

**EFFECTO DE ALTAS CONCENTRACIONES DE NÍQUEL EN LAS
PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y ESTRUCTURALES DE LA
ALEACIÓN $Nd_{16}Fe_{76}B_8$**

EDUARDO RUIZ SALDARRIAGA



UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y EXACTAS
PROGRAMA ACADÉMICO DE FÍSICA
SANTIAGO DE CALI
2013

**EFFECTO DE ALTAS CONCENTRACIONES DE NÍQUEL EN LAS
PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y ESTRUCTURALES DE LA
ALEACIÓN $Nd_{16}Fe_{76}B_8$**

EDUARDO RUIZ SALDARRIAGA

Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar por el título de
Físico

Directora:

LIGIA EDITH ZAMORA Ph. D.

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y EXACTAS
PROGRAMA ACADÉMICO DE FÍSICA
SANTIAGO DE CALI
2013

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y EXACTAS
PROGRAMA ACADÉMICO DE FÍSICA

EDUARDO RUIZ SALDARRIAGA

**EFEECTO DE ALTAS CONCENTRACIONES DE NÍQUEL EN LAS
PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y ESTRUCTURALES DE LA
ALEACIÓN $Nd_{16}Fe_{76}B_8$**

Tema y palabras claves

- Fundición en Horno de Arco
- Difracción de Rayos X
- Espectrometría Mössbauer
- Magnetometría de Muestra Vibrante
- Termogravimetría
- Aleaciones Nd-Fe-B

SANTIAGO DE CALI
2013

*A mi familia...motivación e
inspiración de todo lo que hago.*



UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE CIENCIAS
ACTA DE EVALUACION DE TRABAJO DE GRADO
PROGRAMA ACADEMICO DE FISICA.

JURADO CONFORMADO POR:

DRA. LIGIA EDITH ZAMORA
DRA. ESPERANZA TORIJANO

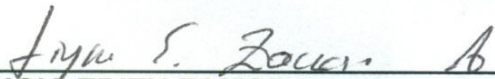
El día 22 de Febrero de 2013 a las 11:00 A.M. se llevó a cabo la ENTREGA DE LA EVALUACION () SUSTENTACION (X) del INFORME FINAL DEL TRABAJO DE GRADO titulado **"EFECTO DE ALTAS CONCENTRACIONES DE NÍQUEL EN LAS PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y ESTRUCTURALES DE LA ALEACIÓN $Nd_{16}Fe_{76}B_8$ "**. Presentado por el estudiante EDUARDO RUIZ SALDARRIAGA código 9828475, bajo la dirección de la Dra. LIGIA EDITH ZAMORA.

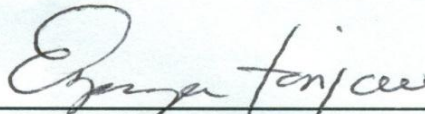
RESULTADO DE LA EVALUACION:

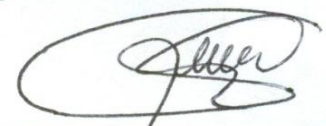
☒ APROBADO .
☐ REPROBADO.

Se recomienda modificaciones: SI () NO ☒.

OBSERVACIONES:


LIGIA EDITH ZAMORA
DIRECTORA


ESPERANZA TORIJANO
JURADO


JESUS MARIA CALERO QUINTERO
DIRECTOR
PROGRAMA ACADEMICO DE FISICA

AGRADECIMIENTOS

Agradezco sinceramente a todas las personas que de alguna u otra manera han contribuido a la realización de este trabajo.

Primero que todo a mi familia, en especial a mis padres por su valioso apoyo y comprensión durante toda esta etapa de mi vida.

A la profesora Ligia Zamora por la excelente dedicación, disposición y compromiso en la dirección de la tesis.

Al profesor Germán Pérez por toda la colaboración y buena disposición.

A la profesora Esperanza Torijano por haber aceptado ser la evaluadora de este trabajo.

A todos los integrantes del GMTF. Cada uno de ellos en su momento aportaron para bien de este trabajo, en especial a Hernán Colorado por sus consejos e insistencia para retomar mis estudios.

TABLA DE CONTENIDO

	Resumen	i
1.	INTRODUCCIÓN	1
1.1	REFERENCIAS	3
2.	MARCO TEÓRICO	5
2.1	GENERALIDADES SOBRE MAGNÉTISMO	5
2.1.1	Diamagnetismo	7
2.1.2	Paramagnetismo	7
2.1.3	Ferromagnetismo	8
2.2	MATERIALES FERROMAGNÉTICOS	11
2.2.1	Ciclo de Histeresis	12
2.2.2	Materiales magnéticamente blandos (MMB)	14
2.2.3	Materiales magnéticamente duros (MMD)	14
2.3	BIBLIOGRAFÍA	15
3.	TÉCNICAS EXPERIMENTALES	16
3.1	CARACTERÍSTICAS DE LA PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	16
3.2	FUNDICIÓN EN HORNO DE ARCO	18
3.2.1	Horno de Arco	18
3.3	DIFRACCIÓN DE RAYOS X	19
3.3.1	Ley de Bragg	19
3.3.2	Difractómetro de Polvo	21
3.3.3	Características de la Difracción	22

3.4	ESPECTROMETRÍA MÖSSBAUER	22
3.4.1	Fundamentos de la Espectrometría Mössbauer	22
3.4.2	Interacciones Hiperfinas.	24
3.4.2.1	Interacciones Eléctricas	24
3.4.2.2	Interacción Monopolar Eléctrica	25
3.4.2.3	Interacción Cuadrupolar Eléctrica	27
3.4.2.4	Interacción Magnética	28
3.4.3	Espectrómetro Mössbauer	30
3.4.4	Características de la Espectrometría	31
3.5	MAGNETOMETRÍA DE MUESTRA VIBRANTE	31
3.5.1	Magnetómetro de Muestra Vibrante	31
3.5.2	Características de la Magnetometría	32
3.6	TERMOGRAVIMETRÍA	33
3.6.1	Termogravimetría	33
3.6.2	Características de la Termogravimetría	35
3.7	BIBLIOGRAFÍA	36
4.	RESULTADOS Y ANÁLISIS	37
4.1	DIFRACCIÓN DE RAYOS X	38
4.2	ESPECTROMETRÍA MÖSSBAUER	42
4.3	MAGNETOMETRÍA DE MUESTRA VIBRANTE	47
4.4	TERMOGRAVIMETRÍA CON CAMPO	51
4.5	REFERENCIAS	53
5.	CONCLUSIONES	54

RESUMEN

Se realizó el estudio de las propiedades estructurales y magnéticas por medio de Difracción de Rayos x (DRX), espectrometría Mössbauer (ME), Magnetometría de Muestra Vibrante (VSM) y Termogravimetría (TGA) sobre el sistema $Nd_{16}Fe_{(76-x)}Ni_xB_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 % at Ni a temperatura ambiente, obtenidas mediante fundición en horno de arco y posteriormente se les realizó tratamiento térmico a 1000 °C durante 72 horas. El sistema es nanoestructurado y metaestable. Los patrones de difracción de rayos x nos permiten identificar para los sistemas con $x = 0$ y 10 , la fase magnética dura mayoritaria $Nd_2Fe_{14}B$, y las fase magnéticas blandas minoritaria αFe presentes, para los sistemas con altas concentraciones de níquel $x = 20$ y 25 se identifican las fases $Nd_2Fe_{14}B$, αF y una nueva fase $NdNi_2$. Además se encontró que el porcentaje de área de la fase , αFe aumenta con la concentración de níquel mientras que el porcentaje de área de la fase $Nd_2Fe_{14}B$ y el tamaño de cristalito decrecen al aumentar la concentración de níquel.

Los resultados de la espectrometría Mössbauer muestran un comportamiento ferromagnético con líneas muy anchas y se observa a partir de los campos hiperfinos que la adición de níquel favorece el ferromagnetismo de la fase αFe y desfavorece el ferromagnetismo de la fase $Nd_2Fe_{14}B$, se corrobora el aumento del porcentaje de área de la fase αFe . Además se identifica un doblete que indica la presencia de una fase paramagnética minoría de $Nd_{1.1}Fe_4B_4$, la cual no se identifica por difracción de rayos x.

Los resultados de magnetometría de muestra vibrante indican que la adición de níquel disminuyen todas las propiedades magnéticas de las aleaciones mientras que los estudios de termogravimetría con campo magnético muestran que la temperatura de Curie es la única propiedad magnética que se favorece con la adición de níquel.

1. INTRODUCCIÓN

Debido a las numerosas aplicaciones industriales en los últimos años se han realizado múltiples estudios buscando mejorar las propiedades magnéticas de los imanes permanentes basados en compuestos de tierras raras y metales de transición, tales como los compuestos basados en $NdFeB$ [1.1, 1.2]. El término imán permanente nano compuesto fue introducido por Kneller y Hawig [1.3] para referirse a imanes permanentes nanocompuestos constituidos de nanocristales de un material magnéticamente duro con base en tierra rara y un metal de transición, por ejemplo el compuesto de neodimio-hierro-boro de fórmula aproximada a $Nd_2Fe_{14}B$ presentó la mejor combinación de propiedades magnéticas y térmicas. Si un compuesto ferromagnético tiene una magnetización espontánea (M_s) grande combinada con una temperatura de Curie (T_c) alta y un fuerte campo anisotrópico H_A , se considera un buen candidato para formar un imán permanente.

Estos imanes basados en compuesto $Nd_2Fe_{14}B$ son obtenidos por diferentes métodos de preparación tales como magnetron sputtering [1.4, 1.5], melt-spinning [1.6, 1.7], MBE [1.8], fundición inductiva seguida de melt-spinning [1.9] y recocido [1.10], sinterización [1.11, 1.12] y aleamiento mecánico [1.13-1.15]. Los imanes de $Nd_2Fe_{14}B$ están rodeados por un material magnéticamente blando, por ejemplo α -Fe ó Fe_3B , mostrando un aumento en la remanencia causado por la interacción de intercambio entre las dos fases [1.16]. Estos materiales presentan propiedades inusuales detectadas experimentalmente [1.17, 1.18] y modeladas teóricamente [1.19-1.21]. Su relación de remanencia (M_r/M_s) puede ser igual o mayor que 0.7, muy por encima del valor 0.5 que se espera para un polvo uniaxial isotrópico. Estos imanes permanentes presentan además grandes valores de campo coercitivo (H_c) y producto de energía máxima $(BH)_{max}$ dados por ~ 3.5 KOe, y ~ 12 MGOe respectivamente. Las anteriores propiedades son sensibles al tipo de elementos que componen tanto el material duro [1.22-1.27] como el blando [1.22, 1.28] a los tamaños de grano del material duro [1.23, 1.24, 1.29, 1.30, 1.31, 1.32] y a las diferentes técnicas que han sido utilizadas en la preparación del material [1.4-1.15].

Valcanover [1.33] estudio las propiedades magnéticas intrínsecas de la aleación $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ru_x)B_8$ sustituyendo Fe por de Ru, los parámetros Mössbauer procedían del ajuste de los seis sextetos asignados a los seis sitios diferentes del hierro, estos proporcionar información sobre la ocupación del sitio preferente de átomos de soluto. de esta manera se obtuvo que los átomos de Ru sustituían principalmente átomos de hierro de los sitios $16k_1$ y $16k_2$ mientras que los átomos de hierro prefieren los sitios $8j_1$ y $8j_2$.

Debido a que existe una fuerte necesidad de mejorar las propiedades extrínsecas de los imanes permanentes, en el grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase de la Universidad del Valle, se estudiaron las propiedades magnéticas y estructurales del sistema $Nd_2(Fe_{100-x}Nb_x)_{14}B$ con $x = 0, 2$ y 4 , el cual se preparó por aleamiento mecánico, por fundición a arco y por sputtering. Se caracterizó por espectroscopia Mössbauer, difracción de rayos-x y barridos de magnetización. Los mejores resultados se obtuvieron para aleaciones fundidas [1.32]. Por lo tanto el grupo realizó estudios preliminares de aleaciones del tipo $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$, con $x = 0, 2.5, 5, 7.5$ y 10 , producidas por fundición [1.33], y se pudo determinar que la fase dura fue obtenida, junto con una fase blanda. De las aleaciones producidas, la que presentó las mejores características magnéticamente duras fue aquella dopada con 10 % at. de Ni.

Teniendo en cuenta todo lo anteriormente mencionado y la revisión bibliográfica previamente realizada, en el presente trabajo se propone investigar las propiedades estructurales y magnéticas de las aleaciones del tipo $Nd_{16}Fe_{76-x}Ni_xB_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 al sustituir Níquel por el Hierro. Las muestras serán preparadas por fundición de arco (melt-spinning) y analizadas por medio de espectrometría Mössbauer (MS) difracción de rayos x (DRX) y Magnetometría de muestra vibrante (VSM) y Termogravimetría (TGA).

Este trabajo de grado se encuentra distribuido en cuatro capítulos, el primer capítulo es la introducción, en el segundo se encuentra el marco teórico, el tercero es el método experimental, en el cuarto análisis y resultados y el quinto conclusiones

1.1 REFERENCIAS

- [1.1] M. Humphries, rare Earth Elements: The Global Supply Chain, Diane Publishing C, (2010).
- [1.2] S. Sugimoto, J. Phys. D: Appl. Phys. 44, 064001 (2011).
- [1.3] E. F. Kneller and R. Hawig, IEEE Trans. Magn. 27 (1991) 3588).
- [1.4] T. Fukagawa, T. Ohkubo, S. Hirosawa, K. Hono, J. Magn. Magn. Mater 322, 3346- 3350 (2010).
- [1.5] W. B. Cui, Y. K. Takahashi, K. Hono, Acta Materialia 59, 7768-7775 (2011).
- [1.6] T. Saito, J. Alloys and compounds 505, 23-28 (2010).
- [1.7] Z. Chen, D. Miller, and J. Herchenroeder, J. Appl. Phys. 107, 09A730 (2010).
- [1.8] D. J. Keavney, Eric E. Fullerton, J. E. Pearson, and S. D. Bader, J. Appl. Phys. 81 (1997) 4441.
- [1.9] T. Nishio, S. Koyama, Y. Kasai and V. Panchanathan, J. Appl. Phys. 81 (1997) 4447.
- [1.10] M. R. Corfield, A. J. Williams, I. R. Harris, J. Alloys and Compounds 296, 138-147 (2000).
- [1.11] M. Yue, M. Tian, J. X. Zhang, D. T. Zhang, P. L. Niu, F. Yang, Mater. Science and Engineering B 131, 18-21 (2006).
- [1.12] S. Pandian and V. Chandrasekaran, J. Appl. Phys. 92 (2002) 6082.
- [1.13] A. Przybyl, I. Wnuk, P. Gebara, J. J. Wystocki, J. Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 49, 210-214 (2011).
- [1.14] V. Pop, S. Gutoiu, E. Dorolti, O. Isnard, I. Chicinas, J. Alloys and Compounds 509, 9964-9969 (2011).
- [1.15] V. Neu and Schultz, J. Appl. Phys. 90 (2001) 1540.
- [1.16] Zhongmin Chen, Yong Zhang, Yuquan Ding, George C. Hadjipanayis, Qun Chen, Baomin Ma. J. Magn. Magn. Mater. 195 (1999) 420.
- [1.17] D. N. Brown, Z. Chen, P. Guschl, P. Campbell, J. Magn. Magn. Mater. 303, e371 (2006).

- [1.18] N. G. Akdogan, G. C. Hadjipanayis, and D. J. Sellmyer, *Nanotechnology* 21, 295705 (2010).
- [1.19] R. Fisher, T. Schrefl, H. Kronmuller, and J. Fidler, *J. Magn. Magn.Mater.*150 (1995) 329.
- [1.20] E. H. Feutrill, P. G. McCormick, and R. Street, *J. Appl. Phys.* 75 (1994) 5701.
- [1.21] H. Fukunaga and H. Inoue, *Jpn. J. Appl. Phys.* 31 (1992) 1347.
- [1.22] W. C. Chang, S. H. Wu, B. M. Ma and C. O. Bounds, *J. Appl. Phys.* 81 (1997) 4453.
- [1.23] X. C. Kou, R. Grössinger, and G. Wiesinger, *J. Appl. Phys.* 81 (1997) 4428.
- [1.24] V. Villas-Boas, S. A. Romero, and F. P. Missell, *J. Appl. Phys.* 81 (1997) 4438.
- [1.25] Z. C. Wang, S. Z. Zhou, M. C. Zhang, Y. Qiao, *J. Appl. Phys* 88, 591 (2000)
- [1.26] H. Z. Yan, F. Q. Kong, W. Xiong, B. Q. Li, J. Li, L. Wang, *Int. J. Hydrogen Energy* 35, 5687-5692 (2010).
- [1.27] B. Y. Hou, Z. Xu, S. Peng, C. Rong, J. P. Lui, S. Sun, *Adv. Mater* 19, 3349 (2007).
- [1.28] I. Betancourt, and H. A. Davies, *Materials Science and Technology* 26, 5-19 (2010).
- [1.29] C. Y. You, Y. K. Takahashi, and K. Hono, *J. Appl. Phys* 108, 043901 (2010).
- [1.30] B. Z. Cui, X. K. Sun, L. Y. Xiong, S. T. Cao, X. X. Zhang, W. Lui, D. Y. Geng, Z. D. Zhang, *J. Alloys and Compounds* 340, 242-251 (2002).
- [1.31] J.A. Valcanover, C. Paduani a, J.D. Ardisson , C.A. Samudio Pérez , M.I. Yoshida. *Acta Materialia* 53, 2815–2821,(2005).
- [1.32] D. Oyola Lozano, Ligia E. Zamora, G. A. Pérez Alcázar, H. Bustos, Y. A. Rójas, and J. M. Greneche, *Hyp. Int.* 168 (2006) 1253.
- [1.33] Juana Jiménez, Tesis de pregrado, Universidad del Valle, 2011.

2. MARCO TEÓRICO

En el presente capítulo se expone brevemente algunos fundamentos teóricos referentes a magnetismo y materiales magnéticos, para la interpretación de los resultados.

2.1 GENERALIDADES SOBRE MAGNÉTISMO ^[2.1, 2.2, 2.3]

Cuando se habla de una sustancia magnética, en muchas ocasiones, la primera idea es hacer referencia a sustancias tales como el hierro, cobalto, o níquel, o a aleaciones con estos elementos, ya que estos tienen la propiedad de imanarse o magnetizarse en presencia de un campo magnético externo. En realidad no solo estos tres elementos, ni aleaciones con ellos presentan propiedades magnéticas. El magnetismo es una propiedad presente en todo tipo de materiales, pues tiene su origen en los átomos y en sus componentes más elementales. El magnetismo se debe a la existencia de momentos magnéticos, y estos pueden ser: orbital del electrón, de espín electrónico o de espín nuclear.

- *Momento magnético orbital (μ_L):* es una consecuencia de la rotación del electrón con carga e , alrededor del núcleo. La rotación del electrón se puede tomar como una circulación de corriente en un circuito cerrado, que genera un momento magnético μ_L perpendicular al plano de la rotación.
- *Momento magnético de espín electrónico (μ_S):* El electrón se comporta como si rotara alrededor de su propio eje. El tamaño finito del electrón y una distribución de carga en su interior, generan un momento magnético intrínseco μ_S paralelo al eje de rotación.
- *Momento magnético de espín nuclear (μ_I):* el origen es análogo al del momento magnético μ_S , solo que se origina en el núcleo y su magnitud es despreciable comparada con μ_S .

En la figura 2.1 se muestran el momento magnético orbital (μ_L), el momento magnético de espín (μ_S), el momento magnético orbital nuclear (μ_L), el momento magnético angular total del electrón $\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$ y el momento magnético angular total del átomo $\vec{F} = \vec{J} + \vec{I}$.

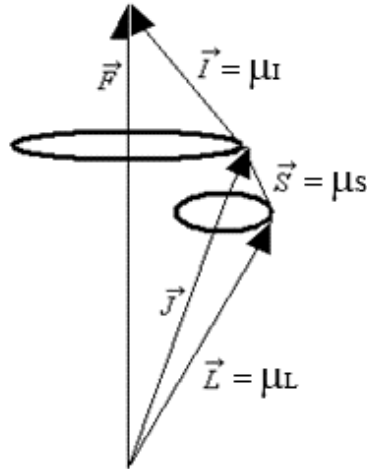


Fig. 2.1 Grafica de los momentos magnéticos.

El momento magnético total de un átomo es la suma vectorial del momento magnético de espín nuclear y de los momentos magnéticos electrónicos orbital y de espín de cada uno de los electrones del átomo, según la orientación de los momentos magnéticos se puede presentar: diamagnetismo, paramagnetismo, ferromagnetismo, antiferromagnetismo o ferrimagnetismo

1. Los momentos magnéticos de todos los electrones están orientados de forma que se cancelan unos con otros y el átomo como un todo no presenta momento magnético neto (Diamagnetismo).
2. La anulación de los momentos electrónicos es solo parcial y el átomo presenta un momento magnético neto (Paramagnetismo, Ferromagnetismo, Antiferromagnetismo o Ferrimagnetismo).

Las propiedades magnéticas en un material no solo dependen de su estructura atómica. Existen algunos parámetros externos tales como temperatura, presión, trabajo mecánico, etc. los cuales pueden hacer variar las propiedades magnéticas del material.

Incluso, una pequeña variación en la concentración de cierto elemento en una aleación, puede variar notablemente sus propiedades magnéticas, ya que se modifican las interacciones atómicas. Existen diferentes formas de magnetismo, estas son: diamagnetismo, paramagnetismo, ferromagnetismo, ferrimagnetismo, antiferromagnetismo, superparamagnetismo, y vidrio de espín. Cada una de estas formas depende fuertemente de la composición y la temperatura en la que se encuentren, y son caracterizadas por diferentes valores de la permeabilidad magnética μ , la susceptibilidad magnética χ_m y la magnetización $\mathbf{M}$ del material. A continuación se va a hacer la descripción de algunas de estas formas de magnetismo.

2.1.1 Diamagnetismo

Este fenómeno es una forma muy débil de magnetismo que está presente solo cuando se aplica un campo a la muestra. Este campo induce un cambio en el movimiento orbital del electrón. La magnetización es extremadamente pequeña y en dirección opuesta al campo aplicado, con una permeabilidad relativa μ_r mucho menor que la unidad y con susceptibilidad magnética negativa.

2.1.2 Paramagnetismo

Este fenómeno se presenta en algunos materiales sólidos donde cada átomo posee un momento dipolar permanente en virtud de la cancelación incompleta de los momentos orbitales o atómicos de los espines. Según la explicación dada por Langevin, en ausencia de un campo magnético atómico los espines se alinean de manera aleatoria causando una magnetización macroscópica nula, pero cuando se le aplica un campo magnético, los momentos magnéticos se orientan de forma preferencial en la misma dirección del campo aplicado.

La susceptibilidad χ de estos materiales fue medida sistemáticamente por Curie quien encontró que esta varía de manera inversa con la temperatura absoluta según la ley dada por Curie.

$$\chi \equiv C/T \quad (2.1)$$

Sin embargo se demostró más adelante que esta ley era un caso especial de la ley de Curie – Weiss.

$$\chi \equiv \frac{C}{(T - \theta)} \quad (2.2)$$

Donde C es la constante de Curie y θ es una constante con unidades de temperatura absoluta. De esta manera cuando se aplica un campo magnético externo a la muestra con la presencia de agitación térmica hay una competitividad entre estos, el primero por orientar los espines en su dirección y el segundo por orientarlos aleatoriamente, causando una susceptibilidad menor a la esperada.

2.1.3 Ferromagnetismo

Este fenómeno se da en algunos materiales que presentan magnetización incluso cuando no hay campo magnético aplicado, estos materiales reciben el nombre de ferromagnéticos y está presente en algunos metales de transición como la α -Fe, Ni, Co y en algunas tierras raras. Weiss demostró que en un material ferromagnético se deben tener dos postulados:

1. La presencia de magnetización espontánea, que es posible según lo explica la teoría de campo molecular, en el que este campo actúa por debajo de cierta temperatura conocido como la temperatura de Curie, de manera que es lo suficientemente fuerte como para producir una magnetización espontánea.
2. División de dominios: Se conoce como dominios magnéticos a un gran número de pequeñas regiones de los materiales ferromagnéticos en cuyo interior la imanación local está saturada de tal manera que cada dominio presenta una magnetización de saturación M_s pero la orientación de todos los dominios es aleatoria, produciendo un campo magnético neto cero. De esta manera el proceso de magnetización consiste en alinear todos los dominios magnéticos de la muestra en dirección al campo magnético aplicado.

La explicación física del campo molecular la dio Heisenberg quien mostró que era causado por fuerzas de intercambio mecano-cuánticos. Entre dos pares de átomos

situados a cierta distancia existen fuerzas de atracción electrostáticas y fuerzas de repulsión, pero adicional a esto también se presenta una fuerza no clásica que depende de la orientación de los espines electrónicos esta es la llamada fuerza de intercambio, esta energía de carácter cuántico depende de la orientación relativa de los espines de dos electrones de átomos diferentes, es una consecuencia del principio de exclusión de Pauli aplicado a dos átomos como un todo, es decir que dos electrones de dos átomos diferentes podrían estar en un mismo estado energético ocupando casi la misma región espacial solo si ellos tienen espín opuesto. Para dos átomos i y j , la energía de intercambio entre los dos está dada por:

$$J_{ex} = - \sum_{i,j} S_i \cdot S_j \cos \phi \quad (2.3)$$

Donde J_{ex} es la integral de intercambio, S_i y S_j son los espines electrónicos de los átomos i y j respectivamente, y ϕ en ángulo entre los espines.

La energía de intercambio juega un papel importante en el ferromagnetismo. Si J_{ex} es positivo la mínima energía se obtiene cuando los espines son paralelos ($\cos \phi = 1$) y se da lugar a una fase ferromagnética. En el caso contrario, se logra la mínima energía cuando los espines son antiparalelos, es decir que se tiene una fase antiferromagnética.

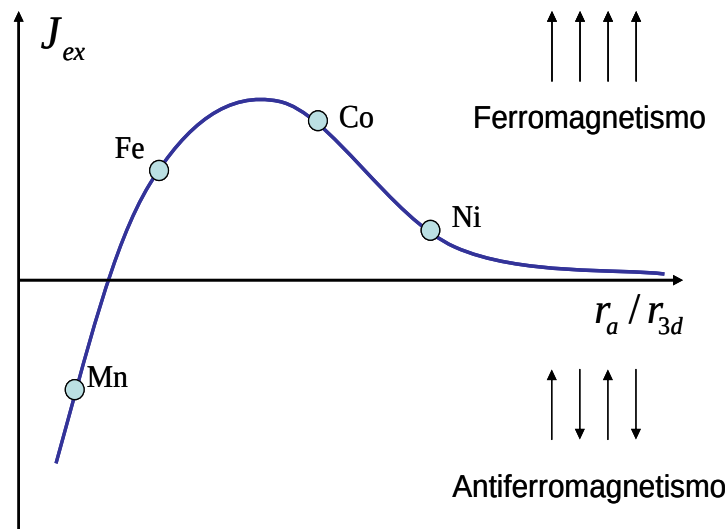


Fig. 2.2. Curva de Bethe-Slater.

Otra razón para pensar que la energía de intercambio es la responsable del ferromagnetismo es la curva de Bethe-Slater (Figura 2.2), en esta curva se relaciona la integral de intercambio con la razón r_a/r_{3d} de diferentes elementos, siendo r_a el radio atómico y r_{3d} el radio del orbital 3d (el alineamiento de los espines electrónicos 3d es el responsable del ferromagnetismo en el Fe, Co y Ni). Para valores grandes de r_a/r_{3d} los orbitales 3d se encuentran distanciados, por tanto J_{ex} es pequeño y positivo. A medida que r_a/r_{3d} disminuye, los orbitales 3d empiezan a acercarse unos con otros aumentando el alineamiento paralelo de los espines electrónicos 3d, el valor de J_{ex} crece hasta un valor máximo y aumenta la fase ferromagnética. Si r_a/r_{3d} disminuye aún más, los orbitales 3d se solapan tanto que dos electrones solo podrán permanecer en determinado lugar si poseen espín opuesto, es decir que J_{ex} cambia a un valor negativo apareciendo una fase antiferromagnética.

El ferromagnetismo se encuentra también en aleaciones binarias y ternarias de Fe, Co y Ni con otros elementos y en elementos que no contienen materiales ferromagnéticos. Según la teoría de estado sólido, ampliamente aceptada, los electrones de un metal se ubican en distintos niveles electrónicos s, p, d... cada uno con una capacidad de 2, 6 y 10 electrones respectivamente, que se ubican según el principio de Pauli con espines opuestos. Pero cuando estos electrones se aproximan para formar una red cristalina la posición de los niveles energéticos es modificada

Se puede decir que existen tres criterios para la existencia del ferromagnetismo en un metal:

1. Los electrones responsables deben estar en una banda parcialmente llena de manera que los electrones desapareados puedan moverse a estos niveles vacantes de energía.
2. La densidad de los niveles en la banda debe ser alto; lo que significa que los niveles de la banda deben estar suficientemente cerca entre sí, de modo que constituyan energías permitidas casi continuas, tal que el incremento de la energía causada por el alineamiento de los espines sea pequeña.

3. Los átomos deben estar ubicados a distancias correctas, de modo que las fuerzas de intercambio puedan causar que los espines de la capa d se alineen con los espines del átomo vecino.

2.2 MATERIALES FERROMAGNÉTICOS

Los materiales ferromagnéticos tienen susceptibilidad alta, positiva y poseen magnetización espontánea o sea que presentan magnetización diferente de cero incluso en ausencia de campo. A este grupo de materiales pertenecen los elementos químicos del grupo 3d (Fe, Co, Ni) o elementos de transición y 4f (Gd, Dy, Tb, Ho, Tm) o tierras raras y toda una serie de compuestos químicos y aleaciones.

Weiss explicó el comportamiento de los materiales ferromagnéticos, asumiendo que en las sustancias ferromagnéticas por debajo de la temperatura de Curie, el campo molecular actúa de manera similar como actúa el campo externo en las sustancias paramagnéticas, pero con una magnitud tal que produce una magnetización espontánea aun en la ausencia de campo aplicado. Pero como se puede explicar que es fácil obtener una pieza de hierro en un estado desmagnetizado? Weiss asumió que un material ferromagnético en un estado desmagnetizado está dividido en un conjunto de pequeñas regiones llamadas dominios.

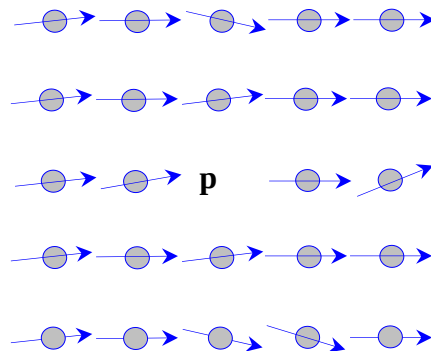


Fig. 2.3. Conjunto de átomos presentes en un material ferromagnético para formar un dominio

En la figura 2.3 se ilustra los dominios magnéticos en donde los momentos magnéticos del átomo se alinean en una dirección determinada.

2.2.2 El Ciclo de Histéresis

Una sustancia ferromagnética tiene la característica de magnetizarse fácilmente cuando siente la presencia de un campo magnético externo $\mathbf{H}$, y de permanecer con esta magnetización (magnetización remanente) aun cuando dicho campo sea retirado. En este momento parte de la energía del campo externo $\mathbf{H}$ ha sido utilizada para alinear los pequeños dominios magnéticos, cuyos momentos magnéticos tenían una dirección aleatoria y por consiguiente una magnetización total nula. Ahora tanto microscópica como macroscópicamente se tiene un momento magnético neto. La magnetización espontánea tiende a desaparecer a medida que se aumenta la temperatura, existiendo una temperatura crítica T_c en la cual ya no hay magnetización, a esta temperatura se le conoce como temperatura de Curie, entonces el material deja de ser ferromagnético para ser paramagnético, y su momento magnético total vuelve a ser cero.

Una manera sencilla y muy útil de caracterizar un material ferromagnético es por medio de una curva o ciclo de histéresis magnética. Una curva de histéresis es una gráfica de la magnetización del material, como función del campo externo $\mathbf{H}$ aplicado (Figura. 2.4).

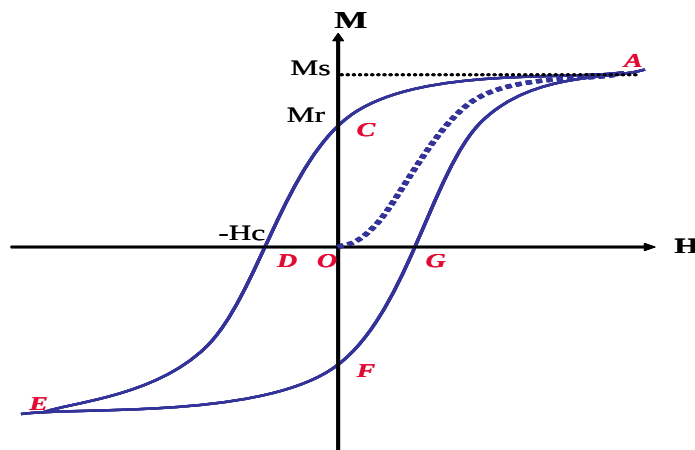


Fig. 2.4. Ciclo de histéresis de una sustancia ferromagnética.

En el momento en que una sustancia ferromagnética es sometida a un campo magnético externo $\mathbf{H}$ creciente, la magnetización del material aumenta hasta que todos los momentos magnéticos llegan a alinearse en la dirección del campo siguiendo por ejemplo el camino desde O hasta A que se muestra en la Figura 2.4. Al valor que

alcanza $\mathbf{M}$ en el punto A se le conoce como magnetización de saturación $\mathbf{M}_s$. Si en este momento el campo externo $\mathbf{H}$ se lleva nuevamente a cero, la muestra no se desmagnetiza por completo, queda en C una magnetización $\mathbf{M}_r$, llamada magnetización remanente. Ahora para desmagnetizar el material, es necesario aplicar un campo externo $\mathbf{H}$ en dirección contraria al campo inicial. Al campo $\mathbf{H}$ necesario para hacer $\mathbf{M}=0$ (punto D) se le llama campo coercitivo $\mathbf{H}_C$. El ciclo de histéresis se obtiene finalmente si se repite el proceso anterior en sentido contrario. Se disminuye $\mathbf{H}$ hasta conseguir en E una magnetización de saturación $-\mathbf{M}_s$, luego se desmagnetiza la sustancia aumentando $\mathbf{H}$ hasta el valor $\mathbf{H}_C$ siguiendo el camino EFG , y finalmente se aumenta $\mathbf{H}$ hasta obtener $\mathbf{M}_s$ de nuevo en A . En el ciclo de histéresis de un ferromagneto se evidencia disipación de energía por parte del campo $\mathbf{H}$, ya que se pierde energía en cada ciclo debido que se tiene que usar parte de ella en orientar los momentos magnéticos en posiciones privilegiadas. El área que se encierra en este ciclo es proporcional a la energía disipada.

Los materiales ferromagnéticos presentan gran interés y sus aplicaciones tecnológicas industriales dependen de las propiedades exhibidas en su ciclo de histéresis. Se clasifican en dos grandes grupos: materiales magnéticamente blandos (MMB), y materiales magnéticamente duros (MMD). La figura 2.5.a. muestra las curvas de histéresis de un MMB, de apariencia estrecha y la figura 2.5.b. muestra las curvas de histéresis de un MMD las cuales son anchas y altas.

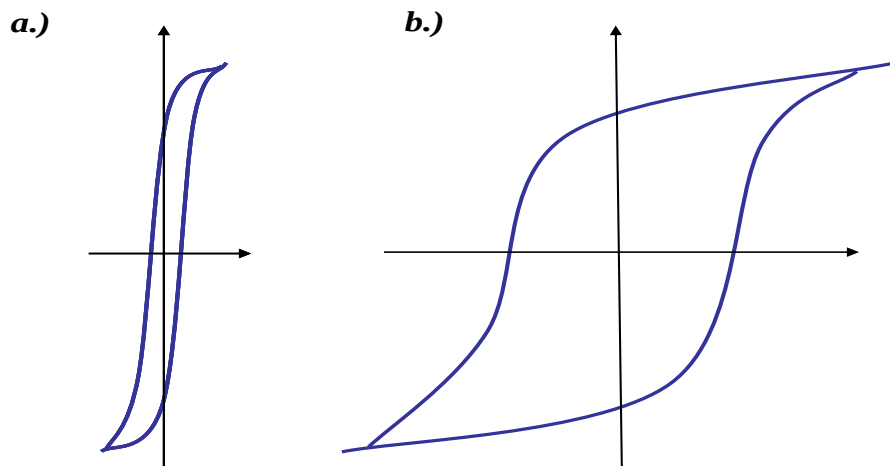


Fig. 2.5. Ciclos de histéresis **a.)** Para un material magnéticamente blando y **b.)** para un material magnéticamente duro.

2.2.3 Materiales magnéticamente blandos (MMB)

Son aquellos que presentan facilidad para magnetizarse y desmagnetizarse, es decir, que poseen un estrecho ciclo de histéresis (Fig. 2.5a), lo que garantiza poca pérdida de energía por ciclo. Se caracterizan por tener un campo coercitivo bajo, por lo general menor que 30 Oe, alta remanencia, y una alta permeabilidad magnética. Estas características hacen que los materiales magnéticamente blandos sean de gran utilidad en la ingeniería. El hecho que estos materiales sean fácil de magnetizar y desmagnetizar los convierten en excelentes candidatos para la elaboración de núcleos de transformadores, generadores o motores eléctricos, equipos que permitan detectar pequeñas variaciones de campo magnético (sensores magnéticos), entre otros.

Algunos materiales magnéticamente blandos son obtenidos a través de la amorfización. Otros son obtenidos después de simples aleaciones, por ejemplo las aleaciones FeAl, FeNi (Permalloy), y FeSi. En especial la aleación FeSi para algunas concentraciones de silicio exhibe características muy importantes de material magnéticamente blando.

2.2.4 Materiales magnéticamente duros (MMD)

Se caracterizan principalmente por tener un alto campo coercitivo y una alta inducción de remanencia, es decir que presentan un ciclo de histéresis ancho y alto (Fig. 2.5b). El que tengan un alto campo coercitivo dificulta que sean magnetizados y desmagnetizados, por lo que son usados generalmente como imanes permanentes. Las aleaciones ALNICO (familia de aleaciones conformada por: Fe, Al, Ni, Co), aleaciones con tierras raras, la ferrita de Bario y más recientemente aleaciones tipo FeNdB son algunos ejemplos de MMD.

2.3 BIBLIOGRAFÍA

- [2.1] Cullity B. D, Introduction to Magnetic Material, Addison Wesley Publishing Company Inc, (1972).
- [2.2] O' Handley R, Modern Magnetic Materials, Principles and Applications, Wiley Interscience, (2000).
- [2.3] Chih-Wen Chen, Magnetism and Metallurgy of Soft Magnetic Material, Dover Publications, INC, (1977).

3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

3.1 CARACTERÍSTICAS DE LA PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

Los materiales usados para la preparación de las diferentes muestras fueron polvos finos de neodimio, hierro, boro y níquel con una pureza del 99.9 %. Todas las muestras se prepararon teniendo en cuenta la estequiometria $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{(76-x)}\text{Ni}_x\text{B}_8$ con $x=0, 10, 20$ y 25 . De acuerdo a la estequiometria planteada y a fin de determinar el peso de cada uno de los elementos (W) necesarios para realizar la mezcla de cada una de las muestras, se utilizó la siguiente ecuación:

$$W_i = \frac{yM_iC_i}{\sum_{j=1}^4 M_jC_j} \quad (3.1)$$

Donde “ y ” es el peso total en gramos de la muestra (en el presente trabajo se hicieron muestras de 3.0 gramos) “ C_i ” es la concentración deseada en porcentaje (%) del elemento i -ésimo, “ M_i ” su peso molecular y la sumatoria corre en este caso hasta $j=4$ que representa el número de elementos que constituyen la aleación.

Para obtener la estequiometria deseada se pesaron y mezclaron los polvos de neodimio, hierro, boro y níquel. Paso siguiente se compactaron cada una de las muestras a una presión de 2000 psi en una matriz cilíndrica para obtener pastillas de cada una de las estequiometrias. Luego las pastillas se fundieron en un horno de arco con atmósfera de argón, una vez fundidas las muestras se encapsulan al vacío en un tubo de cuarzo con el fin de aislarlas del ambiente y prevenir la oxidación de las muestras, después las muestras son sometidas a tratamiento térmico de 1000°C durante 72 horas en un horno de resistencias con el fin de homogenizar las aleaciones. A continuación estas son sometidas a un proceso de enfriamiento rápido al salir del horno, se llevan inmediatamente a una vasija con agua helada 0°C al tiempo que se rompe la cápsula de cuarzo. Esto se lleva a cabo para tener las fases que se presentan a alta temperatura. La última etapa en la consolidación de la aleación consistió en tomar las muestras en forma de “bolitas” y reducirlas a polvos, este proceso se realizó con una lima de diamante, con el fin de que las muestras no se contaminaran, por último se le realizaron medidas de difracción de rayos x, espectrometría mössbauer,

magnetometría de muestra vibrante y termogravimetría para caracterizar magnética y estructuralmente las muestras. El ajuste de las mediciones se realizó con los programas Gsas y Mosfit.

En la figura 3.1 se ilustra la secuencia experimental llevada a cabo para la elaboración de las muestras y su estudio.



Los conceptos básicos de las técnicas experimentales utilizadas, y las condiciones tenidas en cuenta en la experiencia se presentan a continuación.

3.2 FUNDICIÓN EN HORNO DE ARCO ^[3.1, 3.2]

Se denomina Arco Eléctrico o también Arco Voltaico a la descarga eléctrica que se forma entre dos electrodos sometidos a una diferencia de potencial y colocados en el seno de una atmósfera gaseosa enrarecida. Esto es un tipo de conducción eléctrica que se establece en gases caracterizado por producirse sin necesidad de tener grandes diferencias de potencial y dar lugar a corrientes muy altas, desde amperios a miles de amperios. Este fenómeno ocurre cuando se tiene un cuerpo cargado que tiene un vértice muy puntiagudo. Cuando electrones o iones de la atmósfera entran en el intenso campo eléctrico que se crea alrededor de este vértice se aceleran y adquieren grandes velocidades. Estas partículas cargadas chocan con mucha energía con las moléculas neutras de la atmósfera y tienen capacidad para arrancarles electrones e ionizarlas. El resultado es que aumenta rápidamente la concentración de iones y electrones en las proximidades del cuerpo cargado. Ahora la atmósfera circundante se hace mucho más conductora facilitando la descarga rápida del cuerpo cargado. Durante el tiempo de la descarga se produce una luminosidad muy intensa y un gran desprendimiento de calor el cual es utilizado para fundir materiales y otros procedimientos metalúrgicos.

3.2.1 Horno de Arco.

En este sistema el arco es alimentado por una fuente de alto voltaje que se encuentra dentro de una cámara provista de un atrapador de titanio, un sistema de refrigeración, un sistema de vacío y de inyección de gas, los cuales permiten producir la atmósfera necesaria según el proceso y material a trabajar en el dispositivo. En este trabajo se utilizara el horno de arco modelo ARCTHERM AN-10000 del Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase el cual se ilustra en la figura 3.2.

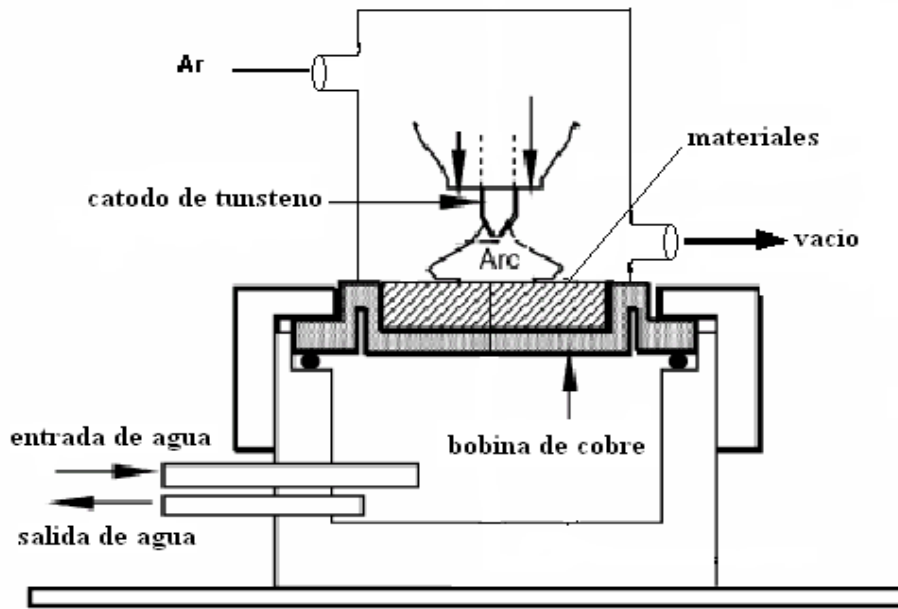


Fig.3.2. Horno de Arco.

3.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X^[3.3, 3.4, 3.5, 3.6]

Los rayos x son una forma de radiación electromagnética de alta energía y pequeña longitud de onda. Su origen se debe a transiciones electrónicas en las capas internas del átomo, y juegan un papel importante en el estudio de los sólidos cristalinos.

3.3.1 Ley de Bragg.

La difracción de rayos x se basa en el fenómeno de interferencia constructiva de dichos rayos en una determinada dirección del espacio. La difracción puede existir cuando los rayos x monocromáticos inciden en una sustancia cristalina, ya que en este tipo de sustancias el ordenamiento atómico es tal que los átomos se sitúan en diferentes planos sucesivos los cuales permiten que los rayos se reflejen e interfieran posteriormente en cierta dirección de manera constructiva. La Figura 3.3 muestra la geometría de tal fenómeno, conocido como *difracción o ley de Bragg*.

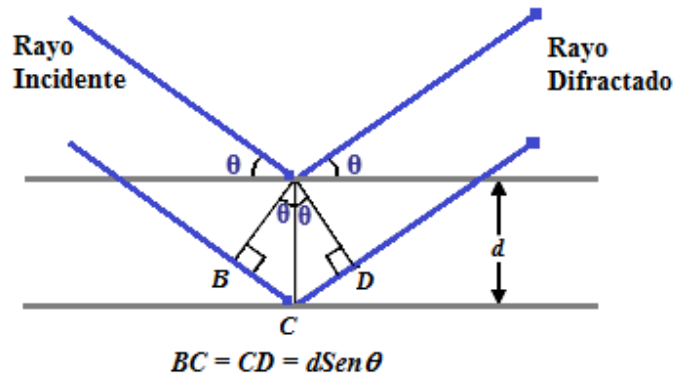


Fig. 3.3. Geometría de la ley de Bragg.

Un haz de rayos x (también puede ser de electrones o neutrones) incide sobre un cristal formando un ángulo θ con alguna de las familias de planos atómicos paralelos, definidos por los índices de Miller (h,k,l) y separados una distancia d . Muchos de estos planos reflejan parte de la radiación incidente, la cual interfiere de manera constructiva en determinada dirección solo cuando esta radiación está en fase, es decir cuando la diferencia de caminos entre los rayos reflejados por dos de estos planos es igual a un múltiplo entero de su longitud de onda. Para planos adyacentes la diferencia de caminos entre los rayos reflejados es igual a $2d\text{sen}\theta$.

La ley de Bragg evidencia una interferencia constructiva cuando la diferencia entre la trayectoria de la radiación reflejada por dos de los planos de un cristal es un múltiplo entero de su longitud de onda. Analíticamente esta ley se expresa como:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\text{sen}\theta = \frac{2a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \text{sen}\theta \quad (3.2)$$

Donde n es un numero entero positivo llamado orden de la reflexión, d es la distancia interplanar que depende de los índices de Miller (h,k,l) y del parámetro de red a , y λ y θ son la longitud de onda y el ángulo de incidencia del rayo x, respectivamente.

Un patrón de difracción o difractograma de rayos x consiste en hacer un barrido del ángulo θ de incidencia, y detectar la intensidad del rayo reflejado. En términos prácticos es la gráfica de la intensidad (número de cuentas) como función de la variable 2θ , en donde se presentan picos bien definidos en las posiciones angulares donde se cumple la ley de Bragg. Un difractograma de rayos x depende fuertemente de

la estructura cristalina del sólido, lo que hace a esta técnica de gran utilidad en la caracterización estructural de materiales. Por ejemplo: con la posición angular de los picos, según la ecuación 3.1 y las condiciones $s = h^2 + k^2 + l^2$: *entero* y λ/a : *constante*, se obtiene el conjunto de números (h,k,l) que determinan la fase cristalina cúbica (BCC o FCC por ejemplo) y el parámetro de red a ; la altura del pico además de ser una medida de la intensidad, puede indicar la cantidad de cierto compuesto en una muestra determinada; con el ancho del pico se puede determinar el grado de desorden en la estructura cristalina del sólido, el tamaño promedio de cristal en dirección perpendicular a las reflexiones, y las tensiones promedio acumuladas en el cristal.

3.3.2 Difractómetro de Polvo

Las características principales de un difractómetro de polvo se ilustran en la Figura 3.4 consta básicamente de un tubo de rayos X, un portamuestras, un detector, y dos colimadores. El detector y el portamuestras giran alrededor de un eje perpendicular al plano de la hoja. Mientras el portamuestras gira un ángulo θ , el detector lo hace un ángulo 2θ . Los colimadores controlan la convergencia o divergencia de los rayos.

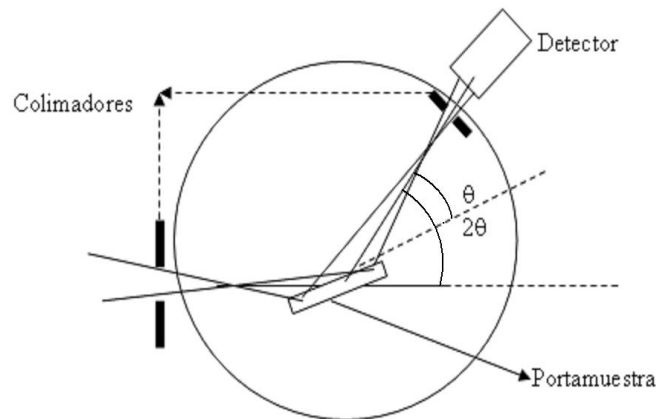


Fig. 3.4. Esquema del difractómetro de polvo.

Los rayos provenientes de la fuente divergen levemente para poder cubrir toda la muestra. La muestra generalmente son polvos muy finos (cristalitos orientados aleatoriamente) en la que se difractan y convergen al detector los rayos X. El detector

se sitúa en un ángulo inicial bajo y se hace un barrido hasta un ángulo 2θ según sea el interés práctico. El barrido angular puede realizarse ya sea de manera discreta o continua.

3.3.3 Características de la Difracción

Las medidas de rayos x se realizaron en un difractómetro de polvo marca PANalytical de la Facultad de ciencias de la Universidad del Valle. El difractómetro se calibró con una muestra de silicio y la radiación usada fue la K- α del Cu. El barrido angular 2θ se realizó de manera discreta en el intervalo $[20,000^\circ, 100,000^\circ]$, en pasos de $0,020^\circ$. Los difractogramas se ajustaron con el programa GSAS aplicando el método de Rietveld.

3.4 ESPECTROMETRÍA MÖSSBAUER [\[3.7, 3.8, 3.9\]](#)

3.4.1 Fundamentos de la Espectrometría Mössbauer.

El efecto Mössbauer es el fenómeno que consiste en la emisión y absorción resonante de fotones gamma, por parte de los núcleos, sin pérdida de energía por retroceso, es decir, que en el momento de la emisión y de la absorción de fotones no se excitan modos fonónicos de las dos redes, lo cual se denomina proceso cero-fonón. Un esquema de tal efecto se puede apreciar en la Fig. 3.5.

Para que en un proceso exista absorción resonante se debe tener la condición que los núcleos emisores y absorbedores sean idénticos, sin embargo, solo con esta condición no es posible obtener una buena absorción, debido a que en los núcleos absorbedores existen ciertas interacciones que le permiten a estos absorber rayos gammas con diferentes valores de energía. Para remediar este problema y tener una buena medida de la absorción, que es quien da cuenta de las interacciones nucleares, se hace oscilar la fuente (núcleos emisores) unidimensionalmente con una velocidad v que depende del tiempo. Este hecho se vale del efecto Doppler, el cual permite formular la energía

del rayo gamma emitido como función de la velocidad de la fuente, por medio de la siguiente expresión:

$$E = E_0 + \frac{E_0 v}{c} = E_0 + \Delta E \quad (3.3)$$

Donde E_0 corresponde a la energía del fotón cuando la fuente esta en reposo, c es la velocidad de la luz, y v es la velocidad con la que se mueve la fuente, positiva cuando la fuente se mueve en la dirección del rayo gamma, y negativa en el caso contrario. ΔE es el incremento o decremento en la energía según sea el signo en la velocidad de la fuente, así variando v en un rango adecuado se pueden obtener fotones gamma con energías en el intervalo $[E-\Delta E, E+\Delta E]$, capaces de producir cuanta absorción resonante sea permitida en los núcleos absorbedores.

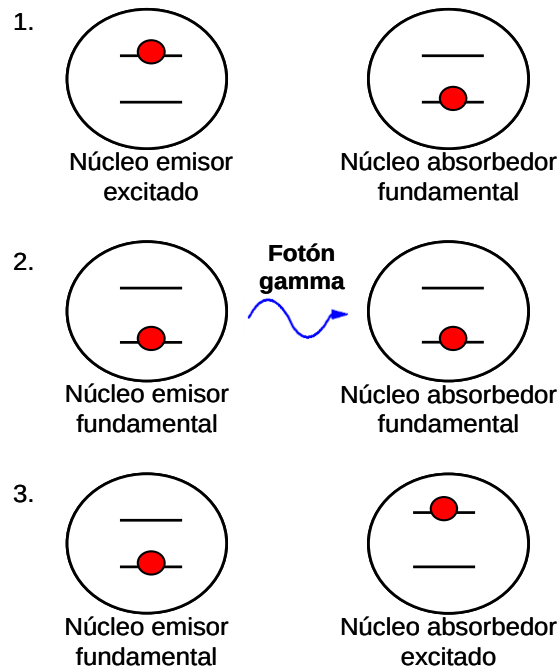


Fig. 3.5. Representación esquemática del efecto Mössbauer. 1) El núcleo emisor se encuentra en un estado energético excitado y el núcleo absorbedor en el estado energético fundamental. 2) El núcleo emisor emite un fotón gamma. 3) El núcleo emisor pasa al estado energético fundamental y el núcleo absorbedor una vez absorbido el fotón gamma pasa a un estado energético excitado.

La espectrometría Mössbauer está basada en el efecto Mössbauer. Un espectro Mössbauer es la gráfica de la intensidad de los fotones gamma transmitidos ó de electrones de conversión interna provenientes de la muestra, como función de la

velocidad de la fuente emisora (energía del rayo gamma emitida). Las medidas con esta técnica pueden hacerse en dos modalidades, espectrometría Mössbauer de transmisión (EMT), en la que se detectan los fotones que atraviesan la muestra; y espectrometría Mössbauer de electrones de conversión (EMEC), en la que se detectan los electrones de conversión interna provenientes de la muestra debido a su excitación por los fotones gamma provenientes de la misma. La EMT es una técnica para el estudio de materiales en todo su volumen, mientras que la EMEC se usa solo para el estudio de superficies.

El efecto Mössbauer ha sido observado en unas 109 transiciones nucleares de 89 isótopos pertenecientes a 45 elementos diferentes, con la desventaja que solo algunos pocos son útiles para la investigación, entre ellos, uno de los más usados es el ^{57}Fe debido a las ventajas que ofrece (abundante y de gran interés tecnológico).

3.4.2 Interacciones Hiperfinas.

La espectrometría Mössbauer es una técnica experimental de alta resolución (10^{-15} eV.), y debido a esto de un espectro Mössbauer se pueden cuantificar ciertos parámetros hiperfinos de la muestra en estudio, más conocidos como parámetros Mössbauer. Estos parámetros son el desvío isomérico (IS ó δ), el desdoblamiento cuadrupolar (ΔQ , ΔE_Q ó QS), y el campo hiperfino medio ($\langle H_{if} \rangle$). Estos parámetros hiperfinos tienen su origen físico en las interacciones tanto eléctricas como magnéticas entre el núcleo y su entorno químico.

3.4.2.1 Interacciones Eléctricas

La energía de interacción electrostática entre el núcleo y su entorno está dada por medio de la siguiente expresión:

$$W = \int_N \rho_N(\vec{r}) V(\vec{r}) d^3r \quad (3.4)$$

Donde $\rho_N(\mathbf{r})$ es la densidad volumétrica de carga del núcleo en el punto $\mathbf{r}$, $V(\mathbf{r})$ es el potencial eléctrico debido principalmente a los electrones cercanos a él, y $d^3\mathbf{r}$ es el diferencial de volumen nuclear.

La interacción electrostática entre el núcleo y el potencial eléctrico $V(\mathbf{r})$ ocasiona corrimientos y desdoblamientos en los niveles energéticos nucleares, estos efectos se pueden apreciar fácilmente si se expande la expresión anterior en una serie de Taylor alrededor del centro del núcleo, obteniéndose un desarrollo multipolar de W , por tanto:

$$W \cong W_{Mon} + W_{Dip} + W_{Cuad} = W_{Mon} + W_{Cuad} \quad (3.5)$$

Donde:

$$W_{Mon} = \int_N V(0) \cdot \rho_N(\vec{r}) d^3r \quad (3.6)$$

$$W_{Dip} = \sum_i \left(\frac{\partial V}{\partial x_i} \right)_0 \cdot \int_N \rho_N(\vec{r}) x_i d^3r \quad (3.7)$$

$$W_{Cuad} = \frac{1}{2} \sum_i \left(\frac{\partial^2 V}{\partial x_i^2} \right)_0 \cdot \int_N \rho_N(\vec{r}) x_i^2 d^3r \quad (3.8)$$

El segundo término es la interacción es la interacción dipolar eléctrica W_{Dip} entre el momento dipolar eléctrico $\int_N \rho_N(\vec{r}) x_i d^3r$ y el campo eléctrico en el centro del núcleo.

Este término es cero ya que el núcleo no presenta momento de dipolo eléctrico.

3.4.2.2 Interacción Monopolar Eléctrica

Es la interacción de tipo coulombiano existente entre las cargas nucleares, distribuidas en un espacio finito, y las cargas electrónicas, principalmente de la s capa, que son los que tienen mayor probabilidad de estar dentro del núcleo. Debido a esta interacción se da un cambio en los niveles energéticos de los núcleos emisor y absorbedor, cambio que no es igual ya que en los estudios Mössbauer el entorno de los núcleos emisor y absorbedor es siempre diferente (Fig. 3.6a). A la diferencia entre los niveles

energéticos nucleares del emisor y absorbedor, es decir, a la diferencia de energía de los fotones gamma emitidos y absorbidos se le conoce como desvío isomérico (δ). El desvío isomérico es una consecuencia directa del tamaño finito del núcleo, depende de las propiedades atómicas y nucleares del sistema y analíticamente se escribe como:

$$\delta = \frac{4\pi Ze^2}{3} \left(\langle R^2 \rangle_e - \langle R^2 \rangle_f \right) \left(|\psi_s(0)|_E^2 - |\psi_s(0)|_A^2 \right) \quad (3.9)$$

Donde Z es el número atómico, e es la carga eléctrica del electrón, $\langle R^2 \rangle_e$ y $\langle R^2 \rangle_f$ son los radios cuadráticos medios del núcleo en estado excitado y estado fundamental respectivamente, y, $|\psi_s(0)|_E$ y $|\psi_s(0)|_A$ son las probabilidades de encontrar un electrón de la capa s dentro del núcleo emisor y absorbedor respectivamente.

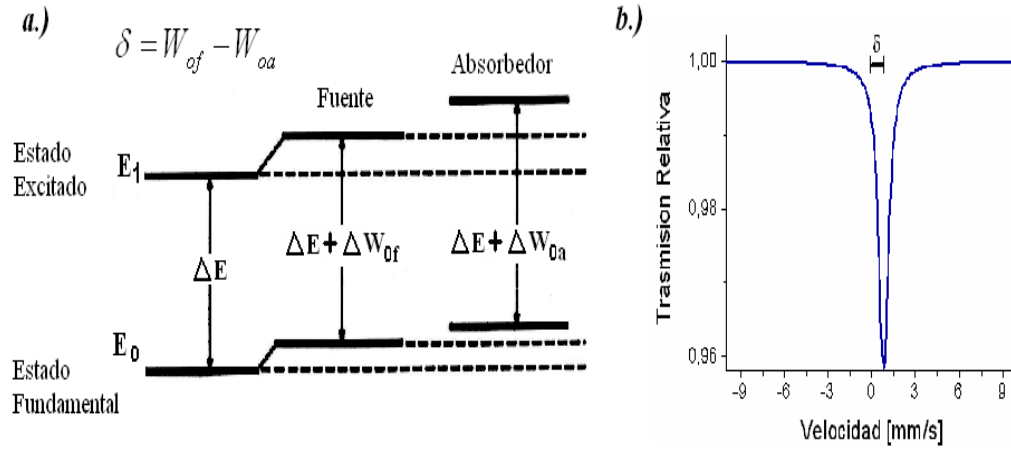


Fig. 3.6 a.) Desdoblamiento en los niveles energéticos nucleares. **b.)** Espectro Mössbauer corrido δ unidades de velocidad con respecto al cero. La forma de singlete que toma el espectro indica que no existe ningún otro tipo de interacción diferente a la monopolar eléctrica.

El desvío isomérico da información del estado de oxidación y del número de coordinación del átomo Mössbauer. El efecto de esta interacción se aprecia en el espectro mössbauer como un corrimiento (δ) del centro del espectro con relación a la posición de velocidad cero (Figura 3.6 b).

3.4.2.3 Interacción Cuadrupolar Eléctrica

Es la interacción entre el momento de cuadrupolo eléctrico del núcleo y el gradiente de campo eléctrico creado por la distribución no simétrica de cargas situadas en el entorno nuclear (electrones, iones, dipolos eléctricos, etc.).

En esta interacción solo se tiene un aporte del potencial debido a las cargas externas al núcleo, ya que los electrones de la capa s se distribuyen esféricamente no contribuyendo a la interacción cuadrupolar, y los electrones de la capa p generan una interacción cuadrupolar muy pequeña. Por tanto en el centro del núcleo se cumple la ecuación de Laplace $\sum_i V_{ii} = 0$

Además si se escoge z como el eje principal tal que $Q_{zz} = eQ$ es el momento cuadrupolar del núcleo, $V_{zz} = eq$ y $|V_{zz}| \geq |V_{xx}| \geq |V_{yy}|$, y definiendo el parámetro de asimetría η como

$$\eta = \frac{V_{xx} - V_{yy}}{V_{zz}} \quad 0 \leq \eta \leq 1 \quad (3.10)$$

El hamiltoniano que describe esta interacción, escrito en la representación de las componentes de los momentos angulares **I** es:

$$W_2 = \frac{e^2 q Q}{4I(2I-1)} [\eta(I_x^2 - I_y^2) + 3I_z^2 - I^2] \quad (3.11)$$

y sus autovalores son:

$$w_2 = \frac{e^2 q Q}{4I(2I-1)} [3m_I^2 - I(I+1)] \left(1 + \frac{\eta^2}{3}\right)^{\frac{1}{2}} \text{ con } m_I = -I, -I+1, \dots, I-1, I \quad (3.12)$$

La expresión anterior muestra que la interacción cuadrupolar rompe parcialmente la degeneración de orden $2I+1$, en los estados energéticos nucleares con espín I , ya que $w_2(m_I) \neq w_2(-m_I)$.

Los núcleos de ^{57}Fe presentan un estado fundamental con espín $I=1/2$, $m_I=\pm 1/2$ y degeneración de orden 2, y un primer estado excitado con espín $I=3/2$, $m_I=\pm 1/2, \pm 3/2$ y degeneración de orden 4. Según la ecuación 3.8 en el estado fundamental la degeneración no es removida. En cambio en el primer estado excitado la interacción

entre el momento de cuadrupolo eléctrico y el gradiente de campo eléctrico si remueve la degeneración (Fig 3.7a).

La interacción cuadrupolar genera un doblete cuyas energías con respecto al nivel energético cuando no existe esta interacción están dadas por:

$$w_2(\pm 1/2) = -\frac{1}{4}e^2qQ\left(1 + \frac{\eta^2}{3}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (3.13)$$

$$w_2(\pm 3/2) = \frac{1}{4}e^2qQ\left(1 + \frac{\eta^2}{3}\right)^{\frac{1}{2}}$$

La Fig. 3.7b muestra el efecto que tiene la interacción cuadrupolar en un espectro Mössbauer, en el que la separación entre sus picos dada por $\Delta Q = w_2(\pm 3/2) - w_2(\pm 1/2) = \frac{1}{2}e^2qQ$ es característica de cada compuesto ya que esta interacción depende del entorno de los átomos Mössbauer.

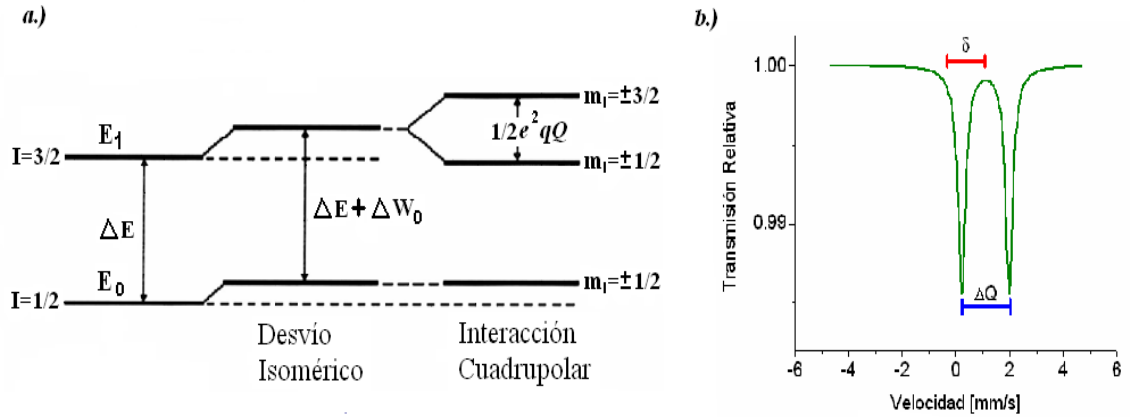


Fig. 3.7. a.) Degeneración parcial en el nivel energético con espín nuclear $\pm 3/2$ en el ^{57}Fe , generada por la interacción cuadrupolar eléctrica. **b.)** Espectro Mössbauer en forma de doblete, consecuencia de la interacción cuadrupolar.

3.4.2.4 Interacción Magnética

La energía de interacción entre el momento magnético nuclear μ_n y el campo magnético total interno H experimentado por el núcleo, llamado campo magnético hiperfino, se expresa cuánticamente por medio del siguiente hamiltoniano:

$$\hat{M}_I = -\hat{\mu} \cdot \hat{H} = -g_n \mu_n \hat{I} \cdot \hat{H}_n \quad (3.14)$$

Donde g_n es la razón giromagnética e $\mathbf{I}$ el operador de espín nuclear.

Los autovalores correspondientes a este hamiltoniano son:

$$M_I = -g_n \mu_n H_n m_I \quad (3.15)$$

los cuales evidencian una degeneración total de orden $2I+1$ en los diferentes niveles energéticos nucleares con una separación entre subniveles dada por $g_n \mu_n H_n$, diferente para cada estado con espín I debido a que g_n es diferente para cada valor de I . Las posibles transiciones energéticas entre los diferentes subniveles son gobernadas por las reglas de selección, tales que $\Delta m = 0, \pm 1$.

La Fig. 3.8 muestra el desdoblamiento que presentan los niveles energéticos nucleares en el ^{57}Fe debido a la interacción entre μ_n y H_n , y su correspondiente espectro Mössbauer.

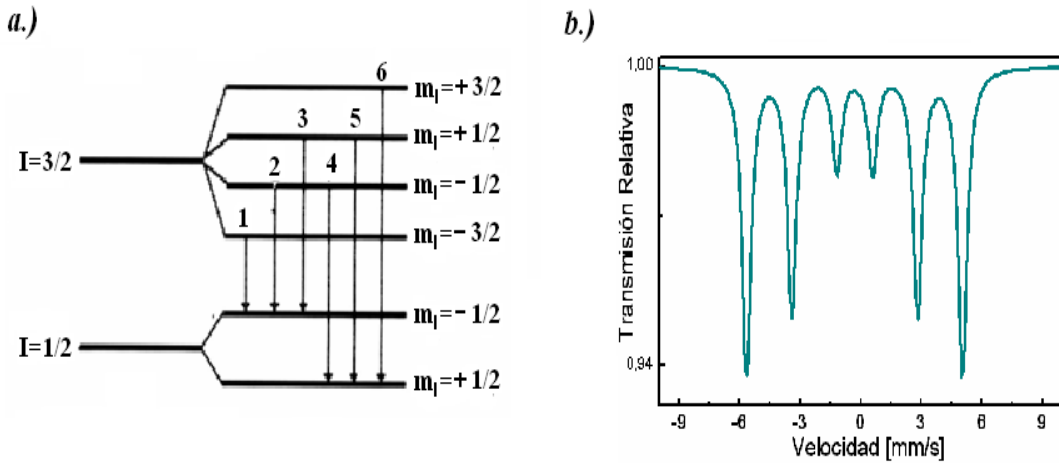


Fig. 3.8. a.) Estructura magnética hiperfina del núcleo de ^{57}Fe , en la que solo es posible seis transiciones entre subniveles energéticos. **b.)** Espectro Mössbauer en forma de sextete consecuencia de la interacción magnética.

Un espectro Mössbauer no siempre toma las formas sencillas mostradas en las Fig. 3.6b, 3.7b y 3.8b, generalmente suelen ser combinaciones de estas tres, lo cual puede llevar a un espectro de forma compleja, en donde es necesario conocer algunas consideraciones físicas del sistema en estudio para lograr un buen ajuste.

3.4.3 Espectrómetro Mössbauer

La Fig. 3.9 muestra el esquema de un espectrómetro Mössbauer. Generalmente consta de una fuente de radiación, un portamuestras, un transductor de velocidades, un detector de radiación, un analizador multicanal, un amplificador de señal y una computadora.

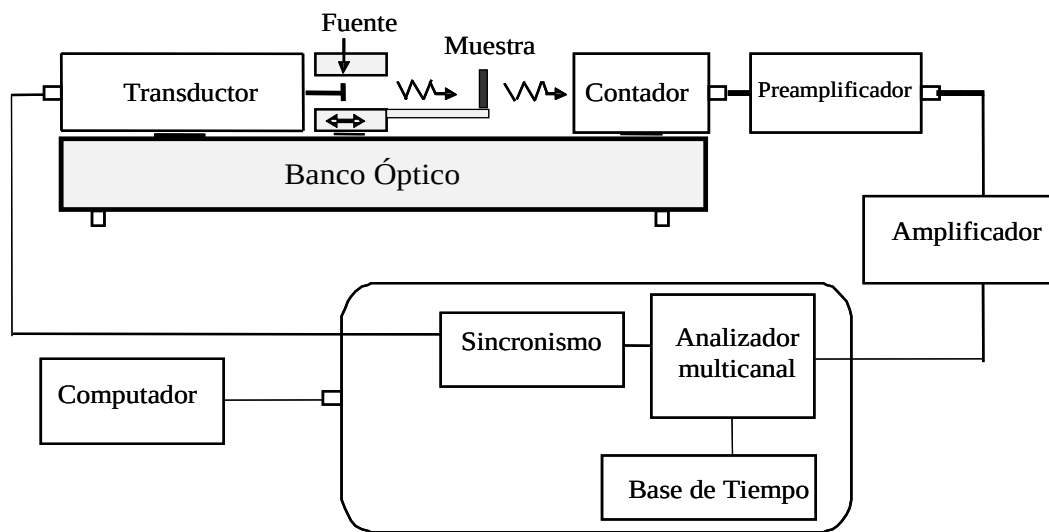


Fig. 3.9. Esquema de un espectrómetro Mössbauer.

La fuente de radiación situada en el transductor de velocidades oscila linealmente en la misma dirección del detector. Algunos de los fotones emitidos por la fuente cuentan con la energía necesaria para ser absorbidos por la muestra, otros la atraviesan, siendo detectados algunos de ellos. Los fotones detectados generan pequeños pulsos discretos de carga, los cuales son preamplificados y amplificados con el fin de convertirlos en pulsos proporcionales de voltaje. Posteriormente se envían los pulsos amplificados al multicanal en donde se cuentan y se almacena el dato en el canal con energía media correspondiente al intervalo de velocidad en el que se mueve la fuente en ese instante. Los datos almacenados en el multicanal (número de fotones en función de la velocidad de la fuente) son extraídos por medio de la computadora para obtener finalmente un espectro Mössbauer y realizar su respectivo ajuste. A esta técnica se le conoce como espectrometría Mössbauer de transmisión, si en lugar de contar el número de fotones

que no son absorbidos por la muestra, se cuenta el número de electrones expulsados por la muestra en el proceso de des-excitación (electrones de conversión interna), se realiza entonces espectrometría Mössbauer de electrones de conversión.

3.4.4 Características de la Espectrometría

La espectrometría Mössbauer se llevó a cabo en el modo de transmisión en un espectrómetro AMCBM del GMTF de la Universidad del Valle. Se utilizó una fuente de ^{57}Co de aproximadamente 25 mCi (mili curios), inmersa en una matriz de Rh. El ajuste de los espectros se realizó con el programa MOSFIT. Los desvíos isoméricos (IS) se reportan con respecto al desvío del $\alpha\text{-Fe}$

3.5 MAGNETOMETRÍA DE MUESTRA VIBRANTE [\[3.10, 3.11, 3.12\]](#)

A la hora de determinar diferentes propiedades magnéticas tales como la magnetización, la susceptibilidad magnética, el campo coercitivo, entre otras, la curva o ciclo de histéresis refleja especial simplicidad para cumplir tal objetivo. Para obtener dicha curva existen diferentes técnicas experimentales, la mayoría consiste en mediciones de la fem inducida (generalmente en bobinas) producto de la variación en la magnetización, para diferentes valores de campo magnético aplicado a la muestra. En 1959 Foner desarrolló un método en donde el cambio de flujo en las bobinas se debe al movimiento de la muestra cerca de ellas, esta técnica es conocida como Magnetometría de Muestra Vibrante (VSM), siendo actualmente una de las más implementadas debido a la buena relación señal/ruido durante la medición.

3.5.1 Magnetómetro de Muestra Vibrante

Un esquema general de un magnetómetro de muestra vibrante se aprecia en la Fig. 3.10. La muestra M situada en el extremo de una varilla oscila cerca de un par de bobinas sensoras en dirección perpendicular a un campo magnético estático uniforme.

El diagrama ilustra un sistema de medición de desplazamiento. En la parte superior, un bloque azul etiquetado como "Dispositivo Vibrador" está conectado a un eje vertical central. A lo largo de este eje se encuentran dos componentes clave: un bloque rojo etiquetado como "R" (representando una bobina de referencia) y un bloque gris etiquetado como "M" (representando una bobina sensora). El eje está rodeado por dos bobinas de referencia (etiquetadas como "Bobinas de Referencia") y dos bobinas sensoras (etiquetadas como "Bobinas Sensoras"). Las bobinas sensoras están situadas entre dos polos magnéticos, etiquetados como "N" (Norte) y "S" (Sur). Las bobinas de referencia están conectadas a un "Amplificador" (bloque gris), que a su vez está conectado a un medidor (bloque amarillo). El medidor muestra una lectura numérica y un símbolo de onda, indicando la medición del desplazamiento.

3.5.2 Características de la Magnetometría

32

3.6 TERMOGRAVIMETRÍA ^[3.13]

El análisis térmico es un grupo de procedimientos en las que se mide una propiedad física de una sustancia y/o de sus productos de reacción en función de la temperatura, mientras la sustancia se somete a un programa de temperatura controlado. Podemos diferenciar entre una serie de métodos térmicos en función de las diferentes propiedades medidas y de los programas de temperatura. Estos métodos tienen aplicación tanto en el control de calidad como en la investigación de productos industriales: polímeros, productos farmacéuticos, arcillas y minerales, metales y aleaciones. Los métodos que proporcionan información química y física son:

- Termogravimetría(TGA)
- Análisis térmico diferencial (DTA)
- Calorimetría de barrido diferencial (DSC).

En un análisis termogravimétrico se registra continuamente la masa de una muestra colocada en una atmósfera controlada, en función de la temperatura o del tiempo, al ir aumentando la temperatura de la muestra (normalmente de forma lineal con el tiempo). La representación de la masa o del porcentaje de masa en función del tiempo se denomina termograma o curva de descomposición térmica.

3.6.1 Termogravimetría (TGA).

En un análisis termogravimétrico se registra, de manera continua, la masa de una muestra colocada en una atmósfera controlada, o bien en función de la temperatura, o bien en función del tiempo. En el primer caso (experimento dinámico) la temperatura de la muestra va aumentando de manera controlada (normalmente de forma lineal con el tiempo), y en el segundo (experimento isoterma), la temperatura se mantiene constante durante todo el experimento. La representación de la masa o del porcentaje de masa en función del tiempo o de la temperatura se denomina termograma o curva

de descomposición térmica. Existen otros tipos de análisis denominados de termogravimetría diferencial donde se registra o representa la variación de masa o derivada con respecto a la temperatura o respecto al tiempo dependiendo de que el experimento sea dinámico o isoterma respectivamente. En la Figura 11 se representan estos dos tipos de termograma: a) convencional; b) diferencial.

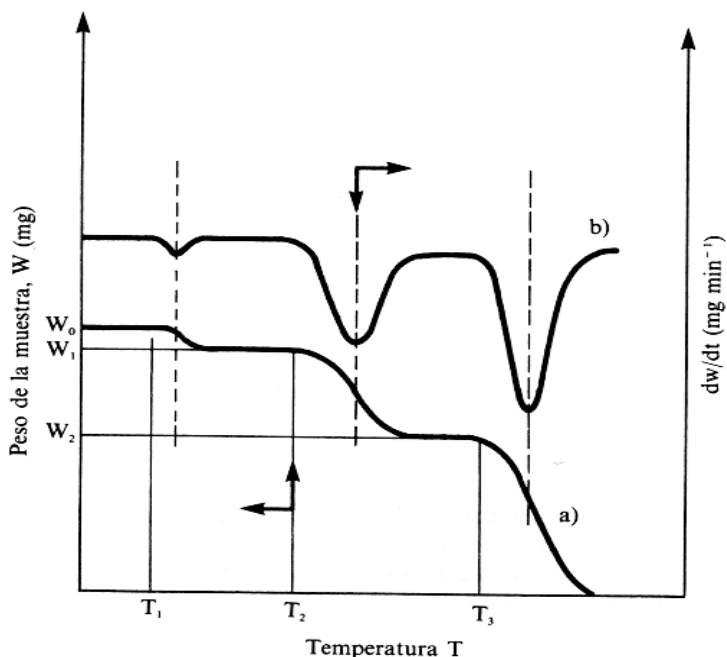


Fig. 3.11. a) Termograma convencional (curva inferior, eje izquierdo) y **b)** diferencial (curva superior, eje derecho)

Los instrumentos comerciales modernos empleados en termogravimetría constan de: una balanza analítica sensible, un horno, un sistema de gas de purga para proporcionar una atmósfera inerte, un microprocesador/microordenador para el control del instrumento y la adquisición y visualización de datos. Además, existe la opción de añadir una bobina para generar un campo magnético a las muestras.

3.6.2 Características de la Termogravimetría

El comportamiento de las propiedades magnéticas en función de la temperatura se realizó en el Analizador termogravimétrico (TGA Q500) del laboratorio de altas temperaturas de la Universidad Autónoma de Occidente en un rango de temperatura de 25°C a 500°C. Para lo cual hemos utilizado la técnica de TGA para observar la temperatura de Curie de las aleaciones $Nd_{16}Fe_{(76-x)}Ni_xB_8$ con $x = 0$ y 25. En el caso del Analizador termogravimétrico, la muestra a medir en la balanza se coloca próxima de un imán, así tenemos dos contribuciones: la debida al peso y la fuerza de atracción magnética. Esta última desaparece cuando las aleaciones pasan al estado paramagnético a la temperatura de Curie (T_c) y en esta temperatura se da un cambio drástico en la curva de “peso vs temperatura”.

3.7 BIBLIOGRAFÍA

- [3.1] C Surnayarayana., Progress in Materials Science, **46**, 1-184, (2001).
- [3.2] Edelstein A. S. And Cammarata R. C., Nanomaterials: Synthesis, properties and applications, (1996).
- [3.3] Cullity B. D., Elements of X-Ray diffraction, Addison Wesley Publishing Company Inc, (1972).
- [3.4] Achcroft. N.W., Solid State Physics, Chapter 6, International edition (1976).
- [3.5] Kittel C., Introducción a la Física del Estado Sólido, Reverté, (1998).
- [3.6] Ordóñez S., Técnicas experimentales en metalurgia. Unidad 9. Departamento de ingeniería metalúrgica, Universidad de Chile.
- [3.7] May L., An Introduction to Mössbauer Spectroscopy, Plenum Press, New Cork, (1971).
- [3.8] Wertheim Gunther K., Mössbauer effect: Pinciples and applications,Academis press, (1964).
- [3.9] Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase (GMTF). Segundo curso sobre espectroscopia Mössbauer, Cali, (1996).
- [3.10] Cullity B. D.,Introdiction to Magnetics Materials, Addison Wesley Publishing Company Inc, (1972).
- [3.11] Saccone F. D., Anales AFA. **17**, 297-300, (2005).
- [3.12] Foner S., The Review of scientific Instruments, **30**, 7 548-557, (1959).
- [3.13] E. Barsoukov, J. Ross Macdonald. Impedance Spectroscopy Theory, Experiment, and Applications. Wiley - Interscience.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

En este capítulo se presentan y discuten los resultados obtenidos de la caracterización estructural y magnética de las aleaciones $Nd_{16}Fe_{(76-x)}Ni_xB_8$ con $x = 0, 10, 20, 25$. La exposición de los resultados se realizará para las cuatro aleaciones. Inicialmente se exponen los resultados obtenidos por DRX, luego los resultados de ME, siguiendo con los resultados de VSM y finalizando con las medidas termogravimétricas a diferentes temperaturas de TGA (estas últimas medidas únicamente se realizaron a las aleaciones con $x = 0$ y $x=25$).

La información estructural como parámetros de red (a , b y c), radios atómicos y tipo de estructura del neodimio, hierro, boro y níquel, al igual que los valores nominales de porcentaje atómico de estos elementos utilizados en la preparación de las diferentes muestras son reportados en las tablas 4.1 y 4.2, respectivamente.

Elementos	<i>Nd</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>B</i>
Parámetros de red [Å]	$a=3.65$ $b=11.79$ $c=3.22$	$a=2.866$	$a=3.51$	$a=5.44$ $b=3.14$ $c=7.86$
Radio atómico [Å]	1.82	1.26	1.24	0.98
Estructura	DHCP Hexagonal compacta	BCC Centrada en el cuerpo	FCC Centrada en la cara	Romboédrica

Tabla. 4.1. Parámetros de red, radio atómico y estructura cristalina de los elementos usados en la preparación de muestras.

x	% at. <i>Nd</i>	% at. <i>Fe</i>	% at. <i>B</i>	% at. <i>Ni</i>
0	16	76	8	0
10	16	66	8	10
20	16	56	8	20
25	16	61	8	25

Tabla. 4.2. Valores nominales del porcentaje atómico de cada uno de los elementos en las diferentes muestras.

4.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La Fig. 4.1 muestra los difractogramas de rayos x de las aleaciones de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 a temperatura ambiente. Por medio del refinamiento de los patrones de difracción se determinó un comportamiento metaestable de las aleaciones, en donde las muestras con $x = 0$ y 10 , están constituidas por una fase mayoritaria de $Nd_2Fe_{14}B$ (estructura tetragonal y grupo espacial $P4_2/mnm$) y una fase minoritarias de αFe (estructura BCC y grupo espacial $Im\bar{3}m$) [4.1 - 4.10]. Las aleaciones con $x = 20$ y 25 se componen de las fases $Nd_2Fe_{14}B$, αFe y $NdNi_2$ (estructura FCC y grupo espacial $Fd\bar{3}m$).

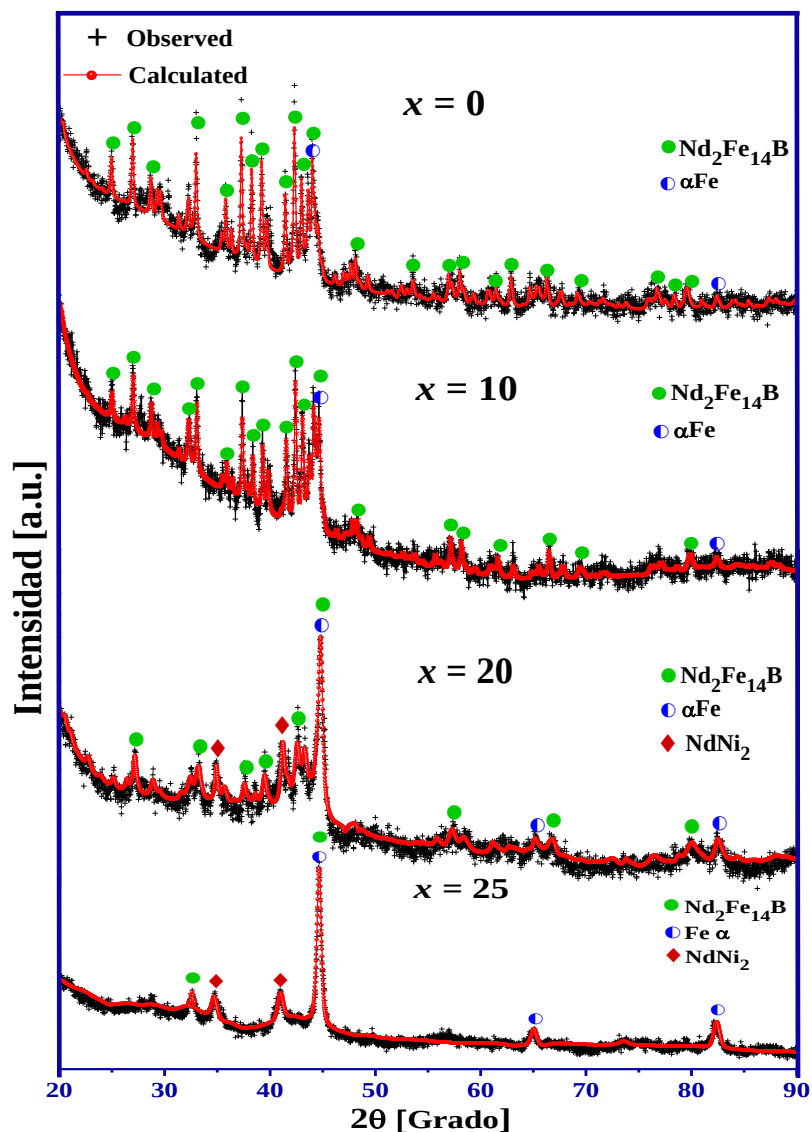


Fig. 4.1. Difractograma de rayos-x de las aleaciones $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 .

El refinamiento de los difractogramas nos permite afirmar que la intensidad de los picos de la fase $Nd_2Fe_{14}B$ disminuye y que la de los picos de la fase αFe aumenta considerablemente a medida que se aumenta la concentración de Ni. Adicionalmente para $Ni = 20\%$ at. y $Ni = 25\%$ at. aparece la fase $NdNi_2$; esto indica que para altas concentraciones de níquel se presenta un cambio en la estructura cristalina de la aleación debido a que los átomos de níquel no se difunden en la red de hierro.

Por medio del refinamiento de los patrones de difracción se determinó el tipo de estructura que presentan estas aleaciones y se obtuvo explícitamente los parámetros de red (a , b y c) y el tamaño de cristalito promedio (Φ) en la dirección perpendicular a las reflexiones. Toda la información relacionada con el refinamiento se encuentra consignada en la tabla 4.1

FASE	$Nd_2Fe_{14}B$						αFe			
%Ni	%Fase ± 0.3	$a[\text{\AA}]$ $\pm .001$	$c[\text{\AA}]$ $\pm .001$	c/a ± 0.001	Vol[$\text{\AA}^3$] ± 0.6	$\Phi[\text{nm}]$ ± 2	%Fase ± 0.3	$a[\text{\AA}]$ ± 0.001	Vol[$\text{\AA}^3$] ± 0.03	$\Phi[\text{nm}]$ ± 3
0	96.4	8.806	12.204	1.386	946.5	52	3.6	2.865	23.52	21
10	89.6	8.805	12.198	1.385	945.8	43	10.4	2.866	23.55	35
20	73.9	8.809	12.193	1.384	946.3	35	17.9	2.867	23.59	23
25	9.9	8.798	12.342	1.403	955.4	16	72.5	2.867	23.57	31

FASE	$NdNi_2$			
%Ni	%Fase ± 0.4	$a[\text{\AA}]$ ± 0.001	Vol[$\text{\AA}^3$] ± 0.2	$\Phi[\text{nm}]$ ± 1
0	-	-	-	-
10	-	-	-	-
20	8.2	7.278	385.6	19
25	17.6	7.271	384.4	20

Tabla 4.3. Parámetros estructurales obtenidos del refinamiento de los patrones de rayos-X de las aleaciones $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25.

La Fig.4.2 muestra el comportamiento de los porcentajes de las fases $Nd_2Fe_{14}B$, αFe y $NdNi_2$ de las aleaciones con estequiometria $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ en función de la concentración de níquel, en la cual podemos ver que para $x = 0, 10$ y 20 la fase $Nd_2Fe_{14}B$ es la mayoritaria, la cual disminuye drásticamente cuando la concentración de Ni es 25% at, en donde la fase mayoritaria es la αFe . Este aumento en el porcentaje de área de la fase αFe , puede ser consecuencia de la desestabilización de la fase $Nd_2Fe_{14}B$ atribuible al aumento en la concentración de níquel en las aleaciones.

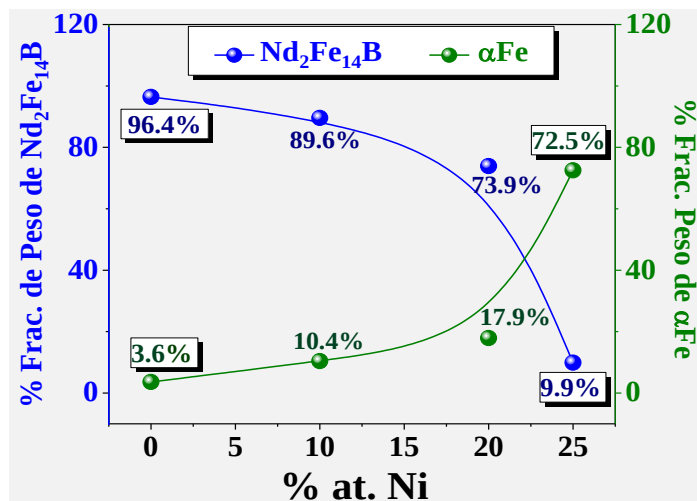


Fig. 4.2 Gráficas del % de la fracción de peso de las fases $Nd_2Fe_{14}B$ y αFe en las Aleaciones de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x= 0,10,20$ y 25 .

En la Fig. 4.3 se muestra la variación del tamaño de cristalito promedio en la dirección perpendicular con respecto al contenido de níquel para las fases $Nd_2Fe_{14}B$ y αFe . Se observa que para la fase $Nd_2Fe_{14}B$ el tamaño de cristalito disminuye al aumentar la concentración de níquel. Esto se puede explicar como consecuencia de un aumento en las tensiones internas de esta fase debido al efecto del níquel en el sistema. Los tamaños de cristalito para esta fase son del orden nanométrico entre 16 y 52 nm. El tamaño de cristalito para la fase αFe oscila entre 21 y 35 nm sin mostrar una tendencia determinada.

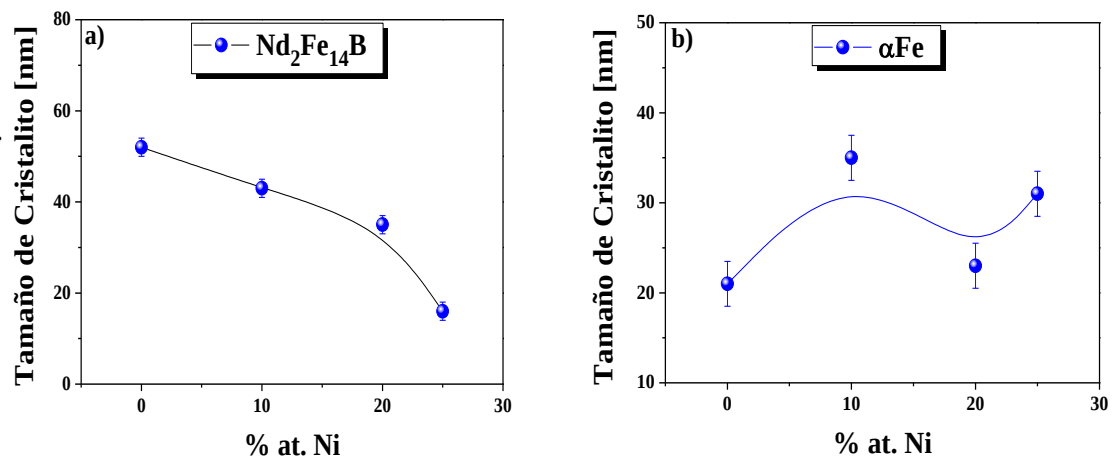


Fig. 4.3 Tamaño del cristalito como función del porcentaje atómico del Níquel para las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x= 0,10, 20, 25$. Para las fases **a)** $Nd_2Fe_{14}B$ y **b)** αFe . El comportamiento que tienen los parámetros de red con respecto a la concentración de níquel para todas las muestras se puede apreciar en la Figuras 4.4. En estas se

observa que para $x = 0, 10$ y 20 los parámetros de red a y c , la relación c/b y el volumen de la fase $Nd_2Fe_{14}B$, no se afectan considerablemente con la variación de la concentración del níquel, estos se mantienen aproximadamente constantes sin una variación apreciable. Estos parámetros están en concordancia con los reportados por la literatura. [4.11, 4.12]. Pero para la concentración de 25% níquel se observa una disminución del parámetro de red a y un aumento en el parámetro c , la relación c/b y el volumen de la celda.

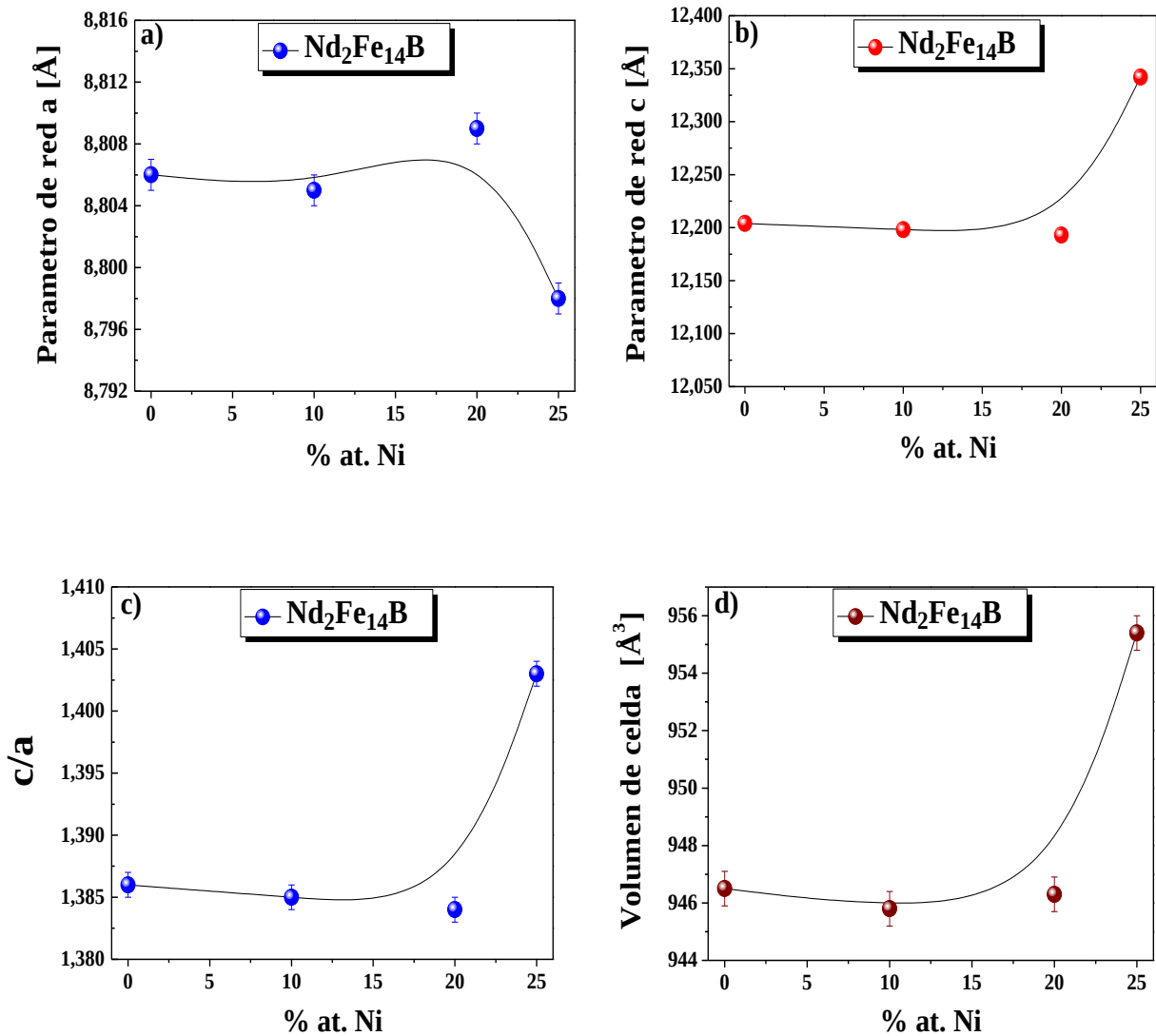


Fig. 4.4. a) Parámetro de red a de la fase $Nd_2Fe_{14}B$, b) Parámetro de red c , c) relación c/b y d) volumen de la celda de la fase $Nd_2Fe_{14}B$ como función del porcentaje atómico del Níquel para las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20, 25$.

4.2 ESPECTROMETRÍA MÖSSBAUER

En la figura 4.4 se observan los espectros Mössbauer de las aleaciones de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 a temperatura ambiente. Estos se ajustaron con siete sitios magnéticos (sextetes), asociados a los seis sitios de hierro cristalográficamente no equivalentes (denominados $16k_1$, $16k_2$, $8j_1$, $8j_2$, $4c$ y $4e$) de acuerdo con J.A. Valcanover [4.13] correspondientes a la fase magnética dura $Nd_2Fe_{14}B$; y al sitio (s^b) correspondiente a la fase magnética blanda αFe reportado por M. Rajasekhar [4.8]. Además se agregó un sitio (d) paramagnético (doblete) que corresponde a la fase $Nd_{1.1}Fe_4B_4$ [4.8, 4.12, 4.13].

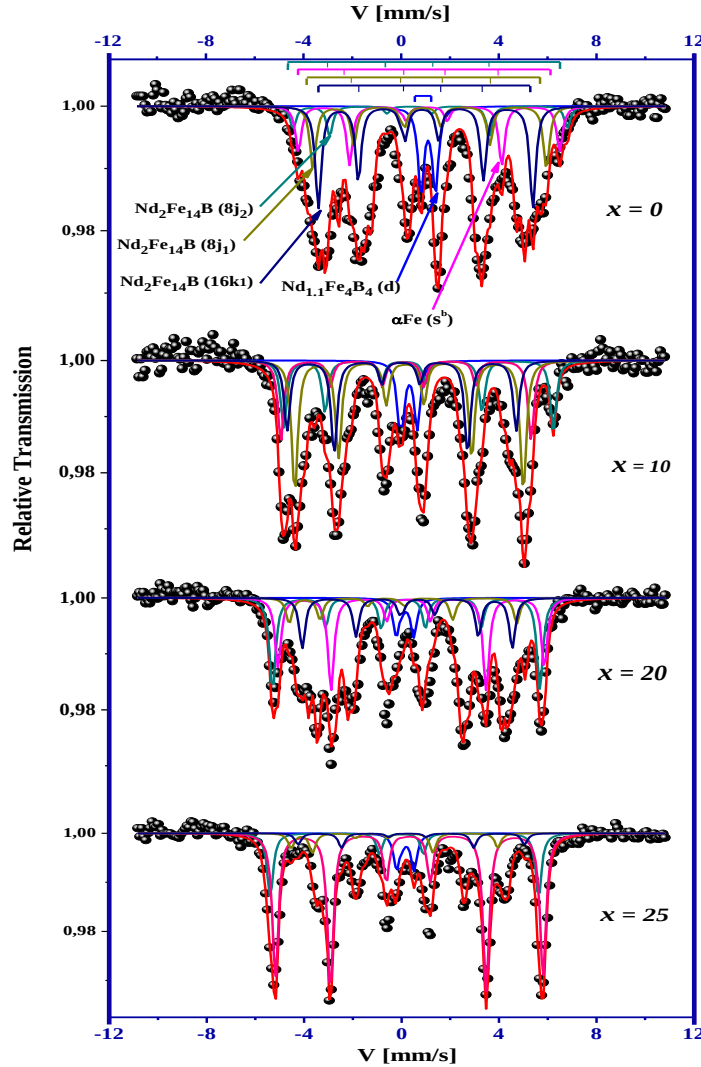


Fig. 4.5 Espectros Mössbauer para las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 .

Todos los parámetros hiperfinos como campo magnético hiperfino (H_{hf}), desvío isomérico (IS), desdoblamiento cuadrupolar (QS) y área espectral de cada uno de los subespectros (% área) obtenidos de los ajustes se reportan en la tabla 4.4. El ancho de línea (Γ) no se reporta porque es de 0,30 mm/s para todos los subespectros.

% at. Ni	Fase	Sitio	IS[mm/s] ± 0.05	QS[mm/s] ± 0.05	[%]Área ± 0.1	H_{hf} [T] ± 0.1
x = 0 ($Nd_{16}Fe_{76}B_8$)	$Nd_{1.1}Fe_4B_4$	d	0.04	0.57	6.4	0.0
	αFe	s^b	0.00	0.00	3.5	33.0
	$Nd_2Fe_{14}B$	16k ₁	-0.10	-0.12	22.2	29.8
		16k ₂	-0.02	0.39	16.7	29.9
		8j ₁	0.03	0.53	13.8	28.0
		8j ₂	0.11	0.59	12.4	34.3
		4c	-0.07	-0.08	15.8	27.0
		4e	0.01	0.11	9.2	24.0
% at. Ni	Fase	Sitio	IS[mm/s] ± 0.05	QS[mm/s] ± 0.05	Área [%] ± 0.1	H_{hf} [T] ± 0.1
x = 10 ($Nd_{16}Fe_{66}Ni_{10}B_8$)	$Nd_{1.1}Fe_4B_4$	d	0.12	0.52	6.5	0.0
	αFe	s^b	0.00	0.00	5.4	33.0
	$Nd_2Fe_{14}B$	16k ₁	0.12	-0.14	17.0	28.4
		16k ₂	-0.07	0.09	16.2	29.9
		8j ₁	0.13	0.55	18.0	28.5
		8j ₂	0.04	0.35	7.8	35.5
		4c	-0.55	0.10	16.4	28.2
		4e	0.19	0.24	12.7	24.9
% at. Ni	Fase	Sitio	IS[mm/s] ± 0.05	QS[mm/s] ± 0.05	Área [%] ± 0.1	H_{hf} [T] ± 0.1
x = 20 ($Nd_{16}Fe_{56}Ni_{20}B_8$)	$Nd_{1.1}Fe_4B_4$	d	-0.13	0.87	3.5	0.0
	αFe	s^b	0.00	0.00	13.8	33.0
	$Nd_2Fe_{14}B$	16k ₁	0.32	-0.32	9.5	28.7
		16k ₂	0.08	0.50	9.4	31.5
		8j ₁	-0.05	0.24	15.0	26.8
		8j ₂	0.05	-0.08	12.5	34.4
		4c	-0.01	0.28	18.0	24.4
		4e	0.14	-0.02	18.3	22.8
% at. Ni	Fase	Sitio	IS[mm/s] ± 0.05	QS[mm/s] ± 0.05	Área [%] ± 0.1	H_{hf} [T] ± 0.1
x = 25 ($Nd_{16}Fe_{51}Ni_{25}B_8$)	$Nd_{1.1}Fe_4B_4$	d	-0.08	0.93	6.2	0.0
	αFe	s^b	0.00	0.01	30.9	33.2
	$Nd_2Fe_{14}B$	16k ₁	0.64	0.02	4.1	27.2
		16k ₂	-0.31	-0.47	4.4	28.1
		8j ₁	-0.28	-0.44	4.9	27.5
		8j ₂	0.02	-0.04	28.3	34.6
		4c	0.15	0.78	4.1	25.3
		4e	0.12	-0.01	17.1	23.1

Tabla 4.4. Parámetros Mössbauer obtenidos mediante el ajuste de los espectros para las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con x= 0, 10, 20 y 25

Los parámetros obtenidos en relación con la concentración de Níquel son graficados en las figuras 4.6, 4.7 y 4.8. Las preferencias de los sitios pueden estimarse a partir de las áreas relativas de los sub-espectros.

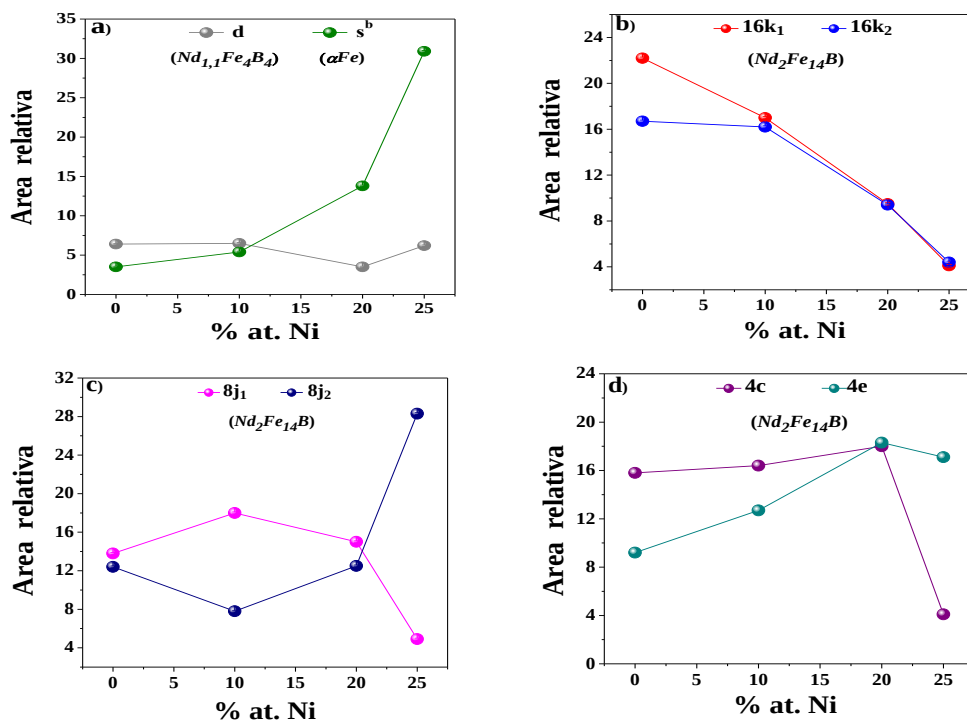


Fig. 4.6. Área relativa de los espectros Mössbauer de los sitios de αFe y $Nd_2Fe_{14}B$ vs % at. Ni.

De la figura 4.6.a) se observa que el porcentaje de área del sitio (s^b) correspondiente al αFe aumenta con la concentración de Ni, mientras que el porcentaje de área del sitio (d) correspondiente a la fase paramagnética $Nd_{1.1}Fe_4B_4$, permanece alrededor de % 5.0 sin mostrar mucha variación con la concentración de níquel. La figura 4.6 b) indica que el porcentaje de área de los sitios $16k_1$ y $16k_2$ correspondientes a la fase $Nd_2Fe_{14}B$, disminuyen con la concentración de níquel. La figura 4.6 c) muestra que el porcentaje de área de los sitios $8j_1$ y $8j_2$ correspondientes a la fase $Nd_2Fe_{14}B$, oscilan entre 8% y 18% para $x = 0, 10$ y 20 , pero para $x = 25$ el porcentaje de área del sitio $8j_2$ presenta un aumento considerable, mientras que el porcentaje de área del sitio $8j_1$ disminuye. La figura 4.6 d) muestra que el porcentaje de área del sitio $4e$ correspondiente a la fase $Nd_2Fe_{14}B$ tiene una leve tendencia a aumentar con la concentración de níquel y el porcentaje de área del sitio $4c$ correspondientes a la fase $Nd_2Fe_{14}B$ permanece constante alrededor de 16% para $x = 0, 10$ y 20 , pero para $x = 25$ se presenta un alto decaimiento del porcentaje de área. Esto está en concordancia con los resultados

obtenidos del DRX de tal forma que el aumento níquel desestabiliza la fase dura $Nd_2Fe_{14}B$ y estimula la aparición de cúmulos de hierro puro.

La figura 4.7 a) muestra el comportamiento del campo magnético hiperfino (B_{hf}) para cada uno de los diferentes sitios cristalográficos del hierro, con respecto al contenido de Ni. Se puede observar que en las muestras con $x = 0, 10$ y 20 el campo hiperfino en todos los sitios cristalográficos no presenta una tendencia específica y las variaciones de estos campos no son muy grandes, pero para la muestra con 25% de níquel el campo hiperfino de los sitios $16k_1$ y $16k_2$ disminuye. Además observamos que en general los campos hiperfinos de los sitios s^b y $8j_2$ que son los más grandes no se ven muy afectados por la concentración de níquel.

La figura 4.7 b) muestra que el campo hiperfino medio $\langle B_{hf} \rangle$ para las muestras con $x = 0$ y 10 de % at de Ni permanece constante en más o menos 29.0 T, mientras que para 20% de níquel decae a 28.0 T; como consecuencia de que para $x = 20$ el % área espectral de los sitios $16k_1$ y $16k_2$ que tienen campos hiperfinos grandes decaen considerablemente, mientras que el % de área del sitio s^b del hierro con campo hiperfino alto y el % de área de sitio $4e$ que tiene el campo hiperfino más bajo aumenta. Lo cual nos indica que el níquel no favorece el ferromagnetismo de la fase $Nd_2Fe_{14}B$. Además observamos el aumento a 30.5 T en campo hiperfino medio para $x = 25$ % at. Ni a consecuencia de que los porcentajes de área espectral de los sitios s^b y $8j_2$ que tienen los campos hiperfinos mas grandes aumentan considerablemente y los porcentajes de área de los sitios $16k_1$, $16k_2$ y $4c$ decaen a 4%. Lo cual nos indica que el níquel favorece el ferromagnetismo de la fase αFe .

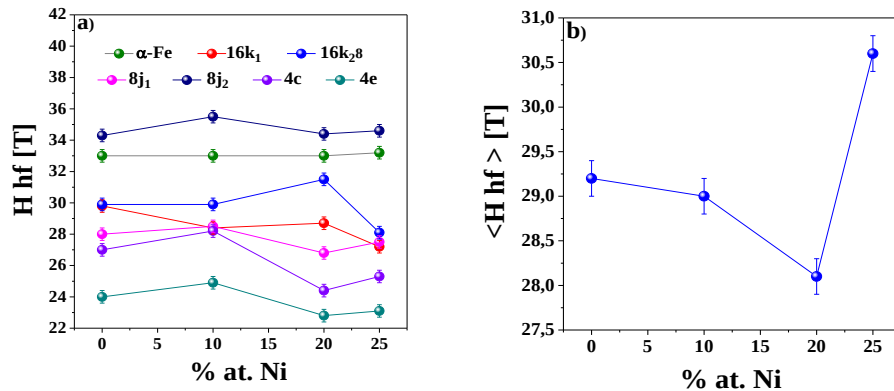


Fig. 4.7 a) Campo hiperfinos Mössbauer de los sitios de αFe y $Nd_2Fe_{14}B$ vs la concentración de Ni
b) Campo hiperfino medio

La figura 4.8 muestra el comportamiento del desvío isomérico (IS), con respecto al contenido de Níquel, para los diferentes sitios. La figura 4.8 a) muestra que el desvío isomérico de los sitios $16k_1$ y $16k_2$ aumentan con la concentración de níquel lo cual indica que los átomos de níquel sustituyen átomos de hierro en estos sitios cristalográficos, la figura 4.8 b) nos indica que los átomos de hierro prefieren estos sitios cristalográficos y no son sustituidos por átomos de níquel, por lo que el desvío isomérico para estos sitios es pequeño excepto para la concentración de 25% en donde el desvío isomérico del sitio $8j_1$ es grande por lo que para esta concentración los átomos de níquel sustituyen átomos de hierro en este sitio. Mientras que la figura 4.8 c) muestra que el desvío isomérico de los sitios $4c$ y $4e$ no se afecta por la concentración de níquel en las aleaciones excepto para la concentración de 10% de níquel en donde el desvío isomérico del sitio $4c$ es grande.

Los resultados y el análisis de los desvíos isomérico son congruentes con los del % de área espectral; ya que estos muestran que para los sitios $16k_1$ y $16k_2$ los desvíos isomérico crecen y los porcentajes de área bajan para todas las concentraciones como consecuencia de la sustitución de los hierros por níquel en estos sitios y para 25 % at. de Ni el porcentaje de área del sitio $8j_1$ decae y el desvío isomérico aumenta a consecuencia de la sustitución de los hierros por níquel en este sitio para esta concentración de níquel.

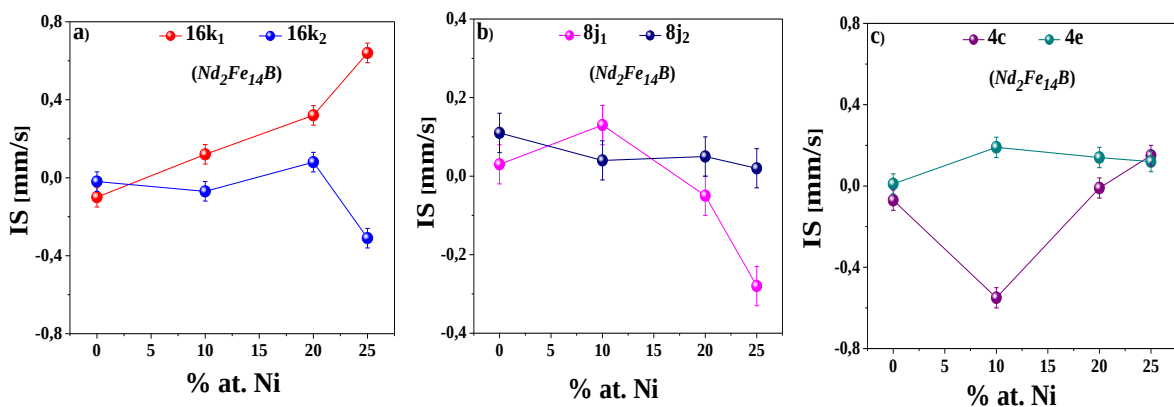


Fig. 4.8 Desvío Isomérico de los sitios cristalográficos $16k_1$ y $16k_2$ a), $8j_1$ y $8j_2$ b), $4c$ y $4e$ c) con relación al contenido de Níquel de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$.

4.3 MAGNETOMETRÍA DE MUESTRA VIBRANTE (VSM)

En la figura 4.9 se presenta el ciclo de histéresis para cada una de las aleaciones con diferentes contenidos de níquel y en la figura 4.10 se muestra la superposición de los ciclos de histéresis tomados a temperatura ambiente para el sistema $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 . Como se puede observar la adición de este elemento disminuye el tamaño de las curvas de histéresis.

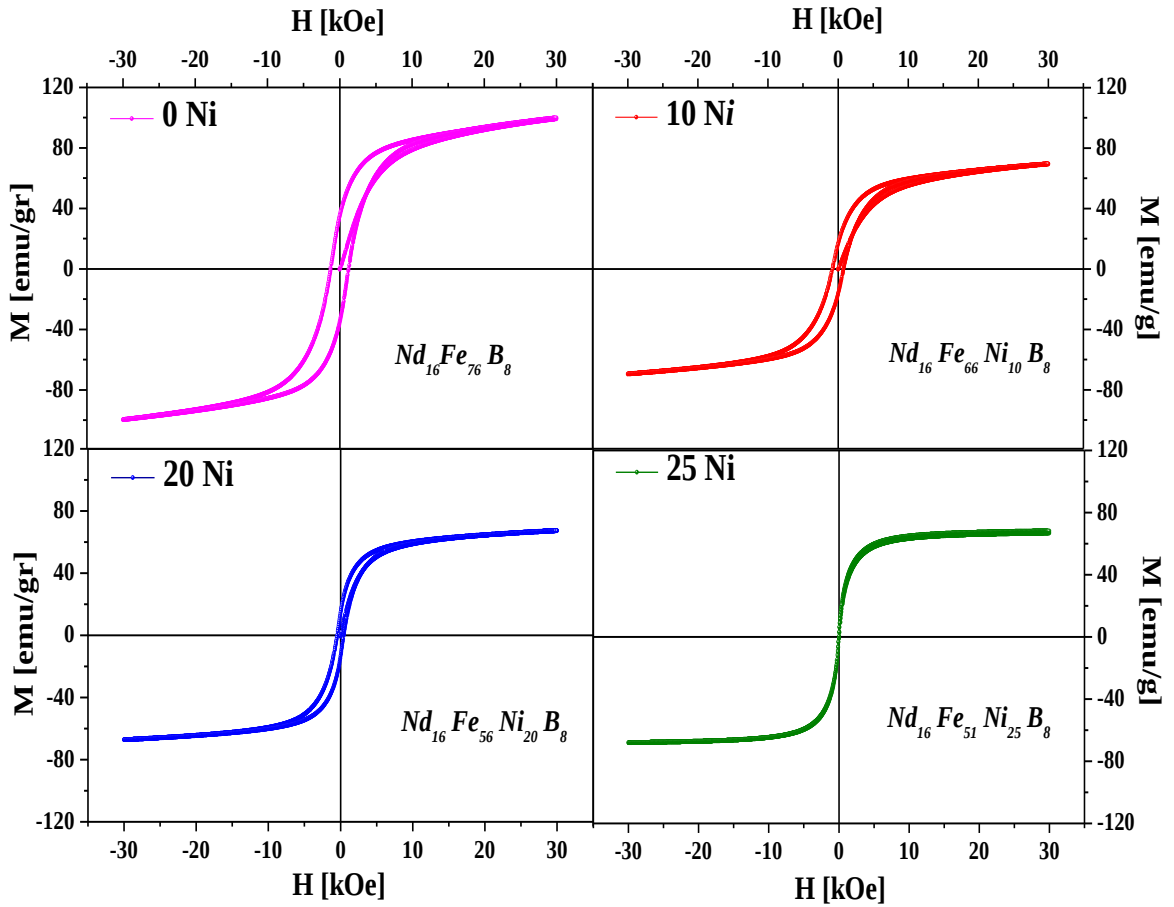


Fig. 4.9 Ciclos de histéresis para las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 .

En los ciclos de histéresis se observa que las aleaciones con $x = 0$ y 10 presentan las curvas más anchas lo cual es una característica de un material magnético duro, mientras que las concentraciones con $x = 20$ y 25 presentan curvas angostas en especial la de $x = 25$ característico de los materiales magnéticos blandos.

La magnetización de saturación (M_s) y el campo coercitivo (H_c) disminuyen con la adición de níquel de tal forma que la aleación con $x = 25$ presenta $H_c = 19$ Oe lo que indica un comportamiento magnético blando. Lo cual está en concordancia con los resultados obtenidos por difracción de rayos x y espectrometría Mössbauer, ya que estos nos muestran que la fase magnética dura $Nd_2Fe_{14}B$ disminuye al aumentar la concentración de níquel mientras que la fase magnética blanda αFe aumenta.

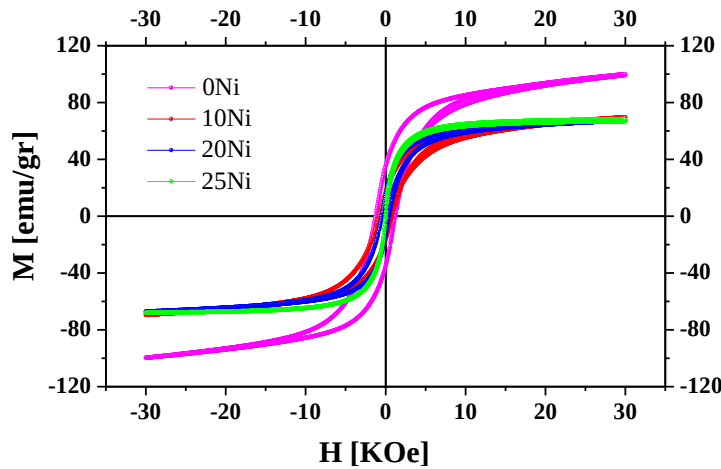


Fig. 4.10 superposición ciclo de histéresis para el sistema $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 .

En la tabla 4.5 se reportan los datos de la magnetización de saturación (M_s), la magnetización de remanencia (M_r) y el campo coercitivo (H_c) obtenidos de los ciclos de histéresis para las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 .

% at. Ni	M_s $\pm 1(emu/g)$	M_r $\pm 1(emu/g)$	H_c $\pm 1(Oe)$	$B.H_{m\acute{a}x}$ $\pm 400(Oe \cdot mu/g)$	M_r / M_s ± 0.02
0	99	34	1258	11895	0.34
10	69	16	789	3371	0.23
20	67	13	489	1544	0.19
25	66	1	19	0	0.02

Tabla 4.5. Propiedades magnéticas de las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25

Se puede apreciar que para las aleaciones con $x = 0$ y 10 el campo coercitivo es de 1258 Oe y 789 Oe respectivamente, los cuales son valores típicos de un material magnéticamente duro. El comportamiento que tiene la magnetización de saturación,

la magnetización de remanencia y el campo coercitivo como función del contenido de níquel, se graficaron en la figura 4.11, en donde se puede apreciar que todos éstos parámetros disminuyen al aumentar la concentración de níquel.

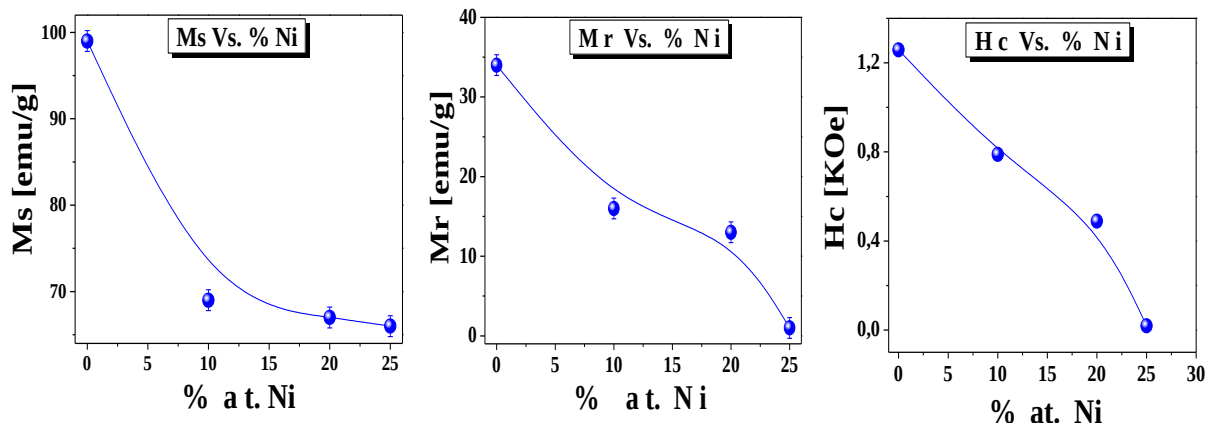


Fig. 4.11 Propiedades magnéticas de las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 .

La magnetización de saturación disminuye al aumentar la concentración de níquel en las muestras y tiene un valor máximo de 99 emu/g en $x=0$ y un mínimo de 66 emu/g en $x = 25$, este comportamiento es igual para la magnetización de remanencia con un máximo de 34 emu/g en $x = 0$ y un mínimo 1 emu/g en $x = 25$ y para el campo coercitivo el cual presenta un máximo 1258 Oe en $x = 0$ y un mínimo de 19 Oe para $x = 25$. De esta forma se observa que todas estas propiedades magnéticas de las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 disminuyen con la adición de níquel y es así como para las altas concentraciones de níquel las muestras pasan de presentar un comportamiento magnético duro a presentar un comportamiento magnético blando. Este comportamiento se puede explicar teniendo en cuenta que el níquel limita la creación de la fase dura de $Nd_2Fe_{14}B$, y estimula la creación de la fase $NdNi_2$ y αFe (blanda).

De los valores obtenidos de las curvas de histéresis se calcula el producto de energía máximo $(B.H)_{\text{máx}}$ el cual es un parámetro que sirven para determinar el comportamiento magnético de una muestra.

La figura 4.12 representa el comportamiento de $(B.H)_{\text{máx}}$ para las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x= 0, 10, 20$ y 25 . y el comportamiento $(B.H)_{\text{máx}}$ para la concentración de 0 % at. de Ni.

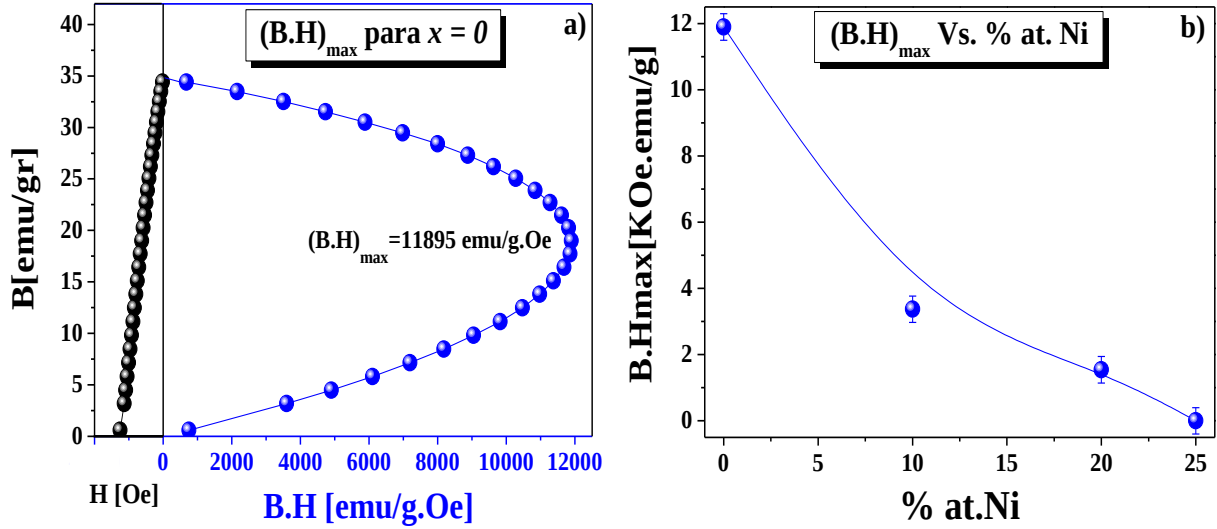


Fig.4.12. Grafica de $(B.H)_{\text{max}}$ para $x = 0$ at Ni. **a)** , grafica de $(B.H)_{\text{max}}$ de las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 Vs at. Ni.

El cálculo del producto de energía máximo $(B.H)_{\text{máx}}$ de un material nos da la energía potencial magnética de un material magnético duro, el cual es el valor máximo del producto B y H . Básicamente este producto es el área ocupada por el mayor rectángulo que puede inscribirse en el segundo cuadrante del ciclo de histéresis del material.

La figura 4.12 a) muestra que el $(B.H)_{\text{máx}}$ disminuye con la concentración de níquel y presenta un máximo de 11,895 kOe.emu/g para $x = 0$ que es un valor acorde con lo reportado en la literatura [4.12]. La figura 4.12 b) muestra el comportamiento de $(B.H)_{\text{máx}}$ para la aleación con 0 de porcentaje atómico de níquel, la cual presenta el mayor valor de este producto.

4.4 TERMOGRAVIMETRÍA CON CAMPO (TGA)

En la figura 4.13 se presentan las gráficas de termogravimetría con campo magnético para las muestras $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x= 0$ y 25. En ellas se estudia el comportamiento del peso de las muestras y su derivada en función de la temperatura, la cual varía desde temperatura ambiente hasta 500 °C con el fin de determinar la variación de la temperatura de Curie de las aleaciones con la concentración de níquel.

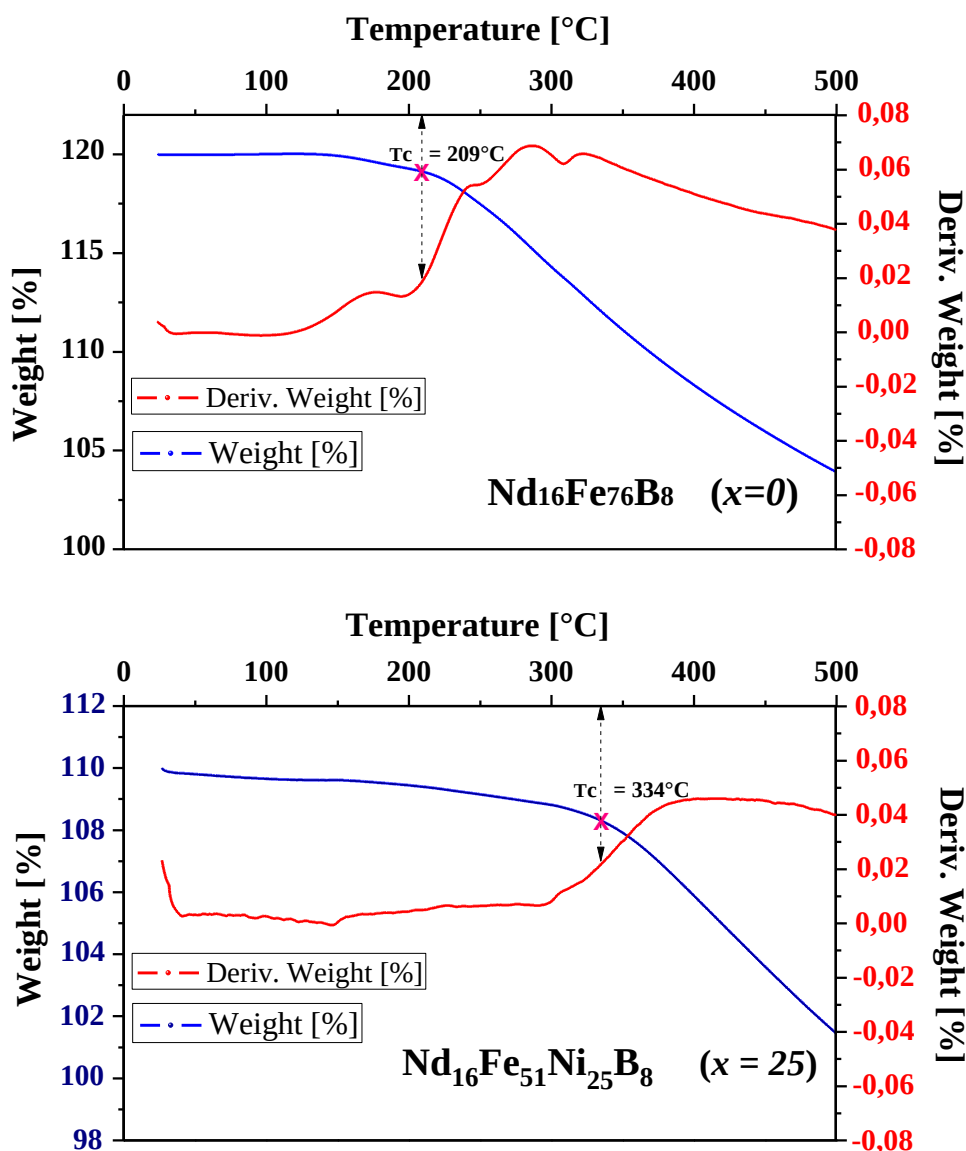


Fig. 4.13. Grafica de Termogravimetría con campo magnético aplicado de las muestras de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x= 0$ y 25.

La figura 4.13 muestran como la temperatura de Curie aumenta al aumentar la concentración de níquel de tal forma que para $x = 0$ la temperatura de Curie es de 209 °C mientras que para $x = 25$ tenemos una temperatura de Curie de 334 °C lo cual implica un aumento considerable en la temperatura de Curie de 125°C para estas aleaciones.

4.5 REFERENCIAS

- [4.1] M.A. Al-Khafaji, W.M. Rainforth, M.R.J. Gibbs, H.A. Davies, J.E.L. Bishop. J. Magn. Magn. Mater 188, 109-118 (1998).
- [4.2] J.C. Benavides, D. Oyola Lozano, L. E. Zamora, G. A. Pérez Alcázar, Y. A. Rojas Martínez, H. Bustos Rodríguez, J.M. Greneche. Revista Colombiana de Física, vol. 40, No. 1 (2008).
- [4.3] H. Jiang, M.J. O'Shea. J. Magn. Magn. Mater 212, 59-68 (2000).
- [4.4] G. KheHlifati, J.M. Le Breton, L. Aymard, J. Teillet. J. Magn. Magn. Mater 218, 42-48 (2000).
- [4.5] Ying Wang, Erde Wang. J. Magn. Magn. Mater 312, 220-223 (2007).
- [4.6] Shun Li, Shuxin Bai, Hong Zhang, Ke Chen, Jiayu Xiao. J. of Alloys and Compounds 440, 141-144 (2009).
- [4.7] Wang Zhanyong, Liu Wenqing, Zhou Bangxin, N.Jiansen, XuHui, Fang Yongzheng, Jin Minglin, Physica B 404, 1321-1325 (2009).
- [4.8] M. Rajasekhara, D. Akhtara, M. Manivel Raja, S. Ramb. J. Magn. Magn. Mater 320, 1645-1650 (2008).
- [4.9] S.Y. Zhang, H. Xu, J.S. Ni, H.L. Wang, X.L. Hou, Y.D. Dong. Physica B 393, 153-157 (2007).
- [4.10] D. Oyola Lozano, Ligia E. Zamora, G. A. Pérez Alcázar, H. Bustos, Y. A. Rojas, and J. M. Greneche, Hyp. Int. 168 (2006) 1253.
- [4.11] O. Billoni, Tesis de Doctoral, Universidad Nacional de Córdoba, 2004.
- [4.12] J. Jiménez, Tesis de pregrado, Universidad del Valle, 2011.
- [4.13] J.A. Valcanover, C. Paduani, J.D. Ardisson, C.A. Samudio Pérez, M.I. Yoshida. Acta Materialia 53, 2815-2821, (2005).

5. CONCLUSIONES

Se realizó la caracterización estructural y magnética por medio de estudios de espectrometría Mössbauer (ME), difracción de rayos X (DRX), magnetometría de muestra vibrante (VSM) y termogravimetría (TGA), de las aleaciones de $Nd_{16}(Fe_{76-x}Ni_x)B_8$ con $x = 0, 10, 20$ y 25 , obtenidas por fundición de arco. Con base a los resultados obtenidos se puede concluir que:

- Por DRX las muestras del sistema con $x = 0$ y 10 presentan dos fases estructurales, una fase mayoritaria de $Nd_2Fe_{14}B$ con comportamiento magnético duro y una fase minoritaria αFe con un comportamiento magnético blando. La muestra con $x = 20$ presenta tres fases estructuradas una fase mayoritaria de $Nd_2Fe_{14}B$, una fase αFe y una fase $NdNi_2$; y la muestra con $x = 25$ presentan tres fases estructuradas una fase mayoritaria de αFe , una fase $Nd_2Fe_{14}B$ y una fase $NdNi_2$.
- El porcentaje de área de la fase $Nd_2Fe_{14}B$ decrece con el aumento de níquel (x) y por el contrario el porcentaje de área de la fase αFe aumenta con el aumento del níquel.
- Los parámetros de red obtenidos para la fase $Nd_2Fe_{14}B$ están en concordancia con los reportados por la literatura [4.11, 4.12]. El tamaño de grano tiende a decrecer a medida que níquel aumenta.
- El análisis de los espectros Mössbauer evidencian que en las muestras se presentan la fase magnética dura $Nd_2Fe_{14}B$, una fase magnética blanda αFe y una fase paramagnética $Nd_{1.1}Fe_4B_4$ con parámetros hiperfinos semejantes a los publicados en la literatura [4.8, 4.10, 4.12, 4.13].
- Los estudios de espectroscopia Mössbauer muestran los sitios correspondientes a las fases encontradas por DRX. Adicionalmente presenta un sitio correspondiente

a fase minoritaria paramagnética $Nd_{1.1}FeB_4$ reportada en la literatura [4.8], esta fase no es detectable por DRX. Debido posiblemente a que la fracción de peso de esta fase en las aleaciones es menor del 2% y si es detectable por mössbauer por que la cantidad de hierro que posee la fase es mayor del 2%.

- Los porcentajes de área y los desvíos isoméricos de los sitios $16k_1$ y $16k_2$, nos indican que los átomos de níquel sustituyen principalmente átomos de hierro que ocupan estos sitios, en las aleaciones con $x = 0$, 10 y 20 % at Ni y para $x = 25$ % at Ni los sitios $16k_1$, $16k_2$ y $8j_1$ los átomos de níquel sustituyen los átomos de hierro. Por otra parte los átomos de hierro sustituidos por el níquel forman conglomerados de hierro puro, los cuales aumentan el porcentaje de área del espectro para el sitio del αFe .
- Según los resultados de los campos hipefinos de los espectros mössbauer se tiene que el níquel no favorece el ferromagnetismo de la fase $Nd_2Fe_{14}B$ y sí favorece el ferromagnetismo de la fase αFe . De esta manera las aleaciones pasan de ser materiales magnéticamente duros a materiales magnéticamente blandos.
- Los estudios de rayos x y Mössbauer presentan una buena correlación entre los resultados obtenidos, ambas técnicas revelan que la fase magnética dura no es estable con el incremento del porcentaje de níquel, mientras que la fase magnética blanda se favorece con la adición de níquel a las muestras.
- Las muestras con $x = 0$ y 10 presentan un comportamiento de material magnético duro con campos coercitivos de 1258 Oe y 789 Oe, y magnetización de saturación de 99 emu/g y 69 emu/g, respectivamente.
- La temperatura de Curie aumenta con la adición de níquel al sistema estudiado de tal forma que pasa de 209 °C para la aleación con 0% de níquel a 334 °C para la aleación con 25% de níquel.

- Los resultados de magnetometría de muestra vibrante y termogravimetría presentan una buena correlación con los estudios de rayos X y Mössbauer. Dado que la disminución del comportamiento magnético duro y el aumento de la temperatura de Curie de las aleaciones al incrementar el porcentaje de níquel concuerdan con el aumento de la fase magnética blanda de αFe de temperatura de Curie de 768 °C y la disminución de la fase magnética dura $Nd_2Fe_{14}B$ con temperatura de Curie de alrededor de 300 °C observados por DRX y ME.
- Se sugiere para posibles nuevos proyectos con este sistema, estudiar esta aleación con la adición de porcentajes entre 10% y 20% de contenido de Níquel, donde la fase $Nd_2Fe_{14}B$ es la mayoritaria.
- Se propone realizar estudios de TGA a todas las muestras a fin de profundizar el análisis de la influencia de la adición de níquel, sobre la temperatura de Curie.
- Se propone realizar estudios mecánicos con el fin de analizar el comportamiento de la aleación con referencia a la corrosión, y la fragilidad.