

## Síntesis de imanes permanentes basados en nanopartículas de hexaferrita de Bario por el Método Pechini

Raquel Murillo-Ortíz <sup>a\*</sup>, Maria de Jesús Martínez-Carreón <sup>b</sup>, Saraí Lucía Romo Ávila <sup>c</sup>, Ana María Bautista Hernández <sup>d</sup>, Bruno Díaz Lambreton <sup>e</sup>, Eduardo Pérez-Tijerina <sup>f</sup>.

<sup>a</sup> Facultad de Ciencias Físico Matemáticas, Universidad Autónoma de Nuevo León, Av. Universidad s/n, San Nicolas de los Garza, Nuevo León, México. ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-4377-6107>

<sup>b</sup> Facultad de Ciencias Físico Matemáticas, Universidad Autónoma de Nuevo León, Av. Universidad s/n, San Nicolas de los Garza, Nuevo León, México. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9283-7857>

<sup>c</sup> Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Nuevo León, Av. Universidad s/n, San Nicolas de los Garza, Nuevo León, México. ORCID: <https://orcid.org/0009-0001-3703-439X>

<sup>d</sup> Facultad de Ciencias Físico Matemáticas, Universidad Autónoma de Nuevo León, Av. Universidad s/n, San Nicolas de los Garza, Nuevo León, México. ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-4649-7218>

<sup>e</sup> Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Nuevo León, Av. Universidad s/n, San Nicolas de los Garza, Nuevo León, México. ORCID: <http://Orcid ID: 0009-0008-5254-4954>

<sup>f</sup> Facultad de Ciencias Físico Matemáticas, Universidad Autónoma de Nuevo León, Av. Universidad s/n, San Nicolas de los Garza, Nuevo León, México. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9742-4093>

\*email: [raquel.murilloo@uanl.edu.mx](mailto:raquel.murilloo@uanl.edu.mx)

Recibido 15 de marzo 2026, Aceptado 10 de abril 2026

### Abstract

Barium hexaferrite type M ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) is a hard ferromagnetic ceramic material characterized by its high coercivity, strong magnetocrystalline anisotropy, and chemical stability. It is fundamental in the fabrication of permanent magnets, magnetic data storage media (tapes and disks), microwave components, and drug delivery systems. It is also used as a photocatalyst and heavy metal adsorbent. Its properties are closely related to its microstructure and morphology, and particle size reduction offers advantages for most applications. To this end, the synthesis of  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  nanoparticles was studied in this work using the Pechini method under low-pH controlled conditions (pH=1) and under different heat treatment conditions. The powders were characterized using XRD, SEM, EDX, VSM and FTIR techniques. The results showed the production of a nanometric powder with average sizes of 22 nm, and with high magnetic values characteristic of a ferromagnetic material.

**Keywords:** Hexaferrites, Barium, Pechini Method, Magnetic fields.

### Resumen

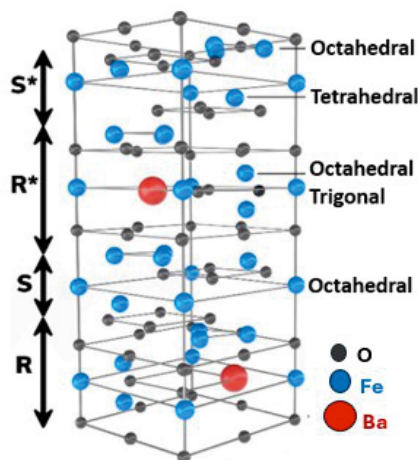
Las hexaferritas de bario tipo M ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) son un material cerámico ferromagnético, caracterizado por su alta coercitividad, fuerte anisotropía magnetocristalina y estabilidad química. Además, son fundamentales en la fabricación de imanes permanentes, soportes de almacenamiento magnético de datos (cintas y discos), componentes de microondas, sistemas de administración de fármacos, y también se utiliza como fotocatalizador y adsorbente de metales pesados. Sus propiedades están estrechamente relacionadas con su microestructura y morfología, y la reducción del tamaño de partícula ofrece ventajas para la mayoría de las aplicaciones. Con este fin, en este trabajo se estudió la obtención de nanopartículas de  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  mediante el método de Pechini, en bajas condiciones de pH controlado (pH=1) y en diferentes condiciones de tratamiento térmico. Los polvos se caracterizaron mediante las técnicas de XRD, SEM, EDX, VSM y FTIR. Los resultados mostraron la producción de un polvo nanométrico con tamaños promedios de 22 nm, y con altos valores magnéticos, característicos de un material ferromagnético.

**Palabras Clave:** Hexaferritas, Bario, Método Pechini, Campos magnéticos.

## 1. Introducción

Recientemente el desarrollo de materiales magnéticos es un tema de gran interés científico, por su importancia tecnológica para mejorar el rendimiento de los materiales ya existentes. Las hexaferritas, con fórmula general  $MFe_{12}O_{19}$  (donde  $M = Sr, Ba$  o  $Pb^{2+}$ ), exhiben una estructura cristalina constituida por un par de unidades  $M$  que pueden rotar hasta  $180^\circ$  en torno al eje  $c$ , resultando en una organización de diez capas [1].

Desde 1950, estas estructuras se utilizan como imanes permanentes debido a sus excelentes características magnéticas, como su alta temperatura de Curie, elevada magnetización de saturación y fuerte coercitividad [2]. Su arreglo estructural consiste en un empaquetamiento compacto de bario y oxígeno, con iones de hierro distribuidos en cinco posiciones intersticiales:  $4f_{VI}$  de tipo tetraédrico y  $4f_{IV}$ ,  $12k$  de tipo octaédrico y  $2a$ , y  $2b$  con coordinación bipiramidal [3], como se muestra en la Fig. 1.



**Figura 1.** Representación esquemática de una celda unitaria de hexaferrita de bario

La síntesis de nanopartículas de hexaferrita de bario se lleva a cabo comúnmente mediante reacción en estado sólido, proceso que involucra el calentamiento de los precursores a temperaturas mayores de  $1000^\circ C$ , dando lugar a partículas con tamaños superiores a  $1 \mu m$  [4]. Con el propósito de controlar y disminuir el tamaño de partícula, se han desarrollado rutas alternativas como el sol-gel [5], la coprecipitación química [6], el proceso de hidrotérmico [7], entre otros. En este estudio se sintetizaron nanopartículas de  $BaFe_{12}O_{19}$  mediante el método de Pechini [8] también conocido como método de precursores poliméricos. Este proceso es adecuado para

obtener materiales homogéneos a escala atómica, lo que permite producir materiales dopados y materiales dieléctricos con estequiometría controlada, algo muy difícil de lograr mediante síntesis convencionales. El método se basa en la compilación de cationes metálicos con un ácido hidroxycarboxílico y la polimerización del complejo formado por un alcohol polihidroxil, como el etilenglicol, que forma una resina polimérica durante el calentamiento a temperatura moderada, donde ocurren las reacciones de esterificación y poliesterificación.[9]

Posteriormente, la resina que contiene los cationes unidos a la estructura polimérica se somete a un tratamiento térmico para eliminar el carbono y producir los óxidos de los cationes. El calentamiento de la resina polimérica por encima de  $300^\circ C$  provoca una degradación térmica o pirolisis del polímero, formando una resina expandida. La resina expandida es un material semicarbonizado, negro, similar a una esponja y muy frágil. La inmovilización de los complejos metálicos en una red polimérica orgánica rígida puede reducir la segregación del metal, asegurando la homogeneidad química. Las principales ventajas de este método son; la baja contaminación, la obtención de polvosnanométricos, la mezcla de cationes a nivel atómico, control preciso de la estequiometría, versatilidad en la producción de óxidos de metales mixtos y rentabilidad en comparación con otros métodos.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Materiales

Los reactivos utilizados para la obtención de nanopartículas de hexaferrita de Bario tipo M son los siguientes; agua desionizada, nitrato de Bario,  $Ba(NO_3)_2$ , ácido cítrico ( $C_6H_8O_7$ ) y nitrato férrico noahidratado ( $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ). Fueron proporcionados por la empresa Sigma Aldrich. Todos los reactivos se utilizaron con grado analítico sin purificación adicional.

### 2.2 Preparación de nanopartículas de hexaferrita de Bario tipo-M

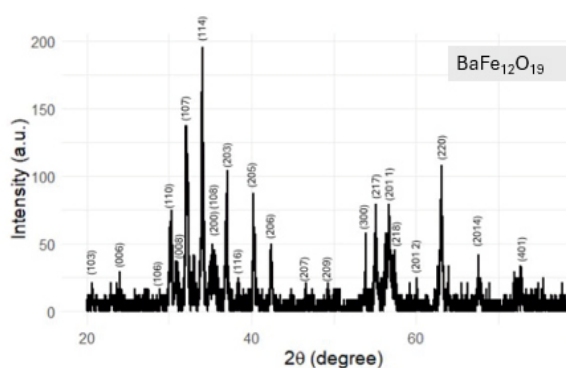
El polvo de nanopartículas magnéticas se sintetizó mediante el método de Pechini. Inicialmente se preparó una mezcla de 4.300 g de nitrato férrico noahidratado y 0.190 g de nitrato de bario en 60 mL de agua desionizada bajo agitación constante y a temperatura ambiente. Después de 30 min de agitación, se agregó una segunda mezcla, que contenía 1.080 g de  $C_6H_8O_7$  en 10 mL volumétricos de agua desionizada y 0.25 mL de etilenglicol por separado. Posteriormente, se calentó a  $70^\circ C$  hasta destilarse el agua, para promover una reacción de poliesterificación que resultó en una resina homogénea donde los iones metálicos se distribuyeron uniformemente

en la matriz orgánica La resina resultante se calentó posteriormente con un presinterizado a 300 °C durante 4 horas, para eliminar el exceso de disolvente. Finalmente, los polvos se sinterizaron a 800 °C durante 5 horas, con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 Difracción de Rayos X

El compuesto de nanopartículas de hexaferrita de Bario, se sintetizó con éxito mediante el método de pechini por lo cual, la estructura cristalina se confirmó por Difracción de Rayos-X (DRX), utilizando un equipo de difractómetro Bruker D8 Advance mediante radiación Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ). En la figura 2 se presenta el Difractograma obtenido en el rango de 20-80°, además el compuesto presenta una simetría hexagonal perteneciente al grupo espacial P63/mmc. Los parámetros cristalográficos se obtuvieron utilizando el programa MAUD [10]. Los parámetros de celda fueron  $a = 5.89 \text{ \AA}$ ,  $c = 23.18 \text{ \AA}$  y el volumen de la celda unitaria fué de  $695.4 \text{ \AA}^3$ .

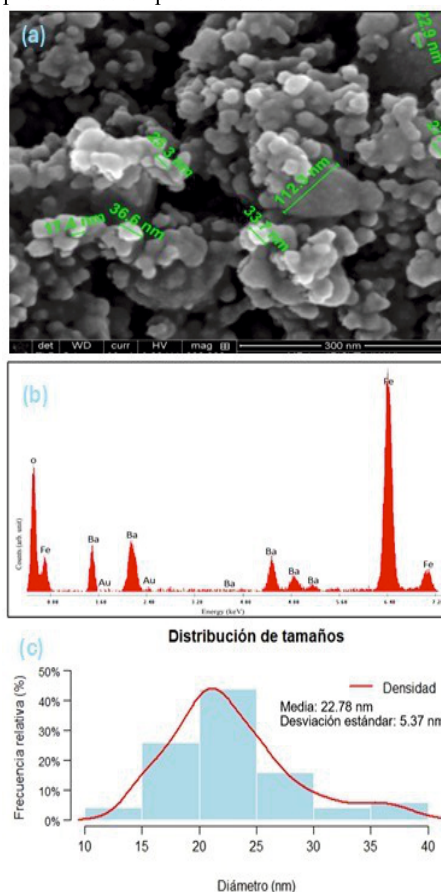


**Figura.2** DRX de nanopartículas de la hexaferrita de bario tipo M

#### 3.1 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

Para determinar la morfología, tamaño de partícula y composición elemental los polvos de la hexaferrita de Bario se caracterizaron por microscopia electrónica de Barrido (SEM) utilizando un equipo JSM-6700F, JEOL. La figura 3 (a) muestra una micrografía de la distribución y morfología de las nanopartículas, en este caso presentan una morfología hexagonal. Se observa que las partículas magnéticas individuales forman aglomerados y debido a fuerzas de atracción de diversa naturaleza química y física, se mantienen unidas, por este efecto en la micrografía se visualiza el tamaño de grades aglomerados conteniendo nanopartículas, se realizó la medición de uno de ellos y

se obtuvo el tamaño de 112.3 nm, mismo que contiene nanopartículas individuales unidas entre sí. La figura 3 (b), muestra patrones de espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDX), los elementos Sr, Fe y O con una relación estequiométrica correspondiente a BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>. La detección de C y Cu se debe a las rejillas de cobre recubiertas de carbono utilizadas para las mediciones de SEM. La figura 3 (c) muestra la distribución medida del tamaño de grano con tamaños de desde 10 hasta 40 nm, presentando un promedio de 22 nm.

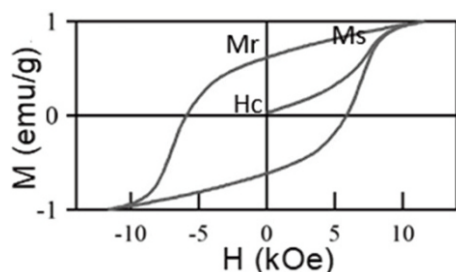


**Figura. 3** La sección (a) muestra las imágenes SEM de la morfología y distribución del tamaño de los polvos de hexaferrita de bario, la sección (b) muestra el EDX de la composición química de las nanopartículas y, finalmente, la sección (c) muestra los diámetros promedio de los tamaños de las nanopartículas.

#### 3.2 Propiedades magnéticas de las hexaferritas de Bario tipo -M.

Se midieron las propiedades magnéticas de las nanopartículas de hexaferrita de Bario tipo M mediante Magnetización de Muestra Vibrante (VSM), utilizando un equipo LDJ-9600 realizado a temperatura ambiente. En la Figura 4 se presentan las curvas de histéresis típicas de un

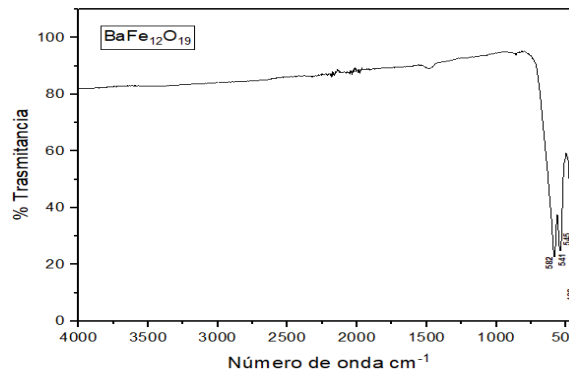
material magnético duro y los datos relevantes de la coercitividad ( $H_c$ ), la magnetización remanente ( $M_r$ ) y la magnetización de saturación ( $M_s$ ) que se estiman a partir de estos ciclos de histéresis. Para la muestra Ba-M de la Fig. 8 (a), se obtuvieron valores de  $H_c$  de 5.89 KOe, una  $M_r$  de 45 emu/g y 74.1 Ms emu/g, con un radio de  $M_r/M_s$  0.61 y con un  $B_{Hmax}$  de 2.99 (MGOe). Generalmente a un campo aplicado de 15 kOe no es suficiente para saturar la magnetización de las muestras, sin embargo, se observan ciclos completos para ambas cuadraturas de histéresis. Para realizar una mejor estimación, se calculó la magnetización de saturación basándose en la ley de aproximación a la saturación [11,12].



**Figura 4.** Ciclos de histéresis correspondientes a las muestras de nanopartículas de hexaferrita de Bario sinterizadas a 800°C.

### 3.3 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR).

Los espectros FT-IR del precursor  $BaFe_{12}O_{19}$  fueron obtenidos por el equipo, Thermo Scientific (modelo Nicolet iS10). En la figura 5 se muestra el espectro del polvo  $BaFe_{12}O_{19}$  calcinado, muestra las vibraciones características de la formación de la hexaferrita de Bario, donde las bandas de alta frecuencia en 500-600  $cm^{-1}$ , se atribuyen principalmente a las vibraciones de estiramiento de los enlaces Fe-O en los sitios octaédricos, por lo que las bandas de alta frecuencia de 400-500  $cm^{-1}$  se asocian a las vibraciones de los enlaces Fe-O en los sitios tetraédricos, así como vibraciones del enlace Ba-O. La presencia de dos bandas principales cerca de 582-541 y otra más ancha en 545-438  $cm^{-1}$  es el indicativo de la presencia de formación de la hexaferrita de bario tipo M. [13,14]



**Figura 5.** Espectro FT-IR correspondiente a la hexaferrita de bario obtenida por el método pechini.

**Agradecimientos :** R.M.O. agradece a SECIHTI la beca postdoctoral (CVU 240837), al proyecto SECIHTI Ciencias Básica de frontera No. CBF-2025-I-2624 y UANL PROACTI 2024 en etapa III. También M.J.M.C. agradece a SECIHTI la beca postdoctoral (CVU 290939). Agradecemos al laboratorio de nanociencias y nanotecnología por su apoyo en la caracterización.

### Conclusiones.

Se sintetizó con éxito las nanopartículas de hexaferrita de bario por el método Pechini. La caracterización de los compuestos obtenidos en el tratamiento térmico mostró que el proceso de formación de citrato metálico mediante el uso de un agente quelante (ácido cítrico), y su posterior polimerización permiten una distribución homogénea con átomos metálicos. Este estudio no solo enriquece el marco teórico de la tecnología de preparación de nanomateriales magnéticos, sino que también proporciona nuevas perspectivas para futuras investigaciones en la aplicación en la remediación ambiental.

### Referencias

- [1] Valenzuela R, *Magnetic Ceramics*, Chemistry of Solid State Materials 4 serie. Cambridge (Great Britain): Cambridge University Press, 1994, p. 50.
- [2] Shalom Ann Mathews, D. Rajan Babu . (2021). Analysis of the role of M-type hexaferrite-based materials in electromagnetic interference shielding, *Current Applied Physics*, 29-39-53 <https://doi.org/10.1016/j.cap.2021.06.001>
- [3] X. Batlle, X. Obradors, J. Rodríguez-Carvajal, M. Pernet, M.V. Cabanas, M. (1991). Vallet, Cation distribution and intrinsic magnetic properties of Co-Ti-doped M-type barium ferrite, *J. Appl. Phys.* 70, 1614–1623, <https://doi.org/10.1063/1.349526>.
- [4] C. Pahwa, S. Mahadevan, S.B. Narang, P. Sharma. (2017). Structural, magnetic and microwave properties of exchange

coupled and non-exchange coupled

BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>nanocomposites, *J. Alloys Compd.* 725, 1175-1181, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.07.220>.

[5] S. Zahi . (2010) . Nickel-zinc ferrite fabricated by sol-gel route and application in high-temperature superconducting magnetic energy storage for voltage sag solving, *Mater. Des.* 31 ,1848-1853, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.11.004>.

[6] R.S. Alam, M. Moradi, M. Rostami, H. Nikmanesh, R. Moayedi, Y. Bai. (2015). Structural, magnetic and microwave absorption properties of doped Ba-hexaferrite nanoparticles synthesized by co-precipitation method, *J. Magn. Magn Mater.* 381, 1-9, <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2014.12.059>

[7] A.A. Sattar, H.M. El-Sayed, I. Alsquia. (2015). Structural and magnetic properties of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> core/shell nanocomposite prepared by the hydrothermal method, *J. Magn. Magn Mater.* 395 (2015) 89-96, <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2015.07.039>.

[8] Pechini M.P., US Patent No. 3330697 (1967).

[9] Masoudpanah, S. M., & Ebrahimi, S. S. (2013). Structure and magnetic properties of nanocrystalline SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> thin films synthesized by the Pechini method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* 342, 128-133. DOI: [10.1016/j.jmmm.2013.04.070](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2013.04.070)

[10] MAUD Tutorial Version 2.0, Lutterotti, L., MAUD: <http://www.ing.unitn.it/~maud/tutorial.html>. Accessed 4 July 2014

[11] Cullity DB, Graham CD, Introduction to the Magnetic Materials, Ed. Addison Wesley, New Jersey, (2009).

[12] Hui Zhang, Dechang Zeng, Zhongwu Liu. (2010). The law of approach to saturation in ferromagnets originating from the magnetocrystalline anisotropy, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* 322-116 , 2375-2380, <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2010.02.040>.

[13] Moatoshi, Sidananda S, Borah JP. (2023). Enhancing structural and magnetic properties of BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> nanoparticles through co-substitution (Co-Mn): A promising approach for permanent magnet applications. *Physica Scripta*, 98, 12. <http://doi.org/10.1088/1402-4896/ad0c91>

[14] Brightlin, B.C., Balamurugan, S. The effect of post annealing treatment on the citrate sol-gel derived nanocrystalline BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> powder: structural, morphological, optical and magnetic properties. (2016). *Appl Nanosci* 6, 1199-1210 (2016). <https://doi.org/10.1007/s13204-016-0531-1>