



## **Caracterización de fases de material obtenido por molienda de alta energía a partir de óxido de manganeso (III) y óxido de neodimio (III)**

P. Vera Serna<sup>1</sup>, F. N. Tenorio González<sup>1</sup>, R. Luna González<sup>1</sup>, G. M. Cetina Quijano<sup>1</sup>, S. Ordoñez Hernández<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Dirección de Ingenierías, Universidad Politécnica de Tecámac, Tecámac, Estado de México.

\*E-mail: [ricardo\\_1319122417@uptecamac.edu.mx](mailto:ricardo_1319122417@uptecamac.edu.mx)

### **RESUMEN**

Se realizó el proceso de molienda en un equipo de alta energía con el objetivo de analizar el cambio estructural, la magnetización, morfología, y distribución del tamaño de partícula, se utilizaron óxido de manganeso (III) y óxido de neodimio (III), se llevó a cabo la reacción de los óxidos precursores en proporciones estequiométricas, y se observó un cambio estructural a 12 horas de molienda en un molino de alta energía Spex 8000D a temperatura ambiente teniendo control sobre la masa de bolas de acero, se evaluó la morfología de los polvos con Microscopía Electrónica de Barrido y se sometieron las partículas a un baño ultrasónico para así determinar el tamaño de las partículas con un analizador de tamaño de partícula, además, se realizó a temperatura ambiente el estudio de saturación magnética con un magnetómetro de muestra vibrante observando variaciones en valores de magnetización, las fases fueron identificadas a 12 horas de molienda con el software EVA se observan varias fases las cuales se discuten, se observan tamaños de distribución alrededor de 100 nm.

**Palabras Clave:** Molienda mecánica, Magnetización, Neodimio, Ferritas.

## 1. INTRODUCCIÓN

Los materiales de neodimio, dependiendo de su método de síntesis, la estructura cristalina puede tener cambios en los parámetros de red, modificando así sus características y propiedades eléctricas y magnéticas dependiendo del tamaño de partículas y su estructura atómica dando lugar a diversos usos en la industria y tecnológica como recubrimientos y dispositivos electrónicos y magnéticos [1]. Otro material de amplio uso por su bajo costo es el óxido de manganeso (III) [2, 3], además de tener un fácil manejo de estructuras cúbicas[4]. Un producto derivado de estos materiales son las manganitas, las cuales al ser un material cerámico pueden obtenerse por los métodos de síntesis como son: sol-gel, método hidrotérmico, y método de coprecipitación, métodos cerámicos y mecano-síntesis [5, 6] donde algunos de ellos requieren elevar la temperatura por encima de la temperatura ambiente, y en el caso del método cerámico en algunos casos a 1000°C o superiores[6], resultando un método demandante de energía y tiempo, siendo una desventaja en comparación con el método de mecano-síntesis[7], el cual se realiza a temperatura ambiente e intervienen factores como la relación de polvos-bolas-vial y el material de los mismos. El presente trabajo identifica la fase estructural, muestra resultados de la morfología, cambios estructurales, y tamaños de partículas del material resultante después de un proceso de 12 horas de molienda mecánica de alta energía realizada entre óxido de manganeso (III) y óxido de neodimio (III) medidas mediante proporciones estequiométricas.

## 2. METODOLOGÍA

### 2.1. Mecano-síntesis.

Para la molienda de alta energía se usaron óxidos precursores  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  (Sigma-Aldrich, >99 % pureza) y  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  (SigmaAldrich, >99% pureza) de manera estequiométrica, y se molió en un molino Spex 8000D en viales de acero inoxidable, donde se introdujeron bolas de acero endurecido de 12.7mm en una relación bolas: polvo de 20:1 a temperatura ambiente.

### 2.2. Difracción de Rayos X (DRX)

Se realizó DRX con un equipo Bruker D8 Advance a una muestra del polvo resultante de la

molienda para identificar su fase cristalina mediante el software EVA

### 2.3. Morfología.

Después del proceso de molienda, se realizó una microscopía electrónica de barrido en un equipo Jeol 6010 con la finalidad de observar cambios en la dispersión de las partículas de los polvos.

### 2.4. Tamaño de partícula.

La distribución del tamaño de partícula se evaluó con un analizador de tamaño de partícula Brookhaven Nano 90+, sometiendo primero las partículas a un baño ultrasónico.

### 2.5. Saturación Magnética.

Se llevó a cabo un estudio de saturación magnética a temperatura ambiente con un magnetómetro MicroSense EV7 con un campo máximo externo de 18000 Oe.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Figura 1 se presenta un cambio apreciable en los perfiles con respecto a anteriores horas de molienda y a 12 horas se observa un cambio estructural del material.

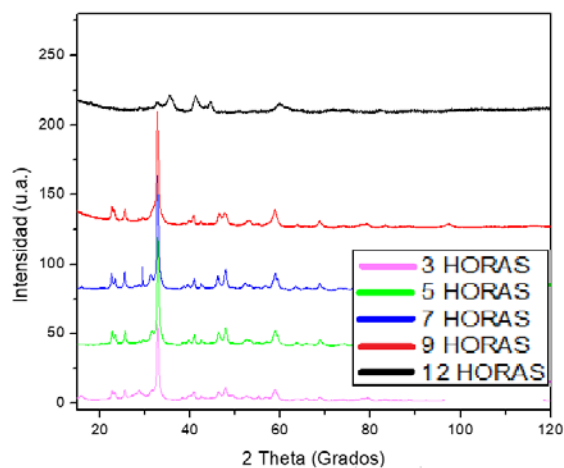
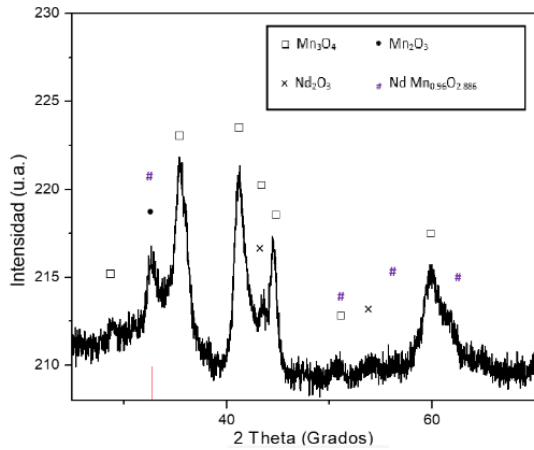


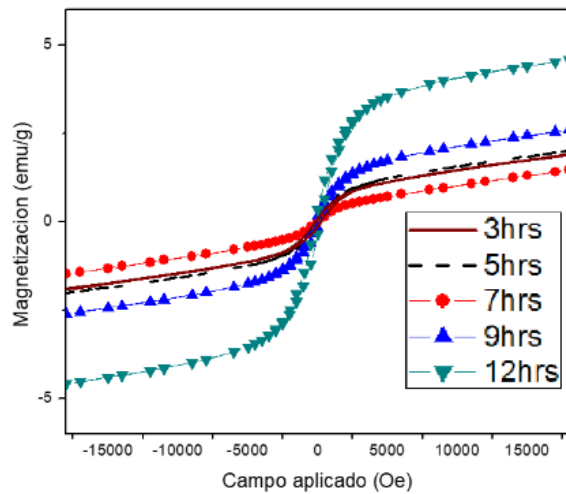
Figura 1. Resultados de la DRX.

En la Figura 2 se identifican las fases, observando los picos de materiales de Nd,  $\text{Mn}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Mn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_4$  y además  $\text{NdMn}_{0.96}\text{O}_{2.886}$ .



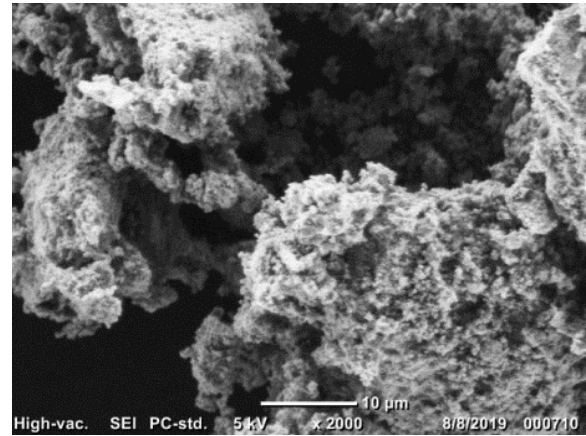
**Figura 2.** Identificación de materiales en la muestra de 12 horas.

En la Figura 3 se observa el incremento de la magnetización a través del paso de horas de molienda siendo a 12 horas la que presenta mayor magnetización.

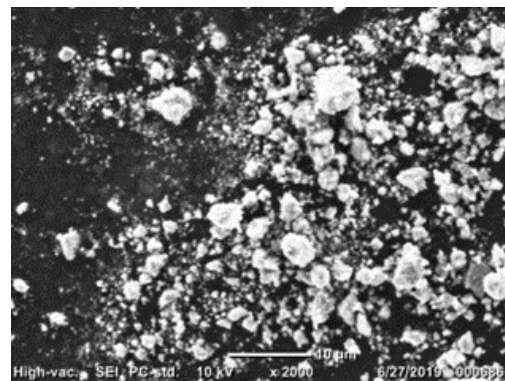


**Figura 3.** Curvas de magnetización correspondientes a la mezcla de los polvos de  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  y  $\text{Mn}_2\text{O}_3$

En la Figura 4 se observa una morfología irregular de los polvos de  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  y  $\text{Mn}_2\text{O}_3$

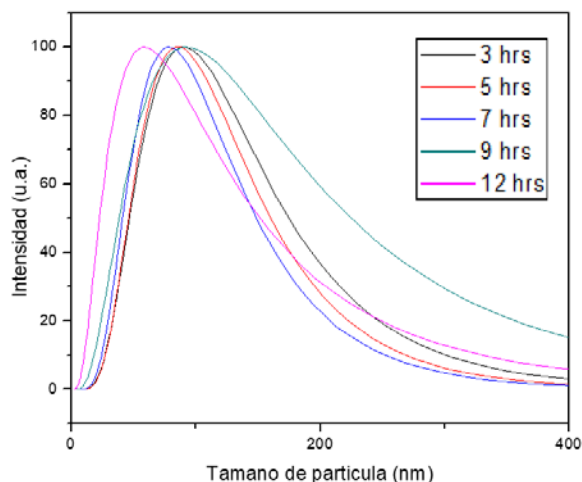


**Figura 4.** Imágenes de MEB de la morfología de  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  y  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  después de 5 horas de molienda.



**Figura 5.** Imágenes de MEB de la morfología  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  y  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  después de 12 horas de molienda.

En la Figura 5 hay mayor dispersión de las partículas, además, los tamaños de partícula son más pequeños y coinciden con el estudio mostrado a continuación.



**Figura 6.** Curvas obtenidas a partir del tamaño de partículas de la muestra.

En la figura 6 se presenta una variación de los tamaños de partícula con relación a sus horas de molienda, siendo cada vez más pequeño el tamaño conforme las horas de molienda aumentan, encontrándose tamaños menores a 100 nm, además se aprecia una coincidencia con la gráfica de magnetización, mientras más pequeña sea la partícula, mayor magnetización tendrá.

#### 4. CONCLUSIONES

Se observó un cambio en la estructura del material después de 12 horas de molienda, dando resultado a partículas menores a 100 nm, lo cual podría tener relación en la magnetización. Las micrografías de MEB mostraron una morfología irregular en la mezcla de los polvos de óxidos precursores, sin embargo, a más horas de molienda se muestra un aglomeramiento de las partículas por el impacto de las bolas de acero, a 12 horas se encontró un tamaño menor de partículas. Tanto el Óxido de Neodimio (III) como el Óxido de Manganeso (III) tienen una estructura cristalina hexagonal y después de 12 horas de molienda resulta  $\text{NdMn}_{0.96}\text{O}_{2.886}$ . Es decir, una manganita de neodimio con una estructura cristalina ortorrómbica.

#### REFERENCIAS

- [1] Pradhan S.K; Das S.N; Bhuyan S. *Structural, morphological and dielectric features of neodymium doped BiFeO<sub>3</sub>-PbTiO<sub>3</sub> electronic system*, Materials Today; Proceedings, Volumen 35 Parte 2, paginas 73-75. ISSN 2214 – 7853 (2021).
- [2] Guangqun T; Yu W; Yong L; Dan X; *Removal of Pb(II) ions from aqueous solution by manganese oxide coated rice straw biochar A low-cost and highly effective sorbent*, Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, Volumen 84, paginas 85-92, ISSN 1876-1070 (2018).
- [3] Jing Z; Yu L; Zongying X; Dawei W; Chaolei B; Huaihao Z, *Unique porous Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/C cube decorated by Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticle: Low-cost and high-performance electrode materials for asymmetric supercapacitors*, Electrochimica Acta, Volume 289, paginas 72-81, ISSN 0013-4686 (2018).
- [4] Vishakaa E. J; Priya Dharshinib M; Shallyb V; Gerardin J; *Structural and Optical Properties of Pure NiO Nanoparticles and NiO-Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, NiO-CdO, NiO-Pb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, NiO-ZnO Nanocomposites*, Jordan Journal of Physics Volumen 14, paginas 409-417. (2021).
- [5] Leila A. K; Mohsen G; Asghar A. *Synthesis and characterization of manganese ferrite nanostructure by co-precipitation, sol-gel, and hydrothermal methods*, Particulate Science and Technology, 37:7, 904-910, DOI: [10.1080/02726351.2018.1461154](https://doi.org/10.1080/02726351.2018.1461154) (2019).
- [6] Rodolfo Z. *Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño*. Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología. ISSN:2448-5691 (2021).
- [7] Farzaneh A; Ali M, *The unique opportunities of mechano-synthesis in green and scalable fabrication of metal-organic frameworks*, Journal of Materials Chemistry A Recent Review Articles. (2022)