

EPISTEMUS Datos a rellenar por la revista

DOI: <https://doi.org/10.36790/epistemus.v18i37.373>

www.epistemus.unison.mx

Síntesis de óxidos de hierro como precursores para ferrita de zinc

JESUS MARTIN GALVAN LIRA¹, MA. GLORIA ROSALES SOSA², FRANCISCO RAÚL CARRILLO PEDROZA³, MANUEL GARCIA YREGOI⁴, MA. DE JESÚS SORIA AGUILAR⁵

RESUMEN

Las ferritas son materiales con múltiples aplicaciones gracias a sus propiedades magnéticas únicas. Para esta investigación se sintetizaron partículas de magnetita (Fe_3O_4) por coprecipitación química variando la temperatura del medio. A partir de la magnetita, se sintetizó maghemita (Fe_2O_3), aplicando un tratamiento térmico. Se utilizaron la magnetita y la maghemita junto con partículas de óxido de zinc (ZnO) grado reactivo como precursores para la síntesis de partículas de ferrita de zinc ($ZnFe_2O_4$) por la técnica de molienda mecánica, durante la molienda se variaron la velocidad de molienda y composición de los precursores. Por último, a las muestras de ferrita de zinc se les dio un tratamiento térmico posterior a la molienda mecánica. La molienda mecánica asistida por tratamiento térmico demostró ser la más efectiva en la síntesis de partículas de ferrita de zinc. Las muestras sintetizadas fueron caracterizadas mediante difracción de rayos X para su análisis mediante el software match.

Palabras clave: Ferrita de zinc, Coprecipitación Química, Molienda Mecánica

¹Ingeniero Químico Metalurgista y Materiales, Facultad de Metalurgia, Universidad Autónoma de Coahuila, Monclova, Coahuila, México, galvanjesus@uadec.edu.mx, ORCID <https://orcid.org/0009-0005-9067-2920>

²Dra. en Proyectos, Facultad de Metalurgia, Universidad Autónoma de Coahuila, Monclova, Coahuila, México, mrosales@uadec.edu.mx, <https://orcid.org/0000-0002-6654-3433>

³Dr. en Ciencias, Facultad de Metalurgia, Universidad Autónoma de Coahuila, Monclova, Coahuila, México, raul.carrillo@uadec.edu.mx, ORCID <https://orcid.org/0000-0002-0413-0676>

⁴Dr. en Proyectos, Facultad de Metalurgia, Universidad Autónoma de Coahuila, Monclova, Coahuila, México, manuel_garcia@uadec.edu.mx, ORCID <https://orcid.org/0000-0002-8710-6750>

⁵ Dra. en Ciencias, Facultad de Metalurgia, Universidad Autónoma de Coahuila, Monclova, Coahuila, México, ma.soria@uadec.edu.mx, ORCID <https://orcid.org/0000-0003-3910-7772>

Autor de Correspondencia: Jesús Martin Galván Lira, galvanjesus@uadec.edu.mx

Recibido: 15 / 04 / 2024

Aceptado: 06 / 01 / 2025

Publicado: 05 / 02 / 2025

Cómo citar este artículo: Galvan Lira, J. M., Rosales Sosa, M. G., Carrillo Pedroza, F. R., García Yregoi, M., & Soria Aguilar, M. de J. (2024). Síntesis de óxidos de hierro como precursores para ferrita de zinc. EPISTEMUS, 18(37), e3708373. <https://doi.org/10.36790/epistemus.v18i37.373>

Synthesis of iron oxides as precursors for zinc ferrite

ABSTRACT

Ferrites are materials with multiple applications due to their unique magnetic properties. For this investigation, magnetite (Fe_3O_4) particles were synthesized by chemical co-precipitation by varying the temperature of the medium. From magnetite, maghemite (Fe_2O_3) was synthesized by applying a thermal treatment. Magnetite and maghemite were used along with reactive-grade zinc oxide (ZnO) particles as precursors for the synthesis of zinc ferrite ($ZnFe_2O_4$) particles by the mechanical grinding technique. During the grinding, the grinding speed and composition of the precursors varied. Finally, the zinc ferrite samples were given post-grinding thermal treatment. Mechanical grinding assisted by thermal treatment proved to be the most effective in the synthesis of zinc ferrite particles. The synthesized samples were characterized by X-ray diffraction for analysis using the Match software.

Key words: Zinc Ferrite, Chemical Coprecipitation, Mechanical Grinding



INTRODUCCIÓN

Los materiales que normalmente no se pueden encontrar en la naturaleza son sumamente importantes para el ser humano y el desarrollo de su cultura, pues le permiten hacer uso de técnicas y procedimientos que serían imposibles de realizar de otra manera. La manipulación de los materiales desde tamaños de partículas más pequeños permite tener un mayor control sobre sus propiedades macroscópicas. El objetivo de estas investigaciones es sintetizar materiales con las propiedades y características apropiadas para tales tareas usando técnicas de síntesis, diferentes precursores o parámetros para hacerlas más eficiente [1].

Los óxidos de hierro, a pesar de encontrarse ampliamente en la naturaleza, principalmente como hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) y magnetita (Fe_3O_4), también pueden ser sintetizados en laboratorio. Con el paso de los años, se han impulsado diversas vías de síntesis que permiten obtener productos controlados, a partir de otros óxidos o de precursores oxálicos, por hidrólisis de sales de hierro, por descomposición de quelatos, coprecipitación química, etc. Los óxidos de hierro tienen en común una alta energía de cristalización, la cual permite crear cristales muy pequeños, pero con gran área superficial. Por esta razón, son de gran interés en los campos de la nanotecnología, donde se diseñan y sintetizan nanopartículas de óxidos (NPs) para propósitos específicos como catalizadores, reservorio de medicamentos, sensores, almacenamiento de datos, tratamiento de aguas y para aplicaciones biomédicas [2], [3], [4], [5]. Por otro lado, la síntesis de partículas magnéticas a base de hierro, como las ferritas, es de gran interés académico, pues,



debido a sus propiedades físicas únicas y reducida toxicidad, estas partículas son también utilizadas en dispositivos electrónicos como transformadores, filtros de ruido y dispositivos de grabación magnética, sensores de gas y, en el campo de la biomedicina, como agentes de contraste para resonancia magnética nuclear de imagen o, en la hipertermia magnética, para el tratamiento de afecciones como el cáncer [6], [7], [8].

Un factor definitivo en las propiedades de estos materiales es el método de síntesis y las condiciones utilizadas para obtenerlos, pues esto determina el tamaño de partícula y la morfología. Entre las técnicas de síntesis de nanopartículas, se encuentran el método Sol-Gel, microemulsiones, hidrotermal, la coprecipitación química, los tratamientos térmicos y el aleado mecánico [9]. La coprecipitación química se destaca por ser uno de los métodos más sencillos, de los más respetuosos con el ambiente y por no necesitar de dispositivos experimentales especiales; consiste en utilizar una mezcla generalmente estequiométrica de sales de hierro en un medio acuoso [7]. La síntesis de ferritas es viable también por la técnica de molienda mecánica o mecano-síntesis, esta es una técnica que conlleva repetidas soldaduras, fracturas y resoldaduras de partículas de polvo en un molino de bolas de alta energía, produciendo compuestos metálicos y cerámicos con una microestructura fina y controlada [10].

Para la realización de este trabajo, se sintetizaron partículas de ferrita de zinc ($ZnFe_2O_4$) por medio de la técnica de molienda mecánica, variando la proporción bolas-material y la composición de los precursores. La preparación de los



precursores se inició sintetizando la magnetita (Fe_3O_4) por el método de coprecipitación química a partir de sales de cloruro de hierro en medio alcalino a diferentes temperaturas; al precipitado se le dio un tratamiento térmico para promover la oxidación de la magnetita a maghemita (Fe_2O_3) y homogeneizar la muestra. Estos óxidos de hierro fungieron como los precursores utilizados junto con el óxido de zinc grado reactivo para sintetizar la ferrita de zinc previa a un tratamiento térmico para estabilizar la ferrita.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Síntesis de magnetita por coprecipitación química

Primeramente, se revisó el diagrama de Pourbaix, también conocido como diagrama Eh-pH, por medio del software HSC Chemistry en su versión 6.0 para revisar la estabilidad de los productos de la coprecipitación en función del potencial y del pH del medio. Además del diagrama de Pourbaix, también se hizo un estudio termodinámico mediante el software HSC para determinar la factibilidad de la síntesis a diferentes temperaturas.

Con base en la metodología reportada por Zhang, Su, Wen y Li en 2008 [6] y posteriormente por García-Rosales, Rosales-Sosa, Ríos-Hurtado, García-Yregoi y Rosales-Sosa en 2021 [8], se variaron las condiciones de síntesis para la magnetita por la técnica de coprecipitación química. En la Figura 1 se muestra un esquema que describe la metodología para la síntesis de magnetita por coprecipitación química a 40 °C.



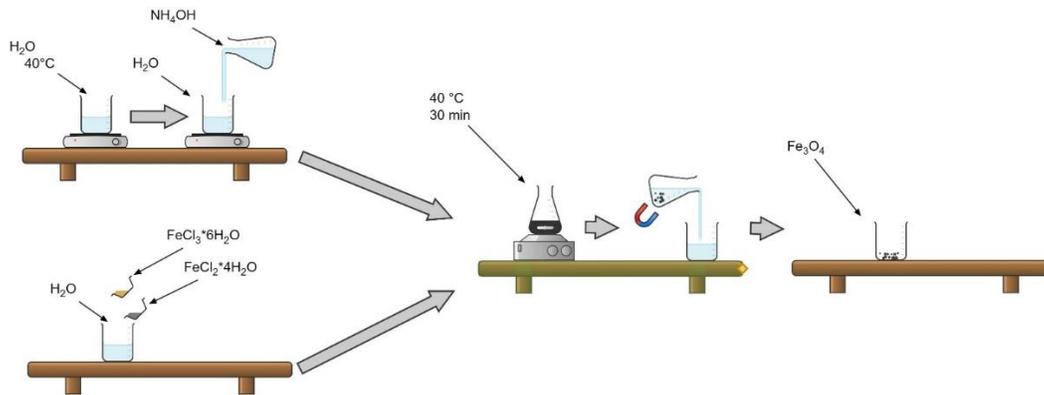


Figura 1. Metodología utilizada para la síntesis de magnetita

La síntesis de magnetita por coprecipitación química se inició poniendo a calentar 150 ml de agua destilada en un vaso de precipitado de 1 litro mediante una parrilla de termoagitación CIMAREC THERMO SCIENTIFIC. Una vez alcanzada la temperatura de 40 °C se agregaron 50 ml de hidróxido de amonio (NH₄OH) como agente alcalino y se volvió a calentar la solución hasta que alcanzaran los 40 °C nuevamente.

A la par, en otro recipiente se preparó una solución de sales de hierro fundido con base en la reacción que se muestra en la Ecuación 1 a partir de lo reportado por Zhang y col. en 2008 [6] y Rosales Sosa en 2020 [11]. En 50 ml de agua destilada a temperatura ambiente se disolvieron completamente 10 gramos de cloruro férrico hexahidratado (FeCl₃·6H₂O) y 5 gramos de cloruro ferroso tetrahidratado (FeCl₂·4H₂O). La estequiometría con base en estas cantidades de masa se muestra en la Ecuación 2.



La solución de sales de hierro, limitada por los iones férricos, se agregó gota a gota sobre la solución caliente de hidróxido de amonio en agitación magnética y mostró la formación inmediata de un precipitado de color negro. Una vez que se terminó de verter la solución, se mantuvo la temperatura y la agitación magnética durante 30 minutos.

Pasados los 30 minutos, se dejó enfriar la solución hasta que esta alcanzó la temperatura ambiente y se procedió a decantar la solución para separarla del precipitado presente, haciendo uso de un imán al fondo del recipiente. Una vez aislado el precipitado, se lavó repetidamente con 1 litro de agua destilada hasta que se retiró el hidróxido de amonio. La metodología para la síntesis de la magnetita se realizó 2 veces más, ahora manteniendo la temperatura de la solución en 50 °C y 60 °C, respectivamente.

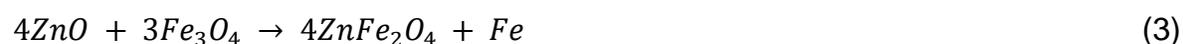
Síntesis de maghemita por tratamiento térmico

Al producto sólido de la coprecipitación química a 50 °C se le dio un tratamiento térmico para promover la formación de la maghemita con base en la metodología utilizada por García-Rosales y colaboradores en 2021 [8]. Primeramente, se realizó un estudio termodinámico para ver la temperatura en la que la reacción de oxidación de magnetita a maghemita es espontánea de acuerdo con la Ecuación 3. El tratamiento térmico de 3 horas a 350 °C fue llevado a cabo en un horno mufla marca Witeg con capacidad de 1200 °C. Después del tratamiento térmico, se le dio un enfriamiento lento dentro del horno.



Síntesis de ferrita de zinc por molienda mecánica

Para tener certeza de la factibilidad de llevar a cabo la síntesis de la ferrita de zinc por la técnica de molienda mecánica a partir de los precursores magnetita y óxido de zinc grado reactivo, y maghemita y óxido de zinc grado reactivo, se hicieron estudios termodinámicos para ambos casos. La reacción química de la síntesis de las partículas de ferrita de zinc se muestra en la Ecuación 3:



La ferrita de zinc se forma a partir de la reacción de un óxido de hierro y óxido de zinc (ZnO), ambos con tamaños de partícula nanométricos. Rosales-Sosa investigó en 2020 la factibilidad de sintetizar nanoferritas de zinc por molienda mecánica para aplicaciones biomédicas a partir de maghemita sintetizada por la oxidación de la magnetita [11]; a su vez, Limón-López en 2022 investigó la síntesis de ferrita de zinc por molienda mecánica a partir de magnetita. La síntesis de compuestos por molienda mecánica suele ser seguida por tratamientos térmicos para el refinamiento del tamaño de grano, así como para la homogeneización de los productos [8], [11], [12], [13]. Con base en las metodologías revisadas, se hizo el diseño de experimentos que se muestra en la Tabla 1.



Tabla 1. Diseño de experimentos para la síntesis de ferrita de zinc

Muestra	Relación de los reactivos	Relación bolas-material	Ciclos por segundo	Tiempo de Aleado	Tratamiento Térmico
Muestra 1	Estequiométrica entre ZnO + Fe ₃ O ₄	4:1	17 Hz	5 horas	No
Muestra 2	Estequiométrica entre ZnO + Fe ₃ O ₄	4:1	17 Hz	5 horas	400 °C por 3 horas
Muestra 3	Estequiométrica entre ZnO + Fe ₃ O ₄	4:1	20 Hz	5 horas	No
Muestra 4	Estequiométrica entre ZnO + Fe ₃ O ₄	4:1	20 Hz	5 horas	400 °C por 3 horas
Muestra 5	Estequiométrica entre ZnO + Fe ₂ O ₃	4:1	17 Hz	5 horas	No
Muestra 6	Estequiométrica entre ZnO + Fe ₂ O ₃	4:1	17 Hz	5 horas	400 °C por 3 horas
Muestra 7	Estequiométrica entre ZnO + Fe ₂ O ₃	4:1	20 Hz	5 horas	No
Muestra 8	Estequiométrica entre ZnO + Fe ₂ O ₃	4:1	20 Hz	5 horas	400 °C por 3 horas

Haciendo uso de un molino de alta energía marca RETSCH, se realizaron 8 experimentos para la síntesis de ferrita de zinc, variando la composición de los precursores de óxido de hierro (magnetita y maghemita) sintetizados a 50 °C y variando además la velocidad de molienda (17 y 20 Hz). Se dejó constante la relación en peso de las bolas y el material de 4 a 1 y el tiempo de aleado en 5 horas para todas las muestras, trabajando en periodos de 1 hora y dejando el molino descansar por 30 minutos. A cada una de las muestras sintetizadas se les dio un tratamiento térmico de 400 °C por 3 horas.

Se realizó la caracterización del material sintetizado en cada etapa de síntesis, por medio de un difractor de rayos X marca Bruker, modelo D8 Advance. Se caracterizaron los polvos producto de la coprecipitación química a diferentes temperaturas, los polvos que fueron tratados térmicamente posterior a la



coprecipitación química a 50 °C y los polvos producto de la síntesis por molienda mecánica antes y después del tratamiento térmico. Los difractogramas se analizaron mediante el software match en su versión 1.10.

RESULTADOS

Estudio termodinámico de la síntesis de magnetita

El diagrama de Pourbaix del hierro en medio acuoso realizado mediante el software HSC Chemistry en su versión 6 se muestra en la Figura 2.

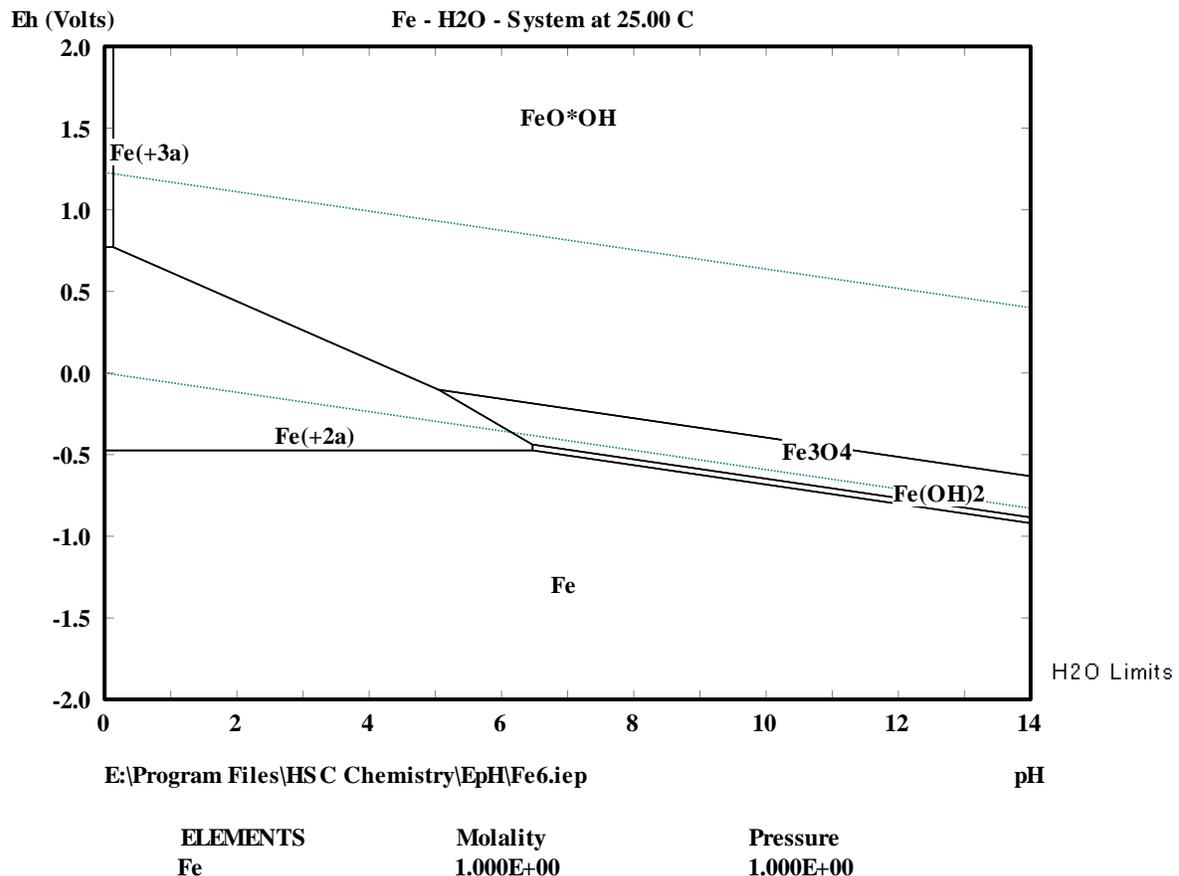


Figura 2. Diagrama de Pourbaix del hierro en solución acuosa a 50 °C



El diagrama de Pourbaix muestra que la formación de la magnetita es posible bajo potenciales neutros y a pH superior a 6 por lo que la coprecipitación química de la magnetita a partir de los iones férrico y ferroso es alcanzable solamente aumentando la cantidad de iones hidróxido presentes en la solución. Complementando el diagrama de Pourbaix, los resultados del estudio termodinámico de la síntesis de magnetita a partir de los iones férrico y ferroso en medio acuso a pH alto se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Estudio termodinámico de la síntesis de magnetita

$\text{Fe}^{2+} + 2\text{Fe}^{3+} + 8\text{OH}^- \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 + 4\text{H}_2\text{O}$					
T	deltaH	deltaS	deltaG	K	Log(K)
C	kJ	J/K	kJ		
0.000	-306.212	890.986	-549.585	1.277×10^{105}	105.106
10.000	-256.465	1071.502	-559.861	1.950×10^{103}	103.290
20.000	-236.124	1142.142	-570.943	5.512×10^{101}	101.741
30.000	-218.840	1200.138	-582.662	2.539×10^{100}	100.405
40.000	-203.093	1251.253	-594.923	1.753×10^{99}	99.244
50.000	-188.037	1298.582	-607.674	1.714×10^{98}	98.234
60.000	-173.404	1343.182	-620.885	2.274×10^{97}	97.357
70.000	-158.915	1386.033	-634.532	3.955×10^{96}	96.597
80.000	-144.215	1428.258	-648.604	8.779×10^{95}	95.943

Con base en los resultados que se aprecian en la Tabla 2, en específico, los resultados de la columna “deltaG” que muestra la energía libre de Gibbs para la reacción de los iones férrico y ferroso en presencia del ion hidróxido, se determina que la reacción es espontánea para todas las temperaturas en estas condiciones. Una vez que se llevó a cabo la precipitación química, el precipitado se lavó y se dejó secar. En la Figura 3 se aprecia a) el producto de la coprecipitación química después



de los lavados con agua destilada y b) el precipitado después de haberlo dejado secarse al aire libre durante 7 días.



a)



b)

Figura 3. a) precipitado producto de la coprecipitación química después de los lavados y b) precipitado seco

El precipitado exhibió una coloración negra y altamente magnética, características de la magnetita. Al poco tiempo de entrar en contacto con el medio ambiente, empezaron a aparecer partículas no magnéticas de color marrón, características de la maghemita.

Análisis de los difractogramas de la magnetita

Por medio de difracción de rayos X, se analizaron las 3 muestras de material (40, 50 y 60°C). Los resultados del análisis se muestran en las Figuras 4, 5 y 6. Al buscar coincidencias en los picos de difracción característicos de la base de datos del software, se encontró que las 3 muestras presentan coincidencias, características de la magnetita de acuerdo con la base de datos del software. Estos picos son similares, ya que se presentan en los mismos ángulos e intensidades según la entrada #96-900-5841 del software.



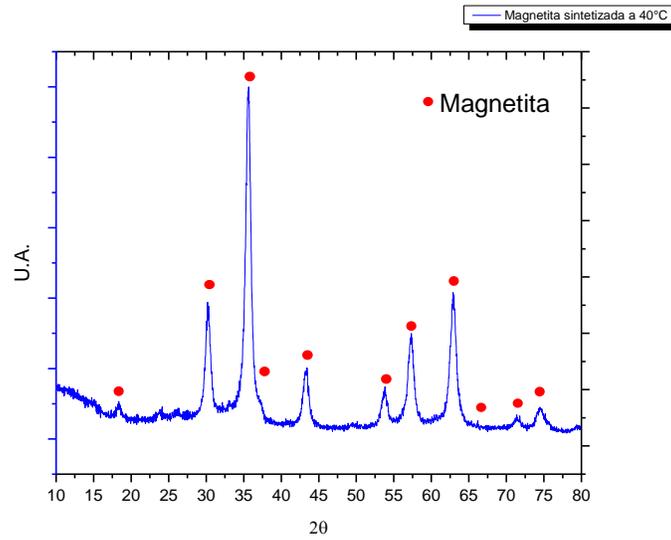


Figura 4. Difractograma de muestra de magnetita sintetizada a 40 °C

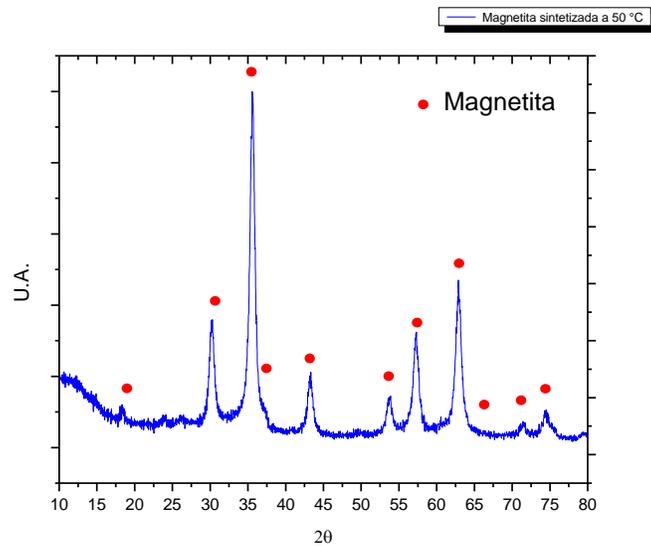


Figura 5. Difractograma de muestra de magnetita sintetizada a 50 °C



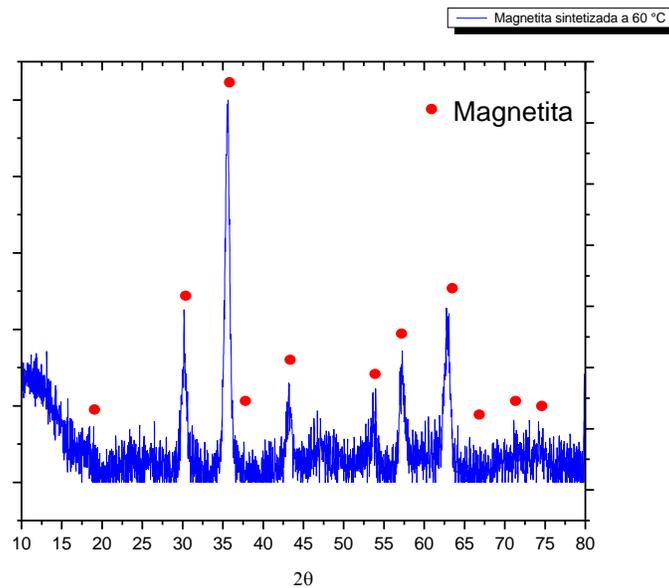


Figura 6. Difractograma de muestra de magnetita sintetizada a 60 °C

Todas las muestras coinciden con la carta de difracción en intensidades y en el ángulo 2θ . Los picos de difracción característicos para las tres muestras de magnetita corresponden con lo reportado por autores que también sintetizaron magnetita [14], [15].

Estudio termodinámico de la síntesis de maghemita

Los resultados del estudio termodinámico de la reacción de la magnetita con el oxígeno para producir maghemita se muestran en la Tabla 3.



Tabla 3. Estudio termodinámico de la síntesis de maghemita a partir de magnetita

$4\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{O}_2(\text{g}) \rightarrow 6 \gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$					
T	deltaH	deltaS	deltaG	K	Log(K)
C	kJ	J/K	kJ		
0.000	-476.031	-265.461	-403.521	1.486×10^{77}	77.172
50.000	-476.351	-266.463	-390.244	1.216×10^{63}	63.085
100.000	-477.429	-269.559	-376.843	5.702×10^{52}	52.756
150.000	-478.384	-271.969	-363.300	7.086×10^{44}	44.850
200.000	-479.001	-273.353	-349.664	4.030×10^{38}	38.605
250.000	-479.410	-274.176	-335.975	3.537×10^{33}	33.549
300.000	-479.938	-275.135	-322.244	2.347×10^{29}	29.370
350.000	-481.028	-276.949	-308.447	7.199×10^{25}	25.857
400.000	-483.197	-280.285	-294.524	7.180×10^{22}	22.856

Con la información mostrada por la Tabla 3, se aprecia que la producción de la maghemita es espontánea cuando la magnetita es expuesta al oxígeno desde los 0°C, por lo que el dejar a una muestra de magnetita por el tiempo suficiente al medio ambiente basta para convertirla en maghemita.

Después del tratamiento térmico se obtuvo un polvo rojizo fino no magnético con las características de la maghemita, este polvo se aprecia en la Figura 7.



Figura 7. Partículas de maghemita sintetizadas por tratamiento térmico

Análisis del difractograma de la maghemita

En la Figura 8 se aprecia el difractograma de la muestra de magnetita sintetizada a 50°C a la cual se le aplicó un tratamiento térmico posterior a la síntesis para promover la formación de la maghemita $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

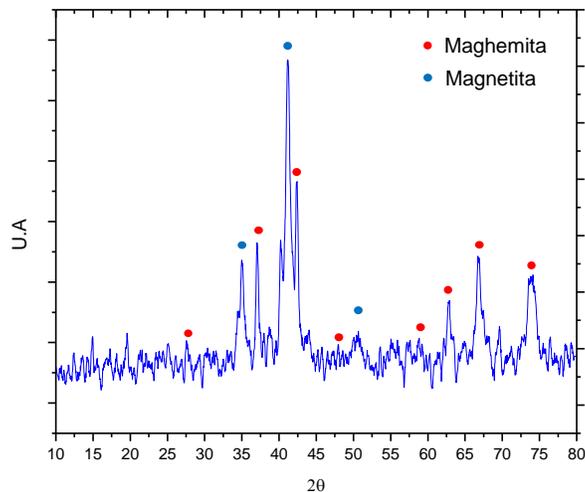


Figura 8. Difractograma de muestra de maghemita sintetizada a partir de la muestra de magnetita a 50 °C

Los puntos rojos sobre la gráfica en azul de la Figura 8 señalan los planos de difracción característicos para la maghemita según la carta de difracción 96-900-0140 del software match. A la altura de los 35° y de los 42.5° en el eje del ángulo 2θ, se aprecian 2 de los picos de difracción característicos de la magnetita según la carta de difracción antes utilizada para la magnetita, lo que señala una síntesis incompleta de la magnetita a maghemita por medio del tratamiento térmico.

Estudios termodinámicos de la síntesis de ferrita de zinc

Los resultados del estudio termodinámico para la síntesis de ferrita de zinc a partir de la reacción de magnetita con el óxido de zinc se muestran en la Tabla 4.



Tabla 4. Resultados termodinámicos de la síntesis de ferrita de zinc a partir de magnetita

$4\text{ZnO} + 3\text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow 4\text{ZnFe}_2\text{O}_4 + \text{Fe}$					
T	deltaH	deltaS	deltaG	K	Log(K)
C	kJ	J/K	kJ		
0.000	33.141	32.363	24.302	2.251×10^5	-4.648
50.000	31.273	26.115	22.834	2.036×10^4	-3.691
100.000	29.162	20.036	21.685	9.209×10^4	-3.036
150.000	27.264	15.256	20.808	2.699×10^3	-2.569
200.000	25.590	11.515	20.142	5.973×10^3	-2.224
250.000	23.921	8.165	19.650	1.091×10^2	-1.962
300.000	21.908	4.496	19.331	1.730×10^2	-1.762
350.000	19.123	-0.151	19.217	2.449×10^2	-1.611
400.000	15.089	-6.363	19.372	3.138×10^2	-1.503
450.000	9.299	-14.642	19.888	3.659×10^2	-1.437
500.000	1.223	-25.422	20.878	3.885×10^2	-1.411

En relación a la tabla 4, es de resaltar que la reacción en sí tiene una energía libre de Gibbs positiva, por lo que se le considera una reacción no espontánea. Aun así, en los resultados no se tiene en consideración el aporte de energía de la molienda mecánica, por lo que la energía libre no se conoce con precisión. Los resultados del estudio termodinámico para la síntesis de ferrita de zinc a partir de la reacción de magnetita con el óxido de zinc se muestran en la Tabla 5.



Tabla 5. Resultados termodinámicos de la síntesis de ferrita de zinc a partir de maghemita

ZnO + Fe₂O₃ → ZnFe₂O₄					
T	deltaH	deltaS	deltaG	K	Log(K)
C	kJ	J/K	kJ		
0.000	-5.356	23.426	-11.755	1.771x10 ²	2.248
50.000	-5.703	22.252	-12.894	1.214x10 ²	2.084
100.000	-5.923	21.617	-13.989	9.086x10 ¹	1.958
150.000	-6.086	21.206	-15.059	7.229x10 ¹	1.859
200.000	-6.239	20.863	-16.111	6.008x10 ¹	1.779
250.000	-6.421	20.499	-17.145	5.152x10 ¹	1.712
300.000	-6.661	20.062	-18.159	4.520x10 ¹	1.655
350.000	-6.985	19.522	-19.149	4.030x10 ¹	1.605
400.000	-7.417	18.856	-20.109	3.636x10 ¹	1.561
450.000	-7.980	18.050	-21.033	3.306x10 ¹	1.519
500.000	-8.698	17.091	-21.912	3.023x10 ¹	1.481

En la Tabla 5 se muestran los datos termodinámicos referentes a la reacción entre la maghemita y el óxido de zinc. En este caso, la reacción de síntesis es termodinámicamente espontánea.

Análisis de difractogramas de las ferritas de zinc

Con base en el diseño de experimentos planteado en la Tabla 1, en la Figura 9 se muestran los difractogramas apilados uno sobre otro de manera ascendente de las muestras de ferrita de zinc por el método de aleado mecánico sin tratamiento térmico.



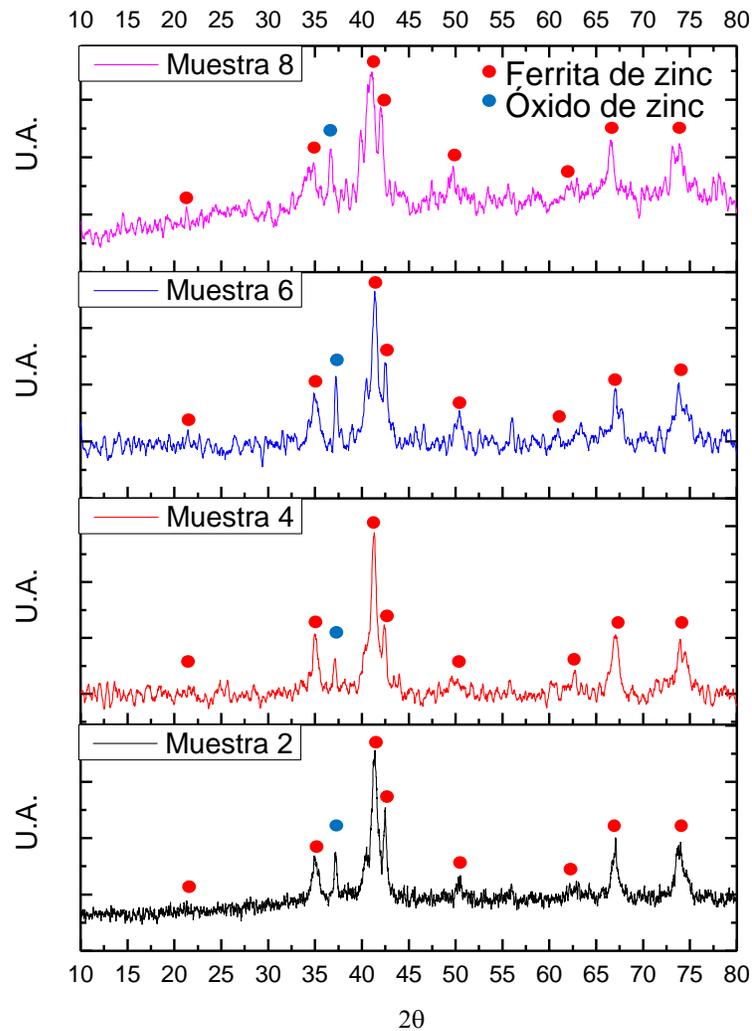


Figura 9. Difractogramas de muestras de ferrita de zinc sintetizadas por molienda mecánica

En la Figura 9 se observan los difractogramas de las muestras de ferrita de zinc sintetizada mediante aleado mecánico sin posterior tratamiento térmico; en ellos se muestran los picos de difracción característicos de la Franklinita ($\text{Fe}_2\text{O}_4\text{Zn}$) que corresponde con la carta de difracción numero 96-900-6908. Al comparar las muestras que varían la velocidad de molienda (la velocidad de molienda para la

muestra 2 y 6 fueron de 17 hz, mientras que para las muestras 4 y 8 fueron de 20 hz), se aprecian muy pocas diferencias, tanto para las muestras sintetizadas a partir de la magnetita, como las de maghemita; mientras que, al comparar las muestras a la misma velocidad, pero diferente precursor, se aprecian ligeras diferencias en los picos presentados en el difractograma.

Se presentan dos picos de difracción de gran intensidad en los ángulos de 37.5° y 41° aproximadamente, los cuales no son característicos de la ferrita de zinc, más sí lo son del óxido de zinc, por lo que estos picos demuestran una síntesis incompleta de la ferrita de zinc.

En la Figura 10 se muestran los difractogramas de las muestras a las cuales se les dio un tratamiento térmico posterior al aleado mecánico.



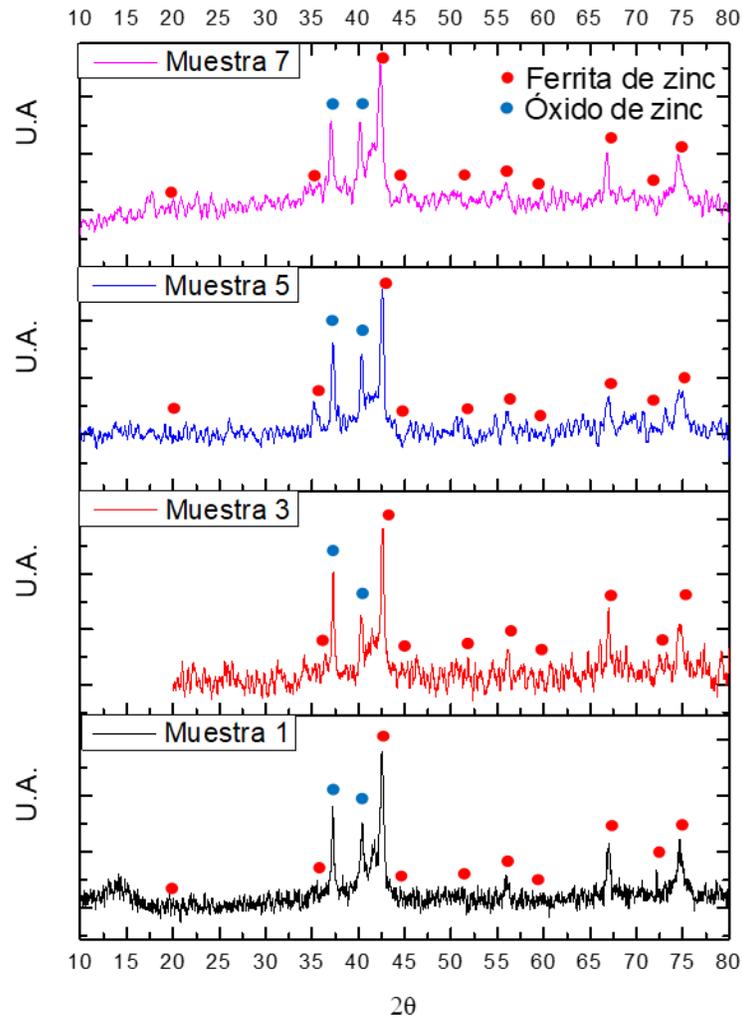


Figura 10. Difractogramas de muestras de ferrita de zinc sintetizadas por molienda mecánica con posterior tratamiento térmico

En la Figura 10, al igual que en la 9, se comparan la ubicación e intensidad de los picos de difracción con los de la carta de difracción perteneciente a la Franklinita, pero, en este caso, con la carta de difracción 96-901-2442 del software. Los picos de difracción característicos de la ferrita de zinc ahora son más visibles y tienen mayor concordancia con la carta de difracción del software; aparece, en este caso,

un pico de gran intensidad, lo que sugiere una mayor cristalinidad en la estructura. Así como con los difractogramas de las muestras a las que no se les dio tratamiento térmico, en las de la Figura 10 también se muestra un pico anómalo a la carta de difracción de la ferrita de zinc. Este corresponde con uno de los picos de difracción del óxido de zinc.

Los picos de difracción de óxido de zinc presentes en las muestras de ferrita de zinc aparecen en menor cantidad en las muestras que fueron estabilizadas por el tratamiento térmico y son menos intensos en las muestras que fueron sintetizadas con magnetita como precursor. Con ello se confirma una mayor síntesis de ferrita de zinc y una menor presencia de los óxidos metálicos utilizados como precursores.

CONCLUSIONES

La síntesis de magnetita por coprecipitación química a 40°C a partir de sales de cloruro férrico hexahidratado y cloruro ferroso tetrahidratado en medio alcalino es factible desde el estudio termodinámico y confirmado por difracción de rayos X, en contraste con investigaciones previas en donde lo normal es la síntesis a 70 °C. El óxido de hierro maghemita, al ser fácilmente oxidado incluso a temperatura ambiente a partir del óxido de hierro magnetita, puede ser sintetizado de manera eficiente, en cuestión de tiempo y homogeneidad, si se le da un tratamiento térmico en una mufla para promover la oxidación de la magnetita a 350°C.

Mediante la técnica de molienda mecánica, se puede sintetizar la ferrita de zinc de manera parcial, habiendo aún picos de difracción anómalos a los de la ferrita de zinc. Estos picos corresponden con los típicos del óxido de zinc, por lo que aún



queda óxido de zinc y óxidos de hierro sin reaccionar, independientemente de la velocidad de molienda o los precursores utilizados.

Mediante la técnica de molienda mecánica con posterior tratamiento térmico, se alcanzó la síntesis de la ferrita de zinc con una reducción en intensidad y en cantidad en los picos de difracción de óxido de zinc y de hierro sin reaccionar con respecto a las muestras que no tenían tratamiento térmico. Así mismo, se incrementaron los picos de difracción de la ferrita de zinc, lo que muestra una mejora en su síntesis.

RECOMENDACIONES A FUTURO

1. De acuerdo con el estudio termodinámico, la síntesis de magnetita es posible a temperaturas inferiores a los 40 °C; se recomienda evaluar la síntesis de magnetita por coprecipitación química a temperaturas más bajas.
2. Es recomendable estudiar los parámetros adecuados para la síntesis maghemita a partir de magnetita por tratamiento térmico.
3. Se aconseja hacer uso de técnicas de caracterización para la determinación del tamaño de partícula, así como también análisis para determinar sus propiedades magnéticas y análisis térmicos para determinar la estabilidad de los compuestos sintetizados.
4. Por último, para aplicaciones específicas, es aconsejable determinar sus propiedades mecánicas y físicas si es como material estructural; en caso de que sea para un biomaterial, se recomienda llevar a cabo pruebas de biocompatibilidad del material.



Referencias

- [1] M. A. Díaz-Solís, J. Hernández-Torres, y L. Zamora-Peredo, “Estudio por espectroscopía Raman del efecto del tiempo de anodización en nanovarillas de hidróxido de cobre”, *Nova Scientia*, vol. 14, núm. 28, abr. 2022, doi: 10.21640/ns.v14i28.2901.
- [2] G. Bolivar, “Óxido de hierro”, My Research Folder. [En línea]. Disponible en: <https://www.lifeder.com/oxido-de-hierro/>
- [3] L. Yang *et al.*, “Sensitive contrast-enhanced magnetic resonance imaging of orthotopic and metastatic hepatic tumors by ultralow doses of zinc ferrite octapods”, *Chemistry of Materials*, vol. 31, núm. 4, pp. 1381–1390, feb. 2019, doi: 10.1021/acs.chemmater.8b04760.
- [4] Y. Wang *et al.*, “Engineering ferrite nanoparticles with enhanced magnetic response for advanced biomedical applications”, *Mater Today Adv*, vol. 8, dic. 2020, doi: 10.1016/j.mtadv.2020.100119.
- [5] R. Ramadan, “Physical study of cobalt ferrite and its application in purification of water”, *Appl Phys A Mater Sci Process*, vol. 125, núm. 12, dic. 2019, doi: 10.1007/s00339-019-3121-8.
- [6] F. Zhang, Z. Su, F. Wen, y F. Li, “Synthesis and characterization of polystyrene-grafted magnetite nanoparticles”, *Colloid Polym Sci*, vol. 286, núm. 6–7, pp. 837–841, jun. 2008, doi: 10.1007/s00396-008-1854-6.
- [7] A. H. Lu, E. L. Salabas, y F. Schüth, “Magnetic nanoparticles: Synthesis, protection, functionalization, and application”, 2007. doi: 10.1002/anie.200602866.
- [8] E. M. García-Rosales, Ma. G. Rosales-Sosa, J. C. Ríos-Hurtado, M. García-Yregoi, y B. I. Rosales-Sosa, “Síntesis de ferritas con diferentes proporciones Zn/Fe mediante coprecipitación química y efecto de tratamientos térmicos y molienda mecánica sobre el tamaño de cristalita.”, *CienciAcierta*, núm. 66, Monclova, pp. 26–40, el 19 de febrero de 2021.
- [9] F. Morales, V. Sagredo, T. Torres, y G. Márquez, “Caracterización de nanopartículas de magnetita sintetizadas por el método de coprecipitación”, *Revista Ciencia e Ingeniería*, vol. 40, núm. 1, pp. 39–44, 2019.
- [10] C. Suryanarayana, “Mechanical alloying and milling”, *Metals and Materials*, vol. 5, núm. 2, Idaho Falls, pp. 121–128, 1999. doi: 10.1016/S0079-6425(99)00010-9.



- [11] Ma. G. Rosales-Sosa, “Nanoferrita de zinc con propiedades morfológicas y estructurales obtenida por coprecipitación química y molienda mecánica”, Tesis Doctoral, Universidad Centro Panamericano de estudios superiores, Monclova, 2020.
- [12] R. E. Luque-Álvarez, “Síntesis y caracterización de nanopartículas de ferritas con diferente proporción de zinc/hierro para aplicaciones medioambientales”, Tesis Doctoral, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa, Arequipa- Perú, 2023.
- [13] R. L. Palomino, A. M. Bolarín Miró, F. N. Tenorio, F. Sánchez De Jesús, C. A. Cortés Escobedo, y S. Ammar, “Sonochemical assisted synthesis of SrFe₁₂O₁₉ nanoparticles”, *Ultrason Sonochem*, vol. 29, pp. 470–475, mar. 2016, doi: 10.1016/j.ultsonch.2015.10.023.
- [14] S. Aliramaji, A. Zamanian, y Z. Sohrabijam, “Characterization and Synthesis of Magnetite Nanoparticles by Innovative Sonochemical Method”, *Procedia Materials Science*, vol. 11, pp. 265–269, 2015, doi: 10.1016/j.mspro.2015.11.022.
- [15] D. Alvear, S. Galeas, V. H. Guerrero, y A. Debut, “Síntesis y Caracterización de Nanopartículas de Magnetita”, *Revista Politécnica*, vol. 39, núm. 02, jul. 2017.

Cómo citar este artículo:

Galvan Lira, J. M., Rosales Sosa, M. G., Carrillo Pedroza, F. R., García Yregoi, M., & Soria Aguilar, M. de J. (2024). Síntesis de óxidos de hierro como precursores para ferrita de zinc. *EPISTEMUS*, 18(37), e3708373. <https://doi.org/10.36790/epistemus.v18i37.373>

