



Universidad Nacional Mayor de San Marcos

Universidad del Perú. Decana de América

Facultad de Ciencias Físicas

Unidad de Posgrado

**Preparación y caracterización de micro esferas huecas
de hematita por el método sol gel**

TESIS

Para optar el Grado Académico de Magíster en Física con
mención en Física del Estado Sólido

AUTOR

Silvia Marisel ESPINOZA SUÁREZ

ASESOR

Ángel BUSTAMANTE DOMÍNGUEZ

Lima, Perú

2017

RESUMEN

Este trabajo reporta **la formación de microesferas huecas de α -Fe₂O₃ (hematita)**, mediante el método de burbujeo. Técnica que es sencilla, porque no demanda plantillas, surfactantes, condiciones especiales de presión o pasos complejos.

Para concretar ese propósito, lo primero que realizamos fue comprobar la generación de esferas huecas cristalizadas de hematita hueca, para ello, se reaccionaron nitrato férrico nanohidratado y ácido cítrico en agua con el método sol-gel. Luego, esta mezcla se sometió a un horno tubular en atmósfera de aire a temperaturas entre 180 y 600°C. Se reporta burbujeo entre 550 y 600° C -después de producida la condensación.

La morfología y evolución de cristal, fue sometida a estudio mediante difracción de rayos-X, microscopio electrónico de barrido, espectroscopía Mössbauer, termogravimetría y dispersión a pequeño ángulo (SAXS).

La muestra consistió en una mixtura de magnetita, maghemita y hematita. Se calentó entre 250-400°C. En ella observamos que la fase cristalizada de hematita se formó adoptando la forma de microesferas huecas; las mismas que se obtuvieron, luego de su cocimiento entre 500 y 600°C.

De ese modo, se demostró que la cristalización y la medida de las esferas de hematita se incrementan con la temperatura. Las medidas magnéticas registradas, sugieren claramente la transición de Morin en las esferas huecas. Además, se presenta un modelo para la formación de las microesferas huecas de hematita sin plantillas duras.

Palabras claves: Microesferas huecas, hematita, cristalización, oxidación, óxido de hierro, transición de Morín.

ABSTRACT

This work reports the formation of hollow microspheres of α -Fe₂O₃ (hematite) using the boiling bubbles method. This technique is simple because it does not require templates, surfactants, special conditions of pressure or complex steps.

To accomplish this purpose, the first thing we did was to verify the generation of the crystals of the hollow hematite. For this, ferric nitrate nanohydrate and citric acid were reacted in water with the sol-gel method. This mixture was then subjected to a tubular oven under an air atmosphere at temperatures between 180 and 600 °C. Bubbling is observed between 550 and 600 °C and after the occurrence of condensation.

The crystal morphology and evolution was studied by X-ray diffraction, scanning electron microscopy, Mössbauer spectroscopy, thermogravimetry and small-angle scattering (SAXS).

The sample consisted of a mixture of magnetite, maghemite and hematite. It was heated at temperatures between 250-400 °C. We observed that the crystallized phase of hematite was formed taking the form of hollow microspheres. The same hollow spheres were obtained after their baking between 500 and 600°C.

In this way, it was shown that the crystallization and measurement of the hematite spheres increases with temperature. The recorded magnetic measurements, clearly suggest the Morin transition in the hollow spheres. In addition, we present a model for the formation of the hollow microspheres of hematite without hard templates.

Key words: Hollow microspheres, hematite, crystallization, oxidation, iron oxide, Morin transition.