 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 27

**SÍNTESIS DE ALÚMINA DOPADA CON CERIO-LITIO MEDIANTE EL MÉTODO
SOL-GEL PARA POTENCIALES APLICACIONES COMO MATERIAL
DOSIMÉTRICO**

Crhistie Guiot Morales


Carolina Reina Pineda

Ingeniería Biomédica

Andrés Felipe Vargas Ramírez

INSTITUTO TECNOLÓGICO METROPOLITANO


06 de Octubre de 2016

	<p style="text-align: center;">INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO</p>	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

RESUMEN

Se sintetizaron hidróxidos de aluminio dopados con litio y cerio a partir de cloruro de aluminio, agua, hidróxido de amonio, nitrato de cerio y carbonato de litio, obteniendo un gel de hidróxido de aluminio. La reacción se realizó a temperatura ambiente. Los geles fueron transformados a alúmina mediante un tratamiento térmico en una mufla a 1200°C. Con la ayuda de los métodos de caracterización, se encontró en espectroscopia infrarroja (FTIR) que los hidróxidos de aluminio son tipo bohemita y se confirmó la incorporación de litio y cerio, en microscopia electrónica de barrido (SEM) se observó que las muestras son de tamaño micrométrico y que su tamaño y morfología se ven afectadas por la concentración de los dopantes. En el análisis termogravimétrico (TGA) se pudo observar que las pérdidas de peso son similares para las muestras dopadas y sin dopar. En difracción de rayos X (DRX) se obtuvo como fase principal $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ y se corroboró la presencia de fases de litio y cerio en la alúmina. Se recomienda para un trabajo futuro realizar pruebas de dosimetría para los materiales obtenidos en esta investigación.


Palabras clave: Síntesis sol-gel, dosimetría, alúmina, cerio, litio

 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

AGRADECIMIENTOS

Al terminar esta etapa de nuestras vidas y con la mayor gratitud por los esfuerzos realizados para la culminación de nuestra carrera profesional, queremos expresar un gran agradecimiento a quienes con su ayuda, apoyo, energía y comprensión nos alentaron a lograr esta realidad.

Este agradecimiento va para nuestras familias que siempre nos han apoyado y a nuestro profesor, que sin su ayuda no estaríamos donde estamos ahora.

 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

ACRÓNIMOS

<i>Al(OH)₃</i>	Hidróxido de Aluminio
<i>AlCl₃</i>	Cloruro de Aluminio
<i>Al₂O₃</i>	Alúmina
<i>Ce</i>	Cerio
<i>DRX</i>	Difracción de Rayos X
<i>FTIR</i>	Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier
<i>H₂O</i>	Agua
<i>HCl</i>	Ácido Clorhídrico
<i>HCOOH</i>	Ácido fórmico
<i>Li</i>	Litio
<i>mSv</i>	mili-Sievert
<i>NH₃</i>	Hidróxido de Amonio
<i>OSL</i>	Luminiscencia Ópticamente Estimulada
<i>rpm</i>	revoluciones por minuto
<i>SEM</i>	Microscopia Electrónica de Barrido
<i>TGA</i>	Análisis Termogravimétrico
<i>TL</i>	Termoluminiscencia
<i>TLD</i>	Dosímetro de termoluminiscencia




	<p style="text-align: center;">INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO</p>	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

TABLA DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN.....	9
Justificación	11
Objetivos.....	13
General	13
Específicos	13
2. MARCO TEÓRICO.....	14
Antecedentes	14
Radiaciones Ionizantes	15
Clasificación de las Radiaciones Ionizantes.....	16
Usos de las Radiaciones Ionizantes	17
Definición de dosis	17
Efectos de las Radiaciones Ionizantes	19
Dosimetría	20
Clasificación de la Dosimetría.....	20
Tipos de Dosímetros.....	20
Alúmina.....	21
Alúmina Alfa (α).....	21
Métodos de Síntesis de Cerámicos	22

 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Método Cerámico.....	22
Síntesis Flux	23
Química Suave (“chimiedouce”).....	24
Síntesis Hidrotermal	25
Método Coloidal	26
Método Sol-Gel.....	26
Métodos de Caracterización	28
Microscopia electrónica de barrido (SEM).....	28
Difracción de rayos X.....	28
Espectroscopia FTIR.....	30
3. METODOLOGÍA	32
Método Sol-Gel para la síntesis de alúmina.....	32
Síntesis sol-gel de alúmina dopada con Cerio y Litio	33
Calcinación de los cerámicos.....	33
Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....	33
Difracción de rayos X.....	34
Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).....	34
Análisis termogravimétrico (TGA)	34
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	35
Método Sol-Gel para la síntesis de alúmina.....	35

 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....	41
Difracción de rayos X.....	48
Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).....	50
Análisis Termogravimétrico (TGA).....	57
5. CONCLUSIONES, RECOMENDACIONES Y TRABAJO FUTURO	59
REFERENCIAS	61
APÉNDICE.....	¡Error! Marcador no definido.

TABLA DE FIGURAS

Figura 1. Tipos de radiación ionizante.....	16
Figura 2. Espectro de Rayos X. Muestra las fases minerales.	29
Figura 3. Espectro de Acetona.....	30
Figura 4. Síntesis.....	32
Figura 5. Descomposición Térmica.....	33
Figura 6. Imagen de microscopía de electrones de Al(OH) ₃ modificada con Ce.....	41
Figura 7. Imagen de microscopía de electrones de Al(OH) ₃ modificada con Li.	43
Figura 8. Imagen SEM de Al(OH) ₃ antes y después de la calcinación	44
Figura 9. Imagen de microscopía de electrones de Al ₂ O ₃ modificada con Ce.	45
Figura 10. Imagen de microscopía de electrones de Al ₂ O ₃ modificada con Li.....	47
Figura 11. DRX Al ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ :Ce 2%, Al ₂ O ₃ :Li 2%	49
Figura 12. Espectro FTIR bohemia de este trabajo (izquierda) y literatura (derecha)	50
Figura 13. Espectro FTIR de Al(OH) ₃ de este trabajo en modo transmitancia	51
Figura 14. Espectro FTIR (a) Al(OH) ₃ :Ce 0.5%; (b) Al(OH) ₃ :Ce 1%; (c) Al(OH) ₃ :Ce 2%	52



	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Figura 15. Espectro FTIR Al(OH) ₃ :Ce	52
Figura 16. Espectro FTIR (a) Al(OH) ₃ :Li 0.5%; (b) Al(OH) ₃ :Li 1%; (c) Al(OH) ₃ :Li 2%.....	53
Figura 17. Espectro FTIR Al(OH) ₃ :Li	53
Figura 18. Espectro FTIR Al ₂ O ₃	54
Figura 19. Espectro FTIR (a) Al ₂ O ₃ :Ce 0.5%; (b) Al ₂ O ₃ :Ce 1%; (c) Al ₂ O ₃ :Ce 2%.....	55
Figura 20. Espectro FTIR Al ₂ O ₃ :Ce	55
Figura 21. Espectro FTIR (a) Al ₂ O ₃ :Li 0.5%; (b) Al ₂ O ₃ :Li 1%; (c) Al ₂ O ₃ :Li 2%	56
Figura 22. Espectro FTIR Al ₂ O ₃ :Li	56
Figura 23. Termogramas TGA de Al(OH) ₃ y Al(OH) ₃ dopada	57

LISTA DE TABLAS

Tabla1. Dosis típicas de exposición.	18
Tabla 2. Porcentaje de Dopantes	33
Tabla 3. Pesos mezclas Procedimiento 1.....	35
Tabla 4. Síntesis Procedimiento 3	36
Tabla 5. Síntesis Procedimiento 4 – Prueba 1	37
Tabla 6. Síntesis Procedimiento 4 – Prueba 2	38
Tabla 7. Síntesis Procedimiento 5	38
Tabla 8. Síntesis Procedimiento 6	39
Tabla 9. Síntesis Al(OH) ₃ , Al(OH) ₃ :Ce y Al(OH) ₃ :Li	40


	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

1. INTRODUCCIÓN

El hombre desde sus inicios ha estado expuesto a diferentes fuentes naturales de radiaciones; y en las últimas décadas a diferentes fuentes artificiales de radiaciones ionizantes. Las radiaciones ionizantes son un tipo de energía liberada por los átomos en forma de ondas electromagnéticas. Estas radiaciones las podemos encontrar en los rayos cósmicos, materiales radiactivos que se encuentran en la corteza terrestre de forma natural, en el agua, el suelo, la vegetación, alimentos, hasta en nuestro propio organismo (potasio 40 (40K), carbono 14 (14C); y de forma artificial como rayos X, centrales nucleares y algunos dispositivos médicos entre otros (Cambridge University Press, 2013).

El Comité Científico de las Naciones Unidas para el Estudio de los Efectos de las Radiaciones Atómicas (UNSCEAR) estima regularmente las dosis debidas a las fuentes naturales, las cuales arrojan un valor mundial medio de 2,4 mSv/año para un habitante adulto (Cambridge University Press, 2013). Por otra parte las fuentes artificiales como la exposición a los rayos X con fines diagnósticos, médicos, industria, investigación, producción de energía eléctrica, ensayos nucleares realizados en la atmósfera y todos los materiales residuales que estas actividades conforman, provocan un aumento en la dosis a la que está sometida la población, teniendo un valor medio de la dosis efectiva anual de la población de 0,4 mSv, en donde la mayor proporción la representa la utilización de rayos X con fines de diagnóstico médico.

Las exposiciones a las radiaciones ionizantes pueden tener consecuencias nocivas y biológicas sobre los seres vivos, los cuales se han ido conociendo y, a su vez, estudiando


	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

para determinar la gravedad de dichas exposiciones. Algunas de estas consecuencias son: caída de cabello, piel roja, ulceraciones, cáncer de piel, deformaciones genéticas o la muerte.

Todas las radiaciones ionizantes (rayos X, gamma, emisiones beta, alfa, neutrones, electrones y protones de alta velocidad u otras partículas atómicas) deben ser controladas para que se logre un límite de exposición que no afecten la salud, funciones biológicas, ni la eficiencia de los trabajadores (profesionales expuestos y no expuestos profesionalmente), ni de la población en general (Prado, Hospitalario, & Navarra, n.d.).

Para el control de la exposición a las radiaciones ionizantes, existe la dosimetría que es la rama de la ciencia que se ocupa de la medida de la dosis absorbida por un material o tejido como consecuencia de su exposición a las radiaciones ionizantes presentes en un campo de radiación. En la actualidad existen varios elementos para la medición de la radiación, tales como LiF:Mg, Ti (TLD-100), LiF:Mg, Cu, P (TLD-700H), Li₂B₄O₇:Cu, CaSO₄:Tm (TLD-900), CaF₂:Tm (TLD-200) y Al₂O₃:C (TLD-500), los cuales son materiales que exhiben el fenómeno de luminiscencia (fósforos) y son altamente sensibles a las radiaciones ionizantes. Igualmente, se han realizado estudios con Al₂O₃:Cr y Al₂O₃:C por su sensibilidad ante las radiaciones. (CSN, 2009) (Rivera, 2011) (Saharin, Wagiran, & Tamuri, 2014).

Así mismo, la síntesis de alúmina dopada con otros elementos, en este caso cerio y litio, pueden presentar características adecuadas para su uso en el campo de la dosimetría, como ha sido mostrado por otros autores, donde vidrios cerámicos Li₂O-Al₂O₃-SiO₂-CeO₂ poseen características de termoluminiscencia que los hacen viables como materiales para desarrollar dosímetros (Gutierrez, Osorio, Paucar, Cogollo, & Hadad, 2009).

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Justificación


La bioingeniería en los últimos años se ha dedicado fundamentalmente al diseño y construcción de productos sanitarios y tecnologías sanitarias tales como equipos médicos, prótesis, dispositivos médicos, dispositivos de diagnóstico y de terapia. Sin embargo, en la actualidad ha incrementado el interés por el desarrollo de materiales para aplicaciones biomédicas y proporcionar alternativas que puedan ayudar a reducir las consecuencias generadas por tratamientos, reconstrucciones, cirugías, metodologías de diagnóstico, entre otros.

Los biomateriales, según la Sociedad Europea de Biomateriales, se pueden definir como “materiales utilizados para evaluar, curar, corregir o reemplazar cualquier tejido, órgano o función del cuerpo humano” (Calafat, 2000).

Adicionalmente, presentan ventajas en su capacidad para ser preparados con amplias respuestas bioquímicas; es decir, pueden realizar reacciones rápidas con los fluidos del cuerpo y ser casi insolubles o presentar fenómenos de reactividad superficial controlada (Capel, 1987).


Por ende, la investigación, síntesis, formación y creación de nuevos materiales es muy importante para la innovación en diferentes campos de la ingeniería biomédica, para poder dar a conocer nuevas aplicaciones, como es el caso particular de la rama de la dosimetría.

El desarrollo de nuevos biomateriales va en aumento, al igual que su demanda, uno de los más llamativos son los biocerámicos, en especial la alúmina, esta última posee una alta

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

sensibilidad en termoluminiscencia (TL), lo cual le permite medir con un bajo límite de detección radiaciones ionizantes, por lo tanto, es un excelente candidato para aplicaciones en dosimetría. (Osorio, Salcedo, & Cogollo, 2012). Asimismo, otros autores como (Salah, Khan, & Habib, 2011) sintetizó $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}$ obteniendo como resultado un posible uso como dosímetro TL para un largo intervalo de exposiciones de rayos gamma, particularmente para irradiaciones de alimentos y semillas; y (Matsushima, Veneziani, Sakuraba, Cruz, & Campos, 2015), comparó el uso del $\text{LiF}:\text{Mg,Ti}$ y $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ como dosímetros obteniendo como resultado que el $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ es más sensible a la luz; (Hong, Kim, Park, & Lee, 2011) ha investigado la eficiencia de detección de neutrones de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ revestido con Li, teniendo como resultado que la intensidad de OSL aumenta a medida el grosor de Li aumenta. (Yanagida, Fujimoto, Watanabe, & Fukuda, 2014) utilizó cristales de $\text{LiCaAlF}_6:\text{Ce}$ para investigar sus propiedades ópticas y dosimétricas dando como resultado una sensibilidad similar a la de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$.

Hoy en día todas las personas están expuestas a radiaciones ionizantes, ya sea por medios naturales o artificiales y en diferentes medidas o dosis, los cuales generan unos efectos adversos a la salud de quien los recibe. Estos efectos se generan muchas veces con fines clínicos, es decir, para combatir alguna enfermedad por medio de la radiación, sin embargo, siempre se debe controlar la exposición a éste, ya que en dosis altas o descontroladas pueden generar efectos secundarios que afecten la salud de la persona expuesta. Para el control de dichas radiaciones se utiliza la dosimetría, la cual ayuda a calcular las dosis de radiación recibida por la persona y así tener un manejo controlado de la exposición a estos rayos ionizantes.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

De acuerdo a lo anterior, con la presente investigación se pretende encontrar una nueva alternativa para el campo de la dosimetría, sintetizando la alúmina dopada cerio y litio por medio de rutas químicas y su potencial aplicación como material dosimétrico.

Objetivos

General

Realizar síntesis de alúmina dopada con cerio y litio por el proceso sol-gel y su caracterización para potenciales aplicaciones como material dosimétrico.


Específicos

Estudiar los efectos de los parámetros de síntesis en la preparación de Alúmina no dopada y dopada con Cerio y Litio por medio del método sol-gel.

Caracterizar las muestras sintetizadas de alúmina empleando microscopia electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos X, espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y análisis termogravimétrico (TGA).

Caracterizar las muestras sintetizadas de alúmina dopada con Cerio y Litio empleando microscopia electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos X, espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y análisis termogravimétrico (TGA).

Comparar las síntesis realizadas de Alúmina dopada con Cerio y Litio empleando diferentes técnicas de caracterización.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

2. MARCO TEÓRICO

Antecedentes

En los últimos años varios autores han desarrollado investigaciones con el Óxido de Aluminio (Alúmina) por el proceso de síntesis sol-gel obteniendo resultados satisfactorios para el área de dosimetría.


(Ghosh & Pramanik, 2001), modificaron el método Sol-Gel utilizando formiatos de metal en lugar de alcóxidos metálicos, y agua como medio de reacción en lugar de alcohol para la preparación de polvos cerámicos.

(Carballo & Galindo, 2001), estudiaron el proceso de Sol-Gel para la obtención de alúmina con el fin de realizar ensayos y exploración experimental de dicha técnica.

(Bloom et al., 2003), caracterizaron monocristales de Al_2O_3 para su uso en dosimetría, indicando que es un potencial material para dicha aplicación.

(Rocha, Oliveira, & Caldas, 2003), investigaron las propiedades de pellets de Al_2O_3 con el fin de utilizarlos en forma de dosímetros. Como resultado obtuvieron que dichos pellets son útiles para dosimetría terapéutica.

(Salah et al., 2011), sintetizaron nanopartículas de $Al_2O_3:Cr$ como material sensible a radiaciones, dando como resultado su uso en dosimetría.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

(Santiago, de Barros, Khoury, Molina, & Elihimas, 2012), en un estudio evaluaron muestras de $Al_2O_3:C$ para determinar la factibilidad de utilizar estos compuestos para la dosimetría.

(Osorio et al., 2012), en un estudio describieron las características termoluminiscentes (TL) de las pastillas sinterizadas de Al_2O_3 para su uso como dosímetro; concluyendo, que las pastillas sinterizadas pueden ser usadas como dosímetros en rango de dosis terapéuticas.


(Villegas, Taylor, & Arango, 2015), realizaron un estudio sobre la caracterización de alúmina utilizando el método de Sol-Gel para la reconstrucción de tejido óseo, constituyendo el inicio de nuevas investigaciones para la caracterización como biomaterial.

(Perera, Castruita de León, & Saucedo, 2015), investigaron la obtención de alúmina-alfa grado cerámico, empleando el método Sol-Gel, a partir de tres sales de aluminio distintas. Se obtuvo xerogeles del hidróxido de aluminio (pseudo-bohemita). Los polvos obtenidos mostraron una alta cristalinidad de la fase alfa final.

Radiaciones Ionizantes

(Mercado, 2007)

La radiación es una manifestación de energía en movimiento. Cuando interacciona con los átomos de un medio, provoca primero la excitación de sus electrones. Si, la excitación es muy intensa, puede ocurrir la expulsión de electrones dejando vacancias en el átomo. A este proceso se le conoce como ionización, y a la radiación que lo provoca, radiación ionizante.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Clasificación de las Radiaciones Ionizantes

(Cherry, Upton, Lodde, & Porter, 2010)

Radiación alfa (α): conjunto de dos protones y dos neutrones estrechamente unidos. Estas partículas tienen capacidad limitada de penetración en la materia, pero tienen mucha intensidad energética.

Radiación beta (β): Es un electrón procedente de la transformación en el núcleo de un neutrón en un protón o viceversa. Son partículas más penetrantes, pero menos intensas.

Radiación gamma (γ): son fotones usualmente de muy alta energía, emitidos por núcleos inestables u otros procesos.

Radiación neutrónica: emisión de neutrones en procesos nucleares, es muy penetrante por no tener carga eléctrica.

Rayos X: son fotones de alta energía que se producen cuando los electrones atómicos cambian de órbita o cuando inciden electrones sobre un material y son frenados. (Figura 1) (Díaz, 2012)

Cada tipo de radiación ionizante se caracteriza por su capacidad de penetración en los materiales y es la que determina el riesgo que implica su uso y sus potenciales aplicaciones.

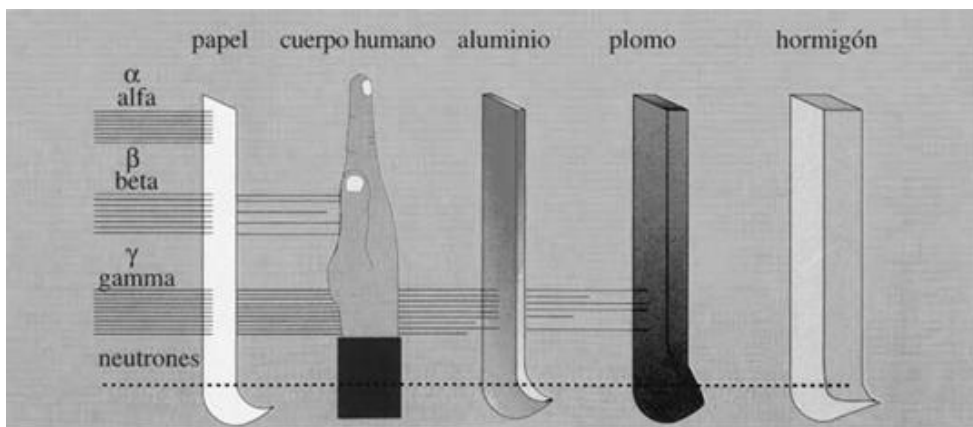



Figura 1. Tipos de radiación ionizante.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Usos de las Radiaciones Ionizantes

Existen diferentes usos en la actualidad; como por ejemplo diagnóstico, medicina, industria, investigación, producción de energía eléctrica, ensayos nucleares y materiales residuales que conforman estas actividades.

El uso de este tipo de radiaciones en la medicina tiene aplicaciones muy amplias que van desde el diagnóstico por imágenes hasta el tratamiento de patologías oncológicas. En cualquiera de estas aplicaciones se genera un riesgo de exposición, lo cual debe ser controlado para no superar las dosis de radiación y evitar efectos agudos en la población expuesta.

Definición de dosis

(Gallego-Díaz, 2010)

Para no exceder los límites de exposición a las radiaciones se utiliza la dosimetría, que nos ayuda a cuantificar la cantidad o dosis recibida en el órgano(s) afectado(s) y se definen así:

Dosis absorbida (D): cantidad de energía que deposita la radiación por cantidad de masa radiada. Se mide en Gray (Gy).

Dosis equivalente (H): considera el tipo de radiación y su potencial daño biológico en cada órgano o tejido, por lo que constituye un mejor índice de la toxicidad de las radiaciones. Se mide en Sievert (Sv).

Dosis efectiva (E): es la suma ponderada de las dosis equivalentes recibidas por los distintos órganos o tejidos del cuerpo humano.


	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

Tabla1. Dosis típicas de exposición.


(Sociedad Española de Protección Radiológica, 2015)

Dosis típicas efectivas de exposición para el diagnóstico médico. CE 2008.

Procedimiento diagnóstico	Dosis efectivas típicas (mSv)	Nº equivalente de radiografías de tórax	Periodo equivalente aproximado de radiación natural ⁽¹⁾
Exámenes con rayos X:			
Miembros y articulaciones	<0,01	<0,5	<1,5 días
Tórax (solo AP)	0,02	1	3 días
Cráneo	0,06	3	9 días
Columna dorsal	0,7	35	4 meses
Columna lumbar	1	50	5 meses
Cadera	0,4	20	2 meses
Pelvis	0,7	35	4 meses
Abdomen	0,7	35	4 meses
UIV	2,4	120	14 meses
Esofagograma	1,5	75	8 meses
Esofagogastroduodenal	2,6	130	15 meses
Tránsito intestinal	3	150	16 meses
Enema opaco	7,2	360	3,2 años
TC de cabeza	2	100	10 meses
TC de tórax	8	400	3,6 años
TC abdomen o pelvis	10	500	4,5 años
Estudios con radionúclidos:			
Ventilación pulmonar (Xe-133)	0,3	15	7 semanas
Perfusión pulmonar (Tc-99m)	1	50	6 meses
Riñón (Tc-99m)	1	50	6 meses
Tiroides (Tc-99m)	1	50	6 meses
Ósea (Tc-99m)	4	200	1,8 años
Cardiaca dinámica (Tc-99m)	6	300	2,7 años
PET cabeza (F-18 FDG)	5	250	2,3 años

¹ promedio en el Reino Unido de radiación natural = 2,2 mSv por año: rango promedio regional desde 1,5 a 7,5 mSv por año.

El concepto de dosis máximo permisible es muy difícil de establecer, teniendo en cuenta la utilidad real de las radiaciones en la práctica médica, se debe valorar apropiadamente el riesgo/beneficio al que están sometidos las personas expuestas.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

De acuerdo a la Resolución N° 18 1434, por el cual se adopta el Reglamento de Protección y Seguridad Radiológica, se estipula los límites de dosis así (Resolución No. 18 1434 Diciembre 5/2002, 2002):

Trabajador: 20mSv por año como promedio en un período de cinco años consecutivos o 50 mSv en cualquier año;

Aprendices: 6 mSv en un año;


Público: 1 mSv en un año;

Personas de asistencia médica o visitantes: no deben de exceder más de 5 mSv durante el período abarcado del tratamiento o examen, y

Niños: no deben recibir más de 1 mSv.

Efectos de las Radiaciones Ionizantes

Los efectos causados por la radiación ionizante vienen determinados por la energía cedida por las partículas a los tejidos en las que interactúan. Pueden ser somáticos y genéticos. El daño somático se manifiesta durante la vida del individuo irradiado, mientras que los genéticos son inducidos sobre su descendencia. Al estar expuestos a radiaciones ionizantes, se pueden presentar alteraciones en: sistema hematopoyético, sistema digestivo, piel, órganos reproductivos, entre otros. (“Seguridad Radiológica,” 2012) (Cambridge University Press, 2013)

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Dosimetría

(“Seguridad Radiológica,” 2012)

Rama de la radiología que trata de la medida de la energía absorbida por un material o tejido como consecuencia a la exposición de dichas radiaciones, operación que se realiza con dosímetros.

Clasificación de la Dosimetría

(CSN, 2009)

Ambiental: mide las dosis en ambientes y zonas accesibles al público en los que se requiere evaluar el riesgo radiológico.

Personal: comprende dos modalidades; interna, si la Dosis Efectiva recibida fue incorporada al organismo vía inhalación, ingestión, inyección, a través de heridas o de la piel y, externa, la irradiación se produce por fuentes externas al organismo humano.

Fibra Óptica: usa un material radioluminiscente, se controla por medio de fibra óptica que transporta la luz emitida hasta el detector situado fuera de la sala de tratamiento.(Santiago et al., 2012)


Clínica: calcula de manera individualizada, la dosis de radiación recibida por los pacientes. Se clasifica según su uso: radioterapia, medicina nuclear y radiodiagnóstico.

Tipos de Dosímetros

(Rivera, 2011)(Mercado, 2007)

Ambientales: evalúan niveles de radiación en posiciones fijas en la instalación.

Personales: dedicados a la vigilancia radiológica individual de los trabajadores.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

De termoluminiscencia (TL): ciertos sólidos cristalinos tienen la propiedad que, al recibir radiación ionizante, algunos de sus electrones son excitados, éstos se calientan para volver a sus niveles estables, emitiendo la diferencia de energía en forma de luz. Para la dosimetría médica se perciben dos características importantes: precisión y exactitud.

Los materiales TL más utilizados son LiF:Mg, Ti (TLD-100), LiF:Mg, Cu, P (TLD-700H), Li₂B₄O₇:Cu, CaSO₄:Tm (TLD-900), CaF₂:Tm (TLD-200) y Al₂O₃:C (TLD-500).

Otros tipos de dosímetros son: películas fotográficas, emulsiones nucleares o dosímetros de trazas, emulsiones sobrecalentadas o dosímetros de burbuja, de almacenamiento directo de iones (DIS), detectores de ionización gaseosa y detectores de semiconductor.

Alúmina


(Saiz, Vargas, & Moreno, 2011)

Biocerámico inerte, el cual no solo tiene la capacidad de obtener amplias respuestas bioquímicas; es decir, pueden realizar reacciones rápidas con los fluidos del cuerpo y ser casi insolubles o presentar fenómenos de reactividad superficial controlada sino también que es un material bioactivo, permitiendo una buena actividad dentro del organismo. A nivel comercial este cerámico se produce por tres métodos: Bayer, desulfatación y Sol-Gel.

Alúmina Alfa (α)

(Perera et al., 2015)

La alúmina alfa (Al₂O₃- α) es el óxido de aluminio más estable desde el punto de vista termodinámico. La fase alfa es el producto final de la secuencia de transformaciones

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

cristalinas durante el tratamiento térmico del óxido, dicha transformación ocurre aproximadamente a 1200°C y es la forma más importante del óxido de aluminio anhidro.

En este sólido los iones oxígeno forman una red de empaquetamiento compacto hexagonal, donde los iones aluminio ocupan dos tercios de los sitios intersticiales octaédricos, de modo tal que cada ion oxígeno queda rodeado de cuatro iones aluminio.

En su estado cristalino puro, la α -alúmina (corindón) es altamente transparente, mecánicamente fuerte, térmicamente estable, excelente aislador eléctrico, muy resistente al ataque de los ácidos y de las bases.

Cuando la alúmina cristalina contiene trazas de ciertos iones de los metales de transición llega a tener colores muy atractivos. La piedra preciosa rubí es alúmina- α con cantidades de Cr^{+3} , mientras que el zafiro azul es alúmina- α contaminada por Fe^{++} , Fe^{+3} y Ti^{+3} .


Métodos de Síntesis de Cerámicos

(Palacio Santos, 2004)(Zanella, 2012)

Existen varios métodos de síntesis de materiales como el método sol-gel, método cerámico (síntesis en estado sólido), síntesis flux, química suave (“chimiedouce”), síntesis hidrotermal y método coloidal.

Método Cerámico

También conocido como síntesis en estado sólido, produce compuestos estables termodinámicamente. Es un método de síntesis a altas temperaturas, en el cual se ponen

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

en contacto los reactivos sólidos que previamente se mezclan en un mortero o en un molino de bolas, y luego se calientan a temperaturas suficientemente altas para permitir interdifusión y reacciones de extrema simplicidad, y su uso es esencial para preparar óxidos mixtos como es el caso de las perovskitas con morfologías especiales tales como monocristales o capas delgadas.


Entre las desventajas está la falta de homogeneidad de los materiales preparados, ya que las reacciones de estado sólido entre los óxidos precursores ocurren con muy baja velocidad y se requieren temperaturas muy elevadas, ocasionando un gran consumo de energía.

Síntesis Flux

Viene de fluxes de sales fundidas, cuyo objetivo es solubilizar los reactivos que conlleven mejor difusión y a una reducción de la temperatura de reacción. La síntesis en un solvente es la aproximación más común para sintetizar compuestos orgánicos y órgano-metálicos.

En el método flux el medio es una sal fundida (líquida, entre 200°C a 600°C). En este método desaparece la diferencia entre “solvente” y “soluto”, en el sentido de que el flux debe suministrar átomos o unidades de construcción estructural que acaben en un producto final cristalino. Además, las propiedades químicas del flux, como la acidez y el potencial redox, tienen una influencia controlante en la naturaleza de los productos.

Otra aplicación de este método es la fabricación de gemas sintéticas basada en el principio de “disolución” del material por obtener (berilo impuro, alúmina, etc.) en una sustancia adecuada a temperatura muy alta (molibdato de litio, óxido de vanadio, fluoruro y óxido de plomo, etc.). Posteriormente, se produce la cristalización muy lentamente y se pueden

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

conseguir cristales muy similares a los naturales si se controla adecuadamente el proceso, con unas propiedades de pureza y color muy apreciadas. El método flux se usa sobre todo para la fabricación de rubí, esmeralda y zafiro sintéticos.


Química Suave (“chimiedouce”)

Teniendo en cuenta las limitaciones del método cerámico como una técnica para la producción de materiales avanzados se han incrementado los esfuerzos por desarrollar métodos químicos más manejables que ocurran a baja temperatura. Esos métodos se han agrupado libremente bajo el nombre de “chimiedouce”, que presta atención a la estructura, estabilidad y mecanismos de la formación del producto.

Las reacciones químicas suaves se llevan a cabo bajo condiciones moderadas ($T < 500^{\circ}\text{C}$). Estas reacciones son topotácticas, lo cual significa que los elementos estructurales de los reactivos se preservan en el producto, pero la composición cambia. Este método es muy útil en las siguientes aplicaciones:

- Modificación de estructuras electrónicas de sólidos (dopaje).
- Diseño de nuevos compuestos metaestables.
- Preparación de reactivos y materiales o de ambos de área superficial alta usados en catálisis heterogénea, baterías y sensores.

La presencia de una fase líquida, usualmente en solución acuosa, favorece la difusión de pequeñas especies iónicas o moleculares. Entonces, se obtiene un mezclado homogéneo de los precursores en la solución en las moléculas tal que se pueden formar materiales multicomponentes a temperaturas mucho más bajas.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Una de las principales ventajas de este método es que las interacciones (enlaces de hidrógeno, Van der Waals, interacciones hidrofílico-hidrofóbico, etc.) no se destruyen a bajas temperaturas.


Las desventajas de este método son la dificultad de hallar el precursor adecuado para llevar a cabo la “chimiedouce”; y la frecuente inestabilidad de los productos metaestables que se pueden obtener por este método en aplicaciones donde se usan altas temperaturas o se necesitan monocristales.

Síntesis Hidrotermal

La síntesis hidrotermal se refiere a reacciones heterogéneas en medio acuoso por encima de 100°C y 1 bar. Una característica distintiva de la síntesis hidrotermal es que los reactivos que difícilmente se disuelven en agua pasan a la disolución por acción del propio disolvente o de mineralizadores.

El objetivo de esta técnica es lograr una mejor disolución de los componentes de un sistema y así se logran disolver o hacer reaccionar especies muy poco solubles en condiciones habituales, como la sílice, alúmino-silicatos, titanatos y sulfuros.

En este sentido cabe señalar que el agua, calentada a 600°C experimenta una disociación mucho mayor que lo habitual a presión ordinaria, lo que quiere decir que en estas condiciones, el agua se comportará a la vez como un ácido y una base bastante fuertes, capaz por tanto de ataques ácido-base mucho más agresivos.

	<p style="text-align: center;">INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO</p>	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Método Coloidal

Los coloides son partículas individuales, que son más grandes que las dimensiones atómicas, pero lo suficientemente pequeño como para exhibir movimiento browniano. Este rango de tamaño de partículas en una dispersión coloidal suele oscilar en el rango de nanómetros hasta varios micrómetros, por ello el método coloidal es un método eficiente de producción de nanopartículas.


Este método consiste en disolver una sal del precursor metálico o del óxido a preparar, un reductor y un estabilizante en una fase continua o dispersante (líquido). Este último puede jugar el papel de reductor, de estabilizante o ambos.

En principio el tamaño promedio, la distribución de tamaños y la forma o morfología de las nanopartículas pueden ser controlados variando la concentración de los reactantes, del reductor y del estabilizante, así como la naturaleza del medio dispersante. Por este método se pueden formar dispersiones estables por periodos de tiempo muy largos.

Método Sol-Gel

El método sol-gel es un proceso químico en fase húmeda, se utiliza principalmente para la fabricación de nanomateriales. Es la preparación de materiales cerámicos a partir de un sol (precursor) que se transforma en un gel.

Sus precursores típicos son los alcóxidos y cloruros metálicos, que sufren varias reacciones de hidrólisis y policondensación para formar una dispersión coloidal. Luego de una polimerización lenta forma un gel, que luego se calienta con el fin de: eliminar el disolvente, descomponer aniones precursores y permitir el reordenamiento de la estructura del sólido, favoreciendo la cristalización.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

El método sol-gel ha sido usado en los últimos años para preparar una amplia variedad de materiales nanoestructurados, ya que provee una metodología que sirve para dirigir y controlar la composición, homogeneidad, microestructura, tamaño de partícula, porosidad, área superficial y grado de dispersión de materiales cerámicos, vítreos y compuestos durante su síntesis a partir de precursores moleculares. El método es atractivo porque involucra procesos a baja temperatura.

Las etapas involucradas en este proceso son: reacción de obtención de alcóxido, hidrólisis, peptización, envejecimiento y secado.


Se debe tener en cuenta parámetros como: la relación H₂O/alcóxido, pH, influencia del solvente, tiempo de gelación, temperatura y tipo de precursor, debido a que son los responsables de las características físico-químicas finales del biomaterial.

Sus ventajas son:

- Control de la pureza de los reactivos.
- Control total del tamaño de partícula.
- Mayor estabilidad térmica.
- Preparar a temperaturas bajas, materiales muy puros con alto grado de homogeneidad.

Sus desventajas son:

- Tiempo de procesamiento debido al número de etapas.
- Drástico encogimiento en el secado
- Aparición de microfisuras

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Métodos de Caracterización

Microscopia electrónica de barrido (SEM)

(González Benito, 1997)


Es una técnica de análisis superficial. Consiste en enfocar sobre una muestra opaca los electrones en un fino haz acelerado mediante una diferencia de potencial. La interacción del haz de electrones con la muestra entrega diversas señales que son recogidas por distintos detectores; convencionalmente se emplea el detector de electrones secundarios, los cuales permiten la observación, caracterización y microanálisis superficial de materiales orgánicos e inorgánicos. Esta técnica permite obtener imágenes con mayor resolución a microscopía óptica, diferentes señales, mayor información, imágenes topográficas.

Sus desventajas son: las muestras deben ser conductoras o tratarse para hacerlas conductoras, no es posible observar la estructura interna, personal especializado.

Difracción de rayos X

((ICMA), 2015)(Marcos Pascual, 2011)

La difracción es un fenómeno característico de las ondas, que consiste en la dispersión de las ondas cuando se interaccionan con un objeto ordenado. Un experimento de difracción consiste en la irradiación con rayos X de estos pequeños cristales, que actúan dispersándolos sólo en unas direcciones determinadas, con intensidades que dependen de cómo se ordenan los átomos a nivel microscópico. La aplicación fundamental de la Difracción de Rayos X (DRX) es la identificación cualitativa de la composición de una muestra cristalina. (Figura 2)

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

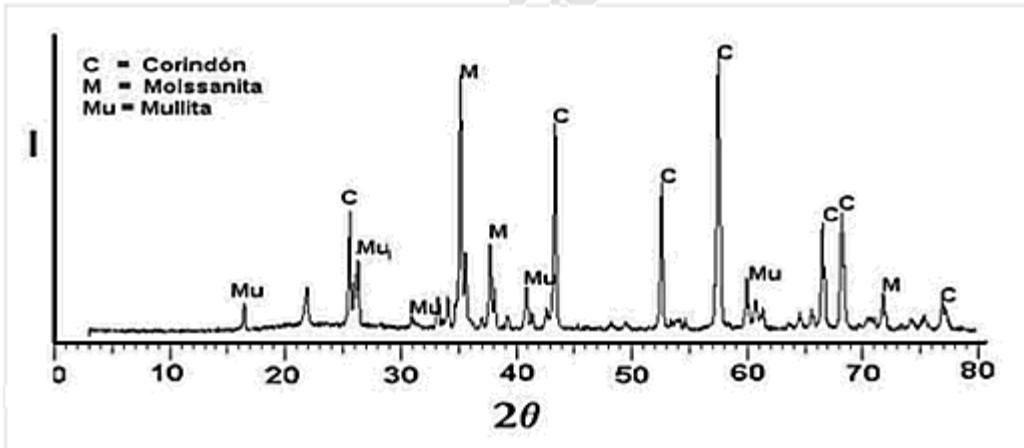



Figura 2. Espectro de Rayos X. Muestra las fases minerales.

También se puede obtener información de:

- Dimensiones de la celda unitaria
- Determinación del número de átomos en la celda unitaria
- La densidad referida a la celda unitaria
- Tipo de red Bravais
- Sistema cristalino

La DRX por ser un método no destructivo se puede:

- Analizar diferentes tipos de materiales como: polvos, metales, productos de corrosión, cristales, etc.
- En investigación
- Suministro de materias primas
- En producción

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

Espectroscopia FTIR

(Poole & Owens, 2003)(Serrano Martínez, 2009)

Es una técnica de análisis para obtener el espectro infrarrojo con mayor rapidez. Mide la absorción de la radiación por vibraciones fotónicas de alta frecuencia que también son sensibles a la presencia de determinados grupos funcionales, los cuales absorben la radiación infrarroja a una frecuencia característica. Una de las grandes ventajas de la espectroscopia IR es su versatilidad, ya que permite estudiar prácticamente cualquier muestra con independencia del estado en que se encuentre: líquidos, disoluciones, pastas, polvos, fibras, films, gases o superficies. El espectro vibracional de una molécula se considera una propiedad física única y por tanto característica de ésta molécula. Así, entre otras aplicaciones, el espectro IR se puede usar como “huella dactilar” en la identificación de muestras desconocidas mediante la comparación con espectros de referencia. (Figura 3)

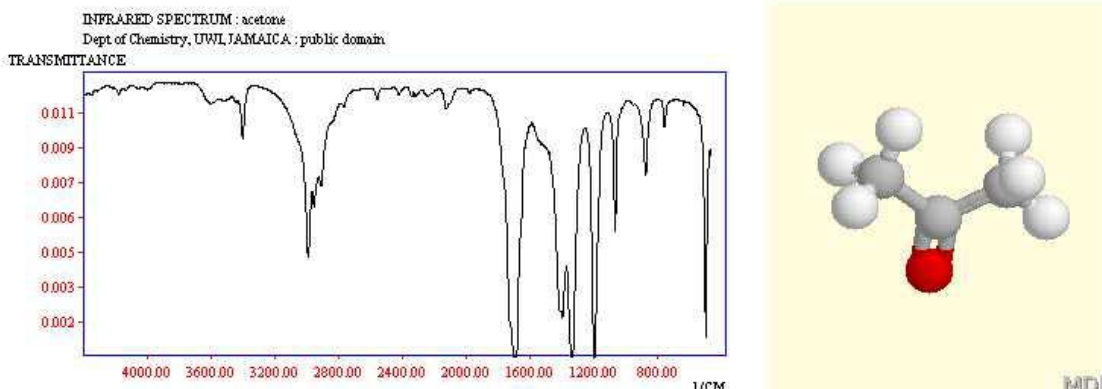



Figura 3. Espectro de Acetona

La principal aplicación es identificar grupos funcionales específicos, especialmente en moléculas orgánicas y permite la caracterización de sustancias desconocidas y el


 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

seguimiento de especies concretas. Igualmente se pueden identificar Compuestos inorgánicos, polímeros y sistemas biológicos.

Otra aplicación es el análisis cuantitativo, cada propiedad de una sustancia que dependa claramente de su concentración puede utilizarse como base para un método de análisis cuantitativo. En el caso del IR se utiliza la cantidad de radiación electromagnética absorbida, y el parámetro a medir es el cociente entre la intensidad de la radiación (de una longitud de onda determinada) antes y después de atravesar la muestra.

Es posible realizar el análisis multicomponente, en el caso más sencillo con dos sustancias cuyas bandas en evaluación no interfieran. También se suele emplear en el análisis de un componente de una mezcla, especialmente cuando las sustancias que la componen son muy parecidas.

En sus aplicaciones industriales y medio ambientales se encuentran: Industria farmacéutica, Industria alimentaria, control de la contaminación, estudio de combustibles fósiles y catálisis para identificar las especies adsorbidas en la superficie y el modo en que tiene lugar esta unión.

 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

3. METODOLOGÍA

Método Sol-Gel para la síntesis de alúmina

La síntesis se realizó en medio básico obteniendo un gel de hidróxido de aluminio a partir de cloruro de aluminio (AlCl_3), agua (H_2O) e hidróxido de amonio (NH_3). La reacción se realizó a temperatura ambiente empleando como solvente agua destilada.

Se colocó 4,27 g AlCl_3 sólido en un balón de 250 ml de 3 bocas, junto con una barra de agitación magnética en una plancha de agitación y calentamiento. En una primera etapa se adicionó 13,9 g H_2O mediante el uso de un dosificador tipo bomba peristáltica, con el fin que la hidrólisis sea lenta y la liberación de ácido clorhídrico (HCl) gaseoso fuese controlado. El HCl formado se recogió en una trampa de agua. Todo el trabajo se realizó en una cabina de extracción.

En una segunda etapa se agregó 9,06 g NH_3 acuoso a través de una de las bocas para obtener el gel de hidróxido de aluminio ($\text{Al}(\text{OH})_3$) de tono blanquecino.

Las reacciones químicas de síntesis (Figura 4) y descomposición térmica por calcinación (Figura 5).

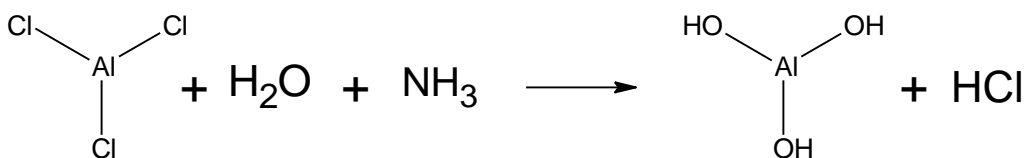



Figura 4. Síntesis.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

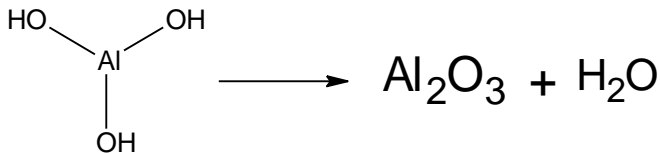


Figura 5. Descomposición Térmica.

Síntesis sol-gel de alúmina dopada con Cerio y Litio

Se realizó el mismo proceso que se describió para la alúmina, pero incorporando diferentes porcentajes de dopantes previo al paso de adición de NH_3 acuoso. (Tabla 2)

Tabla 2. Porcentaje de Dopantes


%Dopante	$\text{Li}(\text{CO}_3)_2$	$\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
0,5	0,0487 g	0,0283 g
1	0,097 g	0,057 g
2	0,195 g	0,11 g

Calcinación de los cerámicos

El proceso de calcinación consistió en someter las pastillas a un proceso de calentamiento donde se calentó desde temperatura ambiente hasta 1200°C en 3 horas, se mantuvo a 1200°C por 4 horas y luego se enfrió hasta temperatura ambiente durante 3 horas. Se empleó una mufla eléctrica SentroTech.

Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Con el fin de observar la morfología y tamaño de las muestras, se utilizó un equipo JEOL FSEM 7100 para caracterizar las partículas. Las muestras fueron trituradas en mortero de

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Agatha y se colocaron directamente sobre el portamuestras del SEM empleando cinta de carbono, luego se realizó el recubrimiento con oro utilizando una cámara de vacío y alto voltaje en una máquina de recubrimiento marca Quorum modelo Q300TD, y se procedió a tomar las imágenes en el microscopio.

Difracción de rayos X


Se empleó un difractómetro de Rayos X (DRX) XPertP Analytical Empyrean Serie II Alpha1, Modelo 2012. Para las mediciones se colocó el polvo cerámico obtenido de las síntesis previas en el portamuestras capilar del equipo y se realizó un barrido de ángulo de difracción (2θ) obteniendo los difractogramas de los distintos materiales.

Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)

Los espectros fueron obtenidos en un equipo Shimadzu IR-Tracer 100. Los materiales cerámicos preparados fueron utilizados para obtener los espectros empleando la técnica de reflectancia difusa (DRIFT) directamente sobre los polvos, en un rango de número de onda entre 400 cm^{-1} y 4000 cm^{-1} a una resolución de 16 escaneos por segundo.

Análisis termogravimétrico (TGA)

La estabilidad térmica de las muestras fue evaluada en un equipo TA Instruments SDT Q600 con un programa de calentamiento desde temperatura ambiente (25°C) hasta 1300°C , a una velocidad de calentamiento $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ en atmósfera de nitrógeno (N_2) con un flujo de $100,0\text{ ml}/\text{min}$.

	<p style="text-align: center;">INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO</p>	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Método Sol-Gel para la síntesis de alúmina

Para llegar a un método de síntesis efectivo se evaluaron varios procedimientos para la obtención del gel de hidróxido de aluminio.

Procedimiento 1. A partir de Hidróxido de aluminio en polvo

Se realizaron dos mezclas de $\text{Al}(\text{OH})_3$ con amoníaco (NH_3) para llegar a un total de 50g de gel en agua (Tabla 3)


Tabla 3. Pesos mezclas Procedimiento 1

	Mezcla 1	Mezcla 2
m $\text{Al}(\text{OH})_3$	7,1582 g	7,1563 g
m(NH_3)	5 ml	5 ml
mTotal	50,0436 g	50,0090 g

Dichas mezclas se colocaron en agitación de 300 rpm. Con este primer procedimiento no se obtuvo el resultado esperado, que era obtener un gel de hidróxido de aluminio acuoso.

Procedimiento 2. A partir del método de los formiatos

Se realizó un ensayo de formiatos. Se preparó una solución de ácido fórmico al 50% (HCOOH) con un volumen de agua destilada de 100 ml y un volumen de HCOOH de 100 ml. Se mezclan en un beaker de 250 ml. Luego, se preparó el formiato de aluminio (Al)

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

adicionando a la mezcla anterior 8,6130 g de $\text{Al}(\text{OH})_3$, dejándolo en agitación magnética a 400 rpm por una hora. Se filtró al vacío y se puso a secar en estufa a 60°C . No se obtuvo la consistencia de gel deseada, a pesar de esto la muestra resultante se le realizó caracterización mediante espectroscopia infrarroja, empleando pastillas de KBr. En el espectro obtenido no se obtuvieron las señales esperadas. Tomamos como referencia a (Gutierrez et al., 2009)

Procedimiento 3

En esta nueva síntesis se tuvo en cuenta la información del autor (Mikola & Tanskanen, 2015), se emplearon alúmina y ácido fórmico, mezclándolos en un beaker de 250 ml. (Tabla 4) Tomamos como referencia a (Mikola & Tanskanen, 2015)


Tabla 4. Síntesis Procedimiento 3

	Peso	Síntesis
m $\text{Al}(\text{OH})_3$	35,3 g	35,3066 g
m HCOOH	60 g	60,0273 g

Se dejó en agitación magnética en 400 rpm por media hora. Se apaga el calentamiento pero se deja en agitación. Se colocó a secar en estufa en 80°C , no se obtuvo el resultado esperado.

Procedimiento 4

Se realizó una nueva síntesis a partir de cloruro de aluminio (AlCl_3).

 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

La reacción de hidrólisis produce ácido clorhídrico (HCl) en humos irritantes cuando el agua se adiciona de manera rápida, formando un gel viscoso. Con esta nueva síntesis es posible obtener el resultado deseado. Por lo cual, se empezaron hacer nuevas pruebas.

Prueba 1

Se realizó un montaje para evitar el HCl, con los pesos descritos en la Tabla 5. Este primer montaje no funciona, debido a que el agua se devuelve, haciéndose vacío.

Tabla 5. Síntesis Procedimiento 4 – Prueba 1

	Peso	Prueba 1
m AlCl ₃	6,4406 g	6,4427 g
m NH ₃	13,32 g	13,31 g
m H ₂ O	6,3430 g	6,3327 g

Prueba 2

En esta segunda prueba, se tuvo en cuenta los pesos de la Tabla 6. Se adicionó primero 200 ml de agua y luego el NH₃ en una probeta, formando un gel en forma de pasta. Se adiciona el HCOOH, disolviendo el gel, obteniendo así una solución turbia con grumos, disolviéndose por completo en un tiempo. El resultado fue poco satisfactorio, debido a que la trampa no funcionó en su totalidad y que no se obtuvo el gel después de la adición del ácido fórmico.


 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Tabla 6. Síntesis Procedimiento 4 – Prueba 2

	Peso	Prueba 2
m AlCl ₃	4,27 g	4,7255 g
m NH ₃	9,06 g	9,0651 g
m H ₂ O	13,9 g	13,9427 g
m HCOOC	5 g	4,9987 g

Procedimiento 5


Se realizó otra síntesis por medio de un montaje de reflujo. La idea de este montaje es que la solución se caliente hasta hervir. Se tuvo en cuenta las cantidades del procedimiento 3 a una temperatura de 120°C. Al mezclar las cantidades no se obtuvo ninguna reacción. (Tabla 7)

Tabla 7. Síntesis Procedimiento 5

	Peso	Síntesis
m Al(OH) ₃	35,3 g	35,3020 g
mHCOOH	60 g	60,0126 g

Procedimiento 6

Se realizó un nuevo montaje de reflujo, utilizando un balón de fondo de redondo de 250 mL de 3 bocas y una bomba peristáltica adicionar el agua de una manera controlada, adicionalmente el amoniaco se agrega en una segunda etapa después de hacer la

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

hidrólisis del cloruro de aluminio, ya que en pruebas preliminares se encontró que la adición simultánea del agua y el amoníaco no daba el resultado de obtener el gel deseado. Aquí, se hizo la nueva síntesis con la mitad de las cantidades de la prueba 2 y sin ácido fórmico. Esto con el fin de probar el nuevo montaje y no desperdiciar material. Este nuevo procedimiento dio un resultado exitoso, con el cual se seguirá trabajando. (Tabla 8)

Tabla 8. Síntesis Procedimiento 6

	Peso	Prueba 3
m AlCl ₃	2,135 g	2,1544 g
m NH ₃	4,53 g	4,4163 g
m H ₂ O	6,95 g	6,9310 g

Síntesis Alúmina por Método Sol-Gel

Se realizó la síntesis con las masas de la prueba 2 y el montaje anterior. Primero se adiciona el AlCl₃ en el balón de 3 bocas. El agua destilada se añadirá gracias a la bomba peristáltica a una velocidad de 1,5 ml/min. Luego, se adicionó NH₃ de manera rápida empleando una jeringa. Después de realizar la síntesis de Al(OH₃), se empezó a realizar las síntesis de las muestras dopadas con Ce y Li con tres porcentajes diferentes (Tabla 9). El litio se agrega como carbonato de litio (Li₂CO₃) y el cerio como nitrato de cerio (Ce(NiO₃)₂·7H₂O) Los dopantes se agregan junto con el AlCl₃ previo a la adición de agua. Todas las muestras resultado de síntesis se ponen a secar a una temperatura de 80°C.



 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

Tabla 9. Síntesis Al(OH)₃, Al(OH)₃:Ce y Al(OH)₃:Li

	Peso	Síntesis Al(OH) ₃	Ce 0,5%	Ce 1%	Ce 2%	Li 0,5%	Li 1%	Li 2%
m AlCl ₃	4,27 g	4,23 g	4,726 g	4,728 g	4,729 g	4,726 g	4,729 g	4,725 g
m NH ₃	9,06 g	9,06 g	9,057 g	9,059 g	9,065 g	9,064 g	9,063 g	9,048 g
m Ce 0,5%	0,028 g		0,028 g					
m Ce 1%	0,057 g			0,056 g				
m Ce 2%	0,113 g				0,111 g			
m Li 0,5%	0,049 g					0,048 g		
m Li 1%	0,097 g						0,099 g	
m Li 2%	0,195 g							0,200 g
m H ₂ O	13,9 g	13,9 g	13,9 g	13,9 g	13,9 g	13,9 g	13,9 g	13,9 g

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

En las siguientes imágenes podemos observar la caracterización mediante microscopía electrónica de barrido de las muestras sintetizadas. Para todas las muestras se tomaron imágenes a ampliaciones de 400X (izquierda) y 5000X (derecha).

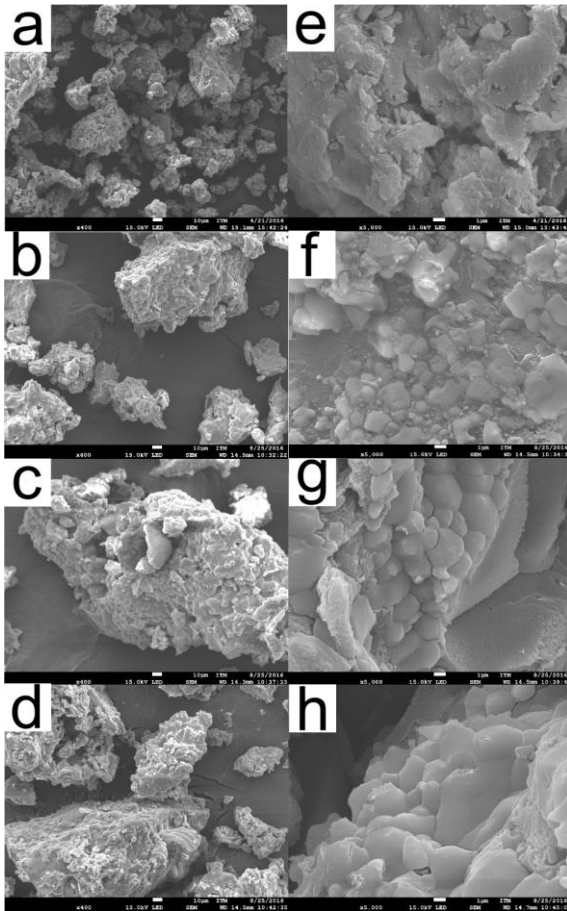



Figura 6. Imagen de microscopía de electrones de $\text{Al}(\text{OH})_3$ modificada con Ce.

400X: a) Ce 0%, b) Ce 0,5%, c) Ce 1,0%, d) 2,0% y 5000X: e) Ce 0%, f) Ce 0,5%, g) Ce 1,0%, h) Ce 2,0%

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

En la Figura 6 podemos observar las imágenes SEM obtenidas para los hidróxidos de aluminio dopados con cerio. Se aprecia la formación de aglomerados de diferentes formas y dimensiones. En las imágenes a 400X se puede observar


Figura 6a) aglomerados con tamaños entre 8,38 μm a 114,05 μm , formas laminares unas sobre otras.

Figura 6b) aglomerados con tamaños entre 21 μm a 177,37 μm , son mucho más compactos, de bordes curvos y ubicadas unas sobre otras, se conservan algunas estructuras laminares.

Figura 6c) aglomerados de mayor tamaño aproximadamente 354,62 μm , más compactos, los aglomerados se unen unos con otros, con bordes curvos y menos estructuras laminares.

Figura 6d) aglomerados con tamaños desde 10,74 μm hasta 226,58 μm , se aprecia la aparición de láminas unas sobre otras, donde predominan los bordes curvos.

Podemos observar como a medida que aumentamos la concentración de cerio al $\text{Al}(\text{OH})_3$ el tamaño de los aglomerados aumenta y al observar las imágenes con aumento 5000X (Figura 6 f, g y h) podemos ver como la porosidad del material va disminuyendo considerablemente y se observa con más detalle como la forma de las partículas se hace más curva y compacta, en forma de placas como formando un panel.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

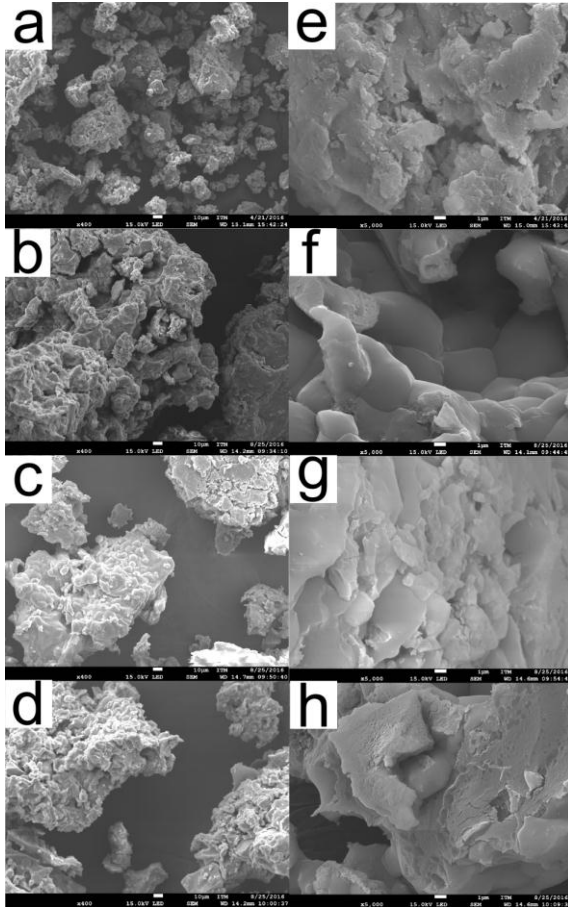


Figura 7. Imagen de microscopía de electrones de $\text{Al}(\text{OH})_3$ modificada con Li.

400X: a) Li 0%, b) Li 0,5%, c) Li 1,0%, d) 2,0% y 5000X: e) Li 0%, f) Li 0,5%, g) Li 1,0%, h) Li2,0%

En la Figura 7 podemos observar las imágenes SEM obtenidas para los hidróxidos de aluminio dopados con litio, con aumento de 400X, se observa la formación de aglomerados de diferentes dimensiones, muy porosos y con pequeñas fracturas, lo que nos indica la fragilidad del material.

El análisis individual de las imágenes es el siguiente:


	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Figura 7b) grandes dimensiones 295,92 μm aproximadamente, aglomerados de formas irregulares, estructuras alargadas unidas unas sobre otras.

Figura 7c) aglomerados con dimensiones q varían entre 28,46 μm y 205,93 μm , con bordes curvos con formas laminares ubicadas unas sobre otras.

Figura 7d) aglomerados de formas irregulares unas sobre otras semejando un coral marino, de dimensiones entre 58,20 μm y 207,44 μm .

Observamos, como a medida que se va adicionando el Li, el tamaño de las partículas va aumentando y se van aglomerando unas con otras para formar una de mayor tamaño, cuando observamos con aumento de 5000X (Figura 7 f, g y h) vemos como las estructuras se van haciendo más planas y menos curvas hasta finalmente llegar a una forma muy semejante a un coral marino poroso (esponja).

Al comparar las muestras dopadas con cerio y litio, vemos que en ambos casos el tamaño de partícula se ve afectado por la incorporación del dopante, y se forman placas planas, siendo mayor la cantidad de placas en las muestras dopadas con cerio.

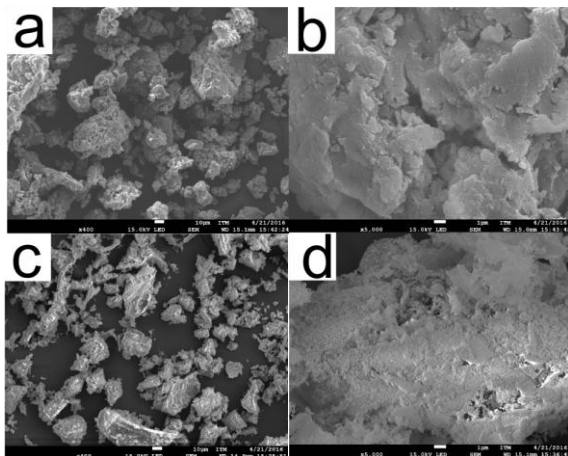


Figura 8. Imagen SEM de $\text{Al}(\text{OH})_3$ antes y después de la calcinación

a) $\text{Al}(\text{OH})_3$ 400X b) $\text{Al}(\text{OH})_3$ 5000X c) Al_2O_3 400X d) Al_2O_3 5000X

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

En la Figura 8 se muestra las imágenes de la muestra sin dopar después del proceso de calcinación a 1200°C. Se observa una disminución del tamaño de partícula después del tratamiento térmico y la aparición de porosidad (a y c), en las imágenes a 5000X (b y d) se observa que después del proceso de calcinación la superficie está formada por pequeñas esferas.

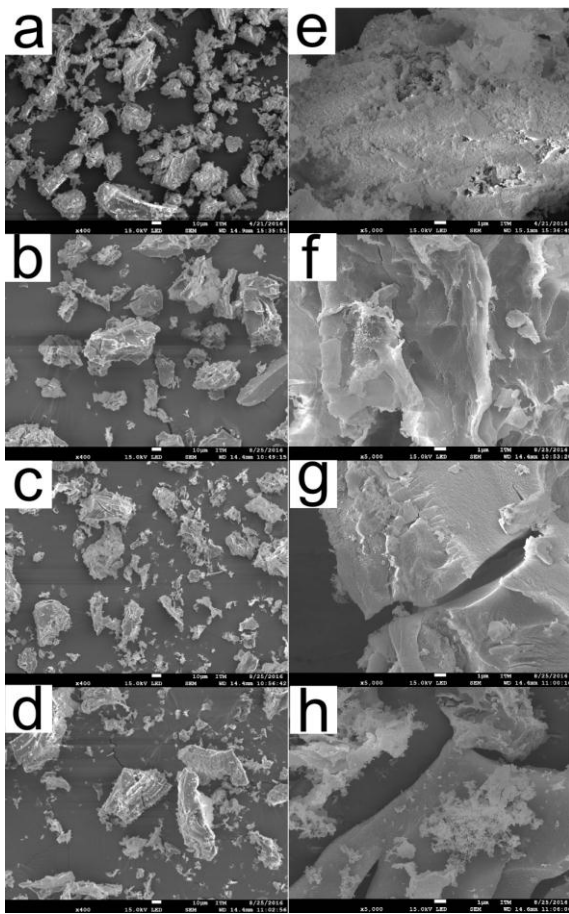



Figura 9. Imagen de microscopía de electrones de Al_2O_3 modificada con Ce.

400X: a) Ce 0%, b) Ce 0,5%, c) Ce 1,0%, d) 2,0% y 5000X: e) Ce 0%, f) Ce 0,5%, g) Ce 1,0%, h) Ce 2,0%

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

La Figura 9 muestra las imágenes SEM obtenidas después de la calcinación para las dopadas con cerio. Descripción de la Figura 9, con aumento de 400X, se observa la formación de aglomerados porosos.


Figura 9a) aglomerados de pequeñas dimensiones entre 4,30 μm hasta 86,26 μm , con partículas que se unen, semejando un rompecabezas.

Figura 9b) hay formas irregulares, superficies planas, porosas, con pequeñas fracturas y con dimensiones que van desde 91,8 μm hasta 1154 μm .

Figura 9c) aglomerados con dimensiones variables, entre 8,24 μm hasta 65,74 μm , de formas irregulares, superficies planas porosas y pequeñas fracturas.

Figura 9d) superficies laminares, porosas y aglomerados de tamaños variables desde 6,80 μm hasta 105,4 μm .

Cuando sometemos el material a calcinación observamos como las partículas de Al_2O_3 son más pequeñas que las de $\text{Al}(\text{OH})_3$ y a medida que adicionamos el Cerio observamos cómo se van compactando unas con otras. En las imágenes de 5000X podemos ver como las estructuras son más aplanadas y compactas que las de $\text{Al}(\text{OH})_3$, además se observa la aparición de pequeñas partículas esféricas en la superficie de las partículas, probablemente de una nueva fase formada durante la calcinación.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

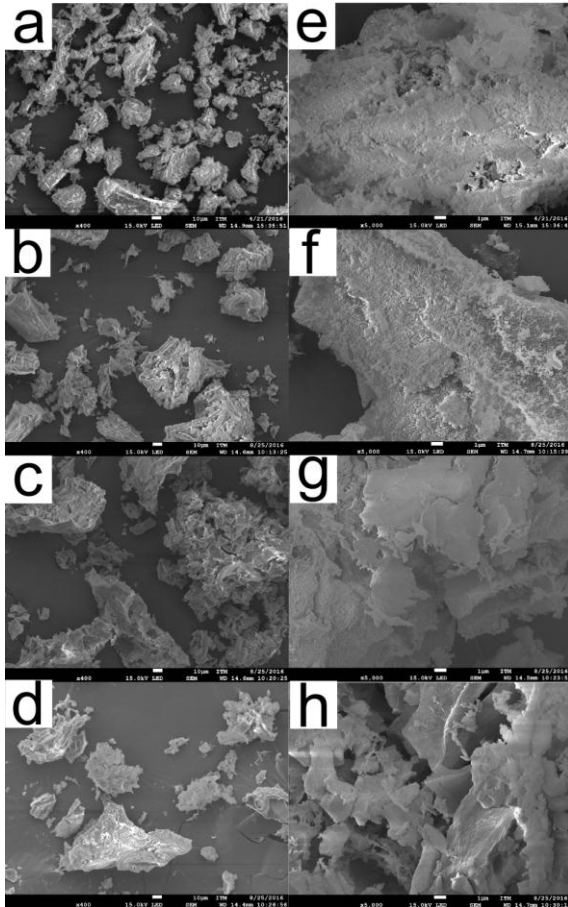


Figura 10. Imagen de microscopía de electrones de Al_2O_3 modificada con Li.

400X: a) Li 0%, b) Li 0,5%, c) Li 1,0%, d) 2,0% y 5000X: e) Li 0%, f) Li 0,5%, g) Li 1,0%, h) Li 2,0%

La Figura 10 muestra las imágenes SEM obtenidas después de la calcinación para las dopadas con litio.

En la Figura 10, con aumento de 400X, hay formación de aglomerados de dimensiones variables y formas irregulares.


	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Figura 10b) aglomerados con estructuras laminares unidas unas con otras, porosas y de dimensiones entre 10, 40 μm hasta 107,6 μm .

Figura 10c) aglomerados de mayor tamaño semejantes a un coral marino, con pequeñas fracturas, estructuras unidas unas a otras, de dimensiones variables entre 15,12 μm hasta 155,28 μm .


Figura 10d) superficies muy porosas semejantes a una esponja, formas irregulares unidas unas con otras, bordes en forma de pico y dimensiones que van desde 7,07 μm hasta 153,36 μm .

Observamos en la Figura 10 como las partículas aumentan de tamaño a medida que se adiciona el Li a diferentes concentraciones, también observamos como las formas varían considerablemente con respecto a las muestras sin calcinar ya que estas formas son de terminaciones puntiagudas y superficies planas, con diferencia a las muestras de alúmina dopadas con cerio, observamos la presencia de placas, probablemente debido a la formación de una fase diferente debido a la presencia de litio.

Difracción de rayos X

En la Figura 11 se muestran los resultados de DRX para la muestra de alúmina y las muestras dopadas con cerio y litio al 2%. Para la síntesis de Al_2O_3 se observa una fase estable después de un calentamiento de 1200°C por 4 horas, indicando que se obtuvo α - Al_2O_3 , que está representada por X en la figura. (Mirjalili et al., 2011) nos indica que la fase más estable de α -alúmina es producida a esta temperatura. Durante el tratamiento térmico, la fase estable α - Al_2O_3 se puede obtener a través de la siguiente serie de transformación de fase antes de la conversión a α - Al_2O_3 :



	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

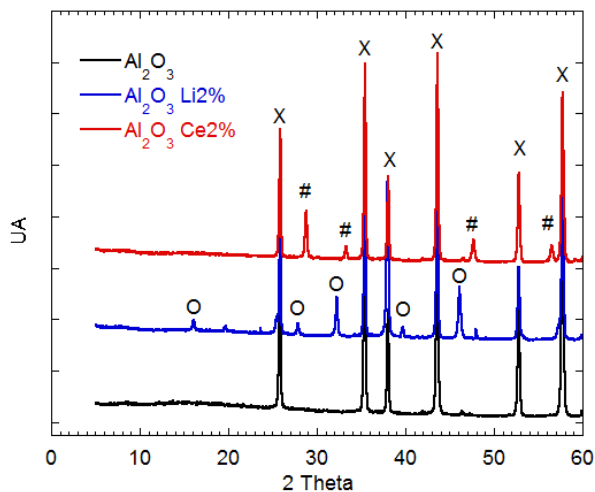



Figura 11. DRX Al₂O₃, Al₂O₃:Ce 2%, Al₂O₃:Li 2%

En el difractograma de Al₂O₃:Ce 2% se puede observar nuevamente la fase de α -Al₂O₃ y adicionalmente las fases cristalinas del CeO₂, picos indexados con O y, de donde se puede decir que al dopar la alúmina con Ce, se confirmó la presencia de cerianita, como ha sido reportado en otros estudios. (García et al., 2001).

En el difractograma de Al₂O₃:Li 2%, está presente la fase de α -Al₂O₃, y además se muestra que las posiciones de los principales picos de difracción son consistentes con una fase de LiAl₅O₈, picos indexados con O, otros investigadores han obtenido fases similares de aluminatos de litio, por ejemplo (Nascimento, Queiroz, & Mohallem, 2016) han obtenido la fase cristalina de γ -LiAlO₂ a 750°C, formándose a temperaturas más bajas. A temperatura 850°C, se obtiene fase pura γ -LiAlO₂ usando tres métodos de síntesis diferentes: proceso de citrato, proceso Pechini y el proceso con ayuda de PVA. A 950°C, se obtuvo γ -LiAlO₂ puro por método de coprecipitación y por método de citrato mediante sol-gel usando nitratos de Li y Al, ácido cítrico e hidróxido de amonio (NH₄OH). Otros autores prepararon γ -LiAlO₂, utilizando varias rutas de síntesis, donde se observaron presencia de materiales

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

calcinados a temperaturas superiores a 1000°C en LiAl₅O₈. (Cheng et al., 2005)(García et al., 2001)(Mirjalili et al., 2011)(Mu, Hu, Chen, Wang, & Ju, 2012)(Nascimento et al., 2016)(Wong-Ng et al., 2013)

De los difractogramas se puede concluir que se obtuvo satisfactoriamente la fase α -Al₂O₃, y que los materiales dopantes (Ce y Li) fueron incorporados satisfactoriamente en la alúmina, como se corroboró por la aparición de los picos de difracción característicos para sus fases.

Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)

A continuación, se muestran las gráficas de Al(OH)₃ dopada con su respectivo análisis.

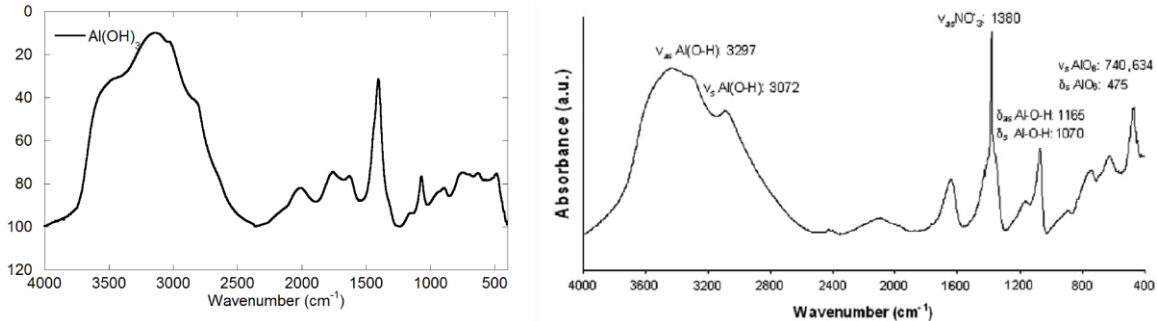



Figura 12. Espectro FTIR bohemita de este trabajo (izquierda) y literatura (derecha) (Bleta, Jaubert, Gressier, & Menu, 2011)

En la Figura 12 se muestra el espectro FTIR de Al(OH)₃ sintetizado en este trabajo comparado con un espectro de la literatura, ambos en modo de absorbancia, como podemos observar, el espectro de este trabajo coincide con el espectro de referencia, el

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

cual es bohemita. Los modos de vibración de la bohemita se encuentran en 3297, 3072, 1165, 1070 cm^{-1} , además las bandas 3409 cm^{-1} y 1630 cm^{-1} son los modos de vibración de estiramiento y flexión de agua adsorbida. De acuerdo con esto el gel de hidróxido de aluminio sintetizado corresponde a bohemita.

En la Figura 13 se muestra nuevamente el espectro FTIR del $\text{Al}(\text{OH})_3$ sintetizado en este trabajo, pero en modo transmisión, que es el que se usará en adelante para los demás espectros.

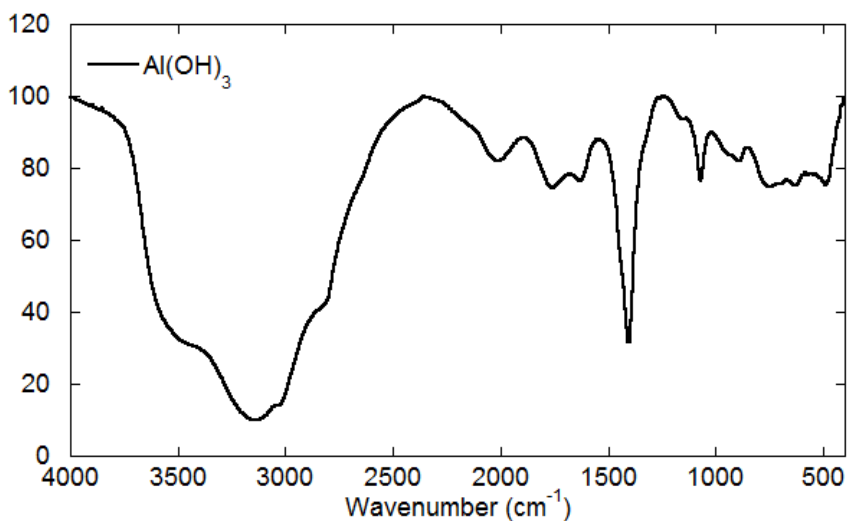



Figura 13. Espectro FTIR de $\text{Al}(\text{OH})_3$ de este trabajo en modo transmitancia

En la Figura 14 se presentan los espectros FTIR de $\text{Al}(\text{OH})_3$ dopado con Ce. Se observan bandas similares a las obtenidas para el hidróxido de aluminio (Figura 13) indicando que para estas muestras también se obtiene bohemita. Con la finalidad de hacer el análisis del efecto de la incorporación de Ce, en la Figura 15 se tiene un acercamiento a la región de 1350 a 2200 cm^{-1} , se aprecia que la banda presente en $\text{Al}(\text{OH})_3$ a 1380 cm^{-1} se divide en dos bandas en 1460 cm^{-1} y 1345 cm^{-1} después de la adición de cerio, este comportamiento

 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

ha sido previamente observado en la literatura y se debe a la interacción de los iones Ce^{+2} y nitrato (NO_3^-) con la bohemita.

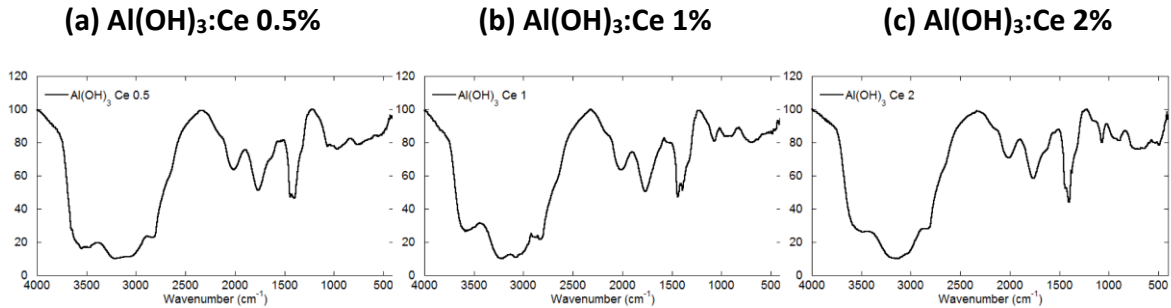


Figura 14. Espectro FTIR (a) $\text{Al(OH)}_3\text{:Ce}$ 0.5%; (b) $\text{Al(OH)}_3\text{:Ce}$ 1%; (c) $\text{Al(OH)}_3\text{:Ce}$ 2%

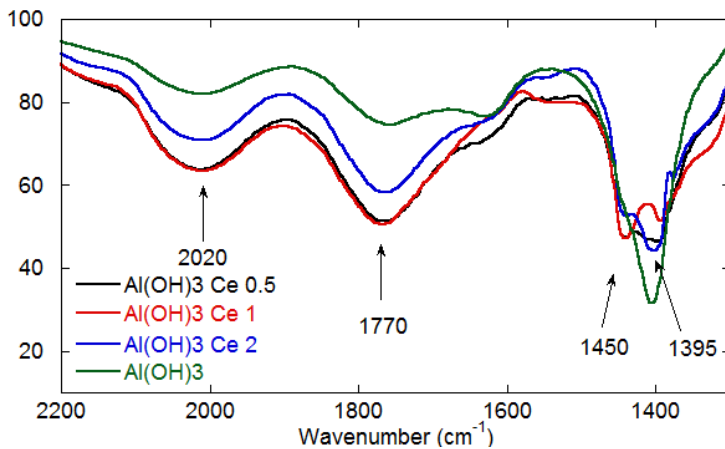



Figura 15. Espectro FTIR $\text{Al(OH)}_3\text{:Ce}$

En la se presenta los espectros FTIR de Al(OH)_3 modificada con litio, nuevamente las bandas son similares a las bandas características obtenidas para el hidróxido de aluminio sin modificar, indicando que la fase obtenida también es bohemita.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

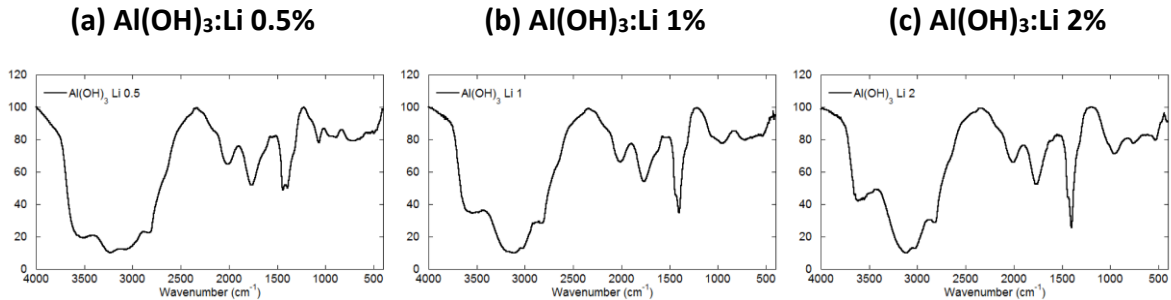


Figura 16. Espectro FTIR (a) $\text{Al(OH)}_3\text{:Li 0.5\%}$; (b) $\text{Al(OH)}_3\text{:Li 1\%}$; (c) $\text{Al(OH)}_3\text{:Li 2\%}$

Con el fin de evaluar el efecto de la adición de litio, en la Figura 17, se muestra el espectro de vibración de la muestra $\text{Al(OH)}_3\text{:Li}$ al 2%, debido a que es el porcentaje más representativo. El espectro muestra tres bandas a 957 cm^{-1} , 760 cm^{-1} y 532 cm^{-1} , las cuales son características del carbonato de Litio ($\text{Li(CO}_3)_2$). La banda 760 cm^{-1} también puede estar asociada con el hidróxido de Aluminio (Al(OH)_3), como ha sido mostrado en otros estudios (Ribeiro & Santina, 2001).

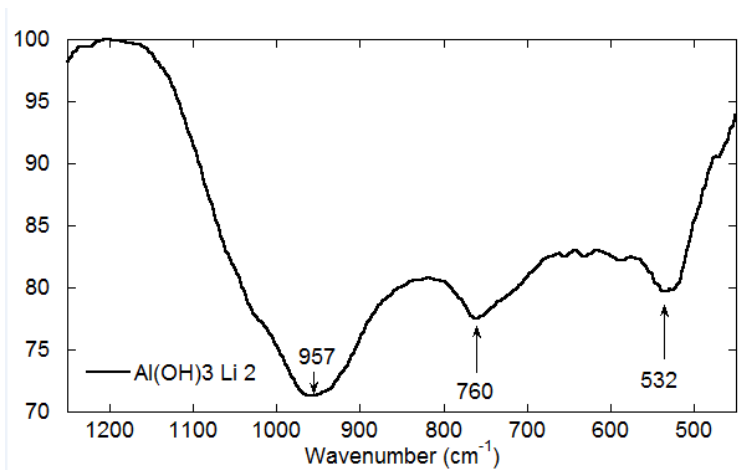



Figura 17. Espectro FTIR $\text{Al(OH)}_3\text{:Li}$

Tanto para los espectros de Al(OH)_3 sin dopar y dopada con Ce y Li se puede observar una banda amplia en la región de 3050 cm^{-1} a 1750 cm^{-1} asociada con la presencia de agua y su

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

interacción con amoníaco (NH_3). La banda presente en todos los espectros alrededor de 1450 cm^{-1} aproximadamente está asociada a la presencia de ión amonio (NH_4^+) (Max & Chapados, 2013).

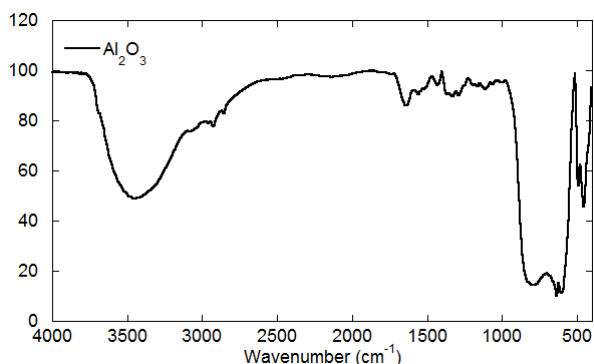



Figura 18. Espectro FTIR Al_2O_3

En la Figura 18 vemos el espectro de FTIR Al_2O_3 . En la Figura 18 se observa una banda amplia e intensa desde 3745 cm^{-1} hasta 2732 cm^{-1} y otra pequeña banda en 1635 cm^{-1} aproximadamente, características del agua presente en la muestra y que están asociadas al movimiento de tensión O-H y flexión H-O-H, respectivamente.

Las pequeñas bandas en la región de 1160 cm^{-1} corresponden con la banda de extensión de Al=O que pueden superponerse con la banda que corresponde a la flexión O-H de hidróxidos, (Perera et al., 2015) nos ratifica esta información.

Las bandas en 780 y 630 cm^{-1} están asociadas con las vibraciones de estiramiento Al-O (Li et al., 2013).

En la Figura 19 se muestran los espectros FTIR de Al_2O_3 dopada con Ce, se observan las mismas bandas características que para la alúmina sola.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

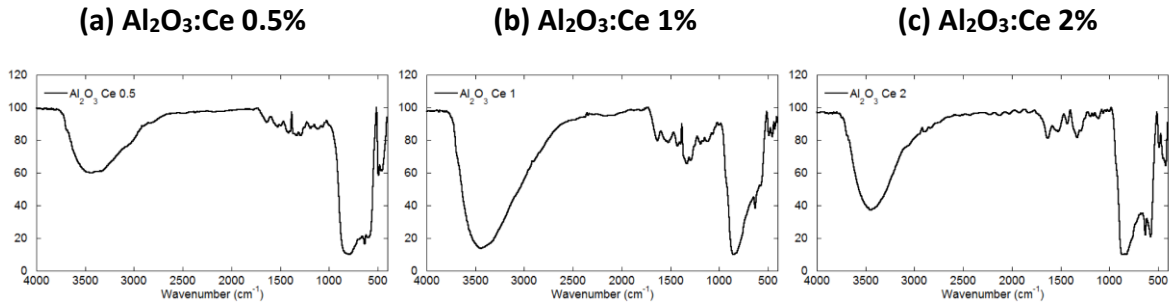


Figura 19. Espectro FTIR (a) Al₂O₃:Ce 0.5%; (b) Al₂O₃:Ce 1%; (c) Al₂O₃:Ce 2%

Con el fin de comparar las muestras, en la Figura 20 se observa una ampliación de la región del espectro FTIR para las muestras de alúmina dopadas con cerio, a pesar de que las bandas son similares, se encuentran diferencias en la región donde aparecen las bandas de Al-O (500-1000 cm⁻¹). Hay un desplazamiento de la banda de 780 cm⁻¹ a frecuencias mayores. Los grupos OH se estabilizan con Ce, posiblemente por eso se observan cambios en la banda de 3500 cm⁻¹ con la adición de cerio.(Vázquez et al., 1997)

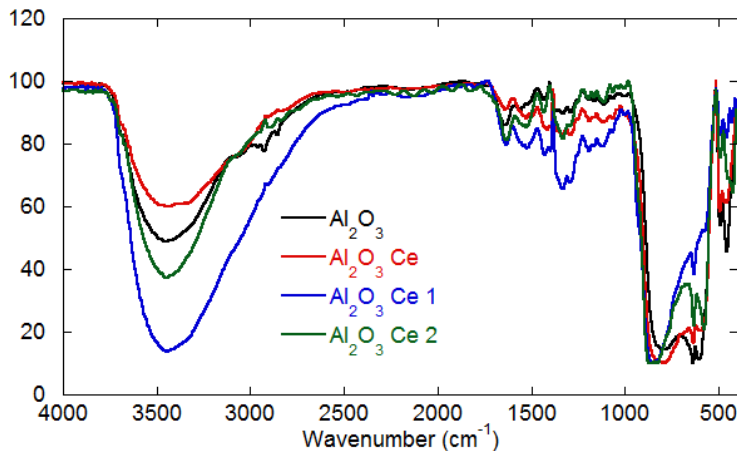



Figura 20. Espectro FTIR Al₂O₃:Ce

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

En la Figura 21 se observan los espectros FTIR de Al_2O_3 con Li, nuevamente las bandas son similares a las bandas obtenidas para la alúmina.

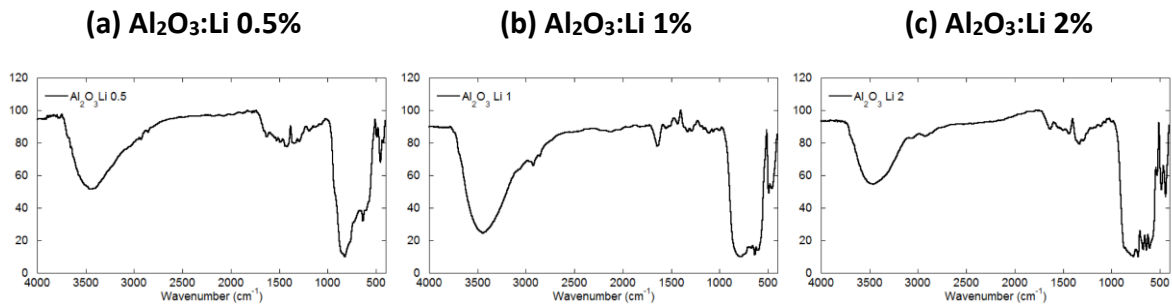


Figura 21. Espectro FTIR (a) Al_2O_3 :Li 0.5%; (b) Al_2O_3 :Li 1%; (c) Al_2O_3 :Li 2%

La Figura 22 muestra una ampliación a la muestra de alúmina con un 2% de litio, se observan las bandas características de las fases de $\gamma\text{-LiAlO}_2$ (670 cm^{-1} y 525 cm^{-1}) atribuidas a las vibraciones de la red $\text{AlO}_4\text{-LiO}_4$ e igualmente, muestra el estiramiento de los tetraedros AlO_4 y LiAl_5O_8 (725 cm^{-1} , 610 cm^{-1} , 480 cm^{-1} y 440 cm^{-1}) atribuidos por las vibraciones de Al-O y Li-O. (Ribeiro & Santina, 2001)

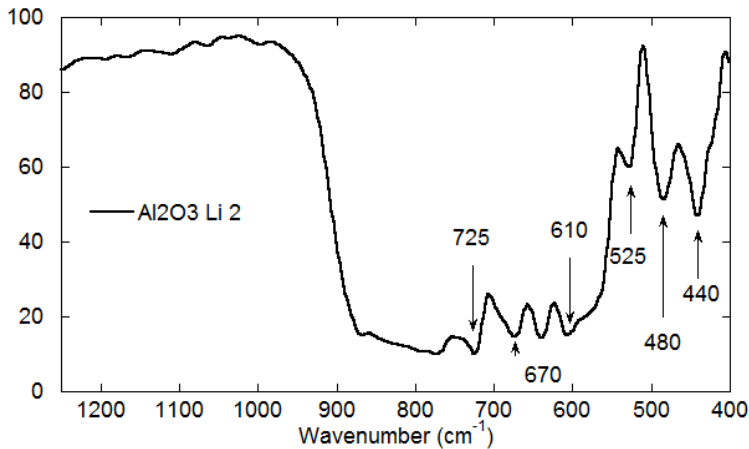



Figura 22. Espectro FTIR Al_2O_3 :Li

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01-22

Los resultados obtenidos de FTIR para las muestras de alúmina dopada con cerio y litio están de acuerdo con los resultados de DRX, donde se confirma la efectiva incorporación de estos en la matriz de Al_2O_3 .

Análisis Termogravimétrico (TGA)

En la Figura 23 se observan los termogramas de las muestras de $\text{Al}(\text{OH})_3$ con los dopantes Ce y Li al 2%. En la Figura 23, la línea sólida nos muestra la pérdida de peso de las muestras, mientras que la línea punteada es la derivada respecto a la temperatura, la cual nos indica las temperaturas en la que ocurren las pérdidas de peso.

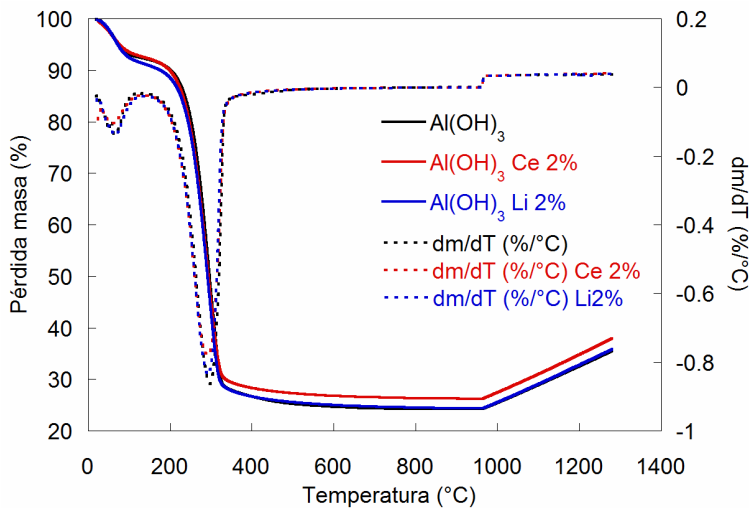




Figura 23. Termogramas TGA de $\text{Al}(\text{OH})_3$ y $\text{Al}(\text{OH})_3$ dopada

Se observa que los cambios en las tres muestras tienen el mismo proceso, primero se observa una pérdida de peso a una temperatura de aproximadamente 150°C , que está relacionada con la humedad en las muestras. A una temperatura de 320°C hay otra pérdida de masa relacionada con la remoción de agua durante la formación de la fase oxidada, y finalmente en 980°C se observa un aumento de peso, relacionado con la formación de la $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. (Di Prinzie & Ng Lee, 2008)

	<p style="text-align: center;">INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO</p>	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

También se observa que la $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}$ pierde menos peso a medida que aumenta la temperatura.

	<p style="text-align: center;">INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO</p>	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22


5. CONCLUSIONES, RECOMENDACIONES Y TRABAJO FUTURO

Mediante este trabajo, después de probar varias rutas y alternativas de síntesis, se obtuvo una ruta de síntesis Sol-Gel para hidróxido de aluminio tipo bohemita empleando cloruro de aluminio, amoníaco y agua. También se pudo sinterizar exitosamente hidróxidos de aluminio tipo bohemita dopados con cerio y litio empleando este mismo método. Para todas las síntesis, se encontró que la velocidad de dosificación del agua junto con el momento de adición del amoníaco, son parámetros importantes para controlar la formación del gel.

El espectro de FTIR permitió concluir que el $\text{Al}(\text{OH})_3$ sintetizado es tipo bohemita, el material obtenido está formado por partículas aglomeradas de morfología laminar, por TGA se encontró que el material pierde peso por eliminación de agua y sufre una oxidación para transformarse en alúmina.

Para las muestras de $\text{Al}(\text{OH})_3$ dopadas Ce y Li, por FTIR se encontró que también son tipo bohemita, y adicionalmente se confirmó la presencia de cerio y litio en estas por sus bandas características. Mediante SEM se encontró que la adición de Ce o Li, afecta tanto el tamaño de las partículas como su morfología, y por TGA se observó que el comportamiento térmico es muy similar al del hidróxido de aluminio sin dopar.


Por difracción de rayos X se encontró la presencia de la fase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ en todas las muestras sintetizadas después del tratamiento de calcinación, la fase más característica e importante en los materiales dosimétricos, igualmente se observó la presencia de una fase cerianita para las muestras modificadas con Ce y una fase aluminato de litio para las

	<p style="text-align: center;">INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO</p>	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

muestras modificadas con Li, corroborando la incorporación de los dopantes en la alúmina. Mediante FTIR se confirmó la obtención de alúmina en todas las muestras al igual que la presencia de los dopantes. Las imágenes SEM mostraron una disminución en el tamaño de partícula y también se obtuvo un cambio en la morfología después del tratamiento térmico para todas las muestras.

Se observó en las imágenes SEM que la concentración de dopante afecta la morfología y tamaño de las partículas de alúmina obtenidas, hay un aumento del tamaño de los aglomerados con el aumento de la concentración de dopante. Las muestras de alúmina dopadas con Ce al 2% presentan aglomeraciones de pequeñas partículas esféricas en su superficie, mientras que en las dopadas con Li 2% presentan partículas irregulares en forma de placas.

Para un trabajo futuro se recomienda realizar pruebas de dosimetría a los materiales preparados en este trabajo y con estos resultados proponer otras concentraciones de los dopantes, para de esta forma obtener un material adecuado para su uso en dosimetría.

	<p style="text-align: center;">INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO</p>	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

REFERENCIAS

(ICMA), I. de ciencia de M. de A. (2015). Difracción con Rayos X. *Instituto de Ciencia de Materiales de Aragón (ICMA)*.

Bleta, R., Jaubert, O., Gressier, M., & Menu, M. J. (2011). Rheological behaviour and spectroscopic investigations of cerium-modified AlO(OH) colloidal suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 363(2), 557–565. doi:10.1016/j.jcis.2011.08.008

Bloom, D., Evans, D. R., Holmstrom, S. A., Polf, J. C., McKeever, S. W. S., & Whitley, V. (2003). Characterization of Al₂O₃ single crystals grown by the laser-heated pedestal growth technique for potential use in radiation dosimetry. *Radiation Measurements*, 37(2), 141–149. doi:10.1016/s1350-4487(02)00186-5


Calafat, M. E. (2000). Materiales Biológicos Y Biomateriales. *Materiales Biológicos Y Biomateriales*, (figura 1), 113–125.

Cambridge University Press. (2013). *Climate Change 2013 - The Physical Science Basis. Journal of Chemical Information and Modeling* (Vol. 53). doi:10.1017/CBO9781107415324.004

Capel, F. (1987). MATERIALES BIOCERAMICOS Y BIOVIDRIOSo), 26, 13–19.

Carballo, L., & Galindo, H. (2001). Estudio de los Procesos Sol-gel para la Obtención de un Aglutinante Apropriado para el Peletizado de Alúmina. *Ingeniería E Investigación*, 48, 57–63.

Cheng, X., Qi, Z., Zhang, G., Zhou, H., Zhang, W., & Yin, M. (2005). Growth and characterization of Y₂O₃ thin films. *Science And Technology*, 46(100), 1–4.

	<p style="text-align: center;">INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO</p>	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

doi:10.1016/j.apcatb.2004.11.022

Cherry, R., Upton, A., Lodde, G., & Porter, S. (2010). Radiaciones ionizantes. *Enciclopedia de Salud Y Seguridad En El Trabajo*, 46. doi:NIPO 201-01-029-5

CSN. (2009). Tema 6: Detección Y Dosimetría De La Radiación, 19.

Di Prinzio, A., & Ng Lee, Y. (2008). Preparación Y Caracterización De Soportes Catalíticos Esféricos De Γ -Alúmina Preparation and Characterization of Catalytic Supports Γ -Alumina Granulate, 23, 47–54.

Díaz, E. (2012). *Radiaciones Ionizantes Y Protección Radiológica*. 62.43.237.121.

Gallego-Díaz, E. (2010). Las radiaciones ionizantes una realidad cotidiana, 10, 6–23.


García, A., Llusar, M., Calbo, J., Tena, M. A., Monrós, G., Hudson, K., ... Alarcón, J. (2001). Low-toxicity red ceramic pigments for porcelainised stoneware from lanthanide–cerianite solid solutions. *Green Chemistry*, 3(5), 238. doi:10.1039/b105830b

Ghosh, N. N., & Pramanik, P. (2001). Aqueous sol-gel synthesis of nanosized ceramic composite powders with metal-formate precursors. *Materials Science & Engineering, C: Biomimetic and Supramolecular Systems*, C16(1-2), 113–117. doi:10.1016/S0928-4931(01)00284-3

González Benito, F. J. (1997). Fundamentos de Caracterización de Materiales. *Universidad Carlos III de Madrid*.

Gutierrez, O. D., Osorio, E., Paucar, C. G., Cogollo, R., & Hadad, C. Z. (2009). Synthesis and characterization of thermoluminescent glass-ceramics Li₂O-Al₂O₃-SiO₂:CeO₂. *Journal of Luminescence*, 129, 836–839. doi:10.1016/j.jlumin.2009.03.006

Hong, D. G., Kim, M. J., Park, S. H., & Lee, J. I. (2011). Neutron detection efficiency of

	<p style="text-align: center;">INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO</p>	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Al₂O₃:C coated with various thicknesses of Li using OSL. *Radiation Measurements*, 46(12), 1701–1703. doi:10.1016/j.radmeas.2011.07.039

Li, W. L., Tian, S. B., Zhu, F., Li, W. L., Tian, S. B., & Zhu, F. (2013). Sulfonic acid functionalized nano- γ -Al₂O₃: a new, efficient, and reusable catalyst for synthesis of 3-substituted-2H-1,4-benzothiazines. *TheScientificWorldJournal*, 2013, 838374. doi:10.1155/2013/838374

Marcos Pascual, C. (2011). Los cristales, los minerales y los rayos X, 1–19.

Matsushima, L. C., Veneziani, G. R., Sakuraba, R. K., Cruz, J. C., & Campos, L. L. (2015). TL and OSL dose response of LiF: Mg,Ti and Al₂O₃: C dosimeters using a PMMA phantom for IMRT technique quality assurance. *Applied Radiation and Isotopes*, 100, 7–10. doi:10.1016/j.apradiso.2015.02.005


Max, J. J., & Chapados, C. (2013). Aqueous ammonia and ammonium chloride hydrates: Principal infrared spectra. *Journal of Molecular Structure*, 1046, 124–135. doi:10.1016/j.molstruc.2013.04.045

Mercado, H. (2007). La física de las radiaciones y la dosimetría. *Cinvestav*, 6.

Mikola, M., & Tanskanen, J. (2015). Preparation and coagulation performance of solid aluminium formate. *Journal of Water Process Engineering*, 5, 1–5. doi:10.1016/j.jwpe.2014.11.007

Mirjalili, F., Abdullah, L. C., Mohamad, H., Fakhru'l-Razi, A., Dayang Radiah, A. B., Aghababazadeh, R., ... Aghababazadeh, R. (2011). Process for Producing Nano-Alpha-Alumina Powder. *ISRN Nanotechnology*, 2011, 1–5. doi:10.5402/2011/692594

Mu, Z., Hu, Y., Chen, L., Wang, X., & Ju, G. (2012). Luminescence and energy transfer in phosphor LiAl₅O₈: Ce³⁺, Dy³⁺. *Radiation Measurements*, 47(6), 426–429.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

doi:10.1016/j.radmeas.2012.03.027

Nascimento, A. C., Queiroz, M. E., & Mohallem, N. D. S. (2016). Synthesis Of High Purity Y-lithium Aluminate By Freeze Drying. *Advanced Materials Letters*, 7(4), 267–270.

doi:10.5185/amlett.2016.6126

Osorio, A., Salcedo, J., & Cogollo, R. (2012). Pastillas sinterizadas de Al₂O₃ como dosímetros termoluminiscentes. *Ingeniería Y Ciencia - Ing.cienc.*, 8(15), 47–64.

Palacio Santos, L. A. (2004). Métodos de síntesis de nuevos materiales basados en metales de transición Synthesis methods of new transition metal materials. *Revista Facultad de Ingeniería*, 32, 51–61.

Perera, Y., Castruita de León, G., & Saucedo, E. (2015). Síntesis y Caracterización de Alúmina a vía Sol-Gel, (August).

Poole, C. P., & Owens, F. J. (2003). *Introducción a la nanotecnología*.

Prado, P. A., Hospitalario, C., & Navarra, D. (n.d.). Exposición a radiaciones ionizantes, 1–9.


Resolución No. 18 1434 Diciembre 5/2002, Pub. L. No. RESOLUCIÓN No. 18 1434 DE DICIEMBRE 5 DE 2002 (2002). MINISTERIO DE MINAS Y ENERGÍA.

Ribeiro, R., & Santana, N. (2001). PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PÓS CERÂMICOS DE ALUMINATOS DE LÍTIO, 24(6), 773–777.

Rivera, T. (2011). TERMOLUMINISCENCIA EN DOSIMETRÍA MÉDICA, 164–176.

Rocha, F. D. G., Oliveira, M. L., & Caldas, L. V. E. (2003). Thin sintered Al₂O₃ pellets as thermoluminescent dosimeters for the therapeutic dose range. *Applied Radiation and Isotopes*, 58(6), 719–722. doi:10.1016/S0969-8043(03)00117-9

Saharin, N. S., Wagiran, H., & Tamuri, A. R. (2014). Thermoluminescence (TL) properties of

 Institución Universitaria	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

Al₂O₃:C, Mg exposed to cobalt-60 gamma radiation doses. *Radiation Measurements*, 70, 11–14. doi:10.1016/j.radmeas.2014.08.012

Saiz, J. S., Vargas, G. C., & Moreno, J. C. (2011). Obtención de pseudoboehmita mediante el método de sol-gel empleando dos catalizadores diferentes Pseudoboehmite obtention via sol-gel with two different catalyst, 35–44.

Salah, N., Khan, Z. H., & Habib, S. S. (2011). Nanoparticles of Al₂O₃:Cr as a sensitive thermoluminescent material for high exposures of gamma rays irradiations. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 269(4), 401–404. doi:10.1016/j.nimb.2010.12.054

Santiago, M., de Barros, V. S., Khoury, H. J., Molina, P., & Elihimas, D. R. (2012). Radioluminescence of rare-earth doped aluminum oxide. *Applied Radiation and Isotopes: Including Data, Instrumentation and Methods for Use in Agriculture, Industry and Medicine*, 71 Suppl, 15–7. doi:10.1016/j.apradiso.2012.02.009


Seguridad Radiológica. (2012).

Serrano Martínez, J. L. S. (2009). Instrumentación y métodos de análisis químico.

Sociedad Española de Protección Radiológica. (2015). Aplicaciones médicas General.

Vázquez, A., Lopez, T., Gomez, R., Bokhimi, Morales, A., & Novaro, O. (1997). X-ray diffraction, FTIR, and NMR characterization of sol-gel alumina doped with lanthanum and cerium. *Journal of Solid State Chemistry*, 128(2), 161–168. doi:10.1006/jssc.1996.7135

Villegas, P., Taylor, V., & Arango, S. (2015). Artículo Regular CARACTERIZACIÓN BIOLÓGICA Y MECÁNICA DE α - ALÚMINA NANO Y MICROMÉTRICA COMO MATERIAL POTENCIAL PARA RECONSTRUCCIÓN DE TEJIDO ÓSEO BIOLOGICAL AND MECHANICS


	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

CHARACTERIZATION OF MICROMETRIC AND NANOMETRIC α -ALUMINA LIKE POTENTIAL MATERIAL , 35(1), 15–26.

Wong-Ng, W., McMurdie, H. F., Paretzkin, B., Zhang, Y., Davis, K. L., Hubbard, C. R., ... Stewart, J. M. (2013). Standard X-Ray Diffraction Powder Patterns of Sixteen Ceramic Phases. *Powder Diffraction*, 2(03), 191–202. doi:10.1017/S0885715600012690

Yanagida, T., Fujimoto, Y., Watanabe, K., & Fukuda, K. (2014). Dosimeter properties of Ce and Eu doped LiCaAlF₆. *Radiation Measurements*, 71, 148–152. doi:10.1016/j.radmeas.2014.02.021

Zanella, R. (2012). Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño. *Www.Mundonano.Unam.Mx*, 5(1), 69–81.

	INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	03
		Fecha	2015-01- 22

FIRMA ESTUDIANTES _____

FIRMA ASESOR _____ FECHA ENTREGA: _____
--

FIRMA COMITÉ TRABAJO DE GRADO DE LA FACULTAD _____ RECHAZADO__ ACEPTADO____ ACEPTADO CON MODIFICACIONES_____ <div style="text-align: right;"> ACTA NO. _____ FECHA ENTREGA: _____ </div>

FIRMA CONSEJO DE FACULTAD _____ <div style="text-align: right;"> ACTA NO. _____ FECHA ENTREGA: _____ </div>
