



Ciencia Latina
Internacional

Ciencia Latina Revista Científica Multidisciplinar, Ciudad de México, México.
ISSN 2707-2207 / ISSN 2707-2215 (en línea), septiembre-octubre 2024,
Volumen 8, Número 5.

https://doi.org/10.37811/cl_rcm.v8i5

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOALEACIONES BIMÉTALICOS DE METALES DE TRANSICIÓN (FE, NI)

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF
BIMETALLIC NANOALLOYS OF TRANSITION
METALS (FE, NI)

Felipe Barffuson Domínguez
Universidad de Sonora, México

Rogelio Gámez Corrales
Universidad de Sonora, México

Jesús Roldán González Martínez
Universidad de Sonora, México

Olivia Alcantar Jatomea
Tecnológico Nacional de México

Gerardo T. Paredes Quijada
Universidad de Sonora, México

DOI: https://doi.org/10.37811/cl_rcm.v8i5.14342

Síntesis y Caracterización de Nanoaleaciones Bimetalicas de Metales de Transición (Fe, Ni)

Felipe Barffuson Domínguez¹felipe.barffuson@unison.mx<https://orcid.org/0000-0002-6105-5318>

Universidad de Sonora

México

Rogelio Gámez Corralesrogelio.gamez@unison.mx<https://orcid.org/0000-0002-3597-7781>

Universidad de Sonora

México

Jesús Roldán González Martínezjroldan.glezm@outlook.com<https://orcid.org/0000-0002-3939-5404>

Universidad de Sonora

México

Olivia Alcantar Jatomeaolivia.alcantarj@hermosillo.tecnm.mx<https://orcid.org/0009-0000-2992-1792>

Tecnológico Nacional de México

campus Hermosillo

México

Gerardo T. Paredes Quijadagerardo.paredes@unison.mx<https://orcid.org/0000-0003-1950-1959>

Universidad de Sonora

México

RESUMEN

Nanoaleaciones bimetalicas de metales de transición han atraído una gran atención debido a sus múltiples aplicaciones tanto como catalizadores, amortiguamiento por sus propiedades magnéticas, o en áreas biomédicas debido al tratamiento del cáncer por hipertemia. En este trabajo se reportan síntesis y nanoestructuras de nanoaleaciones de FeNi. Las nanoaleaciones bimetalicas de metales de transición fueron obtenidas empleando polvos de Hierro y Níquel a una proporción de 90/10, empleando molienda micromecánica de alta energía. Las nanoestructuras de las nanoaleaciones fueron estudiadas empleando una combinación de técnicas experimentales de microscopía óptica (MO, *Optical Microscopy*), microscopía electrónica de barrido (SEM, *Scanning Electron Microscopy*). Las mediciones obtenidas de SEM permitieron observar estructuras jerárquicas de hasta 10 micras compuestas de estructuras esféricas de tamaño nanométrico.

Palabras clave: SEM, nanoaleaciones, molienda micromecánica, feni, estructuras jerárquicas

¹ Autor principal.

Correspondencia: rogelio.gamez@unison.mx

Synthesis and Characterization of Bimetallic Nanoalloys of Transition Metals (Fe, Ni)

ABSTRACT

Bimetallic nanoalloys of transition metals have attracted great attention due to their multiple applications as catalysts, damping due to their magnetic properties, or in biomedical areas due to the treatment of cancer by hyperthermia. In this work, synthesis and nanostructures of FeNi nanoalloys are reported. The bimetallic nanoalloys of transition metals were obtained using iron and nickel powders at a ratio of 90/10, using high-energy micromechanical milling. The nanostructures of the nanoalloys were studied using a combination of experimental techniques of optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM). The measurements obtained from SEM allowed to observe hierarchical structures of up to 10 microns composed of spherical structures of nanometric size.

Keywords: SEM, nanoalloys, micromechanical milling, feni, hierarchical structures

Artículo recibido 10 septiembre 2024
Aceptado para publicación: 15 octubre 2024



INTRODUCCIÓN

En recientes años la investigación y desarrollo de nuevos nanomateriales se han venido intensificando, principalmente debido a sus propiedades físicas y químicas muy específicas respecto a los que presentan los materiales tradicionales. Las aleaciones bimetalicas de metales de transición han atraído una gran atención debido a sus propiedades física (magnéticas, dureza, entre otras). Dependiendo de la capacidad que se tenga para controlar la composición química, tamaño y forma se pueden desarrollar aplicaciones en diferentes áreas de investigación y desarrollo. Algunas de las áreas donde han sido en el campo de electrocatalizadores (Carbone et al., 2023), catálisis (Li et al., 2023), amortiguamiento por sus propiedades magnéticas suaves y en áreas biomédicas debido al tratamiento del cáncer por hipertemia (Ban et al., 2011), entre otras. La investigación y desarrollo de nuevas energías limpias de bajo costo implementa el uso de aleaciones de metales. Donde el Níquel es uno de los elementos de los metales más baratos y de buen rendimiento en producción de hidrogeno al integrarse en nuevos electrodos nanoestructurados en la técnica experimental de electrocatálisis (Carbone et al., 2023).

La reducción de dos agentes precursores metálicos puede ser controlados durante la síntesis para lograr obtener nanomateriales con tamaño, forma, estructura morfología y distribución de nanopartículas bimetalicas o nanoaleaciones bimetalicas deseadas. Para controlar esos parámetros se han utilizado métodos de síntesis físicos y químico, tales como deposición, reducción hidrotérmica (Han et al., 2017), molienda mecánica (Chicinas et al., 2004) (Chicinas et al., 2002) (Jiang et al., 1998) y métodos solvotérmicos (Zhou et al., 2015), entre otros.

Varias de las aplicaciones en las que se han desarrollado este tipo de nanomateriales bimetalicos son llevadas a cabo debido a sus morfologías. Diversas morfologías han sido obtenidas, tales como cadenas de esferas (Cheng, 2015), estructuras columnares (Dhanalakshmi & Ravichandran, 2023), nanoaleaciones cuasi esféricas polidispersas en tamaños (Li et al., 2023), aleaciones micrométricas cuasi esféricas (Chicinas et al., 2004), tipo estrellas de mar (Nady et al., 2021), nanohojuelas (Kang, 2012), flores micrométricas formadas por estructuras de tipo lentejuelas (Liu et al., 2010), nanopartículas coraza-núcleo (Zhang et al., 2018), microestructuras de tipo champiñones (Han et al., 2017), nanofibras, nanotubos de aleaciones metálicas, esferas huecas (Tong et al., 2008), nanocristales (Ebrahimi & Li, 2003), nanoalambres (Zeng et al., 2014), etc.

La molienda mecánica es una técnica experimental de alta energía que permite llevar a cabo síntesis de materiales, más frecuentemente materiales con estructuras que no se encuentran en equilibrio tales como aleaciones de componentes metálicas de elementos inmiscibles, fases amorfas, soluciones sólidas extendidas, entre otras (Gilev et al., 2003) (Paul et al., 2007) (Tsuchida, 2001). Esta técnica consiste en introducir 2 o más componente y balines de acero o de ágata, en un contenedor. La relación entre la masa de los balines y las muestras generalmente presentan una relación de 20 a 1. El contenedor es herméticamente sellado y en una atmosfera inerte con el objetivo de evitar contaminación por reacciones espurias. La técnica de molienda mecánica de alta energía produce colisiones a gran velocidad del orden de m/s, entre el contenedor y balines, así como balines con las muestras. Esta técnica permite sintetizar aleaciones de mezclas de polvos de elementos químicos puros o de elementos parcialmente combinados que pueden ser distinguidos de los materiales molidos cuyas composiciones químicas permanecen iguales durante la molienda, sin embargo, las estructuras cristalinas o microestructuras pueden ser diferentes.

En este trabajo se lleva a cabo un estudio de la morfología de nanoaleaciones de Hierro y Níquel en proporción de 90-10, empleando las técnicas experimentales de microscopía óptica invertido y microscopía electrónica de barrido. La técnica de molienda mecánica de alta energía fue empleada para obtener las nanoaleaciones debido a que es una técnica de bajo costo y fácil de mantener el control de las estructuras que se desean obtener.

METODOLOGÍA

Los materiales Hierro y Níquel fueron adquiridos de la empresa Sigma Aldrich en polvo y con una pureza del 97% para el Hierro y del 99% para el Níquel, y fueron empleados sin previo tratamiento de purificación. Los tamaños promedio de los polvos indicados por Sigma Aldrich son de Hierro y Níquel: 0.325 y <50 micras, respectivamente. Mientras que las partículas nanométricas (aleaciones) se obtuvieron por el método de molienda mecánica de alta energía empleando molinos planetarios Fritsch Pulverisette 5 y 6 de alta energía (Figura 1A). En todas las muestras que se estudiaron se mantuvo constante la razón Fe para diferentes estequiometrias: $Ni_{1-x}Fe_x$ [$x= 0.9$] llevando la molienda por 36 horas a 400 RPM con pellets de acero de 4, 6 y 8 mm de diámetro en contenedores de Nylamid de 250

ml de capacidad (Figura 1B), considerando una relación de bolas y masa a polvos de 20:1 utilizando 3 gramos de muestra total para nuestra síntesis.

Las microfotografías ópticas fueron obtenidas empleando un microscopio óptico invertido metalurgista de la marca LABOMEX modelo MET 400 con un objetivo 100X, mientras que las microfotografías de microscopía electrónica de barrido (SEM) fueron realizadas microscopio de la marca JEOL, modelo JSM-7800F.

Figura 1. A. Molinos planetarios Fritsch Pulverisette 5 y 6 de alta energía. **B.** Molino planetario Fritsch modelo Pulverisette 6 con un tazón de 250 ml.



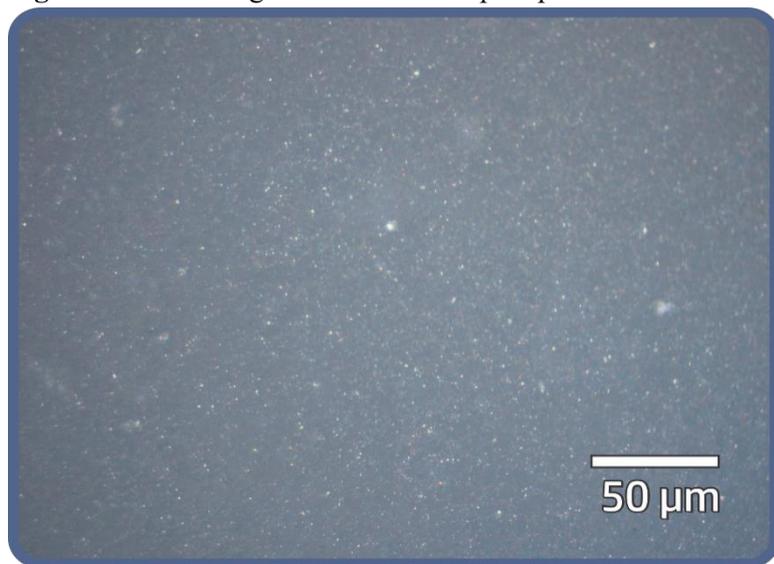
Fuente: Propia

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Figura 1B se presenta el molino planetario Fritsch modelo Pulverisette 6 con un tazón de 250 ml que es empleado como reactor de alta energía. Estos molinos de alta energía al mismo tiempo que reducen el tamaño de los componentes en polvo de los reactantes (Fe y Ni), generan energía térmica suficiente para formar agregar 2 o más elementos creando aleaciones, estructuras cuasi estables.

Las caracterizaciones morfológicas de nanoaleaciones de FeNi fueron llevadas a cabo empleando las técnicas experimentales de microscopía óptica (OM) y microscopía electrónica de barrido (SEM). En la imagen obtenida de microscopía óptica se observan agregados de una muestra representativa de una aleación de FeNi con una proporción de Fe de 90% y Ni de 10% (Figura 2). Puede apreciarse que la muestra presenta una polidispersidad en los tamaños de los agregados siendo su distribución de unos cientos de nanómetros a decenas de micras.

Figura 2. Microfotografías de microscopía óptica a 100x de aleación de FeNi con una proporción 90-10.



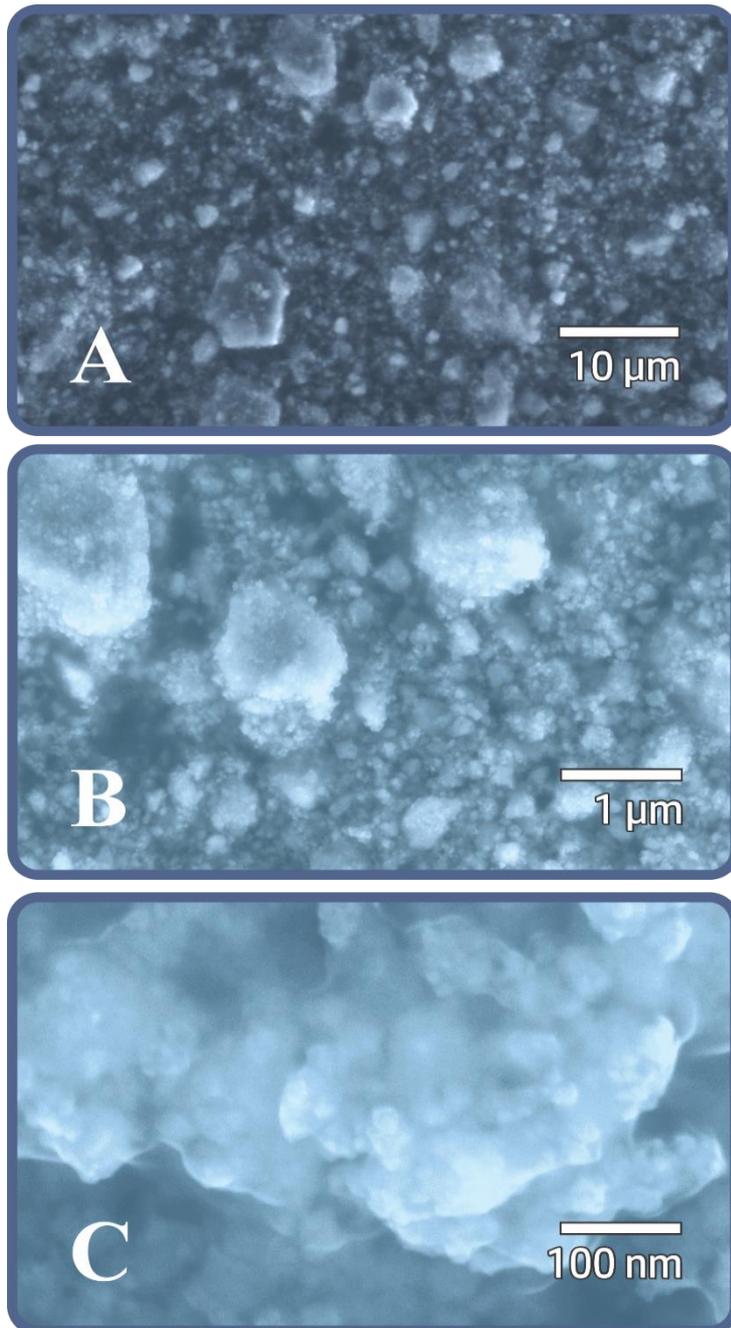
Fuente: Propia

La morfología obtenida en las microscopías electrónicas de barrido (SEM) se presentan en las Figuras 3A, 3B y 3C en donde se pueden observar las aleaciones de FeNi a una proporción de 90-10. En la Figura 3A se observan las estructuras jerárquicas de forma amorfa y de tamaños de una decena de micras. Estas estructuras son constituidas por estructuras laminares de unas decenas nanómetros de grosos y de tamaño igual a las micropartículas amorfas, esta imagen obtenida con un aumento de 5,000X (Figura 3B). Las microestructuras amorfas son presentes, siendo la de mayor tamaño del orden de 10 micras con un aumento de 100,000X (Figura 3C) que permite observar detalles al interior. Las

estructuras laminares se componen de los agregados laminares de varios cientos de nanómetros y constituida por nanopartículas cuasi esféricas de 40 a 50 nm de diámetro.

En la Figura 3 se muestra el autoensamble de nanoaleaciones bimetálicas de forma cuasi esférica que conforman estructuras laminares de un grosor de un diámetro. Debido a la energía térmica suministrada por el golpeo de los balines con los polvos de Hierro y Níquel, se forman nanopartículas y a su vez se autoensamblan en estructuras laminares que conforman microestructuras amorfas.

Figura 3. Microfotografía de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).



A. SEM a 1,000X. **B.** SEM de 5,000X. **C.** SEM a 100,000X.
Fuente: Propia

CONCLUSIONES

En este trabajo se llevó a cabo un estudio de experimental de microscopía óptica (OM) y microscopía electrónica de barrido (SEM) de aleaciones bimetálicas de metales de transición (Fierro y Níquel). La síntesis fue realizada con molienda micromecánica en una proporción de 90/10 (Fe-Mx) siendo Mx (= Ni) y una proporción de balines/material (20 a 1). Se observaron por microscopía óptica heterogeneidades en las muestras, presentándose además estructuras de polidispersas en tamaños desde unas decenas de nanómetros a un par de decenas de micras. Mientras que SEM muestra micro imágenes de nanopartículas cuasi esféricas de aleaciones bimetálicas de tamaño de 40 a 50 nm autoensamblándose a su vez en estructuras laminares de un grosor correspondiente al diámetro de las cuasi nanoesferas. Debido a la gran cantidad de energía térmica proporcionada por la molienda mecánica las estructuras laminares se autoensamblan para conformar estructuras jerárquicas de mayor tamaño (una decena de micras de diámetro) y formas amorfas, diferentes a sus constituyentes.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Ban, I., Stergar, J., Drogenik, M., Ferk, G., & Makovec, D. (2011). Synthesis of copper-nickel nanoparticles prepared by mechanical milling for use in magnetic hyperthermia. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 323(17), 2254–2258.
<https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2011.04.004>
- Carbone, S., Caruso, A. G. M., Patella, B., Miceli, R., Pellitteri, F., Caruso, M., Mandin, P., Aiello, G., & Inguanta, R. (2023). Nanostructured Ni-Fe-P Alloy for Alkaline Electrolyzer. *Chemical Engineering Transactions*, 100(April), 649–654. <https://doi.org/10.3303/CET23100109>
- Cheng, G. (2015). Fabrication and characterisation of iron-nickel chain-like fibres via simple solvothermal approach. *Materials Research Innovations*, 19(1), 69–72.
<https://doi.org/10.1179/1433075X14Y.0000000222>
- Chicinas, I., Pop, V., & Isnard, O. (2002). Magnetic properties of Ni₃Fe intermetallic compound obtained by mechanical alloying. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 242–245, 885–887. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(01\)01332-4](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(01)01332-4)
- Chicinas, I., Pop, V., & Isnard, O. (2004). Synthesis of the supermalloy powders by mechanical alloying. *Journal of Materials Science*, 39(16–17), 5305–5309.



<https://doi.org/10.1023/B:JMSC.0000039234.58490.78>

- Dhanalakshmi, G., & Ravichandran, V. (2023). Synthesis of nanocrystalline nickel-iron alloys-A novel chemical reduction method. *Chemical Physics Impact*, 6(March), 100202. <https://doi.org/10.1016/j.chphi.2023.100202>
- Ebrahimi, F., & Li, H. Q. (2003). Structure and properties of electrodeposited nanocrystalline FCC Ni-Fe alloys. *Reviews on Advanced Materials Science*, 5(2), 134–138.
- Gilev, V. G., Smirnova, S. V., Karmanov, V. I., & Filimonova, I. V. (2003). Structural changes during milling of Silicon Carbide. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 42, 109–113.
- Han, T., Xu, C., & Chen, H. (2017). Simple synthesis of novel mushroom-like FeNi₃ microstructures by a hydrothermal reduction. *Materials Research Innovations*, 23(1), 39–42. <https://doi.org/10.1080/14328917.2017.1362509>
- Jiang, J. Z., Lin, R., & Mørup, S. (1998). Microstructure and gas sensitive properties of α -Fe₂O₃-MO₂ (M: Sn and Ti) materials prepared by ball milling. *Hyperfine Interactions*, 113(1–4), 261–267.
- Kang, W. (2012). Microforging Effect on the Microstructure and Magnetic Properties of FeSiB-based Nanoflakes. *Journal of Materials Science and Technology*, 28(4), 303–307. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(12\)60058-9](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(12)60058-9)
- Li, L., Cao, X., Huo, J., Qu, J., Chen, W., Liu, C., Zhao, Y., Liu, H., & Wang, G. (2023). High valence metals engineering strategies of Fe/Co/Ni-based catalysts for boosted OER electrocatalysis. *Journal of Energy Chemistry*, 76, 195–213. <https://doi.org/10.1016/j.jechem.2022.09.022>
- Liu, L., Guan, J., Shi, W., Sun, Z., & Zhao, J. (2010). Facile synthesis and growth mechanism of flowerlike Ni-Fe alloy nanostructures. *Journal of Physical Chemistry C*, 114(32), 13565–13570. <https://doi.org/10.1021/jp104212v>
- Nady, N., Salem, N., Mohamed, M. A. A., & Kandil, S. H. (2021). Iron-nickel alloy with starfish-like shape and its unique magnetic properties: Effect of reaction volume and metal concentration on the synthesized alloy. *Nanomaterials*, 11(11). <https://doi.org/10.3390/nano11113034>
- Paul, K. T., Satpathy, S. K., Manna, I., Chakraborty, K. K., & Nando, G. B. (2007). Preparation and characterization of nano structured materials from fly ash: A waste from thermal power stations, by high energy ball milling. *Nanoscale Research Letters*, 2(8), 397–404.



<https://doi.org/10.1007/s11671-007-9074-4>

Tong, G., Guan, J., Xiao, Z., Mou, F., Wang, W., & Yan, G. (2008). In situ generated H₂ bubble-engaged assembly: A one approach for shape-controlled growth of Fe nanostructures. *Chemistry of Materials*, 20(10), 3535–3539. <https://doi.org/10.1021/cm800269k>

Tsuchida, T. (2001). Formation of ternary carbide Fe₃Mo₃C by mechanical activation and subsequent heat treatment. *Journal of Materials Science*, 36(7), 1735–1740.

<https://doi.org/10.1023/A:1017520508138>

Zeng, M., Yang, H., Liu, J., & Yu, R. (2014). Gradient magnetic binary alloy nanowire. *Journal of Applied Physics*, 115(17), 113–116. <https://doi.org/10.1063/1.4864248>

Zhang, Y., Liu, C., Fan, G., Yang, L., & Li, F. (2018). A robust core-shell nanostructured nickel-iron alloy@nitrogen-containing carbon catalyst for the highly efficient hydrogenation of nitroarenes. *Dalton Transactions*, 47(38), 13668–13679. <https://doi.org/10.1039/c8dt03033b>

Zhou, J., Jiao, T., Guo, W., Wang, B., Guo, H., Cui, L., Zhang, Q., Chen, Y., & Peng, Q. (2015). Preparation of Iron-nickel alloy nanostructures via two cationic pyridinium derivatives as soft templates. *Nanomaterials and Nanotechnology*, 5(1), 1–7. <https://doi.org/10.5772/61296>

