

Obtención de Fe₇₈Si₉B₁₃/GNPL Composite: un Estudio de Propiedades

Pagnola, M.R., Ph.D.^{1,3}, Useche, J., Ph.D.², and Martínez García, R., Ph.D.³

¹CONICET - Universidad de Buenos Aires, Instituto de Tecnologías y Ciencias de la Ingeniería “Hilario Fernández Long” (INTECIN), Buenos Aires, Argentina, mpagnola@gmail.com

²Universidad Tecnológica de Bolívar, Facultad de Ingeniería, Colombia, juseche@utb.edu.co

³Universidad de Buenos Aires, Facultad de Ingeniería, Departamento de Física, Laboratorio de Sólidos Amorfos, Buenos Aires, Argentina, rmartinez@fi.uba.ar

Abstract— *La obtención de cintas magnéticas blandas de Fe₇₈Si₉B₁₃ por la técnica del Melt Spinning (MS) es ampliamente estudiada por diversos autores desde ya hace varios años [1], [2], [3]. Sus propiedades magnéticas ($H_c = 3$ A/m y $B_s = 1.6$ T) [4] establecen un comportamiento razonable para aplicaciones en frecuencias variables con uso en transformadores eléctricos, en relación con sus bajas pérdidas por histéresis magnética y corrientes de Foucault [5] en los núcleos obtenidos. Además, el uso del grafeno para la búsqueda de sensores con diversas aplicaciones tecnológicas es materia de desarrollo actual, sobre todo en aplicaciones estructurales [6], [7]. También existen antecedentes sobre el estudio de propiedades eléctricas y térmicas en composite del tipo Cu-Grafito que demuestran una dependencia lineal entre conductividades eléctricas y térmicas [8]. El presente trabajo pretende extender la técnica ya utilizada sobre cintas magnéticas blandas, como lo es la molienda mecánica [9] y el grafeno nanoplatelets (GNPL) obtenido también por molienda [6], [10], para generar un nuevo composite de Fe₇₈Si₉B₁₃/GNPL mediante una mezcla, su posterior tratamiento de prensado y sinterizado. Para de esta manera obtener las muestras a caracterizar. Su uso sería muy importante en aplicaciones tecnológicas sensibles al campo eléctrico y magnético.*

Keywords—Cintas magnéticas blandas, Grafeno, Melt Spinning, Resistencia eléctrica, Coercitividad.

I. INTRODUCCION

El rango de aplicación real de los materiales magnéticos blandos disponibles tales como el Fe₇₈Si₉B₁₃ se ha incrementado significativamente debido al desarrollo de sistemas amorfos y nano-cristalizados. Allí las aleaciones ferromagnéticas pueden ser obtenidas como fases vítreas mediante la técnica de enfriamiento rápido [1], [3]. El uso posterior de estos materiales son las conformaciones de núcleos de transformadores eléctricos muestran una mejora significativa en sus resultados generales como un incremento en el rendimiento con menos impactos ambientales. La fabricación de paquetes magnéticos nanoestructurados puede ser realizada mediante el empleo directo de cintas metálicas obtenidas por proceso de melt spinning.

Por otra parte, debido a su alto módulo elástico, alta resistencia y gran área de superficie específica, las nano-placas de grafeno (GNPL) se presentan como excelentes nano-fillers

en composites metálicos [11]. En estos, la presencia de grafeno puede mejorar la resistencia mecánica y eléctrica del material base permitiendo crear materiales con propiedades mejoradas. Esto ha impulsado el desarrollo de composites con una excelente combinación de propiedades mecánicas, eléctricas y térmicas [12].

El presente trabajo explora el desarrollo de un nuevo material compuesto Fe₇₈Si₉B₁₃/GNPL a partir de la obtención de los materiales individuales mediante el método de molienda mecánica. El compuesto resultante es caracterizado mediante difracción de rayos X y microscopía de barrido para su caracterización estructural y morfológica. Igualmente, se estudian sus propiedades magnéticas para determinar sus potenciales aplicaciones en ingeniería. Los resultados obtenidos muestran que a medida que crece la fracción en peso del material no magnético empleado en la mezcla con las partículas magnéticas, la magnetización de saturación disminuye, no observándose una tendencia clara en el decrecimiento de la coercitividad con el agregado de grafeno. Los resultados deben ser complementados con mediciones eléctricas del material sinterizado para confirmar las tendencias observadas en medidas de resistividad.

II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

A. Obtención de partículas magnéticas

Se utilizaron cintas magnéticas blandas de composición Fe₇₈Si₉B₁₃ (% at) obtenidas de acuerdo con los procedimientos explicados en Pagnola et. al [12] desde un lingote madre original fundido en un horno de inducción. Luego mediante un tratamiento de molienda mecánica sobre las mismas se obtuvo el polvo como materia prima para nuestro material magnético. Para ello se utiliza un molino ortorrómbico, que permite variar el tipo de movimiento, la amplitud del movimiento, su frecuencia y el tipo de cámara en donde colocar la muestra a procesar (Fig. 1).

Digital Object Identifier: (only for full papers, inserted by LACCEI).

ISSN, ISBN: (to be inserted by LACCEI).

DO NOT REMOVE



Fig. 1 Molino ortorrómbico.

Previamente a la molienda mecánica se realizó un tratamiento térmico a 300°C sobre la cinta recién obtenida, de acuerdo con lo sugerido por Da-guo J. et al [13] para obtener un menor tamaño de partícula. Luego, con la cinta tratada térmicamente, y a una frecuencia de 37,5 Hz se sometió a la misma a 1 hora de molienda mecánica. Para nuestro caso, se obtuvieron partículas magnéticas de $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ de alrededor de 30 μm de tamaño característico, según se observa en histograma en la Fig. 2.

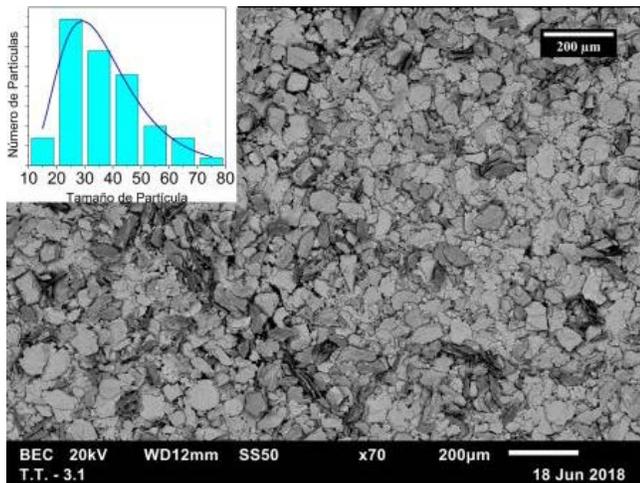


Fig. 2 Micrografía SEM e histograma de tamaños promedios de hojuela de muestra obtenida por molienda en [9]

B. Obtención de grafeno

Se sintetizó grafeno utilizando un molino de bolas planetario PM100 Retsch® de acuerdo con Pagnola et. al [6]. Para ello, se utilizaron 5,0 g de grafito comercial (polvo de grafito sintético con 99,9 % de pureza, malla n.º 100) y 11,2 g de hielo seco en la cámara de molienda del molino planetario con 40 bolas de acero inoxidable de 12,7 mm de diámetro y dureza volumétrica de 65 HRC para el proceso. Los precursores se molieron a 500 rpm durante 24 hs con el recipiente sellado y fijo en el molino planetario. Posteriormente, se eliminó muy lentamente la presión interna acumulada en el recipiente de molienda. Ya que, al abrir la tapa del recipiente en atmósfera normal, se produjo un conjunto de chispas, debido a la hidratación de los

carboxilatos en ácidos carboxílicos en la humedad del aire atmosférico [14]. Una vez finalizado el proceso, las muestras fueron extraídas cuidadosamente de la cámara de molienda y transferidas a un matraz Erlenmeyer, lavadas con ácido clorhídrico al 15% para disolver y eliminar todas las impurezas de hierro provenientes de las bolillas. Finalmente, las muestras se filtraron y lavaron con agua destilada. Luego fueron secadas a 60°C y almacenadas para su posterior caracterización.

C. Obtención de las mezclas

Se prepararon cuatro muestras para caracterizar en su comportamiento magnético. La muestra FeSiB constituida en su totalidad por las partículas magnéticas de $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ luego de la molienda mecánica; la muestra FeSiB 0.5GNPL constituida por una mezcla de partículas magnéticas de $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ luego de la molienda mecánica con un 0.5 % en peso de nanoplacas de grafeno; La muestra FeSiB 1GNPL constituida por una mezcla de partículas magnéticas de $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ luego de la molienda mecánica con un 1% en peso de nanoplacas de grafeno y la muestra FeSiB 1.5GNPL constituida por una mezcla de partículas magnéticas de $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ luego de la molienda mecánica con un 1.5 % en peso de nanoplacas de grafeno. Todas las nanoplacas de grafeno utilizadas fueron las obtenidas de acuerdo con la Sección B. Cada una de las mezclas obtenidas fue colocada alrededor de 45 min en condiciones de baja frecuencia (menor a la utilizada en la molienda mecánica) dentro de sendos recipientes de molienda, pero sin bolillas, para lograr una homogenización en el mezclado a baja energía. Evitando así incidir sobre las partículas en forma individual modificando su estructura y/o aportando carga metálica (de las bolillas) a las partículas. Logrando así, mejorar la distribución global del composite. Con estas cuatro muestras obtenidas se caracterizó magnéticamente el comportamiento de cada una de ellas para el presente trabajo.

III. CARACTERIZACION ESTRUCTURAL DE COMPONENTES

Los difractogramas de los materiales obtenidos durante este proceso pueden observarse en la Figura N°3. Esta caracterización se llevó a cabo mediante difracción de rayos X en un equipo Rigaku utilizando un goniómetro con la disposición Θ - 2Θ con radiación de Cu-K α (0,15418 nm). Se puede observar que la cinta obtenida a partir del lingote tiene una estructura mayoritariamente amorfa, salvo para el pico rico en FeSi (1 0 1) con un tamaño de grano nanocristalino de $1,6 \pm 0,4\text{nm}$. En las cintas tratadas térmicamente, podemos observar un aumento en la intensidad del pre-pico en comparación con las cintas que no poseen tratamiento térmico. El tamaño de la fase monocristalina rica en FeSi en las cintas tratadas térmicamente aumentó a 2 nm. El aumento en el pico (1 4 1) puede corresponder a la segregación de la fase SiB_6 nanocristalina. Mientras que, los picos (1 0 1) y (3 1 1)

disminuyen muy poco su altura relativa, debido al tratamiento térmico realizado en las cintas.

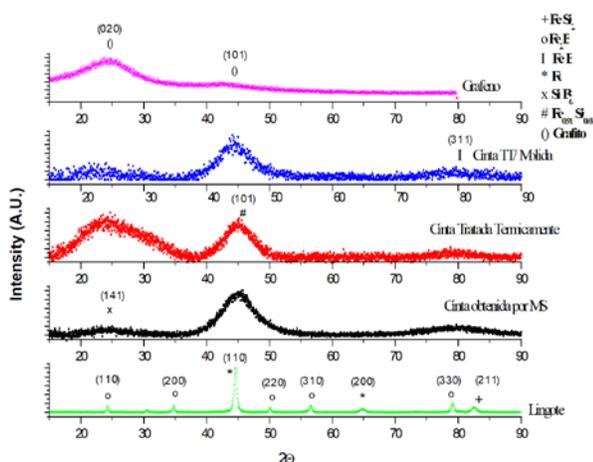


Fig. 3 Difractogramas característicos de componentes originales y tratados.

TABLA I
CORRESPONDENCIA DE PLANOS CRISTALOGRAFICOS PARA CINTAS DE Fe₇₈Si₉B₁₃.

| Elemento | Pico | Tarjeta N° | Referencia |
|---------------------------------------|---------|--------------|------------|
| SiB ₆ | (1 4 1) | #35-0809 | [15] |
| Fe _{0.91} Si _{0.09} | (1 0 1) | #96-900-6909 | [16] |
| FeB | (3 1 1) | #32-0463 | [17] |

El lingote madre (original), muestra en cambio una estructura cristalina en todos sus picos observados (Figura N°3 – lingote) que, en conjunto con la estequiometría de la aleación, muestran Fe₂B, FeSi₂ y Fe según tarjetas #39-1314; #35-0822 y #06-0696 (ver Tabla II).

TABLA II
CORRESPONDENCIA DE PLANOS CRISTALOGRAFICOS PARA LINGOTE DE Fe₇₈Si₉B₁₃.

| Elemento | Picos | Tarjeta N° | Referencia |
|-------------------|---|------------|------------|
| Fe ₂ B | (1 1 0); (2 0 0); (2 2 0); (3 1 1); (3 3 0) | #39-1314 | [18] |
| FeSi ₂ | (2 1 1) | #35-0822 | [19] |
| Fe | (1 1 0) | #06-0696 | [20] |

La Tabla I y Tabla II indican las fichas cristalográficas correspondientes a las fases obtenidas en las cintas y lingote, respectivamente.

Para estudiar la composición de las cintas producida por melt spinning se utilizó un microscopio de barrido electrónico (SEM) marca ZEISS modelo EVO 10 equipado con un Detector de Deriva de Silicio (SDD) de Oxford Instruments modelo Ultim Max 40. Se determinó también, la composición química global de la cinta magnética en un área suficientemente representativa mediante la técnica EDS.

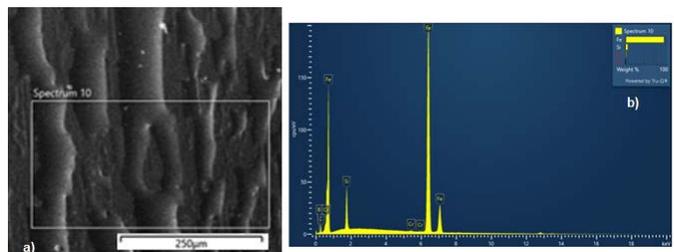


Fig. 4 a) Micrografía SEM de cinta obtenida por MS; b) Espectro EDS de zona recuadrada en a).

En la Fig. 4 puede verse la micrografía SEM de las cintas originales y en la Tabla III pueden observarse los resultados obtenidos del espectro EDS de la cinta magnética, en donde se informa el porcentaje en peso (% wt.), sigma porcentaje en peso y porcentaje atómico (% at.).

TABLA III
ANÁLISIS COMPOSICIONAL POR EDS DE CINTAS MAGNÉTICAS PRODUCIDAS POR MELT SPINNING (MS).

| Elemento | % wt. | Sigma % wt. | % at. |
|----------|-------|-------------|-------|
| B | 2,48 | 0,84 | 11,09 |
| Si | 5,30 | 0,07 | 9,11 |
| Cr | 0,11 | 0,03 | 0,10 |
| Fe | 92,11 | 0,80 | 79,70 |

Puede destacarse que fueron detectados pequeños porcentajes de flúor (no informado) y cromo en la cinta que provienen del proceso de escoria siderúrgica del alto horno de la materia prima utilizada [12].

Por otra parte, la caracterización de nuestro grafeno muestra la aparición de dos picos de difracción a 23.78° y 44.3° asociados a los planos cristalográficos (0 0 2) y (1 0 1) correspondientes al grafeno. Esto puede interpretarse como que el grafeno aún conserva la estructura de los átomos de carbono luego del proceso de exfoliación mecánica [11].

Usando la ley de Bragg (1) calculamos el espacio entre láminas de grafeno, entendiendo que los picos amorfos que se muestran en la Fig. 3 son el producto del apilamiento entre hojas, por lo que la separación entre las hojas viene dada por:

$$D = n / 2 \cdot \text{sen}(\Theta) \quad (1)$$

Donde, D es la distancia interlaminar, n es un número entero y Θ es el ángulo de incidencia. Una vez obtenida la distancia entre láminas, usando Debye Scherrer (2) el tamaño del apilamiento de hojas de grafeno se calcula como:

$$d = k \cdot \lambda / \beta \cdot \text{cos}(\Theta) \quad (2)$$

Donde, d es el tamaño del dominio cristalino (tamaño de apilamiento en nuestro caso), k es un factor de dimensión que depende de la forma de las partículas, λ es la longitud de onda,

β es el ancho del pico a media altura y Θ es el ángulo de Bragg del máximo correspondiente.

Finalmente, para obtener el número de hojas apiladas nl , dividimos el tamaño de la pila d (nm) por la separación entre las hojas D (nm) y en nuestro caso se obtiene:

TABLA IV
CARACTERIZACIÓN DE NANOPLACAS DE GRAFENO.

| Material | $2\Theta_{max}$ | D (nm) | d (nm) | nl |
|----------|-----------------|--------|--------|----|
| Grafeno | 23.78 | 0.37 | 2.22 | 6 |

La Fig. 5 muestra una micrografía de nanoplacas de grafeno obtenidas por molienda mecánica de 24 hs, en la que se observa un arreglo multiplanar deformado de láminas delgadas con tamaños característicos superiores a $5\mu m$ [6].

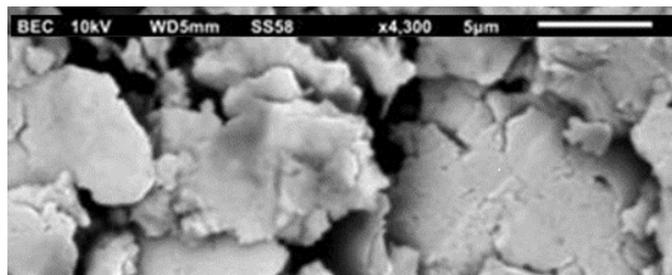


Fig. 5 Micrografía SEM de nanoplacas de grafeno obtenidas por exfoliación por molienda mecánica.

IV. COMPORTAMIENTO MAGNETICO DE MEZCLAS

Para analizar el comportamiento magnético de las mezclas de composite en verde se utilizó un equipo Magnetómetro de Muestra Vibrante (VSM con sus siglas en inglés) a muy baja frecuencia hasta un campo de 20000 Oe. Con este equipo se obtuvo la respuesta en un gráfico del tipo $Mvs.H$ para todas las muestras.

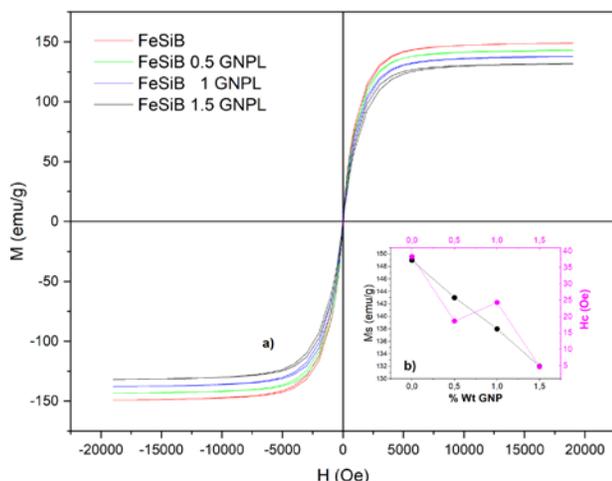


Fig. 6 a) Curvas $Mvs.H$ de muestras estudiadas. b) Magnetización de Saturación (M_s) y Campo Coercitivo (H_c) de muestras estudiadas.

V. ANALISIS PULVIMETALURGICO

Se calcularon las densidades aparentes y de batido de los polvos obtenidos ordenando los resultados de acuerdo con la cantidad en contenido de nanoplacas de grafeno de cada muestra.

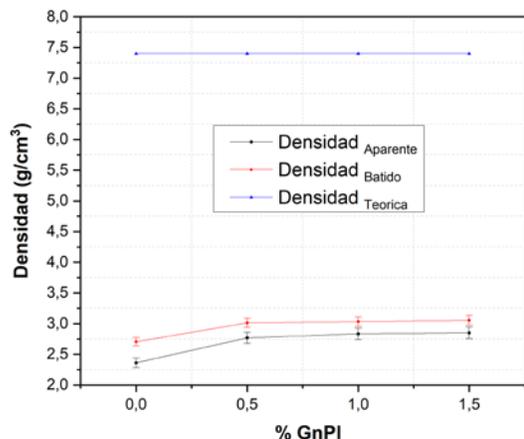


Fig. 7 Densidad aparente y de batido en relación con la densidad teórica de la aleación.

La densidad aparente es la densidad del polvo suelto sin compactación o vibración alguna, medida sobre un recipiente con tara. En cambio, la densidad de batido o batido es la densidad del polvo luego de vibrado o golpeado ligeramente. Los valores registrados se graficaron con un error máximo del 3,5%. Se observa en la Fig. 7 que la densidad de batido de todos los polvos es superior a la aparente. Esto es debido a que luego de vibrado, los polvos se acomodan eliminando los espacios vacíos entre partículas. Puede observarse que la mayor densidad de batido es la registrada para el polvo con mayor contenido de GNPL y su valor es de $3,055 \pm 0,076 \text{ g/cm}^3$, que corresponde a un valor menor del 50% de la densidad de la aleación teórica. En tanto que el valor de la densidad aparente para el mismo contenido de GNPL cae a $2,851 \pm 0,095 \text{ g/cm}^3$, por debajo del 40% del valor de la densidad de la aleación principal.

Se calcularon también los parámetros de Hausner [21] para una partícula representativa de los polvos, según lo informado en la Fig. 8. A saber:

$$x = a / b = 1,960$$

$$y = A / a. b = 0,801$$

$$z = c^2 / 4 \pi A = 1,212$$

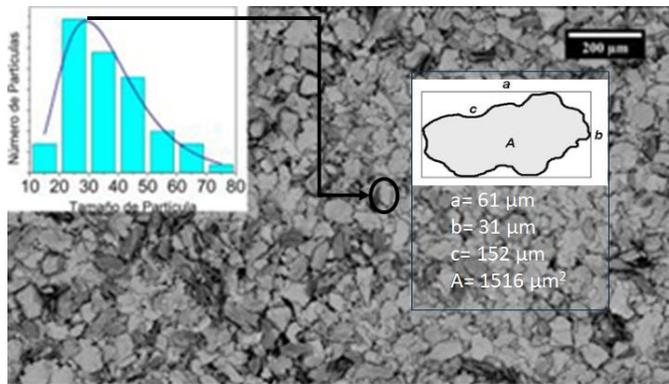


Fig. 8: Factores de Hausner para la partícula en forma de hojuela (a: Largo del rectángulo envolvente; b: Ancho del rectángulo; c: Perímetro de la sección proyectada; A: Área proyectada de la partícula.).

Siendo:

x: cociente de elongación.

y: Factor de volumen.

z: Factor de superficie.

VI. DISCUSIÓN

Puede observarse en la Fig. 6.a que a medida que el % en peso de material no magnético con el que fueron mezcladas las partículas magnéticas, crece, la magnetización de saturación (M_s) disminuye, siendo el valor más alto, dentro de los composites, el de la mezcla con 0.5%wt de nanoplacas de grafeno (143 emu/g - Figura N° 6.b). Este valor disminuye en 10 emu/g al llegar a 1.5%wt. En tanto, el comportamiento en la coercitividad de las muestras es más errático, pues no existe una tendencia clara de la coercitividad con el agregado en % wt de grafeno como sería lo esperado. Esto es posiblemente a la generación de clústeres no magnéticos que aíslan a los magnéticos y hacen más difícil la orientación de las partículas magnéticas con el campo externo aplicado. Este fenómeno puede observarse quizás en la muestra de un 1%wt de nanoplacas de grafeno, debido a que la homogeneización de la mezcla no fue suficiente para este caso. El tiempo de homogeneización es un factor importante para considerar en estudios futuros, así también como la relación entre tamaños entre partículas magnéticas y no magnéticas. Que en nuestro caso posee la relación 30/5. Esto último, también influye en la formación de clústeres durante la homogeneización de la mezcla. No obstante a este comportamiento que hemos destacado con nanoplacas de grafeno, podemos observar que al aumentar este porcentaje la coercitividad logra bajar a 4,68 Oe con 1,5%wt. Esta tendencia a la disminución parecería coincidir con el comportamiento inicial observado a 0.5%wt, en que la coercitividad baja abruptamente en 20 Oe con respecto al material puramente constituido por partículas

magnéticas. Este punto abonaría una tendencia decreciente en la coercitividad con el agregado en peso de nanoplacas de grafeno a la muestra FeSiB. En tanto a los polvos, desde el punto de vista pulvimetalúrgico podemos decir que la relación entre la densidad de batida y la aparente para cada mezcla daría un indicio de la compresibilidad a priori de los mismos. En nuestro caso, esta relación disminuye con el agregado de las nano placas de grafeno. Esto no parecería auspicioso para la conformación de piezas en verde por prensado uniaxial, debido al tipo de partícula en forma de hojuela descrito en la Fig.8. Aunque la disminución del área superficial tiende a reducir las fuerzas de fricción entre partículas e intento incrementar la densidad aparente en relación al tipo de partícula comparado con otros polvos de igual forma [22], parecería conveniente proseguir el tratamiento de estas mezclas mediante el prensado en caliente. Induciendo una pequeña deformación plástica en las partículas que ayudaría a la cohesión entre partículas previo al sinterizado del bulk.

VII. CONCLUSIONES

Este trabajo ha dado el puntapié inicial en el estudio de mezclas de partículas metálicas de $Fe_{78}Si_9B_{13}$ con grafeno por el método de molienda mecánica, para la obtención de composites (en verde: sin tratamiento de prensado y sinterizado) y su posterior comportamiento magnético. Para este trabajo se ha procedido tanto a la fabricación de la aleación magnética específica como a la del grafeno mediante técnicas estándares de fabricación ya desarrolladas previamente por los autores [3], [6], [7], [12]. Este trabajo debe ser complementado a futuro con un set de mediciones eléctricas de las piezas sinterizadas para confirmar las tendencias observadas en medidas de resistividad por otros autores con mezclas en polímeros [23]. Es por ello por lo que el comportamiento entre mezclas de materiales magnéticos en polvo de grafeno está siendo aún estudiado desde el punto de vista de la magnetización y coercitividad, pero aún no está tan claro su comportamiento, tanto como si su utilización en sensores y como candidato a controlar la contaminación electromagnética [7], [24].

AGRADECIMIENTOS

Los autores dan las gracias al proyecto **UBACyT 20020190100046BA** y al **CONICET** por el soporte al presente trabajo. Además, agradecen la participación del técnico **CPA CONICET Sr. Gastón Bourio** en el proceso de molienda de las muestras.

REFERENCIAS

- [1] D. Pavuna, Production of metallic glass ribbons by the chill-block melt spinning technique in stabilized laboratory conditions, *J. Mater. Sci.* 16 (1981)2419–2433.
- [2] R. W. Cahn, *Physical Metallurgy*, Third edition, Elsevier Science Publishers B.V., 1983
- [3] M. Pagnola, M. Malmoria, M. Barone, Biot number behaviour in the Chill Block Melt Spinning (CBMS) process, *Applied Thermal Engineering* 103 (2016), 807–811.
- [4] Recep Sahingoz, Mustafa Erol, Mike R.J. Gibbs, Observation of changing of magnetic properties and microstructure of metallic glass Fe78Si9B13 with annealing, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 271 (2004), 74–78.
- [5] Sun H, Wang C, Chen W, Lin J., Strategy to Enhance Magnetic Properties of Fe78Si9B13 Amorphous Powder Cores in the Industrial Condition, *Metals* (2019); 9(3):381. <https://doi.org/10.3390/met9030381>
- [6] Pagnola, M.R., Morales, F., Tancredi, P. *et al.* Radial Distribution Function Analysis and Molecular Simulation of Graphene Nanoplatelets Obtained by Mechanical Ball Milling. *JOM* 73, 2471–2478 (2021). <https://doi.org/10.1007/s11837-020-04499-5>.
- [7] Peña-Consuegra, J., Pagnola, M.R., Useche, J. *et al.* Manufacturing and Measuring Techniques for Graphene-Silicone-Based Strain Sensors. *JOM* 75, 631–645 (2023). <https://doi.org/10.1007/s11837-022-05550-3>
- [8] Kováčik, J., Emmer S., Cross property connection between the electric and the thermal conductivities of copper graphite composites, *International Journal of Engineering Science*, Volume 144 (2019) 103130, <https://doi.org/10.1016/j.ijengsci.2019.103130>
- [9] Morales, F., Pagnola, M.R., Muriel, J. J. y Socolovsky, L., "Molienda mecánica sobre cintas magnéticas blandas de Fe78Si9B13 con molino de bolas ortorrómbico de fabricación propia", *Revista SAM N°1* (2020) p.61-67, ISSN 1668-4788.
- [10] Disma, F., Aymard, L., Dupont L. and Tarascon J.M., Effect of Mechanical Grinding on the Lithium Intercalation Process in Graphites and Soft Carbons, *Journal of The Electrochemical Society* 143, 12 (1996), 3959, <https://doi.org/10.1149/1.1837322>
- [11] W.s. MA, J.-w. ZHOU, and S.-x. CHENG, "Preparation and characterization of graphene," *Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities*, vol. 4, 2010.
- [12] M.R. Pagnola, M. Malmoria, M. Barone and H. Sirkin, "Analysis of Fe78Si9B13(%at) Ribbons of Noncommercial Scrap Materials Produced by Melt Spinning Equipment", *Multidiscipline Modeling in Materials and Structures*, 10(4):511-524, 2014.
- [13] J. Da-guo and L. Zhao-hui. "Preparation and Piezomagnetic Effect of FeSiB amorphous powders /IIR Composite Film".Third International Symposium on Intelligent Information Technology and Security Infor-matics, 2010.
- [14] I.-Y. Jeon, Y.-R. Shin, G.-J. Sohn, H.-J. Choi, S.-Y. Bae, J. Mahmood, S.M. Jung, J.-M. Seo, M.-J. Kim, D.W. Chang, L. Dai, and J.-B. Baeka, *Proc. Natl. Acad. Sci.* 109, 5588 (2012).
- [15] *Natl. Bur. Stand (US). Monogr.* 25(20):21-45, 1984.
- [16] J Zhang and F. Guyot, Thermal equation of state of iron and Fe0;91Si0;09, *Physics and Chemistry of minerals*, 26(3):206-211, 1999.
- [17] *Natl. Bur. Stand (US). Monogr.* 25(October):18-35, 1981.
- [18] Khan, Y. (1988), *Institut. Werkstoffe Elektrotechnik*, Queremburg, Bochum.
- [19] *Natl. Bur. Stand (US)* (1985), "Monogr", Vol. 25 No. 21, pp. 21-73.
- [20] Swanson, H.E., Fuyat, R.K. and Ugrinic, G.M. (1955), "Natl. Bur. Stand (US)", *Circ.* 539, pp. 3-4.
- [21] Henry H. Hausner, Powder characteristics and their effect on powder processing, *Powder Technology*, Volume 30, Issue 1,1981,Pages 3-8
- [22] American Society for Metals. *ASM Handbook/ American Society for Metals. Vol.7, Powder Metallurgy*, 10th ed. 1990.
- [23] YASSER ZARE and KYONG YOP RHEE, Effective DC Conductivity of Polymer Composites Containing Graphene Nanosheets, *JOM, The Minerals, Metals & Materials Society* (2023),<https://doi.org/10.1007/s11837-023-05758-x>
- [24] S. Qamar, S.Yasim, N.Ramzam, A.Umer and N.N. Akhtar, "Structural, morphological and magnetic characterization of syntetized Co-Ce doped Ni ferrite/Graphene/BNO12 nanocomposites for practical applications", *Chinese journal of Physics* 65 (2020) 82-92.