

## EFFECTO DE LA PRESIÓN DE COMPACTACIÓN SOBRE LAS PROPIEDADES FÍSICAS DE COMPACTOS DE HEXAFERRITAS DE ESTRONCIO

Omar Cuervo-López<sup>a</sup>, Ana M. Bolarín-Miró<sup>a</sup>, Claudia A. Cortés<sup>b</sup>, Félix Sánchez-De Jesús<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, UAEH, Mineral de la Reforma, Hidalgo  
[askew\\_hrpb.007@hotmail.com](mailto:askew_hrpb.007@hotmail.com)

<sup>b</sup>Centro de Investigación e Innovación Tecnológica, IPN, Deleg. Azcapotzalco, México D.F.  
[claudia.alicia.cortes@gmail.com](mailto:claudia.alicia.cortes@gmail.com)

### RESUMEN

En el presente trabajo se estudia el efecto de la presión de compactación, que se aplica a polvos de hexaferritas de estroncio,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  (HFSr), sobre sus propiedades físicas tales como: la densidad de los compactos (curva de compresibilidad: densidad vs presión) y el comportamiento magnético de los mismos. La finalidad es definir las condiciones más apropiadas para el procesamiento de los polvos (compactación y sinterización), que permitan alcanzar los mejores resultados en valores de magnetización de saturación y campo coercitivo para los polvos consolidados. Se siguieron dos rutas de procesamiento, en la primera se obtuvieron polvos activados mecánicamente, PAM, mediante molienda durante 5 horas. En el segundo caso se obtuvieron polvos de  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  mediante activación mecánica asistida con tratamiento térmico, HFSr AM-TT, los cuales fueron sometidos a molienda durante cinco horas y un tratamiento térmico posterior a  $850^{\circ}\text{C}$  durante 2 horas, el TT es necesario porque la energía aportada por molienda no permite la formación de la hexaferrita. En ambos casos se emplearon cantidades estequiométricas de polvos de: óxido de hierro (III)  $\text{Fe}_3\text{O}_2$  y óxido de estroncio, SrO. Posteriormente y para ambos tipos de polvo: PAM y HFSr AM-TT, se sometieron a compactación uniaxial en un molde cilíndrico con una prensa hidráulica, aplicando distintas presiones: 750, 1000, 1250 y 1500 MPa, determinando su curva de compresibilidad. Posteriormente los compactos en verde fueron sinterizados a distintas temperaturas:  $900^{\circ}\text{C}$ ,  $1000^{\circ}\text{C}$  y  $1100^{\circ}\text{C}$  durante 2 h en un horno de mufla tubular. A continuación se determinó la densidad de los compactos sinterizados, empleando la geometría cilíndrica de los compactos y su masa. Las propiedades magnéticas se extrajeron de los ciclos de histéresis, obtenidos mediante un magnetómetro de muestra vibrante (MMV). De las curvas de compresibilidad se obtuvo una densidad máxima de  $3.8 \text{ g/cm}^3$  y  $3.9 \text{ g/cm}^3$  a 1500 MPa para los polvos obtenidos mediante AM-TT y AM, respectivamente. Por otro lado, al incrementar la presión de compactación incrementa el grado de sinterización, generando un aumento de la densidad. Los resultados de magnetometría muestran que al incrementar la densidad, incrementa la magnetización de saturación. Por el contrario, el campo coercitivo se ve disminuido al incrementar la densidad.

### 1. INTRODUCCIÓN

Las hexaferritas son materiales magnéticos permanentes o duros, los cuales han sido ampliamente empleados desde su descubrimiento en los años 1950's. A pesar de existir muchos otros, las hexaferritas, particularmente las de estroncio  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  se siguen produciendo, debido a su excelente relación desempeño/costo [1-3]. En particular la hexaferrita de estroncio ha sido un material comercial

y tecnológicamente importante desde el punto de vista tecnológico, debido a sus propiedades magnéticas, estabilidad química y bajo costo, comparado con los imanes de tierras raras [4].

Las propiedades magnéticas de las hexaferritas, particularmente la coercitividad, depende de las propiedades físicas del polvo y de la pieza que conforman, particularmente de la distribución de tamaños de partícula y de densidad, debido a su efecto sobre la anisotropía magnetocristalina [5]. Es sabido que los materiales cerámicos se deben conformar mediante metalurgia de polvos [6], debido a que poseen altos puntos de fusión lo cual limita su obtención por fundición y adicionalmente, son muy frágiles para obtenerlos por métodos de conformado tradicionales, como el corte. Por tal motivo y con el fin de evaluar y definir las mejores condiciones de consolidación y sinterización de los polvos para su empleo en dispositivos, que proporcionen valores adecuados de magnetización de saturación y de coercitividad de las hexaferritas (HFSr), en este trabajo se compactaron y sinterizaron, en distintas condiciones de presión y temperatura, hexaferritas de estroncio producidas y sintetizadas mediante mecanosíntesis de acuerdo a estudios previos [7] y modificando la secuencia de tratamiento.

### 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se utilizaron como polvos precursores mezclas estequiométricas de 4.0608 g de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y 0.8782 g de SrO para obtener la hexaferrita de estroncio,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ , dichos polvos se sometieron a molienda durante un tiempo de 5h en un molino de alta energía marca Spex, modelo 8000D. Parte de los polvos molidos, PAM, fueron tratados térmicamente en un horno eléctrico de mufla tubular hasta  $850^\circ\text{C}$  durante 2 h obteniendo HFSr AM-TT. Con la finalidad de obtener la curva de compresibilidad, ambos tipos de polvos (con TT a  $850^\circ\text{C}$  y el otro en verde) fueron compactados a presiones de 750, 1000, 1250 y 1500 MPa obteniendo probetas cilíndricas con diferentes dimensiones geométricas, a partir de la medición del diámetro y la altura fue posible calcular el volumen de cada una de las probetas compactadas y junto con su masa se realizaron los cálculos correspondientes para determinar su densidad. Los compactos en verde fueron sinterizados a  $900^\circ\text{C}$ ,  $1000^\circ\text{C}$  y  $1100^\circ\text{C}$  durante 2 h. A continuación se calculó la densidad de los compactos sinterizados, teniendo como referencia la medición de sus dimensiones y su masa, los resultados permitieron inferir de manera cualitativa el grado de sinterización y la reducción de la porosidad de las probetas. Finalmente, cada una de las probetas sinterizadas fue caracterizada magnéticamente utilizando un magnetómetro de muestra vibrante Marca MicroSense, modelo EV7, aplicando un campo magnético en un rango de  $\pm 18\text{kOe}$  y obteniendo ciclos de histéresis a temperatura ambiente.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 1 se muestra la curva de compresibilidad (gráfica de presión de compactación vs densidad) de los polvos activados mecánicamente durante 5 horas, PAM, sin tratamiento térmico posterior.

Tal como se puede observar en la figura 1, la tendencia obtenida es de incremento de la densidad con la presión de compactación, lo cual era esperable debido a que se está comprimiendo el polvo. De esta misma gráfica se obtiene que la densidad máxima que puede alcanzar el polvo sintetizado es de  $5.15\text{ g/cm}^3$ , que corresponde a la densidad teórica del material.

En la Figura 2 se presenta la curva de compresibilidad de los polvos de hexaferrita de estroncio obtenida mediante activación mecánica (5 horas) y tratamiento térmico ( $850^\circ\text{C}$  durante 2 horas) HFSr AM-TT.

Del mismo modo que en el caso anterior, se observa un incremento de la densidad con el aumento de presión, hasta acercarse a su densidad máxima (asíntota de la curva) que en este caso también es de  $5.15\text{ g/cm}^3$ . En términos de la facilidad para densificar al aplicar presión, para ambos polvos se observan valores muy similares, observándose valores ligeramente superiores para el PAM.

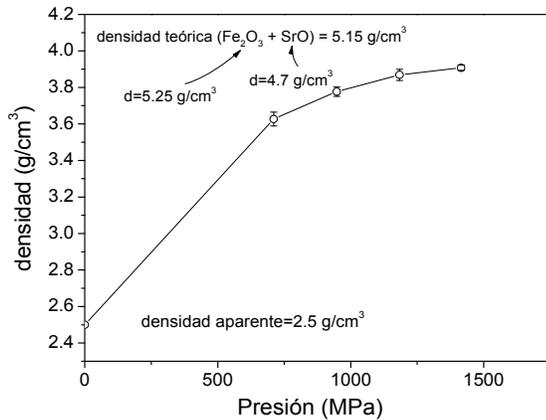


Figura 1. Curva de compresibilidad de polvos activados mecánicamente durante 5 horas, PAM

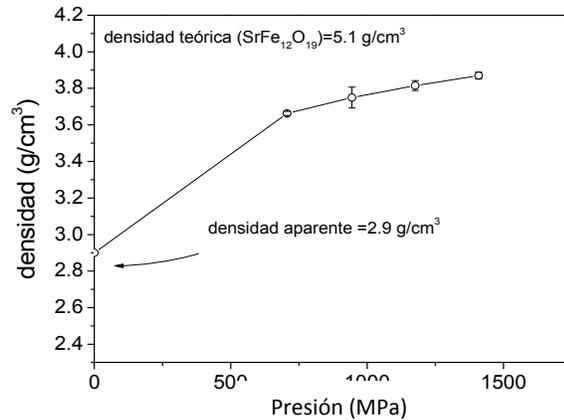


Figura 2. Curva de compresibilidad de polvos activados mecánicamente durante 5 h y tratamiento térmico a 850°C HFSr AM-TT

En la figura 3 se presentan los ciclos de histéresis magnética de los compactos de polvos PAM compactados a 1250 MPa y posteriormente sinterizados a diferentes temperaturas (desde 900 hasta 1100°C) durante 2 h. Tal como se aprecia, la magnetización se mantiene en valores de 56 emu/g, valores típicos para este tipo de materiales [7], sin embargo, la coercitividad está muy afectada por la temperatura, obteniendo valores desde 3.7 hasta 6 kOe. Lo anterior se debe a que al incrementar la temperatura se activan los procesos de difusión en estado sólido y por lo tanto el crecimiento de cristal, disminuyendo el campo coercitivo.

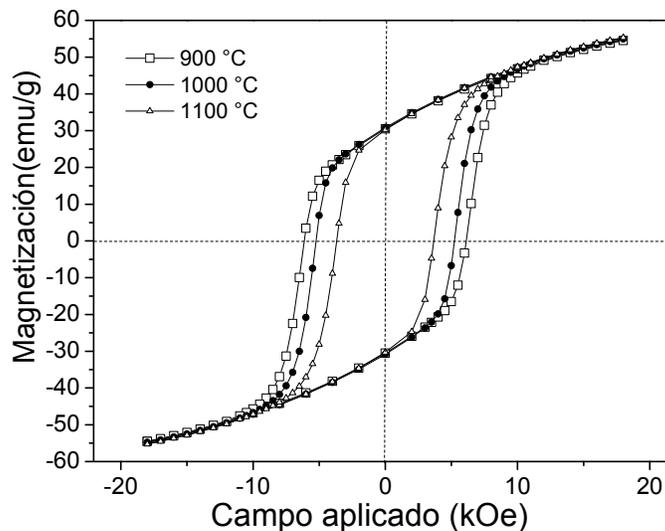


Figura 3. Ciclo de histéresis magnético de PAM compactado a 1250 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C

En la figura 4 se presentan los ciclos de histéresis magnéticos de los compactos de polvos de HFSr AM-TT compactado a 1000 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 800 a 1100 °C durante 2 h. El primer aspecto a resaltar está asociado a sus valores de magnetización, del orden de 55 emu/g, muy similares a los obtenidos por el método PAM, lo cual indica que ambos métodos de

procesamiento alcanzan el mismo objetivo, sintetizar hexaferrita de estroncio con estructura hexagonal,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ .

En referencia a la coercitividad, se obtienen valores variables, desde 3.8 hasta 6 kOe, para compactos sinterizados a 1000 y 900 °C, respectivamente. Este es el mismo comportamiento observado en la figura 3, con lo cual se concluye que al incrementar la temperatura de sinterización, disminuye el campo coercitivo, lo anterior se atribuye a una mayor interacción (densificación o disminución de porosidad) entre las partículas de polvo a alta temperatura y crecimiento de grano, debido a que se ha promovido la difusión atómica al elevar la temperatura.

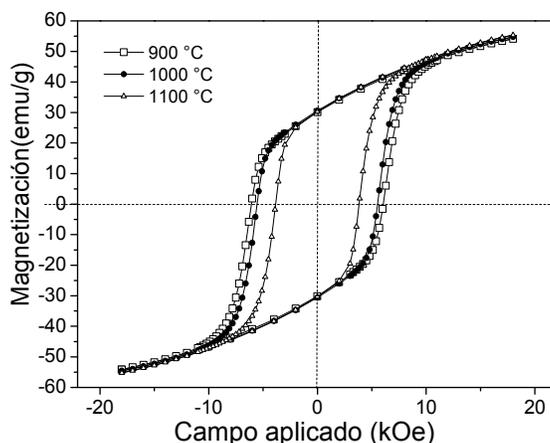


Figura 4. Ciclo de histéresis magnético de polvos de HFSr AM-TT compactado a 1000 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C

En la figura 5 se presentan los ciclos de histéresis magnética de los compactos de polvos de HFSr AM-TT compactado a diferentes presiones (750 a 1500 MPa) y tratados térmicamente a 1000 °C durante 2 h. Tal como se puede apreciar, los resultados muestran un efecto prácticamente indetectable de la presión al mantener la temperatura de sinterización constante, lo cual se debe a que el parámetro más importante para el crecimiento de grano o cristal, en el sistema estudiado, es la temperatura, como se extraía de los resultados presentados en la figura 4.

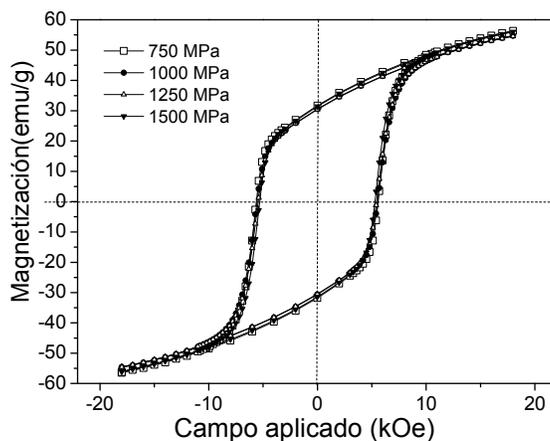


Figura 5. Ciclo de histéresis magnético de polvos de HFSr AM-TT compactado a diferentes presiones (750 a 1500 MPa) y tratados térmicamente a 1000 °C

### CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos mostraron el efecto de la presión de compactación y temperatura de sinterización sobre la densidad, magnetización y coercitividad de compactos, los cuales fueron obtenidos siguiendo diferentes métodos de procesamiento. Independiente de la ruta de procesamiento, se obtuvo exitosamente la hexaferrita de estroncio hexagonal, lo cual se confirmó con los valores de magnetización, los cuales no variaron independientemente del tipo de material procesado, la temperatura y la presión de compactación. La densidad de los compactos incrementa al incrementar la presión de compactación hasta alcanzar el valor de densidad teórica. Al incrementar la temperatura de sinterización disminuye la coercitividad, lo cual se asocia al crecimiento de grano y por lo tanto a la disminución de la anisotropía magnética.

### BIBLIOGRAFÍA

1. R.C: Pullar, "Hexagonal ferrites: A review of the synthesis, properties and applications of hexaferrite ceramics", *Progress in materials science*, Vol 1, 2012, pp 1191-1334.
2. A. Thakur, R. R. Singh, P. B. Barman, "Synthesis and characterization of Nd<sup>3+</sup> doped SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> nanoparticles", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 141, 2013, pp 562-569.
3. Y. F. Xu, Y. Q. Ma, S. T. Xu, F. L. Zan, G. H. Zheng, Z. X. Dai, "Effects of vacancy and exchange-coupling between grains on magnetic properties of SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> and  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites", *Materials Research Bulletin*, Vol. 27, 2014, pp. 13-18.
4. J. H. Luo, "Preparation of Strontium Ferrite Powders by Mechanochemical Process", *Applied Mechanics and Materials*, Vol 110, 2012, pp. 1736-1740.
5. C. Suryanarayana, "Mechanical alloying and milling", ed. Marcel Dekker, 2004, New York.
6. Randall M. German, "Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing", *Metal Powder Industry Ed*, 2005, New York.
7. F. Sánchez-De Jesús, A.M. Bolarín-Miró, C.A. Cortés-Escobedo, R. Valenzuela, S. Ammar. "Mechanosynthesis, crystal structure and magnetic characterization of M-type SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>", *Ceramics International*, Vol 40, 2014, pp. 4033–4038.