

## MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MAGNÉTICAS DE FERRITAS DE BARIO OBTENIDAS POR EL MÉTODO DE COPRECIPITACIÓN.

J. L. Sánchez, O. Arés

Dpto. de Física de los Metales, U.H.

F. Leccabue, Laboratorio MASPEC, Parma, Italia.

### RESUMEN

Se reporta la obtención de la ferrita de bario ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) mediante el método de coprecipitación, analizándose la microestructura de muestras sinterizadas,

así como, las curvas de desmagnetización para policristales isótropos.

#### ABSTRACT

In the present paper it is reported the synthesis of barium ferrite using coprecipitation method. Microstructure and demagnetization curves for sintered isotropic samples were analyzed.

"Microestructure and magnetic properties of barium ferrite obtained by coprecipitation method".

#### INTRODUCCIÓN

La fase M de la ferrita de bario ( $BaFe_{12}O_{19}$ ) ha sido uno de los materiales que más se ha utilizado industrialmente en la producción de imanes permanentes cerámicos. Los imanes a base de la M - Ba se caracterizan por tener aceptables propiedades magnéticas y un bajo costo.

K. Haneda et al (1,2), ha estudiado detalladamente la obtención y formación de esta fase por el método de coprecipitación. En los trabajos citados, se reporta la síntesis de polvos de alta coercitividad ( $mHc = 6000$  Oe) y se estudian las propiedades magnéticas de muestras sin-

terizadas a partir de los mismos, encontrándose la posibilidad de obtener imanes isótropos con un  $(BH)_{max} = 1,7$  MGO, lo cual resulta excepcional. Así mismo, se correlacionan las curvas de desmagnetización para polvos sueltos con los mecanismos de magnetización presentes en este material (2).

El objetivo del presente trabajo, ha sido estudiar las propiedades magnéticas y la microestructura de cerámicas obtenidas por sinterización de polvos coprecipitados, aspecto este último, no tratado en la literatura hasta el momento y estrechamente vinculado con los altos valores de  $mHc$  y la forma de las curvas de desmagnetización de policristales isótropos obtenidos por este método.

#### PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS ESTUDIADAS

Como componentes de partida se utilizó  $BaCl_2$  y  $FeCl_3$ , preparándose una solución acuosa de iones  $Ba^{+2}$  y  $Fe^{3+}$  en la proporción molar requerida, la que se adicionó a una solución alcalina de  $NaOH$  y  $NaCO_3$  como resultado de lo cual se obtuvo un precipitado intermedio, siendo importante en este proceso garantizar un PH básico. El precipitado se lavó cuidadosamente y se secó a  $60^{\circ}C$ , siendo tratado posteriormente a una temperatura cercana a los  $900^{\circ}C$  durante 2 h.

A través del procedimiento desarrollado fue posible obtener polvos con  $mH_c = 6000$  Oe resultado que coincide con el encontrado por K. Haneda et al (1,2) y que está muy cercano al valor teórico calculado de la fuerza coercitiva según el modelo de Stoner y Wolfarth (3), para un policristal isotrópico y teniendo en cuenta la forma de plaquetas de las partículas del Ba - M (6 700 Oe). Tan alta coercitividad se puede explicar porque mediante la coprecipitación se logra tener partículas muy pequeñas (1/10 de las convencionales) y más perfectas desde el punto de vista cristalográfico (4). Lo anterior se sustenta en los resultados obtenidos por microscopía de scanning y efecto Mössbauer. En la fig. 1 se presenta una microfotografía de polvos en la que puede verse efectivamente que las partículas tienen dimensiones de alrededor de  $0,1 \mu m$  (para el método cerámico en el mejor de los casos es de  $\sim 1 \mu m$ ).

Por otra parte, en la fig. 2 se presenta el espectro Mössbauer obtenido para la misma muestra de polvos, a temperatura ambiente y en régimen de aceleración constante. Las líneas son muy finas ( $0,3$  mm/seg), lo que permite la resolución parcial de algunas de ellas las que usualmente aparecen sólo como ensanchadas, lo cual es un

índice de la perfección cristalina mencionada anteriormente.

De este espectro, también se ve que no existen evidencias de óxido férrico remanente y no se presenta el fenómeno del superparamagnetismo susceptible de ocurrir en partículas muy finas.

Las cerámicas estudiadas se prepararon en forma de discos finos con una sinterización de 15 minutos a  $1100^\circ C$ . En la fig. 3 se presenta la curva de magnetización específica de saturación ( $\sigma_g$ ) contra temperatura para las muestras obtenidas. Esta; tanto por su forma como por la temperatura de Curie ( $452 \pm 2^\circ C$ ) se corresponde muy bien con lo reportado para el Ba - M (5).

La magnetización específica  $\sigma_g$  medida a temperatura ambiente en un campo de  $20$  KOe fue de  $66$  emu/gr valor aceptablemente bueno para un policristal.

#### CURVAS DE MAGNETIZACIÓN

En la fig. 4 se muestra la curva de desmagnetización obtenida para los discos sinterizados y además, en la tabla 1 se resumen las propiedades magnéticas de estas muestras. El valor de  $mH_c = 4650$  Oe es inferior al de

polvos sueltos pero muy superior al de muestras obtenidas por el método cerámico (~3000 Oe). En la fig. 5 se presenta la microestructura de estas cerámicas apreciándose cierta población de partículas muy grandes (~100  $\mu$ m) lo que demuestra que ha existido crecimiento discontinuo del grano (6). Es conocido (7), que este fenómeno disminuye considerablemente la coercitividad por lo que resulta de gran interés el hecho de tener un valor tan alto de esta magnitud con esa microestructura. Es posible que la población de partículas pequeñas que aún existen (ver foto) sean las que determinen mHc.

El crecimiento discontinuo del grano que se observa puede estar determinado por la presencia de Na en los polvos a pesar del lavado, el que puede formar fases de bajo punto de fusión o a la existencia de cierta población de granos mayores en los polvos de partida. En este caso, debido al pequeñísimo tamaño de las partículas, la velocidad de sinterización puede ser inmensamente mayor que en el caso convencional.

Por último, de la tabla se puede observar que la inducción remanente es elevada lo cual se corresponde con la pureza de fase y la buena densidad del sinterizado. El  $(BH)_{\text{máx}}$  es el 1,1 MGO que es lo usualmente reportado para imanes isotropos de la ferrita de bario.

## CONCLUSIONES

Con el método de coprecipitación es posible obtener partículas del  $BaFe_{12}O_{19}$  muy finas y con alta perfección cristalina las que alcanzan una mHc y un Br cercano al teórico.

En las cerámicas se observa con intensidad el crecimiento discontinuo del grano, aunque estas mantienen una fuerza coercitiva sorprendentemente grande. Lo primero, puede estar vinculado a una insuficiente limpieza del precipitado.

El método de coprecipitación permite obtener ferritas exagonales que se acercan por su comportamiento a lo ideal, lo que puede ser la base para obtener imanes cerámicos con propiedades excepcionales.

Un trabajo más detallado sobre ferritas de Ba obtenidas por este método será publicado posteriormente.

## AGRADECIMIENTOS

Queremos agradecer al Profesor Sergio García por la colaboración prestada en la obtención y discusión del espectro Mössbauer que se presenta.

## BIBLIOGRAFÍA

1. K. Haneda et al.  
J. Amer. Ceram. Soc., vol 57 No. 8 (1974)
2. K. Haneda et al.  
J. Appl. Phys, vol 44 No. 8 (1973)
3. E.C. Stoner and E. P. Wolfarth  
Phil. Trans. Roy. Soc., Ser. A. 240, Pag. 599 (1948)
4. O. Arés, F. Calderón, A. de la Campa  
Publicado en este mismo número.
5. D.J. Craig  
"Magnetic oxides", John Wiley and sons. London. New York. Sydney. Toronto (1975)
6. P. Hagenmuller  
"Preparative Methods in Solid State Chemistry"  
Academic Press (1975)
7. G.A.M. van den Broek et al  
Phil. Tech. Rev. vol 37, No. 7, (1977)

Tabla 1. Propiedades Magnéticas de las Muestras Sintetizadas.

mHc (Oe)	$H_c$ (Oe)	$\sigma_s$ (emu/g)	Br(G)	$(BH)_{max}$ (MGO)
4650	1800	66	2300	1,1

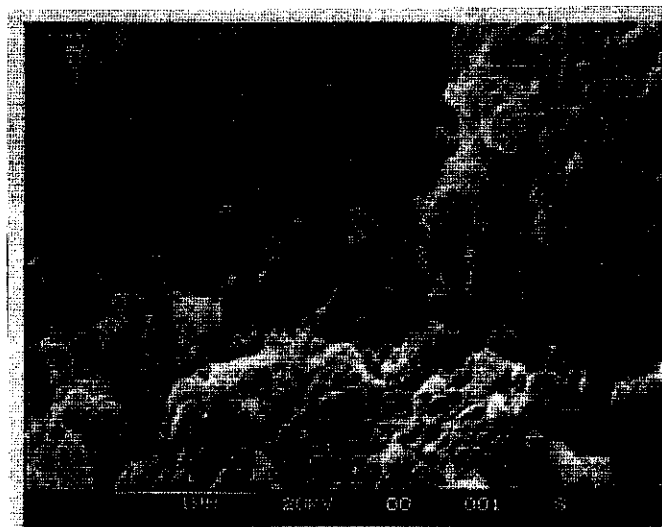


FIG. 1 Microfotografía de polvos de  $BaFe_{12}O_{19}$  obtenidos por coprecipitación.

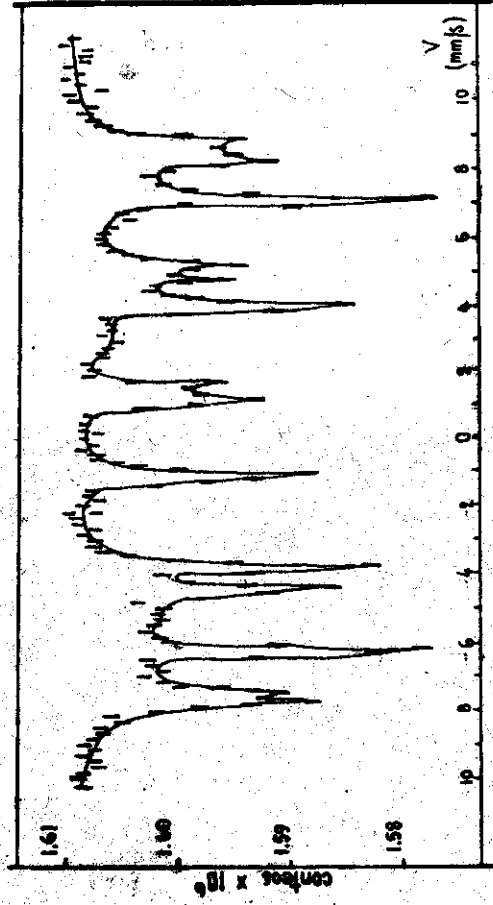


FIG. 2 Espectro Mössbauer de polvos de BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> obtenidos por coprecipitación.

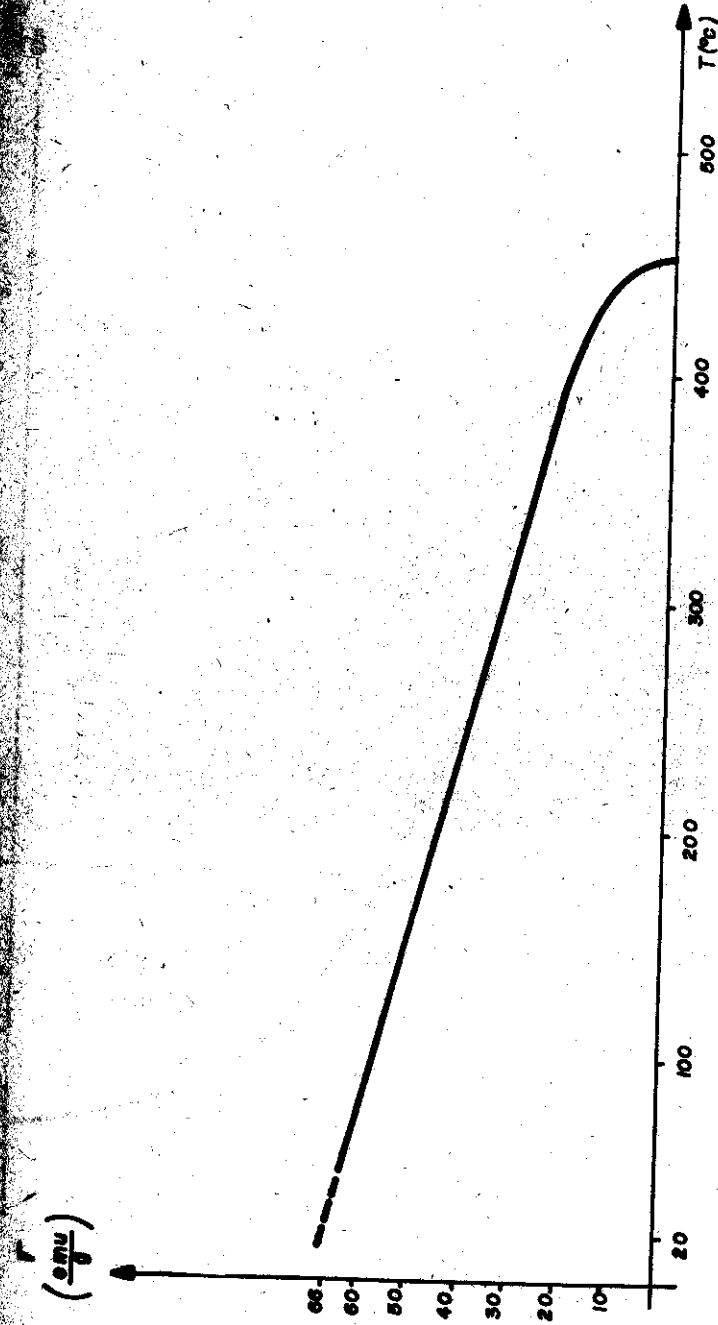


FIG. 3 — CURVA DE MAGNETIZACION ESPECIFICA EN FUNCION DE LA TEMPERATURA

$T_c = 452 \pm 2 \text{ } ^\circ\text{C}$

FIG. 4 - CURVA DE DESMAGNETIZACION PARA  
POLICRISTALES ISOTROPOS

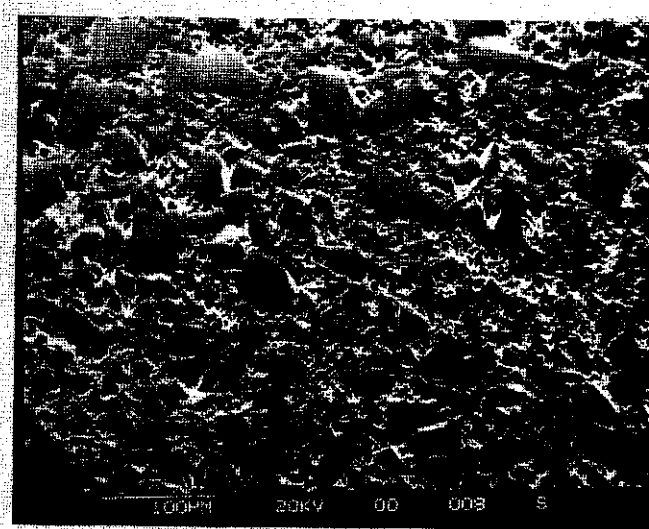
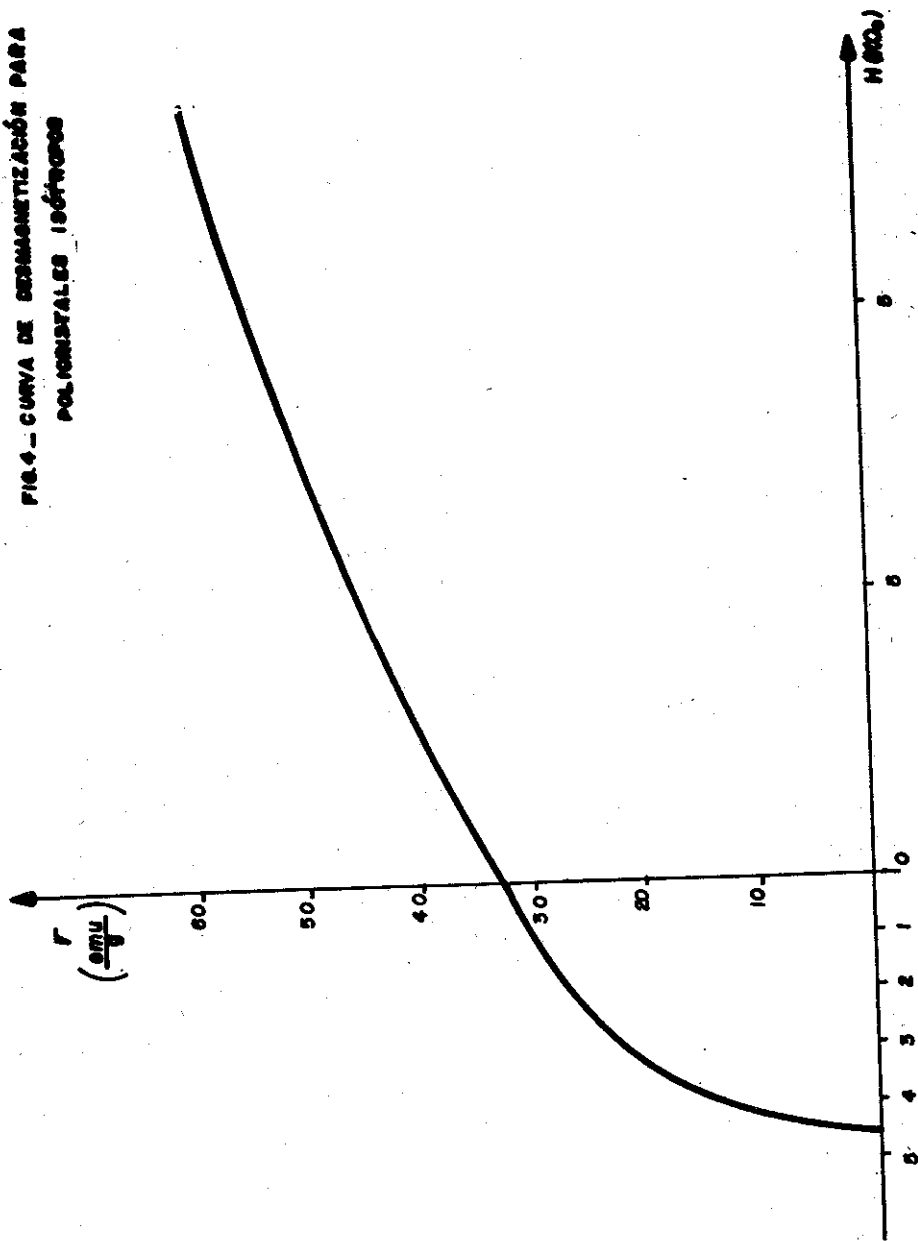


FIG. 5 Microestructura Típica de las Ferritas Sinterizadas.