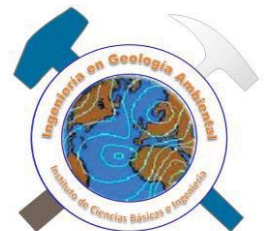




Encuentro de Investigación del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales

2013





ANÁLISIS CRISTALOGRAFICO Y MAGNÉTICO DE POLVOS DE $Fe_{100-x}Co_x$ OBTENIDOS POR ALEADO MECÁNICO

Félix Sánchez-De Jesús¹, Claudia A Cortés-Escobedo², Gabriel Torres-Villaseñor³, Ana María Bolarín-Miró¹

¹Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo-AACTyM, Mineral de la Reforma, Hidalgo, 42184, México, Tel. +527717172000 ext. 2280, *e-mail: fsanchez@uaeh.edu.mx

²Centro de Investigación e Innovación Tecnológica del IPN, D.F., 02250, México

³IIM de la Universidad Nacional Autónoma de México, 04510 México D.F., México

RESUMEN

En este trabajo se presenta un estudio sistemático sobre las características estructurales y magnéticas de aleaciones $Fe_{100-x}Co_x$ ($10 < x < 90$, $\Delta x = 10$) obtenidas por aleado mecánico. Diversas mezclas de polvos elementales se sometieron a molienda de alta energía durante 3 h. Los resultados mostraron que, para casi todas las composiciones ($10 < x < 70$), se obtienen soluciones sólidas cúbicas (bcc). Para aleaciones ricas en Co, se reveló la formación de un intermetálico (FeCo-wairauite) junto con Co-fcc y Co-hcp. La magnetización de saturación incrementa con el contenido de Co, alcanzando un máximo de 225 emu/g para $Fe_{70}Co_{30}$, posteriormente disminuye hasta 154 emu/g para $Fe_{30}Co_{70}$. Para todas las aleaciones estudiadas, estas presentan baja coercitividad, en el rango de 0 a 65 Oe, inferior a lo reportado por otros autores. En el rango $0 < x \leq 60$ la coercitividad aumenta con el contenido de Co, alcanzando un máximo de 64.1 Oe para $Fe_{40}Co_{60}$. Para las aleaciones ricas en Co, $60 < x < 100$, la coercitividad disminuye hasta 24.5 Oe.

ABSTRACT

In this paper, a systematic study on the crystal structure and magnetic properties of $Fe_{100-x}Co_x$ ($10 < x < 90$, $\Delta x = 10$) alloys obtained by mechanical alloying is presented. Mixtures of elemental powders were milled for 3 h in a shaker mixer mill. The results show that after milling, for almost all the composition (from $x = 10$ up to $x = 70$), solid solutions based on the bcc structures were obtained. For Co-rich alloys, it was revealed the formation of a metastable intermetallic phase (FeCo-wairauite) together with fcc-Co and hcp-Co phases. The saturation magnetization increases by increasing Co content, reaching a maximum value of 225 emu/g for $Fe_{70}Co_{30}$ alloy and then a diminution up to 154 emu/g for $Fe_{30}Co_{70}$. All the studied alloys ($Fe_{100-x}Co_x$) present a low coercivity, in the range from 0 to 65 Oe, lower than the reported. Inside the range $0 < x \leq 60$, the coercivity increases with the increment in Co, reaching a maximum in 64.1 Oe for the $Fe_{40}Co_{60}$ alloy. For Co-rich alloys, $60 < x < 100$, the coercivity falls up to 24.5 Oe.

INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de composiciones binarias Fe-Co son candidatos interesantes para muchas aplicaciones tecnológicas por sus propiedades magnéticas, alta magnetización de saturación, baja coercitividad, alta permeabilidad magnética y alta temperatura de Curie (Laala-Bouali, Bentayeb, Loudi, Guo, & S. Tria, 2013). Se han empleado diversas técnicas para la síntesis de estas aleaciones, obteniéndose en algunos casos partículas nanométricas, tal es el caso de la reducción química (Popova, Zaharov, & Pugachev, 2012), condensación (Peng, Chen, She, Katoh, & Sumiyama, 2009) y polyol (Abbas, y otros, 2013). Entre la gran diversidad de métodos de síntesis, destaca el aleado mecánico (AM) debido a que ha demostrado promover la creación de muchos defectos estructurales en los materiales, debido a la gran cantidad de energía que se provee al sistema (Loudi, y otros, 2012). Lo anterior promueve cambios estructurales de diversa índole a temperatura ambiente (Chermahini, Sharafi, Shokrollahi, & Zandrahimi, 2009), que normalmente se producen a alta





temperatura ocasionando modificaciones interesantes en todas sus propiedades. Una de las propiedades que se ven más afectadas son las magnéticas, mejorándolas en la mayoría de casos (Bolarín-Miró, Jesús, Torres-Villaseñor, Cortés-Escobedo, & Betancourt-Cantera, 2011).

Se han publicado diversos estudios sobre la síntesis de aleaciones Fe-Co por aleado mecánico, entre otros destaca el trabajo de (Moumeni, Alleg, & Greneche, 2005) quienes reportaron la formación de soluciones Fe-bcc para $Fe_{50}Co_{50}$ después de 24 h de molienda. Otros autores (Laala-Bouali, Bentayeb, Loudi, Guo, & S. Tria, 2013) estudiaron la relación entre la microestructura y microdureza de la aleación $Fe_{70}Co_{30}$ obtenida por molienda durante 3 h, encontrando resultados interesantes respecto a la formación de la solución sólida Fe-bcc. Paralelamente (Bergheu, Otmane, & Azzaz, 2012) enfocaron su trabajo en la aleación $Fe_{60}Co_{40}$, demostrando que dicha aleación obtenida por aleado mecánico era prometedora para aplicaciones en la absorción por microondas.

A pesar de existir un gran número de estudios centrados en el tema, en todos ellos el tiempo de molienda es muy elevado y no hay un estudio sistemático de todo el rango de composiciones, por lo tanto, el objetivo de este trabajo es estudiar el efecto del aleado mecánico sobre la estructura cristalina y propiedades magnéticas de aleaciones $Fe_{100-x}Co_x$ con $10 \leq x \leq 90$ and $\Delta x = 10$.

METODOLOGÍA

Se utilizaron polvos elementales de hierro (>99.9%) y cobalto (>99.9%) como materiales de partida. Los materiales fueron mezclados en relaciones adecuadas de peso a manera de obtener aleaciones del sistema $Fe_{100-x}Co_x$ con $10 \leq x \leq 90$ y $\Delta x = 10$. El proceso de aleado mecánico se llevó a cabo en un molino Spex modelo 8000D, todos los experimentos se realizaron en ciclos de una hora de molienda y 15 minutos de reposo entre ciclos para prevenir el sobrecalentamiento de las mezclas.

La caracterización cristalográfica de las muestras obtenidas por aleado mecánico se realizó mediante difracción de rayos X para examinar las transformaciones de fase, como una función de la composición utilizando un difractómetro Siemens D5000. La morfología fue estudiada utilizando un microscopio electrónico de barrido JEOL modelo JSM 6300 a 20 kV. Finalmente, las propiedades magnéticas, específicamente la magnetización de saturación y el campo coercitivo, se evaluaron con un magnetómetro de muestra vibrante MicroSense EV7 con un campo máximo aplicado de ± 18 kOe.

RESULTADOS Y/O ANÁLISIS

En la figura 1 se muestran los difractogramas de rayos X (DRX) de mezclas de polvos de composición $Fe_{100-x}Co_x$ con $10 \leq x \leq 60$ molidos durante 3 h, en la figura también se ha incluido el difractograma de la mezcla de polvos elementales sin molienda. Tal como se puede apreciar, el DRX de las mezclas de polvos muestra que el polvo de partida está constituido por Fe-bcc (ICSD 64998, Im-3m, bcc) y Co presentando dos estructuras alotrópicas, Co- α (ICSD 41507, Fm-3m, fcc) y Co- ϵ (PDF # 05-0727, P63/mmc, hcp). El difractograma correspondiente a la molienda de mezclas de polvos elementales, confirman que para todos los casos mostrados en esta figura ($\%Co \leq 60$), los átomos de Co se incorporan en la celda del Fe formando una solución sólida total, con la misma estructura cristalina del Fe, bcc.



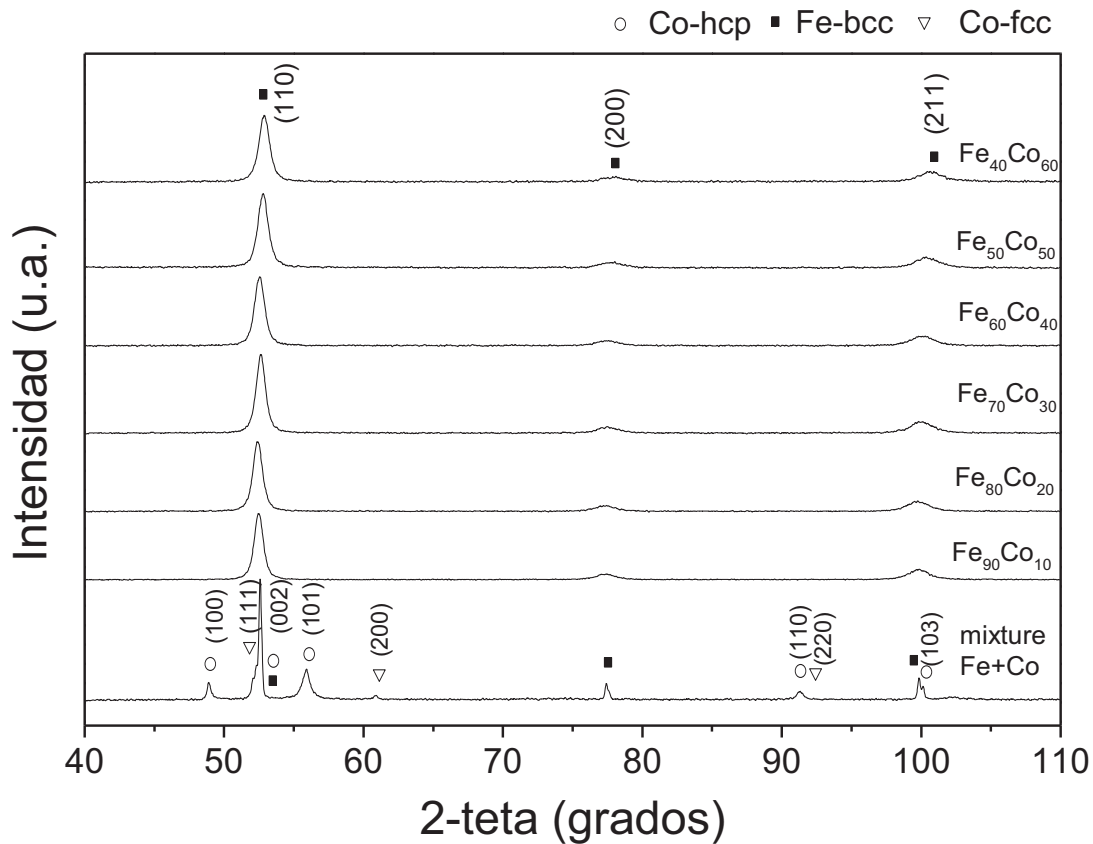


Figura 1. Difractogramas de mezclas $Fe_{100-x}Co_x$ $10 \leq x \leq 60$ molidos durante 3 h (se incluye el difractograma correspondiente a la mezcla sin molienda).

En la figura 2 se presentan los difractogramas de mezclas molidas por 3 h para composiciones $Fe_{100-x}Co_x$ con $60 < x \leq 90$, del mismo modo que en caso anterior se ha incluido el difractograma de la mezcla de polvos elementales. En este caso el comportamiento es diferente al anterior y depende de la composición de la mezcla, se puede observar que para el sistema Fe30Co70 se forma una solución sólida bcc-Co(Fe), mientras que para la composición rica en Co (Fe10Co90) se encontró una única fase fcc-Co(Fe), la cual no es usual encontrar en esta composición, donde en condiciones de equilibrio aparecen dos fases. Finalmente, para la composición Fe20Co80 se encontró la coexistencia de dos fases, una correspondiente a la fcc-Co (ICSD 44989, Fm3m) y otra metaestable, bcc-Co(Fe) (ICSD 56273, Pm3m) la cual era totalmente inesperada y corresponde a un estructura cúbica reportada para el intermetálico CoFe, también denominado wairauite.

Adicionalmente se puede observar, en todos los difractogramas que corresponden a mezclas de polvos molidas, un ensanchamiento de los picos de difracción (figuras 1 y 2); lo cual se asocia a un refinamiento del tamaño de grano y a un incremento en los esfuerzos de la red inducidos por el proceso de aleado mecánico, generados por la gran cantidad de energía aportada por el sistema de molienda.

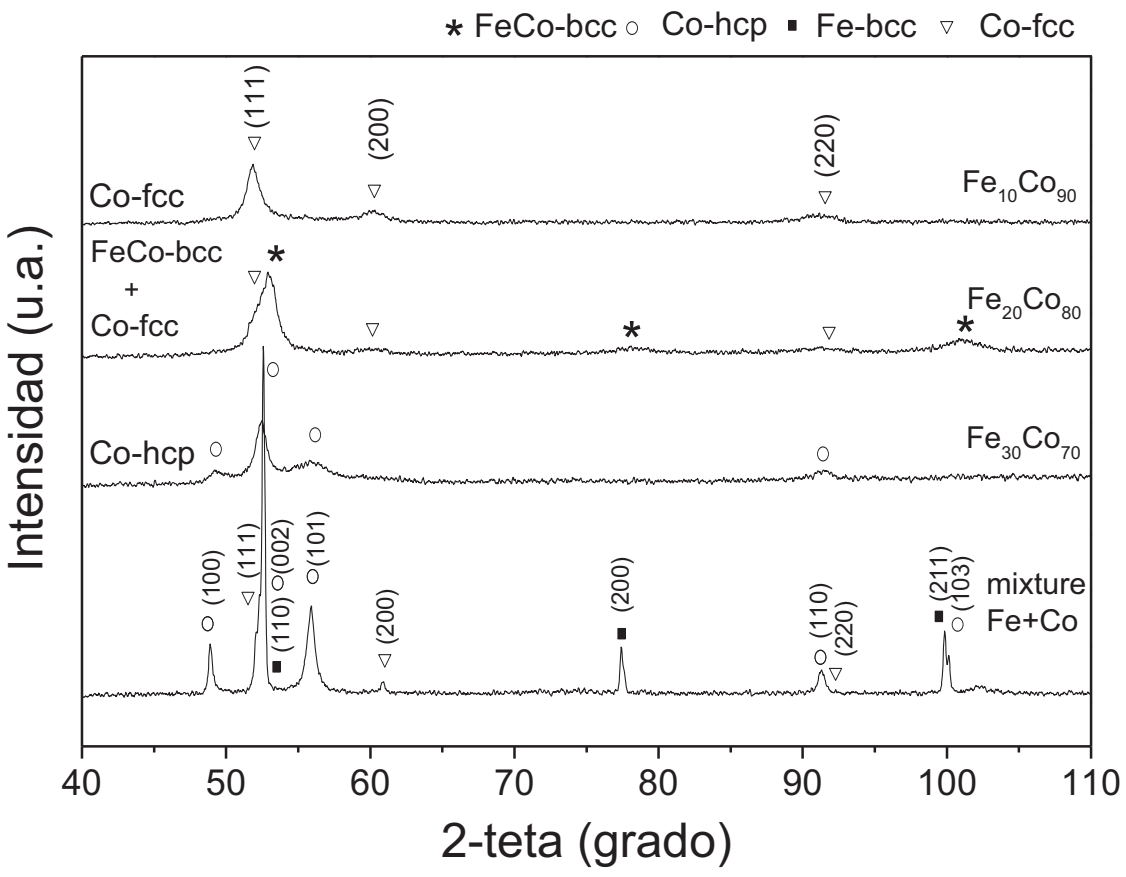


Figura 2. Difractogramas de mezclas Fe_{100-x}Co_x con x>60 molidos por 3 h y mezcla.

Adicionalmente a la caracterización estructural, se determinaron las propiedades magnéticas de los polvos obtenidos, a través de la obtención de los ciclos de histéresis magnética a temperatura ambiente, los cuales permitieron conocer la magnetización de saturación (M_s) y el campo coercitivo (H_c). En la figura 3 se muestra como varía la M_s , de cada una de las mezclas molidas en función del porcentaje en peso de Co.

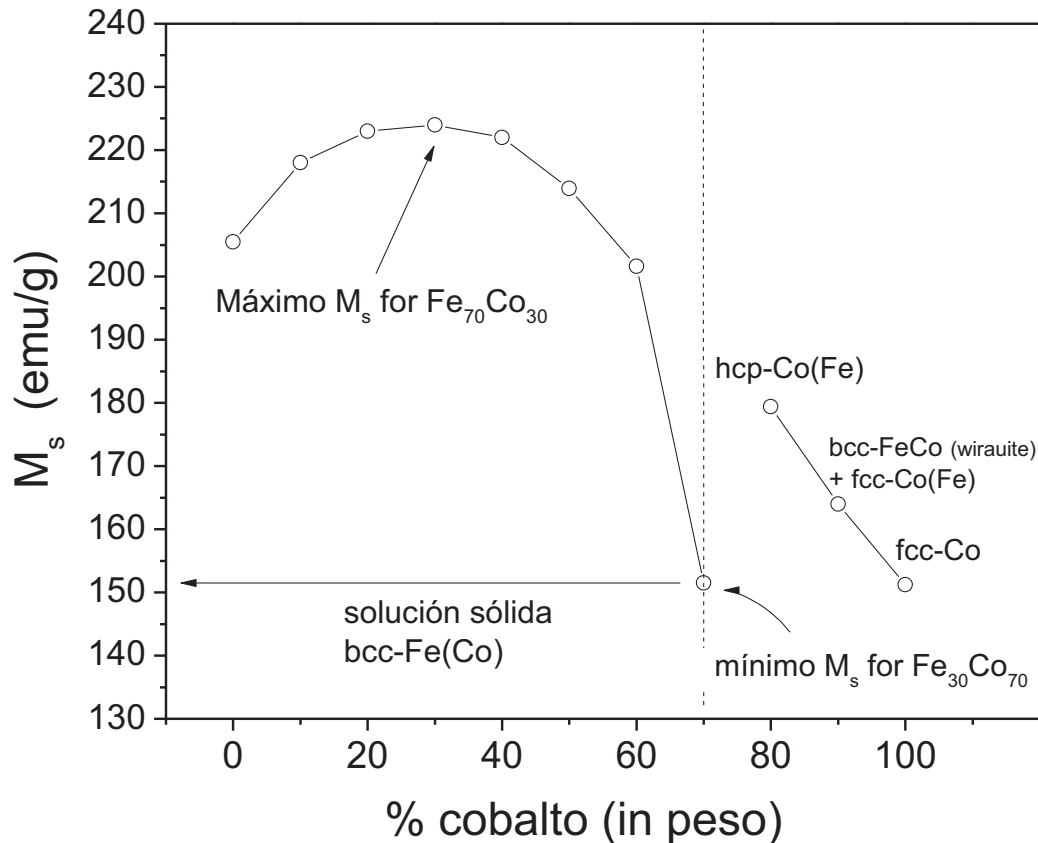


Figura 3. Magnetización de saturación para $Fe_{100-x}Co_x$ con $10 < x < 100$, en función del % Co.

Tal como se observa en la figura 3, la magnetización de los polvos elementales es de 204 emu/g y 142 emu/g para los polvos de Fe y de Co respectivamente, los cuales son valores típicos para estos materiales. Al incrementar el porcentaje de Co, incrementa la magnetización de saturación hasta un valor máximo de 225 emu/g para la composición $Fe_{70}Co_{30}$, lo cual se asocia a la incorporación de átomos de Co a la celda bcc del hierro, incrementos de Co en la red del hierro provoca mucha anisotropía estructural generando una disminución de la magnetización. El comportamiento de la magnetización es completamente diferente en el caso de aleaciones ricas en Co ($x > 60$), en este caso su magnetización disminuye al incrementar el contenido en Co, como se comentaba en párrafos anterior, cada composición estabiliza diferentes estructuras, Co-hcp y Co-fcc, lo cual propicia la disminución de la magnetización.

En la figura 4 se muestran resultados del campo coercitivo, H_c , en función del porcentaje de Co en la mezcla. Tal como se observa, la coercitividad del Fe y del Co puros son de 0.1 y 215 Oe respectivamente. En todo el rango de composiciones Al incrementar la cantidad de átomos de Co en la estructura del Fe se aprecia un ligero incremento en la coercitividad, el fenómeno contrario ocurre cuando átomos de Fe se incorporan en la red del Co, disminuyendo notablemente este parámetro. Lo anterior se asocia con el incremento esfuerzos internos y asimetría de las estructuras como consecuencia de la incorporación de nuevos átomos.

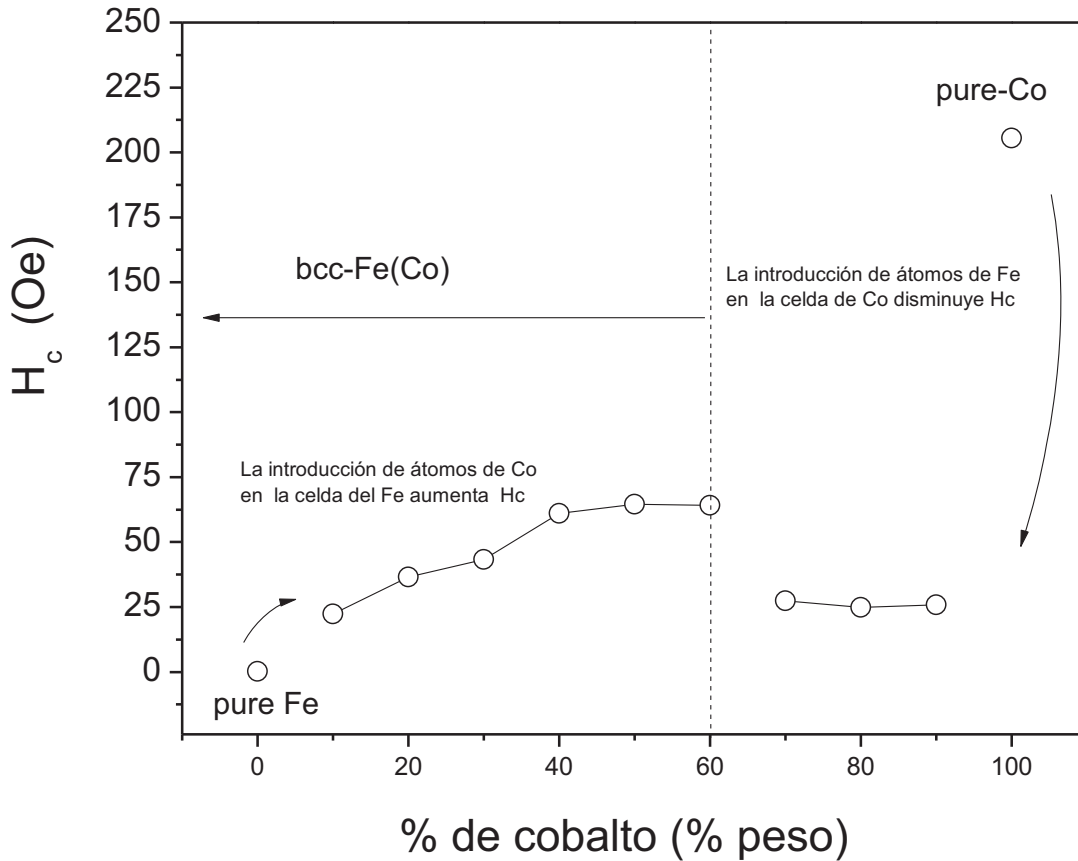


Figura 4. Campo coercitivo para $Fe_{100-x}Co_x$ con $x=0-100$, en función del % Co.

CONCLUSIONES

Se obtuvieron soluciones sólidas Fe-Co con Co introducido en la red de Fe-bcc mediante aleado mecánico durante 3 h para las composiciones de $Fe_{100-x}Co_x$ con x entre 10 y 60, $\Delta x=10$, incrementando su magnetización de saturación hasta 225 emu/g con el valor de $x=30$. La mezcla de dos fases, bcc y hcp para la composición $Fe_{30}Co_{70}$ presentó el valor más bajo de magnetización de saturación, de 154 emu/g. Paralelamente, para la composición $Fe_{20}Co_{80}$, se obtuvo una mezcla de un intermetálico FeCo (wairauite) con estructura bcc junto con una fase fcc-Co; esta mezcla de fases presentó menor magnetización que las reportadas. Todas las aleaciones estudiadas presentaron baja coercitividad, inferior a 65 Oe. Para las aleaciones ricas en Co ($x>70$) la coercitividad cae hasta 24.5 emu/g.



BIBLIOGRAFIA

- Abbas, M., Islam, M. N., Rao, B. P., Ogawa, T., Takahashi, M., & Kim, C. (2013). One-pot synthesis of high magnetization air-stable FeCo nanoparticles by modified polyol method. *Mat. Letters*, *91*, 326-329.
- Bergheu, S., Otmame, F., & Azzaz, M. (2012). Structural and microwave absorption properties of nanostructures Fe-Co Alloys. *Adv. Powder Tech.*, *23*, 580-582.
- Bolarín-Miró, A., Sanchez De Jesús, F. S.-D., Torres-Villaseñor, G., Cortés-Escobedo, C., & Betancourt-Cantera, J. (2011). Amorphization of Co base alloy by mechanical alloying. *J. Non-crystalline Solids*, *357*, 1705–1709.
- Chermahini, M. D., Sharafi, S., Shokrollahi, H., & Zandrahimi, M. (2009). i. Microstructural and magnetic properties of nanostructured Fe and Fe₅₀Co₅₀ powders prepared by mechanical alloying. *J. Alloys Comp.*, *477*, 18-22.
- Laala-Bouali, H., Bentayeb, F.-Z., Loudi, S., Guo, X., & S. Tria, J. (2013). X-ray line profile analysis of the ball-milled Fe–30Co alloy. *Adv. Powder Tech.*, *24*, 168-174.
- Loudi, S., Bentayeb, F., Tebib, W., Suñol, J., Escoda, L., & Mercier, A. (2012). Formation study of nanostructured Cr_{100-x}Cox (x= 10, 90) alloys. *J Alloys Compd.*, *536*, S365-S369.
- Moumeni, H., Alleg, S., & Greneche, J. (2005). Structural properties of Fe₅₀Co₅₀ nanostructured powder prepared by mechanical alloying. *J. Alloys Comp.*, *386*, 12-19.
- Peng, D., Chen, Y., She, H., Katoh, R., & Sumiyama, K. (2009). Preparation and magnetic characteristics of size-monodispersed Fe–Co alloy cluster assemblies. *J Alloys Comp.*, *469*, 276-281.
- Popova, A. N., Zaharov, Y., & Pugachev, V. M. (2012). Chemical synthesis, structure and magnetic properties of nanocrystalline Fe-Co alloys,. *Mat. Letters*, *74*, 172-175.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue desarrollado con apoyo de los proyectos del CONACyT Ciencia Básica clave no. CB-130413.