



EFFECTO DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA SOBRE LAS PROPIEDADES MAGNÉTICAS DE SrFe₁₂O₁₉

F. Pedro-García^a, F. Sánchez-De Jesús^a, A. M. Bolarín-Miró^a, F. N. Tenorio Gonzales^a.

^a Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Pachuca, Hidalgo. frndopdro@hotmail.com, fsanchez@uaeh.uaeh.edu.mx, abolarin@ueah.edu.mx, felipe_n58@hotmail.com.

RESUMEN

En este trabajo se analiza la relación del tamaño de partícula y la estructura cristalina de polvos de hexaferrita de estroncio (SrFe₁₂O₁₉) sobre sus propiedades magnéticas. El polvo de hexaferrita fue obtenido mediante molienda de alta energía durante 5 h sobre mezclas estequiométricas de óxidos de estroncio (SrO) y de hierro (Fe₂O₃), posteriormente se aplicó un tratamiento térmico (TT) de 2 h a 800° C y se realizó, mediante molienda, el refinamiento del tamaño de partícula (RTP) durante diferentes tiempos (0, 0.5, 1, 1.5 y 3 h). Los resultados de difracción de rayos X (DRX) muestran que el RTP no modifica la estructura cristalina de la hexaferrita de estroncio. La microscopía electrónica de barrido (MEB) junto con la técnica de difracción láser, permitieron concluir que al incrementar el tiempo de RTP hasta 3 h, comienza a observarse el fenómeno de aglomeración de partículas de SrFe₁₂O₁₉, dicha aglomeración propicia la formación de partículas de mayor tamaño. Para determinar el tamaño de partícula de las muestras, se utilizó la técnica de difracción de luz láser, midiendo tamaños que oscilan desde los 6.76 µm sin RTP y hasta los 3.2 µm con un RTP de 1.5 h, tiempos de RTP más prolongados generan pequeños incrementos de tamaño de partícula, acorde con resultados experimentales de artículos reportados por otros autores, lo cual se debe a las soldaduras en frío entre partículas pequeñas. Finalmente, se evalúan los efectos del tamaño de partícula sobre la magnetización al máximo campo aplicado (18 kOe) y la coercitividad del polvo de hexaferrita, apreciándose una reducción en los valores de M_S y H_C al disminuir el tamaño de partícula.

1. INTRODUCCIÓN

Las hexaferritas de estroncio (SrFe₁₂O₁₉) han generado un gran interés en las últimas décadas debido a sus buenas propiedades magnéticas, estabilidad química, y de bajo costo en comparación con los compuestos de tierras raras. [1] Las hexaferritas de estroncio son materiales magnéticos duros que se pueden sintetizar por diferentes métodos, destacando el convencional [2-3], sol-gel, pol-yol y mecano-síntesis. Este último ha demostrado muy buenos resultados en la obtención de material y propiedades magnéticas, en especial magnetización de saturación y coercitividad en rangos de 40 a 60 emu/g y 3000 a 5700 kOe respectivamente [4-6] atribuyendo sus altos rangos de propiedades magnéticas al proceso en el cual se reportan defectos internos. [7]

Desde el descubrimiento de las hexaferritas en 1950 han sido ampliamente estudiadas en su síntesis y propiedades físicas, uno de los aspectos de mucho interés en el estudio de este tipo de material es el tamaño de partícula debido a que la coercitividad depende en gran medida de las propiedades físicas del polvo del material, esto se debe a la anisotropía magnetocristalina. [8] obedeciendo la teoría de monodominio y multidominio.



En este trabajo se analiza el efecto de un tratamiento de RTP de 0.5, 1, 1.5 y 3 h sobre polvos de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ obtenidos mediante mecano-síntesis para observar el comportamiento de las propiedades del material comparadas con su tamaño de partícula.

2. PARTE EXPERIMENTAL

El proceso para obtener la hexaferrita de estroncio fue mediante mecano-síntesis (MS) o molienda reactiva de una mezcla estequiométrica de polvos de óxidos comerciales de estroncio (SrO) y de hierro III (Fe_2O_3), durante 5 h en un molino de alta energía seguido de un tratamiento térmico (TT) de 800°C durante 2 h, y posteriormente el polvo sintetizado fue sometido a un refinamiento de tamaño de partícula (RTP) en un molino de alta energía durante 0.5, 1, 1.5 y 3 h con metanol, como agente de control a 0.25 ml, posteriormente se caracterizaron las diferentes muestras, primero fue sometida a difracción de rayos X (DRX) en un difractómetro Equinox con fuente de Co para comprobar la formación de las fases de la hexaferrita. La morfología y el tamaño de partícula se estudió mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) con un microscopio JEOL a 20 kV, seguido de un análisis de distribución de tamaños de partícula con un equipo Beckman Coulter y finalizando con su caracterización magnética mediante un magnetómetro de muestra vibrante (MMV) Microsense V7 a un campo aplicado máximo de 18 kOe.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Figura 1 se presentan los difractogramas del material obtenido del proceso mecanoquímico y tratamiento térmico y sometido a reducción de tamaño de partícula, en el cual se pueden distinguir los picos correspondientes a la estructura típica de la hexaferrita (ICSD 16158, P63mmc). En los patrones graficados b) y c), los cuales tienen RTP de 1 y 3 horas respectivamente, se pueden observar que el RTP no modifica las fases de la hexaferrita conservando así su estructura, sólo se observa un ensanchamiento de los picos asociados a la disminución del tamaño de cristal.

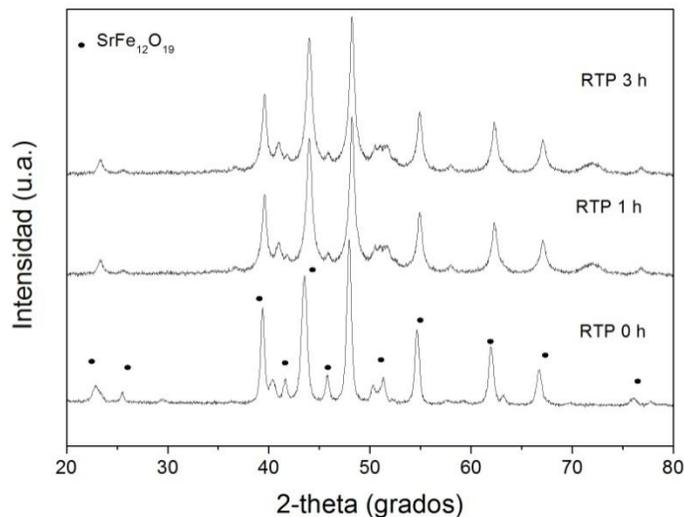


Figura 1. Patrones de difracción de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ obtenida por mecano-síntesis con: a) RTP 0h, b) RTP 1 h y c) RTP 3h.

En la Figura 2 se muestran el primer cuadrante de la gráfica del ciclo de histéresis magnéticos de la $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ sometida a RTP de 0, 0.5, 1, 1.5 y 3 horas, y las micrografías del material a una remolienda de 0, 1 y 3 horas; en el ciclo de histéresis se puede observar una disminución gradual de la magnetización de saturación y de la coercitividad al incrementar el tiempo de re-molienda. En las micrografías se observa la reducción de tamaño de partícula de 0 h a 1 h de RTP además de



una clara aglomeración en la micrografía de 3 h de RTP. Las Figuras 1 y 2 indican que el RTP está afectando las propiedades magnéticas, debido a su efecto sobre el tamaño y morfología de las partículas, más no la estructura del material, por lo tanto se realizó el análisis de las propiedades del tamaño respecto al tiempo.

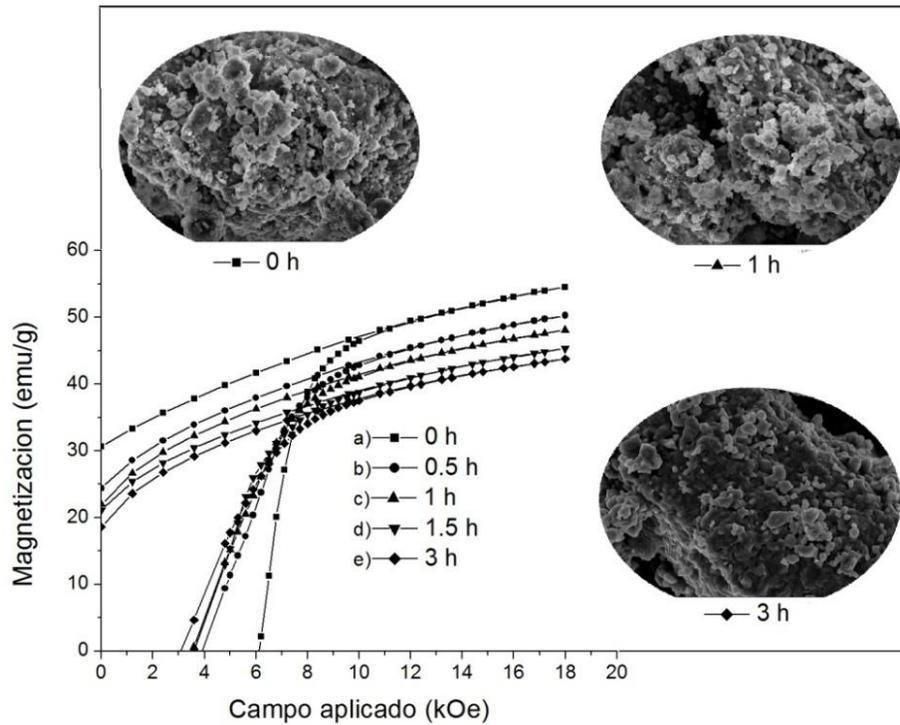


Figura 2. Cuadrante 1 del ciclo de histéresis de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ con: a) RTP 0h, b) RTP 0.5 h, c) RTP 1 h, d) RTP 1.5 h, y e) RTP 3 h

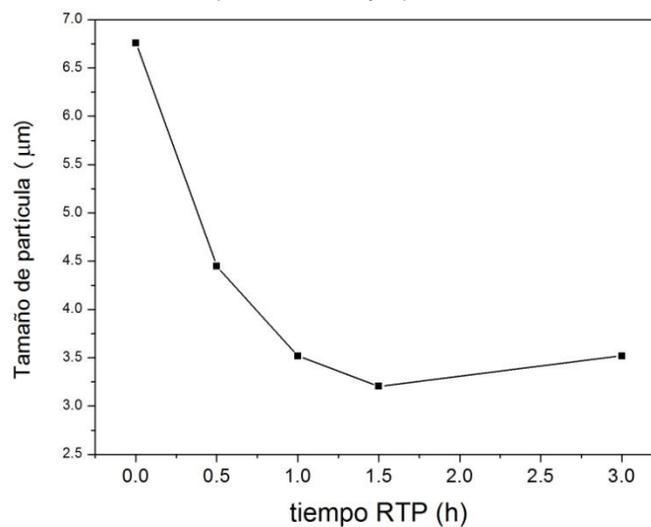


Figura 3. Efecto del tiempo de RTP sobre el tamaño de partícula.



En la Figura 3 se muestra el tamaño de partícula contra el tiempo de molienda, observando que el tamaño promedio de las muestras sin RTP es de $6.67 \mu\text{m}$, al incrementa el RTP a 1.5 h se obtiene el menor tamaño de partícula ($3.205 \mu\text{m}$), pero también se observa un incremento en el tamaño cuando el RTP de 3 h, atribuyendo este fenómeno a aglomeraciones por soldadura en frío.

En la Figura 4 observa el efecto del tamaño de partícula sobre la coercitividad, apreciando una disminución de su valor al disminuir el tamaño de partícula. Lo anterior no tan sólo se justifica por una disminución del tamaño de partícula, sino también se debe al incremento de defectos producidos por el trabajo en frío o deformación a la que se somete a los polvos durante el proceso de molienda de alta energía.

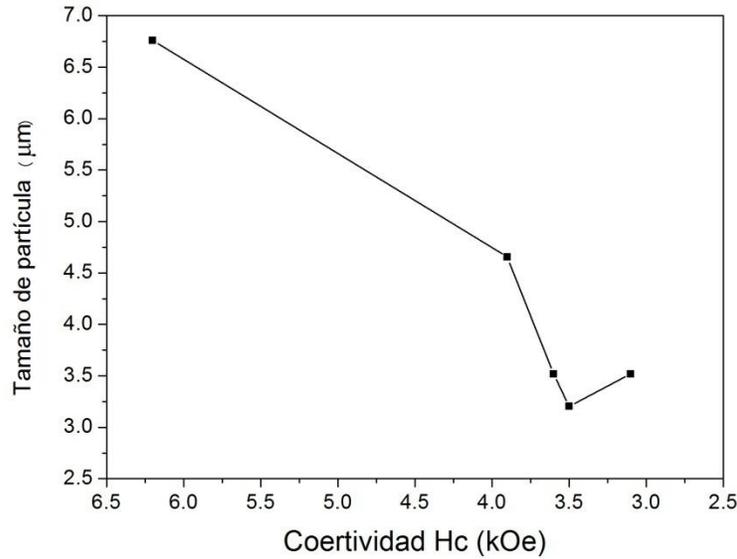


Figura 4. Efecto del tamaño de partícula sobre la coercitividad.

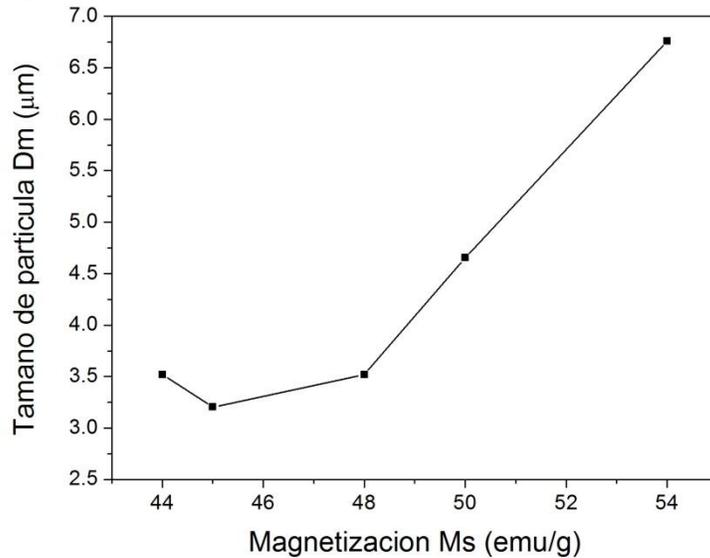


Figura 5. Efecto del tamaño de partícula sobre la magnetización de saturación.



En la Figura 5 se presenta el efecto de mayores tiempos de re-molienda (RTP) sobre la magnetización a 18 kOe (máximo campo aplicado). En esta figura es posible apreciar una ligera disminución de la magnetización con el tiempo, lo cual se considera puede ser posible a que una pequeña porción de la hexaferrita de estroncio se descompone a los óxidos precursores ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SrO}$), ocasionando una modificación de la composición intrínseca de la hexaferrita y por lo tanto, una disminución en la magnetización.

4. CONCLUSIONES

Los polvos sintetizados y sometidos a refinamiento de tamaño de partícula durante diferentes tiempos de reducción de tamaños de partícula (RTP), 0.5, 1, 1.5 y 3 h no se ven afectados en su estructura cristalina pero si en sus propiedades magnéticas, debido a que en RTP reduce el tamaño del material sintetizado. En los tiempos de 3 h se comienza observar aglomeración de material, confirmando esto por micrografía, en la cual observamos aglomeración de partículas y refutándolo con analizador de tamaño de partícula, el cual confirma el incremento en los valores, lo cual se interpreta como aglomeración. Al disminuir el tamaño de partícula se disminuyen las propiedades magnéticas de coercitividad y magnetización.

BIBLIOGRAFÍA

1. Z.T. Zi, Y.P. Sun, X.B. Zhu, Z.R. Yang, J.M. dai, W.H. Song, "Structural and magnetic properties of $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ hexaferrite synthesized by a modified chemical co-precipitation method", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, pp. 1-2.
2. T.M.H. Dang, V.D. Trinh, D.H. Bui, M.H. Phan, D.C. Huynh, "Sol-gel hydrothermal synthesis of strontium hexaferrite and relation between their crystal structure and high coercivity properties". *Adv. Nat. Sci.: Nanosci Nanotech*. Vol 3, 2012, pp. 025015-022021
3. M. Jean, V. Nachbaur, J. Bran, J-M. Le Breton, "Synthesis and characterization of $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ powder obtained by hydrothermal process", *J. Alloys Comp*. Vol 496, 1, 2010, pp. 306-312.
4. F. Sanchez-De Jesús, A.M. Bolarín Miró, C.A. Cortés-Escobedo, R. Valenzuela, S. Ammar. "Mechanosynthesis, Crystal structure and magnetic characterization of M-type $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ", *Ceramics international*. Vol. 40, 2014, pp. 4033-4038.
5. J.H. Luo, "Preparation of strontium ferrite powders by mechanochemical process". *Applied Mechanics and Materials*. Vol. 110, 2012, pp. 1736-1740.
6. R.W. Tiwary, S.P. Narayan, O.P. Pandey, "Preparation of strontium hexaferrite magnets from celestite and blue dust by mechanochemical route, *J. Mining Metall*. Vol. 44B, 2008, pp. 91-100.
7. J. Sort, J. Nogués, S. Suriñach, J.S. Muñoz, M.D. Baro, "Coercivity enhancement in ball-milled and heat-treated Sr ferrite with iron sulphide", *J. Metastable Nanocrystalline Mat*. Vol. 15, 2003, pp. 599.
8. R.C. Pullar, "Hexagonal ferrites: A review of the synthesis, properties and applications of hexaferrite ceramics", *Progress Mat. Sci.*, Vol. 57, 7, 2012, pp. 1191-1334.