



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE  
SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRÍA EN  
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

MEZCLADO MECÁNICO DE POLVOS Fe, Ni, Co Y SU EFECTO EN SUS  
PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y ELÉCTRICAS EN UN MATERIAL  
COMPUESTO (M-POLÍMERO)

Tesis que para obtener el Grado de  
Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales presenta:

Ing. Irving Ignacio López López

Director de Tesis

Dr. Jorge Alejandro Verduzco Martínez

MORELIA, MICHOACÁN, MÉXICO, ENERO DEL 2020



Instituto de Investigación  
en Metalurgia y Materiales

Of. Núm. IIM-ST-102-2019.

Morelia, Mich., Noviembre 22 del 2019.

**C. ING. IRVING IGNACIO LOPEZ LOPEZ**  
**Presente**

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales, con la tesis titulada **“MEZCLADO MECANICO DE POLVOS Fe, Ni, Co Y SU EFECTO EN SUS PROPIEDADES MAGNETICAS Y ELECTRICAS EN UN MATERIAL COMPUESTO(M-POLIMERO)”**, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

0100048-9	DR. JORGE ALEJANDRO VERDUZCO MARTINEZ	(Presidente)
8103424-5	DR. EGBERTO BEDOLLA BECERRIL	(Vocal)
15010073	DRA. NOEMI ORTIZ LARA	(Vocal)
0300379-5	DR. GUILLERMO CARREON GARCIDUEÑAS	(Vocal)
9700358-1	DR. JUAN ZARATE MEDINA	(Vocal)
0400318-7	DR. RICARDO MORALES ESTRELLA	(Suplente)

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirva prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.

Atentamente

U. M. S. N. H.

  
**Dr. Víctor Hugo López Morelos**  
Director



**Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales**  
**Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo**

VHLM/yatc

## **AGRADECIMIENTOS Y DEDICATORIAS**

Gracias al Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales IIM<sup>2</sup> de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo por brindarme la oportunidad de continuar con mi superación académica en su programa de maestría.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología CONACyT por la beca que me fue otorgada durante la realización de la maestría

Agradezco al Dr. Jorge Alejandro Verduzco Martínez por su apoyo y dedicación durante mi periodo en la maestría y con el trabajo de investigación.

Gracias al Instituto de Geofísica de la Universidad Autónoma de México UNAM y en especial al Dr. Juan Julio Morales Contreras, por su apoyo durante el proyecto con el equipo necesario para el cumplimiento de la investigación.

Agradezco a los doctores que forman parte del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales por su apoyo y conocimiento, durante el posgrado realizado. En especial al Dr. Jose Lemus Ruiz, Dr. Juan Zarate Medina, Dr. Ricardo Morales Estrella, por el apoyo con equipo y material para el desarrollo del proyecto.

Gracias al Instituto de Física y Matemáticas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo y en especial al Dr. Salomón Eduardo Borjas García por el apoyo brindado para la obtención de propiedades del trabajo realizado.

*A mis padres y hermano.*

*Ma. Griselda López P., Ignacio López D. y Bryan Sly López L.*

*“Los hombres de ciencia sospechan algo sobre ese mundo, pero lo ignoran casi todo.*

*Los sabios interpretan los sueños, y los dioses se ríen.”*

**Hypnos**, Howard Phillips Lovecraft (1890-1937).

## CONTENIDO

RESUMEN .....	14
ABSTRACT .....	15
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN .....	16
1.1. OBJETIVO GENERAL .....	18
1.1.1. Objetivos específicos .....	18
1.2. METAS CIENTÍFICAS .....	19
1.3. JUSTIFICACIÓN .....	20
1.4. HIPÓTESIS .....	21
CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA .....	22
2.1. Marco teórico .....	22
2.1.1. Materiales compuestos .....	22
2.1.2. Materiales compuestos de matriz polimérica .....	23
2.1.3. Materiales magnéticos .....	26
2.1.4. Materiales ferromagnéticos .....	27
2.1.5. Tipos de materiales ferromagnéticos .....	31
2.1.6. Materiales magnéticos blandos .....	31
2.1.7. Propiedades magnéticas y eléctricas .....	32
2.1.8. Calentamiento por inducción .....	37
2.1.9. Materiales concentradores de energía magnética .....	38
2.1.10. Materiales compuestos magnéticos blandos .....	40
2.1.11. Molienda mecánica .....	42
2.1.12. Anisotropía ferromagnética .....	43
2.2. Análisis y discusión del estado del arte .....	47
2.2.1. Selección de materiales .....	47
2.2.2. Selección del material matriz como revestimiento de las partículas .....	47
2.2.3. Mezclado mecánico y el tamaño de partícula .....	48

2.2.4. Agentes de control durante la molienda .....	51
2.2.5. Presión de compactación y tratamiento térmico .....	52
2.2.6. Isotropía ferromagnética tridimensional .....	55
<b>CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL .....</b>	<b>58</b>
3.1. Selección y caracterización de los materiales primarios .....	58
3.1.1. Caracterización estructural, morfológica y tamaño de partícula .....	59
3.1.2. Propiedades magnéticas de los polvos elementales .....	59
3.2. Mezclado mecánico de los polvos metálicos .....	60
3.2.1. Pesaje de los materiales .....	60
3.2.2. Molienda mecánica .....	60
3.2.3. Caracterización estructural de polvos metálicos post-molienda .....	61
3.2.4. Caracterización mediante microscopía electrónica de barrido post-molienda .....	62
3.2.5. Termogravimetría .....	62
3.2.6. Propiedades magnéticas .....	62
3.3. Fabricación del material compuesto .....	62
3.3.1. Mezclado del material polimérico con los polvos metálicos .....	62
3.3.2. Prensado del material compuesto .....	63
3.3.3. Caracterización estructural de los materiales compuestos magnéticos blandos .....	64
3.3.4. Caracterización mediante microscopía electrónica del material compuesto .....	64
3.3.5. Propiedades magnéticas del material compuesto .....	64
3.3.6. Propiedades eléctricas del material compuesto .....	67
<b>CAPÍTULO 4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS .....</b>	<b>68</b>
4.1. Selección y caracterización de materiales primarios .....	68
4.1.1. Caracterización estructural de los materiales primarios .....	68
4.1.2. Caracterización mediante microscopía electrónica de barrido y tamaño de partícula .....	69
4.1.3. Propiedades magnéticas de los polvos elementales .....	72
4.2. Mezclado mecánico de los polvos metálicos .....	75

4.2.1. Caracterización estructural de polvos metálicos post molienda .....	75
4.2.2. Caracterización mediante microscopía electrónica y tamaño de partícula .....	81
4.2.3. Termogravimetría .....	86
4.2.4. Propiedades magnéticas .....	88
4.3. Fabricación del material compuesto .....	97
4.3.1. Caracterización mediante microscopía electrónica de barrido del material compuesto .....	97
4.3.2. Propiedades magnéticas del material compuesto .....	100
4.4. Permeabilidad magnética a partir de impedancias .....	108
4.5. Comparativa con materiales utilizados actualmente en el mercado.....	110
4.6. Isotropía ferromagnética tridimensional .....	113
4.7. Propiedades eléctricas del material compuesto.....	116
4.8. Discusión general de resultados .....	116
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES .....	122
PLANTEAMIENTO DE TRABAJO A FUTURO. ....	124
REFERENCIAS. ....	125
ANEXOS .....	131
Anexo A.....	131
Anexo B.....	132
Anexo C.....	134

## ÍNDICE DE FIGURAS.

<b>Figura 2.1.</b> Clasificación de materiales compuestos. ....	23
<b>Figura 2.2.</b> Tipos de resinas epóxicas [12]. ....	25
<b>Figura 2.3.</b> Comportamiento diamagnético y paramagnético de materiales [12]. ....	27
<b>Figura 2.4.</b> Dominios magnéticos; a) sin campo magnético externo; b) con campo magnético externo; c) imán recto resultante [17]. ....	27
<b>Figura 2.5.</b> Cambio magnético gradual del dipolo magnético a través del límite de dominio [16]. ....	28
<b>Figura 2.6.</b> Comportamiento del campo magnético contra la intensidad del campo para un material ferromagnético sin magnetización inicial [16]. ....	29
<b>Figura 2.7.</b> Densidad de flujo magnético contra intensidad del campo de un material ferromagnético sujeto a saturación directa e inversa [16]. ....	30
<b>Figura 2.8.</b> Curvas esquemáticas de magnetización de los materiales magnéticos duros y blandos [16]. ....	31
<b>Figura 2.9.</b> Propagación del campo electromagnético [19]. ....	33
<b>Figura 2.10.</b> Resistividad eléctrica contra temperatura para cobre y aleaciones Cu-Ni [22]. ....	37
<b>Figura 2.11.</b> Efecto de un concentrador de energía magnética en la distribución de corriente [20]. ....	39
<b>Figura 2.12.</b> Proceso de manufactura de un material compuesto magnético blando [1]. ....	41
<b>Figura 2.13.</b> Representación esquemática de un molino de bolas planetario. Izquierda, vista tridimensional; medio y derecha, definición del radio del vial $R_j$ y la distancia entre el eje de rotación (velocidad angular $\omega$ ) y la revolución (velocidad angular $\Omega$ ) $R_p$ [24]. ....	42
<b>Figura 2.14.</b> Esfuerzos en las partículas durante las colisiones de los medios de molienda [25].	43
<b>Figura 2.15.</b> Representación de los valores máximo, intermedio y mínimo del elipsoide de anisotropía [27]. ....	45
<b>Figura 2.16.</b> Diagramas representativos de la anisotropía de forma, a) diagrama de Flinn, b) diagrama de Ramsay y c) diagrama de Jelinek [29]. ....	46
<b>Figura 2.17.</b> Evaluación de la saturación magnética y coercitividad vs. tiempo de molienda [38]. ....	49

<b>Figura 2.18.</b> Variación de $H_C$ en función del tiempo de molienda para polvos $Fe_{80-x}Ni_{20}Si_x$ [37].....	50
<b>Figura 2.19.</b> Curvas de magnetización de los polvos a) Nanocristalinos NiFeCuMo [3]; amorfas $Co_{70}Fe_4Ni_2Si_{15}B_9$ [40]. .....	51
<b>Figura 2.20.</b> (a) Permeabilidad efectiva y (b) pérdidas del núcleo en función a la frecuencia en un Fe SMC preparado con recubrimiento superficial de óxido y fosfato[41]. .....	52
<b>Figura 2.21.</b> Permeabilidad Inicial ( $\mu_{re}$ ) y frecuencia de relajación $f_x$ del compuesto en función de las cargas de compactación [9]. .....	53
<b>Figura 2.22.</b> Ancho relativo de los picos del patrón de difracción DRX en el índice de Miller (112) debido al endurecimiento por trabajado en frío de los cristales de $Fe_2Mo$ contra presiones de compactación uniaxial [42].....	54
<b>Figura 2.23.</b> Ciclos B-H del SMC magnetizado con campo alterno B a lo largo de los ejes (a) X, (b) Y y (c) Z [45]. .....	56
<b>Figura 2.24.</b> Pérdidas en el núcleo (core loss) con un campo B, en los tres ejes respectivamente [45].....	56
<b>Figura 3.1.</b> Diagrama de flujo del proyecto de investigación.....	58
<b>Figura 3.2.</b> Ancho completo de la altura media (FWHM) [46].....	61
<b>Figura 3.3.</b> Porta muestras para la adquisición ARM.....	65
<b>Figura 3.4.</b> Configuración de tensores de anisotropía magnética.....	67
<b>Figura 4.1.</b> Patrón de difracción de polvos metálicos de hierro, níquel y cobalto. ....	68
<b>Figura 4.2.</b> Patrón de difracción de polvos metálicos de cobalto. ....	69
<b>Figura 4.3.</b> Micrografías mediante MEB de los polvos metálicos; a) hierro a 200x; b) níquel a 1000x; c) cobalto a 1000x.....	70
<b>Figura 4.4.</b> Curva de distribución de tamaño de partícula del hierro. ....	71
<b>Figura 4.5.</b> Curva de distribución de tamaño de partícula, a) níquel y b) cobalto. ....	71
<b>Figura 4.6.</b> Magnetización remanente isotérmica de los polvos elementales Fe, Ni y Co.....	72
<b>Figura 4.7.</b> Curvas de histéresis de los polvos elementales Fe, Ni y Co. ....	73
<b>Figura 4.8.</b> Susceptibilidad magnética de los polvos elementales con respecto a la frecuencia. .	75
<b>Figura 4.9.</b> Patrones de difracción de los polvos elementales y de la mezcla (M0).....	75

<b>Figura 4.10.</b> Patrón de difracción de la mezcla (M0).....	76
<b>Figura 4.11.</b> Patrón de difracción; a) mezcla (M0) y b) níquel. ....	77
<b>Figura 4.12.</b> Comparativa de los patrones de difracción de los distintos tiempos de molienda...	78
<b>Figura 4.13.</b> Comparativa de los patrones de difracción de la mezcla en estado inicial y después de 10 horas de molienda. ....	79
<b>Figura 4.14.</b> Pico de difracción correspondiente a los índices de Miller (110) y (111) de la mezcla de polvos metálicos desde 0 a 10 horas de molienda. ....	80
<b>Figura 4.15.</b> Mediciones de FWHM/I con respecto al tiempo de molienda.....	81
<b>Figura 4.16.</b> Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos antes y después de la molienda mecánica; a) sin molienda; b) 2 horas; c) 4 horas; d) 6 horas; e) 8 horas y f) 10 horas de molienda. ....	82
<b>Figura 4.17.</b> Mapeo químico mediante microscopía electrónica de barrido de los polvos después de la molienda mecánica; a) 2 horas; b) 4 horas; c) 6 horas; d) 8 horas y e) 10 horas de molienda. ....	83
<b>Figura 4.18.</b> Mapeos químicos con respecto al oxígeno a 200 aumentos; a) 2 horas; b) 10 horas de molienda.....	85
<b>Figura 4.19.</b> Curva de distribución de tamaño de partícula después de la molienda. ....	86
<b>Figura 4.20.</b> Curva termo gravimétrica de la mezcla de polvos Fe-Ni-Co.....	87
<b>Figura 4.21.</b> Curvas IRM; comparativa de la mezcla de polvos sin molienda M0, con los polvos elementales.....	88
<b>Figura 4.22.</b> Curvas de histéresis; comparativa de la mezcla de polvos sin molienda M0 con respecto a los polvos elementales.....	89
<b>Figura 4.23.</b> Curvas IRM; comparativa de la mezcla sin molienda M0 hasta las 10 horas de molienda M10.....	90
<b>Figura 4.24.</b> Curvas de histéresis; comparativa de la mezcla sin molienda M0, hasta las 10 horas de molienda M10. ....	91
<b>Figura 4.25.</b> Susceptibilidad magnética con respecto a la frecuencia de los polvos metálicos; a) comparativa de mezcla con los polvos elementales; b) bajo condiciones de molienda. ....	92
<b>Figura 4.26.</b> Comparativa de propiedades magnéticas y tensión en la red; a) Magnetización contra coercitividad; b) Tensión en la red contra remanencia. ....	93

<b>Figura 4.27.</b> Comparativa de la permeabilidad magnética contra la susceptibilidad en función del tiempo de molienda.....	95
<b>Figura 4.28.</b> Interacción entre imanes duros. ....	95
<b>Figura 4.29.</b> Relación entre defectos y el cambio en propiedades magnéticas. a) Partícula libre de deformación, b) partícula deformada y c) modelos. ....	96
<b>Figura 4.30.</b> Mapeos químicos con respecto al carbono a 300 aumentos; sistemas a) M0 3T; b) M0 9T.....	97
<b>Figura 4.31.</b> Mapeo químico mediante microscopía electrónica de barrido de los materiales compuestos de la mezcla de polvos sin molienda; a) 2 ton; b) 3 ton; c) 5 ton; d) 7 ton y e) 9 ton de compactación.....	98
<b>Figura 4.32.</b> Mapeo químico mediante microscopía electrónica de barrido de los materiales compuestos a 9 toneladas de compactación; a) sin molienda b) 2 horas; c) 4 horas; d) 6 horas; e) 8 horas y f) 10 horas de molienda. ....	99
<b>Figura 4.33.</b> Curvas de histéresis; comparativa de la mezcla sin molienda M0, a 2, 5 y 9 toneladas de compactación. ....	101
<b>Figura 4.34.</b> Curvas de susceptibilidad magnética de la mezcla de polvos sin molienda M0 y de los materiales compuestos a 2, 5 y 9 ton de compactación.....	102
<b>Figura 4.35.</b> Comparativa de propiedades magnéticas y tensión en la red de los compactos del sistema M0; a) Magnetización contra coercitividad; b) Tensión en la red contra remanencia.....	103
<b>Figura 4.36.</b> Comparativa de la permeabilidad magnética contra la susceptibilidad de los polvos sin molienda M0 y de los compactos del sistema a 2, 5 y 9 toneladas. ....	104
<b>Figura 4.37.</b> Curvas de histéresis; comparativa de 9 toneladas de compactación, de la mezcla sin molienda, 4 y 10 horas de molienda. ....	106
<b>Figura 4.38.</b> Comparativa de propiedades magnéticas y tensión en la red de los compactos a 9 toneladas de compactación, sin molienda, a 4 y 10 horas de molienda; a) Magnetización contra coercitividad; b) Tensión en la red contra remanencia; c) Permeabilidad contra susceptibilidad. ....	107
<b>Figura 4.39.</b> Gráficas de impedancia fase contra su magnitud (Ohms) a) material con alta resistencia eléctrica; b) material con baja resistencia eléctrica. ....	109
<b>Figura 4.40.</b> Permeabilidad magnética con respecto a la frecuencia, obtenida a partir de impedancias (muestra M4 9T).....	110
<b>Figura 4.41.</b> Curvas de histéresis; comparativa los sistemas M10 9T, M0 9T y Fluxtrol 100®.....	111

<b>Figura 4.42.</b> Comparativa de propiedades magnéticas de los sistemas M0 9T, M10 9T y Fluxtrol 100®; a) Magnetización y coercitividad; b) Permeabilidad magnética.....	112
<b>Figura 4.43.</b> Comparativa de susceptibilidad magnética de los sistemas M0 9T, M10 9T y Fluxtrol 100®. ....	113
<b>Figura 4.44.</b> Diagrama de Flinn de los materiales compuestos en diferentes condiciones de molienda y compactación. ....	114
<b>Figura 4.45.</b> Modelo gráfico de la interacción entre las líneas de flujo magnético y una dislocación. ....	118
<b>Figura A.1.</b> Secciones de corrección de la curva de histéresis del hierro. ....	131
<b>Figura A.2.</b> a) Señal para/diamagnética de la muestra; b) Curva de histéresis corregida del hierro.....	132
<b>Figura A.3.</b> Micrografías de la mezcla de polvos sin molienda M0 a a) 1000x y b) 2500x. ....	132
<b>Figura A.4.</b> Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos antes y después de la molienda mecánica a 250x; a) sin molienda; b) 2 horas; c) 4 horas; d) 6 horas; e) 8 horas y f) 10 horas de molienda. ....	133
<b>Figura A.5.</b> Diagrama de Ellingham de los elementos Al, Ca, Cu, Fe, Ir, Mg, Mn, Si, Ti y Zn. ....	134
<b>Figura A.6.</b> Diagrama de Ellingham de los elementos Ba, Be, Ce, Co, Cr, La, Mo, Ni, Pb, Pd, Ru, Ta y Zr.....	135

## ÍNDICE DE TABLAS.

<b>Tabla 2.1.</b> Dependencia de los parámetros de fabricación y procesos de fabricación de los materiales compuestos magnéticos blandos [2].....	42
<b>Tabla 2.2.</b> Propiedades magnéticas de las partículas FeSiAl recubiertas con SiO <sub>2</sub> [33].....	48
<b>Tabla 3.1.</b> Composición en por ciento en peso de los polvos metálicos para el mezclado mecánico.....	60
<b>Tabla 3.2.</b> Asignación de muestras de molienda mecánica.....	61
<b>Tabla 3.3.</b> Composición en fracción volumen de los componentes del material compuesto.....	63
<b>Tabla 3.4.</b> Asignación de muestras de los materiales compuestos.....	63
<b>Tabla 3.5.</b> Direcciones disponibles para el análisis ARM.....	66
<b>Tabla 4.1.</b> Propiedades magnéticas de los polvos elementales.....	74
<b>Tabla 4.2.</b> Propiedades magnéticas de la mezcla de polvos.....	90
<b>Tabla 4.3.</b> Propiedades magnéticas de los polvos antes y después de la molienda.....	93
<b>Tabla 4.4.</b> Propiedades magnéticas de los polvos antes y después de la molienda.....	102
<b>Tabla 4.5.</b> Propiedades magnéticas de los polvos antes y después de la molienda.....	106
<b>Tabla 4.6.</b> Valores experimentales del tensor $k_{máximo}$ , $k_{intermedio}$ y $k_{mínimo}$ de los materiales compuestos.....	113
<b>Tabla 4.7.</b> Resistividades de los materiales compuestos en diferentes condiciones de molienda y compactación.....	116
<b>Tabla 4.8.</b> Dependencia de los parámetros de fabricación y procesos de fabricación de los materiales compuestos magnéticos blando, modificado.....	119

## **LISTA DE ABREVIATURAS.**

<b>AARM</b>	Anisotropía de magnetización remanente anhisterética
<b>AIRM</b>	Anisotropía de magnetización remanente isotérmica
<b>AMS</b>	Anisotropía de susceptibilidad magnética
<b>ARM</b>	Anisotropía de remanencia magnética
<b>ATRM</b>	Anisotropía de magnetización remanente térmica
<b>BCC</b>	Estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo
<b>CA</b>	Corriente alterna
<b>CC</b>	Corriente continua
<b>CD</b>	Corriente directa
<b>DRX</b>	Difracción de rayos X
<b>DGEBPA</b>	Diglicidil éter de bisfenol A
<b>FCC</b>	Estructura cristalina cúbica centrada en las caras
<b>FWHM</b>	Ancho completo a la altura media
<b>HCP</b>	Estructura cristalina hexagonal compacta
<b>HVCA</b>	Compresores de alto vacío
<b>IRM</b>	Magnetización remanente isotérmica
<b>MEB</b>	Microscopía electrónica de barrido
<b>PARM</b>	Anisotropía de remanencia magnética parcial
<b>PET</b>	Tereftalato de polietileno
<b>PVC</b>	Cloruro de polivinilo
<b>SMC</b>	“Soft magnetic composites” / Materiales compuestos magnéticos blandos
<b>TGA</b>	Análisis termogravimétrico
<b>TGDDM</b>	Tetradiglicidil diaminodifenilmetano
<b>TGMDA</b>	Tetradiglicidil metilendianilina
<b>VFTB</b>	Balanza de traslación de campo variable

## TABLA DE SIMBOLOS.

Campo magnético y eléctrico			
$B$	Densidad de flujo magnético	$D$	Densidad de flujo eléctrico
$H$	Intensidad de campo magnético	$E$	Intensidad de campo eléctrico
$M$	Magnetización	$\rho$	Densidad de carga volumétrica
$t$	Tiempo	$J$	Densidad de corriente eléctrica (flujo de carga)
$q$	Carga	$f$	Fuerza de Lorentz
$v$	Velocidad	$m$	masa
$\mu_0$	Permeabilidad magnética en el vacío	$\epsilon_0$	Permitividad eléctrica en el vacío
$c_0$	Velocidad de la luz en el vacío	$Z_0$	Impedancia en el vacío
$\chi_m$	Susceptibilidad magnética	$\chi$	Susceptibilidad eléctrica
$\chi_{RE}$	Susceptibilidad magnética (c. real)	$\chi_{IM}$	Susceptibilidad magnética (c. imaginaria)

Propiedades magnéticas			
$B_{x,y,z}$	Densidad de flujo (componentes ejes $x$ , $y$ y $z$ )	$B_S$	Densidad de flujo de saturación
$M_S / S$	Saturación magnética	$R / B_r$	Remanencia magnética
$C / H_C$	Coercitividad / Fuerza coercitiva	$\mu$	Permeabilidad magnética
$\mu_i$	Permeabilidad magnética inicial	$\mu_{re}$	Permeabilidad magnética relativa
$\mu_{eff}$	Permeabilidad magnética eficiente	$f_x$	Frecuencia de relajación
$\chi_{RM}$	Tensor de anisotropía	$k_{ij}$	Componentes del tensor simétrico de segundo orden
$k_1 / k_{max}$	Valor del ejes del elipsoide máximo	$k_3 / k_{int}$	Valor del ejes del elipsoide intermedio
$k_2 / k_{min}$	Valor del ejes del elipsoide mínimo	$L$	Lineación
$F$	Foliación	$P$	Proladez
$O$	Obladez	$T$	Parámetro de forma
$P$	Grado de anisotropía	$P_j$	Grado de anisotropía corregido

---

### Propiedades eléctricas

---

$\rho$	Resistividad eléctrica	$\rho_T$	Resistividad por vibraciones térmicas
$\rho_R$	Resistividad residual	$\rho_I$	Resistividad por impurezas
$I$	Intensidad de corriente	$R$	Resistencia eléctrica
$C$	Capacitancia	$A$	Área de contacto
$d$	Grosor de la muestra	$\varepsilon$	Permitividad eléctrica
$\varepsilon_{re}$	Permitividad eléctrica relativa		

---

### Molienda mecánica

---

$R_j$	Radio del vial	$w / \Omega$	Velocidades angulares
$m_A$	Masa de polvos	$SE$	Energía de deformación (colisiones)
$rpm$	Revoluciones por minuto	$h$	horas
$b$	Vector de Burgers	$d$	Distancia interplanar

## RESUMEN

En este trabajo se estudiaron las propiedades magnéticas y eléctricas de un material compuesto magnético blando, polímero-metal, utilizando molienda mecánico de baja energía sobre polvos metálicos de Fe, Ni y Co a diferentes tiempos de mezclado, para propiciar la homogeneidad de las partículas metálicas dentro de la matriz, aprovechando sus propiedades magnéticas individuales, el incremento de esfuerzos, defectos y de tensión en la red, para aumentar su resistividad eléctrica, magnetización y disminuir su coercitividad. Se encontró una relación directa de la acumulación de tensión en la red con respecto a las propiedades magnéticas de las partículas metálicas. Se obtuvo un aumento en magnetización superior al 70% debido a que las dislocaciones representan conexiones entre los dominios magnéticos, lo que incrementa el tamaño total del dominio, en cada partícula magnetizada. Se estudió también el efecto de diferentes cargas de compactación con respecto a la permeabilidad magnética del material compuesto, dicha propiedad incrementó con respecto al aumento de la carga para el sistema de polvos sin molienda. En el caso de los sistemas de molienda, al ser utilizados en el material compuesto, sus propiedades magnéticas disminuyen debido a la contribución del trabajado en frío sobre las partículas producido por ambos procesos, reduciendo el tamaño de partícula y por ende disminuyendo el tamaño del dominio magnético. La resistividad eléctrica se vio beneficiada por el material polimérico termoestable de la matriz, y por la acumulación de defectos en la red de las partículas mediante el proceso de molienda. Se obtuvieron materiales compuestos magnéticos blandos con elevadas propiedades magnéticas y eléctricas aprovechando cada etapa en sus procesos de fabricación, con propiedades competitivas a los materiales compuestos magnéticos blandos de venta comercial utilizados como concentradores de energía magnética.

## **ABSTRACT**

In this work, the magnetic and electrical properties of a soft magnetic composite (SMC) material were studied, using low-energy mechanical milling on Fe, Ni and Co metal powders at different mixing times, to promote the homogeneity of metal particles within the matrix, taking advantage of its individual magnetic properties, increasing stresses, defects and lattice strain, to increase its electrical resistivity, magnetization and decrease its coercivity. A direct relationship between the accumulation of lattice strain with the magnetic properties of the metal particles was found. An increase in magnetization greater than 70% was obtained because the dislocations represent connections between the magnetic domains, which increases the total domain size, in each magnetized particle. The effect of different compaction loads with respect to the magnetic permeability of the composite material was also studied, said property increased with respect to the increase in the compaction load for the system of powders without milling. In the case of milling systems, when used in the composite material, its magnetic properties decrease due to the contribution of cold work on the particles produced by both processes, reducing the particle size and therefore decreasing the magnetic domain size. The electrical resistivity was benefited by the thermoset polymeric material of the matrix, and by the accumulation of defects in the particle lattice through the milling process. Soft magnetic composite materials with high magnetic and electrical properties were obtained by taking advantage of each stage in their manufacturing processes, with competitive properties to commercially available soft magnetic composite materials used as magnetic energy concentrators.

## CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos magnéticos blandos, son últimamente muy estudiados por su gran variedad de aplicaciones posibles, esto con el crecimiento de las nuevas tecnologías donde se requieren materiales con cualidades específicas, como en el caso de aplicaciones electromagnéticas, en dispositivos electrónicos y eléctricos, como alternadores, generadores y motores, en sus variantes al trabajar con corriente alterna (CA) y corriente directa (CD), como en generadores para la red eléctrica y transformando la energía eléctrica en energía mecánica [1]. Por otro lado, en el campo de la metalurgia, en los procesos de calentamiento por inducción, para aumentar su eficiencia, el ahorro en el consumo de energía y la reducción de tiempos [1,2].

Estos materiales se caracterizan por tener alta permeabilidad magnética, baja fuerza coercitiva, alta saturación magnética, alta resistividad eléctrica, y alta temperatura de Curie, su importancia en investigaciones recientes se da al hecho de mantener un equilibrio entre sus principales propiedades y de obtener finalmente un comportamiento ferromagnético isotrópico tridimensional, bajo peso y tamaño, así como isotropía térmica, a diferencia de aceros laminados que han sido utilizados anteriormente para aplicaciones similares, lo que reduce de igual forma los costos de producción [2]. Dichas propiedades dependen completamente de la preparación y el procesamiento de los componentes, la pureza de los metales utilizados, el tamaño de partícula y las cargas de compactación usadas; en algunos casos también juegan un papel importante el recocido y la temperatura de compactación [1]. Sin embargo, el equilibrio de estas propiedades se ha visto variar dependiendo de las características estudiadas, lo que muchas veces incrementa etapas en el proceso de fabricación de estos materiales, como lo son utilizar partículas nanométricas mediante molienda mecánica [3], utilizar partículas inorgánicas para aumentar la resistividad [4,5], compactación en caliente [6] y utilizar tratamientos térmicos para modificar las propiedades magnéticas [7].

Estos materiales compuestos utilizados como concentradores de energía magnética se fabrican mediante metalurgia de polvos y son mezclados posteriormente con el material matriz. Los componentes utilizados deben de poseer las propiedades magnéticas y eléctricas necesarias para su aplicación como permeabilidad magnética y resistividad eléctrica, por lo cual, principalmente se usan polvos de Fe, Ni, Co, Si, Mn, Zn, entre otros. Los materiales poliméricos utilizados en la mayoría de los casos son resinas termoestables, cuya finalidad es aumentar la resistencia mecánica y resistividad eléctrica al mantener aisladas las partículas metálicas y brindando porosidad al

material. Por otro lado, también se considera que estos materiales deben cumplir con ciertos requisitos de morfología, adoptando diferente forma dependiendo de su aplicación, por lo que es importante su maquinabilidad para su aplicación como concentradores de energía magnética [2].

En este trabajo se propone mejorar el comportamiento magnético del sistema Fe-Ni-Co, en cuanto a magnetización, permeabilidad magnética, coercitividad, remanencia y susceptibilidad, como concentrador de energía magnética. Mediante el mezclado mecánico y la variación en la carga de compactación, de los polvos elementales y el material compuesto, respectivamente. Con el fin de obtener un aumento de tensión en la red de las partículas, aumentar la densidad de defectos y modificar el tamaño de los dominios magnéticos, que contribuyan al aumento de sus propiedades magnéticas.

## **1.1. OBJETIVO GENERAL**

Estudiar el efecto del mezclado mecánico y el grado de compactación en un material compuesto magnético blando [Fe-Ni-Co]-Polímero sobre sus principales propiedades magnéticas y eléctricas para su aplicación como concentrador de energía magnética, aprovechando cada etapa en su proceso de fabricación.

### ***1.1.1. Objetivos específicos***

- Obtener una mezcla homogénea de polvos Fe-Ni-Co mediante molienda mecánica de baja energía a diferentes tiempos de mezclado.
- Fabricar el material compuesto, al mezclar los polvos metálicos Fe-Ni-Co con resina epoxi bisfenol A, mediante compactación uniaxial, a diferentes cargas de compactación.
- Evaluar el efecto del mezclado mecánico y la presión de compactación sobre la distribución de partícula, cambios estructurales y propiedades magnéticas de los polvos metálicos y el material compuesto mediante difracción de rayos X (DRX), microscopia electrónica de barrido (MEB) y magnetización remanente isotérmica (IRM).
- Evaluar el efecto de la presión de compactación y el mezclado mecánico sobre la anisotropía y susceptibilidad magnética del material compuesto, mediante anisotropía de remanencia magnética (ARM) y mediciones de susceptibilidad magnética por corriente alterna.
- Evaluar las propiedades eléctricas del material compuesto.

## **1.2. METAS CIENTÍFICAS**

- Aumentar la magnetización en un 60% del sistema Fe-Ni-Co sin deformación, mediante el mezclado mecánico de los polvos metálicos.
- Alcanzar un aumento en la resistividad eléctrica del material compuesto mediante el mezclado mecánico del 30% ajustado a la pérdida de dicha propiedad por la compactación.
- Obtener aumento en la permeabilidad magnética del sistema Fe-Ni-Co de hasta 40% en la etapa de compactación.
- Reportar propiedades superiores a los materiales concentradores de energía magnética utilizados actualmente en el mercado, al aprovechar la etapa del mezclado y la compactación en sus procesos de fabricación.

### 1.3. JUSTIFICACIÓN

El crecimiento de las nuevas tecnologías, en el campo de la generación y almacenamiento de energía eléctrica, dispositivos electrónicos, almacenamiento de datos, el área automotriz de vehículos eléctricos e híbridos y procesamiento de materiales mediante calentamiento por inducción, han impulsado el desarrollo de los materiales compuestos magnéticos blandos (SMC), por su constante evolución en reducción de costos de procesamiento, ahorro en el consumo de energía, y aumento en la eficiencia del dispositivo o proceso en el cual es utilizado, ya que anteriormente se utilizaban láminas de acero al silicio o ferritas con propiedades magnéticas y eléctricas específicas, las cuales sólo cubrían características limitadas y se han visto superadas por este tipo de materiales como concentradores de energía magnética o en alguna otra de sus aplicaciones. En el área automotriz el aumento de la eficiencia en componentes de los vehículos eléctricos e híbridos aumenta la densidad de potencia y reduce los costos de mantenimiento lo cual hace más rentable esta tecnología evitando el uso de combustibles fósiles. Algunos de los componentes que son beneficiados con estos materiales son los motores de tracción delantero y trasero, bobinas de encendido, turbocargadores, cargadores de batería internos, bombas de agua, compresores HVCA, ventiladores, convertidores DC-DC e inyectores de combustible en el caso de los híbridos. Por otro lado, en el área metalúrgica, el calentamiento por inducción es uno de los procesos más utilizados, por ejemplo, en tratamientos térmicos o fusión donde estos materiales tienen un papel muy importante en cuanto a aumentar la eficiencia y el ahorro de energía, lo que en la industria conlleva un ahorro significativo que hace llamativos los SMC.

Se ha encontrado [8–11] que en algunos materiales compuestos polímero-metal (Fe y Ni, Fe-Ni-Co, en forma de polvo), siendo polimérica la matriz (resina epóxica), estos llegan a poseer las características magnéticas antes mencionadas. Por lo tanto, se busca obtener dichas propiedades de manera equilibrada, con mayor eficiencia en el procesamiento de estos materiales, para complementar la información referente a ellos, llevando a cabo una investigación detallada en cuanto al efecto que tiene el mezclado mecánico de baja energía y la presión de compactación en las propiedades eléctricas y magnéticas, manteniendo constantes la velocidad de mezclado, los medios de molienda, y la composición del material compuesto.

#### **1.4. HIPÓTESIS**

Mediante el mezclado mecánico y el grado de compactación de los polvos metálicos de Fe-Ni-Co, se obtendrá un material compuesto magnético blando con elevada permeabilidad magnética, alta saturación magnética y baja coercitividad, debido a la contribución de dichos elementos y sus cambios estructurales. El aumento en la resistividad eléctrica será debido a la matriz polimérica, el aumento de defectos y tensión en las partículas. La matriz además le proporcionará resistencia al material compuesto y buena maquinabilidad.

## CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

En el presente capítulo se abordarán fundamentos teóricos relacionados con los componentes necesarios para la fabricación de materiales compuestos magnéticos blandos utilizados como concentradores de energía magnética en el área automotriz y la industria del calentamiento por inducción. Además, se discutirán los antecedentes relacionados con los factores que afectan su comportamiento ferromagnético y se plantean las variables utilizadas en el presente trabajo.

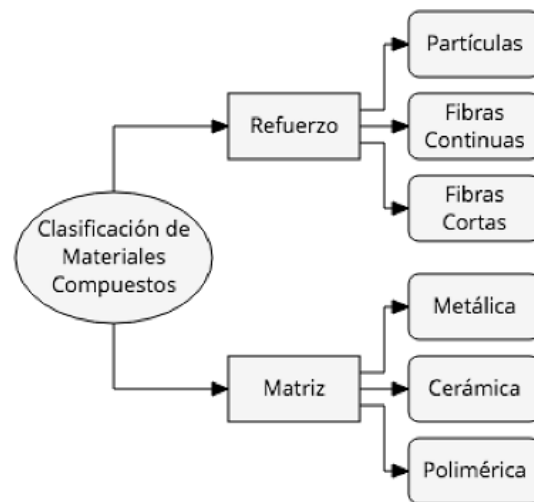
### 2.1. Marco teórico.

#### 2.1.1. *Materiales compuestos*

El término materiales compuestos se refiere a todos los materiales sólidos compuestos por más de un componente, los cuales se encuentran en fases separadas, o bien, un material compuesto está hecho por la combinación de dos o más materiales que lo proveen de una única combinación de propiedades, esta definición puede incluir una variedad extensa de materiales como: polímeros reforzados con fibras, concreto regular o reforzado con acero, o en la naturaleza, la madera que es la combinación de fibras de celulosa en una matriz de pegamento natural llamado lignina. En pocas palabras y el término más utilizado es que los materiales compuestos son aquellos constituidos por un material matriz que rodea y mantiene en su lugar al o los materiales de refuerzo [12,13].

Estos materiales se caracterizan por tener propiedades distintas a las de sus componentes ya que combina las mejores propiedades de cada uno, para una aplicación en concreto. Por lo general sus componentes se seleccionan para obtener materiales con elevada rigidez, elevada resistencia, bajo peso, bajo coeficiente de expansión térmica, rendimiento a elevadas temperaturas, resistencia a la corrosión, dureza, conductividad, entre otras. Estos materiales se pueden clasificar por el tipo de matriz y refuerzo (ver figura 2.1), la matriz es denominada la fase continua en el material, entre sus funciones está el dar forma a su estructura, recubrir el refuerzo, mantenerlo unido y al ser la matriz el componente que está expuesto directamente al ambiente, ésta protege al refuerzo de algunas condiciones hostiles [12].

El refuerzo por otro lado tiene como rol principal el proveerle al material de rigidez, entre otras propiedades mecánicas, por ejemplo, en el caso de las fibras, las propiedades mecánicas son más elevadas en la dirección de orientación de las fibras; algunas otras propiedades como dureza y propiedades eléctricas surgen de una fuerte combinación o interacción entre la matriz y el refuerzo [12].



**Figura 2.1.** Clasificación de materiales compuestos.

Por otro lado, tanto la matriz como el refuerzo en los materiales compuestos dependen de la aplicación o el área a la que vaya dirigido el material, ya que la literatura marca términos generales, para áreas más estudiadas, ya que cada sistema tiene características completamente diferentes, y en algunos casos la combinación de matriz y refuerzo pueden generar interfaces que afectan sus propiedades finales, muchas veces estas interfaces no son tomadas en cuenta en gran manera, ya que pueden ser tan delgadas que no pueden ser detectadas con facilidad, por lo general dichas interfaces han sido más estudiadas en uniones disimiles que en los mismos materiales compuestos [14].

### **2.1.2. Materiales compuestos de matriz polimérica**

El término polímero se refiere a algo constituido por muchas unidades moleculares, a las cuales se les denomina monómeros y hace referencia al modo en el que esas unidades moleculares están unidas en una estructura tipo cadena donde cada unidad es como un eslabón de una cadena, siendo estas cortas (oligómeros) o largas (polímeros). Los monómeros están constituidos de átomos unidos

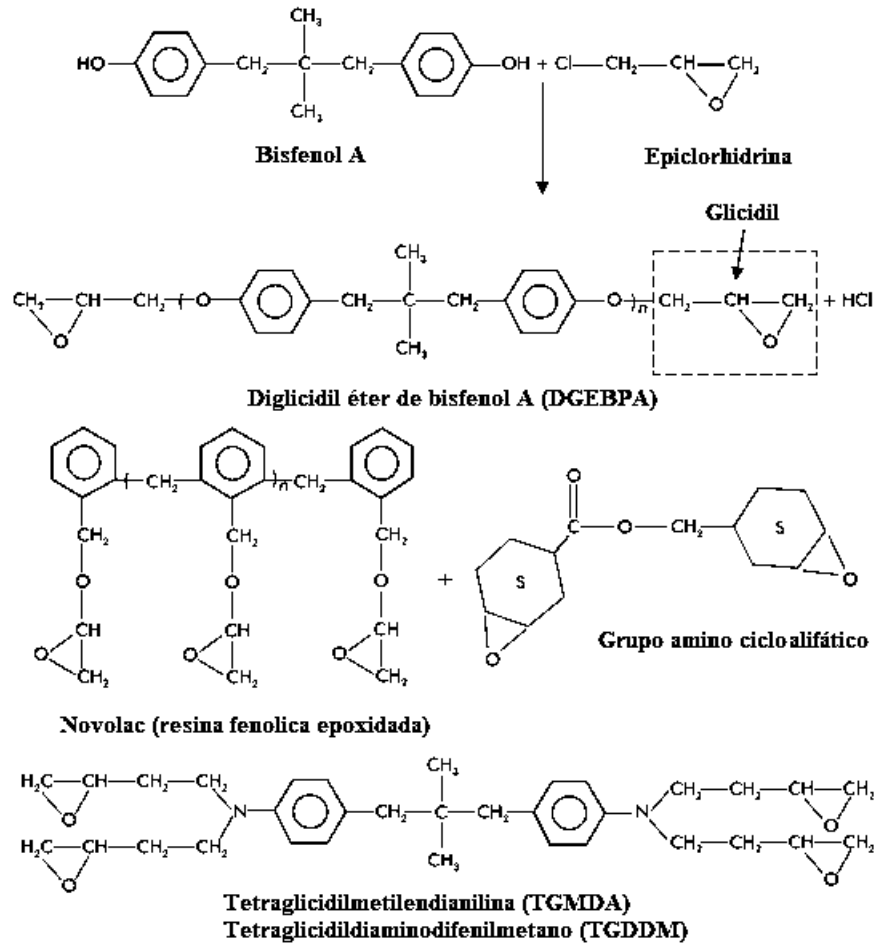
por medio de enlaces covalentes, y son clasificados generalmente por familias, un polímero puede estar constituido por algunos o cientos más tipos diferentes de monómeros [12].

La clasificación de los polímeros está dada por los enlaces cruzados (crosslinks) presentes en el polímero, los polímeros que no presentan enlaces cruzados son llamados termoplásticos y los que presentan enlaces cruzados son llamados termoestables, este tipo de entrecruzamiento entre sus cadenas predice su comportamiento frente al calor [12].

Los **polímeros termoplásticos** son resinas que son sólidas a temperatura ambiente, los cuales pueden ser fundidos mediante aportación térmica a cierta temperatura y vertidos en moldes en estado líquido, solidificando y tomando la forma deseada, estos polímeros incluso después de la solidificación pueden ser refundidos o moldeados a ciertas temperaturas, suelen ser materiales para aplicaciones a bajas temperaturas y abarcan la mayor parte del mercado de los polímeros, algunos de los termoplásticos más importantes incluyen: polietileno, polipropileno, nylon, policarbonato, tereftalato de polietileno (PET), cloruro de polivinilo (PVC) y acrílico [12].

Los **polímeros termoestables** son aquellas resinas que generalmente son líquidas a temperatura ambiente, las cuales pueden ser colocadas en moldes y solidifican en la forma deseada mediante el proceso de curado, el cual es diferente al congelamiento; el curado genera el entrecruzamiento de las cadenas (crosslink), estos polímeros no pueden ser refundidos o manipulados mediante aporte térmico, el calor solo ayuda a su degradación, entre este tipo de polímeros se encuentran las resinas epoxi, poliéster, vinil éster y fenólicas [12].

Las **resinas epóxicas** son la segunda familia de polímeros termoestables más utilizadas en materiales compuestos de alto rendimiento después de las resinas poliéster, poseen el módulo de elasticidad específico más alto en su categoría, elevada estabilidad térmica, estabilidad dimensional durante el proceso de curado y excelentes propiedades adhesivas; están constituidas por los llamados epóxidos, que endurecen al reaccionar con aminas, fenoles y poliácidos, los cuales son endurecedores polifuncionales; los dos tipos de resinas epoxi más importantes son la Novolac y Bisfenol A, los cuales endurecen al reaccionar con aminas ciclo alifáticas y epíclorhidrina, respectivamente, como se observa en la figura 2.2, con otros ejemplos no menos importantes como lo son las tri-funcionales y tetra-funcionales las cuales son más complejas [12].



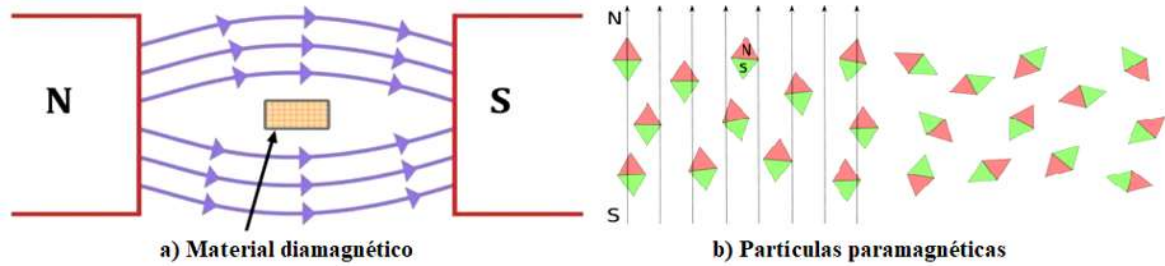
**Figura 2.2.** Tipos de resinas epóxicas [12].

Sus propiedades dependen del tipo de combinación entre el epóxido y el endurecedor en el sistema, ya que las resinas epóxicas son las más utilizadas para compuestos utilizados en aplicaciones eléctricas como tarjetas de circuitos eléctricos por su baja conductividad y elevada fuerza dieléctrica, esto en función del rendimiento y costo, si bien las resinas poliéster suelen ser más baratas, las resinas epoxi poseen mejores propiedades eléctricas, haciéndolas de alto rendimiento. Las propiedades eléctricas de las resinas epóxicas se ven beneficiadas por la ausencia de disolventes o residuos que puedan ser volátiles cuando son calentadas o al ser sometidas a campos eléctricos fuertes, lo que provocaría que las propiedades eléctricas disminuyan abruptamente [12,15].

### **2.1.3. Materiales magnéticos**

El magnetismo es el fenómeno por el cual algunos materiales demuestran una fuerza o influencia de atracción o repulsión sobre otros materiales, este fenómeno explicado por la física cuántica dice que el magnetismo de tipo permanente es producido por el giro del electrón, comparado en física clásica con el movimiento de la tierra girando en torno a su eje, considerando de igual manera que se generan campos magnéticos por el movimiento de los electrones en órbita al átomo, sin embargo, se ha demostrado que el campo magnético producido por el movimiento de orbitales suele ser muy pequeño. Es bien sabido que tanto el hierro, algunos aceros y algunos minerales ferrosos como la magnetita presentan propiedades magnéticas, estas fuerzas magnéticas generalmente son generadas por el movimiento de partículas eléctricamente cargadas, estas fuerzas son además fuerzas electrostáticas que prevalecen. En general se usa el término campos, para referirse a estas fuerzas magnéticas [16,17].

En los átomos con varios electrones, éstos se arreglan normalmente por pares, con sus espines alineados en forma opuesta, uno hacia arriba y uno hacia abajo, si sus campos magnéticos se alinean entre sí, el material no puede ser magnético, como por ejemplo el aluminio. Se pueden clasificar en diferentes tipos de materiales, como lo son diamagnéticos, paramagnéticos, superparamagnéticos, ferrimagnéticos y ferromagnéticos como los más importantes; los **diamagnéticos** son aquellos materiales que no interactúan con un campo magnético externo, esto quiere decir que los campos magnéticos evitan al material de su trayectoria (ver figura 2.3), como por ejemplo el agua, los superconductores o elementos como Bi, Ge, Au, Ag, Be, Cu y Si; los materiales **paramagnéticos** son aquellos que tienen una magnetización al estar en presencia de un campo magnético externo, pero cuando el campo externo es retirado, no poseen magnetización remanente (ver figura 2.3), algunos ejemplos son el Al, W, Pt, Sn y su comportamiento es similar en los **superparamagnéticos** con la diferencia que en este fenómeno, pueden ser materiales ferromagnéticos que sí pueden poseer magnetización remanente pero por su tamaño de partícula, sus dominios magnéticos se comportan de tal manera que cada partícula trabaja como monodominios aislados. Por otro lado, hay materiales en los cuales sus campos debidos al giro del electrón no se anulan y por consiguiente cada átomo tiene un momento magnético, estos materiales se denominan **ferromagnéticos**, cuyos momentos magnéticos interactúan fuertemente entre átomos vecinos, dicha interacción conduce a la formación de los dominios magnéticos [17].

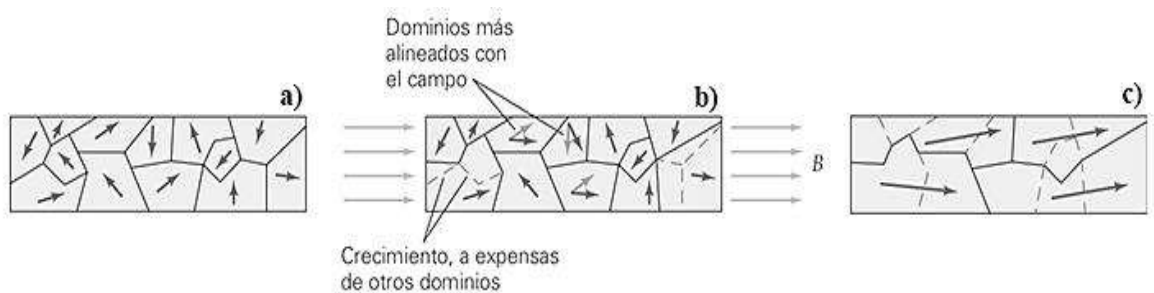


**Figura 2.3.** Comportamiento diamagnético y paramagnético de materiales [12].

#### 2.1.4. Materiales ferromagnéticos

Los materiales ferromagnéticos son poco comunes en la naturaleza, entre estos se encuentran el hierro, níquel, el cobalto y como sintéticos están el gadolinio y algunas aleaciones manufacturadas como el neodimio. Un material ferromagnético no magnetizado, tiene sus dominios magnéticos orientados aleatoriamente y no hay magnetización neta, pero cuando éste se pone bajo un campo magnético externo, sus dominios cambian su orientación y tamaño (ver figura 2.4), como por ejemplo en un imán recto de hierro, conforme el campo magnético y el hierro comienzan a interactuar, el hierro presenta los dos siguientes efectos:

1. Los contornos de los dominios cambian, y los dominios con orientaciones magnéticas en dirección del campo externo crecen a expensas de los demás.
2. La orientación magnética de algunos dominios puede cambiar un poco, para alinearse más con el campo.

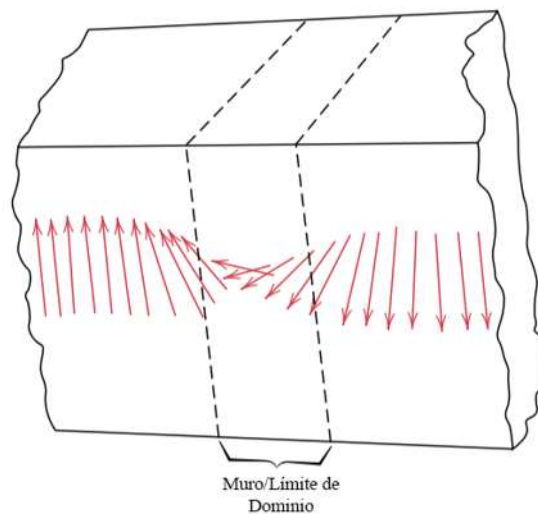


**Figura 2.4.** Dominios magnéticos; a) sin campo magnético externo; b) con campo magnético externo; c) imán recto resultante [17].

De esta manera los campos magnéticos del hierro permanecen regularmente alineados en la dirección del campo magnético después de ser retirado, creando de esta manera su propio campo

magnético general “permanente”, en esencia la pieza de hierro se transforma en un imán inducido, esto explica cómo una pieza de hierro no imantada es atraída hacia un imán y porqué las limaduras de hierro se alinean con un campo magnético [17].

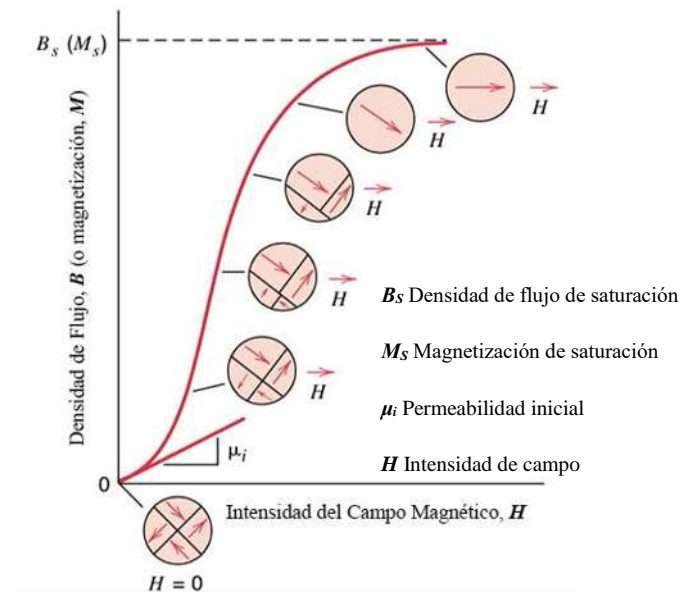
Dentro de un material ferromagnético se crea una subestructura compuesta por dominios magnéticos, los cuales suelen ser macroscópicos. Para un espécimen policristalino, cada grano puede estar conformado por más de un solo dominio y están separados por límites de dominio o pared de Bloch, la cual puede medir hasta 100 nm, a través de los cuales la dirección de la magnetización cambia gradual y continuamente (ver figura 2.5). Cada dominio tiene su propio valor de saturación magnética, y todos pueden tener diferentes orientaciones de magnetización, la suma vectorial de todos estos dominios es a lo que llamamos magnetización o saturación magnética máxima del material [16,18].



**Figura 2.5.** Cambio magnético gradual del dipolo magnético a través del límite de dominio [16].

La magnitud del campo magnético denominado “ $M$ ” para el sólido completo es la suma vectorial de las magnetizaciones de todos los dominios, cada contribución del dominio está limitada por su fracción de volumen, ya que, para una muestra no magnetizada, la suma de los vectores de las magnetizaciones de todos los dominios es cero. La densidad de flujo denominado “ $B$ ” y la intensidad del campo magnético “ $H$ ” no son proporcionales para los materiales ferromagnéticos, por lo tanto, si el material no se encuentra magnetizado inicialmente, entonces  $B$  varía en función de  $H$  (ver figura 2.6), al graficarlos se genera una curva que inicia en el origen y cuando  $H$  aumenta,

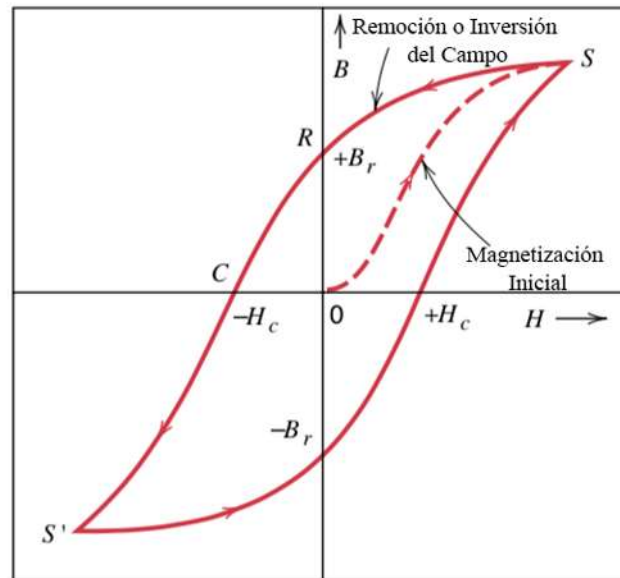
el campo  $B$  comienza a incrementar lentamente, y posteriormente más rápidamente, finalmente se estabiliza y se independiza de  $H$ . El valor máximo de  $B$  es la saturación de la densidad de flujo  $B_s$ , y la magnetización correspondiente es la saturación magnética  $M_s$ , por otro lado, como la permeabilidad magnética  $\mu$  es la pendiente de la curva  $B-H$  se puede observar en la figura 2.4 que la permeabilidad cambia y es dependiente de  $H$  y se aprecian las configuraciones de los dominios durante varias etapas de magnetización. La densidad de flujo de saturación  $B_s$ , la magnetización  $M_s$  y la permeabilidad inicial  $\mu_i$  también están indicadas [16].



**Figura 2.6.** Comportamiento del campo magnético contra la intensidad del campo para un material ferromagnético sin magnetización inicial [16].

La permeabilidad inicial  $\mu_i$  está definida como una propiedad del material, obtenida de la pendiente de la curva  $B-H$ , cuando  $H$  es igual a cero. Por otro lado, conforme se aplica la intensidad del campo magnético, los dominios cambian de tamaño y forma por el movimiento de los límites de dominio, ya que, como se explicó anteriormente, inicialmente los dominios están orientados aleatoriamente mientras no haya un campo magnético  $B$  neto o magnetización, y a medida que se aplica el campo externo, los dominios que están orientados en direcciones favorables con el campo aplicado crecen a expensas de aquellos orientados desfavorablemente, este proceso continúa con el aumento de la intensidad de campo hasta que la muestra macroscópica se convierte en un solo dominio, que está casi alineado con el campo magnético externo. La saturación se logra cuando los dominios se alinean en dirección a  $H$ , denominada  $S$  se observa en la figura 2.7, así como la remanencia  $B_r$  y la

fuerza coercitiva  $H_C$ , representando así el ciclo de histéresis por la curva sólida y la magnetización inicial por la curva discontinua [16].

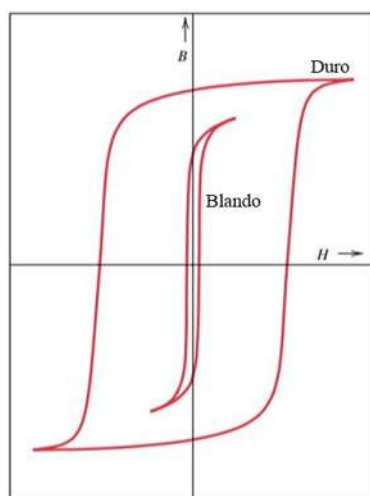


**Figura 2.7.** Densidad de flujo magnético contra intensidad del campo de un material ferromagnético sujeto a saturación directa e inversa [16].

Desde el punto de saturación  $S$ , conforme la intensidad del campo  $H$  se reduce invirtiendo la dirección del campo, la curva no vuelve sobre su trayectoria original, denominado efecto de histéresis en el que la densidad de flujo  $B$  queda rezagada detrás de la intensidad del campo  $H$  aplicado, o disminuyendo a menor velocidad, este comportamiento se da tras la inversión de la dirección del campo en la saturación, proceso por el cual se invierte la dirección del dominio. En el punto  $R$  en la curva representado en  $H$  igual a cero, existe una densidad de flujo residual, llamada remanencia o densidad de flujo remanente  $B_r$ , el material permanece magnetizado en ausencia de un campo magnético. El punto  $C$  representa cuando la densidad de flujo se reduce a cero, para lo cual se necesita una intensidad  $H$  de magnitud  $-H_C$ , el cual debe ser aplicado en dirección opuesta al campo original, denominada coercitividad o fuerza coercitiva, y tras continuar aplicando el campo en dirección inversa, la saturación se logra finalmente en el sentido opuesto, correspondiente al punto  $S'$ , posteriormente una segunda inversión del campo hasta el punto de la saturación inicial  $S$  completa el ciclo de histéresis y también produce una remanencia negativa  $-B_r$  y una coercitividad positiva  $+H_C$  [16].

### 2.1.5. Tipos de materiales ferromagnéticos

Para un material ferromagnético la forma y el tamaño de la curva de histéresis es de suma importancia, ya que los clasifica en dos diferentes tipos de materiales, los materiales magnéticos duros y blandos (ver figura 2.8), por otro lado, el área dentro del circuito representa una pérdida de energía magnética por unidad de volumen de material por ciclo de magnetización-desmagnetización, esta pérdida se manifiesta como calor dentro del material, lo que representa un aumento en la temperatura del material [16].



**Figura 2.8.** Curvas esquemáticas de magnetización de los materiales magnéticos duros y blandos [16].

### 2.1.6. Materiales magnéticos blandos

Los materiales magnéticos blandos son generalmente utilizados en aplicaciones donde son sujetos a campos magnéticos que se alternan o cambian constantemente, en las cuales las pérdidas de energía deben ser bajas, por esta razón el área dentro del circuito de histéresis debe de ser reducida (angosto), las propiedades magnéticas principales que deben de tener son una elevada permeabilidad magnética inicial  $\mu_i$  y una baja coercitividad  $H_C$ , estos materiales pueden alcanzar su saturación magnética con un campo aplicado relativamente bajo, en otras palabras, se magnetiza y desmagnetiza fácilmente, aún con esto tiene bajas pérdidas de energía de histéresis [16].

Por otra parte, las características de un ciclo de histéresis en materiales magnéticos blandos pueden mejorarse para algunas aplicaciones mediante un tratamiento térmico apropiado en presencia de un

campo magnético, con esto se puede producir un bucle de histéresis cuadrado, lo cual es deseable en algunas aplicaciones como amplificador magnético y en transformadores [16].

## **2.1.7. Propiedades magnéticas y eléctricas**

### **2.1.7.1. Campo magnético y campo eléctrico**

La base fundamental del entendimiento del fenómeno electromagnético está dada por la contribución hecha por James Clerk Maxwell, la cual fue reunir en sus ecuaciones largos años de resultados experimentales, debidos a Coulomb, Gauss, Ampere, Faraday y otros, introduciendo los conceptos de campo y corriente de desplazamiento, y unificando los campos eléctricos y magnéticos en un solo concepto: el campo electromagnético.

$$\nabla \times E = -\frac{\partial B}{\partial t} \quad (1)$$

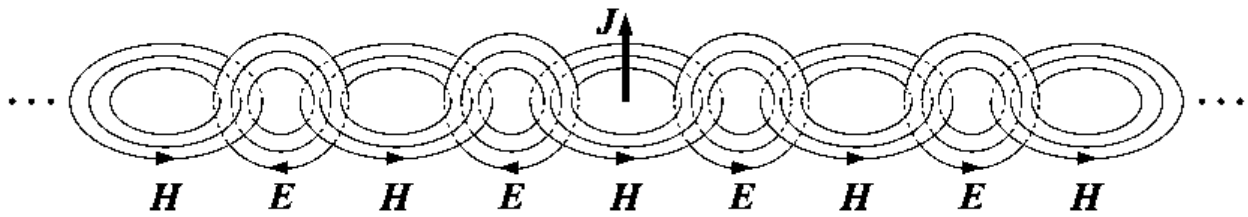
$$\nabla \times H = J + \frac{\partial D}{\partial t} \quad (2)$$

$$\nabla \cdot D = \rho \quad (3)$$

$$\nabla \cdot B = 0 \quad (4)$$

La primera es la ley de Faraday de inducción; la segunda es la ley de Ampere adicionada por Maxwell para incluir la corriente de desplazamiento  $\partial D / \partial t$ ; la tercera y cuarta son las leyes de Gauss para los campos magnéticos y eléctricos. La corriente de desplazamiento en la ley de Ampere es fundamental para predecir la existencia de la propagación de las ondas electromagnéticas. Las ecuaciones anteriores están dadas en el sistema internacional de unidades donde  $E$  y  $H$  son las intensidades del campo eléctrico y magnético que son medidas en [volt/m] y [ampere/m], respectivamente. Los valores  $D$  y  $B$  son las densidades de flujo eléctrico y magnético que están dadas en unidades de [coulomb/m<sup>2</sup>] y [weber/m<sup>2</sup>], o [teslas];  $D$  también es llamado desplazamiento eléctrico, y  $B$  inducción magnética. Por otro lado, los valores de  $\rho$  y  $J$  son densidad de carga volumétrica y densidad de corriente eléctrica (flujo de carga) de cualquier carga externa (es decir, sin incluir las cargas y corrientes de polarización inducidas), y son medidas en [coulomb/m<sup>3</sup>] y [ampere/m<sup>2</sup>]; la parte derecha de la cuarta ecuación es cero ya que no hay cargas magnéticas mono polares. El cambio de las densidades de corriente  $\rho$  y  $J$  pueden ser consideradas como las fuentes

de los campos electromagnéticos. El mecanismo cualitativo mediante el cual las ecuaciones de Maxwell dan lugar a la propagación de campos electromagnéticos se muestra en la figura 2.9 [19].



**Figura 2.9.** Propagación del campo electromagnético [19].

Otra parte importante del entendimiento de los campos eléctrico y magnético como campos perpendiculares está dado por la ecuación en la cual la fuerza en una carga  $q$  que se mueve con velocidad  $v$  en presencia de un campo electromagnético tiene el nombre de fuerza de Lorentz y viene dada por:

$$F = q(E + v \times B) \quad (5)$$

Relacionada con la ecuación de Newton de movimiento para velocidades no relativistas, la cual es:

$$m \frac{dv}{dt} = F = q(E + v \times B) \quad (6)$$

Donde  $m$  es la masa de la carga. La fuerza  $F$  aumentará la energía cinética de la carga a una velocidad igual a la velocidad de trabajo realizada por la fuerza de Lorentz en la carga. La carga volumétrica y la distribución de corriente  $\rho$  y  $J$  están sujetas a fuerzas en presencia de campos. La fuerza de Lorentz por unidad de volumen entonces actúa sobre  $\rho$  y  $J$  y está dada por:

$$f = \rho E + J \times B \quad (7)$$

Donde  $f$  está medida en [newtons/m<sup>3</sup>]. Si  $J$  surge del movimiento de carga dentro de la distribución  $\rho$ , entonces  $J = \rho v$ , en este caso,

$$f = \rho(E + v \times B) \quad (8)$$

Basado en estos conceptos, las densidades de flujo eléctrico y magnético ( $D$  y  $B$ ), están relacionadas con la intensidad del campo ( $E$  y  $H$ ) a través de las llamadas relaciones constitutivas, cuya forma precisa depende del material en el que existen los campos. En vacío, toman su forma más simple.

$$D = \varepsilon_0 E \quad (9)$$

$$B = \mu_0 H \quad (10)$$

Donde  $\varepsilon_0$  y  $\mu_0$  son la permitividad y permeabilidad en el vacío, con los valores numéricos:

$$\varepsilon_0 = 8.854 \times 10^{-12} (\text{farad} / \text{m}), \quad \mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} (\text{henry} / \text{m})$$

Las unidades para  $\varepsilon_0$  y  $\mu_0$  son las unidades de las relaciones  $D/E$  y  $B/H$ , que son:

$$\frac{\text{coulomb} / \text{m}^2}{\text{volt} / \text{m}} = \frac{\text{coulomb}}{\text{volt} \cdot \text{m}} = \frac{\text{farad}}{\text{m}}, \quad \frac{\text{weber} / \text{m}^2}{\text{ampere} / \text{m}} = \frac{\text{weber}}{\text{ampere} \cdot \text{m}} = \frac{\text{henry}}{\text{m}}$$

De las dos constantes  $\varepsilon_0$  y  $\mu_0$ , se definen otras dos constantes físicas, la velocidad de la luz y la impedancia característica en el vacío:

$$c_0 = \frac{1}{\sqrt{\mu_0 \varepsilon_0}} = 3 \times 10^8 (\text{m} / \text{s}), \quad Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\varepsilon_0}} = 377 (\text{ohm})$$

Las siguientes ecuaciones de las relaciones constitutivas son válidas típicamente a bajas frecuencias y son para materiales dieléctricos isotrópicos homogéneos y para materiales magnéticos:

$$D = \varepsilon E \quad (11)$$

$$B = \mu H \quad (12)$$

La permitividad y la permeabilidad están relacionadas con la susceptibilidad eléctrica y magnética del material y son las siguientes:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 (1 + \chi) \quad (13)$$

$$\mu = \mu_0 (1 + \chi_m) \quad (14)$$

Las susceptibilidades  $\chi$  y  $\chi_m$  son medidas de la polarización eléctrica y magnética del material. Por ejemplo, para una densidad de flujo eléctrico es:

$$D = \varepsilon E = \varepsilon_0 (1 + \chi) E = \varepsilon_0 E + \varepsilon_0 \chi E = \varepsilon_0 E + P \quad (15)$$

Donde el termino  $P = \varepsilon_0 \chi E$  representa la polarización dieléctrica del material, que es, el momento del dipolo eléctrico promedio por unidad de volumen. Y en un material magnético:

$$B = \mu_0 (H + M) = \mu_0 (H + \chi_m M) = \mu_0 (1 + \chi_m) H = \mu H \quad (16)$$

Donde  $M = \chi_m H$  es la magnetización, que es el momento magnético promedio por unidad de volumen. Entonces por lo anterior, la velocidad de la luz en un material y la impedancia característica se pueden dar como:

$$c = \frac{1}{\sqrt{\mu\epsilon}} \quad (17)$$

$$Z = \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \quad (18)$$

Por lo tanto, la permitividad y permeabilidad relativa en un material están dadas por:

$$\epsilon_{rel} = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} = 1 + \chi \quad (19)$$

$$\mu_{rel} = \frac{\mu}{\mu_0} = 1 + \chi_m \quad (20)$$

Esto con el fin de entender la relación del campo magnético y eléctrico para su aplicación en ciencias de materiales y los usos que tienen para relacionar las propiedades eléctricas y magnéticas de un material de estudio [19].

### 2.1.7.2. *Propiedades magnéticas*

Algunas de las propiedades de los materiales magnéticos blandos dependen completamente de la composición del material, como lo son la **saturación magnética** o **magnetización** ( $M$ ), dada en ocasiones por la mezcla de metales ferromagnéticos, la cual es la sumatoria de momentos magnéticos como vectores en la dirección en la cual son medidos; la **permeabilidad magnética** ( $\mu$ ) a la cual se le define como la capacidad del material de conducir un flujo magnético mejor que en vacío o aire; y la **fuerza coercitiva** ( $H_c$ ), la cual depende de la facilidad con la que los dominios magnéticos puedan cambiar de dirección a través de los límites de dominio, lo que da lugar a un bajo valor de coercitividad y elevada permeabilidad en el caso de los magnéticos blandos; la **susceptibilidad magnética** ( $\chi$ ) que expresa cómo es la respuesta o que tan sensible es el material ante un campo magnético aplicado. Sin embargo, la presencia de impurezas como partículas no magnéticas, restringen el movimiento en los límites de dominio, incrementando la fuerza coercitiva, por tal motivo, es preferente tener un material libre de impurezas [16,20,21].

### 2.1.7.3. *Propiedades eléctricas*

La resistividad eléctrica se considera otra de las principales propiedades de estos materiales, ya que, como la pérdida de energía producidas en el ciclo de histéresis, puede producirse pérdida de energía producida por corrientes eléctricas inducidas al material magnético por un campo magnético que varía en magnitud y dirección con respecto al tiempo, la cual se le denomina corriente de Eddy o Foucault. Siendo pertinente reducirlas con el aumento de la resistividad eléctrica en estos materiales, la cual puede potenciarse formando soluciones sólidas, como en el caso de algunas aleaciones [16].

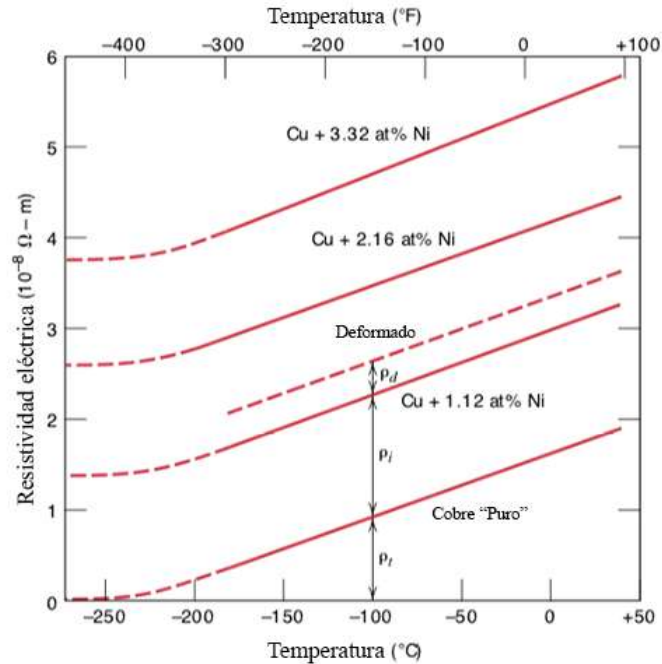
Las reglas de Matthiessen de resistividad eléctrica describen la resistividad total  $\rho$ , como la sumatoria de la resistividad debido a la dispersión de las vibraciones térmicas y la resistividad debida a la dispersión de electrones por las dislocaciones y otros defectos cristalinos, como los límites de grano, como se muestra en la ecuación 21 [22].

$$\rho = \rho_T + \rho_R \quad (21)$$

Donde  $\rho_T$  es la resistividad debida a vibraciones térmicas y  $\rho_R$  es la resistividad residual, debida a la dispersión de electrones dada por impurezas, dislocaciones, átomos intersticiales, vacancias, límites de grano, etc. La dependencia de la resistividad eléctrica con la temperatura, la cual aumenta de manera abrupta con respecto al aumento de la temperatura, lo cual se puede deducir fácilmente ya que, al aumentar la temperatura, las vibraciones de la red aumentan de manera significativa. En el caso de las soluciones sólidas la ecuación cambia adicionándole la resistividad debida al o los elementos de aleación  $\rho_I$  como se muestra en la ecuación 22 [22].

$$\rho = \rho_T + \rho_R + \rho_I \quad (22)$$

El aumento de la resistividad total en soluciones sólidas puede ser proporcional con respecto al porcentaje en peso del elemento soluto, y se puede observar de manera significativa hasta con una baja proporción del elemento soluto, como por ejemplo en la aleación Cu-Ni (ver figura 2.10), en la cual se aumenta la resistividad total, hasta con un 1.12% en peso de Ni [22].



**Figura 2.10.** Resistividad eléctrica contra temperatura para cobre y aleaciones Cu-Ni [22].

### 2.1.8. Calentamiento por inducción

En el área de la metalurgia el calentamiento por inducción en aplicaciones industriales puede dividirse en distintos grupos como: tratamientos térmicos, fusión por inducción y soldadura por inducción, entre otros. Donde se busca desde producir aleaciones metálicas, hasta la mejora de propiedades para aleaciones en estado sólido, como el aumento de la dureza, relevado de esfuerzos, o propiedades específicas dependiendo de la aplicación deseada. El fenómeno electromagnético en el calentamiento por inducción, se genera al aplicar voltaje a una bobina de inducción, lo que da como resultado el paso de corriente a través de la bobina produciendo un campo magnético variable con respecto al tiempo, el cual tiene la misma frecuencia que la corriente de la bobina. El campo magnético generado induce corrientes de Eddy en la pieza de trabajo localizada dentro de la bobina, estas corrientes producen calor por efecto Joule ( $I^2R$ ) [20].

Al ser una gran cantidad de fenómenos electromagnéticos los que intervienen en el calentamiento, la distribución de corriente dentro del inductor y la pieza de trabajo no siempre es uniforme, convirtiéndose en una fuente no uniforme de calor, lo que causa una mala distribución en el perfil de temperaturas en la pieza de trabajo, dando como resultado, efectos superficiales, efectos de

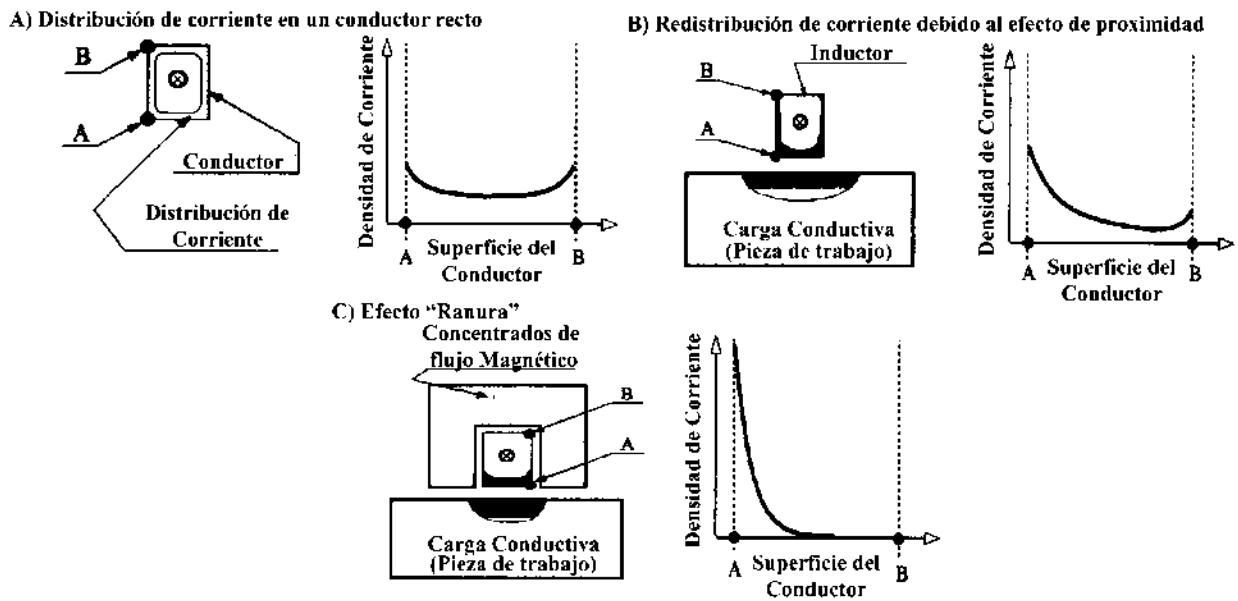
proximidad y el efecto tipo anillo, el cual consiste en una distribución de calor, solo en ciertas secciones de la pieza de trabajo, estos efectos son de suma importancia para la comprensión de los fenómenos del calentamiento por inducción, impulsando el crecimiento de los materiales concentradores de energía magnética, que en gran medida disminuyen estos efectos y aumentan la eficiencia del proceso. En los procesos de tratamiento térmico dejando de lado la profundidad ya que se conoce que a menor frecuencia mayor profundidad, las frecuencias de trabajo de las bobinas inductoras trabajan desde 10 kHz como baja frecuencia, de 10 a 70 kHz como rango medio y por arriba de los 70 kHz se considera como elevadas frecuencias [20].

### ***2.1.9. Materiales concentradores de energía magnética***

Algunos materiales magnéticos pueden ser utilizados como recubrimientos para las bobinas de inducción, los cuales hacen que el campo magnético sea más intenso en ciertas áreas durante los procesos de calentamiento, estos materiales en la actualidad poseen elevada permeabilidad magnética y bajas pérdidas de energía, siendo usados rutinariamente de manera similar a los desviadores de flujo magnético en transformadores de potencia o motores. La función principal de estos concentradores en tratamientos de calentamiento por inducción ha sido mejorar la eficiencia del acoplamiento magnético (reducción de pérdidas de energía) y obtener un calentamiento selectivo eficiente en áreas específicas de las piezas de trabajo, las cuales son difíciles de calentar. El desarrollo exitoso de concentradores a base de polvos metálicos de Fe, Ni y Co y otros elementos, ha incrementado drásticamente la popularidad de los concentradores de energía magnética [20].

Sin el uso de concentradores el flujo magnético podría extender alrededor de la bobina o el conductor que transporta la corriente y enlazarse con los alrededores eléctricamente conductores, como lo son los metales de soporte, equipo auxiliar, herramientas, etc. Por este motivo los concentradores de flujo forman un patrón magnético para canalizar el flujo magnético principal del inductor en un área bien determinada fuera de la bobina. En la figura 2.11 A) se muestra la distribución de corrientes en un conductor aislado sin la presencia de un concentrador de flujo magnético, y en la sección B) se observa la redistribución de corriente al aproximar el inductor a la pieza de trabajo; debido al efecto de proximidad una parte significativa de la corriente del inductor fluye a través de la superficie que enfrenta la carga, la remanencia de corriente es concentrada hacia los lados de la pieza de trabajo. En la sección C) representa cuando un

concentrador de flujo es colocado alrededor del inductor, y de manera práctica toda o la gran mayoría de la corriente del inductor es concentrada en la superficie frente a la pieza de trabajo. En otras palabras el concentrador de flujo concentra la corriente en la sección abierta de la ranura (efecto ranura), mejorando la eficiencia de la bobina, esta distribución dependerá de factores como la frecuencia, la intensidad del campo magnético  $H$ , las propiedades conductoras del material (pieza de trabajo) y las propiedades magnéticas del concentrador [20].



**Figura 2.11.** Efecto de un concentrador de energía magnética en la distribución de corriente [20].

Sin embargo, algunos concentradores de energía magnética pueden ser conductores eléctricos y conducir elevadas densidades de corriente magnética, lo que genera una pérdida de energía, en forma de calor dada por el efecto Joule, lo que causaría una reducción en la eficiencia eléctrica y la necesidad de diseñar un sistema de enfriamiento por agua, para remover el calor del concentrador, por tal motivo es necesario un control específico en la selección de los materiales concentradores de energía magnética [20].

La selección de los materiales concentradores depende de varios factores donde cuanto mayor sea el valor, mejor la situación, estas características incluyen la permeabilidad magnética, resistividad eléctrica, conductividad térmica, temperatura de Curie, densidad de flujo de saturación y ductilidad; por el lado contrario otros factores donde cuanto menor sea el valor, mejor será la

situación incluyen pérdidas por corriente de Eddy y pérdidas por histéresis. Consideraciones adicionales como la capacidad de ser enfriado, resistencia a elevada temperatura, resistencia a ataques químicos, maquinabilidad, formabilidad (en caso de instalación y al ser removido), dependen del tipo de bobina, así como la frecuencia, la densidad de corriente y la geometría del sistema de calentamiento por inducción [20]. En conclusión, el uso de concentradores de energía magnética entrega beneficios sustanciales en los procesos modernos de calentamiento por inducción, los cuales se pueden enlistar como:

- Reducir los requerimientos de energía de operación para obtener el calentamiento deseado en las piezas de trabajo.
- Mejorar la eficiencia eléctrica de los procesos y disminuir la cantidad de energía utilizada.
- Hacer posible el calentamiento selectivo en áreas específicas de las piezas de trabajo.
- Obtener patrones de calentamiento superiores, en tratamientos térmicos específicos que pueden mejorar las propiedades físicas y mecánicas de los materiales.
- Minimizar la distorsión geométrica de las piezas de trabajo.
- Prevenir el calentamiento indeseado y recocido de partes adyacentes.
- Reducir el número de partes rechazadas, operaciones adicionales y desechos.
- Mejorar la vida útil del equipo.
- Reducir el tiempo de calentamiento.
- Eliminar los efectos biológicos negativos de la exposición a campos electromagnéticos en los operadores de los equipos.

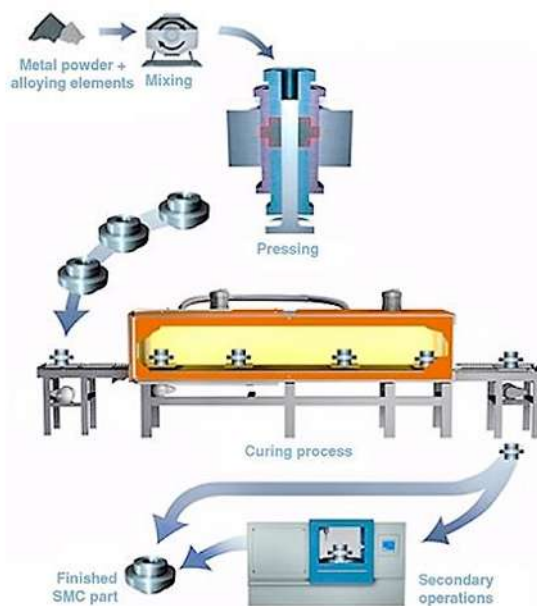
#### ***2.1.10. Materiales compuestos magnéticos blandos***

Los materiales compuestos magnéticos blandos por sus siglas en inglés (SMC Soft Magnetic Composites), han tomado una gran importancia como concentradores de energía magnética, por poseer las principales propiedades magnéticas y eléctricas como elevada permeabilidad magnética, baja coercitividad, alta saturación magnética y resistividad eléctrica. Estos materiales tienen una gran variedad de caminos para ser producidos. En base a trabajos realizados se puede tener una idea de su procesamiento y con esto conocer sus etapas de fabricación, para mejorarlos y con esto obtener una reducción tanto en tiempo y costos, pero buscando siempre obtener las propiedades principales que caracterizan a estos materiales. Por ejemplo, se conocen empresas que fabrican

estos materiales como en el caso de **GKN Sinter Metals**, **AMES Sintered Metallic Components**, **Höganäs** con su Somaloy®, y **Fluxtrol** con su variante Fluxtrol 100®, Fluxtrol A® y Ferrotrol 559H®, por nombrar algunos, donde su proceso de fabricación en general tiende a ser el mismo.

En la revisión realizada por Sunday K. y Taheri M. [1], presentan el proceso de fabricación (ver figura 2.12) de este tipo de materiales por parte de la empresa GKN Sinter Metals, los cuales utilizan este tipo de materiales para sus motores, en el esquema se puede observar que las etapas del proceso consisten en: selección de materiales, mezclado, prensado, proceso de curado, el cual en general se trata de un tratamiento térmico para la recuperación de propiedades o relevado de esfuerzos por la compactación, y un proceso secundario, como tratamientos superficiales o acabados para obtener finalmente el material compuesto como pieza terminada.

Por otro lado, se ubican etapas en las cuales se puede aprovechar el aumento de alguna propiedad, recortando etapas al proceso, obteniendo materiales compuestos magnéticos blandos, para utilizarlos como concentradores de energía magnética, con buenas propiedades, y con una eficiencia en su proceso de fabricación elevada.



**Figura 2.12.** Proceso de manufactura de un material compuesto magnético blando [1].

Es importante establecer en qué etapa se aprovechará cada propiedad, ya que tanto la selección de materiales, la selección de la matriz como revestimiento de las partículas, el tipo de tratamiento

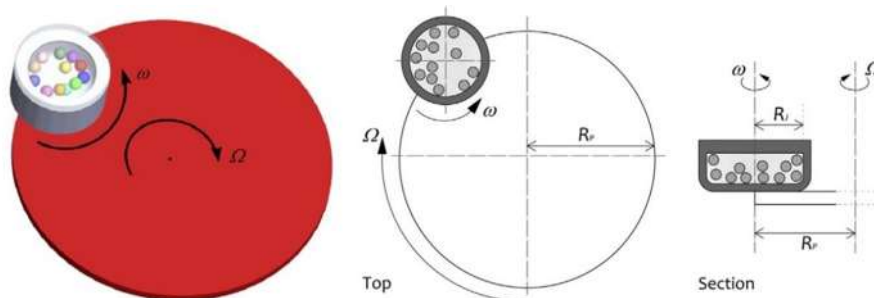
térmico y el mezclado de los materiales, benefician o afectan las propiedades finales del material compuesto. En la revisión de Shokrollahi H. y Janghorban K. [2], presentan la tabla 2.1, del libro de Skarrie H. [23], con la aportación del incremento en la coercitividad, con respecto al incremento en el tamaño de partícula; (I) Incremento en el tamaño de partícula; (II) adición de lubricantes; (III) adición de aglutinante; (IV) incrementando la presión de compactación; (V) tratamiento térmico, donde se puede observar que el equilibrio en las propiedades es de suma importancia en el desarrollo de este tipo de materiales.

**Tabla 2.1.** Dependencia de los parámetros de fabricación y procesos de fabricación de los materiales compuestos magnéticos blandos [2].

	I	II	III	IV	V
<b>Permeabilidad</b>	↑	↓	↓	↑	↑
<b>Máxima densidad de flujo</b>	↑	↓	↓	↑	↑
<b>Coercitividad</b>	↑	-	-	↑	↓
<b>Resistividad</b>	↓	↑	↑	↓	↓
<b>Conductividad Térmica</b>	↑	↓	↓	↑	↑
<b>Resistencia</b>	↓	↓	↑	↑↓	↑

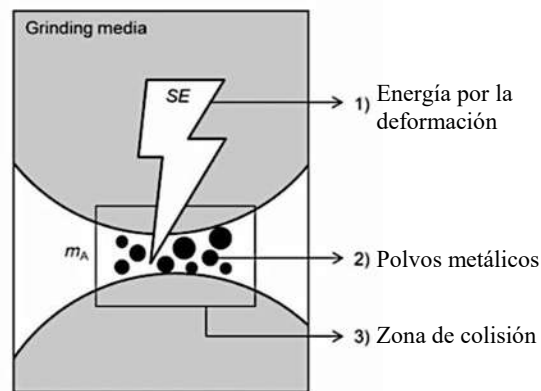
### 2.1.11. Molienda mecánica

Los medios de molienda y la rotación del vial, que depende de sus distintas velocidades angulares, tienen un impacto importante en las características finales de los polvos metálicos, mostrado en la figura 2.13 haciendo de este proceso bastante complejo cuando se quiere interactuar con diferentes variables en conjunto [24].



**Figura 2.13.** Representación esquemática de un molino de bolas planetario. Izquierda, vista tridimensional; medio y derecha, definición del radio del vial  $R_v$  y la distancia entre el eje de rotación (velocidad angular  $\omega$ ) y la revolución (velocidad angular  $\Omega$ )  $R_p$  [24].

De acuerdo a la metalurgia de polvos para estos materiales, el mezclado mecánico tiene como finalidad la obtención de una mezcla homogénea en la distribución de partículas metálicas, así mismo el inducir esfuerzos a las partículas que actúan sobre ellas durante la colisión de los medios de molienda como se observa en la figura 2.14, donde 1) SE son los esfuerzos que actúan sobre las partículas, 2)  $m_A$  es la masa de los polvos y 3) la colisión entre los medios de molienda [25].



**Figura 2.14.** Esfuerzos en las partículas durante las colisiones de los medios de molienda [25].

### 2.1.12. Anisotropía ferromagnética

El estudio de anisotropía ferromagnética está mayormente orientado al área de geofísica en el estudio de depósitos de partículas ferromagnéticas en rocas sedimentarias, rocas volcánicas, rocas metamórficas, entre otros. Sin embargo, sus fundamentos matemáticos y su estudio pueden ser orientado al área de materiales, ya que son estudios de alta precisión y cuyos equipos pueden ser utilizados para medir anisotropía en materiales ferromagnéticos. La anisotropía ferromagnética es descrita por un tensor de anisotropía de segundo orden, cuyos vectores representan la orientación y distribución en los granos de un material, aristas del cristal y los dominios magnéticos que en este caso tienden a producir la anisotropía. La ecuación que describe el tensor de anisotropía de remanencia relaciona la remanencia magnética  $M$ , con el campo aplicado  $H$ .

$$M = \chi_{RM} H \quad (23)$$

Donde  $\chi_{RM}$  es el tensor de anisotropía. A partir de esta ecuación se pueden obtener distintos tipos de anisotropías, de susceptibilidad magnética (AMS), de remanencia magnética (ARM), de magnetización remanente isotérmica (AIRM), de magnetización remanente anhisterética (AARM), de magnetización remanente térmica (ATRM), bajo el mismo principio [26].

Ya que es conocido que la magnetización es una propiedad anisotrópica, la ecuación (23) se puede expresar de la siguiente manera:

$$\begin{aligned} M_1 &= k_{11}H_1 + k_{12}H_2 + k_{13}H_3 \\ M_2 &= k_{21}H_1 + k_{22}H_2 + k_{23}H_3 \\ M_3 &= k_{31}H_1 + k_{32}H_2 + k_{33}H_3 \end{aligned} \quad (24)$$

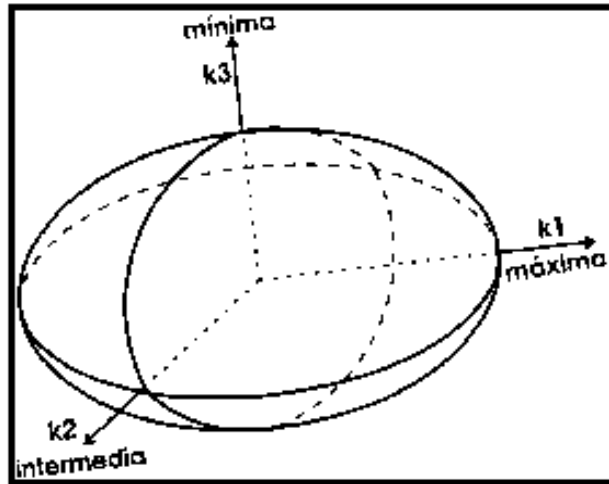
Donde  $H_1, H_2$  y  $H_3$  son las componentes del campo aplicado  $H$ .  $M_1, M_2$  y  $M_3$  son las componentes de la magnetización  $M$ . ambos valores de los ejes  $x, y$  y  $z$ , respectivamente. Y  $k_{ij}$  representan las componentes del tensor simétrico de segundo orden y se expresa en una matriz de coordenadas dentro de la muestra:

$$k_{ij} = \begin{bmatrix} k_{11} & k_{12} & k_{13} \\ k_{21} & k_{22} & k_{23} \\ k_{31} & k_{32} & k_{33} \end{bmatrix} \quad (25)$$

Donde  $k_{ij} = k_{ji}$  (para  $i \neq j$ ) [26]. Al calcular los valores y vectores propios de la matriz, esta se puede diagonalizar, simplificando la matriz. Obteniendo finalmente valores característicos de  $k_1, k_2$  y  $k_3$ , que representan los valores máximo, intermedio y mínimo del tensor, respectivamente [27].

$$k_{ij} = \begin{bmatrix} k_{11} & k_{12} & k_{13} \\ k_{21} & k_{22} & k_{23} \\ k_{31} & k_{32} & k_{33} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} k_{m\acute{a}x} & 0 & 0 \\ 0 & k_{int} & 0 \\ 0 & 0 & k_{m\acute{i}n} \end{bmatrix} \quad (26)$$

En la figura 2.15 se presenta la representación gráfica de los valores máximo, intermedio y mínimo en un sistema coordenado, formando el elipsoide de anisotropía. Donde, dependiendo de su forma semiesférica se puede conocer el grado de anisotropía que el material presenta de manera simplificada [27].



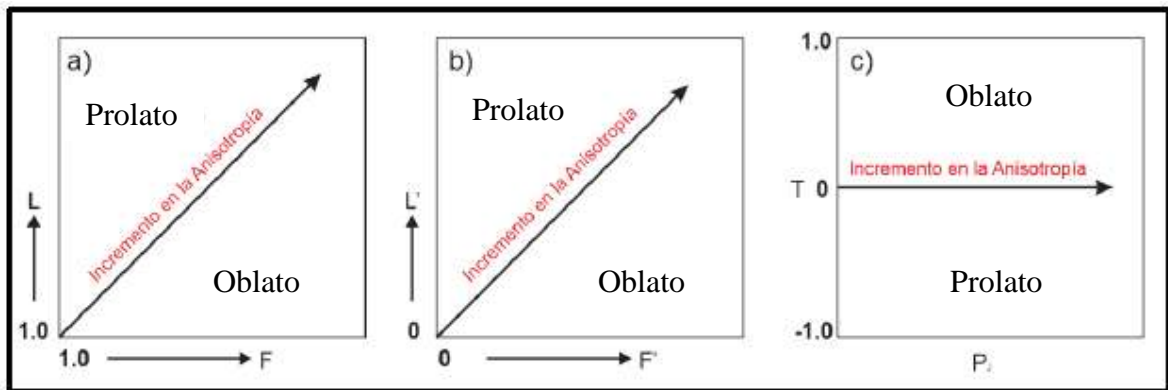
**Figura 2.15.** Representación de los valores máximo, intermedio y mínimo del elipsoide de anisotropía [27].

Dichos valores ya han sido estandarizados, estableciendo una serie de parámetros que permiten describir su tamaño y forma. Los cuales se encuentran en base de las  $k_1$ ,  $k_2$  y  $k_3$ , que representan los valores de los ejes del elipsoide [28].

- Lineación  $L = k_1 / k_2$
- Foliación  $F = k_2 / k_3$
- Prodelez  $P = (k_1 - k_2) / (k_2 - k_3)$
- Obladez  $O = (k_2 - k_3) / (k_1 - k_2)$
- Parámetro de forma  $T = (2\eta_2 - \eta_1 - \eta_3) / (\eta_1 - \eta_3)$ ; donde  $\eta_1 = \ln K_3$ ,  $\eta_2 = \ln K_2$ ,  $\eta_3 = \ln K_1$
- Grado de anisotropía  $P = k_3 / k_1$
- Grado de anisotropía corregido  $P_j = \exp \{2 [(\eta_1 - \eta)^2 + (\eta_2 - \eta)^2 + (\eta_3 - \eta)^2]\}^{1/2}$
- Anisotropía absoluta  $(k_1 - k_3) / k_2$

Estos parámetros entonces pueden ser graficados de tres distintas maneras, en relación a la anisotropía de cada material estudiado: el diagrama de Flinn (foliación  $F$  contra lineación  $L$ ), el diagrama de Ramsay ( $F'$  contra  $L'$ ) y el diagrama de Jelinek (grado de anisotropía corregido  $P_j$  contra parámetro de forma  $T$ ) como se muestra en la figura 2.16. En el caso de los diagramas de Flinn y Ramsay, estos son muy similares, pero el de Ramsay tiene la propiedad de tener su origen en el cero, en lugar de 1. La forma del elipsoide está dada por el ángulo al cual se encuentra el dato del material en específico, con formas oblatas debajo de la línea y formas prolatas por encima.

Cabe resaltar que solo los puntos a lo largo de los ejes se pueden describir como oblatos y prolatos y los datos que caen en el resto del área de la gráfica se encuentran en una región “triaxial”, lo que quiere decir que el material presenta diferentes vectores en las tres direcciones. Por otro lado en el diagrama de Jelinek, la anisotropía aumenta a lo largo del eje horizontal y la forma se refleja en el eje vertical [29].



**Figura 2.16.** Diagramas representativos de la anisotropía de forma, a) diagrama de Flinn, b) diagrama de Ramsay y c) diagrama de Jelinek [29].

## **2.2. Análisis y discusión del estado del arte.**

### ***2.2.1. Selección de materiales***

Se han estudiado compuestos hierro-resina durante décadas anteriormente, pero eran raramente utilizados por sus propiedades, ya que el tipo de tecnología utilizada para fabricarlos y las necesidades de estos materiales no habían sido completamente desarrolladas. En los últimos años los compuestos con partículas de hierro en matriz polimérica han sido estudiados por su alta permeabilidad magnética utilizados en solenoides, relevadores y magnetos en aplicaciones al vacío, así como por su elevada resistividad eléctrica, ya que la matriz polimérica genera un aislamiento entre las partículas, que a diferencia con las láminas de acero utilizadas anteriormente, promueve el aumento de dicha propiedad y la posibilidad de poseer estas propiedades en tres dimensiones haciéndolas isotrópicas, aumentando en gran medida su campo de aplicación [2].

Por otro lado, los compuestos base níquel, al ser combinados con el hierro llegan a poseer una permeabilidad magnética suficientemente elevada, considerados la principal combinación y en otros casos como aleación utilizada en aplicaciones donde se requiere esta propiedad, además de una baja densidad de flujo y por poseer la característica de trabajar en aplicaciones a baja frecuencia (<2kHz) [2,30].

El uso del cobalto se da por poseer la más elevada saturación magnética, ya que mejora ligeramente la permeabilidad magnética, esta propiedad tiende a maximizar el magnetismo en circuitos magnéticos [2,8]. Este tipo de materiales son utilizados cuando se busca obtener una alta permeabilidad magnética y bajas pérdidas por histéresis, utilizados para aplicaciones en solenoides y relevadores, dejando a estudio gran variedad de combinaciones posibles, como lo son: Fe-Ni, Fe-Co, Fe-Si, Fe-Si-ferritas blandas y duras, Ba-ferritas, Fe-Ni-Pb, Fe-Nd-B, Fe-Ni-Co, Fe-Mn-Zn, Fe-Si-Al, entre otras [1,2,8,9]. Por lo tanto, la mezcla de materiales como Fe, Ni y Co, es un punto de partida importante si se busca una elevada permeabilidad magnética y una máxima saturación magnética para un material compuesto magnético blando.

### ***2.2.2. Selección del material matriz como revestimiento de las partículas***

El material matriz de este tipo de materiales compuestos puede ser orgánico e inorgánico, ya que servirá como revestimiento de las partículas metálicas y propiciará el aumento de la resistividad

eléctrica, y en el caso de los orgánicos la permeabilidad magnética por la porosidad final que puede obtener el material compuesto con estos [2]. La matriz debe tener propiedades aislantes para aumentar la resistividad eléctrica y mantener separadas las partículas, ya que, al aumentar la resistividad entre las partículas de hierro, y con esto disminuir de gran manera las pérdidas totales [31].

La adición de óxidos como revestimiento inorgánico de las partículas ha sido también un tema de estudio ya que, se ha logrado combinar con la matriz polimérica, óxidos como el SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, MoO<sub>3</sub> y ZrO<sub>2</sub>, entre otros [5,32,33], beneficiando la permeabilidad magnética, y con esto bajar las pérdidas magnéticas totales en gran medida, sin embargo, en algunos casos es necesario un calentamiento para ser introducidos al material, como en el trabajo realizado por Fan X. y colaboradores [33], al generar una capa protectora de partículas SiO<sub>2</sub> en un sistema FeSiAl con núcleos compuesto Fe<sub>3</sub>Si/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, con cambios en saturación magnética y coercitividad no muy significativos con respecto a la concentración del agente que propicia la generación del óxido como se observa en la tabla 2.2, lo que hace necesario para utilizarlo en un material compuesto magnético blando, una matriz polimérica con resistencia a temperaturas mayores, con esto aumentando el proceso de fabricación, lo que conlleva a un mayor consumo de energía y costos. Dicha matriz no aprovecharía al máximo su resistencia a elevadas temperaturas ya que en aplicaciones como hornos de inducción el material no se encuentra ubicado en zonas de alta temperatura.

**Tabla 2.2.** Propiedades magnéticas de las partículas FeSiAl recubiertas con SiO<sub>2</sub> [33].

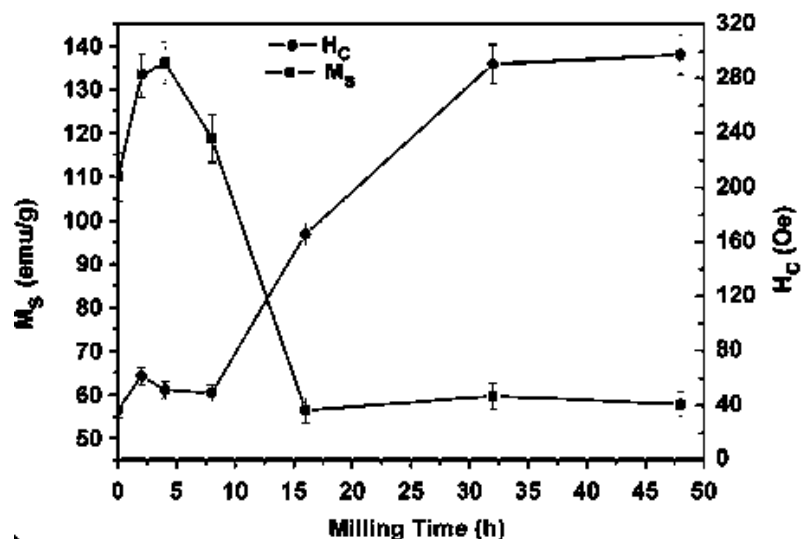
Contenido de TEOS	FeSiAl/SiO <sub>2</sub> Partícula-Capa de Óxido		
	M <sub>S</sub> (emu g <sup>-1</sup> )	H <sub>C</sub> (Oe)	M <sub>r</sub> (emu g <sup>-1</sup> )
<b>5 ml</b>	125.2	7	0.5
<b>10 ml</b>	116.6	8	0.6
<b>15 ml</b>	115.3	9	0.6
<b>20 ml</b>	112	9	0.7

### 2.2.3. Mezclado mecánico y el tamaño de partícula

El control de los parámetros al utilizar molienda mecánica es de suma importancia, ya que esta puede llevarse a cabo en un molino de bolas de alta o de baja energía, lo que cambia de manera significativa las propiedades de los polvos metálicos, ya que puede introducir una gran cantidad de defectos a las partículas, cambiar su morfología, estructura y tamaño. La molienda mecánica es

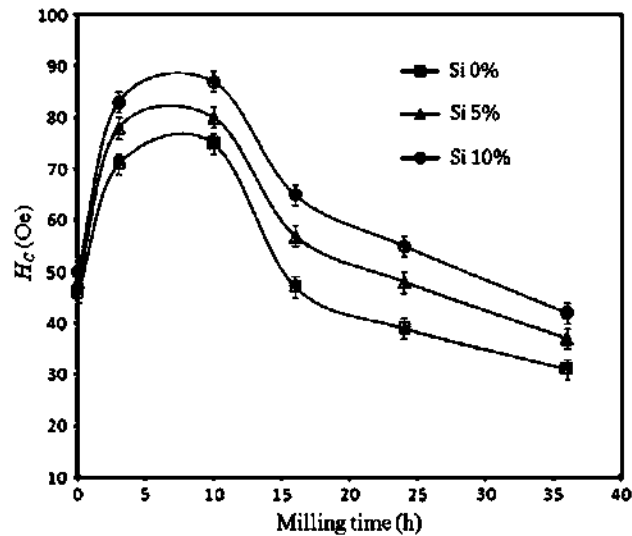
una manera muy eficiente de controlar el tamaño de partícula de cada uno de los constituyentes para compuestos con polvos metálicos, de manera más eficiente, reduciendo tiempos y costos, a diferencia de otros procesos [34].

Sin embargo, el control del tiempo y tipo de molino, tienen un papel importante en la metalurgia de polvos, ya que se ha visto en los molinos de alta energía, con respecto a tiempos largos de molienda a partir de 15 horas se obtiene un porcentaje de fase amorfa [35] y hasta un 99% después de 40 horas [36], para dichos casos conforme aumenta el tiempo de molienda se presentan anisotropía magneto cristalina, útil para aplicaciones muy específicas, y en algunos otros por efecto del aleado mecánico que se genera, así como estructuras de orden nanométrico [37], también un efecto crecimiento-decrecimiento en tamaño de partícula por el efecto del aleado mecánico entre una especie de constituyentes y fractura en otras, estas características tienden a generar una alta permeabilidad magnética, pero baja saturación magnética. Como en el trabajo realizado por Raanaei H. y colaboradores [38], la saturación magnética se ve beneficiada en las primeras etapas del proceso de molienda, en lo que respecta por debajo de las 10 horas de molienda trabajando a 350 rpm, mostrados en la figura 2.17, donde se muestra la relación entre el tiempo de molienda, con respecto a la coercitividad  $H_C$  y la saturación magnética  $M_S$ , esta propiedad tiende a bajar después de las 10 horas de manera abrupta, debido a la reducción del tamaño de partícula.



**Figura 2.17.** Evaluación de la saturación magnética y coercitividad vs. tiempo de molienda [38].

Por otro lado en el trabajo de Bahrami A.H. y colaboradores [37], se ha encontrado que en las primeras etapas de procesos largos de molienda se obtiene un aumento en coercitividad con respecto al tiempo de molienda, en sistemas Fe-Ni lo cual tiende a ser perjudicial, por debajo de las 10 horas de molienda a 400 rpm, lo anterior es un reto para trabajar a tiempos cortos, mostrado en la figura 2.18, sin embargo al aumentar el tiempo de molienda tiende a bajar en gran medida, por otro lado, el silicio en este caso no tiene mayor impacto.

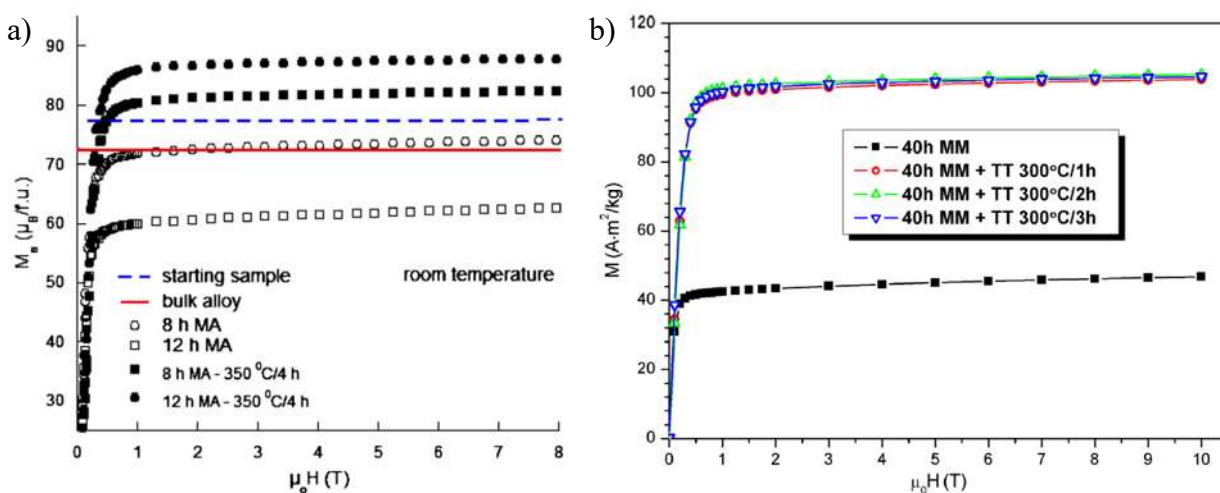


**Figura 2.18.** Variación de  $H_c$  en función del tiempo de molienda para polvos  $Fe_{80-x}Ni_{20}Si_x$  [37].

Para ambos casos fue necesario un tratamiento térmico posterior para que estas propiedades aumentaran, lo cual con este trabajo se quiere omitir el tratamiento térmico aprovechando el aumento de dichas propiedades trabajando en el rango de 2 a 10 horas de mezclado, a 100 rpm. Por otro lado, en estos materiales también se busca una alta homogeneidad en mezcla de las partículas constituyentes, para aprovechar de manera eficiente sus propiedades magnéticas en conjunto sin un cambio considerable en estructura, morfología y tamaño de partícula, aunque en algunos casos, el cambio en tamaño de partícula de los polvos de hierro, puede mejorar alguna propiedad, ya que en trabajos como el de Ding W. y colaboradores [39], con un tamaño de partícula de  $75 \mu m$ , con respecto a las partículas de Fe, la resistividad eléctrica aumenta, aunque por otro lado se sacrifica un poco la permeabilidad magnética, el flujo magnético residual y aumenta la coercitividad.

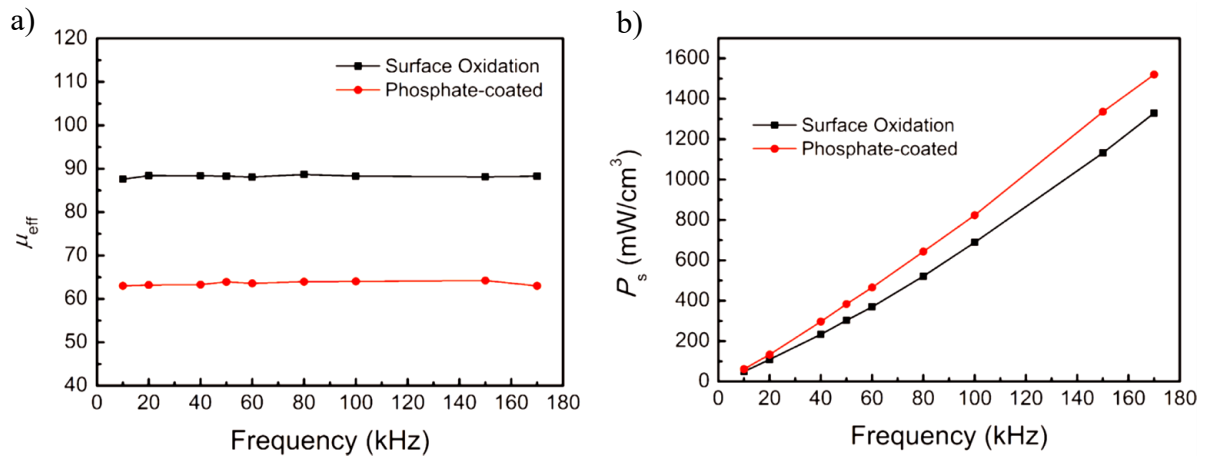
#### 2.2.4. Agentes de control durante la molienda

Los agentes de control como el benceno durante la molienda han sido estudiados en los trabajos de Neamtu B.V. y colaboradores [3,40], trabajando a 350 rpm y relación bola/partícula 16:1, reportando disminución de la magnetización por la presencia de una capa de benceno en la superficie de las partículas formada durante el proceso de molienda en húmedo y disminución con respecto a elevados tiempos de molienda, cabe mencionar que a pesar de ser sistemas diferentes y obtener partículas diferentes ya que en estos casos se obtuvieron partículas nanocrystalinas y amorfas respectivamente. En la figura 2.19 se observan sus curvas de magnetización respectivas, este efecto de magnetización baja fue recuperado solo con ayuda de un tratamiento térmico de 350 y 300° C respectivamente, para subir la magnetización de las partículas.



**Figura 2.19.** Curvas de magnetización de los polvos a) Nanocrystalinos NiFeCuMo [3]; amorfas  $\text{Co}_{70}\text{Fe}_4\text{Ni}_2\text{Si}_{15}\text{B}_9$  [40].

En el caso del sistema a estudiar Fe-Ni-Co se ha considerado dejar de lado el uso de agentes de control que eviten la oxidación por razones relacionadas con la generación de óxidos de hierro durante el proceso de molienda y los cortos tiempos de mezclado, ya que en trabajos como el de Zhao G. y colaboradores [41] se ha estudiado el efecto sobre la permeabilidad efectiva y las pérdidas en el núcleo, cuando se tiene una superficie oxidada o fosfatada en las partículas de hierro para un material compuesto magnético blando; en la figura 2.20 se observa un aumento en permeabilidad efectiva a todas las frecuencias estudiadas, la cual es mayor cuando la superficie de las partículas esta oxidada y la disminución de las pérdidas en el núcleo a altas frecuencias son mayores en la misma condición.

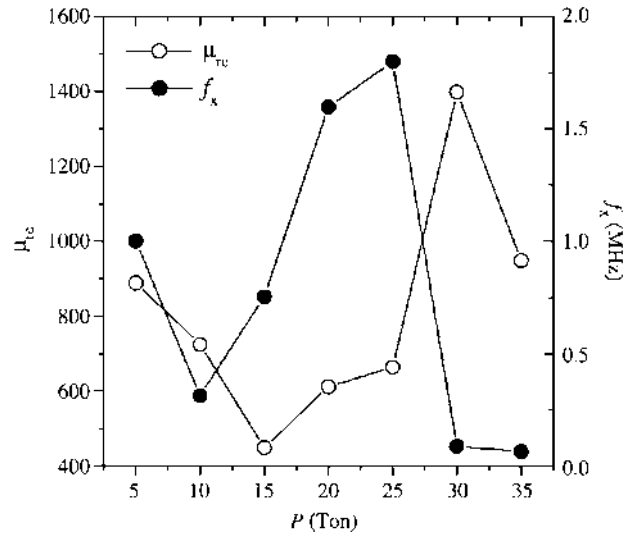


**Figura 2.20.** (a) Permeabilidad efectiva y (b) pérdidas del núcleo en función a la frecuencia en un Fe SMC preparado con recubrimiento superficial de óxido y fosfato[41].

### 2.2.5. Presión de compactación y tratamiento térmico

Para llegar a las propiedades en cuestión también se consideran factores como el grado de compactación, el cual depende de la cantidad de carga utilizada, lo que tiende a aumentar propiedades como la permeabilidad magnética, la fuerza coercitiva y densidad de flujo máximo. En el trabajo de Ortiz N. y col. [9], se ha reportado que la permeabilidad magnética  $\mu_{\text{re}}$  y la frecuencia de relajación  $f_x$  se ven aumentadas con el aumento de la presión de compactación, como se muestra en la figura 2.21, atribuyéndolo a la fragmentación de las partículas de Fe por la compactación relacionando que la permeabilidad magnética  $\mu_{\text{re}}$  es proporcional al tamaño de partícula como en el trabajo de Ding W. y colaboradores [39].

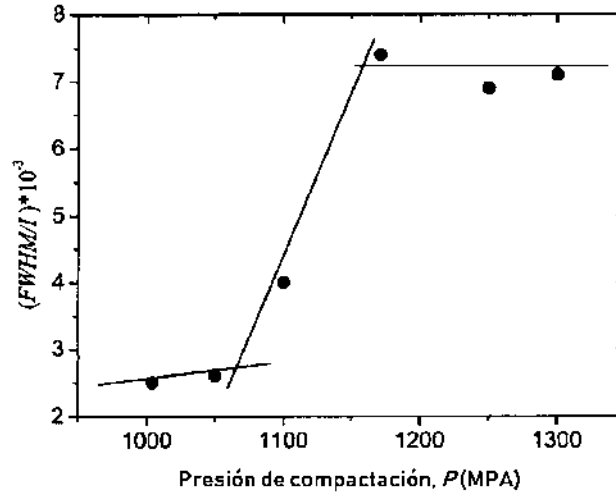
Un escaso control en el grado de compactación del material, podría reducir en gran medida la porosidad, reduciendo de este modo el aislamiento entre las partículas, lo que haría disminuir la resistividad eléctrica y podría verse aumentada la dureza del material compuesto, reduciendo su maquinabilidad [8,9].



**Figura 2.21.** Permeabilidad Inicial ( $\mu_{re}$ ) y frecuencia de relajación  $f_x$  del compuesto en función de las cargas de compactación [9].

Por otro lado, se ha observado que la acumulación de defectos, o esfuerzos de tensión y compresión en la red puede causar variaciones en el espaciamiento  $d$ , o distancia interplanar los cuales pueden verse reflejados como un ensanchamiento en los picos de un patrón de difracción de rayos x (DRX), dicho análisis puede ofrecer información importante cualitativa del grado de deformación en la red del material cuando este es sometido a deformación de cualquier tipo.

En el trabajo de R. Morales y colaboradores [42], este tipo de estudio se utilizó para visualizar de mejor manera la deformación que se obtiene después del prensado en frío en un sistema  $Fe_2Mo$  a partir de polvos, el cambio relativo en el ancho de los picos del patrón de difracción está dado por la relación  $FWHM/I$  donde  $I$  es la altura neta del pico estudiado y  $FWHM$  es el ancho completo a la altura media, por sus siglas en inglés, el cual es una medida de tensión en la red. Como se observa en la figura 2.22, se puede identificar a partir de qué presión aumenta la tensión en la red, identificado como una acumulación de energía por la compactación hasta llegar a un punto límite de deformación en el sistema. Este tipo de análisis puede ser realizado tanto en compactación como en molienda ya que en molienda también se genera tensión en la red por la colisión entre los medios de molienda.



**Figura 2.22.** Ancho relativo de los picos del patrón de difracción DRX en el índice de Miller (112) debido al endurecimiento por trabajado en frío de los cristales de  $Fe_2Mo$  contra presiones de compactación uniaxial [42].

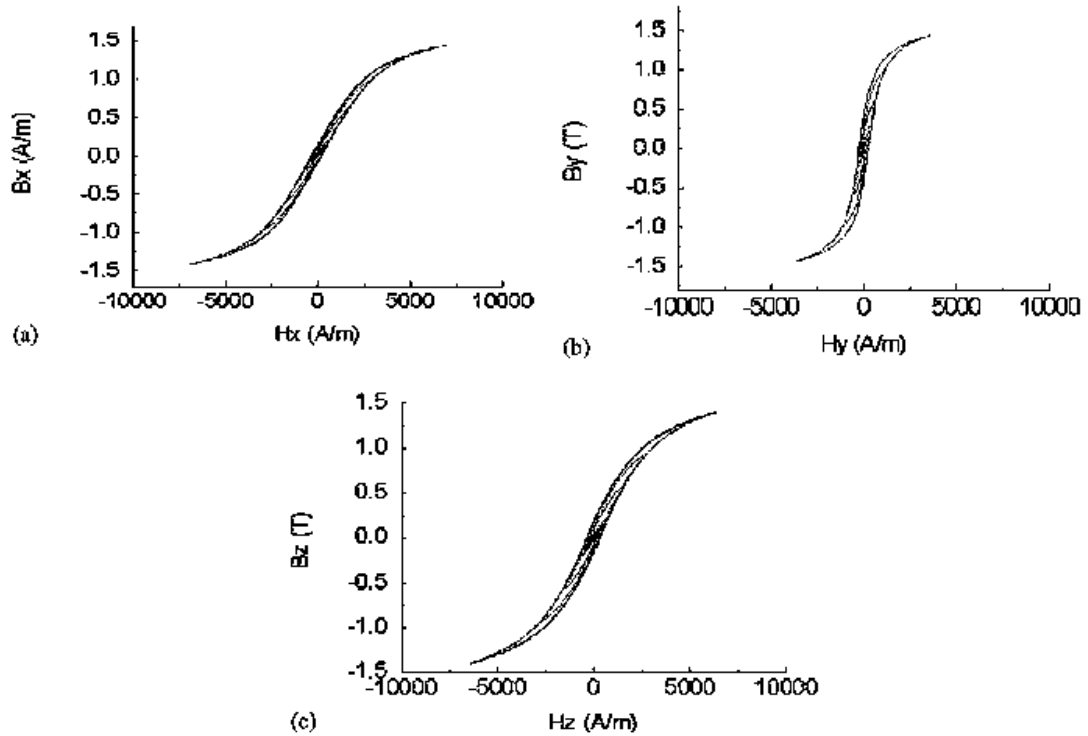
En el trabajo de Shokrollahi H. y Janghorban K. [6], se reportó que al realizar el compactado en caliente, utilizando una matriz polimérica resistente a elevadas temperaturas, desde temperaturas de 150 a 550°C, se obtuvo como resultado el reordenamiento de las partículas de hierro, baja porosidad y menor cantidad de esfuerzos residuales, trabajo en el cual solo se vio beneficio en la permeabilidad magnética a bajas frecuencias. Por otro lado, también es posible realizar un tratamiento térmico de recocido, ya que, al ser compactado el material, este tiende a presentar esfuerzos residuales, este tratamiento se lleva a cabo a bajas temperaturas y puede realizarse de manera simple o bajo un campo magnético [7]. Ambos tipos de tratamientos remueven los esfuerzos residuales, lo cual en el caso del mezclado mecánico se puede aprovechar para el aumento en la resistividad eléctrica del material y con esto tener un buen equilibrio en las propiedades magnéticas y eléctricas del mismo. Estos parámetros dependen mucho de la composición del compuesto ya que existen rangos de temperatura donde la permeabilidad magnética aumenta como en trabajos de Li J. y colaboradores [43], donde se realiza un tratamiento térmico de recocido al sistema  $FeSiAl$  a 660°, obteniendo un valor máximo de permeabilidad magnética, esto es importante en aspectos relacionados con la maquinabilidad, y la resistividad eléctrica, ya que se disminuye la cantidad de defectos y esfuerzos en las partículas.

### ***2.2.6. Isotropía ferromagnética tridimensional***

La isotropía ferromagnética tridimensional de los materiales compuestos magnéticos blandos (SMC) es uno de los puntos más citados en el tiempo que se lleva estudiando este tipo de materiales, a partir de la revisión publicada por M. Shokrollahi en el 2007 [2], desde la cual en la mayoría de sus trabajos hace énfasis en dicha isotropía [5–7], además de muchos investigadores [4, 8, 9, 28, 37, 40], citan el trabajo justificando que estos sistemas tratan de materiales isotrópicos en sus propiedades magnéticas, tales como magnetización, permeabilidad magnética, coercitividad y remanencia, ya que son desarrollados mediante metalurgia de polvos y se deduce que tienen comportamiento isotrópico, pero al verlo desde el punto de vista metalúrgico es bien sabido que muchas de las propiedades de un material tienen que ver en relación a su microestructura y la dirección en la cual se mida, en partículas aún más cuando se trata del proceso de conformado del material, como por ejemplo al compactar, hay muchos trabajos que relacionan las propiedades con el compactado sin hacer las mediciones de anisotropía correspondiente, lo cual es un argumento poco válido ya que metalúrgicamente la estructura está cambiando con el trabajado en frío.

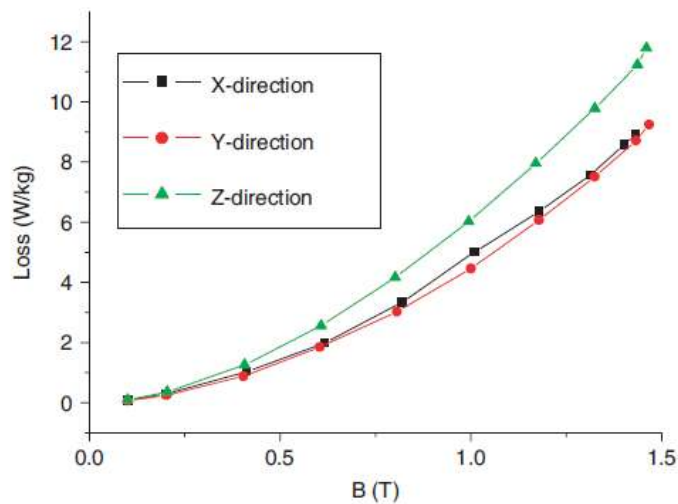
El trabajo en el cual se basa la afirmación de la isotropía ferromagnética es el de Y.G. Guo y colaboradores [45], cuyo estudio fue realizado para un material SOMALOY™ 500, proporcionado por la empresa Höganäs AB, del cual las propiedades eran conocidas para su posterior análisis; las pruebas se realizaron en un dispositivo de ensayos magnéticos en 3 direcciones, desarrollado en la UTS (University of Technology, Sydney), el cual aplica campo magnético en las 3 direcciones ( $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ ) a 50 Hz, mostrando así en la figura 2.23 el comportamiento de las curvas de histéresis obtenidas en las direcciones de magnetización.

Como se aprecia en las curvas de histéresis, la magnetización en el eje  $X$  y  $Z$ , aunque, por otro lado, en el eje  $Y$  la magnetización es similar, pero la facilidad de ser magnetizado es mucho más alta, dando como resultado una permeabilidad magnética aún mayor, esto lo atribuyen al proceso de conformación de la muestra, argumentando que el tipo de morfología tiene mucho que ver con este cambio, ya que en la dirección  $Y$  la densidad de hierro puro es mayor, con un menor contenido de partículas no ferromagnéticas, lo que resulta como anisotropía ferromagnética.



**Figura 2.23.** Ciclos B-H del SMC magnetizado con campo alterno B a lo largo de los ejes (a) X, (b) Y y (c) Z [45].

Este comportamiento también puede ser observado al graficar las pérdidas en el núcleo (“core loss”) que les dio el mismo resultado (ver figura 2.24), mostrando anisotropía de igual forma en las pérdidas, demostrando con esto que el material no es completamente isotrópico.

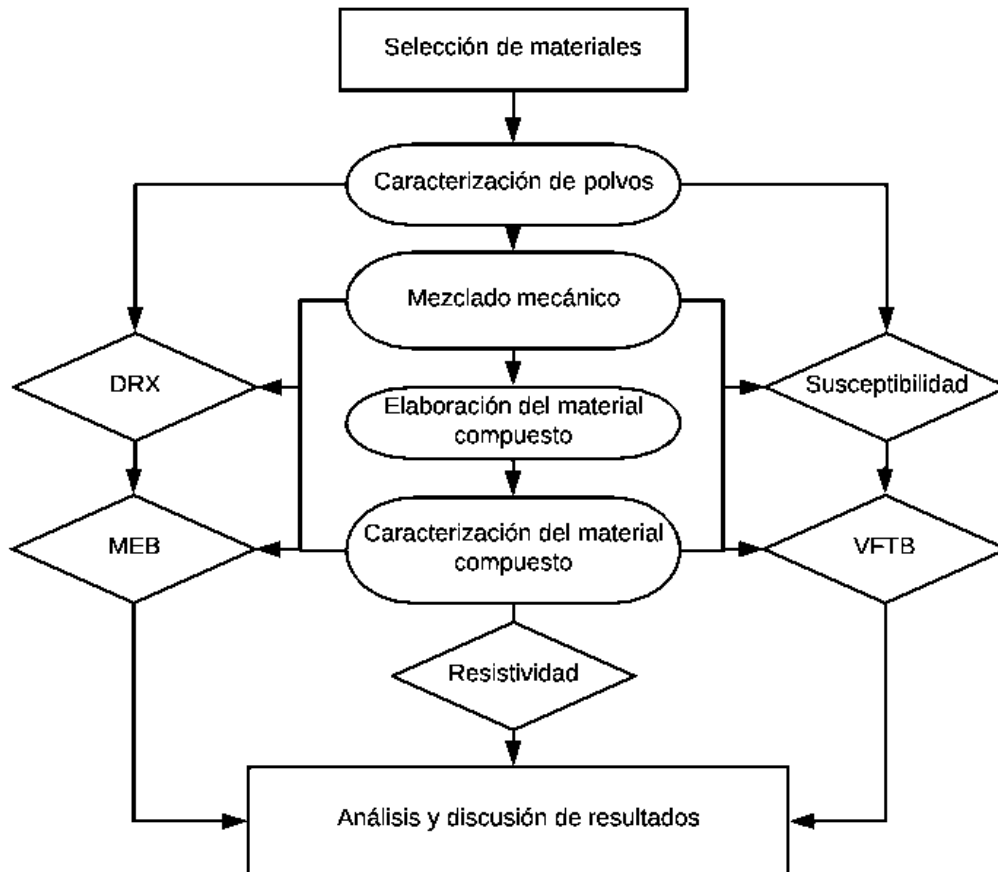


**Figura 2.24.** Pérdidas en el núcleo (core loss) con un campo B, en los tres ejes respectivamente [45].

No obstante, los autores concluyen que el material al ser teóricamente isotrópico, denominando a partir de aquí el material isotrópico, atribuyendo la anisotropía al conformado, pero en el caso de las empresas **GKN Sinter Metals**, **AMES Sintered Metallic Components**, **Höganäs** y **Fluxtrol**, estas tienen un sistema de producción en común (figura 2.12, sección 2.1.10), el cual conlleva un tratamiento térmico para remover los esfuerzos producidos por la compactación en el proceso de conformado, además de ser una mezcla homogénea de partículas metálicas, estos dos factores evitan que exista una distribución preferencial de hierro en el material y por ende no es un argumento válido para afirmar la isotropía del compuesto.

## CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En el presente capítulo se discute la metodología experimental general del presente proyecto, el cual consta de la selección de materiales, el mezclado mecánico y la elaboración del material compuesto, con sus respectivas caracterizaciones estructural, magnética y eléctrica, como se muestra en la figura 3.1.



**Figura 3.1.** Diagrama de flujo del proyecto de investigación.

### 3.1. Selección y caracterización de los materiales primarios

Los materiales utilizados para el desarrollo de este trabajo fueron polvos metalúrgicos de venta comercial de Fe, Ni y Co, con una pureza del 97.9%, 99.99% y 99.5%, con tamaños de partícula aproximados de 150, 10 y 10  $\mu\text{m}$ , respectivamente. La matriz polimérica utilizada fue resina epoxi, dicha resina está constituida de 63.2% en peso de bisfenol A (LM 555), y 36.8% en peso de endurecedor de tipo epiclorhidrina (EPO 50).

### ***3.1.1. Caracterización estructural, morfológica y tamaño de partícula***

La caracterización estructural se realizó determinando la estructura cristalina de los polvos mediante difracción de rayos x (DRX) en un Difractómetro Bruker, D8 Advance, por medio de la técnica de polvos, desde un ángulo  $2\theta$  de  $20^\circ$  a  $120^\circ$ , con incremento de 0.020, con tiempo de 0.6 segundos. La caracterización de los polvos metálicos en cuanto a morfología y distribución de partícula, se realizó haciendo uso de un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) JEOL JSM-6400. Y en cuanto al análisis de tamaño de partícula, se realizó mediante la técnica de dispersión de luz en el equipo Coulter LS100Q con el módulo para polvo seco, el cual tiene un rango de trabajo desde 0.375 hasta 948.3  $\mu\text{m}$ .

### ***3.1.2. Propiedades magnéticas de los polvos elementales***

Se obtuvieron propiedades magnéticas de los polvos elementales como lo son la susceptibilidad magnética, coercitividad (fuerza coercitiva), saturación magnética o magnetización, permeabilidad magnética a partir de estudios de magnetización remanente isotérmica (IRM) y mediciones de susceptibilidad magnética por corriente alterna.

#### ***3.1.2.1. Magnetización remanente isotérmica (IRM) y susceptibilidad magnética***

Las propiedades magnéticas de los polvos metálicos se analizaron a partir de curvas de magnetización remanente isotérmica (IRM), curvas de coercitividad y curvas de histéresis a través de una balanza de translación de campo variable (por sus siglas en inglés VFTB), de la marca Bruker, tipo B-E15f, la cual es un instrumento sensible y versátil para la medición de las propiedades magnéticas de los materiales, debido a su alta sensibilidad desde temperatura ambiente hasta los  $700^\circ\text{C}$ , y trabajar a campos de hasta 1 tesla (10000 Oe). Las muestras fueron introducidas en un porta muestras cilíndrico de cuarzo de 4 mm de diámetro, con un pesaje de aproximadamente 20 mg; realizando el análisis desde 0 Oe hasta 7000 Oe como campo magnético, a una frecuencia de 3.9 Hz, a  $20^\circ\text{C}$ .

La susceptibilidad magnética fue medida en un analizador de susceptibilidad magnética dependiente de la frecuencia a corriente alterna, de modelo XacQuan de la empresa MagOu Co.; dicho equipo permite obtener el comportamiento real e imaginario de la susceptibilidad magnética de una muestra deseada al ser expuesta a un campo magnético externo, alineando la dirección de

los dipolos magnéticos con respecto al campo, si el campo es un campo magnético de corriente alterna (CA) con baja frecuencia de CA (generalmente más baja que la frecuencia de microondas), el dipolo magnético oscila con este campo magnético, siendo este el origen físico de la susceptibilidad magnética de CA de una muestra o sustancia magnética. La frecuencia de oscilación del dipolo magnético es la misma que la del campo magnético de CA externo, pero se registra la diferencia de fase entre el dipolo magnético y el campo magnético de CA externo. La susceptibilidad magnética CA de una sustancia magnética varía con la frecuencia de campos magnéticos externos. Su rango de frecuencia ajustable es de 10 Hz a 25 kHz. Las muestras fueron montadas en un porta muestras de cuarzo con diámetro de 5 mm, analizadas desde frecuencias de 11 Hz a 20kHz, con un campo de 100 mG (Gauss), obteniendo la susceptibilidad magnética por unidad de masa  $\chi_p$ .

## 3.2. Mezclado mecánico de los polvos metálicos

### 3.2.1. Pesaje de los materiales

Posterior a la caracterización de los materiales base, se realizó el pesaje de acuerdo a la composición deseada la cual corresponde al sistema con el mejor comportamiento magnético de un trabajo anterior realizado dentro del mismo grupo de trabajo, el cual se muestra en la tabla 3.1 [8], sin tomar en cuenta el material polimérico para el desarrollo del material compuesto, el cual corresponde aproximadamente a un 6% y 32.3% en peso y volumen, respectivamente; el pesaje de los materiales se realizó en una balanza de precisión (0.1 mg), modelo HR-200, de la marca AND,

**Tabla 3.1.** Composición en porcentaje en peso de los polvos metálicos para el mezclado mecánico.

Componentes	Fe	Ni	Co
% en Peso	45.05	45.12	9.83

### 3.2.2. Molienda mecánica

El mezclado mecánico se llevó a cabo en un molino de bolas planetario de baja energía PM100, de la marca Retsch, cuyos parámetros fijos son: la velocidad de rotación del vial de 100 rpm, en un vial de acero inoxidable con volumen de 500 ml, una relación en peso bola/partícula 10:1, y los medios de molienda utilizados fueron bolas de acero inoxidable de 10 mm. La condición variable

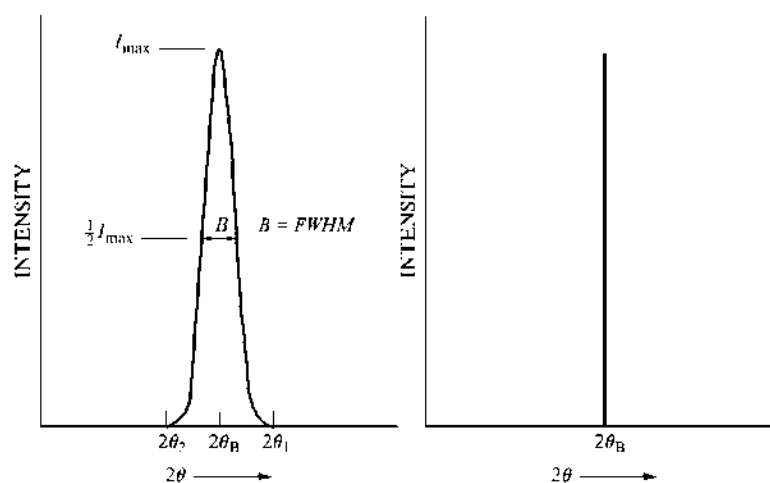
es el tiempo de molienda, desde 2 a 10 horas de molienda con un intervalo de 2 horas, esto con respecto a la revisión para propiciar el aumento de la saturación magnética de las partículas metálicas. La asignación de muestras se presenta en la tabla 3.2. El mezclado mecánico se realizó en seco, sin agentes de control de atmósfera que eviten la oxidación de los polvos.

**Tabla 3.2.** Asignación de muestras de molienda mecánica.

Tiempo de molienda (h)	0	2	4	6	8	10
Asignación	M0	M2	M4	M6	M8	M10

### 3.2.3. Caracterización estructural de polvos metálicos post-molienda

Se realizó la determinación de la estructura cristalina de la mezcla de polvos antes y después del mezclado mecánico mediante difracción de rayos x (DRX), con los mismos parámetros que fueron utilizados para los elementos puros, para identificar cambios estructurales o aleados por la molienda. Del análisis de difracción se realizó un estudio de tensión en la red cristalina, obteniendo datos de FWHM (ancho completo a la altura media por sus siglas en inglés de “full-width at half maximum”) utilizando el software EVA, como se observa en la figura 3.2, y en base al pico que engloba el comportamiento de los tres elementos en la mezcla, cuyos índices de Miller son (111) en el caso del cobalto-níquel y (110) en el caso del hierro, que corresponden aproximadamente al mismo ángulo.



**Figura 3.2.** Ancho completo de la altura media (FWHM) [46].

#### ***3.2.4. Caracterización mediante microscopía electrónica de barrido post-molienda***

El tamaño de partícula de la mezcla de los polvos metálicos después de la molienda se realizó como anteriormente mediante dispersión de luz en el Coulter LS100Q; la caracterización en cuanto a morfología, se realizó mediante microscopía electrónica de barrido, como en el caso de los elementos base, adicionando mapeo químico para observar la distribución de partículas y la oxidación que se pudiera presentar el sistema.

#### ***3.2.5. Termogravimetría***

Al no utilizar agentes de control de atmósfera o molienda en húmedo, para evitar la oxidación de las partículas, se realizó un análisis de termogravimetría (TGA) para saber la temperatura a la cual el sistema comienza a oxidarse y cuál es el elemento que inicia su reacción. Este procedimiento se realizó en una balanza termogravimétrica de la marca Setaram, modelo Setsys Evolution 16/18, con una precisión de 0.003 mg, utilizando 50 mg de muestra en una atmósfera de aire seco (rica en oxígeno) desde una temperatura de 25° a 700° C, para posteriormente caracterizar la muestra mediante DRX y MEB.

#### ***3.2.6. Propiedades magnéticas***

Las magnetización, coercitividad, remanencia y permeabilidad magnética fueron obtenidas a partir de una balanza de traslación de campo variable (VFTB) bajo los mismos parámetros utilizados en los polvos elementales y la susceptibilidad magnética se adquirió a partir de un analizador de susceptibilidad magnética dependiente de la frecuencia a corriente alterna tomando en cuenta los parámetros utilizados en la caracterización de los materiales de partida.

### **3.3. Fabricación del material compuesto**

#### ***3.3.1. Mezclado del material polimérico con los polvos metálicos.***

Para el material compuesto se tomó en cuenta una composición en volumen base como constante de acuerdo al trabajo anterior [8], mostrado en la tabla 3.3, para evaluar el efecto del mezclado mecánico y la presión de compactación sobre el material compuesto. El mezclado se realizó a partir de los polvos previamente mezclados mediante mezclado mecánico con la matriz de resina epóxica, adicionando 2 ml de acetona, mediante el uso de lápiz ultrasónico con una frecuencia de 20 kHz,

durante 5 minutos [8], para asegurar la homogeneidad de fases en el material; dicha resina fue obtenida de la mezcla de 63.2% en peso de bisfenol A (LM 555), y 36.8% en peso de endurecedor epiclorhidrina (EPO 50). Por otro lado, de acuerdo con los trabajos anteriores [10,11], se encontró que dejar reposar la mezcla por 2 horas es suficiente para permitir la evaporación de la acetona, para comprobar esto, se volvió a pesar el material mezclado en la balanza de alta precisión.

**Tabla 3.3.** Composición en fracción volumen de los componentes del material compuesto.

<b>Componentes</b>	<b>Fe</b>	<b>Ni</b>	<b>Co</b>	<b>Resina Epóxica</b>
<b>% en Volumen</b>	32.6	28.7	6.4	32.3

### 3.3.2. Prensado del material compuesto.

Se obtuvieron compuestos a distintas cargas de compactación, al introducir la mezcla en una prensa hidráulica uniaxial Truper con capacidad máxima de 20 toneladas, utilizando un dado previamente fabricado para obtener piezas con geometría en forma de paralelepípedos de 4 x 4 x 20 mm. El dado fue lubricado en las paredes con vaselina para reducir la fricción y así evitar que el material se adhiera a estas. Se usaron 5 cargas de compactación (2, 3, 5, 7 y 9 Ton), permitiendo 5 minutos la carga para asegurar la uniformidad en las superficies de contacto, posteriormente se realizó el proceso de curado del material, el cual consiste en dejar reposar el material compuesto por 9 horas para que el mismo alcance las resistencias finales. La asignación de muestras se presenta en la tabla 3.4.

**Tabla 3.4.** Asignación de muestras de los materiales compuestos.

<b>CONDICIONES</b>							
<b>Presión (Mpa)</b>	<b>Carga (Ton)</b>	<b>Tiempo de molienda (h)</b>					
		0	2	4	6	8	10
207.96	2	M0 2T	M2 2T	M4 2T	M6 2T	M8 2T	M10 2T
311.94	3	M0 3T	M2 3T	M4 3T	M6 3T	M8 3T	M10 3T
519.91	5	M0 5T	M2 5T	M4 5T	M6 5T	M8 5T	M10 5T
727.87	7	M0 7T	M2 7T	M4 7T	M6 7T	M8 7T	M10 7T
935.83	9	M0 9T	M2 9T	M4 9T	M6 9T	M8 9T	M10 9T

### ***3.3.3. Caracterización estructural de los materiales compuestos magnéticos blandos***

La caracterización estructural del material compuesto se realizó con los mismos parámetros utilizados en la sección 3.1.2, pero en este caso el análisis se realizó solo de 40 a 50 grados  $2\theta$ , para procesar los datos mediante el software EVA y obtener los datos del ancho completo de la altura media por sus siglas en inglés de “*full-width at half maximum*” (FWHM) con el fin de evaluar la deformación resultante de la compactación en las partículas y relacionarlo con sus propiedades

### ***3.3.4. Caracterización mediante microscopía electrónica del material compuesto***

La caracterización metalográfica de los compuestos obtenidos se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), dicha caracterización se realizó con las muestras en verde, por la dificultad que presenta la preparación por la matriz polimérica del compuesto. Se realizó mapeo químico a las muestras para observar la distribución del polímero a través del material e identificar los cambios en la morfología de las partículas para relacionarlo con sus propiedades magnéticas, eléctricas y mecánicas.

### ***3.3.5. Propiedades magnéticas del material compuesto***

Mediante el uso de la balanza de traslación de campo variable (VFTB) y el analizador de susceptibilidad magnética dependiente de la frecuencia a corriente alterna, se obtuvieron resultados de susceptibilidad, magnetización, coercitividad, permeabilidad y curvas de histéresis magnética de los materiales compuestos desarrollados previamente.

#### ***3.3.5.1. Permeabilidad magnética mediante impedancias***

La cuantificación de la permeabilidad magnética también fue medida como método complementario mediante un analizador de impedancia de precisión RCL-meter, Solartron SI 1260, con capacidad de medir inductancia, resistencia y capacitancia. Se realizó mediante corriente alterna (CA), desde 1 Hz hasta 1 MHz. Las probetas fueron preparadas aplicando una capa de pintura de plata en ambas caras, con una previa revisión en conductividad para evitar corto circuito en el equipo. Obteniendo curvas de impedancia real e imaginaria; cuyo análisis fue realizado haciendo uso de las ecuaciones mostradas en el apartado 2.1.7, adicionando la siguiente ecuación obtenidas del manual del equipo para despejar a partir de la capacitancia, mostrada a continuación:

$$C = \frac{eA}{d} \quad (27)$$

Donde  $C$  es la capacitancia obtenida del equipo,  $e$  es la permitividad eléctrica,  $A$  es el área en contacto con el electrodo, y  $d$  es la altura o grosor de la muestra o material dieléctrico.

### 3.3.5.1.1. Isotropía ferromagnética

Se realizó el estudio de anisotropía de los materiales compuestos mediante un análisis de anisotropía de remanencia magnética (ARM) en un magnetómetro de rotación de doble velocidad (dual speed spinner magnetometer) JR-6, de la marca AGICO de alta sensibilidad, el cual es una variabilidad direccional de la capacidad para adquirir una magnetización remanente (por ejemplo, antihisterética, isotérmica). El procedimiento de medición consiste en la adquisición direccional de la remanencia magnética realizada posteriormente siguiendo un esquema de direcciones, montando la muestra en una dirección preferencial con respecto a 4 diferentes direcciones del porta muestras (ver figura 3.3), por cada dirección de magnetización de la muestra.



**Figura 3.3.** Porta muestras para la adquisición ARM.

El análisis se realiza a partir de la selección de direcciones que contempla el procedimiento (ver tabla 3.5), ya que para aplicaciones en rocas puede tratarse de un estudio más detallado con direcciones de magnetización complejas, en el caso de la aplicación que se le asignó para el material compuesto, se realizó utilizando el modo C, que contempla los ejes  $+x$ ,  $-x$ ,  $+y$ ,  $-y$ ,  $+z$  y  $-z$  con direcciones en grados de  $0/0$ ,  $180/0$ ,  $90/0$ ,  $270/0$ ,  $0/90$  y  $0/-90$  respectivamente, realizando 20 mediciones por muestra respectivamente, para obtener los datos suficientes para realizar el tensor de anisotropía. Para magnetizar las muestras se utilizó un magnetizador anhisterético y de pulso PAM1 de la marca AGICO, con un campo aplicable de hasta 20 mT, haciendo una curva de

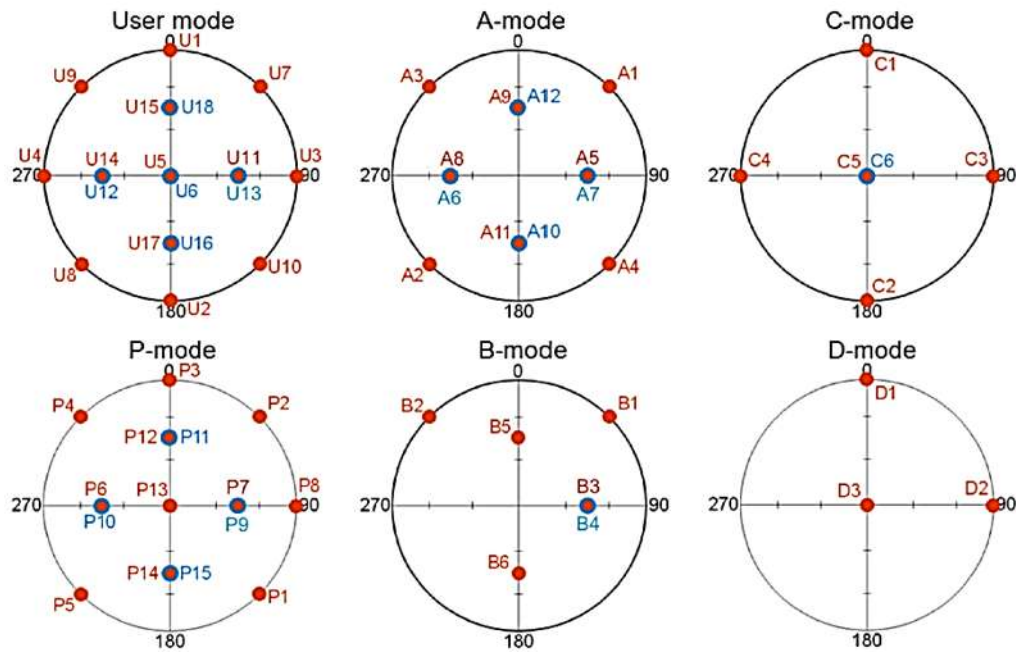
calibración previa, magnetizando desde 1 mT hasta el máximo permitido por el equipo para identificar el punto de saturación, al observar que el material no saturó, se tomó como campo general para el estudio 20 mT. La demagnetización de muestras se realizó mediante un demagnetizador de laboratorio de campo alterno LDA5 de la marca AGICO. El procedimiento se realiza demagnetizando la muestra a 30 mT, para suprimir en su totalidad la magnetización remanente después de la magnetización en cada dirección analizada.

**Tabla 3.5.** Direcciones disponibles para el análisis ARM.

User mode	Principal axes	A-mode	B-mode	C-mode	D-mode	P-mode	Direction
U1	+x-axis			C1	D1	P3	0/0
U2	-x-axis			C2			180/0
U3	+y-axis			C3	D2	P8	90/0
U4	-y-axis			C4			270/0
U5	+z-axis			C5	D3	P13	0/90
U6	-z-axis			C6			0/-90
U7		A1	B1			P2	45/0
U8		A2				P5	225/0
U9		A3	B2			P4	315/0
U10		A4				P1	135/0
U11		A5	B3			P7	90/45
U12		A6				P10	270/-45
U13		A7	B4			P9	90/-45
U14		A8				P6	270/45
U15		A9	B5			P12	0/45
U16		A10				P15	180/-45
U17		A11	B6			P14	180/45
U18		A12				P11	0/-45

El tensor AMR se calcula a partir de un conjunto de componentes de magnetizaciones remanentes direccionales (ver figura 3.4), el cual consiste en proyecciones esféricas de varios conjuntos de direcciones de magnetización, puntos rojos - hemisferio inferior, puntos azules - hemisferio superior. La magnetización remanente (ARM) se adquiere cuando un espécimen se somete a un campo de CA que disminuye gradualmente su amplitud simultáneamente con un campo de corriente continua CC (también denominado campo de polarización). La acción combinada de los campos de CA y CC es mucho más eficiente para producir una remanencia que la aplicación de un solo campo de CC. En pocas palabras, la amplitud del campo de CA controla qué partículas, en función de su coercitividad, están involucradas en el proceso de magnetización, mientras que la intensidad del campo de CC controla la cantidad de magnetización de las partículas en cuestión. Normalmente, el campo DC se mantiene durante todo el curso de la disminución del campo AC.

En un caso especial, un campo de DC se aplica solo por un tiempo limitado dentro de una ventana de coercitividad de AC ( $AC_{max}$  a  $AC_{min}$ ), para adquirir un ARM parcial (pARM). La magnetización remanente isotérmica (IRM) se entiende generalmente como una remanencia que resulta de la aplicación de un campo de CC a un ensamblaje de partículas magnéticas.



**Figura 3.4.** Configuración de tensores de anisotropía magnética.

### 3.3.6. Propiedades eléctricas del material compuesto

La resistividad eléctrica (Ohm·cm) se obtiene usando la ecuación:

$$\rho = \frac{RA}{l} \quad (28)$$

Donde  $R$  es la resistencia en Ohm,  $A$  es el área transversal de la probeta y  $l$  es el espesor de la muestra en cuestión. Utilizando los datos de impedancia  $Z$  en ohms como la resistencia, a partir de los datos obtenidos mediante en el analizador de impedancia de precisión RCL-meter, Solartron SI 1260, tomando como frecuencia constante 10 Hz. Y conociendo la resistividad base de la resina epóxica de  $10^{14}$  Ohm·m.

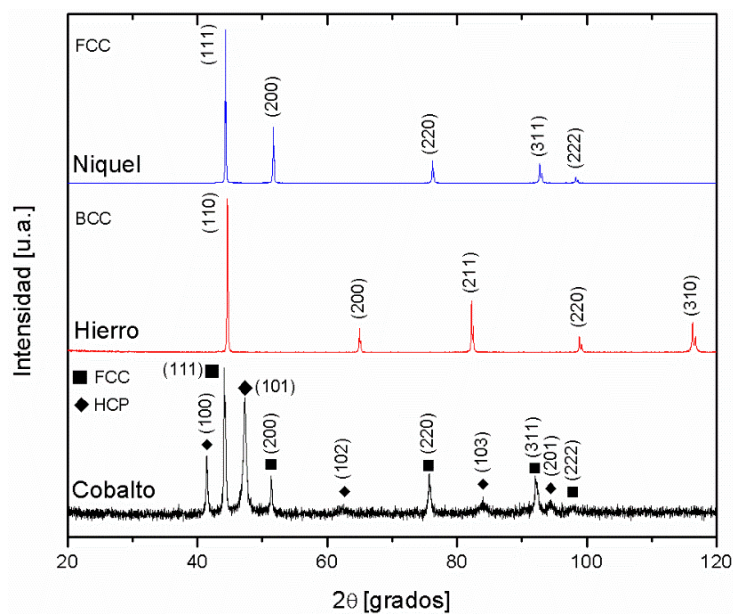
## CAPÍTULO 4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En el presente capítulo se analizan y discuten los resultados obtenidos del presente trabajo de investigación. En primera instancia se analiza la caracterización estructural y magnética de los polvos metálicos elementales, obteniendo el antecedente de dichos materiales, para analizar y discutir el cambio que se presenta tras el proceso de molienda mecánica y la preparación de los materiales compuestos después del prensado. Posterior a dicho análisis se comparan los materiales obtenidos con materiales concentradores de energía magnética utilizados en la industria.

### 4.1. Selección y caracterización de materiales primarios

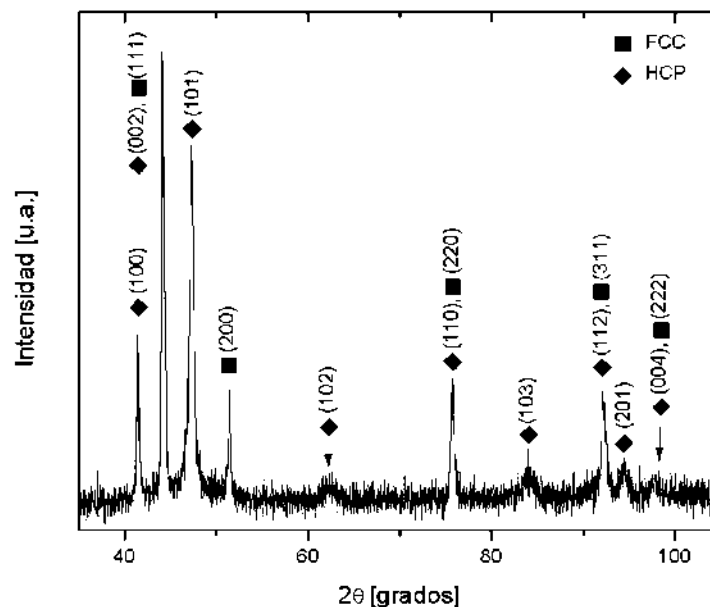
#### 4.1.1. Caracterización estructural de los materiales primarios

Se obtuvieron los patrones de difracción de los polvos metálicos elementales, a partir de su caracterización estructural mediante DRX. Los difractogramas se usaron como referencias para la molienda mecánica e identificar cambios estructurales en caso de producirse alguno. Se indexaron los índices de Miller de los planos cristalinos de cada uno de los polvos elementales, en el caso del hierro y níquel se identificó su estructura cristalina BCC y FCC respectivamente, como se observa en la figura 4.1.



**Figura 4.1.** Patrón de difracción de polvos metálicos de hierro, níquel y cobalto.

El caso del cobalto (ver figura 4.2), se indexó con respecto a dos de sus formas alotrópicas FCC y HCP, esto tiene que ver con el proceso mediante el cual fue obtenido el polvo antes de su comercialización. Las tarjetas utilizadas para la indexación de los tres elementos puros Fe, Ni y Co son 00-006-0696, 04-010-6148 y 00-001-1254, respectivamente. Resaltando de lo anterior, el pico correspondiente entre  $43^\circ$  y  $45^\circ$  se observa en los tres tipos de materiales, el cual representará información importante de la mezcla al hacerle análisis justo en esa sección. Dicho pico corresponde a los índices de Miller (111) en el caso del níquel y cobalto, en los ángulos  $2\theta$ ,  $44.435^\circ$  y  $44.37^\circ$ , respectivamente. Por otra parte, en el caso del hierro es el índice (110), el cual corresponde al ángulo  $44.693^\circ$ .

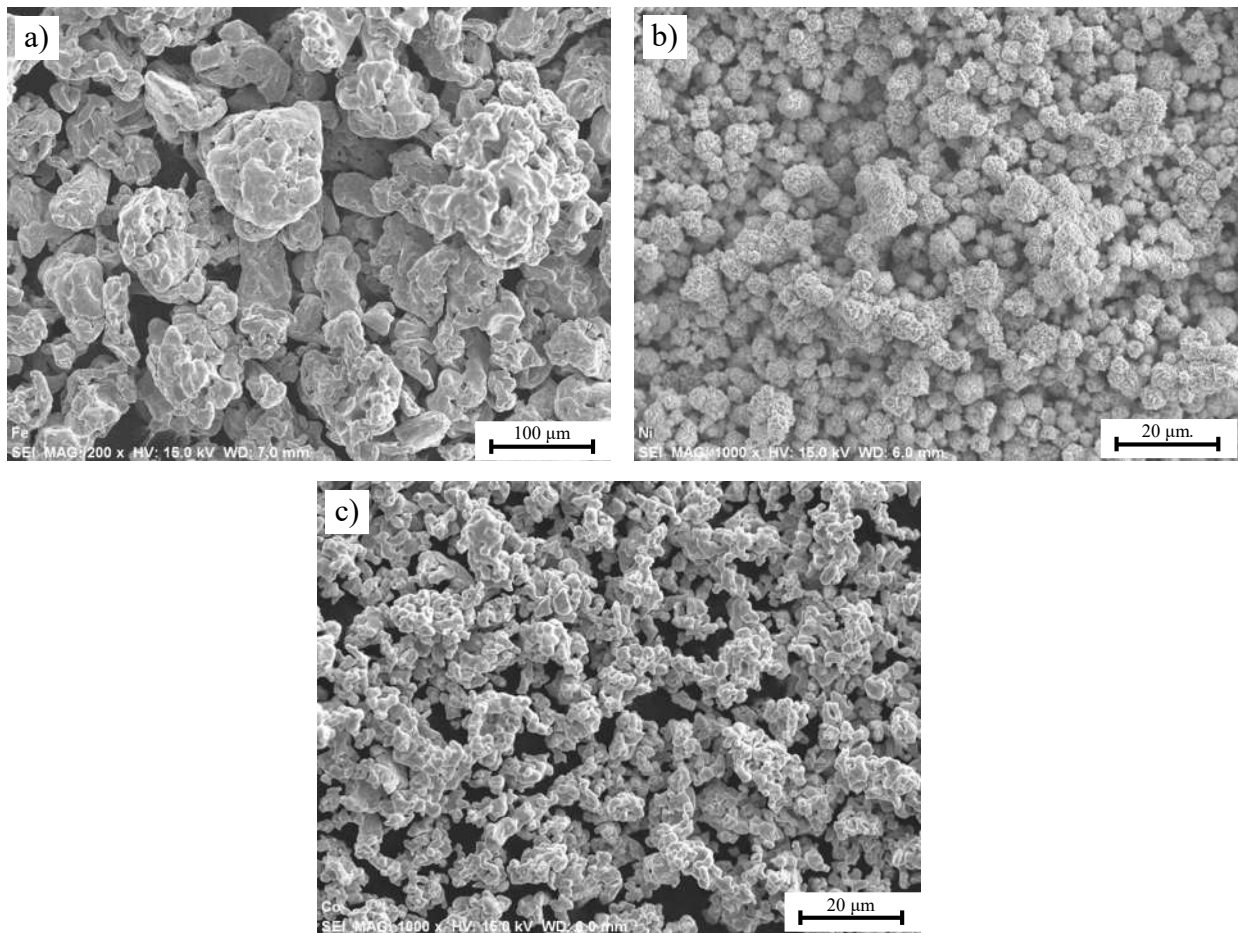


**Figura 4.2.** Patrón de difracción de polvos metálicos de cobalto.

#### **4.1.2. Caracterización mediante microscopía electrónica de barrido y tamaño de partícula**

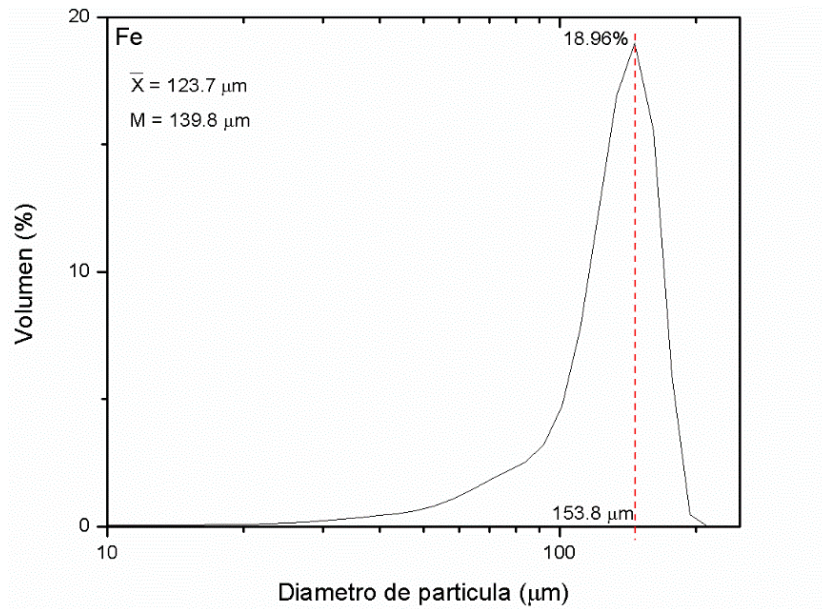
La caracterización morfológica de los polvos metálicos muestra formas homogéneas para cada caso, como se observa en la figura 4.3. Se aprecia que en el caso de hierro, el tamaño de partícula está en un rango desde las 110 hasta las 150  $\mu\text{m}$  aproximadamente observadas a 200 aumentos. En el caso del níquel a 1000 aumentos, el tamaño de partícula se observa por debajo de las 15  $\mu\text{m}$  con formas más esféricas en comparación con el hierro. Por otro lado, el cobalto observado a 1000 aumentos presenta un tamaño de partícula muy similar al níquel, pero es difícil identificar cada

partícula con respecto de otra, tomando estos valores como aproximación con respecto a las acotaciones del equipo.



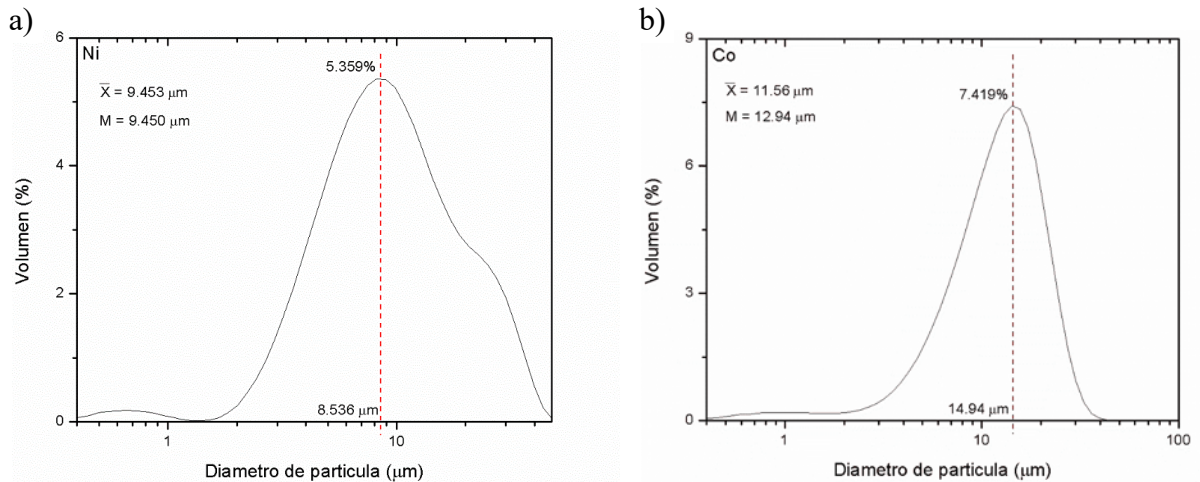
**Figura 4.3.** Micrografías mediante MEB de los polvos metálicos; a) hierro a 200x; b) níquel a 1000x; c) cobalto a 1000x.

De manera más precisa, el tamaño de partícula fue medido mediante dispersión de luz, para cada tipo de polvo individualmente, obteniendo curvas de distribución en porcentaje en volumen y datos estadísticos de cada uno de los materiales. En el caso del hierro su distribución por tamaño en volumen se encuentra en el rango de las 115 y 173.3  $\mu\text{m}$  y un tamaño promedio de 123.7  $\mu\text{m}$  y una mediana de 139.8  $\mu\text{m}$  (ver figura 4.4).



**Figura 4.4.** Curva de distribución de tamaño de partícula del hierro.

Para el níquel la distribución de tamaño se encuentra entre las 5.96 y 24.93  $\mu\text{m}$ , el tamaño promedio es de 9.453  $\mu\text{m}$  con una mediana de 9.45  $\mu\text{m}$  (figura 4.5a). Por último en el caso del cobalto (figura 4.5b), el rango está entre 8.65 y 22.61  $\mu\text{m}$ , con una mediana de 12.94 y un tamaño de partícula promedio de 11.56  $\mu\text{m}$ .



**Figura 4.5.** Curva de distribución de tamaño de partícula, a) níquel y b) cobalto.

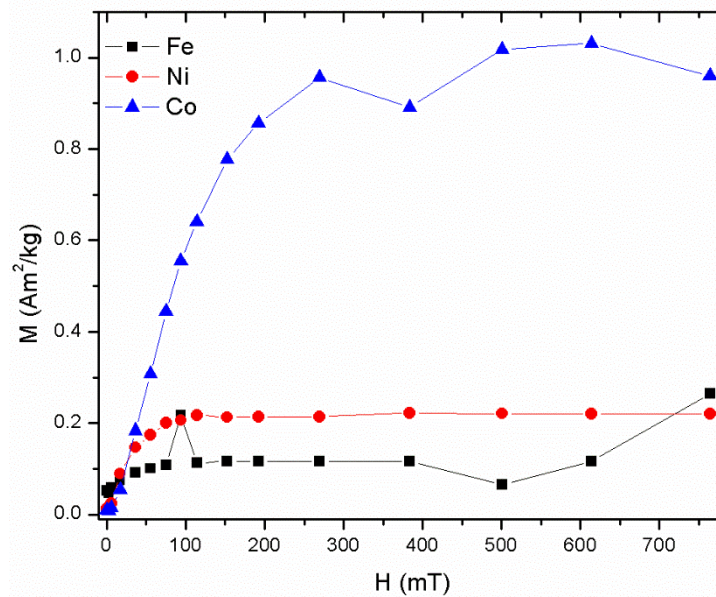
Por lo tanto, como valores de referencia antes de la molienda mecánica se realizó una aproximación de tamaño de partícula de los polvos metálicos de hierro, níquel y cobalto, tomándolos como 130,

10 y 12  $\mu\text{m}$ , respectivamente, en base a los resultados de dispersión de luz y de microscopía electrónica de barrido.

#### 4.1.3. Propiedades magnéticas de los polvos elementales

##### 4.1.3.1. Magnetización remanente isotérmica (IRM) y susceptibilidad magnética

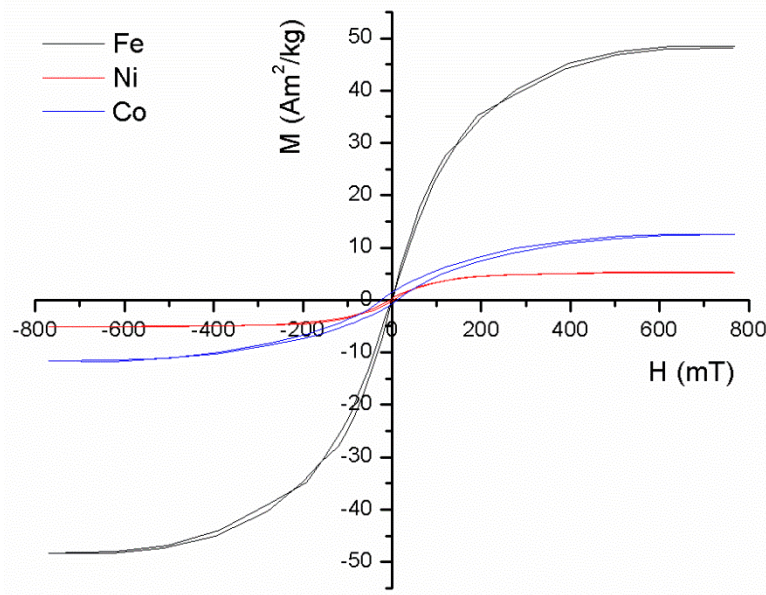
Se realizó la caracterización magnética mediante mediciones de magnetización remanente isotérmica (IRM), dicho estudio se utiliza para obtener a alta sensibilidad la magnetización remanente o remanencia de los polvos elementales. Se muestran en la figura 4.6, que en el caso del cobalto presenta una remanencia superior a la del hierro y el níquel de  $0.97 \text{ Am}^2/\text{kg}$ , esto debido a su pureza la cual es de 99.99%. A diferencia de los otros elementos cuya pureza es de 97% en el caso del hierro y su remanencia de  $0.11 \text{ Am}^2/\text{kg}$ . Para el níquel con pureza de 99.9%, la remanencia corresponde a  $0.22 \text{ Am}^2/\text{kg}$ . Dichos cambios con respecto a la pureza han sido reportados anteriormente, en este caso y otras propiedades [2]. La desviación de la curva en el caso del cobalto a aproximadamente 400 mT se presenta dado que el equipo registra las vibraciones de la muestra, ya que las partículas tienden a orientarse y moverse en dirección del campo magnético. Dicho comportamiento también es registrado para el hierro, en dirección opuesta, ya que se registran también comportamientos paramagnéticos durante el proceso.



**Figura 4.6.** Magnetización remanente isotérmica de los polvos elementales Fe, Ni y Co.

Mediante el mismo análisis se obtuvieron las curvas de histéresis de los polvos elementales, de donde se obtienen las propiedades de saturación máxima o remanencia, la coercitividad y la permeabilidad magnética de cada muestra. El tratamiento de datos de histéresis para eliminar las contribuciones para/diamagnéticas se encuentra en el anexo A. El análisis de las propiedades que se obtienen de la curva de histéresis, se realizó para observar la contribución que tiene cada uno de los elementos en la mezcla previo a su molienda.

En la figura 4.7 se observa cómo la magnetización es mayor para el hierro siendo de 48.483, seguida por el cobalto de 12.599 y el níquel de 5.175 en valores de  $\text{Am}^2/\text{kg}$ . Esta diferencia es debido al tamaño de partícula ya que esta propiedad depende de la sumatoria de los dominios magnéticos en cada partícula en la dirección del campo magnético. Por otro lado, a pesar de poseer casi el mismo tamaño de partícula el cobalto y el níquel, el cobalto tiene magnetización mayor por la pureza de los polvos utilizados. El ancho del ciclo de histéresis representa la remanencia del material, la cual es de 1.51, 4.07 y 19.22 mT, para el hierro, níquel y cobalto respectivamente. Esta propiedad y la diferencia en los tres materiales se atribuye a dos factores, el tamaño de dominio magnético, la morfología y cristalinidad de las partículas. Para el caso del hierro los dominios son más grandes por el tamaño de partícula existiendo menos límites de dominio por partícula y en el caso del cobalto por su morfología la cantidad de límites de dominio (obstáculos) es mayor, haciendo más difícil el movimiento de dominios durante la magnetización.



**Figura 4.7.** Curvas de histéresis de los polvos elementales Fe, Ni y Co.

Las propiedades magnéticas antes mencionadas de cada elemento se presentan en la tabla 4.1, aunque lo que respecta a la permeabilidad ( $\mu$ ), esta se obtuvo a partir de la pendiente de la magnetización inicial, dichas propiedades representan un punto de partida para realizar la estimación de las propiedades de la mezcla, mediante la regla de las mezclas y revisar su aproximación. En el caso del trabajo anterior de J.A. Verduzco y col. [8], las propiedades de los polvos elementales son mayores, esto debido al tipo de equipo utilizado y las condiciones para polvos en la balanza de traslación de campo variable (VFTB).

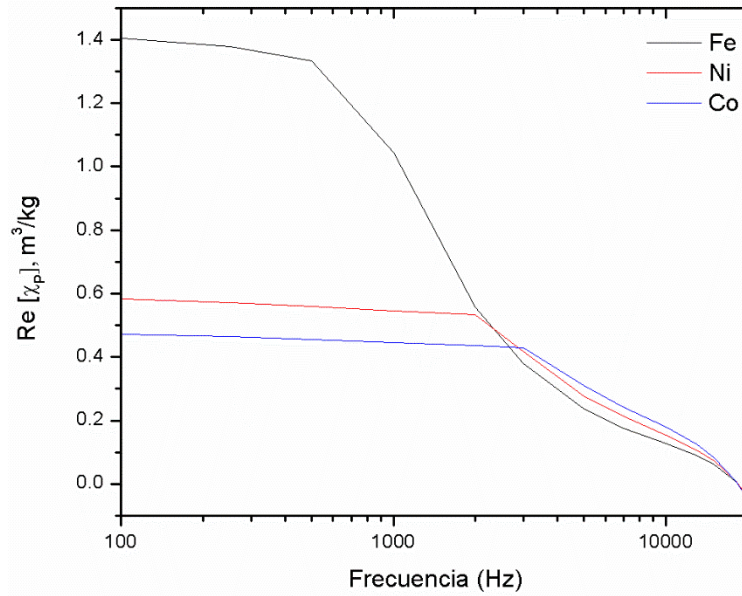
**Tabla 4.1.** Propiedades magnéticas de los polvos elementales.

<b>Elementos</b>	<b>Magnetización (Am<sup>2</sup>/kg)</b>	<b>Remanencia (Am<sup>2</sup>/kg)</b>	<b>Coercitividad (mT)</b>	<b>Permeabilidad (<math>\mu_i</math>)</b>
<b>Fe</b>	48.483	0.11	1.51	0.0221
<b>Ni</b>	5.175	0.22	4.07	0.0050
<b>Co</b>	12.599	0.97	19.22	0.0052

La caracterización de susceptibilidad con respecto a las frecuencias se realizó debido a la aplicación de los materiales compuestos magnéticos blandos como concentradores de energía magnética, en el caso del calentamiento por inducción. Para su respectiva comparación al rango aplicable de trabajo que presentan los compuestos, y la contribución que tiene cada uno de los elementos de la mezcla de polvos.

El analizador de susceptibilidad a corriente alterna registra el comportamiento de susceptibilidad en el rango real (Re) e imaginario (Im), cuya importancia se da en el cambio que presenta en el comportamiento real de las ondas a la frecuencia del campo magnético aplicado.

La parte real representa el rango de trabajo aplicable de los polvos magnéticos por sí solos, de cada elemento en particular (ver figura 4.8), en el caso del hierro su comportamiento lineal se presenta hasta los 500 Hz, disminuyendo gradualmente conforme la frecuencia aumenta. En el caso del níquel el comportamiento lineal se presenta hasta los 2 kHz, y el cobalto comienza a descender a partir de los 3 kHz, para los tres casos la susceptibilidad magnética se representa por unidad de masa como  $\chi_p$ , obtenidas como 1.40, 0.58 y 0.47 respectivamente. De esta propiedad depende su aplicación como materiales magnéticos blandos SMM (soft magnetic materials) y en el material compuesto magnético blando como SMC, ya que es la sensibilidad ante campos magnéticos aplicados a altas o bajas frecuencias dependiendo del dispositivo donde sean utilizados.

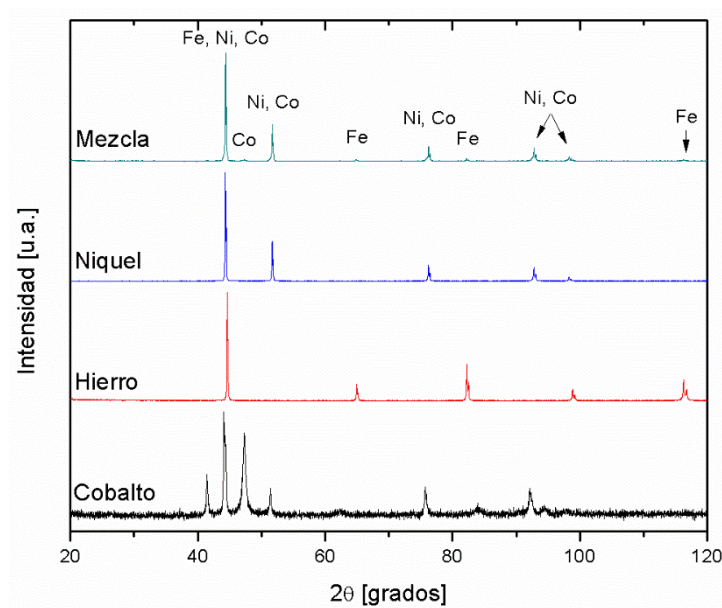


**Figura 4.8.** Susceptibilidad magnética de los polvos elementales con respecto a la frecuencia.

## 4.2. Mezclado mecánico de los polvos metálicos

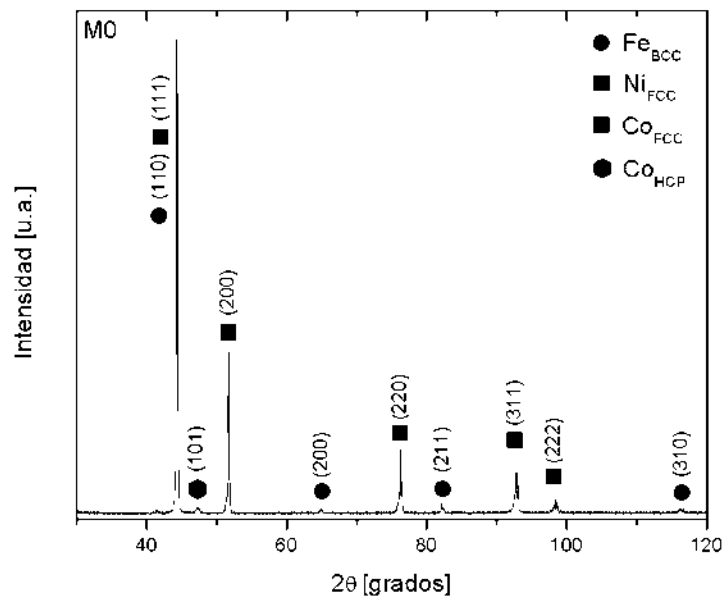
### 4.2.1. Caracterización estructural de polvos metálicos post molienda

Se determinaron los picos de difracción de la mezcla de polvos Fe-Ni-Co (ver figura 4.9), sin molienda, identificando un traslape de los planos más importantes de cada elemento base.



**Figura 4.9.** Patrones de difracción de los polvos elementales y de la mezcla (M0).

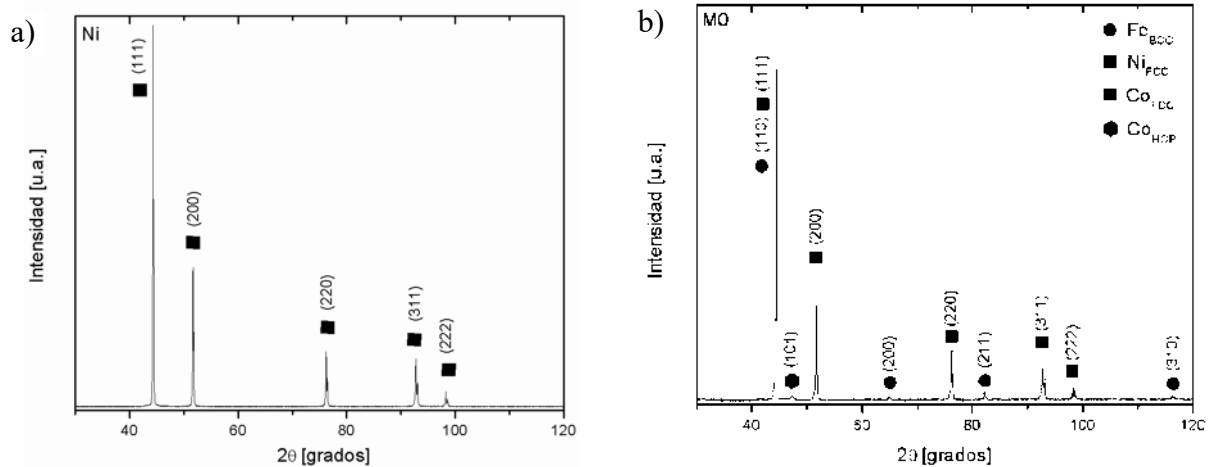
De manera más detallada, se puede observar en la figura 4.10, que los picos correspondientes al Ni y Co, presentan un traslape de los índices de Miller de la estructura cristalina del níquel FCC y de una de las formas alotrópicas del cobalto, en el mismo caso FCC, sin picos individuales de níquel en el patrón de difracción. En el caso del cobalto, como elemento individual solo se aprecia el pico correspondiente a los índices (101) de su estructura HCP. Para el hierro se observan tres picos correspondientes a su estructura BCC cuyos índices corresponden a (200), (211) y (310). En el caso de los tres elementos, éstos se traslapan en el pico correspondiente a los índices (110) para el caso del hierro y (111) en el caso del níquel y cobalto, entre los ángulos  $2\theta$ ,  $43^\circ$  y  $45^\circ$ . Este pico por ende representa de esta manera la mezcla en general, el cual puede ser utilizado para un análisis de tensión en la red, que represente la deformación en las partículas.



**Figura 4.10.** Patrón de difracción de la mezcla (M0).

De forma directa no se aprecia de qué manera el pico de mayor intensidad represente los tres elementos, al compararlo con el patrón de níquel, ya que su relación de aspecto del patrón de mezcla con los picos con índices de Miller (111) y (200) en la escala mostrada en la figura 4.9 son muy similares. Sin embargo, se realizó un análisis a mayor escala donde la relación de aspecto del patrón de difracción de la mezcla M0 y del níquel si se ven afectados, dando como resultado relaciones de aspecto de 2.793 y 2.945, respectivamente. Esto al compararlo con las magnitudes de intensidad, efectivamente se puede observar y concluir que el pico correspondiente a los índices de Miller (111) y (110) representan los 3 elementos traslapados como elementos puros.

Esto se puede observar de mejor manera en la figura 4.11 que compara los patrones de difracción del níquel y de la mezcla de polvos sin molienda M0. Los órdenes de magnitud de intensidad del níquel, cobalto y hierro son  $10^3$ ,  $10^2$  y  $10^1$ , respectivamente.

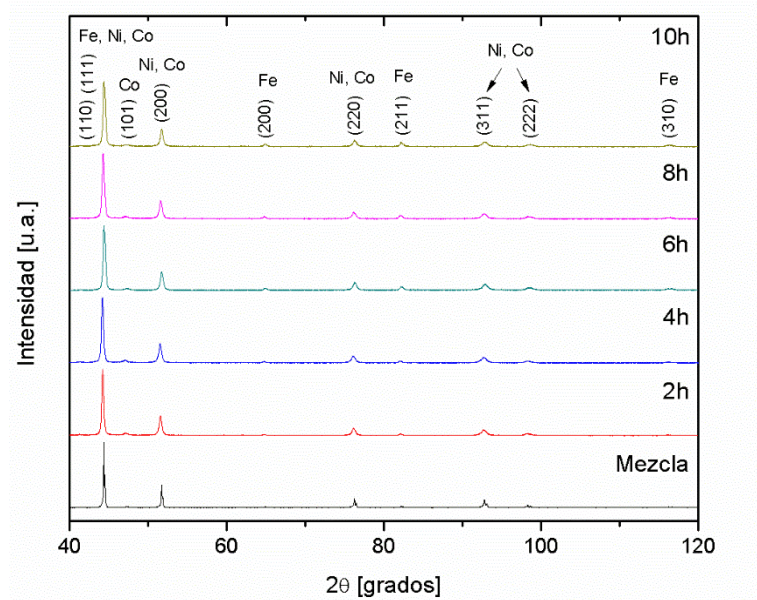


**Figura 4.11.** Patrón de difracción; a) mezcla (M0) y b) níquel.

Es importante mencionar que el análisis se realizó con una escala mayor de imagen, en la cual el pico de mayor intensidad en ambos casos, la mezcla y el níquel, se observaban con mayor definición. Ya que, por debajo de esta escala, el cambio es poco apreciable y se podría decir que el polvo metálico durante el análisis mediante DRX no se encontraba completamente homogéneo. Algo similar a lo que sucede después de molienda, aunque en ese caso, existe un aumento gradual de la relación de aspecto de los picos antes mencionados, lo que representa un aumento en homogeneidad de la mezcla de polvos después de la molienda mecánica.

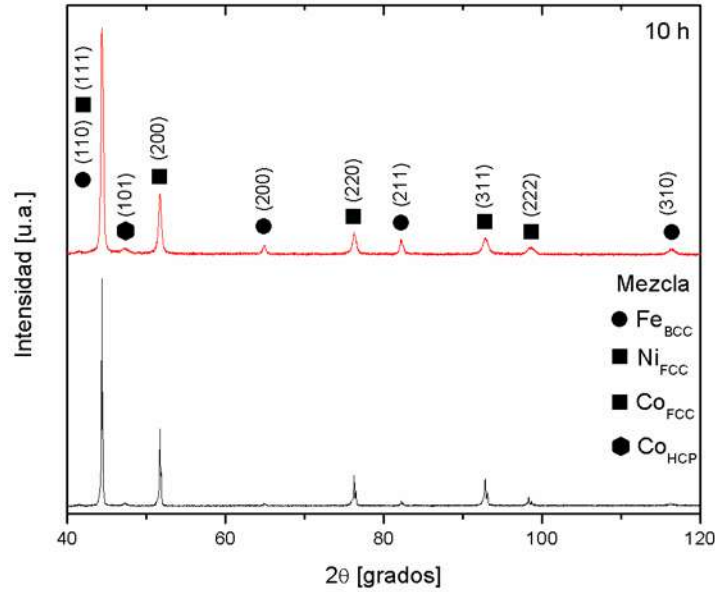
De la mezcla de polvo después del proceso de molienda, se obtuvieron los patrones de difracción para las diferentes condiciones, el cual se muestra en la figura 4.12. Se observa que con el aumento en el tiempo de molienda los picos se desplazan y se ensanchan debido a la deformación obtenida de la molienda mecánica. Esto se aprecia más a detalle comparando los sistemas con las condiciones de los extremos. Por otro lado, no se presentaron fases extra producidas por la molienda mecánica. Esto corroborado por Kh. Gheisari y colaboradores [47], en cuyo trabajo para el caso del níquel y hierro, el aleado se genera a partir de las 24 horas de molienda utilizando alta energía, arriba de las 250 rpm.

Al no utilizar agentes de control de proceso o atmósfera controlada durante el proceso de molienda, se presenta oxidación de las partículas. Lo cual no fue observado en los patrones de difracción, lo que representaría una oxidación menor al 5% en peso durante dicho proceso, por lo cual estas fases de óxidos no se aprecian en este análisis. Dando como resultado una reducción de consumibles en el proceso de obtención de los polvos mediante molienda, y evitando la formación de capas de benceno [48], en el caso del uso de agentes de control.



**Figura 4.12.** Comparativa de los patrones de difracción de los distintos tiempos de molienda.

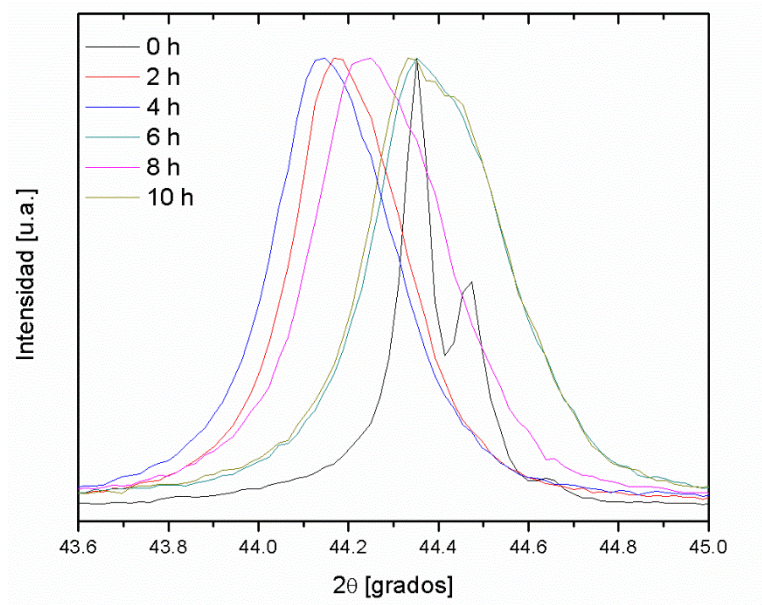
La figura 4.13 representa las condiciones de los extremos de la molienda mecánica, como lo son la mezcla sin molienda y los polvos después de 10 horas de molienda. Se distingue de mejor manera el ensanchamiento de los picos de difracción con respecto al estado inicial y su desplazamiento, así como se distingue de mejor manera como no se generaron fases debidas a la molienda. Esto concuerda con el trabajo de H. Raanaei y colaboradores [38], en el sistema  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20}$ , quienes reportan solución sólida a partir de las 16 h de molienda a 350 rpm. De acuerdo con lo esperado al no registrarse aleado entre los polvos elementales hasta el rango de tiempo de molienda utilizado, el aleado mecánico se descarta como atribución en las propiedades magnéticas analizadas más adelante.



**Figura 4.13.** Comparativa de los patrones de difracción de la mezcla en estado inicial y después de 10 horas de molienda.

Estos cambios poco apreciables son debidos a la diferencia entre molienda mecánica de alta y baja energía, como en el trabajo de A. Grabias y col. [49], donde se relacionan las transformaciones de fase para el sistema utilizado en su caso, cuando se utiliza alta energía o tiempos largos de molienda. Y a baja energía y cortos tiempos, por lo general se obtienen solo mezclas homogéneas de polvos, lo cual refuerzan otros autores como R. Mundiyaniyil y col. [50]. La molienda mecánica de alta energía se considera a partir de las 200 rpm [51].

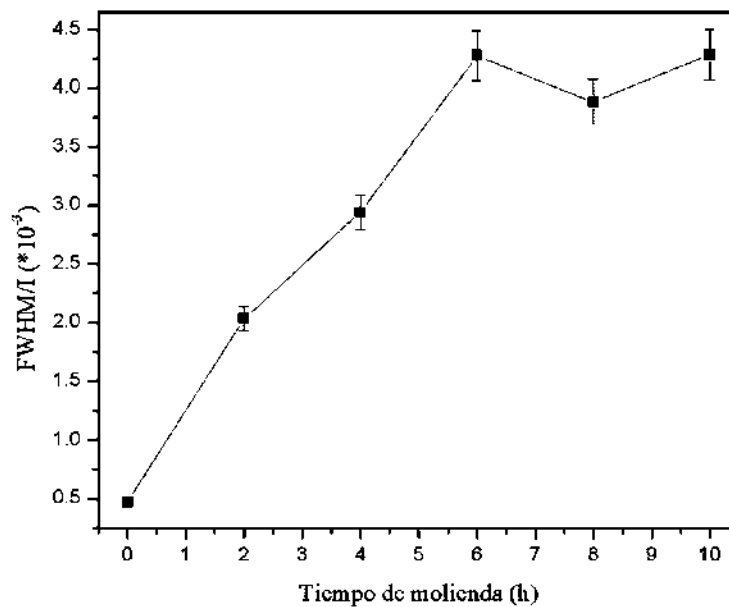
Por otro lado, se tomó en cuenta el pico que corresponde a los tres elementos Fe, Ni y Co, (110) y (111) respectivamente, para identificar el desplazamiento ocasionado por el mezclado mecánico (ver figura 4.14). El desplazamiento y el ensanchamiento representa un aumento en tensiones dentro de la red, teniendo como desplazamiento máximo el que corresponde a 4 horas de mezclado, regresando a su origen a partir de este punto. Manteniendo el ensanchamiento generado por la molienda, lo que puede significar que los polvos liberaron esa tensión o parte de ésta, reduciendo el tamaño de partícula a partir de este punto. Esto es difícilmente apreciable incluso mediante otras técnicas como microscopía electrónica de barrido, pero puede relacionarse con modelos de molienda mecánica, lo cual es discutido más adelante.



**Figura 4.14.** Pico de difracción correspondiente a los índices de Miller (110) y (111) de la mezcla de polvos metálicos desde 0 a 10 horas de molienda.

La visualización de los picos y su desplazamiento representan de manera cualitativa esta deformación, pero no se entiende del todo su comportamiento. Para esto se aplicó un análisis del ancho completo de altura media (FWHM) de este pico en el patrón de difracción para obtener una medición más aproximada del porcentaje de deformación obtenido tras la molienda. Con respecto al trabajo realizado por R. Morales y colaboradores [42], quienes con ayuda de este estudio localizaron puntos clave de acumulación de tensión en la red durante la compactación de su material, utilizando el valor obtenido del FWHM, entre la intensidad máxima  $I$  del pico.

En la figura 4.15, se observa la acumulación de tensión en la red por los esfuerzos de compresión a los que fueron sometidas las partículas durante la molienda, mostrándose un aumento casi lineal desde las condiciones iniciales hasta las 6 horas de molienda. En la zona entre 6 y 10 horas de molienda los cambios de pendiente no representan cambios importantes, ya que las partículas no pueden seguir acumulando deformación, y solo representa como las partículas tienden a fracturar para liberar energía. Dicho cambio se puede correlacionar con los resultados obtenidos mediante MEB mostrados en la sección 4.2.2, que muestran como a partir de las 6 horas de molienda las partículas comienzan a fracturarse, generando un cambio en el tamaño de partícula en el caso del hierro.

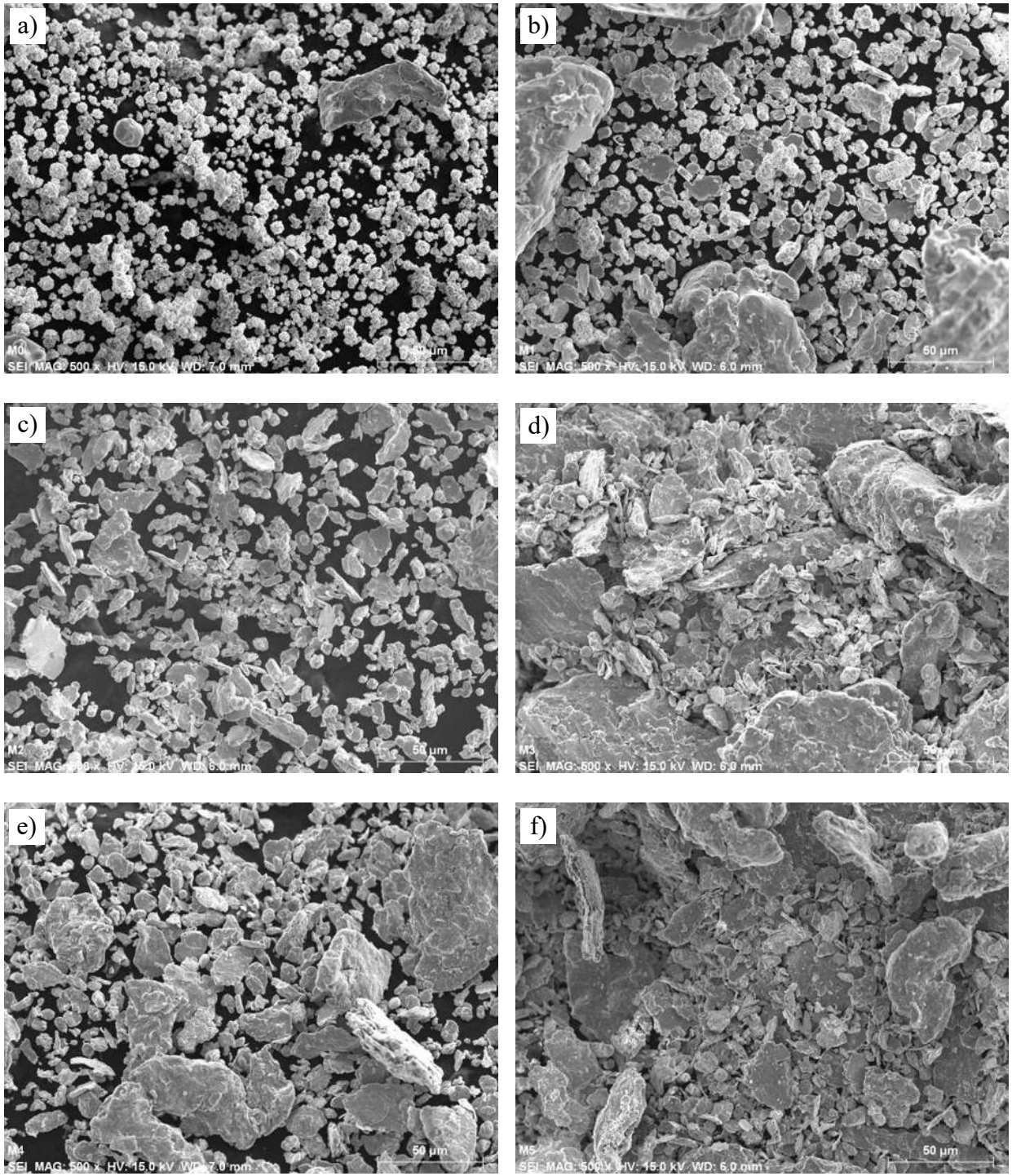


**Figura 4.15.** Mediciones de FWHM/I con respecto al tiempo de molienda.

#### **4.2.2. Caracterización mediante microscopía electrónica y tamaño de partícula**

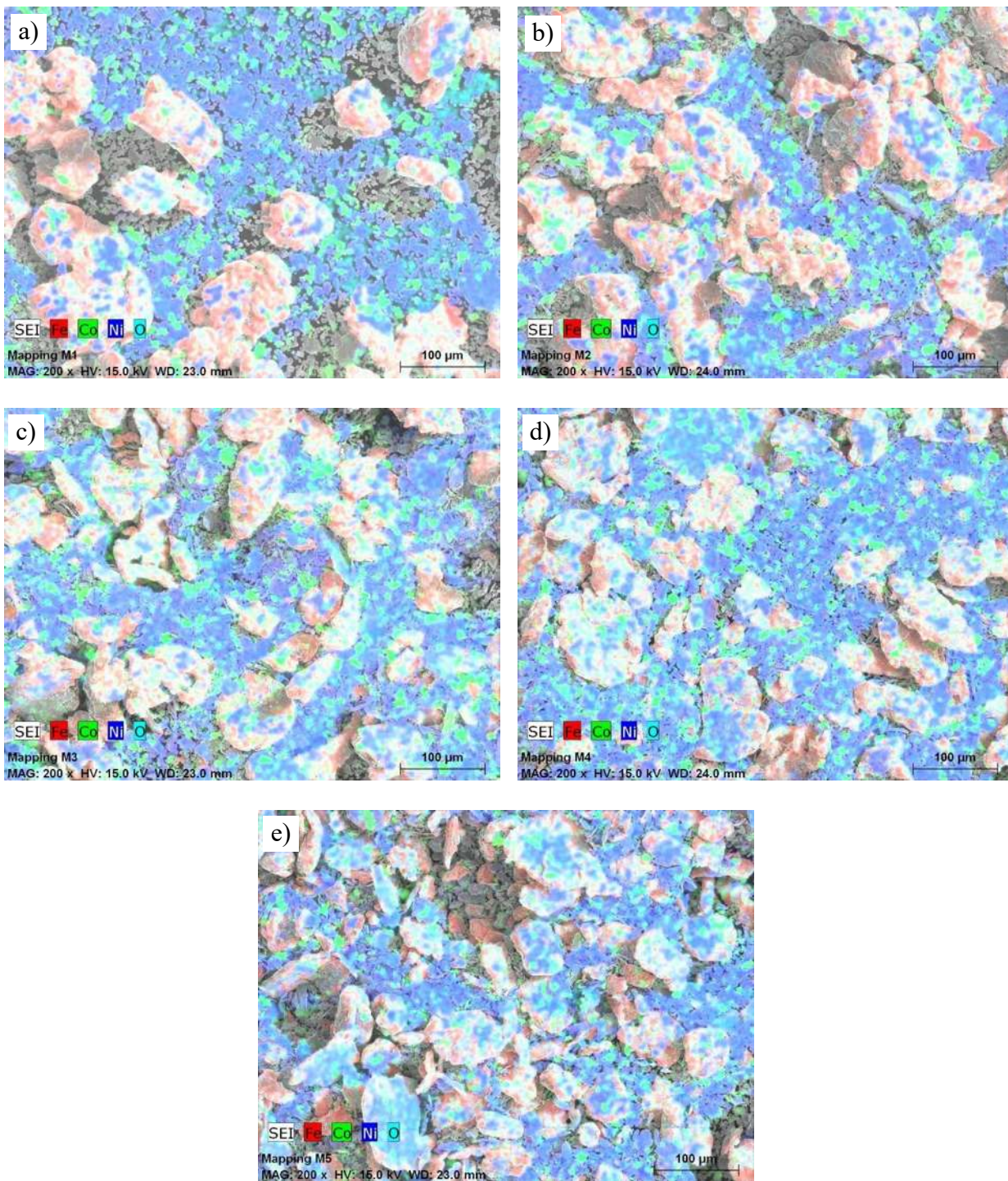
Después del proceso de molienda se realizó la caracterización mediante microscopía electrónica de barrido de los polvos metálicos, para observar los cambios en morfología que se presentaron durante el proceso de molienda. Dicha caracterización se realizó a 250, 500, 1000, y 2500 aumentos, para identificar distribución, tamaño de partícula y el comportamiento que se obtuvo tras la molienda. Imágenes complementarias obtenidas a 250, 1000 y 2500 aumentos se localizan en el anexo B, las cuales fueron utilizadas para identificar la homogeneidad de los polvos después de la molienda.

En la figura 4.16 se observa cómo a partir de que comienza el proceso de molienda las partículas de menor tamaño, en este caso de Ni y Co comienzan a alargarse y tomar una forma aplanada hasta las 4 horas de molienda y las partículas de hierro no tienen un cambio significativo. A partir de las 6 horas de molienda las partículas de hierro comienzan a deformarse y tomar la morfología de las de Ni y Co, esto de manera gradual hasta llegar a las 10 horas de molienda. Debido a la deformación obtenida por el mezclado mecánico es difícil la identificación y diferenciación de las partículas de cada especie, lo cual puede ser considerado como una distribución homogénea de las partículas. Para identificar la contribución que esto pudiera tener en las propiedades magnéticas de los seis diferentes sistemas, se realizó un mapeo químico para observar su distribución.



**Figura 4.16.** Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos antes y después de la molienda mecánica; a) sin molienda; b) 2 horas; c) 4 horas; d) 6 horas; e) 8 horas y f) 10 horas de molienda.

La figura 4.17 muestra las imágenes tomadas a 200 aumentos presentando una alta homogeneidad para todos los tiempos de mezclado. Detalles adicionales se discuten a continuación.



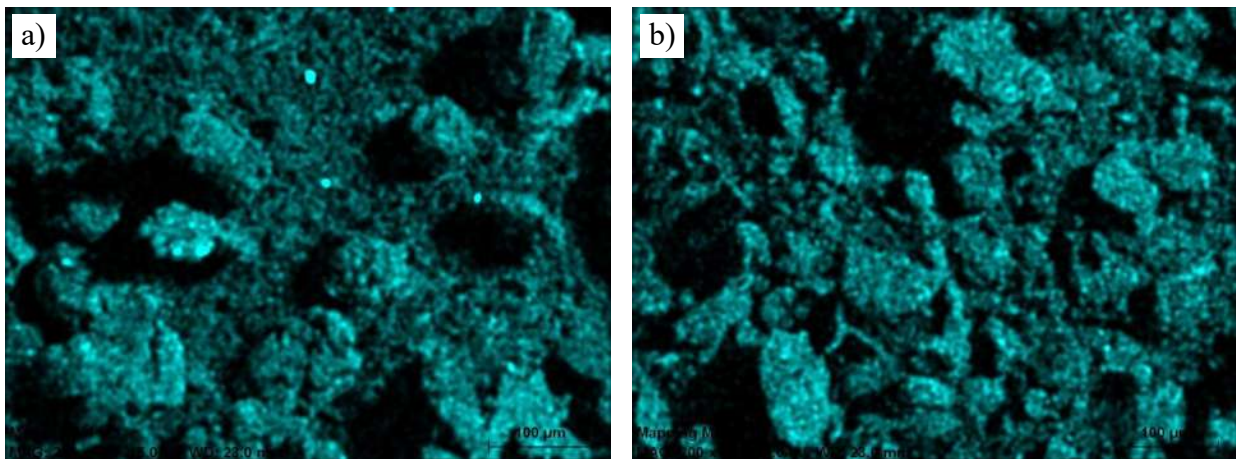
**Figura 4.17.** Mapeo químico mediante microscopía electrónica de barrido de los polvos después de la molienda mecánica; a) 2 horas; b) 4 horas; c) 6 horas; d) 8 horas y e) 10 horas de molienda.

En los mapeos se observa cómo las partículas de níquel y de cobalto se adhieren a la superficie de las partículas de hierro desde las primeras horas de molienda, esto debido a las colisiones de los medios de molienda durante dicho proceso. Dichas partículas se agrupan en las caras de las partículas de hierro, recubriéndolas en secciones y no en su totalidad. A partir de las 6 horas de molienda se observa el aumento en la superficie recubierta de las partículas de hierro, así como disminución de tamaño de partícula y la mayoría de estas con una morfología alargada. Dicha morfología de tipo hojuela, de acuerdo con S.S. Razavi-Tousi y J.A. Szpunar [51], es debido a la acumulación de impactos de los medios de molienda en una sola dirección. Lo cual para este caso, con respecto al modelo de M. Broseghini y col. [24], al ser baja energía es debido a la fuerza centrífuga y de Coriolis entre el vial y las bolas.

Los trabajos antes mencionados son modelos del proceso de molienda mecánica, ya que la mayoría de los fenómenos que ocurren en dicho proceso son difícilmente predecibles para cada sistema en particular. Por lo cual, el tiempo de molienda utilizado en este sistema fue acertado para ver de mejor manera el comportamiento de las partículas. En el caso del tamaño de los medios de molienda de acuerdo al modelo de C. Burmeister y col. [25], con 10 mm de diámetro para 100 rpm (baja energía), se obtiene el mayor porcentaje de tensión en las partículas, ya que de acuerdo a este modelo, al disminuir el tamaño de los medios de molienda, también se disminuye la deformación generada en las partículas, lo que en otros trabajos se usa arbitrariamente.

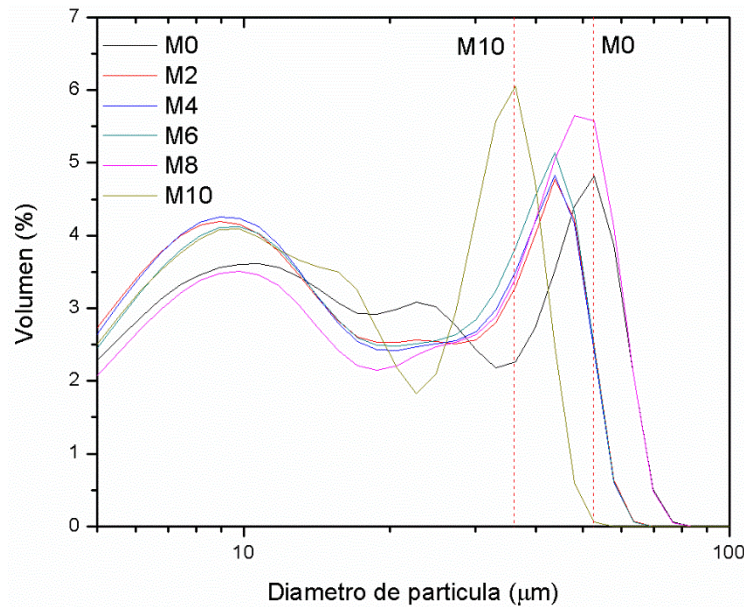
En cuanto a la disminución de tamaño de partícula es debido a la acumulación de energía y defectos debida a la molienda, ya que las partículas se fragilizan [47] y tienden a liberar energía. Se detectaron también partículas de hierro del mismo tamaño que las partículas de níquel y cobalto, lo que representa disminución de tamaño heterogéneo de las partículas de hierro. El porcentaje de partículas de hierro que reducen su tamaño no se observa elevado, por el tiempo corto de molienda ya que en otros trabajos como en el de K.G. Raghavendra y col. [34], el cambio es significativo después de 20 horas de molienda utilizando molienda de alta energía a 300 rpm. En este punto se puede descartar también el comportamiento superparamagnético en los sistemas de molienda obtenidos ya que no se obtuvieron tamaños de partícula nanométricos para los cuales se necesitan velocidades de hasta 500 rpm [52–54], o en el caso de baja energía, arriba de las 48 horas de molienda [55,56]. Cabe mencionar que las zonas que se ven oscuras sin identificación química de los polvos en la figura 4.16, es debida a la posición del detector, el cual no recibe la señal de estos electrones, por lo cual aparecen como zonas grisáceas.

El en caso de la oxidación, se presenta en cualquiera de las etapas de la molienda, como se aprecia en la figura 4.18. La distribución de oxígeno en los mapeos químicos es debida a oxidación superficial de las partículas y representa menos de un 5% en peso, ya que no se detectaron picos correspondientes a óxidos en los patrones de difracción. Esto es debido a que no se utilizaron agentes de control de atmósfera durante el proceso de molienda, y la pureza de los elementos, lo que llevó a las partículas a oxidarse. Para identificar con precisión el tipo de óxido obtenido, se realizaron análisis de termogravimetría, los cuales son discutidos más adelante.



**Figura 4.18.** Mapeos químicos con respecto al oxígeno a 200 aumentos; a) 2 horas; b) 10 horas de molienda.

En cuanto al tamaño de partícula de los polvos metálicos después de la molienda, es difícil identificar con precisión el tamaño de partícula de cada elemento. Mediante dispersión de luz los datos resultan poco exactos debido a la mezcla de especies, pero se pueden identificar puntos clave que arrojan una estimación cualitativa de su comportamiento al correlacionarlas con los resultados obtenidos por microscopía electrónica de barrido. En la figura 4.19 se muestra la curva de distribución de tamaño de partícula para los polvos después de la molienda desde los polvos sin molienda (M0) hasta las 10 horas de molienda (M10). Al ser en mayor porcentaje en peso las partículas de Ni y Co, el Fe no se cuantifica de manera individual. Las curvas de distribución de tamaño de partícula en la línea punteada de la derecha se observa el desplazamiento debido a la disminución de tamaño de partícula del hierro. Por otro lado, el aumento en el porcentaje en volumen representa que con el aumento del tiempo de molienda no se detecta gran cantidad de partículas de Ni y Co, ya que estas ya forman parte de las partículas de hierro al adherirse a su superficie. Este comportamiento es más apreciable en la curva de 10 horas de molienda.



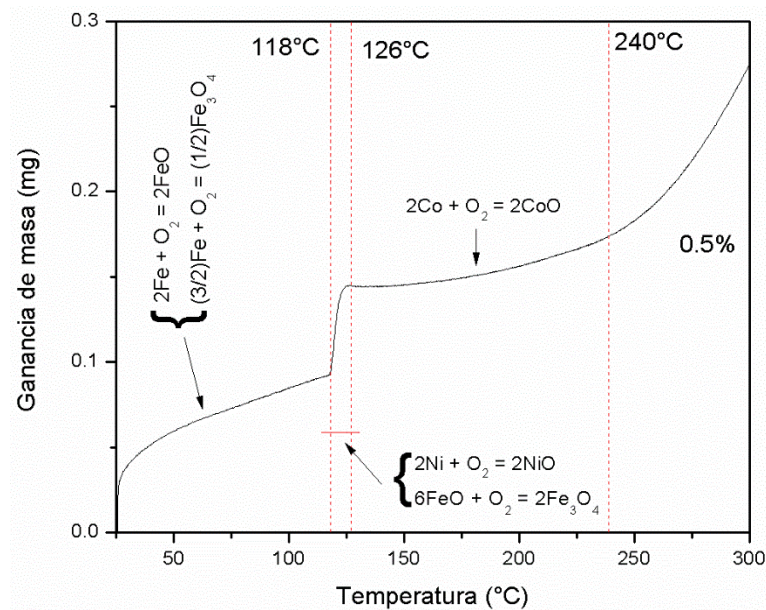
**Figura 4.19.** Curva de distribución de tamaño de partícula después de la molienda.

#### 4.2.3. Termogravimetría

Con respecto a los resultados obtenidos mediante microscopía electrónica de barrido, y al considerar la oxidación de las partículas como parte del sistema se realizaron pruebas de termogravimetría, a la mezcla de polvos sin molienda. Para identificar la temperatura a la que comienza la oxidación del sistema, ya que por el movimiento de los medios de molienda se genera calor, que sirve como energía que tiende a impulsar estas reacciones.

Se identificaron cuatro secciones en la curva de ganancia de masa, que al relacionarse con el diagrama de Ellingham (Anexo C), se ajusta a cuatro reacciones de oxidación para los elementos que conforman la mezcla. En la figura 4.20 se observa que por debajo de los 118 °C las reacciones que se presentan solo están relacionadas con el hierro, en este caso la formación de FeO y Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, debidas a la pureza de los polvos y al no utilizar agentes de control de atmósfera. Esta sección es la más importante ya que en modelos como el de H. Ghayour y col. [57], se tiene que para molienda de alta energía trabajando arriba de las 350 rpm, la temperatura no asciende por encima de los 100°C. Entre los 118° C y 126° C, ahora las partículas de FeO reaccionan con el oxígeno para formar Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> en la superficie de las partículas, y el níquel comienza la reacción para formar NiO, por lo cual el cambio de pendiente es mayor que en la primera sección. Pasando los 126° C en la

superficie de las partículas de cobalto comienza la formación de CoO y al pasar los 240° C se ve un aumento exponencial atribuido a que todas las reacciones están ocurriendo simultáneamente.



**Figura 4.20.** Curva termo gravimétrica de la mezcla de polvos Fe-Ni-Co.

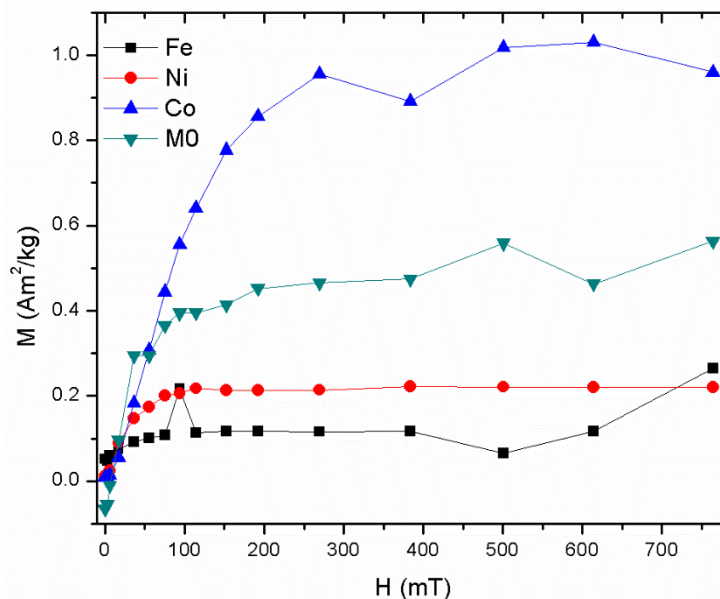
La oxidación entonces obtenida  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetita), se observó distribuida homogéneamente por todos los sistemas de molienda, debido a que estas partículas son fácilmente removibles mecánicamente, lo cual sucede durante la molienda mecánica. Este tipo de oxidación es beneficiosa al buscar incrementar propiedades como magnetización y permeabilidad magnética como en el trabajo de G. Zhao y col. [58], donde se hace una comparativa del efecto de la oxidación y el fosfatado en la superficie de partículas de hierro. Además de que la  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tiende a bajar también las pérdidas en el núcleo ya en uso de un material compuesto magnético blando. Concordando con otros autores como D.Z. Xie y col. [59], quienes obtuvieron aumentos en propiedades similares en comparación con el fosfatado de partículas, que puede ser perjudicial si no se controla el tiempo al formar la capa que recubre a las partículas. También cabe mencionar que la ruta de formación del óxido no tiende a modificar el comportamiento magnético de las partículas, mencionado en otra publicación de G. Zhao y col. [41], ya en la aplicación de los compuestos.

Esto reduce el uso de agentes de control de proceso, como el benceno  $\text{C}_6\text{H}_6$ , comúnmente utilizado en molienda mecánica al utilizar polvos metálicos de alta pureza. Ya que dicho componente, durante el proceso de molienda tiende a generar capas que recubren a las partículas y puede ocasionar una reducción en la saturación magnética de hasta un 50% de acuerdo a B.V. Neamtu y

col. [36], entre otros [3,60,61], justificando su uso en evitar además de la oxidación, la acumulación de defectos de antisitio y tensión en la red. Lo que hace necesario tratamientos de hasta 300°C de 1 a 3 horas para recuperar dicha propiedad, la cual no se recupera por completo [35,40].

#### 4.2.4. Propiedades magnéticas

Para analizar las contribuciones que presentan cada uno de los elementos de partida, se realizó de modo comparativa una curva de IRM (magnetización remanente isotérmica), para identificar la magnetización remanente de la mezcla sin molienda. En la figura 4.21, se observa que efectivamente el material presenta la contribución en remanencia de los tres elementos, cuya contribución más importante se le atribuye al cobalto, ya que la remanencia del Ni y Fe se encuentran por debajo de los 0.2 Am<sup>2</sup>/kg, presentando así la mezcla de polvos una remanencia de 0.42 Am<sup>2</sup>/kg. Esta remanencia de la mezcla debida mayormente al cobalto, permitirá que los polvos retengan mayor magnetización bajo cambios de intensidades de campo, en alguna de sus aplicaciones. Esta propiedad se obtiene de la curva a partir del punto en el que los datos presentan un comportamiento lineal.

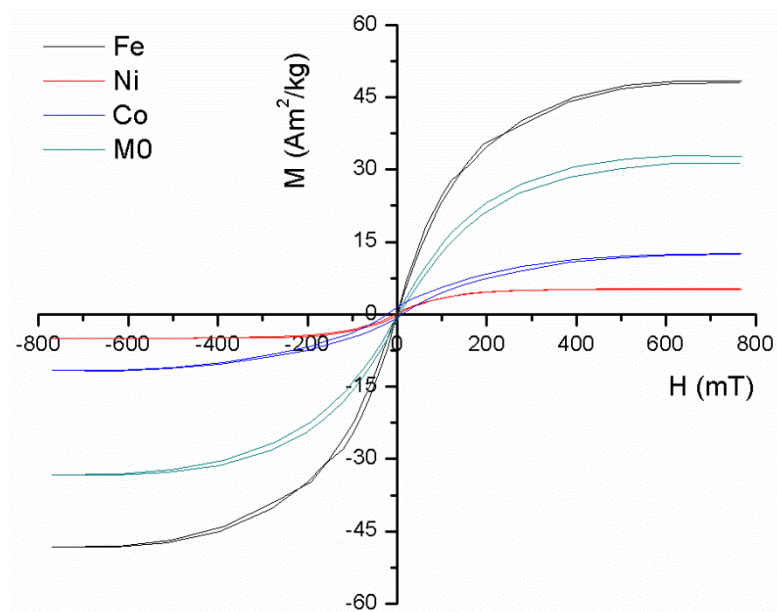


**Figura 4.21.** Curvas IRM; comparativa de la mezcla de polvos sin molienda M0, con los polvos elementales.

En cuanto a los cambios drásticos de pendiente, se consideran como errores instrumentales ya que las pendientes negativas significan que las partículas de los polvos que se liberan del adhesivo en

el porta muestras se orientan con respecto al campo y generan un movimiento de vibración que el equipo detecta. Y en el caso de las pendientes positivas, estas tienden a ser generadas por el comportamiento paramagnético detectado en la muestra.

En lo que se refiere a las propiedades que se pueden obtener de las curvas de histéresis de la mezcla de polvos, se muestra en la figura 4.22 las contribuciones en cuanto a saturación magnética. La que en comparación con el hierro tiende a ser menor, ya que esta propiedad depende de la sumatoria de dominios dentro de una partícula. Las partículas de níquel y cobalto son de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  por lo que su magnetización es menor que la del hierro, y la contribución de los tres elementos da una mezcla (M0) con una magnetización de  $32.8 \text{ Am}^2/\text{kg}$ . La abertura en el ciclo de la mezcla, es debida a el movimiento de las partículas en el equipo, ya que cuenta con una elevada sensibilidad.



**Figura 4.22.** Curvas de histéresis; comparativa de la mezcla de polvos sin molienda M0 con respecto a los polvos elementales.

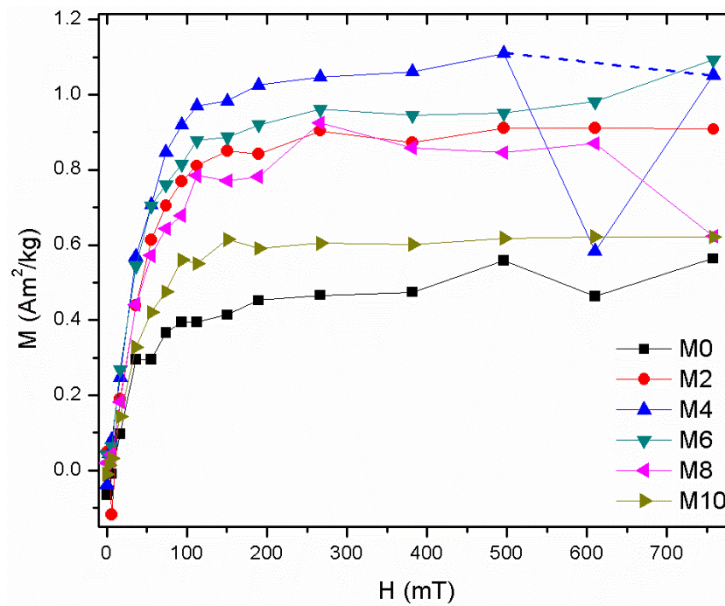
A partir de los datos de histéresis también se obtiene la permeabilidad magnética con respecto a la pendiente de la magnetización y la coercitividad del ancho de la curva, datos que se muestran en la tabla 4.2. En cuanto a la coercitividad es mayormente atribuida al hierro que posee la menor coercitividad por el tamaño de dominio magnético, que es de 1.51 mT, en comparación con el

cobalto y níquel que es de 19.22 y 4.07 mT, respectivamente. La permeabilidad se atribuye al hierro ya que está relacionada con la magnetización.

**Tabla 4.2.** Propiedades magnéticas de la mezcla de polvos.

Mezcla	Magnetización (Am <sup>2</sup> /kg)	Remanencia (Am <sup>2</sup> /kg)	Coercitividad (mT)	Permeabilidad (μ)
<b>M0</b>	32.804	0.42	2.42	0.0148

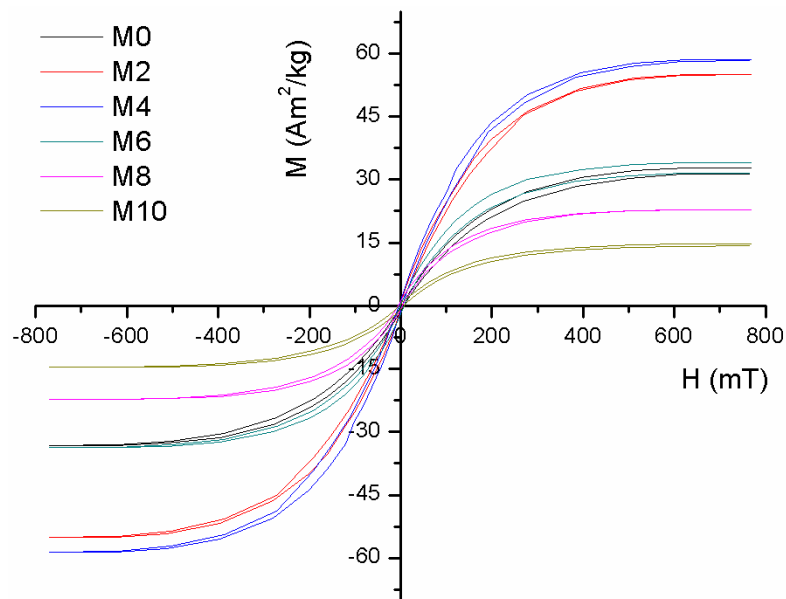
Después de la molienda mecánica las muestras de cada sistema se sometieron también a la caracterización magnética mediante el VFTB, obteniendo de esta manera las curvas de IRM de los diferentes sistemas de molienda como se observa en la figura 4.23. Comparando estos resultados con el sistema sin molienda, la magnetización remanente después de la molienda es mayor, en todos los casos. En particular el caso de la molienda de 4 horas (M4) se alcanzó una máxima remanencia de 1.1 Am<sup>2</sup>/kg, disminuyendo a partir de este punto hasta 0.58 Am<sup>2</sup>/kg a 10 horas (M10), siendo aún mayor que en el caso de la mezcla de polvos sin molienda de 0.42 Am<sup>2</sup>/kg.



**Figura 4.23.** Curvas IRM; comparativa de la mezcla sin molienda M0 hasta las 10 horas de molienda M10.

Este cambio es debido a la acumulación de tensión en las partículas hasta las 4 horas de molienda, y la disminución debido al cambio en tamaño de partícula de hierro a la cual se le atribuye mayormente esta propiedad. En cuanto a los ciclos de histéresis de los polvos después de la

molienda, estos se muestran en la figura 4.24. El comportamiento de la saturación de magnetización es similar al aumento en remanencia hasta las 4 horas de molienda (M4), aunque en el caso de la magnetización a partir de las 4 horas la magnetización desciende y al llegar a las 10 horas de molienda termina siendo más baja que en las condiciones iniciales de los polvos metálicos. Esta propiedad es más dependiente del tamaño de partícula por lo cual en las condiciones iniciales se tiene una magnetización mayor principalmente por el tamaño de las partículas de hierro. Pero a 6 horas de molienda, la magnetización obtenida de la molienda es similar a la que se tiene con partículas de mayor tamaño.

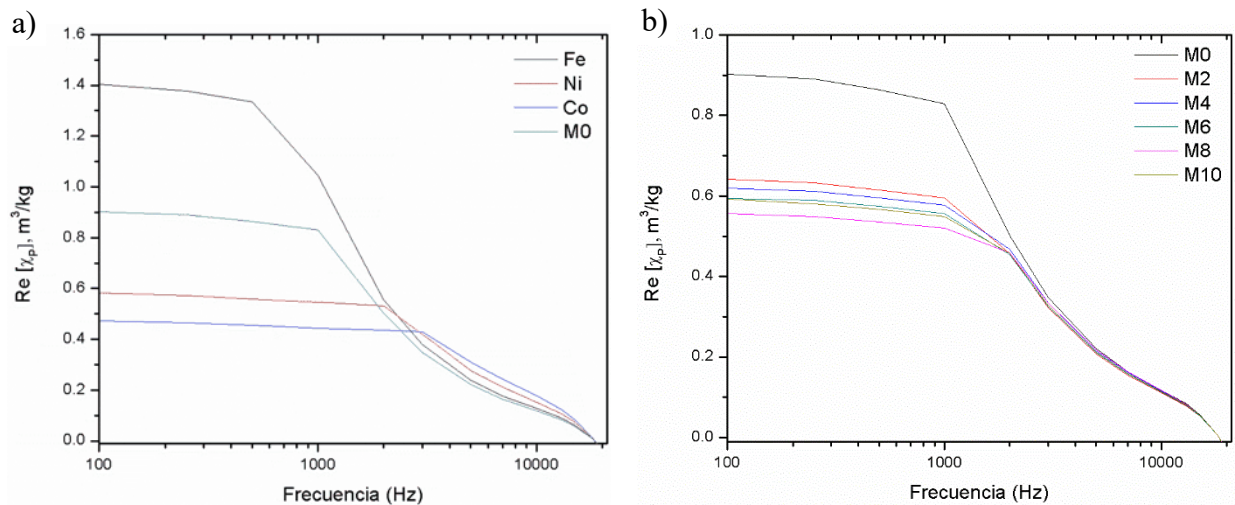


**Figura 4.24.** Curvas de histéresis; comparativa de la mezcla sin molienda M0, hasta las 10 horas de molienda M10.

En cuanto al análisis de susceptibilidad (ver figura 4.25 a), en la comparativa de los elementos base con respecto a la mezcla de polvos, es apreciable la contribución del Ni y Co, en cuanto a la frecuencia hasta la cual el comportamiento es constante y en magnitud es debida a la contribución del hierro dentro del sistema. Teniendo el sistema de mezcla una sensibilidad ante campos magnéticos de hasta 1000 Hz, en comparación con el hierro de 500 Hz. Esta propiedad en este caso es atribuida mayormente por la alta pureza de los materiales utilizados como el Ni y Co.

Después de la molienda mecánica el estudio de susceptibilidad muestra en la figura 4.25 b) que, con el mezclado mecánico esta propiedad disminuye para todos los sistemas. Esto quiere decir que, con el aumento de la densidad de defectos y tensión en la red, la sensibilidad ante un campo

magnético externo es menos que para los elementos base mezclados. Por otro lado, también se destaca que su comportamiento lineal sigue siendo hasta los 1000 Hz hasta las 8 horas de molienda, ya que a 10 horas el polvo mantiene su sensibilidad ante campos magnéticos a 2000 Hz. Esto es debido a que las partículas de Ni y Co en este sistema forman una capa que recubre a las partículas de hierro. Esto en el material compuesto, puede representar un aumento en las frecuencias de trabajo a las cuales es sometido ya en aplicaciones específicas.



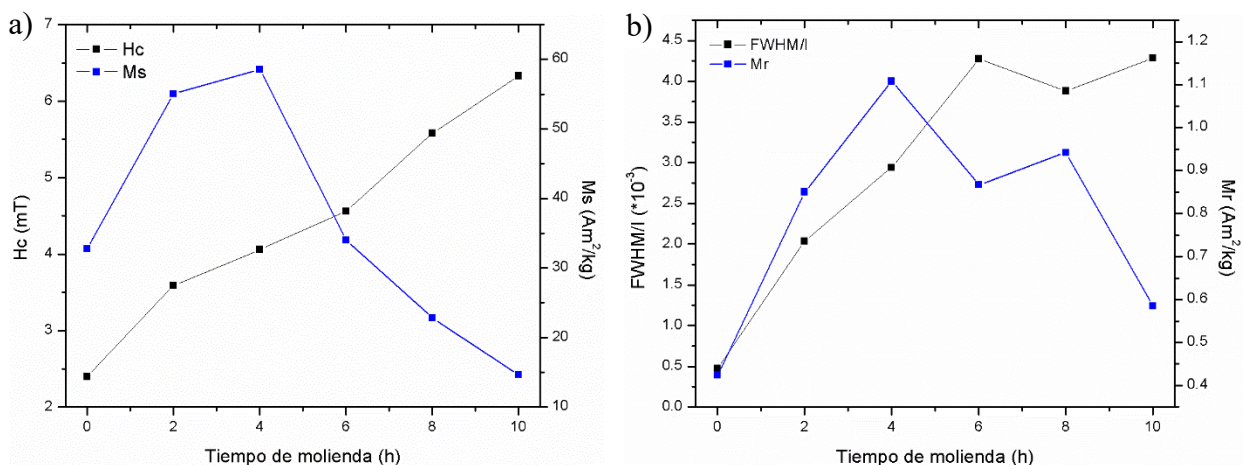
**Figura 4.25.** Susceptibilidad magnética con respecto a la frecuencia de los polvos metálicos; a) comparativa de mezcla con los polvos elementales; b) bajo condiciones de molienda.

Las propiedades magnéticas antes mencionadas, la permeabilidad magnética y la coercitividad se muestran en valores comparables en la tabla 4.3. El mejor comportamiento magnético en cuanto a permeabilidad, magnetización y remanencia es el sistema mezclado a 4 horas de molienda. Por otro lado, en cuanto a la coercitividad esta aumenta con el aumento de tiempo de molienda debido a la deformación y la acumulación de defectos que impide el movimiento de los dominios magnéticos al interactuar con un campo magnético externo. En el caso de la susceptibilidad, esta tiende a disminuir con el aumento de defectos, disminuyendo la sensibilidad ante campos magnéticos respecto a los polvos sin molienda.

**Tabla 4.3.** Propiedades magnéticas de los polvos antes y después de la molienda.

Mezcla	Magnetización (Am <sup>2</sup> /kg)	Remanencia (Am <sup>2</sup> /kg)	Coercitividad (mT)	Permeabilidad (μ)	Susceptibilidad X <sub>p</sub> [Re] (m <sup>3</sup> /kg)
M0	32.804	0.42	2.40	0.0148	0.9028
M2	55.033	0.85	3.59	0.0231	0.6422
M4	<b>58.599</b>	<b>1.10</b>	<b>4.06</b>	<b>0.0247</b>	<b>0.6185</b>
M6	34.024	0.86	4.56	0.0187	0.5942
M8	22.811	0.94	5.58	0.0133	0.5566
M10	14.652	0.58	6.33	0.0081	0.5926

Estas propiedades entonces pueden ser comparadas con la acumulación de tensión en la red obtenida mediante el proceso de molienda como se muestra en la figura 4.26. En esta figura se hace la comparativa de la magnetización, remanencia, coercitividad y acumulación de tensión obtenida mediante rayos X.



**Figura 4.26.** Comparativa de propiedades magnéticas y tensión en la red; a) Magnetización contra coercitividad; b) Tensión en la red contra remanencia.

La magnetización y la remanencia tienen la misma tendencia a aumentar hasta las 4 horas de molienda que en relación a los valores de FWHM/I, estas propiedades están directamente relacionadas con la acumulación de tensión y el aumento de defectos en la red. Entre las 6 y 10 horas de molienda la magnetización baja por la disminución del tamaño de partícula, pero la remanencia marca otra tendencia, ya que esta propiedad no está directamente relacionada con el tamaño de partícula, aunque al final tiende a disminuir del mismo modo. La coercitividad por otro lado aumenta de manera casi lineal, ya que a pesar que a 8 horas de molienda en la gráfica b) la

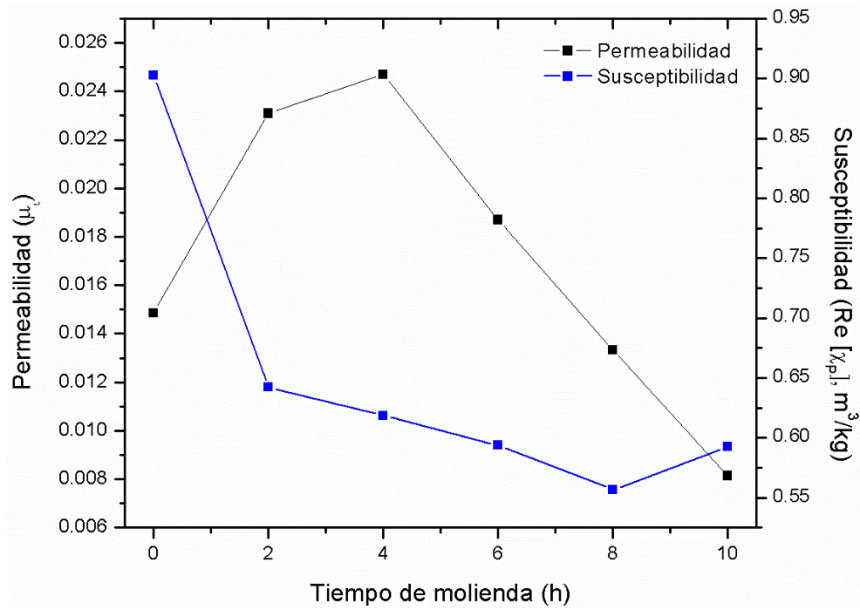
acumulación de tensión se mantiene sin acumular deformación a causa de la liberación de energía disminuyendo el tamaño de partícula, estos defectos impiden el movimiento de los dominios.

Este fenómeno ha sido poco estudiado analizando los elementos individualmente, solo en sistemas de aleación con los tres elementos, como en el trabajo de D. Yuping y col. [62], en el cual la magnetización ( $M_s$ ) aumenta a 5 horas de molienda, trabajando a 350 rpm, en una relación de peso bola partículas de 20:1, dejando de lado este aumento, ya que el objetivo principal era obtener aleación de tamaño nanométricos, por tal motivo, la magnetización termina disminuyendo, debido a la disminución del tamaño de partícula. Al correlacionar sus resultados con los de H. Raanaei y col. [38], este aumento en ambos casos es alrededor del 20% en magnetización, esto debido a no tener un rango medio para explicar este fenómeno. La disminución total de magnetización en su caso no es considerada una pérdida de propiedad, ya que al obtener nanopartículas disminuyen la coercitividad, cambiando su comportamiento a superparamagnético, y obtener cero magnetostricción. Sin embargo, como lo explican S.B. Dalavi y col. [63], entre otros [37,64–66], no siempre se obtiene una baja coercitividad al reducir el tamaño de partícula, ya que se puede quedar en un punto medio entre monodominios y semimonodominios, además se ha observado que la cero magnetostricción también puede ser obtenida en un material compuesto magnético blando, mediante el uso de matrices poliméricas, como en el caso de M. Streckova y col. [67]. De este modo este tipo de sistemas en escala nanométrica no es lo suficientemente favorable.

El aumento total en magnetización reportado en la figura 4.26, es superior al 70%, lo cual no se ha visto reportado en partículas ferromagnéticas blandas. Sin embargo, se ha estudiado el aumento de dicha propiedad en aleaciones de imanes duros, por W. Lu y col. [68], quienes reportan aumento máximo de magnetización de hasta un 50% con la molienda mecánica, relacionado con el cambio del tamaño del dominio magnético, sin entrar en detalles del porqué sucede dicho fenómeno, ya que el objetivo principal de dicho trabajo es al aumento de la coercitividad. En el mismo contexto W. Xie y col. [69], aprovechan la acumulación de defectos como trabajado en frío, para producir obstáculos al movimiento de los dominios magnéticos, lo que en nuestro caso concluye que la molienda mecánica sin importar el tiempo, siempre aumentará la coercitividad en el sistema.

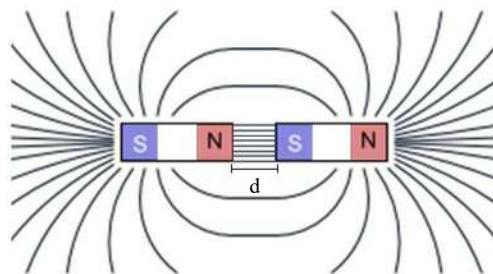
Por otro lado, la permeabilidad magnética tiene la misma tendencia que la magnetización ya que es directamente proporcional a esta, y su cambio también está relacionada con el tamaño de partícula, como se muestra en la figura 4.27. En cuanto a la susceptibilidad esta disminuye por el

mismo mecanismo que aumenta la coercitividad, debido a la acumulación de defectos y tensión en la red, disminuye la sensibilidad ante los cambios de un campo magnético inducido.



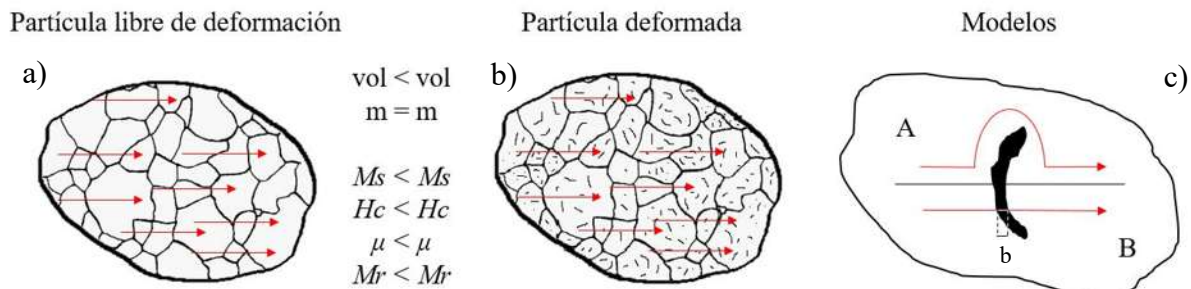
**Figura 4.27.** Comparativa de la permeabilidad magnética contra la susceptibilidad en función del tiempo de molienda.

De lo anterior, en los sistemas de molienda obtenidos al considerarlos como partículas sin aleado, es debido a que su volumen se ve aumentado por la densidad de defectos y espacios dentro de la partícula que siguen siendo parte de sus dominios, de este modo la sumatoria de dominios es mayor, por lo tanto, su magnetización aumenta. Este fenómeno puede mostrar de manera esquemática tomando como ejemplo dos imanes duros (ver figura 4.28), y el flujo de su campo magnético al estar en proximidad, los campos de ambos imanes interactúan y se conectan dependiendo de su distancia ( $d$ ).



**Figura 4.28.** Interacción entre imanes duros.

Al relacionar este fenómeno con las partículas obtenidas de las diferentes condiciones de molienda, podemos representar las partículas gráficamente. La figura 4.29a representa una partícula magnetizada libre de deformación con sus respectivos granos, esta al ser deformada (ver figura 4.29b) incrementa su densidad de defectos y dislocaciones, aumentando su volumen, pero sin cambiar su masa, esto en caso de no fracturarse, de la cual se obtiene mayor magnetización  $M_s$ , coercitividad  $H_c$ , permeabilidad  $\mu$  y remanencia  $M_r$  de acuerdo a los resultados obtenidos. Con respecto a lo anterior el aumento de dichas propiedades se proponen dos fenómenos, representados como modelos en la figura 4.29c. En la figura 4.29c se muestra un grano individual de una partícula magnetizada con un defecto (dislocación). En la parte superior como modelo A, la línea de flujo magnético rodea el defecto, fenómeno visto en ensayos no destructivos, en el método de partículas magnéticas, lo cual no está completamente demostrado que los dominios aumenten su magnetización mediante esta técnica. Por otro lado, en la parte inferior como modelo B, los defectos formarían parte del dominio magnético, como conexiones al ser estos tan pequeños y su distancia de separación en el caso de una dislocación es entonces el vector de Burgers. Por lo tanto, al considerar los defectos de este modo, contarían como espacios sin masa, y entonces la magnetización al estar considerada por unidad de masa, se forman dominios magnéticos más grandes con la misma cantidad de masa, lo que explica el aumento en esta propiedad, con respecto al aumento en la densidad de defectos, lo cual no se encuentra explicado a tal profundidad en la literatura.



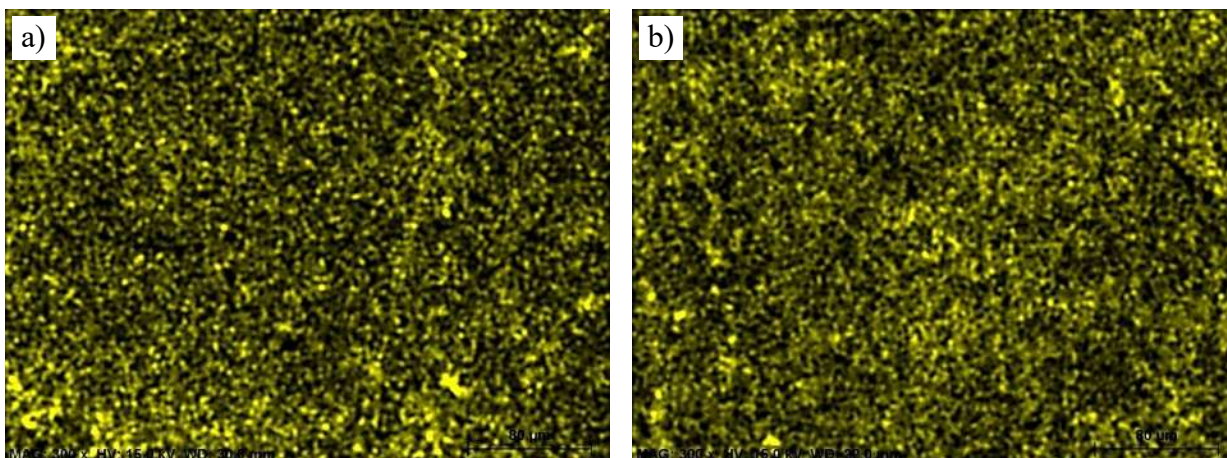
**Figura 4.29.** Relación entre defectos y el cambio en propiedades magnéticas. a) Partícula libre de deformación, b) partícula deformada y c) modelos.

### 4.3. Fabricación del material compuesto

#### 4.3.1. Caracterización mediante microscopía electrónica de barrido del material compuesto

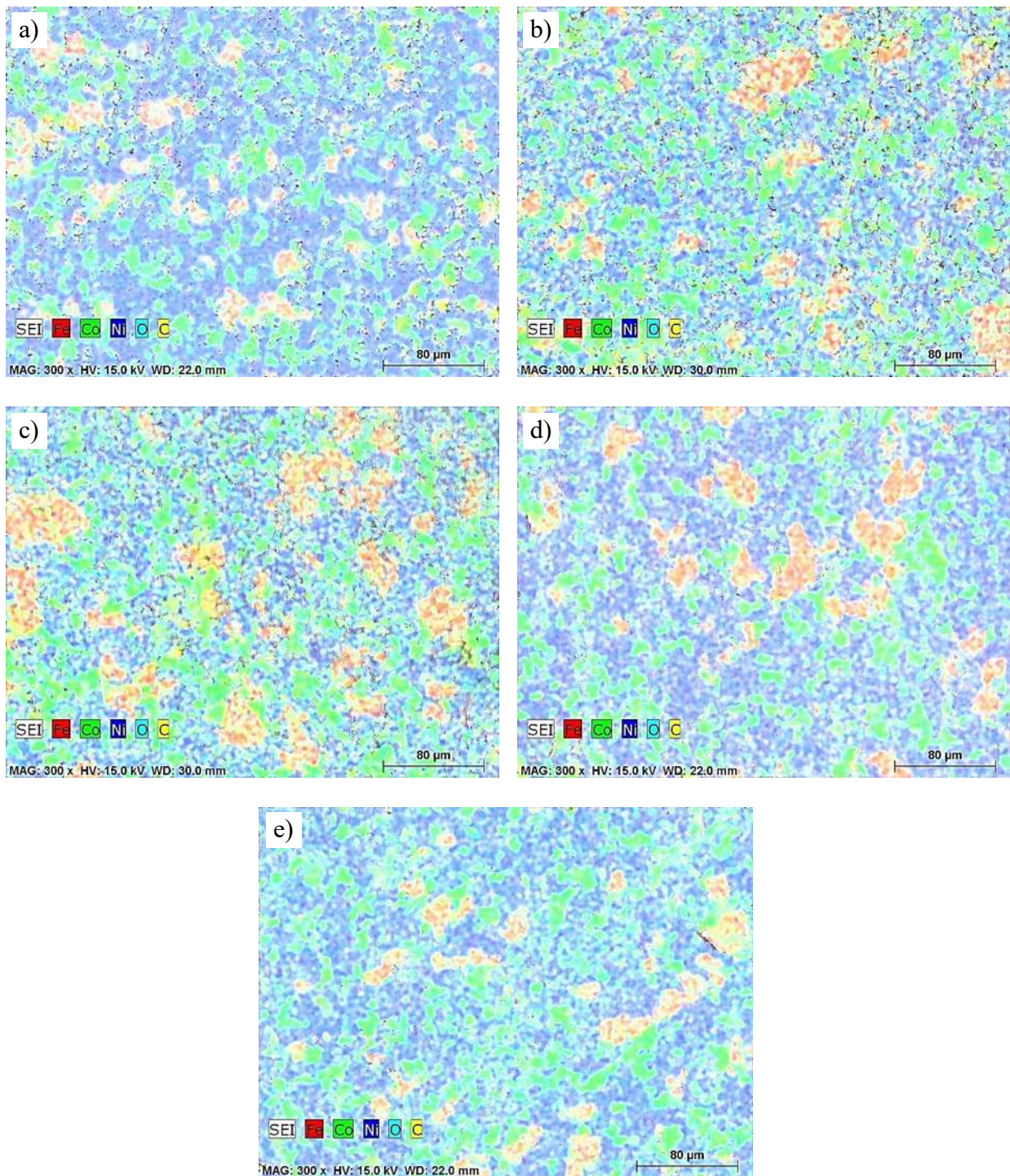
Para la caracterización mediante microscopía electrónica se tomaron algunas consideraciones, que representaron una nula preparación de las muestras, ya que, al ser la matriz polimérica, la preparación metalográfica podía ocasionar el desprendimiento de las partículas metálicas, a causa del desgaste abrasivo durante el desbaste y el pulido. Por tal motivo, a las probetas se les realizó un mapeo químico para observar la distribución durante el consolidado del material compuesto en verde, en condiciones de únicamente compactado.

Otro punto importante a resaltar es el comportamiento que tiene la resina durante la fabricación del material compuesto. Dicho comportamiento se observa a través del mapeo químico realizado al compuesto, tomando en cuenta el elemento carbono ya que la resina es rica en carbono y se puede detectar su distribución. Se obtiene de acuerdo a lo esperado que la matriz polimérica recubre por completo las partículas formando una capa de recubrimiento que le beneficie en su resistividad eléctrica, como se observa en la figura 4.30, representando la muestra M0 3T y M0 9T. Dichas muestras son de sistemas de polvos sin molienda, a 3 y 9 toneladas de compactación, respectivamente. De la misma manera en todos los compuestos se obtuvo una distribución homogénea del polímero.



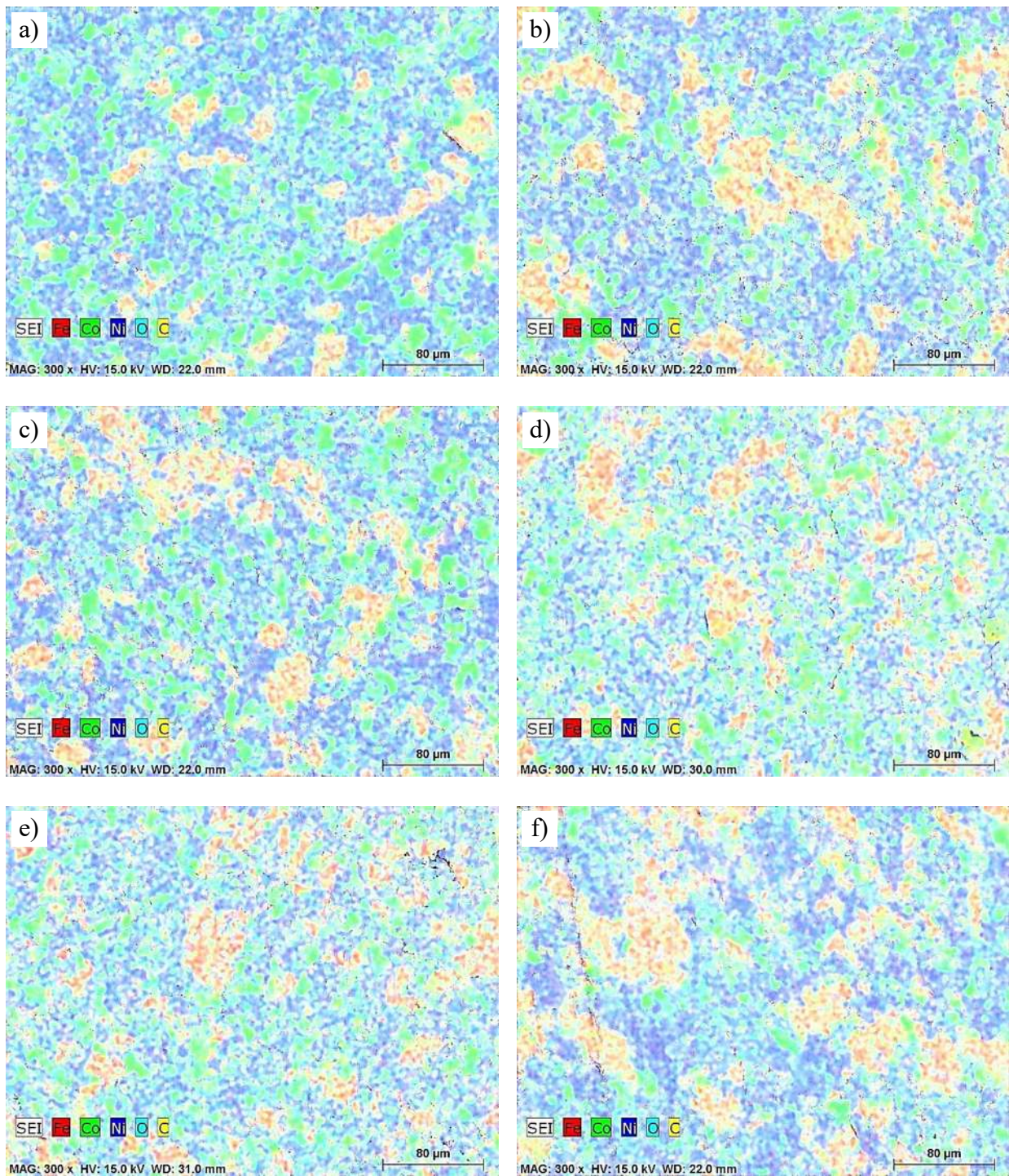
**Figura 4.30.** Mapeos químicos con respecto al carbono a 300 aumentos; sistemas a) M0 3T; b) M0 9T.

En la figura 4.31 se observa la mezcla de polvos sin molienda, compactados a diferentes cargas de compactación de 2, 3, 5, 7 y 9 toneladas respectivamente, tomadas a 300 aumentos.



**Figura 4.31.** Mapeo químico mediante microscopía electrónica de barrido de los materiales compuestos de la mezcla de polvos sin molienda; a) 2 ton; b) 3 ton; c) 5 ton; d) 7 ton y e) 9 ton de compactación.

Y en la figura 4.32 se presentan los compactos a 9 Ton de los diferentes sistemas de molienda, a 300 aumentos.



**Figura 4.32.** Mapeo químico mediante microscopía electrónica de barrido de los materiales compuestos a 9 toneladas de compactación; a) sin molienda b) 2 horas; c) 4 horas; d) 6 horas; e) 8 horas y f) 10 horas de molienda.

Los diferentes compuestos exhiben una distribución homogénea de las partículas para todos los casos. El tamaño de partícula en los materiales compuestos no se puede considerar como factor en el cambio de sus propiedades magnéticas debido a que mediante análisis de imágenes no puede ser obtenido, ya que las partículas de níquel y cobalto limitan la visualización de las partículas de hierro, dando como resultado un análisis poco preciso. Relacionado a esto también durante la compactación, las partículas se reajustan y se acomodan debido a la deformación obtenida en este proceso. Por lo tanto, solo se presentan de modo ilustrativo de la distribución de partícula en el compuesto y el mapeo químico con respecto al hierro, níquel, cobalto, oxígeno y carbono, lo que revela su distribución de elementos y de la matriz polimérica utilizada, ya que esta debe de recubrir a las partículas en su totalidad.

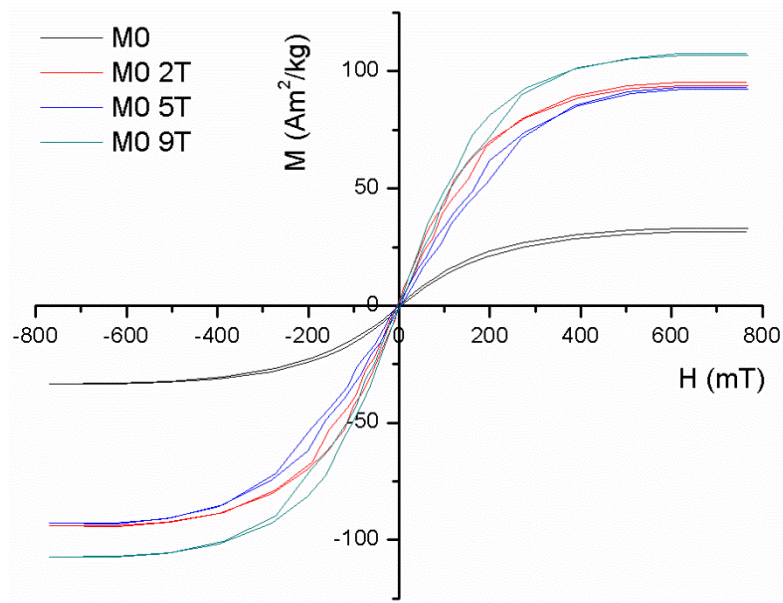
De acuerdo a lo obtenido, el material compuesto aparte de tener una distribución homogénea de la matriz de carbono y de oxígeno, con una porosidad casi nula, este puede ser considerado como de matriz híbrida denominado de este modo por B.V. Neamtu y col. [70], y L. Xiaolong y col. [71], al estar recubierto por una matriz orgánica y al estar dispersadas partículas inorgánicas en dicha matriz, en este caso de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  cuando las partículas son sometidas a molienda mecánica. Con la diferencia en concentración de la fase inorgánica y que en este caso su formación es de manera pasiva durante el proceso de fabricación, disminuyendo la energía de proceso utilizada en dichos trabajos, pero denominado de la misma manera.

La concentración de la fase inorgánica es de suma importancia en algunos trabajos ya que tiende a aumentar la resistencia a altas temperaturas del material compuesto en la aplicación al utilizar boro silicatos [72],  $\text{B}_2\text{O}_3$  [31],  $\text{MoO}_3$ ,  $\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{TiO}_2$  [5],  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [44], y algunos óxidos complejos como  $(\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5})\text{Fe}_2\text{O}_4$  [73],  $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-V}_2\text{O}_5$ , entre otros [5]. Lo que en algunos casos son necesarias temperaturas demasiado elevadas de síntesis [44]. Propiedad que actualmente no es necesaria en la aplicación de estos materiales, ya que las bobinas que se han desarrollado no superan los  $100^\circ\text{C}$  en su superficie debido al enfriamiento y diseño de las mismas.

#### ***4.3.2. Propiedades magnéticas del material compuesto***

En el caso de las propiedades magnéticas para los compuestos, de estas solo se realizaron de manera selectiva muestras con las condiciones base de los polvos a tres diferentes cargas de compactación y en las condiciones extremas de compactación a 9 toneladas, para la mezcla sin molienda, 4 y 10 horas de molienda. Esto debido a la complicación con el funcionamiento del equipo en el caso de

sólidos concentrados de materiales ferromagnéticos y por su alta sensibilidad, más utilizado en el estudio de materiales con baja concentración de elementos que presenten alguno de los tipos de magnetismo. Para el caso del sistema sin molienda (M0) como se muestra en la figura 4.33, el cambio en magnetización de los polvos sin el polímero y sin ser consolidado de  $32.8 \text{ Am}^2/\text{kg}$ , con respecto al material compuesto es de entre tres y cuatro veces en magnitud al ser compactado, también se presenta el cambio entre los diferentes compactos a distintas cargas de compactación con una magnetización máxima para el caso de ser compactado a 9 toneladas de  $106.7 \text{ Am}^2/\text{kg}$ .

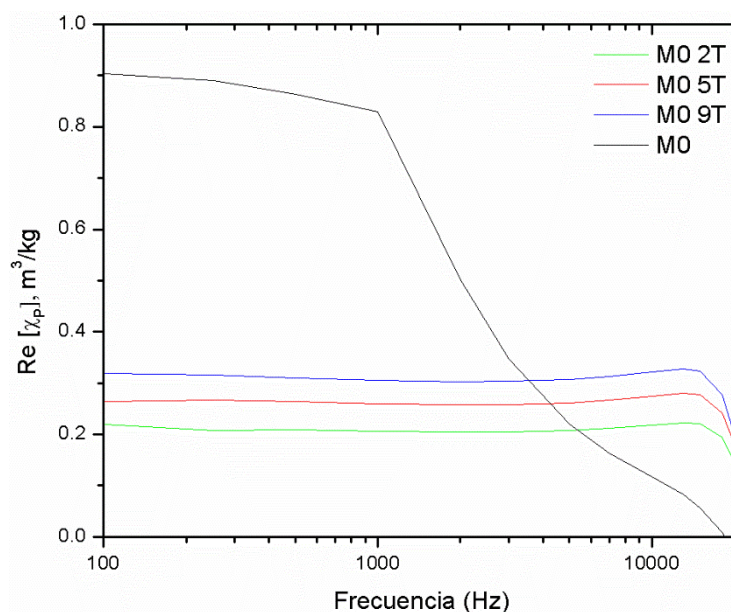


**Figura 4.33.** Curvas de histéresis; comparativa de la mezcla sin molienda M0, a 2, 5 y 9 toneladas de compactación.

En lo que respecta a la susceptibilidad magnética, esta disminuye con el compactado en magnitud como se observa en la figura 4.34. Para todos los sistemas la magnitud de susceptibilidad disminuye ya que las partículas se encuentran concentradas y no reaccionan ante el campo magnético de manera individual como un grupo de partículas separadas, con mayor facilidad a moverse.

Al comparar solo los sistemas compactos se observa que la susceptibilidad aumenta con respecto a la carga de manera lineal, debido a que las partículas se encuentran más juntas cuanto mayor sea la carga. Un punto importante a destacar es que para los sistemas compactos esta susceptibilidad es constante ahora hasta los 15 kHz, a diferencia del sistema de polvos en el cual la sensibilidad

baja a partir de los 1000 Hz. La resina en este caso no influye en dicha propiedad ya que esta no interactúa con el campo magnético aplicado.



**Figura 4.34.** Curvas de susceptibilidad magnética de la mezcla de polvos sin molienda M0 y de los materiales compuestos a 2, 5 y 9 ton de compactación.

En cuanto a las propiedades de remanencia, coercitividad, permeabilidad y las arriba mencionadas, se presentan de modo comparativo y en valores obtenidos en la tabla 4.4 de los materiales compuestos y en relación a la mezcla de polvos sin molienda.

**Tabla 4.4.** Propiedades magnéticas de los polvos antes y después de la molienda.

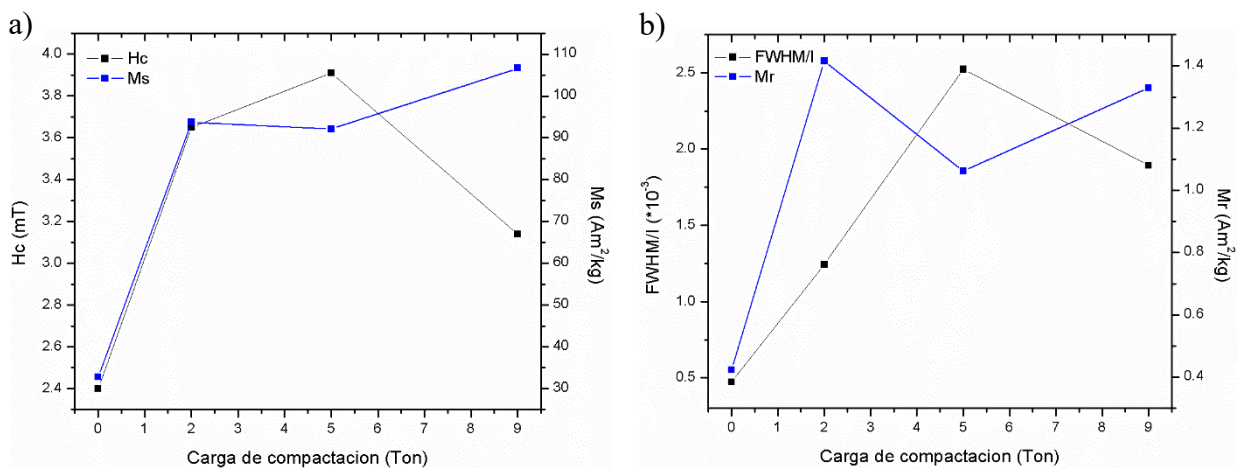
Compuesto	Magnetización (Am <sup>2</sup> /kg)	Remanencia (Am <sup>2</sup> /kg)	Coercitividad (mT)	Permeabilidad (μ)	Susceptibilidad X <sub>p</sub> [Re] (m <sup>3</sup> /kg)
<b>M0</b>	32.804	0.42	2.42	0.0148	0.9028
<b>M0 2T</b>	93.788	1.41	3.65	0.3842	0.2191
<b>M0 5T</b>	92.143	1.06	3.91	0.3155	0.2633
<b>M0 9T</b>	106.698	1.33	3.14	0.3921	0.3191

En el caso de la remanencia, es mayor para todos los casos del material compuesto, con cambios con respecto a la carga utilizada, este valor representa dónde el ciclo de histéresis pasa por el eje cuando el campo es H = 0 (ver figura 4.35). Dicho cambio tampoco se presenta de manera lineal

ya que se obtiene una remanencia mayor a 2 toneladas y baja a 5 toneladas, pero se puede observar el cambio con respecto al aumento de tensión y puede ser correlacionado.

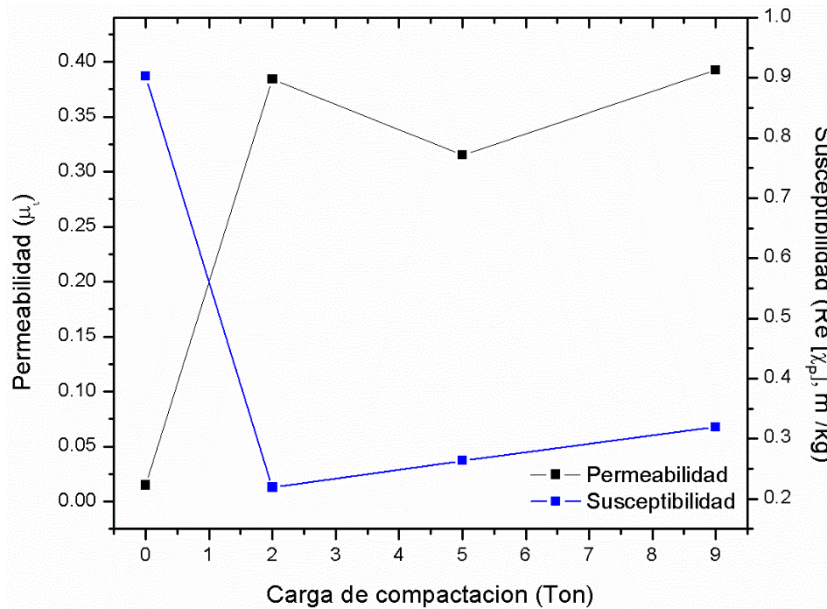
La magnetización por otra parte tiene una correlación más directa con la deformación generada por la compactación (FWHM/I), del sistema inicial al compactado a dos toneladas, ya que influyen otros factores que contribuyen al cambio de esta propiedad.

Por otro lado, la coercitividad aumenta con la compactación, pero en este caso en menor proporción que con la molienda, de esta manera la deformación a causa del compactado es menos perjudicial para dicha propiedad. En este caso la coercitividad sí se relaciona con la tensión en la red ya que las partículas ahora se encuentran en contacto como un sólido, el cual se deforma en su totalidad, y la disminución a 9 toneladas es debida a un reajuste en acomodo de las partículas y la baja porosidad.



**Figura 4.35.** Comparativa de propiedades magnéticas y tensión en la red de los compactos del sistema M0; a) Magnetización contra coercitividad; b) Tensión en la red contra remanencia.

En la figura 4.36 el cambio en permeabilidad tiene la misma tendencia que la magnetización ya que es directamente proporcional a esta. La permeabilidad en este caso también se relaciona directamente con la acumulación de tensión en la red, solo del estado inicial hasta que se forma el compacto a 2 toneladas, ya que aquí influyen cambios de tamaño de partícula que no pueden ser observados con precisión. En el caso de la susceptibilidad magnética de los compactos esta aumenta por la cercanía de las partículas a altas cargas, incrementando su sensibilidad como material consolidado y que las partículas en conjunto ahora contribuyen para dicha propiedad.



**Figura 4.36.** Comparativa de la permeabilidad magnética contra la susceptibilidad de los polvos sin molienda M0 y de los compactos del sistema a 2, 5 y 9 toneladas.

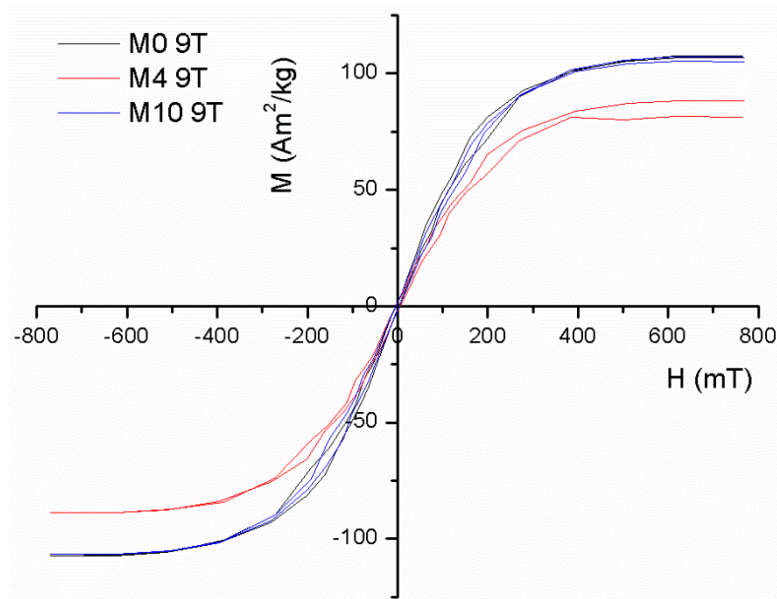
Dicho aumento de magnetización y permeabilidad no se presentan de manera lineal, visto en la tabla 2.1 de la revisión de Shokrollahi H. y Janghorban K. [2], que denota que con el incremento de la presión de compactación tanto la permeabilidad, la magnetización y la coercitividad se acrecientan, sin un rango establecido. Lo que debe considerar un rango para cada sistema en particular ya que de manera arbitraria no debe ser considerado como un efecto real. Ya que en algunos casos como en el trabajo de W. Xu y col. [30], para un sistema Fe-Si-Ni la magnetización disminuye con el aumento de la presión y se atribuye a la acumulación de defectos, sin considerar el cambio en el tamaño de partícula o la redistribución de las partículas durante el compactado, concluyendo arbitrariamente al no considerarse como trabajado en frío, en el cual al disminuir el tamaño de partícula por el exceso de presión se disminuye la saturación de magnetización.

Para el caso de la permeabilidad se ha visto en el trabajo de J. Li y col. [43], que al alcanzar cierto grado de compactación dicha propiedad disminuye, debido a que las partículas se reajustan debido a la acumulación de tensión y por ende las partículas fracturan, disminuyendo su tamaño sin una linealidad al tomar un rango corto. En el caso de grandes rangos de presión como en el caso de N. Ortiz y col. [9], las tendencias desaparecen, obteniéndose valores sin una relación aparente, debido a la cantidad de fenómenos que suceden al momento de formar el compacto, como disminución de tamaño de partícula, reajuste, o acumulación de partículas de la misma especie, entre otros.

Por tal motivo, los resultados obtenidos mediante molienda y de los compactos, el parámetro “presión de compactación”, se encuentra mal aplicado a partir de la revisión antes mencionada. Ya que, al profundizar a un concepto más básico, este debería ser aplicado como “trabajado en frío”, como fenómeno que gobierna ambas etapas del proceso utilizado en este trabajo, el cual, si puede ser medido y controlado, así como ajustado con respecto al sistema estudiado. Esto al poseer un rango aplicable y un límite al momento de que las partículas comienzan a reducir su tamaño o reacomodarse debido al exceso de deformación. Esto facilitaría el estudio de distintos sistemas en los cuales pueden aumentarse ciertas propiedades magnéticas y con esto encontrar las tendencias con respecto a la deformación obtenida por la acumulación de tensión debida al trabajado en frío. Ya que en la mayoría de estos trabajos se atribuyen el aumento o disminución de alguna propiedad a la acumulación de defectos, sin explicar más a fondo, como es que esos defectos se relacionan con la propiedad estudiada, como se hace en el presente trabajo con la propuesta de la figura 4.29.

Por otro lado, al utilizar los distintos tipos de molienda a una misma carga, en el caso de 9 toneladas como extremo de carga, también existen cambios. Pero sería más complicado predecir la atribución de este cambio en propiedad solo con ver la microestructura o en el caso de la tensión en la red. En la figura 4.37 se observa que, al utilizar la mezcla con 4 horas de molienda, al utilizar la misma carga de compactación la magnetización disminuye, esto parece contradictorio al saber que como se ve en la figura 4.26 este sistema es el de mayor magnetización.

Esto quiere decir que no se puede rescatar la magnetización obtenida por la molienda ya que al compactar las partículas se reajustan y cambian su tamaño por la adición de tensión a causa del compactado. El trabajado en frío obtenido en ambos pasos, evita que para el compacto sean útiles sistemas previamente deformados de buenas propiedades magnéticas, como si estos se trataran de sistemas completamente diferentes. Entonces por tal motivo el sistema M0 9T y el M10 9T presentan propiedades similares ya que las contribuciones de deformación y reajuste en las partículas tiende a ser el mismo. Las propiedades del sistema M4 9T tenderían a ser diferentes si al consolidarlo como un material sólido, no hay intervención de fuerzas externas que aumenten la deformación previamente obtenida por la molienda.



**Figura 4.37.** Curvas de histéresis; comparativa de 9 toneladas de compactación, de la mezcla sin molienda, 4 y 10 horas de molienda.

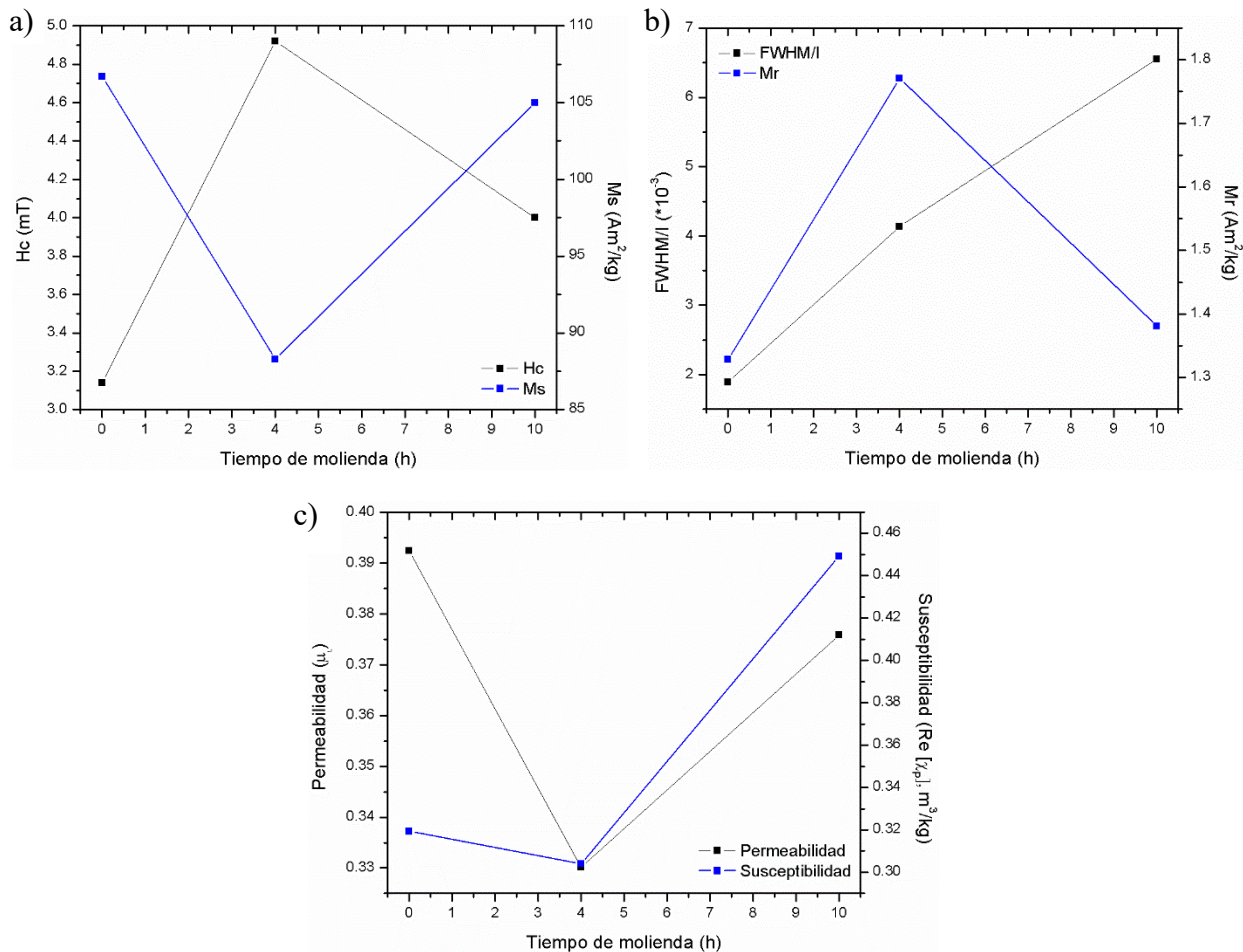
En este caso al utilizar un mismo tipo de carga, no se notan cambios relevantes en la pendiente de los ciclos de histéresis o en la remanencia, solo en el caso de la coercitividad, esto se debe a las dos contribuciones, tanto de la deformación por la molienda, como la deformación con el compacto, no en forma que estas sean sumadas, si no como complementarias. Estos valores se aprecian en la tabla 4.5, además de la permeabilidad, magnetización y susceptibilidad de los tres sistemas.

**Tabla 4.5.** Propiedades magnéticas de los polvos antes y después de la molienda.

Compuesto	Magnetización (Am <sup>2</sup> /kg)	Remanencia (Am <sup>2</sup> /kg)	Coercitividad (mT)	Permeabilidad (μ)	Susceptibilidad χ <sub>p</sub> [Re] (m <sup>3</sup> /kg)
<b>M0 9T</b>	106.698	1.33	3.14	0.3921	0.3191
<b>M4 9T</b>	88.290	1.77	4.92	0.3301	0.3044
<b>M10 9T</b>	105.002	1.38	4.01	0.3763	0.4492

De manera gráfica las comparativas de estas propiedades con la tensión en la red se muestran en la figura 4.38. En el caso de la magnetización, permeabilidad, remanencia y coercitividad no presentan una relación directa por la cantidad de datos entre dichas propiedades ya que las contribuciones de deformación y reajuste de partículas intervienen en las propiedades finales del compuesto. La susceptibilidad por otro lado, tiene el mismo comportamiento que en los

compuestos de un solo sistema de molienda, aumentando en cuanto existan menos obstáculos en las partículas que influyan en la sensibilidad ante el campo magnético.



**Figura 4.38.** Comparativa de propiedades magnéticas y tensión en la red de los compactos a 9 toneladas de compactación, sin molienda, a 4 y 10 horas de molienda; a) Magnetización contra coercitividad; b) Tensión en la red contra remanencia; c) Permeabilidad contra susceptibilidad.

En relación con otros sistemas investigados, como por ejemplo el sistema MnZn/FeSiAl estudiado por J. Li y col. [43], cuya magnetización es de  $\sim 70$  Am<sup>2</sup>/kg, los sistemas desarrollados en el presente trabajo poseen una mayor magnetización de saturación a pesar de que en el trabajo antes mencionado se utilizan más pasos en el proceso de fabricación como el uso de tratamientos térmicos. Cabe mencionar que tienden estos compuestos a tener menor magnetización que sistemas como el Fe-Si con matriz híbrida de 200 Am<sup>2</sup>/kg [70], el Fe con matriz de ZrO<sub>2</sub> de  $\sim 200$  Am<sup>2</sup>/kg[32], o el FeSiAl/SiO<sub>2</sub> de  $\sim 130$  Am<sup>2</sup>/kg [33], cuyo proceso es completo con un tratamiento

térmico de por medio, dando como ventaja para los compuestos estudiados en este trabajo, que se ha reducido su proceso de fabricación, al no utilizar un tratamiento térmico en su fabricación.

En la aplicación como material compuesto se sabe que se considera alta frecuencia de trabajo arriba de los 400 Hz [2], aunque en algunos casos en la industria esta es arriba de los 10 kHz, en el caso la denominada por la empresa Fluxtrol®, tomados como ejemplos para este trabajo al ser para aplicaciones de este tipo de compuestos. En ambos casos el material obtenido es aplicable para altas y bajas frecuencias debido a los resultados obtenidos de la susceptibilidad magnética, como frecuencia máxima de 15 kHz, obteniendo compuestos con un rango aplicable alto, incluso mayor que sistemas a base de Fe, con recubrimiento de Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> estudiados por K.J. Sunday y col. [4], que aunque considerado para frecuencias altas, dicho sistema es susceptible solo hasta los 1000 Hz.

#### 4.4. Permeabilidad magnética a partir de impedancias

Los resultados obtenidos del analizador de impedancias Solartron fueron analizados y se relacionaron con las dimensiones de los materiales utilizados, y a partir de la ecuación (23) se obtiene:

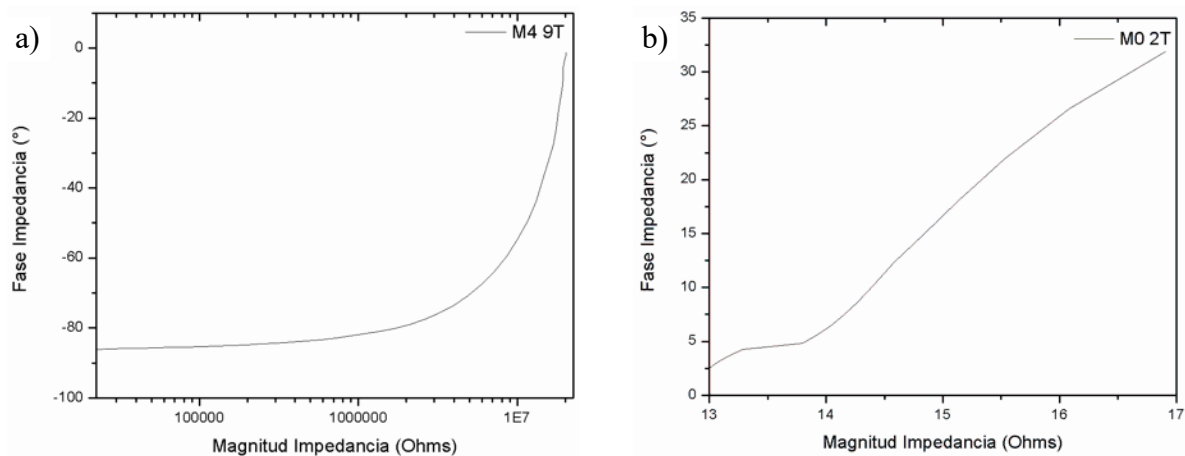
$$e = \frac{C \cdot d}{A} \quad (29)$$

Donde  $e$  es la permitividad,  $C$  la capacitancia,  $d$  es el espesor del material estudiado y  $A$  el área en el que se realiza el estudio. A partir de esto, y en base a la ecuación (18), considerando que  $e$  y  $\epsilon$ , son el mismo término y  $Z$  la impedancia, pero con diferente simbología, se obtiene la ecuación siguiente que representa la permeabilidad magnética  $\mu$  del material analizado.

$$\mu = Z^2 \epsilon \quad (30)$$

Sin embargo, para que los datos sean tomados como reales, el material debe poseer una elevada resistividad eléctrica, de lo contrario los datos se obtienen dispersos. Al graficar los datos de la magnitud de impedancia en Ohms y de la fase en grados, se debe de generar una curva, ya que de dicha curva se obtiene la impedancia real del material. Al generarse un corto circuito los datos no registran esta curva, lo que es posible notar en la baja resistencia del material analizado. En este caso de los 30 materiales compuestos analizados solo uno cumplió con la resistencia eléctrica necesaria para el estudio, se trata del sistema a 4 horas de molienda y compactado a 9 toneladas de

carga (M4 9T). En todos los demás casos la resistencia eléctrica no se cumplió, registrando datos dispersos generando las dos diferentes tipos de gráficas de la figura 4.39.

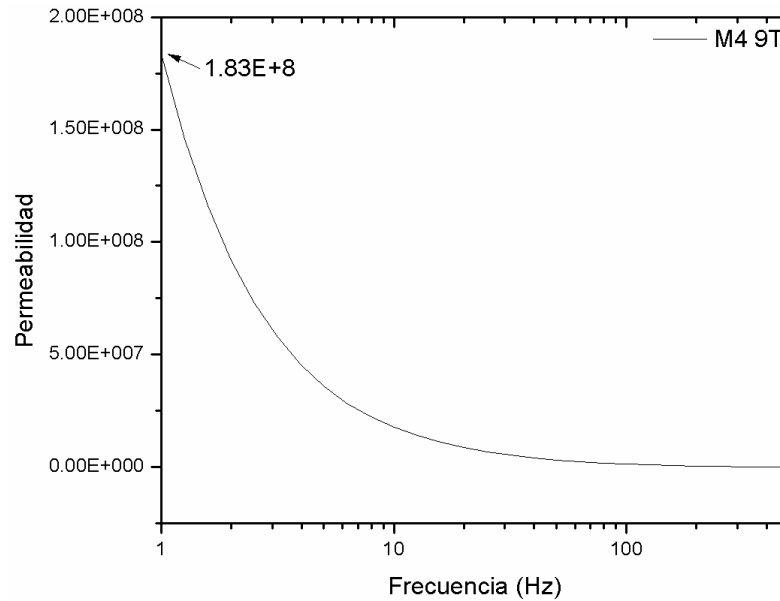


**Figura 4.39.** Gráficas de impedancia fase contra su magnitud (Ohms) a) material con alta resistencia eléctrica; b) material con baja resistencia eléctrica.

El modelo utilizado, con los datos del equipo no es del todo aplicable para este tipo de materiales, ya que no en todos los casos se va a tener que la matriz de resina epóxica recubra todas las partículas, aunque también interfieren otros factores, como el tamaño de partícula y el grado de deformación logrado en todos los casos. En general todas las muestras, al analizar su resistencia eléctrica se encuentra por debajo de los 60 Ohms, y por debajo de los  $0.837 \Omega\text{m}$  en resistividad, medida a una frecuencia de 10 Hz.

Para utilizar este tipo de equipos, el material debe de tener una resistividad similar a la de un material dieléctrico, el cual se encuentra entre los  $10^8$  y  $10^{18} \Omega\text{m}$ . En el caso de la resina epóxica utilizada su resistividad es de  $10^{14} \Omega\text{m}$ .

En base a lo anterior entonces del material M4 9T se puede obtener la curva de permeabilidad magnética con respecto a la frecuencia, en términos reales, por su elevada resistencia y resistividad, las cuales se obtuvieron de  $1.95 \times 10^7$  Ohms y  $3.430 \times 10^5 \Omega\text{-m}$ , respectivamente a 10 Hz, propiedades suficientemente altas para ser considerado como términos reales para este estudio. En la figura 4.40 se observa la permeabilidad magnética obtenida del sistema M4 9T con respecto a la frecuencia obtenida mediante este análisis.



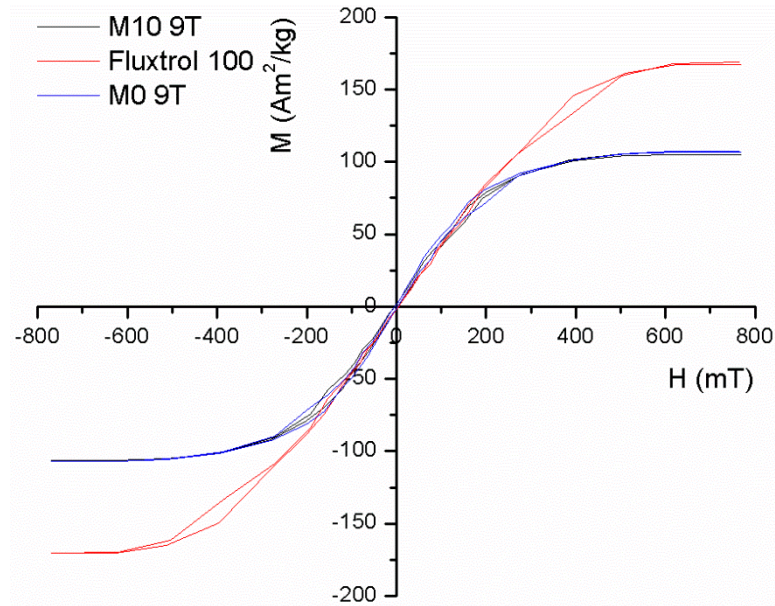
**Figura 4.40.** Permeabilidad magnética con respecto a la frecuencia, obtenida a partir de impedancias (muestra M4 9T).

Es importante resaltar que este método no se ha utilizado con anterioridad, siendo un método emergente en el presente trabajo, por tal motivo necesita ser estudiado a más profundidad, en tanto a los fenómenos que interfieren en el aumento de dicha resistividad, como la homogeneidad de la matriz polimérica en este tipo de materiales, ya que solo una de las 30 muestras se logró analizar mediante esta técnica.

#### 4.5. Comparativa con materiales utilizados actualmente en el mercado

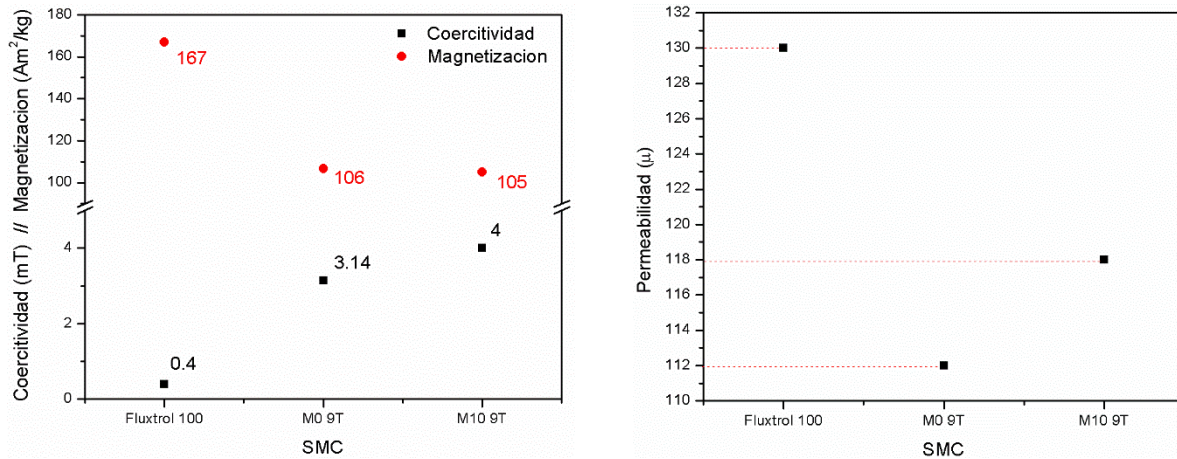
Se realizó la comparativa con materiales utilizados en el área metalúrgica de tratamientos térmicos proporcionado por una empresa de fabricación de piezas del área automotriz. El material de venta comercial Fluxtrol®, fue caracterizado magnéticamente mediante los mismos equipos utilizados para caracterizar los materiales compuestos en este estudio. Para la comparativa se utilizaron los sistemas de mejores propiedades magnéticas M0 9T y M10 9T. En la figura 4.41 se muestran las curvas de histéresis del material Fluxtrol 100® y de los materiales compuestos desarrollados en esta investigación. Cabe mencionar que el material Fluxtrol 100® fue caracterizado mediante MEB, sin embargo, por la dificultad que presenta su preparación no se logró obtener un tamaño de partícula preciso del mismo. Otro aspecto importante de este material, es que está conformado por partículas de hierro de alta pureza, sin ningún refuerzo o matriz. En la figura se observa que la

magnetización para el Fluxtrol 100® posee una magnetización de 167 Am<sup>2</sup>/kg, mayor que los sistemas M0 9T y M10 9T con magnetización de 106 y 105 Am<sup>2</sup>/kg, respectivamente. Esta diferencia se atribuye a la diferencia en el tamaño de partícula el cual es mucho mayor para el caso del Fluxtrol 100®, con respecto a los sistemas estudiados. Esta diferencia en magnetización también es atribuida al tratamiento térmico que se les aplica a estos materiales para liberar al material de esfuerzos debidos a la compactación.



**Figura 4.41.** Curvas de histéresis; comparativa los sistemas M10 9T, M0 9T y Fluxtrol 100®.

La coercitividad y permeabilidad magnética en comparación con este tipo de materiales se muestran en la figura 4.42. En la sección a) se observa el cambio en coercitividad con respecto del material que es comercializado, esta diferencia es debida a que, al realizarle tratamiento térmico, el material es liberado de esfuerzos debidos a la compactación lo que quita por completo los impedimentos a los cambios de orientación de los dominios magnéticos al ser magnetizado. En la sección b) se muestra el cambio en cuanto a permeabilidad magnética de los sistemas estudiados, mostrando una diferencia significativa para el Fluxtrol 100®, esta propiedad también está relacionada con el tamaño de dominio magnético, por lo que el material comercializado supera a los sistemas M0 9T y M10 9T.

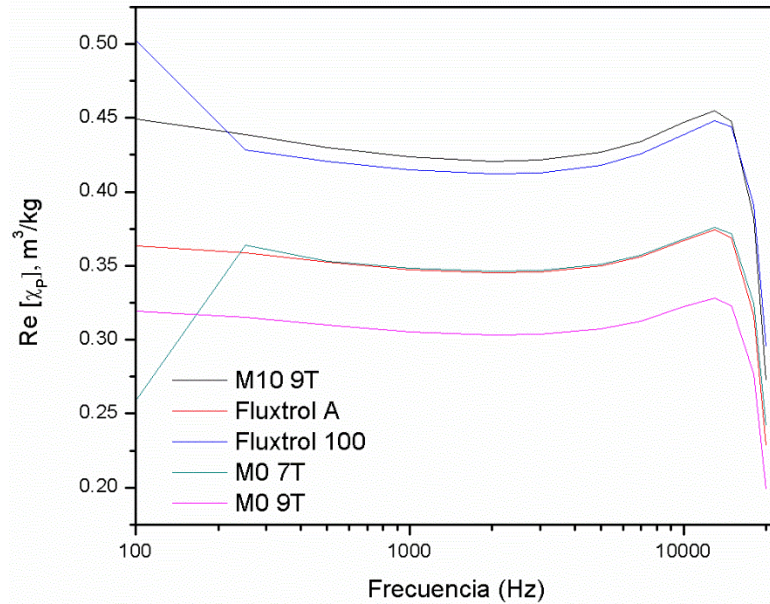


**Figura 4.42.** Comparativa de propiedades magnéticas de los sistemas M0 9T, M10 9T y Fluxtrol 100®; a) Magnetización y coercitividad; b) Permeabilidad magnética.

La permeabilidad magnética mostrada anteriormente fue medida mediante la pendiente de la curva de magnetización para los tres materiales, pero correlacionándola con la permeabilidad reportada por el proveedor en la hoja técnica del material. Por otro lado, la susceptibilidad magnética presenta comportamientos similares en cuanto a frecuencia de trabajo y magnitud en algunos casos en relación con los materiales compuestos desarrollados en el presente trabajo.

En la figura 4.43 se muestra el comportamiento de los sistemas M10 9T, M0 7T, M0 9T, Fluxtrol 100® y Fluxtrol A®. Para todos los sistemas analizados se encontró que la frecuencia de trabajo óptima es por debajo de los 15 kHz, y en magnitud el sistema M10 9T se asemeja al Fluxtrol 100®. También se encontró una similitud entre el Fluxtrol A® y el sistema M0 7T. Esta propiedad tiene que ver con las bobinas o los dispositivos en los cuales se utilizan estos concentradores magnéticos, haciendo competitivos los sistemas desarrollados en este trabajo, con los materiales Fluxtrol® utilizados actualmente en el área de tratamientos térmicos, en cuanto a la frecuencia de trabajo a la que son sometidos estos materiales hasta los 15 kHz.

Se puede concluir de este modo que el material M10 9T, es apto para dichas aplicaciones en cuanto a susceptibilidad, aunque la magnetización y permeabilidad no sean competencia para el material Fluxtrol 100®. Es de destacar que el sistema M10 9T posee matriz polimérica que le da resistencia mecánica y propiedades eléctricas diferentes al Fluxtrol 100®, sin necesidad de un tratamiento térmico que en este caso influye en gran medida los costos de producción de estos materiales para su comercialización.



**Figura 4.43.** Comparativa de susceptibilidad magnética de los sistemas M0 9T, M10 9T y Fluxtrol 100®.

#### 4.6. Isotropía ferromagnética tridimensional

Los datos obtenidos de las magnetizaciones del modo C, que contempla los ejes +x, -x, +y, -y, +z y -z con direcciones en grados de 0/0, 180/0, 90/0, 270/0, 0/90 y 0/-90 respectivamente, se obtuvieron los valores  $k_{\text{máximo}}$ ,  $k_{\text{intermedio}}$  y  $k_{\text{mínimo}}$ , correspondientes al tensor de anisotropía magnética, mostrados en la tabla 4.6.

**Tabla 4.6.** Valores experimentales del tensor  $k_{\text{máximo}}$ ,  $k_{\text{intermedio}}$  y  $k_{\text{mínimo}}$  de los materiales compuestos.

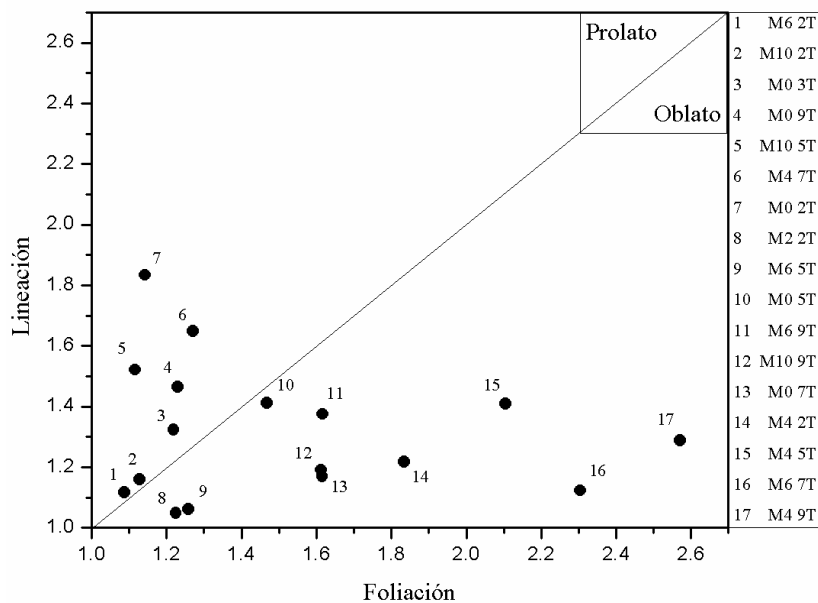
		Carga de compactación (T)														
		2			3			5			7			9		
		$k_{\text{max}}$	$k_{\text{int}}$	$k_{\text{min}}$	$k_{\text{max}}$	$k_{\text{int}}$	$k_{\text{min}}$	$k_{\text{max}}$	$k_{\text{int}}$	$k_{\text{min}}$	$k_{\text{max}}$	$k_{\text{int}}$	$k_{\text{min}}$	$k_{\text{max}}$	$k_{\text{int}}$	$k_{\text{min}}$
Tiempo de molienda	0	1.484	0.809	0.708	1.263	0.954	0.783	1.369	0.970	0.661	1.258	1.076	0.666	1.341	0.915	0.744
	2	1.098	1.047	0.855	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	4	1.322	1.086	0.592	-	-	-	1.466	1.040	0.494	1.440	0.873	0.687	1.444	1.121	0.436
	6	1.104	0.988	0.908	-	-	-	1.115	1.050	0.834	1.318	1.173	0.509	1.378	1.002	0.620
	8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	10	1.143	0.985	0.873	-	-	-	1.336	0.878	0.787	-	-	-	1.271	1.067	0.662

Los datos obtenidos fueron tratados de acuerdo a la sección 2.1.12 del presente trabajo, obteniendo los valores  $L$  de lineación y  $F$  de foliación para representar su anisotropía de forma del elipsoide correspondiente a su tensor de acuerdo al diagrama de Flinn con su origen en 1 [29]. Esto debido a que dichos valores obtenidos son mayores a 1. Estos valores se obtuvieron a partir de las siguientes ecuaciones:

$$L = k_1 / k_2 \quad (31)$$

$$F = k_2 / k_3 \quad (32)$$

Donde  $k_1$ ,  $k_2$  y  $k_3$ , son las  $k$  máxima, intermedia y mínima, respectivamente. A partir de los datos obtenidos se desarrolló el diagrama de Flinn de los materiales compuestos, como se observa en la figura 4.44. Dicho método no ha sido utilizado en la literatura en materiales, por lo que se propone este modelo de medición de anisotropía magnética en el área de los materiales compuestos magnéticos blandos. Los resultados obtenidos no marcan tendencias con respecto a las condiciones de molienda y compactación, resultando en un comportamiento triaxial en todos los casos, predominando en algunos casos la forma prolata que la oblata y viceversa, lo que indica que el cambio en morfología de las partículas es independiente a los dominios magnéticos.



**Figura 4.44.** Diagrama de Flinn de los materiales compuestos en diferentes condiciones de molienda y compactación.

En el trabajo realizado por Y.G. Guo y colaboradores [45], se midió la isotropía ferromagnética de los materiales compuestos magnéticos blandos, cuyo resultado fue que dicho material era completamente isotrópico a pesar de que en magnetización, permeabilidad y coercitividad los valores eran diferentes en las direcciones  $x$ ,  $y$  y  $z$ . Atribuyendo que esto era debido a el proceso de fabricación de la muestra, a pesar que el material SOMALLOY™ 500, tiene un proceso bien definido, mostrado en la figura 2.12, en el cual con el tratamiento térmico el material se libera de esfuerzos a lo que atribuyen H. Shokrollahi y K. Janghorban [2], estos materiales presentan isotropía ferromagnética tridimensional. Dicha afirmación no es del todo cierta, ya que los dominios magnéticos cambian en morfología, con respecto al proceso de deformación de las partículas, no solo en el prensado, lo que no garantiza que con el tratamiento térmico los dominios magnéticos cambien a la par de las partículas o el tamaño de partícula, como se ha observado en otros trabajos de H. Shokrollahi y col [7].

A raíz de esto, investigadores como K. Jo Sunday [4], K. Geng [32], X. Fan [33] y B.V. Neamtu [70], entre otros, citan la revisión de H. Shokrollahi afirmando que este tipo de materiales son isotrópicos en cuanto a su ferromagnetismo, sin considerar importante la medición de dicha propiedad. En cuyos trabajos por las condiciones utilizadas, estos materiales pueden llegar a presentar anisotropía ferromagnética, lo que ocasiona que, al producirlos sus propiedades sean distintas las diferentes direcciones y en funcionamiento, no se aprovechen del todo sus propiedades como concentradores de energía magnética. Cabe mencionar que en las mediciones de los valores  $k$  en el tensor de anisotropía, los valores más altos se presentaron en la dirección de  $k_1$  (máximo), lo que representa un aumento en alguna de las direcciones de magnetización, lo que estaría relacionado con el acomodo y direccionamiento de las partículas al formar el compacto, lo que en este caso representa su dirección óptima de aplicación. Por tal motivo, se propone el amplio uso de esta técnica para la caracterización de este tipo de materiales, para encontrar las condiciones óptimas de isotropía ferromagnética tridimensional, para su aplicación como concentradores de energía magnética.

#### 4.7. Propiedades eléctricas del material compuesto

El resultado obtenido de la caracterización de la resistividad eléctrica de los materiales compuestos del presente trabajo se realizó mediante el analizador de impedancia de precisión, tomando como frecuencia constante 10 Hz, con las dimensiones y área de las muestras estudiadas. En la tabla 4.7 se muestran las diferentes resistividades obtenidas.

**Tabla 4.7.** Resistividades de los materiales compuestos en diferentes condiciones de molienda y compactación.

Resistividad ( $\Omega \cdot m$ ) $\times 10^3$	Carga de compactación (Ton)					
	2	3	5	7	9	
Tiempo de molienda (h)	0	152.94	-	48.96	245.88	87.16
	2	143.21	806.65	37.87	113.28	58.53
	4	195.25	783.44	53.16	194.65	-
	6	199.19	325.02	207.51	245.37	371.80
	8	473.31	274.28	105.78	63.17	-
	10	221.31	223.37	246.66	116.06	38.79

Los valores de las muestras M0 3T, M4 9T y M8 9T, tienen una de entre 3 y 6 órdenes de magnitud mayor, debido a que la distribución entre matriz partícula es mucho mayor. De manera general, no se observan tendencias en cuanto a la resistividad de los compuestos, debido a que ocurren bastantes fenómenos que dificultan su correlación con sus propiedades, como la disminución de tamaño de partícula, la redistribución de partículas y la agrupación de estas dentro del material compuesto, por lo que no se pueden atribuir a un solo fenómeno. Lo que sí se destaca es el aumento de dicha propiedad con respecto a la deformación obtenida mediante la molienda mecánica debido a la acumulación de defectos, lo que impide el movimiento de electrones a través de los compuestos.

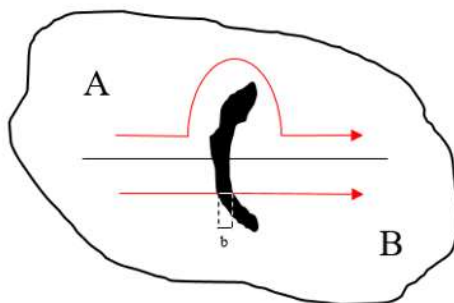
#### 4.8. Discusión general de resultados

Se obtuvo una mezcla homogénea de los polvos metálicos mediante la molienda mecánica de baja energía de acuerdo a lo esperado por las condiciones utilizadas para dicho proceso. De este modo, bajo las condiciones utilizadas, no se detectó aleado entre los elementos utilizados, y el porcentaje de oxidación del sistema es menor al 1%. Por lo cual, el cambio en las propiedades magnéticas solo está relacionado con la acumulación de defectos y tensión en la red de las partículas metálicas.

El cambio en la morfología de las partículas de tipo hojuela se ha explicado con anterioridad, en modelos realizados para la molienda mecánica y esto es debido a la acumulación de impactos en una sola dirección [51], la fuerza centrífuga y el efecto Coriolis entre el vial y los medios de molienda.

Se encontró un aumento en la magnetización mayor al 70%, un aumento similar, pero menor en magnitud se ha visto en otros trabajos cuando se buscan otras condiciones del sistema, como en el caso cuando se quieren obtener partículas amorfas o nanométricas [38]. Lo cual ha sido poco estudiado, por no decir que en este tipo de trabajos no se enfocan en rescatar u observar a que se debe este cambio a bajos tiempos de molienda, solo obteniendo el sistema final esperado y continuando con su enfoque. Sin embargo, esto sí ha sido utilizado en aleaciones magnéticas duras, en los cuales utilizan molienda mecánica para aumentar la magnetización y coercitividad del sistema [68]. Cabe mencionar que también aumentan la permeabilidad y la remanencia, con la misma tendencia que la acumulación de tensión en la red de las partículas, debido a que están relacionadas las tres propiedades con el tamaño del dominio magnético. En el caso de la coercitividad, esta aumenta con el aumento de defectos, ya que representan obstáculos para el movimiento de los dominios magnéticos durante la magnetización [69].

En la mayoría de la literatura no se encuentra una relación directa de como los defectos interactúan con los dominios magnéticos en una partícula magnetizada, solo si se encuentran cambios en la magnetización o saturación máxima, esto es atribuido a dichos defectos. Por lo que es necesario un modelo gráfico de como dichos defectos afectan dicha propiedad, para retroalimentar la información referente en la literatura. En la figura 4.45, se muestra en la sección A, como los defectos macroscópicos hacen que la línea de flujo del dominio magnético se vuelva curva al toparse con un defecto, esto se ha visto en ensayos no destructivos, tanto en partículas magnéticas y en corrientes de Eddy, para defectos perpendiculares a la línea de flujo magnético. En base a lo anterior se plantea la sección B de la figura 4.45, donde se muestra un defecto de tipo dislocación perpendicular a la línea de flujo magnético el cual, por tener una distancia de  $b$ , el vector de Burgers, dicha dislocación como espacio sin masa, funciona como conexión para que el dominio magnético sea continuo. De esta manera se explica el aumento de la magnetización mayor al 70% para el sistema estudiado. En el caso de que la dislocación sea paralela a la línea de flujo magnético, dicho flujo se curva para esquivar dicho defecto, ya que la distancia en este caso será mayor.



**Figura 4.45.** Modelo gráfico de la interacción entre las líneas de flujo magnético y una dislocación.

Este modelo gráfico no solo es aplicable para el estudio de estos compuestos, sino también en el estudio de partículas ferromagnéticas blandas con otras aplicaciones, donde se puede obtener un aumento de dichas propiedades con el aumento de defectos y tensión en las partículas.

En cuanto a los materiales compuestos magnéticos blandos, estos fueron obtenidos satisfactoriamente en las distintas condiciones de molienda y compactación. En el caso de todas las muestras los mapeos de carbono muestran que la matriz se distribuye homogéneamente en todo el compuesto. Por otro lado, no se puede obtener un dato preciso del tamaño de partícula, debido a que, dentro del material compuesto durante la compactación, las partículas de níquel y cobalto se encuentran sobre las partículas de hierro y su tamaño dependen también de la dirección de orientación del material compuesto durante el análisis. De modo que, al realizar un análisis de imágenes para obtener datos cuantitativos de tamaño de partícula, se obtendría un error elevado y no se podría relacionar adecuadamente con las propiedades magnéticas.

En el caso de los compuestos en los cuales se utilizaron sistemas de molienda, por la oxidación de las partículas de hierro, estos podrían considerarse como de matriz híbrida, orgánica e inorgánica, como se ha visto en otros trabajos [70], aunque su porcentaje de oxidación limita esta denominación a solo de matriz polimérica.

Se encontró que, en los compuestos obtenidos de los sistemas de polvos sin molienda, a diferentes cargas de compactación, las propiedades magnéticas aumentan del mismo modo a como se explica en la revisión de H. Shokrollahi y K. Janghorban [2], dicho aumento no es en la misma magnitud que lo obtenido de los sistemas de molienda. Sin embargo, se ha observado que ambos procesos

inducen deformación en frío en las partículas, y en ambos casos se obtiene una relación casi directa con respecto a la acumulación de defectos y deformación en la red, por lo cual se plantea una modificación de la tabla 2.1 [2], mostrada en la figura 4.8. En el caso de la obtenida de la revisión de H. Shokrollahi, la tabla representa en sus secciones: (I) Incremento en el tamaño de partícula; (II) adición de lubricantes; (III) adición de aglutinante; (IV) incrementando la presión de compactación; (V) tratamiento térmico. La sección (IV) se puede cambiar a considerarse como trabajado en frío, ya que modifica de la misma manera este tipo de compuestos, pero se puede adicionar que dicho trabajado en frío puede ser obtenido mediante el proceso de compactación y mediante la molienda mecánica.

**Tabla 4.8.** Dependencia de los parámetros de fabricación y procesos de fabricación de los materiales compuestos magnéticos blando, modificado.

	I	II	III	IV	V
<b>Permeabilidad</b>	↑	↓	↓	↑	↑
<b>Máxima densidad de flujo</b>	↑	↓	↓	↑	↑
<b>Coercitividad</b>	↑	-	-	↑	↓
<b>Resistividad</b>	↓	↑	↑	↓	↓
<b>Conductividad Térmica</b>	↑	↓	↓	↑	↑
<b>Resistencia</b>	↓	↓	↑	↑↓	↑

Es importante destacar que las propiedades magnéticas cambian al utilizar sistemas de molienda dentro del material compuesto, sin una recuperación del aumento obtenido de dichas propiedades, esto debido a que ahora se considera la sumatoria de deformación del proceso de molienda y del proceso de compactación, de lo cual no se encontró hasta el momento una manera de recuperar ese aumento en el material compuesto, aunque esto despierta un área de interés en el estudio de la recuperación de las propiedades obtenidas durante la molienda, dentro del material compuesto.

Al considerar que las propiedades cambian con respecto al trabajado en frío obtenido mediante molienda mecánica y el proceso de compactación, se destaca que dicho parámetro es mayormente controlable en molienda mecánica que durante el prensado. Esto debido a que las partículas durante el proceso de prensado se reorganizan y se redistribuyen, cambiando incluso su tamaño, lo cual es más difícil de controlar en este proceso, en comparación con la molienda mecánica.

El análisis de tensión en la red, es entonces aplicable para conocer de manera cualitativa la acumulación de defecto debidos a la deformación y tener una relación directa con el cambio en las propiedades magnéticas. Además de conocer el límite de acumulación de defectos y en qué punto las partículas comienzan a reducir su tamaño debido a la saturación de energía de deformación.

En cuanto a las propiedades eléctricas como la resistividad, se obtuvo que dicha resistividad aumenta con respecto al tiempo de molienda, debida a la misma acumulación de defectos con la que se relacionan las propiedades magnéticas. Pero en el caso de la compactación, no se encontró una relación o tendencia con respecto a dicho proceso, observado en otros trabajos [9]. Esto debido a que las partículas cambian su tamaño y se redistribuyen durante dicho proceso, y algunas de estas se encuentran en contacto. Es difícil cuantificas y observar si las partículas están completamente recubiertas por el polímero.

El estudio relacionado con la anisotropía ferromagnética revela que en todos los casos se presenta anisotropía, esto debido a que las partículas se encuentran deformadas y orientadas en la dirección de compactación. Aunado a esto se encontró en la literatura que el estudio realizado de anisotropía [45], a partir del cual en la revisión de H. Shokrollahi [2] se dice que este tipo de materiales compuestos son isotrópicos, los resultados obtenidos dicen lo contrario, en cuanto a magnetización, permeabilidad y pérdidas en el núcleo, atribuyéndolo al tipo de morfología de la muestra y sus características metalográficas. Sin embargo ese tipo de materiales llevan un proceso muy simple y discutido en la figura 2.12 de la revisión de K. Sunday [1], con el cual en teoría no debería de existir anisotropía ferromagnética. Este tipo de análisis entonces debería de aplicarse para comprobar que el material efectivamente posee isotropía ferromagnética y no afirmarlo arbitrariamente, ya que de ser anisotrópico, se deben de tomar algunas otras consideraciones de diseño, para su aplicación como concentradores de energía magnética. Esto debido a que, en los resultados obtenidos de dicho análisis, no se encuentran relaciones ni tendencias que relacionen alguno de los parámetros con el grado de anisotropía obtenido en los materiales compuestos.

En el caso de la susceptibilidad magnética los materiales compuestos obtenidos, presentan un comportamiento lineal hasta los 15 kHz, lo que, para aplicaciones industriales, la mayoría de las bobinas de alto rendimiento están por debajo de estas frecuencias, lo que los hace completamente aplicables para el calentamiento por inducción. Sobre todo, ya que se compararon con materiales utilizados en la industria como el Fluxtrol 100® y Fluxtrol A®, los cuales tienen el mismo

rendimiento hasta los 15 kHz, con la desventaja de la diferencia en magnetización, coercitividad y permeabilidad magnética, pero desarrollados mediante un proceso más sencillo y eficiente, ya que se ahorra la energía necesaria del tratamiento térmico que la mayoría de este tipo de compuestos necesita para su fabricación.

## CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

- Se obtuvo una mezcla homogénea de los polvos metálicos mediante la molienda mecánica de baja energía, observado mediante microscopía electrónica de barrido.
- Se obtuvieron materiales compuestos magnéticos blandos (SMC), mediante las distintas condiciones de compactación y molienda mecánica.
- En cuanto a las propiedades magnéticas de los polvos metálicos, la saturación magnética aumenta con respecto al incremento de deformación en la red, hasta el punto en el que el tamaño de partícula disminuye a causa de la saturación de tensión en las partículas, logrando un aumento de hasta el 78% en magnetización a 4 horas de molienda.
- La permeabilidad magnética y la remanencia presentan la misma tendencia de aumento con el aumento de tensión en la red de las partículas metálicas, del mismo modo que la magnetización, hasta que las partículas dejan de acumular deformación y estas comienzan a reducir su tamaño.
- La coercitividad en el caso de los sistemas de molienda aumenta conforme se incrementa la tensión en la red de manera lineal, ya que los defectos impiden el cambio de dirección de los dominios magnéticos.
- Se logró atribuir de manera directa las propiedades magnéticas de los polvos metálicos mediante el análisis de acumulación de tensión en la red utilizado para identificar la acumulación de tensión en las partículas.
- La saturación magnética cambia de los sistemas de molienda a los sistemas compactos, sin una recuperación de esta propiedad para el material compuesto.
- La coercitividad en cuanto al material compuesto no representa cambios lineales con respecto a la deformación, esto debido a el reacomodo de las partículas cuando la carga de compactación es elevada.
- El método utilizado en el análisis de anisotropía es aplicable en el área de materiales, representando una alternativa a los métodos encontrados en la literatura, para encontrar las condiciones óptimas de isotropía ferromagnética de los SMC, ya que el comportamiento de las partículas tiende a ser diferente que el de los dominios magnéticos.

- Los materiales compuestos presentan una resistividad eléctrica variante, sin tener una relación directa con la carga de compactación utilizada, sin embargo, en el caso de la molienda mecánica, esta resulta aumentar la resistividad eléctrica de los polvos metálicos.
- El material compuesto tiene propiedades lo suficientemente buenas para ser utilizado industrialmente a la frecuencia de trabajo de bobinas de hasta 15 kHz, desarrollado mediante un proceso de fabricación más sencillo y eficiente.

## **PLANTEAMIENTO DE TRABAJO A FUTURO.**

Los resultados obtenidos del presente trabajo abren un gran número de oportunidades para el desarrollo de otros proyectos relacionados con propiedades magnéticas. En el caso de la molienda mecánica se pueden plantear los siguientes:

- El estudio del efecto de la acumulación de defectos y tensión en la red en partículas ferromagnéticas suaves utilizadas en otras aplicaciones, con el aumento de la magnetización, permeabilidad y remanencia magnética.
- El estudio de sistemas de aleación con mayores propiedades magnéticas como las aleaciones Fe-Ni, y el efecto del aumento de tensión en la red y defectos, para aumentar sus propiedades.
- El uso de tamaños de partícula mayores, y el efecto de la molienda sobre sus propiedades magnéticas.
- El estudio de diferentes sistemas de mezcla o de elementos puros ferromagnéticos y el efecto que tiene la molienda mecánica sobre cada uno de ellos individualmente sobre sus propiedades magnéticas.

Para el caso de los materiales compuestos, hay algunas otras posibilidades complementarias a abordar como:

- Buscar la recuperación del aumento de las propiedades magnéticas obtenidas mediante molienda, para el material compuesto, ya sea mediante la compactación o buscando alternativas para la obtención final de los compuestos.
- Utilizar mayores tamaños de partícula en la fabricación de los materiales compuestos, para obtener mayor magnetización, permeabilidad y remanencia.
- El estudio de materiales compuestos completamente homogenizados y medir su grado de anisotropía ferromagnética con el equipo utilizado, en hasta 16 direcciones de magnetización.

## REFERENCIAS.

- [1] Sunday K J, Taheri M L. *Soft magnetic composites: recent advancements in the technology*. **Metal Powder Report**. 72(6), 425–429, 2017.
- [2] Shokrollahi H, Janghorban K. *Soft magnetic composite materials (SMCs)*. **Journal of Materials Processing Technology**. 189(1–3), 1–12, 2007.
- [3] Neamt B V, Isnard O, Chicinas I. *Structural and magnetic properties of nanocrystalline NiFeCuMo powders produced by wet mechanical alloying*. **Journal of Alloys and Compounds**. 509, 3632–3637, 2011.
- [4] Jo K, Hanejko F G, Taheri M L. *Magnetic and microstructural properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-coated Fe powder soft magnetic composites*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 423(June 2016), 164–170, 2017.
- [5] Shokrollahi H, Janghorban K. *Influence of additives on the magnetic properties, microstructure and densification of Mn-Zn soft ferrites*. **Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology**. 141(3), 91–107, 2007.
- [6] Shokrollahi H, Janghorban K. *Effect of warm compaction on the magnetic and electrical properties of Fe-based soft magnetic composites*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 313(1), 182–186, 2007.
- [7] Shokrollahi H, Janghorban K. *Different annealing treatments for improvement of magnetic and electrical properties of soft magnetic composites*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 317(1–2), 61–67, 2007.
- [8] Verduzco J A, Borja C E, López V H, Olmos L R, Betancourt J I, Figueroa I A. *Magnetic properties of metal - polymer composites for Ac applications at high frequencies*. **Journal of the Mexican Chemical Society**. 60(2), 58–61, 2016.
- [9] Verduzco J A, Betancourt I, Ortiz N, Olmos L R, García J. *Electric and magnetic properties of Fe-Ni powders-polymeric matrix composites*. **Materials Letters**. 60(16), 2033–2037, 2006.
- [10] Olmos L R. *Materiales compuestos de matriz polimérica (CMP) relleno con partículas metálicas de Fe y Ni y su uso en calentamiento por inducción*, Tesis Maestría en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los Materiales. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas (U.M.S.N.H.), 2003.
- [11] Flores A. *Análisis de las variables del proceso de manufactura de materiales concentradores de energía magnética*, Tesis Maestría en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los Materiales. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas (U.M.S.N.H.), 2002.
- [12] Strong A B. *Fundamentals of Composites Manufacturing: Materials, Methods, and Applications*, 2nd ed., Society of Manufacturing Engineers, **Michigan**, 2008.

- [13] Mazumdar S. *COMPOSITES MANUFACTURING: Materials, Product, and Process Engineering*, 1st ed., CRC Press LLC, **Washington, D.C.**, 2001.
- [14] Lemus-Ruiz J, León-Patiño C A, Aguilar-Reyes E A. *Interface behaviour during the self-joining of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> using a Nb-foil interlayer*. **Scripta Materialia**. 54(7), 1339–1343, 2006.
- [15] L. Drew R A. *Composite Materials*, Department of Mining and Metallurgical Engineering, McGill University, **Canada**, 1998.
- [16] Callister J W D. *Fundamentals of Materials Science and Engineering*, 5th ed., John Wiley & Sons, Inc., **Utah**, 2001.
- [17] Buffa A J, Wilson J D, Lou B. *Física*, 6th ed., Pearson Education Inc, 2007.
- [18] Askeland D R. *Ciencia E Ingenieria De Los Materiales*, 3rd ed., International Thomson Editores, **Missouri**, 1999.
- [19] Orfanidis Sophocles J. *Electromagnetic Waves and Antennas*, 2001.
- [20] Rudnev V, Loveless D, Cook R L, Black M. *Handbook of Induction Heating*, 2nd ed., Marcel Dekker, Inc., **Michigan**, 2003.
- [21] Hummel R E. *Electronic Properties of Materials*, 4th ed., , Springer Science, **Florida**, 2011.
- [22] Kasap S O. *Principles of Electronic Materials and Devices*, 3rd ed., McGraw-Hill, **Canada**, 2006.
- [23] Skarrie H. *Design of Powder Core Motors*, Printed in Sweden by Universitetstryckeriet, **Lund**, 2004.
- [24] Broseghini M, Gelisio L, D’Incau M, Azanza Ricardo C L, Pugno N M, Scardi P. *Modeling of the planetary ball-milling process: The case study of ceramic powders*. **Journal of the European Ceramic Society**. 36(9), 2205–2212, 2016.
- [25] Burmeister C, Titscher L, Breitung-Faes S, Kwade A. *Dry grinding in planetary ball mills: Evaluation of a stressing model*. **Advanced Powder Technology**. 29(1), 191–201, 2018.
- [26] Borradaile G J, Canada P B, Stupavsky M. *Anisotropy of magnetic susceptibility: Measurement scheme*. 22(15), 1957–1960, 1995.
- [27] Caballero-Miranda, Cecilia I. *La fábrica magnética a partir de la anisotropía de susceptibilidad magnética (AMS): sus bases generales y ejemplos como auxiliar para determinar direcciones, fuentes y dinámicas de flujo*, 2011.
- [28] Kovacheva M, Chauvin A, Jordanova N, Lanos P, Karloukovski V. *Remanence anisotropy effect on the palaeointensity results obtained from various archaeological materials, excluding pottery*. **Earth Planets Space**. 711–732, 2009.
- [29] Tauxe L. *Essentials of Paleomagnetism*, 5th Web Ed, , **Scripps Institution of**

**Oceanography**, 2019.

- [30] Xu W, Wu C, Yan M. *Preparation of Fe-Si-Ni soft magnetic composites with excellent high-frequency properties*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 381, 116–119, 2015.
- [31] Suetsuna T, Suenaga S, Harada K. *Bulk nanogranular composite of magnetic metal and insulating oxide matrix*. **Scripta Materialia**. 113, 89–92, 2016.
- [32] Geng K, Xie Y, Xu L, Yan B. *Structure and magnetic properties of ZrO<sub>2</sub>-coated Fe powders and Fe/ZrO<sub>2</sub> soft magnetic composites*. **Advanced Powder Technology**. 28(9), 2015–2022, 2017.
- [33] Fan X, Wang J, Wu Z, Li G. *Core-shell structured FeSiAl/SiO<sub>2</sub> particles and Fe<sub>3</sub>Si/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> soft magnetic composite cores with tunable insulating layer thicknesses*. **Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology**. 201, 79–86, 2015.
- [34] Raghavendra K G, Dasgupta A, Bhaskar P, Jayasankar K, Athreya C N, Panda P et al. *Synthesis and characterization of Fe-15wt.% ZrO<sub>2</sub> nanocomposite powders by mechanical milling*. **Powder Technology**. 287, 190–200, 2016.
- [35] Neamțu B V., Marinca T F, Chicinaș I, Isnard O. *Structural, magnetic and thermal characterization of amorphous FINEMET powders prepared by wet mechanical alloying*. **Journal of Alloys and Compounds**. 626, 49–55, 2015.
- [36] Neamțu B V., Chicinaș H F, Marinca T F, Isnard O, Chicinaș I. *Preparation and characterisation of Co-Fe-Ni-M-Si-B (M = Zr, Ti) amorphous powders by wet mechanical alloying*. **Journal of Alloys and Compounds**. 673, 80–85, 2016.
- [37] Bahrami A H, Ghayour H, Sharafi S. *Evolution of microstructural and magnetic properties of mechanically alloyed Fe<sub>80-x</sub>Ni<sub>20</sub>Si<sub>x</sub> nanostructured powders*. **Powder Technology**. 249, 7–14, 2013.
- [38] Raanaei H, Eskandari H, Mohammad-Hosseini V. *Structural and magnetic properties of nanocrystalline Fe-Co-Ni alloy processed by mechanical alloying*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 398, 190–195, 2016.
- [39] Ding W, Jiang L, Liao Y, Song J, Li B, Wu G. *Effect of iron particle size and volume fraction on the magnetic properties of Fe/silicate glass soft magnetic composites*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 378, 232–238, 2015.
- [40] Neamțu B V, Marinca T F, Chicinaș I, Isnard O, Popa F. *Structural and magnetic characteristics of Co-based amorphous powders prepared by wet mechanical alloying*. **Advanced Powder Technology**. 26(1), 323–328, 2015.
- [41] Zhao G, Wu C, Yan M. *Enhanced magnetic properties of Fe soft magnetic composites by surface oxidation*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 399, 51–57, 2016.

- [42] R. Morales, S. Seetharaman and V A. *Mechanical and structural characterization of uniaxially cold-pressed Fe<sub>2</sub>Mo powders.* **Journal of Materials Research.** 17(8), 1954–1959, 2002.
- [43] Li J, Peng X, Yang Y, Ge H. *Preparation and characterization of MnZn/FeSiAl soft magnetic composites.* **Journal of Magnetism and Magnetic Materials.** 426, 132–136, 2017.
- [44] Peng Y, Yi Y, Li L, Yi J, Nie J, Bao C. *Iron-based soft magnetic composites with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>insulation coating produced using sol–gel method.* **Materials and Design.** 109, 390–395, 2016.
- [45] Guo Y G, Zhu J G, Lin Z W, Zhong J J. *3D vector magnetic properties of soft magnetic composite material.* **Journal of Magnetism and Magnetic Materials.** 302(2), 511–516, 2006.
- [46] Cullity B D, Stock S R. *Elements of X-Ray Diffraction*, 3rd ed., , Pearson New International Edition, USA, 2014.
- [47] Gheisari K, Javadpour S, Oh J T, Ghaffari M. *The effect of milling speed on the structural properties of mechanically alloyed Fe-45%Ni powders.* **Journal of Alloys and Compounds.** 472(1–2), 416–420, 2009.
- [48] Neamțu B V., Isnard O, Chicinaș I, Pop V. *Structural and magnetic properties of nanocrystalline NiFeCuMo powders produced by wet mechanical alloying.* **Journal of Alloys and Compounds.** 509(8), 3632–3637, 2011.
- [49] Grabias A, Kopcewicz M, Oleszak D. *Phase transformations in the Fe(Co,Ni)ZrB alloys induced by ball milling.* **Journal of Alloys and Compounds.** 339(1–2), 221–229, 2002.
- [50] Thankachan R M, Rahman M M, Sultana I, Glushenkov A M, Thomas S, Kalarikkal N et al. *Enhanced lithium storage in ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>-C nanocomposite produced by a low-energy ball milling.* **Journal of Power Sources.** 282, 462–470, 2015.
- [51] Razavi-Tousi S S, Szpunar J A. *Effect of ball size on steady state of aluminum powder and efficiency of impacts during milling.* **Powder Technology.** 284, 149–158, 2015.
- [52] Roshan M R, Soltanpour M, Jahromi S A J. *Microstructural evolution of nanocrystalline chips particles produced via large strain machining during ball milling.* **Powder Technology.** 249(2013), 134–139, 2013.
- [53] Wu Z M, Liang Y X, Fu E G, Du J L, Wang P P. *The process and mechanisms for the transformation of coarse grain to nanoscale grain in tungsten by ball milling.* **Powder Technology.** 326, 222–227, 2018.
- [54] Wang B, Wei S, Wang Y, Liang Y, Guo L, Xue J et al. *Effect of milling time on microstructure and properties of Nano-titanium polymer by high-energy ball milling.* **Applied Surface Science.** 434, 1248–1256, 2018.

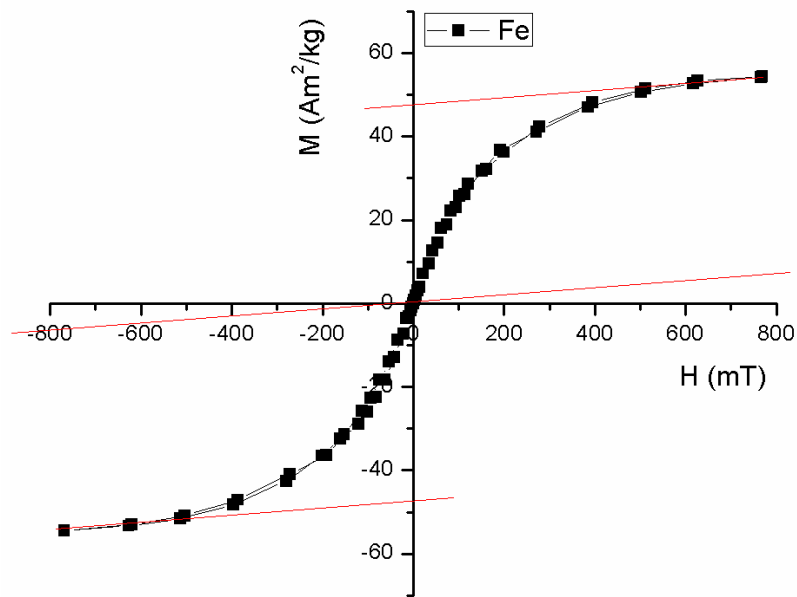
- [55] Nguyen T T N, He J L. *Preparation of titanium monoxide nanopowder by low-energy wet ball-milling*. **Advanced Powder Technology**. 27(4), 1868–1873, 2016.
- [56] Zhao K Y, Li C J, Tao J M, Ng D H L, Zhu X K. *The synthesis, microstructure, hardness and thermal properties of bulk nanocrystalline Al produced by in situ consolidation with low-energy ball milling*. **Journal of Alloys and Compounds**. 504(SUPPL. 1), 306–310, 2010.
- [57] Ghayour H, Abdellahi M, Bahmanpour M. *Optimization of the high energy ball-milling: Modeling and parametric study*. **Powder Technology**. 291, 7–13, 2016.
- [58] Zhao G, Wu C, Yan M. *Fabrication and growth mechanism of iron oxide insulation matrix for Fe soft magnetic composites with high permeability and low core loss*. **Journal of Alloys and Compounds**. 710, 138–143, 2017.
- [59] Xie D Z, Lin K H, Lin S T. *Effects of processed parameters on the magnetic performance of a powder magnetic core*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 353, 34–40, 2014.
- [60] Neamtu B V., Chicina I, Isnard O, Popa F, Pop V. *Influence of wet milling conditions on the structural and magnetic properties of Ni<sub>3</sub>Fe nanocrystalline intermetallic compound*. **Intermetallics**. 19(1), 19–25, 2011.
- [61] Neamtu B V., Chicinas H F, Marinca T F, Isnard O, Chicinas I, Popa F. *Synthesis of amorphous Fe<sub>75</sub>Si<sub>20-x</sub>MxB<sub>5</sub> (M = Ti, Ta, Zr) via wet mechanical alloying and its structural, thermal and magnetic characterisation*. **Advanced Powder Technology**. 27(2), 461–470, 2016.
- [62] Duan Y, Zhang Y, Wang T, Gu S, Xin L, Lv X. *Evolution study of microstructure and electromagnetic behaviors of Fe-Co-Ni alloy with mechanical alloying*. **Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology**. 185(1), 86–93, 2014.
- [63] Dalavi S B, Theerthagiri J, Manivel Raja M, Panda R N. *Synthesis, characterization and magnetic properties of nanocrystalline Fe<sub>x</sub>Ni<sub>80-x</sub>Co<sub>20</sub> ternary alloys*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 344, 30–34, 2013.
- [64] Nowroozi M A, Shokrollahi H. *Magnetic and structural properties of amorphous/nanocrystalline Fe<sub>42</sub>Ni<sub>28</sub>Zr<sub>8</sub>Ta<sub>2</sub>B<sub>10</sub>C<sub>10</sub> soft magnetic alloy produced by mechanical alloying*. **Advanced Powder Technology**. 24(6), 1100–1108, 2013.
- [65] Toparli C, Ebin B, Gürmen S. *Synthesis, structural and magnetic characterization of soft magnetic nanocrystalline ternary FeNiCo particles*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 423(February 2016), 133–139, 2017.
- [66] Chokprasombat K, Pinitsoontorn S, Maensiri S. *Effects of Ni content on nanocrystalline Fe-Co-Ni ternary alloys synthesized by a chemical reduction method*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 405, 174–180, 2016.

- [67] Streckova M, Bures R, Faberova M, Medvecký L, Fuzer J, Kollar P. *A comparison of soft magnetic composites designed from different ferromagnetic powders and phenolic resins*. **Chinese Journal of Chemical Engineering**. 23(4), 736–743, 2015.
- [68] Lu W, Niu J, Wang T, Xia K, Xiang Z, Song Y et al. *Low-energy mechanically milled tau-phase MnAl alloys with high coercivity and magnetization*. **Journal of Alloys and Compounds**. 675, 163–167, 2016.
- [69] Xie W, Polikarpov E, Choi J P, Bowden M E, Sun K, Cui J. *Effect of ball milling and heat treatment process on MnBi powders magnetic properties*. **Journal of Alloys and Compounds**. 680, 1–5, 2016.
- [70] Neamțu B V, Nasui M, Marinca T F, Popa F, Chicinaș I. *Soft magnetic composites based on hybrid coated Fe-Si nanocrystalline powders*. **Surface and Coatings Technology**. 330(October), 219–227, 2017.
- [71] Xiaolong L, Yaqiang D, Min L, Chuntao C, Xin-Min W. *New Fe-based amorphous soft magnetic composites with significant enhancement of magnetic properties by compositing with nano-(NiZn)Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>*. **Journal of Alloys and Compounds**. 696, 1323–1328, 2017.
- [72] Gheiratmand T, Madaah Hosseini H R, Seyed Reihani S M. *Iron-borosilicate soft magnetic composites: The correlation between processing parameters and magnetic properties for high frequency applications*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 429(October 2016), 241–250, 2017.
- [73] Peng Y, Yi Y, Li L, Ai H, Wang X, Chen L. *Fe-based soft magnetic composites coated with NiZn ferrite prepared by a co-precipitation method*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 428(November 2016), 148–153, 2017.

## ANEXOS

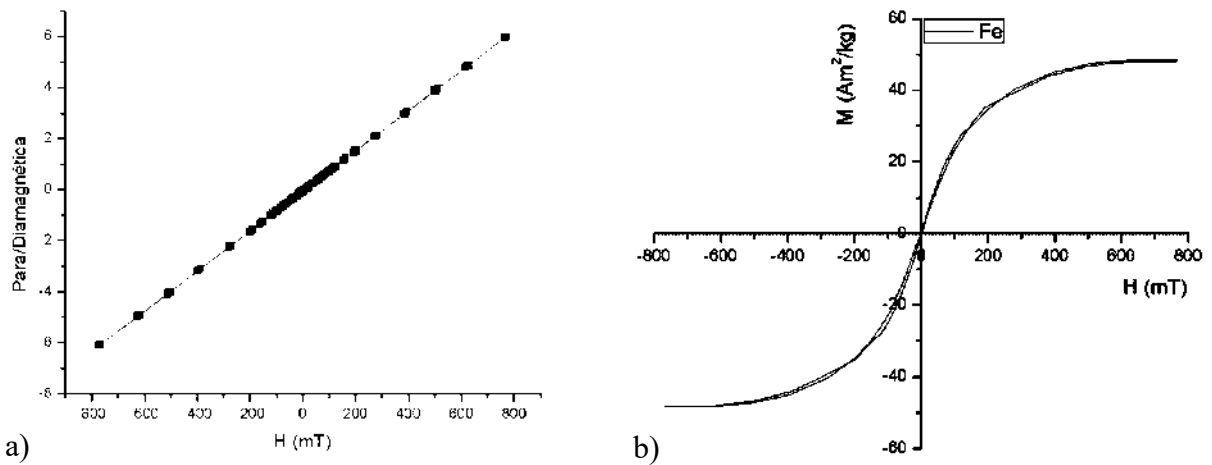
### Anexo A

Antes de obtener los diagramas de histéresis verdaderos de un material ferromagnético, estos deben ser corregidos con respecto a la señal paramagnética y diamagnética que el equipo VFTB registra al realizar el análisis. Como se observa en la figura A.1 a la curva de histéresis se le marcan líneas con la pendiente de los últimos datos de magnetización, para este caso en particular, estos datos son a partir de los 600 mT y -600 mT de intensidad de campo  $H$ .



**Figura A.1.** Secciones de corrección de la curva de histéresis del hierro.

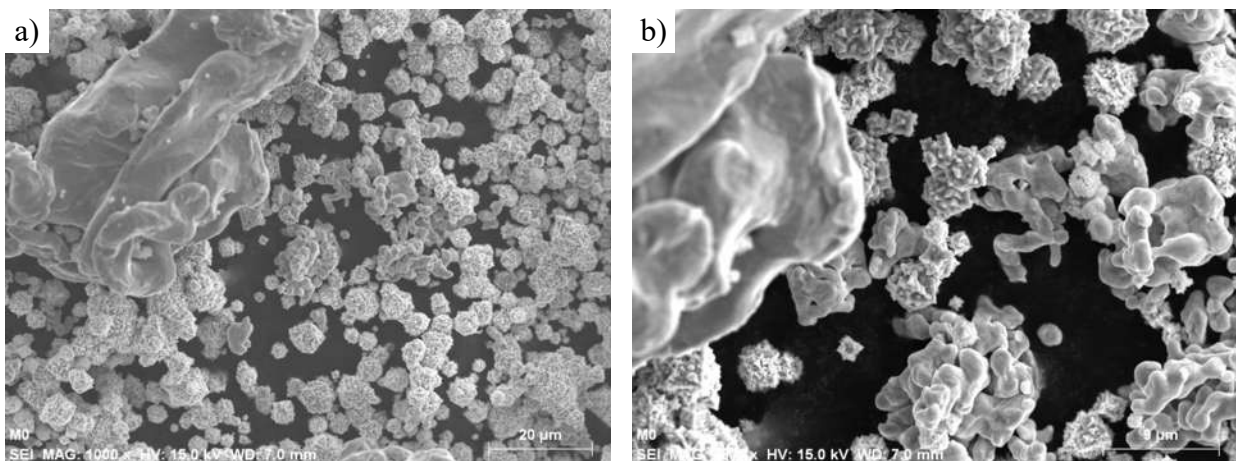
Con respecto a estos datos se obtiene la pendiente y se extiende hasta pasar por el origen en cuanto a intensidad de campo magnético. Con los datos de las pendientes se obtiene una ecuación que representa las señales paramagnética y diamagnética de la muestra, la cual puede ser graficada como se observa en la figura A.2a. Dicha ecuación se les aplica a todos los datos del análisis, lo que representa la eliminación de toda señal para o diamagnética de la muestra como impurezas, o en el caso de los compuestos, la matriz polimérica. Cabe mencionar que este análisis se le debe de aplicar a todas y cada una de las muestras estudiadas, representando casos muy particulares en cuanto la intensidad de campo, ya que la corrección se realiza al 90% de magnetización.



**Figura A.2.** a) Señal para/diamagnética de la muestra; b) Curva de histéresis corregida del hierro.

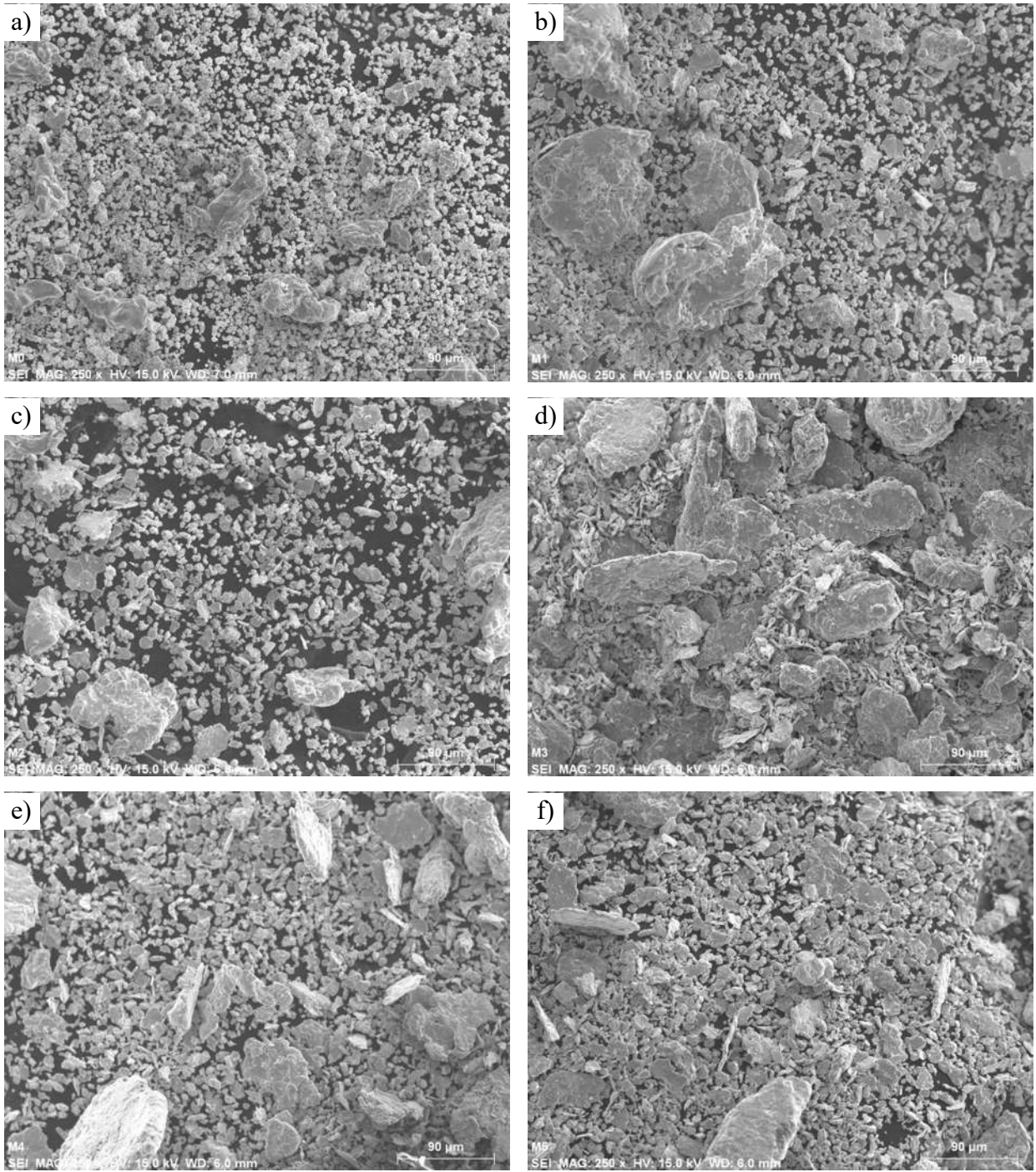
## Anexo B

Como se describe en la sección 4.2.2 de manera complementaria, se muestran imágenes complementarias a 250, 1000 y 2500 aumentos obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido. Sin embargo, las imágenes a 1000 y 2500 aumentos como se muestra en la figura A.3, no son representativas de la homogeneidad de la mezcla antes y después de la molienda, como lo son las tomadas a 250 y 500 aumentos, en relación con el contexto de dicha sección.



**Figura A.3.** Micrografías de la mezcla de polvos sin molienda M0 a) 1000x y b) 2500x.

Las imágenes tomadas a 250 aumentos, representativas de la homogeneidad de polvos antes y después de la molienda se muestran en la figura A.4.



**Figura A.4.** Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos antes y después de la molienda mecánica a 250x; a) sin molienda; b) 2 horas; c) 4 horas; d) 6 horas; e) 8 horas y f) 10 horas de molienda.

## Anexo C

Es posible encontrar una gran variedad de diagramas de Ellingham en distintos libros, de distintos autores y años. Sin embargo, en la mayoría de los casos este no se encuentra con una buena definición y más tratándose de elementos como el Fe, Ni y Co, los cuales están muy próximos en dicho diagrama. Por tal motivo, se seleccionaron los diagramas del Capítulo 3.3 del libro Masakatsu Hasegawa de la Universidad de Kyoto de ciencias de energía, cuya resolución es lo suficientemente buena para una apreciación más correcta del fenómeno de oxidación de los elementos utilizados en el presente trabajo. Mostradas en las figuras A.5 y A.6.

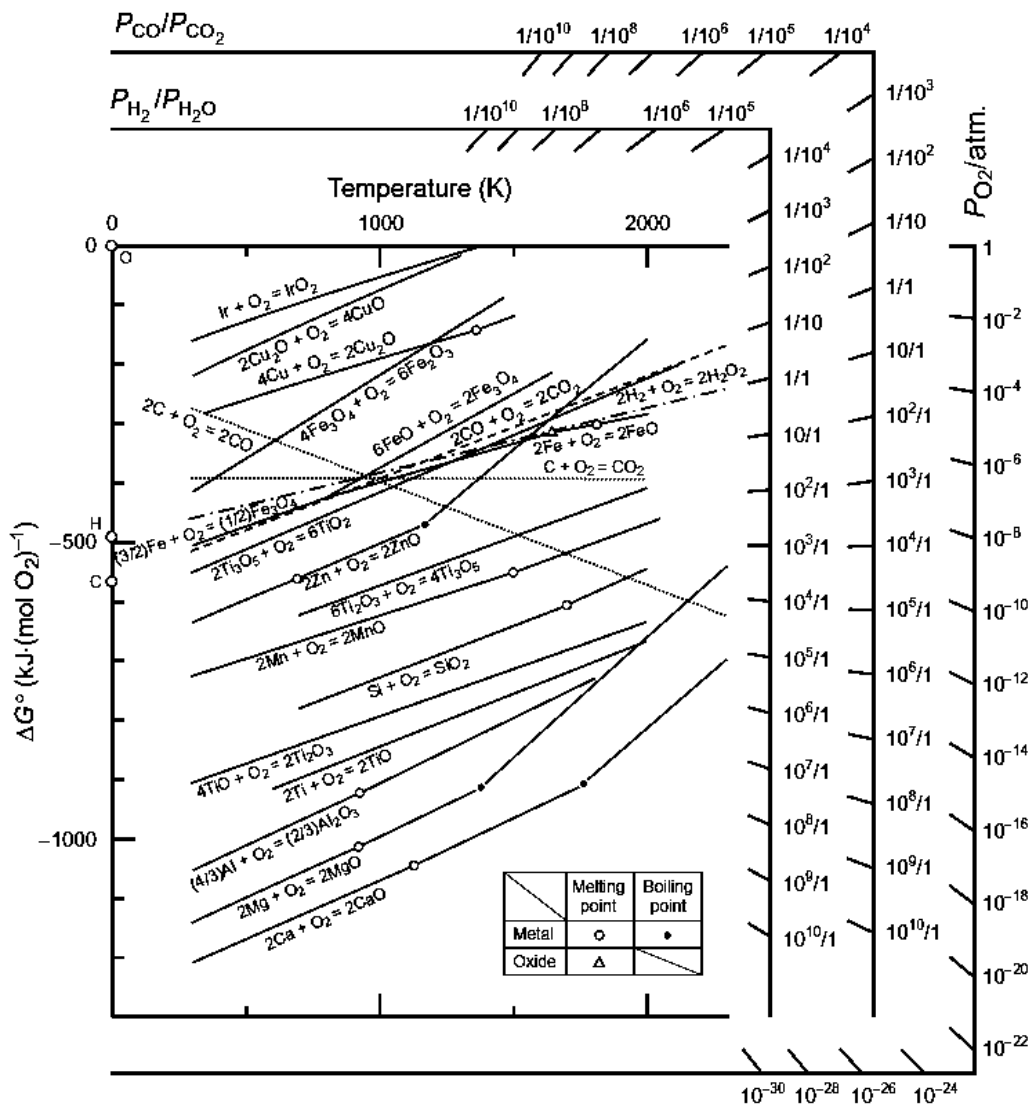
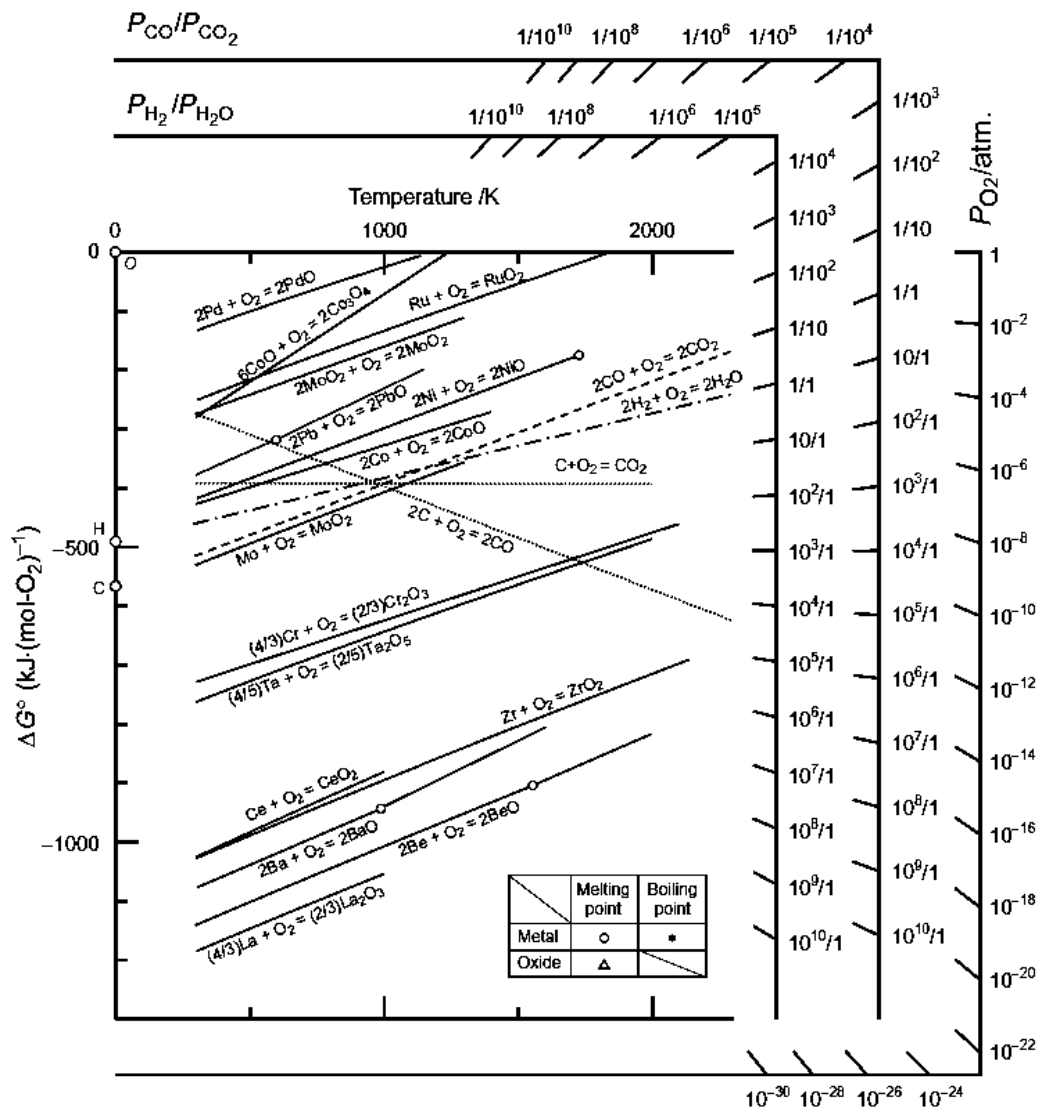


Figura A.5. Diagrama de Ellingham de los elementos Al, Ca, Cu, Fe, Ir, Mg, Mn, Si, Ti y Zn.



**Figura A.6.** Diagrama de Ellingham de los elementos Ba, Be, Ce, Co, Cr, La, Mo, Ni, Pb, Pd, Ru, Ta y Zr.

Como se aprecia, en el primer diagrama solo se encuentra el hierro, y en el segundo se encuentra el cobalto y el níquel. A partir de esto y de otros modelos encontrados se interpolaron ambos diagramas para poder observar de mejor manera los tres elementos y utilizar la información, la cual se relacionó con los resultados obtenidos de termogravimetría y los cambios de pendiente, obteniendo finalmente la figura 4.19 del presente trabajo.