# COMPORTAMIENTO MAGNÉTICO DE LA ALEACIÓN $(Fe_{80}Al_{20})_{100-x}Si_x$ NANOESTRUCTURADA

*G. Y. Vélez [1*], G. A. Pérez Alcázar [1], Ligia E. Zamora [1], J. M. González [2]*


- ✓ Este artículo forma parte del "Volumen Suplemento" **S1** de *la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* (*RLMM*). Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso "*X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)*" celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La *RLMM* no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las "Instrucciones para Autores" establecidas por la *RLMM* para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*.

*Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* 2009; **S1** (2): 649-653

# COMPORTAMIENTO MAGNÉTICO DE LA ALEACIÓN $(Fe_{80}Al_{20})_{100-x}Si_x$ NANOESTRUCTURADA

*G. Y. Vélez [1*], G. A. Pérez Alcázar [1], Ligia E. Zamora [1], J. M. González [2]*

*1:* Departamento de Física, Universidad del Valle, A.A. 25360, Cali, Colombia
2: Unidad Asociada ICMM-IMA, C/Sor Juana Inés de la Cruz 12, 28049, Madrid, España

** E-mail: gyovelca@univalle.edu.co*

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET
Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008
*Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento*

Publicado On-Line el 29-Jul-2009
Disponible en: *www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html*

**Resumen**

Por medio de espectrometría Mössbauer (EM) y magnetometría de muestra vibrante (MMV) se realizó el estudio magnético del sistema $(Fe_{80}Al_{20})_{100-x}Si_x$ (con $x$ = 0, 10, 15 y 20 % at. Si). Las muestras fueron aleadas mecánicamente en un molino planetario de alta energía con tiempos de molienda de 12, 24 y 36 horas. Se encontró buena correlación entre los resultados obtenidos por EM y MMV, destacándose lo siguiente *i*) el ferromagnetismo disminuye a medida que aumenta la concentración de silicio, principalmente por la naturaleza no magnética de este. *ii*) Se encontró la mayor fase ferromagnética en las muestras aleadas durante 24 y 36 horas, consecuencia del desorden estructural (que incrementa el ferromagnetismo) inducido por el aleamiento mecánico (AM). Todas las muestras presentan un buen comportamiento magnético blando, en especial para $x$=15 y 20 para las cuales los campos coercitivos son menores de 10 Oe. Finalmente encontramos que para nuestro sistema el campo magnético hiperfino medio y la magnetización de saturación se relacionan linealmente, en donde el intercepto de esta línea se ha relacionado con efectos de anisotropía de superficie presentes en el material.

***Palabras Claves:*** *aleaciones FeAl, aleaciones FeSi, aleamiento mecánico, espectrometría Mössbauer, magnetometría de muestra vibrante.*

**Abstract**

We realized the magnetic study of the system $(Fe_{80}Al_{20})_{100-x}Si_x$ (with $x$ = 0, 10, 15 and 20 % at. Si) using Mössbauer spectrometry (ME) and vibrant sample magnetometry (VSM). The samples were mechanically alloyed in a high energy planetary ball mill with milling times of 12, 24 y 36 hours. We found a good correlation between the results obtained by ME and VSM, resalting the following results: *i*) the ferromagnetism decreases when Si increases, principally by the non-magnetic nature of Si. *ii*) The bigger ferromagnetic phase was found on the samples alloyed during 24 and 36 hours, consequence of the structural disorder (that increases the ferromagnetism) induced by the mechanical alloying. All the samples show a good soft magnetic behavior, especially for $x$=15 and 20, in which the coercive fields are less than 10 Oe. Finally we found that for our system the mean hyperfine magnetic field and the saturation magnetization are linearly related, where the intercept of this line is related with the effects of surface anisotropy of the material.

***Keywords****: alloys FeAl, Alloys FeSi, mechanical alloying, Mössbauer spectroscopy, vibrant sample magnetic.*

## 1. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones binarias FeSi y FeAl han sido motivo de estudio desde hace varias décadas debido a su amplio rango de propiedades tanto magnéticas como estructurales, al igual que por la diversidad de sus aplicaciones.

Por ejemplo las aleaciones FeSi son económicas y presentan un buen comportamiento de material magnético blando, que es la razón principal por la que comercialmente se usan en la elaboración de núcleos de transformadores [1].

De otro lado aleaciones FeAl, económicas también, se caracterizan principalmente por ser materiales resistentes a la corrosión. Las propiedades magnéticas de esta aleación están muy ligadas con su ordenamiento estructural, se ha observado en aleaciones preparadas por medio de técnicas tales como sputtering [2], técnicas de implantación [3] y

más reciente aun por AM, que el ferromagnetismo esta asociado con un incremento en el desorden. Por ejemplo, por AM, dependiendo del tiempo de molienda, se ha obtenido comportamiento ferromagnético para concentraciones (superiores al 33 % at. Al) en las que la aleación normalmente es paramagnética [4].

Recientemente se ha mostrado que el sistema $Fe_{70}Al_{30}$ dopado con silicio mediante AM presenta buenas propiedades de material magnético blando, y que el tiempo de molienda juega un papel importante en las propiedades magnéticas del material [5]. Por esta razón, además de continuar con el estudio de las aleaciones FeAlSi, se realiza por medio de EM y MMV el estudio magnético del sistema $(Fe_{80}Al_{20})_{100-x}Si_x$ (con $x$=0, 10, 15 y 20) aleado mecánicamente durante 12, 24 y 36 horas.

## 2. DESCRIPCIÓN EXPERIMENTAL

Muestras del sistema $(Fe_{80}Al_{20})_{100-x}Si_x$ (con $x$=0, 10, 15 y 20) fueron preparadas empleando polvos finos altamente puros (≥99.90%) de Fe, Al y Si. Las diferentes muestras se obtuvieron mediante AM con tiempos de molienda de 12, 24 y 36 horas, y se llevo a cabo en un molino planetario de alta energía *Fritsch-Pulverisette 5*. Las moliendas se realizaron en jarros de acero con bolas del mismo material en su interior, el vacío de los jarros fue de 4.5 $10^{-2}$ Torr., y la relación masa bolas a masa polvo fue 15:1. Las medidas Mössbauer se realizaron en un espectrómetro convencional con fuente de $^{57}Co$ de 25 mCi. Todos los espectros se ajustaron con el programa MOSFIT usando distribución de campo magnético hiperfino, con adición de un sitio paramagnético para las muestras con $x$=15 y 20. Los ciclos de histéresis fueron realizados en un magnetómetro de muestra vibrante *Oxford* con un campo magnético máximo aplicado de 1.5 T.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para todos los tiempos de molienda el ferromagnetismo disminuye a medida que se adiciona silicio al sistema, y en $x$=15 aparece una fase paramagnética que aumenta en $x$=20. Esto se debe principalmente al carácter diluidor del silicio que no presenta momento magnético y sustituye átomos de Fe que si tienen momento magnético [6]. La descripción de dicho comportamiento se aprecia en la Fig. 1 donde se grafica el valor del campo magnético hiperfino medio como función del contenido de silicio para los tres tiempos de molienda.

En la Fig. 1 se observa que para todas las concentraciones (excepto para $x$=0) el ferromagnetismo se ve influenciado por el tiempo de molienda, por ejemplo las muestras aleadas durante 12 horas exhiben menor fase ferromagnética que las muestras aleadas durante 24 y 36 horas. La razón se debe a que el AM induce desorden estructural en el sistema favoreciendo las interacciones ferro-ferro, es decir que el desorden estructural favorece el ferromagnetismo [4,7]. Este hecho sugiere que en el sistema existen variaciones de tipo orden-desorden con las horas de molienda. Para 12 horas el sistema aun no es desordenado por completo, para 24 horas se desordena, ordenándose ligeramente en 36 horas.

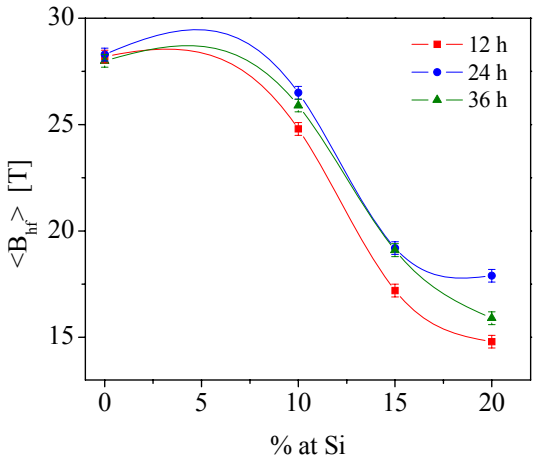



**Figura 1.** Campo hiperfino medio como función del % at. Si, para los tres tiempos de molienda empleados.

Las muestras con $x$=0 presentan el mismo comportamiento magnético para todos los tiempos de molienda. El valor del campo hiperfino medio de 28 T concuerda muy bien con el encontrado para la misma muestra cuando se prepara por técnicas tales como melt spinning [8] y fundición [9]. La naturaleza de la técnica melt spinning garantiza un alto grado de desorden, lo cual nos lleva a la conclusión de que en nuestra muestra el aluminio se difunde rápidamente (mucho más rápido que el silicio en el sistema FeAl) alcanzando un máximo desorden antes de 12 horas de molienda.

La Fig. 2 muestra los ciclos de histéresis para las muestras aleadas durante 24 horas (para las muestras aleadas durante 12 y 36 horas el comportamiento histerético es similar). Se aprecia que para todas las muestras los valores de campo coercitivo (Hc<33 KOe.) son típicos de un material magnéticamente

blando, en especial para $x$=15 y 20 los campos coercitivos son menores a 10 Oe. En los ciclos se observa que la magnetización de saturación se obtiene con campos inferiores a 0.5 T, lo que confirma el carácter magnéticamente blando del sistema. Para las muestras con $x$=0 los ciclos de histéresis son independientes del tiempo de molienda, presentando igual magnetización de saturación e igual campo coercitivo (181 emu/g y 17 Oe., respectivamente).

La magnetización de saturación tiende a disminuir a medida que aumenta la concentración de silicio, indicando, en acuerdo con la EM, que el ferromagnetismo disminuye con $x$.

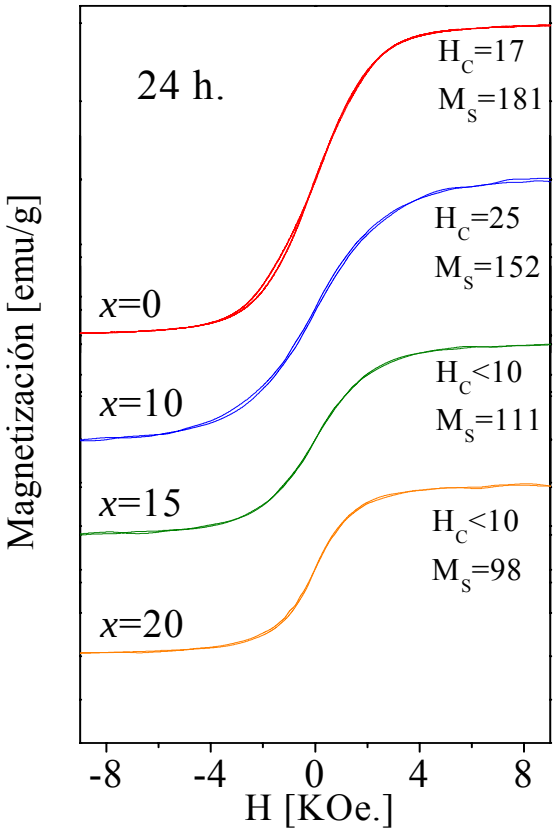



**Figura 2.** Ciclos de histéresis para las muestras aleadas durante 24 horas.

Los valores de la magnetización de saturación y del campo coercitivo obtenidos por medio de los ciclos de histéresis se reportan en la tabla 1.

El comportamiento que tiene la magnetización de saturación respecto a la concentración de silicio para todos los tiempos de molienda se observa en la Fig. 3. La figura resume lo extraído de los ciclos de histéresis. Se aprecia que la magnetización de saturación decrece a medida que $x$ aumenta (el ferromagnetismo disminuye). Para $x$=0 la magnetización es independiente de las horas de molienda (máximo desorden en $x$=0) y adicionalmente se aprecia que, para 12 horas de molienda el sistema presenta la menor magnetización de saturación como muestra de un menor desorden estructural. Los resultados obtenidos por medio de los ciclos de histéresis apoyan por completo los resultados obtenidos por EM (ver la similitud de las Figs. 1 y 3), siendo estas dos técnicas experimentales de carácter diferente, la MMV es una técnica global mientras la EM es una técnica local.

**Tabla 1.** Valores de magnetización de saturación ($M_s$) y campo coercitivo ($H_c$) de cada una de las muestras, obtenidos por medio de los ciclos de histéresis. El valor (*) a diferencia de los demás no fue obtenido por magnetometría sino por medio de la recta de la Fig. 4.

| | **12 h** | | **24 h** | | **36 h** | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| $x$ | $M_s \pm 5$ [emu/g] | $H_c \pm 5$ [Oe.] | $M_s \pm 5$ [emu/g] | $H_c \pm 5$ [Oe.] | $M_s \pm 5$ [emu/g] | $H_c \pm 5$ [Oe.] |
| 0 | 181 | 17 | 181 | 17 | 180 | 17 |
| 10 | (*) 153 | --- | 152 | 25 | 162 | 20 |
| 15 | 98 | < 10 | 111 | < 10 | 133 | 33 |
| 20 | 78 | < 10 | 98 | < 10 | 84 | < 10 |

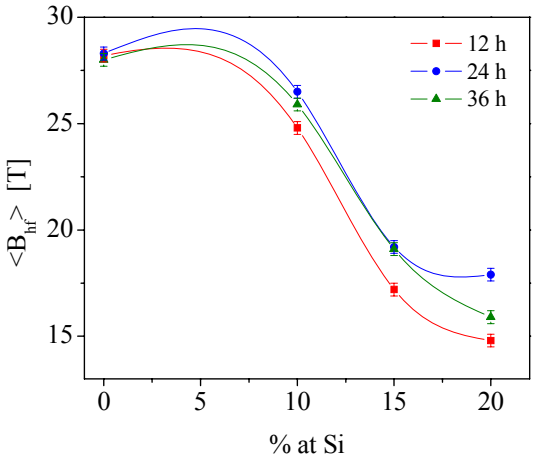



**Figura 3.** Magnetización de saturación como función del % at. Si, para los tres tiempos de molienda empleados.

En la Fig. 4 se establece que existe una relación lineal entre $M_s$ y $<B_{hf}>$. La relación se debe a que ambas cantidades dependen directamente del

momento magnético de los átomos, a mayor número de momentos magnético mayor es tanto $M_s$ como $<B_{hf}>$. Para nuestro sistema dicha relación en unidades de Tesla y emu/g, satisface la ecuación:

$$\left\langle B_{hf} \right\rangle = (0.133 \pm 0.005) M_S + (4.6 \pm 0.7) \qquad (1)$$

La pendiente de esta recta indica que el campo hiperfino medio crece con la magnetización de saturación a razón de 0.133 T.g/emu. El intercepto diferente de cero es una consecuencia del efecto que tiene la superficie en las propiedades magnéticas de los nanomateriales (anisotropía de superficie).

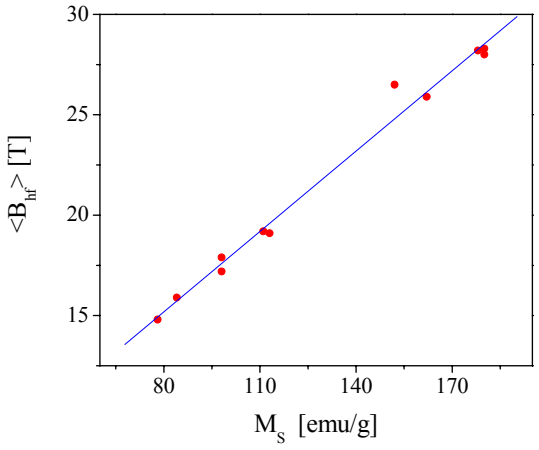



**Figura 4.** Campo magnético hiperfino medio $<B_{hf}>$ como función de la magnetización de saturación $M_s$ para las diferentes muestras.

En una nanopartícula ferromagnética los momentos magnéticos de los átomos situados en la superficie se encuentran anclados presentando gran dificultad para alinearse en determinada dirección y conseguir una magnetización de saturación absoluta $M_{SA}$. Debido a la anisotropía de superficie, entonces, siempre habrá momentos magnéticos en la superficie que no aporten a la magnetización de saturación [10], y que de llegar alinearse aportarían una magnetización $M_{SS}$ (magnetización de saturación en la superficie) al valor total $M_{SA}$. Si $M_{SE}$ es la magnetización de saturación obtenida experimentalmente, entonces:

$$M_{SA} = M_{SE} + M_{SS} \qquad (2)$$

Debido a que la espectrometría Mössbauer es una técnica local, los momentos magnéticos de la superficie si aportan a la lectura de $<B_{hf}>$, por lo tanto la relación entre $<B_{hf}>$ y $M_{SA}$ debe ser lineal y cumplir con la condición $<B_{hf}>(M_{SA}=0)=0$, lo que implica

$$\left\langle B_{hf} \right\rangle = KM_{SA} = K(M_{SE} + M_{SS}) = KM_{SE} + KM_{SS} \qquad (3)$$

Esta ecuación describe perfectamente el comportamiento observado en la Fig. 4, mostrando que nuestro sistema presenta anisotropía de superficie. El valor encontrado de la magnetización de saturación en la superficie de las partículas fue: $M_{SS}=(35\pm7)$ emu/g., equivalente al 19% del valor máximo de magnetización de saturación (muestras con $x$=0).

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al CENM, Colciencias y la Universidad del Valle por el soporte financiero para la realización de este trabajo.

## 4. CONCLUSIONES

Se logró encontrar una buena correlación entre los resultados obtenidos por EM y MMV determinándose que el silicio actúa en el sistema como un diluidor magnético, y que el ferromagnetismo se ve afectado con las horas de molienda como consecuencia del desorden estructural causado por el AM. El sistema presenta comportamiento de material magnético blando con campos coercitivos menores a 33 Oe, alcanzándose el mejor comportamiento en las muestras con $x$=15 y 20 (excepto en la muestra con $x$=15 aleada durante 36 horas) donde los campos coercitivos son menores a 10 Oe. Se encontró una relación lineal entre $<B_{hf}>$ y $M_s$ que obedece a la ecuación (1), donde el intercepto de la recta se relaciona con los efectos de anisotropía de superficie presentes en el material.

## 5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] W. F. Barrett, W. Brown and R. A. Handfield, Sci. Trans. R. Dublin Soc., **7**, 67, (1900).

[2] J. H. Hsu and C. L. Chien, Hyp. Int. **69,** 451 (1991).

[3] A. Fnidiki, J. P. Eymery, and J. Delafond, J. Magn.Magn. Mater. **40,** 130 (1983).

[4] S. Gialanella, X. Amils, M. D. Baro, P. Delcroix, G. Le Caër, L. Lutterotti and S. Suriñach, Acta Mater, **46 9**, 3305, (1998).

[5] G. A. Pérez Alcázar, Ligia E. Zamora, J.D. Betancour-Ríos, J. A Tabares, J. M. Greneche

and J. M González, Phys. B. **384**, 313-315, (2006).

[6] G. Y. Vélez, G. A. Pérez Alcázar, Ligia E. Zamora, J. J. Romero, A. Martínez and J. M. González, Rev. Col. Fís., **40** 2, 281-284, (2008).

[7] D. A. Eelman, J. R. Dahn, G. R. Mackay, and R. A. Dunlap, J. of Alloys and Comps. **266,** 234 (1998).

[8] D. S. Schmool, E. Araujo, M. M Amado, M. Alegría Feio, D. Martín Rodríguez, J. S Garitaonandia, F. Plazaola, J Magn. Magn. Mater. **272-276**, 1342-1344, (2004).

[9] G. A. Pérez Alcázar and E. Galvao da Silva, J. Phys. F: Met. Phys, **17**, 2323-2335, (1987).

[10] J.Mazo-Zuluaga, J. Restrepo y J. Mejía. Rev. Col. Fis., **39 1**, 29-32, (2006).