







## Síntesis hidrotermal y transformación térmica de precursores del aluminato de estroncio

### Hydrothermal Synthesis and Thermal Transformation of Strontium Aluminate Precursors

G. V. Arredondo-Martínez <sup>a</sup>, J. Reyes-Miranda <sup>a</sup>, Y. Ramírez-Quirós <sup>a</sup>, O. Barrios-Hernández <sup>a</sup>,  
O. A. Santos-Platero <sup>a</sup>, A. Garrido-Hernández <sup>a\*</sup>

Universidad Autónoma Metropolitana. Departamento de Ciencias Básicas. Av. San Pablo No. 420, Azcapotzalco, Ciudad de México. C.P. 02128. México.

#### Resumen

Se estudió el efecto del pH, el tipo de disolvente (agua o etilenglicol) y el uso del surfactante dodecil sulfato de sodio (SDS), sobre el tamaño de partícula, la morfología y la estructura cristalina en la formación de aluminatos. La síntesis se realizó mediante el método hidrotermal, a una temperatura de 180 °C durante 20 horas. Tras la síntesis hidrotermal, se obtuvo una mezcla de carbonato de estroncio e hidróxido de aluminio, la cual requiere un tratamiento térmico a temperaturas superiores a 1100 °C para formar aluminato de estroncio. Las condiciones de síntesis influyeron directamente en la respuesta cristalina y en las morfologías de los productos intermedios. Para caracterizar las fases presentes, se emplearon difracción de rayos X y espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier, técnicas que confirmaron la presencia de carbonato de estroncio. Se determinó que el pH de 8 es el más favorable para obtener una distribución de tamaño de partículas más uniforme y con menor grado de aglomeración. Al emplear agua como disolvente, se observaron partículas con morfología angular y se favoreció la cristalización del hidróxido de aluminio. Por otro lado, el uso de etilenglicol condujo a la formación de partículas esféricas, con mayor proporción de carbonato de estroncio. Posteriormente, se evaluó el efecto de la concentración del surfactante SDS sobre la cristalinidad del material. Los resultados indicaron que, independientemente del disolvente utilizado, se conservaron los planos cristalográficos (111), (130) y (041) estructura ortorrómbica lo cual sugiere que el SDS estabiliza la fase cristalina del carbonato de estroncio. Asimismo, se observó una mejora en la cristalinidad, lo que indica que el surfactante no solo influye en la morfología de las partículas, sino en la cristalización de las fases, con intermedias.

**Palabras Clave:** Hidrotermal, SDS, pH, aluminato de estroncio.

#### Abstract

The effect of various synthesis parameters, such as pH, solvent type (water or ethyleneglycol), and the use of the surfactant sodium dodecyl sulfate (SDS), on particle size, morphology, and crystalline structure in the formation of aluminates was studied. The synthesis was carried out by the hydrothermal method at 180 °C for 20 hours. After the hydrothermal treatment, a mixture mainly composed of strontium carbonate and aluminum hydroxide was obtained, which requires a subsequent thermal treatment at temperatures above 1100 °C to form strontium aluminate. The synthesis conditions directly influenced the crystalline response and morphologies of the intermediate products. To characterize the phases present, X-ray diffraction and Fourier transform infrared spectroscopy were employed, both confirming the presence of strontium carbonate. It was determined that a pH of 8 is the most favorable for obtaining a more uniform particle size distribution with a lower degree of agglomeration. When water was used as the solvent, angular-shaped particles were observed, and the crystallization of aluminum hydroxide was favored. On the other hand, the use of ethylene glycol led to the formation of spherical particles with a higher proportion of strontium carbonate. Subsequently, the effect of SDS concentration on the crystallinity of the material was evaluated. The results indicated that, regardless of the solvent used, the crystallographic planes (111), (130), and (041) with orthorhombic structure were preserved, suggesting that SDS stabilizes the crystalline phase of strontium carbonate. Furthermore, an improvement in the overall crystallinity was observed, indicating that the surfactant not only influences particle morphology but also the crystallization of intermediate phases.

**Keywords:** Hydrothermal, SDS, pH, strontium aluminate.

\*Autor para la correspondencia: agh@azc.uam.mx

**Correo electrónico:** al2242800257@azc.uam.mx (Gabriela Verónica Arredondo-Martínez), joremi@azc.uam.mx (Joan Reyes-Miranda), yararq@azc.uam.mx (Yara Ramírez-Quirós), al2252801408@azc.uam.mx (Oscar Barrios-Hernández), al2233804461@azc.uam.mx (Oliver Antonio Santos-Platero), agh@azc.uam.mx (Aristeo Garrido-Hernández)

## 1. Introducción

Una clase de los materiales cerámicos son los aluminatos, los cuales se componen por óxidos de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) combinados con metales, tales como el estroncio. Debido a sus propiedades como alta estabilidad térmica, resistencia a la corrosión y excelentes propiedades mecánicas, estos materiales se han convertido en objeto de estudio en diversos campos. Sus aplicaciones incluyen materiales refractarios, catalizadores, recubrimientos, sensores electromagnéticos y procesos de fotocatalisis, entre otros (Aman S. *et al.*, 2023; Fu X. *et al.*, 2009; Jabbar Y.E. *et al.*, 2020).

Uno de los aluminatos más investigados es el aluminato de estroncio ( $\text{SrAl}_2\text{O}_4$ ), debido a su alta cristalinidad, estabilidad química y su capacidad para ser dopado con iones lantánidos. Esta característica le confiere propiedades luminiscentes que lo hacen útil en dispositivos optoelectrónicos y tecnologías de iluminación (Kozlova L.O. *et al.*, 2023).  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  puede cristalizar en una estructura tipo espinela o monoclinica, dependiendo de las condiciones de síntesis, y su estructura favorece la incorporación de dopantes. Su banda prohibida lo hace adecuado para aplicaciones fotónicas, mientras que su resistencia a ambientes hostiles, como la humedad y las altas temperaturas, lo convierte en un candidato atractivo para aplicaciones industriales exigentes (Matsuzawa T. *et al.*, 1996; Aitasalo T. *et al.*, 2003).

El  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  con estructura monoclinica es un excelente hospedador para iones lantánidos que le confiere propiedades luminiscentes. La presencia de otras fases estructurales de aluminato de estroncio, tales como  $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ , pueden generar sitios de desactivación. Una mayor cristalinidad asegura una red ordenada con menos defectos, lo que mejora la emisión y la persistencia luminosa.

Tradicionalmente, el  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  se ha sintetizado mediante reacción en estado sólido, técnica que implica la mezcla y calcinación de precursores a temperaturas superiores a  $1400^\circ\text{C}$ . Aunque esta técnica permite obtener la fase pura, presenta varias limitaciones, tales como baja homogeneidad en el producto final, superficies específicas reducidas y una distribución amplia en el tamaño de partícula. Estas desventajas han motivado el desarrollo de nuevos métodos que ofrezcan un mayor control sobre las propiedades estructurales y morfológicas del material. En respuesta a ello, Xiao Q. *et al.* (2010) emplearon una síntesis basada en nitratos de aluminio y estroncio, utilizando urea y glicol, dentro de una atmósfera reductora generada por carbón activado. Inicialmente, obtuvieron una mezcla de fases de  $\text{SrCO}_3$  y  $\text{AlO}(\text{OH})$ , con estructura ortorrómbica. Posteriormente, tras un tratamiento térmico a  $1100^\circ\text{C}$ , obtuvieron  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  con una morfología en forma de agujas y diámetros de aproximadamente 100 nm (Xiao Q. *et al.* 2010). Años después, Zhiping X. *et al.* (2013) desarrollaron una metodología combinada de co-precipitación y tratamiento solvotermal, utilizando acetatos metálicos, etilenglicol, polivinilpirrolidona (PVP) y urea. Tras un proceso de calcinación en el intervalo de  $1050\text{--}1200^\circ\text{C}$  durante 4 horas, obtuvieron microesferas huecas de  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  dopadas con europio ( $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}$ ), las cuales presentaron luminiscencia de larga duración y excelentes propiedades ópticas (Xue Z. *et al.* 2013).

Otros métodos explorados incluyen la síntesis por combustión, como la utilizada por Peng T. *et al.* (2004), seguida de calcinación en atmósfera reductora a  $1100^\circ\text{C}$  (Peng T. *et al.* 2004). Asimismo, Lu Y. *et al.* (2004) desarrollaron un enfoque basado en el método sol-gel, utilizando isopropóxido de aluminio y acetato de estroncio, lo cual les permitió obtener partículas más uniformes en tamaño (Lu Y. *et al.* 2004).

La versatilidad en la síntesis del  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  ha dado lugar al uso de diversos métodos, entre ellos: precipitación (Chen J. *et al.*, 2008), microondas (Sera M. *et al.*, 2021), sol-gel (Cizauskaite S. *et al.*, 2007) e hidrotermal. Este último, cuando se realiza en presencia de agua como disolvente, se denomina “hidrotermal”, y si se utiliza un disolvente orgánico, se le llama “solvotermal”. Esta técnica ha ganado gran interés debido a su simplicidad, la obtención de productos con alta pureza y la disminución de impurezas o fases secundarias, gracias a que la reacción ocurre en un sistema cerrado y controlado (Kutt T.R.N. *et al.*, 1990). Una de las mayores ventajas del método hidrotermal es su capacidad para producir partículas con distribuciones de tamaño homogéneas y controladas, además de facilitar la síntesis de materiales con morfologías específicas como nanofibras, nanopartículas o microesferas (Dran'kov A. *et al.*, 2022; Zakharchuk K.V. *et al.*, 2014). Para lograr un control más preciso de estas morfologías, se ha incorporado el uso de surfactantes. Por ejemplo, Chen X.Y. *et al.* (2009) utilizaron CTAB para estabilizar el tamaño de partícula y obtener nanotubos (Chen X.Y. *et al.* 2009). Por otro lado, Cheng Y. *et al.* emplearon PVP para obtener nanofibras de aproximadamente 400 nm, tras una calcinación a  $1200^\circ\text{C}$  durante 6 horas.

Aunque el método hidrotermal ofrece muchas ventajas, sigue siendo necesario un tratamiento térmico posterior para lograr la cristalización completa. Sera M. *et al.* (2021) sintetizaron  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  mediante una calcinación a  $1200^\circ\text{C}$  durante 3 horas, obteniendo partículas esféricas de entre 2 y 100 nm de diámetro, con emisión luminosa visible durante 10 minutos. Compararon distintos surfactantes (SDS, SOS y SHS), y fue con SDS que se obtuvo el menor tamaño de partícula (2 nm). De manera similar, Xu Y.F. *et al.* (2010) lograron obtener nanoláminas de aproximadamente 200 nm mediante el mismo método, con una calcinación a  $1300^\circ\text{C}$  por 2 horas.

Por lo anterior, el presente trabajo tiene como objetivo sintetizar aluminato de estroncio mediante tratamientos térmicos posteriores a un proceso de reacción hidrotermal. Para la formación de los precursores de aluminato de estroncio, se modificaron las concentraciones de SDS, el disolvente (agua o etilenglicol), y el pH, con el fin de controlar la morfología y el tamaño de partícula del material obtenido.

## 2. Metodología

### 2.1 Materiales y método

Para la síntesis de 1 g de  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  se usaron los siguientes reactivos:  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  [Meyer, 99%],  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  [Meyer, 98%], urea [Meyer 99%]; SDS [Meyer, 97%], agua desionizada y etilenglicol (EG) [Sigma-Aldrich, 96.8%]. Se realizaron dos rutas de síntesis. En la primera, se utilizó agua como disolvente; en la segunda, se utilizó etilenglicol. Los reactivos se mezclaron en cantidades estequiométricas

mientras que la urea se utilizó para promover la precipitación de los precursores, así como una morfología esférica; utilizándose en una concentración de 1M. Se establecieron valores por debajo y por encima de su concentración micelar crítica ( $8.2 \times 10^{-3}M$ ) del SDS para evaluar el efecto en la nucleación y crecimiento de las partículas, se usaron concentraciones de 0.003, 0.1 y 0.5M.

Las soluciones se mantuvieron en agitación constante por 30 min. Posteriormente, el surfactante fue añadido gota a gota a la solución con los precursores, agitándose por 30 min. Pasado el tiempo, se añadió gota a gota la solución de urea a los precursores, agitándose por 30 min. Finalmente, la solución resultante fue ajustada a pH 6, 8 y 11, con NaOH, 3M, y trasladada a una autoclave de teflón, la cual fue ingresada a una estufa a  $180^{\circ}C$  durante 20h. El material obtenido fue filtrado, lavado con agua destilada y secado a  $90^{\circ}C$  durante 24h. Adicional al método hidrotermal, es necesario calcar la muestra obtenida a  $1100^{\circ}C$  por 3h, con el objetivo de eliminar las fases secundarias y obtener la fase de aluminato de estroncio, mejorando la cristalinidad del material. Estas condiciones de calcinación fueron determinadas a partir de datos experimentales reportados por Vitola et al. (2019), Zhiping et al. (2013) y Thomas y Anila (2024).

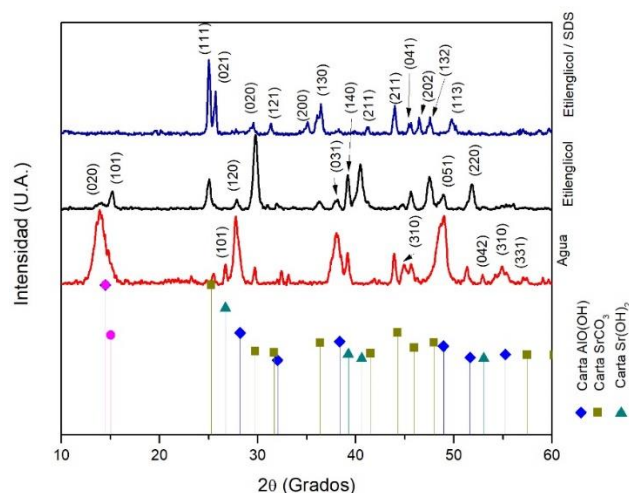
## 2.2 Caracterización

Para la caracterización estructural del  $SrAl_2O_4$  y determinar la estructura cristalina, se utilizó un difractómetro de Rayos X [EXPERT]. Se analizó en un rango de  $10-60^{\circ}$  ( $2\theta$ ), tamaño de paso =  $0.02^{\circ}$ , tiempo de barrido/scan = 0.4s y radiación  $Cu-K\alpha = 1.5418\text{\AA}$ . Así mismo, los enlaces del compuesto presentes fueron detectados a través de un análisis por FT-IR [BRUKER]; el cual fue analizado en un rango de  $4000 - 500\text{ cm}^{-1}$ , en modo transmitancia.

Finalmente, la morfología del  $SrAl_2O_4$  fue determinada utilizando un equipo SEM [JCM-6000], con detector de electrones secundarios y 5kV de voltaje utilizado.

## 3. Resultados

El difractograma de la Figura 1, muestra los picos de difracción de una mezcla de fases, los cuales se indexan a los compuestos de carbonato de estroncio, hidróxido de aluminio e hidróxido de estroncio, según las cartas cristalográficas JCPDS 00-005-0418, 00-049-0133 y 00-027-0847, respectivamente; con estructura ortorrómbica. La solución se ajustó a pH 8, debido a que diversos autores sugieren que para la síntesis de aluminato de estroncio, se mantenga la solución alcalina (Yegane A. et al. 2022; Turan B. et al. 2021; Qiu X. et al. 2007), además de que se promueve una menor cantidad de especies secundarias.



**Figura 1.** DRX de la muestra  $SrCO_3/AlO(OH)/Sr(OH)_2$ , utilizando 1. agua como disolvente. 2. Etilenglicol como disolvente. 3. Añadiendo SDS como surfactante. Ajustando a pH 8.

Se comparan los difractogramas de la mezcla de fases, utilizando agua y etilenglicol como disolvente, así como al añadir SDS a la solución. Al utilizar agua como disolvente se muestran 4 picos intensos con sus respectivos planos cristalográficos en  $2\theta = 13.97^{\circ}$  (020),  $27.72^{\circ}$  (120),  $38^{\circ}$  (031) y  $48.96^{\circ}$  (051), promoviendo la formación de compuestos  $OH^-$ . Así mismo, al utilizar etilenglicol como disolvente se obtuvieron tres picos intensos en  $2\theta = 25.04^{\circ}$ ,  $29.74^{\circ}$  y  $40.47^{\circ}$ , con sus planos cristalográficos (021), (020) y (211), respectivamente. A diferencia de los difractogramas de las muestras con agua, se muestra que el uso de etilenglicol promueve la formación de carbonatos en mayor intensidad.

Para un control de la morfología y tamaño de partícula, se añadió SDS. Se observa que la cristalinidad del compuesto mejora con el surfactante. Se realizó un análisis variando la concentración de SDS en el sistema, obteniendo el difractograma mostrado en la Figura 2, donde se muestra que hay una orientación preferencial hacia los planos (200) y (130) cuando se tiene una concentración de 0.003M SDS, ya que al incrementar la concentración, estos planos se ven reducidos en intensidad. Así mismo, en un rango entre  $27-36^{\circ}$ , se observa que al incrementar la concentración de SDS, la contribución de hidróxidos presentes en la muestra se ve en aumento, debido a que la solución rebasó la concentración micelar crítica (CMC) y comienzan a precipitar los compuestos.

El método hidrotermal se forma el carbonato de estroncio, hidróxido de aluminio e hidróxido de estroncio, los cuales funcionan como precursores para la formación del aluminato de estroncio mediante tratamientos térmicos adicionales.

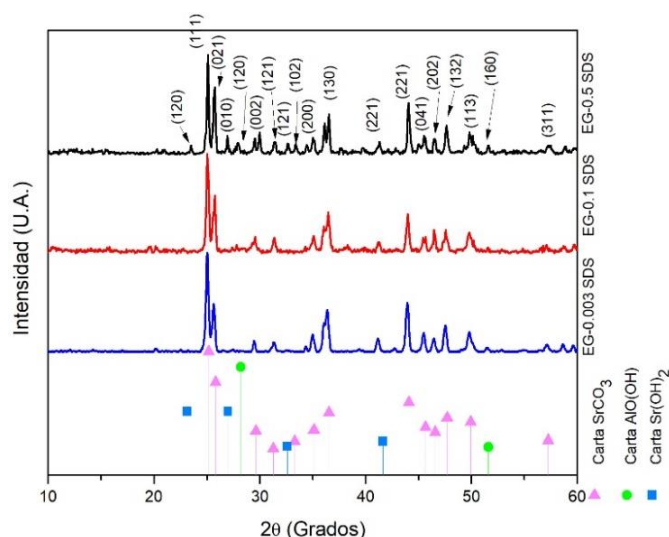
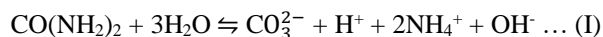
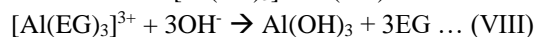
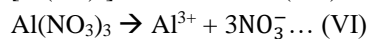
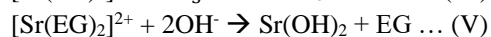
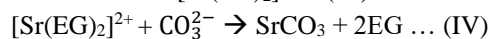
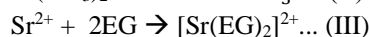
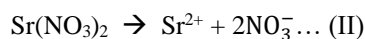


Figura 2. Variación de la concentración de SDS [0.003, 0.01 y 0.5 M]

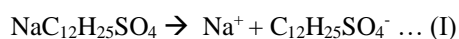
Estos compuestos obtenidos son confirmados a través de un análisis por FT-IR, mostrados en la figura 3; en el cual, además de las bandas características a los enlaces M-O ( $1000 - 500 \text{ cm}^{-1}$ ),  $\text{CO}_3^{2-}$  ( $2000 - 1000 \text{ cm}^{-1}$ ) y OH ( $3500-3000 \text{ cm}^{-1}$ ), aparece una banda a  $1461 \text{ cm}^{-1}$ , la cual no aparecía en los sistemas que no utilizan surfactante, la cual pertenece a la formación de carbonatos, productos del uso del surfactante. Estos compuestos se obtienen según las siguientes reacciones:



Posteriormente, cuando los precursores se disocian, generan cationes metálicos, los cuales forman complejos de coordinación con el etilenglicol. Sin embargo, los aniones formados por la descomposición de la urea, desplazan al disolvente, formando los compuestos deseados (Zhao J. *et al.* 2022):



Cuando se añade el surfactante en la solución de material, este se disocia con el disolvente, dejando la parte hidrofílica con carga negativa.



El anión del SDS interactúa con los cationes metálicos  $\text{Sr}^{2+}$  y  $\text{Al}^{3+}$ , generando complejos metálicos. Al alcanzar la CMC del SDS, las micelas comienzan a formar la morfología definida del material, debido a que este controla el crecimiento en planos definidos.

Las muestras obtenidas fueron caracterizadas mediante microscopía electrónica de barrido MEB, obteniendo las imágenes mostradas en la Figura 4, utilizando agua como disolvente. Se muestra que la morfología del material es angular.

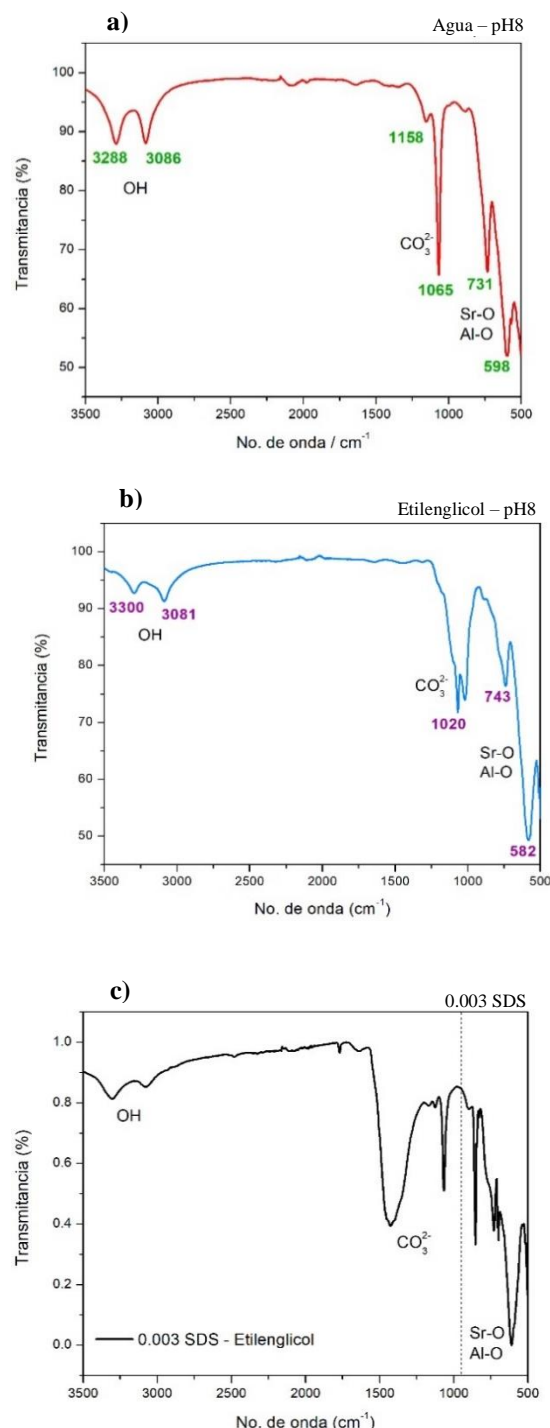


Figura 3. Espectro FT-IR de la mezcla de fases  $\text{SrCO}_3$  /  $\text{AlO}(\text{OH})$  /  $\text{SrCO}_3$ , utilizando a) agua, b) etilenglicol como disolvente y c) SDS como surfactante.



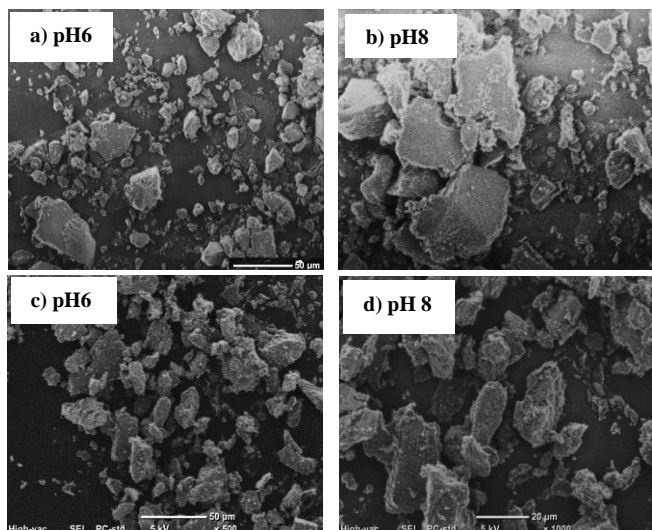


Figura 4. Micrografía de la mezcla de fases. 5 kV, WD: 47 mm, a) 500 X, pH 6, b) 2000 X, pH 6, c) 500X, pH 8, d) 2000X, pH 8. Utilizando agua como disolvente.

Se muestran los resultados de las micrografías, ajustando el pH a 6 y 8. En donde se observa que las partículas obtenidas tienen caras lisas, sin alguna orientación preferencial o una distribución uniforme del tamaño de partícula. A pH 6, se observa un alto grado de aglomeración debido a la precipitación rápida en presencia del disolvente.

Al ajustar el pH a 8, las partículas presentan un menor grado de aglomeración, incrementando el tamaño de partícula, según la distribución presentada en la Figura 5.

Con base en las micrografías obtenidas, se midió el tamaño de 85 partículas, observando que a pH 6 se tiene un promedio de tamaño de partícula de  $9.48 \mu\text{m}$ . Al incrementar el pH a 8, el promedio de tamaño de partícula incrementa a  $19.48 \mu\text{m}$ , debido a que la nucleación se realiza de una manera más rápida, dando lugar a un mayor crecimiento del tamaño de partícula, ocasionado por el disolvente utilizado. El agua al ser de baja viscosidad provoca una alta movilidad iónica ocasionando una rápida nucleación y crecimiento de las partículas (Moheb A., et al., 2020).

El patrón de DRX presenta picos anchos, lo que indica una baja cristalinidad del material. Por su parte, las imágenes de MEB muestran partículas con morfología irregular y sin forma definida. Aunque la morfología no determina directamente la cristalinidad, esta apariencia desordenada podría estar asociada con el bajo grado de orden estructural identificado por DRX.

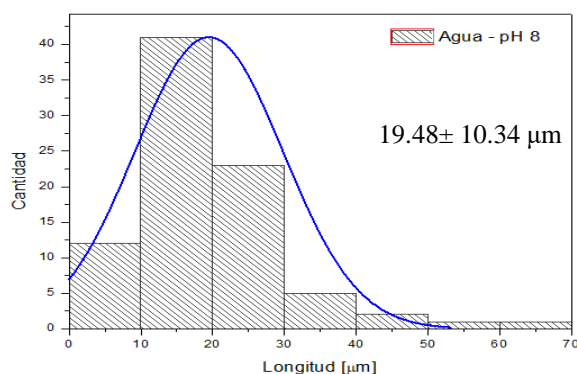
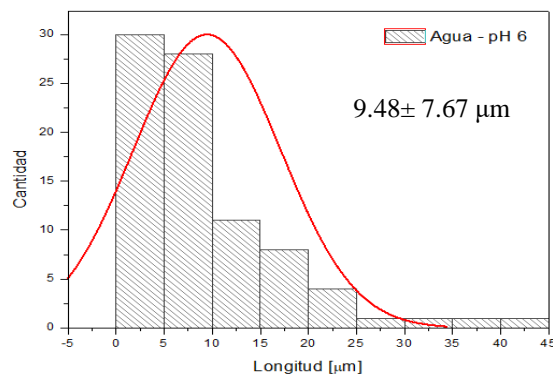


Figura 5. Distribución del tamaño de partícula de la muestra  $\text{SrCO}_3 / \text{AlO}(\text{OH})$ , a pH 6 y 8; utilizando agua como disolvente.

Las micrografías mostradas en la Figura 6, se obtuvieron a 500 y 2000X, las cuales muestran partículas esféricas con textura rugosa. A pH 6, se observa un alto grado de aglomeración y partículas con un tamaño no uniforme. Mientras que, al incrementar el pH a 8, hay un menor grado de aglomeración y una mejor distribución del tamaño de partícula, sugiriendo que el incremento de pH promueve una reducción en el tamaño de partícula del material.

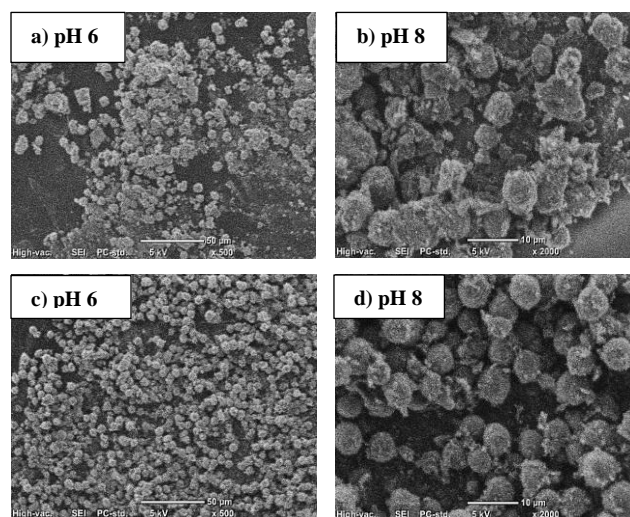


Figura 6. Micrografía de la mezcla de fases. 5 kV, WD: 47 mm, a) 500 X, pH 6, b) 2000 X, pH 6, c) 500X, pH 8, d) 2000X, pH 8. Utilizando etilglicol como disolvente.

En comparación con ambos disolventes, el agua promueve la formación de partículas angulares con alto grado de aglomeración, mientras que, el etilenglicol, al ser un disolvente viscoso, promueve la formación de partículas esféricas, debido a que la nucleación se realiza de manera más controlada con un crecimiento isotrópico.

Por otra parte, el incremento de pH reduce el grado de aglomeración de las partículas, sin embargo, al utilizar agua como disolvente, el tamaño de partícula crece debido a la rápida nucleación; mientras que el uso de etilenglicol y el incremento de pH en la solución, produce una reducción en el tamaño de partícula. Asimismo, se realizó una distribución del tamaño de partícula de 85 partículas de las micrografías. Esta distribución se muestra en la Figura 7, obteniéndose tamaños promedio de  $8.60 \pm 3.41$  y  $6.10 \pm 1.09$   $\mu\text{m}$  a pH de 6 y 8, respectivamente.

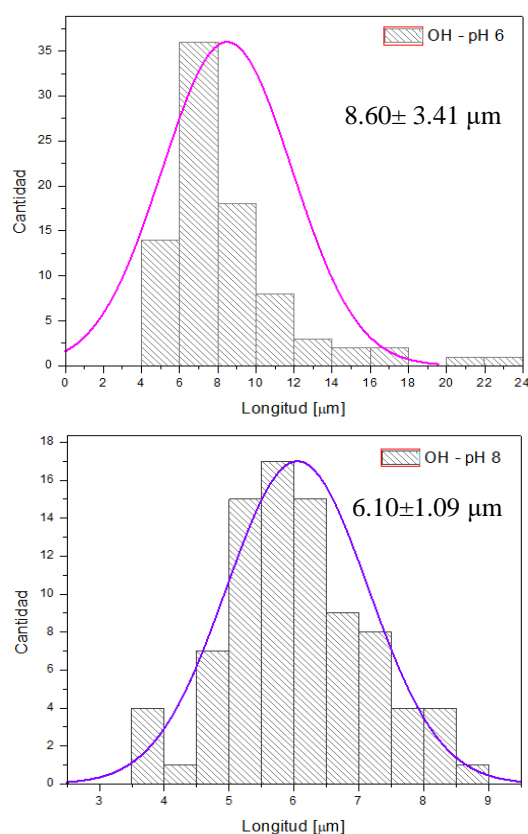


Figura 7. Distribución del tamaño de partícula de la muestra  $\text{SrCO}_3 / \text{AlO(OH)}$ , a pH 6 y 8; utilizando etilenglicol como disolvente.

Se realizó la medición de 85 partículas en cada una de las micrografías obtenidas a 500 X. Obteniendo que a pH 6 se tiene un promedio de tamaño de partículas de  $8.60 \pm 3.41$   $\mu\text{m}$ , mientras que, al incrementar el pH a 8, el tamaño de partícula se reduce, teniendo un tamaño de partícula promedio de  $6.10 \pm 1.09$   $\mu\text{m}$ ; esto es debido a que al tener una menor disponibilidad de agua para hidrolizar los reactivos, la nucleación se lleva a cabo de una manera lenta y controlada, promoviendo un crecimiento isotrópico (Wang W.S. *et al.* 2007; Lee B. y Komarneni S. 2005). Se concluye que, la mejor ruta de síntesis es el uso de etilenglicol como disolvente, debido a que influye en la formación de partículas esféricas, con un menor grado de aglomeración y una mejor distribución de tamaño de partícula.

En comparación al utilizar agua como disolvente, el uso de etilenglicol promueve una reducción en el ancho de pico mostrado en el patrón de DRX, indicando una alta cristalinidad del material con morfología esférica bien definida. El etilenglicol promovió una mezcla de fases entre carbonato de estroncio, hidróxido de estroncio e hidróxido de aluminio; por lo tanto, en figura 6 se aprecian partículas esféricas y partículas angulares o planas.

Los polvos caracterizados fueron sometidos a un tratamiento térmico para fomentar a la formación de aluminato de estroncio a partir de los productos intermedios formados, tal como reportan Roslan *et al.* (2022) y Nazarov & Spassky (2023).

Las temperaturas de tratamiento térmico, fueron determinadas a través de un análisis por TGA y ATD, mostrado en la Figura 8.

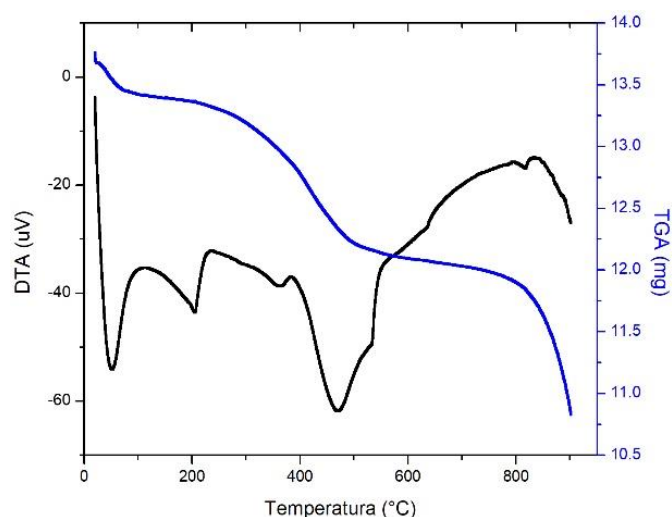
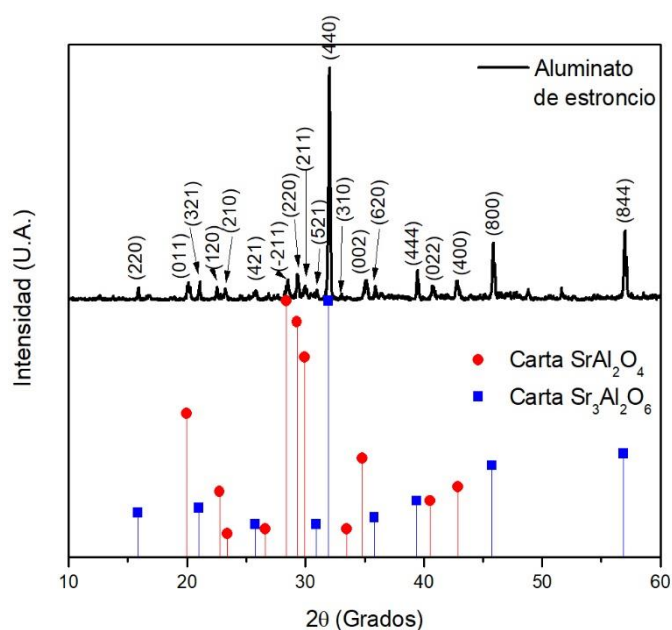


Figura 8. Curva ATD / TGA de la muestra de  $\text{SrCO}_3 / \text{AlO(OH)}$  [0 - 900 °C]

La Figura 8, muestra en un rango de 0 – 200°C, una disminución de masa de aproximadamente 0.4 mg, debido a la eliminación de agua adsorbida en la superficie correspondiente a un proceso endotérmico indicado en la curva; así como procesos endotérmicos que se encuentran en un rango entre 200 – 400°C por la pérdida de peso que se debe a la descomposición de compuestos orgánicos, es decir, del surfactante utilizado y el disolvente residual. esta pérdida de masa entre 13.8 – 12.3 mg, corresponde a un 11% en masa, aproximadamente. Posterior a ese rango, entre 400 – 900°C, la disminución de masa llega hasta 10.8 mg, representando un 20% del peso inicial. Posterior a ese rango, la disminución de masa es debida a la eliminación de carbonatos presentes en la muestra, por lo que se observa también un pico correspondiente a un proceso exotérmico, dando lugar al comienzo de la formación del aluminato de estroncio. Por lo que se estableció que las temperaturas para realizar el tratamiento térmico sean por encima de los 900°C, asegurando de esta manera, la cristalización del material y promoviendo la formación de aluminato de estroncio.

La muestra se calcinó a 1100°C por 3h, obteniendo el difractograma mostrado en la Figura 9. En el difractograma se presenta una mezcla de fases de aluminato de estroncio que son tris-estroncio de aluminato ( $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ) y mono-estroncio di aluminato ( $\text{SrAl}_2\text{O}_4$ )

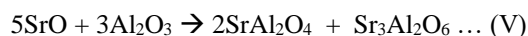
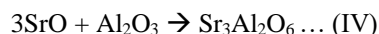
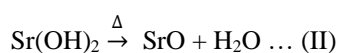
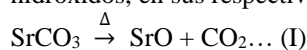
La primera fase es  $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ , con estructura cúbica, según la carta cristalográfica JCPDS 00-024-1187. Los picos más intensos pertenecen a esta fase cristalográfica. Por otra parte, la fase  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  se identifican con los picos mostrados en la carta JCPDS 00-034-0379, correspondiente a una estructura monoclinica.



**Figura 9.** DRX del aluminato de estroncio, calcinando la muestra a  $1100^\circ\text{C}$  por 3h.

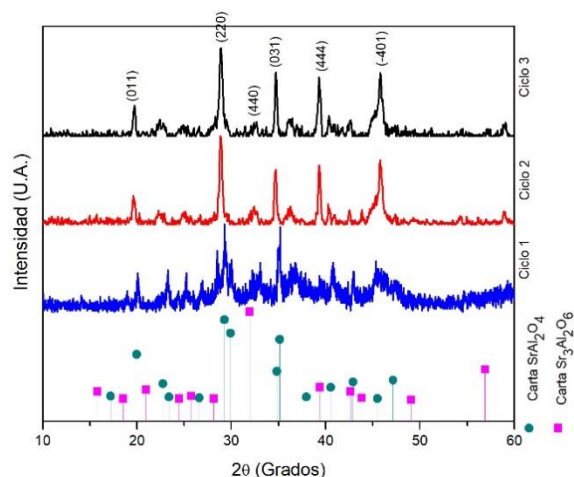
Los productos obtenidos en la síntesis hidrotérmica fueron:  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{AlO}(\text{OH})$  y  $\text{Sr}(\text{OH})_2$ , para formar el aluminato de estroncio en sus distintas fases, se llevó a cabo el siguiente mecanismo de reacción (Khattab R.M., *et al*, 2019):

El mecanismo de reacción para la obtención del aluminato por la descomposición de los compuestos de carbonato e hidróxidos, en sus respectivos óxidos.



Finalmente, con el objetivo de obtener el  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  en una mayor proporción, se realizaron ciclos de calcinación, obteniendo el difractograma de la Figura 10.

**Figura 10.** Ciclos de calcinación del aluminato de estroncio a  $1100^\circ\text{C}$  por 3 h por ciclo.



En el difractograma se observa una mezcla de fases de aluminato de estroncio, correspondiente a una estructura cúbica ( $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ), y estructura monoclinica ( $\text{SrAl}_2\text{O}_4$ ), según las cartas cristalográficas JCPDS 00-024-1187 y 00-034-0379, respectivamente.

Es importante aislar el compuesto  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$ , ya que diversos autores como Nazarov M. y Zhi C., 2023, sugieren que, para aplicaciones luminiscentes, la estructura monoclinica es la más estable para alojar iones de tierras raras, ya que el  $\text{Eu}^{2+}$  ( $1.17 \text{ \AA}$ ), puede sustituir fácilmente a iones  $\text{Sr}^{2+}$  ( $1.18 \text{ \AA}$ ) por tener un radio iónico muy similar, lo que provoca que esta sustitución no genere una distorsión en los parámetros de red (Nazarov M. & Spassky D., 2023; Zhi Chen, *et al.*, 2017).

Al incrementar los ciclos de calcinación, se promueve una mejora en la cristalinidad del material. En un primer ciclo, la estructura del material es amorfa, sin embargo, al incrementar los ciclos de calcinación, los picos son más definidos, dando lugar a que la fase monoclinica predomine en el sistema.

#### 4. Conclusiones

El pH y disolvente influyen significativamente en la morfología y tamaño de partícula; el etilenglicol promueve a un cambio de morfología esférica y una reducción en el tamaño de partícula. La aglomeración de las partículas disminuye con el incremento del pH de 6 a 8. El uso de surfactante SDS en la síntesis, mejora la cristalinidad del material, sin embargo, es necesario un tratamiento térmico de calcinación para promover la formación del aluminato de estroncio. La fase monoclinica del aluminato se obtiene con 3 ciclos de tratamiento térmico a temperaturas superiores a  $900^\circ\text{C}$  de 3 horas.

El incremento de pH de 6 a 8 en la solución, utilizando agua, provoca un incremento en el tamaño de partícula con morfología angular.

La mejor ruta de síntesis corresponde al etilenglicol como disolvente, pH 8 y concentración de 0.1M SDS, ya que a estas condiciones de síntesis se favorece la estabilidad del aluminato de estroncio con estructura monoclinica, tras los ciclos de calcinación.



## Agradecimientos

Por el desarrollo del presente trabajo, se agradece a la secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI), por la beca otorgada. Al laboratorio de Ciencia de Materiales de la Universidad Autónoma Metropolitana (UAM-A), por el equipo y espacio utilizados. A Christian Omar Hernández Chávez por las caracterizaciones DRX y TGA realizadas.

## Referencias

- Aitasalo T., Deren P., Hölsä J., Jungner H., Krupa J.C., Lastusaari M., Legendziewicz J., Niittykoski J., Strek W. (2003). Persistent luminescence phenomena in materials doped with rare earth ions. *Journal of Solid State Chemistry. Journal of Solid State Chemistry*. 171, 114-122. [https://doi.org/10.1016/S0022-4596\(02\)00194-9](https://doi.org/10.1016/S0022-4596(02)00194-9)
- Aman S., Goudria S., Alharbi F.F., Saeed M.N., Tahir Farid H.M. (2023). Novel Sr-based  $\text{Al}_2\text{O}_3$  spinel material an environmental friendly electrode for supercapacitor application. *Applied Physics*. 129, 347. <https://doi.org/10.1007/s00339-023-06591-4>
- Chen J., Gu F., Li C. (2008). Influence of precalcination and boron-doping on the initial photoluminescent properties of  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu,Dy}$  phosphors. *Crystal Growth & Design*. 8(9), 3175-3179. <https://doi.org/10.1021/cg700719h>
- Chen X.Y., Ma C., Li X.X., Shi C.W., Li X.L., Lu D.R. (2009). Novel Necklace-like  $\text{MAI}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$ ,  $\text{Dy}^{3+}$  ( $M = \text{Sr, Ba, Ca}$ ) Phosphors via a CTAB-Assisted Solution-Phase Synthesis and Postannealing Approach. *The Journal of Physical Chemistry C*. 113(7). 2685-2689. <https://doi.org/10.1021/jp806375p>
- Cizauskaite S., Reichlova V., Nenartaviciene G., Beganskiene A., Pinkas J., Kareiva A. (2007). Sol-gel preparation and characterization of gadolinium aluminate. *Materials Chemistry and Physics*. 102, 105-110. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2006.11.016>
- Dran'kov A., Shichalin O., Papynov E., Nomerovskii A., Mayorov V., Pechnikov V., Ivanets A., Buravlev I., Yarusova S., Zavjalov A., Ognev A., Balybina V., Lembikov A., Tananaev I., Shapkin N. (2022). Hydrothermal synthesis, structure and sorption performance to cesium and strontium ions of nanostructured magnetic zeolite composites. *Nuclear Engineering and Technology*. 54, 1991-2003. <https://doi.org/10.1016/j.net.2021.12.010>
- Fu X., Yamada H. y Xu C.N. (2009). Property of Highly Oriented  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}$  Film on Quartz Glass Substrates and Its Potential Application in Stress Sensor. *Journal of the Electrochemical Society*. <https://doi.org/10.1149/1.3156652>
- Kozlova L.O., Ioni Y.V., Son A.G., Buzanov G.A., Murav'eva G.P., Kozerozhets I.V. (2023). Low-Temperature Synthesis of Highly Dispersed Strontium Aluminate. *Russ. J. Inorg. Chem.* 68, 1744-1751. <https://doi.org/10.1134/S0036023623602374>
- Kutty T.R.N., Jagannathan R., Rao R.P. (1990). Luminescence of  $\text{Eu}^{2+}$  in strontium aluminates prepared by the hydrothermal method. *Materials Research Bulletin*. 25, 1355-1352. [https://doi.org/10.1016/0025-5408\(90\)90217-P](https://doi.org/10.1016/0025-5408(90)90217-P)
- Jabbar Y.E., Lakhli H., Ouati R.E., Er-Rakho L., Guillemet S., Durm B. (2020). Structure, microstructure, optical and magnetic properties of cobalt aluminate nanopowders obtained by sol-gel process. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 542, 120115. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2020.120115>
- Lu Y., Li Y., Xiong Y., Wang D., Yin Q. (2004).  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$ ,  $\text{Dy}^{3+}$  phosphors derived from a new sol-gel route. *J. Microelectronics Journal*. 35, 379-382. [https://doi.org/10.1016/S0026-2692\(03\)00250-7](https://doi.org/10.1016/S0026-2692(03)00250-7)
- Matsuzawa T., Aoki Y., Takeuchi N., Murayama Y., (1996). A new long phosphorescent phosphor with high brightness,  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$ ,  $\text{Dy}^{3+}$ . *Journal of The Electrochemical Society*. 8(143). 2670. <https://doi.org/10.1149/1.1837067>
- Moheb A., Khorramie S.A., Dehagi S.M., (2020), "Effect of Solvents on the Synthesis of  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  Nanoparticles by Reverse Micelle Process", *Journal of Applied Chemical Research*, 14, 1, pp. 21-31
- Nazarov M., Spassky D., (2023), Cathodoluminescence and Photoluminescence Studies of Undoped and  $\text{Eu}^{2+}$  Doped  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  Phosphors Prepared by Combustion Method, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 17(5), 1148 – 1155. <https://doi.org/10.1134/S1027451023050282>
- Peng T., Huajun L., Yang H., Yan C. (2004). Synthesis of  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu, Dy}$  phosphor nanometer powders by sol-gel processes and its optical properties. *J. Materials Chemistry and Physics*. 85, 68-72. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2003.12.001>
- Qiu X., Xu Y., Qiao X. (2007). Synthesis of  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  from a mixed-metal citrate precursor. *Materials Letters*. 61, 2731-2734. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2006.04.126>
- Roslan N.N., Razali W.A.W., Tamuri A.R., Azhan H., Mohamed Z., (2022), Synthesis of green phosphor  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$ ,  $\text{Dy}^{3+}$ : Rietveld refinement and optical properties, *Chalcogenide Letters*, 19(2), 83-91. <https://doi.org/10.15251/CL.2022.192.83>
- Sera M., Yamamoto M., Tomita K., Yabara Y., Izawa S., Hiramoto M., Nakanishi T., Yoshida K., Nishiyama K. (2021). Morphology control and synthesis of afterglow materials with a  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  framework synthesized by Surfactant-Template and hydrothermal methods. *Chemical Physics Letters*. 780, 138916. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2021.138916>
- Thomas N.M., Anila E.L., (2024), "Synthesis and Characterisation of  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{3+}$  Orange-Red Emitting Nanoparticles", *Journal of Fluorescence*, 34, 1161-1169, <https://doi.org/10.1007/s10895-023-03351-8>
- Turan B., Bugdayci M., Benzesik K., Demirci P. (2021). Synthesis of Eu doped  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  composite: adsorption characteristics on tetracycline and ciprofloxacin antibiotics. *Separation Science and Technology*. 56, 3054-3065. <https://doi.org/10.1080/01496395.2021.1878372>
- Vitola V., Millers D., Smits K., Bite I., Zolotarjovs, (2019), The search for defects in undoped  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  material, *Optical Materials*, 87, 48-52 <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2018.06.004>
- Xiao Q., Xiao L., Liu Y., Chen X., Li X. (2010). Synthesis and luminescence properties of needle-like  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu,Dy}$  phosphor via a hydrothermal co-precipitation method. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 71, 1026-1030. <https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2010.04.017>
- Xue Z., Deng S., Liu Y., Lei B., Xiao Y., Zheng M. (2013). Synthesis and luminescence properties of  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$ ,  $\text{Dy}^{3+}$  hollow microspheres via a solvothermal co-precipitation method. *Journal of Rare Earths*. 31, 241-246. [https://doi.org/10.1016/S1002-0721\(12\)60265-8](https://doi.org/10.1016/S1002-0721(12)60265-8)
- Yegane A., Khalili H., Talebi Z. (2022). Synthesis of engineered silica aerogel containing  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$ ,  $\text{Dy}^{3+}$  to improve luminescence efficiency, thermal and water stability and optical properties. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 585, 121521. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2022.121521>
- Zakharchuk K.V., Yaremchenko A.A., Fagg D.P. (2014). Electrical properties and thermal expansion of strontium aluminates. *Journal of Alloys and Compounds*. 613, 232-237. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.05.225>
- Zhao J., Csetenyi L., Gadd G.M., (2022), "Fungal-induced  $\text{CaCO}_3$  and  $\text{SrCO}_3$  precipitation: a potential strategy for bioprotection of concrete", *Science of The Total Environment*, 816, 152501. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.151501>
- Zhi C., Yanan Z., Mingqiao G., (2017), "Effect of red emitting fluorescent pigment on fluorescent color of  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$ ,  $\text{Dy}^{3+}$  phosphors", *Journal of Rare Earths*, 35(3), 247. [https://doi.org/10.1016/S1002-0721\(17\)60907-4](https://doi.org/10.1016/S1002-0721(17)60907-4)
- Zhiping X., Suqing D., Yingliang L., Bingfu L., Yong X., Mingtao Z., (2013), "Synthesis and luminescence properties of  $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$ ,  $\text{Dy}^{3+}$  hollow microspheres via a solvothermal co-precipitation method", *Journal of Rare Earths*, 31(3), 241. [https://doi.org/10.1016/S1002-0721\(12\)60265-8](https://doi.org/10.1016/S1002-0721(12)60265-8)