

SÍNTESIS DE MUESTRAS ORDENADAS DE LiFe_5O_8

A. González Arias
Universidad de La Habana

ABSTRACT

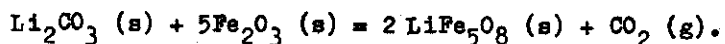
Ordered and disordered samples of LiFe_5O_8 were sintered by the reactive method and characterized by means of Moessbauer spectroscopy, X-Ray diffraction and Thermal Differential Analysis.

RESUMEN

Muestras ordenadas de LiFe_5O_8 fueron sinterizadas por el método reactivo y caracterizadas mediante espectroscopía Moessbauer, difracción de rayos X y Análisis Térmico Diferencial.

La ferrita de litio, LiFe_5O_8 , es un material ferrimagnético que ha sido objeto de bastante interés en los últimos años /1, 2, 3 /, debido a que posee propiedades muy atractivas: entre ellas: alta temperatura de Curie, ciclo de histéresis cuadrado y gran resistividad eléctrica. Posee, además, una transición cristalina del tipo orden-desorden alrededor de los 750°C , donde la estructura cúbica centrada en las caras, característica de las espinelas pasa a una estructura cúbica simple, estable por debajo de los 750°C , originada por el ordenamiento de los iones Li^+ y Fe^{3+} en los intersticios octaédricos en relación 1:3. El grupo de simetría es P4_33 (o P4_13) /4/.

Muestras de ferrita de litio han sido sintetizadas en nuestro laboratorio, con el fin de hacer estudios posteriores de la transición orden-desorden mediante difracción de rayos X. La síntesis se llevo a cabo por el método de síntesis reactiva /5/, a partir del carbonato de litio y el Fe_2O_3 mezclados en proporción estequiométrica, según la reacción:



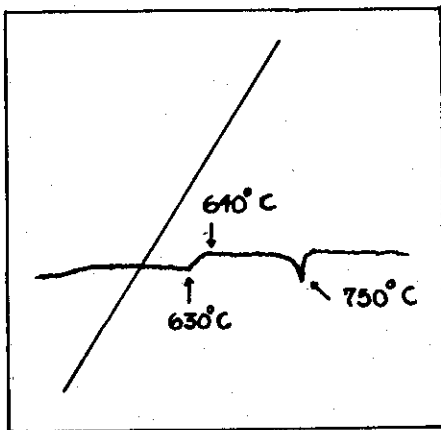
Se prepararon alrededor de 200 gramos de mezcla, con el fin de reducir la posibilidad de errores en la estequiometría debidos a la pesada. El material fue triturado durante 24 horas en un molino de bolas por vía húmeda, utilizando

etanol, y posteriormente recibió un tratamiento térmico previo durante 4 horas a 700°C , tras lo cual fue sometido nuevamente a la trituración en el molino, primero seco y después por vía húmeda. Las muestras se prensaron en forma de pastillas de 1 cm de diámetro y unos 2 mm de espesor, a una presión de dos toneladas. La sinterización final se llevó a cabo a la temperatura de 1150°C durante 3 horas, con flujo de oxígeno generado por una celda electroquímica, sin tomar precauciones especiales para eliminar el vapor de agua. Se utilizó un horno vertical comercial y crisol de platino, con las pastillas sumergidas en los polvos del material triturado, para garantizar la homogeneidad de la atmósfera durante la sinterización y evitar efectos de superficie. Se sintetizaron alrededor de 10 pastillas en cada hornada.

Dejando enfriar el horno lentamente, manteniendo el flujo de oxígeno, fue posible obtener muestras de LiFe_5O_8 ordenadas a la temperatura ambiente. Aunque la literatura recomienda llevar a cabo el templado en nitrógeno líquido, fue posible obtener el material en estado desordenado calentando las pastillas hasta una temperatura de 950°C y dejándolas caer posteriormente en un recipiente con aceite de linaza a la temperatura ambiente. El material desordenado presenta un tono más oscuro que el material ordenado, y regresa muy rápidamente al orden y color original cuando se eleva la temperatura. No fue posible obtener muestras desordenadas uti-

lizando agua en vez de aceite como enfriamiento durante el temple, manteniendo igual el resto de los parámetros: no hemos logrado encontrar una explicación satisfactoria para este comportamiento.

Las muestras fueron caracterizadas por espectrometría Moessbauer /6/, difracción de rayos X /7/, y Análisis Térmico Diferencial. Los espectros Moessbauer de las muestras ordenadas y desordenadas no muestran diferencias significativas, y coinciden con los reportados en la literatura: los patrones de difracción de las muestras ordenadas y desordenadas obtenidos con $\text{FeK}\alpha/\text{Mn}$ permiten distinguir perfectamente las superreflexiones características del material ordenado. No se observaron diferencias con las distancias interplanares reportadas en el ASTM, ni tampoco variaciones en el parámetro de la red (8.34 \AA) entre el material ordenado y desordenado.



En la figura aparece la reproducción del termograma de una muestra ordenada, obtenida con un equipo que ya ha sido descrito en otra ocasión /8/. A pesar de que este equipo no fue diseñado para estudiar variaciones en el calor específico de los materiales es posible observar, además del pequeño pico que caracteriza la transición orden-desorden a los 750°C , un pequeño efecto térmico alrededor de los 640°C característico del punto de Curie de la ferrita de litio.

Esta temperatura varía ligeramente en dependencia del grado de cristalinidad de la muestra particular analizada /1/. Los resultados obtenidos en el termograma sugieren que el ATD (o la Calorimetría Diferencial de Barrido /9/) pueden ser utilizados para caracterizar transiciones en las ferritas de forma sencilla y rápida.

BIBLIOGRAFÍA

- 1.- Mishra R.K. et al.: J. American Ceramic Soc., vol 61, 3-4, 121, 1978
- 2.- Mukthar J.H. Al, Fitzgerald A.G.: Inorg. Nucl. Chem. Letters, vol 15, 171, 1979
- 3.- Marais A. et al., IEEE Transactions on Magnetics, vol. Mag-11, No. 5, 1975.
- 4.- Braun, P.B., Nature, vol. 170, No. 4339, 1123, Dic. 1952

- 5.- Paulus M., en "Preparative Methods of Solid State Chemistry", Hagenmüller P., Editor: Academic Press, 1972
- 6.- Colaboración de S. García, Dpto. Metales, Fac. Físico-Matemática, UH.
- 7.- Colaboración del Dpto. de Espectrometría del CNIC, La Habana
- 8.- Alzola A. et al., Ciencias, serie 3, Química: No. 36, 1975 (UH)
- 9.- Oswald H. R.; Dubler E.; Reviews on Analytical Chemistry, Euroanalysis II, Budapest, 1975. Akadémiai Kiadó, Budapest., 191, 1977.