

APLICACIÓN DE LA DIFRACCIÓN DE RAYOS X PARA EL ANÁLISIS EN LA SÍNTESIS DE FERRITAS.**THE RAYS X DIFFRACTION APPLICATION FOR THE ANALYSIS IN THE SYNTHESIS OF FERRITES.**

Abdel Casanova Gómez¹, Joelis Rodríguez², Esteban Alfonso Olmo¹, Paula Gabriela Bercoff³, José Antonio Alonso Pérez¹, Mercedes Arana³, José Raúl Correa Reina⁴

Como parte fundamental de los trabajos para la obtención de ferritas, a partir de materiales de desechos (Colas) de la industria del níquel, se encuentra el control analítico y monitoreo de productos, así como las condiciones de la síntesis. Mediante este trabajo se realiza el estudio de los productos magnéticos aplicando la magnetometría y la difracción de rayos X en la caracterización de sus propiedades y el análisis cualitativo y cuantitativo. Primeramente se determinó la temperatura ideal de calcinación para la cual se obtiene un tamaño promedio de cristalita de la espinela magnética lo más grande posible y con alto grado de magnetización. Posteriormente se realizó el análisis de fases y magnético de los productos finales siguiendo cinco formulaciones de síntesis distintas. Mediante este análisis se demostró que en general el método seguido da lugar a sólidos que, aun con cantidades variables de hematita como impureza para cuatro de las formulaciones, presentan una elevada saturación magnética luego de la calcinación. El análisis por DRX realizado a los productos contó con la determinación del tamaño promedio de cristalita como aspecto indicativo de interferencias de frontera. Además se realizó el refinamiento estructural en la variante de ajuste de perfil para el análisis cuantitativo de fases, dato que argumenta las diferencias de magnetismo para las cinco formulaciones. También se aplicó el método de Rietveld para la determinación detallada de la estructura de la ferrita F-59 así como de su fórmula estequiométrica.

Palabras clave: colas, ferritas, ajuste de perfil, tamaño de cristalitas, método Rietveld.

The analytical control and monitoring products is a fundamental part of the work to obtain ferrites, from the nickel industry waste materials (Tailings), as well as the conditions of synthesis. Through this work the study of magnetic products is carried out using magnetometry and X-ray diffraction in characterization of their properties, and the qualitative and quantitative analysis. First, the ideal temperature calcination was determined; for which an average crystallite size of magnetic spinel as large as possible and is obtained with high magnetic response. Subsequently the magnetic and phase analysis of final products, following five different formulations synthesis, was performed. This analysis showed that in general the method results in solids, even with varying amounts of hematite as impurity in four formulations, having a high magnetic saturation after calcination. XRD analysis made to the products featured determining the average crystallite size as indicative aspect of border interference. Furthermore, the structural refinement (profile matching variant) for the quantitative analysis of phases was carried on, fact that arguments the differences of magnetism for the five formulations. Rietveld method for detailed determination of the structure of the ferrite F-59 and its non-stoichiometric formula was also applied.

Keywords: Tailings, ferrites, matching profile, crystallite size, Rietveld method.

Recibido: 23 de enero del 2017

Aprobado en su forma original: 26 de abril del 2017

- (1) Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica (CIPIMM), Varona 12028 Km^{1/2} Boyeros, La Habana, Cuba, CP-10800 Correo electrónico: abdel@cipimm.minem.cu
- (2) Instituto de Ciencias y Tecnología de Materiales (IMRE), Universidad de la Habana, La Habana 10400, Cuba. joelis.rh@gmail.com
- (3) Facultad de Matemática, Astronomía y Física, Universidad Nacional de Córdoba, Argentina. bercoff@famaf.unc.edu.ar; arana@famaf.unc.edu.ar
- (4) Departamento de Química General de Universidad de la Habana. La Habana, Cuba. correa@fq.uh.cu

INTRODUCCIÓN

Las ferritas son materiales homogéneos, compuestas por óxidos metálicos del tipo espinela de alta permeabilidad y resistencia eléctrica, cuya fórmula general es MFe_2O_4 como la de un óxido tipo espinela, donde M es un metal divalente como el níquel, cobalto o alguna combinación de distintos cationes divalentes. Estos metales divalentes estarían ocupando las posiciones tetraédricas en la estructura cristalina mientras que los metales trivalentes ocuparán las posiciones octaédricas.

Las ferritas se clasifican en blandas y duras. Los materiales magnéticos blandos presentan curvas de histéresis de apariencia estrecha con bajos campos coercitivos y alta saturación, y teniendo por tanto altas permeabilidades magnéticas. Los materiales magnéticos duros se caracterizan por una alta fuerza coercitiva H_c y una alta inducción magnética remanente B_r ; de este modo, los ciclos de histéresis de estos materiales son anchos y altos (Alonso J. 2010).

Las ferritas pueden ser sintetizadas por la vía cerámica, o sea partiendo de los óxidos de interés por separado; o por la vía húmeda (coprecipitación y calcinación, entre otras). La utilidad que pudiera presentar una ferrita determinada está estrechamente ligada a sus propiedades magnéticas y estas a su vez dependen de la composición química, la existencia de impurezas, y de características estructurales de la espinela magnética como son cristalinidad, vacancias y tamaño de los dominios magnéticos. En la síntesis por coprecipitación y calcinación, la temperatura juega el importante papel de entregar al sistema la energía suficiente como para romper y crear nuevos enlaces. Cuando se alcanza la temperatura de sinterización, la cual algunos autores la sitúan entre 900 °C y 1200 °C, se favorece la migración de los iones metálicos y en general la formación de la ferrita resultante con una mayor cristalinidad, densidad y respuesta magnética (González A., Guerasimenko I., 1985; Barba A., et. al., 2008). Esta vía ha mostrado muy buenos resultados

en la síntesis de ferritas; incluso, llegándose a obtener productos de alto valor agregado partiendo de materiales de desechos (Alfonso E., et. al. 2011; López J. et. al. 2012).

El tamaño de las partículas juega un papel importante en las propiedades magnéticas de una ferrita. Esto determina la distribución de dominios magnéticos, los cuales son regiones del grano o cristal con una orientación magnética determinada. Mientras mayor sea el dominio magnético menor será la influencia de las interferencias de fronteras. Se sabe que existen en los sólidos magnéticos direcciones cristalográficas de fácil imantación, por lo cual, cuando hay un crecimiento del cristal en esta dirección se logrará una mayor respuesta magnética. Así, una evaluación del tamaño promedio de cristalita nos puede brindar criterios relacionados con las propiedades magnéticas de los dominios de la ferrita. La aplicación de la ecuación de Scherrer es uno de los métodos más utilizados en la DRX para la determinación del tamaño promedio de cristalitas (Fuentes L., 2002; Casanova A. et. al., 2015).

La existencia de impurezas también influye en el comportamiento magnético de una ferrita. La presencia de otros óxidos provoca un descenso de la imantación del material. De esta manera es necesario controlar la formación de otros óxidos, a la vez que un análisis cuantitativo de fases por DRX nos permitirá conocer la calidad del material. El ajuste de perfil o refinamiento estructural es un procedimiento ampliamente utilizado en el análisis estructural y cuantitativo de fases, para minerales y sólidos sintéticos (Casanova A. et al, 2015; Esteve V., 2014; Petrick S., 2004). Este método además de brindar las características estructurales de cada componente, suministra la composición porcentual de fases del sólido.

En este trabajo se caracterizaron los sólidos obtenidos en cinco pruebas de síntesis de ferritas donde se varió fundamentalmente la mezcla de reaccionantes. También se estudió la influencia del tratamiento térmico en el crecimiento de los cristales. El objetivo del

presente trabajo es caracterizar los sólidos obtenidos para conocer las características magnéticas y estructurales de las fases presentes, fundamentalmente las espinelas. Determinar la composición de fases, las propiedades físicas, tales como su tamaño promedio de cristalita, estructura cristalina y comportamiento magnético bajo la influencia de un campo externo y clasificarlas según sus propiedades para un posible uso posterior.

MATERIALES Y METODOS

Procedimiento para la obtención de ferritas.

Para estas pruebas de síntesis de ferritas se siguieron procedimientos de coprecipitación, secado, trituration y posterior calcinación a 1150 °C. La precipitación de la mezcla de óxidos hidratados se llevó a cabo con disolución carbonato amoniacal de níquel para así obtener dos tipos de ferritas: Ni-Mn (*P-55*, *P-56* y *P-57*) y Ni-Co (*P-58* y *P-59*). Para las pruebas *P-55* y *P-56* el precipitado se obtuvo de una disolución sintética de sulfatos férrico y ferroso a pH 7.5 y 8.5 respectivamente. Para la prueba *P-57* se utilizó disolución de lixiviación de las colas purificadas, más la adición de sulfato ferroso obteniéndose el precipitado con solución carbonato amoniacal a pH 8.5.

Las ferritas de Ni-Co se obtuvieron a partir de la solución de lixiviación purificada más sulfato de cobalto (II), sin sulfato ferroso en el caso de la prueba *P-58* y con la adición de sulfato ferroso para la prueba *P-59*; precipitando a pH 8.5 en ambos casos.

Propiedades magnéticas.

Las propiedades magnéticas de las muestras secadas a 110 °C (precipitados) y calcinadas a 1150 °C se determinaron a través de los ciclos de histéresis los cuales permitieron clasificar a las ferritas obtenidas. Para este propósito se utilizó un magnetómetro de muestra vibrante Lakeshore 7300, con campo máximo aplicado de 15 kOe.

Análisis de fases por DRX.

Los difractogramas se realizaron por el método de polvo y se registraron en un equipo Philips

modelo PW - 1710 con los siguientes parámetros de operación: Radiación $K\alpha$ de Fe, diferencia de potencial aplicada de 30 kV, corriente anódica de 20 mA, registro angular entre 6°-80° (2 θ). Se registraron según variante de medición punto a punto; paso angular de 0,02° (2 θ), a un tiempo de medición en cada posición angular de 5 segundos. Los datos fueron procesados con el programa "Origin 8.0". Las distancias entre planos se determinaron con el programa Ttod para PC. El análisis cualitativo de fases se realizó con la utilización de la base de datos PCPDFWIN; versión 1.30, JCPDS-ICDD / 2003, compatible con Windows 98 para Office 2000.

Ajuste de perfil

El ajuste de perfil se realizó para cada muestra mediante el programa informático de refinamiento estructural fullprof de Rodríguez Carvajal. Los difractogramas se registraron en condiciones de Rietveld con un paso angular de 0,02° (2 θ), a un tiempo de medición en cada posición angular de 5 segundos y para los cuales se usó longitud de onda $K\alpha$ del Cu. Del cualitativo de fases se escogieron los patrones con la mayor coincidencia en posición angular e intensidad de cada una de las fases. Se buscó la información estructural de cada una de ellas en la base de datos ICSD (Inorganic Crystal Structure Data) para la confección de los ficheros *.pcr de entrada al programa.

Determinación del tamaño de cristalita

La fórmula de Scherrer fue la utilizada para el cálculo del tamaño de cristalita (τ). Para este cálculo se utilizó el programa PAnalytical "X Pert High Score. Para la corrección se utilizó el máximo en $d = 3.34 \text{ \AA}$ del cuarzo y de esta manera restarle el ancho instrumental del equipo. Para el semiancho de corrección instrumental se utilizó un patrón de cuarzo al 99% con un valor de FWHM = 0.123° 2 θ .

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Crecimiento de los dominios magnéticos con la temperatura de sinterización.

Teniendo en cuenta que los dominios magnéticos son regiones donde la orientación del campo magnético es la misma, estos estarán delimitados por una o un conjunto de cristalitas. De esta manera, el efecto del incremento del tamaño de cristalita es el aumento del dominio magnético y menor influencia de interferencias de fronteras. Con el aumento de la temperatura de calcinación, aumenta la concentración y cristalinidad de la

ferrita, una vez que partimos del precipitado amorfo de óxidos hidratados. En la figura 1 se observa que a 700 °C se comienza a obtener una ferrita con baja concentración y de muy baja cristalinidad; mientras que al calcinar a 1150 °C se incrementa el contenido y el orden estructural. No se observa la presencia de Hematita en esta prueba, lo cual indica alta pureza en esta ferrita de níquel preparada únicamente para esta prueba.

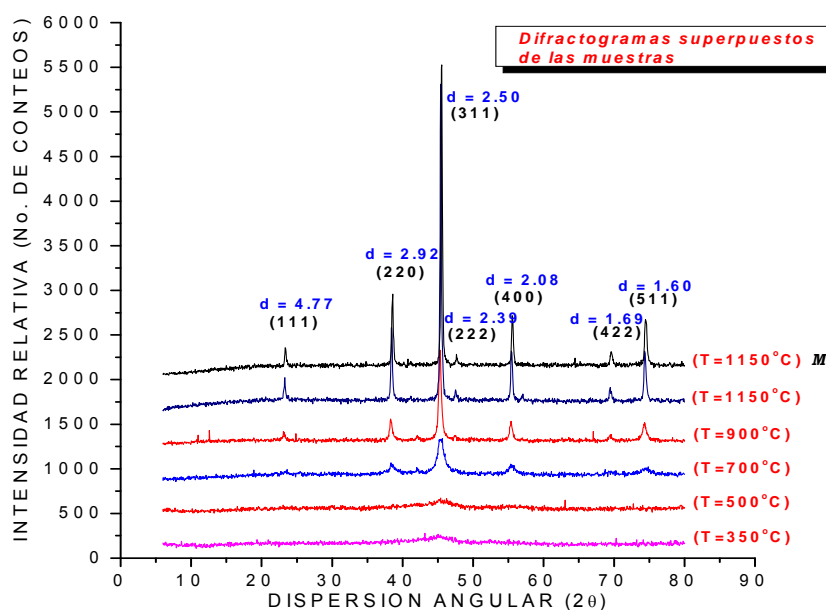


Figura 1. Difractogramas del precipitado calcinado a diferentes temperaturas.

En esta figura se observa además el crecimiento del tamaño de cristalita en todas las direcciones cristalográficas: [111] (d= 4.77 °A), [220] (d=2.92 °A), [311] d= 2.51 °A, [222]

(d=2.39 °A), [400] d= 2.08 °A, [422] (d=1.69 °A), [511] (d=1.60 °A). Los crecimientos más notables calculados por la fórmula de Scherrer están reflejados en la tabla 1.

Tabla 1. Incremento del tamaño de los cristales de la ferrita con el tratamiento térmico.

Temp. Calcinación(°C)	Tamaño promedio de cristalitas (°A)				Magnetización de Saturación (emu/g)
	[111] d= 4.77 °A	[220] d=2.92 °A	[311] d= 2.51 °A	[400] d= 2.08 °A	
350	----	----	19	----	----
500	----	----	49	----	2.7
700	216	55	66	70	12.1
900	170	288	221	200	21.0
1150	382	833	1140	747	31.9

Nótese que los incrementos mayores se vieron en las direcciones cristalográficas [311], [220] y [400]; además de un incremento de la magnetización a medida que aumenta la temperatura de calcinación, de 2.7 emu/g a 500 °C hasta 31.9 emu/g a 1150 °C. La figura 2 exhibe los ciclos de histéresis de estas muestras propios de ferritas blandas. Se observó además una relación de incremento del magnetismo de 10 emu/g

(aproximadamente) al aumentar 200 °C en la temperatura de calcinación. De esta manera vemos que tratando al sólido a 900 °C, se puede obtener a la ferrita pero con un menor magnetismo que si se tratara a la temperatura de 1150 °C. Precisamente, para estos materiales, puede tomarse 1150 °C como la temperatura de sinterización ideal con un mejor rendimiento y menor gasto de energía.

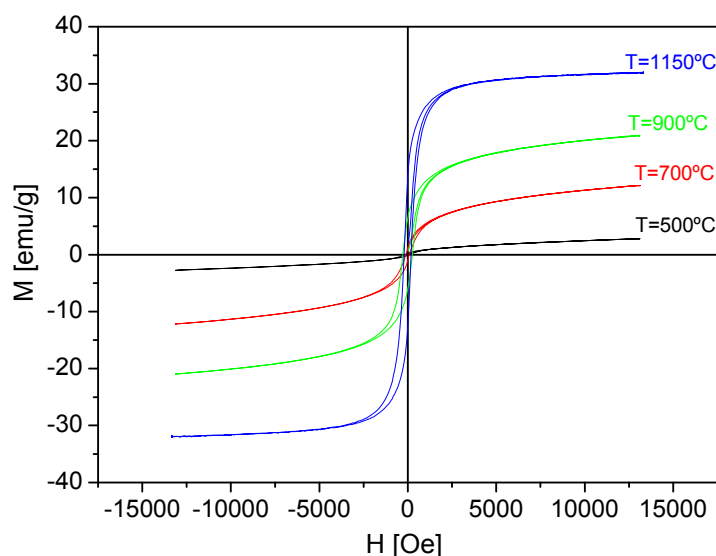


Figura 2. Ciclos de histéresis del precipitado tratado a diferentes temperaturas.

Síntesis de ferritas de Ni/Mn y Ni/Co

En la síntesis, cuyas condiciones se detallan en la tabla 2, se obtuvieron los sólidos precipitados y precursores de las ferritas, secados a 110 °C, con una composición de fases variada entre las pruebas. El análisis por DRX de estas muestras advierte una composición de fases con presencia de ferrita sobre todo en las pruebas con manganeso. Aunque la muestra de la prueba P-59 (con Co) no exhibe máximos de la ferrita, se concluye que esta se puede encontrar con muy baja cristalinidad y máximos solapados por los del óxido hidratado de hierro. Esto está avalado por los valores de magnetización de saturación de esta muestra los cuales se exponen en la tabla 2.

En las muestras secadas se observa un mayor magnetismo en las pruebas P-56 y P-55, por ese orden, debido precisamente al mayor valor de pH alcanzado en la precipitación. Este hecho trae como efecto que la coprecipitación sea mayor y se alcance mayor concentración del óxido mixto magnético. El hecho de que en estas dos pruebas se parta de soluciones sintéticas garantiza una mayor pureza de la ferrita; lo que repercute en la superior magnetización que se alcanza en estas dos pruebas. Otro aspecto de interés es la influencia que ejerce la presencia del óxido hidratado de hierro y material amorfo sobre el valor de la magnetización de saturación. En este sentido, la prueba P-56, además de tener un alto contenido de la ferrita, presenta menos concentración de óxidos hidratados amorfos que las pruebas P-55 y P-57, las cuales tienen

importantes contenidos del óxido magnético y se presentan con menor magnetización. Las ferritas de Ni-Co (secadas a 110 °C) se presentan con los menores valores de magnetización, algo que se explica por sus

composiciones de fases, incluso la P-58 se presenta como un sólido paramagnético, además esta muestra se obtuvo sin la adición de sulfato ferroso.

Tabla 2. Ferritas sintetizadas y valores de magnetización.

<i>Prueba (P)</i>	<i>Ferritas</i>	<i>Productos de partida</i>	<i>Composición Estequiométrica</i>	<i>M [emu/g] (a 110 °C)</i>	<i>M [emu/g] (a 1150 °C)</i>
<i>P-55</i>	Ni/Mn	solución sintética Fe ₂ (SO ₄) ₃ y FeSO ₄ (pH-7.5)	(Ni,Fe,Mn)Fe₂O₄	21.9	48.6
<i>P-56</i>	Ni/Mn	solución sintética Fe ₂ (SO ₄) ₃ y FeSO ₄ (pH-8.5)	(Ni,Fe,Mn)Fe₂O₄	34.7	60.7
<i>P-57</i>	Ni/Mn	solución purificada (con FeSO ₄)	(Ni,Fe,Mn)[Al,Cr,Fe]₂O₄	15.1	53.8
<i>P-58</i>	Ni/Co	solución purificada (sin FeSO ₄)	(Ni,Co)[Al,Cr,Fe]₂O₄	-----	52.2
<i>P-59</i>	Ni/Co	solución purificada (con FeSO ₄)	(Ni,Fe,Co)[Al,Cr,Fe]₂O₄	10.7	62.8

Como se observa en los difractogramas de la figura 3, la prueba **P-55** está compuesta principalmente por sulfato de níquel y amonio hexahidratado ((NH₄)₂ Ni (SO₄)₂ .6H₂O), presenta un alto contenido de ferrita de níquel y manganeso, además de la presencia de goetita (α-FeOOH). La muestra **P-56** presenta como fase fundamental a la ferrita de níquel y manganeso y como fases minoritarias, con baja intensidad en sus máximos, al sulfato de níquel y amonio hexahidratado ((NH₄)₂ Ni (SO₄)₂ .6H₂O) e hidrohonesita (Ni₆Fe₂(SO₄) (OH)₁₆ . 7H₂O) en muy bajas concentraciones. La muestra **P-57** está constituida por la ferrita de níquel y manganeso como fase principal, por la goetita (α-FeOOH) e hidrohonesita.

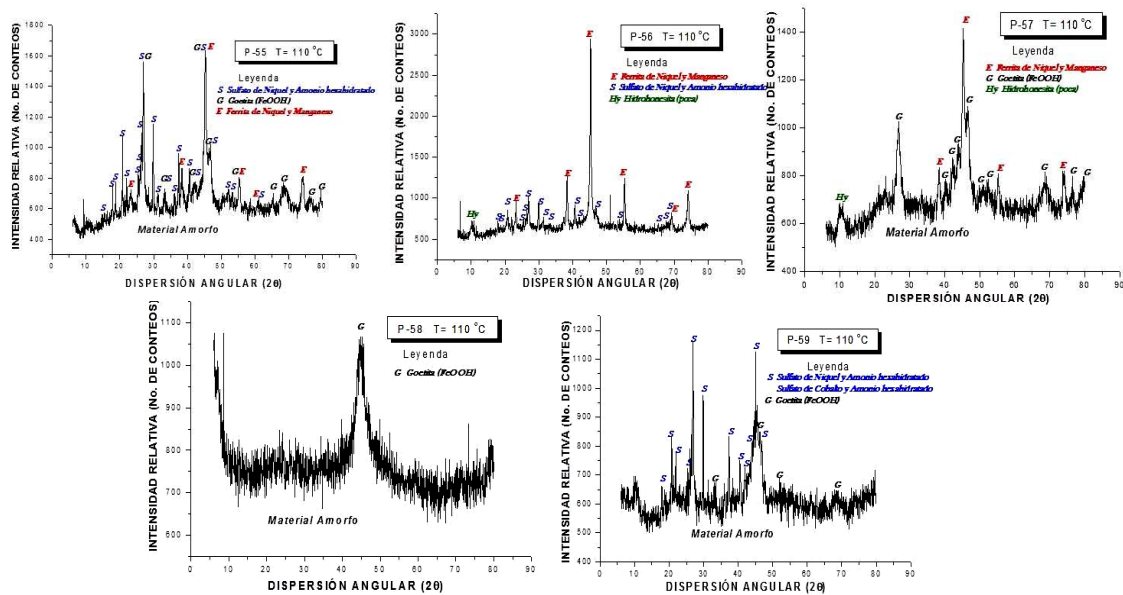


Figura 3. Difractogramas de los precipitados de cada prueba secados a 110 °C

La única fase encontrada en la muestra **P-58** es la goetita (bastante amorfa) y presenta además un gran las P-58 y la P-55 con contenidos cerca de 50% y 45% respectivamente. Por otra parte las pruebas

P-56 y P-57 presentan una mayor concentración de la ferrita con más del 75%, lo cual repercute en sus respuestas magnéticas

Tabla 3. Resultados del ajuste de perfil de las ferritas obtenidas

Pruebas	Ajuste de perfil de las ferritas sintetizadas		
	Espinela (Fd-3m)	Hematita (R-3c)	Shr ²
P-55	58.0% $a= 8.359 \text{ }^\circ\text{A}$ $\alpha,\beta,\gamma= 90.0^\circ$ $V= 584.20 \text{ (}^\circ\text{A)}^3$	42.0% $a, b= 5.036 \text{ }^\circ\text{A}$ $c= 13.737 \text{ }^\circ\text{A}$ $\alpha,\beta= 90.0^\circ, \gamma= 120.0^\circ$ $V= 301.70 \text{ (}^\circ\text{A)}^3$	1.69
P-56	76.1% $a= 8.359 \text{ }^\circ\text{A}$ $\alpha,\beta,\gamma= 90.0^\circ$ $V= 584.03 \text{ (}^\circ\text{A)}^3$	23.9% $a, b= 5.036 \text{ }^\circ\text{A}$ $c= 13.74 \text{ }^\circ\text{A}$ $\alpha,\beta= 90.0^\circ, \gamma= 120.0^\circ$ $V= 301.70 \text{ (}^\circ\text{A)}^3$	1.37
P-57	75.7% $a= 8.356 \text{ }^\circ\text{A}$ $\alpha,\beta,\gamma= 90.0^\circ$	24.3% $a, b= 5.033 \text{ }^\circ\text{A}$ $c= 13.729 \text{ }^\circ\text{A}$ $\alpha,\beta= 90.0^\circ, \gamma= 120.0^\circ$	1.51

	$V= 583.36 (^{\circ}A)^3$		$V= 301.13 (^{\circ}A)^3$
P-58	55.5%		44.5%
	$a= 8.336 ^{\circ}A$ $\alpha,\beta,\gamma= 90.0^{\circ}$		$a, b= 5.028 ^{\circ}A$ $c= 13.735 ^{\circ}A$ $\alpha,\beta= 90.0^{\circ}, \gamma= 120.0^{\circ}$
	$V= 579.30 (^{\circ}A)^3$		$V= 300.80 (^{\circ}A)^3$
P-59	100%		1.33
	$a= 8.338 ^{\circ}A$ $\alpha,\beta,\gamma= 90.0^{\circ}$	-----	
	$V= 579.83 (^{\circ}A)^3$		

Como se observó en la tabla 2 hay un incremento en el comportamiento magnético en el producto final de todas las pruebas. La figura 6 muestra los ciclos de histéresis de los precursores y de las ferritas finales. Como se esperaba la ferrita P-56(Ni-Mn) con 60.7 emu/g alcanzó uno de los valores más elevados de magnetismo, solo superado por los 62.8 emu/g de la prueba P-59 (ferrita pura de Ni-Co, sin hematita).

Las pruebas P-57(Ni-Mn) y P-58(Ni-Co) presentan un comportamiento muy similar en cuanto al magnetismo con valores de 53.8 emu/g y 52.1 emu/g respectivamente, aunque la muestra de la prueba P-57(Ni-Mn) supera en un 30% la concentración de la espinela magnética con respecto a la P-58(Ni-Co). La prueba P-55(Ni-Mn) alcanzó la menor magnetización de saturación de todas con 48.6 emu/g.

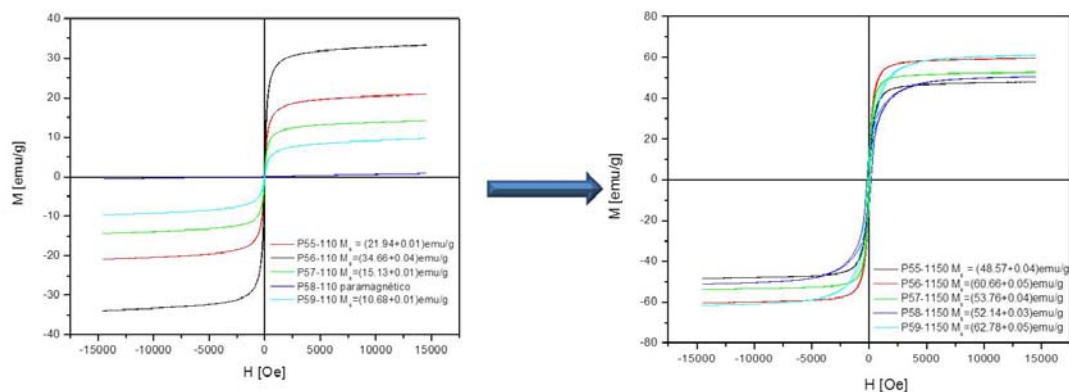


Figura 6. Transformación de las propiedades magnéticas en los productos finales de cada prueba

De estos resultados se concluye que la adición de Co(II) a la ferrita trae consigo un aumento de la magnetización de saturación, ya que con menor contenido de la espinela magnética esta alcanza valores muy semejantes a su homóloga de Mn(II). Utilizar una solución ácida sintética trae mejores resultados en el magnetismo de la ferrita que utilizar la solución de lixiviación

de las colas; debido fundamentalmente a la presencia de otros metales indeseables como el Al y el Mg en estas colas. La precipitación con la solución carbonato amoniacal, si alcanza el pH de 8, mejora el rendimiento magnético de la ferrita.

Como se vio anteriormente la ferrita P-59 es puramente la espinela magnética de

hierro-níquel-cobalto. Mediante su patrón de difracción se determinó el tamaño promedio de cristalita en las direcciones fundamentales de mayor crecimiento y se exponen en la tabla IV. Esta determinación no se llevó a cabo en las otras ferritas en la dirección [311] debido a la presencia de hematita, la cual presenta este máximo en

coincidencia con la espinela magnética lo cual trae errores en la determinación. Observando estos tamaños calculados en las distintas direcciones podemos decir que los dominios de las ferritas obtenidas tiene un diámetro promedio mínimo de 600 Å aproximadamente

Tabla 4. Tamaño promedio de cristalita en varias direcciones cristalográficas de las ferritas

Pruebas	Tamaño promedio de cristalitas (°Å)				Magnetización de Saturación (emu/g)
	[111] d= 4.77 °Å	[220] d=2.92 °Å	[311] d= 2.51 °Å	[400] d= 2.08 °Å	
P-55	548	623	----	533	48.6
P-56	635	691	----	582	60.7
P-57	456	538	----	518	53.8
P-58	586	624	----	545	52.2
P-59	478	646	627	578	62.0

Se realizó el refinamiento estructural por el método de Rietveld de la ferrita P-59 con el objetivo de obtener una propuesta de ecuación estequiométrica, partiendo de un modelo estructural determinado por la

composición química y extraído de la base de datos de la ICSD. La figura 7 muestra el difractograma ajustado y el modelo estructural obtenido.

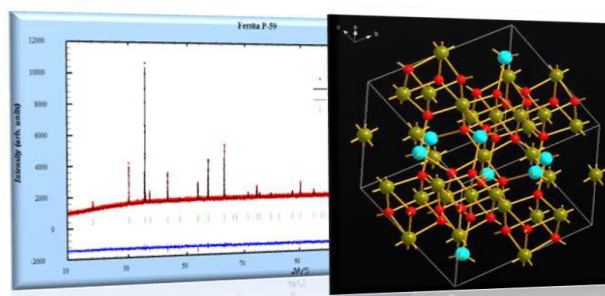


Figura 7. Resultado del refinamiento estructural por el método de Rietveld de la ferrita P-59.

Del refinamiento de las posiciones atómicas y la ocupación de los sitios se obtuvo la ecuación química que se representa en la

tabla V junto con las coordenadas atómicas de la estructura vista en la figura 7.

Tabla 5. Coordenadas atómicas y fórmula química de la ferrita P-59.

Átomo	X	Y	Z	Ecuación Química
Ni (2)	0.125	0.125	0.125	$(\text{Ni}^{2+}_{0.575}\text{Co}^{2+}_{0.175}\text{Fe}^{3+}_{0.25})[\text{Fe}^{3+}_{1.670}\text{Al}^{3+}_{0.07}\text{Cr}^{3+}_{0.03}]\text{O}_{3.9}$
Co (2)	0.125	0.125	0.125	
Fe (2)	0.125	0.125	0.125	
Fe (1)	0.500	0.500	0.500	
Al (1)	0.500	0.500	0.500	
Cr (1)	0.500	0.500	0.500	
O (1)	0.265	0.265	0.265	

En la tabla 6 se muestra el cálculo del momento magnético teórico de la estructura determinada mediante el refinamiento por el

método de Rietveld propuesta para la ferrita de la prueba P-59.

Tabla 6. Momento magnético teórico de la ferrita P-59.

<i>Elementos por sitios</i>						
	A			B		
X	Ni	Co	Fe	Al	Cr	Fe
δ	0.575	0.175	0.25	0.07	0.03	1.67
μ_B	2	3	5	0	3	5
μ'_B	1.15	0.525	1.25	0	0.09	8.35
μ_m	2.925			8.44		
μ_{Red}				5.5		
CO						

CONCLUSIONES

- Se comprobó cómo influye la temperatura de calcinación, provocando el crecimiento del tamaño promedio de cristalitas y por consiguiente el aumento de las propiedades magnéticas de las ferritas obtenidas.
- Se determinó por difracción de rayos X y magnetometría los efectos que provocan la modificación de los parámetros de síntesis: pH de precipitación, solución ácida (de lixiviación) de partida y la adición de Fe (II); así como el efecto de la concentración final de la espinela magnética.

- Se llevó a cabo el análisis cuantitativo de fases por ajuste de perfil de las ferritas obtenidas así como, se obtuvo el modelo estructural de la ferrita P-59 aplicando el método de Rietveld.

BIBLIOGRAFÍA

- Alfonso E., Bercoff P.G., Alonso J.A., Casanova A., Bugallo M. de F., Arana M. **2011**. Procesamiento para obtener ferritas a partir de materiales de desecho de la industria del níquel. INFOMIN. Vol.3, No.2. p 43-51.
- Alonso J. **2010**. Síntesis y caracterización de nanofluidos de ferritas de $\text{Co}_{(1)}$.

- x)Zn $_x$ Fe $_2$ O $_4$ ($0 \leq x \leq 0.75$). Tesis de maestría. Univ. del Valle, Santiago de Cali.
- Barba A., C. Clausell, M. Monzó, J.C Jarque. **2008**. Ciclo térmico para la obtención de una ferrita de Ni-Zn: (I) Diseño de la etapa de sinterización. Bol. Soc. Esp. Cerámica y Vidrio. 47, 1, p 13-23.
- Casanova Gómez A., Cilano Campo G., Rodríguez J., Alonso Pérez J.A., Martínez Montalvo A., Cabrera Díaz I., Águila Terry A., Aróstegui Aguirre M. **2015**. Análisis cuantitativo de fases por difracción de rayos-x del material de referencia zecuar-2 para su certificación. Memorias de la 6ta Convención Cubana de Ciencias de la Tierra, ISSN 2307-499X, MIN5-P2.
- Casanova Gómez A., Gayoso Blanco R., Alonso Pérez J.A., Martínez Montalvo A., Velázquez M. **2015**. Estimación por difracción de rayos x del efecto de aditivos en el proceso de hidratación del cemento portland. Revista INFOMIN Vol.7, No.2, Julio-Diciembre, pp.2-9 ISSN: 1992 4194.
- Curso de Magnetismo, Universidad de Navarra http://www.Tecnun.es/asignaturas/PFM_Ma/programa/Matmagy2.pdf. Julio **2012**.
- Esteve V. **2014**. El método de Rietveld. Colección ciencias experimentales, 2da edición. Universidad. Jaime I. Castellon. España.
- Fuentes L., Manuel R. **2002**. Mineralogía analítica, Univ. Autónoma de Chihuahua (Mex.), Dirección de Extensión y Difusión Cultural, p.:219-221. ISBN 968-6331-82-4.
- González A., Irina Guerasimenko. **1985**. Ferritas de Ni-Zn: Producción, Tratamientos Térmicos y Propiedades Magnéticas. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales. Vol. 5. N° 2. p 113-117.
- López J., Espinoza-Beltrán F.J., Zambrano G., Gómez M.E., Prieto P. **2012**. Caracterización de nanopartículas magnéticas de CoFe $_2$ O $_4$ y CoZnFe $_2$ O $_4$ preparadas por el método de coprecipitación química. Revista Mexicana de Física. No.58. p 293-300.
- Petrick Casagrande S., Castillo Blanco R. **2004**. Método de Rietveld para el estudio de estructuras cristalinas. Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería. Perú.