

# Efecto del tamaño de esferas en las propiedades estructurales y magnéticas de aleaciones de NdFeB obtenidas por aleamiento mecánico

D. OYOLA LOZANO\*, L. E. ZAMORA\*\*, G. A. PÉREZ ALCÁZAR\*\*, Y. A. ROJAS\*, H. BUSTOS\*,  
J.C. BENAVIDES\* y J.M. GRENECHE\*\*\*

\* Departamento de Física, Universidad del Tolima, A.A. 546, Ibagué, Colombia.

\*\* Departamento de Física, Universidad del Valle, A.A. 25360, Cali, Colombia

\*\*\* Laboratorio de Física, Universidad de Maine, UMR CNRS6087, F72085 Le Mans Francia

## Resumen

Este trabajo reporta las propiedades estructurales y magnéticas de aleaciones del sistema  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , procesadas por aleamiento mecánico con diferente tamaño de esferas. Las muestras se caracterizaron por espectrometría Mössbauer y difracción de rayos X. Las muestras fueron molidas por periodos de 48 horas usando esferas de 11 y 15 mm de diámetro. Los espectros Mössbauer de las muestras fueron ajustados con varios componentes: un sexteto, una distribución de campo hiperfino asociados a una fase de hierro ( $\alpha$ -Fe) y una fase desordenada a base hierro, para la muestra molida con esferas de 11 mm; adicionalmente, con un componente paramagnética, para la muestra molida con esferas de 15 mm. Los patrones de difracción de rayos X de las aleaciones muestran la presencia de dos estructuras: una BCC de tipo  $\alpha$ -Fe y una estructura amorfa, asociadas al sexteto y a la distribución de campo hiperfino de acuerdo con los resultados Mössbauer.

## Abstract

This paper reports the study of the effect of the ball size in the structural and magnetic properties of  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  alloys researched by spectrometry Mössbauer and x-ray diffraction. The samples were ground for 48 hours using balls of 15 and 11 mm of diameter. The Mössbauer spectra of the samples were fit with several components: a sextet and hyperfine field distribution associated to an iron phase ( $\alpha$ -Fe) and a disordered iron-based phase, respectively, for samples using balls of 15 mm and additionally from a paramagnetic phase for samples using balls of 11 mm. The patterns of X-rays diffraction of alloys show the presence of two structures: a BCC of  $\alpha$ -Fe type and an amorphous one, associated to the sextet and the hyperfine field distribution in agreement with the Mössbauer results.

**Palabras clave:** Espectrometría Mössbauer, Aleamiento mecánico.

**Key words:** Mössbauer spectrometry, mechanical alloying.

Correo electrónico: [doyola@ut.edu.co](mailto:doyola@ut.edu.co)

## INTRODUCCIÓN

El sistema Nd-Fe-B es de interés de estudio por las propiedades magnéticas que presenta [1,2]. Este sistema presenta dos fases: una fase magnética dura, usualmente la fase  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  y una fase magnética blanda,  $\alpha\text{-Fe}$  o  $\text{Fe}_3\text{B}$ . Existen diversos procesos de manufacturación usados para obtener la aleación, tales como *melt-spinning*, fundición por arco, aleamiento mecánico, *sputtering* entre otros.

En previo trabajo sobre aleaciones de Nd-Fe-B obtenidas por aleamiento mecánico se observa que, para tiempos mayores a 6 horas de molienda, este sistema presenta la fase blanda  $\alpha\text{-Fe}$  y una fase amorfa a base de Fe [3]. En este trabajo, se prepararon aleaciones del sistema  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  por aleamiento mecánico con diferente diámetro de esferas para estudiar la influencia del tamaño de esferas en las propiedades estructurales y magnéticas.

## DESCRIPCIÓN EXPERIMENTAL

Se usó la técnica de aleamiento mecánico para mezclar polvos de alta pureza de Fe (58 nm), Nd (-40 mesh) y B (2  $\mu\text{m}$ ) usando una composición inicial de  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ . La molienda se realizó en atmósfera de aire usando un molino planetario de alta energía, *Fritsch pulverisette 7*, con jarras de acero inoxidable de 50 ml de volumen y esferas del mismo material con 15 y 11 mm de diámetro. Las condiciones para la molienda fueron de 280 revoluciones por minuto, razón de peso entre esferas y polvo de 20:1 (para esferas de 15 mm) y 40:1 (para esferas de 11 mm), y el tiempo de molienda de 48 horas.

Los espectros Mössbauer se obtuvieron a temperatura ambiente usando un espectrómetro Mössbauer de transmisión con una fuente radioactiva de cobalto 57 inmersa en una matriz de rodio. Los espectros fueron ajustados con sextetos, distribución de campo hiperfino y dobletes usando el programa MOSFIT [4] y se representaron con la ayuda del programa ORIGIN. El análisis de rayos X para establecer la estructura y parámetros de red se realizaron usando un difractómetro con radiación  $K\alpha$  de Cu, y los patrones se ajustaron usando el programa MAUD [5].

## RESULTADOS Y ANÁLISIS

La figura 1 muestra el patrón de difracción de polvos con la composición  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  molidos por 48 horas, usando esferas de acero inoxidable de 15 y 11 mm de diámetro. Para la muestra molida con esferas de 15 mm (fig. 1a) se observa la presencia de las fases  $\alpha\text{-Fe}$  y  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ , y algunos picos adicionales en  $30.3^\circ$ ,  $35.3^\circ$ ,  $50.4^\circ$  y  $60^\circ$  que pueden ser atribuidos a una fase amorfa de tipo  $\text{Nd}_2\text{Fe}_3$ , como se reporta [3,6]. Para la muestra molida con esferas de 11 mm, las líneas de estos picos son mucho más anchas. Sin embargo, se nota la presencia de las fases  $\alpha\text{-Fe}$  y  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ .

La figura 2 muestra el espectro Mössbauer a temperatura ambiente de la muestra  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  molida con esferas de acero inoxidable de 15 mm de diámetro. El espectro fue ajustado con dos componentes: (i) un sexteto asociado a  $\alpha\text{-Fe}$  y (ii) una

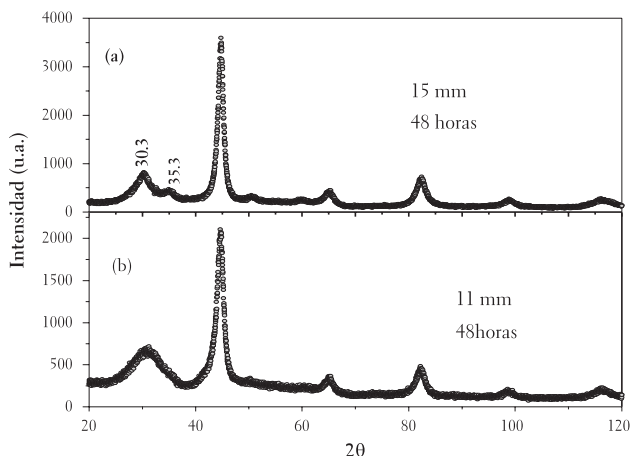


Figura 1. Patrón de difracción de rayos x de aleaciones  $Nd_2Fe_{14}B$  molidas por 48 horas, usando esferas de acero inoxidable de 15 mm y 11 mm de diámetro..

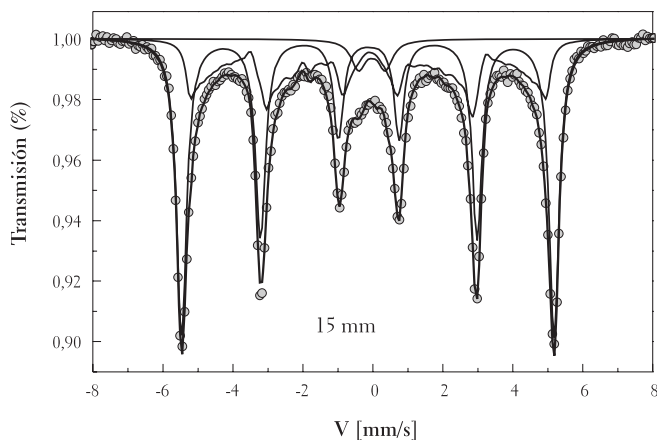


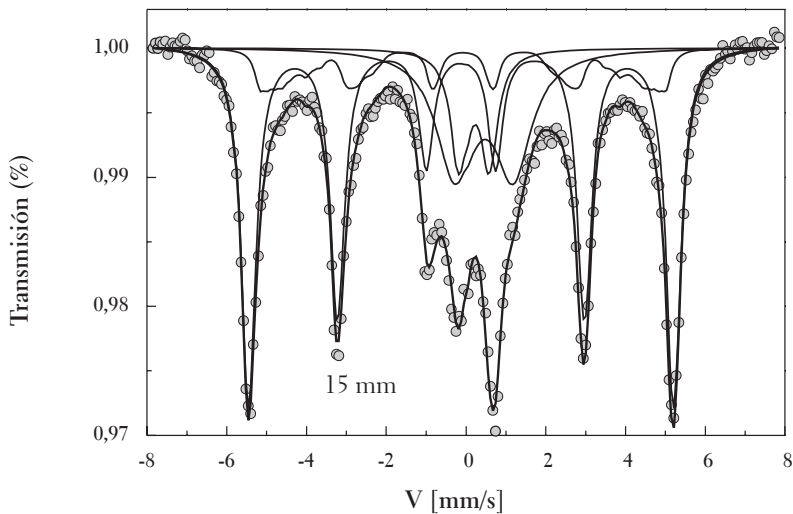
Figura 2. Espectro Mössbauer de  $Nd_2Fe_{14}B$  molidas por 48 horas con esferas de 15mm.

distribución de campo hiperfino (HFD) asociado a una fase a base de hierro desordenada, de acuerdo con lo reportado por D. Oyola y otros [3]. Los resultados de sus parámetros hiperfinos se presentan en la Tabla 1.

La figura 3 muestra el espectro Mössbauer a temperatura ambiente de la muestra  $Nd_2Fe_{14}B$  molida con esferas de acero inoxidable de 1 mm de diámetro. El espectro fue ajustado por medio de un sexteto, una distribución de campo hiperfino y un doblete ancho. De acuerdo con los resultados de difracción de rayos X, ellos pueden ser asociados  $\alpha$ -Fe y a una fase a base de hierro desordenada, que presenta dos tipos de sitios: uno, ferromagnético que corresponde a la distribución de campo hiperfino y otro, paramagnético que se relaciona con el doblete, respectivamente. Los resultados de sus parámetros hiperfinos se presentan en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Parámetros Mössbauer de aleaciones de  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ . Los valores del Campo hiperfino medio (MHF) están en Tesla. El corrimiento isomérico ( $\delta$ ), Ancho de línea ( $\Gamma$ ) y desdoblamiento cuadrupolar (SQ) están en mm/s.

Diámetro	Componente	$\delta$ (mm/s)	$\Gamma$ (mm/s)	QS (mm/s)	MHF (T)	%
15 mm	Sexteto ( $\alpha$ -Fe)	0.003	0.35	0.00	32.9	58
	HFD (fase desordenada a base de Fe)	0.015			21	42
11 mm	Sexteto ( $\alpha$ -Fe)	0.006	0.46	0.00	32.8	58
	HFD (fase desordenada a base de Fe)	0.126			27	11
	Doblete (fase paramagnética)	-0.155	0.95	1.02		31



**Figura 3.** Espectro Mössbauer de  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  molidas por 48 horas con esferas de 11 mm


### CONCLUSIONES

El aleamiento mecánico ha sido usado para preparar muestras del sistema  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  con esferas de 11 y 15 mm de diámetro. En ambos casos se presenta una estructura BCC asignada a  $\alpha$ -Fe y una estructura amorfa asociada a una fase ferromagnética para muestras molidas con esferas de 15 mm y para las muestras molidas con esferas de 11 mm. Este amorfo tiene dos contribuciones: uno, ferromagnético y otro, paramagnético.

## AGRADECIMIENTOS

Agradecemos al Comité Central de investigaciones de la Universidad del Tolima por el apoyo financiero, al Laboratorio de la Materia Condensada de la Universidad de Maine, Le Mans-Francia, a Colciencias a través de los programas BOMPLAN Y ECOS NORD (CF03P01). Agradecemos a A. M. Mercier del Laboratorio de Fluorescencia de la Universidad de Maine, UMR por las medidas de rayos X.

## REFERENCIAS

- [1] CROAT J. J., HERBEST J. F., LEE R. W. and PINKERTON F. E., (1984) Pr-Fe and Nd-Fe- based materials: A new class of high-performance permanent magnets. *J. Appl. Phys.* 55, 2078.
- [2] HADJIPANAYIS G. C., HAZELTON R. C., and LAWLESS K. R. (1984) Cobalt-free permanent magnet materials based on iron-rare-earth alloys. *J. Appl. Phys.* 55; 2073-2077.
- [3] OYOLA LOZANO D., ZAMORA L. E., PÉREZ ALCÁZAR G. A., ROJAS Y. A., BUSTOS H. y GRENECHE J. M. (2005) Magnetic and structural properties of the mechanically alloyed Nd<sub>2</sub>(Fe<sub>100-x</sub>Nb<sub>x</sub>)<sub>14</sub>B system. *Hyperfine Interactions*, 161, 203-209.
- [4] TEILLET J., VARRET F., Mosfit program. Université du Maine.
- [5] LUTTEROTTI L. and SCARDI P. (1990) *J. Appl. Crystallogr.* 23, 246.
- [6] OYOLA LOZANO D., ZAMORA L. E., PÉREZ ALCÁZAR G. A., ROJAS Y. A., BUSTOS H. y GRENECHE J. M. (2005) Magnetic and structural properties of nanostructured powders of Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B mechanically alloyed. To publish in *Physic Solid State*. 

Referencia	Fecha de recepción	Fecha de aprobación
OYOLA LOZANO, D.; ZAMORA, L. E.; PÉREZ ALCÁZAR, G. A.; ROJAS, Y. A.; BUSTOS, H.; BENAVIDES, J. C. y GRENECHE, J. M. Efecto del tamaño de esferas en las propiedades estructurales y magnéticas de aleaciones de ndfeb obtenidas por aleamiento mecánico. <i>Revista Tumbaga</i> (2007), 2, 90-94	Día/mes/año 28/02/2007	Día/mes/año 4/06/2007