



Revista EIA, ISSN 1794-1237 /  
e-ISSN 2463-0950  
Año XVII/ Volumen 17/ Edición N.34  
Julio-Diciembre de 2020  
Reia34020 pág 1-6

Publicación científica semestral  
Universidad EIA, Envigado, Colombia

**PARA CITAR ESTE ARTÍCULO /  
TO REFERENCE THIS ARTICLE /**  
Vélez Quimbaya, E.F.; Oyola Lozano,  
D.; Rojas Martínez, Y.; Bustos  
Rodríguez, H. (2020). Estudio de  
las propiedades magnéticas y  
estructurales de polvos del sistema  
 $Fe_{90}Al_{10}$  obtenidos por aleamiento  
mecánico. Revista EIA, 17(34), Julio-  
Diciembre, Reia34020. [https://doi.  
org/10.24050/reia.v17i34.1382](https://doi.org/10.24050/reia.v17i34.1382)

✉ *Autor de correspondencia:*

Oyola Lozano, D. (Dagoberto):  
Departamento de Física-Universidad  
del Tolima, Ibagué, Colombia. Correo  
electrónico: [doyola@ut.edu.co](mailto:doyola@ut.edu.co)

**Recibido:** 10-12-2019  
**Aceptado:** 18-06-2020  
**Disponible online:** 09-11-2020

# Estudio de las propiedades magnéticas y estructurales de polvos del sistema $Fe_{90}Al_{10}$ obtenidos por aleamiento mecánico

ELVER FABIAN VÉLEZ QUIMBAYA<sup>1</sup>

✉ DAGOBERTO OYOLA LOZANO<sup>1</sup>

YEBRAIL ROJAS MARTÍNEZ<sup>1</sup>

HUMBERTO BUSTOS RODRÍGUEZ<sup>1</sup>

1. Grupo Ciencia de Materiales, Departamento de Física, Universidad del Tolima, Ibagué, Colombia

## Resumen

En este trabajo reportamos el estudio de las propiedades magnéticas y estructurales del sistema  $Fe_{90}Al_{10}$  obtenidas por Aleamiento Mecánico (AM), para la fabricación de blancos (target) que se usarán para producir películas delgadas por sputtering. Las muestras en forma de polvo se prepararon utilizando la técnica de aleamiento mecánico con una relación de masa bolas / masa muestra, de 10:1, en atmosfera de argón con bolas de acero inoxidable y jarras del mismo material, y con 48 y 72 horas de molienda. La caracterización magnética y estructural se realizó por Espectroscopia Mössbauer (MS), Magnetometría de muestra Vibrante (VSM) y Difracción de Rayos-X (XRD).

Los espectro Mössbauer de los polvos se ajustaron con una componente ferromagnética correspondiente a tres sitios ferromagnéticos mostrando un campo hiperfino medio de 29,1 T para las muestras con 48 horas de molienda y de 25,4 T para las muestras con 72 horas de molienda.

El refinamiento de los patrones de XRD presenta en todos los difractogramas picos de la fase FeAl - BCC con parámetros de red 2,886 Å y 2,889 Å para la molienda de 48 y 72 horas respectivamente. Los ciclos de histéresis del sistema  $Fe_{90}Al_{10}$  en estudio evidencian que es un material magnéticamente blando.

**Palabras claves:** Aleamiento Mecánico, Espectroscopia Mössbauer, Difracción de Rayos X, Magnetometría de Muestra Vibrante.

# Study Of Magnetic And Structural Properties Of Powders Of The $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$ System Obtained By Mechanical Alloying

## Abstract

In this work we report the study of the magnetic and structural properties of the  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$  system obtained by mechanical alloying, for the manufacture of targets that will be used to produce thin films by sputtering. Samples in powder form were prepared using the Mechanical Alloying technique with a mass ratio of balls / sample mass, of 10: 1, in an argon atmosphere with stainless steel balls and jugs of the same material, and with 48 and 72 milling hours. Magnetic and structural characterization was performed by Mössbauer Spectroscopy (MS), Vibrating Sample Magnetometry (VSM) and X-Ray Diffraction (XRD). The Mössbauer spectrum of the powders was adjusted with a ferromagnetic component corresponding to three ferromagnetic sites showing an average hyperfine field of 29.1 T for the samples with 48 hours of milling and 25.4 T for the samples with 72 hours of milling. The refinement of the XRD patterns was performed using the Rietveld method by means of the GSAS program showing in all diffractograms the FeAl-BCC phase with lattice parameters 2.886 Å and 2.889 Å for the milling of 48 and 72 hours respectively. The hysteresis cycles of the  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$  system under study show that it is a magnetically soft material.

**Keywords:** Mechanical Alloying, Mössbauer Spectroscopy, X-Ray Diffraction, Vibrating Sample Magnetometry.

---

## 1. Introducción

Los materiales magnéticamente blandos se caracterizan por tener un ciclo de histéresis estrecho, con bajos valores de coercitividad (de orden de 30 Oe), alta permeabilidad magnética y grandes valores de magnetización de saturación. Estas características hacen que ellos sean utilizados principalmente como núcleos de transformadores. Ejemplos de materiales magnéticamente blandos son Fe, Ni, y algunas de sus aleaciones tales como FeNi, FeSi, FeAl, FeCo, etc.

Teniendo en cuenta que existe una fuerte necesidad de mejorar las propiedades extrínsecas de los materiales en general para obtener aleaciones a menor costo, menor tamaño, el enfoque en las aleaciones FeAl forman una serie completa de soluciones sólidas que han sido objeto de grandes esfuerzos investigativos. (Pekala et al. 1996; Eelman et al. 1998, Cebulski et al. 2018)

El estudio de nanopartículas magnéticas con base en Fe es un campo muy atractivo de investigación no solo por su interés fundamental, sino también por sus numerosas aplicaciones tecnológicas, médicas y farmacológicas. Los sistemas magnéticamente blandos tipo FeAl cercanos a la estequiometría  $\text{Fe}_{0.9}\text{Al}_{0.1}$ , han sido ampliamente estudiados teniendo en cuenta su carácter inoxidable y su uso estructural por sus excelentes propiedades mecánicas (Ruan et al. 2017, Wolskia et al 1996, Yang et al. 2012, Frattini et al 1996).

Estas aplicaciones han estimulado el desarrollo de técnicas modernas de síntesis y producción de partículas con determinados tamaños, formas, fases y propiedades físicas. Una de las más baratas y eficaces es el aleamiento mecánico.

El aleamiento mecánico es uno de los métodos más eficientes para producir materiales con tamaño nanocristalino. Una ventaja del aleamiento mecánico sobre muchas otras técnicas es que es una técnica de estado sólido y, en consecuencia, se evitan los problemas asociados con la fusión y la solidificación (Suryanarayana et al 200, Murice et al 1992).

En este trabajo reportamos un estudio de muestras de  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$ , obtenidas con un molino de bolas planetario de alta energía. Estudiamos la dependencia de las propiedades magnéticas y estructurales de la concentración y el tiempo de molienda.

## 2. Materiales y Métodos

Se usó la técnica de aleamiento mecánico para preparar aleaciones de  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$  utilizando elementos puros de Fe y Al como materiales de partida con pureza superiores al 99.6%

La molienda se realizó en atmósfera de argón 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 de 7, 8, 9, 10, 11 y 12 mm de diámetro. Las condiciones para la molienda fueron de 280 revoluciones por minuto, con tiempo de molienda de 48 y 72 horas. La relación de peso bolas-peso polvo fue de 10:1.

Los espectros Mössbauer se obtuvieron a temperatura ambiente usando un espectrómetro Mössbauer de transmisión con una fuente radioactiva de Co-57 inmersa en una matriz de rodio. Los espectros fueron ajustados con sextetos y singletes utilizando el software MOSFIT (Teillet y Varret). Se usó una muestra patrón de  $\alpha\text{-Fe}$  como muestra de calibración.

El análisis de XRD para establecer la estructura y el tamaño del cristalito se realizó a temperatura ambiente para todas las muestras usando un difractómetro PanAnalytical con radiación  $\text{Cu K}\alpha$ . El refinamiento de los patrones de Rayos-X se realizó utilizando el método Rietveld por medio del programa GSAS (Toby 2001).

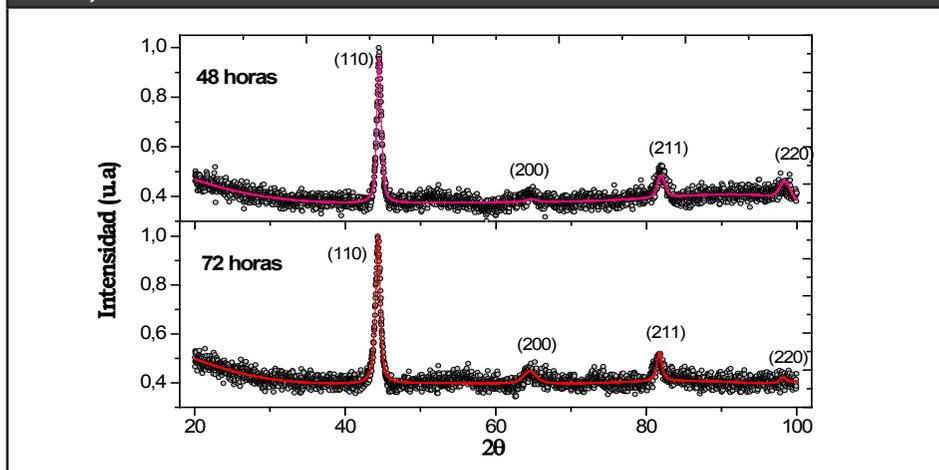
Los ciclos de histéresis del sistema  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$  molidos a 48 y 72 horas se realizaron en los laboratorios del Centro de Excelencia de Nuevos Materiales de la Universidad del Valle.

## 3. Resultados y discusión

La **Figura 1** muestra los patrones de XRD de polvos aleados mecánicamente del sistema  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$  molidos durante 48 y 72 horas. Se pudo observar en todos los dos difractogramas picos con valores correspondientes a la familia de planos de la fase FeAl-BCC con parámetros de red casi iguales  $2,886 \pm 0,001 \text{ \AA}$  y  $2,889 \pm 0,001 \text{ \AA}$  respectivamente. Las líneas del patrón de rayos x para las muestras con 48 horas de molienda son más anchos que las del patrón de 72 horas de molienda.

El valor del tamaño medio de cristalito perpendicular es de  $26 \pm 1 \text{ nm}$  para la muestra con 48 horas de molienda mientras que el valor del tamaño medio de cristalito perpendicular es de  $15 \pm 1 \text{ nm}$  para la muestra con 72 horas de molienda, Esto puede explicar el ensanchamiento de las líneas observadas en el patrón de la muestra de 48 horas de molienda. La **Tabla 1** reporta los resultados obtenidos de los ajustes de los patrones de XRD.

**Figura 1.** Patrón de XRD para las muestras de  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$  obtenidas por aleamiento mecánico con 48 y 72 horas de molienda

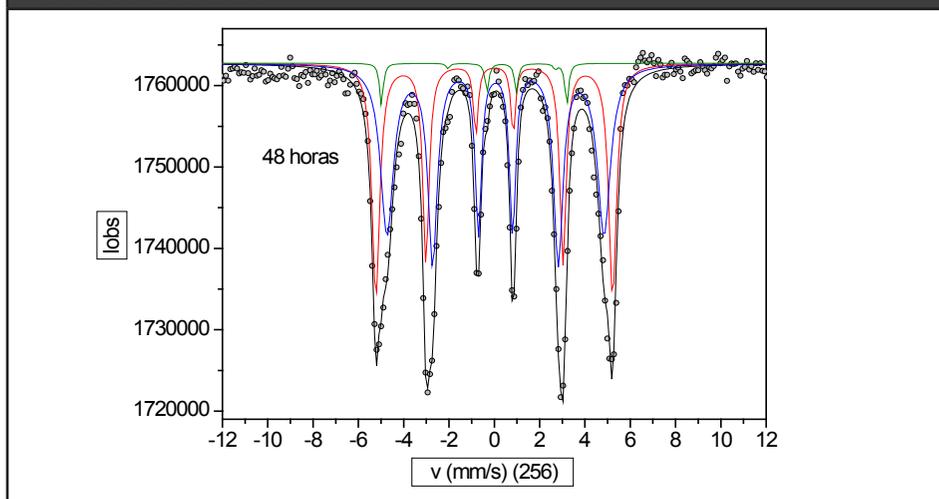


**TABLA 1.** PARÁMETROS DE XRD DEL SISTEMA  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$  ALEADO MECÁNICAMENTE DURANTE 48 HORAS

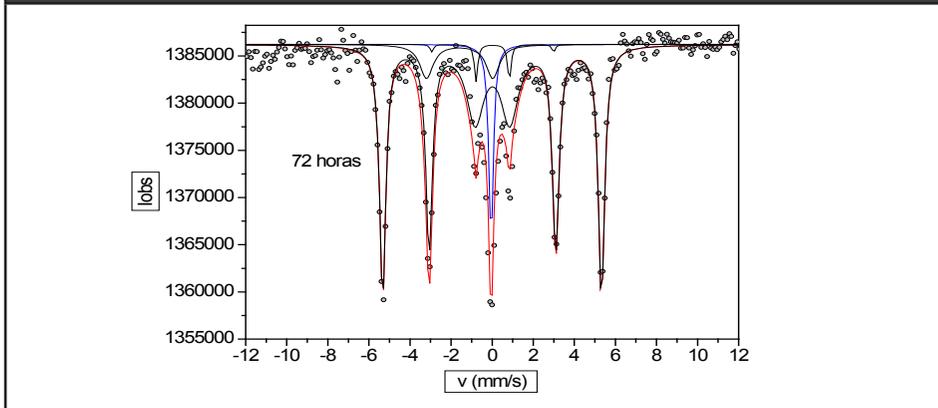
Tiempo de molienda	Fase	Parámetro de red (Å)	Tamaño medio de cristalito perpendicular (nm)	Tamaño medio de cristalito paralelo (nm)
48 horas	BCC	$2,886 \pm 0.001$	$26 \pm 1$	$13 \pm 1$
72 horas	BCC	$2,889 \pm 0.001$	$15 \pm 1$	$15 \pm 1$

La **Figura 2 y 3** muestra el espectro Mössbauer a temperatura ambiente del sistema  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$  molido durante 48 y 72 horas respectivamente. Los espectros fueron ajustados con una componente ferromagnética correspondiente a tres sitios ferromagnéticos con un campo hiperfino promedio de 29.1 T (para 48 horas) y 25.4 T (para 72 horas). El valor medio del campo hiperfino por debajo de 33 T nos permite ver la contribución que hacen los átomos de aluminio en los átomos del hierro. Adicionalmente, la muestra con 72 horas de molienda presenta una componente paramagnética con un área espectral de 8%. La **Tabla 2** muestra los parámetros hiperfinos de los ajustes realizados.

**Figura 2.** Espectro Mössbauer para la muestra  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$  obtenidas por aleamiento mecánico con 48 horas de molienda.



**Figura 3.** Espectro Mössbauer para la muestra  $Fe_{90}Al_{10}$  obtenidas por aleamiento mecánico con 72 horas de molienda.

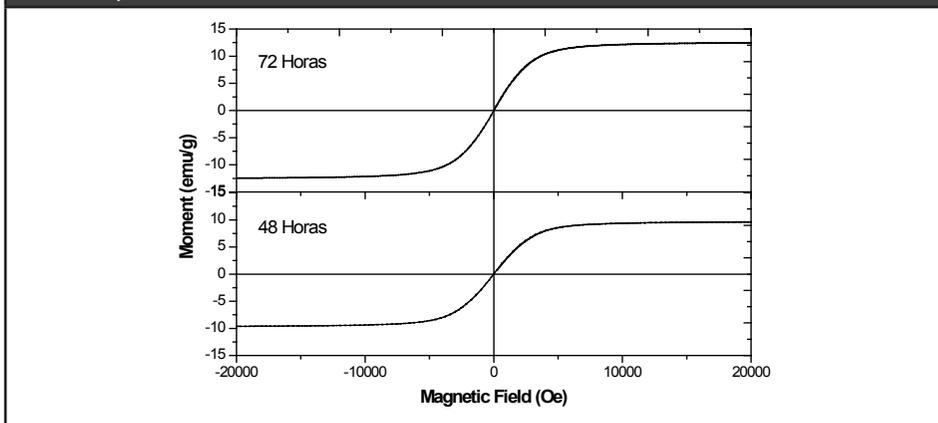


**TABLA 2.** PARÁMETROS HIPERFINOS DE LOS AJUSTES MÖSSBAUER SISTEMA  $Fe_{90}Al_{10}$  ALEADO MECÁNICAMENTE DURANTE 48 Y 72 HORAS DE MOLIENDA. LOS VALORES DEL CAMPO HIPERFINO (HF) ESTA EN TESLAS, EL CORRIMIENTO ISOMÉRICO ( $\delta$ ), EL ANCHO DE LÍNEA ( $r$ ) Y DESDOBLAMIENTO CUADRUPOLEAR (QS) ESTÁN EN MM/S.

	Componente	$\delta$ (mm/s)	$r$ (mm/s)	$Qs$ (mm/s)	HF(T)	Area (%)
48 horas	Sextete	0,0038	0,150	-0,005	32,4	38
	Sextete	0,0520	0,150	0,000	29,7	56
	Sextete	-0,2830	0,150	-0,609	25,4	6
72 horas	Singlete	-0,053	0,134			8
	Sextete	0,098	0,150	-0,100	33,1	41
	Sextete	-1,349	0,150	-1,352	33,0	36
	Sextete	-1,364	0,150	-0,167	10,2	15

Finalmente, en la **Figura 4**, se observan los ciclos de histéresis obtenidos por VSM para las muestras de polvos aleados mecánicamente. De la muestra aleada durante 72 horas se obtiene un ciclo que nos permite clasificarlo como magnéticamente blando, con una saturación cerca de los  $12,5 \text{ emu/g}$ . De igual manera para la molienda de 48 horas se evidencia un ciclo de histéresis estrecho que también nos permite clasificar el material como magnéticamente blando, con una saturación cercana a los  $10 \text{ emu/g}$ .

**Figura 4.** Ciclo de histéresis para las muestras de  $Fe_{90}Al_{10}$  obtenidas por aleamiento mecánico con 48 y 72 horas de molienda.



## 4. Conclusiones

El Aleamiento Mecánico se utilizó para producir aleaciones del sistema  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$ . Todas las aleaciones obtenidas presentan la fase BCC y se comportan como un sistema ferromagnético con tendencia a un comportamiento magnéticamente blando, esto es una consecuencia del carácter de dilución magnética de los átomos de Al.

La diferencia entre los tamaños medios de cristalito perpendicular y paralelo evidencia que los granos son de forma esferoide alargada (prolate) para las muestras con 48 horas de molienda mientras que para 72 horas de molienda los granos son de forma esferoide.

## Agradecimientos

Los autores agradecen especialmente a la Oficina de Investigación de la Universidad del Tolima y COLCIENCIAS, en virtud del Contrato FP44842-104-2016, por el financiamiento de este trabajo.

## Referencias

- Cebulski, J.; Pasek, D.; (2018). FeAl Intermetallic Alloy: Its Heat-Resistant and Practical Application. DOI: 10.5772/intechopen.73184.
- Eelman D.A.; Dahn J.R.; Mackay, G.R.; Dunlap, R.A.; J. Alloys and Compounds, 266 (1998)234-240.
- Frattini, R.; Gupta, R.; Macri, P.P.; Principi, G.; Schiffini, L.; Scipione, G.; X-ray powder diffraction and Mössbauer study of nanocrystalline FeAl prepared by mechanical alloying. (1996). Volumen 44, Pages 3105-3113
- Murice, D. and Courtney, T.H.; J. Metals 8, 10 (1992).
- Pekala, M.; Oleszak, D.; J. Magn. Magn. Mater, 157 (1996)231.
- Ruan, Y.; Yan, N.; Zhu H.Z.; Zhou, K.; Wei, B.; Thermal performance determination of binary Fe-Al alloys at elevated temperatures. (2017). Volume 701, Pages 676-681
- Suryanarayana, C.; Ivanov, E.; Boldyrev, V.V.; Materials Science and Engineering A304-306, 151-158 (2001).
- Teillet J., Varret F., Mosfit program. Université du Maine.
- Toby, B. H. (2001). EXPGUI, a graphical user interface for GSAS. *Journal of applied crystallography*, 34(2), 210-213.
- Wolskia, K.; Le Caërb, G.; Delcroixb, P.; Fillita, R.; Thévenota, F.; Le Cozea, J.; Influence of milling conditions on the FeAl intermetallic formation by mechanical alloying. (1996). Volumen 207, Pages 97-104.
- YangYang, JunDing. Microwave property of micron and sub-micron  $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{10}$  flakes fabricated via ball milling and jet milling routes. (2012)., volumen 528, pages 58-62.