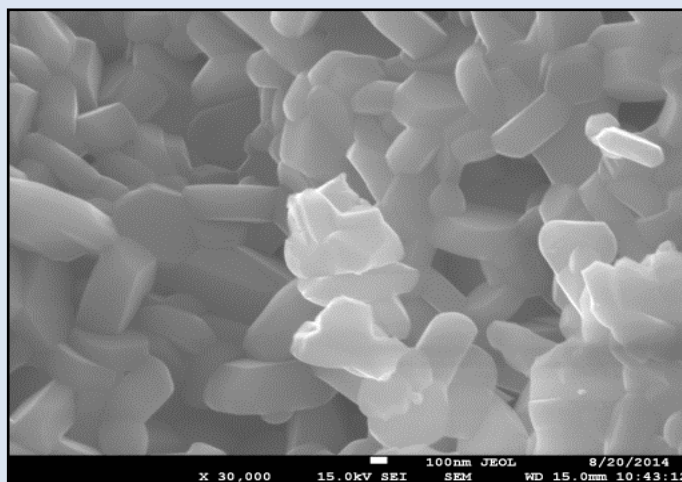


## SÍNTESIS DE POLVOS CERÁMICOS DE HEXAFERRITA DE ESTRONCIO POR LOS MÉTODOS PECHINI Y COMBUSTIÓN

Norleth. J. Solarte<sup>1</sup>, Alfonso E. Ramírez<sup>2</sup>, Claudia F. Villaquirán R<sup>1</sup>, L. Tirado-Mejía.<sup>3</sup>, S. Gaona J<sup>1\*</sup>

1: Grupo de Ciencia y Tecnología de Materiales Cerámicos CYTEMAC, Departamento de Física, Universidad del Cauca. Popayán, Colombia. 2: Grupo Catálisis, Departamento de Química, Universidad del Cauca. Popayán, Colombia 3: Grupo de Optoelectrónica, Instituto Interdisciplinario de las Ciencias, Universidad del Quindío. Armenia, Colombia.

\*e-mail: sgaona@unicauca.edu.co



## RESUMEN

En este trabajo se presenta el proceso de obtención de polvos cerámicos de hexaferrita de estroncio,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ , por los métodos de síntesis Pechini y Combustión, variando parámetros como precursores de hierro, pH de solución y tratamiento térmico. La caracterización estructural de las muestras obtenidas se hizo mediante difracción de rayos X (DRX), que permitió asegurar la presencia de  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  como fase única, y la caracterización morfológica se realizó con la técnica de microscopía electrónica (barrido y transmisión), determinando una estructura hexagonal y rango de tamaño de 200 a 300 nm.

*Palabras Claves:* Pechini, Combustión, Hexaferrita de Estroncio

## SYNTHESIS OF STRONTIUM HEXAFERRITE POWDERS BY PECHINI AND COMBUSTION TECHNIQUES

## ABSTRACT

In this work is reported the process of obtaining ceramic powders of strontium hexaferrite,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  by the methods of synthesis, Pechini and combustion, varying parameters such as iron precursors, pH of solution and heat treatment. X-ray diffraction and scanning electron microscopy techniques were applied to evaluate the microstructure, composition and crystallite size of the  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  samples, determining hexagonal structure size in the range of 200 to 300nm.

*Keywords:* Pechini, Combustion, Strontium Hexaferrite

## 1. INTRODUCCIÓN

La hexaferrita de estroncio (SF<sub>6</sub>) es la base de muchas ferritas magnéticas duras, junto con la hexaferrita de bario (BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) y la ferrita de plomo (PbFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>). Las ferritas hexagonales son materiales de baja densidad y tienen un alto campo coercitivo; las buenas propiedades magnéticas de estos materiales se atribuyen a su gran anisotropía magneto cristalina, lo que permite su aplicación en diversos campos científicos y tecnológicos [1].

En la actualidad se utilizan diferentes rutas químicas para la síntesis de materiales cerámicos, tales como los métodos Pechini, precipitación controlada, combustión, mecanoquímica, y sol-gel. Los métodos químicos asociados a la ruta húmeda de preparación de sólidos parece ser una buena alternativa para obtener partículas finamente divididas [2,3], con estas técnicas es posible superar desventajas de la vía cerámica convencional. En este documento se reportan los resultados de la investigación alrededor de la obtención de polvos cerámicos de hexaferrita de estroncio, SF<sub>6</sub>, haciendo uso de dos métodos químicos de síntesis: Pechini y Combustión

El método de síntesis Pechini está basado en la formación de complejos metálicos a partir de disoluciones concentradas de ácidos orgánicos polifuncionales y sales u óxidos de los cationes necesarios para la formación de óxidos mixtos; requiere la formación de una resina polimérica a través de la poliesterificación de un quelato metálico, partiendo de ácidos  $\alpha$ -hidrocarboxílicos como el ácido cítrico y alcoholes polihidroxiílicos como el etilenglicol. El proceso consiste en la adición de las sales de los cationes deseados, en la proporción estequiométrica deseada, sobre una solución viscosa de ácido cítrico y etilenglicol, en una relación molar 1:4 respectivamente. Posteriormente se mezclan en agitación continua, obteniéndose una disolución líquida transparente. Si en el sistema se encuentran presentes cationes, es posible que se formen quelatos polibásicos, que por calentamiento experimentan polimerización dando origen a una resina viscosa. La descomposición de esta resina, comúnmente amorfa, se realiza por calcinación a temperaturas inferiores a 450 °C. Este proceso permite distribuir adecuadamente los precursores en el sistema garantizando la estequiometría del mismo. La estabilidad térmica del complejo ácido cítrico-metal hace que el catión metálico permanezca en la red polimérica [4].

El método de combustión es un proceso muy simple a base de una reacción química rápida y exotérmica para formar el producto deseado. La característica principal de este proceso es que el calor requerido para conducir la reacción es aportado por ella misma y no por una fuente externa. En las reacciones de combustión los precursores utilizados son normalmente nitratos o carbonatos metálicos como fuentes de cationes y el combustible como agente reductor (urea, ácido cítrico, glicina).

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

Teniendo en cuenta los métodos de síntesis y con el objetivo de conocer la incidencia del precursor de hierro en cada uno de los métodos, se usaron dos precursores de hierro. Los precursores utilizados fueron: carbonato de estroncio SrCO<sub>3</sub>(Aldrich, 99,9%), nitrato de hierro nona-hidratado Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>\*9H<sub>2</sub>O (Emsure, 99%) y oxalato de hierro di-hidratado FeC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>\*2H<sub>2</sub>O (Alfa Aesar, 95%), además, por requerimientos específicos de los métodos y reactivos, se utilizó etilenglicol C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub> (Fisher Scientific, 99,8%), ácido Cítrico C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> (Carlo Erba 99,5%) hidróxido de amonio NH<sub>4</sub>OH (Mallinckrodt, 30%) y ácido nítrico HNO<sub>3</sub> (Carlo Erba, 65%).

Ya que el pH es uno de los parámetros de síntesis a analizar, se hizo una variante a los métodos que consistió en implementar el proceso de control de pH seguido en el método precipitación controlada [5], lo que permite encontrar los pH de interés (equivalencia -pH<sub>e</sub>- y saturación -pH<sub>s</sub>-) que han mostrado tener incidencia tanto sobre la morfología y tamaño de partícula, como sobre la obtención del material con fase única [6,7]. Este control de pH consiste en someter a la solución a un proceso de valoración potenciométrica, añadiendo hidróxido de amonio (NH<sub>4</sub>OH) a la solución de precursores y monitoreando el respectivo cambio de pH. Con los datos de pH contra volumen de hidróxido de amonio adicionado se construye la “curva de valoración potenciométrica” a partir de la cual se obtienen los pH para cada método y precursor de hierro utilizado.

Con el fin de utilizar una metodología práctica que posibilitara analizar los tres parámetros de interés (pH de solución, precursor de hierro y tratamiento térmico) con el menor número de muestras posibles, inicialmente se eligió un tratamiento térmico de acuerdo con lo reportado en la literatura [8-11] y se variaron los otros dos parámetros. Obtenida la SF<sub>6</sub>

como fase única, se procedió a investigar la incidencia del tratamiento térmico manteniendo el precursor de hierro y los valores de pH que arrojaron los mejores resultados.

## 2.1 Hexaferrita de Estroncio (SF6) por el Método de Combustión.

### 2.1.1 A partir de nitrato de hierro.

El proceso inicia con los cálculos pertinentes para saber la cantidad de combustible a usar [12], que para el caso de esta investigación es ácido cítrico, esto se hace siguiendo las ecuaciones 1.1 y 1.2.

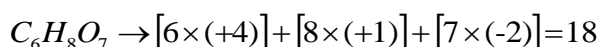
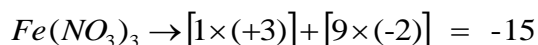
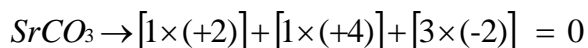
$$\sum(\text{coef. elem. reductores} \times \text{valencia}) + \sum(\text{coef. elem. oxidantes} \times \text{valencia}) = 0 \quad (1.1)$$

El término *coef. elem. reductores* hace referencia a los coeficientes estequiométricos del combustible orgánico utilizado, mientras que el término *coef. elem. oxidantes* hace referencia a los coeficientes estequiométricos de las sales precursoras. Para que la reacción sea estequiométrica la razón entre los reactivos nitrados y el combustible debe ser igual a uno, es decir:

$$\frac{|\text{cantidad de nitratos}|}{|\text{cantidad de combustible}|} = 1 \quad (1.2)$$

Para calcular la cantidad de combustible requerida, se multiplica la cantidad estequiométrica del catión metálico en la hexaferrita, por la valencia de su reactivo precursor (ej, estequiometría del Sr veces valencia del SrCO<sub>3</sub>) y se divide por “x veces” la valencia del combustible a utilizar.

Para este método de síntesis la valencia del nitrógeno siempre se cuenta como 0; el estroncio tiene valencia 2, el carbón tiene valencia 4, el hierro valencia 3, el oxígeno valencia -2 y el hidrógeno valencia 1, entonces:



Usando el método combustión, para la hexaferrita de estroncio, SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>, se requiere de 1 mol de precursor de Sr (1 x 0), de 12 moles del precursor de Fe (12 x -15) y de x moles de ácido cítrico (AC) (18

x x), que, de acuerdo con la ecuación (1.2) da:

$$1 = \frac{[1 \times (0)] + [12 \times (-15)]}{|18x|} = \frac{-180}{|18x|} \rightarrow x = \frac{180}{18} = 10$$

Ya que x es el número de moles, del cálculo anterior se tiene que se requieren 10 moles de ácido cítrico para obtener 1 mol de hexaferrita de estroncio y 1,99 g de AC, para obtener 1 g de SF6.

Para la obtención de 1 g de SF6, el proceso inició con la disolución de las sales de nitrato de hierro (4,59 g) y carbonato de estroncio (0,14 g) en 50ml de agua destilada, cada uno por separado, en constante agitación. Cuando se tiene la completa disolución de cada precursor se procede a mezclarlos. El AC se disolvió en agua destilada y posteriormente la mezcla nitrato de hierro + carbonato de estroncio se adicionó al AC disuelto en constante agitación, hasta obtener una mezcla homogénea. De acuerdo con la valoración potenciométrica se obtuvieron los pH de interés, pH<sub>s</sub>=9,8 y pH<sub>e</sub>=6,97.

### 2.1.2 A partir de oxalato de hierro.

El método de combustión requiere del uso de materiales altamente oxidantes. El oxalato de hierro es un compuesto reductor, se desea conocer su efecto en la obtención del SF6 por este método.

De acuerdo con las ecuaciones 1.1 y 1.2 y siguiendo el mismo procedimiento descrito en el apartado anterior, se tiene que para la obtención de un gramo de SF6 con oxalato de hierro (2,04 g), se requiere de 0,26 g de AC.

El proceso de síntesis con oxalato de hierro fue similar al seguido con nitrato de hierro, la diferencia radicó en que para obtener una aceptable disolución del oxalato de hierro fue necesario disolverlo en 50 ml de agua destilada adicionando 0,8 ml de ácido nítrico (el ácido nítrico sólo se usó como disolvente, y es eliminado con el tratamiento térmico, por lo que no se tiene en cuenta en los cálculos para la obtención del material deseado) y se dejó en agitación durante dos horas hasta conseguir una buena suspensión de la sal de hierro, ya que el oxalato de hierro no presentó una disolución total en la solución agua destilada + ácido nítrico. Los pH encontrados por valoración potenciométrica fueron pH<sub>s</sub>=10,0 y pH<sub>e</sub>=7,8.

## 2.2 Hexaferrita de Estroncio (SF6) por el Método Pechini.

### 2.2.1 A partir de nitrato de hierro.

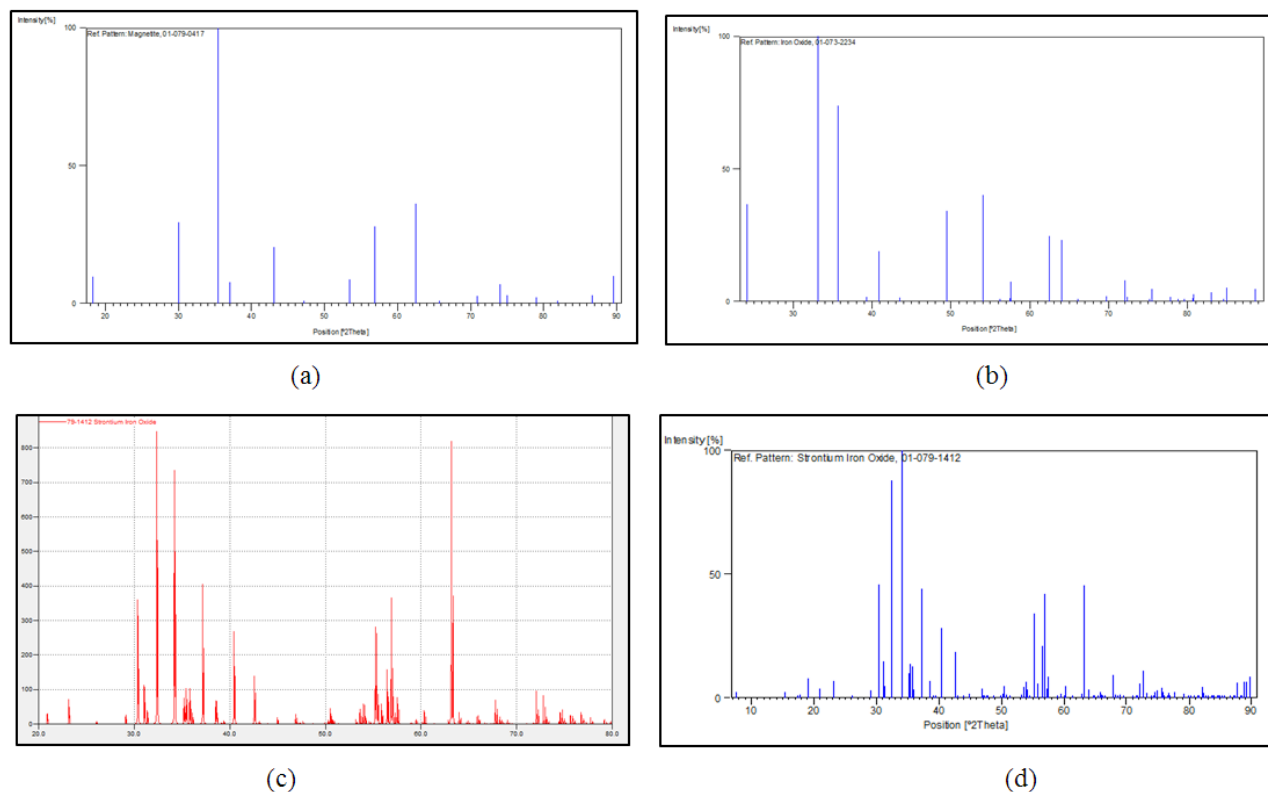
El método Pechini inicia con la obtención de una solución traslúcida en proporción 1:4 molar (ácido cítrico: etilenglicol), lo que da para la obtención de 1 g de compuesto, 4,4 g de ácido cítrico ( $C_6H_8O_7$ ) y 5,6 g de etilenglicol ( $C_2H_4(OH)_2$ ). El etilenglicol se lleva a una plancha a 70 °C en permanente agitación. Cuando inicia su evaporación se adiciona el ácido cítrico hasta conseguir una solución homogénea y traslúcida; la solución se mantiene en plancha a 70° C por 20 minutos, después de los cuales se deja enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente. Los precursores nitrato de hierro (4,59 g) y carbonato de estroncio (0,14 g) fueron disueltos en agua y luego mezclados, adicionando dicha mezcla a la solución de ácido cítrico + etilenglicol, todo este proceso en agitación constante. Nuevamente, los pH de interés se obtuvieron a partir de la respectiva curva de valoración potenciométrica, encontrándose  $pH_s=9,8$  y  $pH_e=5$ .

### 2.2.2 A partir de oxalato de hierro.

Similar a lo que ocurrió en el método de combustión, la diferencia entre los dos precursores de hierro en la implementación del método pechini está en el proceso de disolución del oxalato de hierro, que requirió de 50 ml de agua destilada y 0,8 ml de ácido nítrico. A partir de la curva de valoración potenciométrica se identificaron tres pH de interés: uno de saturación y dos de equivalencia:  $pH_s=10$ ;  $pH_{e1} = 6,5$  y  $pH_{e2}=5$ .

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

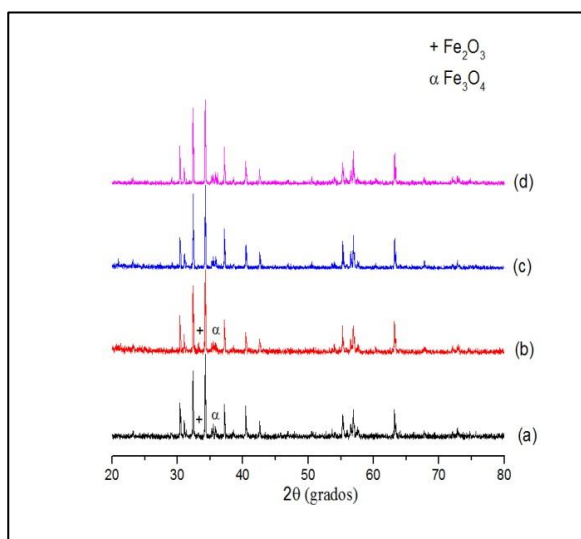
A las muestras obtenidas se las caracterizó estructuralmente mediante difracción de rayos X, con un difractómetro D8 Advance Bruker AXS, con  $CuK\alpha$  (1,549nm); los difractogramas patrón a partir de los cuales se hicieron los diferentes análisis se observan en las figuras 3.1(a-d) y corresponden a los PDF, del X'PertHighScore: Strontium Iron Oxide 01-079-1412, Iron Oxide, Magnetite 01-079-0417, Iron Oxide, Maghemite 01-073-2234, Iron Oxide, Wustite 01-074-1880 y del Cristallographica Search-Match: Strontium Iron Oxide 79-1412.



**Figura 3.1.** Patrones de difracción utilizados para el análisis de los resultados de difracción de rayos X: (a) Magnetita ( $Fe_3O_4$ ), (b) Maghemita ( $Fe_2O_3$ ), (c) Hexaferrita de estroncio ( $SrFe_{12}O_{19}$ ) cristalización 2, (d) Hexaferrita de estroncio ( $SrFe_{12}O_{19}$ ) cristalización 1.

En la figura 3.2 se exhiben los difractogramas de las muestras que presentaron mejores resultados en el proceso de obtención de la hexaferrita de estroncio. Como se observa, en los difractogramas 3.2a y 3.2b se presenta la SF6 en fase mayoritaria coexistiendo con trazos de óxidos de hierro (magnetita,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , y maghemita,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Por otro lado, los difractogramas presentados en 3.2c y 3.2d corresponden al de la hexaferrita de estroncio pura (figura 3.1e), es decir, el método Pechini a pH=5 da como resultado muestras puras para los dos precursores de hierro utilizados.

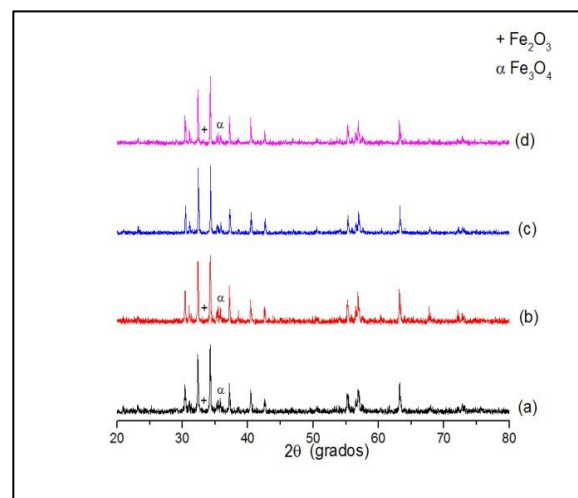
Obtenida ya la SF6, se deseaba conocer el comportamiento de las muestras respecto al tratamiento térmico. Para ello las muestras fueron sometidas a 800 °C, 900 °C y 1000 °C con un tiempo de calcinación de 2 horas para cada temperatura. Los respectivos difractogramas se presentan en las figuras 3.3-3.6.



**Figura 3.2.** Difractogramas DRX de las muestras que mostraron un mejor comportamiento en la formación de la SF6 a 1100°C: (a) Método combustión con nitrato de hierro, pH=6,97;(b) Método combustión con oxalato de hierro, pH=7,8;(c) Método Pechini con nitrato de hierro, pH=5;(d) Método Pechini con oxalato de hierro, pH=5.

En la figura 3.3 se presentan los difractogramas de rayos X para muestras obtenidas por el método de combustión con un pH=6,97 y nitrato de hierro. Para este método se presentó un resultado inesperado, ya que lo que se pretendía era ver la evolución de las fases espurias con la temperatura, más no la obtención de fase pura, debido a que cuando la muestra fue tratada a 1100 °C no se obtuvo la SF6

pura (Figura 3.2a), no obstante, tal como se observa en la figura 3.2c, a 1000 °C si se obtiene. De acuerdo con la evolución de las fases espurias (óxidos de hierro), podría inferirse que a 1000 °C todo el hierro presente está en un estado de oxidación de  $\text{Fe}^{+3}$ , dando solo posibilidad a la formación de SF6; a una temperatura mayor (1100 °C) nuevamente hay trazos de hierro en estado de oxidación  $\text{Fe}^{+2}$  que dan origen a óxidos de hierro.



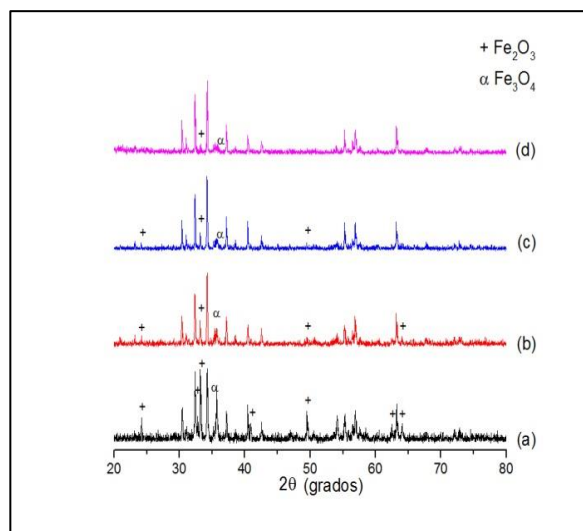
**Figura 3.3.** Método de Combustión, Nitrato de hierro, pH=6,97 a diferentes temperaturas:(a)800°C;(b)900°C;(c)1000°C;(d)1100°C.

Debido a los interesantes resultados obtenidos con nitrato de hierro, se decidió hacer el seguimiento a muestras obtenidas con oxalato de hierro, bajo el pH de solución que dio los mejores resultados. En la figura 3.4 se presentan los difractogramas obtenidos de la muestras sintetizadas por el método de combustión con oxalato de hierro y pH=7,8.

En la figura 3.4a, a pesar de la relevante coexistencia de las fases espurias se evidencia que a 800 °C hay formación de la SF6. A partir de 900 °C se observa una progresiva disminución de las fases espurias mas no se llega a su completa eliminación para ninguna de las temperaturas analizadas, lo que puede deberse a la existencia de hierro en estado de oxidación  $\text{Fe}^{+2}$  que propicia la formación de magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).

A seguir se presentan los resultados obtenidos mediante la caracterización estructural de las muestras sintetizadas por el método Pechini con nitrato de hierro y pH=5, tratada a diferentes temperaturas. Se observa que a 800 °C (figura 3.5a) se presenta la SF6 como fase mayoritaria y trazos de

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (maghemita) y Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (magnetita). Para 900 °C (figura 3.5b) hay disminución de la Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, resultado coherente con el obtenido en los difractogramas reportados en la figura 3.4: en la hexaferrita de estroncio el hierro tiene un estado de oxidación de Fe<sup>+3</sup> (Sr<sup>+2</sup>Fe<sub>12</sub><sup>+3</sup>O<sub>19</sub><sup>-2</sup>); en la magnetita el hierro tiene dos estados de oxidación (Fe<sup>+2</sup>Fe<sub>2</sub><sup>+3</sup>O<sub>4</sub>), por lo que es esperado que en el proceso de formación de la SF6 haya una disminución de este óxido de hierro.

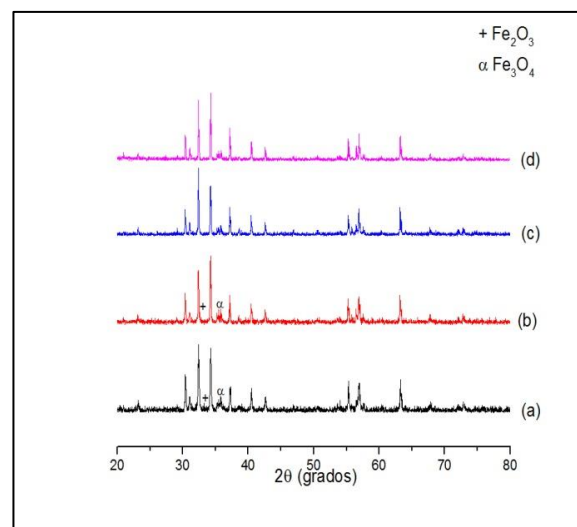


**Figura 3.4.** DRX, Método Combustión, precursor oxalato de hierro, pH=7,8 a diferentes temperaturas: (a) 800°C; (b) 900°C; (c) 1000°C; (d) 1100°C.

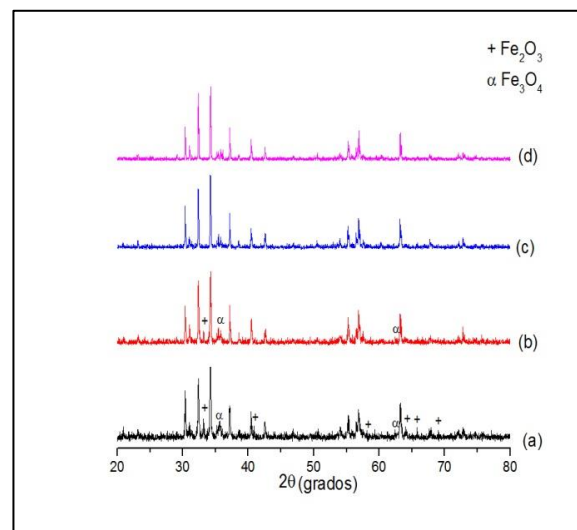
Finalmente, a 1000 °C se obtiene la fase pura, que se mantiene a 1100 °C, pero hay una diferencia estructural, ya que a 1000 °C (figura 3.5c) la hexaferrita cristalizó de una forma diferente, esto se evidenció en los picos más significativos del patrón de difracción de la SF6 ya que sus intensidades aparecen invertidas (ver figura 3.1c), respecto al patrón de referencia usual (ver figura 3.1d). Esta diferencia de cristalización se presenta muy posiblemente debido a alguna variación local en la relación molar de Fe<sup>+3</sup>/Sr<sup>+2</sup> y el método de síntesis [8,11], que puede estar propiciando deformaciones en los sitios intersticiales tetraédricos, octaédricos y trigonal bipyramidal propios de las ferritas tipo M, lo que hace que varíe el factor de empaquetamiento y de esta manera se presenten leves variaciones en la estructura [13].

En la figura 3.6 se presentan los resultados obtenidos por el Método Pechini con oxalato de hierro y pH=5, a diferentes temperaturas. Como se describió

anteriormente, con este precursor de hierro no se obtuvo la solución translúcida que requiere el método Pechini y esta es la explicación más confiable en la aparición de mayores trazas de óxidos de hierro a 800 °C respecto a lo obtenido cuando se usó nitrato de hierro como precursor. No obstante la fase pura fue obtenida a 1000 °C y mantenida a 1100 °C con el mismo tipo de cristalización, lo que corrobora el buen funcionamiento del método pechini en cuanto a la obtención de muestras con la estequiometría deseada.

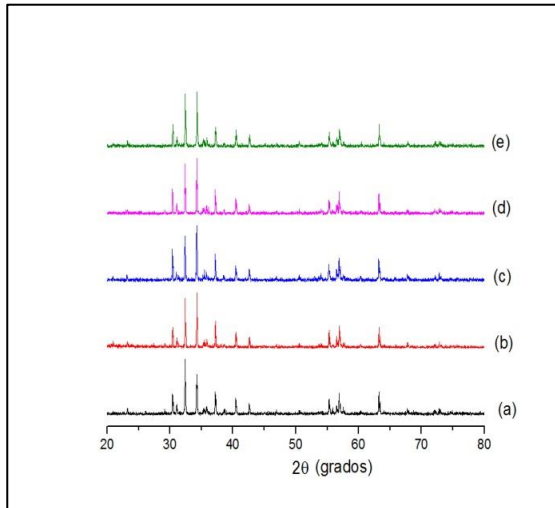


**Figura 3.5.** DRX, Método Pechini, precursor Nitrato de hierro, pH=5 a diferentes temperaturas: (a) 800 °C; (b) 900 °C; (c) 1000 °C; (d) 1100 °C.



**Figura 3.6.** DRX, Método Pechini, precursor oxalato de hierro, pH=5 a diferentes temperaturas:(a) 800 °C;(b) 900 °C;(c) 1000 °C; (d) 1100°C.

Para fines de comparación, en la figura 3.7 se presentan los difractogramas de las muestras correspondientes a la fase pura de SF6, obtenidas con el método Pechini y Combustión.



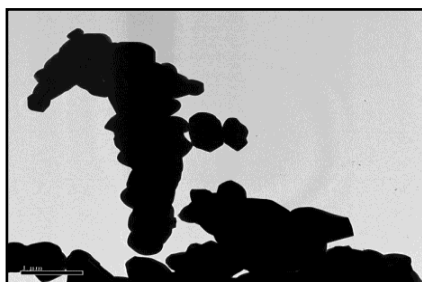
**Figura 3.7.** Mejores muestras: obtenidas por el Método Pechini, pH =5: (a) con nitrato de hierro a 1000 °C;(b) con oxalato de hierro a 1000 °C; (c) con nitrato de hierro a 1100 °C;(d) con oxalato de hierro a 1100 °C; Obtenida por el Método de Combustión, pH=6,97; (e) con nitrato de hierro a 1000°C.

De acuerdo con el objetivo de la investigación, se concluye que los dos precursores de hierro dan el resultado esperado (es decir, la hexaferrita de estroncio pura), además, ambos métodos de síntesis son eficientes dependiendo de las condiciones de síntesis, tal como se resume en la tabla 3.1.

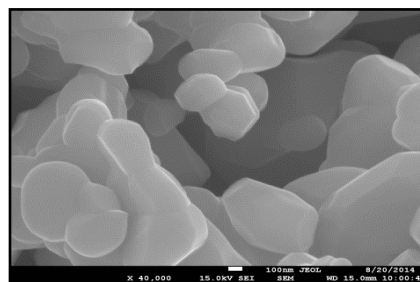
Con el fin de determinar la morfología y el rango de tamaño de partícula, se sometieron las muestras a caracterización morfológica haciendo uso de un microscopio electrónico de transmisión JEOL MODELO 1011 y un microscopio electrónico de barrido JSM7001-F JEOL. Como se observa en las diferentes micrografías, la morfología es hexagonal y, de acuerdo con la escala reportada en la micrografía (MET: figura 3.8a, escala 1 µm; figura 3.9a, escala 0.2 µm) el tamaño de partícula está en el rango de 200-300 nm. No se presentan diferencias significativas entre las diferentes muestras analizadas, no obstante si se podría afirmar que el método combustión permite obtener polvos con cierta uniformidad en la morfología de partícula (figura 3.10b), lo que no es tan evidente para las muestras obtenidas por Pechini (figura 3.8b y 3.9b).

**Tabla 3.1.** Resumen del proceso de obtención de hexaferrita de estroncio.

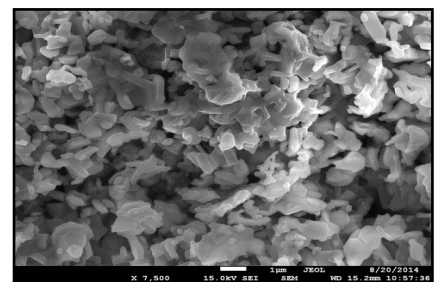
	Método	Precursor de hierro	pH	Tratamiento térmico (2 h)
1	Combustión	Nitrato de hierro	6,97	1000 °C
2	Pechini	Nitrato de hierro	5	1000 °C
3	Pechini	Oxalato de hierro	5	1000 °C
4	Pechini	Nitrato de hierro	5	1100 °C
5	Pechini	Oxalato de hierro	5	1100 °C



(a)

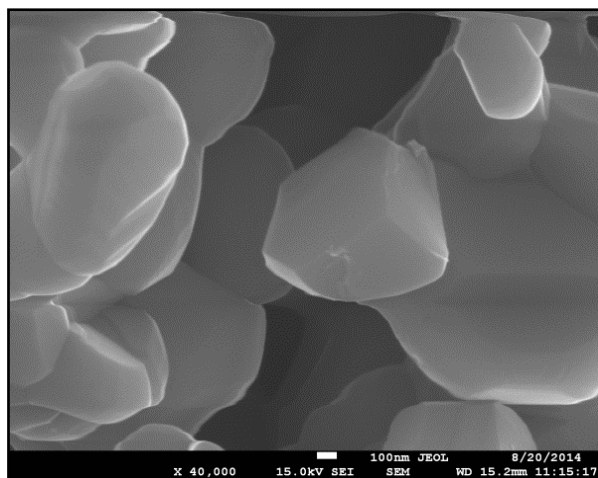


(b)

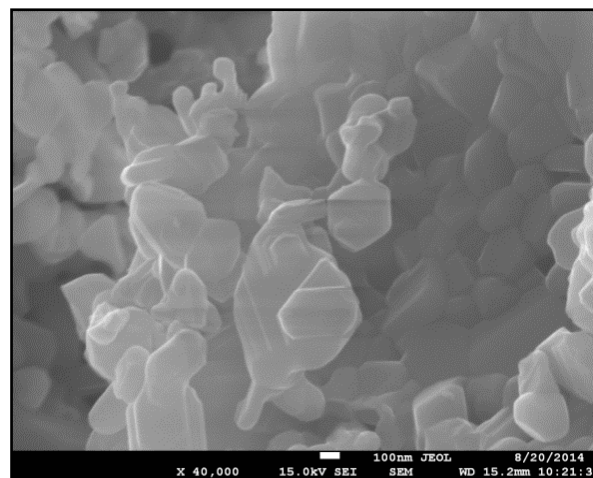


(c)

**Figura 3.8.** Micrografías de muestras de hexaferrita de estroncio obtenida por el método Pechini con nitrato de hierro; pH= 5:(a)MET de muestra tratada a 1100°C por 2h, escala 1µm, (b) MEBde muestra tratada a 1100°C por 2h, escala100nm; (c) MEB de muestra tratada 1000°C por 2h, escala: 1 µm.

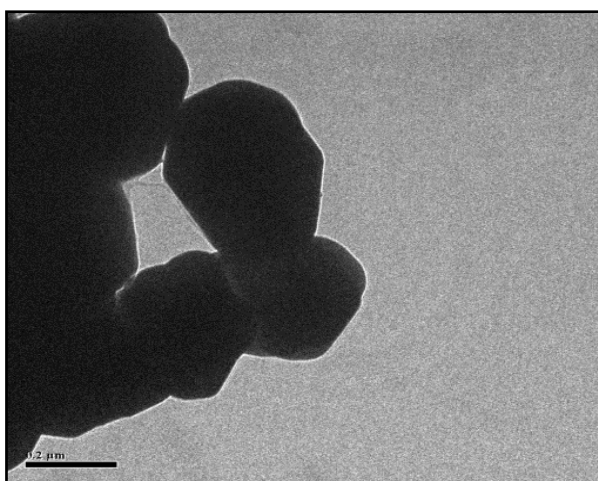


(a)

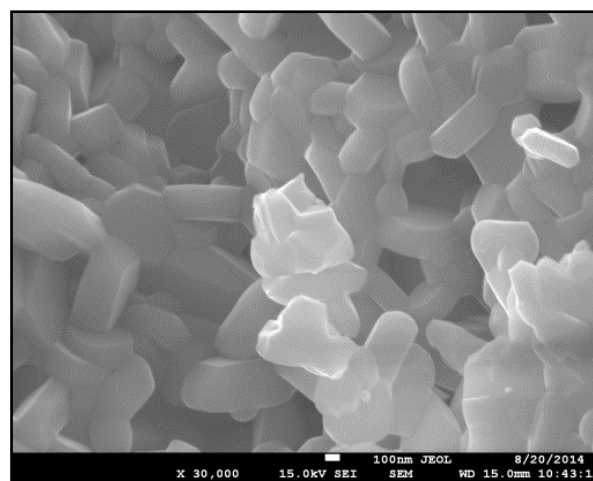


(b)

**Figura 3.9.** Micrografías MEB de muestras de hexaferrita de estroncio obtenida por el método Pechini con Oxalato de hierro; pH= 5 tratada a: (a)1100°C por 2h escala: 100nm y (b) 1000°C por 2h escala 100nm.



(a)



(b)

**Figura 3.10.** Micrografías de muestras de hexaferrita de estroncio obtenida por el método Combustión con nitrato de hierro; pH= 6,97 tratadas a: 1000°C por 2h, (a) MET escala: 0,2 μ m y (b) MEB escala:100 nm.

#### 4. CONCLUSIONES

Se obtuvieron polvos cerámicos de hexaferrita de estroncio ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) como fase única y se estableció una metodología de síntesis que involucra parámetros tales como método de síntesis, precursores de hierro, pH de solución y tratamiento térmico. De acuerdo con los resultados reportados, se observó el efecto del pH no sólo sobre la morfología y tamaño de partícula, también sobre la obtención de la fase pura ya que para el pH de saturación no fue posible la eliminación de las fases

espurias, como se evidencia en los diferentes difractogramas.

Con el método de combustión se verificó la eficiencia de los precursores altamente oxidantes ya que con el nitrato de hierro (oxidante) se obtuvo la SF6 en fase única a una temperatura de 1000 °C, pero no sucedió lo mismo con el oxalato de hierro (reductor), precursor que no permitió obtener la SF6 como fase única. Para este método de síntesis se observó un mejor resultado respecto a la morfología de partícula, siendo que se favoreció la formación de



hexágonos con tamaño de partícula del orden de los 300 nm.

## 5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo de la Universidad del Cauca y de la Universidad del Quindío para la realización de esta investigación.

## 6. REFERENCIAS

- [1]. Eduardo Rafael Camargo Zambrano. Estudio Comparativo de algunas Ferritas Obtenidas por el Método Citrato. Universidad Nacional de Colombia (2011).
- [2]. Diego M. Sandoval, Sonia Gaona J., Alberto Caneiro. Síntesis y Caracterización de Hexaferrita de bario por el Método de Combustión. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2008;28 (1):29-37.
- [3]. T. Fang, M. Wu, J. Tsai, J. Am. Ceram. Soc. 85 p.2984-88, 2002.
- [4]. M. P. Pechini, "Barium Titanium Citrate, Barium Titanate and processes for producing same", U.S: Patent, 3, 231, pp. 218, January 25, (1966).
- [5]. S.R. Janasi, M. Emura, F.J.G. Landgraf, D. Rodrigues, The effects of synthesis variables on the magnetic properties of coprecipitated barium ferrite powders, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 238 p. 168–172, 2002.
- [6]. S.M. Masoudpanah, S.A. SeyyedEbrahimi. Effect of pH on the structural and magnetic properties of nanocrystalline strontium hexaferrite thin films. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 323 (2011) 2643-2647.
- [7]. Robert C. Pullar. Hexagonal ferrites: A review of the synthesis, properties and applications of hexaferrites ceramics, Yearly number of hexaferrites publication from 1959 to 2011 (sea using Scopus). Progress in Materials science 57 (2012) 1191- 1334.
- [8]. J.R. Liu, R.Y. Hong, W.G. Feng, D. Badami, Y.Q. Wang, Large-scale production of strontium ferrite by molten-salt-assisted coprecipitation, Powder Technology (2014).
- [9]. R. Martinez Garcia, V. Bilovol, L.M. Socolovsky, Effect of the heat treatment conditions on the synthesis of Sr-hexaferrite, Physica B 407 (2012) 3109–3112.
- [10]. A. Davoodi, B. Hashemi. Investigation of the effective parameters on the synthesis of strontium hexaferrite nanoparticles by chemical coprecipitation method. Journal of Alloys and Compounds 512 (2012) 179-184.
- [11]. Ailin Xia, Conghua Zuo, Lu Chen, Chuangui Jin, Yaohui Lv, Hexagonal SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> ferrites: Hydrothermal synthesis and their sintering properties, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 332 (2013) 186–191.
- [12]. Jianguo Huang, Hanrui Zhuang, Wenlan Li. Synthesis and characterization of nano crystalline BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> powders by low temperature combustion. Material Research Bulletin 38 (2003) 149–159.
- [13]. K. Harindranath, K. Anusree Viswanath, C. Vinod Chandran, Thomas Bräuniger, T.G. Ajithkumar, P.A. Joy, P.K. Madhu, Evidence for the co-existence of distorted tetrahedral and trigonal bipyramidal aluminium sites in SrAl<sub>12</sub>O<sub>19</sub> from <sup>27</sup>Al NMR studies, Solid State Communications 150 (2010) 262-266.