

ANÁLISIS DE LA RELACIÓN $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$ DE NANOPARTÍCULAS DE $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ MEDIANTE XPS Y SU EFECTO SOBRE LAS PROPIEDADES MAGNÉTICAS

R. L. Palomino-Resendiz^{1,*}, A. M. Bolarín-Miró¹, F. Sánchez-De Jesús¹, J. P. Espinós-Manzorro², C. A. Cortés-Escobedo³

¹Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, UA EH, Mineral de la Reforma, Hidalgo
rlpr0288@gmail.com, anabolarin@msn.com, fsanchez@uaeh.edu.mx

²Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla, C.S.I.C.- Universidad de Sevilla.
jpespinos@icmse.csic.es

³Centro de Investigación e Innovación Tecnológica del Instituto Politécnico Nacional
claudia.alicia.cortes@gmail.com

* Autor de correspondencia: rlpr0288@gmail.com

RESUMEN

En este estudio se presenta un análisis del efecto sobre las propiedades magnéticas a través de la relación $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$ obtenida mediante espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS) de nanopartículas de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ sintetizadas mediante sonoquímica asistida con tratamiento térmico. El análisis de los espectros XPS de Fe 2p en conjunto con los de O 1s, mostraron la ocupación de iones Fe^{3+} en los diferentes sitios cristalográficos. Los espectros de Sr 3d muestran que el ión Sr^{2+} se enlaza con el O^{2-} para generar el compuesto SrO_2 como impureza. La variación en la magnetización específica se atribuye a la irregularidad en la proporción de $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$, calculada mediante el porcentaje de las especies Fe^{3+} , Sr^{2+} y O^{2-} . Las relaciones $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$ calculadas, indican un exceso de la especie Fe^{3+} en el polvo obtenido a 800 °C, por otra parte, en el polvo obtenido a 900 °C se observa también un exceso de Fe^{3+} , que induce la formación de impurezas tales como $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. El polvo obtenido a 1050 °C muestra una relación 12:1 ($\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$) lo que corresponde a la composición elemental de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, adicionalmente, muestra una magnetización específica de 67.15 emu/g con una coercitividad de 0.59 kOe, valores obtenidos mediante magnetometría de muestra vibrante (MMV).

Palabras Clave: Síntesis sonoquímica, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, XPS, Materiales magnéticos, Nanopartículas.

1. INTRODUCCIÓN

La hexaferrita de estroncio ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) posee una estructura hexagonal tipo M denotada por la fórmula $\text{MFe}_{12}\text{O}_{19}$ (M = Ba, Sr o Pb) [1]. Por sus notables propiedades magnéticas han sido ampliamente empleadas en diversas aplicaciones tecnológicas desde su descubrimiento en la década de los 50's [2]. Se ha obtenido mediante diversos métodos de síntesis, tales como: co-precipitación [3], mecano-síntesis [2], proceso sol-gel [4] entre otros.

En los últimos años el uso de la sonoquímica para la síntesis de este tipo de material ha sido un tema de gran interés. El fenómeno de la cavitación acústica causado por la irradiación de ultrasonido en un medio acuoso, es la formación, crecimiento y colapso violento de burbujas en el medio líquido, este colapso de las burbujas genera puntos localizados conocidos como Hot Spot, donde se generan condiciones extremas de temperatura, presión (5000 K, 500 bar) y grandes velocidades de enfriamiento de aproximadamente 10^{10} K/s [5], que produce la disociación homolítica de los enlaces de las moléculas de agua, generando radicales H^\cdot y OH^\cdot , que se combinan para formar H_2O_2 , el cual genera

efectos químicos y físicos en el medio, para la producción para producir materiales inusuales originados de precursores disueltos en una solución [6]. Siguiendo las reacciones:



La espectroscopía electrónica de Rayos X (XPS) es una técnica utilizada para caracterización química de superficies, la cual puede proporcionar información cualitativa y cuantitativa del estado químico de cada elemento presente (excepto H y He), posición de los átomos con respecto a la estructura cristalina, homogeneidad superficial y el estado de adsorbatos [7]. El principio básico de esta técnica reside en la incidencia de un fotón de energía $h\nu$ sobre los átomos situados superficialmente (primeros 10 nm) en la muestra, este provoca por efecto fotoeléctrico la emisión de fotoelectrones (Figura 1(a)), estos fotoelectrones emitidos se caracterizan por su energía de enlace (BE), su dirección de emisión (respecto de la muestra y de la radiación incidente) y la orientación de su spin. Esto de acuerdo a la expresión.

$$E_B = h\nu - E_K \quad (4)$$

Donde $h\nu$ es la energía de los fotones, E_K es la energía cinética del fotoelectrón que se ha producido, y E_B es la energía de enlace, el cual se define como el parámetro que identifica de forma específica a un electrón, en términos del elemento y nivel atómico. Después de que se ha emitido un fotoelectrón el átomo entra en un estado de relajación, emitiendo un electrón conocido como electrón Auger (figura 1(b)) [8].

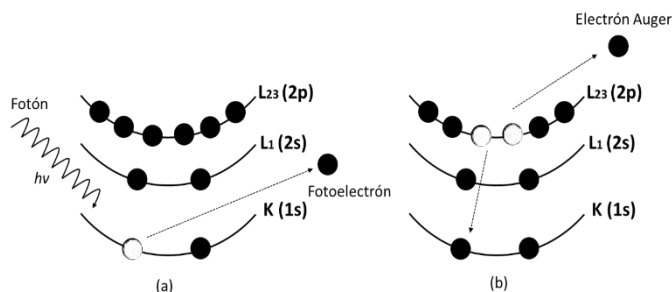


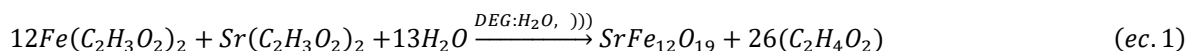
Figura 1. Proceso fotoelectrónico

Mediante el método de ajuste de curva se puede calcular el área de cada componente obtenida y a partir de ello calcular el porcentaje atómico y estado de combinación de cada elemento identificado (por ejemplo la técnica permite identificar la presencia de Fe^0 , Fe^{2+} y Fe^{3+} , y el porcentaje elemental de cada una de estas especies) y obtener relaciones molares de los elementos presentes en la superficie del compuesto analizado y correlacionar los resultados con el comportamiento y propiedades del material [9].

En este trabajo se presenta un estudio sistemático de la relación Fe^{3+}/Sr^{2+} obtenida mediante espectroscopía electrónica de Rayos X (XPS) de nanopartículas de hexaferrita de estroncio obtenidas por síntesis sonoquímica asistida. Además, se discute el efecto sobre las propiedades magnéticas de la variación de la relación Fe^{3+}/Sr^{2+} .

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

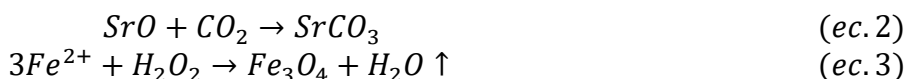
Cantidades estequiométricas de acetato de hierro (II) (anhidro, Fe 29.5% min Alfa Aesar) y acetato de estroncio (99.995% Sigma Aldrich) fueron disueltas en 50 ml de solvente compuesto de Dietilenglicol (99% Alfa Aesar) con una cantidad controlada de agua desionizada (10% v/v). De acuerdo a la reacción.



La mezcla se sometió a irradiación de ultrasonido con una potencia de sonicación de 120 W durante 3 horas, con el dispositivo Ultrasonic Homogenizer 300VT a 20 kHz, equipado con una punta de titanio sólido de 9.5mm. Se colocó una cubeta con hielos con el objetivo de mantener el proceso a temperatura ambiente (25 °C). El polvo obtenido fue lavado tres veces por suspensión en etanol y centrifugados a 12000 rpm durante 15 minutos y secado a 80 °C en aire. El polvo denominado “tal como se obtuvo” del proceso de síntesis fue tratado térmicamente en un rango de temperatura de 800, 900 y 1050 °C. Mediante un difractor INEL Equinox 2000 con radiación de Co K α_1 ($\lambda=1.7890100$ Å) se realizó el análisis de estructura cristalina en un intervalo de 20-80° (2 θ) con un tamaño de paso de 0.02. Para obtener porcentajes de las diferentes fases, tamaño de cristal y microesfuerzos, fue realizado refinamiento Rietveld a los patrones DRX. Mediante Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) usando un equipo JEOL-100- CX II operado a 5.0 kV se determinó la morfología y tamaño de partícula. La composición química de la superficie es determinada por Espectroscopia Fotoelectrónica de Rayos X (XPS) usando un espectrómetro SPECS Phoibos 100 DLD, trabajando con un modo de energía de paso constante con un valor de 35 eV. El espectro de XPS fue excitado con una radiación monocromática Mg K α ($h\nu = 1253.6$ eV). La intensidad de los principales picos de fotoemisión detectados, es decir Fe 2p, Sr 3d y O 1s, son usados para calcular la composición química de la superficie. Fueron usadas curvas tipo Shirley para determinar el área bajo la curva de los picos [10] que son finalmente corregidos por la profundidad de escape de los electrones [11], las secciones transversales de fotoionización de cada señal de fotoelectrones [12] y la función de transmisión del analizador [13]. El estudio de las propiedades magnéticas fue realizado a temperatura ambiente usando un magnetómetro de muestra vibrante (VSM), marca MicroSense, modelo EV7, aplicando ciclos de histéresis con un campo aplicado de ± 18 kOe.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 2, se presentan los patrones DRX del polvo obtenido del proceso de sonoquímica y de los obtenidos del tratamiento térmico a 800, 900 y 1050 °C. Se puede observar en el polvo obtenido del proceso de síntesis que se obtiene una mezcla de fases, una de ellas identificada como SrCO $_3$ (PDF 00-084-1778) formado por la reacción entre SrO obtenido del proceso de sonoquímica y CO $_2$ presente en el ambiente, adicionalmente, en el mismo patrón se muestran picos de gran anchura que corresponden a una fase amorfa de Fe $_3$ O $_4$ (PDF-2 00-065-3107), esta fase es obtenida por la oxidación del Fe $^{2+}$ a Fe $^{3+}$ debido al oxidante H $_2$ O $_2$ generado por el proceso de síntesis. De acuerdo a las siguientes reacciones:



Esto indica que, en las condiciones experimentales propuestas, no es posible realizar la síntesis de la ferrita hexagonal de estroncio, por lo tanto, será necesaria la aplicación de un tratamiento térmico. En la misma figura 2 se muestran los patrones DRX de los polvos obtenidos del tratamiento térmico.

Cuando el polvo es calcinado a 800 °C, los picos mostrados pertenecen a una fase de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ (PDF 00-079-1411) mezclada con una ligera cantidad de $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (PDF 00-084-0311). Por otro lado, al incrementar la temperatura de calcinación a 900 °C, se identificaron picos que corresponden a $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ junto a una cantidad de hematita, además puede ser observado un pico identificado como una fase tipo perovskita $\text{SrFeO}_{2.5}$ (PDF 00-033-0677) de estructura cúbica, dicha fase es el producto del SrCO_3 y $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ por el tratamiento térmico entre 780 y 900 °C. Finalmente una fase simple de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ es obtenida en el polvo calcinado a 1050 °C.

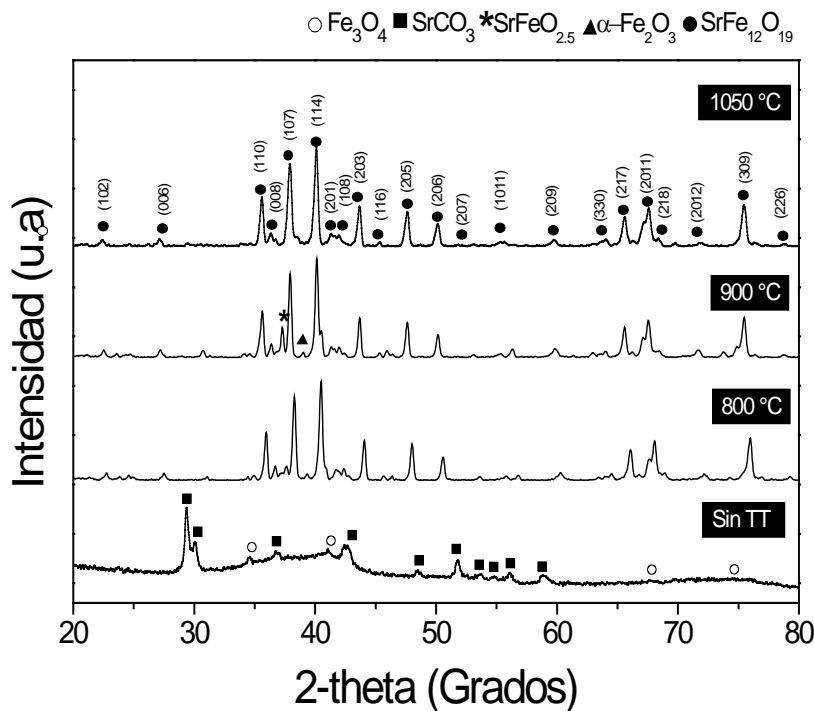


Figura 2. Patrones DRX del polvo tal como se obtuvo del proceso de sonoquímica sin tratamiento térmico y de los obtenidos de la calcinación a 800, 900 y 1050 °C.

En la Tabla 1 se muestran los valores del porcentaje en volumen de cada fase, el tamaño de cristal y microesfuerzos obtenidos del análisis del patrón DRX del polvo obtenido del tratamiento térmico a 1050 °C, lo que confirma que estas condiciones de tratamiento térmico, se obtiene una fase simple de hexaferrita de estroncio.

Tabla 1. Resultados del refinamiento Rietveld para el polvo obtenido a 1050 °C

χ^2	R_{exp}	Fase, Grupo espacial	#COD	%vol.	Tamaño de cristalito (nm)	Microesfuerzos (adim)
1.67	10.28	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, $P63/mmc$	1006000	98.78 ± 0.01	61.98 ± 6.3	0.001735
		$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $R-3c$	9015065	1.22 ± 0.26	58.16 ± 13.7	0.001064

De manera cualitativa se determinó la morfología del polvo sintetizado por sonoquímica y tratado térmicamente a 1050 °C mostrado en la micrografía de la figura 3(a). La cual muestra que el polvo está formado por aglomerados de partículas de morfología redondeada. Mediante un análisis cuantitativo el cual es presentado en el histograma de la Figura 3(b), se determinó el tamaño promedio de partícula el cual fue de 77.17 nm. Las partículas obtenidas son de naturaleza de monodominio magnético debido a que el diámetro obtenido está muy por debajo del diámetro crítico (367.22 nm) que separa la transición hacia un multidominio magnético en $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$.

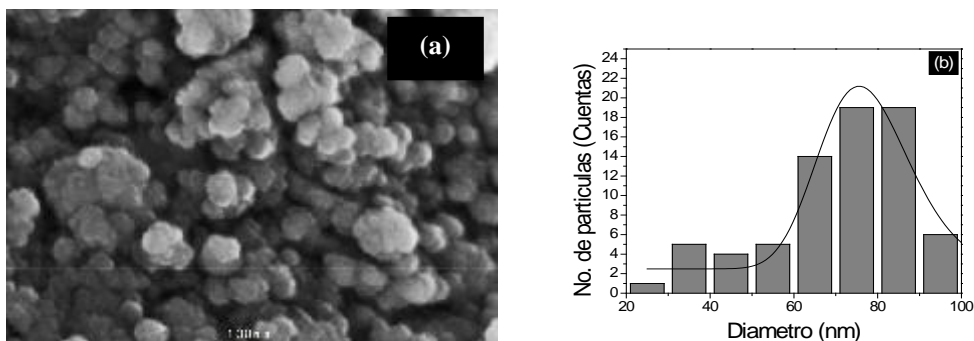


Figura 3. Micrografía obtenida mediante Microscopia Electrónica de Barrido del polvo obtenido mediante sonoquímica y tratado térmicamente a 1050 °C durante 2h.

En la figura 4(a) se muestran los espectros XPS del Fe 2p pertenecientes al polvo sintetizado por sonoquímica y de los obtenidos por tratamiento térmico. Se observa que existe una similitud en la forma de línea y la posición de los picos $\text{Fe}2p_{3/2}$ (723 eV) y $\text{Fe}2p_{1/2}$ (711.10 eV). El pico $\text{Fe}2p_{3/2}$ es más estrecho, con mayor intensidad y de un área mayor que $\text{Fe}2p_{1/2}$, esto es debido a que en el acoplamiento spin-orbita, el $\text{Fe}2p_{3/2}$ tiene una degeneración de cuatro estados mientras que el $\text{Fe}2p_{1/2}$ tiene solo dos, otro factor es que la configuración del Fe^{2+} es $3d^6$ mientras que la del Fe^{3+} es $3d^5$. Adicionalmente se presenta un pico posicionado en 718.4 eV, que pertenece a un pico satélite de $\text{Fe}2p_{3/2}$, el cual junto con el valor de la posición de los picos principales ($\text{Fe}2p_{1/2}$, $\text{Fe}2p_{3/2}$) confirma la presencia de la especie Fe^{3+} .

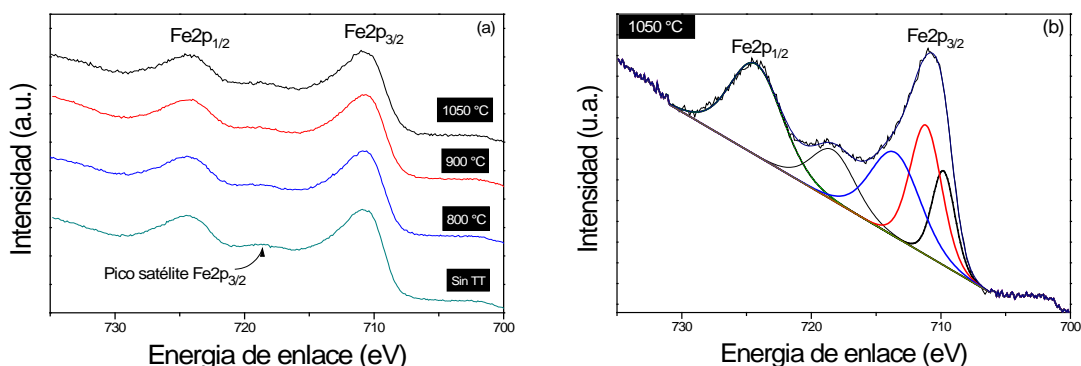


Figura 4. (a) Espectros XPS del Fe 2p del polvo tal como se obtuvo del proceso de sonoquímica y su posterior tratamiento térmico a 800, 900 y 1050 °C. (b) Espectro XPS del Fe 2p perteneciente al polvo obtenido del tratamiento térmico a 1050 °C.

Por otro lado, en la figura 4(b) se presenta el espectro obtenido del polvo tratado térmicamente a 1050 °C, la forma espectral del Fe 2p contiene 5 picos derivados del método de ajuste de curva, las cuales pertenecen a la especie Fe³⁺, se asume que cada componente pertenece a la ocupación de esta especie en los 5 diferentes sitios cristalográficos 4f1, 4f2, 2a, 2b y 12k en SrFe₁₂O₁₉.

La figura 5 muestra los espectros del O 1s del polvo obtenido por sonoquímica (a) y con sus respectivas temperaturas de calcinación. El espectro O 1s que pertenece al polvo obtenido del proceso de síntesis (Figura 5(a)), tiene dos picos los cuales han sido obtenidos del proceso de método de curva. El pico ubicado en ~529 eV pertenece al enlace O-Fe de Fe₃O₄ formada en el proceso de sonoquímica, el pico que aparece en ~530-532 eV corresponde al enlace C-O del ion CO₃²⁻ de la fase Sr(CO)₃. Por otro lado, los espectros obtenidos de los polvos tratados térmicamente tienen dos componentes. El pico de baja energía localizado en 529.4 eV pertenece al enlace O-Fe de la estructura hexagonal, mientras que el pico localizado entre 530 y 531 eV corresponde al enlace O-Fe de la estructura espinela las cuales forman la estructura cristalina de SrFe₁₂O₁₉. En el polvo obtenido a 800 °C (Figura 5(b)) los picos asociados a cada uno de los enlaces O-Fe en la en el bloque de estructura espinela y hexagonal son de intensidad similar.

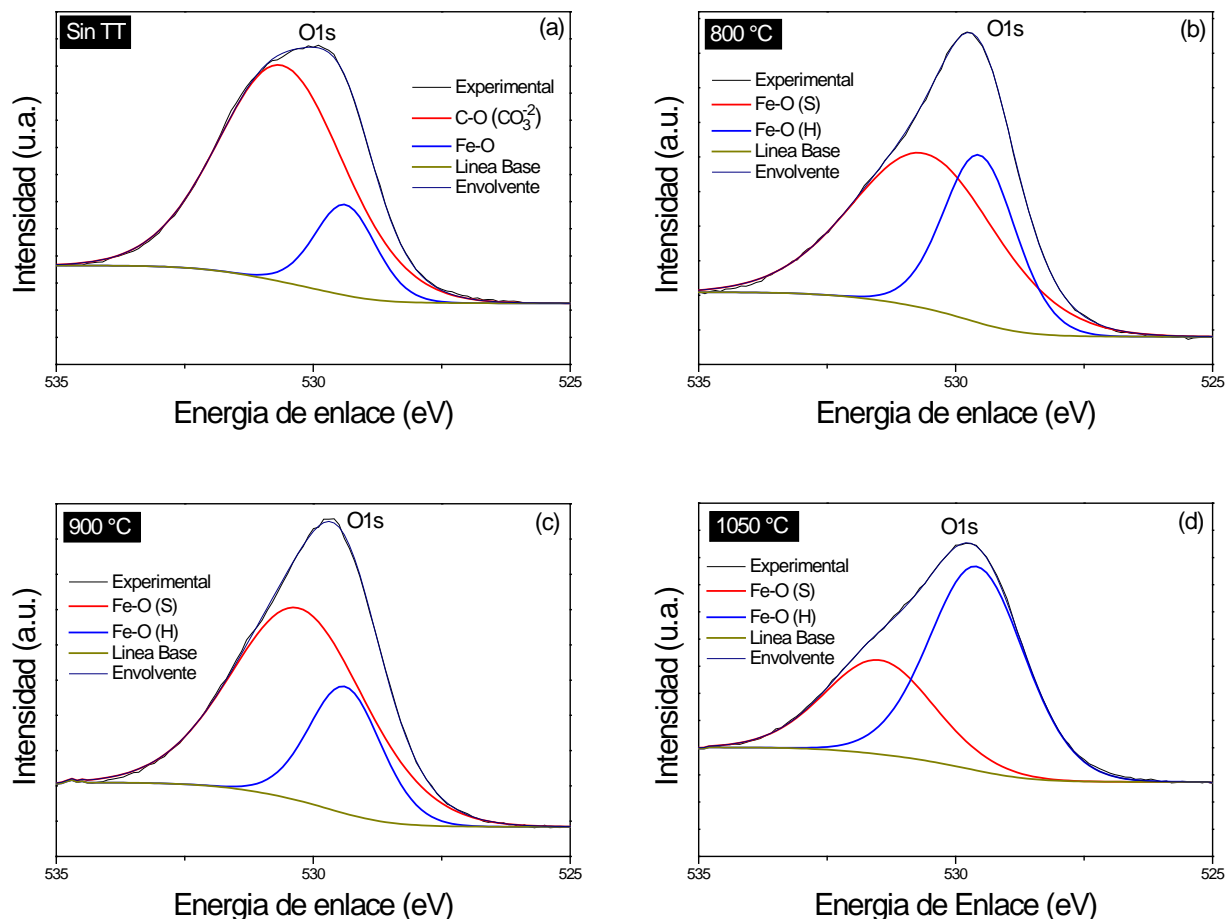


Figura 5. Espectros XPS del O 1s (a) del polvo tal como se obtuvo del proceso de sonoquímica durante 3 horas, (b) 800 °C, (c) 900 °C y (d) 1050 °C.

Al aumentar la temperatura a 900 °C (figura 5(c)) el pico que corresponde al O-Fe de la estructura espinela es de mayor intensidad, el incremento en el pico de esta estructura se asume por la presencia de la fase tipo perovskita $\text{SrFeO}_{2.5}$ la cual tiene una estructura cúbica. Finalmente, en el espectro del O 1s que pertenece al polvo calcinado a 1050 °C (figura 5(d)) se observa que el pico que pertenece a la estructura hexagonal es de mayor intensidad lo que confirma que existe una fase mayoritaria de hexaferrita de estroncio.

La figura 6 presenta el análisis de la forma de línea y posición de los picos en los espectros de $\text{Sr}3d_{3/2}$ y $\text{Sr}3d_{5/2}$ del polvo obtenido por sonoquímica (a) y con sus respectivas temperaturas de calcinación.

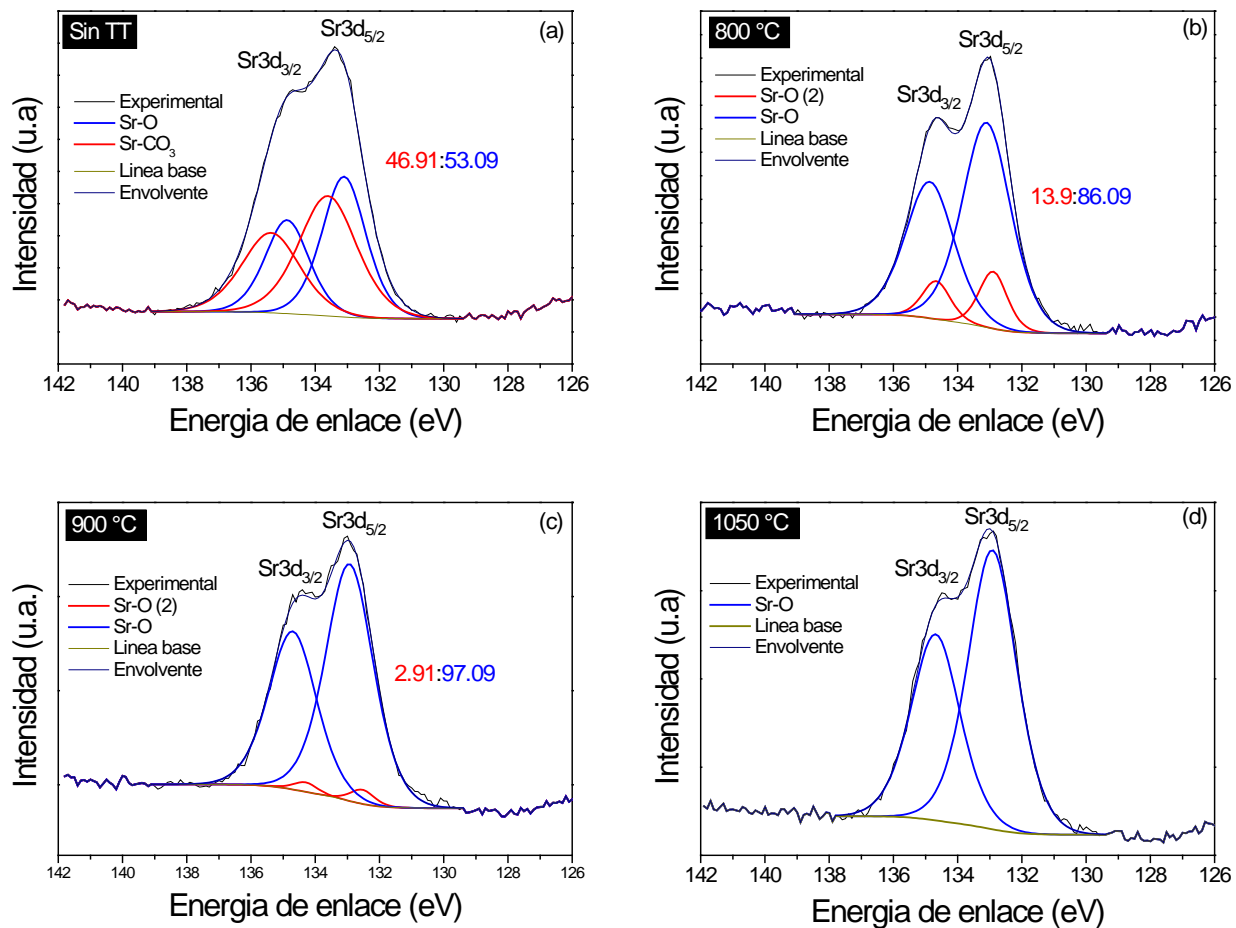


Figura 6. Espectros XPS del Sr 3d (a) del polvo tal como se obtuvo del proceso de sonoquímica durante 3 horas, (b) 800 °C, (c) 900 °C y (d) 1050 °C.

La figura 6(a) muestra el espectro del Sr3d que pertenece al polvo obtenido del proceso de síntesis el cual contiene cuatro componentes, el primer par de picos localizados en 135.4 y 133.6 eV pertenecen al $\text{Sr}3d_{3/2}$ y corresponden al enlace Sr-CO_3 , en el mismo espectro se localiza un doblete en 134.8 y 133.5 eV que están asociados al $\text{Sr}3d_{5/2}$ y que pertenece al enlace Sr-O. Con el posterior tratamiento térmico a 800 °C se obtiene el espectro de la Figura 6(b), que tiene 4 componentes, el par de picos localizados en 134.6 y 132.9 eV ($\text{Sr}3d_{3/2}$) pertenecen al enlace Sr-O pero de especie diferente a la del SrO, se asume que este enlace esté asociado a una fase de SrO_2 (peróxido de estroncio) [14] esto es debido a que en el

proceso de sonoquímica se genera peróxido de hidrogeno que se combina junto al ion Sr^{2+} para formar el compuesto mencionado. Los picos localizados en 134.9 y 133.1 eV ($\text{Sr}3d_{5/2}$) pertenecen al enlace Sr-O que corresponde a la fase de SrO. Al incrementar la temperatura de calcinación a 900 °C (Figura 6(c)) obtenemos la forma de línea y posición del doblete del espectro del Sr3d, las componentes de $\text{Sr}3d_{3/2}$ y $\text{Sr}3d_{5/2}$ tienen su localización en 134.3-132.5 eV y 134.7-132.9 eV respectivamente. De manera similar estas corresponden a los enlaces Sr-O asociados al peróxido de estroncio para el $\text{Sr}3d_{3/2}$ y del óxido de estroncio para el $\text{Sr}3d_{5/2}$.

Finalmente, el espectro del Sr3d obtenido del polvo calcinado a 1050 °C (Figura 6(d)) se muestra un doblete ajustado por dos picos, localizados en 134.7 y 132.9 eV que corresponden al enlace Sr-O relacionado a la fase de SrO. Adicionalmente, los picos que se identificaron como una fase de SrO_2 han desaparecido por completo del espectro lo que confirma que la única especie en el producto final es el que pertenece al enlace Sr-O del compuesto SrO, el cual reacciona junto con la fase $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ para formar $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$.

Los espectros resultantes del análisis de espectroscopia fotoelectrónica de Rayos X se han elaborado mediante el software CASAXPS, específico para el tratamiento de espectros de fotoemisión. Con él se calibraron en energía de enlace los espectros, se definieron las líneas base bajo cada señal relevante de fotoemisión, se determinaron las intensidades absolutas de las mismas y se estimó la composición superficial, el porcentaje de cada especie y con ello la relación catiónica $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$ de cada muestra. Para la definición de las líneas bases, se emplearon curvas lineales y de tipo Shirley, buscando aquellas que mejor se adaptaban a las formas espectrales del Fe 2p, Sr 3d y O 1s.

En la figura 7 se muestra un diagrama de las relaciones $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$ calculadas, podemos observar que los polvos sintetizados a 800 y 900 °C muestran relación de 1.55 y 1.24 respectivamente lo cual que indica que existe un exceso de iones de Fe^{3+} que induce la formación de impurezas tales como la $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, confirmado mediante el análisis DRX, otro factor que induce este exceso de Fe en la relación es debido a que el Sr tienen una limitada solubilidad en el medio. Adicionalmente se observa que el polvo obtenido a 1050 °C tiene una relación de 1.02 que corresponde a la de la composición elemental de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$. La ligera desviación en este valor se confirma con los resultados obtenidos mediante Rietveld, que indican que el polvo obtenido a 1050 °C contiene un pequeño porcentaje (1.22 % v) de hematita presente en el producto final.

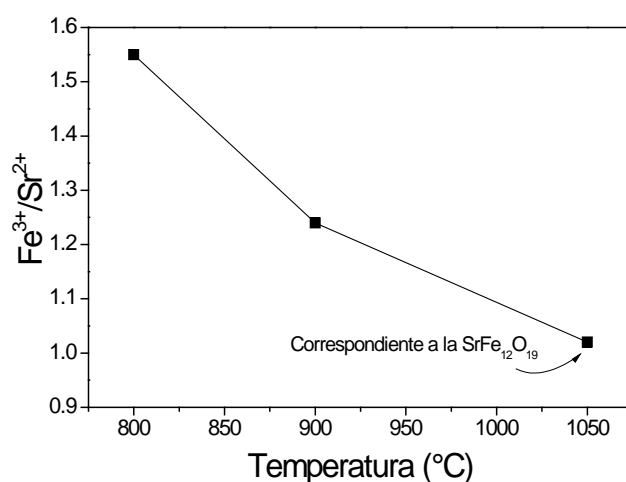


Figura 7. Relación catiónica $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$ calculada para los polvos obtenidos del tratamiento térmico a 800, 900 y 1050 °C.

La figura 8 presenta los ciclos de histéresis $M(H)$ del polvo obtenido por sonoquímica y calcinado a 800, 900 y 1050 °C. Puede ser observado que el ciclo de histéresis del polvo obtenido por sonoquímica, tiene un débil comportamiento magnético con magnetización específica de 2.2 emu/g a ± 18 kOe. Por otro lado, se observa que en las curvas de histéresis $M(H)$ de los polvos obtenidos del tratamiento térmico a 800 y 900 °C presentan una forma S, lo cual confirma la presencia de un material ferrimagnético asociado a la $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, los valores de magnetización específica y de campo coercitivo son de 46.13 emu/g a ± 18 kOe y coercitividad de 4.96 kOe, 52 emu/g a ± 18 kOe y coercitividad de 4.2 kOe respectivamente, valores muy por debajo de los valores esperados para la hexaferrita de estroncio, esto es debido a que al existir un exceso de Fe^{3+} en la relación catiónica $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$ se produce la formación de impurezas tales como la hematita, este compuesto tiene un débil comportamiento ferromagnético y al estar diluida en $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ contribuye a la magnetización específica final del material.

Finalmente para el polvo obtenido a 1050 °C presenta un alto valor de magnetización específica (67.15 emu/g a ± 18 kOe – 0.59 kOe), este incremento es debido a que el tratamiento térmico a altas temperaturas genera la descomposición de las fases secundarias presentes en el material, con ello la relación $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$ se aproxima a 12:1, lo cual induce el incremento en el grado de cristalinidad de la $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, como consecuencia de ello, existe un alineamiento de los espines paralelos contribuyendo a la alta magnetización. Adicionalmente en el polvo obtenido a 1050 °C se observa un decremento significativo en el campo coercitivo el cual es debido al pequeño diámetro de partícula (77.17 nm) confirmado en el análisis SEM.

Además, la curva de histéresis del polvo obtenido a 1050 °C corresponde a un comportamiento de un material superparamagnético, comportamiento esperado para nanopartículas de simple dominio. El decremento en el campo coercitivo está estrechamente relacionado con el tamaño de cristal y puede ser explicado con la teoría de Herzer [15]. En acuerdo con esta teoría la coercitividad de nanopartículas es proporcional a D^6 cuando el tamaño es un tamaño de simple dominio e inversamente proporcional, es decir $1/D$ para partículas de dominio múltiple.

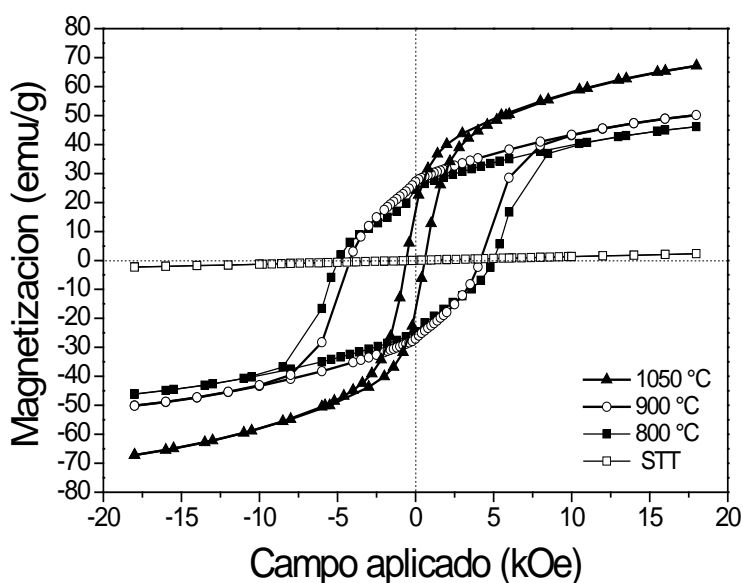


Figura 8. Ciclos de histéresis $M(H)$ del polvo tal como se obtuvo del proceso de sonoquímica durante 3h y tratado térmicamente a 800, 900 y 1050 °C.

4. CONCLUSIONES

Los resultados del presente análisis confirman que mediante espectroscopía fotoelectrónica de Rayos X puede ser calculada la relación catiónica $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$. La variación de esta relación catiónica tiene un efecto sobre las propiedades magnéticas del material, ya que al existir un exceso de la especie Fe^{3+} en los polvos obtenidos a 800 y 900 °C, se induce la formación de fases secundarias ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\text{SrFeO}_{2.5}$), que afectan la magnetización específica de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$. La descomposición de las fases contaminantes debido al tratamiento térmico a 1050 °C y la reacción entre ellas para formar una fase simple de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, muestra un incremento significativo en la magnetización específica alcanzando un valor de 67.15 emu/g, que se atribuye por tener una relación catiónica elemental 12:1 que corresponde a $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, lo que induce un alto grado de cristalización y que los espines paralelos se alineen con respecto al eje de fácil magnetización de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, mejorando así las propiedades magnéticas del material. Por lo tanto, los resultados de este análisis confirman que la espectroscopía fotoelectrónica de Rayos X es una herramienta potencial para determinar relaciones catiónicas, porcentajes atómicos y estados de oxidación de los elementos presentes que no se podrían calcular mediante técnicas convencionales, la correlación con las propiedades magnéticas, puede ser desarrollada y aplicada para otros sistemas de óxidos de metales de transición.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla, C.S.I.C – Universidad de Sevilla, por la caracterización de composición química superficial.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Pullar, R. C: Hexagonal ferrites: Progress Mat. Sci. 2012, vol. 57, 7, pp. 1191-1334.
- [2] A.M. Bolarín Miró, F. Sánchez-De Jesús, C.A. Cortés-Escobedo, S. Díaz-De la Torre and R. Valenzuela: J. Alloy and Compounds, 2015, vol. 643, pp. S226-30.
- [3] M. M. Rashad and I. A. Ibrahim: J. Mat. Science: Materials in Electronics. 2011, vol. 22, pp. 1796–1803.
- [4] T.T. Viet Nga, N.P Duong, T.T Loan and T.D. Hien: J. Alloys and Compounds, 2014, vol. 610, pp. 630-34.
- [5] R.L. Palomino, A.M. Bolarín Miró, F.N. Tenorio, F. Sánchez De Jesús and C.A Cortés Escobedo: Ultrasonics Sonochemistry, 2016, vol. 29, 470-75.
- [6] Ohayon, E. and A. Gedanken: Ultrasonics Sonochemistry, 2010, vol. 17(1), pp. 173-78.
- [7] A.P. Grosvenor, B.A. Kobe, M. C. Biesinger and N. S. McIntyre: Surface and Interface Analysis, 2004, vol. 36, pp. 1564-74.
- [8] S. Feliu (Jr): Revista de Metalurgia de Madrid, 1993, vol. 29, 5, pp. 307-19.
- [9] S. Feliu and M.L Pérez Revenga: Metallurgical and Materials Transactions A, 2004, vol. 35A, pp. 2004-39.
- [10] D.A. Shirley: Rev. B, 1972, vol. 5, pp. 4709–14.
- [11] S. Tanuma, C. J. Powell and D. R. Penn: Surf. Interface Anal, 2011, vol. 43, pp. 689–713.
- [12] J. H. Scofield: Electron Spectros. Relat. Phenomena, 1976, Vol. 8, pp. 129–37.
- [13] D. Briggs and M.P. Seah: Chichester: Wiley. 1983, Appendix 4, pp. 477-509.
- [14] V. Young and T. Otagawa: Applications of Surface Science, 1985, vol. 20, pp. 228-48.
- [15] G. Herzer: IEEE Transactions on Magnetics, 1990, vol. 26, No. 5, pp. 1397-1402.