



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA

Área Académica de Ingeniería

***Procesamiento de hexaferritas
mediante metalurgia de polvos.***

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO INDUSTRIAL

P R E S E N T A:

OMAR CUERVO LÓPEZ

BAJO LA DIRECCIÓN DE:

DR. FÉLIX SÁNCHEZ DE JESÚS

DRA. ANA MARÍA BOLARÍN MIRÓ





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO
INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA
Licenciatura en Ingeniería Industrial

M. en A. JULIO CÉSAR LEINES MEDÉCIGO,
DIRECTOR DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR
DE LA U.A.E.H.,
Presente:

Por este medio le comunico que el Jurado asignado al pasante de Licenciatura en Ingeniería Industrial **Omar Cuervo López**, quien presenta el trabajo de titulación "**Procesamiento de Hexaferitas mediante Metalurgia de Polvos**", después de revisar el trabajo en reunión de Sinodales ha decidido autorizar la impresión del mismo, hechas las correcciones que fueron acordadas.

A continuación firman de conformidad los integrantes del Jurado:

PRESIDENTE:	Mtro. Mario Sáenz Piña
PRIMER VOCAL:	Dr. Félix Sánchez de Jesús
SEGUNDO VOCAL:	Mtro. Bernardino Martínez Muñoz
TERCER VOCAL:	Mtro. José Rogelio Efraín Escorcía Hernández
SECRETARIO:	Dra. Ana María Bolarín Miró
PRIMER SUPLENTE:	Dra. Marissa Vargas Ramírez
SEGUNDO SUPLENTE:	Dr. Irving Barragán Vite

Sin otro particular, reitero a usted la seguridad de mi atenta consideración.

ATENTAMENTE

"Amor, Orden y Progreso"

Mineral de la Reforma, Hidalgo a 18 de Marzo de 2015.

M. en E. Lidia Ramírez Quintanilla
Coordinadora de la Licenciatura en Ingeniería Industrial



Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería,
Carretera Pachuca - Tulancingo Km. 4.5, Ciudad Universitaria,
Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México, C.P.
42184

Tel. +52 771 7172000 ext. 2239, Fax 2109
lidiamirezquintanilla@gmail.com



Contenido.

Contenido de figuras.....	III
Contenido de tablas.	V
Abreviaturas.....	V
Resumen.	VI
Capítulo I. Introducción.	2
1.2 Justificación.....	3
1.2 Pregunta de investigación (Hipótesis).....	4
1.3 Hipótesis.....	4
1.4 Objetivo general.	5
1.5 Objetivos específicos.....	5
Capítulo II. Antecedentes.	7
2.1 Magnetismo.....	7
2.1.1 Concepto de magnetismo.	7
2.1.2 Breve historia del descubrimiento y estudio del magnetismo.	7
2.1.3 Origen del magnetismo en los materiales.....	8
2.1.4 Unidades de medida empleadas en la evaluación del magnetismo.	9
2.2 Materiales magnéticos.....	10
2.2.1 Clasificación de los materiales magnéticos.....	10
2.2.2 Materiales magnéticos duros.	12
2.2.3 Materiales magnéticos blandos.	13
2.3 Ferritas.....	14
2.3.1 Clasificación de las ferritas.	14
2.3.2 Técnicas de obtención de partículas o polvo de las ferritas.	16
2.3.3 Métodos de obtención de Ferritas Hexagonales.....	25
2.4 Metalurgia de polvos o pulvimetalurgia.....	27
2.4.1 La rentabilidad del proceso.	27
2.5 El proceso de la metalurgia de polvos.....	28
2.5.1 Consolidabilidad del polvo.....	30
2.5.2 Prensado uniaxial.	30
2.5.3 Sinterizado.....	32

2.6 Relación Propiedades - Estructura - Procesamiento.....	32
Capítulo III. Desarrollo experimental.	38
3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental.	38
3.2 Materiales.....	42
3.3 Equipos.....	43
3.3.1 Equipos e instrumentos útiles para la síntesis de hexaferrita de estroncio ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$)....	43
3.3.2 Equipos e instrumentos para la caracterización de hexaferrita de estroncio ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$).	47
3.4. Cálculos estequiométricos.....	50
Capítulo IV. Resultados.	54
4.1 Obtención y caracterización de polvos activados mecánicamente, PAM.	55
4.1.1 Estructura cristalina: PAM molidos durante 5 horas.....	55
4.1.2 Morfología y tamaño de partícula: precursores y PAM.	57
4.1.3 Caracterización magnética (ciclos de histéresis): precursores y PAM.....	59
4.2 Procesamiento por metalurgia de polvos de mezclas activadas (PAM).....	60
4.2.1 Efecto del procesamiento mediante metalurgia de polvos.	61
4.2.2 Efecto de la presión de compactación sobre la densidad de los polvos.	63
4.2.3 Efecto de temperatura de sinterización sobre la densidad de los polvos.....	64
4.2.4. Efecto de la temperatura de sinterización sobre las propiedades magnéticas de los compactos obtenidos.	65
4.2.5 Efecto de la presión de compactación sobre las propiedades magnéticas.....	68
4.2.6 Análisis micrográfico de los polvos obtenidos.....	69
4.3 Procesamiento mediante metalurgia de polvos activados mecánicamente y tratados térmicamente: PAM-TT.	70
4.3.1 Tratamiento térmico de los PAM para obtener PAM-TT.	71
4.3.2. Curvas de compresibilidad de los polvos de PAM-TT	74
4.3.4. Efecto de la temperatura de sinterización sobre las propiedades magnéticas de los compactos obtenidos (PAM-TT).....	78
4.3.5 Efecto de la presión de compactación sobre las propiedades magnéticas.....	81
4.3.6 Análisis micrográfico de los compactos obtenidos.	82
4.4 Análisis comparativo de los dos métodos de procesamiento PAM y PAM-TT.....	84
Conclusiones	86
Glosario	88
Bibliografía	91

Contenido de figuras.

Capítulo II

<i>Figura 2.1 Diferentes tipos de materiales magnéticos.</i>	11
<i>Figura 2.2 Comparación de Ciclos de histéresis típicos para materiales magnéticos duros (I_{zq}) y blandos (D_r) (12).</i>	14
<i>Figura 2.3 Esquematización de molienda mecánica por rozamiento.</i>	17
<i>Figura 2.4 Esquematización de la molienda.</i>	18
<i>Figura 2.5 Celda electrolítica para depositar polvos.</i>	19
<i>Figura 2.6 Esquemas de atomización con gas.</i>	22
<i>Figura 2.7 Esquema de un atomizador con agua.</i>	23
<i>Figura 2.8 Esquema de un sistema de atomización centrífuga por rotación de electrodo.</i>	24
<i>Figura 2.9 Diagrama de flujo simplificado de la metalurgia de polvos (19).</i>	28
<i>Figura 2.10 Etapas de la compactación: llenado, compresión del polvo y extracción del compacto (21).</i>	32
<i>Figura 2.11 Relación tripartita entre estructura, propiedades y método de procesamiento. Cuando los polvos PAM y PAM-TT son sometidos a pulvimetalurgia, el proceso modifica la estructura del polvo e incrementa su resistencia mecánica y propiedades magnéticas.</i>	33

Capítulo III

<i>Figura 3.1 Desarrollo experimental del proceso para la obtención de la hexaferrita de estroncio $SrFe_{12}O_{19}$.</i>	39
<i>Figura 3.2 Esquema experimental del procesamiento mediante pulvimetalurgia.</i>	40
<i>Figura 3.3 Balanza analítica.</i>	43
<i>Figura 3.4 Viales de acero endurecido y bolas de acero.</i>	44
<i>Figura 3.5 Molino de bolas de alta energía de la marca SPEX, modelo 8000 D.</i>	45
<i>Figura 3.6 Horno tipo mufla tubular de alta temperatura.</i>	45
<i>Figura 3.7 a) Prensa Hidráulica de 50 Ton. b) Matriz y punzones para la compactación.</i>	46
<i>Figura 3.8 Magnetómetro de muestra vibrante (VSM).</i>	47
<i>Figura 3.9 Difractómetro de rayos X (22).</i>	48
<i>Figura 3.10 Microscopio electrónico de Barrido (MEB).</i>	49

Capítulo IV

<i>Figura 4.1 DRX de mezclas de polvos precursores ($Fe_2O_3 + SrO$): (a) sin moler y (b) PAM durante 5 h.</i>	56
<i>Figura 4.2 Micrografía obtenida mediante microscopía electrónica de barrido de polvo de Fe_2O_3.</i>	57
<i>Figura 4.3 Micrografía obtenida mediante microscopía electrónica de barrido de polvo de SrO.</i>	58
<i>Figura 4.4 Micrografía obtenida mediante microscopía electrónica de barrido de mezclas de polvo de SrO y Fe_2O_3 molidos durante 5 h, PAM.</i>	59
<i>Figura 4.5 Ciclo de histéresis a temperatura ambiente de: (a) polvo de Fe_2O_3, (b) polvo de SrO y (c) PAM molidos durante 5 h.</i>	60
<i>Figura 4.6 Proceso experimental (PAM).</i>	61
<i>Figura 4.7 Difracción de rayos X de compactos prensados a 750 MPa y sinterizados a 900 °C durante 2h.</i>	62
<i>Figura 4.8 Curva de compresibilidad de polvos activados mecánicamente durante 5 horas (PAM).</i>	63
<i>Figura 4.9 Efecto de la temperatura de sinterización sobre la densidad de los compactos de PAM.</i>	65
<i>Figura 4.10 Ciclo de histéresis magnético de PAM compactado a 750 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C.</i>	66

Figura 4.11 Ciclo de histéresis magnético de PAM compactado a 1500 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C.....	67
Figura 4.12 Ciclo de histéresis magnético de PAM compactado a diferentes presiones, de 750 a 1500 MPa y tratados térmicamente a 1000 °C durante 2h.....	68
Figura 4.13 Micrografía de compactos PAM prensado a (a) 950 MPa, (b) 1250 MPa y (c) 1500 MPa y sinterizados a 1000 °C durante 2 h.	69
Figura 4.14 Proceso experimental PAM-TT.	70
Figura 4.15 Diagrama de DRX de mezclas de polvos precursores ($Fe_2O_3 + SrO$): (a) PAM molidos durante 5 h y (b) PAM-TT, molidos durante 5 h y tratadas térmicamente a 850 °C durante 2 horas.....	71
Figura 4.16 Ciclos de histéresis, a temperatura ambiente, de los PAM y PAM-TT.....	72
Figura 4.17 Micrografía de PAM-TT, X2500	73
Figura 4.18 Micrografía de PAM-TT, X10000.	74
Figura 4.19 Curva de compresibilidad de polvos de PAM-TT.....	75
Figura 4.20 Efecto de la temperatura de sinterización sobre la densidad de los compactos de PAM-TT.....	77
Figura 4.21 Ciclo de histéresis magnético de PAM-TT compactado a 750 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C.....	78
Figura 4.22 Ciclo de histéresis magnético de polvos de PAM-TT compactado a 1000 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C.	79
Figura 4.23 Ciclo de histéresis magnético de PAM-TT compactado a 1250 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C.....	80
Figura 4.24 Ciclo de histéresis magnético de polvos de PAM-TT compactado a diferentes presiones (750 a 1500 MPa) y tratados térmicamente a 1000 °C.	81
Figura 4.25 Micrografía de compactos PAM prensado a (a) 950 MPa, (b) 1250 MPa y (c) 1500 MPa y sinterizados a 1000 °C durante 2 h.	83
Figura 4.26 Efecto de la presión de compactación sobre la (a) magnetización a 18 kOe y sobre la (b) coercitividad, para compactos PAM y PAM-TT sinterizados a 1000 °C durante 2 h.	84
Figura 4.27 Efecto de la temperatura de sinterización sobre la (a) magnetización a 18 kOe y (b) coercitividad, para compactos PAM y PAM-TT prensados a 1000 MPa.....	85

Contenido de tablas.

Capítulo II

<i>Tabla 2.1 Relación entre algunos parámetros magnéticos en los sistemas de unidades CGS e Internacional (2).</i>	10
<i>Tabla 2.2 Clases de cerámicas magnéticas (ferritas) (10).</i>	12

Capítulo III

<i>Tabla 3.1 Características principales de los polvos de partida.</i>	42
<i>Tabla 3.2 Cantidad de reactivos utilizados como resultado del cálculo estequiométrico.</i>	52

Abreviaturas.

<i>SrO</i>	<i>Oxido de estroncio</i>
<i>Fe₂O₃</i>	<i>Óxido de hierro III</i>
<i>PAM</i>	<i>Polvos Activados Mecánicamente</i>
<i>PAM-TT</i>	<i>Polvos Activados Mecánicamente y Tratados Térmicamente</i>
<i>SeFe₁₂O₁₉</i>	<i>Hexaferrita de estroncio</i>
<i>h</i>	<i>horas</i>

Resumen.

En este trabajo se estudia el efecto de la presión de compactación sobre las propiedades físicas: porosidad, densidad, morfología y magnéticas (magnetización de saturación y coercitividad) de polvos de hexaferrita de estroncio, fórmula química $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$. La $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, un material que es ampliamente utilizado en diferentes sistemas y dispositivos, tanto a nivel doméstico como industrial. La finalidad de este trabajo es definir las condiciones más apropiadas para el procesamiento de los polvos (compactación y sinterización), que permitan alcanzar los mejores resultados en los 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, PAM-TT, los cuales fueron sometidos a molienda durante cinco horas y un tratamiento térmico posterior a 850°C durante 2 horas, el TT es necesario porque la energía aportada por molienda no es suficiente para la formación de la $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$. En ambos casos se emplearon cantidades estequiométricas de polvos de: óxido de hierro (III) Fe_3O_2 y óxido de estroncio, SrO . Posteriormente y para ambos tipos de polvo: PAM y PAM-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 PAM Y PAM-TT fueron sinterizados a distintas temperaturas: 900°C , 1000°C y 1100°C durante 2 h en un horno de mufla tubular. A continuación se determinó la densidad de los compactos sinterizados, evaluando las dimensiones de las probetas cilíndricas de los compactos y su masa. Al incrementar la presión de compactación incrementa el grado de sinterización que se refleja con 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.

Capítulo I

Introducción.

1 Introducción.

1.1 Justificación.

1.2 Preguntas de investigación (Hipótesis).

1.3 Hipótesis.

1.4 Objetivo general.

1.5 Objetivos específicos.

Capítulo I. Introducción.

En la actualidad, las hexaferritas tipo M ocupan casi totalmente el mercado de imanes permanentes. Su uso aumentó desde un 27% en 1960 a un 97% en 1990 (1), es por ello la alta demanda en la calidad de las ferritas y su alto rendimiento, ha creado la necesidad de un método más apropiado para preparar, en términos de composición y de estructura, ferritas que tengan bajas pérdidas eléctricas y magnéticas.

A nivel industrial se emplean imanes permanentes en base a ferritas duras y en base a tierras raras. Las tierras raras son muy escasas en la corteza terrestre, y por lo mismo su precio es elevado; esto hace que los imanes permanentes en base a imán de samario-cobalto, SmCo_5 , e imán de neodimio, NdFeB , sean muy caros para la mayoría de las aplicaciones. Los imanes permanentes en base a ferritas duras, por su parte son muy económicos, sin embargo sus propiedades magnéticas son muy pobres para muchas aplicaciones. Por esto es que es muy interesante poder mejorar las propiedades magnéticas de las ferritas de estroncio. Para poder competir con los imanes de tierras raras, es necesario que mejore su magnetización de saturación. (2)

En éste trabajo de tesis, tiene por objetivo, obtener hexaferritas de estroncio mediante molienda mecánica y procesarlas mediante metalurgia de polvos, controlando sus propiedades magnéticas con la finalidad de mejorarlos y así poder hacerlos más eficientes y económicos. La cual está dividida en cuatro capítulos para facilitar su entendimiento.

En el capítulo I se hace una breve descripción sobre la importancia de los materiales estudiados, se plantea la hipótesis y los objetivos que se establecieron para éste trabajo.

En el capítulo II, se presentan los antecedentes, los conceptos básicos relacionados con la obtención de la hexaferrita de estroncio así como del procesamiento de metalurgia de polvos.

En el capítulo III trata del desarrollo experimental; se detalla el procedimiento que se siguió para la preparación de las muestras.

En el capítulo IV se refiere a los resultados obtenidos, así como su interpretación, seguido de un apartado para las conclusiones de la investigación.

1.2 Justificación.

En el campo del conocimiento de la Ingeniería Industrial, se integran diversas disciplinas, una de ellas la cual se enfoca este trabajo es la ciencia de los materiales que entre sus principales objetivos se encuentra investigar y determinar relaciones entre las características químicas y físicas de los materiales y la optimización de su procesamiento para obtener productos terminados que ofrezcan un máximo desempeño. En el caso particular que nos ocupa, se estudiaron y procesaron hexaferritas de estroncio, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, evaluando su composición química, su estructura cristalina (acomodo espacial de los átomos o moléculas) y la manera en que afectan sobre sus propiedades (resistencia mecánica, resistencia a la degradación y/o corrosión, ópticas, eléctricas, magnéticas, bio-compatibilidad, etc.). Este conocimiento tiene como finalidad aplicar y/o desarrollar métodos de obtención de materiales pero de manera controlada, sabiendo de antemano las propiedades finales que tendrán. Del mismo modo la ciencia de los materiales se encarga de proponer y aplicar técnicas de procesamiento (metalurgia de polvos) para producir o fabricar productos terminados que deberán responder a las necesidades de la sociedad de manera eficaz, eficiente y al menor costo.

Tal como se mencionó anteriormente este trabajo se centra sobre la obtención de un material denominado, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, cuya principal propiedad es su capacidad de magnetización. Cabe mencionar que es un material ampliamente usado, a nivel comercial e industrial, en diversos dispositivos que existen en el mercado, debido a ello son muy amplios los volúmenes requeridos para su consumo. Para poder suministrar cantidades tan grandes se han desarrollado diversos métodos de obtención y técnicas de procesamiento, pero la necesidad de mejorarlos para hacerlos más eficientes y económicos, conlleva a una constante dinámica de investigar y proponer innovaciones por parte de la comunidad científica internacional. Los científicos e ingenieros mexicanos no estamos al margen de esta actividad y con el afán de contribuir a esta dinámica, en este trabajo se propone obtener hexaferritas de estroncio mediante la aportación de energía mecánica que por sus características de sencillez y flexibilidad lo convierten en un método eficaz y económico. Por otro lado, para obtener un producto consolidado y con una geometría, dimensiones y propiedades deseadas de manera controlada se utilizará la técnica denominada metalurgia de polvos, la cual consiste en

obtener piezas acabadas, a partir de materiales en polvo, que en nuestro caso son polvos cerámicos de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$.

1.2 Pregunta de investigación (Hipótesis).

1. ¿Será posible obtener hexaferrita de estroncio utilizando molienda mecánica?
2. ¿Cuánta energía (tiempo de molienda) será necesario aportar para conseguir la hexaferrita de estroncio?
3. ¿Será necesario aportar energía térmica para conseguir la hexaferrita de estroncio?
4. ¿Cuál será la distribución de tamaños de partícula y la morfología de los polvos de hexaferrita que se obtengan?
5. ¿Las propiedades magnéticas del polvo de hexaferrita, obtenido por molienda mecánica, serán superiores a las obtenidas por otros métodos?
6. ¿Cómo afectará la densidad de los polvos compactados y sinterizados sobre sus propiedades magnéticas?
7. ¿Cuáles serán las presiones de compactación más adecuadas para la consolidación de los polvos?
8. ¿Cuáles serán las temperaturas de sinterización más convenientes para sinterizar los polvos de hexaferrita compactados?
9. ¿Mediante que ruta es la más óptima para procesar hexaferrita de estroncio, PAM o PAM-TT?

1.3 Hipótesis.

Se obtienen polvos de hexaferrita de estroncio al cabo de 5 horas de molienda mecánica y al procesarlas mediante metalurgia de polvos sus propiedades magnéticas alcanzarán valores similares o superiores a los que poseen los productos disponibles en el mercado.

1.4 Objetivo general.

Obtener hexaferritas de estroncio mediante molienda mecánica y procesarlas mediante metalurgia de polvos, controlando sus propiedades magnéticas con la finalidad de mejorarlos y así poder hacerlos más eficientes y económicos.

1.5 Objetivos específicos.

1. Obtener hexaferritas de estroncio utilizando energía mecánica, definiendo los parámetros de proceso: relación bolas:polvo en peso y el tiempo de molienda.
2. Caracterizar los polvos obtenidos del proceso de molienda: Distribución de tamaños de partícula, morfología, composición química y comportamiento magnético.
3. Obtener compactos (en verde) con distintos valores de densidad, aplicando diferentes presiones de compactación y la posterior medición de su geometría (volumen) y su masa.
4. Obtener compactos (sinterizados) con distintos valores de densidad, aplicando tratamientos térmicos con distintas temperaturas y la posterior medición de su geometría (volumen) y su masa.
5. Obtener las propiedades magnéticas de los compactos sinterizados para inferir la dependencia de la magnetización de saturación y el campo coercitivo en función de la densidad de los compactos.

En los siguientes temas y subtemas se hace una descripción de algunas definiciones y conceptos fundamentales para una mejor comprensión sobre el contenido de este trabajo.

Capítulo II

Antecedentes.

2.1 Magnetismo.

- 2.1.1 Concepto de magnetismo.
- 2.1.2 Breve historia del descubrimiento y estudio del magnetismo.
- 2.1.3 Origen del magnetismo en los materiales.
- 2.1.4 Unidades de medida empleadas en la evaluación del magnetismo.

2.2 Materiales magnéticos.

- 2.2.1 Clasificación de los materiales magnéticos.
- 2.2.2 Materiales magnéticos duros.
- 2.2.3 Materiales magnéticos blandos.

2.3 Ferritas.

- 2.3.1 Clasificación de las Ferritas.
- 2.3.2 Técnicas de obtención en grano o polvo de las ferritas.
- 2.3.3 Métodos de obtención de Ferritas Hexagonales.

2.4 Metalurgia de polvos o pulvimetalurgia.

- 2.4.1 La rentabilidad del proceso.

2.5 El proceso de la metalurgia de polvo.

- 2.5.1 Consolidabilidad del polvo.
- 2.5.2 Prensado Uniaxial.
- 2.5.3 Sinterizado.

Capítulo II. Antecedentes.

2.1 Magnetismo.

2.1.1 Concepto de magnetismo.

El magnetismo es el fenómeno físico que se manifiesta a través de las fuerzas de atracción o de repulsión que ejercen algunos materiales sobre otros o por el efecto de corrientes eléctricas, cabe señalar que estos efectos se originan por fuerzas a distancia, es decir sin la necesidad de que exista contacto entre dichos materiales, esto se debe a que el fenómeno del magnetismo es inducido por el campo magnético que emana de dichos materiales, en una manera análoga al campo gravitatorio que genera la materia, por el simple hecho de poseer masa, pero en el caso del campo magnético este es producido por el movimiento de cargas eléctricas (3).

2.1.2 Breve historia del descubrimiento y estudio del magnetismo.

Las referencias históricas que se tienen indican que el magnetismo fue observado por los griegos desde hace algunas centurias, específicamente por el filósofo Tales de Mileto en el siglo VI antes de Cristo. Posteriormente, en el siglo X después de Cristo, se tienen algunas referencias que relatan el uso del magnetismo para la invención de la brújula por los Chinos, este instrumento fue de gran ayuda para las actividades de navegación que se realizaban con fines comerciales (4).

No obstante la observación y la aplicación del fenómeno magnético, no se tenía una idea clara sobre sus orígenes, propiciando un escaso desarrollo de nuevas invenciones o aplicaciones.

Los trabajos científicos más destacados sobre el magnetismo se describen a continuación de manera cronológica (5):

- 1600: el Dr. William Gilbert publicó su trabajo científico denominado “De Magnete”, el cual contenía la descripción de diversos experimentos sobre magnetismo realizados de manera sistemática y estricto rigor científico.
- 1819: Oerstead descubre de manera accidental la relación entre la electricidad y el magnetismo, observando que la aguja de una brújula era desviada cuando estaba próxima a un alambre que conducía electricidad.
- 1825: William Sturgeon invento el electromagneto, sentando las bases para la posterior invención del telégrafo y el motor eléctrico.
- 1880: Emil Gabriel Warburg produjo el primer ciclo de histéresis para el hierro.
- 1895: Se propone la ley de Curie la cual establece que en un material paramagnético la magnetización del material es directamente proporcional al campo magnético aplicado e inversamente proporcional a la temperatura.
- 1905: Langevin es el primer científico en explicar la teoría del comportamiento diamagnético y paramagnético.
- 1906: Weiss propone la teoría del comportamiento ferromagnético.
- 1920's: Los científicos, estudiosos del fenómeno magnético, desarrollan las teorías que involucran el giro de los electrones (spin) y las interacciones de intercambio, lo que constituye el comienzo de la mecánica cuántica.

2.1.3 Origen del magnetismo en los materiales.

El comportamiento magnético de los materiales está determinado por su configuración electrónica la cual da origen a los dipolos magnéticos, las interacciones entre los dipolos magnéticos determina el comportamiento magnético de los materiales el cual puede ser muy débil (baja magnetización) o muy fuerte (alta magnetización) (6).

Se dice que la configuración electrónica de los materiales es el origen de su magnetismo, porque como es sabido, una carga eléctrica en movimiento (corriente eléctrica) genera un campo magnético en sus alrededores, por tal motivo si en el interior de un átomo se tienen electrones que se mueven alrededor del núcleo y además sobre su propio eje, el número de electrones y el tipo de movimiento que realizan da origen a los dipolos magnéticos del material (7).

La magnetización de un material se manifiesta cuando al aplicar un campo magnético externo los dipolos magnéticos (inicialmente orientados al azar) se orientan en la misma dirección del campo magnético externo, si al retirar el campo magnético externo el material sigue manifestando magnetización significa que en términos energéticos los dipolos encuentran barreras que les impiden regresar a su situación inicial, en este caso puede considerarse a dicho material como un imán permanente o duro. Por el contrario, si al retirar el campo magnético externo el material manifiesta magnetización nula, significa que sus dipolos magnéticos no encuentran barreras que les impidan regresar a su posición inicial de desorden y en este caso el material puede considerarse como un imán no permanente o blando (8).

2.1.4 Unidades de medida empleadas en la evaluación del magnetismo.

Por cuestiones relacionadas con la evolución del conocimiento científico sobre el magnetismo, se han utilizado diversas unidades o cantidades físicas para cuantificar los parámetros que describen su comportamiento y a pesar de los esfuerzos por parte de la comunidad científica, para unificar y homologar dichas unidades, aún no ha sido posible el uso generalizado del Sistema Internacional de Unidades, SI, por tal motivo en la tabla 2.1 se brinda la información que relaciona algunos de los parámetros magnéticos entre el SI y el Sistema Cegesimal de Unidades también llamado sistema CGS (9) .

Tabla 2.1 Relación entre algunos parámetros magnéticos en los sistemas de unidades CGS e Internacional (4).

Cantidad física	Gaussiano (Unidades CGS)	Sistema Internacional de Unidades (S.I)	Factores de conversión (CGS a S.I.)
Inducción Magnética (B)	G	T	10^{-4}
Campo Aplicado (H)	Oe	$A\ m^{-1}$	$10^3 / 4\pi$
Magnetización (M)	--	$A\ m^{-1}$	10^3
Magnetización ($4\pi M$)	G	--	10^3
Polarización magnética (J)	--	T	--
Magnetización específica (σ)	$emu\ g^{-1}$	$J\ T\ kg^{-1}$	1
Permeabilidad (μ)	Adimensional	$H\ m^{-1}$	$4\pi\ 10^{-7}$
Permeabilidad relativa (μ_r)	--	Adimensional	--
Susceptibilidad (χ)	$emu\ cm^{-3}\ Oe^{-1}$	Adimensional	4π
Máxima Energía Producto (BH_{max})	M G Oe	$K\ J\ m^{-3}$	$10^2 / 4\pi$

(Donde: G = Gauss, Oe = Oersted, T = Tesla)

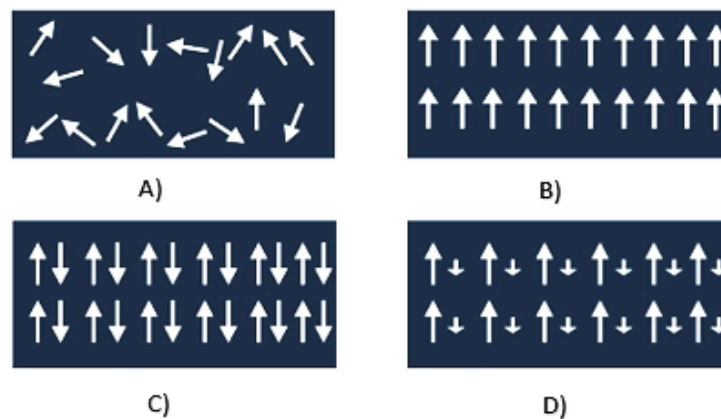
2.2 Materiales magnéticos.

2.2.1 Clasificación de los materiales magnéticos.

Cualquier material puede clasificarse en términos de su comportamiento magnético, para ello existe una clasificación que comprende 5 categorías, en función de su susceptibilidad magnética en bulto. Las cinco categorías descritas son (5):

1) Diamagnéticos: Cuando no hay campo magnético externo aplicado sus átomos no poseen momento magnético neto. Cuando se le aplica un campo magnético externo se produce una magnetización muy débil en dirección opuesta al campo externo.

- 2) **Paramagnéticos:** Cuando no hay campo magnético externo aplicado sus átomos no poseen momento magnético neto. Cuando se le aplica un campo magnético externo se produce una magnetización muy débil en la misma dirección al campo externo.
- 3) **Ferromagnéticos:** El ferromagnetismo solo es posible cuando los átomos se arreglan en una estructura cristalina y sus momentos magnéticos atómicos pueden interactuar y se alinean paralelos y en la misma dirección entre ellos (10).
- 4) **Antiferromagnéticos:** Los materiales antiferromagnéticos tienen un comportamiento similar a los ferromagnéticos pero la interacción entre los momentos atómicos vecinos se alinean en dirección opuesta, cancelando el campo magnético
- 5) **Ferrimagnéticos:** Son materiales con estructuras cristalinas complejas y tienen un comportamiento que cae entre los ferromagnéticos y los antiferromagnéticos, es decir algunas interacciones entre momentos magnéticos atómicos vecinos, se alinean en la misma dirección y otros en direcciones opuestas (11).



*Figura 2.1 Diferentes tipos de materiales magnéticos. a) **Paramagnéticos.** Los momentos magnéticos apuntan en direcciones al azar, las cuales varían al paso del tiempo. b) **Ferromagnéticos.** Los momentos tienen tendencia a alinearse en una misma dirección. c) **Antiferromagnéticos.** Tendencia de los espines a alinearse anti paralelamente a sus vecinos. d) **Ferrimagnéticos.** Es un fenómeno físico en el que se produce ordenamiento magnético de los momentos magnéticos de una muestra de modo que todos los momentos magnéticos están alineados en la misma dirección pero no en el mismo sentido.*

Dentro de este tipo de materiales (Ferrimagnéticos) se encuentran las ferritas, todos ellos son materiales cerámicos y en la tabla siguiente puede observarse una clasificación de ellos:

Tabla 2.2 Clases de cerámicas magnéticas (ferritas) (12).

Clase	Composición	Comentarios
Ferritas cúbicas	MFe_2O_4 (o $MO \cdot Fe_2O_3$) (M es un metal divalente de transición, como Ni, Co, Fe, Mn, Zn)	Imanes suaves de núcleos de transformador, inductores, memorias magnéticas, etcétera.
Ferritas de tierras raras (granates)	$M_3Fe_5O_{12}$ (o $3M_2O_3 \cdot 5Fe_2O_3$) (donde M es un metal trivalente de tierra rara, por ejemplo Y o Gd)	Imanes suaves capaces de funcionar en alta frecuencia (aplicaciones en microondas)
Ferritas hexagonales (magnetopiumbitos)	$MFe_{12}O_{19}$ (o $MO \cdot 6Fe_2O_3$) (donde M es un metal divalente del grupo IIA, como Ba, Ca, Sr)	Aplicaciones en imanes duros, o permanentes.

Para este trabajo se desarrollaron actividades de investigación centradas en la obtención de ferritas hexagonales cuyas principales aplicaciones son como imanes duros:

2.2.2 Materiales magnéticos duros.

Este tipo de materiales tienen una buena magnetización de saturación y un campo coercitivo muy alto, por lo cual pueden ser utilizados en la fabricación de imanes permanentes. Tienen ciclos de histéresis que encierran una gran área. La mayoría de este tipo de materiales son ferromagnéticos, sin embargo las ferritas hexagonales, que son materiales ferrimagnéticos, también se consideran materiales magnéticos duros.

Algunos ejemplos de este tipo de materiales son aleaciones de tierras raras, aleaciones alnico, aleaciones magnéticas Nd-Fe-B, aleaciones Fe-Cr-Co, entre otras (13).

A continuación se muestra una tabla de los materiales magnéticos duros y sus propiedades:

Tabla 2.3 Propiedades de los imanes duros (12).

Nombre (composición)	Clase	Remanencia B_r (T)	Campo coersitivo H_c (A/m)	Resistividad (Ω -m)	Densidad (g/cm ³)	Comentarios
3.5% Cr-Acero Fe-3.5 Cr-1 C	Metal (ferro)	0.95	5,280	290×10^{-9}	7.3	Alternativa de bajo costo: no se especifica con frecuencia en nuevos diseños; aplicación: timbre de teléfono.
Cunife Cu-20 Fe-20 Ni	Metal (ferro)	0.54	44,000	180×10^{-9}	8.6	Se usa en tacómetros y velocímetros; una de las primeras alternativas de aleaciones a base de Fe.
Cunico Cu-29 Co-21 Ni	Metal (ferro)	0.34	54,400	240×10^{-9}	8.3	Se sustituye por cunife si se requiere mayor ductilidad o mayor H_c .
Alnico 5 colado Fe-8 Al-14 Ni-24 Co-3 Cu	Metal (ferro)	1.25	49,600	470×10^{-9}	7.3	Uno de los imanes metálicos modernos más populares; se usa en relevadores, rotores de motores pequeños, altoparlantes, magnetos y multímetros.
Co-tierras raras, Co_5M , donde M es Sm, Y, Ce, La, Nd o Pr.	Metal (ferro)	0.86	640,000	470×10^{-9}	8.2	Grandes valores de H_c y B_r ; mejor estabilidad térmica que anteriores clases; junto con el alnico y las ferritas (abajo) una de las 3 clases más comunes de imanes.
$BaO \cdot 6Fe_2O_3$ (sinterizado)	Hexagonal (ferrita) (ferri)	0.2-0.4	1,800-3,000	$\sim 10^4$	4.5-5.0	Las ferritas tienen menor costo (el Co es costoso), menor densidad de masa y mayores valores de H_c que la mayor parte de las alternativas; su participación en el mercado aumenta continuamente.
$SrO \cdot 6Fe_2O_3$	Hexagonal (ferrita) (ferri)	0.35-0.4	2,200-3,200	$\sim 10^4$	4.5-4.8	

2.2.3 Materiales magnéticos blandos.

Son materiales que se pueden magnetizar y desmagnetizar de una manera muy sencilla, tienen una permeabilidad alta y una fuerza coercitiva muy baja, tienen ciclos de histéresis que encierran un área pequeña.

Estos materiales tienen aplicación en dispositivos que se someten a corrientes eléctricas externas, un ejemplo es en los núcleos de los transformadores. Algunos ejemplos de estos materiales son las aleaciones Fe-Si, aleaciones Fe-Ni y recientemente diversos vidrios metálicos (9).

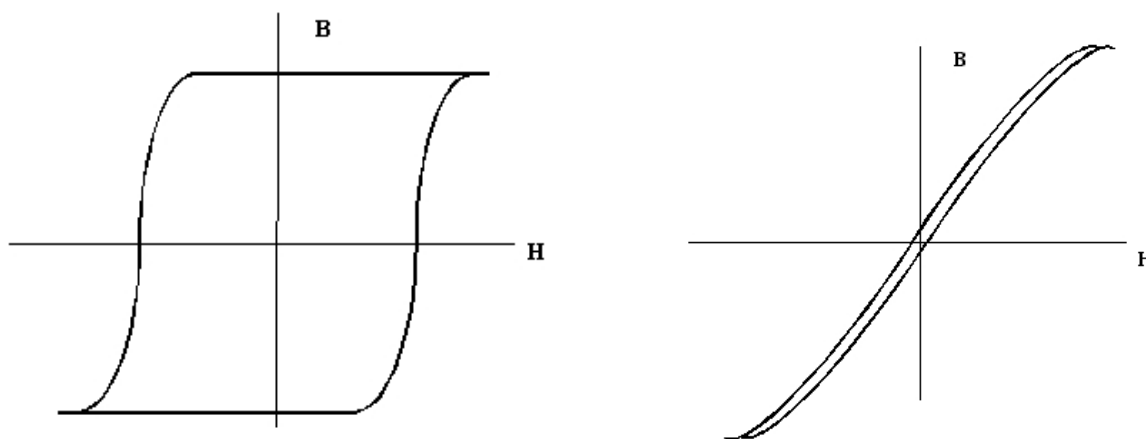


Figura 2.2 Comparación de Ciclos de histéresis típicos para materiales magnéticos duros (Izq) y blandos (Der) (14).

2.3 Ferritas.

2.3.1 Clasificación de las ferritas.

Las ferritas se clasifican habitualmente en tres grandes grupos: granates, espinelas y ferritas hexagonales. Los granates y las espinelas tienen una estructura cristalina cúbica y resultan de gran aplicación, sobre todo a elevadas frecuencias, entre 1 y 35 GHz. Las ferritas hexagonales se emplean como imanes permanentes o núcleos magnéticos blandos en baja frecuencia (15).

- **Granates.**

Reciben este nombre porque cristalizan como el grupo de silicatos minerales denominados granates ($\text{Ca}_3\text{Fe}_2(\text{SiO}_4)_3$). El granate de Hierro e Itrio, YIG, ($\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$) es el más conocido

de la familia de los granates debido a su importancia como material para aplicaciones de microondas.

El YIG puro posee una magnetización de saturación nominal en el rango entre 1700 y 1800 Gauss y una temperatura de Curie de aproximadamente 280 °C (15).

Los diferentes valores de magnetización se realizan mediante sustituciones de hierro en el granate.

Poseen resistividades eléctricas muy altas.

Los **granates** tienen las siguientes aplicaciones:

- Dispositivos que trabajan con frecuencias muy altas (microondas)
- Filtros sintonizables (radares)
- Osciladores sintonizables
- También se utilizan en aplicaciones que no se trabaja con microondas, como por ejemplo en los dispositivos magnetoópticos (Disco Compacto).

- **Espinelas.**

Se llaman así porque cristalizan de la misma forma que el mineral espinela (MgAl_2O_4). La más conocida es la magnetita ($\text{FeO Fe}_2\text{O}_3$).

Históricamente, el uso de las espinelas es anterior al de los granates. La principal ventaja del empleo de las espinelas es su mayor magnetización de saturación (hasta 5000 Gauss) con respecto a los granates (hasta 1950 Gauss). Existen tres tipos principales según sea el metal divalente: magnesio, níquel o litio. Las de litio y magnesio poseen ciclos de histéresis rectangulares (15).

Las **espinelas**, tienen las siguientes aplicaciones:

- Supresores de interferencias
- Inductores de potencia
- Amplificadores electrónicos de audio

- **Magnetoplumbitas o Ferritas hexagonales.**

Estos materiales magnéticos duros se denominan así porque cristalizan de la misma forma que la plumbita ($\text{Pb}_2\text{Fe}_{15}\text{Mn}_7\text{AlTiO}_{38}$). Una de las principales propiedades de las ferritas hexagonales es su alta coercitividad, lo que hace posible su aplicación en motores de corriente continua en la industria automotriz. La producción de ferritas hexagonales está dirigida a sistemas que requieren de imanes grandes, se calcula que la producción de ferritas hexagonales para este tipo de imanes es de un 70 %, lo demás se encuentra destinado a la producción de máquinas de afeitar, mezcladores de café, entre otros pequeños electrodomésticos (16).

Las **espinelas hexagonales** tienen las siguientes aplicaciones:

- Tóner magnético en impresoras láser
- Pigmentos de algunas pinturas
- Polvos de inspección magnética para soldadura
- Tinta magnética (códigos de barras, cheques)

2.3.2 Técnicas de obtención de partículas o polvo de las ferritas.

Técnicas de producción de la materia prima (polvos).

A continuación se hace una breve descripción de los procedimientos más usuales de obtención de polvos, indicando los equipos y algunas aplicaciones específicas.

Producción mecánica de polvos.

Existen cuatro procesos fundamentales de obtención mecánica: por impacto, rozamiento, cizalladura y compresión. El impacto involucra la rápida e instantánea aplicación de un golpe al material partiéndolo en piezas más pequeñas, esto es semejante a un martillazo. El rozamiento se aplica a la reducción del tamaño de partícula por un movimiento entre las superficies en contacto, usualmente causado por medios de molienda que friccionan una y otra vez al material. Mediante cizalladura se desagrega el material por un proceso de corte, tal como ocurre en el maquinado (torneado, fresado, etc.) y finalmente por compresión se utilizan fuerzas compresivas que deforman los materiales rompiéndolos, dando como

resultado los polvos. En la producción mecánica de polvos usualmente se combinan estos procesos.

La siguiente subdivisión muestra cómo se producen los polvos mediante los procesos fundamentales descritos previamente.

Maquinado.

Mediante maquinado se obtienen partículas grandes y con forma irregular. La gran cantidad de virutas metálicas producidas en operaciones por maquinado proporcionan una abundante fuente de polvos. Dichas virutas son limpiadas por técnicas químicas y además algunas son molidas para reducir el tamaño de partícula. De hecho el acondicionamiento para; el cambio de forma y de tamaño de la partícula es muy común que ocurra por esta vía de molienda.

El maquinado es una técnica en la que se obtiene una producción de polvos a pequeña escala. La falta de control sobre las características de los polvos, incluyendo la contaminación química del aire y los fluidos de mecanizado son una desventaja del proceso.

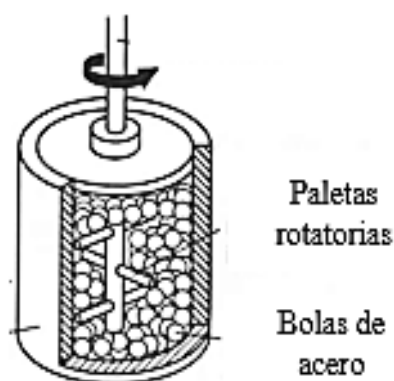


Figura 2.3 Esquematzación de molienda mecánica por rozamiento.

Molienda.

La molienda implica el impacto mecánico usando bolas, varas o martillos y es una técnica clásica para la fabricación de los polvos a partir de materiales frágiles. El dispositivo de

molienda es un simple contenedor cilíndrico, que se llena con bolas y el material que será molido. El contenedor se pone en movimiento giratorio, y las bolas colisionan continuamente con el material a ser molido, triturándolo y compactándolo en partículas más pequeñas hasta convertirlo en polvo.

Para una molienda óptima se debe tomar en cuenta que:

- El diámetro de las bolas deberá ser aproximadamente 30 veces mayor al diámetro de las partículas del material.
- Las bolas deberán llenar aproximadamente la mitad del volumen del frasco.
- El frasco deberá llenarse con el material a moler al 25% de su volumen.

La molienda es ampliamente usada para desaglomerar polvos obtenidos mediante atomización o por métodos electrolíticos después del recocido.

Mediante esta técnica se pueden obtener polvos con un tamaño promedio de $50\ \mu\text{m}$ (17).

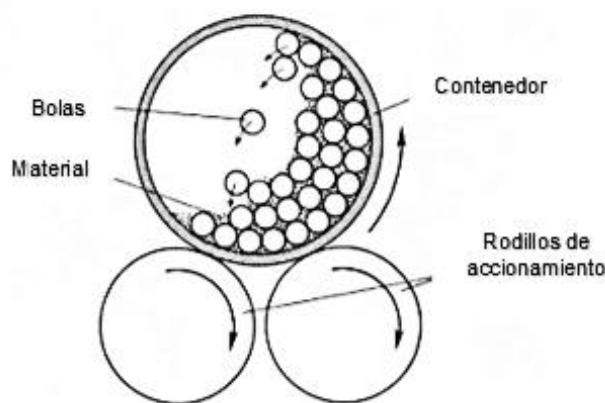


Figura 2.4 Esquematización de la molienda.

Técnicas de fabricación electrolítica.

Los polvos elementales (no aleaciones) son depositados en el cátodo de una celda electrolítica bajo ciertas condiciones de operación, los metales que se pueden producir mediante este método son el paladio, el cobre, cromo, hierro, zinc, manganeso y la plata. El

principal beneficio que se obtiene de usar ésta técnica es la alta pureza del producto. El ciclo comienza con la disolución de un ánodo bajo la aplicación de un voltaje a una celda electrolítica. El ánodo y el cátodo reaccionan de distinta manera con el electrolito. Y se lleva a cabo el depósito de las partículas se lleva a cabo en el cátodo. Una vez formada la sedimentación de partículas en el cátodo, éstas son removidas, lavadas, secadas y molidas.

Los polvos obtenidos por esta técnica tienen morfología dendrítica o parecida al de una esponja. Las propiedades específicas de los polvos dependen de las condiciones del baño durante la depositación y de las etapas subsecuentes del proceso

Después de llevar a cabo la depositación electrolítica, el producto debe ser limpiado y posteriormente molido, lo que representa un incremento en el costo de producción.

Normalmente la fabricación electrolítica se usa para obtener polvos elementales debido a que los elementos contaminantes pueden desfavorecer la formación y depositación de los polvos en el cátodo (17).

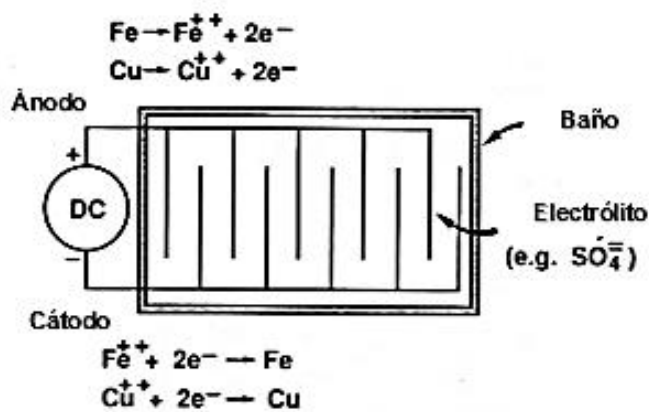


Figura 2.5 Celda electrolítica para depositar polvos.

Técnicas de fabricación química.

Existen muchas variantes de síntesis químicas para producir polvos: reacciones fase sólida, líquida o gas. A continuación se hace una breve descripción de dichos procesos.

Descomposición de un sólido mediante el uso de un gas.

La reducción química de óxidos es una forma común para la fabricación de polvos. Este proceso comienza con la purificación de un óxido (por ejemplo el óxido de hierro es separado magnéticamente). El óxido es mezclado con pequeñas cantidades de grafito y limo por ejemplo, posteriormente mediante una reacción termoquímica se reducen estos óxidos con gases reductores como por ejemplo el monóxido de carbono (con el hidrogeno se logra el mismo objetivo). Con una temperatura baja se asegura la difusión mínima para unir el producto. Aunque la baja temperatura para llevar a cabo la reducción ocasiona que el proceso tarde varios días. El producto final es típicamente un polvo con morfología angular aunque en muchos casos es parecido a una esponja con una baja densidad aparente.

Mediante pequeños cambios en la composición del gas, la temperatura y la cinética de reacción se pueden obtener gran variedad de formas y tamaños en los polvos.

Con esta técnica se pueden obtener algunos polvos como el molibdeno, el tungsteno y el cobre.

Descomposición térmica.

Consiste en la combinación de la descomposición de vapor y condensación. El ejemplo más común es el níquel carbonilo $\text{Ni}(\text{CO})_4$ y el hierro pentacarbonilo $\text{Fe}(\text{CO})_5$.

Un metal se hace reaccionar con monóxido de carbono para formar un metal carbonilo, mediante la aplicación de calor y presión. Luego la molécula gaseosa de carbonilo es enfriada hasta el estado líquido a 43°C y se realiza una destilación fraccionaria para purificarla. Se recalienta el líquido con la presencia de un catalizador provocando la descomposición del vapor, obteniéndose así un polvo metálico con una pureza cercana al 99.5%.

Con esta técnica se obtienen polvos con forma irregular, redondas o bien en forma de cadena. Los metales que se pueden procesar mediante el proceso del carbonilo son el platino, el rodio, el oro y el cobalto.

Precipitación en fase líquida.

En este proceso un compuesto como un nitrato, sulfuro o un cloruro disueltos en agua son tratados químicamente para producir una precipitación mediante un compuesto secundario.

Esta técnica es adecuada para producir polvos compuestos, en este caso se usan elementos de nucleación donde se lleva a cabo la reacción de precipitación. Algunos ejemplos de estos compuestos son el óxido de torio, el óxido de titanio y el carburo de tungsteno, los cuales se cubren con cobalto, níquel o hierro. Los precipitados que se obtienen son de alta pureza aproximadamente 99.5%, de tamaños muy pequeños y forma irregular o cúbica y en algunos casos parecidos a una esponja. Estos materiales encuentran sus aplicaciones en aleaciones reforzadas por dispersión.

Precipitación en fase gaseosa.

Las reacciones basadas en éste proceso son utilizadas para producir polvos metálicos reactivos con una contaminación mínima, estos se producen haciéndolos reaccionar con hidrogeno a muy elevadas temperaturas (aproximadamente 1000° C).

Este proceso incluye destilación del vapor y pre purificación del material alimentado, para asegurar una pureza elevada del producto. Los tamaños habituales están entre el rango de 10 a 1000 μm , generalmente son partículas esponjosas, pero también forman aglomerados policristalinos esféricos (17).

Técnicas de atomización.

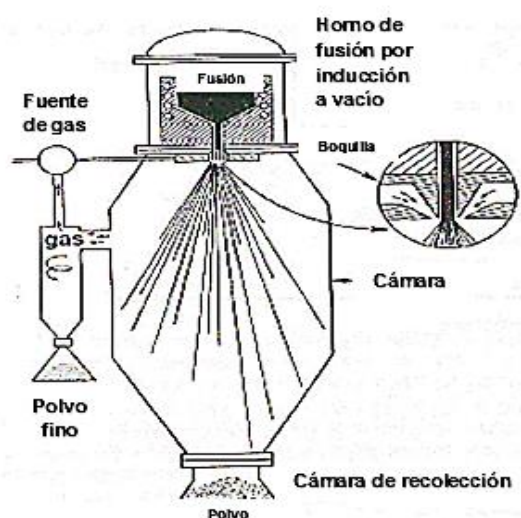
La atomización consiste en primer lugar en la función de materiales metálicos y la posterior desintegración en pequeñas gotitas que son generadas por este efecto. Éste proceso es muy utilizado para metales, aleaciones e intermetálicos, con algunas aplicaciones recientes en polímeros y cerámicos. La atomización es atractiva porque se tiene un excelente control con el proceso de algunos materiales y el gran volumen de producción. A continuación se describen los tipos de atomización más comunes.

Atomización con gas.

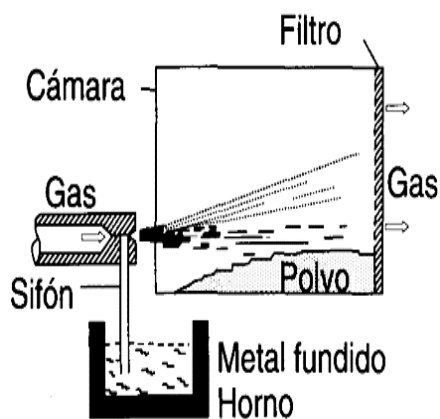
Este proceso se ha usado para obtener polvos de muchos metales, incluyendo cobre, cinc, plomo, aluminio y hierro. Se hace pasar un chorro de metal fundido frente a una corriente de gas inerte comprimido (aire, nitrógeno, helio o argón), el metal líquido es desintegrado por la rápida expansión del gas arrojándolos fuera mediante una boquilla, el polvo que así se forma se recoge en una cámara de colección de polvo.

Las variables que se deben de tomar en cuenta para controlar los tamaños de las partículas son; el tipo de gas, la atmosfera residual, la temperatura y la viscosidad del metal fundido al entrar a la boquilla, el tipo de aleación, la presión del gas, la velocidad y la cantidad de gas alimentada, la geometría de la boquilla y la temperatura del gas.

Las partículas obtenidas generalmente tienen forma esférica con tamaños medios de partícula desde 10 hasta 100 μm , con una alta pureza (17).



Atomizador vertical



Atomizador horizontal

Figura 2.6 Esquemas de atomización con gas.

Atomización con agua.

Para este proceso en lugar de utilizar un gas para desintegrar el metal fundido se usa un líquido (aceite o agua), por lo general agua. Con este proceso se obtiene aceros de baja y alta aleación o polvos de hierro. Los chorros de agua a alta presión se dirigen hacia el metal fundido como puede apreciarse en la ilustración, forzando una desintegración y una rápida solidificación. Éste proceso es similar al anterior excepto por que las partículas son enfriadas rápidamente y la velocidad de transferencia de energía es más eficiente obteniendo partículas de polvos más pequeños. Ésta técnica es la tecnología predominante con más del 95% del total de la producción mundial.

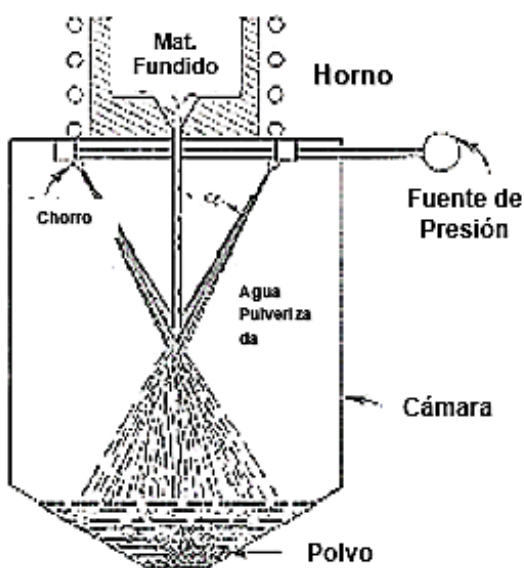


Figura 2.7 Esquema de un atomizador con agua.

Atomización centrífuga.

Una fuerza centrífuga arroja al material fundido en forma de rocío el cual solidifica luego en partículas de polvo. Uno de los ejemplos más viejos es conocido como el proceso de rotación del electrodo. El aparato consiste de un electrodo consumible hecho del material que se desea atomizar. El electrodo se funde en su extremo por un arco de plasma o con un electrodo de tungsteno. El electrodo consumible gira a una velocidad por encima de las 50, 000 rpm, con la ayuda de un motor externo. Las gotas de metal son arrojadas, hacia la periferia y solidifican

en la cámara colectora. Al igual que en la atomización por gas se utiliza un gas inerte para proteger a los polvos.

Éste proceso es muy útil para metales de alto punto de fusión o para materiales muy reactivos donde el contacto con el crisol es un inconveniente.

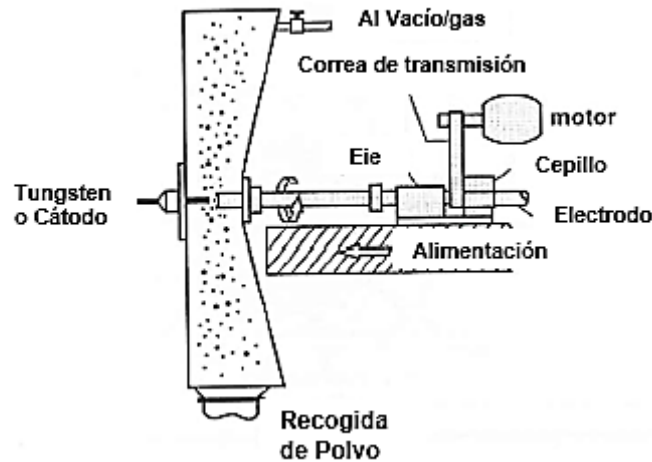


Figura 2.8 Esquema de un sistema de atomización centrífuga por rotación de electrodo.

Atomización con plasma.

Se alimenta polvo dentro de una pistola de plasma donde ocurre un rápido fundido del material debido al calentamiento producido por el arco de plasma. Como resultado se obtienen gotas fundidas que son arrojadas fuera de la pistola, las cuales solidifican en partículas de polvo, que son colectadas en una cámara de colección de polvos. Por este método se obtienen polvos con formas esféricas.

Técnicas de evaporación.

El material es vaporizado en una atmosfera de argón a baja presión cerca del 10% de presión atmosférica. En condiciones de baja presión, la temperatura disminuye rápidamente. Así el material evaporado cambia de un calentamiento a un enfriamiento rápido.

Un aspecto interesante de las partículas generadas por técnicas de evaporación es la combinación de alta pureza y el tamaño pequeño que se obtiene (debajo de 10 nm) (17).

2.3.3 Métodos de obtención de Ferritas Hexagonales.**Proceso cerámico (Reacción en estado sólido).**

Es el método más común e importante ya que es el de mayor uso tecnológico. Este proceso consiste en la mezcla de las materias primas, las cuales son óxidos o carbonatos de hierro con óxidos de bario, plomo o estroncio. Son sometidos a molienda para obtener una mezcla homogénea (18).

La molienda puede hacerse en húmedo o en seco, en húmedo se puede hacer con agua o con otros fluidos que no afecten la mezcla final y que sean fáciles de eliminar. En épocas pasadas eran ocupados óxidos de altas puridades pero debido a la gran demanda se han utilizado óxidos de menor pureza. Se utilizan óxidos obtenidos por la tostación de lejías clorhídricas de decapado (método Ruthner), óxidos sintéticos producidos por el proceso Lurgi, óxidos procedentes de la siderurgia y óxidos minerales (18).

En el caso de mezclado en seco de las materias primas se utilizan mezcladores de alto rendimiento, aplicando altas velocidades de giro o en molinos. El siguiente paso en el proceso es realizar un tratamiento térmico que puede ejecutarse entre los 900 y 1300°C. Entre estas temperaturas las materias primas terminan de reaccionar formando así la ferrita hexagonal.

Métodos de coprecipitación.

Este método consiste en la disolución de cloruros de Fe (III) y de Ba ó Sr en una solución acuosa básica que puede ser hidróxido o carbonato de sodio. Debe de tener una

concentración mayor de 3 molar a una temperatura entre 20 y 90 °C. El coprecipitado se filtra y se seca a una temperatura de 100 °C. Ya que se tiene el polvo, se calcina entre 600 hasta 1000 °C de 1h a 6h. Se pueden tener impurezas de $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ que se eliminan mediante un lavado con ácido clorhídrico diluido. La formación de la ferrita comienza una temperatura de 750 °C y a esta temperatura se comienza a descomponer el carbonato (18).

Métodos de síntesis hidrotérmica.

Se utiliza una dispersión ya sea de óxido, hidróxido o un oxihidróxido de hierro en una solución de hidróxido de bario. Se deposita en un reactor de acero inoxidable. La reacción se lleva a cabo a grandes presiones, a una temperatura de entre 250 y 350°C, durante un tiempo de 15 a 25 hrs. Se realiza en una atmósfera oxidante evitando la reducción del óxido de hierro ya que éste puede reaccionar con el hidrógeno desprendido de la reacción del agua con el reactor. Para eliminar residuos que pudieron haber quedado, iones de Fe (II), el polvo que se obtiene es lavado con soluciones ácidas de baja concentración. El polvo tiene partículas que se encuentran en el rango de monodominio (19).

Un problema que se puede generar es la aparición de fases distintas ($\text{BaO} \cdot 4.5\text{Fe}_2\text{O}_3$, no ferrimagnética) a la ferrita hexagonal a temperaturas menores de 180 °C. La ventaja de este método es que se obtiene una suspensión de óxidos con partículas finamente divididas, teniendo una estructura cristalina perfecta con composición química específica (18).

Síntesis por precursores organometálicos.

Consiste en la formación de precursores organometálicos de hierro, bario o estroncio, estos se calcinan a una temperatura desde 900 hasta 1000°C para obtener ferritas hexagonales.

Para la formación de los precursores organometálicos se hace uso de mezclas de soluciones acuosas de nitratos, cloruros o sulfatos de hierro, bario o estroncio con el compuesto orgánico con el cual se realizará la síntesis del organometálico. Para que la solución sea más homogénea y se incremente el pH se agrega una base. Enseguida, para eliminar el agua o la base se hace un calentamiento, el sólido se precipita por goteo en etanol después se filtra y se lava (18).

Los métodos mencionados anteriormente no son los únicos para la obtención de ferritas hexagonales. Existen otra serie de métodos de aplicación industrial que cumplen con el

objetivo de obtener ferritas hexagonales, entre ellos se encuentran los siguientes: método sol-gel, síntesis a baja de temperatura mediante cristalización a partir de un gel, método del precursor y método de combustión, entre otros (18).

Una vez expuestos, de manera breve, algunos de los métodos de síntesis de hexaferrita, a continuación se hace una descripción de una de las técnicas más ampliamente usadas para el procesamiento de materiales particulados o polvos, estos con la finalidad de justificar su uso en el procesamiento de los polvos de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ que se obtuvieron mediante molienda y tratamientos térmicos.

2.4 Metalurgia de polvos o pulvimetalurgia.

La pulvimetalurgia es un proceso de fabricación de piezas con una geometría y dimensiones bien definidas a partir de polvos finos, el proceso consta de diversas etapas pero de manera general comienza con la mezcla de los polvos (metales, cerámicos e incluso polímeros o combinaciones entre ellos) para , posteriormente consolidarlos en una forma deseada, y luego calentando el material en una atmósfera controlada para promover la difusión atómica en estado sólido y unir física y químicamente todas las partículas del material.

En determinados productos es necesario llevar a cabo un procesamiento secundario con la finalidad de obtener propiedades especiales o mayor precisión (12).

2.4.1 La rentabilidad del proceso.

La metalurgia de polvos puede resultar el proceso más rentable entre diversas opciones para la fabricación de una pieza o producto.

Debe tomarse en cuenta que el material metálico en forma de polvo es más caro que en forma sólida y el proceso es sólo recomendable para la producción de grandes series de los productos, en general el costo de producción de piezas a partir de polvos es más alto que el de la fundición (en el caso de metales), sin embargo es justificable y rentable por las propiedades excepcionales que se obtienen con este procedimiento. Existen piezas o productos que no pueden ser fabricados por ningún otro proceso y otros no compiten por las tolerancias dimensionales que se logran con este método de fabricación (20).

2.5 El proceso de la metalurgia de polvos.

La metalurgia de polvos comprende una familia de tecnologías de producción, que procesan una materia prima en forma de polvo para la fabricación de componentes de varios tipos. Estas tecnologías de producción implican generalmente la totalidad o la mayor parte de los siguientes pasos del proceso:

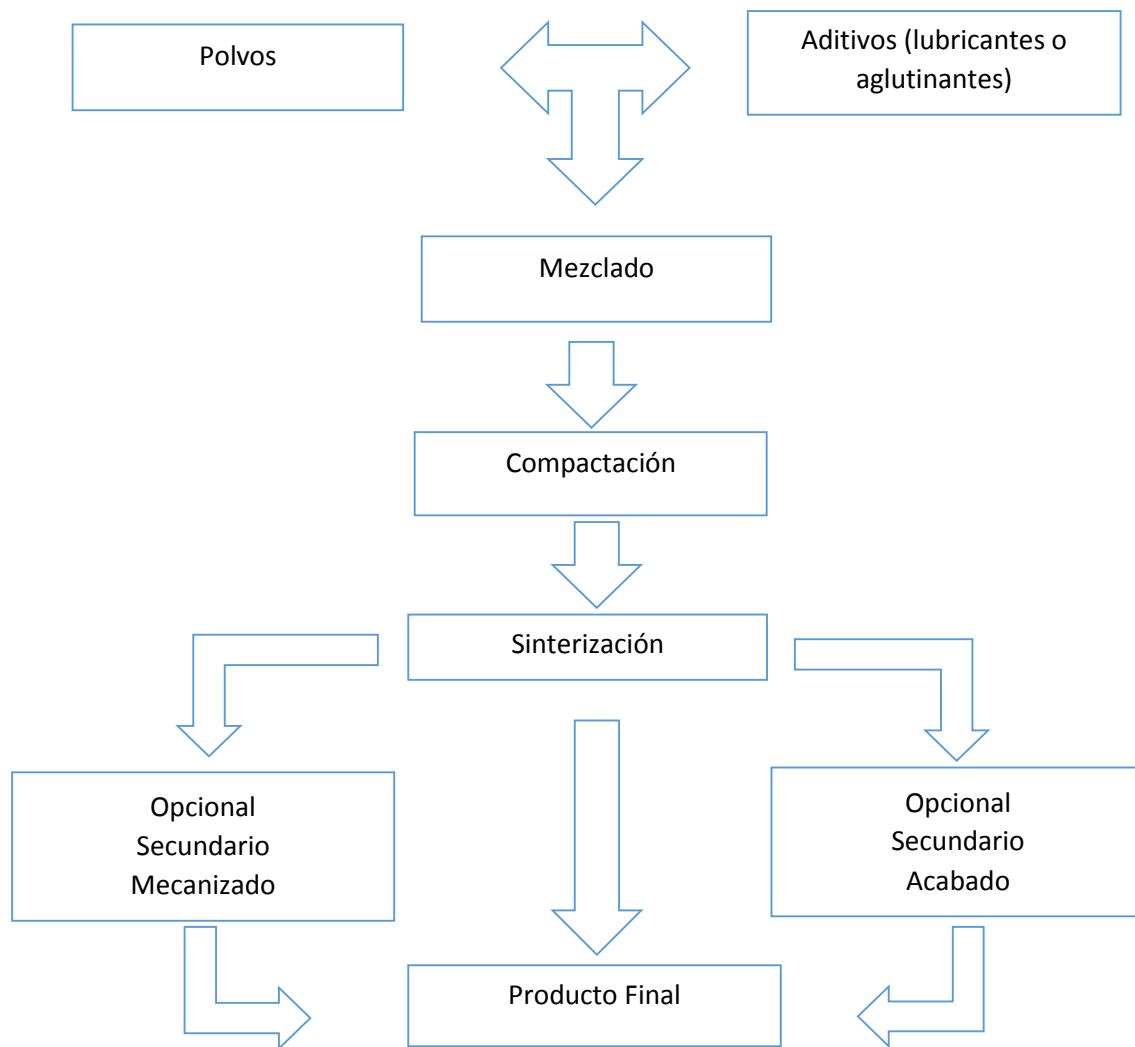


Figura 2.9 Diagrama de flujo simplificado de la metalurgia de polvos (21).

A continuación se da una breve explicación de las etapas que contiene el diagrama de flujo de la figura 2.9.

La mezcla de polvos.

Un solo polvo no puede reunir todas las propiedades requeridas para su procesamiento o su desempeño como producto final.

Esto a menudo puede implicar la introducción de adiciones de polvos aleados o elementales (en el caso de metales) u otros óxidos (en el caso de cerámicos) y lubricantes.

Lo que hace necesario mezclarlo con otros polvos o aditivos creando una mezcla homogénea de ingredientes. La principal función del lubricante es la reducir la fricción entre las partículas de polvo y las superficies de las herramientas utilizadas en el proceso de compactación. Además, el lubricante debe favorecer el deslizamiento de las partículas durante la compactación, y así ayudar a conseguir una densidad uniforme en todo el compacto. De igual importancia es la reducción de fricción durante la eyección del compacto fuera del molde o matriz minimizando la posibilidad de formación de grietas. Se debe tener gran cuidado en la selección del lubricante, debido a que una mala selección puede resultar en efectos adversos en las durezas del compactado antes y después de sinterizar. Otra precaución que se debe tener en esta etapa del proceso es la de no exceder los tiempos de mezclado. El exceso de mezclado aumenta la densidad aparente de los polvos y aumenta la dureza de la pieza antes del sinterizado.

Consolidación de los polvos.

El proceso de consolidación de polvos dominante consiste en aplicar presión con un conjunto de herramientas rígidas, constituidas por una matriz, punzones y, adicionalmente, mandriles y corazones. Sin embargo, hay varios otros procesos de consolidación que se utilizan en aplicaciones de nichos de mercado

La sinterización del compacto en verde para mejorar la integridad y la resistencia mecánica.

Esta etapa del proceso implica el calentamiento del material, por lo general en una atmósfera protectora, a una temperatura que está por debajo del punto de fusión del componente

principal. En algunos casos, un componente menor puede formar una fase líquida a la temperatura de sinterización; tales casos se describen como la sinterización en fase líquida (17).

Las operaciones secundarias.

En la industria de la metalurgia de polvos consisten en la aplicación de procesos de acabado a la pieza sinterizada, tales procesos se refieren a menudo como "operaciones secundarias": recubrimientos protectores, maquinados para mejorar las tolerancias dimensionales, tratamientos térmicos, etc. (21).

2.5.1 Consolidabilidad del polvo.

La consolidación del polvo es el proceso mediante el cual se aplica la presión mínima necesaria para producir un compacto con una resistencia en verde satisfactoria. Existen diversas técnicas para llevar a cabo la consolidación ante las que se pueden mencionar:

- a) Compactación uniaxial
- b) Compactación isostática
- c) Compactación en tibio (warm compaction)
- d) Compactación con explosivos
- e) Vaciado de suspensiones

La técnica que se utilizó para llevar a cabo este trabajo es la compactación uniaxial que consiste en aplicar una fuerza en una sola dirección

La densidad del polvo compactado es directamente proporcional a la cantidad de presión aplicada (22).

2.5.2 Prensado uniaxial.

La compactación uniaxial o unidireccional es el método más común para realizar la consolidación de polvos metálicos o cerámicos, como paso previo a la densificación a elevadas temperaturas (sinterización) La práctica extensiva de la compactación uniaxial se

debe a su capacidad de producir de forma rápida y fácilmente automatizable, piezas con tolerancias muy ajustadas y características controladas. La aplicación de presión al polvo se lleva a cabo dentro de un molde con la geometría y las dimensiones deseadas de la pieza a fabricar, posteriormente es expulsado de la cavidad de la matriz. En muchos casos, las piezas pueden requerir muy poco trabajo adicional para el uso previsto; haciendo el proceso de fabricación muy rentable.

La densidad del polvo compactado es proporcional a la cantidad de presión aplicada. Dependiendo del tamaño y la complejidad geométrica de las piezas a fabricar se aplican distintas presiones. Para alcanzar la misma relación de compresión (densidad) a través de un componente con más de un nivel o altura, es necesario trabajar con varios punzones inferiores. Para una pieza cilíndrica hecha con herramientas de un solo nivel se pueden alcanzar tasas de producción desde 15 hasta 30 partes por minuto.

Hay cuatro clases principales de compactación de acuerdo con el diseño y desplazamiento de los herramientas: compactación de acción simple, que se utilizan para los componentes planos y delgados. Compactación de doble acción con dos movimientos de perforación que acomoda los componentes más gruesos; Simple efecto con matriz flotante, y doble troquel retirada acción. La compactación de doble acción da mucha mejor distribución de la densidad. Las herramientas deben estar diseñados de manera que pueda soportar la presión extrema sin deformar o doblar. Las herramientas deben estar hechos de materiales que son pulido y resistente al desgaste (22).

Secuencia de Compactación uniaxial.

Los pasos que se siguen en la compactación uniaxial de un polvo son: 1- Llenado de la matriz, 2- Posicionamiento de los punzones, 3- Entrada del punzón superior, 4- Compactación, 5- Cese de la aplicación de presión, 6- Extracción del compacto en verde.

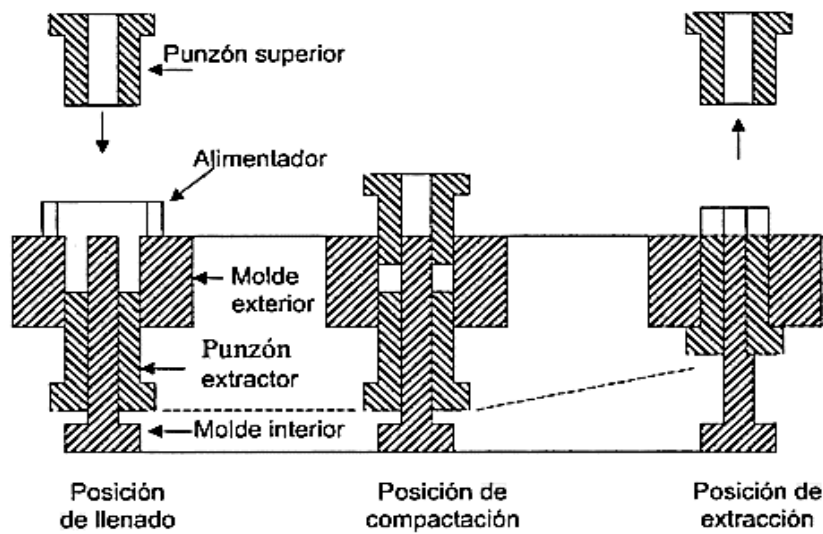


Figura 2.10 Etapas de la compactación: llenado, compresión del polvo y extracción del compacto (23).

2.5.3 Sinterizado.

El sinterizado es una etapa de la metalurgia de polvos donde se suministra energía en forma de calor para propiciar la difusión en estado sólido de los átomos de cada partícula en contacto propiciando un enlace químico entre ellos. Si existe un solo constituyente como en el sinterizado del polvo de hierro, se presenta una sola fase continua. En compactos de dos o más materiales diferentes, se forman fases de compuestos intermedios en los puntos de unión de las partículas. Con el sinterizado, las zonas soldadas crecen y el material llena los vacíos entre las partículas. Se ha comprobado que la difusión y el movimiento de los átomos en las superficies de las partículas son las actividades principales en las etapas iniciales del sinterizado. La tensión superficial es la fuerza que impulsa a reducir el área de la superficie, redondeando y suavizando las irregularidades superficiales.

2.6 Relación Propiedades - Estructura - Procesamiento

El aspecto más importante de un componente o pieza es que tenga la geometría, dimensiones y propiedades esperadas y que cumpla su función por el tiempo estipulado. Para cumplir con lo anterior, un ingeniero industrial debe conocer la relación entre: la estructura interna del

material, la técnica de procesamiento del mismo y las propiedades finales del producto obtenido. Si uno de estos tres aspectos es modificado cualquiera de los restantes o ambos cambiarán también.

En la figura 2.11 se muestra la relación tripartita entre estructura, propiedades y método de procesamiento. Cuando el polvo de hexaferrita de estroncio es procesado mediante pulvimetalurgia de polvos, esto modifica la estructura cristalina del polvo e incrementa su resistencia mecánica y comportamiento magnético al reducir la porosidad y aumentar su densidad por la compactación.

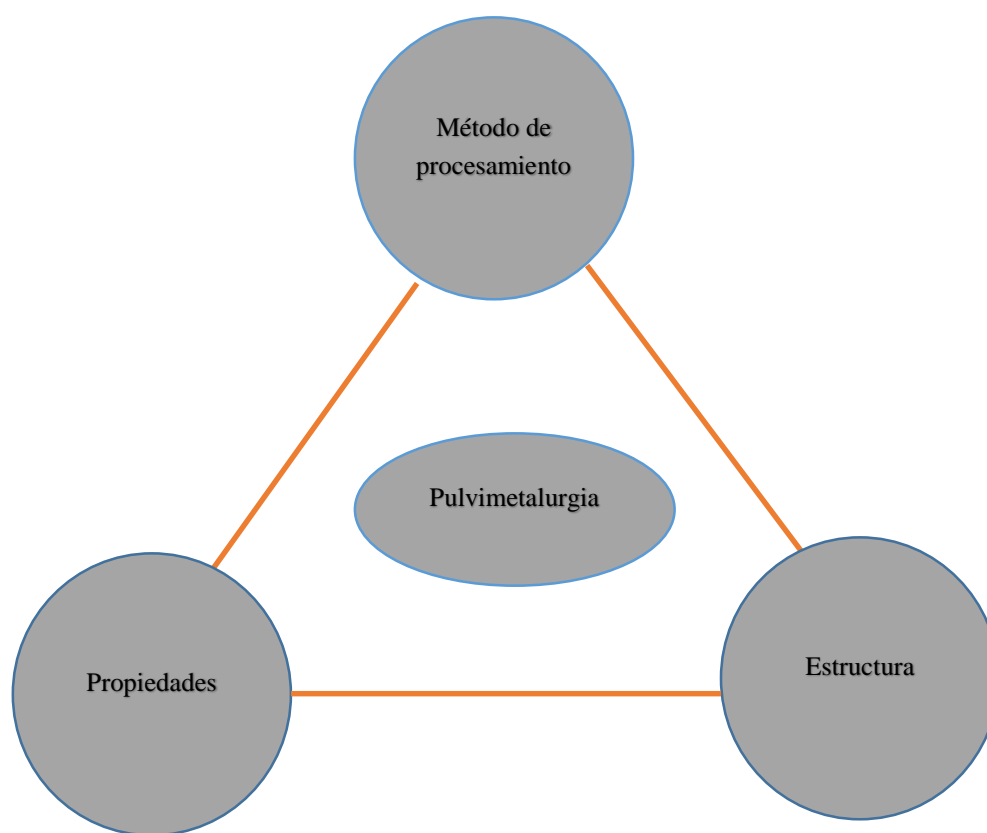


Figura 2.11 Relación tripartita entre estructura, propiedades y método de procesamiento. Cuando los polvos PAM y PAM-TT son sometidos a pulvimetalurgia, el proceso modifica la estructura del polvo e incrementa su resistencia mecánica y propiedades magnéticas.

Propiedades:**Propiedades Mecánicas:**

Las propiedades mecánicas definen también la facilidad con que los materiales son moldeados a formas específicas. Un material procesado por pulvimetalurgia (compactación) obtiene eficientemente una cohesión sin romperse y poseer al mismo tiempo una resistencia suficiente para los siguientes procesos, y con el sinterizado puede conseguirse mejoras apreciables sobre las propiedades de estos materiales, principalmente la rigidez y dureza. Las propiedades mecánicas de la hexaferrita de estroncio primordialmente dependerán de la elección de los polvos de partida y el tiempo de molienda. Debido a que con estos dos indicadores obtendremos un cierto tamaño de partícula, y como consecuencia un determinado número de porosidad de ello depende la resistencia del compacto.

Propiedades Físicas:

En este caso el sinterizado tiene efecto en el volumen y densidad del material, a mayor temperatura menor volumen y mayor densidad, por ello es importante tomar en cuenta los cambios dimensionales que se obtienen durante el proceso para obtener un producto con las características finales deseadas.

El sinterizado también tiene efecto en el comportamiento magnético del material, como se había dicho anteriormente el sinterizado provoca una mayor densidad del material, una reducción de la porosidad por la formación de una mayor cantidad de zonas de unión entre las partículas, y esto hace que el material oponga una menor resistencia a la desmagnetización (coercitividad más pequeña). Debido a que con la unión de las partículas, los dominios magnéticos, encuentran menos barreras físicas y esos dominios regresen a su estado inicial con menor energía o una mayor facilidad.

Estructura:

En la alteración de la estructura de un material se puede considerar:

La etapa de tiempo de mezclado.

La temperatura en la cual se lleve a cabo el sinterizado.

Para el caso de la ruta PAM la pulvimetalurgia tiene efecto en la estructura cristalina del material, debido a que en los dos primeros procesos, mezclado y compactación, aun no se forma la hexaferrita de estroncio, y se conserva la estructura de los óxidos de partida, pero la deformación de las partículas y la cantidad de energía almacenada, hace que en la siguiente etapa del proceso que es el sinterizado, se requiera un suministro de calor más reducido para obtener hexaferrita de estroncio que en el caso de polvos sin moler e incluso al de los polvos PAM-TT donde previamente se había realizado tratamiento térmico previo a la sinterización se forme de igual manera la hexaferrita de estroncio.

En cuanto a la morfología y tamaño de las partículas el tiempo de mezclado y la temperatura tienen un gran impacto. Los óxidos de partida al ser sometidos a molienda, mezclado, adquirirán un tamaño que va a tener efecto en el resultado de la compactación. Cuando el tiempo de mezclado es mayor las partículas serán más pequeñas y éstas generaran mucha fricción interpartícula, lo cual dificulta la fluencia de los polvos, así mismo la densidad aparente que poseen es más elevada que las partículas de mayor tamaño del mismo material, éste tamaño de polvo generara problemas durante la etapa de prensado debido a que se incrementan los tiempos de llenado de matriz y en consecuencia una disminución de la productividad.

Procesamiento:

Produce la forma deseada de un componente a partir de un material inicialmente sin forma definida.

El proceso consiste en varias etapas que incluyen la producción de polvo, mezcla, compactación, sinterizado y acabado.

Es necesario mezclar los polvos para obtener una distribución uniforme de tamaño de polvo, para mezclar los de dos polvos y tener un producto de aleación, o para mezclar lubricantes que mejoren el flujo de los polvos pulverizados en la matriz. La mezcla suele hacerse en mezcladores mecánicos.

Durante la etapa de compactación, los polvos se presan hasta su forma con prensas de actuación hidráulica o mecánica.

El sinterizado es un paso importante en la densificación de los polvos. Esta etapa del proceso implica el calentamiento del material, por lo general en una atmósfera protectora, a una temperatura que está por debajo del punto de fusión del componente principal.

La relación Estructura-Propiedades-Procesamiento antes descrita puede verse afectada por la interacción del medio ambiente con el material.

Capítulo III

Desarrollo experimental.

3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental.

3.2 Materiales.

3.3 Equipos.

3.3.1 Equipos e instrumentos útiles para la síntesis de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$.

3.3.2 Equipos e instrumentos útiles para la caracterización de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$.

3.4 Cálculos estequiométricos.

Capítulo III. Desarrollo experimental.

En este capítulo se describe el desarrollo experimental llevado a cabo para obtener la hexaferrita de estroncio $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$. Se incluye la caracterización de los materiales de partida, que fueron, polvos de óxido de estroncio SrO y polvos de óxido de hierro (III) Fe_2O_3 ; así como el proceso de molienda y compactación de las diferentes muestras, en función del tiempo de molienda, y su posterior tratamiento térmico.

Para poder evaluar el proceso de la formación de la ferrita hexagonal fue necesario realizar la caracterización, tanto de los materiales de partida como de los polvos que resultaron de la molienda mecánica, empleando diferentes técnicas acordes con las propiedades que se requieren evaluar. Así pues, destacan el uso de las técnicas de difracción de rayos X, para evaluar la evolución de la transformación de las fases hasta obtener de la estructura cristalina hexagonal de la ferrita y la magnetometría de muestra vibrante, para el análisis de su comportamiento magnético. Adicionalmente, se caracterizaron los materiales, evaluando su morfología y distribución de tamaños de partícula, para poder establecer su influencia sobre su comportamiento magnético.

3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental.

En el siguiente esquema se muestra el diagrama de flujo que muestra gráficamente el desarrollo de las diversas etapas y las actividades requeridas para el desarrollo de esta tesis.

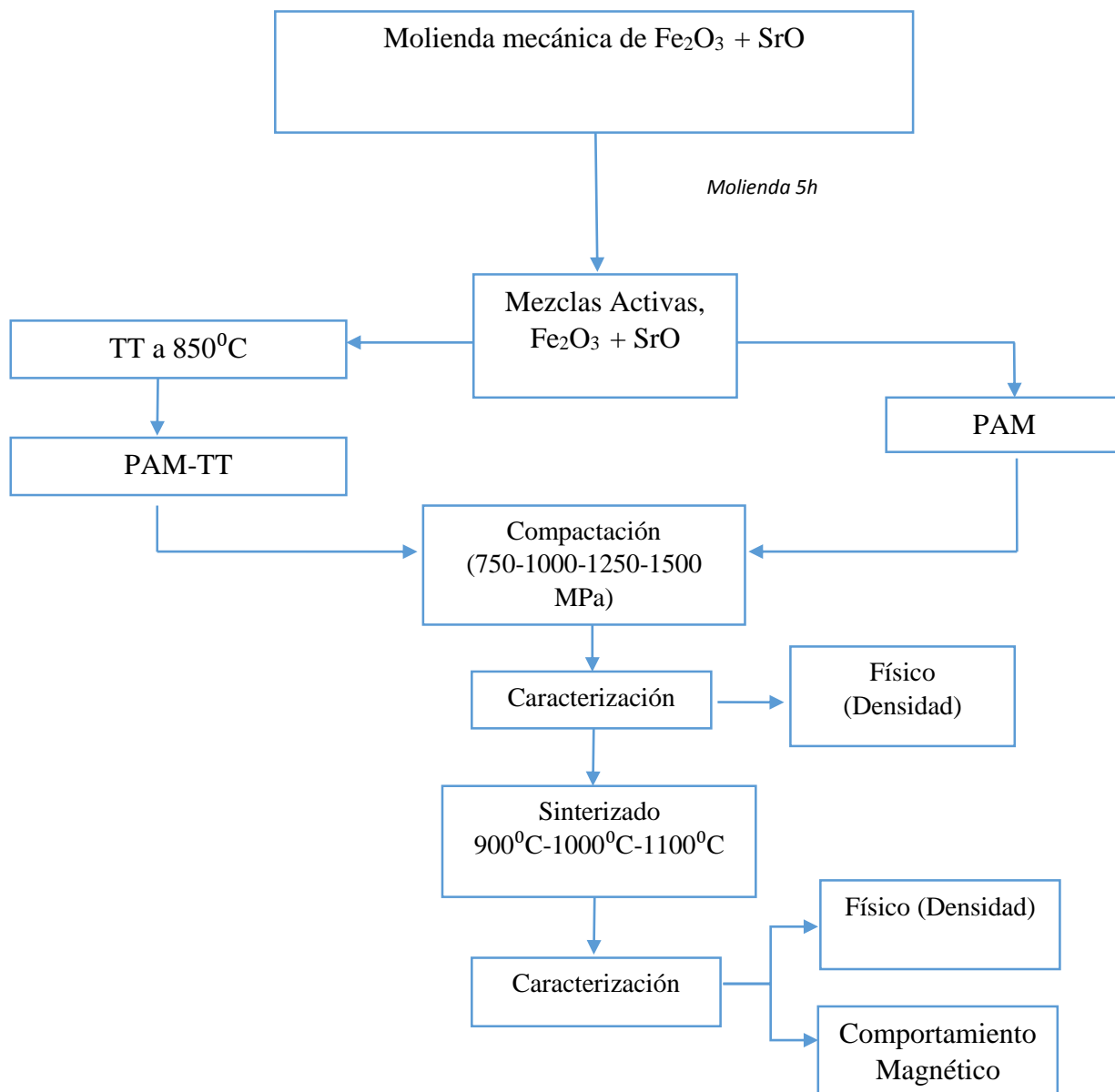


Figura 3.1 Desarrollo experimental del proceso para la obtención de la hexaferrita de estroncio $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$.

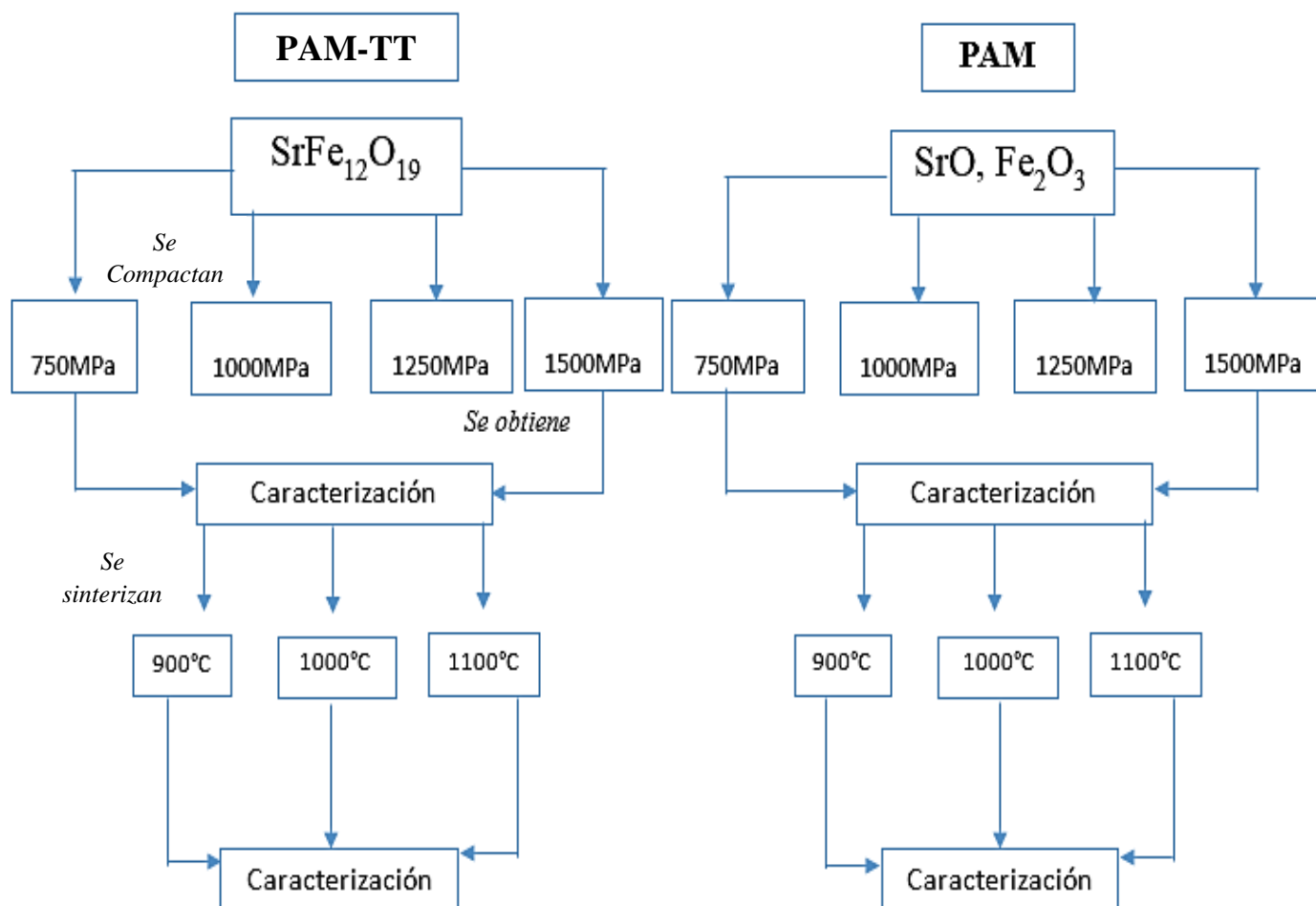


Figura 3.2 Esquema experimental del procesamiento mediante pulvimetalurgia.

Preparación de las Mezclas.

La experimentación se realizó de acuerdo al diagrama de flujo mostrado en los esquemas anteriores, iniciando con la molienda de alta energía de mezclas estequiométricas de los polvos precursores, utilizando un molino de bolas durante 5h. Con la mezcla de los polvos activados mecánicamente, PAM, se procedió a procesarlos siguiendo dos rutas, en una de ellas se aplicó tratamiento térmico hasta 850°C durante 2h en un horno tipo mufla tubular con la finalidad de obtener $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, PAM-TT, la otra parte del mismo polvo no se sometió a tratamiento térmico solo fue sometido a molienda, PAM.

Manufactura de Compactos y Caracterización.













La compactación se realizó utilizando una matriz cilíndrica de 10 mm de diámetro en la cual se coloca 0.5 g del material, PAM o PAM-TT, la pared de la matriz cilíndrica se lubrica previamente con la finalidad de reducir la fricción del polvo con la misma, el lubricante utilizado es un compuesto orgánico denominado etilen bis-estearamida, que es un compuesto ampliamente utilizado en la industria pulvimetalurgica, mediante la aplicación de diferentes presiones se obtienen pastillas cilíndricas cuyo espesor varía, según la presión ejercida.













El prensado se aplicó a los polvos denominados PAM y al PAM-TT. En ambos casos se aplicó una presión uniaxial de 750, 1000, 1250, y 1500 MPa y posteriormente se realizó el sinterizado a diferentes temperaturas, 900, 1000, y 1100°C, durante 2 horas, de acuerdo con las ruta que se describe líneas abajo.

Molienda → Compactación → Sinterizado **PAM**

Molienda → Tratamiento Térmico → Compactación → Sinterizado **PAM-TT**

Teniendo como resultado final 24 pastillas cilíndricas, 12 de PAM y 12 de PAM-TT y en ambos casos se tiene hexaferrita de estroncio.

PAM		Presión, Mpa			
		750	1000	1250	1500
Temperatura °C	900				
	1000				
	1100				

PAM-TT		Presión, Mpa			
		750	1000	1250	1500
Temperatura °C	900				
	1000				
	1100				

La caracterización de las pastillas cilíndricas se inició con la medición de sus dimensiones para determinar la densidad de compactación tanto antes como después del sinterizado. Esta caracterización fue realizada de acuerdo a la fórmula:

$$d = \frac{m}{v} \left(\frac{g}{cm^3} \right)$$

Ec. 1

Obteniendo la masa de cada probeta por medio de una balanza analítica, y el volumen midiendo el área y la altura de las pastillas cilíndricas, mediante el uso de un micrómetro digital. Los resultados obtenidos fueron expuestos en la curva de compresibilidad del capítulo IV, en la cual se muestra gráficamente como afecta la presión de compactación a la densidad. Cabe resaltar que las presiones ejercidas por la prensa hidráulica fueron dadas en toneladas métricas y para poder mostrar las presiones en la curva de compresibilidad fue necesario hacer una conversión a unidades de presión en MPa, con la fórmula siguiente,

$$P = \frac{F}{A} \left(\frac{N}{m^2} \right). \quad \text{Ec. 2}$$

Se analizó la morfología, tamaño de partícula, y el comportamiento magnético para ambas rutas de procesamiento mostrando los resultados en el capítulo IV.

A continuación se describen los materiales de partida utilizados, así como los instrumentos empleados para su caracterización.

3.2 Materiales.

Se utilizaron diferente tipos de óxidos metálicos, a éstos se les denomina genéricamente precursores. Los materiales que se utilizaron en esta tesis como precursores fueron polvos de Fe_2O_3 , óxido de hierro III y SrO , óxido de estroncio, ambos de la marca Sigma-Aldrich cuyas características se presentan a continuación.

Tabla 3.1 Características principales de los polvos de partida.

Elemento	Símbolo	Densidad (g/cm^3)	Peso molecular (g/mol)	Pureza (% en peso)
Óxido de hierro III	Fe_2O_3	5,242	159,07	99
Oxido de Estroncio	SrO	4,70	103,619	99.9

3.3 Equipos.

Los equipos e instrumentos utilizados en el desarrollo experimental de este trabajo se han clasificado en dos tipos, aquellos que se emplearon para la síntesis de $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ y los que se utilizaron para la caracterización de los polvos obtenidos. Se describen cada uno de los equipos a continuación:

3.3.1 Equipos e instrumentos útiles para la síntesis de hexaferrita de estroncio ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$).

Para la etapa de síntesis de HFSr se procedió a moler y hacer tratamientos térmicos para lo cual se utilizaron los siguientes equipos:

Balanza analítica.

Balanza marca OHAUS modelo EXPLORER, con rango de carga de 0 a 150 gr y con precisión de ± 0.0001 gr mostrada en la figura 3.3. Fue utilizada para pesar las muestras de polvos de Fe_2O_3 y SrO durante el proceso de experimentación.



Figura 3.3 Balanza analítica.

Viales de acero endurecido y bolas de acero.

Se utilizaron dos viales de acero endurecido con un diámetro exterior de 50.9 mm diámetro interior de 36.5 mm y una altura de 63.67 mm junto con 4 bolas de acero endurecido de 12.7 mm de diámetro y 2 de 0.635 mm de diámetro, en cada contenedor, utilizando una relación en peso de bolas:polvo de 10:1.



Figura 3.4 Viales de acero endurecido y bolas de acero.

Molino de bola.

Para llevar a cabo el proceso de molienda se utilizó el molino de bolas de alta energía de la marca SPEX, modelo 8000 D, en el cual se colocan dos viales de acero los cuales contienen los polvos precursores en cantidades estequiométricas, equivalentes para obtener la hexaferrita de estroncio, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$. El molino tiene 5 grados de libertad y trabaja a 1725 rpm, cuenta con un contador electrónico para programar el tiempo de molienda, con un intervalo desde 1 hasta 99 minutos. Se debe poner atención y controlar adecuadamente el tiempo de molienda, con la finalidad de obtener el producto deseado en el menor tiempo posible y disminuir la contaminación del material sintetizado, lo cual es ocasionado por el desgaste o fractura de los medios de molienda.



Figura 3.5 Molino de bolas de alta energía de la marca SPEX, modelo 8000 D.

Horno tipo mufla tubular de alta temperatura.

En la figura 3.6, se muestra un horno de mufla tubular, marca Linderg/blue M, modelo STF54459C, capaz de alcanzar una temperatura máxima de 1500 °C, utilizado para el tratamiento térmico de los materiales molidos. La mufla está constituida por un tubo de alúmina de 3X36 pulgadas de diámetro y largo respectivamente, el control de temperatura está dividido en tres zonas de calentamiento independientes lo que hace posible tener una mejor control en el suministro de calor y eficacia en el proceso de sinterizado.



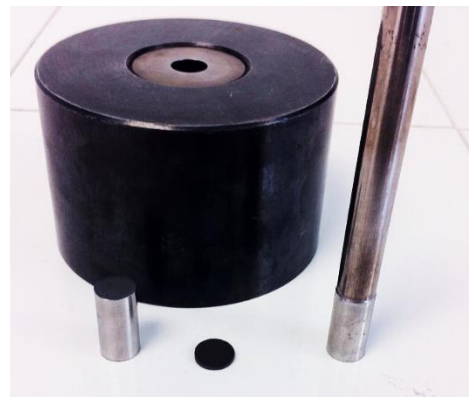
Figura 3.6 Horno tipo mufla tubular de alta temperatura.

Prensa Hidráulica.

El proceso de compactación para cada probeta se llevó a cabo con una prensa hidráulica con una capacidad máxima de 50 toneladas métricas el pistón tiene una cámara máxima de 11 in y es accionado con un motor eléctrico de ½ hp.



a)



b)

Figura 3.7 a) Prensa Hidráulica de 50 Ton. b) Matriz y punzones para la compactación.

3.3.2 Equipos e instrumentos para la caracterización de hexaferrita de estroncio ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$).

Caracterización magnética.

Magnetómetro de muestra vibrante.

Se muestra en la figura 3.8 un magnetómetro de muestra vibrante, marca MicroSense, modelo EV7, capaz de aplicar un campo magnético externo desde 1.8 hasta +1.8 Teslas. Este equipo permite la obtención del ciclo histéresis magnética de los materiales, y dependiendo de los valores (puntos) y la geometría o forma de la curva se puede definir un campo de aplicación para el material evaluado. La muestra se hace vibrar con una amplitud y frecuencias constantes de 75 Hz ante la presencia de un campo magnético externo, la muestra se imanta generando un momento magnético que induce en unas bobinas secundarias un voltaje sinusoidal que es amplificado para su mejor detección y su posterior tratamiento como respuesta magnética del material evaluado.



Figura 3.8 Magnetómetro de muestra vibrante (VSM).

Difractómetro de rayos X.

El equipo que se empleó en esta tesis es el mostrado en la figura 3.9 y corresponde a uno de la marca INEL modelo EQUINOX 2000. Se emplea comúnmente para caracterizar polvos de materiales cristalinos. Durante el análisis se utilizan rayos X, éstos son una radiación electromagnética con una longitud de onda entre los 10 nanómetros y 10 picómetros. Los rayos X son generados por lo regular por una fuente de cobre o cobalto (en este trabajo de tesis se utilizó una fuente de cobalto), en primer lugar se hace circular una corriente eléctrica a un filamento de tungsteno, generando electrones del filamento los cuales salen disparados a altas velocidades hacia la fuente de cobre o de cobalto según sea el caso como se muestra en la figura 3.9. Los electrones penetran a nivel atómico dentro del material a analizar desprendiendo electrones de los niveles más bajos de energía y provocando un estado de excitación; los electrones de niveles superiores brincan a las posiciones de los electrones que fueron desprendidos generando así los rayos X los cuales son identificados con un detector incluido en el equipo.



Figura 3.9 Difractómetro de rayos X (24).

Microscopía Electrónica de Barrido.

La microscopía electrónica de barrido es una técnica que sirve para analizar la morfología de materiales sólidos de todo tipo (metales, cerámicos, polímeros, biológicos, etc.), con excepción de muestras líquidas. Para llevar a efecto esto, se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM-6300, con una corriente de sonda de 10.2 a 10.5 Amperes y un voltaje de 2 a 30 kv para un alcance de 300000 ampliificaciones. El equipo está provisto de un detector de estado sólido, lo que permite realizar microanálisis semicuantitativos por dispersión de energías (EDS).

La preparación de las probetas consistió en montar sobre cinta adhesiva de doble cara de grafito una pequeña cantidad de muestra y posteriormente ser recubiertas con una fina capa de carbono.

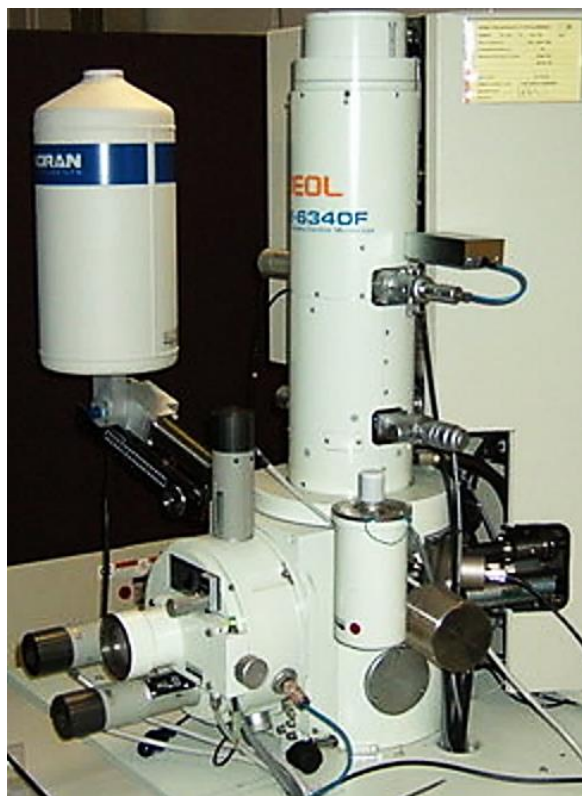


Figura 3.10 Microscopio electrónico de Barrido (MEB).

3.4. Cálculos estequiométricos.

Cálculo de las cantidades de polvos.

Lo primero que se hizo para llevar a cabo los cálculos fue plantear la ecuación química de manera adecuada como se muestra en la Ec. 1.



Adicionalmente, es necesario conocer los pesos moleculares (PM) de cada uno de los reactivos que se utilizaron, los cuales se muestran a continuación:

$$PM_1 \text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow 159.694 \text{ g/mol}$$

$$PM_2 \text{SrO} \rightarrow 103.6194 \text{ g/mol}$$

Sabiendo los pesos moleculares y los moles necesarios de cada reactivo, es necesario obtener la relación molar (RM) entre el óxido de hierro (III) y el óxido de estroncio, ésta se obtiene tomando en cuenta la ecuación 1, dicha relación se muestra en la ecuación 2.

$$RM = \frac{PM_1}{PM_2} = \frac{6(159.694)}{103.6194} = 9.2469 \quad \text{Ec. 2}$$

De acuerdo con el volumen de los viales de molienda y con base en experiencias previas, la relación en peso más apropiada, entre los medios de molienda (bolas) y los materiales de partida o polvos reactantes es 10:1 (B:P), es decir, si las bolas pesan 50 gramos se deben de colocar 5 gramos de reactantes. Para este trabajo el peso de los reactantes se fijó en 4.5 gramos a depositar dentro de los viales, por lo tanto haciendo la suma de las masas se obtiene la siguiente ecuación:

$$m_{\text{Fe}_2\text{O}_3} + m_{\text{SrO}} = 4.5 \text{ g} \quad \text{Ec. 3}$$

La solución a las ecuaciones 2 y 3 se realiza con un método algebraico ya que se debe cumplir con ambas condiciones. Es por ello que se procede de la siguiente manera: de la ecuación 2 se despeja $m_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$, obteniendo el siguiente resultado:

$$m_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = 9.2469 m_{\text{SrO}} \quad \text{Ec.4}$$

La ecuación 4 se sustituye en la ecuación 3.

$$9.2469 m_{SrO} + m_{SrO} = 4.5g \quad \text{Ec.5}$$

Se resuelve la ecuación 5 haciendo suma de términos semejantes, después se despeja x_{SrO} y se aplica la división como se muestra a continuación:

$$9.2469 m_{SrO} + m_{SrO} = 4.5g \quad \text{Ec.6}$$

$$10.2469 m_{SrO} = 4.5g \quad \text{Ec.7}$$

$$m_{SrO} = 4.5g/10.2469 \quad \text{Ec.8}$$

$$m_{SrO} = 0.4391g \quad \text{Ec.9}$$

Una vez resuelta la ecuación se tiene que la cantidad de óxido de estroncio que se debe depositar en el vial es de 0.4391 gramos. Para calcular la cantidad de óxido de hierro, la ecuación 9 se sustituye en la ecuación 3, quedando de la siguiente manera:

$$m_{Fe_2O_3} + 0.4391 = 0.4391g \quad \text{Ec.10}$$

Se realizan los despejes como se muestra en la siguiente ecuación:

$$m_{Fe_2O_3} = 4.5g - 0.4391g \quad \text{Ec.11}$$

Por lo tanto la cantidad de óxido de hierro (III) es la que se muestra en la ecuación 12.

$$m_{Fe_2O_3} = 4.0608g \quad \text{Ec.12}$$

Es importante destacar que los cálculos indican una cantidad de óxido de estroncio de 0.4391 g, sin embargo la cantidad incorporada en los viales fue de 0.8782 g, el doble de la cantidad calculada, el motivo es que el óxido de estroncio es un compuesto que tiende a reaccionar muy fácilmente con la atmósfera y tiene una gran tendencia a formar carbonato de estroncio, $SrCO_3$, en ese sentido el producto que nos brinda el proveedor no es solamente óxido de estroncio sino un compuesto que incluye carbonato de estroncio, lo que hace necesario agregar un excedente de dicho compuesto para que la cantidad de óxido de estroncio, que

indican los cálculos estequiométricos sea la correcta. El carbonato de estroncio que se incorpora es eliminado posteriormente cuando se llevan a cabo los tratamientos térmicos y/o la sinterización.

Con base en lo anteriormente descrito y los cálculos, se presentan en la Tabla 3.2 los pesos de óxidos precursores empleados para el desarrollo experimental (25).

Tabla 3.2 Cantidad de reactivos utilizados como resultado del cálculo estequiométrico.

Reactivo	Cantidad (g)
Óxido de hierro (Fe_2O_3)	4.0608
Óxido de estroncio (SrO)	0.8782

Para la elaboración de esta tesis se efectuaron 3 procesos de molienda, cada uno utilizando la misma masa obtenida mediante los cálculos estequiométricos, obteniendo como resultado total una masa de 14.817g, esto con el fin de abastecer la producción de las 24 probetas, cada una con una masa de 0.5g.

Capítulo IV

Resultados.

4.1 Obtención y caracterización de polvos activados mecánicamente, PAM.

4.1.1 Estructura cristalina: PAM durante 5 horas.

4.1.2 Morfología y tamaño de partícula: precursores y PAM.

4.1.3 Caracterización magnética (ciclos de histéresis): precursores y PAM.

4.2 Procesamiento por metalurgia de polvos de mezclas activas (PAM).

4.2.1 Efecto del procesamiento mediante metalurgia de polvos.

4.2.2 Efecto de presión de compactación sobre la densidad de polvos.

4.2.3 Efecto de temperatura de sinterización sobre la densidad de polvos.

4.2.4 Efecto de la temperatura de sinterización sobre las propiedades magnéticas de los compactos obtenidos.

4.2.6 Análisis micrográfico de los polvos obtenidos.

4.3 Procesamiento mediante metalurgia de polvos activados mecánicamente y tratados térmicamente: PAM-TT.

4.3.2 Curvas de compresibilidad de los polvos de PAM-TT.

4.3.3 Sinterización y densidad de los compactos de PAM-TT.

4.3.4 Efecto de la temperatura de sinterización sobre las propiedades magnéticas de los compactos obtenidos (PAM-TT).

4.3.5 Efecto de la presión de compactación sobre las propiedades magnéticas.

4.3.6 Análisis micrográfico de los compactos obtenidos.

4.4 Análisis comparativo de los dos métodos de procesamiento PAM Y PAM-TT

Capítulo IV. Resultados.

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos después de llevar a cabo el procedimiento experimental, el cual fue descrito en el capítulo III de esta tesis.

Este capítulo ha sido dividido en tres apartados, de manera similar a la secuencia adoptada en un proceso industrial. En primer lugar se muestran los resultados asociados a la molienda de alta energía de las mezclas de los precursores, polvos activados mecánicamente, PAM, y que consiste en la descripción de su estructura cristalina, la morfología y su tamaño de partícula, así como el comportamiento magnético de los materiales durante el proceso de molienda. No se realizó caracterización química ni de la estructura cristalina de los materiales de partida, debido a que estos aspectos han sido evaluados en estudios previos (25). En el segundo apartado se presentan y discuten los resultados obtenidos cuando los polvos activados mecánicamente, PAM se someten a un proceso de conformado por metalurgia de polvos: compactación y sinterización, donde la energía térmica será capaz transformar la estructura cristalina de los PAM en hexaferrita, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, y simultáneamente promover la unión química de las partículas (sinterización). Finalmente, en el último apartado se muestran los resultados obtenidos después de haber sometido las mezclas activadas mecánicamente (PAM) a un tratamiento térmico a 850°C durante 2 horas, PAM-TT, y posteriormente un procesamiento tradicional de metalurgia de polvos: compactación y sinterización, modificando los parámetros de proceso: presión de compactación y temperatura de sinterización.

4.1 Obtención y caracterización de polvos activados mecánicamente, PAM.

En este apartado se muestra los resultados de la caracterización de los materiales obtenidos del proceso de molienda de alta energía de mezclas de óxidos de partida (precursores), PAM; el cual consistió en la molienda de mezclas estequiométricas de Fe_2O_3 y SrO , durante 5 h, siguiendo el método descrito por (26). Se presentan y discuten a continuación los resultados obtenidos.

4.1.1 Estructura cristalina: PAM molidos durante 5 horas.

Como se comentó en el capítulo III de esta tesis, la técnica de difracción de rayos X, DRX, permite identificar el modo en que los átomos, de un material sólido, se ubican en el espacio, particularmente cuando éstos se encuentran en posiciones que se repiten de manera ordenada, a lo que se denomina estructura cristalina. Cada estructura cristalina es característica de un elemento químico y/o sus compuestos, como si fuera una huella digital, y esta información está disponible en los sistemas informáticos y bases de datos modernos, esto hace posible que en el análisis de un material, mediante DRX, se obtenga la huella digital o en términos técnicos el difractograma de rayos X, el cual se compara con la información de las bases de datos y al encontrarse la coincidencia entre difractogramas se determina el tipo de material en cuestión. Con base en lo anteriormente descrito, en la figura 4.1 se muestran los difractogramas de rayos X, DRX, de los polvos de partida o precursores y PAM durante 5 h.

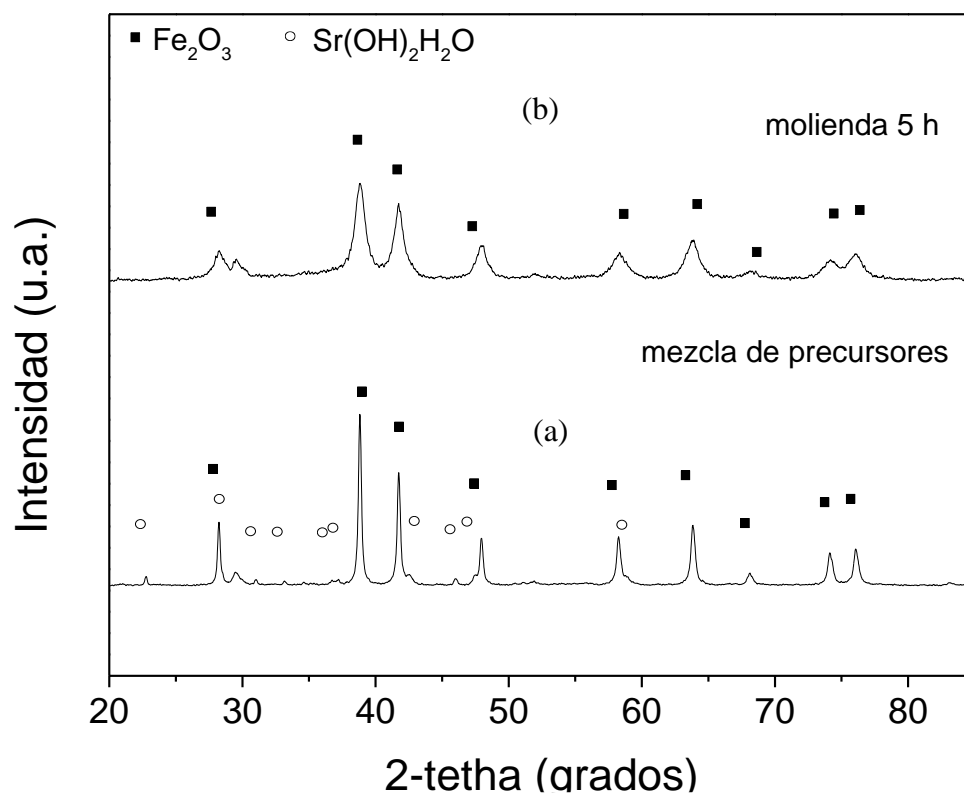


Figura 4.1 DRX de mezclas de polvos precursores ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SrO}$): (a) sin moler y (b) PAM durante 5 h.

En la figura 4.1 es posible observar que el difractograma correspondiente a las mezclas de polvos precursores sin molienda, muestra la presencia de picos de los planos de difracción correspondientes a los diferentes compuestos presentes en la mezcla, para este caso se tiene Fe_2O_3 (ICSD 22505, $R3cH$), $\text{Sr}(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})$ (ICSD 63016, $Pmc21$) y $\text{Sr}(\text{CO}_3)$ (ICSD 202793, $Pm\bar{c}n$).

Adicionalmente, en el difractograma correspondiente a la molienda de alta energía de las mezclas durante 5 h, PAM, (figura 4.1 b), los picos de los planos de difracción correspondientes a los compuestos de estroncio se han desvanecido y sólo se observan los correspondientes al precursor denominado hematita (Fe_2O_3), lo cual indica que los átomos de estroncio se han incorporado en la estructura cristalina de la hematita, formando una sola fase, lo anterior se puede explicar planteando dos teorías, la primera sugiere una sustitución parcial de algunas posiciones del Fe por el Sr, y la segunda relacionada con las limitaciones

de la técnica y el equipo de DRX, el cual no es capaz de detectar niveles tan bajos de concentraciones de SrO, lo cual es sabido que puede ocurrir, debido a que el límite de detección de estos equipos se encuentra entre el 5-8 % en peso, rango en el que se encuentra el SrO.

4.1.2 Morfología y tamaño de partícula: precursores y PAM.

Mediante microscopía electrónica de barrido se caracterizó la morfología y el tamaño (cualitativo) de las partículas de los óxidos precursores, así como las muestras molidas 5 h, se muestran los resultados obtenidos en las figuras 4.2 a 4.4.

En la figura 4.2 se presenta la micrografía del Fe_2O_3 empleado para la obtención de la hexaferrita de estroncio. Se observa que las partículas no tienen una forma definida, son partículas irregulares, por otra parte, se observa una gran cantidad de aglomerados constituidos por partículas que tienen un tamaño menor a 1 micrómetros.

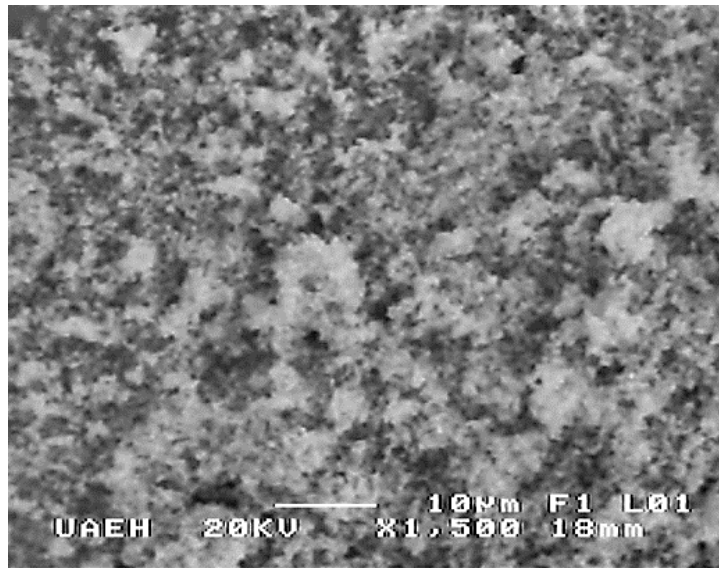


Figura 4.2 Micrografía obtenida mediante microscopía electrónica de barrido de polvo de Fe_2O_3 .

Adicionalmente, en la figura 4.3 se muestra la micrografía del polvo de SrO (material de partida), su forma es redondeada y se observa una gran aglomeración de las partículas. Los tamaños individuales se encuentran por debajo de los 10 micrómetros, en los casos de partículas más grandes puede deberse a las aglomeraciones ya mencionadas.

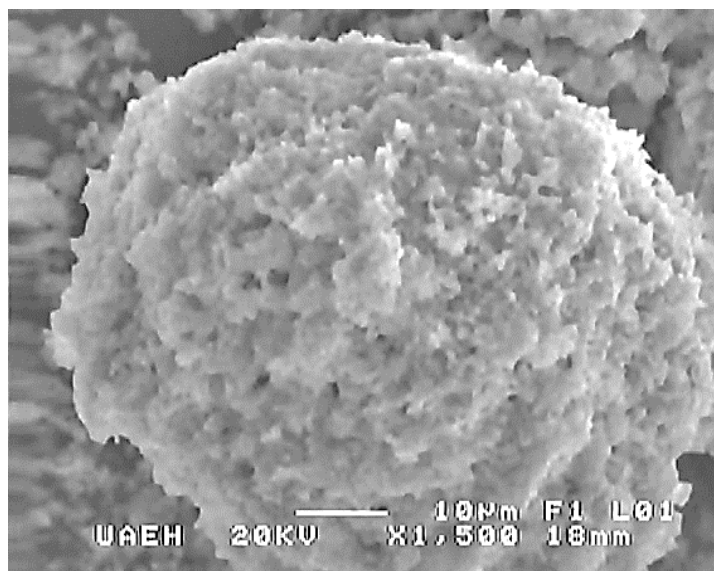


Figura 4.3 Micrografía obtenida mediante microscopía electrónica de barrido de polvo de SrO.

En la micrografía de la figura 4.4 se observan partículas aglomeradas con geometrías irregulares y otras redondeadas, indicativo de la mezcla entre los polvos precursores que dan origen a partículas mayores a 10 micrómetros.

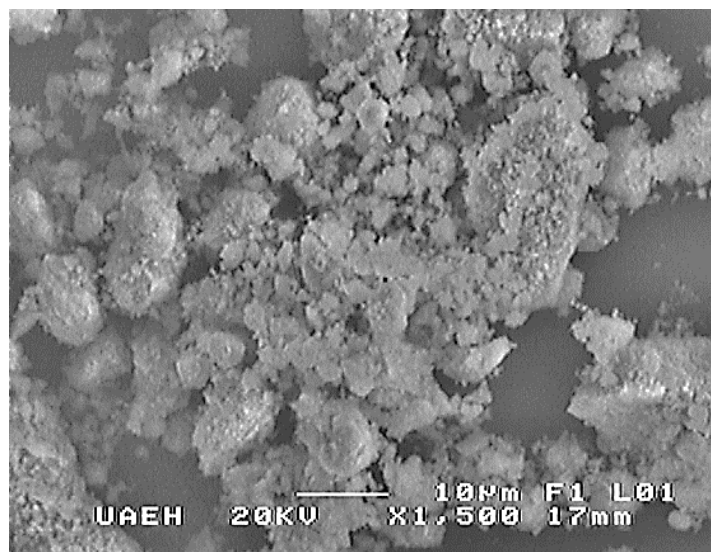


Figura 4.4 Micrografía obtenida mediante microscopía electrónica de barrido de mezclas de polvo de SrO y Fe₂O₃ molidos durante 5 h, PAM.

4.1.3 Caracterización magnética (ciclos de histéresis): precursores y PAM.

La caracterización magnética de los polvos precursores se realizó para conocer sus propiedades iniciales y hacer una comparación con las propiedades de los materiales procesados. En la figura 4.5 se muestra el ciclo de histéresis obtenido en el magnetómetro de muestra vibrante, MMV, a temperatura ambiente, para los diferentes óxidos: Fe₂O₃ y SrO, así como de los PAM durante 5 h, sin tratamiento térmico.

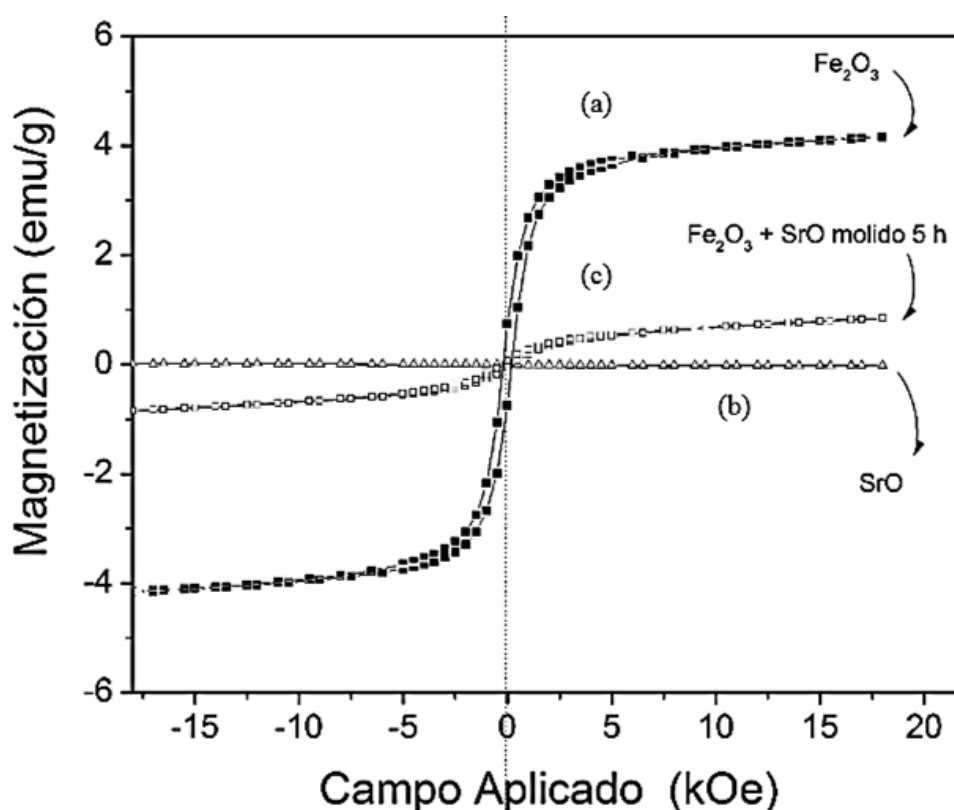


Figura 4.5 Ciclo de histéresis a temperatura ambiente de: (a) polvo de Fe_2O_3 , (b) polvo de SrO y (c) PAM molidos durante 5 h.

En la figura 4.5 se aprecia que el Fe_2O_3 (hematita) presenta un comportamiento ferrimagnético, con valores pequeños de campo coercitivo y de magnetización de saturación, similar al reportado en la bibliografía consultada (25), mientras que el SrO es un material paramagnético con respuesta magnética muy débil. El comportamiento de los PAM durante 5 horas, también mostrado en la figura 4.5, presenta un comportamiento intermedio entre los polvos precursores, concluyendo que se trata de una mezcla de ambos óxidos y no de una nueva estructura cristalina.

4.2 Procesamiento por metalurgia de polvos de mezclas activadas (PAM).

En este apartado se presentan los resultados obtenidos después de someter las mezclas activadas mecánicamente a un proceso pulvimetalúrgico (compactación y sinterización) sin

realizar el tratamiento térmico previo, con lo cual se elimina un proceso térmico y por lo tanto, es menor el costo del procesamiento de este tipo de materiales, desde el punto de vista industrial mucho más conveniente para disminuir costos de procesos.

Se muestra en la figura 4.6 el flujo experimental llevado a cabo, el cual consiste en mezclado de polvos precursores, posteriormente molienda de alta energía durante 5 h, siguiendo con compactación a diferentes presiones (750 a 1500 MPa) para darle la forma deseada y finalmente sinterización a diferentes temperaturas, desde 900 hasta 1100 °C, con el fin de conferirle resistencia mecánica como consecuencia de la formación de uniones químicas entre las partículas.

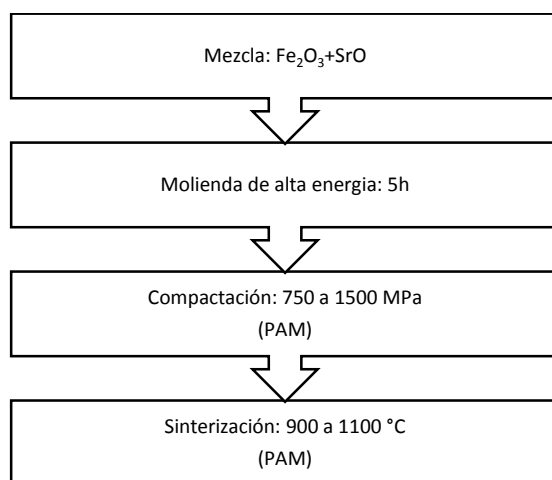


Figura 4.6 Proceso experimental (PAM).

En los siguientes apartados se mostrarán los resultados obtenidos de estructura cristalina, morfología y propiedades magnéticas, así como el efecto de las variables pulvimetalúrgicas.

4.2.1 Efecto del procesamiento mediante metalurgia de polvos.

Uno de los objetivos básicos de este trabajo de tesis, es la obtención de la hexaferrita de estroncio a partir de óxidos metálicos, analizando el método de procesamiento y, debido a que sólo ese material posee las características adecuadas para su aplicación en dispositivos magnéticos, en este punto se debe recordar que las mezclas de polvos sólo activadas mediante

molienda de alta energía no logran sinterizar la hexaferrita, como se mostró en la figura 4.1, donde se presenta el difractograma de mezclas activadas mediante molienda de alta energía y donde de una manera rotunda se comprueba que no se forma la hexaferrita. Es por ello que en la figura 4.7 se presenta el difractograma obtenido mediante difracción de rayos X de compactos conformado a partir de polvos PAM y procesados por metalurgia de polvos en las condiciones menos agresivas (750 MPa) y temperatura (900°C).

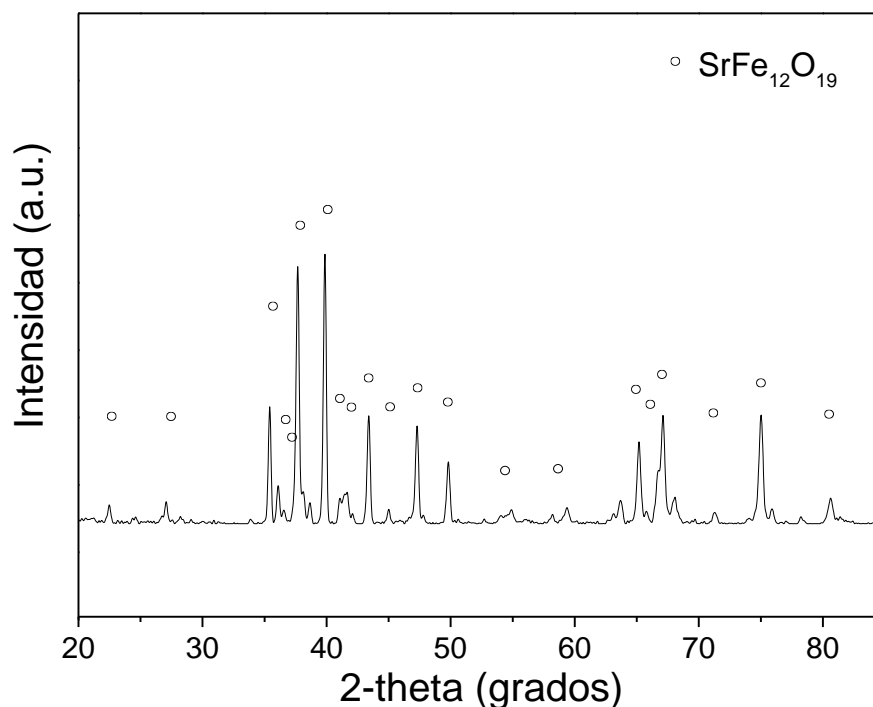


Figura 4.7 Difracción de rayos X de compactos prensados a 750 MPa y sinterizados a 900 °C durante 2h.

Tal como se aprecia en la figura 4.7, el material obtenido es hexaferrita de estroncio, debido a que sólo aparecen los picos de difracción correspondientes a este material, de acuerdo al patrón de difracción ICDS # 16158, con lo cual no queda duda que en las condiciones de procesamiento experimentales se alcanza la fase deseada, con lo cual es esperable que posea las propiedades planteadas en los objetivos de esta tesis.

4.2.2 Efecto de la presión de compactación sobre la densidad de los polvos.

En la figura 4.8 se muestra la curva de compresibilidad de los polvos (gráfica que muestra el comportamiento de variación de la densidad al variar la presión de compactación) de los polvos activados mecánicamente durante 5 horas, PAM, sin tratamiento térmico, los cuales representan los materiales de partida para procesar los compactos mediante metalurgia de polvos.

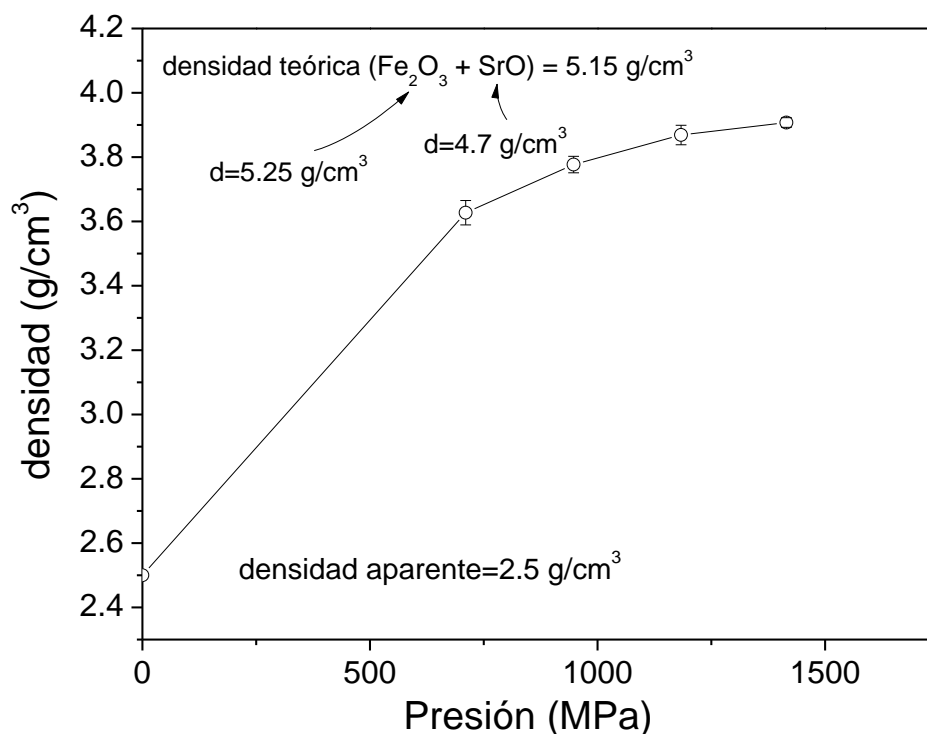


Figura 4.8 Curva de compresibilidad de polvos activados mecánicamente durante 5 horas (PAM).

Tal como se puede observar en la figura 4.8, 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 y disminuye su volumen. Paralelamente, de esta misma gráfica se extrae que la densidad máxima que puede alcanzar el polvo sintetizado es de un valor de 5.15 g/cm³, que corresponde a la densidad teórica de la muestra, que se trata de una mezcla de polvo de óxidos. Adicionalmente, se observa que la mezcla de polvos posee una densidad

aparente (densidad del agregado polvoriento sin ser sometido a una presión externa, sólo la presión atmosférica) del orden de 2.5 g/cm^3 , la cual depende de la composición química, la distribución de tamaños y la morfología del polvo.

4.2.3 Efecto de temperatura de sinterización sobre la densidad de los polvos.

La temperatura de sinterización es la variable del proceso pulvimetalúrgico que permite controlar el nivel de formación de uniones químicas (enlaces), de tal modo que al incrementar la temperatura deberán incrementar las uniones entre partículas y por lo tanto la cohesión molecular. Esta variable está directamente relacionada con la cantidad de uniones mecánicas, ocasionadas por la presión durante la etapa de compactación, así pues es esperable un incremento en densidad al incrementar la presión de compactación y la temperatura de sinterización.

A continuación en la figura 4.9 se presentan las curvas de compresibilidad de los polvos activados mecánicamente, después de ser compactos a diferentes presiones de compactación y sinterizados a diferentes temperaturas.

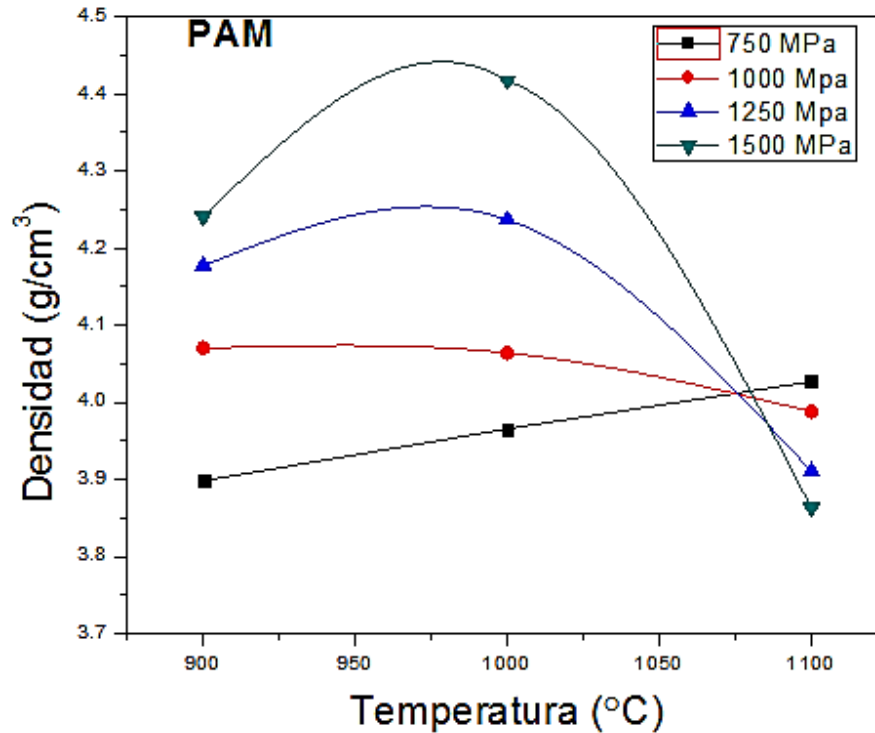


Figura 4.9 Efecto de la temperatura de sinterización sobre la densidad de los compactos de PAM.

En la figura 4.9 muestra que dentro del intervalo de temperaturas entre 900 y 1000 °C la densidad de los diferentes compactos sinterizados va en aumento mientras que al llegar a los 1100 °C la densidad se ve disminuida considerablemente, esto debido a que a partir de los 1000 °C se eliminan las impurezas contenidas en el SrO.

4.2.4. Efecto de la temperatura de sinterización sobre las propiedades magnéticas de los compactos obtenidos.

Adicionalmente al efecto sobre el cambio dimensional, es importante analizar el efecto sobre las propiedades magnéticas, puesto que se trata de un material tecnológico. En la figura 4.10 se presenta el efecto de la temperatura de sinterización sobre las propiedades magnéticas (ciclo de histéresis) de mezclas de polvos compactados a 750 MPa y sinterizados a diferentes

temperaturas. De la observación de los ciclos de histéresis se pueden extraer los siguientes aspectos:

- Los ciclos de histéresis magnéticos obtenidos son muy anchos, lo cual es típico de materiales magnéticos fuertes, con lo cual se confirma la formación de hexaferrita de estroncio, con una coercitividad entre 5 y 6.5 kOe y una magnetización de 57 emu/g a 18 kOe de campo aplicado.
- Al incrementar la temperatura de sinterización disminuye notablemente el campo coercitivo, pasando de 6.1 kOe para 900°C a 4.4 kOe a 1100°C, lo anterior se puede justificar al mejor ordenamiento de la estructura que redunda en una disminución del campo coercitivo del materiales

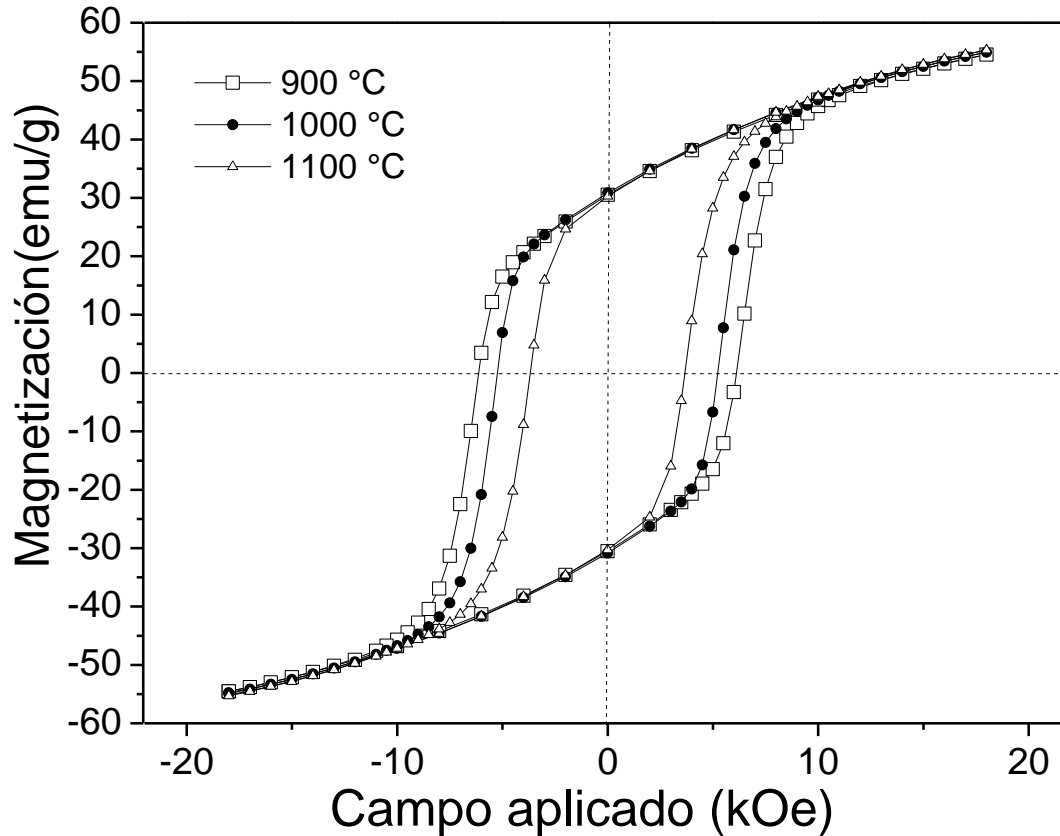


Figura 4.10 Ciclo de histéresis magnético de PAM compactado a 750 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C.

De manera paralela al caso anterior, en la figura 4.11 se presentan los ciclos de histéresis de mezclas de polvos compactadas, en esta caso a la mayor presión de compactación, 1500 MPa y sinterizadas a diferentes temperaturas.

Tal como era de esperar, el comportamiento observado es muy similar al correspondiente a los polvos compactados a 750 MPa, de disminución del campo coercitivo al incrementar la temperatura de sinterización, debido a que sólo cambia la densidad de compactación, pero se mantiene la estructura. Respecto a la magnetización se mantiene constante en todos los casos analizados, debido a que esta variable magnética es una propiedad intrínseca, dependiente únicamente de la composición y de la estructura cristalina, lo cual confirma que no hay cambios estructurales del material al modificar las condiciones de procesamiento.

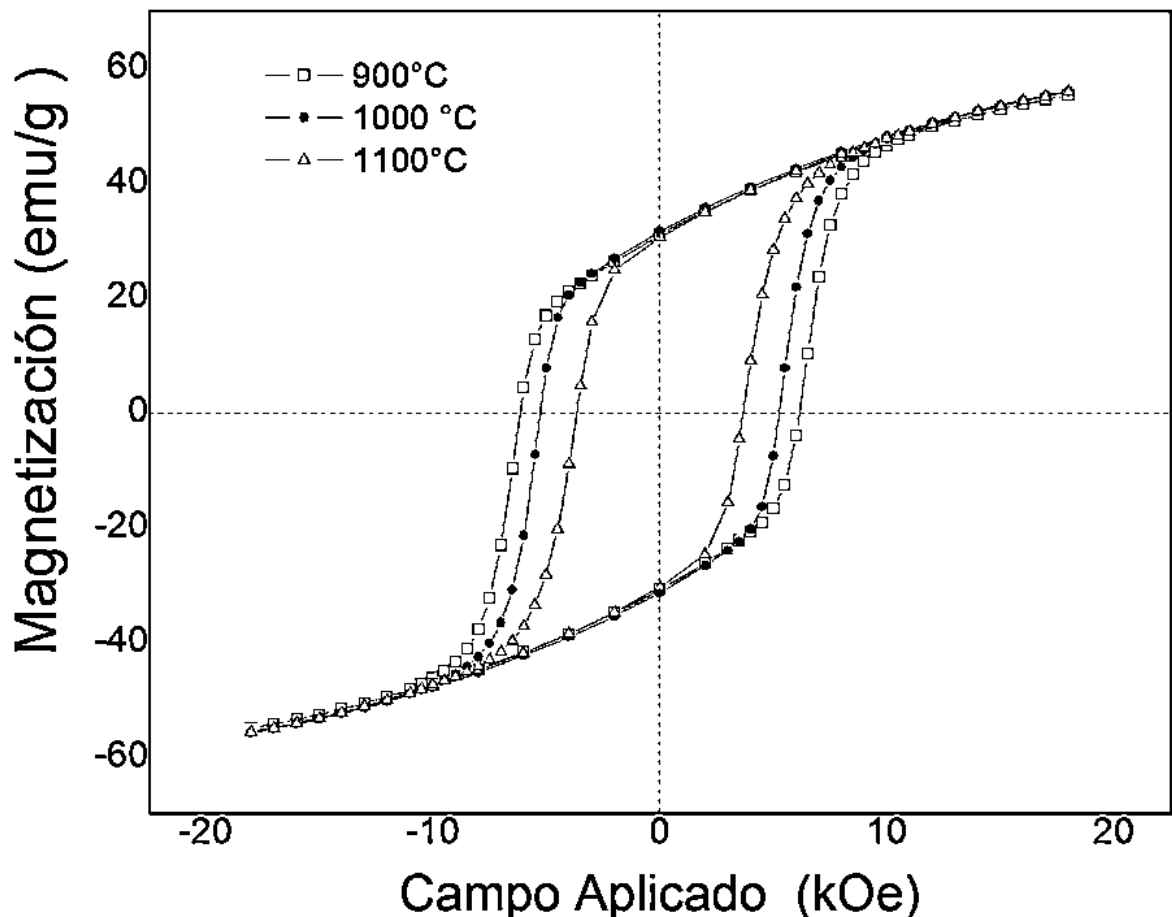


Figura 4.11 Ciclo de histéresis magnético de PAM compactado a 1500 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C.

4.2.5 Efecto de la presión de compactación sobre las propiedades magnéticas.

Con el fin de evaluar de un modo sencillo el efecto de la presión de compactación en las propiedades magnéticas, en la figura 4.12 se presentan los ciclos de histéresis magnéticos de los compactos de polvos activados mecánicamente, prensados 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, sólo se aprecian pequeños incrementos con la magnetización al incrementar la presión, lo cual se debe a que el parámetro más importante para la formación de uniones químicas, incremento de cohesión atómica y crecimiento de grano o cristal, en el sistema estudiado, es la temperatura, como se extraía de los resultados presentados en las figura 4.10 y 4.11.

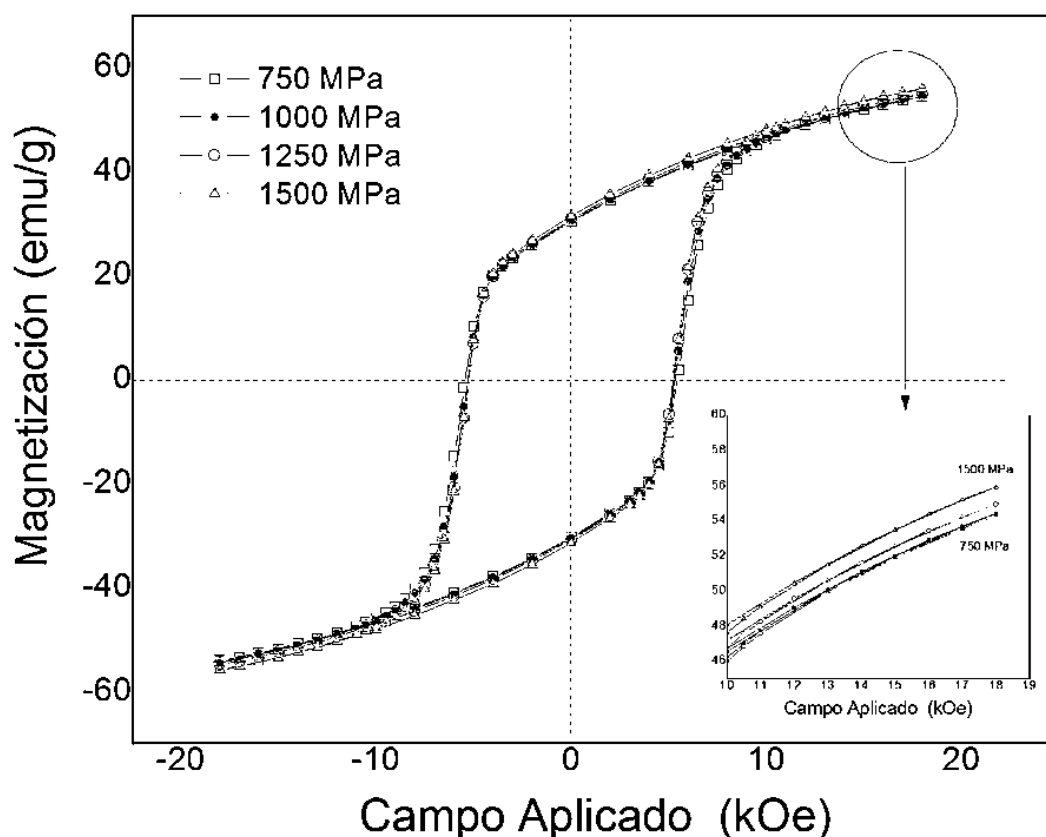


Figura 4.12 Ciclo de histéresis magnético de PAM compactado a diferentes presiones, de 750 a 1500 MPa y tratados térmicamente a 1000 °C durante 2h.

4.2.6 Análisis micrográfico de los polvos obtenidos.

Finalmente, con la finalidad de analizar cualitativamente los compactos obtenidos mediante este método de procesamiento, se obtuvieron micrografías mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), las cuales se presentan en la figura 4.13, donde es posible observar una superficie porosa, típica de materiales obtenidos por metalurgia de polvos, con una distribución heterogénea de la porosidad y con tamaños irregulares de las partículas.

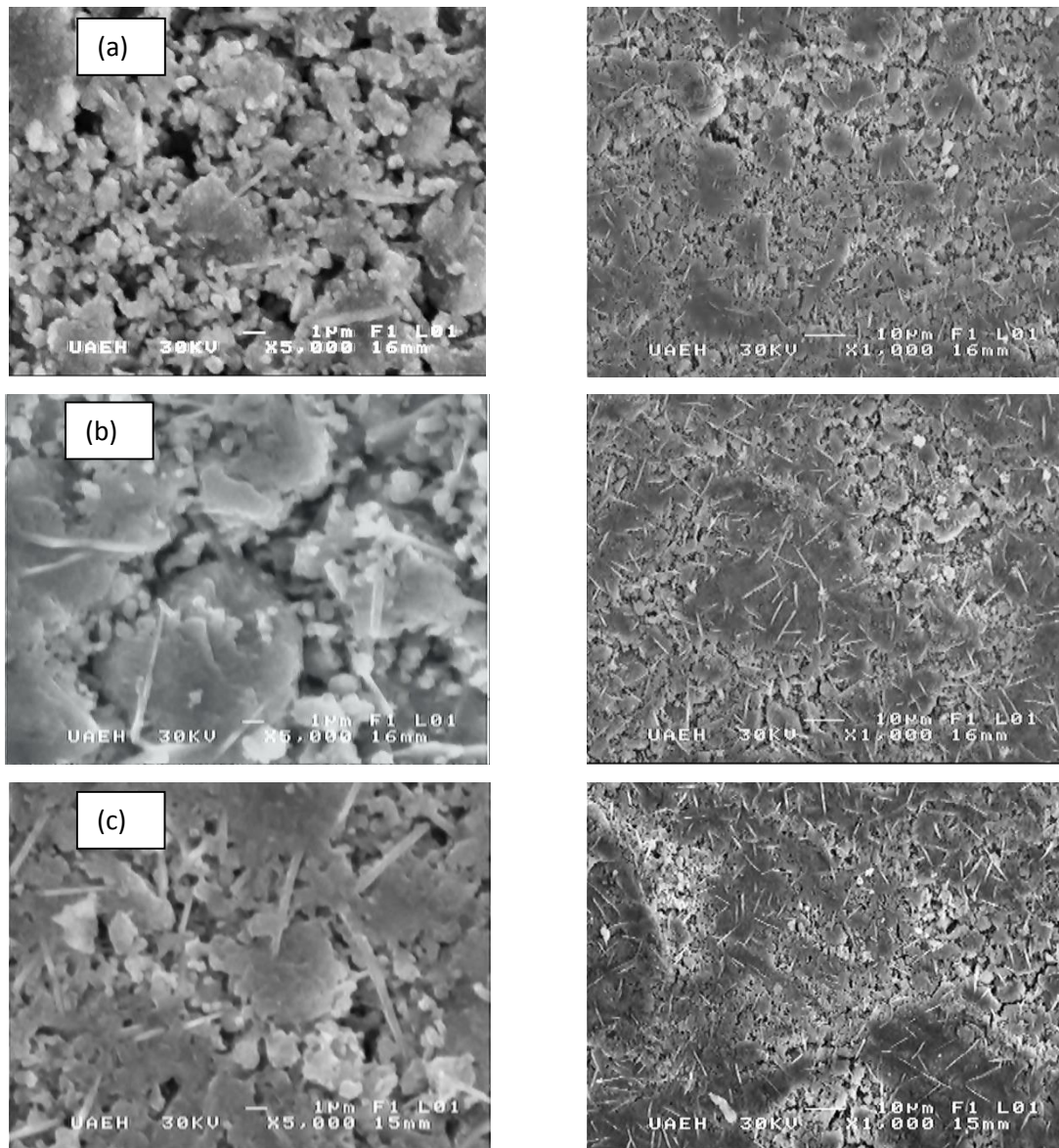


Figura 4.13 Micrografía de compactos PAM prensado a (a) 950 MPa, (b) 1250 MPa y (c) 1500 MPa y sinterizados a 1000 °C durante 2 h.

4.3 Procesamiento mediante metalurgia de polvos activados mecánicamente y tratados térmicamente: PAM-TT.

En este apartado se presentan y discuten los resultados del procesamiento mediante metalurgia de polvos denominados PAM-TT, obtenidos mediante la aplicación de un tratamiento térmico a una temperatura de 850 °C durante 2 h de los polvos activados mecánicamente (PAM). Estas condiciones fueron seleccionadas debido a que en estudios previos se determinó que bajo estas condiciones de síntesis se logra obtener hexaferrita de estroncio, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, a una temperatura mucho más baja que la usada en el método cerámico tradicional, también denominado reacción en estado sólido (13).

Los polvos tratados térmicamente se sometieron a las condiciones de procesamiento mediante metalurgia de polvos, MP:

- Presiones de compactación: 750, 1000, 1250 y 1500 MPa.
- Temperaturas de sinterización: 900, 1000 y 1100 °C durante 2 horas.

Lo anterior se describe esquemáticamente en la figura 4.14.

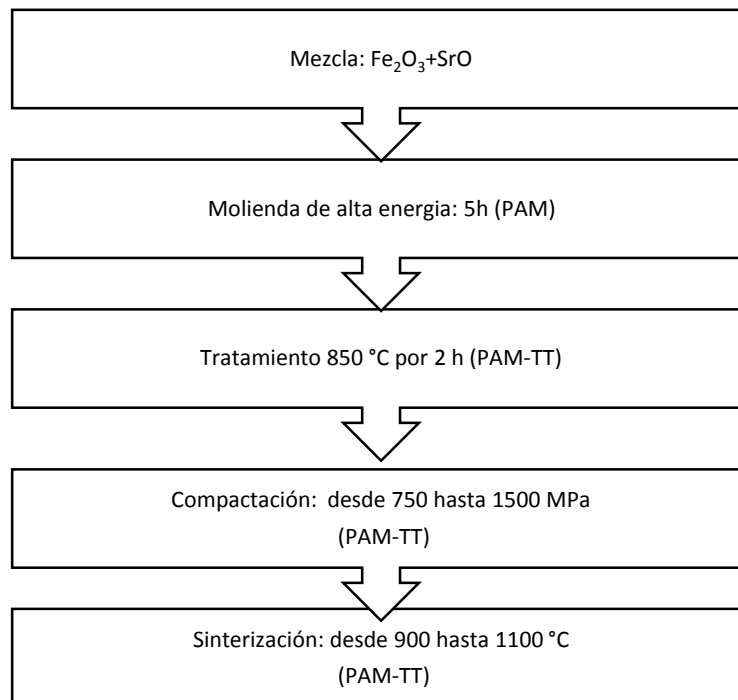


Figura 4.14 Proceso experimental PAM-TT.

4.3.1 Tratamiento térmico de los PAM para obtener PAM-TT.

En este apartado se muestran resultados que reafirman la reproducibilidad del proceso de síntesis de la hexaferrita de estroncio (7), para ello, en la figura 4.15 (a) se muestra el difractograma de los PAM sin tratamiento térmico, así como los obtenidos de las mezclas de polvo sometidos a un tratamiento a 850°C durante 2h, PAM-TT (b). Si se comparan los difractogramas mostrados en la figura se observa que los picos de reflexión se han estrechado para el material tratado térmicamente, se encuentran bien definidos y se han desplazado de posición con respecto a los picos que se muestran en la mezcla que no tiene tratamiento térmico, lo anterior confirma el cambio en la estructura cristalina y el incremento del tamaño de cristal, debido a que cada estructura cristalina presenta picos de reflexión asociados a aquellos planos que cumplen la Ley de Bragg.

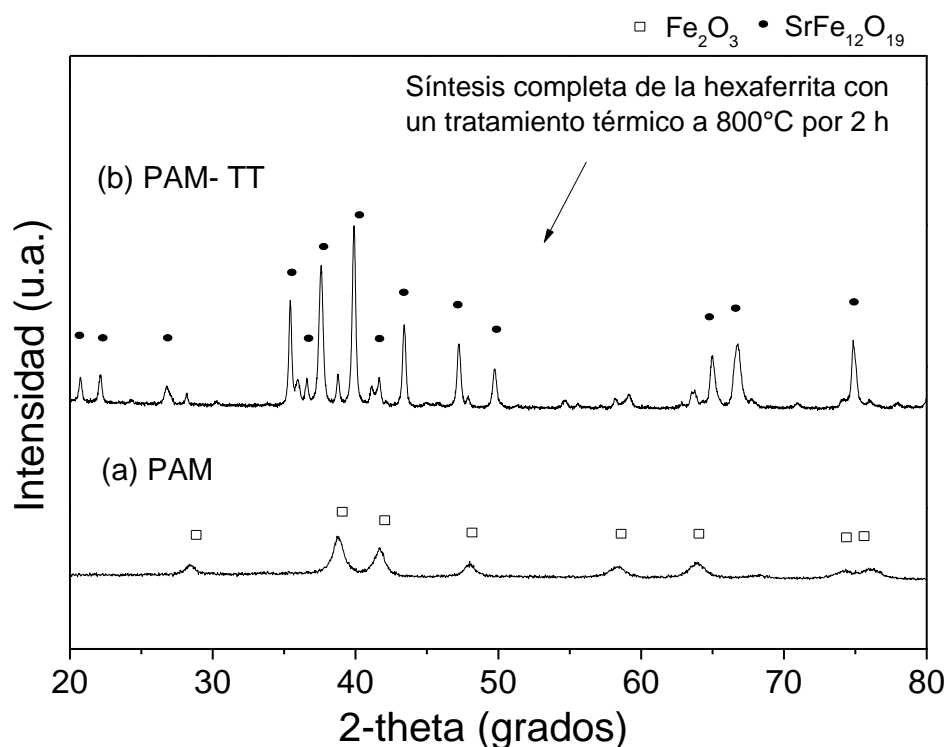


Figura 4.15 Diagrama de DRX de mezclas de polvos precursores ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SrO}$): (a) PAM molidos durante 5 h y (b) PAM-TT, molidos durante 5 h y tratadas térmicamente a 850 °C durante 2 horas.

En el difractograma de la figura 4.15 inciso (b), donde se presenta el difractograma de compactos de mezclas activadas y tratadas térmicamente a 850°C durante 2 h, es evidente la desaparición de los picos de difracción correspondiente a los óxidos de partida Fe_2O_3 y SrO , y en su lugar se distingue la presencia de los picos típicos de la hexaferrita de estroncio, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, de acuerdo al patrón de la $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ (ICSD # 16158), lo cual indica que se ha formado el compuesto.

Adicionalmente, y con el fin de corroborar el efecto del tratamiento térmico en la obtención de los compactos de PAM-TT a través de su comportamiento magnético, se presentan en la figura 4.16 los magnetogramas o ciclos de histéresis magnética de ambos materiales, activados mecánicamente pero uno con tratamiento térmico y otro sin tratamiento térmico.

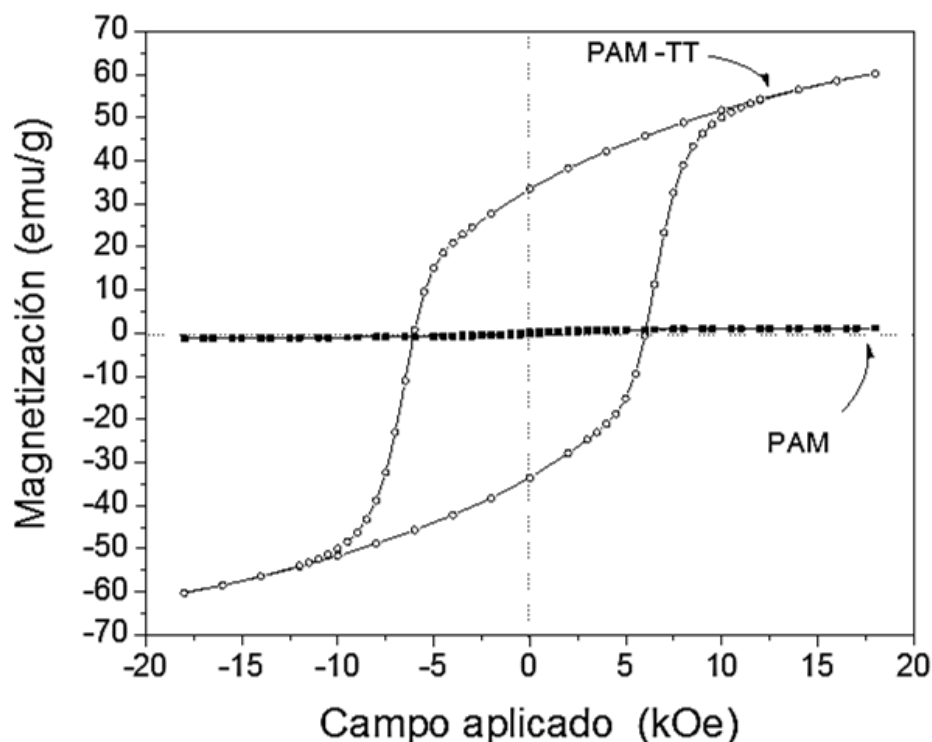


Figura 4.16 Ciclos de histéresis, a temperatura ambiente, de los PAM y PAM-TT.

Si se observa el ciclo de histéresis mostrado en la figura 4.16, correspondiente a la muestra PAM-TT, se confirma que se trata de una ferrita hexagonal, debido a que presenta un campo coercitivo muy elevado (6 kOe) y una magnetización específica de saturación por encima de

60 emu/g, valor superior a muchos de los reportados para este tipo de ferrita hexagonal sintetizadas por otras técnicas (13). Cabe mencionar que debido a que los polvos PAM manifiestan valores de magnetización y de campo coercitivo muy bajos, con la escala empleada su ciclo de histéresis aparenta ser una línea casi horizontal, lo cual se debe a que en dichas condiciones el comportamiento magnético es el que presentan los óxidos de partida que están activados, pero sin formar una nueva estructura cristalina.

A continuación en las figuras 4.17 y 4.18, y con la intención de realizar una caracterización cualitativa de la morfología de los polvos de hexaferrita sintetizados, PAM-TT, se muestran micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido con distintas magnificaciones.

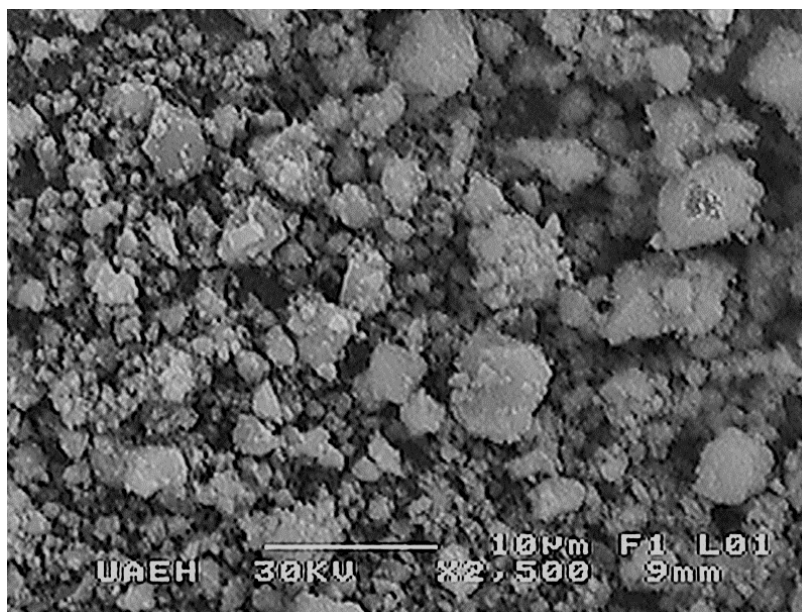


Figura 4.17 Micrografía de PAM-TT, X2500

En la figura 4.17 se pueden observar tamaños de partícula de entre 1 a 5 micrómetros, con morfología irregular, asociado al proceso de procesamiento (molienda). Por otro lado en la figura 4.18, se puede apreciar que las partículas están constituidas por la aglomeración de pequeñas partículas irregulares con tamaños alrededor de 300 nm.

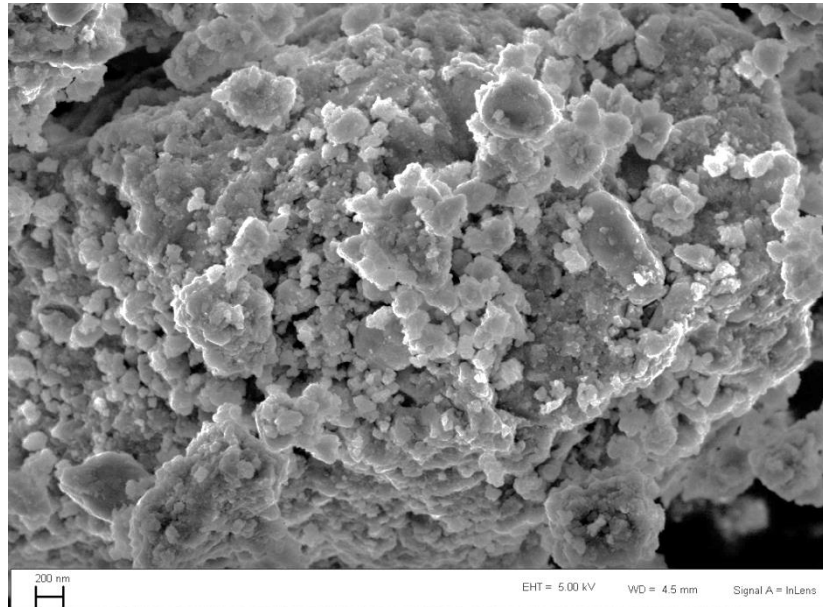


Figura 4.18 Micrografía de PAM-TT, X10000.

Del análisis de los resultados mostrados en las micrografías, se puede argumentar que la gran cantidad de superficie específica del polvo, cuyas unidades son m^2/g , originada de los pequeños tamaños de partícula producidos por la molienda, promueven la formación de la hexaferrita de estroncio, ya que al aplicar el tratamiento térmico a $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas la difusión atómica y las transformaciones de fase son más fáciles de llevar cabo en comparación con el método cerámico tradicional.

4.3.2. Curvas de compresibilidad de los polvos de PAM-TT

En los siguientes apartados se muestran los resultados del procesamiento mediante MP, aplicando presión a los polvos PAM-TT para densificarlos, y su posterior sinterización, con la finalidad de obtener compactos con geometría y dimensiones bien definidas de manera controlada, este conocimiento se puede aplicar para producir piezas acabadas, capaces de satisfacer alguna necesidad o aplicación donde de las propiedades magnéticas son fundamentales.

Es por lo anterior, que en la figura 4.19 se presenta la curva de compresibilidad de los polvos PAM-TT. Como se mencionaba en apartados anteriores, la compresibilidad es la capacidad de las sustancias polvosas para compactarse o densificarse cuando se le aplica una presión superior a la presión atmosférica, en la figura la presión atmosférica está representada con un valor de presión igual a cero, cabe recordar que el procedimiento para calcular la presión de compactación y la densidad de los compactos se describe en el capítulo III desarrollo experimental.

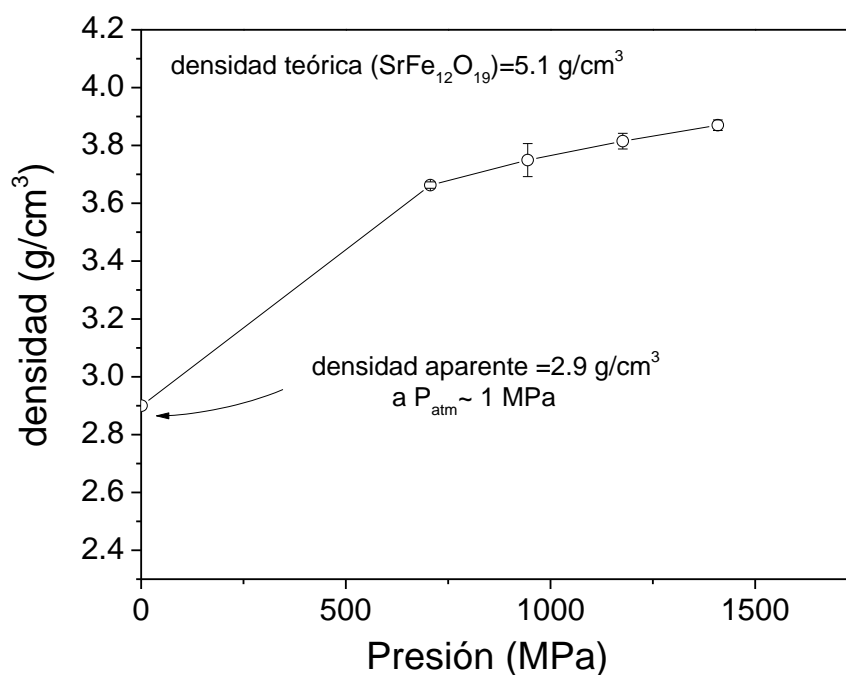


Figura 4.19 Curva de compresibilidad de polvos de PAM-TT.

La curva de compresibilidad presentada en la figura 4.19 muestra un incremento de densidad muy pronunciado, en el intervalo de presión atmosférica hasta 750 MPa, posteriormente se observa un incremento más suave de la densidad con incrementos de presión, poniendo en evidencia que se requieren presiones muy altas para conseguir una densidad cercana a la máxima o teórica. El comportamiento de la curva de compresibilidad del polvo de PAM-TT, se justifica tomando en cuenta que se trata de un material cerámico y como tal tiene muy poca capacidad de deformación plástica, lo cual dificulta la reducción de los espacios o poros entre cada una de las partículas del compacto, en ese sentido es conveniente señalar que no

es recomendable aplicar presiones muy elevadas porque implica mayor suministro energético que se traduce en mayor gasto económico, así como la necesidad de prensas muy grandes y robustas, además del uso de moldes y utillajes muy duros y tenaces, por lo tanto se debe de asumir un criterio que permita obtener compactos con las propiedades físicas necesarias para su aplicación final, pero que no conlleve un excesivo gasto económico que transforme en incosteable el producto. Con base en lo anterior y tomando en cuenta la información de experiencias previas a nivel industrial (27), se puede asegurar que el rango de presiones aplicados a los polvos de PAM-TT, dan como resultado una densidad del compacto, que le confieren una resistencia en verde suficiente para manipularlo sin que se fracture y continuar con la sinterización, que es la siguiente etapa del proceso pulvimetalúrgico.

4.3.3 Sinterización y densidad de los compactos de PAM-TT.

A continuación, en la figura 4.20 se presenta el efecto de la temperatura de sinterización sobre la densidad de los compactos de PAM-TT que se obtuvieron en el apartado 4.2.2.

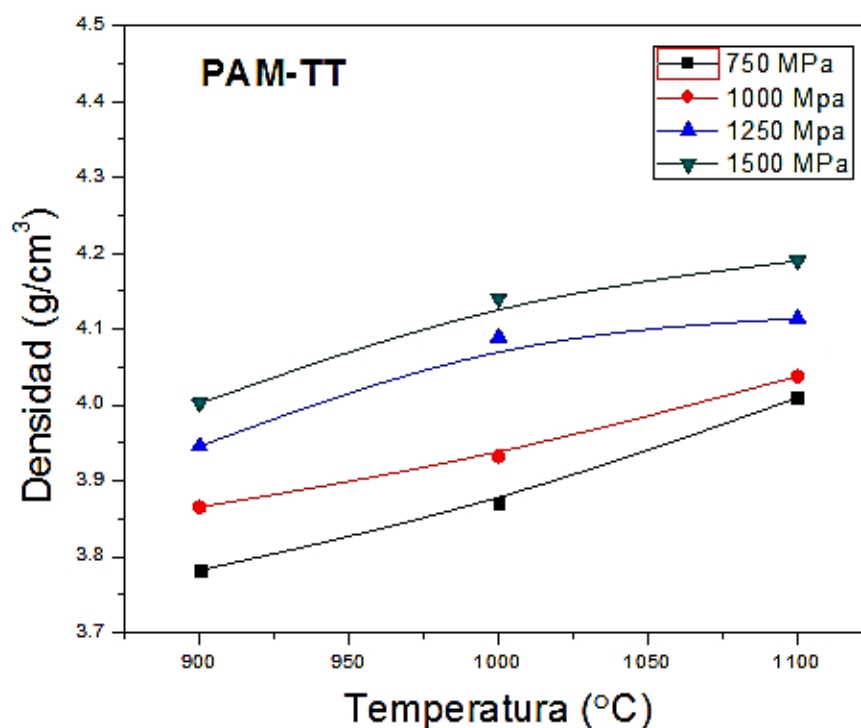


Figura 4.20 Efecto de la temperatura de sinterización sobre la densidad de los compactos de PAM-TT.

En la figura 4.20 se observa que para las cuatro curvas la densidad se incrementa cuando la temperatura de sinterización aumenta, adicionalmente los incrementos de presión también incrementan la densidad de los compactos sinterizados. De lo anteriormente descrito se puede argumentar que las altas presiones promueven una mayor interacción de la superficie de contacto entre las partículas que facilitan la difusión en estado sólido al aplicar calor y por ende aumenta la densidad del compacto.

4.3.4. Efecto de la temperatura de sinterización sobre las propiedades magnéticas de los compactos obtenidos (PAM-TT).

Con el objetivo de conocer el comportamiento magnético de los materiales compactados y especialmente, el modo en que afecta la interacción entre las partículas compactadas sobre las propiedades magnéticas, en la figura 4.21 se presentan los ciclos de histéresis magnéticos de los compactos de polvos PAM-TT compactados a 750 MPa y posteriormente sinterizados a diferentes temperaturas, desde 900 hasta 1100°C durante 2 h.

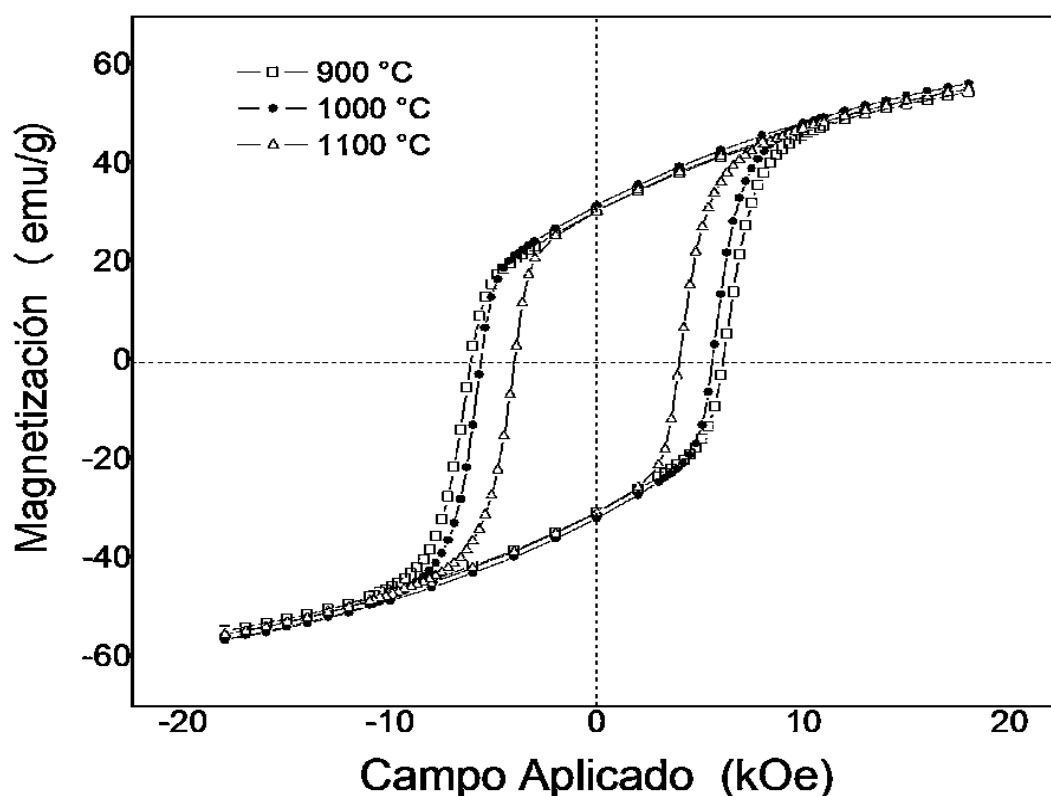


Figura 4.21 Ciclo de histéresis magnético de PAM-TT compactado a 750 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C.

De manera paralela que en el caso anterior, en la figura 4.22 se presentan los ciclos de histéresis magnéticos de los compactos de polvos de PAM-TT, pero ahora compactado a una presión de 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 mostrados en el capítulo 4.2, 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 1100 y 900 °C, respectivamente. Este es el mismo comportamiento observado en la figura 4.22, con lo cual se concluye que al incrementar la temperatura de sinterización, disminuye el campo coercitivo, lo anterior se atribuye a una mayor interacción 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.

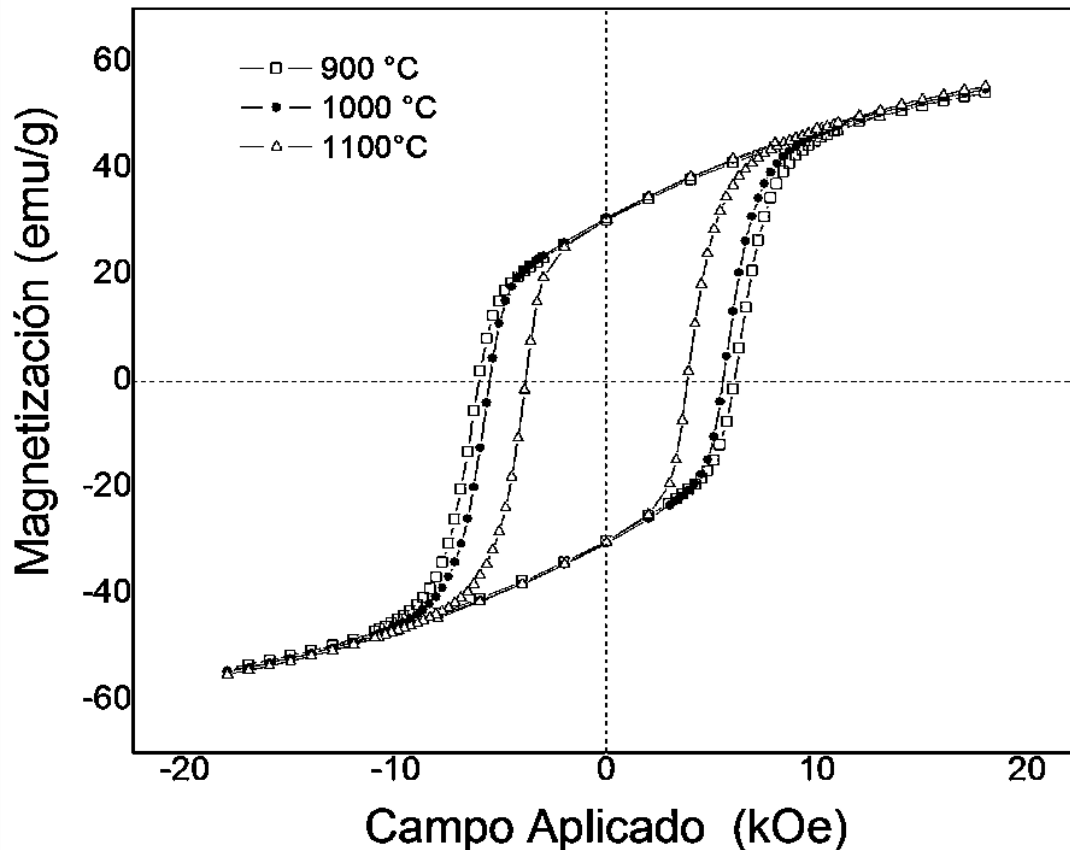


Figura 4.22 Ciclo de histéresis magnético de polvos de PAM-TT compactado a 1000 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C.

En la figura 4.23 se presentan los ciclos de histéresis magnéticos de los compactos de polvos de PAM tratados térmicamente y compactados 1250 MPa y posteriormente sinterizados a diferentes temperaturas (900 a 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 (9), 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.

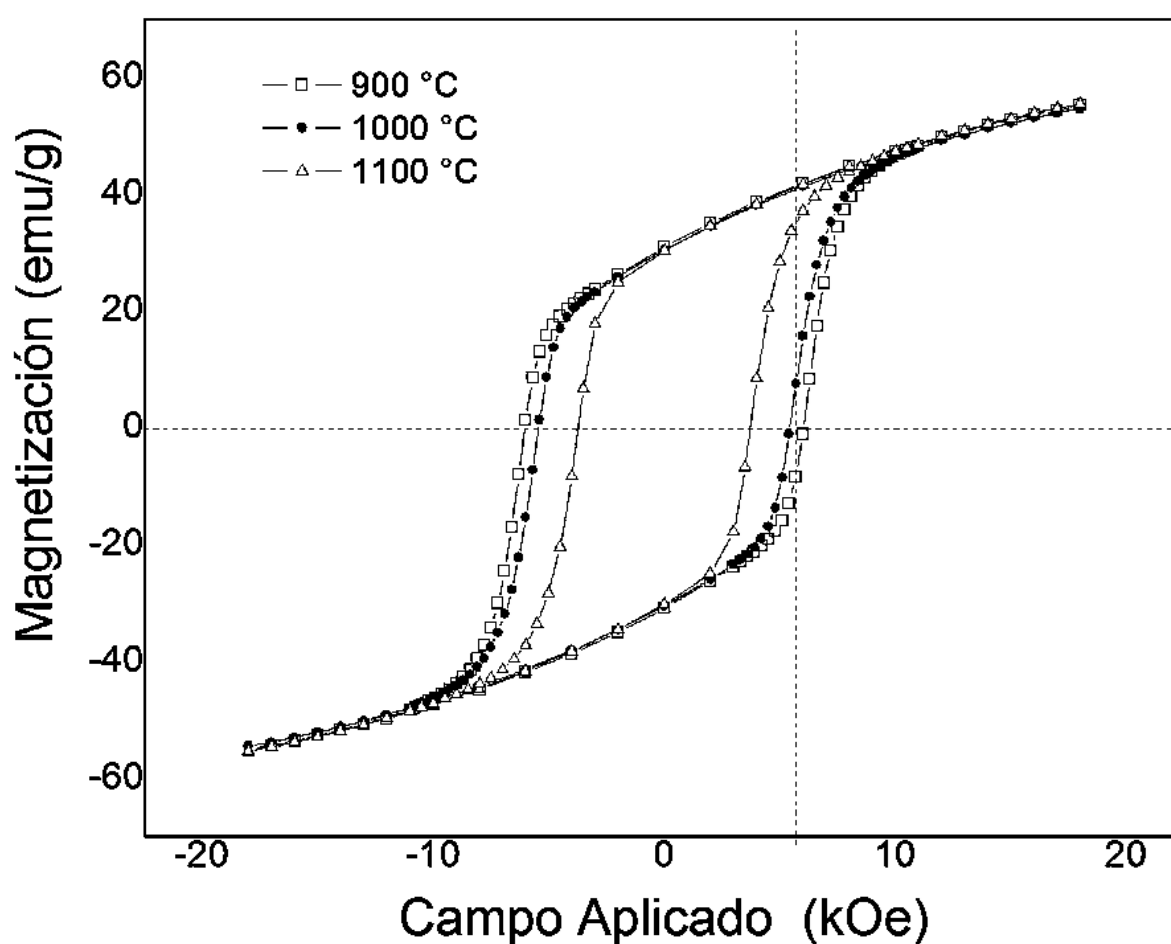


Figura 4.23 Ciclo de histéresis magnético de PAM-TT compactado a 1250 MPa y tratados térmicamente a diferentes temperaturas: de 900 a 1100 °C.

4.3.5 Efecto de la presión de compactación sobre las propiedades magnéticas

En la figura 4.24 se presentan los ciclos de histéresis magnéticos de los compactos de polvos de PAM-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 4.22.

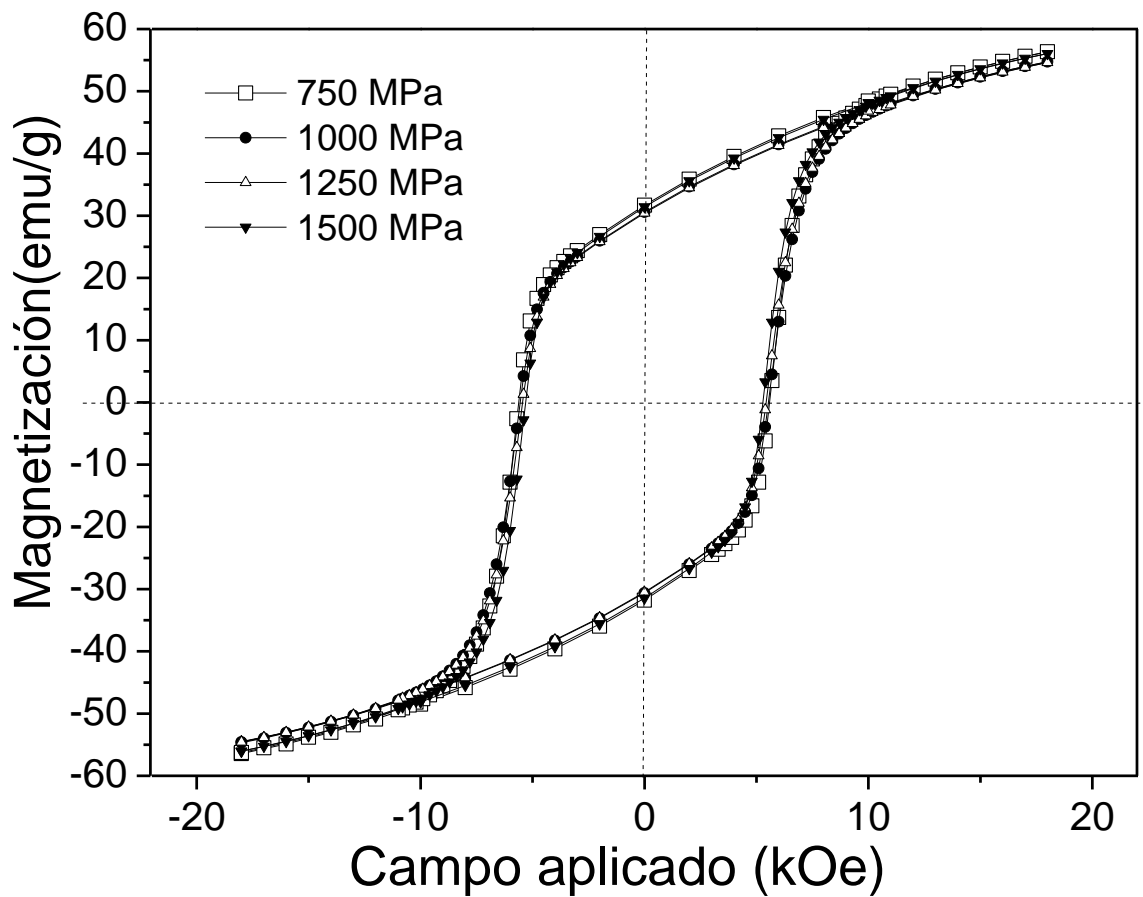


Figura 4.24 Ciclo de histéresis magnético de polvos de PAM-TT compactado a diferentes presiones (750 a 1500 MPa) y tratados térmicamente a 1000 °C.

4.3.6 Análisis micrográfico de los compactos obtenidos.

Como en el caso del PAM, y con el objetivo de analizar cualitativamente los compactos obtenidos mediante este método de procesamiento, se obtuvieron micrografías mediante microscopia electrónica de barrido (MEB), las cuales se presentan en la figura 4.25, donde es posible observar como la presión va teniendo efecto en la densidad de las probetas pues en las probetas compactadas a más altas presiones, los espacios entre partículas fue reduciéndose y una menor cantidad de poros puede observarse, esto puede explicarse argumentado que a mayores presiones de compactación se propicia una mayor interacción entre la superficie de contacto de las partículas lo cual facilita la difusión atómica promovida por el calor aplicado.

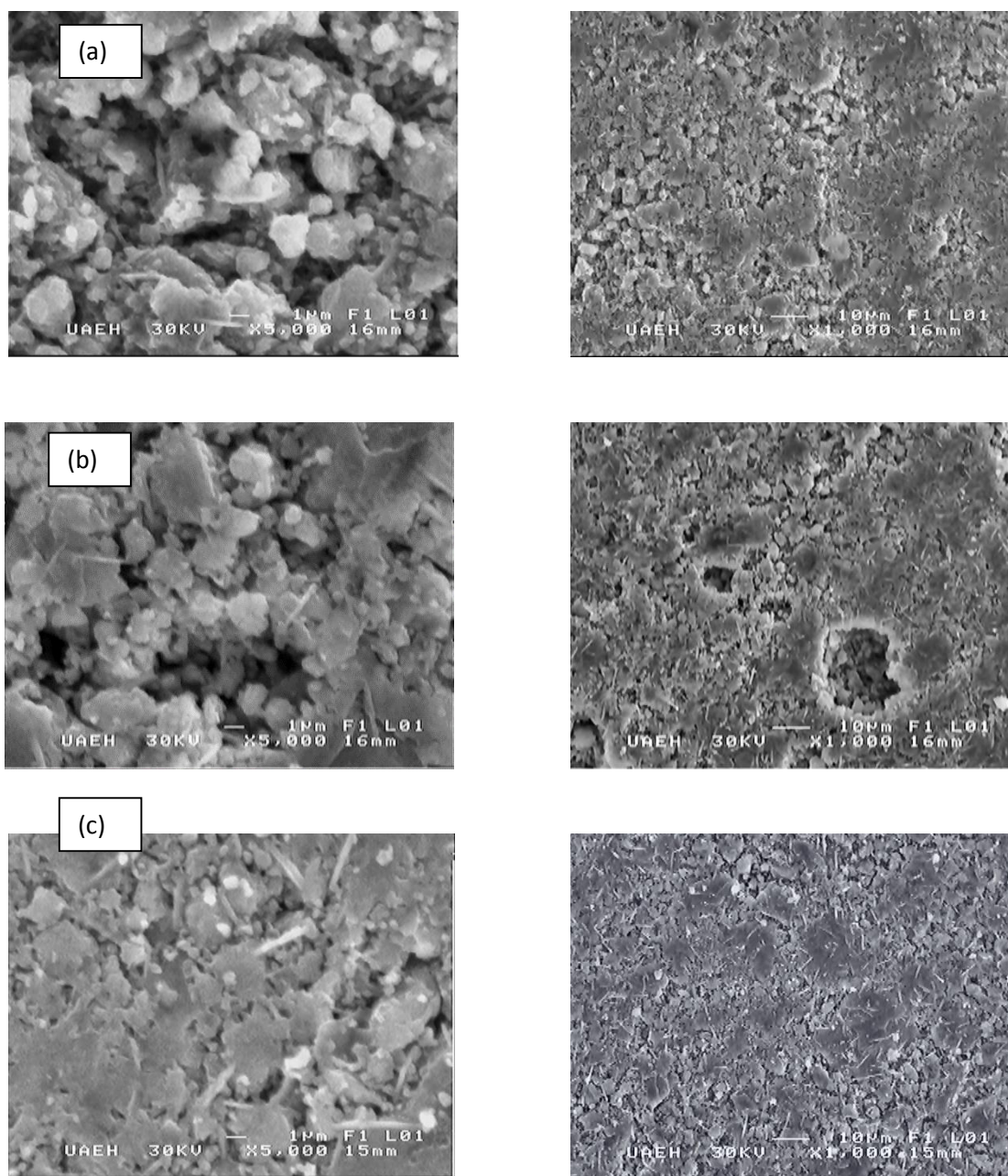


Figura 4.25 Micrografía de compactos PAM prensado a (a) 950 MPa, (b) 1250 MPa y (c) 1500 MPa y sinterizados a 1000 °C durante 2 h.

4.4 Análisis comparativo de los dos métodos de procesamiento PAM y PAM-TT.

En este apartado se presentan y discuten los resultados del análisis comparativo de los métodos de procesamiento empleados, enfocándose en el modo en que afectan la presión de compactación y la temperatura de sinterización sobre las propiedades magnéticas y microestructurales de los compactos obtenidos, una vez que se ha demostrado que ambos métodos son útiles para el procesamiento de este tipo de materiales magnéticos, las hexaferritas de estroncio.

En la figura 4.26 se presenta el análisis comparativo del efecto de la presión de compactación sobre la magnetización y la coercitividad, observando en primer lugar que la magnetización (a) no se ve muy afectada, sólo a bajas presiones de compactación, donde la magnetización incrementa ligeramente, mientras que la coercitividad (b) si se nota muy afectada por esta variable, particularmente se observa que en general al incrementar la presión de compactación, disminuye la coercitividad y los polvos que han sido activados con posterior tratamiento térmico, presentan en todo el rango de presiones de compactación, mayores valores de coercitividad, del orden del 7% superior.

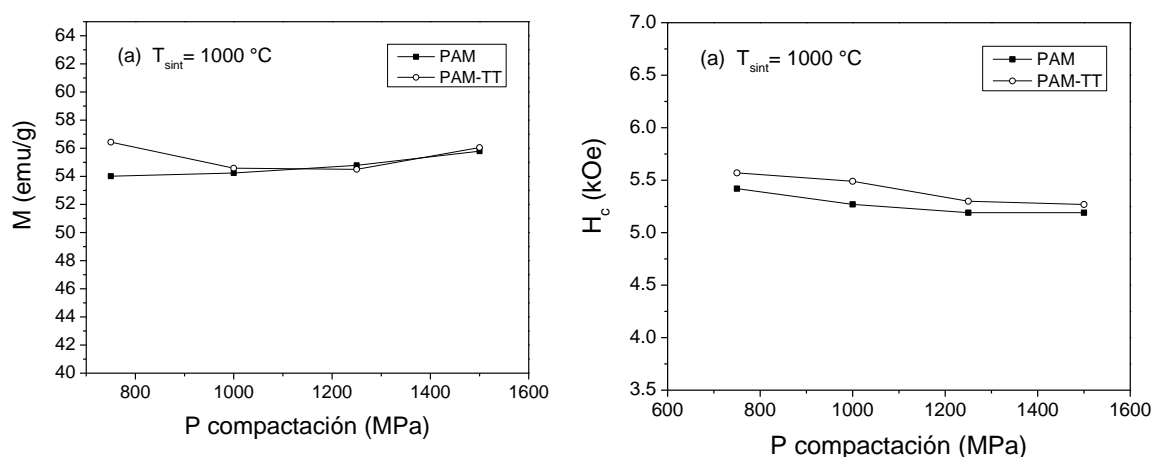


Figura 4.26 Efecto de la presión de compactación sobre la (a) magnetización a 18 kOe y sobre la (b) coercitividad, para compactos PAM y PAM-TT sinterizados a 1000 °C durante 2 h.

En la figura 4.27 se presenta el análisis comparativo del efecto de la temperatura de sinterización sobre la magnetización. Como se vislumbraba del análisis de los resultados de los apartados anteriores, la magnetización no muestra diferencias apreciables, mientras que la coercitividad o campo coercitivo siempre es mayor para las PAM-TT, lo que se asocia a mayor desorden estructural generada durante el proceso tratamiento térmico antes de someterlo al proceso pulvimetalúrgico de compactación y sinterización.

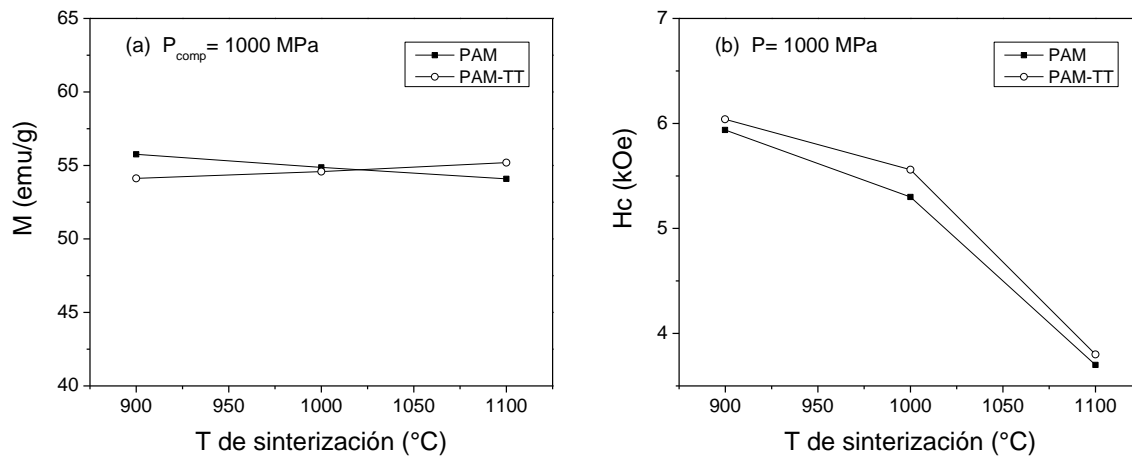


Figura 4.27 Efecto de la temperatura de sinterización sobre la (a) magnetización a 18 kOe y (b) coercitividad, para compactos PAM y PAM-TT prensados a 1000 MPa.

Conclusiones

Se sintetizaron exitosamente hexaferritas de estroncio ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) con estructura hexagonal a partir de óxido de hierro (Fe_2O_3) y óxido de estroncio (SrO), determinando como condiciones experimentales óptimas la molienda durante 5 h y un tratamiento térmico a 850°C durante 2h.

Las partículas tienen una morfología irregular para los PAM al igual que para los PAM-TT a 700, 900 y 1000°C , por lo cual la temperatura no modifica la morfología de las partículas.

Mediante el método de molienda mecánica seguido de un TT se obtienen resultados magnéticos mejores o parecidos que a comparación de otros métodos de procesamiento, además de que con éste método existe una optimización de procesos, de tiempo, energía y recursos económicos.

La caracterización magnética de las probetas mostró que la coercitividad se ve afectada con la temperatura. Al incrementar la temperatura de sinterización disminuye notablemente el campo coercitivo, ejemplo: para la presión de 750 MPa; 6.1 kOe a 900°C a 4.4 kOe para 1100°C , lo anterior se puede justificar al mejor ordenamiento de la estructura que redunda en una disminución del campo coercitivo de los materiales.

La presión más adecuada para este trabajo es la de 1000 MPa debido a que con la de 750 MPa hay un incremento considerable de la densidad y lo mismo ocurre con la de 1000 MPa pero a partir de ésta, las presiones elevadas que siguen tienen un efecto mínimo en la densidad, entre mayor sea la presión que se ejerza sobre el polvo el incremento sobre su densidad es poco.

La temperatura de 900°C es la más óptima pues con el resto de las temperaturas 1000- 1100°C favorecen a la densidad pero su comportamiento magnético se nota muy afectado.

La sinterización de los compactos PAM proporciona la energía suficiente para obtener la hexaferrita de estroncio.

Mediante la ruta PAM y PAM TT se obtiene la hexaferritas de estroncio ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$), la diferencia es que la ruta PAM permite optimizar recursos como lo es el tiempo, energía eléctrica y etapas procesos. Aplicando esto de manera industrial se optimizaría un recurso económico de manera muy considerable.

Los ciclos de histéresis magnéticos obtenidos para los PAM y PAM-TT sinterizados, son muy anchos, lo cual es típico de materiales magnéticos duros, con lo cual se confirma la formación de hexaferrita de estroncio, con una coercitividad entre 5 y 6.5 kOe y una magnetización de 57 emu/g a 18 kOe de campo aplicado.

Glosario

Ferritas. Son óxidos magnéticos con una baja conductividad eléctrica, su principal constituyente es el hierro de aquí el nombre de ferritas, los átomos que constituyen a este tipo de materiales proporcionan estructuras cristalinas muy complejas que proveen de propiedades de anisotropía en su permeabilidad magnética.

Síntesis. Es un proceso elemental en el que dos sustancias químicas reaccionan para generar un solo producto. Elementos o compuestos sencillos que se unen para formar un compuesto más complejo.

Mecanosíntesis. Es una técnica basada fundamentalmente en reacciones en estado sólido, lo cual significa que los procesos involucrados en la evolución de la microestructura ocurren sin salir de la fase sólida; por tanto, no requiere pasar por los puntos de fusión de los elementos participantes de la reacción.

Molienda. Es la última etapa en el proceso de conminución de las partículas metálicas; en esta etapa se reduce el tamaño de las partículas por una combinación de mecanismos de quebrado de impacto y abrasión, ya sea en seco o en húmedo.

Molino de bolas. Es un recipiente cilíndrico rotatorio de acero que se conoce como molino de rodamiento de carga, los que contiene una carga suelta de cuerpos de trituración, el medio de molienda, libre para moverse dentro del molino y pulverizar así las partículas metálicas, en este caso el medio de molienda son bolas de acero.

Estequiometria. Medición y cálculo de las cantidades de los elementos presentes en los compuestos y en las reacciones químicas.

Tratamiento térmico. Conjunto de operaciones de calentamiento y enfriamiento, bajo condiciones controladas de temperatura, tiempo de permanencia, velocidad y presión.

Sinterización. Es el tratamiento térmico de un polvo o compactado metálico o cerámico a una temperatura inferior a la de fusión de la mezcla, para incrementar la fuerza y la resistencia de la pieza creando enlaces fuertes entre las partículas.

Punto de fusión. Es la temperatura a la cual se encuentra el equilibrio de fases sólido-líquido, es decir la materia pasa de estado sólido a estado líquido, se funde. Cabe destacar que el cambio de fase ocurre a temperatura constante. El punto de fusión es una propiedad intensiva.

Espín. Se refiere a una propiedad física de las partículas subatómicas, por la cual toda partícula elemental tiene un momento angular intrínseco de valor fijo. Se trata de una propiedad intrínseca de la partícula como lo es la masa o la carga eléctrica.

Momento magnético. Es una cantidad que determina la fuerza que el imán puede ejercer sobre las corrientes eléctricas y el par que un campo magnético ejerce sobre ellas. Un bucle de corriente eléctrica, un imán de barra, un electrón, una molécula y un planeta, todos tienen momentos magnéticos.

Remanencia. Es la capacidad de un material para retener el magnetismo que le ha sido inducido, es decir, la magnetización que persiste en un imán permanente después de que se retira el campo magnético externo.

Campo coercitivo. Es el campo de sentido contrario necesario para anular el magnetismo remanente.

Histéresis. Es la tendencia de un material a conservar una de sus propiedades, en ausencia del estímulo que la ha generado.

Ciclo de histéresis. Ciclo que traza la magnetización en un material ferromagnético o ferrimagnético cuando el campo magnético es alterado.

Magnetización de Saturación. Es un efecto que se observa en algunos materiales magnéticos, y se caracteriza como el estado alcanzado cuando cualquier incremento posterior en un campo de magnetización externo H no provoca un aumento en la magnetización del material.

Coercitividad. Campo magnético necesario para forzar los dominios en una dirección opuesta a la orientación de la magnetización. Ésta es una propiedad sensible a la microestructura.

Metalurgia de polvos. Es el estudio del procesamiento de polvos metálicos, incluyendo la fabricación, caracterización y conversión de polvos metálicos en componentes ingenieriles útiles.

Compactación uniaxial. Es un proceso de conformado de polvos en el que la presión se transmite a la masa de polvos en una única dirección.

Densidad teórica. Es la magnitud que expresa la relación entre la masa y el volumen de una sustancia.

Densidad aparente. La densidad aparente es una magnitud aplicada en materiales de constitución heterogénea, y entre ellos, los porosos como el suelo, los cuales forman cuerpos heterogéneos con intersticios de aire u otra sustancia, de forma que la densidad total de un volumen del material es menor que la densidad del material poroso si se compactase. La densidad aparente de un material no es una propiedad intrínseca del material y depende de su compactación.

Bibliografía

1. *Procesos de obtención de ferritas hexagonales tipo M*. **J. Dufour, C. Negro, R. Letorre, F. López-Mateos y A. Formoso**.
2. **Fuentes, Humberto Peredo**. Substitución de Fe³⁺ por los Iones de Aluminio en Hexaferrita de Bario BaFe₁₂O₁₉. Queretaro : IPN, 2008.
3. **Askeland, D. R., Fulay, P. P. y Wright, W J**. *The Science and Engineering of Materials*. United States : Cengage Learning, 2011.
4. **National Institute for Materials Science**. Magnetic Materials Units. [En línea] 2014. [Citado el: 18 de Junio de 2014.] <http://www.nims.go.jp/apfim/index.html>.
5. **University of Birmingham**. Magnetic Materials Background Information. [En línea] 18 de Junio de 2014. [Citado el: 18 de Junio de 2014.] <http://www.birmingham.ac.uk/research/activity/metallurgy-materials/magnets/Magnetic-Materials-Background-Information.aspx>.
6. **D., Callister William**. *Introducción a la ciencia e Ingeniería de los materiales*. s.l. : Reverté S. A., 2002, págs. 686-703.
7. **Askeland, Donald R**. *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. 6a. México D.F. : CENGAGE LEARNING, 2012. pág. 942.
8. **Sánchez, Jorge**. *Caracterización magnética y microestructural de ferritas de itrio dopadas con gadolinio (tesis)*. Mineral de la Reforma : U.A.E.H., 2013.
9. *Hexagonal ferrites: A review of the synthesis, properties and applications of hexaferrite ceramics*. **Pullar, Robert C**. 2012, Progress Mat. Sci., Vol. 57, págs. 1191-1334.
10. *Amorphization of Co base alloy by mechanical alloying*. **Bolarín-Miró, A.M., y otros**. 2011, J. Non-crystalline Solids, Vol. 357, págs. 1705–1709.
11. *Single crystal growth from the melt and magnetic properties of hexaferrites–aluminates*. **Pavlova, S.G., Balbashov, A.M. y Rybina, L.N.** 1, s.l. : Elsevier, 2012, Journal of Crystal Growth, Vol. 351, págs. 161-164.
12. **Schafer, Saxena, Antolovich, Sanders, Warner**. *Ciencia y Diseño de Materiales para Ingeniería*. México : CECSA, 2006.
13. *Hexagonal ferrites: A review of the synthesis, properties and applications of hexaferrite ceramics*. **Pullar, Robert C**. 2012, Progress in Materials Science.
14. **F.Shackelford, James**. *Ciencia de Materiales para Ingenieros*. Edo. de México : Pearson Educación, 1995.

15. **Anonimo.** Wikiversidad. [En línea] 22 de Abril de 2012. [Citado el: 20 de Octubre de 2014.] http://es.wikiversity.org/wiki/Cer%C3%A1micas_funcionales#Fabricaci.C3.B3n_de_ferritas.
16. *Procesos de obtención de ferritas hexagonales.* **J. Dufour, C. Negro, R. Latorre, F. López-Mateos y A. Formoso.** 1995, Revista de metalurgia, págs. 111-119.
17. *Powder Metallurgy and Particulate and Particulate Material Processing.* **German, Randall M.** 2005, mpif, págs. 55-90.
18. *Proceso de obtención de ferritas hexagonales.* **J. Dufour, C. Negro, R. Latorre, F. López-Mateos y A. Formoso.** 1995, Revista de Metalurgia, págs. 111-119.
19. *BaTiO₃ Obtenido por el método de coprecipitación.* **C. Fernández Perdomo, E. Rivera Figueroa, J. Rodríguez Páez.** 2008, Dyna, págs. 223-230.
20. **Perez, Gerson Moreno.** Scribd. [En línea] 2014. [Citado el: 10 de Noviembre de 2014.] <https://es.scribd.com/doc/59747132/Metalurgia-de-Polvos-Gerxon>.
21. **Whittaker, Paul.** Powder Metallurgy Review. [En línea] Inovar Communications Ltd, 2014. [Citado el: 01 de 10 de 2014.] http://www.ipmd.net/Introduction_to_powder_metallurgy/what_is_PM.
22. **E-CENTRO.** Centrodeartigo. [En línea] 2012. [Citado el: 10 de Noviembre de 2014.] http://centrodeartigo.com/articulos-enciclopedicos/article_88383.html.
23. **Carlos Ferrer Giménez, Vicente Amigó Borrás.** *Tecnología de materiales.* Valencia : Univ. Politéc., 2003.
24. **Inel.** Inel. [En línea] Noviembre de 2014. <http://www.inel.us/xrd-products/equinox-family/equinox-2000>.
25. **Franco, Nazario Franco.** *Mecanosíntesis y caracterización de hexaferrita de estroncio .* Pachuca, Hgo. : s.n., 2013.
26. *Synthesis of M-type SrFe₁₂O₁₉ by mechano-synthesis assisted by spark plasma sintering.* **colaboradores, A. M. Bolarín Miro y.** s.l. : Journal of Alloys and compunds, 4014.
27. *Efecto de variables pulvimetalurgicas en el proceso de compactación de polvos metalicos base hierro.* **Míro, A. M. Bolarín.** 1998.
28. *Magnetoelectric Hexaferrites.* **Kimura, Tsuyoshi.** s.l. : Annual Reviews, 2012, Annual Review of Condensed Matter Physics, Vol. 3, págs. 93-110.
29. **Shakelford, James F.** *Introducción a la ciencia de materiales para Ingenieros.* [trad.] Nuria Martín Piris y Alfredo Güemes Gordo. 7a. s.l. : Pearson Prentice Hall, 2010. pág. 672.
30. **Callister, Jr. D. W.** *Materials Science and Engineering an Introduction.* Boston : John Wiley and Sons, 2012.