

Efecto de la concentración del vanadio en las propiedades magnéticas y estructurales del sistema $\text{Fe}_{100-x}\text{V}_x$ obtenidas por molienda mecánica

Effect of concentration of Vanadium in the magnetic and structural properties of the system $\text{Fe}_{100-x}\text{V}_x$ obtained by mechanical alloy

Miguel Andres Rengifo-Morocho^{I, II}, Dagoberto Oyola-Lozano^{III},
Yebrail Rojas-Martínez

Resumen. Se procesaron polvos del sistema $\text{Fe}_{100-x}\text{V}_x$ con $x = 20, 40, 60$ y 80 por el proceso de molienda mecánica (MA) con un tiempo de molienda de 12 h. Las muestras obtenidas fueron estudiadas estructuralmente por difracción de rayos x (XRD) y magnéticamente por espectroscopia mössbauer (ME). Los resultados por xrd mostraron la aparición de la fase fev para todas la concentraciones y de dos fases de vanadio para $x = 60, 80$. Los espectros mössbauer muestran la aparición de sitios paramagnéticos relacionados con el aumento de la concentración del vanadio. La variación de los parámetros cristalinos y los parámetros hiperfinos permiten ver una dependencia con la concentración del vanadio. El vanadio como elemento del sistema funciona como un diluidor magnético del Fe.

Palabras clave: molienda mecánica, espectroscopía Mössbauer, difracción de rayos X.

Abstract. Powders of $\text{Fe}_{100-x}\text{V}_x$ system, were processed with $x = 20, 40, 60$ and 80 by the mechanical milling process (MA) with a grinding time of 12 hours. The samples were structurally studied by x-ray diffraction (XRD) and magnetically by mössbauer spectroscopy (ME). Xrd results showed the appearance of fev phase for all the concentrations, and two phases of vanadium to $x = 60, 80$. Mössbauer spectra show the emergence of paramagnetic sites related to the increased concentration of vanadium. The variation of the crystal parameters and the hyperfine parameters let you view a concentration dependence of vanadium. Vanadium as a system, acts as a diluter the Fe magnetic.

Keywords: mechanical alloying, mössbauer spectrometry, x-rays diffraction.

^I Instituto Balseiro, Centro Atómico de Bariloche, Argentina.

^{II} Becario Centro de Excelencia en Nuevos Materiales (CENM)

^{III} Universidad del Tolima, Ciencia de Materiales y Tecnología en Plasma, CEP 73000-6229, Ibagué, Colombia.

* marengifom@gmail.com

1. Introducción

Las aleaciones de hierro (Fe) representan en una gran medida el conjunto de aleaciones más conocidas, usadas y versátiles que existen. De todas las potenciales aleaciones que se pueden lograr, son particularmente importantes las aleaciones con características magnéticas (Shokrollahi, 2009). Estas son masivamente utilizadas en todos los dispositivos electrónicos que existen en el mercado, y aunque existen otros tipos de aleaciones ($\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$, smco_5) que puedan ofrecer mejores características, no son del todo populares, ya que son, generalmente, más costosas y difíciles de producir, aspectos que las aleaciones de hierro generalmente las superan.

El vanadio (V) como elemento aditivo en algunas de estas aleaciones proporciona características muy importantes, como excelentes propiedades mecánicas a altas temperaturas en la fabricación de aceros. Últimamente, se ha venido utilizando en plantas de energía nuclear por su capacidad de absorción de la radiación. Como el estudio de las aleaciones de hierro sigue siendo un campo muy activo de investigación (Shokrollahi, 2009), el vanadio constituye, entonces, una buena alternativa para seguir explorando sus propiedades y sobre todo las magnéticas (Koyano, 1994).

El hierro y el vanadio comparten el mismo tipo de estructura (bcc), pero sus propiedades magnéticas son completamente diferentes al poseer el hierro un comportamiento ferromagnético y el vanadio paramagnético. La combinación de estos dos elementos bajo las condiciones adecuadas y específicas proporcionan características especiales al sistema, que en condiciones individuales serían impensables de obtener. La técnica de aleamiento mecánico representa una técnica muy versátil y de bajo costo, con la cual se pueden obtener soluciones sólidas, intermetálicas o en fase amorfa bajo procesos de colisión de alta energía.

2. Descripción experimental

Los polvos elementales de Fe (pureza del 99.999) y V (pureza del 99.9999) fueron sometidos al proceso de molienda mecánica (MA). Dicho proceso fue llevado a cabo en aire y con una razón de carga de 40:1, utilizando un molino tipo planetario a 600 rpm/min. El tiempo de molienda fue de 12 h y la concentración de V de $X = 20, 40, 60$ y 80 . El molino fue programado a trabajar en intervalos de 1 h y pausas intercaladas de 1 h. Las propiedades estructurales fueron estudiadas por difracción de rayos X (XRD) a una longitud de onda de 1.5404 \AA y un barrido angular de $20^\circ < 2\theta < 90^\circ$. Las propiedades magnéticas se estudiaron por espectroscopia Mössbauer de transmisión a temperatura ambiente (TA) con una fuente de Co^{57} .

3. Análisis y resultados

3.1 Difracción de rayos X

Los difractogramas de rayos X para las diferentes concentraciones de V se muestran en la figura 1. Se detectó la presencia de tres fases diferentes: Fe, V y fev, todas con estructura (bcc). Dichas fases disminuyen de forma paulatina conforme la concentración de V aumenta desde $X = 20$ hasta $X = 80$, como se aprecia en la figura 2a, pero el V muestra una tendencia menos agresiva a disminuir. Esto nos indica que cierta fracción del V se está aleando con una porción de Fe para formar el fev, quedando una fracción remanente después de $X = 40$. Claramente no todo el V se está aleando de forma exitosa con el Fe. Este último sí tiene un descenso muy claro, ya que su concentración disminuye a expensas del aumento del V y por la aleación que se está produciendo entre ellos al mismo tiempo. La fase de fev decrece, debido a que, a pesar de haber más V, el Fe necesario para alearlo todo el V ha disminuido.

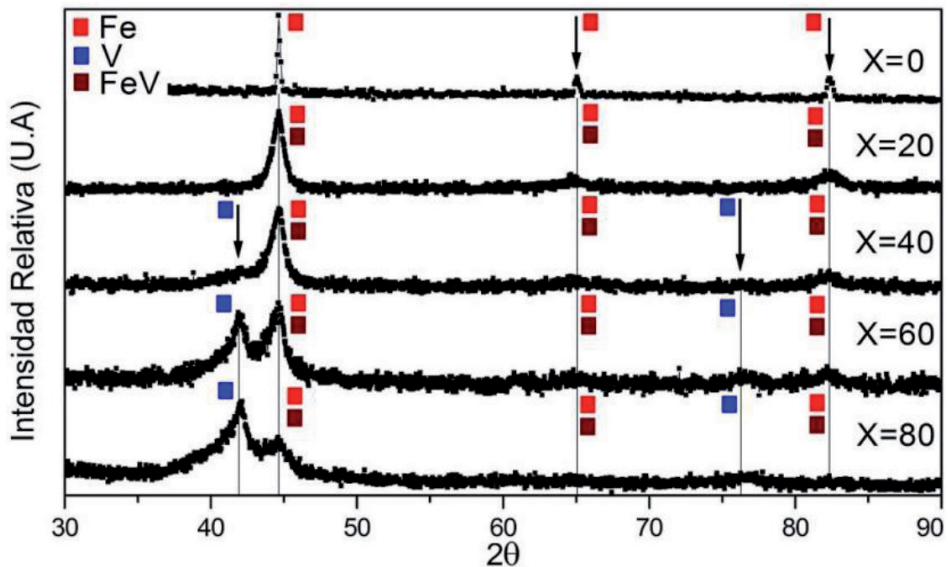


Figura 1. Difractogramas de rayos X para las diferentes concentraciones de V.

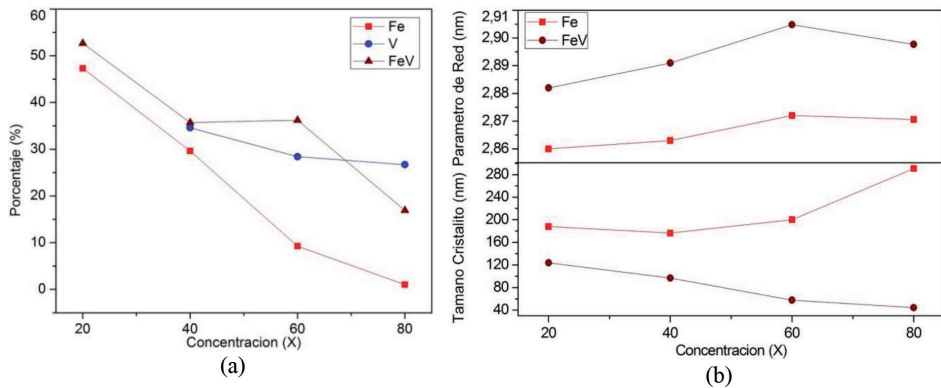


Figura 2. A) Porcentajes de las fases de Fe, V y fev en función de X para el sistema Fe-V. B) Parámetro de red y tamaño de cristalito para las fases de Fe y fev

El aumento de la concentración del V conlleva una variación de los parámetros cristalinicos de las fases de Fe y fev, como muestra la figura 2b. El proceso de molienda contribuye al aumento del parámetro de red y disminución del tamaño medio de cristalito, debido a que durante este proceso de alta energía algunos átomos de V pueden estar tomando posiciones intersticiales en la red del Fe y el fev. Esto conlleva que las distancias interatómicas medias aumenten, teniendo en cuenta además que el V presenta un radio atómico mayor que el Fe. Koyano (1994) reporta que las líneas elementales de Fe y V desaparecen después de las 200 h de molienda.

En el caso del Fe se aprecia un comportamiento opuesto al fev respecto del tamaño medio de cristalito. Al principio, este muestra una tendencia a disminuir, pero después de $X = 40$ sus valores aumentan. Se presenta una tendencia a la formación de monocristales de mayor tamaño. Para las concentraciones más elevadas, se encuentra una fase adicional de V que se ve favorecida con la abundancia de este mismo, indicando que el V puede estar presentando una transformación tipo estructural. Lanote (1990) muestra que la aleación entre el Fe y el V se está produciendo después de las 6 h de molienda. En todos los casos, se encontró solo la presencia de la fase α para el sistema Fe-V y fases diferentes como fase σ no pueden ser obtenidas por el proceso de MA (Costa, 2007).

3.2 Espectroscopia Mössbauer

Los espectros Mössbauer mostrados en la figura 3 indican la presencia en todos los casos de Fe desordenado, es decir, sitios de Fe con un entorno magnético no constante. El Fe cristalino se asocia a un sexteto y el desordenado a una distribución de campo hiperfino HFD de la fase de FeV.

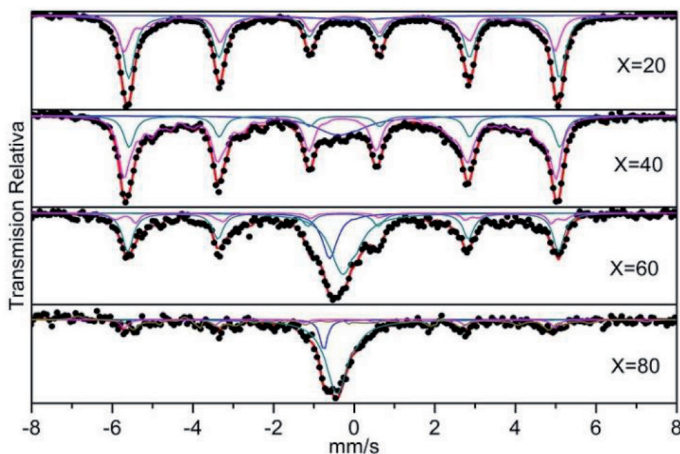


Figura 3. Espectros Mössbauer del sistema Fe-V obtenidos por molienda mecánica a 12 h.

El comportamiento de las HFD que se relacionan con la presencia de sextetos se muestra en la figura 4a, en el cual el campo hiperfino medio es cada vez más débil. El aumento de la concentración de las fases paramagnéticas origina un descenso de las componentes magnéticas del sistema, como se puede apreciar en la figura 4b. Los átomos de Fe están sufriendo, entonces, una alteración de su entorno cristalino que está relacionado con su campo hiperfino medio circundante. Esto es una consecuencia directa del proceso de molienda que distorsiona la estructura cristalina. Como observamos en los XRD, las distancias entre vecinos para el Fe están aumentando gradualmente y algunos átomos de V se están integrando a la estructura. Por tanto, el campo circundante está disminuyendo. En la figura 5, se representa un esquema del cambio del entorno cristalino. La estructura cristalina se pierde paulatinamente con el aumento de la concentración y el vecindario cristalino ya no es el mismo.

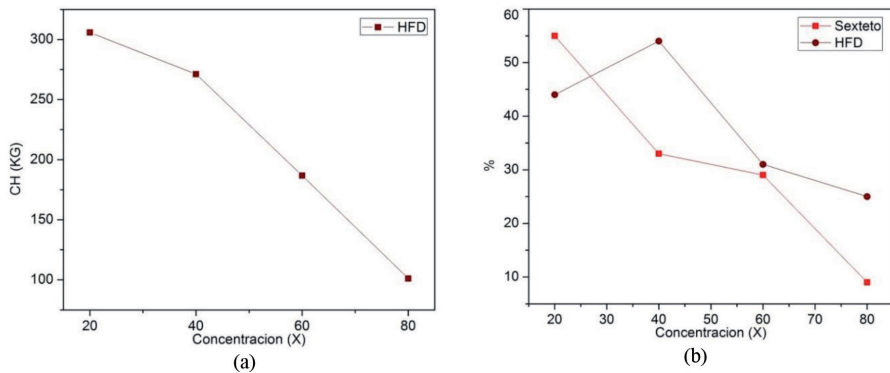


Figura 4. (a) Disminución del campo hiperfino medio con respecto a la concentración. (b) Contribución porcentual de cada uno de los sitios de Fe

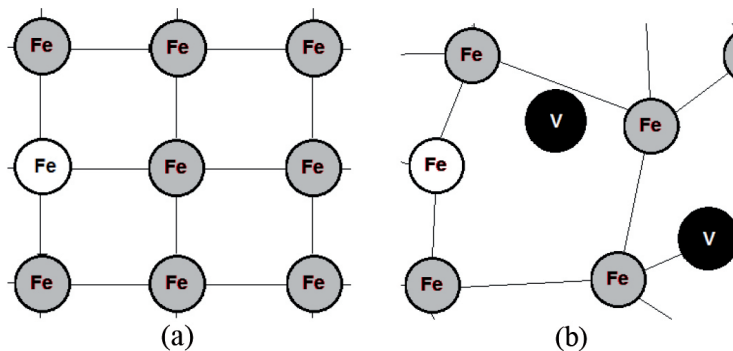


Figura 5. Representación del cambio en la estructura cristalina por el proceso de molinda mecánica. (a) Fe cristalino y (b) consecuencia del proceso de molinda

La influencia de los átomos de V se aprecia en los sitios paramagnéticos en forma de singletes de los espectros Mössbauer. Para algunos átomos de Fe, su entorno está tan enrarecido que el campo circundante es prácticamente nulo. Los singletes después de $X = 60$ están relacionadas con las dos fases de V mostradas en los XRD. Lanote (1990) revelan también que las propiedades magnéticas con respecto al tiempo de molinda disminuyen de forma importante por el proceso de amorfización relacionado.

4. Conclusiones

Se encontró la presencia del compuesto binario fev en todas las etapas del proceso de molienda, pero favorecida hasta $X = 40$. Dicha fase se asocia en los espectros Mössbauer a Fe desordenado en una HFD. Para elevadas concentraciones de V eran predominantes sitios paramagnéticos en forma de singletes. El comportamiento de la fase fev en los XRD y de la HFD en los espectros Mössbauer muestra una pérdida del comportamiento magnético con la concentración como consecuencia de la pérdida del carácter cristalino por efecto de la molienda mecánica.

Agradecimientos

Los autores expresan su reconocimiento y agradecimiento al Centro de Excelencia en Nuevos Materiales (CENM) y a la Oficina de Investigaciones de la Universidad del Tolima. Además, las observaciones y comentarios del profesor Miguel Iván Delgado, Ph. D.

Referencias

- Shokrollahi, H. (2009). The magnetic and structural properties of the most important alloys of iron produced by mechanical alloying. *Materials and Desing*, 30(9), 3374-3387.
- Koyano, T. (1994). Magnetic properties of Fe-V powders produced by mechanical alloying. *Materials & Science and Engineering*, A181/A182, 1277-1280.
- Lanotte, L. (1990). Influence of grinding on magnetic properties of Fe-V and Fe powders. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 88(1-2), 58-62.
- Costa, B. (2007). Mossbauer spectroscopy and X-ray diffraction studies of ball-milling induced transformations of a near-equiatomic fev sigma fase: Influence of oxygen. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 580(1), 4004-4007.

Referencia	Fecha de recepción	Fecha de aprobación
Miguel Andres Rengifo-Morocho, Dagoberto Oyola-Lozano, Yebrail Rojas-Martínez. Efecto de la concentración del vanadio en las propiedades magnéticas y estructurales del sistema $fe_{100-x}v_x$ obtenidas por molienda mecánica. <i>Revista Tumbaga (2013), 8, 7-13</i>	Día/mes/año 31/03/2013	Día/mes/año 19/04/2013