

RESEÑA

FERRITAS DE LiZnTiMn PARA APLICACIONES EN MICROONDAS

Lic. Alberto Iglesias Cerveto

Laboratorio de Adsorción y Sólidos Porosos, Dpto. de Corrosión, Dirección de Ciencia y Tecnología Ambiental, Centro Nacional de Investigaciones Científicas, Apartado Postal 6414, Playa, Ciudad de La Habana, Cuba.

5 de marzo de 2004.

TRABAJO PRESENTADO EN OPCION AL GRADO CIENTIFICO DE DOCTOR EN CIENCIAS FISICAS.

La investigación de materiales magnéticos es un aspecto importante en el estudio de los sólidos debido a su amplia utilización en diversas ramas de la ciencia y la técnica. A partir de la década del cuarenta del siglo pasado, el empleo de ferritas se generalizó. Particularmente, en aquellos casos en que se aplican en el intervalo de frecuencias de las microondas, las ferritas deben cumplir un conjunto de requisitos muy específicos. Por otra parte, los granates de itrio, debido a sus buenas propiedades magnéticas, son ampliamente utilizados en el intervalo de frecuencias mencionado aunque presentan el inconveniente de tener un precio relativamente elevado. Por este último motivo, se realizan investigaciones con el objetivo de obtener materiales con propiedades magnéticas similares, pero de un precio menor. De entre los posibles candidatos, uno de los que mayores posibilidades tiene es la ferrita de Li, debido a que posee propiedades magnéticas similares, la que presenta además, la ventaja de un costo menor.

En la familia de las ferritas de Li, el sistema LiZnTiMn es uno de los sustitutos que más ventajosamente puede emplearse principalmente en el intervalo de frecuencias comprendido entre 1 y 2 GHz, debido a que en él, su comportamiento es similar al de los granates de itrio. Por esta razón, este material ha sido estudiado intensamente. Las ferritas de LiZnTiMn poseen una magnetización de saturación que puede variar aproximadamente entre 16 y 240 kA/m y presentan pérdidas magnéticas bajas. Los estudios encontrados sobre este material analizan el comportamiento de la magnetización de saturación (M_s) como una función de la composición química o del estado de alineación de los espines. También ha sido investigado el comportamiento de variables tales como la razón giromagnética y la constante dieléctrica. No obstante, la influencia del defecto de hierro, factor que se introduce en la composición estequiométrica nominal para compensar el exceso de metal que se incorpora durante el paso de mezcla y molida en molinos de bolas de acero sobre las distintas magnitudes que se han mencionado, no ha sido abordada a pesar de que el control adecuado de este parámetro es un aspecto que se debe considerar si se quiere obtener un material de buena calidad.

En el paso inicial de la obtención de una cerámica magnética por el método convencional, las materias primas de partida son sometidas a un proceso de molida y mezcla en molinos de bolas de acero. Durante este paso, cierta cantidad de hierro se incorpora a la mezcla debido al carácter abrasivo de los óxidos de partida. Se ha encontrado que este proceso altera las características del producto final dando lugar a que sus propiedades magnéticas presenten desviaciones notables respecto a las magnitudes esperadas. Tomando esto en cuenta y considerando que los efectos causados por las variaciones del defecto de hierro sobre las características magnéticas del material investigado es un aspecto que no se reporta, se seleccionó, como tema de investigación, la influencia del contenido de hierro sobre la magnetización de saturación, el ancho de la curva de resonancia ferromagnética, la anisotropía magnetocristalina, el factor de Lande, la asimetría de la curva de resonancia y el valor máximo que toma la curva de resonancia. Estas magnitudes determinan el comportamiento de las ferritas de LiZnTiMn en el intervalo de frecuencias de las microondas. En el caso de la magnetización de saturación, también se consideraron los efectos de las condiciones de sinterización.

En la investigación se empleó como herramienta básica de trabajo la resonancia ferromagnética (RFM) y como técnica experimental de apoyo la Espectroscopia Mössbauer (EM). Con el objetivo de verificar las características del material, se realizaron difractogramas de RX (DRX), lo que permitió determinar la constante de la red y la ausencia de una segunda fase.

El objetivo general del trabajo consistió en investigar los efectos que producen las variaciones del contenido de hierro en pasos de 0,02 átomos/Fórmula unidad (At/Fu) en la composición estequiométrica de las ferritas de LiZnTiMn sobre un grupo de parámetros que determina su comportamiento en el intervalo de frecuencias de las microondas.

Para lograr este objetivo general se fijaron los objetivos específicos siguientes:

- Desarrollar un sistema de medición de RFM no existente en el país en el momento de iniciarse el trabajo.
- Investigar los efectos de las variaciones del defecto de hierro y de las condiciones de sinterización sobre la magnetización de saturación.
- Investigar los efectos de las variaciones del defecto de hierro sobre: el factor de Lande, el ancho de la línea de RFM, la asimetría de la curva de resonancia, el cociente c_h/c_{HM} , donde c_h es la altura de la curva de resonancia y c_{HM} su valor máximo.
- Determinar el estado electrónico del hierro en el material investigado.
- Aplicar la ferrita investigada en un dispositivo.

La extensión total de la tesis es de 102 páginas y consta de cinco capítulos.

El primero corresponde a la Revisión Bibliográfica y tiene ocho partes, las que están dedicadas a los principales aspectos que eran de interés para la realización del trabajo y que son: ferritas de Li, EM, vacancias, porosidad, anisotropía y ancho de línea, propiedades dieléctricas y magnéticas, RFM, susceptibilidad y efectos no lineales. En cada una de ellas, se presta especial atención a aquellos aspectos que incidian directamente sobre el trabajo a realizar, aunque también se consideraron otros que indirectamente estaban relacionados con el tema.

En el segundo capítulo, se tratan los principales aspectos teóricos necesarios para la realización del trabajo experimental. Se realiza una breve explicación de las principales características de las ondas de espín y de los aspectos generales de los modelos más comúnmente empleados. Se tratan, en particular, las ondas de espín y los modos magnetostáticos, así como las aproximaciones empleadas para la obtención de del ancho de la línea de resonancia ferromagnética. También se discuten los principales aspectos de la porosidad y de la anisotropía cristalina así como su influencia sobre el ancho de la línea de resonancia.

En el tercer capítulo, se describen las principales características de las ferritas de LiZnTiMn, su estructura cristalina y su distribución catiónica. Se exponen los resultados del análisis de Rayos X realizado mediante una comparación, por no haberse encontrado patrones de polvo reportados para la ferrita que se investiga, con patrones de materiales similares. También se presentan los aspectos fundamentales del diseño y construcción del espectrómetro de resonancia ferromagnética empleado durante la investigación.

En el cuarto capítulo, se presentan y discuten los resultados experimentales de la investigación, los que incluyen la determinación de la magnetización de saturación y su dependencia de las condiciones de sinterización y del defecto de hierro, el factor de Lande, el ancho de la línea de RFM y la dependencia de ambos del defecto de hierro, así como los efectos de la porosidad y la anisotropía sobre el ancho de la línea de resonancia, su altura y asimetría. También se discute la presencia del cation Fe^{2+} en la ferrita investigada mediante la utilización de la RFM y la EM.

En el quinto capítulo, se discuten los resultados correspondientes a la aplicación del material investigado en un dispositivo cuyo punto de operación se encuentra entre 1,9 y 1,95 GHz (banda L, 1 a 2 GHz).

Los resultados permitieron hacer las conclusiones principales siguientes:

- El sistema de medición de resonancia ferromagnética desarrollado es capaz de trabajar en el intervalo de frecuencias comprendido entre 0,6 y 2 GHz.
- La disminución y el mínimo que se produce en el ancho de la curva de resonancia ferromagnética son consecuencia de la disminución y de la anulación de la anisotropía magneto-cristalina respectivamente.
- El mecanismo que rige el comportamiento de Ms en su dependencia de las condiciones de sinterización, es el conocido como *spin canting*. Asimismo, el incremento del defecto de hierro solo disminuye Ms.
- En las ferritas de LiZnTiMn estudiadas, la espectroscopia Mössbauer no detecta el Fe^{2+} , debido a que el ion no está presente en el material o a que la sensibilidad de esta técnica no es capaz de detectarlo. Sin embargo, las mediciones de resonancia ferromagnética sugieren que la primera de las dos posibilidades es la correcta. Se puede afirmar entonces, que el estado básico del ion hierro es el $^6\text{S}_{5/2}$, el cual corresponde al cation Fe^{3+} con una configuración de alto espín.

Teniendo en cuenta la importancia de los efectos del contenido de hierro sobre las diferentes magnitudes investigadas, se propusieron las recomendaciones siguientes:

- Ampliar la investigación bajo condiciones en que el defecto de hierro resulte mayor que 0,1 At/Fu.
- Realizar una investigación más detallada en el intervalo del defecto de hierro comprendido entre 0,02 y 0,04.

La tesis consta de 10 apéndices en los que se informan los resultados numéricos de los experimentos.

Se citan 91 referencias bibliográficas, de las cuales el 51 % corresponde a artículos publicados entre 1990 y 1995; el 29 %, entre 1995 y 2000 y el 20 % a los publicados después del año 2000.

Se publicaron seis trabajos sobre el tema. Cuatro en revistas nacionales y dos en internacionales. Se presentaron siete trabajos en siete encuentros científicos nacionales.†



**INTERNATIONAL CONGRESS
ON CHEMISTRY AND CHEMICAL ENGINEERING**

**CONGRESO INTERNACIONAL
DE QUIMICA E INGENIERIA QUIMICA** (continued from page 172.)

PLENARY LECTURES

- Christophe Desnoyer, Sociedad Solea, France.
Christian Marazano, Instituto de Química de Sustancias Naturales (ICSN), Francia.
Robert Dodd, Instituto de Química de Sustancias Naturales (ICSN), Francia.
Antonio Otero Montero, Universidad de Castilla-La Mancha, España.
Roberto Cao, Facultad de Química, Universidad de La Habana, Cuba.
Lucas Hernández Hernández, Universidad Autónoma de Madrid, España.
Lambert Otten, Universidad de Guelph, Canadá.
Jorge Mario García Fernández, Director del Centro de Información, Gestión y Educación Ambiental del CITMA, Cuba.
Néstor Oscar Caffin, Universidad de La Plata, Argentina.
Jorge Molina Torres, Unidad Irapuato, CINVESTAV, IPN, México.
Tomas Adzet, Universidad de Barcelona, Cataluña, España.
Margarita Suárez, Facultad de Química, Universidad de La Habana, Cuba.
Rolando Pellón, Centro de Química Farmacéutica, Cuba.
Zafra Lerman, Institute for Science Education and Science Communication, Columbia College, Chicago, U.S.A.
Rebeca Vega Miche, Facultad de Química, Universidad de La Habana, Cuba.
Brian F.C. Clark, Institute of Molecular and Structural Biology, University of Århus, Dinamarca.
Juan José Cazzulo, PABMB, Universidad Nacional de General San Martín, Argentina.
Andrés Menez., Department of Engineering and Study of Proteins, Gif-sur-Yvette, France.
G. Gregoriadis, Lipoxen Technologies Ltd. and The School of Pharmacy, University of London, UK.
I. Roitt, University College London, Medical School, UK).
J. W. Fox, (University of Virginia, Health Sciences Center, USA).