226	0,006614	0,7901
15	0,003812	0,004677	0,8151
21	0,007538	0,005910	1,2755
50	0,004979	0,003863	1,2889
75	0,009205	0,005933	1,5515

*A: área bajo la curva en la señal correspondiente en el espectro IR.

**ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DE LA ACTIVIDAD MINERA SOBRE TIARA,
EDO. ARAGUA-VENEZUELA, MEDIANTE LA CARACTERIZACIÓN
MORFOLÓGICA Y QUÍMICA DE PARTÍCULAS
ATMOSFÉRICAS PM₁₀ Y PTS POR MEB-EDS.**

Franlex Ramírez (1), Carlos Barrios (1), Caribay Urbina de Navarro (2), Gleen Rodríguez (3).

- (1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Instituto de Ciencias de la Tierra. Caracas-Venezuela.
- (2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Microscopía Electrónica “Mitsuo Ogura”. Caracas-Venezuela.
- (3) Universidad Simón Bolívar, Laboratorio E, Sección de Microscopía Electrónica. Caracas-Venezuela.

Email: franlex.ramirez@gmail.com

La contaminación atmosférica es un fenómeno que afecta a todos los países del mundo, las partículas suspendidas son el segundo problema de esta índole en las ciudades más industrializadas después del ozono (1), a causa de esto, la contaminación por partículas atmosféricas está siendo objeto de gran interés en los últimos años, motivado principalmente por el gran número de estudios epidemiológicos que demuestran la relación entre concentraciones de estas partículas y daños sobre la salud (2). En Venezuela se está presentando una problemática en cuanto a material particulado en suspensión se refiere, lo que ha obligado a realizar una diversidad de estudios e investigaciones asociados a este tema. En este trabajo se presentan algunos resultados de la investigación acerca de la posible alteración en la calidad del aire local, relacionada con las actividades realizadas por la empresa minera Loma de Níquel C.A, al explotar a cielo abierto el mineral Garnierita (mena de níquel), y su impacto ambiental sobre el poblado de Tiara, estado Aragua, ubicado muy cercano a ésta (3). El objetivo de este proyecto fue estudiar las diferentes morfologías y composición química de las partículas PM₁₀ Y PTS recolectadas en dos estaciones colocadas en Tiara: Expedita (8 muestras) y Edmunda (5 muestras). Se analizaron 13 muestras de partículas atmosféricas a fin de determinar las posibles fuentes de emisión del material particulado que se encuentra en el poblado de Tiara, teniendo en cuenta que ambas (morfología y composición) están directamente relacionadas con el origen de emisión. Los estudios mediante MEB-EDS se realizaron directamente sobre los filtros recolectores, estudiándose 3 diferentes zonas de cada filtro. La Figura 1 muestra una imagen de las partículas PM₁₀ en el filtro donde es posible observar poca variedad de morfologías, la gran mayoría son amorfas encontrándose algunas esféricas e irregulares, estas últimas clasificadas así porque presentan algunas facetas bien definidas. Las composiciones químicas de las partículas indicaron diversos orígenes: amorfas (Figura 2), ricas en Na, Mg, S, K, Ca, Ti, Fe y Ni, las cuales, podrían tener un origen antrópico; esféricas (Figura 3), ricas en Na, Mg, S y Ti, que se asocian a los procesos industriales (combustión, procesamiento, fundición y refinación); las irregulares (Figura 4), ricas en Na, Si, Ca y Ni, podrían provenir de la actividad minera (remoción, molienda y extracción del mineral) o de procesos naturales (meteorización y erosión), los cuales, pueden estar presentes en muy bajas cantidades al ser un proceso natural, pero como la abundancia relativa es considerablemente alta se asume que la mayor cantidad de ellas se debe más posiblemente a las actividades mineras que se realizan en la zona. Las partículas atmosféricas en ambas estaciones tenían la misma composición química, lo que sugiere un mismo origen y fuente de emisión, Tabla 1. Los elementos mayoritarios en las partículas fueron Mg, Al, Ca, Ti, Mn, Fe y Ni, asociados a la geología de la zona. Se encontraron también relaciones estequiométricas concordantes con minerales presentes en la zona de estudio (serpentina, talco y clorita). El estudio concluye que la actividad minera en la zona generó partículas atmosféricas que posiblemente impactan la calidad del aire en la zona de Tiara.

REFERENCIAS

- [1] Moreno, T., Querol, X., Alastuey, A., Viana, M., Castillo, S. (2005). Spatial and temporal variations in airborne particulate matter (PM₁₀ and PM_{2.5}) across Spain. 1999-2005. Atmospheric Environment

[2] Coz, E. (2008). "Caracterización Química y Morfológica del Aerosol Ambiental en las Fracciones PM₁₀ y PM_{2.5} mediante Microscopía Electrónica de Barrido en Episodios de Contaminación Atmosférica de Origen Diverso". Tesis Doctoral. Universidad Carlos III de Madrid. España

[3] Ramírez, F. (2020). "Influencia de la actividad minera sobre Tiara, Edo. Aragua-Venezuela mediante caracterización morfológica y química de partículas atmosféricas PM₁₀ y PTS por Microscopía Electrónica-EDS." TEG Escuela de Química, Facultad de Ciencias, UCV.

AGRADECIMIENTOS

Al Instituto de Ciencias de la Tierra (ICT). Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela.

Al Centro de Microscopía Electrónica "Dr. Mitsuo Ogura", Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela.

Al Laboratorio E en la Sección de Microscopía Electrónica de la Universidad Simón Bolívar.

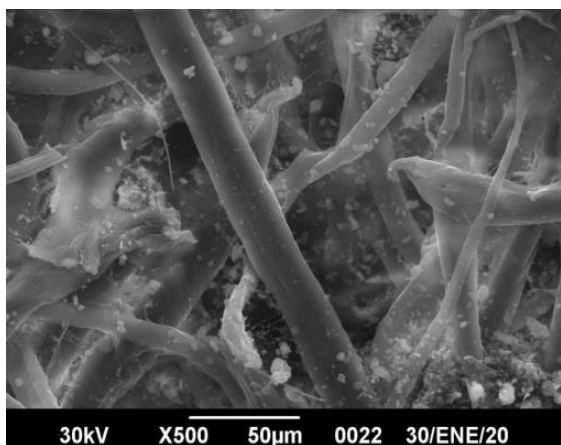


Figura 1. Distribución homogénea de partículas PM₁₀ en el filtro.

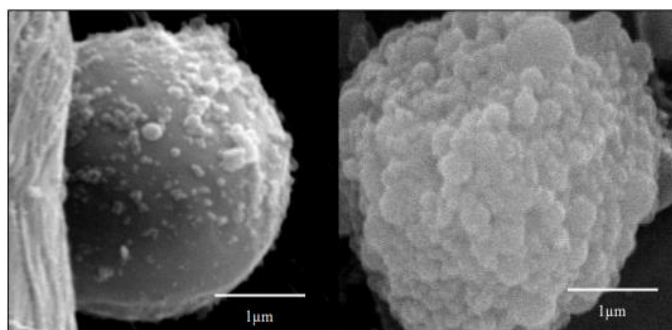


Figura 3. Partículas esféricas en la estación Expedita.

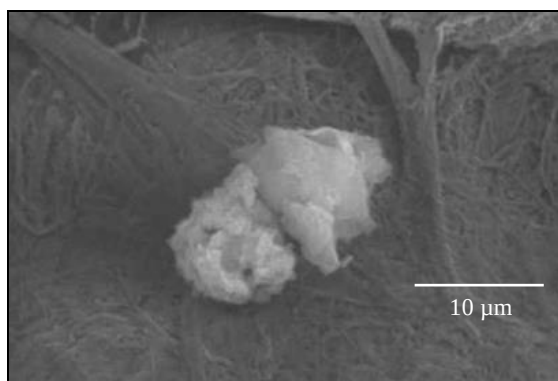


Figura 2. Partículas amorfas. Estación Edmunda.

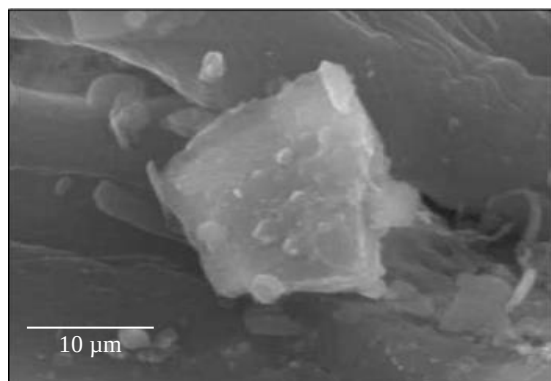


Figura 4. Partículas irregulares. Estación Expedita.

Tabla 1.- Morfología y composición química analizadas en cada estación

Zona de monitoreo	Expedita	Composición	Edmunda	Composición
Morfología	Amorfas	Na, Mg, S, K, Ca, Ti, Fe, Ni	Amorfas	Na, Mg, Ca, Ti, Ni
	Esféricas	Na, Mg, S, Ti	Esféricas	Na, Si, S, Ti
	Irregulares	Na, Si, Ca, Ni	Irregulares	Na, Mg, Si, Ni

ESTUDIO COMPARATIVO DE DERIVADOS DEL GRAFENO EMPLEANDO MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Edmanuel Lucena-Mendoza^{1,2}, Stephani Voelger¹, Gaudy Rodriguez¹, Yraida Díaz¹, Raquel S. Del Toro^{1,*}

¹Laboratorio de Físico Química de Superficies, Centro de Química “Dr. Gabriel Chuchani”, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Caracas 1020-A, Venezuela.

²Laboratorio Físico Químico, Departamento de Aseguramiento de la Calidad, Mondelez International, Barquisimeto, Venezuela. (*) raquesof@gmail.com, () stephanivoelger@gmail.com

El grafeno es un material que ha sido objeto de estudio alrededor de 170 años. El grafeno y sus derivados se están investigando en casi todos los campos de la ciencia, la tecnología y la ingeniería. Muchos han sido los métodos propuestos para la preparación del Grafeno y sus productos derivados. Actualmente, el Grafeno y su derivado óxido de grafeno reducido (r-GO) se preparan manipulando químicamente el óxido de Grafeno (GO) [1]. Desde su publicación en 1958, el denominado Método Hummers (y sus modificaciones), el cual emplea una serie de agentes oxidantes, ha tenido un impacto significativo y es el protocolo más empleado para la obtención de este material carbonáceo. Dentro de este orden de ideas, Fetich *et al.* [2] plantearon que la estructura resultante del óxido de grafeno puede estar relacionada con la “sobre oxidación” derivada del método de síntesis empleado. Por lo cual, compararon las condiciones de oxidación de los métodos: Hummers y Brodie y evidenciaron que ambos protocolos, pese a sus diferentes estrategias de oxidación, condujeron a la obtención de óxido de Grafeno con características particulares [2]. Ahora bien, surge la interrogante acerca del efecto que tiene la “sobre oxidación” producto del método de síntesis, en la composición química, estructura cristalina y la morfología del GO obtenido. En este sentido, Viprya P. *et al.* [3] emplearon la microscopía electrónica de barrido para caracterizar la morfología de GO y rGO, en términos de la obtención de láminas, el grosor de los bordes, el contorno y tipos de cristales formados, entre otros, para revelar información importante relacionada con grupos funcionales oxigenados presentes. Por su parte, E. Lucena-Mendoza *et al.* [4], reportaron la síntesis de derivados de GO a través de la reacción de oxidación del grafito, para producir GO1, GO2 (*método Hummers tradicional*) y GO3 (*Hummers modificado*). Además, se sintetizó el óxido reducido r-GO1 con ácido L-ascórbico como una alternativa verde. Los materiales fueron caracterizados por FT-IR, DRX, MEB y análisis textural por fisisorción de nitrógeno. Los resultados indicaron que los óxidos de grafeno obtenidos fueron superiores en área superficial específica BET con respecto al valor reportado. Asimismo, se confirmó la oxidación del grafito de partida en los distintos derivados de grafeno oxidados y reducido, siendo en menor grado en este último. Se observó aumento en el espaciado interlamilar en grafenos oxidados, debido a la introducción de grupos funcionales oxigenados entre capas de grafito. La sustancial disminución de este parámetro en r-GO3, corroboró lo observado en análisis de FTIR (Fig. 1) y se atribuyó a la reducción de los grupos oxigenados del óxido de grafeno precursor, aunque no de forma completa. El presente trabajo se enfoca en el análisis morfológico de estos sistemas derivados del grafeno en modo oxidado y reducido. En general, los protocolos de síntesis de los derivados del grafeno de estudio, favorecieron la obtención de la red de carbono en concreciones sólidas compuesta de láminas apiladas densas o deformadas (Fig. 1). En el derivado reducido de óxido de Grafeno (r-GO3) se observó la disminución del tamaño de concreción (<50µm) y del espesor del apilamiento, comparado con los derivados de grafeno oxidados. El óxido de Grafeno GO3 presentó una morfología más rugosa, con fisuras y zonas defectuosas, que pudiera resultar útil para la posible incorporación de especies de interés como sitios metálicos. Al comparar los diferentes materiales carbonáceos del presente estudio, el óxido de grafeno GO3 obtenido por *Hummer modificado*, resultó ser el único sólido mesoporoso, con el mayor grado de intercalación de grupos oxigenados y con propiedades texturales, estructurales y morfológicas más prometedoras para su aplicación como soporte catalítico.

REFERENCIAS

- [1] Dreyer, D. R., Ruoff, R. S., Bielawski, C. W. *Angewandte Chemie International Edition* (2010) (49) (9336).
- [2] P. Feicht, J. Biskupek, T. E. Gorelik, J. Renner, C. E. Halbig, M. Maranska, F. Puchtler, U. Kaiser, S. Eigler, *Chemistry–A European Journal* (2019 25(38) (8955).
- [3] Viprya, P., Kumar, D., & Kowshik, S. *Engineering Proceedings* (2023) 59(1) (84).
- [4] E. Lucena-Mendoza, S. Voelger, Y. Díaz, R. S. Del Toro. (2020). *Primer Encuentro Virtual CaracterizAR*, Buenos Aires. DOI: 10.5281/zenodo.4035190

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Unidad de Microscopía Electrónica (UME) del Centro de Química, IVIC y a la Ing. Jeanhiasary Anzola, por la realización de los análisis de MEB. Asimismo, se agradece a la Lic. Liz Cubillán del Laboratorio de Química Aplicada, por la realización de los análisis de FT-IR.

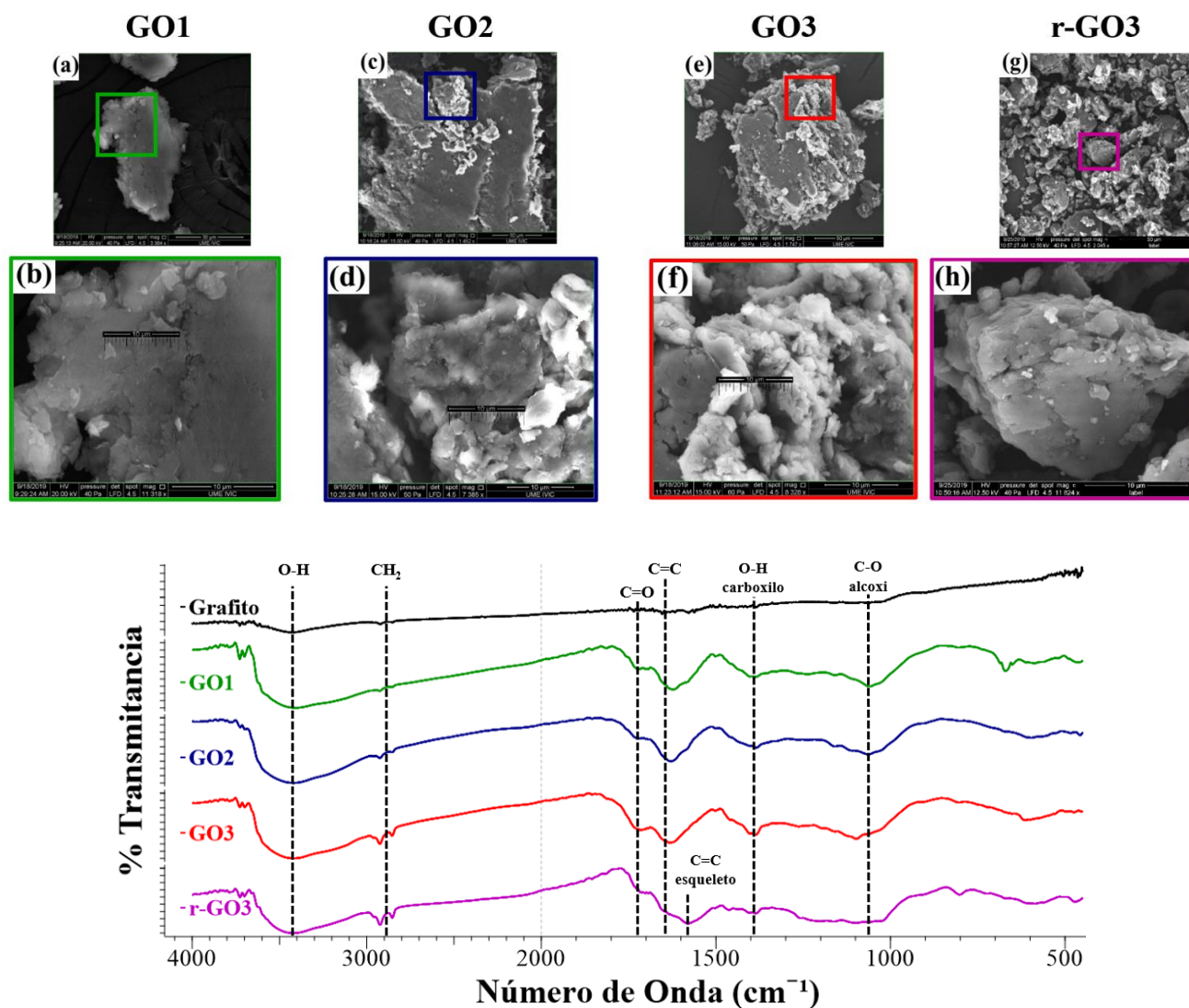


Figura 1. Superior: Imágenes SEM (a) GO1 a 3.384 X (30 μ m). (b) GO1 a 11.318 x (10 μ m). (c) GO2 a 1.452 x (50 μ m). (d) GO2 a 7.385 x (10 μ m), (e) GO3 a 1.747 x (50 μ m). (f) GO3 a 8.328 x (10 μ m). (g) r-GO3 a 2.045 x (50 μ m). (h) r-GO3 a 11.824 x a (10 μ m). Inferior: Espectros de FTIR de los derivados de grafeno sintetizados y del grafito de partida.

SALA INMERSIVA PARA LA ENSEÑANZA VIRTUAL DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA Y LA OPERACIÓN REMOTA DE MICROSCOPIOS

Carlos Rojas (1), José Mirabal (2), Caribay Urbina de Navarro (1), Jonathan Torres (2) y Luis Morales (2).

- (1) Centro de Microscopía Electrónica, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela. (2) Escuela de Computación, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.
Email: carlosrojas1@gmail.com

El Centro de Microscopía Electrónica (CME) de la Facultad de Ciencias de la Universidad Central de Venezuela lleva por nombre el de su fundador, el Dr. Mitsuo Ogura, médico japonés, quien se estableció en Venezuela dedicándose al establecimiento de un Centro dedicado a la investigación, a la docencia y a la prestación de servicios de caracterización usando las técnicas de Microscopía Electrónica. En sus instalaciones, Fig. 1, está ubicada la Secretaría Permanente de la Sociedad Venezolana de Microscopía y Microanálisis, nombre que tomó la original Sociedad Venezolana de Microscopía Electrónica, fundada hace 53 años. El CME cuenta con 47 años de existencia, a lo largo de los cuales ha desarrollado una intensa actividad de formación con el dictado de cursos y talleres dirigidos a estudiantes de pregrado y de postgrado, personal técnico e investigadores, tanto en el área de las Ciencias Biológicas como en el de la Ciencias Físicas. Es gracias a esta experiencia en el dictado de cursos de formación y a la conjunción en los últimos años de diversas situaciones adversas (disminución del personal debido a fallecimientos, jubilaciones y renuncias, pandemia, sanciones, falta de combustible, etc.) que hemos decidido darle un nuevo impulso a los métodos de formación en Microscopía Electrónica, abandonando paulatinamente las clases en el salón con láminas y pizarra, así como el tradicional y poco eficiente método maestro-aprendiz, para hacer buen uso y aprovechamiento de las Tecnología de la Información y la Comunicación. Es así como, en colaboración con profesores-investigadores de la Escuela de Computación de nuestra Facultad, hemos iniciado el proceso de adecuar nuestra infraestructura para contar con una Sala Inmersiva, desarrollando una plataforma de soporte y sustento tecnológico y cognitivo para la difusión masiva de la Microscopía Electrónica. Así, los estudiantes, de acuerdo a su tiempo disponible y a su ritmo particular de aprendizaje, pueden acceder a una sala virtual desde el CME o vía Internet, donde pueden atender explicaciones grabadas en castellano, animaciones que ayuden a la comprensión de conceptos, procesos y funcionamiento de equipos, modelos 2D y 3D, a ser continuadas posteriormente mediante “coaching” o asistencia personalizada o grupal, atendida por expertos microscopistas. En la sala virtual los estudiantes pueden también presentar proyectos asignados o escogidos. Además, mediante exámenes con corrección inteligenciada, los estudiantes serían evaluados respecto a los conocimientos adquiridos en un determinado módulo para saber si deben repetirlo para aprobarlo o pasar a un siguiente módulo para continuar aprendiendo, hasta aprobar los diferentes módulos en los que está estructurado un curso. En la Figura 1a) presentamos una fotografía del edificio sede del CME, en cuya planta baja están ubicados diferentes microscopios, como los mostrados en la Figura 1b) y en cuyo primer piso está localizada la Sala Inmersiva, aún en desarrollo mediante un proyecto recientemente aprobado. En la Figura 2a) se presenta una fotografía en la que estamos dando clases de la manera tradicional, usando presentaciones en láminas de PowerPoint, la mayoría de ellas estáticas. En la Figura 2b) presentamos la alternativa que estamos implementando: una sala virtual donde el estudiante se pasea para escoger el módulo en el que está interesado o el que le fue recomendado. En la Figura 3a) vemos que el estudiante escogió una sala virtual donde se enseña Tecnología de Vacío y en la cual escogió ver la animación presentada en la Figura 3b) que explica el funcionamiento de una bomba turbomolecular. Si hubiese escogido la sala de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) hubiese visto el video de la Figura 3c. En la Figura 4a) mostramos una clase sobre Microanálisis dictada en el Laboratorio de Microscopía Electrónica de la Universidad Simón Bolívar, donde se aprecia la dificultad de enseñar a un grupo numeroso el uso de un solo instrumento. Nos hemos propuesto cambiar este proceder y operarlos de manera casi-remota desde el salón de clases, tal como lo hacen en el CEMAS de la Universidad de Ohio en Estados Unidos, lo que se aprecia en la fotografía de la Figura 4b).



Figura 1. a) Edificio sede del CME-Ciencias-UCV. b) 2 Modernos microscopios electrónicos del CME (TEM y SEM).

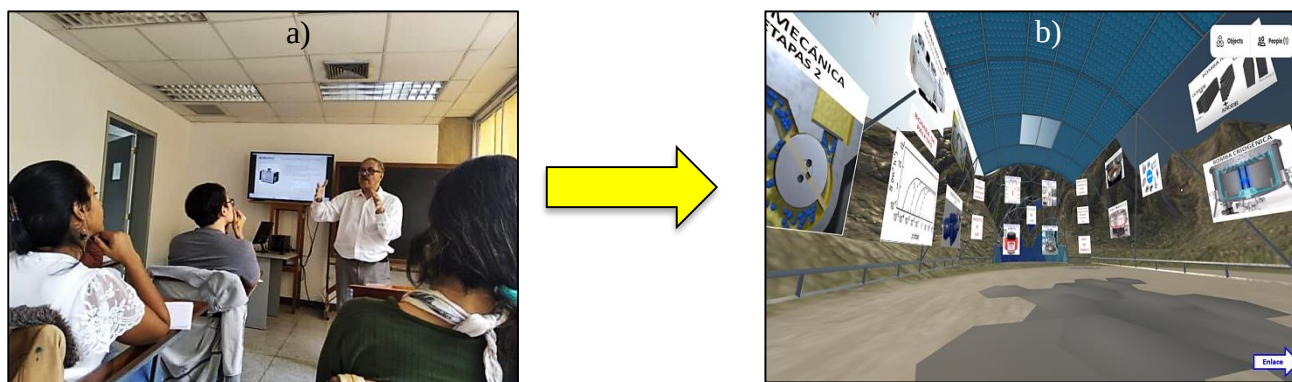


Figura 2. a) Sala tradicional.

b) Sala virtual.



Figura 3. a) Módulo de Tecnología de Vacío.

b) Animación de bomba turbomolecular.

c) Video sobre TEM.

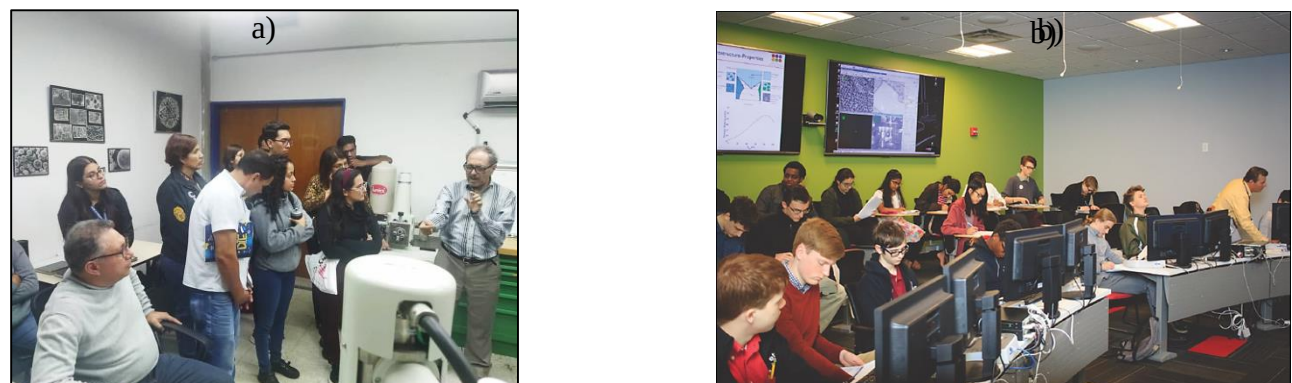


Figura 4. a) Clase en Laboratorio de la USB.

b) Sala con operación remota de microscopios. CEMAS, Ohio, USA.

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE CARBONES HIDROFÍLICOS BIOINSPIRADOS COMO POTENCIALES ADSORBENTES PARA LA CAPTURA DE AGUA DESDE LA ATMÓSFERA

Teresa González (1), Arianny Chirino (1), Pablo Trujillo (1,2), Edgar Ocando (1), Reinaldo Atencio (1, 3)
Listbeth Mendoza (1), Mary Luz Lugo (1) and Alexander Briceño (1)*.

(1) Centro de Química "Gabriel Chuchani", Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Caracas 1020-A. Venezuela. (2) (3) Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas, Departamento de Ciencias Químicas y Ambientales, Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL), Km. 30.5 vía Perimetral, Guayaquil, 04-3708000, Ecuador.

Email: aobriceno@gmail.com

El agua representa un recurso estratégico esencial para la vida. En años recientes diferentes países están experimentando una crisis severa en cuanto a la disponibilidad de agua potable. Informe de la Organización Mundial de la Salud (WHO, por sus siglas en inglés), aproximadamente 1/3 tercio de la población mundial tienen acceso limitado o no cuentan con un proceso de saneamiento apropiado para garantizar la calidad del agua potable [1]. Tales condiciones conllevan a graves consecuencias para la salud y afecta significativamente la calidad de vida de las personas. Problemática que comienza a ser un tema preocupante para la humanidad, debido a la continua contaminación de las fuentes de agua dulce disponibles, junto a las causas impredecibles que pueden conllevar los cambios climáticos globales. Tecnologías emergentes inspiradas por la naturaleza, se centran en la captación de agua desde la atmósfera, donde la humedad relativa es baja (10-30%). Esto ha impulsado la innovación de nuevos sistemas sintéticos y su aplicación, en particular en arreglos estructurales que han sido perfeccionados evolutivamente por plantas y animales para sobrevivir bajo condiciones climáticas adversas [2-3]. Es así como el balance hidrofóbico/hidrofílico que exhiben los sistemas naturales son claves en el diseño de nuevos materiales que permiten mejorar la eficacia de captación de agua. Este aprendizaje puede ser aprovechado por los países del trópico que cuentan con climas cálidos y atmósferas con valores de humedad relativa altas (50-90%). Para ello se toma como base referencial el uso de la Química Supramolecular como una importante aproximación de diseño, la cual se centra en el estudio de las interacciones intermoleculares no covalentes. En esta contribución se presenta un método alternativo utilizando una plataforma sólida de baja área superficial con múltiples sitios de enlace de hidrógeno. Nuestro enfoque ofrece una alternativa innovadora y rentable a los materiales tradicionales, como MOF, COF (por sus siglas en inglés) y zeolitas, con potencial de desarrollo como adsorbentes supramoleculares hidrófilos para procesos de "cosecha de agua". La funcionalización superficial controlada de matrices de carbono obtenidas a partir de transformaciones hidrotérmicas de varios precursores de biomasa bajo condiciones suaves de reacción. Algunos materiales de partida fueron evaluados incluidos: quitosano, bagazo de caña de azúcar, cáscara de arroz, pistacho y tuza de maíz. Los diferentes materiales modificados fueron caracterizados por el uso de isoterma de adsorción de N_2 y H_2O , FT-IR, medidas de ángulos de contacto y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Los espectros FT-IR revelaron la presencia de bandas de absorción relacionadas con abundantes grupos oxigenados (O-H, -COOH, -SO₃H). La naturaleza hidrofílica de los sólidos se corroboró mediante mediciones de ángulos de contacto. La adsorción-desorción de N_2 mostró isoterma tipo II características de sólidos no porosos (micro/mesoporosos) con áreas superficiales aparentes bajas (5-80 g/m²). La capacidad de adsorción de agua fue evaluada desde isoterma de adsorción, junto a sus cinéticas de adsorción, todas las isoterma muestran isoterma tipo II con capacidades en el rango de 10-70%, algunas con largos lazos de adsorción/desorción histeresis. Los estudios cinéticos han sugerido que la adsorción de agua es altamente sensible a la naturaleza de los grupos químicos en la superficie sólida y a la humedad relativa (HR), con valores moderados de HR (50-75%). Las micrografías obtenidas por MEB permite correlacionar la microestructura de los materiales con las formas obtenidas de las isoterma de adsorción de agua y su capacidad de adsorción (Figura

1(a-d)). Estos resultados revelan que los materiales de carbono hidrófilos preparados poseen capacidades similares a materiales porosos previamente reportados. Nuestra aproximación ofrece una solución prometedora al desafío de la escasez de agua, con el potencial de escalar la preparación a escala de kilogramos a costo muchos más bajos, en comparación a la preparación de materiales como los MOF y COFs entre otros.

REFERENCIAS

- [1] Drinking water; WHO, 2020; <https://www.who.int/en/newsroom/fact-heets/detail/drinking-water>.
- [2] Ahrestani, Z. et al. *RSC Advances*. (2023) 13(15) (10273).
- [3] Atencio, R. et al. *Ciencia en Revolución*. (2023) 9 (25) (156).

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la colaboración del Lic. Gleen Rodríguez (USV) y la Unidad de Microscopía de Electrónica (UME-IVIC) por el soporte en la toma de las micrografías de barrido de alguno de los materiales. La Lic. Yraida Díaz por la toma de las isothermas de adsorción de N₂.

FIGURAS

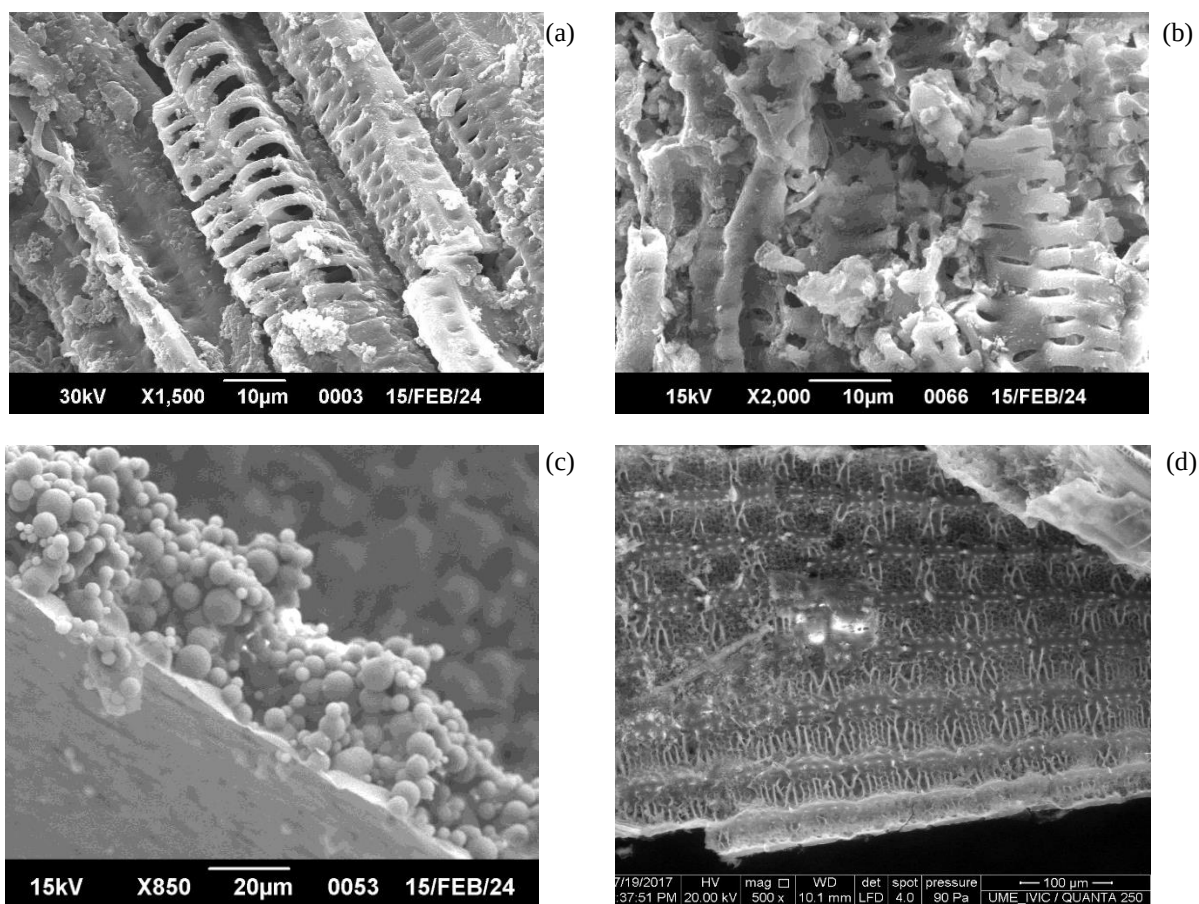


Figure 1. Micrografías de Barrido de algunos materiales de carbono funcionalizados vía hidrotérmica. (a) microestructura obtenida de la tusa del maíz; b) microestructura del bagazo de caña; c) microestructura obtenida de la cascara del pistacho y d) microestructura de la cascarilla del arroz.

EFFECTO DE LA ADICIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINC EN LA CRISTALIZACIÓN DEL POLI(ÁCIDO LÁCTICO)

M. V. Cortez (1), E. Penott-Chang (1), C. C. Puig (1), A. J. Müller (2)

- (1) Grupo de Polímeros USB, Departamento de Ciencia de los Materiales, Universidad Simón Bolívar, Valle de Sartenejas, Caracas 1080, Venezuela
- (2) POLYMAT y Departamento de Polímeros y Materiales Avanzados: Física, Química y Tecnología, Facultad de Química, Universidad del País Vasco UPV/EHU, Paseo Manuel de Lardizabal 3, 20018 Donostia-San Sebastián, España y IKERBASQUE. Plaza Euskadi 5, 8009 Bilbao, España
Email: cpuig@usb.ve

El poli(ácido láctico) (PLA) es un polímero que además de obtenerse de fuentes renovables es biodegradable. Los productos del PLA pueden ser degradables en sistemas de compostaje. Aunque el PLA tiene un alto potencial para su uso a nivel comercial, presenta ciertas limitaciones como su fragilidad y su temperatura de uso. Las propiedades del PLA pueden mejorarse con la adición de cargas inorgánicas como el óxido de zinc (ZnO). El ZnO al igual de otros óxidos metálicos se caracterizan por una función antibacteriana eficaz y una absorción ultravioleta intensiva, propiedades particularmente útiles en la industria del empaque. En general, se busca mejorar la poca cristalizabilidad del PLA con la adición de agentes nucleantes. En este estudio, se investiga el efecto de la adición de nanopartículas de ZnO, tratadas con silano, en la cristalización del PLA que es una poli(L, L-lactida) con un contenido de isómero D de 1.34%. Las muestras estudiadas tienen una composición de 1%, 3% y 5% de nanopartículas de ZnO y contienen un estabilizante térmico, Ultrinox 626A, en un contenido de 0.3% p/p. Las técnicas empleadas para el estudio de los procesos de cristalización incluyen microscopía óptica de luz polarizada (MOLP) y calorimetría diferencial de barrido (DSC). Asimismo, se utilizó espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflexión total atenuada (FTIR-ATR) para estudiar las interacciones de las nanopartículas de ZnO con el PLA y termogravimetría (TGA) para el análisis de la estabilidad térmica de las muestras. La cristalización del PLA es sensible a cambios en el peso molecular, su procesamiento a altas temperaturas para la incorporación del estabilizante térmico así como de las nanopartículas de ZnO, trae como consecuencia la disminución del peso molecular debido a procesos de degradación, reflejándose en el PLA procesado, luego de resultados obtenidos por DSC, en la aparición de exotermas de cristalización durante calentamientos controlados en el DSC y un aumento de aproximadamente 6 veces en la entalpía de fusión. La cristalización en frío del PLA y el efecto de la adición de ZnO fue estudiado recientemente [1]. Los resultados de MOLP, obtenidos en este trabajo, a partir de cristalizaciones isotérmicas a partir del fundido muestran como la velocidad de crecimiento esferulítico del PLA procesado es mucho mayor que la velocidad de crecimiento esferulítico de las muestras que contienen las nanopartículas de ZnO. En la figura 1 se presenta la morfología esferulítica de la muestra de PLA procesado a 122°C al minuto de tratamiento isotérmico. Los resultados obtenidos por DSC, tanto en experimentos no-isotérmicos como isotérmicos, revelan que las nanopartículas de ZnO más que promover la cristalización del PLA lo que hacen es dificultar los procesos de nucleación, al observarse en los experimentos en calentamiento un desplazamiento de la temperatura de cristalización en frío hacia mayores valores con el aumento en el contenido de ZnO en las muestras (figura 2). Los resultados de FTIR-ATR revelan desplazamientos y ensanchamientos en ciertas bandas de absorción con la adición del ZnO lo que indica que existen interacciones entre las nanopartículas y el polímero que explicarían también el aumento observado en la temperatura de transición vítrea. Los resultados de TGA muestran que al agregar nanopartículas de ZnO disminuye la estabilidad térmica del polímero y que ésta se hace menor al aumentar la concentración de ZnO. Este efecto ha sido atribuido al efecto catalítico del ZnO en promover la degradación del polímero [1].

REFERENCIAS

[1] da Cruz F., É., D., M.L., Ferreira, L.M., Bruno T., M. I. (2021). Crystallization behavior of zinc oxide/poly(lactic acid) nanocomposites. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, volumen (146), pp. 1483-1490.

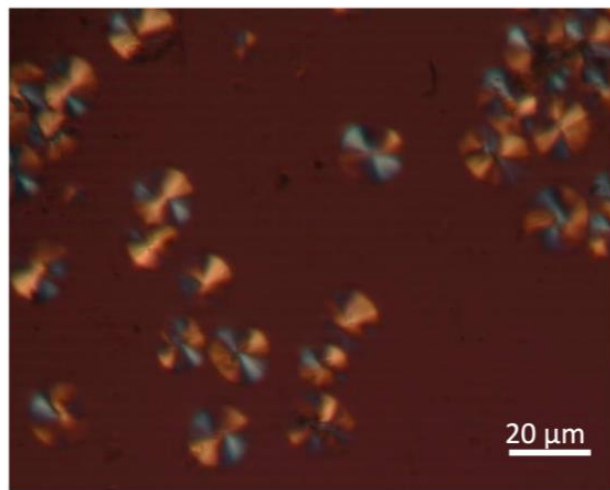


Figura 1. Morfología esferulítica de una muestra de PLA procesado obtenida a una temperatura de cristalización de 122 °C al minuto del tratamiento isotérmico.

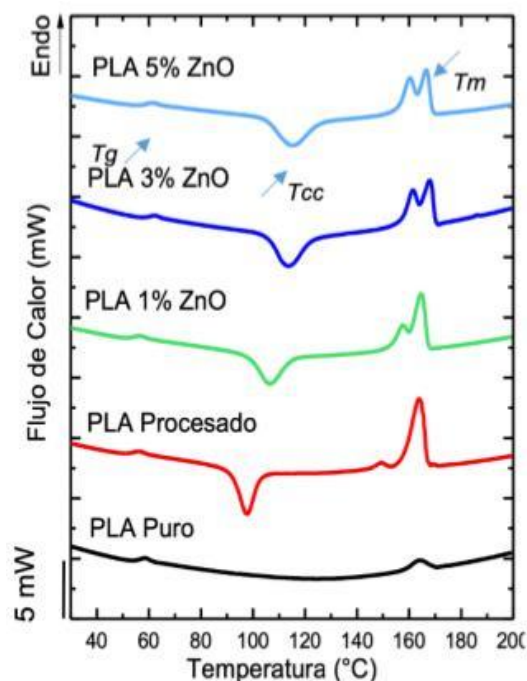


Figura 2. Curvas de DSC en calentamiento a 10°C/min para PLA puro y procesado y PLA – ZnO con contenido de 1, 3 y 5% de ZnO luego de haber sido enfriadas desde el fundido a 10 °C/min.

FERRIHIDRITA: CARACTERIZACIÓN TEM DE NANOPARTÍCULAS NATURALES

Lisseta D'Onofrio (1) y Carlos Rojas (2).

- (1) Escuela de Física, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.
(2) Centro de Microscopía Electrónica y Escuela de Física, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela.
Email: lisseta@gmail.com

La ferrihidrita (Fh) es un mineral oxihidróxido férrico hidratado, cuya fórmula química todavía es objeto de debate debido a que su contenido de agua es variable, siendo $5\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ la fórmula más aceptada. La ferrihidrita es el quinto óxido de hierro en abundancia y se encuentra en la naturaleza únicamente en forma de partículas de tamaño nanométrico, en suelos erosionados. Presenta colores que van desde marrón oscuro hasta marrón amarillento. Su patrón de difracción de Rayos-X depende del grado de cristalinidad que presente, dando un patrón de 2 líneas para muestras menos cristalizadas y de 6 líneas para muestras más cristalizadas, siendo los patrones más aceptados los que se presentan en la Figura 1, donde las 6 líneas en referencia son las que se encuentran entre 32° y 64° . En este trabajo presentamos un estudio de la morfología, estructura y tamaño de una muestra de Fh natural usando Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM). La muestra fue recolectada en la mina de esfalerita Santa Isabel, Estado Guárico, Venezuela. En esta mina se forman diferentes espeleotemas de oxihidróxidos de hierro en función del pH del agua que circula, que va de 1.7 a 6.8, y la Fh se produce en el agua de inundación menos ácida. La muestra corresponde a una estalactita tubular de color marrón amarillento, la cual se pulverizó para realizar esta caracterización morfo-estructural, así como para otros experimentos [1]. Para su observación mediante TEM las partículas del polvo fueron incluidas en resina epóxica para obtener cortes ultrafinos mediante ultramicrotomía. En la Figura 2 se observa una imagen TEM campo claro donde se aprecia la presencia de granos en forma de agujas de 50 a 65 nm de largo con un grosor de 12 nm. La Figura 3 presenta el patrón de difracción de electrones de un área seleccionada que incluía gran número de estas agujas. Es un patrón de anillos, el cual fue indexado, correspondiendo a las familias de planos de red (110), (200), (113), (114), y (115)/(106), de la estructura hexagonal de la Fh de 6 líneas, aunque las dos últimas no logran resolverse con difracción de electrones. La Figura 4a) muestra la imagen campo claro de una de las agujas mientras que la Figura 4b) nos muestra una imagen campo oscuro de esta misma aguja, seleccionando con la apertura del lente objetivo una sección del anillo de difracción (110), el más intenso. En este modo de trabajo, todos los granos que tienen sus planos (110) orientados en paralelo causan contraste por difracción, generando una imagen brillante sobre un fondo oscuro. Ambas imágenes muestran claramente que las agujas en realidad están formadas por granos separados, los cuales están alineados entre sí con sus planos (110) paralelos. Los granos son casi esféricos con un diámetro entre 2 y 4 nm. Los granos individuales se asocian para formar agregados más grandes en forma de aguja. La micrografía de la Figura 5 muestra un espaciado de la red de 0.25 nm, correspondiente a la familia de planos (110). Debido a la agregación observada e incluso a la alineación de los granos, se esperan interacciones entre partículas, sin embargo, con este análisis poco se puede decir sobre el tipo y la fuerza de estas interacciones.

REFERENCIAS

- [1] Lisseta D'Onofrio. Nanopartículas de Ferrihidrita Natural y Nanopartículas de Ferrihidritas Sintéticas Estabilizadas en Sílice y en Polivinil-Pirrolidona. Trabajo de Ascenso para optar a la categoría de Profesora Titular. Publicación interna de la Universidad Central de Venezuela. 2022.

AGRADECIMIENTO

Se agradece la colaboración de la Dra. Gema González y del Dr. Etienne Snoeck en la obtención de las micrografías.

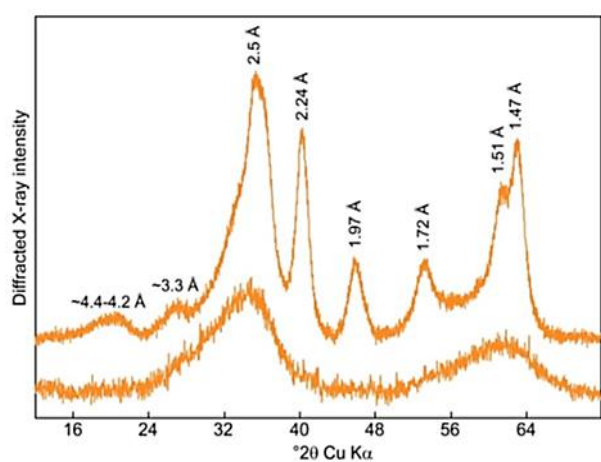


Figura 1. Difractogramas de Rayos-X de Ferrihidrita de 2 líneas y de 6 líneas.

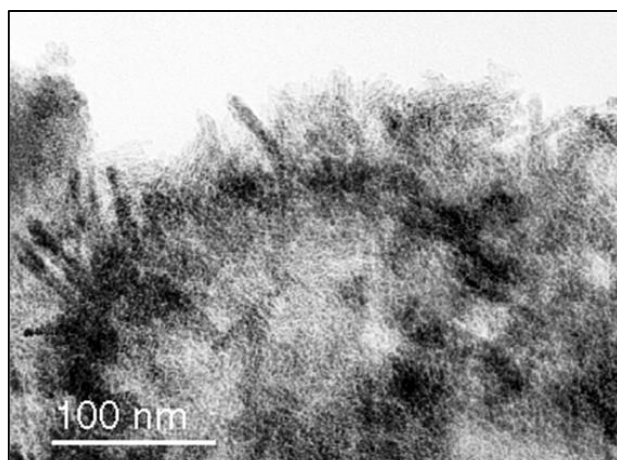


Figura 2. Imagen TEM campo claro de Ferrihidrita natural.

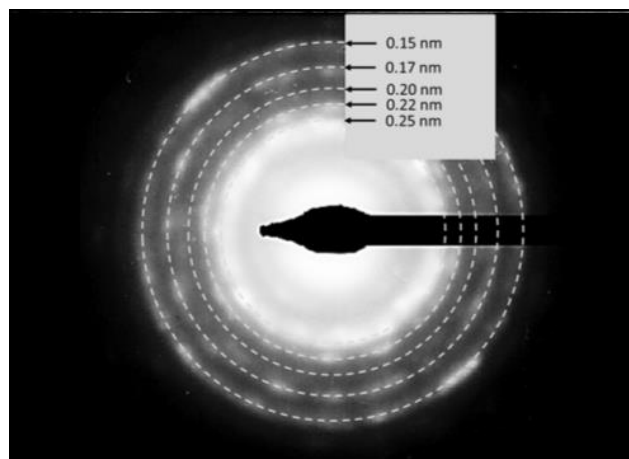


Figura 3. Patrón de difracción de electrones

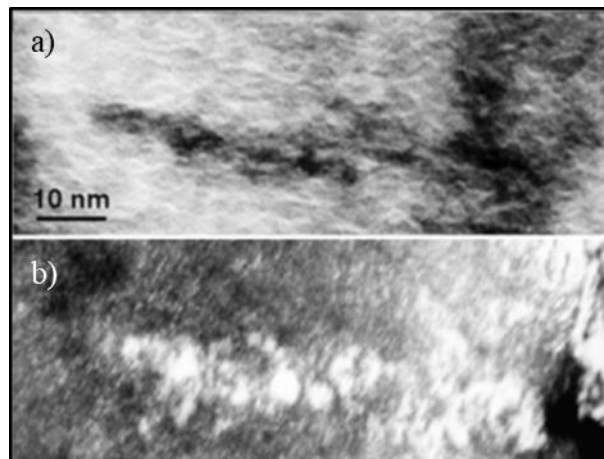


Figura 4. a) Imagen campo claro. b) Imagen campo oscuro.

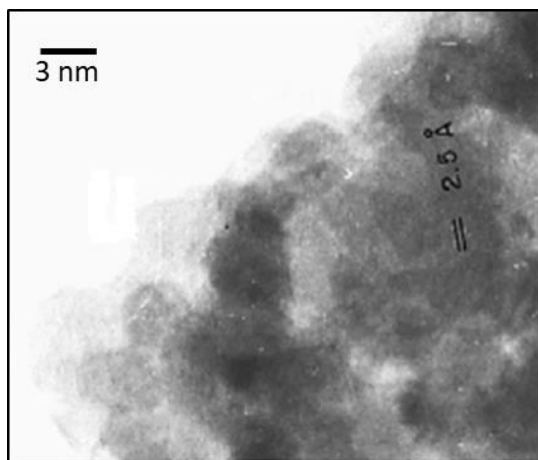


Figura 5. Imagen TEM de alta resolución.

APLICACIONES DE LA MICROSCOPIA AUGER DE BARRIDO (SAM) EN LA CARACTERIZACIÓN DE MULTICAPAS NANOESTRUCTURADAS

Carlos Rojas (1)

(1) Centro de Microscopía Electrónica, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas, VENEZUELA.
Email: carlosrojas1@gmail.com

Las “multicapas nanoestructuradas” son sistemas sólidos elaborados artificialmente, los cuales consisten en una secuencia regular de capas alternadas de dos o más materiales con espesores nanométricos. Se denotan mediante la expresión $P(x\text{ nm})/n[A(y\text{ nm})/B(z\text{ nm})]/S$, la cual describe a un sistema formado por una capa protectora exterior del material P, de x nm de espesor, depositada sobre la verdadera multicapa, formada por la repetición un número n de veces de un período compuesto de una capa del material A, de y nanómetros, depositada sobre una capa del material B, de z nanómetros; todo lo cual está depositado sobre un sustrato de material S. Se usan como super-redes para la difracción de Rayos-X blandos y como dispositivos que presentan el efecto de Magneto-Resistencia Gigante, conformados por capas alternas de metales ferromagnéticos y no-magnéticos. Debido a su mayor profundidad de escape, los Rayos-X característicos generados en un SEM-EDX no pueden usarse para caracterizar las multicapas nanoestructuradas, mientras que los electrones Auger, señales también características, emitidas en el mismo proceso de excitación por el haz de electrones, tienen una profundidad de información de tan sólo unas décimas de nm, por lo que su uso es muy adecuado para la obtención de perfiles de composición en profundidad (PCP), al combinar su detección con el decapado mediante bombardeo con iones de Ar^+ . El instrumento usado para tal fin es el llamado Microscopio de Barrido de Electrones Auger o SAM [1], el cual consiste en un SEM que opera en condiciones de vacío ultra alto y al cual se le han incorporado un cañón de iones de Argón para el decapado y un espectrómetro Auger para el análisis superficial. Presentamos aquí varios ejemplos de la utilidad del SAM en la caracterización de multicapas nano-estructuradas en términos del análisis de interfaces externas e internas, de la obtención de PCPs, de estudios de interdifusión entre las capas y de la obtención de imágenes de electrones secundarios de huellas de decapado (HD) que podemos asociar a perfiles de composición lateral (PCL), métodos que nos proporcionan una adecuada y rápida caracterización de la calidad de las multicapas elaboradas para una determinada aplicación. En la Fig. 1 mostramos un esquema ideal de la multicapa magnética $\text{Ni}(30\text{ nm})/4[\text{Cu}(30\text{ nm})/\text{Ni}(30\text{ nm})]/\text{Cu}$, en la cual el sustrato es Cu policristalino y no hay capa protectora, por lo que la capa externa de Ni puede oxidarse al contacto con la atmósfera. En el esquema también se muestra una simulación de Monte Carlo de las trayectorias electrónicas cuando se utiliza un haz de electrones de 10 keV a incidencia normal. Se aprecia que si usáramos Rayos-X característicos no podríamos diferenciar las señales de cada capa por lo que la muestra sería descrita como una aleación de CuNi y no como una multicapa. En la práctica este sistema fue elaborado mediante electrodeposición, moviendo alternadamente el sustrato entre una celda para la deposición de Ni y otra para la deposición de Cu. En la Fig. 2 se muestra el PCP obtenido, en el que se observa que la capa de Ni externa se oxidó al contacto con la atmósfera, pero no así las interfaces internas, a pesar de que durante unos pocos segundos la muestra se exponía a la atmósfera al transferirla de una celda a otra. En la Fig. 3 se presenta el PCP de una bicapa Au/Ag/Si antes y después de someterla a un tratamiento térmico a 200 °C durante 1.5 h. Se observa interdifusión entre las capas de Au y de Ag, notándose que además Ag enriquece la superficie externa. La Fig. 4 muestra la HD de una multicapa magnética $\text{Mo}/10[\text{Tb}(1\text{ nm})/\text{Mo}(10\text{ nm})]/\text{Vidrio}$, conjuntamente con un PCL, apreciándose la buena calidad de la multicapa. Es importante destacar que estas capas de Tb tienen un espesor de tan sólo 1 nm y sin embargo mediante este método podemos observar las diferentes capas con una imagen de electrones secundarios usando aumentos de apenas unos 300X, sin la necesidad de la típica, pero compleja, preparación y observación mediante TEM. Finalmente en la Fig 5, presentamos el espectro Auger en modo derivada de una interfaz Mo/Tb de una muestra sometida a tratamiento térmico en presencia de vapores de aceite, notándose contaminación con oxígeno y con carbono formando enlaces carbídicos.

REFERENCIAS

[1] Martin Prutton and Mohamed M. El Gomati (Editors), "Scanning Auger Microscopy", John Wiley & Sons, 2006.

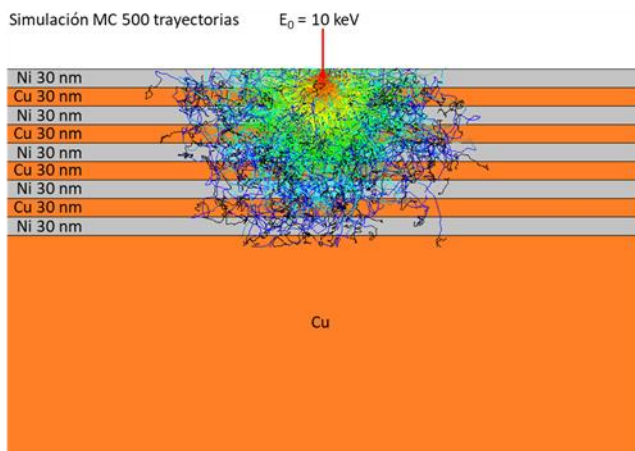


Fig. 1. Interacción de un haz de electrones con la multicapa Ni(30 nm)/4(Cu(30 nm)/Ni(30 nm))/Cu.

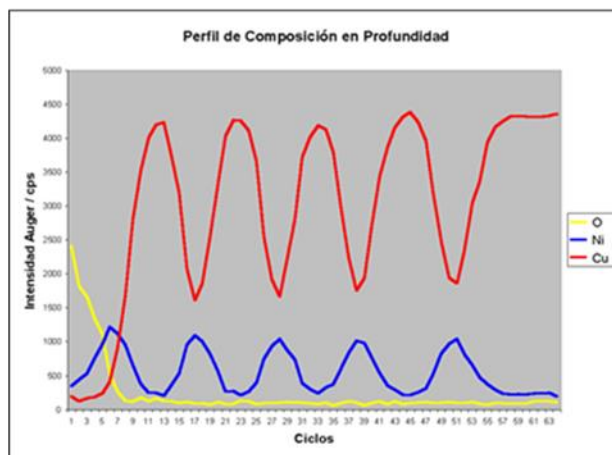


Fig. 2. PCP de Ni(30 nm)/4(Cu(30 nm)/Ni(30 nm))/Cu.

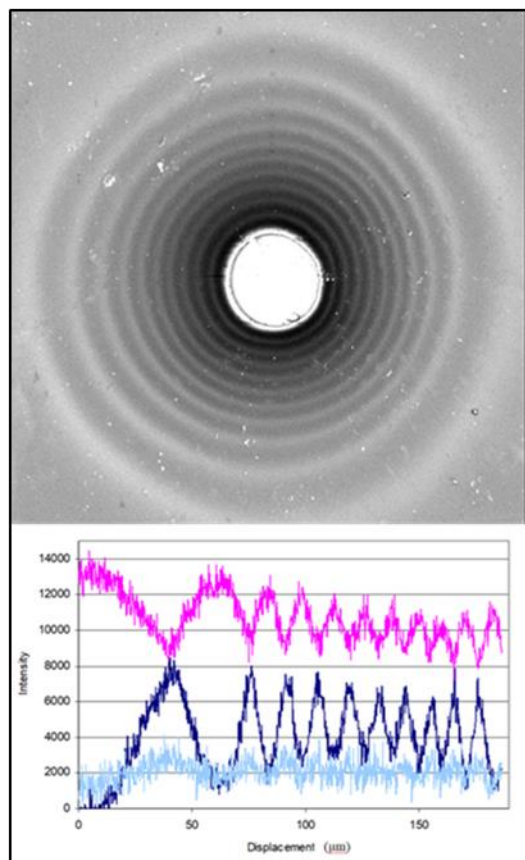


Fig. 4. Huella de decapado de una multicapa magnética Mo/10[Tb(1 nm)/Mo(10 nm)]/Vidrio y perfil de composición lateral.

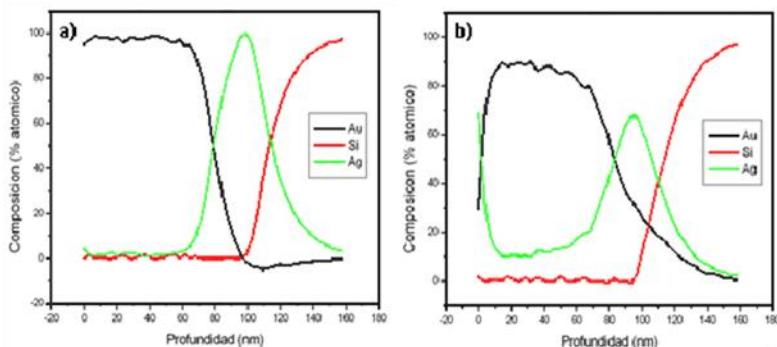


Fig. 3. PCP de la bicapa Au/Ag/Si a) antes y b) después de someterla a un tratamiento térmico a 200 °C durante 1.5 h.

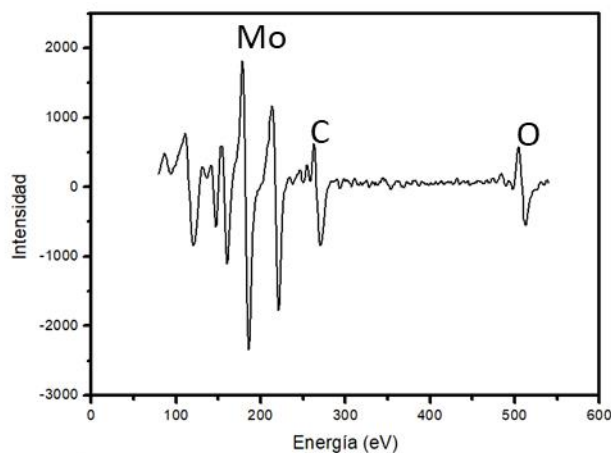


Fig. 5. Espectro Auger de interfaz Mo/Tb contaminada con O y C.

EVALUACION DEL RuO_4 UTILIZADO COMO AGENTE DE TINCIÓN DE UN PEAD POR MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISIÓN DE ALTA RESOLUCIÓN

Edgar Cañizales

Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Centro de Nanotecnología, Altos de Pipe, Estado Bolivariano de Miranda, Venezuela.

Email: edgarjosecanizales@gmail.com

La tinción con tetróxido de rutenio, RuO_4 para realizar análisis por microscopía electrónica de transmisión es una técnica bien probada y reconocida en la caracterización de poliolefinas cristalinas y sus mezclas [1]. Este agente de tinción es uno de los más usados para obtener un buen contraste en la preparación de polietilenos de alta densidad para su observación por MET, ya que, al depositarse en las zonas amorfas del polímero mejora de manera importante el contraste, facilitando así la observación de las estructuras cristalinas conocidas como lamelas. En este trabajo se realizó una evaluación de cómo se deposita el RuO_4 en una muestra de un polietileno de alta densidad (PEAD) comercial, el 7000F. Para la preparación de la muestra, se recortó una fracción del polímero de aproximadamente 8 mm x 5 mm x 2 mm la cual fue tratada a una temperatura de 170°C en un baño térmico por 5 minutos para borrar la historia térmica, luego se colocó en un baño isotérmico de aceite de silicona a 124 °C por 24 horas y se enfrió bruscamente en nitrógeno líquido. La muestra se colocó en una solución de RuO_4 la cual se preparó a partir del cloruro de rutenio siguiendo la técnica propuesta por Montezinos [2]. Los cortes analizados se obtuvieron con un ultramicrotomo convencional usando una cuchilla de diamante, enfocados principalmente en los bordes de la muestra, para garantizar cortes muy delgados y suficientemente teñidos para realizar los estudios. El microscopio electrónico de transmisión utilizado fue un Jeol JEM 2100, trabajando con un voltaje acelerador de 200 kV y filamento de LaB_6 . Los resultados indican que efectivamente, el RuO_4 se va depositando en las zonas amorfas, entre las lamelas, tal como se nota en la figura 1, lo cual permite observar con mucha claridad las estructuras cristalinas del PEAD bien definidas. Al realizar los análisis en alta resolución, se encontró que el RuO_4 se deposita en forma de nanopartículas, algunas aglomeradas y otras dispersas, con tamaños entre los 3 nm y 7 nm de diámetro (ver figura 2). Cabe resaltar que estas nanopartículas, no solo se localizan en las zonas amorfas del polímero, sino también sobre las lamelas como se muestra en las figuras 2 y 3, pero en menor cantidad con respecto a las mayoritarias que generan el contraste más evidente. Se observó que los espesores lamelares varían significativamente en función de la cantidad de nanopartículas depositadas en las zonas amorfas. Por otro lado, para corroborar que las nanopartículas observadas se corresponden con el RuO_4 , se realizó una evaluación cristalográfica, usando como herramienta la Transformada de Fourier, y la base de datos de Cristalografía Materials Projects [3]. En el año 2005, Martin Pley y Mathias S. Wickleder [4], reportaron que el RuO_4 presentaba geometría cúbica y monoclinica. En este trabajo se logró determinar la presencia de la fase con geometría cúbica con a:b:c: 8,47 y grupo espacial P43n, para todas las nanopartículas analizadas. Los resultados permiten concluir que efectivamente, el agente de tinción tiene preferencia a depositarse en las zonas amorfas del polímero y una pequeña cantidad, también se deposita sobre las lamelas. Los análisis de alta resolución muestran claramente que los espesores lamelares se pueden ver afectados por la cantidad de nanopartículas de RuO_4 depositadas, ya que los espesores no son uniformes, es decir, varían, en gran medida influidos por la cantidad del agente de tinción depositado en la muestra.

REFERENCIAS

- [1] Trent, Scheinbeim, and Couchman. *Macromolecules*, Vol. 16, No. 4, 1983
- [2] The Use of Ruthenium in Hypochlorite as a Stain for Polymeric Materials. *Journal of Polymer Science: Polymer Letters Edition*, Vol. 23, 421-425 (1985)
- [3] <https://next-gen.materialsproject.org/materials/mp-554791?formula=RuO4>.

[4] M. Pley, M.S. Wickleder / Journal of Solid State Chemistry 178 (2005) 3206–3209

AGRADECIMIENTOS

A PDVSA_Intevep por permitir realizar los cortes ultrafinos, así como los análisis de HRTEM de la muestra.

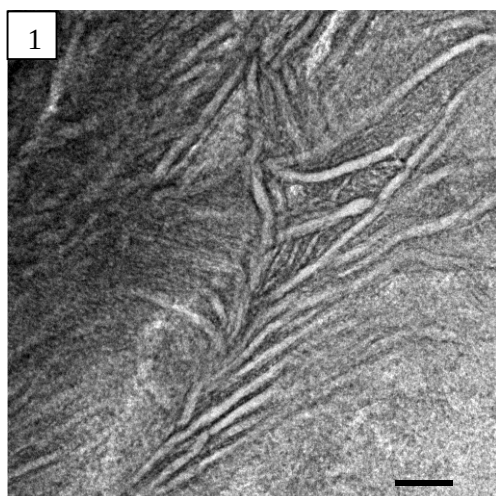


Figura 1. Estructuras lamelares del PEAD

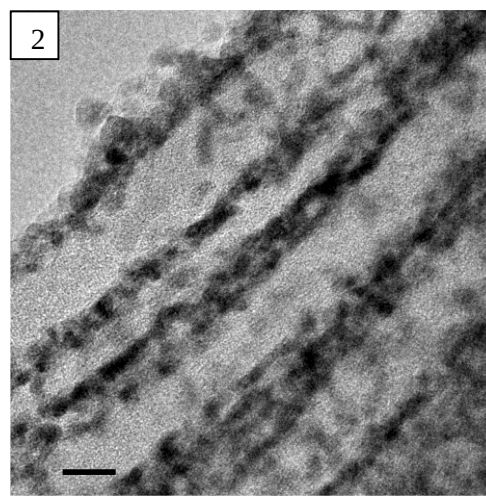


Figura 2. Lamelas y Nanopartículas de RuO₄

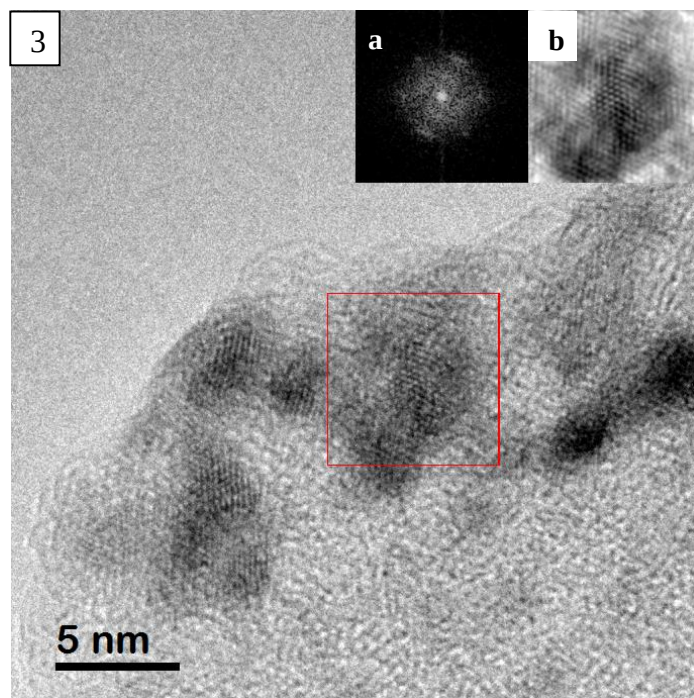


Figura 3. Nanopartículas de RuO₄. 3a Imagen de la Transformada de Fourier y 3b imagen filtrada de una de las nanopartículas analizadas

DESEMPEÑO DE MATERIALES EXPUESTOS EN SERVICIO DE HORNOS DE UNIDADES DE REFINACIÓN: EFECTOS DE EXPOSICIÓN PROLONGADA A ALTA TEMPERATURA

Norelkis Peña, Marielys García, Franklin Rico y Yobiris Rigual

INTEVEP S.A. Gerencia de Materiales y Confiabilidad Operacional
E-mail: penand@pdvsa.com

En las unidades de refinación de hidrocarburos, los hornos cumplen la función de generar el aporte de calor requerido para el desarrollo de los procesos. Los tubos de estos equipos desempeñan un rol estratégico en el proceso de calentamiento de los fluidos a procesar; si bien son diseñados para una vida útil determinada, experimentan degradación por diversos factores tales como la exposición prolongada a la temperatura de servicio o la exposición a condiciones del proceso (temperatura, características del fluido, presión, entre otros) que difieren respecto al diseño y que pudieran acelerar el deterioro de los materiales. El deterioro generado en los tubos de horno es propiciado por mecanismos de degradación que se relacionan con: (a) transformaciones en el estado sólido (cambios a nivel microestructural), (b) deformación dependiente del tiempo y acumulación de daños, (c) ataque por interacción con el medio ambiente y (d) efectos sinérgicos de los anteriores. La identificación de la activación de uno de estos mecanismos y la comprensión de los fenómenos físicos asociados con los daños proporcionan una orientación para mejoras en el diseño de componentes, implementación de metodologías de inspección en sitio, elaboración de planes de mantenimiento y acciones de reparación, contribuyendo a garantizar una vida útil de componentes y equipos con un nivel seguro de confianza. La caracterización de materiales extraídos del servicio permite dilucidar mecanismos de degradación activos, lo cual puede establecerse mediante la técnica de Microscopía electrónica de barrido (MEB) como herramienta fundamental para evidenciar rasgos característicos de mecanismos presentes en este tipo de ambiente. El presente artículo presenta evidencias relacionadas con degradación por deformación dependiente del tiempo y acumulación de daños en aceros de aleación, en los cuales las evidencias metalúrgicas obtenidas mediante la técnica de MEB, bajo la modalidad de electrones secundarios, permitieron establecer el mecanismo operante. El primer caso de estudio se corresponde con un tubo de acero microaleado $1\frac{1}{4}\text{Cr}-\frac{1}{2}\text{Mo}$ (ASTM 335 P11) perteneciente a un sobrecalentador de vapor de un horno Reformador de Hidrógeno, con evidencia de afectación física caracterizada por el crecimiento uniforme del diámetro en zonas localizadas de la longitud total del tubo. Con los estudios fractográficos y microestructurales, mediante MEB, se verificó: (a) fractura dúctil, (b) existencia de cavidades (*voids*) en la región central del espesor del tubo, (c) modo de fractura de rotura por esfuerzo y (d) características microestructurales de un proceso de recrystalización. Las evidencias metalúrgicas y el contexto operacional (excursiones de temperatura) permitió establecer que el mecanismo de degradación activado fue Rotura por esfuerzo a elevada temperatura (*Stress rupture*). (Figura 1). El segundo caso se corresponde con un tubo de acero inoxidable (ASTM A-312 Tp 321) perteneciente al banco de convección de un Horno Reformador con evidencia de agrietamientos transversales al eje del tubo (circunferenciales), paralelos entre sí, sin evidencia deformación plástica, en la superficie interna del tubo. El estudio mediante la técnica de MEB-EDX del agrietamiento y de la superficie de fractura reveló: (a) grieta recta tipo cuña, (b) deposición interna de productos de oxidación en toda la trayectoria de la grieta y (c) zonas con textura fractográfica tipo estriaciones de fatiga. Las evidencias metalúrgicas y el contexto operacional (fluctuaciones de temperatura) permitió establecer que el mecanismo de degradación activado fue Fatiga Térmica. (Figura 2). Los casos presentados de degradación de materiales expuestos a alta temperatura demuestran la fortaleza de la herramienta de Microscopía Electrónica de Barrido por la magnificación y resolución que se requiere para la evaluación de evidencias asociadas con el desempeño de materiales extraídos de servicio; esta investigación aplicada genera conocimientos que contribuyen con la continuidad operacional en instalaciones de la industria petrolera, en lo cual se fundamenta la toma de decisiones oportunas que garanticen la disponibilidad del activo.

REFERENCIAS

- [1] Courtney, T. (1990) *Mechanical Behavior of Materials*, McGraw-Hill, New York, pp. 503..
[2] Virkkunen, I. *Mechanical Engineering* (2001) (154).

AGRADECIMIENTOS

A Petróleos de Venezuela, S.A.

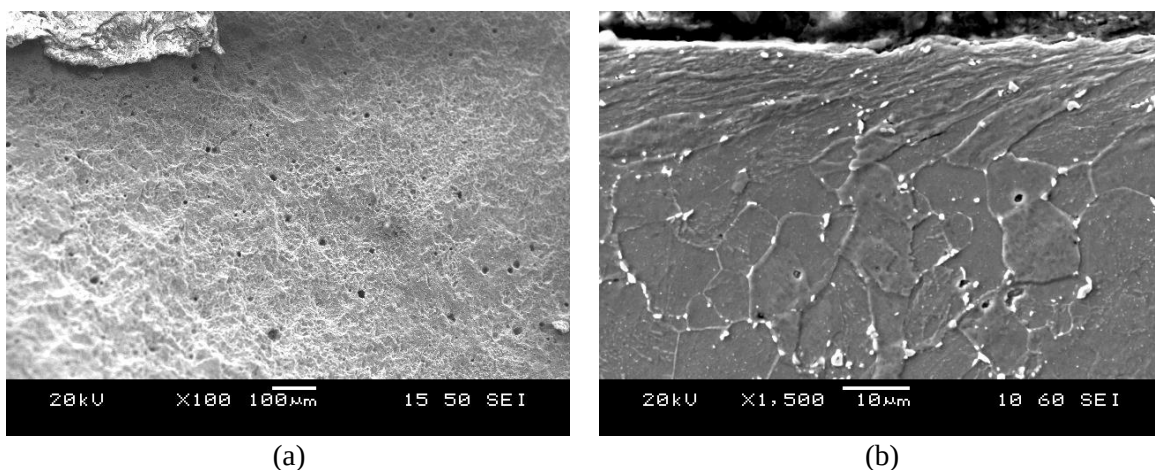


Figura 1. Evidencia del mecanismo de *Stress Rupture* en un acero de baja aleación Cr-Mo: (a) Análisis fractográfico en la zona central de la superficie de fractura (b) características de los granos adyacentes a la superficie de fractura (Técnica: Microscopía Electrónica de Barrido)

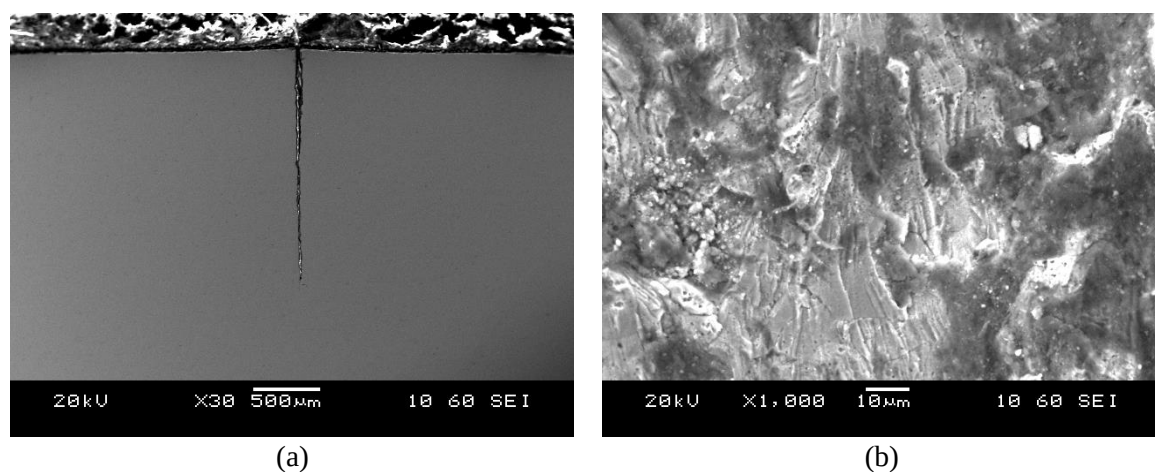


Figura 2. Evidencia del mecanismo de Fatiga térmica en un acero inoxidable: (a) Morfología de grieta tipo cuña, (b) estriaciones de fatiga (Técnica: Microscopía Electrónica de Barrido)

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN ÓPTICA DE MATERIALES DE GRAFENO MODIFICADO CON METALES CON APLICACIÓN COMO CAPACITADORES ELECTROQUÍMICOS

Elsy Bastidas (1), Jimmy Castillo (2), María Rodríguez (1).

- (1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Escuela de Química, “Laboratorio de Espectroscopia Laser y Nanotecnología – Laboratorio de Productos Naturales”. Caracas-Venezuela.
(2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Escuela de Química, “Laboratorio de Espectroscopia Laser y Nanotecnología”. Caracas-Venezuela..
Email: baselsy@gmail.com

El grafeno, es un material interesante para la construcción de supercondensadores por su elevada área específica, movilidad de electrones y alta conductividad electrónica. Los grupos funcionales que tiene el óxido de grafeno, ayudan en el contacto en la interface electrodo / electrolito y su dispersión en soluciones acuosas, obteniendo así mayores superficie. Sin embargo, estos grupos funcionales, limitan la conducción de electrones ya que interrumpen la red conductora del grafeno. Del mismo modo, este material carbonoso puede mejorar estas propiedades al ser modificado con metales, los cuales son excelentes candidatos para aumentar la capacitancia electroquímica, lo cual a su vez influye en la eficiencia de los dispositivos de almacenamiento de energía. Por este motivo, el presente trabajo reporta la síntesis de óxido de grafeno y derivados, mediante proceso biogénico, utilizando la activación de las cenizas de cáscaras de arroz con KOH a 800 °C/2 h^[1,2]. El grafeno (GOp) obtenido fue modificado con nanopartículas de cobre (CuNPs) y de óxido de zinc (ZnONPs), a través de un proceso de reducción química húmeda del metal^[3,4]. La obtención del cobre adsorbido sobre el grafeno, se realizó utilizando ácido L-ascórbico como agente reductor y para la síntesis de Gop-ZnO se empleó acetato de zinc (como sal precursora) adsorbido sobre el grafeno en una solución de KOH por 4h en agitación constante, luego se calcinó a 300 °C / 3h. Los materiales fueron caracterizados empleando las técnicas de: UV-Vis, FTIR, DRX, SEM y AFM^[5]. Los nanocompuestos identificados como óxido de grafeno parcialmente oxidado, GOp-ZnO- y GOp-Cu fueron analizados por la técnica de voltametría cíclica aplicando un rango máximo de corriente 1mA para determinar sus propiedades conductoras. Utilizando una solución patrón de ferricianuro de potasio 5 mM en cloruro potásico 1 M, como referencia, y una solución salina (KCl) como electrolítica de trabajo. Los electrodos de trabajo se prepararon mezclando los derivados de grafeno con nujol en contacto con un alambre de cobre dentro de una inyectora, también se utilizó como electrodo de referencia plata y el contraelectrodo de platino. La figura 1 muestra una imagen de AFM de las laminas de grafeno obtenidas, donde se muestra un espesor (perfil superior) del orden de 4 nm indicativo de la formación de pocas capas. La figura 2 muestra la imagen por MEB y EDX donde se observa la morfología y composición de las laminas de grafeno y grafeno modificado con cobre. La figura 4 muestra los espectros de Uv-visible y el cálculo de Band-Gap para todos los materiales, observándose los cambios a medida que el material es modificado. La figura 5 muestra la porosidad del grafeno obtenido y la respuesta electroquímica de electrodos de grafeno y grafeno compuesto, mostrando la formación de un nuevo material con propiedades electroquímicas adecuadas para ser empleado como un conductor.

REFERENCIAS

- [1] Athinarayanan, J.; Periasamy, V. S.; Alhazmi, M.; Alatah, K. A.; Alshatwi, A. A. Synthesis of Biogenic Silica Nanoparticles from Rice Husks for Biomedical Applications. *Ceram. Int.* **2015**, *41* (1), 275–281. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.08.069>.
[2] Castillo, J.; Luis, R. Study of the Adsorption of Methylene Blue on Graphene Sheets Obtained from Rice Husks: Experimental and Molecular Dynamics Simulation. *Appl. Phys. A* **2023**, *129* (10), 733. <https://doi.org/10.1007/s00339-023-07006-0>.
[3] Alves, D. C. B.; Silva, R.; Voiry, D.; Asefa, T.; Chhowalla, M. Copper Nanoparticles Stabilized by Reduced Graphene Oxide for CO₂ Reduction Reaction. *Mater. Renew. Sustain. Energy* **2015**, *4* (1), 2. <https://doi.org/10.1007/s40243-015-0042-0>.

- [4] Ganesan, K.; Jothi, V. K.; Natarajan, A.; Rajaram, A.; Ravichandran, S.; Ramalingam, S. Green Synthesis of Copper Oxide Nanoparticles Decorated with Graphene Oxide for Anticancer Activity and Catalytic Applications. *Arab. J. Chem.* **2020**, *13* (8), 6802–6814. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2020.06.033>.
- [5] Alazmi, A.; Rasul, S.; Patole, S. P.; Costa, P. M. F. J. Comparative Study of Synthesis and Reduction Methods for Graphene Oxide. *Polyhedron* **2016**, *116*, 153–161. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2016.04.044>.

AGRADECIMIENTOS

Centro de Microscopía Electrónica “Dr. Mitsuo Ogura”, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela.

Proyecto N° CFPN° 202300055 Fondo Nacional de Ciencia, Investigación y tecnología (FONACIT) del Ministerio del Poder Popular para Ciencia y Tecnología (MINCYT).

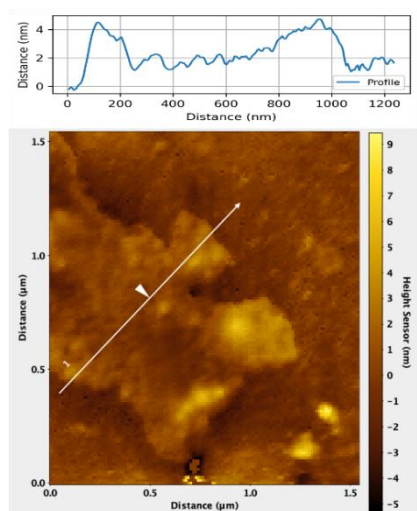


Figura 1 Imágenes de AFM de las láminas de Grafeno

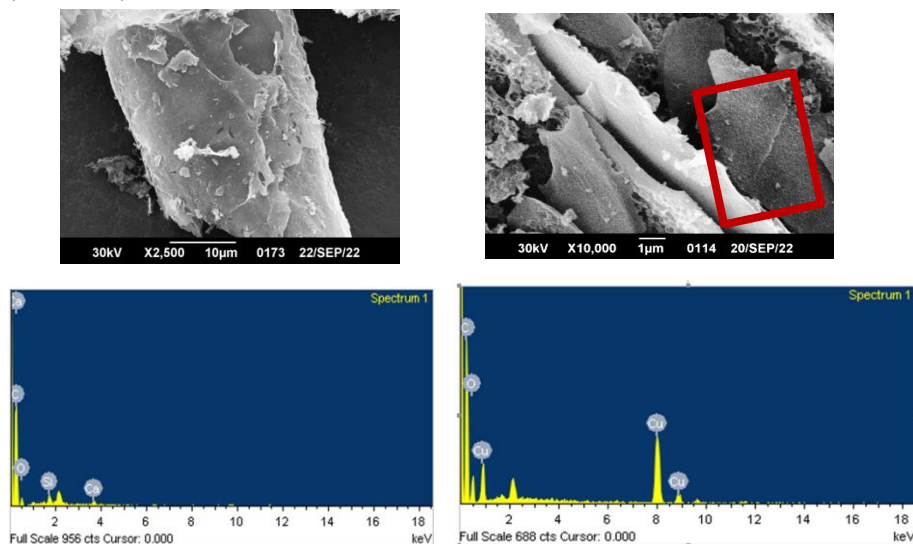


Figura 2 Microscopia MEB de laminas de grafeno con y sin Nanopartículas de Cobre con sus respectivos analisis EDX

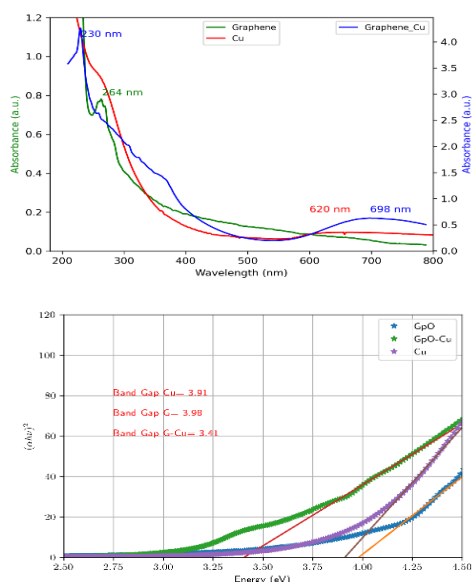


Figura 2 a) Espectro de Uv-Visible de GOp y GpO-Cu NPs b) Gráfico TAU para GOp (banda prohibida de 3,98 eV) y GpO-Cu NPs

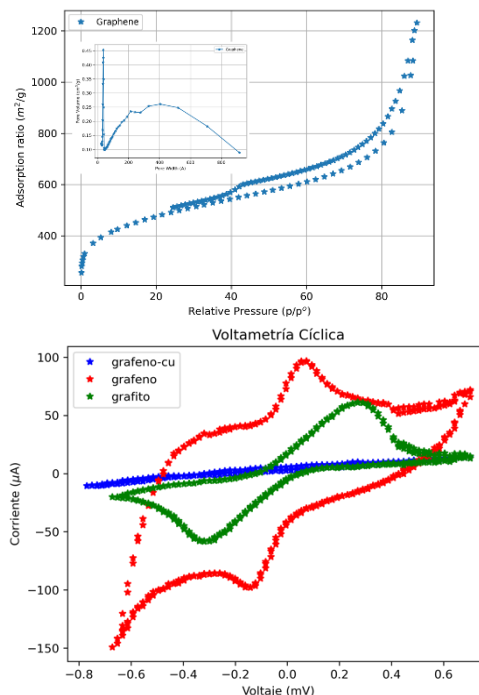


Figura 1 Gráfico BET. Área específica de GOp b) Gráfico de Voltametría cíclica para una solución de Fe+3 con electrodo de Grafito (5) y de Grafeno Cu (2)

SISTEMAS NANOESTRUCTURADOS PARA LIBERACIÓN CONTROLADA DE UREA

Thalía Vidal (1), Jimmy Castillo (2).

(1) Laboratorio de Espectroscopía Láser, Centro de Fisicoquímica, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.

(2) Laboratorio de Espectroscopía Láser, Centro de Fisicoquímica, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.

Email: Vidalthalia93@gmail.com

La urea es el fertilizante nitrogenado más utilizado en la agricultura debido a su alto contenido de nitrógeno, el cual es un nutriente esencial en el desarrollo de las plantas, sin embargo; debido a diversos factores de pérdida tales como volatilización, escorrentía, lixiviación y desnitrificación; alrededor del 40 % al 60 % de la urea no puede ser absorbida por los cultivos, además de ocasionar contaminación por nitratos de aguas superficiales y subterráneas^[1-3]. Las aplicaciones excesivas de urea y sus efectos negativos al medio ambiente se han convertido en una preocupación a nivel mundial, es por ello que el presente proyecto tiene como objetivo el desarrollo y empleo de sistemas nanoestructurados con características de liberación lenta o controlada a fin de mejorar el crecimiento y rendimiento de los cultivos mediante la absorción de urea, reducir la pérdida de nutrimentos y minimizar el impacto ambiental adverso permitiendo el desarrollo de una agricultura verde sustentable. En este sentido, se llevó a cabo la síntesis de distintas nanoestructuras de sílice (SiO_2) a partir de cáscaras de arroz^[4,5], previamente lixiviadas, secadas y sometidas a diferentes temperaturas de calcinación (620, 680, 720 y 780)°C y posterior molienda mecánica, las mismas fueron cargadas con una solución de urea al 30% m/m mediante un proceso de impregnación y posteriormente caracterizadas mediante dispersión de luz dinámica (DLS), microscopía de fuerza atómica (AFM), y microscopía electrónica de barrido (SEM), una vez caracterizadas se sometieron a un proceso de encapsulamiento mediante la preparación de un bloque poroso que permite una liberación controlada de urea al entrar en contacto con agua. La figura 1 muestra una imagen de las nanopartículas de silica cargada con urea, donde se muestra su tamaño nanométrico conforme a lo observado por la técnica DLS. La figura 2 muestra una imagen MEB de la estructura formada donde se observan estructuras cilíndricas de mezclas de óxido de calcio y carbonato de calcio cargadas con las nanopartículas de silica, esta estructura tiene una alta porosidad y permite la penetración de agua. La figura 3 muestra el espectro FTIR de la muestra, donde se observan las bandas correspondientes a la urea a 3460 y 1560 cm^{-1} . La concentración de urea liberada es medida a diferentes tiempos mediante voltamperometría cíclica y los amperogramas son presentados en la figura 4. En la caracterización por DLS se obtuvo una distribución de tamaño para las muestras de SiO_2 en un rango de entre 1 a 50 nm, con un diámetro hidrodinámico de 12 nm, mientras que en las de AFM se obtuvo un tamaño de partícula promedio de 15 nm, a pesar de ser un promedio mayor al obtenido por DLS se encuentra dentro del rango de distribución obtenido por el mismo. En cuanto a la porosidad del bloque se observó por microscopía óptica que el área de poro se encuentra dentro de un rango de entre 311 a 2651 μm . En cuanto a la liberación de urea se determinó la concentración de la misma en el tiempo observándose que se libera lentamente, requiriéndose hasta 19 días para su liberación total.

REFERENCIAS

- [1] Chen, F.; Miao, C.; Duan, Q.; Jiang, S.; Liu, H.; Ma, L.; Li, Z.; Bao, X.; Lan, B.; Chen, L.; Yu, L. Developing Slow Release Fertilizer through In-Situ Radiation-Synthesis of Urea-Embedded Starch-Based Hydrogels. *Ind. Crops Prod.* **2023**, *191*, 115971. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.115971>.
- [2] de Silva, M.; Siriwardena, D. P.; Sandaruwan, C.; Priyadarshana, G.; Karunaratne, V.; Kottegoda, N. Urea-Silica Nanohybrids with Potential Applications for Slow and Precise Release of Nitrogen. *Mater. Lett.* **2020**, *272*, 127839. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.127839>.
- [3] Dubey, A.; Mailapalli, D. R. Zeolite Coated Urea Fertilizer Using Different Binders: Fabrication, Material Properties and Nitrogen Release Studies. *Environ. Technol. Innov.* **2019**, *16*, 100452. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2019.100452>.

[4] Castillo, J.; Arcuri, M.; Vargas, V.; Piscitelli, V. Synthesis of Nanocomposites $\text{SiO}_2@\text{Co}_3\text{O}_4$, $\text{SiO}_2@\text{ZnO}$, and $\text{SiO}_2@\text{CuO}$ from Rice Husks: Spectroscopy and Optical Properties. *Appl. Phys. A* **2022**, 128 (2), 107.
<https://doi.org/10.1007/s00339-021-05247-5>.

[5] Castillo, J.; Vargas, V.; Macero, D.; Le Beulze, A.; Ruiz, W.; Bouyssiere, B. One-Step Synthesis of $\text{SiO}_2 \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ / Fe_3O_4 Composite Nanoparticles with Magnetic Properties from Rice Husks. *Phys. B Condens. Matter* **2021**, 605, 412799.
<https://doi.org/10.1016/j.physb.2020.412799>.

AGRADECIMIENTOS

Agradecimientos a Fonacit, por el financiamiento del proyecto N° CFPN° 202300055 y Mincyt por facilitar el uso de Microscopia Electronica de Barrido

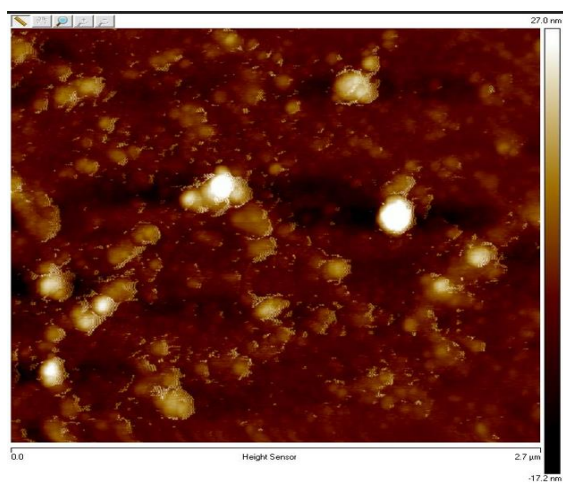


Ilustración 1 Imagen AFM de nanopartículas de silica cargadas con Urea

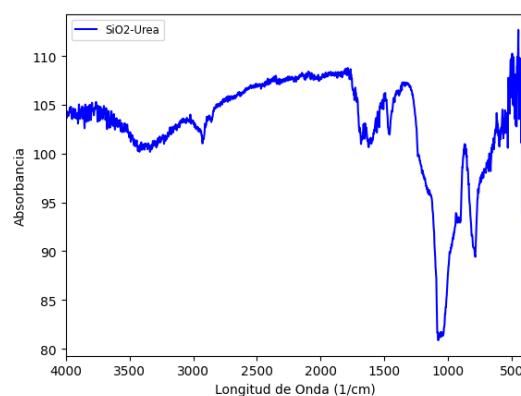


Ilustración 3 Espectro FTIR de una muestra del bloque de CaO silica NPs cargadas con Urea

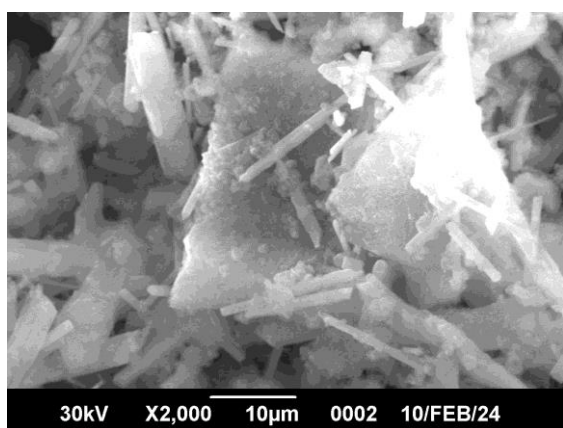


Ilustración 2 Image MEB de estructura del bloque de nanopartículas de silica y oxido de calcio cargado con Urea

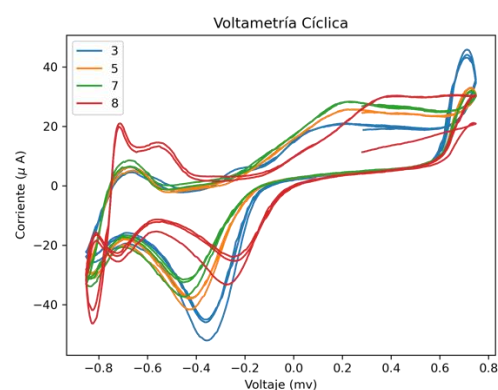


Ilustración 2 Voltametría ciclica de las aguas provenientes del lavado de los bloques a tiempos (3) $t=0$, (5) $t=1\text{h}$, (7) $t=1\text{ d}$, (8) $t=10\text{d}$

USO DEL AFM PARA DETERMINAR FUERZA DE ADHESIÓN A ESCALA NANÓMETRICA: COMPARACIÓN CON LA ADHESIÓN MACROSCÓPICA

Jimmy Castillo

Laboratorio de Espectroscopia Laser, Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, Caracas.*castijimmy@gmail.com

La producción de superficies hidrofóbicas ha cobrado un gran interés industrial para diversas aplicaciones. Estudios recientes han demostrado el uso de diferentes nanopartículas para sintetizar materiales superhidrofóbicos^[1-3] con excelentes resultados. El presente trabajo está dirigido a la síntesis y caracterización de superficies superhidrofóbicas usando nanopartículas. La hidrofobicidad será caracterizada por medio del trabajo de adhesión, tanto macroscópica como nanoscópica. El trabajo de adhesión se define como el trabajo termodinámico reversible requerido para separar la interfaz del estado de equilibrio de las dos fases a una distancia de separación infinita, y esto se representa por la ecuación de Young-Dupré: $W_{adh} = \gamma s (1 + \cos(\theta))$. En general, la rugosidad superficial limita que los objetos sólidos macroscópicos se adhieran entre sí, incluso aunque ocurran interacciones fuertes a corto y largo alcance. A escala nanométrica, la rugosidad se anula y las interacciones de corto y largo alcance, como las de van der Waals y los enlaces de hidrógeno, juegan un papel importante en las interacciones adhesivas. El Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) permite obtener curvas fuerza-distancia en una superficie. Las curvas fuerza-distancia (FDC) son representaciones gráficas de la fuerza aplicada en función de la distancia punta-muestra, lo que permite la detección de fluctuaciones de la punta como resultado de variaciones en las interacciones con la topografía de la muestra. Las fuerzas de adhesión, entre una punta AFM y la superficie de la muestra, son la suma de las fuerzas de capilaridad (F_{cap}) como las interacciones sólido-sólido como las interacciones de van der Waals (F_{vdW}), las fuerzas electrostáticas (F_E) y las fuerzas de enlace químico (F_{chem}). Se pueden hacer aproximaciones con los modelos de Derjaguin, Muller y Toporov (DMT) y Johnson, Kendall y Roberts (JKR) para la adhesión mecánica de esferas en sustratos planos, ambos basados inicialmente en el modelo de Hertz. La Fuerza de interacción de acuerdo a este modelo viene dada por: $F_{adh} = W_{adh} \pi c R$ donde R es el radio de la punta y c una constante de la base de la punta. En este estudio, se utilizaron nanopartículas de sílice obtenidas a partir de biomasa (cáscara de arroz) como materia prima para hacer la superficie hidrofóbica utilizando dos métodos: un proceso de impregnación húmeda y disolución de la sílice y reacción de condensación para formar la nanopartícula en presencia de ácido esteárico para funcionalizar la superficie. Las nanopartículas se caracterizaron por AFM, FTIR y dispersión de luz dinámica para determinar su tamaño y composición. La hidrofobicidad y la humectabilidad se midieron macroscópicamente mediante el ángulo de contacto en una superficie plana y nanoscópicamente mediante Microscopía de Fuerza Atómica. Se determinó la energía libre de Gibbs superficial macroscópica de la película y se comparó con la energía de adhesión de las nanopartículas individuales determinada mediante espectroscopia de fuerza atómica. Con la metodología desarrollada para producir nanopartículas superhidrofóbicas a partir de sílice biogénica con recubrimiento de ácido esteárico, mostradas en la imagen de la Figura 1, dio lugar a superficies con un ángulo de contacto con el agua de 150 grados tal como se presenta en la Figura 2. La fuerza y el trabajo de adhesión en todas las muestras mediante AFM, tanto en las nanopartículas originales (Figura 3) como en las modificadas (Figura 4) muestran que un recubrimiento hidrófobo mejorado conducía a una menor adhesión a la superficie del agua. Los resultados mostraron una correlación entre los valores macroscópicos y nanoscópicos. El trabajo de adhesión a nivel molecular mostró valores superiores en comparación con las mediciones microscópicas. En cambio, los valores obtenidos para el trabajo de adherencia a nivel molecular fueron mucho más elevados, ya que están influidos por interacciones locales.

AGRADECIMIENTOS

Agradecimientos a Fonacit, por el financiamiento del proyecto N° CFPN° 202300055

REFERENCIAS

- [1] Bae, G. Y.; Min, B. G.; Jeong, Y. G.; Lee, S. C.; Jang, J. H.; Koo, G. H. Superhydrophobicity of Cotton Fabrics Treated with Silica Nanoparticles and Water-Repellent Agent. *J. Colloid Interface Sci.* **2009**, 337 (1), 170–175. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2009.04.066>.
- [2] Sun, X. L.; Fan, Z. P.; Zhang, L. D.; Wang, L.; Wei, Z. J.; Wang, X. Q.; Liu, W. L. Superhydrophobicity of Silica Nanoparticles Modified with Polystyrene. *Appl. Surf. Sci.* **2011**, 257 (6), 2308–2312. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.09.094>.
- [3] Chen, P.; Hu, Y.; Wei, C. Preparation of Superhydrophilic Mesoporous SiO₂ Thin Films. *Appl. Surf. Sci.* **2012**, 258 (10), 4334–4338. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.12.109>.

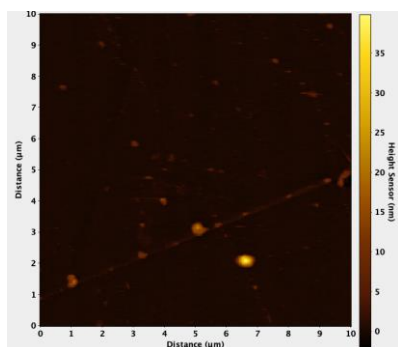


Ilustración 1 imagen AFM de las nanopartículas preparadas



Figure 1 gota de agua sobre superficie recubierta con nanopartículas

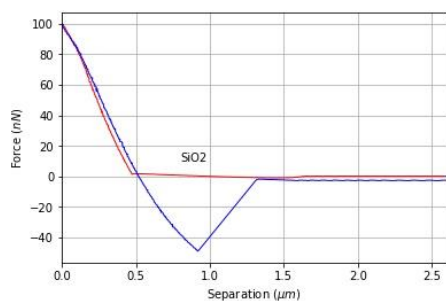


Ilustración 3 Curva de Fuerza vs Separación, nanopartículas pura

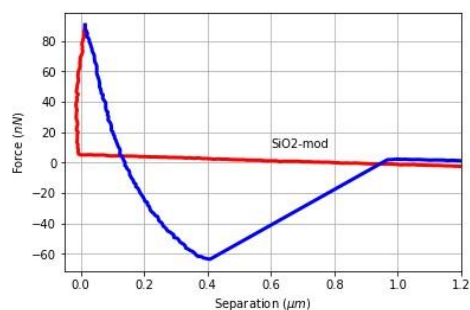


Ilustración 4 Curva de fuerza vs separación, nanopartícula modificada

USO DE NANOPARTÍCULAS DE Rh-Co EN LA ELECTROXIDACIÓN DEL ÁCIDO FÓRMICO.

Nayarik Herrera (1), Caribay Urbina de Navarro (1), Mary Carmen Bullón (2), Gilberto Jorge (2).

- (1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Microscopía Electrónica “Mitsuo Ogura”. Caracas-Venezuela.
(2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Equilibrios en Solución. Caracas-Venezuela.
Email: nsherreq@gmail.com

Las nanopartículas (Nps) han cobrado gran interés debido a las particularidades de sus propiedades ópticas, magnéticas, eléctricas y catalíticas. Muchas de estas propiedades y sus posibles aplicaciones son fuertemente influenciadas por el tamaño y forma de las mismas: esferas, barras, discos, prismas, etc [1]. Una de las aplicaciones más importantes de las nanopartículas metálicas es en el campo de la catálisis y electrocatálisis, ya que presentan una serie de posibilidades únicas tanto en la catálisis homogénea como en la heterogénea, principalmente gracias a su gran área superficial y al hecho de que un alto porcentaje de átomos se encuentran en la superficie. La síntesis de las Nps bimetálicas de Rh-Co se realizó a partir del método electroquímico diseñado por Reetz y col.[2] a partir de las sales precursoras: cloruro de rodio (III) y cloruro de cobalto (II), a corriente constante igual a -5mA. Para las nanopartículas de Rh-Co sintetizadas, se realizaron ensayos electrocatalíticos sobre la oxidación del ácido fórmico ($\text{HCOOH} \rightarrow \text{CO}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^-$), para ello se preparó una solución de H_2SO_4 y HCOOH 0,5 mol/L. Las nanopartículas fueron soportadas sobre un electrodo de carbón vítreo y posteriormente fue sometido a un tratamiento térmico para así fijar las nanopartículas y eliminar el estabilizante. En la figura 1 se muestran las imágenes obtenidas para las Nps que presentaron mayor actividad electrocatalítica frente al ácido fórmico. En la figura 1(a) muestra la micrografía de las Nps Rh-Co sintetizadas a una concentración de 0,01 mol/L de bromuro de tetrabutilamonio (TBABr) como electrolito y agente estabilizante, se pueden observar aglomerados, los cuales están compuestos de nanopartículas más pequeñas, formando estructuras tipo “cage” y en la zona de mayor aglomeración se ven “dendritas” estos arreglos han sido reportados por otros autores [3], estos aglomerados pueden deberse a la baja concentración del estabilizante utilizado. La figura 1(b) muestra una imagen de las Nps sintetizadas con 0,1 mol/L dodecilsulfato de sodio (SDS) como estabilizante a corriente constante; el rango de tamaño de partículas se encontró entre [1,0 – 8,0] nm; en la imagen es posible apreciar arreglos en forma de anillos. Este ordenamiento se ha reportado como típico de las nanopartículas de cobalto [4], la figura 1(c) muestra la micrografía de campo oscuro para las Nps de Rh-Co sintetizadas con 0,1 mol/L de bromuro de tetrapropilamonio (TPABr) a corriente constante, encontrándose en el mismo intervalo de tamaños que para las Nps obtenidas en (1b). Los tamaños promedio de partículas se muestran en la figura 2, para las Nps obtenidas con 0,01mol/L de TBABr, se midió el diámetro de las roscas, las cuales están formadas por partículas más pequeñas. La figura 3 muestra los voltamperogramas correspondientes a la reacción electrocatalítica del HCOOH , para las Nps sintetizadas con SDS y TPABr se obtuvo la misma respuesta tanto en intensidad como en potenciales de oxidación del HCOOH , lo que indica que este par de estabilizantes mantiene la composición superficial de las nanopartículas de manera similar. Sin embargo, para las Nps estabilizadas con TBABr observamos que los picos se intensifican considerablemente hasta 12,8 mA/cm² y se desplazan al disminuir la concentración de estabilizante a 0,01mol/L frente a las reacciones con SDS y TPABr 0,1 mol/L, en este caso es posible que concentraciones mayores de TBABr tienden a inhibir la actividad electrocatalítica frente a los otros estabilizantes. Se pudo comprobar que los parámetros de síntesis como: concentración de sales metálicas, concentración de estabilizante y tipo de estabilizante; son determinantes en el tamaño y comportamiento electroquímico de las partículas.

REFERENCIAS

- [1]. Roldán M.V. FAL,dSOA,yPNS. Nanopartículas metálicas con formas diversas. Anales AFA. 2005; 17: p. 212-217.

- [2]. Reetz Manfred T. HWaQSA. Electrochemical Preparation of Nanostructured Bimetallic Clusters. Chem. Mater. 1995; 7: p. 2227-2228.
[3]. Peng Z. YH. Nano Today. 2008.
[4]. Bönnemann H. BW,BR,MN,WN,PN,MH. Inor. Chem. Acta. 2003;(350): p. 17-624.

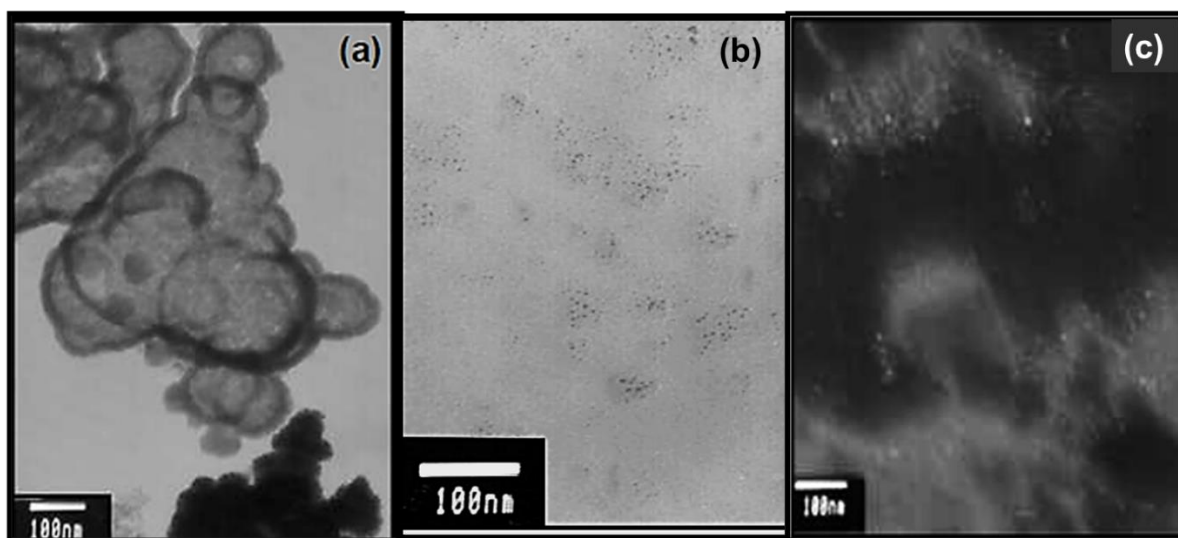


Figura 1 Nanopartículas de Rh-Co (a) Micrografía de campo claro Nps Rh-Co 0,01 mol/L TBABr; (b) Micrografía de campo claro Nps Rh-Co 0,1 mol/L SDS y (c) Micrografía de campo oscuro Nps Rh-Co 0,1 mol/L TPABr.

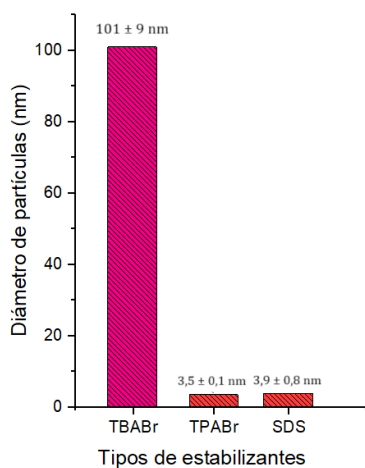


Figura 2 Tamaño promedio de partículas.

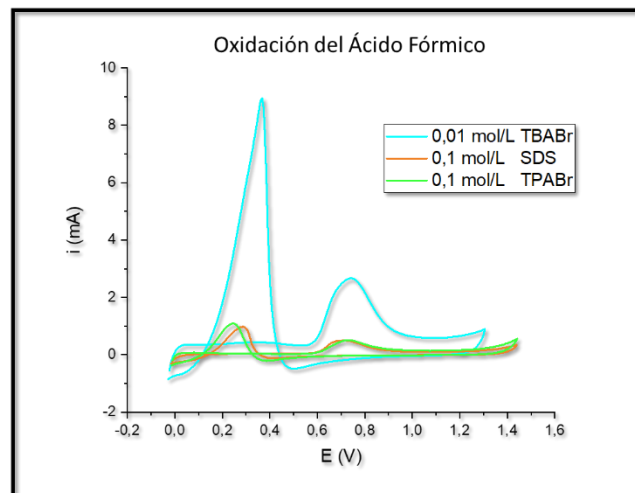


Figura 3 Voltamperograma cíclico obtenido para las Nps de Rh-Co sintetizadas a -5mA con variación del tipo de estabilizante (TBABr, TPABr y SDS), sobre la oxidación del ácido fórmico, en una solución de H_2SO_4 y HCOOH 0,5 mol/L, a 25mV/s.

ESTUDIO COMPARATIVO DE ELECTROCATALIZADORES DEL TIPO CV/Nps Cu Y C/Nps Cu EMPLEADOS EN LA REDUCCION ELECTROQUIMICA DEL CO₂

Nayarik Herrera (1), Sofía Bujosa (2), Eric Rodríguez (2), Yosbely Contreras (2), José Daniel Martínez (2), Mary C Bullón (2), Caribay Urbina de Navarro (1).

(1) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Microscopía Electrónica “Dr. Mitsuo Ogura”. Caracas-Venezuela. (2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Equilibrios en Solución. Caracas-Venezuela.

Email: nsherreq@gmail.com

El creciente nivel de industrialización y el uso continuo de combustible fósil ha contribuido en el aumento de las emisiones antropogénicas de CO₂ a la atmósfera. Esta situación ha llevado a desarrollar nuevas formas de convertir el CO₂ en productos de mayor valor agregado [1]. Los métodos electroquímicos son uno de los métodos más atractivos que hay para la conversión del CO₂, puesto que emplean bajas temperaturas, lo que disminuye los costos asociados a la energía térmica [2]. Para lograr una conversión selectiva del CO₂ es necesario desarrollar nuevos electrocatalizadores. De los metales de transición, el cobre es único metal que puede favorecer la ruptura del enlace C-O en CO₂ y, por lo tanto, facilitar la formación de hidrocarburos y alcoholes [2]. Un aspecto importante en las reacciones electroquímicas, es la escogencia del electrodo de trabajo, siendo los electrodos de carbono los más utilizados debido a su amplia ventana de potencial, baja corriente de fondo, bajo costo y su inercia química entre otros. Los electrodos de carbón vítreo (CV) son una clase de carbono no grafitico, altamente resistente a la corrosión, poseen tamaños de poro pequeños y no requieren impregnación pero que necesitan de un tratamiento en la superficie que generalmente es pulitura, mientras que las barras de grafito (C) son materiales refractarios que se exfolian con mucha facilidad y a diferencia de la superficie pulida del CV, esta superficie presenta una mayor rugosidad [3]. En el presente trabajo se sintetizaron nanopartículas de cobre (Nps Cu) para ser utilizadas como electrocatalizadores en la reacción de reducción del CO₂. Las Nps de Cu fueron sintetizadas utilizando dodecil sulfato de sodio (SDS) al 2.5% como estabilizante en una solución acuosa, a pH 5,66. El precursor de las Nps fue un alambre de cobre 99% pureza y 0,91mm de espesor, formando una bobina de 1cm de largo y 0,5 cm de diámetro. La síntesis se dejó por 3h, con agitación a 100mA. En el análisis por espectroscopía de UV-Visible (figura 1) se puede observar un pico alrededor de los 200 nm y otro entre 350 – 400 nm, los cuales corresponden a la absorción de Cu₂O – CuO. Las partículas obtenidas se almacenaron en solución de etanol/agua al 40%. Para la reacción de electrólisis de CO₂ se utilizaron dos tipos de soporte, carbón vítreo y barras de grafito lijado sobre los cuales se depositó una carga de Nps de Cu, la carga de las nanopartículas se realizó colocando tres gotas de una suspensión de Nps Cu sobre la superficie. En la tabla 1 se muestra la carga de nanopartículas para cada electrodo. Las Nps Cu fueron sometidas a varios lavados con acetona para retirar el exceso de SDS, luego fueron depositadas sobre los electrodos de carbono y llevadas a 80°C para lograr su fijación sobre la superficie del soporte y posteriormente se calcinaron a 150°C para activar la superficie de las Nps Cu. La electrólisis de CO₂ se llevó a cabo en 10 ml de una solución de KHCO₃ 0,5 M acidificadas con un tampón de fosfato pH 7,0 saturada con CO₂ durante 30-45 min. En la figura 2 se muestran las micrografías obtenidas antes y después de la electrólisis de CO₂ para los dos tipos de electrodos utilizados: En las figuras (2a), (2b) y (2c) se muestran las Nps de Cu depositadas sobre las barras de grafito lijado (C/Nps Cu) antes y después de la electrólisis, en ellas se puede observar que los agregados de Nps de Cu se reagruparon durante la electrólisis formando algunas estructuras de cara cuadrada, un comportamiento similar fue reportado por Kim D, et. al; 2017 [4]. Para las Nps de Cu depositadas sobre carbón vítreo (CV/Nps Cu) se muestran las imágenes por MEB antes y después de la electrólisis, figuras (2d) y (2e) respectivamente, aquí también se evidencia como se sinterizan las partículas durante la reacción de reducción de CO₂. La carga de Nps sobre los electrodos parece mantenerse estable durante el tiempo de electrólisis, por lo que se ésta se puede realizar durante un tiempo mayor y así determinar el tiempo de vida útil de los electrodos. La reacción de reducción de

CO₂ con Nps Cu estabilizadas con SDS forman como producto mayoritario metanol y el porcentaje de conversión depende de la carga de Nps depositada en los electrodos.

REFERENCIAS

- [1] Jin W. WY,LT,DC,GH. CO₂ chemisorption and dissociation on flat and stepped transition metal surfaces. Applied Surface Science. 2022 junio; 599(22).
- [2] Merino García I. ÁGE,AJ,IA. Electrochemical membrane reactors for the utilisation of carbon dioxide. Chemical Engineering Journal. 2016;(305): p. p. 104-120.
- [3] Wang. J. Analytical Electrochemistry. 2nd ed.: Wiley-VCH.
- [4] Kim D, Kleyd CS, Li Y. Copper nanoparticle ensembles for selective electroreduction of CO₂ to C₂-C₃ products. PNAS. 2017 eptiembre; 114(40): p. 0560-10565.

AGRADECIMIENTOS

Proyecto FONACIT 2023PGP1231 “Reducción electroquímica del CO₂ a alcoholes” y al MINCYT por el apoyo financiero para la realización de esta investigación.

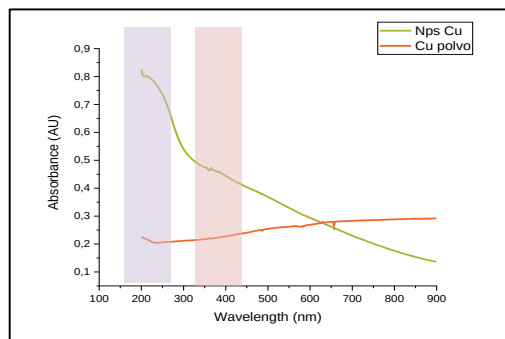


Tabla 1 - Carga de nanopartículas en los electrodos utilizados para la electrólisis del CO₂.

Tipo de electrodo	Masa de Nps Cu (± 1) µg
Barra de grafito lijado	74
Carbon vítreo	700

Figura 1 - Espectro UV-Visible para las Nps de Cu y el polvo de cobre

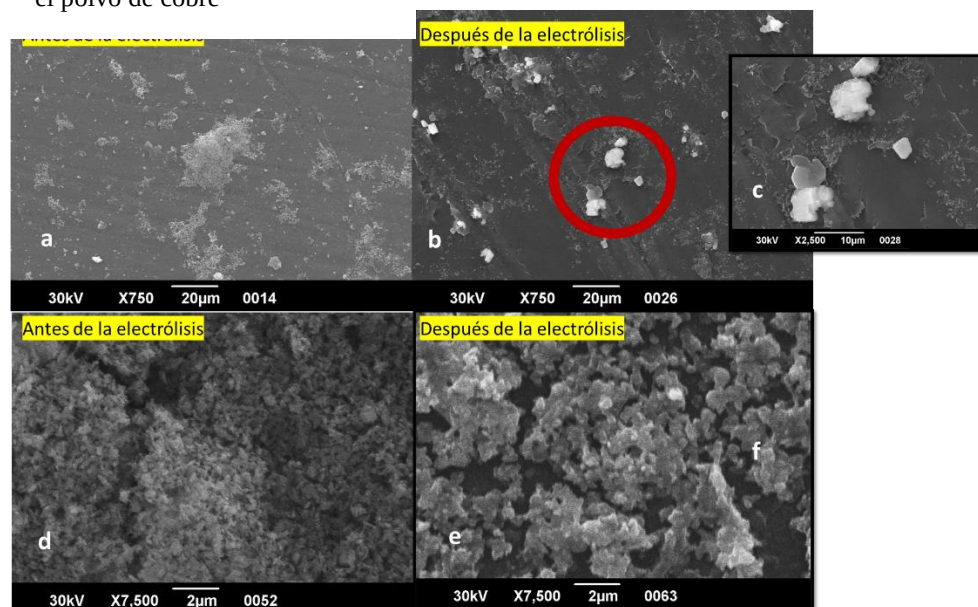


Figura 2- Imágenes de MEB de Nps de Cu (a) y (b) barra de grafito lijado, (c) aumento de la zona resaltada en “b”; (d) y (e) electrodo de carbón vítreo.

CARACTERIZACIÓN DE CIRCONIAS DOBLEMENTE DOPADAS CON TIERRAS RARAS, SISTEMA $\text{Ho}_2\text{O}_3\text{-ScSZ}$.

Josué O. Medina (1), Neil J. Martínez (2)

- (1) Universidad Simón Bolívar (USB), Caracas –Venezuela. / Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Miranda – Venezuela.
(2) Universidad Simón Bolívar (USB), Departamento de Ciencias de los Materiales, Caracas –Venezuela.
Email: josuusb@gmail.com

Las cerámicas mixtas iónicas electrónicas (MIECs) representan una clase de materiales sólidos de considerable interés, que va desde el ámbito investigativo hasta el tecnológico, especialmente en campos como la energía y el monitoreo ambiental[1]. Son sólidos que se caracterizan por tener una alta conductividad iónica-electrónica, lo cual le ha hecho idóneos para dispositivos de alto rendimiento, como las pilas de combustible de óxido sólido (SOFC), membranas permeables al oxígeno y sensores de oxígeno. La presencia de impurezas en los MIECs puede tener un impacto significativo en su estructura y, por ende, en sus propiedades de conductividad. Por lo tanto, es crucial realizar una exhaustiva caracterización física y química para controlar estas variables, asegurando así el óptimo desempeño de los dispositivos en los que son empleados. La circonia dopada con escandio y holmio ($\text{Ho}_2\text{O}_3\text{-ScSZ}$), es un sistema poco estudiado que ilustra la importancia de una exhaustiva caracterización física y química de los sólidos MIECs. La síntesis de dicha circonia se realizó mediante el método sol-gel de Pechini [2], partiendo de una disolución de $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ y $\text{Sc}_2\text{O}_3/\text{Ho}_2\text{O}_3$, ambos con un 99% de pureza, se disolvieron en agua con una relación molar Zr/Sc de 48/14 y un contenido de Ho_2O_3 del 5% molar. Luego, se agregó una solución equimolar de etilenglicol y ácido cítrico, seguida de una agitación a reflujo a una temperatura de 80°C durante 72 horas hasta obtener un gel. Tras la gelificación, los polvos se secaron en un horno a 100°C y un posterior tratamiento de sinterización a 1200 °C durante 72 horas, se obtuvo un polvo blanco y cristalino. La caracterización de dicho óxido de zirconio es esencial, para garantizar la pureza de la muestra, por lo tanto, se realizó una caracterización cristalográfica mediante XRD a temperatura ambiente con un difractómetro Siemens D500 de geometría Bragg-Brentano, utilizando radiación $\text{Cu-K}\alpha 1$ ($\lambda = 154,06$ pm), con un monocromador de Ge (contador de centelleo), con una configuración instrumental de $\theta/2\theta$, a 40 kV y 30 mA. A partir, del PXRD obtenido y haciendo uso del refinamiento estructural de Rietveld con el programa FULLPROF, se empleó un ajuste de modelado de pico (peak-shape) a Pseudo-Voigt debido a su capacidad para distinguir las contribuciones de la muestra y del instrumento [3]. Esta función combina las características de la función de pico Lorentziana y Gaussiana de manera lineal [3], lo que conduce a una mayor precisión en el refinamiento parámetros de la celda unidad. De esta forma, se obtuvo que la muestra consta de una estructura tipo cúbica, perteneciente al grupo espacial F m-3m, haciendo uso del siguiente modelo estructural: Metal (Sc y Ho) en la posición Wyckoff 4(a) (0,0,0) y oxígeno en 4(b)(1/2,1/2,1/2), permitiendo verificar que la celda unidad es tipo cúbica, con una estructura de fluorita. Para la determinación de la composición química de la muestra, se empleó un MEB - JEOL JSM-6390. Los polvos en seco se recubrieron con una capa de Au, 10 min y mediante EDS, se logró obtener que la composición asociada a la muestra es de 31.03% de Zr, 9.63% de Sc, 2.05% de Ho con 57.25% de O.

REFERENCIAS

- [1] Devi, N., Singh, B., & Song, S.-J. (2022). Mixed ionic-electronic conducting (MIEC) oxide ceramics for electrochemical applications. Elsevier EBooks, <https://doi.org/10.1016/b978-0-323-89952-9.00007-5>, pp 201–202.
[2] Huízar-Félix, A. M., Hernández, T., de la Parra, S., Ibarra, J., & Kharisov, B. (2012). Sol-gel based Pechini method synthesis and characterization of $\text{Sm}_{1-x}\text{Ca}_x\text{FeO}_3$ perovskite $0.1 \leq x \leq 0.5$. Powder Technology, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.06.057>, pp 290–293.

[3] Ahmad Para, T. & Kanti Sarkar, S. (2021). Challenges in Rietveld Refinement and Structure Visualization in Ceramics. IntechOpen EBooks. <https://doi.org/10.5772/intechopen.96065>, pp 9-11.

AGRADECIMIENTOS

Un especial agradecimiento por el apoyo brindando al Dr. Miguel Delgado y Profesor Analio Dugarte del departamento de Química de la Universidad de Los Andes (ULA). Y al Lic. Gleen Rodríguez de la sección de Microscopía Electrónica del Laboratorio E de la Universidad Simón Bolívar (USB).

Figura 1. Parámetros de la celda unidad de la muestra de circonia dopada con escandio y holmio, sistema $\text{Ho}_2\text{O}_3\text{-ScSZ}$, y un patrón de difracción PXRD asociado, donde: Y: Intensidad; Yobs: Intensidad observada o experimental; Ycalc: Intensidad calculada; Yobs-Ycalc: Diferencia entre la intensidad experimental y la calculada; y Bragg_position: marcas indican las posiciones de Bragg.

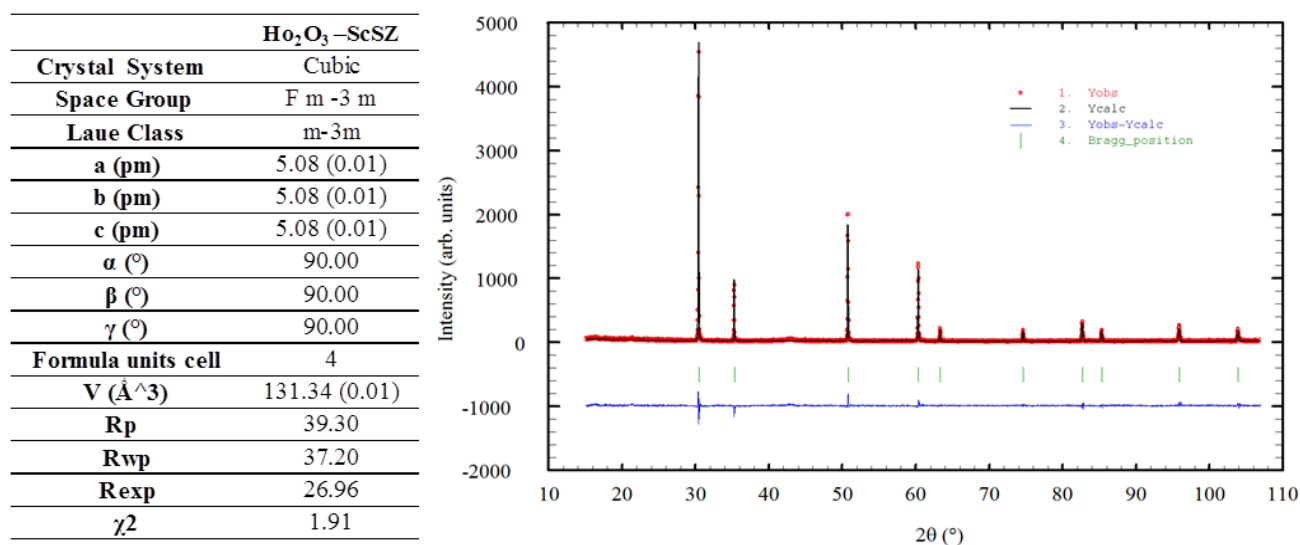
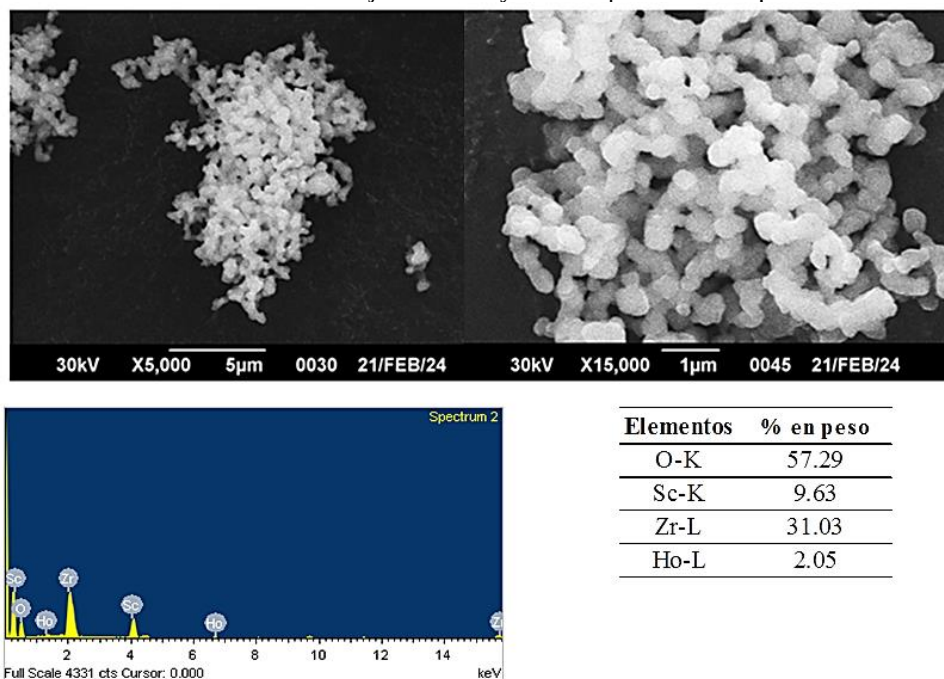


Figura 2. Microestructura y análisis cualitativo con EDS-MEB de la muestra perteneciente al sistema $\text{Ho}_2\text{O}_3\text{-ScSZ}$, con una aceleración de voltaje de 30 kV y con un spot-size de 37μm.



SÍNTESIS VERDE DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA

Maria Pirela(1), Yony Gutiérrez (1), Saúl Flores (2), Milagro Fernández (1), Issarly Rivas (3), Lisbeth Lozada (1), Damarys Soto (1), Edgar Cañizales (1)

(1) Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, IVIC, Caracas, Venezuela. (2) Centro de Ecología, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, IVIC, Caracas, Venezuela. (3) Centro de Física, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, IVIC, Caracas, Venezuela.

Email: mariapirelabracho48@gmail.com

La síntesis verde o biosíntesis de nanopartículas metálicas consiste en utilizar moléculas de fuentes de organismos vivos como bacteria, hongos y plantas que actúen como agentes reductores del átomo metálico y estabilizadores del tamaño y la morfología de las nanopartículas durante la síntesis. El interés de las nanopartículas de plata (NPAg) radica en sus variadas aplicaciones como bactericidas, fungicidas, liberadores de fármacos, antiviral, etc. [1]. Interesados en aplicaciones bactericidas de las NPAg, se sintetizaron en solución (método bottom up, 80 °C) con relación 1:8 utilizando extractos de plantas y Nitrato de Plata (1mM) como precursor de la Ag, con agitación magnética de 300 rpm, tiempo de síntesis de 40 min y se utilizó solución amoniacal al 1.4 M (0.36ml) a los 10 minutos de reacción para acelerar la reacción de reducción de la Ag y controlar [2] el tamaño de las nanopartículas. Las plantas utilizadas son de origen autóctono, como frutos de *café arábica* (cosecha IVIC) y de *juglans venezuelensis* (Cerro Ávila), dado a su alto contenido de antioxidantes determinados por pruebas de polifenoles totales siendo 0,02 (mgácido Gálico/mg extracto) y 0,177 (mgácido Gálico/mg extracto), respectivamente. Para obtener los extractos de los frutos se realizó la maceración a temperatura y presión ambiental con tiempos de 24 h de 100 gr de pulpa en 200 ml de agua destilada, luego centrifugando a 5000 rpm y filtrados, obteniendo un rendimiento de 90 mg/ml y 6,2 mg/ml, respectivamente. El cambio de coloración de las soluciones (incisos Figuras 1(a y b)) y las bandas de Absorción Plasmónica de las NPAg (obtenidos por la técnica de Absorción UV-Vis), indicaron su formación con polidispersidad en tamaños y muestran absorbancia máxima en 414 nm y 416 nm valores característicos para morfología esféricas (Figura 1). La caracterización por MEB-EDX corrobora la presencia de la Ag y la morfología esférica de las NPAg con tamaños que van desde 5 nm - 80 nm, con predominancia en 36 nm para las síntesis con *café arábica* (Figura 2(a-b)) y con tamaños entre 13 nm - 285 nm con mayor población en tamaños de 10 nm para la síntesis con *juglans venezuelensis*, en ambas síntesis se observan aglomeración de las NPAg. El tamaño de partículas obtenidos por la técnica de Dispersión de Luz Dinámica (DLS) para la síntesis con *café arábica* muestra tamaños entre 13 nm – 255 nm y las sintetizadas con *juglans venezuelensis* tamaños desde 8 nm – 80 nm para las medidas a 173°, y no se observa correlación entre la intensidad y la densidad de las medidas de las partículas en suspensión, lo que sugiere inestabilidad de las partículas. En los FT-IR se identifican los grupos funcionales en los extractos y se observa la coordinación del Ag con sus respectivos reductores, como se mencionan en la literatura [3]. La evaluación del potencial efecto antibacteriano de las NPAg se realizó mediante su aplicación en cultivos de las cepas *P. aeruginosa* Roraima LG11(PALG11)[4], obteniendo resultados satisfactorios, presentando mayor potencial inhibitorio las NPAg sintetizadas con *café arábica* y esto pudiera estar asociado a la composición del posible recubrimiento de las NPAg. En Conclusión, los extractos utilizados sintetizan NPAg con morfología mayormente esféricas con polidispersidad en tamaños, siendo estos correlacionados tanto por las técnicas de DLS, MEB y Absorción UV-Vis y además presentan potencial inhibitorio de *P. aeruginosa* Roraima LG11(PALG11), es un aporte novedoso la síntesis de NPAg utilizando los extractos de *juglans venezuelensis* dado que los autores no lo encuentran reportado en la literatura, mientras que las sintetizadas con el *café arábica* corrobora lo presentado en la literatura.

REFERENCIAS

- [1] Vidysagar, et. al. *Mater Adv.* (2023) (4) (1831).
- [2] Luis F. Gorup, et. al. *J. Colloide Interface Sci.* (2011) (360) (365).
- [3] Acharaporn Duangjai, et. al. *Integr Med Res.*(2016) (5) (324).

[4] P. Suárez, et. al. *Letters in Applied Microbiology*.(2020) (70) (372).

AGRADECIMIENTOS

Al Ministerio de Ciencia y Tecnología, MINCYT, por su apoyo en el desarrollo de esta investigación.

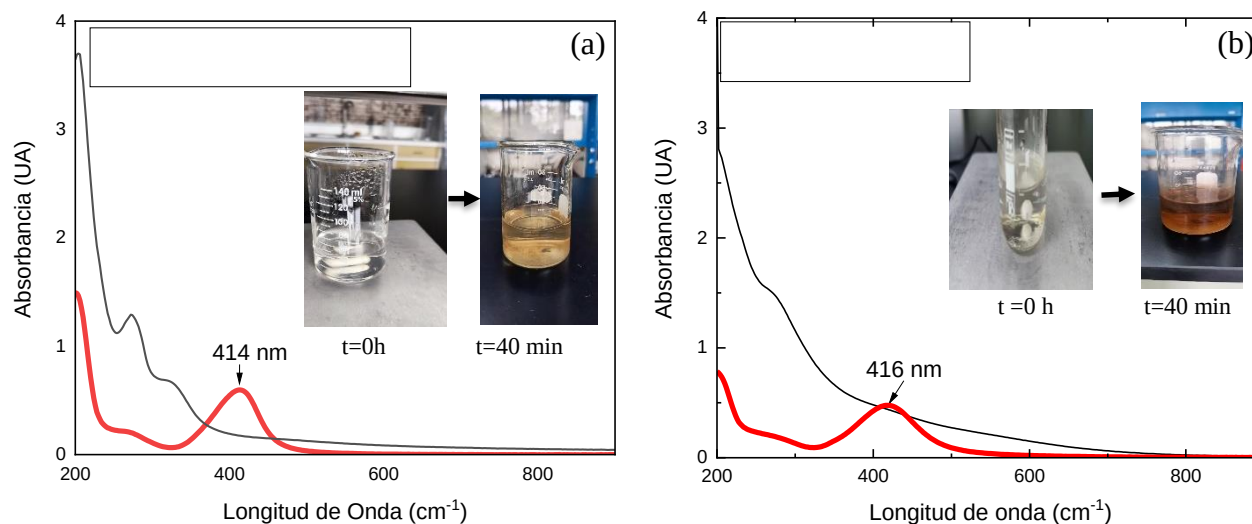


Figura 1.- Absorbancia en función de la longitud de onda para el extracto (negra) y para la síntesis de la nanopartículas con el extracto (roja): (a) Extracto de café macerado 24 h, (b) Extracto de Junglan macerado 24 h. Incisos imagenes de la respectivas síntesis a t=0 h y t=40 min.

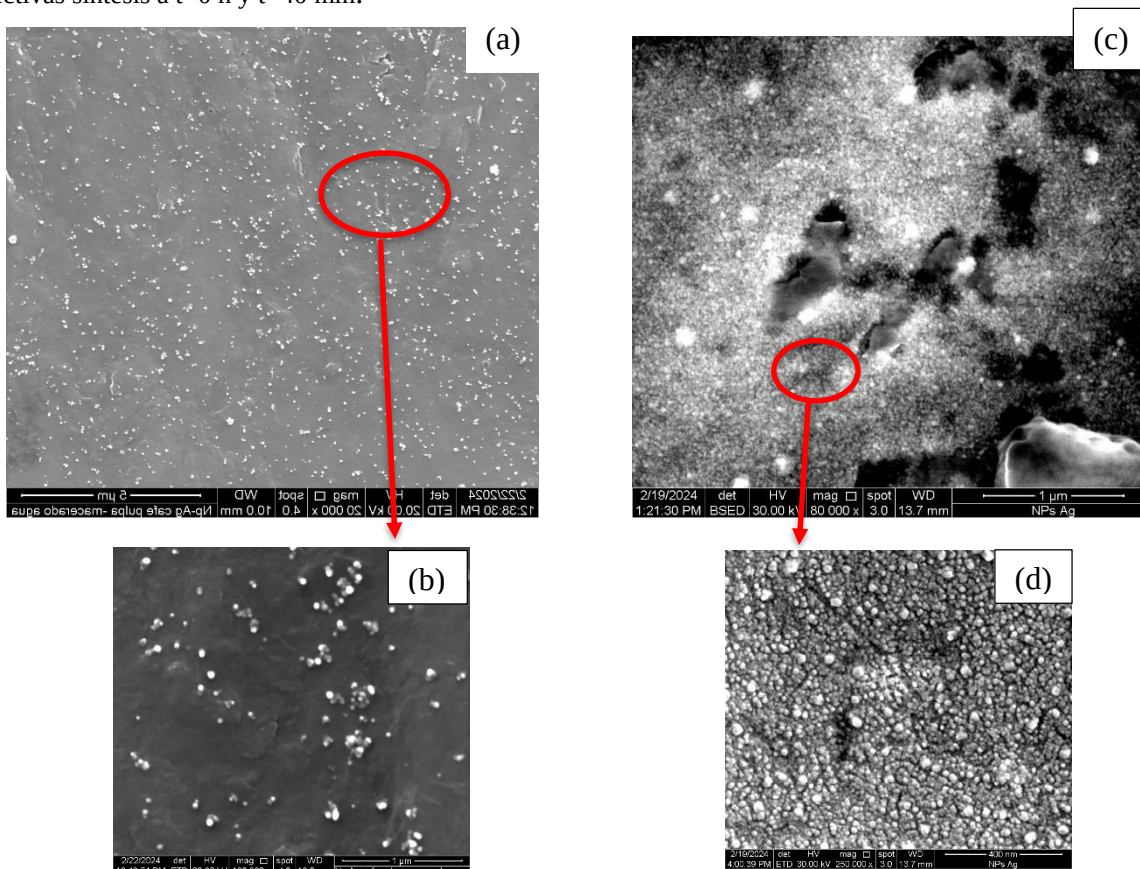


Figura 2.- Imágenes de MEB donde se observa la polidispersidad en tamaños de las NPAg sintetizadas con los extractos: (a-b) Café macerado 24 h, (c-d) Junglan macerado 24 h.

SEM-EDS EN ESTUDIO DE CORROSIÓN DE RECUBRIMIENTO DE DOBLE PROCESO DE Ni-P ELECTROLESS EN ALTAS CONCENTRACIONES DE CLORURO

Joaquín Pérez (1), Luis Goitía (2), Orlando Pérez (3).

(1)(2) Facultad de Ingeniería. Universidad Rafael Urdaneta. Maracaibo. Venezuela.

(3) Centro de Estudios de Corrosión. Facultad de Ingeniería. LUZ. Maracaibo. Venezuela.

E. Mail: orlando1234@gmail.com

Las plantas de Cloro-Soda son muy susceptibles a sufrir numerosos y variados ataques químicos a sus materiales, ya que estos están en presencia de sustancias muy agresivas, entre ellas: cloruros, cáusticos, ácidos, sales, originándose problemas de degradación estructural, sobre todo en las aleaciones metálicas, en especial de aquellas estructuras que manejan las salmueras, con elevadas concentraciones de cloruros, como tanques, tuberías, estructuras de soporte, concreto armado, etc., además de otras partes del proceso, que están en presencia de otros agentes como, cloro, hipocloritos, ácido clorhídrico, entre otros, todo lo cual ha incidido en la disminución de la vida útil de esas instalaciones incentivando investigaciones en los diseños de nuevos materiales, modificaciones en los procesos operacionales y en las estrategias de mantenimiento, para lograr una mayor vida útil de las mismas, por esto continuamente se idean nuevas formas de protección contra la corrosión, siendo una de ellas el uso de recubrimientos de Níquel-Fósforo (Ni-P) Electroless (ENP). En este sentido se evaluó la resistencia a la corrosión de probetas de acero SAE 1010 recubiertas con (ENP) las cuales fueron producidas sin el concurso de la corriente eléctrica. Para tal fin, se elaboró este tipo de recubrimiento metálico autocatalítico, en una planta de producción venezolana, manipulando variables tales como: diferentes tipos de procesos de cubrimiento y espesores, usaron un baño cuyos componentes fundamentales fueron hipofosfito de sodio hidratado ($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) y sulfato de níquel hexahidratado ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) [1], obteniéndose un recubrimiento de níquel metálico con fósforo elemental en diferentes proporciones dependiendo de las concentraciones del baño, de los aditivos añadidos y de la temperatura [2]. Se obtuvo un recubrimiento formado continuamente llamado de Proceso Simple; y otro formado discontinuamente por dos capas, denominado de Doble Proceso. Siendo éste último una innovación del fabricante, del cual no se obtuvo información bibliográfica alguna sobre su desempeño. Para la evaluación de los revestimientos se usó microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopía por dispersión de energía de rayos X (EDS), se efectuaron ensayos de dureza, ensayos electroquímicos de corriente continua, y, determinación de la velocidad de corrosión por pérdida de peso. Las morfologías globulares obtenidas, (Figuras 1 y 2), son similares a las de otros estudios de la literatura, presentando los de Doble Proceso glóbulos más pequeños y más densos que los de Proceso Simple, lo cual podría incidir en una mayor resistencia mecánica a esfuerzos de corte y a la corrosión. En la Figura 3 se observa el ataque corrosivo superficial en probetas expuestas en tanques de salmuera de laboratorio. Los microanálisis efectuados (Figura 4), muestran que los principales componentes de los recubrimientos son de níquel y fósforo en proporciones cercanas al 87 y 13 %, respectivamente, que son concentraciones que muestran muy buena resistencia a la corrosión como indican otros estudios [2] también. Por otra parte, en este trabajo sólo se presentan resultados relevantes de algunos ensayos realizados aplicando microscopía óptica, SEM-EDS y determinando las velocidades de corrosión, estas últimas, como criterios fundamentales de comparación entre ambos procesos, simple y doble. Las probetas elaboradas se expusieron en dos ambientes, uno natural de alta salinidad atmosférica, clasificado como P2 y S3 (ISO 9223) [3] en cuanto a SO_2 y Cl^- , respectivamente; y otro de laboratorio, sumergiendo las probetas en NaCl saturado, tratando de simular el ambiente del área de estudio de una planta industrial de cloro soda con la problemática planteada, durante cuatro meses de exposición. El mejor desempeño de los revestimientos evaluados de ENP en los medios de estudios, fueron los de Doble Proceso con espesores iguales y mayores de $80 \mu\text{m}$ (Figura 5), y el comportamiento más deficiente, aunque aceptable para el tiempo de exposición, lo presentaron los recubrimientos de Proceso Simple.

REFERENCIAS

[1] Frederick Lowenheim. ELECTROPLATING. Mc Graw Hill. 1978.

[2] ASM Handbook. Surface Engineering. Vol 5. 1994.

[3] ISO 9223:2012. Corrosion of metals and alloys. Corrosivity of atmospheres classification, determination and estimation.

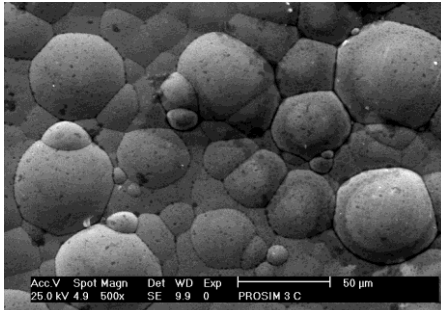


Figura 1. Superficie de probeta de Proceso Simple.

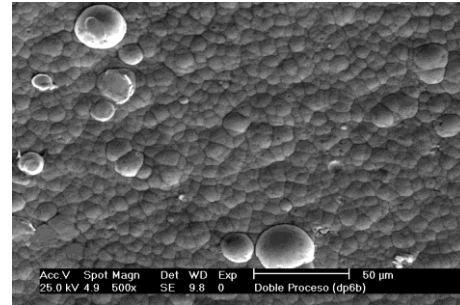


Figura 2. Superficie de probeta de Doble Proceso.

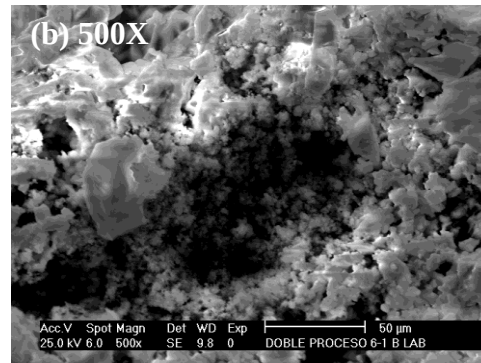
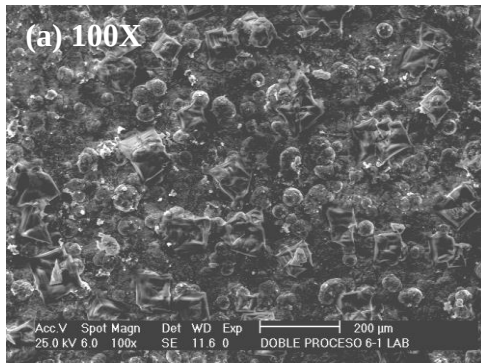


Figura 3. Doble Proceso. Expuestas en NaCl saturado. Cuatro (4) meses (a) 100X. (b) 500X.

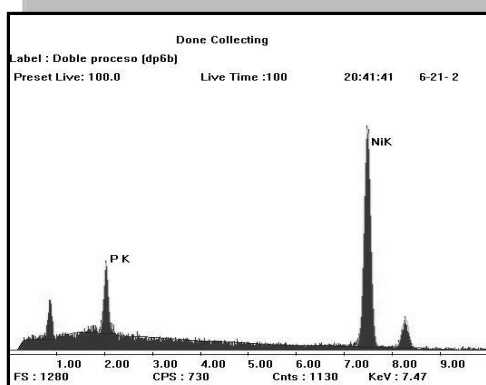


Figura 4. Espectro de Recubrimiento de probeta de Doble Proceso.

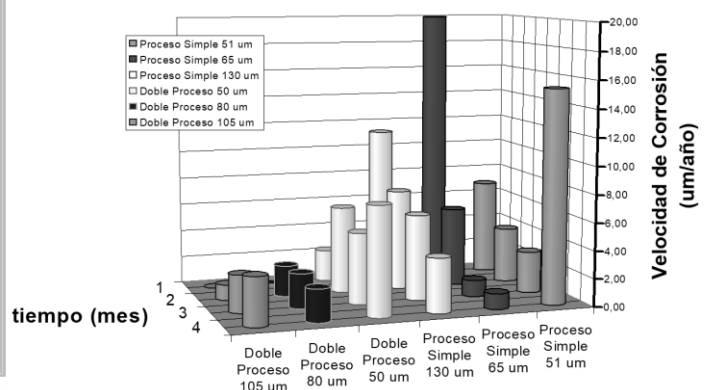


Figura 5. Velocidades de Corrosión por pérdida de peso de las probetas sumergidas en el tanque del Laboratorio.

COMPARACIÓN MORFOLÓGICA DE PELÍCULAS BASADAS EN POLISACÁRIDOS Y PELÍCULAS DE TEREFTALATO DE POLIETILENO CON POTENCIALES USOS EN LA INDUSTRIA BIOMÉDICA

Sofía Salazar Bigott (1) José Daniel Tovar (1) María Rodríguez (1) Felipe Spena (1)
Caribay Urbina de Navarro (2)

(1)Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Laboratorio de Productos Naturales, Caracas Venezuela.
(2) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Centro de Microscopía Electrónica “Mitsuo Ogura”.
sofiabigott@gmail.com

El interés por el diseño de nuevos materiales a partir de polisacáridos se ha incrementado en los últimos años, dándole a estos potenciales usos en industrias tan disímiles como la industria petrolera y la biomédica. En esta última, el auge de estos materiales responde a argumentos de precio, facilidad de obtención y compatibilidad con los sistemas vivos [1]. Los polisacáridos no son los únicos materiales que cumplen con estas características, por ejemplo, el PET (tereftalato de polietileno) es un polímero ampliamente usado en la industria biomédica: como medio cobertor, suturas, catéteres, incluso en ingeniería de tejidos. Sin embargo, este material encuentra detractores debido a su nula biodegradabilidad y la contaminación por microplásticos. Es por ello que, en este trabajo, se propone el diseño de películas que puedan usarse como medios cobertores y en ingeniería de tejidos utilizando matrices de polisacáridos estructurales y que, a su vez, le otorguen a las películas actividades antimicrobianas y cicatrizantes [3]; y alcohol polivinílico, para compararlas con la superficie de una película comercial de PET. Para ello se prepararon 4 formulaciones: almidón-PEC-PVA₅₂₃ 1:0,005:0,005:1; almidón-PEC-PVA₂₀₅ 1:0,005:0,005:1; PEC-PVA₅₂₃ 1:1; PEC-PVA₂₀₅ 1:1. Estas formulaciones fueron evaluadas por microscopía electrónica de barrido, lo que permitió comparar con una película comercial de PET, utilizada en ensayos de proliferación celular, con el objetivo de evaluar similitudes y diferencias que pudieran proyectar las películas de polisacáridos como materiales para esta aplicación. Se encontró que las películas PEC-PVA (Fig 1, 2) son homogéneas y lisas, similares a las zonas no perforadas de la película PET (Fig 3). Por otra parte, las películas almidón-PEC-PVA₂₀₅ (Fig 4) son, de igual manera homogéneas, sin estructuras facetadas ni aglomerados, pero en su superficie se observan estructuras tipo esferas, que pudieran atribuirse a la acumulación de aire en la matriz. Finalmente, cuando se observan las películas almidón-PEC-PVA₅₂₃ (Fig5) se notan aglomerados y poca homogeneidad en la superficie estudiada. Gracias a esto, las películas PEC-PVA y las películas almidón-PEC-PVA₂₀₅ se conciben como estructuralmente prometedoras para aplicaciones biomédicas.

REFERENCIAS

- [1] Mohammed, A. et al. *J Polym Environ.* (2021) 29(8) (2359).
- [2] Pereira, B. et al. *J. Injury.* (2023) (54) (1071).
- [3] Prasathkumar, P. et al. *Int. J Biomac.* (2021) (186) (656).

AGRADECIMIENTOS

Ministerio del Poder Popular para la Ciencia y Tecnología

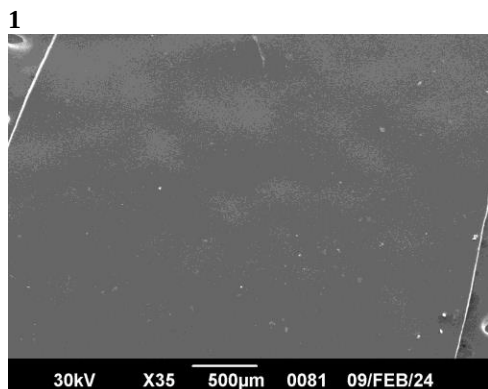


Fig. 1- Película de PEC-PVA

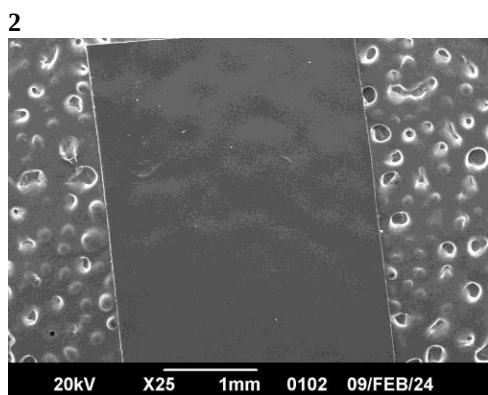


Fig. 2- Película de PEC-PVA

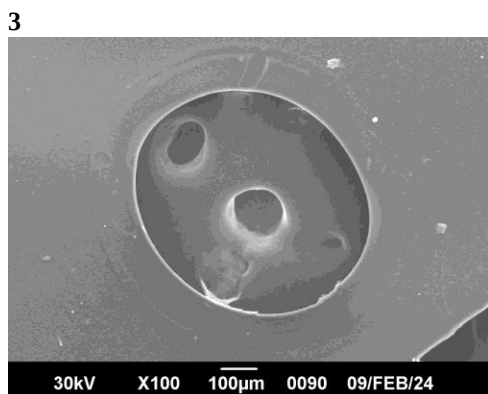


Fig. 3- Película de PET

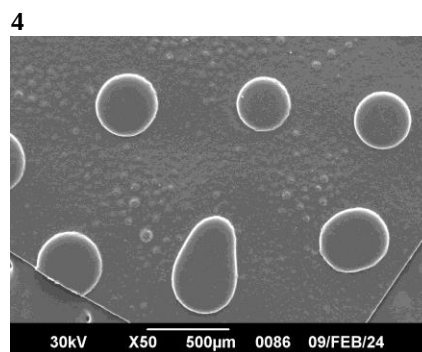


Fig. 4- Película de almidón-PEC-PVA₂₀₅

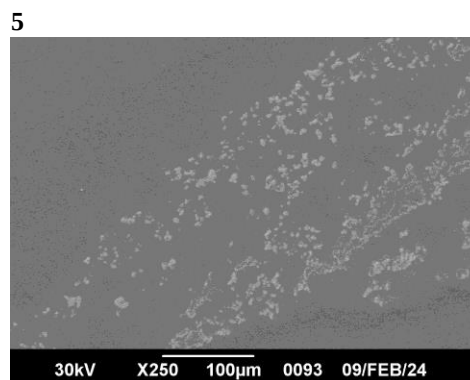


Fig. 5- Película de almidón-PEC-PVA₅₂₃