

**DESARROLLO Y CARACTERIZACIÓN DE UN FLUIDO
MAGNETOREOLOGICO**

DIANA MARCELA OSORIO OSPINA

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERIAS
ESCUELA DE INGENIERIA DE MATERIALES
Santiago de Cali, 2012

**DESARROLLO Y CARACTERIZACIÓN DE UN FLUIDO
MAGNETOREOLOGICO**

PROYECTO DE GRADO PARA OPTAR AL TITULO DE INGENIERA DE
MATERIALES

DIANA MARCELA OSORIO OSPINA
Código: 200646315

Dirigida por:
Phd. JoseHerminul Mina
Ing. Irvin Jadway Castro Navas

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERIAS
ESCUELA DE INGENIERIA DE MATERIALES
Santiago de Cali, 2012

DEDICATORIA

A mi madre y mi familia por su apoyo, esfuerzo, comprensión y estima, pues me dieron aliento y capacidad para salir adelante en diversas circunstancias guiando mi camino personal y profesional durante tantos años. A los profesores que compartieron sus conocimientos y que con su educación formaron a la persona y al profesional. Al Ing. Irvin Jadway castro y al Profesor JoseHerminul Mina por su apoyo para desarrollar este proyecto, gracias por la ayuda prestada, especialmente por la paciencia tenida.

Gracias a mis compañeros por su apoyo y atención. A quienes pusieron de su tiempo para colaborarme cuando lo necesite muchísimas gracias porque me ayudaron a seguir adelante.

A los laboratorista y demás encargados de la escuela de eléctrica y electrónica, escuela de Materiales y la facultad de física por su colaboración y disposición constante.

A todos muchas GRACIAS

1. TABLA DE CONTENIDO

2.	INTRODUCCION	8
3.	OBJETIVOS	9
4.	JUSTIFICACIÓN O PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA:	10
5.	MARCO TEORICO	11
5.1	Fluidos Electro y Magneto Activos	11
5.2	Fluidos Electrorreologicos	12
5.3	Ferrofluidos	13
5.4	Fluidos Magnetoreológicos	14
5.5	Composición de un Fluido Magnetoreológico [4] [5].....	16
5.6	Propiedades.....	19
5.7	Aplicaciones.....	24
5.7.1	Robótica	25
5.7.2	Automotriz	25
5.7.3	Construcciones civiles	26
5.7.4	Dispositivos y amortiguadores Magnetoreológicos.....	27
5.7.5	Mercado y ventajas de los FMR	27
6.	ANTECEDENTES	29
7.	METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	31
7.1	Selección de las Materias primas	31
7.1.1	Partículas	31
7.1.2	Fluido Portador.....	33
7.1.3	Aditivo	34
7.2	Caracterización de las Materias Primas	35
7.2.1	Análisis SEM	35
7.2.2	Análisis EDS	35
7.2.3	Análisis VSM	36
7.2.4	Análisis Mössbauer.....	36

7.2.5	Difracción de Rayos X.....	36
7.3	Caracterización del Aditivo.....	37
7.4	Caracterización del Fluido Portador.....	37
7.5	Preparación Mezclas	37
7.6	Montaje Experimental.....	38
7.6.1	Medición de Viscosidad.....	39
7.6.2	Protección del Viscosímetro.....	40
7.6.3	Aplicación de Campos	42
7.7	Evaluación de las Mezclas	43
8.	RESULTADOS Y ANALISIS	45
8.1	Selección del Fluido Portador.....	45
8.2	Caracterización de las Materias Primas	45
8.2.1	Análisis SEM	45
8.2.2	Análisis EDS	47
8.2.3	Análisis VSM	48
8.2.4	Análisis Mösbauer	50
8.2.5	Difracción de Rayos X.....	53
8.2.6	Caracterización del aditivo	55
8.2.7	Caracterización del Fluido Portador.....	56
8.3	Evaluación de las Mezclas	57
8.3.1	Amperaje variable VS viscosidad a Velocidad de Rotación constante.....	57
8.3.2	Interpretación Área Matemática	60
8.3.2	Velocidad de Rotación VS Viscosidad a un Amperaje Constante Aplicado.....	62
9.	CONCLUSIONES	67
10.	BIBLIOGRAFIA	68
11.	ANEXOS	70

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 FMR sin campo y con campo H aplicado. [4].....	14
Figura 2 a. Partículas magnéticas con monodominio b. Partículas magnéticas con múltiples dominios magnéticos. [3].....	15
Figura 3 Esfuerzo de corte vs Velocidad de deformación para fluidos newtonianos y no newtonianos [6]	19
Figura 4 Curva de magnetización típica de un FMR con 40% volumen de partículas de Carbonyl hierro. [3]	21
Figura 5 Viscosidad vs velocidad de corte para un fluido sin campo (campo cero) [3]	22
Figura 6 Efecto de la aplicación de un campo magnético (DC) sobre la viscosidad del FMR.	22
Figura 7 Comportamiento ideal de un modelo Bingham para un FMR en presencia de campo aplicado H en función de la velocidad de corte. [11]	23
Figura 8 Exoesqueletos creado por la compañía Japonesa CyberdyneInc cuenta con rotulas de FMR. [12].....	25
Figura 9 Suspensión magnética magneride de la marca BWI. [13].....	26
Figura 10 a. Museo Nacional de Ciencias Emergentes del Japón y b. Amortiguador sísmico de fluido magnetoreológico Rheonetic MRD-9000.....	26
Figura 11 Suspensión Magnetoreológica de automóvil militar [14]	28
Figura 12 Amortiguación de movimiento para asientos. [14].....	28
Figura 13 Orden al proceso de separación en tamices y de molienda.	32
Figura 14 Montaje de medición de sedimentación	34
Figura 15 Viscosímetro Brookfield DV II + Pro empleado	39
Figura 16 Spindles de 1 al 7 de izquierda a derecha.	39
Figura 17 Jaula de Faraday en maya conductora, protección de un radio.	41
Figura 18 Jaula de Faraday diseñada en láminas de acero a. Vista lateral b. Vista frontal c. Vista trasera	41
Figura 19 Bobina empleada.....	42
Figura 20 Fuente de 250 V y 25 Amp.	42
Figura 21 Micrografías SEM de las partículas <20 μm sin molienda a. 200x b. 4000x	46
Figura 22 Micrografías SEM de las partículas <20 μm molidas a. 200x b. 2000x.....	46
Figura 23 Micrografías SEM de las partículas de 20 a 38 μm sin moler a. 200x b. 1000x	46
Figura 24 Micrografías SEM de las partículas de 20 a 38 μm molidas a.200x b. 1000x.....	47
Figura 25 Densidad de flujo B (Gauss) vs Intensidad de Campo H (oersteds) [26]	49
Figura 26 Momento Magnético/masa (emu/g) vs Campo Magnético (Oe) para todas las partículas.	50
Figura 27 Espectros Mössbauer para A: < 20 μm , B: de 20 a 38 μm y C: <20 μm molidas. Parámetros hiperfinos correspondiente a hierro metálico ($\alpha\text{-Fe}$) y hematita (Fe_2O_3).	52
Figura 28 Rayos X de las muestras A: <20 μm , B: de 20 a 38 μm , y C: < 20 μm molidas. Picos de $\alpha\text{-Fe}$ (F) y Fe_2O_3 (H) presentes en todas las muestras.	54

Figura 29. Micrografia SEM a la ceniza de cascarilla de arroz, 400 x.	56
Figura 30 Distribución granulométrica de tamaños de la ceniza de cascarilla de arroz.	56
Figura 31 Muestra 6 Viscosidad vs Corriente aplicada para la muestra 6 a 3 rpm.	59
Figura 32 Área Matemática de cada muestra vs velocidad de rotación del Spindle	61
Figura 33 Viscosidad vs Velocidad de rotación a corrientes constantes para M2.	64
Figura 34 Respuesta de un ferrofluido con 21% de magnetita en aceite comestible al acercarle un magneto[27].....	65

2. INTRODUCCION

Los fluidos Magnetoreológicos son conocidos por exhibir propiedades reológicas originales al aplicar un campo magnético en ellos, con esto se obtienen cambios de viscosidad sobre el fluido elevando esta última hasta que el fluido se asemeja a un elemento más sólido porque se requieren mayores esfuerzos para generar deformación en el mismo. Esta característica les ha abierto las puertas en variadas aplicaciones como amortiguadores, actuadores antisísmicos, pistones, prótesis, entre otras. Mientras se explotan los parámetros como la intensidad del campo magnético aplicado, concentración de partículas y viscosidad del fluido portador, se pueden obtener importantes variaciones en el comportamiento de los parámetros reológicos en presencia de un campo determinado.

Estos fluidos descubiertos en los años 60 generaron una revolución en las aplicaciones mencionadas dado que pueden llegar a esfuerzos de cedencia de 100 kPa. Aunque a partir de su descubrimiento no fueron trabajados por décadas, en los años 80 se reactivó la investigación en ellos dadas sus altas velocidades de respuesta y resistencias, es por ello que hoy en día existen formas comerciales de estos fluidos y de elementos que los emplean. Sin embargo la investigación en los mismos no cesa pues aunque presentan agradables propiedades mecánicas, también cuentan con algunas falencias a nivel reológico y esto se debe a que estos fluidos, conformados por una fase continua líquida y una fase dispersa particulada, presentan sedimentación de la fase particulada, por ello se hace necesario en cualquier formulación de estos fluidos emplear aditivos dispersantes y estabilizantes que les permitan mantener sus propiedades reológicas en el mayor tiempo posible.

En este estudio se conducen experimentos que permiten conocer el comportamiento empírico de un fluido Magnetoreológico al interactuar con algunas de las variables propias del mismo como concentración de partículas, tamaño de partículas, tipo de fluido portador y una aditivación. Esto implica una evaluación de sus propiedades y permite el desarrollo de una formulación a partir de la experimentación generando un análisis de su comportamiento y proporcionando una idea de una formulación apropiada para el mismo.

Esta investigación se desarrolló en varias etapas descritas a continuación:

- ✿ Caracterización de las materias primas, con el fin de identificar las propiedades magnéticas y morfológicas de las mismas.
- ✿ Desarrollo de los fluidos magnetoreológicos (FMR) basado en un fluido portador (silicona), un material particulado (partículas magnéticas de hierro) y un aditivo (ceniza de cascarilla de arroz).

3. OBJETIVOS

Objetivo General:

Generar y evaluar el comportamiento de un Fluido Magnetoreológico a partir de partículas magnéticas derivadas de hierro, con un fluido portador aceitoso y una adición de ceniza de cascarilla de arroz. Evaluando sus propiedades a en condiciones diferentes velocidades de rotación del elemento de medición y diversas magnitudes de campo magnético aplicado.

Objetivo Específicos:

1. Efectuar ensayos de SEM/EDS, VSM y MS para caracterizar las partículas magnéticas que se emplearan en la generación del Fluido Magnetoreológico.
2. Realizar ensayos de SEM/EDS, XRF y granulometría laser para caracterizar la ceniza de cascarilla de arroz.
3. Generar un Fluido Magnetoreológico adicionando un 10 y 15% de partículas (tamaños < 20 μm) en un fluido portador para evaluar las características del mismo ante la variación de concentración de partículas.
4. Desarrollar un Fluido Magnetoreológico con 10% de partículas y evaluar el cambio en sus propiedades al incorporar 3, 4 y 5 % de ceniza de cascarilla de arroz en el mismo.
5. Medir la viscosidad para las muestras con y sin adiciones, en campos magnéticos generados a 0, 2, 4, 6, 8, 10, 11, 12, 13, 14 y 15 Amperios y a velocidades de rotación del spindle de 3, 4, 5, 6, 10, 12, 20, 30, 50, 60 y 100 rpm.
6. Evaluar la viscosidad de las muestras cuando se mantiene la velocidades de rotación constante y se realiza una variación del amperaje aplicado a la bobina para probar así la viscosidad con el campo magnético.

4. JUSTIFICACIÓN O PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA:

Actualmente los sistemas de amortiguamiento y detección demandan de mayores ajustes para adaptarse a los avances tecnológicos en automóviles y edificaciones que los requieran, por esta razón se han venido desarrollando nuevos materiales que puedan optimizar la respuesta ante impactos, esfuerzos instantáneos, esfuerzos constantes e incluso choques. De aquí nace la iniciativa en investigaciones mundiales por el uso de materiales inteligentes como los fluidos magnetoreológicos que pueden suplir tales requisitos. Estos últimos han demostrado las mejores adaptaciones en estas aplicaciones y representan, a nivel industrial, mejores propiedades como elevado esfuerzo de cedencia, altas velocidades de respuesta, en diseños de menor tamaño y mayor versatilidad.

En esta investigación se pretende conocer y desarrollar un fluido Magnetoreológicos con materiales de fácil acceso de forma local de modo que pueda ser reproducible en futuras investigaciones y que además posea características óptimas para que pueda compararse con aquellos empleados en elementos de amortiguamiento de altas prestaciones y requisitos. Dado que este no es uno de los temas más comunes de investigación o desarrollo en nuestra región, se pretende introducir la temática desde la perspectiva de trabajo, equipos empleados y características del desarrollo trabajado para que sirva de guía en labores posteriores que deseen seguir esta temática.

Algunas de las características principales de este tipo de fluidos indican que tienden a sedimentar en el tiempo y esto obliga a un cambio periódico para su uso, por ello la mejor combinación debe presentar menor sedimentación en el tiempo y con ello mayor durabilidad, en este proyecto se establecerán con ensayos preliminares una combinación óptima de partículas con un fluido portador y aditivos, para poder dar un indicio de la formulación final del mejor FLUIDO MAGNETOREOLOGICO ELABORADO que pueda ser útil posteriormente.

Para llevar a cabo este proyecto es necesario aplicar en conjunto de técnicas de caracterización que van dando indicios de las propiedades obtenidas en los fluidos preparados y que permiten predecir su comportamiento y estandarizarlo (para la mejor combinación). De modo que al finalizar esta investigación se abra la puerta a la investigación en este tipo de materiales y permita que los desarrollos de nuestro país busquen el conocimiento en los campos de actualidad.

5. MARCO TEORICO

El campo tecnológico de los denominados materiales inteligentes ha evolucionado rápidamente en los últimos años aunque desde los años 50 se llevan empleando materiales y conceptos que podrían denominarse como inteligentes. Los fundamentos físicos en los que se basa el funcionamiento de estos materiales se conocen desde el siglo XIX y su característica principal es la capacidad de responder de forma autónoma ante un estímulo generando una variación en su comportamiento o estado. En general, estos materiales poseen la capacidad de manifestar algún tipo de respuesta en función o presencia de estímulos externos como: la corriente eléctrica, un campo magnético, humedad, solventes, pH, calor, presión o la imposición de una deformación mecánica en general.

Este tipo de materiales pueden clasificarse en alguna de las siguientes categorías: a) electro y magnetostrictivos, b) piezoeléctricos, c) los fluidos electro y magnetoactivos, d) electrocromicos y e) materiales con memoria de forma. Así mismo existen otras clasificaciones o denominaciones para estos materiales y cada vez parece ser mayor el entusiasmo en la investigación de los mismos, para efectos de este trabajo se toma en general la clasificación previamente nombrada y a continuación se describe la rama de los fluidos electro y magnetoactivos que es la que guarda interés con esta investigación.

5.1 Fluidos Electro y Magneto Activos

Dentro de esta denominación se encuentran los Fluidos Electrorreológicos, Magnetoreológicos y los Ferrofluidos, haciendo referencia a que cada uno de estos tiene una variación en su comportamiento reológico (viscosidad) según sea aplicado un estímulo eléctrico o magnético. Las características de cada uno difieren según se puede ver en la tabla 1.

Tabla 1. Comparación entre características y propiedades de Ferrofluido, Fluidos Magneto y Electrorreológicos. [1]

	Fluido Magnetoreológicos	Fluido Electrorreológico	Ferrofluido
Material de las partículas	Hierro, Ferritas, óxidos de hierro, derivados de Fe, etc.	Zeolitas Polímeros, Si O ₂ , BaTiO ₃	Cerámicas Ferritas, Hierro Cobalto, etc.

Tamaño de las partículas¹	0,1-10 μm	0,1-10 μm	2-10 nm
Fluido Portador	Aceites no polares Líquidos polares Agua, combinaciones agua-aceite	Aceites	Aceites Agua
Densidad Estimada	3- 5 g/cc	1-2 g/cc	1-2 g/cc
Viscosidad sin Estimulo (mPa-s)	100-1000	50-1000	2-500
Campo Requerido	$\sim 3\text{KOe}$	3 KV/mm	$\sim 1\text{KOe}$
Cambio con la Inducción de Campo	(B) $\sim 100\text{kPa}$	$\mathbb{E}_y$ (E) $\sim 10\text{kPa}$	$\frac{\Delta\eta(B)}{\eta(0)} \approx 2$
Generación del Estimulo	Electroimanes Imanes Permanentes	Altos Voltajes	Imanes Permanentes

5.2 Fluidos Electrorreológicos

Son suspensiones de partículas polarizables eléctricamente dispersas en un aceite no conductor. Los fluidos Electrorreológicos o FER, están compuestos típicamente por partículas de sílice, titanato de bario o semiconductores, con tamaños entre las 0,5 y 100 μm [2]. Para partículas como la sílice, se requiere la adición de polielectrolitos al fluido que permiten que se genere el efecto electrorreológico y se incrementen las fuerzas electrostáticas de atracción entre las partículas. Estos fluidos fueron desarrollados en primera instancia por Winslow en los años 40's. Su desarrollo continuo de forma intermitente hasta que entre los 80's y 90's se propusieron muchas formulaciones de los mismos junto con una serie de aplicaciones desarrolladas [3].

Estos fluidos se basan en dispersiones coloidales donde la interacción entre las partículas y la presencia de un campo magnético deriva de los iones absorbidos, en algunos casos este efecto es debido a moléculas de agua en la superficie de las partículas. El fluido portador que se emplea, es usualmente un aceite hidráulico de los usados normalmente en dispositivos reológicos, además de ello también se emplean una serie de aditivos dispersantes. Al emplear agua, esta crea una película conductora en la superficie de las partículas, de modo que los iones pueden desplazarse en respuesta al campo eléctrico. Como anotación, estos materiales que emplean agua para desarrollar el efecto electrorreológico desde una interfaz polarizada son llamados materiales polarizables extrínsecamente. Caso contrario son aquellos materiales ferroelectricos, inorgánicos, semiconductores poliméricos y cristales líquidos que estando en suspensión pueden generar el efecto electrorreológico sin emplear agua, estos son llamados materiales polarizables intrínsecamente y funcionan por la polarización en masa o por polarización interracial. Estos

¹ El tamaño de las partículas en cada uno difiere según el autor, algunos como Kevin O'Grady, V. Patel, and S. W. Charles, en el texto Magnetorheological Fluids- pagina 3, difieren respecto a lord FMR con un rango de 1 a 100 μm .

últimos representan una ventaja operativa para los FER pues al no poseer agua pueden trabajar en un rango de temperaturas mayor.

La polarizabilidad de las partículas se incrementa por la migración de las cargas móviles a las zonas con mayor concentración de campo eléctrico. Esto da lugar a grandes momentos dipolares que se atraen entre sí y hacen que las partículas formen cadenas en la dirección del campo, dificultando entonces el flujo del mismo. Los FER son caracterizados por el modelo de plásticos de Bingham en el que el cambio en la viscosidad debido a las interacciones de las cadenas de partículas cuando un cortante es aplicado corresponde al límite de elasticidad [1].

Los fluidos electrorreológicos actuales se caracterizan porque sus estructuras exhiben resistencias dinámicas del rango de 3-5 kPa para campos eléctricos del orden de 3-5 kV/mm. Desafortunadamente, debido a que el efecto electrorreológico no está en momentos dipolares permanentes pero sí en un momento inducido pues existen especies iónicas o moléculas de agua, se limita la temperatura de operación de estos fluidos al rango entre 10 – 90 °C. Sin embargo, para funcionar en ambientes benignos, como amortiguadores de asiento o en los dispositivos retardadores de ejercicio, este rango de temperatura de operación resulta útil.

5.3 Ferrofluidos

Estos son análogos a los fluidos Magnetoreológicos puesto que su comportamiento varía con la aplicación de un campo magnético, sin embargo los ferrofluidos son conocidos como “líquidos magnéticos”, donde se encuentran en suspensión partículas coloidales de tamaños entre 2-10 nm [1] con dominios únicos (monodominio), algunas de los materiales de las partículas empleadas en estos son óxidos de hierro ($\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$, Fe_3O_4), ferritas de Mn-Zn, Fe y Co, en líquidos que pueden o no ser acuosos.

En el caso de los ferrofluidos, el tamaño de las partículas es nanométrico, de modo que al aplicar intensidades de campo magnético bajas (con imanes comunes), la agitación de la suspensión da lugar a la aparición de fuerzas Brownianas que superan el alineamiento magnético. Los Ferrofluidos se sienten atraídos por un campo magnético, pero sus propiedades de flujo no son significativamente afectadas por él, esta propiedad diferencia a estos fluidos de los Magnetoreológicos. En el caso de los ferrofluidos cada partícula es monodominio, esto es que solo tiene un dominio magnético y por ende solo puede tomar una única orientación como consecuencia, cada una tiene un momento magnético permanente. En estos las partículas están suspendidas en la fase líquida por medio de un surfactante que las recubre para separar físicamente las partículas y acoplarlas a la fase líquida, con la combinación adecuada el compuesto preparado parece un líquido homogéneo, magnéticamente sensible, sin momento magnético neto, y sin tendencia a separarse en las fases que lo componen.

5.4 Fluidos Magnetoreológicos

Los fluidos Magnetoreológicos (FMR) son dispersiones de partículas magnéticas (del orden de micras) en soluciones como aceite, agua, siliconas, etc., que se caracterizan porque tienen la capacidad de aumentar su viscosidad a medida que un campo magnético se induce en ellos, alcanzando un valor máximo, conocido como límite de cedencia. Este efecto se logra porque en presencia de un campo magnético las partículas forman cadenas organizadas en dirección de las líneas del campo aplicado y se mantienen en estas posiciones mientras exista dicho campo, como se puede apreciar en la figura 1, oponiéndose a cualquier forma de flujo. Al retirar el campo dicho efecto desaparece volviendo entonces a las condiciones iniciales.

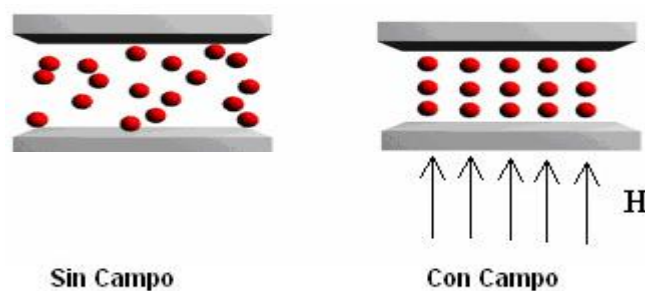


Figura 1 FMR sin campo y con campo H aplicado.[4]

Estos fluidos son compuestos formados por una fase continua no magnética y una fase dispersa magnética, ambas mezcladas con ciertos aditivos coadyuvantes que dan estabilidad y mejoran el comportamiento reológico de los mismos hasta obtener combinaciones óptimas en las cuales se evita la aglomeración de la fase dispersa (partículas magnéticas) o la sedimentación de las mismas, además de estabilizar la mezcla.

En estos fluidos se logra alcanzar resistencias de alrededor 100kPa con campos entre 2-3 kOe en rangos de temperaturas de -40° a 150° C, lo cual es elevado aún más si se comparan con sus homólogos los fluidos electrorreológicos, que logran alcanzar valores máximos de 3-5kPa [3]. Esta diferencia entre ambos radica en que el momento de polarización de un material magnético deriva de su volumen, mientras el efecto reológico deriva de la superficie de las partículas, lo cual ocasiona que la densidad de carga efectiva en ambos sea significativamente diferente. Sin embargo en la práctica el tener partículas de mayor volumen implica una serie de efectos como la sedimentación, además que las partículas cargadas tienden a la aglomeración de forma irreversible de modo que los dispersantes normales no pueden evitar la fuerza de la atracción entre partículas, esto a llevado al incremento de investigaciones en aditivos tales como agentes tixotrópicos, elementos polarizantes, emulsificadores y otros varios reportados en la literatura.

Algunos autores expresan que los fluidos Magnetoreológicos deben ser dispersiones de partículas muy finas con tamaños entre las 0,05 a 10 μm [1], mientras que [3] otros expresan un rango más amplio de tamaños de partículas entre 1 a 100 μm , estos últimos reúnen un amplio conjunto de

trabajos con este tipo de materiales, por ello se emplearan como referencia general de estos fluidos, sin descartar la variación de opiniones que se generan en otras investigaciones.

En los FMR se emplean partículas de orden micrométricos debido a que aquellas en el rango nanométrico ($d < 25\text{nm}$) con propiedades magnéticas son tan pequeñas que solo proveen mono dominios magnéticos, y por ende solo existe un único estado de dominio efectivo similar a los imanes permanentes ver Fig. 2 a. El origen de este efecto así como el tamaño crítico para que se presente este comportamiento, varía según el material pero aplica de forma similar. Por ello las partículas con dimensiones del rango micrométrico que contienen múltiples dominios magnéticos son empleadas en la preparación de FMR pues estos dominios se orientan de tal manera que el campo magnético externo generado por la partículas se reduce al mínimo, este efecto es el denominado flujo y cierre que significa que las partículas tienen momento magnético neto de forma similar al de un material solido no particulado ver Fig. 2 b. [3]

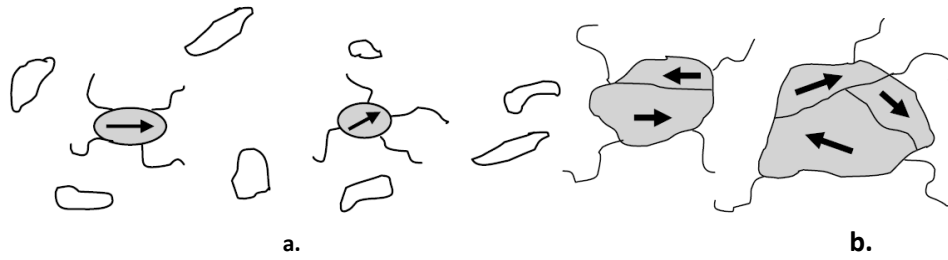


Figura 2 a. Partículas magnéticas con monodominio **b.** Partículas magnéticas con múltiples dominios magnéticos. [3]

En presencia de un campo magnético aplicado, los monodominios magnéticos de las nano partículas experimentan una fuerza de atracción y se unen dando lugar a estructuras largas con efecto Magnetoreológico. Sin embargo debido al efecto natural de los dipolos magnéticos, estas partículas tienden a adherirse entre si con gran fuerza de modo que ni los dispersantes normales son capaces de prevenir la formación de aglomeraciones permanentes. Con el fin de evitar dichas aglomeraciones se deben emplear partículas mucho más grandes teniendo en cuenta la energía de interacción de las mismas. Esta energía de interacción puede calcularse con la ecuación (1), donde se observa la importancia del diámetro de la partícula:

$$E_i = \frac{\mu_1 \mu_2}{r^3} (1)$$

$$E_i = \frac{M_s^2 V_1 V_2}{r^3} = \frac{M_s^2 \pi^2 D_1^3 D_2^3}{3br^3} \quad (2)$$

Donde la energía de interacción es E_i expresada en las unidades del sistema cgs, es igual al producto de los momentos magnéticos μ_1 y μ_2 de las partículas, entre el cubo de su radio. Esto también puede expresarse como se muestra en la ecuación 2, donde la energía de interacción es determinada por el producto de la magnetización de saturación M_s y el volumen de las partículas [3].

Cuando un campo magnético es aplicado a un FMR con partículas micrométricas, los dominios magnéticos son eliminados pues la partícula busca alinear su momento magnético en la dirección del campo, formando cadenas de partículas donde la atracción entre las mismas no supera la energía de interacción, este efecto hace necesario incluir agentes que reduzcan este efecto favoreciendo un mejor comportamiento reológico. Sin embargo, una vez que el campo se elimina, la energía magnetostática de dichas partículas es tal que la estructura de dominio se restaura inmediatamente y, por tanto, no existe ninguna fuerza permanente de atracción entre las partículas, pero puede haber algo de magnetización remanente en el sistema, por ello deben formularse muy bien las características de tamaño y dispersión de partículas para minimizar estos efectos.

A continuación se describe algunas características, propiedades y aplicaciones de este tipo de materiales.

5.5 Composición de un Fluido Magnetoreológico [4] [5]

Como se mencionó previamente los fluidos Magnetoreológicos están constituidos por una fase continua (líquida) y una discontinua (partículas), además de contener aditivos que modifican sus propiedades reológicas permitiendo mejorarse su respuesta al obtener suspensiones estables y duraderas. La formulación correcta de los componentes de un FMR le permitirá un buen desempeño y le dará un mayor valor agregado, por ello gran parte de las investigaciones están enfocadas en hallar las materias primas idóneas y las dosificaciones adecuadas.

a) Fase continúa

Es por lo general un líquido viscoso capaz de impedir la sedimentación excesiva de las partículas por su peso, sin embargo suele seleccionarse aceites que tienen buena fluidez y actúan como lubricantes, esto se debe a que las principales aplicaciones de los fluidos Magnetoreológicos están en amortiguadores, actuadores, pistones, etc. Elementos tales que requieren de buena lubricación para hacerlos duraderos y estables.

Los líquidos más comúnmente usados son aceites de hidrocarburos como el aceite mineral, también se emplean aceites de silicona, aceites sintéticos, combinaciones de estos, emulsiones de agua en aceite, etc. Los aceites de hidrocarburos son usados por su alta lubricidad, durabilidad y por la facilidad de hallar una amplia gama de aditivos en el mercado para estos mismos. Mientras que los aceites sintéticos como las poly(α -olefinas) (PAOs) se emplean debido a que mantienen sus propiedades en un amplio rango de temperaturas. Los aceites de silicona son usados cuando los otros aceites no son compatibles con las características del elemento que los contiene, ya sea porque tienen juntas de goma o diafragmas.

Los fluidos a base de agua o con combinaciones de la misma dan un límite elástico mayor y menor viscosidad sin campo (llamado off o apagado) para una carga de partículas dada. El problema de estos fluidos está en la evaporación del agua, lo cual hace que las propiedades del líquido varíen, motivo por el cual se aplican tan solo cuando no hay variaciones de temperatura o cuando no pueda haber evaporaciones como en sistemas que están totalmente sellados. Es común que empresas dedicadas a la comercialización de FMR empleen este tipo de fluidos solo en demostraciones, un ejemplo de ello es la jeringa Magnetoreológicos de "Lord Corporation" (RD-2013-1MRFluid DemonstrationDevice). Estos fluidos por lo general se combinan con anticongelantes para extender la temperatura de trabajo (propilenglicol) además de antioxidantes para evitar la oxidación de las partículas o de los componentes.

Algunos FMR menos comunes emplean líquidos como polieteresperfluorados, esteres sintéticos e incluso metales líquidos, para poder trabajar a temperaturas extremas o en situaciones especiales. Pero, es poco generalizado el empleo de estos debido a la dificultad que representa hallar aditivos adecuados que mejoren sus propiedades reológicas y la interacción con las partículas-

b) Partículas Magnéticas

Las partículas empleadas deben ser polarizables magnéticamente, de preferencia con baja coercitividad y más alta magnetización de saturación, porque tan pronto como el campo se retira, el FMR debe llegar a su estado desmagnetizado en milisegundos. Por ello, estas partículas deben tener comportamiento Ferro o Ferri-magnético, siendo los polvos de carbonyl hierro una de las materias más usadas por sus características magnéticas, pero también se podrían usar otros derivados de hierro, níquel o cobalto, e incluso compuestos entre estos.

La distribución de tamaños de partículas también es un factor importante en el comportamiento de los FMR, entre más abierta sea la distribución de tamaños, se generan problemas por la facilidad que encuentran las partículas de aglomerarse y compactarse (las de menores tamaños tienden a ocupar espacios dejados por las más grandes), sin embargo esto debe solucionarse con aditivos que eviten dichos sucesos pues las formas más compactas en las distribuciones más amplias generan cadenas más resistentes cuando se aplica el campo magnético. También se tiene que las partículas más grandes conservan una magnetización residual debida a su tamaño, por lo que pueden estar polarizadas y ocasionar atracción hacia las de menor tamaño, aun cuando no halla campo aplicado.

Para evitar estos problemas es ideal que la distribución de tamaños de partículas sea estrecha y que no haya una diferencia mayor a $3\text{ }\mu\text{m}$, sin embargo la mayor homogeneidad en la suspensión se consigue empleando las distribuciones bi-modales² que las monodispersas. Además de esto las partículas deben tener tamaños del orden de 0.1 a $10\text{ }\mu\text{m}$ pues como se ha mencionado las partículas de mayor tamaño son más densas, pero a su vez presentan la ventaja de poseer mayor cantidad de dominios magnéticos lo cual puede evidenciar un mayor esfuerzo de cedencia en el FMR.

²La distribución Normal permiten modelar el comportamiento de las partículas en este caso según sus características de tamaño, bi-modal tiene a su vez dos distribuciones normales.

c) Aditivos

Para que un FMR sea estable en el tiempo y sus propiedades se conserven, se requiere el uso de aditivos o modificadores que les ayuden. Estos aditivos tienen como finalidad evitar la sedimentación, aglomeración, floculación, mejorar la lubricidad, modificar la viscosidad, etc., todo ello sin obstaculizar la interacción entre las partículas y el fluido portador, de modo que se obtengan las mejores propiedades reológicas y magnéticas. La elección del aditivo idóneo depende de la composición misma del FMR, algunos aditivos son empleados para mantener la cohesión entre partículas, otros son re-dispersantes; también existen aditivos anti-oxidantes y anti-desgaste los cuales buscan extender la vida útil tanto del fluido como del equipo que lo emplea. En FMR cuya fase continua es agua, también se emplean aditivos modificadores de pH para controlar el mismo.

Dado que en los FMR el tamaño de las partículas es considerablemente mayor que en los ferrofluidos, se tienen una mayor gravedad específica entre las partículas y el fluido portador, de modo que se presenta sedimentación rápida, la cual es típicamente controlada con el uso de aditivos tixotrópicos (de origen orgánico o inorgánico) además de tensoactivos. Estos aditivos tixotrópicos forman redes finas que mantienen la dispersión de las partículas, pues imparten un esfuerzo de cedencia que inhibe el flujo a esfuerzos de corte bajos cuando no se aplican campos magnéticos, estas redes son débiles en el caso de tasas más altas de corte lo cual permite aprovechar las propiedades del fluido a cortantes mayores. Otros aditivos referenciados en la literatura pueden ser: agentes orgánicos (diversos jabones metálicos), complejos metálicos de jabón, sales orgánicas de metales y agentes no metálicos tales como poliureas. Otros agentes orgánicos incluyen: óxido de arcillas, polímeros asociativos, fosfolípidos y policarboxilatos. Los agentes inorgánicos incluyen sólidos tales como: óxidos metálicos, precipitados, humo de sílice, arcillas, talco y grafito. Siendo el humo de sílice una de las materias primas investigadas, en la referencia [7] mostrando su efecto benéfico contra la sedimentación. Una forma comercial del humo de sílice que es muy empleada actualmente producida por Evonik Industries AG es el AEROSIL³, en las versiones RY200, RX 200 y RX 200s, este siendo empleada en el desarrollo de FMR y de otras tipo de dispersiones.

d) Fracción de componentes

La proporción de los componentes empleados se indica según la proporción de partículas que se adiciona, las proporciones más comunes están en un rango entre 10 - 45 % fracción en volumen de partículas respecto al total, de modo que el excedente del volumen preparado es casi el fluido portador puesto que la proporción de aditivos esta entre un 1 - 2 % o menos. Estas proporciones también dependen del estudio realizado y de la interacción entre componentes, pues entre mayor sea la densidad específica de las partículas, se preferirá emplear menor proporción de las mismas buscando más estabilidad de la mezcla.

³ www.aerosil.com

5.6 Propiedades

Para definir las propiedades de los FMR se requiere identificar inicialmente si están bajo la aplicación de campo magnético o no, con lo cual se indican dos estados conocidos como encendido (con campo) y apagado (sin campo), en el primero se tiene en cuenta que al aplicar un campo convergen el comportamiento magnético y las características reológicas, mientras que en el segundo solo se habla de características reológicas al indicar que la remanencia magnética de las partículas sea tan baja que no afecte el comportamiento del fluido cuando no hay efecto de algún campo.

a) Estado apagado[5]

En ausencia de campo la mayor parte de los FMR tienen un comportamiento newtoniano donde la viscosidad se mantiene constante durante el tiempo, un ejemplo de este tipo de fluidos puede observarse en el figura 3, donde se muestra la curva esfuerzo vs deformación. Es conveniente recordar que un fluido es una sustancia que se deforma continuamente bajo la acción de un esfuerzo cortante. En ausencia de éste, no existe deformación. Los fluidos se pueden clasificar en forma general, según la relación que existe entre el esfuerzo cortante aplicado y la rapidez de deformación resultante. Aquellos fluidos donde el esfuerzo cortante es directamente proporcional a la rapidez de deformación se denominan fluidos newtonianos.. El término no newtoniano se utiliza para clasificar todos los fluidos donde el esfuerzo cortante no es directamente proporcional a la rapidez de deformación, de este modo mientras no haya campo magnético aplicado el FMR será newtoniano y sus propiedades reológicas vendrán dadas principalmente por el comportamiento del aceite (newtoniano) como una sustancia con una dispersión de partículas de forma homogénea. Cabe anotar que también se presenta una tendencia tixotrópica en estos fluidos al observar que con el paso del tiempo se sedimentan las partículas y se obtiene una reducción de la viscosidad respecto a la original, esto último incrementa la importancia de emplear aditivos correctamente.

Un fluido newtoniano se representa por una gráfica lineal que parte del origen mostrando que la viscosidad del mismo se mantiene invariable. Este comportamiento en los FMR se debe a la fase continua, que por lo general es un aceite.

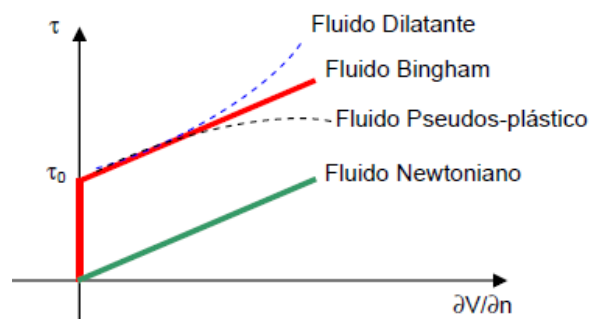


Figura 3 Esfuerzo de corte vs Velocidad de deformación para fluidos newtonianos y no newtonianos [6]

b) Estado Encendido

Cuando se aplica el campo magnético al fluido las partículas se orientan en dirección de las líneas de campo y ofrecen una resistencia al flujo del mismo, requiriéndose entonces de la aplicación de un esfuerzo inicial con una magnitud determinada para romper la resistencia del fluido e iniciar un movimiento en el mismo. Esta característica permite que los fluidos Magnetoreológicos sean representados como un plástico de Bingham como se mostró en la figura 3, donde se necesita superar un esfuerzo τ_0 o límite de fluencia para generar movimiento en el fluido, luego de ello la velocidad de deformación será proporcional al esfuerzo. Estos fluidos exhiben propiedades de líquido a esfuerzos superiores al límite de fluencia por lo tanto pueden ser clasificados tanto como líquidos o como sólidos. Una forma matemática de representar los fluidos Magnetoreológicos es de acuerdo a la ecuación 3:

Los plásticos de Bingham tienen un modelo donde el cortante está dado por:

$$\tau = \tau_0 H + \eta \frac{\partial V}{\partial y} \tau > \tau_0 \quad (3)$$

Dónde:

τ_0 = Esfuerzo cortante según el campo magnético aplicado [Pa]
H = Intensidad de campo magnético [A/m]
 η = Viscosidad plástica [Pa·s]
 $\frac{\partial V}{\partial y}$ = Gradiente de deformación

Por debajo del esfuerzo de cedencia el material se comporta viscoelásticamente:

$$\tau = G \frac{\partial V}{\partial y} \tau < \tau_0 \quad (4)$$

Donde G es el módulo de elasticidad del material.

La formulación del FMR determina el esfuerzo inicial o esfuerzo de cedencia, quien es dependiente del campo aplicado, teniendo que a medida que se aumente la intensidad de campo, el esfuerzo se incrementara hasta llegar a un punto de saturación.

- Comportamiento Magnético

Como se ha venido mencionando, el comportamiento magnético del fluido depende de las partículas, la proporción y los tamaños de las mismas. Una ventaja para estos fluidos es que la magnetización es completamente reversible para las partículas más pequeñas, osea que entre menor sea el tamaño, habrá más facilidad para regresar a las condiciones originales, pero entre mayor es el tamaño de las partículas se tiene una condición de remanencia o magnetización remanente que es inevitable. En estudios como [3] se ha encontrado que bajo

cizallamiento moderado, tal magnetización residual se eliminara inmediatamente debido al efecto desorientador de las fuerzas de cizallamiento (corte). En la Figura 4 puede observarse el comportamiento magnético esperado en un FMR, en este caso para una preparación con un 40% fracción en volumen de partículas de Carbonyl hierro en un aceite hidráulico. Las partículas son de aproximadamente $5\ \mu\text{m}$ y el fluido está sometido a un campo de 4 kOe o 400.14 Gauss.

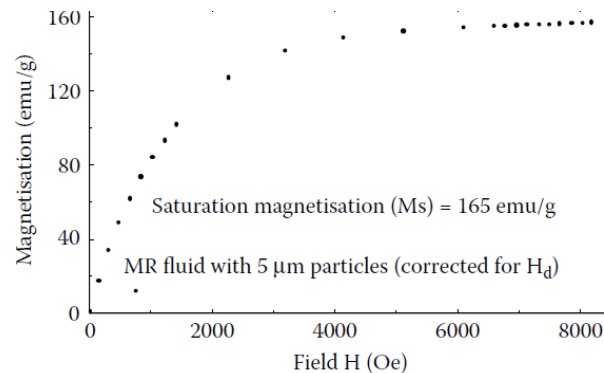


Figura 4 Curva de magnetización típica de un FMR con 40% volumen de partículas de Carbonyl hierro. [3]

Aunque la magnetización se incrementa con el campo aplicado hasta llegar a un valor de estabilidad, la forma de la curva de magnetización que se obtiene depende de varios factores siendo el más representativo el tamaño de las partículas. Esto debido a que el momento magnético depende del volumen, por ende la energía será más grande para partículas de mayor volumen, haciendo que se saturen magnéticamente más rápido que las partículas más pequeñas.

También se tiene que la concentración de partículas afecta no solo los valores de magnetización de saturación y la máxima fuerza que se puede lograr, sino que también afecta la forma de la curva de magnetización obtenida. Esto se da porque las partículas interactúan entre sí fuertemente, polarizándose al ser magnetizadas. La forma de esta interacción en un sistema de muchos cuerpos es compleja y bajo ciertas circunstancias puede ser tanto de magnetización y desmagnetización. Sin embargo, la concentración de partículas disminuye la susceptibilidad inicial, que después de la aplicación de un campo crítico determinado, se hace muy grande y el material se satura con mayor facilidad.

La separación entre las partículas también afecta las interacciones magnéticas que ocurren, pero es controlada por la concentración de estas de modo que a mayores concentraciones menor separación y viceversa, en el caso de que las partículas no estén separadas y se formen flocos de las mismas, su comportamiento es similar que si se tuvieran partículas de gran tamaño.

- Comportamiento Reológico

Como se había mencionado los FMR se pueden representar por el modelo del plástico de Bingham, sin embargo su comportamiento es aún más complejo que ello, una representación de lo

mismo puede observarse en la figura 5 donde se muestra la variación de viscosidad para el mismo FMR de la figura 4, en este caso la viscosidad es función de la velocidad de corte. Se observa entonces que el material tiene un comportamiento tixotrópico con una pequeña histéresis a bajas velocidades de corte, cuando no se encuentra en presencia de un campo constante. Al aplicar diferentes valores de campo magnético se observando un comportamiento persistente en cuanto a la tixotropía, existiendo una pequeña histéresis a bajas velocidades de corte, este comportamiento cambia notablemente al incrementar el campo aplicado, un ejemplo de ello se puede observar en la figura 6.

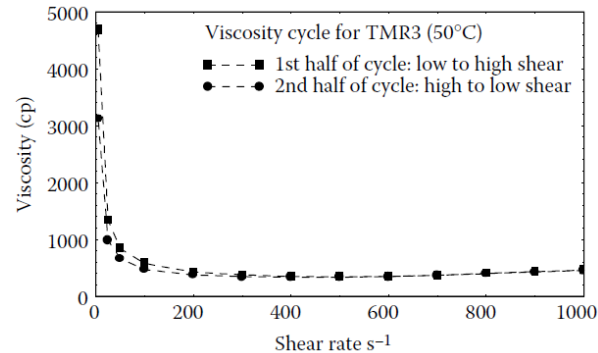


Figura 5 Viscosidad vs velocidad de corte para un fluido sin campo (campo cero) [3]

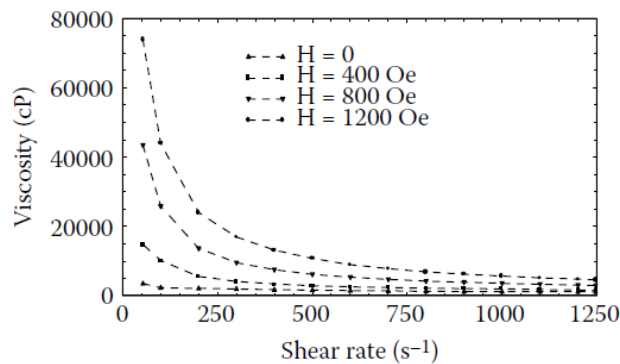


Figura 6 Efecto de la aplicación de un campo magnético (DC) sobre la viscosidad de un FMR. [3]

En este caso se tiene que al aplicar un campo la viscosidad se incrementa notablemente desde un valor de campo 1200 Oe se parte de una viscosidad inicial de 10^5 cP , mientras que sin la aplicación del campo se partía de tan solo 5000 cP, estos valores son obtenidos mediante extrapolación de las curvas de las figuras 5 y 6 a una velocidad de corte 0. Sin embargo cuando se tienen condiciones de mayor velocidad de corte el efecto del campo se reduce mostrando un comportamiento similar para diferentes valores de campo, de modo que si se compara en campo cero y 1200 Oe, la diferencia de viscosidades esta del orden de un factor de 5 [3].

Por otra parte si se aprecia una gráfica de esfuerzo vs velocidad de corte como en la figura 7 se puede corroborar la efectividad del modelo de Bingham para un FMR con dos valores de campo magnético y sin campo aplicado. Puede observarse que el esfuerzo de ceder depende del valor

de campo aplicado y que a un valor de campo constante se cumple con el modelo, variando sus características solo con el campo.

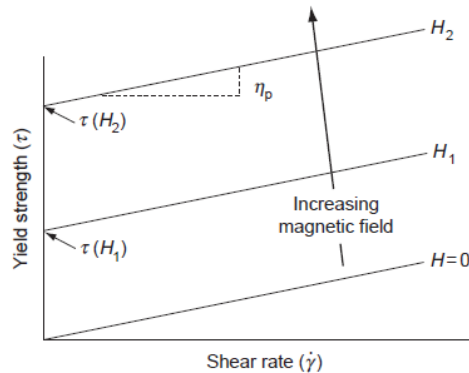


Figura 7 Comportamiento ideal de un modelo Bingham para un FMR en presencia de campo aplicado H en función de la velocidad de corte. [11]

También debe considerarse que las propiedades reológicas de este tipo de fluidos están determinadas por factores como [11]:

- La concentración y densidad de las partículas.
- La distribución de forma y tamaño de las partículas.
- Las propiedades del fluido portador.
- Los aditivos adicionados.
- La temperatura.
- Otros factores.

Como se ha mencionada la concentración y la densidad de las partículas, así como su tamaño afectan la estabilidad de la suspensión generando problemas como la sedimentación en el fluido. Su distribución de forma y tamaño puede generar aglomeraciones o floculos de partículas, así como grumos compactos. Además, según las propiedades del fluido portador se tienen otros problemas de interacción entre este y las partículas, pero se hace aún más importante el evaluar los cambios de viscosidad y de comportamiento en general que pueda presentar el fluido con el tiempo, por ejemplo: deterioro, oxidación de las partículas y la más representativa, que es el cambio de viscosidad con la temperatura.

Esta última es muy importante para los fluidos portadores pues en muchos dispositivos de aplicación de los FMR se tiene fricción y calentamiento del dispositivo, ocasionando una elevación de la temperatura del fluido, lo cual lleva a la reducción de la viscosidad de este, comprometiendo el comportamiento en conjunto del FMR. Esto en cambio no afecta a las partículas, ya que estas requieren de temperaturas mayores a los 600 °C para iniciar sus cambios morfológicos o

estructurales. Algunos registros sobre FMR mencionan que sus propiedades pueden ser como se observan en la Tabla 2:

Tabla 2. Propiedades de los fluidos Magnetoreológicos según [10]

Propiedades	Magnitud
Máximo esfuerzo cortante $\tau_{0(H)}$	50 a 100 kPa
Máximo campo magnético	≈ 250 kA/m
Viscosidad plástica aparente η	0.1 a 10 Pa-s
Rango temperatura de operación	-40 a 150 °C
Estabilidad	Insensible a la mayoría de impurezas
Densidad	3 a 4 g/cm ³
Máxima densidad de energía	0.1 Joule/cm ³
Suministro de energía	2 a 50 V, 1 a 2 A

5.7 Aplicaciones

[1] Gracias a que los FMR ofrecen una mayor cantidad de energía o densidad de energía se pueden construir dispositivos de menores tamaños con amplios rangos de servicio [11]. Esto se debe a la gran densidad magnética que se tienen en estos fluidos, mientras que sus homólogos Electrorreológicos no cuentan con esta propiedad. Un FMR tiene por lo general un valor máximo de densidad de energía de 0.1 Joule/cm³ mientras los FER tienen una densidad de energía máxima de solo 0.001 Joule/cm³, considerando que en ambos el valor de la viscosidad es similar. Esto se debe a que en los FMR se tiene una facilidad para generar una saturación magnética de las partículas, lo cual le da una ventaja de uso a estos, en especial en dispositivos que emplean mucha energía como son los amortiguadores. Además, si evaluamos el esfuerzo cortante que se puede obtener de los FMR con partículas suspendidas de hierro que es de 100 kPa, comparado con el que puede proporcionar un FER que es de 2 a 5 kPa, está claro los beneficios que obtenemos al utilizar el FMR.[11]

Los FMR pueden operar en un rango de temperatura comprendidas entre -40° a 150°C teniendo una ligera variación en su esfuerzo. Esto se produce porque la polarización magnética de las partículas suspendidas en el fluido no es afectada considerablemente por la temperatura. Además, los FMR no son afectados por las impurezas que por lo general se producen durante el proceso de fabricación y el uso del dispositivo. Esta polarización magnética tampoco es afectada por los aditivos, al contrario, esto facilita la estabilidad en los fluidos MR contra la separación de las partículas, aunque las partículas y el líquido portador tengan una gran diferencia en sus densidades.

Las áreas de aplicaciones de los fluidos Magnetoreológicos son muy diversas, entre ellas se puede mencionar las siguientes:

5.7.1 Robótica

El sistema nervioso de los futuros robots puede utilizar fluidos Magnetoreológicos para mover las articulaciones y extremidades de forma semejante a los seres vivos. Actualmente también se diseñan prótesis de rodilla empleando FMR de modo que permitan la movilización del usuario respondiendo rápidamente ante su movimiento.



Figura 8 Exoesqueletos creado por la compañía Japonesa Cyberdyne Inc cuenta con rotulas de FMR. [12]

5.7.2 Automotriz

En el área automotriz se les aplica en la atenuación de las vibraciones del sistema de suspensión, específicamente en los amortiguadores. El confort en los vehículos se asegura con estos amortiguadores Magnetoreológicos, porque mediante un control electrónico se puede ajustar en una fracción de segundo la rigidez del amortiguador garantizando así un viaje cómodo y seguro.



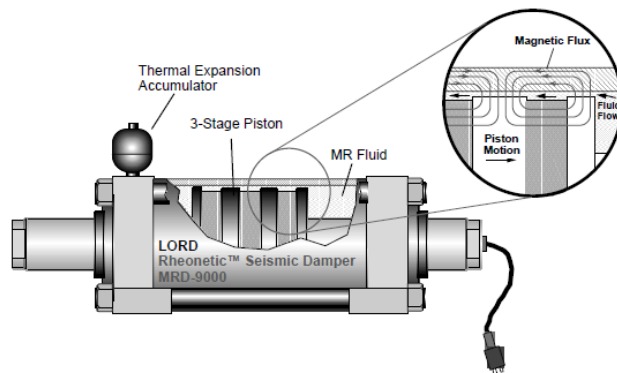
Figura 9 Suspensión magnética magneride de la marca BWI. [13]

5.7.3 Construcciones civiles

Una de las aplicaciones importantes en el mundo de la construcción es la atenuación de los movimientos producidos por los terremotos y las ráfagas de viento por medio de actuadores, estos son muy empleados en países como China, México y Japón, en este último han instalado dispositivos en la construcción de edificios y puentes, un ejemplo de ello es el Museo Nacional de Ciencias Emergentes del Japón.



a.



b.

Figura 10a. Museo Nacional de Ciencias Emergentes del Japón y **b.** Amortiguador sísmico de fluido magnetoreológico Rheonetic MRD-9000.

5.7.4 Dispositivos y amortiguadores Magnetoreológicos.

La máxima fuerza que un amortiguador MR puede dar depende de las propiedades del FMR, su diseño de circulación y el tamaño del amortiguador. Casi todos los dispositivos que usan fluidos MR pueden ser clasificados de acuerdo a su función en:

- Válvulas: servo-válvulas, amortiguadores y actuadores.
- Esfuerzo cortante directo: embragues, frenos, compuertas, amortiguadores y compuestos para la construcción.
- Compresión: algunos amortiguadores para vibraciones de pequeña amplitud.
- Combinación de todos los anteriores.

5.7.5 Mercado y ventajas de los FMR

Los fluidos magneto-reológicos han sido usados comercialmente desde mediados de los años 90s. La primera aplicación fue una pequeña cantidad de fluidos magneto-reológicos para el control de frenos de un equipo de ejercicio aeróbico fabricado por Nautilus. En retrospectiva, esta no fue una buena aplicación de los fluidos magneto-reológicos debido a la volubilidad inherente al mercado de equipos de ejercicio y el uso extremo a los que estos equipos son sometidos. Sin embargo, se demostró la eficiencia de los fluidos MR probando el control en tiempo real de los sistemas mecánicos. En 1998 una pequeña cantidad de sistemas con controladores de fluidos MR en tiempo real fueron introducidos comercialmente en camiones de servicio pesado y fuera de la carretera en el mercado de vehículos de suspensión para aplicaciones de seguridad. En el año 2000, los fluidos MR fueron introducidos en los amortiguadores de la suspensión primaria para los vehículos de carreras de la NASCAR. En enero de 2002, el automóvil the Cadillac Seville STS fue introducido con un equipo estándar del sistema de suspensión MagneRide que controla los amortiguadores y las puntadas, fabricados por Delphi corporation, y de fluidos MR hechos por Lord Corporation como estándar. De manera similar, los fluidos MR MagneRide, para el control de los sistemas de suspensión base para modelos de los carros Corvette, Cadillac STS y Cadillac XRL, pronto fueron seguidos.

En 2004, los fluidos MR en pequeñas medidas de litro constaban cerca de 600 dólares/litro. Cuando se compraba en grandes cantidades, apropiadas para la producción de vehículos en grandes volúmenes, el rango de costo de los fluidos MR eran de 60 a 180 dólares/litro, dependiendo de los detalles de las especificaciones de la formulación de los fluidos MR y de la producción volumétrica anual actual (L. Yanyo, Lord Corporation, personal communication, 2003).

Los niveles de producción de fluidos magneto-reológicos en el 2004 estaban del orden de cientos de toneladas por año (o decenas de miles/litro) para aplicaciones comerciales en varias plataformas de apoyo de automóviles. Un factor de incremento en el volumen de producción en los próximos diez años se prevé. Se estima que actualmente se presentan más de 105 FMR, en amortiguadores, frenos y embragues usados en todo el mundo. Se espera que estos números aumenten en millones para los próximos 10 años a medida que haya más plataformas automotrices que adopten suspensiones inteligentes con fluidos MR y sistemas de ventilador de embrague.

Desde entonces se han venido comercializando FMR y sus aplicaciones por empresas bien posicionadas en el mercado como Lord Corporation, cuyo repertorio comercial aporta: Materiales electrónicos, aceite y gas, energía solar, productos químicos, energía oleica, control de vibración y movimiento, y Fluidos Magnetoreológicos. Siendo el penúltimo una aplicación también del último. A su vez los subproductos Magnetoreológicos de esta empresa son:

- ✱ LORD MR Suspensions for Military Vehicles & Trucks: empleado en vehículos militares con el fin de proveer mayor control y suspensión durante la realización de maniobras o al desplazarse en terrenos difíciles.

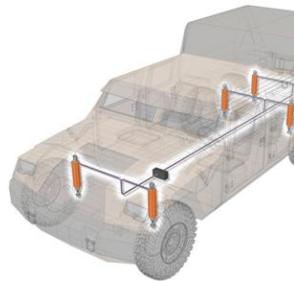


Figura 11 Suspensión Magnetoreológica de automóvil militar [14]

- ✱ Lord Seat suspensión: en este caso proveen una solución a la suspensión de los asientos en los automóviles de modo que se reduzcan al máximo las oscilaciones posibles durante el viaje manteniendo la comodidad del pasajero. Además de ello el asiento se convierte en un lugar más seguro y estable



Figura 12 Amortiguación de movimiento para asientos. [14]

6. ANTECEDENTES

Los fluidos Magnetoreológicos fueron descubiertos alrededor de 1940 por Rabinow [15] y Winslow [16], en eventos separados, sin embargo los primeros estudios realizados alrededor de estas temáticas fueron sobre la caracterización de sus propiedades.

En el caso de Rabinow, en 1948, trabajando en el National Bureau of Standards, investigo y publico sobre su trabajo en un nuevo tipo de fluidos magnéticos junto a dispositivos que los emplearan. El se refería al fluido como una mezcla de “hierro finamente dividida” con un aceite [15]. Rabinow describía a estos fluidos como un fenómeno fundamental capaz de solidificarse cuando un campo magnético era aplicado en ellos, luego de un tiempo presento un estudio sobre diseño y pruebas de varios tipos de embragues y actuadores con diversas mezclas de estos fluidos que consistían en partículas de carbonyl hierro y aceite de silicona, aceite mineral o keroseno. A partir de sus estudios Rabinow propuso una gran cantidad de aplicaciones para los FMR como actuadores hidráulicos, amortiguadores y servo válvulas. [17]

Alrededor del mismo periodo que Rabinow, Winslow publico sus investigaciones sobre las propiedades y aplicaciones de los Fluidos Electrorreológicos, análogos a los FMR. Descubriendo que ciertos tipos de partículas suspendidas en un fluido portador, podían producir una “estructura fibrosa en el aceite como una masa” cuando se les aplicaba un campo eléctrico y noto que este comportamiento era reversible de forma natural para el fluido [17]. Luego de ello se dedicó a construir y probar dispositivos que usaran Fluidos Electrorreológicos, y posteriormente tomo el trabajo de Rabinow para comparar las ventajas de sus Fluidos Electrorreológicos sobre los FMR.

A pesar de que Rabinow y Winslow investigaron y desarrollaron múltiples actividades sobre los FMR para los años 50's, no hubo una comercialización de estos fluidos y su desarrollo encontró grandes limitantes en el tiempo por décadas quedando retrasados los mismos. Se encontraron fallencias estructurales y representaban una gran inversión que muchas empresas no estaban dispuestas a correr, de modo la investigación en ellos también se detuvo por aproximadamente 30 años, pues en los 80's se descubre que los Fluidos Electrorreológicos libres de agua eran mas estables y con mayor resistencia al cambio de temperatura (en cuanto a sus propiedades), de modo que se convertían en un elemento más factible de aplicaciones hasta atraer la atención también para los FMR. Algunos años de investigación mostraron que los FMR poseen ventajas sobre los electrorreológicos como mayor esfuerzo de cedencia, mayor resistencia y un mayor rango de temperatura de operación usando menos energía (voltaje versus campo) dado que podrías activarse con tan solo imanes permanentes.

En 1960 en Estados Unidos, el pionero de las investigaciones Rosensweig sintetizó y le dio las primeras aplicaciones a los ferrofluidos, de modo tal que abriera el campo también a nuevas investigaciones en estas temáticas y en los Magnetoreológicos. Posteriormente los estudios en materiales superparamagneticos permitió la obtención de partículas con prestaciones magnéticas considerables que fueron llevadas a aplicación en los fluidos Magnetoreológicos, sin embargo el tamaño de estas partículas era demasiado considerable y por su propio peso el grado de sedimentación siempre fue muy alto y la aglomeración era irreversible.

Actualmente existen fluidos Magnetoreológicos comerciales, compuestos de suspensiones de micropartículas entre 1-10 micrones, en fluidos portadores como aceite natural o sintético, agua o glicol. En este momento CIDETEC (empresa internacional comercializadora de materiales inteligentes) trabaja en la síntesis de nano partículas magnéticas de tamaño y composiciones controladas para diseñar las propiedades magnéticas del material. Dentro de las empresas que hoy por hoy se interesan en las investigaciones en el campo aplicativo de los fluidos Magnetoreológicos se encuentran: Gaiker, CIDETEC, Ikerlan, RobotikerTechalia, InasmetTechalia, MTC (MaierTechnology Centre), MMT + Grupo de Magnetismo y Materiales Magnéticos, entre otras.

A nivel nacional se han realizado investigaciones en ferrofluidos produciéndose a su vez los mismos con formulaciones de partículas obtenidas de limaduras de hierro o sobrantes de los procesos siderúrgicos, sin embargo el rango de investigación en estos materiales es corto y no han generado desarrollos aplicativos, los usos para los que se les ha destinado son más educativos o de enseñanza básica donde se muestra el funcionamiento general y se dan explicaciones sobre los mismos, tanto en la Universidad Nacional como en la Universidad de Antioquia trabajan actualmente en ferrofluidos generando modelamientos matemáticos que describan su comportamiento. En otras instituciones de educación superior se ve algo de bagaje en cuanto a Fluidos Magnetoreológicos, sin embargo no son investigaciones educativas ni generen desarrollos en cuanto a la temática, es por ello que aunque se conoce del tema se puede observar que las personas solo tienen una idea y no conocen temáticas de trabajo en ello.

7. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

7.1 Selección de las Materias primas

Dada la aplicabilidad tecnológica de estos fluidos, es decisivo en la selección de las materias primas evaluar sus propiedades magnéticas, su viscosidad, su costo y su facilidad de adquisición en el mercado. A continuación se detallan las características y propiedades de las materias primas seleccionadas.

7.1.1 Partículas

Las propiedades magnéticas de un FMR esta dada por la fase dispersa que es constituida por partículas con una alta sensibilidad magnética. Para esta investigación se emplearon las partículas de la compañía MAGNAFLUX, "Magnavis #8A Red" producidas para el uso en ensayos no destructivos, en la determinación de fallas por el método de partículas magnéticas (ASTM E709). Estas partículas son de fácil adquisición, ya que los métodos de ensayos no destructivos con partículas magnéticas son comúnmente utilizados en nuestro país, además, su costo es favorable y su susceptibilidad magnética es elevada (por el contrario el Carbonyl hierro se puede importar pero a un costo mayor a 200 dólares el kilogramo + envió)

Tabla 3. Características de las partículas [18]:

Partículas	Dimensión Promedio (μm)	Sensibilidad Relativa SAE ⁴	Límite superior de Temperatura
#8 A Rojo	180	8	600 °F- 316 °C

Debido a que el rango de tamaño de las partículas es muy amplio, se procedió a tamizarlos seleccionando aquellos menores a las 38 μm (en referencia a [1], los tamaños de partícula ideales son menores a las 100 μm, pero aquellos más bajos son los que presentan menores problemas a nivel reológico). Las partículas fueron pasadas por una serie de tamices de acuerdo a la norma ASTM C33-90 según el orden de la figura 13:

⁴Sensibilidad relativa SAE es la designación en ensayos no destructivos para la susceptibilidad magnética de las partículas y la viscosidad del portador.

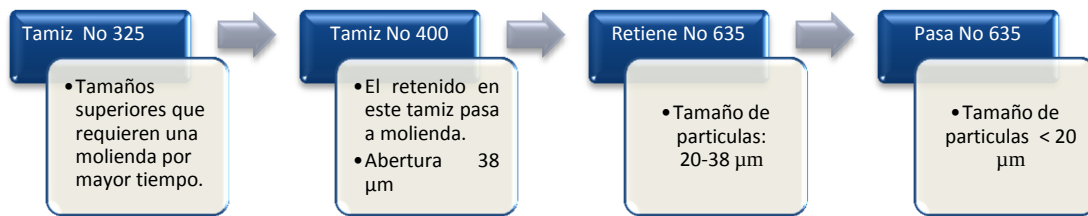


Figura 13 Orden al proceso de separación en tamices y de molienda.

Aquellas partículas obtenidas en las últimas dos separaciones se consideraron aptas para el desarrollo del FMR (pasante y retenido en el tamiz 635), pero las que contaron con tamaños superiores se llevaron a un proceso de molienda en un molino planetario de bolas, en el cual se redujo sus tamaños hasta las separaciones previamente mencionadas⁵. Este proceso se llevó a cabo bajo el procedimiento que se describe a continuación:

- Limpieza de las jarras:** Se usaron dos jarras de acero al tungsteno, las cuales se limpiaron con alcohol isopropílico para retirar cualquier residuo que pudiese existir en su superficie de trabajo.
- Preparación de jarras y bolas⁶:** Se introdujo las bolas en las jarras junto a una solución de ácido clorhídrico al 2% y se inició un ciclo de rotación de 1 minuto a 70 rpm. Luego se extrajeron las bolas y se limpiaron junto a las jarras con alcohol para evitar un ataque corrosivo.
- Distribución de bolas:** Con el fin de obtener una buena reducción de tamaño de las partículas en menor tiempo, se procede a emplear bolas con distribuciones de tamaño de 5 mm, 10 mm y 20 mm, en proporciones de 50, 30 y 20 % respectivamente.
- Proporción bolas-partículas:** Se usó una proporción en peso de bolas y partículas de 20 a 1, de modo que por cada 200 gr de bolas en cada jarra, se adicionaban 10 gr de partículas. En este paso se tiene en cuenta que ambas jarras deben tener la misma cantidad de material para iniciar el proceso.
- Instalación:** Se agregan las bolas y las partículas pesadas a cada jarra y se cierran, teniendo en cuenta que queden bien selladas para evitar accidentes en el proceso de molienda.
- Ajuste de condiciones de la molienda:**
 - Velocidad de rotación de 100 rpm durante 1 hora.
 - Descanso de 1 minuto.
 - Velocidad de rotación de 80 rpm en sentido contrario por 30 min.
 - Descanso de 1 minuto.
 - Velocidad de rotación de 120 rpm en sentido contrario por 30 min.
 - Finalización del proceso
- Extracción del material:** una vez retiradas las jarras del equipo, se deben extraer las bolas y con ayuda de una cucharilla se extrae el material depositándolo en envases sellables. Para

⁵ Debido a que la mayor proporción de partículas originales se encuentra en tamaños mayores a los requeridos, el porcentaje que se obtiene por separación es muy bajo, lo cual obliga a la realización de la molienda, en esta última el porcentaje reducido hasta lo requerido continúa siendo bajo.

⁶ Las bolas son los cuerpos moledores con los que se trituran y reducen los tamaños de las partículas.

extraer la mayor cantidad de material se limpian las bolas y las paredes internas de la jarra con un pincel de cerda finas.

- h. Separación y tamizaje: Se toma el material molido y se introduce en los tamices a fin de separar las partículas más finas de aquellas más gruesas. Una vez ordenados los tamices, se llevan a vibración durante no más de 15 min en una tamizadora mecánica vibratoria..
- i. Al finalizar el proceso anterior, se seleccionan las partículas tomadas de cada tamiz en un recipiente sellado para su protección y posterior uso.

Si el equipo de molienda es usado por primera vez se llevan a cabo todas las etapas descritas anteriormente, con el fin de garantizar que las jarras no se encuentran contaminadas con otro material, pero sí se trata de una continuación del proceso de molienda se parte de ítem “d”.

Dado que se obtienen partículas con 2 rangos de tamaños y que a la vez se diferencian por un proceso de molienda, se almacenan de forma separada con el fin de analizar los posibles efectos de estas variaciones sobre las propiedades finales en el material y el comportamiento de fluido constituido por las mismas.

Se determinó la densidad aparente “ ρ_{apr} ” de las partículas de acuerdo a la norma ASTM B-527, en este se emplea un picnómetro en el cual se introducen las partículas y se compactan por vibración hasta que ocupen 1cm^3 del mismo, posteriormente se pesa el picnómetro con las partículas compactas, eliminando el peso del picnómetro se obtiene la relación de masa de partículas en un 1cm^3 .

Para la determinación de la densidad real se empleó 10 ml de alcohol industrial, en el cual se adicionaron 10 gr de las partículas para evaluar el volumen desplazado por las mismas. Este método tiene la ventaja de que los espacios entre las partículas así como las porosidades exteriores son ocupados por el alcohol, siendo más acertada la medición de la densidad.

7.1.2 Fluido Portador

El fluido portador se seleccionó de acuerdo a pruebas piloto con 4 diferentes fluidos, con el fin de evaluar la mejor interacción entre el fluido y las partículas. Los fluidos fueron seleccionados a partir de la estimación de sus desempeños reportados en las evaluaciones literarias, usándose pues: Aceite de Silicona, Aceite de Silicona Emulsionado, Aceite Mineral y Aceite Mineral USP⁷ (ver anexos)

Prueba piloto:

Se tomaron 100 ml de cada aceite y se mezclaron con un 10% en volumen de partículas originales (sin proceso de molienda) que contaban con tamaños entre 20-38 μm . Se agitaron inicialmente de forma manual y luego a través de un ultrasonido durante 50 minutos. Al terminar esto se procedió a la medición y comparación visual de la proporción de partículas sedimentadas (por altura) respecto al tiempo (ver figura 14) empleando una regla milimétrica y un cronometro.

⁷ USP: es un grado que se le confiere a los elementos que se pueden usar para consumo humano.

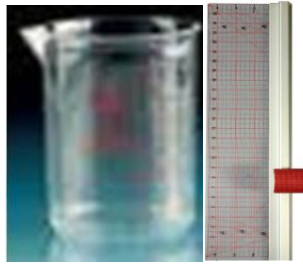


Figura 14 Montaje de medición de sedimentación

A partir del ensayo se determinó la mejor interacción, evaluando donde existía una mayor rango de dispersión de las partículas en el fluido y un menor tiempo de sedimentación de las mismas, obteniéndose así el mejor comportamiento para el aceite de silicona.

7.1.3 Aditivo

Las partículas de hierro cuentan con una elevada densidad pues tan solo la del hierro en forma de solido volumétrico tiene una densidad de $7,2 \text{ g/cm}^3$, esta característica genera problemas a nivel reológico, lo cual hace necesario evaluar el comportamiento del fluido cuando también se ha adicionado algún aditivo al mismo que permita mantener en suspensión las partículas sin afectar las respuestas magnéticas.

Para emplear cualquier tipo de aditivo se requiere conocer inicialmente cual es la interacción entre las partículas y el fluido, por ende se requiere una evaluación inicial del comportamiento del compuesto MR sin aditivos. Posteriormente los aditivos se pueden incorporar a la preparación (fluido+partículas) o pueden mezclarse separadamente con las partículas y luego este producto con el fluido portador. El proceso que se realice depende principalmente del aditivo empleado y con ello las interacciones que se desarrollen en la mezcla.

De los aditivos para fluidos Magnetoreológicos que se comercializan actualmente, el humo de sílice es uno de los más comunes. Empresas como Lord Corporation, dedicadas a la fabricación y comercialización de FMR, venden [19] actualmente aditivos en base a humo de sílice, sin embargo la formulación exacta y el tratamiento con el que viene no es de conocimiento público debido a las patentes existentes alrededor de estos productos, pero dada su importancia y gran demanda a nivel internacional, se han gestado investigaciones con publicaciones como [20]: donde reducen la sedimentación y floculación de partículas de Carbonyl hierro en un FMR adicionando humo de sílice en el orden de sub-micras, sin que este varié el comportamiento magnético de la suspensión.

En esta investigación se experimentó con un aditivo particulado como lo es la ceniza de cascarilla de arroz, la cual se asemeja al humo de sílice en varias propiedades dado su alto contenido de sílice.

La forma de preparación de este material se da inicialmente con la calcinación de la cascarilla de arroz, lo que genera una alta cantidad de ceniza, entre 13 y 29% del peso inicial, la cual está compuesta principalmente por sílice, 87-97%, y pequeñas cantidades de sales inorgánicas. Posteriormente, la molienda reduce el tamaño de las partículas de la ceniza, lo cual aumenta su reactividad haciéndola apta para la industria del cemento y como fuente para la preparación de compuestos de silicio como carburo de silicio [21] [22], nitruro de silicio [13], sialones y zeolitas [14]; también se ha empleado en la producción de sílice activada, silicato de sodio, silicato de potasio y silicio grado solar.

7.2 Caracterización de las Materias Primas

A continuación se describen las técnicas de caracterización que se usaron para evaluar las propiedades de las partículas, el aditivo y el fluido portador.

- Caracterización de las partículas

Para la caracterización de las partículas se procedió inicialmente a la verificación del comportamiento magnético usando un imán común. Luego de corroborar la respuesta de las mismas, se separaron los tamaños representativos y se procedió a la evaluación de composición y propiedades magnéticas por medio de las siguientes técnicas:

7.2.1 Análisis SEM

Mediante la microscopía electrónica de barrido o SEM (por sus siglas en inglés), se determinó la morfología de diversas muestras de partículas así como su tamaño aproximado. Esta técnica permitió hacer una comparación primaria entre las formas de las partículas molidas frente a las que no lo están, lo cual da un indicio del comportamiento que tendrán en suspensión, floculabilidad, sedimentación, etc.

Este análisis se realizó en el SEM Marca JEOL Modelo JSM 6490 LV, empleando para la inspección electrones retrodispersados.

Las partículas fueron montadas en cintas adhesivas de carbono, para evaluar su tamaño y morfología superficial. Además, se encapsularon en probetas de baquelita y se pulieron en paños con alúmina de 1 y 0,3 μm , para evaluar las secciones transversales.

7.2.2 Análisis EDS

La espectroscopia de energías dispersivas de rayos X o EDS (por sus siglas en inglés) fue realizada a través de la sonda de Oxford Modelo Inca Energy 250 EDS System LK-IE250 y se empleó para la determinación de la composición química puntual de las partículas. Esta técnica tiene utilidad

dada la aproximación primaria que arroja, sin embargo se debe complementar con otras técnicas de caracterización para la determinación de la estructura de tales componentes.

7.2.3 Análisis VSM

Mediante la magnetometría de muestra vibrante o VSM (por sus siglas en inglés) se desarrollaron curvas de histéresis de magnetización versus campo coercitivo de las muestras a emplear, con ello puede conocerse características tales como campo de magnetización, magnetización de saturación, campo coercitivo, permeabilidad magnética, dureza magnética, entre otras.

La magnetometría de muestra vibrante se desarrolló en el sistema de medición de propiedades físicas o PPMS equipo Quantum Design PPMS EverCool-II del Centro de Excelencia de Nuevos Materiales CENM de la Universidad del Valle. El ensayo se realizó llevando las muestras por encima de la magnetización de saturación (Ms) 1,5 Tesla, posteriormente se indujo un retroceso en el campo aplicado hasta $-Ms$, es decir -1,5 Tesla. Luego de ello se incrementa de nuevo el campo para regresar a Ms, con lo cual se obtiene la variación en las curvas de ida y de regreso, resaltando que la curva inicial de arranque es despreciable pues representa la magnetización remanente que viene con las partículas.

El ensayo se realizó a condiciones atmosféricas (1 atm), temperatura ambiente (25 °C) y sin vacío. Por otra parte, la duración del ensayo no fue objeto de estudio pues depende de las capacidades del equipo para abordar las condiciones dadas.

7.2.4 Análisis Mössbauer

Usando Espectroscopia Mössbauer se obtuvieron los espectros Mössbauer de las muestras con los cuales se determinan campos hiperfinos, composición en hierro, número de fases presentes, inclusiones, entre otras. Esta técnica se emplea a la par con el análisis DRX de las muestras para identificar las propiedades de las partículas.

Los espectros Mössbauer se obtuvieron en un espectrómetro Mössbauer operando en aceleración constante usando el modo LND con cuentas proporcionales a (Xe-CO₂, 1520 Torr) con una placa de ⁵⁷Co (Rh) origen RT, los espectros fueron analizados empleando el programa MOSFIT y con un desviamiento isomérico (isomershift) referido al α -Fe. Se practicó a 0,1 gr de todas las muestras. [23]

Por las características del equipo empleado, solo muestras derivadas del hierro pueden ser evaluadas. Dado que previamente se caracterizaron las partículas por EDS se pudo realizar este análisis que arroja información anexa al material.

7.2.5 Difracción de Rayos X

Con el uso de difracción de rayos X (DRX) se logró definir las fases presentes en las muestras de partículas y su proporción, además de las características principales de estas fases en cuanto a

pureza, razón de cristalitos, microtensiones, proporción de fases, etc. Para el análisis de esta técnica se empleó comparación de los espectros obtenidos con los espectros teóricos de los elementos que fueron identificados por el análisis Mössbauer. Al conocer las fases y propiedades, mencionadas previamente, se puede estimar el comportamiento de las partículas y según sea este se llega a una valoración de uso en un FMR.

Para el ensayo se empleó aproximadamente 100 mg de cada una de las muestras, y posteriormente se compactaron en probetores. Las pruebas se llevaron a cabo en RT usando la radiación Cu/K α (difractómetro PanAnalytical). Las muestras se evaluaron entre 0° y 90° por aproximadamente 40 min cada una, a 8 condiciones ambientales. Para obtener los parámetros de red y la proporción de fases, se realizó el análisis de los difractogramas por el programa GSAS, considerando un análisis Rietveld de refinación. [24]

7.3 Caracterización del Aditivo

En el caso de la cascarilla de arroz esta se encontraba previamente calcinada y molida antes de su obtención, para evaluar su tamaño de partícula se procedió a la observación por el microscopio electrónico de barrido y por granulometría laser. También se le practico fluorescencia de rayos x para conocer la composición química y las características del mismo modo se corroborara su parecido con el humo de sílice.

7.4 Caracterización del Fluido Portador

Cada uno de los aceites ensayados contaba con una ficha técnica que contiene especificaciones como la viscosidad y demás propiedades físico-químicas, por ende se procedió a verificar la propiedad más importante: la viscosidad del aceite seleccionado, mediante un viscosímetro Brookfield DV II + Pro de la Escuela de Ingeniería de Materiales de la Universidad del Valle. No se practicaron otras formas de caracterización pues cada uno de los fluidos, así como el seleccionado, posee una ficha técnica que le identifica en propiedades y composición.

7.5 Preparación Mezclas

Se empleó la ley de mezclas aplicada a la densidad del compuesto, obtenida de la relación de las densidades de los componentes y cantidades de los mismos. De la siguiente manera:

$$\rho_c = \sum f_i \rho_i \quad (5)$$

Dónde:

ρ_c = densidad del material compuesto ρ_i = densidad de cada material componente
 f_i = fracciones en volumen de cada fase

⁸ Dado que no es un ensayo destructivo las muestras fueron recuperadas y mezcladas con la proporción original.

Debido a la baja cantidad de polvo de partículas que se tenía, la cantidad de muestras es baja en comparación a las posibles preparaciones por ende se emplearon 2 porcentajes de partículas en las mezclas, con variación respecto al tamaño de las partículas. Se evaluaron mezclas con tamaños de partículas de 20 – 38 μm y con partículas < 20 μm , estas mismas fueron aditivadas y probadas en diferentes cantidades como se muestra en la tabla 4:

Tabla 4. Características de las Mezclas preparadas

Muestra	% de Partículas	Tamaño de partículas	Adición	Cantidad de adición
M1	10%	< 20 μm	Sin Adición	--
M2	15%	< 20 μm	Sin Adición	--
M3	10%	< 20 μm	Con Adición	3% wt Partículas*
M4	15%	< 20 μm	Con Adición	3% wt Partículas*
M5	10%	20 – 38 μm	Con Adición	3% wt Partículas*
M6	10%	20 – 38 μm	Con Adición	4% wt Partículas*
M7	10%	20 – 38 μm	Con Adición	5% wt Partículas*

*Porcentaje en peso respecto al peso de partículas de cada mezcla.

Aunque es importante evaluar diferentes porcentajes de partículas adicionados, este estudio se enfoca en las propiedades de las mezclas con el aditivo. Esto se debe a que ya existe gran variedad de reportes literarios sobre las características de FMR sin adiciones evaluadas en muchos tipos de porcentajes, mientras no existen reportes de la evaluación de estos fluidos con este tipo de aditivo específico. Lamentablemente debido a la escases de partículas obtenidas, se tuvo que probar la variación del aditivo en el tamaño mayor de partículas cuando lo ideal fuere en las de menor tamaño, sin embargo esto logra corroborar la efectividad del aditivo al ser una partícula de mayor dificultad.

Estas mezclas fueron realizadas en vickers de 100 ml totalmente limpios, a los cuales se les adiciono inicialmente el aceite de acuerdo a las proporciones previamente establecidas y posteriormente se adiciono las partículas. En las mezclas con adición, esta fue combinada previamente con las partículas antes de agregarlo al aceite. Cada una de las preparaciones fue agitada con una barra de vidrio lentamente para evitar la inclusión de burbujas de aire, esto alrededor de 15 min para cada mezcla hasta obtenerlas de forma homogénea.

7.6 Montaje Experimental

Para evaluar el comportamiento de las mezclas se emplearon en conjunto un sistema inductor de campo magnético y un viscosímetro Brookfield, de modo que al trabajar en conjunto fuese posible cuantificar los valores de viscosidad de cada mezcla con campos magnéticos aplicados de diferente índole a velocidades de rotación del spindle del viscosímetro constantes y variables. Para llevar a cabo estas mediciones primero se procedió con cada uno de los equipos así:

7.6.1 Medición de Viscosidad

Como se mencionó previamente la medición de viscosidad se llevó a cabo en el Viscosímetro Brookfield DV II + Pro de la figura 15, estas viscosidades fueron medidas con la aplicación de campo magnético y sin la aplicación del mismo. Este viscosímetro cuenta con opciones para obtener los datos por conexión computarizada, sin embargo esta conexión es antigua y difícil de conseguir, por ende los datos fueron tomados de forma manual.



Figura 15 Viscosímetro Brookfield DV II + Pro empleado

Para estas mediciones se emplearon dos de los spindle del equipo (ver figura 16), el número 4 y 5 inicialmente en una muestra de prueba en la cual se definió el uso del spindle más sensible a los cambios y valores de las viscosidades con campo magnético, esto con el fin de minimizar el porcentaje de error existente entre un spindle y otro al cambiarlo para la toma de medidas. Los otros spindles fueron descartados dado que la susceptibilidad a las mediciones se daba para valores muy bajos o muy altos de viscosidad, de modo que los valores contrarios a los especificados para cada uno arrojaban una gran distorsión, por ejemplo en el caso del spindle 1 capaz de medir bajas viscosidades, si la viscosidad se incrementa sustancialmente los valores arrojados tendrán una gran desviación del valor estimado real, pues supera la capacidad del spindle y viceversa ocurre con el spindle de mayor numeración, capaz de medir viscosidades más elevadas, pues a viscosidades bajas no tiene la sensibilidad suficiente para arrojar un valor.



Figura 16 Spindles de 1 al 7 de izquierda a derecha.

Para la toma de medidas mediante el equipo, se llevó el siguiente procedimiento desde el encendido:

1. Verificar que la burbuja de nivel se encuentre en el centro de modo que el equipo esté totalmente nivelado en una superficie plana.
2. Encender el viscosímetro desde el botón en la parte de atrás del mismo.
3. Esperar a que los valores en la pantalla se estabilicen e indique calibración
4. Colocar el spindle de medición a usar deteniendo el acople del viscosímetro y rotando el spindle hasta que se asegure completamente.
5. Iniciar la rotación pulsando el botón “motor on/off”
6. Verificar que el valor arrojado al girar en el aire sea igual a cero. De no ser así, podría ser que el viscosímetro este descalibrado o tenga alguna falla.
7. Detener la rotación presionando de nuevo el botón “motor on/off”
8. Indicarle al equipo las unidades de medida en que se desean obtener los datos pulsando el botón “options” hasta encontrar el indicativo con las flechas y finalizar pulsando “enter”.
9. Indicarle al equipo el número del spindle que se va a emplear en el pulsando el botón “select spindle” y desplazándose con las flechas hasta hallar el numero deseado.
10. Seleccionar el valor de velocidad al cual se desea que rote el spindle.
11. Introducir el spindle en el vicker bajando el viscosímetro de la perilla de altura hasta que se encuentre inmerso en el líquido llegando a la marca o ranura del spindle sin rosar las paredes o fondo del vicker.
12. Iniciar la rotación pulsando el botón “motor on/off”
13. Darle algunos segundos de rotación para tomar una medida, si la medida arrojada es invariable no es necesario esperar para tomarla.
14. Detener la rotación presionando el botón “motor on/off”
15. Cambiar el valor de rotación del spindle según sea incrementar o reducirlo y repetir los pasos 12 a 14 para cada medida.

7.6.2 Protección del Viscosímetro

Debido a que el uso de campos magnéticos sobre equipos electrónicos puede ocasionar fallas en su funcionamiento, se diseñó una protección electromagnética con base al efecto de la jaula de Faraday, esta funciona como una pantalla eléctrica, consiste en una superficie conductora que rodea un espacio hueco impidiendo las perturbaciones producidas por campos electromagnéticos externos.

Se puede definir que una jaula de Faraday es un recinto cerrado formado por cubiertas metálicas o por un enrejado de mallas apretadas que impide en el interior la influencia de los campos exteriores como en la figura 17, pues no solo dirige el campo eléctrico sino el magnético. También es una caja cuyas paredes son de material conductor. Dentro de una caja con paredes conductoras el campo es cero, y esto impide la propagación de cualquier onda electromagnética en su interior. [25]



Figura 17Jaula de Faraday en maya conductora, protección a una persona.

Para mejorar el efecto de jaula de Faraday, en este trabajo, se empleó doble laminación en la creación de una caja protectora fabricada con láminas de acero al silicio de alta conductividad. Esta caja fue diseñada no solo para proteger el equipo, sino que además permite el uso de los controles del mismo al reforzar su efecto conectándola a un polo a tierra; esta disposición puede observarse en la siguiente figura 18:

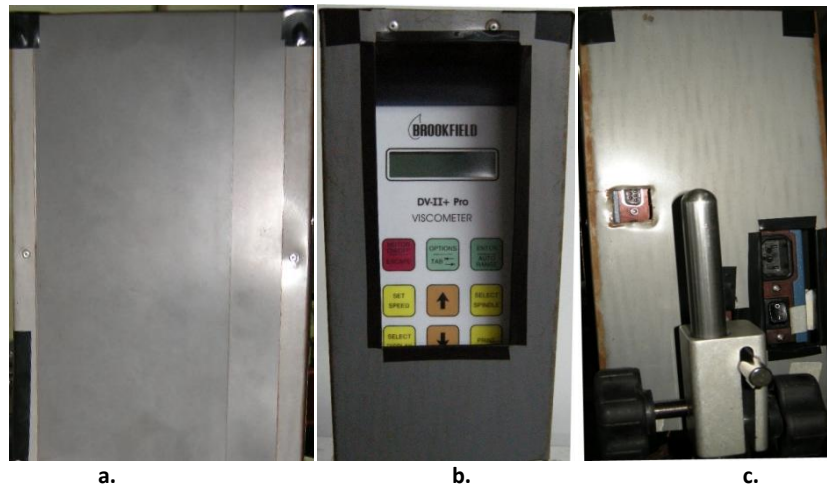


Figura 18Jaula de Faraday diseñada en láminas de acero a. Vista lateral b. Vista frontal c. Vista trasera

Se puede evidenciar entonces que las láminas han sido dobladas de acuerdo a la forma del viscosímetro dejando un espaciado volumétrico de 1,5 cm en todas las caras con el fin de evitar el contacto o cualquier rozamiento hacia el equipo de modo que no haya ningún tipo de conducción eléctrica entre el equipo y la caja, para mantener estas distancias se emplearon bloques de madera en forma de paralelepípedos interpuestos entre el equipo y la caja.

7.6.3 Aplicación de Campos

Para generar los campos magnéticos se empleó una bobina de las usadas en transformadores con gran envergadura, esta bobina con más de 3000 vueltas de alambre cuenta con un aislante térmico y eléctrico en cada vuelta de alambre además de un barniz polimérico de color rojo empleado como disipador para ayudar a reducir el calentamiento de la misma conforme se emplea. En la figura 19 puede evidenciarse la bobina formada alrededor de un tubo hueco de madera cuya longitud es mayor a la altura de la bobina con el fin de que esta no esté apoyada directamente sobre sí.



Figura 19 Bobina empleada.

En la parte frontal de la bobina se encuentran las conexiones eléctricas donde se ajustan los cables eléctricos con los polos positivo y negativo en cualquier orden derecho o izquierdo.

Dada la magnitud de la bobina y la necesidad de contemplar variaciones de campos, se empleó una fuente potencia dinámica de 25 Amperios, sin sobrepasar los 20 Amp en uso, esta fuente funciona con corriente alterna y continua, y puede operar hasta 250 Voltios. En la Figura 20 se puede observar la fuente empleada que se encuentra montada en una mesa para su fácil transporte, en el centro se encuentra la perilla circular con la cual regula el voltaje en corriente directa o el amperaje en corriente alterna.



Figura 20 Fuente de 250 V y 25 Amp.

Tanto la fuente como la bobina fueron evaluadas con un multímetro antes de iniciar las pruebas con el fin de corroborar el buen funcionamiento y conducción entre ambas. La fuente se conectó constantemente a un toma de 220 V para poder alcanzar mayores valores de amperaje y por ende de campo de acuerdo con las leyes de Amper-Maxwell:

$$H \rho = \frac{I_0}{2\pi\rho} \phi(6)$$

$$B \rho = \frac{\mu_0 I_0}{2\pi\rho} \phi(7)$$

Se evidencia que tanto el campo magnético (H) como la intensidad de campo (B) tienen proporcionalidad con la corriente I_0 .

Para verificar la emisión de campos se empleó un medidor de Gauss/Tesla.

7.7 Evaluación de las Mezclas

Al tener las mezclas preparadas se procede a la evaluación de sus viscosidades con y sin campo a diferentes velocidades de rotación del spindle de la siguiente forma:

Tabla 5. Medición de viscosidad para la Muestra No ejemplo en todos los campos a diferentes velocidades de rotación del spindle.

Muestra No Ejemplo												
RPM	0A	2A	4A	6A	8A	10A	11A	12A	13A	14A	15A	0A
3	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η
4	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η
5	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η
6	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η
10	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η
12	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η
20	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η
30	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η
50	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η
60	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η
100	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η	η

Con los datos obtenidos de estas tablas para cada una de las muestras, se realizaron graficas de velocidad de rotación vs viscosidad para un campo determinado, de esta forma se analizó el comportamiento de las mezclas ante un campo constante mientras la velocidad de rotación del spindle se incrementaba con lo cual se puede suponer un mayor corte para las mezclas y una

variación de la viscosidad de las mismas que se analizara más adelante. Además de ello se evalúa la viscosidad cuando inicia sin campo y cuando finaliza sin campo para saber cuánto cambia la mezcla a medida que se trabaja con ella. Aparte de estas mediciones se realizaron también medidas de viscosidad a velocidades de rotación constante variando el amperaje aplicado (densidad de campo) en la fuente:

Tabla 6. Viscosidad vs Corriente a velocidad de giro constante.

Muestra No Ejemplo							
Amp	10	12	20	30	50	60	100
0	η	η	η	η	η	η	η
2	η	η	η	η	η	η	η
4	η	η	η	η	η	η	η
6	η	η	η	η	η	η	η
8	η	η	η	η	η	η	η
10	η	η	η	η	η	η	η
11	η	η	η	η	η	η	η
12	η	η	η	η	η	η	η
13	η	η	η	η	η	η	η
14	η	η	η	η	η	η	η
15	η	η	η	η	η	η	η
15	η	η	η	η	η	η	η
14	η	η	η	η	η	η	η
13	η	η	η	η	η	η	η
12	η	η	η	η	η	η	η
11	η	η	η	η	η	η	η
10	η	η	η	η	η	η	η
8	η	η	η	η	η	η	η
6	η	η	η	η	η	η	η
4	η	η	η	η	η	η	η
2	η	η	η	η	η	η	η
0	η	η	η	η	η	η	η

De esta forma se puede evaluar la existencia de una histéresis en el comportamiento de las viscosidades al realizar las curvas de ida y vuelta en ascensión y reducción del campo. No se evalúa a velocidades de rotación <10 rpm porque los datos se salen del rango alcanzable por el equipo.

8. RESULTADOS Y ANALISIS

8.1 Selección del Fluido Portador

A partir de la selección y clasificación de las partículas por tamizaje como se mencionó anteriormente, se procede a la selección del fluido portador. Con base a la comparación en los tiempos de sedimentación se obtuvo que para:

1. Aceite Mineral y aceite mineral USP: presentan alto nivel de sedimentación aun cuando la mezcla estuvo en ultrasonido por un tiempo de 50 min en el cual se aprecia una breve dispersión de las partículas siendo mayor la cantidad de partículas acumuladas en el fondo compactándose las mismas.
2. Aceite de silicona Emulsionado: Debido a su elevada viscosidad y baja fluencia no permite el desplazamiento de las partículas en si mismo, es decir, no se puede mezclar con facilidad y la penetración de las partículas es forzada con aire incorporado de modo que impide el uso de las partículas pues posteriormente no se podrán alinear con el campo o desplazarse dentro del fluido.
3. Aceite de Silicona: Al ser mezclado manualmente con las partículas se observó una buena dispersión y un mayor tiempo de sedimentación. Posterior a la mezcla manual se pasó al ultrasonido para distribuir mejor las partículas entregando mayores tiempos entre 5 a 10 min para totalizar. A los 30 s de finalizados los mezclados se observa un inicio de sedimentación de aproximadamente 3 mm y finalmente se obtiene una sedimentación total a los 30 min

Por estos resultados y teniendo el apoyo de gran número de artículos con estas presentaciones, se seleccionó el aceite de silicona para la preparación de las mezclas.

8.2 Caracterización de las Materias Primas

8.2.1 Análisis SEM

Las partículas fueron analizadas por SEM obteniéndose las siguientes micrografías:

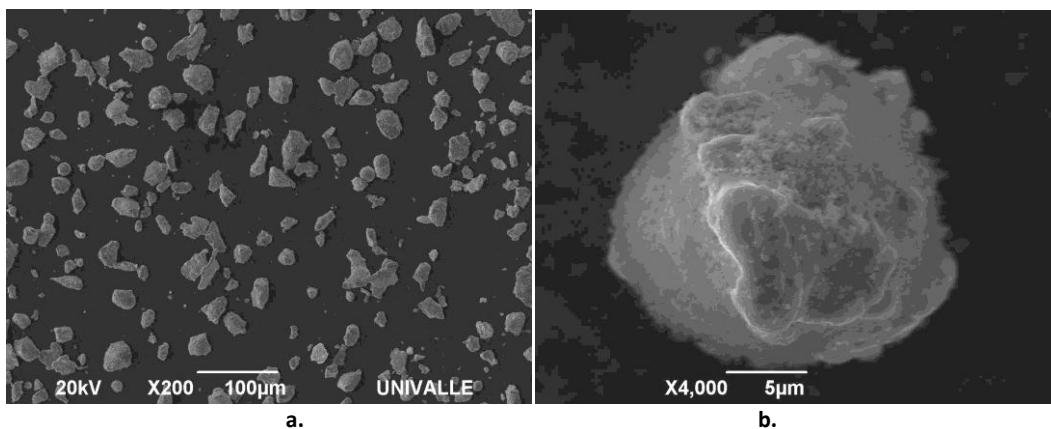


Figura 21 Micrografías SEM de las partículas <20 μm sin molienda a. 200x b. 4000x

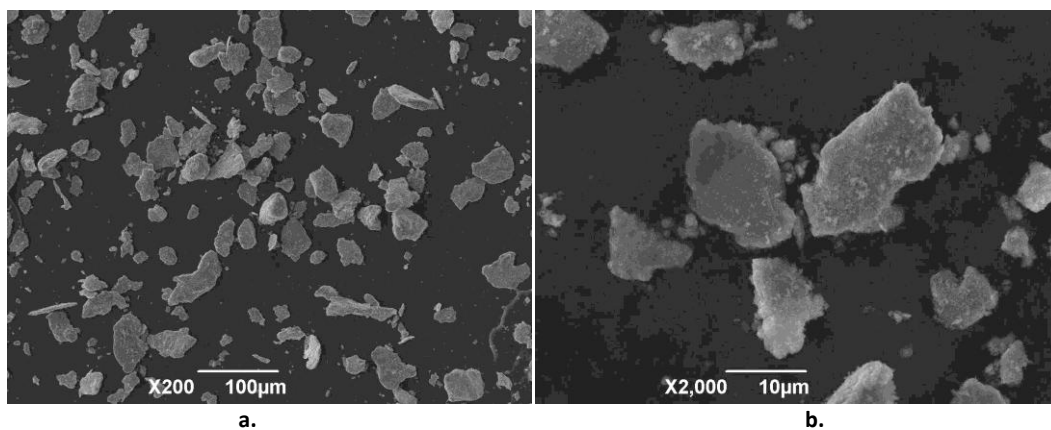


Figura 22 Micrografías SEM de las partículas <20 μm molidas a. 200x b. 2000x

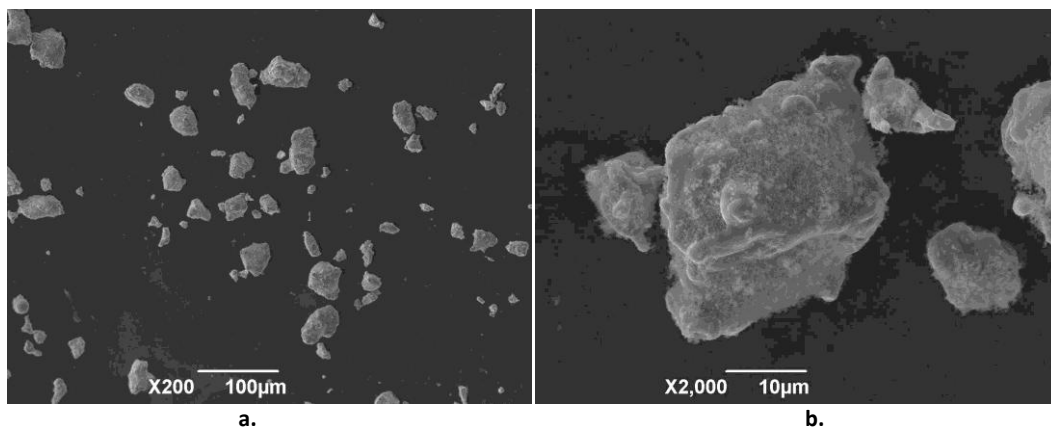


Figura 23 Micrografías SEM de las partículas de 20 a 38 μm sin moler a. 200x b. 1000x

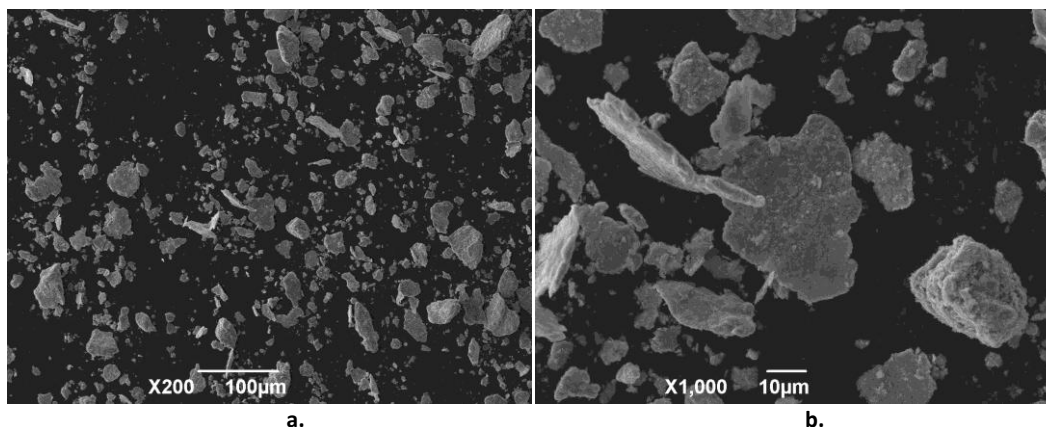


Figura 24 Micrografías SEM de las partículas de 20 a 38 µm molidas a. 200x b. 1000x

En general puede observarse una variación morfológica de las partículas molidas respecto a aquellas originales sin proceso de molienda, esto se debe a que durante la molienda no solo se presenta la reducción de tamaño de las partículas sino que se tiene un proceso de fricción-deformación que cambia la forma de las mismas aplanándolas y extendiéndolas en su mayoría. Es normal que esto ocurra en procesos de molienda con bolas en rotación y es determinado por la velocidad de rotación del contenedor pues se debe tener un rango de velocidades donde las bolas, o cuerpos moledores, puedan golpear las partículas para fracturarlas pero también puedan deslizar entre las bolas más partículas para mantener el proceso.

Se puede apreciar entonces que en las partículas sin proceso de molienda se tienen formas irregulares variadas con tendencia esférica, mientras las muestras luego de ser molidas evidencian el paso a estructuras aplanadas y alargadas con una reducción de espesor notable mientras su longitud incrementa, así mismo las relaciones de aspecto pasa de valores cercanos a 1 hacia 1,8 y 2,6.

Cabe destacar que aunque se realizó previamente una distinción de tamaños de partículas por tamizaje, este método no es del todo cerrado y presenta paso de alguna cantidad de partículas mayores al tamaño seleccionado lo cual indica que la distribución de partículas es más abierta de lo que debería. Esto puede ser debido a que la forma de las partículas permita el paso en una sección aunque no en otra, o que los tamices tuviesen fallas físicas por las cuales las partículas logran colarse a través.

8.2.2 Análisis EDS

En este análisis se arrojan espectros con la composición química que supone se encuentra en las partículas dada en porcentaje en peso o %Wt y porcentaje atómico o %Ato. El resumen de los valores dados por el equipo se encuentra en la siguiente tabla:

Tabla 7. Composición química de las partículas según el análisis EDS

	<20µm sin moler	<20 µmmolida	20-38 µm sin	20-38µmmolida
--	-----------------	--------------	--------------	---------------

Elemento					moler			
	% Wt	% Ato	% Wt	% Ato	% Wt	% Ato	% Wt	% Ato
O k	13,59	35,44	17,22	40,97	13,78	35,81	22,52	50,14
Fe K	86,41	64,56	82,78	59,03	86,22	64,19	77,48	49,86
Total	100	100	100	100	100	100	100	100

Es de anotar q en algunos de los análisis resulto también carbono, este fue eliminado del espectro debido a que las partículas se encontraban sobre una cinta de carbono de modo que el porcentaje arrojado corresponde a la cinta.

Puede observarse una gran similitud de composición entre las muestras de partículas sin moler pues la única característica física que varía es el tamaño de las mismas. Esto da una guía de la homogeneidad de las partículas como se obtienen originalmente lo cual es de agrado pues se tiene que las propiedades se mantienen en cuanto a la fase que pertenezcan, mientras en las partículas molidas se observa que existe una diferencia considerable estas variaciones se pueden ver en la tabla 8 que evidencia las diferencias en composición son menores entre las partículas < 20µm con y sin molienda tanto en %Wt como en %Ato, mientras que pasa todo lo contrario con las partículas de tamaños entre 20 y 38 µm con y sin molienda. Esto último puede deberse a que en el proceso de molienda se pueden generar también aleamiento mecánico aun en poco tiempo, y este efecto es más observable en partículas de mayor tamaño. Para verificar esto se requeriría del análisis de las partículas de aun mayor tamaño sin embargo para efectos de este proyecto no se realizó dicho argumento.

Tabla 8. Diferencia en composiciones: a. partículas < 20µm con-sin molienda b. partículas 20-38 µm con-sin molienda c. Diferencia entre las partículas molidas <20µm y 20-38 µm

	a.		b.		c.	
	% Wt	% Ato	% Wt	% Ato	% Wt	% Ato
Diferencia	3,63	5,53	8,74	14,33	5,3	9,17

8.2.3 Análisis VSM

Gracias a esta prueba se obtienen curvas de magnetización del material las cuales muestran una histéresis respecto a la variación del comportamiento magnético del material cuando se varía la intensidad de campo magnético aplicado en un intervalo de ida y vuelta. En general estas curvas tienen la forma con características similares

- Al principio, la magnetización requiere un mayor esfuerzo eléctrico. Este intervalo es la llamada zona reversible.

- En un determinado punto, la magnetización se produce de forma proporcional. En ese punto se inicia la denominada zona lineal.
- Finalmente, se llega un instante a partir del cual, por mucha fuerza magnética que induzcamos al material, ya no se magnetiza más. Este es el llamado punto de inducción de saturación, que determina el inicio de la llamada zona de saturación.

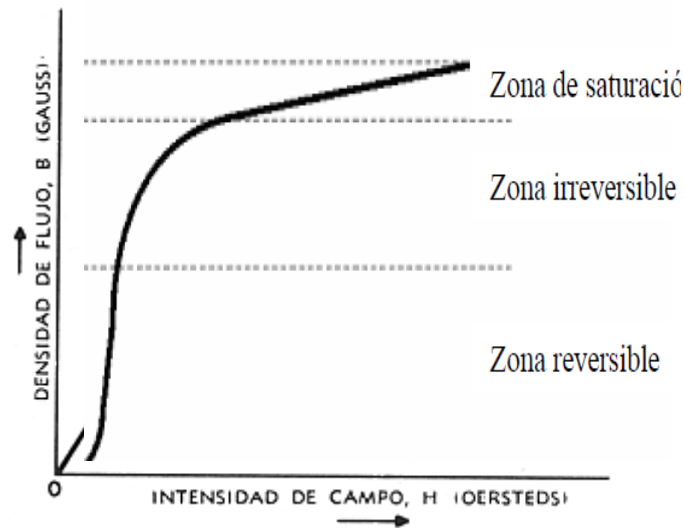


Figura 25 Densidad de flujo B (Gauss) vs Intensidad de Campo H (oersteds) [26]

Las partículas magnéticas obtenidas después de los procesos de separación tienen las mismas propiedades magnéticas según este estudio, lo que varía en la distribución de tamaños y en el caso de la molienda, la forma, esto aunque afecta en cierta proporción el comportamiento magnético no es lo suficientemente representativo dada la alta susceptibilidad magnética de las partículas y cuan blandas magnéticamente son. Como puede observarse en la figura 26 donde se tienen las curvas de magnetización o momento magnético vs campo magnético las curvas se encuentran prácticamente en el mismo rango de comportamiento y datos, exceptuando la perteneciente a las partículas $<20 \mu\text{m}$ molidas.

Esto último puede ser ocasionado por fenómenos de oxidación o separación durante el proceso de molienda pues cuando se practica este proceso y se reducen los tamaños de partículas se crea mayor área de superficial la cual es activa y puede tener mayor tendencia a la oxidación. Para evitar estos posibles procesos debe molerse en atmósfera protectora.

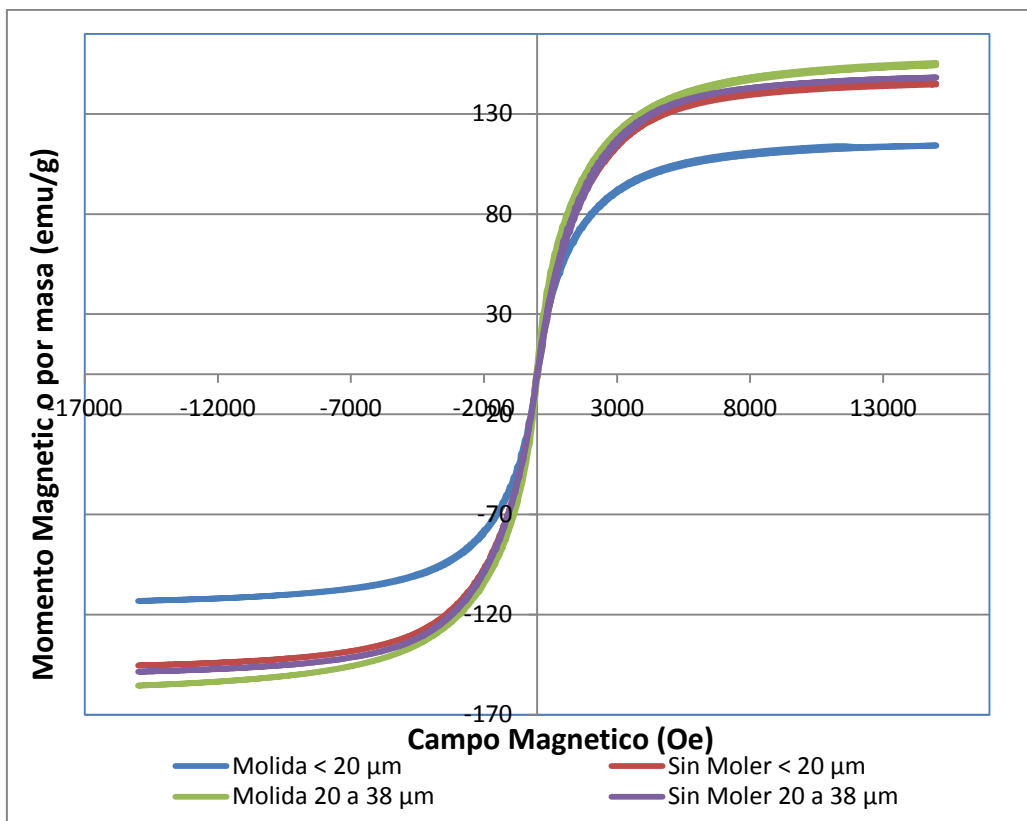


Figura 26 Momento Magnético/masa (emu/g) vs Campo Magnético (Oe) para todas las partículas.

8.2.4 Análisis Mössbauer

Los espectros Mössbauer de las muestras según el tamaño de partícula: A (< 20 μm), B (20 a 38 μm) y C (< 20 μm molidas) se muestran en la figura 27 y los valores de los parámetros hiperfinos en la Tabla 9. Para todas las muestras se observó dos sextetos y un doblete demarcados en la misma figura. Los valores de los parámetros hiperfinos nos permiten asignar el espectro de mayor superficie relativa (sexteto) correspondiente a hierro metálico ($\alpha\text{-Fe}$) y el segundo a hematita (Fe_2O_3). El mejor ajuste se encontró al introducir un doblete. Se obtuvo un alto valor del shifquart (1,50 a 1,60 mm/s) esto indica que puede haber comportamiento de algunas partículas de hematita de tamaño nanométrico como hematita superparamagnética, esto puede deberse al proceso de molienda donde se producen dichas partículas también es posible que estas partículas nanométricas provengan de la forma original del fabricante debido a que este emplea un pigmento en ellas. Además es común cuando los polvos de hematita se someten a la molienda de bolas.

Por medio del análisis de los espectros se pudo observar una pequeña fracción extra de este componente en la muestra c que tuvo proceso de molienda, que corresponde al resultado esperado después de una molienda. Si se compara la muestra A con la C para un mismo rango de tamaño de partícula, podemos ver que la hematita magnética en A disminuye ($\sim 10,3\%$) con respecto a la muestra C ($\sim 4,5\%$).

Es evidente que las partículas magnéticas utilizadas en este estudio presentan algún tipo de comportamiento paramagnético, quizás debido al pigmento añadido a las partículas magnéticas, que es contrario a nuestro interés en el uso de esos materiales como materiales magnéticos dispersos en el fluido MR. Es suficiente para eliminar el material paramagnético de las partículas magnéticas utilizables, porque la calidad de un fluido MR se altera mediante la reducción de la susceptibilidad magnética, como ocurre cuando las partículas paramagnéticas están presentes en el líquido, que implica la aplicación de altos campos magnéticos con el fin de obtener las variaciones de viscosidad apropiados que conducen a un producto aplicable y competitivo.

Tabla 9. Parametros hiperfinos: desviamiento isomerico IS (α -Fe), campo hiperfino B_{hf} , ancho de linea Γ , QS y area relativa (RA%) para las partículas analizadas a, b y c.

Muestra	Componente	IS (mm/s)	Γ (mm/s)	QS (mm/s)	B_{hf} (T)	RA (%)
A	HierroMetalico	0,00	0,34	0,00	33,0	88,85
	Hematita	0,32	0,28	-0,28	51,4	10,31
	Doblete	0,06	0,40	1,50	-	3,84
B	HierroMetalico	0,00	0,27	-0,06	33,0	82,52
	Hematita	0,31	0,27	-0,40	51,8	11,92
	Doblete	0,09	0,27	1,61	-	5,56
C	HierroMetalico	0,00	0,29	-0,06	33,0	89,17
	Hematita	0,31	0,27	-0,49	51,7	4,54
	Doblete	0,06	0,40	1,61	-	6,29

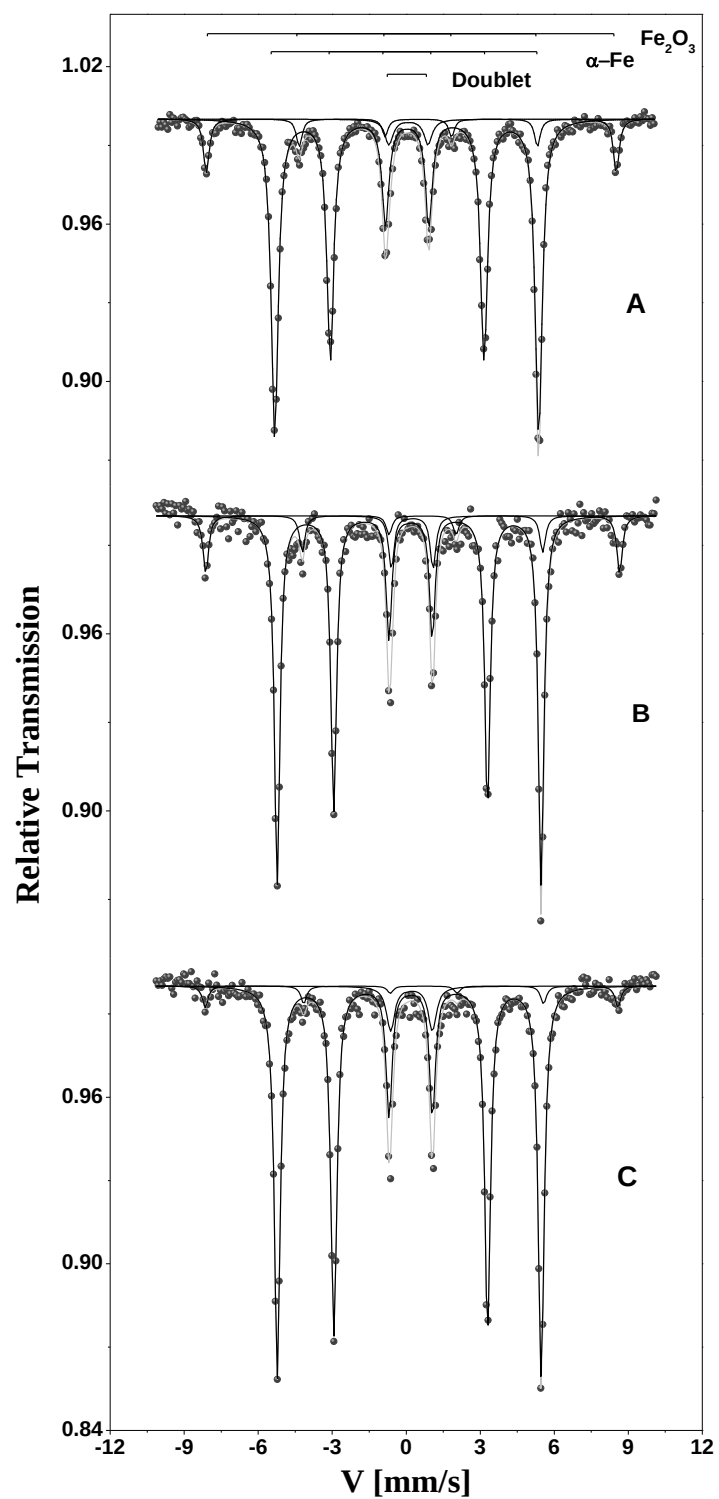


Figura 27 Espectros Mössbauer para A: < 20 μm, B: de 20 a 38 μm y C: <20 μm molidas. Parámetros hiperfinos correspondiente a hierro metálico (α -Fe) y hematita (Fe_2O_3).

8.2.5 Difracción de Rayos X

El análisis por DRX arroja picos representativos de hematita y hierro metálico, que fueron corroborados mediante el análisis Mössbauer de las muestras, ambas técnicas relacionan la cantidad de cada fase presente dando como resultado un mayoría de la fase hierro metálico en todas las muestras, he incremento en aquellas molidas evidenciando una posible reducción o destrucción de las fases frágiles como es la hematita.

La Figura 28 muestra el análisis de rayos X de las muestras según los tamaños de partículas: A (< 20 μm), B (de 20 a 38 μm) y C (< 20 μm molida). Es evidente que sólo los picos de $\alpha\text{-Fe}$ (F) y Fe_2O_3 (H) están presentes en todas las muestras, dado que el comportamiento de la muestra de 20 a 38 μm molida se asemeja fuertemente a la no molida no se presentan los valores para la misma. La Tabla 10 muestra los resultados del ajuste Ritveld para las partículas. Los parámetros de red obtenidos por el análisis corresponden a hierro metálico ($a = 2867$ (2) Å) y hematita ($a = 5,037$ (1) Å y $c = 13,755$ (8) Å). Las fracciones de peso que arrojo el análisis fueron 76,0% y 24,0%, (muestra A), 68,7% y 31,3% (muestra B), 68,5% y 31,5% (muestra C) para $\alpha\text{-Fe}$ y Fe_2O_3 , respectivamente. Esto muestra claramente que la molienda de las partículas con casi la proporción de componentes que A y B, aunque aparentemente el proceso de molienda favorece la generación de hematita con tamaños menores de 20 μm , tal vez debido a la alta fragilidad de la hematita (un óxido de hierro) en contra de hierro metálico.

Los tamaños de cristalitos en las direcciones perpendicular ($\phi_{\perp}$) y paralelo ($\phi_{\parallel}$) a la incidencia de los rayos X, se calcularon utilizando el programa GSAS y se incluyen en la tabla 10. Aquí se puede tener en cuenta una reducción significativa de tamaño de cristalito para la muestra (A) en comparación con la muestra (C) se observa: $\phi_{\perp}=77,7$ a 55,1 nm y $\phi_{\parallel}=71,0$ a 56,2 nm, $\phi_{\perp}=79,3$ a 22,1 nm y $\phi_{\parallel}=84,9$ a 22,3 nm para el hierro y para hematita, respectivamente. Según la relación $\phi_{(C)}/\phi_{(A)}$, hay una reducción de tamaño de 2/3 en hierro y de 1/3 en hematita, aproximadamente. Esto es característico del procedimiento de molienda cuando la reducción de tamaño del material que se produce implica la reducción de los cristales y la distorsión de la red cristalina. Se espera que el alto tamaño de reducción en los cristalitos de hematita sea resultado de una reducción en los tamaños de partículas, que se explica por la fragilidad característica de los óxidos de hierro frente al hierro metálico.

Tabla 10. Análisis Ritveld de rayos X para las muestras de partículas de diferentes tamaño.

Muestra	Componente	a (Å)	b (Å)	c (Å)	$\phi_{\perp}$ (nm)	$\phi_{\parallel}$ (nm)	Fraccion en Peso	Densidad gm/cm ³
A	HierroMetalico	2,8672	2,8672	2,8672	77,7	71,0	0,75972	7,865
	Hematita	5,0371	5,0371	13,7558	79,3	84,9	0,24028	4,752

B	HierroMetalico	2,8673	2, 8673	2, 8673	84,4	86,9	0,68659	7,861
	Hematita	5,0374	5, 0374	13,7560	47,3	42,2	0,31341	3,521
C	HierroMetalico	2,8681	2, 8681	2, 8681	55,1	56,2	0,67594	7,867
	Hematita	5,0421	5,0421	13,7500	22,1	22,3	0,32406	5,263

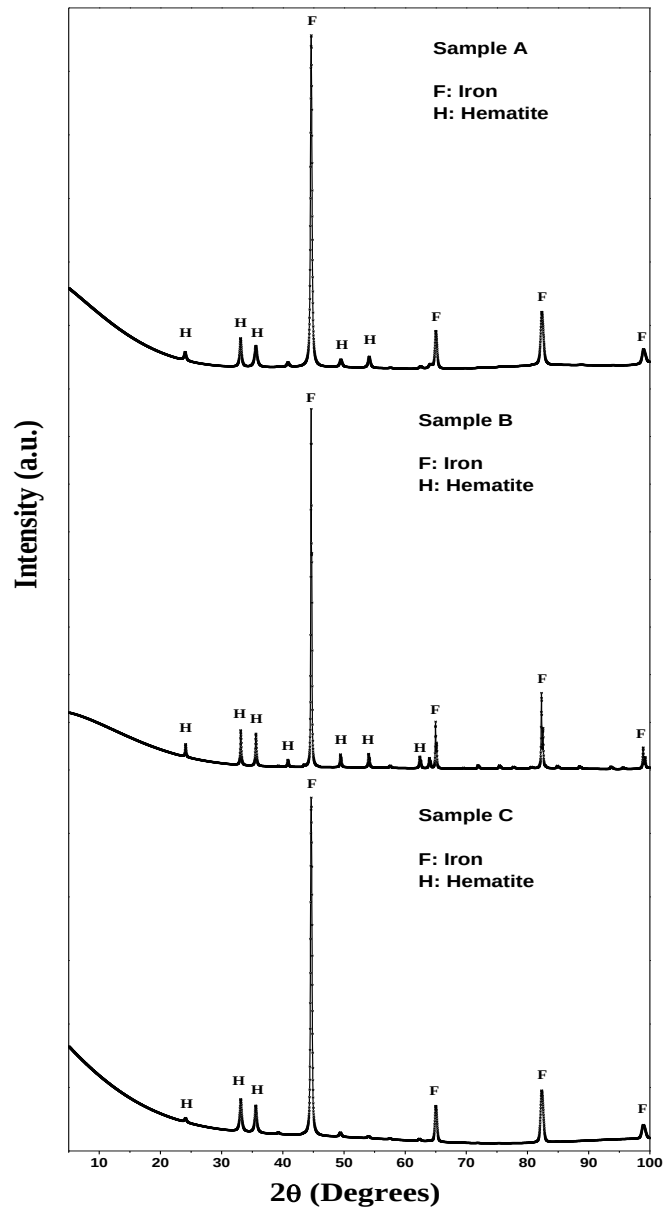


Figura 28 Rayos X de las muestras A: <20 μm , B: de 20 a 38 μm , y C: < 20 μm molidas. Picos de $\alpha\text{-Fe}$ (F) y Fe_2O_3 (H) presentes en todas las muestras.

8.2.6 Caracterización del aditivo

Dado que la ceniza de cascarilla de arroz fue procesada previamente al tener pasar por calcinación y molienda, se identificaron los componentes elementales que permanecían en ella por medio de la fluorescencia de rayos x arrojando la tabla 11, demostrando que el componente de mayor proporción en la misma es SiO_2 como en el humo de sílice, sin embargo dada su procedencia también se encuentran en cuantiosa proporción K_2O proveniente del arroz. Los otros encontrados eran de esperarse puesto que todos los productos orgánicos están conformados por variada de elementos obtenidos naturalmente.

Tabla 11. Composición elemental de la Ceniza de Cascarilla de arroz obtenida por Fluorescencia de Rayos X.

Elemento y/o Compuesto	XRF-2465 CCA %
SiO_2	91,388
K_2O	2,169
P_2O_5	0,793
CaO	0,388
Fe_2O_3	0,367
MgO	0,333
MnO	0,172
S	0,142
Al_2O_3	0,129
Na_2O	0,055
Cl	0,042
Cr	0,011
Zn	0,007
Rb	0,004
H_2O	4

Posteriormente se evaluaron la morfología de las partículas por medio de SEM y se cuantifico su distribución granulométrica para conocer los tamaños en que se encontraba fraccionada. La figura 29 muestra que la ceniza de cascarilla de arroz luego de procesada no posee una forma del todo regular, sino que por el contrario pueden encontrarse formas aciculares, irregulares y hasta cuadradas, esto es debido a durante el proceso de molienda no se deforman pero sí se rompen para reducir su tamaño

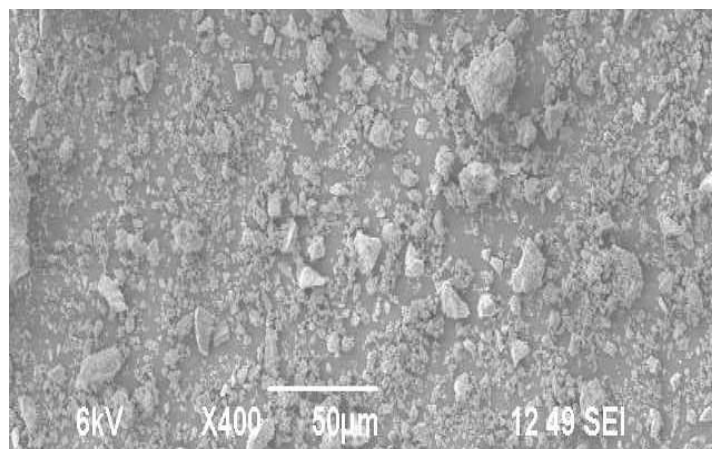


Figura 29. Micrografía SEM a la ceniza de cascarilla de arroz, 400 x.

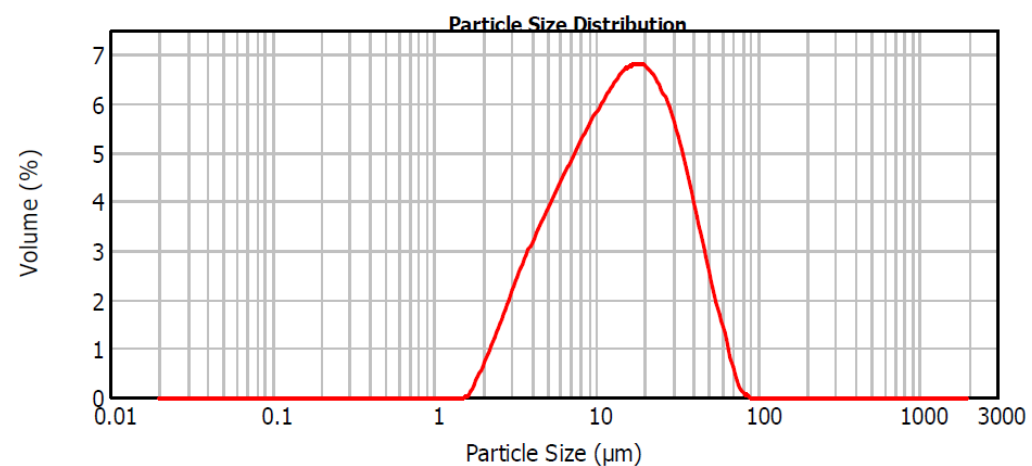


Figura 30 Distribución granulométrica de tamaños de la ceniza de cascarilla de arroz.

La figura 30 expresa la curva granulométrica obtenida por Granulometria Laser, cuya media de tamaños es alrededor de 14.105 μm y 38.046 μm , lo cual es un poco elevado para esta aplicación pero puede deberse a que la exposición previa causa aglomeración en muchas partes, de forma espontánea con otras partículas.

8.2.7 Caracterización del Fluido Portador

Para garantizar la característica principal interesada en este, se procedió a la evaluación de la viscosidad bajo condiciones de ambientales controladas y con el mismo spindle que se llevarían a cabo las evaluaciones de las mezclas, obteniéndose entonces la tabla 12:

Tabla 12. Viscosidad del aceite de silicona a diversas velocidades de rotación de Spindle.

Aceite de Silicona	
Spindle 5	
RPM	Viscosidad (cPo)
6	0
10	0
12	266,7
20	320
30	320
50	320
60	320
100	352

Esta evaluación se llevó a cabo desde velocidades como 0,3 RPM, sin embargo debido que la viscosidad de este aceite es baja se y la sensibilidad del spindle no es la más conveniente para rangos bajos. La medición se llevó a cabo con este spindle para reducir la diferencia de error entre las mediciones respecto a las mezclas.

8.3 Evaluación de las Mezclas

8.3.1 Amperaje variable VS viscosidad a Velocidad de Rotación constante

En cada muestra se tomaron mediciones del cambio de viscosidad conforme se incrementa el valor del amperaje inducido (proporcional al campo aplicado) hasta llegar al valor máximo de 15 A y luego retornar hasta el valor de 0 A. Con los resultados se realizaron graficas que muestran una curva de histéresis para cada muestra, dada la cantidad de muestras y valores obtenidos se procedió a realizar la evaluación de las áreas entre las curvas o áreas de histéresis representativas de cada muestra, el conjunto de las áreas de cada muestra da indicio del comportamiento de la misma como se mostrara más adelante. Algunos de los resultados obtenidos para este caso son los siguientes:

Tabla 13. Muestra 4 FMR con partículas de tamaño <20 µm y adición de 3% wt Cascarilla de arroz

I	VELOCIDAD DE ROTACION DEL SPINDLE (RPM)										
	3	4	5	6	10	12	20	30	50	60	100
Amp											
0	2133	1600	1920	1600	1600	1333	1440	1387	1216	1173	1184
2	347000	238000	216000	189000	150000	101000	84000	57813	36400	26133	16220
4	368000	294000	198000	140000	123000	94447	70400	48920	38320	22133	14584
6	397000	305000	168000	152000	113000	90400	70400	47780	35770	23840	14320
8	410000	299000	195000	183000	101000	96563	65920	47630	39940	24000	15808
10	374000	298000	201000	196000	113000	102000	67240	51480	41860	24107	17440
11	384000	313000	236000	202000	124000	106000	75400	53120	44320	25280	20160
12	416000	322000	259000	217000	136000	116000	75320	56840	46680	25733	18046
13	445000	353000	253000	239000	150000	117000	76800	59320	49052	24840	17420
14	459000	375000	296000	243000	157000	111000	79200	59200	50506	25907	18760
15	507000	346000	303000	272000	169000	114000	81300	63420	53760	29440	19420
15	512000	368000	270000	250000	164000	107000	80000	60800	45600	28720	18208
14	481000	330000	281000	215000	150000	103000	72190	59200	42880	25907	16440
13	420000	281000	260000	208000	134000	93667	69730	61600	33602	23733	15808
12	341000	275000	237000	199000	124000	87200	65400	53320	30274	19330	14400
11	349000	246000	201000	160000	116000	80000	59720	37333	29534	18233	13506
10	315000	213000	191000	128000	104000	72000	61600	34120	38640	17200	12512
8	291000	207000	195000	149000	90240	65667	56800	32380	28012	16000	11480
6	243000	205000	140000	96000	73920	56548	42300	31370	25642	14133	10400
4	238000	157000	119000	118000	70080	48533	41400	28800	24382	12320	9152
2	201000	140000	90800	62400	57600	37333	39200	24907	21440	10453	7680
0	2133	2400	1920	21333	1920	1867	1600	1707	1408	1333	1280

Con los datos como se presentan en la tabla13 se realizaron curvas de viscosidad vs Corriente aplicada para cada valor constante de velocidad de rotación en cada mezcla, obteniéndose entonces para cada una 11 gráficos, dando un total de 77 gráficos sin contar las repeticiones, por ende no se relacionan todos los gráficos y datos en este estudio. Para ejemplificar puede observarse el gráfico de la figura 31 donde se tiene viscosidad en cPo contra Corriente aplicada en Amp a la mezcla 6, manteniendo la velocidad de rotación del spindle constante a 3 rpm.

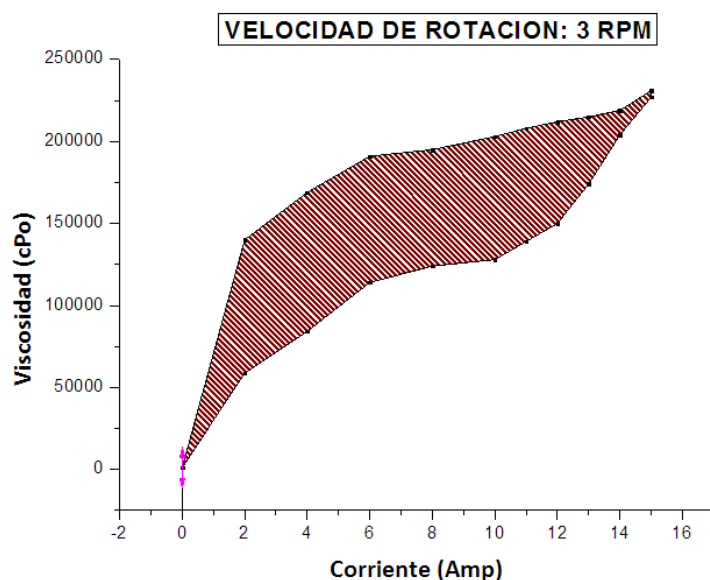


Figura 31 Muestra 6 Viscosidad vs Corriente aplicada para la muestra 6 a 3 rpm.

Se observa entonces que el área entre la curva presentada muestra la histéresis del comportamiento del material la cual puede ser muy representativa en esta figura, sin embargo no en todos los casos el área se encuentra tan bien representada lo cual puede deberse a ciertos errores humanos durante la apreciación de los resultados y la dificultad a la hora de tomarlos. Esto último es ocasionado por el equipo al no estabilizarse en un valor constante mientras se realiza la medición, a su vez esto se debe a que mientras se mantiene rotando y se pasa a un valor de campo o corriente se tiene que las partículas pasan de una posición a otra de forma más fuerte y en muchos casos no logran estabilizarse en la posición de las líneas de campo por el tiempo suficiente sino que se van moviendo conforme se ejerce la rotación.

Este fenómeno se reduce conforme se incrementa el campo magnético aplicado, sin embargo con el paso del tiempo y la rotación del spindle se presentan fenómenos de agregación en las partículas, existe sedimentación y aglomeración. Incluso se tiene que no existe una desmagnetización entre una medida y otra de modo que en las partículas puede encontrarse cierta polarización.

El área obtenida también puede interpretarse como la diferencia entre la curva de ida y la de vuelta pues en todos los casos se tiene que los valores de viscosidad a medida que se incrementa el campo se elevan pero al retornar del punto máximo de campo aplicado se presenta una gran caída en los valores de viscosidad en la mayor parte de las muestras. Lo cual, como se ha mencionado previamente, es ocasionado por el efecto de sedimentación de las partículas que por su densidad dificultan la propia sedimentación en muchos casos, para evaluar esto partimos de las áreas calculadas en las gráficas siguientes.

8.3.2 Interpretación Área Matemática

El área matemática obtenida de las curvas de todas las muestras puede dar una indicación más próxima del comportamiento de estos FMR, representando el cambio de viscosidad según la variación de estas áreas para cada muestra. Los resultados para cada una de las muestras se relacionan en la tabla 14, debe tenerse en cuenta que el área calculada o área matemática es una representación de la viscosidad dinámica medida, mas no es la expresión de viscosidad general en cada una.

Tabla 14. No Área vs Velocidad de Rotación en RPM

RPM	Área Matemática						
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6	Muestra 7
3	980530	1152344	987034	1297000	1071500	929632	1191700
4	561892	1070327	552300	1200700	922900	823200	1373300
5	430005	931289	427760	1200700	661094	1155180	1191960
6	423775	513289	454075,5	689467	448047	653503	945123
10	398630	392122	324240	449000	336620	689300	530500
12	349422,7	164876,3	210502	482757	282950,5	361408	396077,5
20	210050	212780	232660	270670	227060	124415	293910
30	166911	100615,8	137621	213429	143010,5	220108	134903,5
50	77501	90034	73594	164894	104566	89974	93098
60	75018,5	61725	49605,1	111517,5	114460,2	94793,5	88737,5
100	36796	36328	34279	66574	54193	68420,5	33903,5

Los valores de estas áreas nos dan un concepto de la tendencia de la viscosidad con el cambio de la velocidad de rotación donde el área se reduce conforme se incrementa la velocidad de rotación en el fluido de forma dramática, sin embargo es más sencillo evidenciarlo con la figura 32:

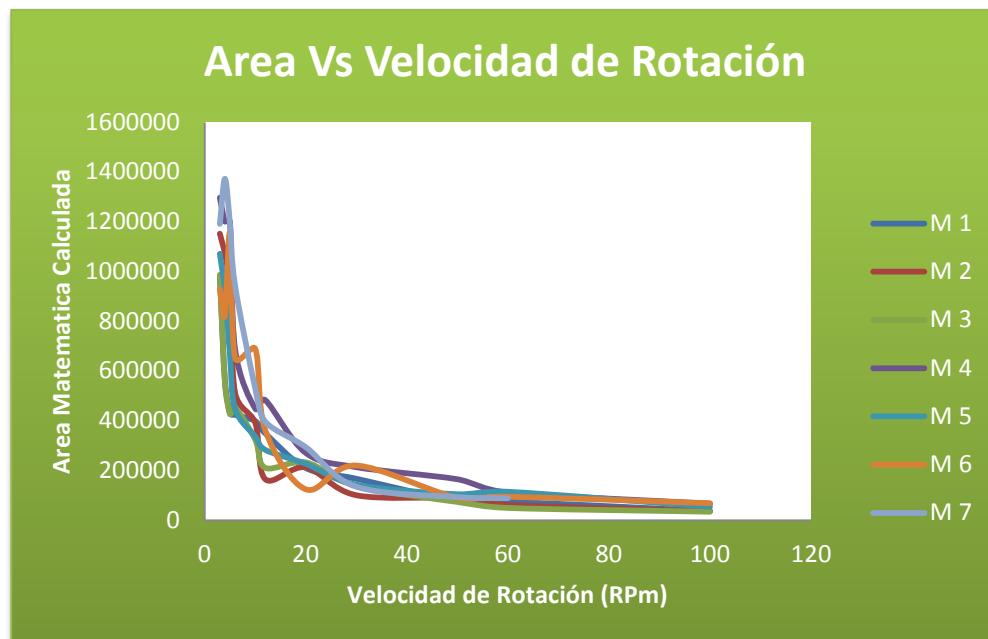


Figura 32 Área Matemática de cada muestra vs velocidad de rotación del Spindle

Según la figura 32 es evidente el hecho de que la viscosidad se reduce a medida que se incrementa la velocidad de rotación, a su vez puede relacionarse la velocidad de rotación con la velocidad de corte que se pudiera aplicar por el equipo siendo de alguna forma proporcionales estos valores por lo cual podría decirse que la viscosidad se reduce con la velocidad de corte. Sin embargo al ser un comportamiento no newtoniano se prevé que la velocidad de corte no tienen una relación lineal con el esfuerzo de corte. Cabe aclarar que el viscosímetro empleado no permite conocer las características de torque, velocidad de corte o esfuerzo de corte aplicado, tampoco es posible calcular estos valores dado que no se conocen valores característicos correspondientes al equipo para hallar velocidad angular y llegar a los valores mencionados, por ende se empleara de referente la velocidad de rotación.

De la gráfica también puede observarse que a medida que la velocidad supera las 60 rpm los valores decaen en un rango muy estrecho para todas las muestras tendiendo hacia un valor η_0 , esta diferencia puede observarse más claramente si se comparan los valores promedio a 100 rpm y 10 rpm, estos son 47.213,43 y 445.773,14 respectivamente. Esto es un indicador de la cercanía y tendencia de los valores a 100 rpm, mientras que a valores de velocidad de rotación más bajos como 10 rpm las muestras difieren en gran evidencia. Se observa que el área decae en 9,44 veces del valor obtenido a bajas velocidades de rotación, corroborando que con el tiempo el fluido presenta una «tixotropía», se reduce la viscosidad a medida que avanzan los ensayo y se reduce aún mas con la velocidad de rotación de forma general para todas las muestras.

Podría decirse entonces que las características de composición no definen del todo el comportamiento a elevadas velocidades de rotación por lo cual debe existir una explicación más que defina el comportamiento a elevadas rpm.

Corroborando el comportamiento de estos fluidos tenemos que la muestra 2 con 15 % de partículas $<20\mu\text{m}$ sin adición, presenta mayores valores de viscosidades y en general de área calculada que la muestra 1 con 10 % de partículas $<20\mu\text{m}$ sin adición esto se entiende por qué las propiedades de los FMR varían con la concentración de las partículas. Se tiene entonces que a mayores concentraciones de partículas existen gran cantidad de centros aportantes polarizándose a la vez que se ubican en la posición de las líneas de flujo de campo magnético formando cuentas como collar, cuantas más partículas existen más densas las cuentas ocupando los espacios disponibles formando estructuras más compactas y resistentes.

Este último efecto puede explicarse por la fuerza que se requiere para retirar una partícula magnetizada de la posición en que se encuentra de la siguiente forma: a medida que las partículas ocupan las posiciones de las líneas de campo según sea el flujo de campo magnético, se polarizan y permanecen en la posición ocupada a menos que se ejerza suficiente fuerza como para vencer la fuerza del campo magnético sobre ellas, una fuerza mayor logrará desplazar las partículas ocasionando un flujo en el FMR llevando las partículas a otras posiciones donde continuamente habrá resistencia.

En el caso de las muestras con adiciones M3 y M4, presentan comportamiento y valores similares a sus homólogos M1 y M2, mostrando que el aditivo no varía la viscosidad de las muestras, aunque se observan ligeras tendencias de incremento con el aditivo deberá evaluarse mayor número de muestras para ratificar dicho comportamiento.

8.3.2 Viscosidad VS Velocidad de Rotación a un Amperaje Constante Aplicado

Dado que la corriente es proporcional a la intensidad de campo magnético aplicado, se puede apreciar que a mayor corriente aplicada mayor es la intensidad de campo generado por la bobina, de modo que al haber realizado las mediciones de campo generado al variar el amperaje, se pudo entonces realizar las mediciones variando el amperaje en la fuente. Cabe anotar que las condiciones ambientales fueron controladas y mantenidas de forma constante para reducir los posibles factores que llevaran al cambio o tuvieran influencia en las mediciones realizadas. Además de ello las mediciones en este caso se realizaron en diversos espacios temporales debido a que a medida que se incrementa el amperaje inducido en la bobina, esta se calienta y pueden ocurrir fallos en su funcionamiento además de incrementarse la resistencia eléctrica u oposición al flujo, por ende luego de 8 A se procedió a dejar en reposo la bobina durante 1 hora y media para cada medición.

Con este procedimiento se obtuvieron 132 datos por muestra con los cuales se elaboraron 12 curvas para cada una, sin hablar de las repeticiones. Un ejemplo de esto lo muestra las tablas 15 y

16 para la muestra 2, a su vez los resultados obtenidos ejemplifican en la figura 33 para la misma muestra.

Tabla 15. Viscosidad vs velocidad de rotación en RPM, a corrientes constantes de 0 a 10 Amp para M2

	Corriente Cte (Amp)					
	0	2	4	6	8	10
RPM	Viscosidad (cP)					
3	0	1,10E+005	1,22E+005	1,54E+005	1,77E+005	1,99E+005
4	0	91200	1,06E+005	1,07E+005	1,33E+005	1,55E+005
5	0	64640	66520	76610	92800	1,04E+005
6	533,3	62400	69870	64000	75200	1,00E+005
10	320	39360	44800	41280	47200	61120
12	533,3	32533	36267	36800	37067	51467
20	480	23340	23200	22880	29600	34880
30	533,3	15360	16640	16320	21233	24000
50	512	8540	9660	10758	12600	15520
60	480	6400	6827	8853	9080	10240
100	480	3520	4320	4892	5240	5536

Tabla 16. Viscosidad vs velocidad de rotación en RPM, a corrientes constantes de 11 a 15 Amp y 0 final para M2

	Corriente Cte (Amp)					
	11	12	13	14	15	0
RPM	Viscosidad (cP)					
3	2,12E+005	2,18E+005	2,33E+005	2,71E+005	2,79E+005	3200
4	1,45E+005	1,59E+005	1,70E+005	2,13E+005	1,93E+005	5600
5	1,10E+005	1,31E+005	1,21E+005	1,61E+005	1,46E+005	4480
6	88588	96533	1,01E+005	1,31E+005	1,21E+005	3200
10	56000	61480	58240	78600	73920	2560
12	46900	49000	47733	61333	61820	2400
20	29120	30560	30008	41800	39300	1440
30	20697	22720	21613	26000	24747	1173
50	16448	13888	13640	19840	16980	896
60	12180	11387	9336	14400	12847	800
100	5888	6340	6080	8032	8126	672

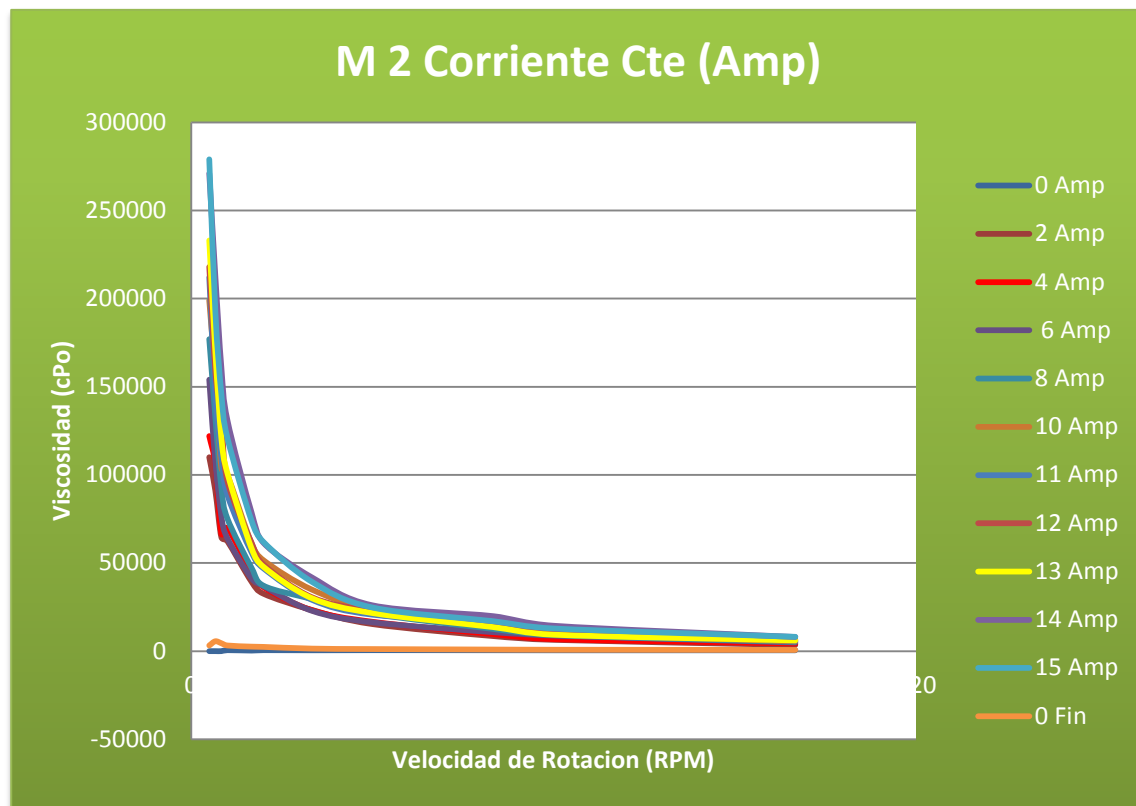


Figura 33 Viscosidad vs Velocidad de rotación a corrientes constantes para M2.

De las tablas y figuras puede observarse que para cualquier valor de velocidad de rotación aplicada en una muestra, la viscosidad se incrementa con el campo aplicado. En [27] argumentan que esto se debe a que al incrementar el campo magnético aplicado se incrementa la fuerza magnetizante del fluido y por lo tanto aumenta la resistencia a fluir, lo cual también se observa en otras mezclas a nivel comercial.

En el estudio de [27] se evidencia también un ferrofluido que puede ejemplificar este comportamiento en la figura 34 donde se observa como “el material se encuentra en su estado original y después al acercarle un magneto, este responde inmediatamente, debido a la alineación de las partículas, la viscosidad del ferrofluido se incrementa, si se retira el magneto este regresará a su estado original. La figura corresponde a una muestra de estos ferrofluidos con 21% de magnetita en aceite comestible”:



Figura 34 Respuesta de un ferrofluido con 21% de magnetita en aceite comestible al acercarle un magneto [27]

El comportamiento presentado ante la variación de la velocidad de rotación que se ha mostrado puede asemejarse al comportamiento frente a la velocidad de corte como se presentó en la figura 6 donde se tiene la variación de la viscosidad en función de la velocidad de corte (s^{-1}) para cuatro valores de campo H constante. Comparando ambos se tienen las mismas características de reducción de la viscosidad con la velocidad (de rotación en este caso y de corte en [1]) presentando un comportamiento exponencial negativo caracterizado porque a menores valores de velocidad las viscosidades son muy altas y difieren ampliamente según el valor de campo, mientras que a velocidades más altas esta diferencia en los valores de viscosidad obtenidos se reduce tanto que tienden a un valor constante aun cuando se esté aplicando un campo elevado en la muestra, esto es ratificado en la figura 33 donde el área vs la velocidad de rotación tienen continúan presentando el comportamiento anterior. Este comportamiento evidencia una pseudoplasticidad sea una reducción de la viscosidad con la velocidad de corte y es ratificado por la figura 32 donde para las mismas muestras se presentó la reducción del área respecto a la velocidad de rotación ante todos los campos magnéticos aplicados, variándose en las muestras la proporción o cinética de reducción de viscosidad.

Un dato de importancia para este ensayo es la viscosidad cuando la velocidad de rotación tiende a cero que puede ser obtenido por extrapolación de los valores de cada curva de la figura 33, estos valores son un estimativo de la viscosidad en ausencia de “corte” como se evalúa en [3]. Estos valores se muestran en la tabla 17 para la cual se han realizados los cálculos de tendencia de cada una de las curvas de la figura 33 a cada muestra obteniéndose una ecuación que describe el comportamiento y las respectivas variables como es el intercepto de estas. Puede evidenciarse en la tabla, que para todas las muestras el valor aproximado de la viscosidad en velocidades de rotación que tienden a cero es muy alejado cuando se tiene un campo magnético aplicado que cuando se inicia la prueba. Esta diferencia puede ser calcula y se tienen valores cuantificados en la misma tabla como “variación”, los cuales corresponde a la diferencia de valor de viscosidad en el límite para las muestras cuando están sometidas a un campo producido a 10 Amp respecto a las viscosidades iniciales sin campo.

La variación más elevada la presenta la muestra 6 donde la viscosidad en el límite a 10 Amp es 67,38 veces mayor que la viscosidad con que se inicia. La variación más baja se encuentra en la muestra 1 para este mismo referente.

Tabla 17. Aproximación exponencial de los interceptos para cada muestra.

Corriente Amp	Intercepto						
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6	Muestra 7
0 inicial	610,15	501,49	417,81	1294,18	721,14	445,94	670,67
2	10207,06	10370,56	14094,86	34758,44	11171,02	12164,72	20955,64
4	12567,55	11294,54	18870,89	45360,69	17396,46	21828,31	24262,75
6	16108,5	15645,71	22110,99	56229,98	23979,89	26856,04	33648,44
8	14395,55	17559,77	24387,68	60245,72	21261,57	22594,73	32266,68
10	20135,94	19082,82	24382,27	65495,03	27379,09	30046,83	29094,4
11	19747,06	20193,21	28596,28	66243,94	29238,19	32975,61	26527,24
12	18171,63	18238,29	28043,76	62366,61	30644,81	32234,42	33924,31
13	18129,36	18761,92	31707,97	72614,55	31221,12	35149,22	35011,61
14	18002,08	22471,58	30523,73	66900,22	34217,8	37184,81	38630,73
15	17998,34	24033	29523,98	70078,45	31293,8	36510,13	30201,52
0 final	684,84	742	645,04	1153,09	1076,2	1365,34	1970,45
Variación*:	33	38,05	58,36	50,61	37,97	67,38	43,38

*Correspondiente al valor de intercepto de la viscosidad en 10 Amp respecto al de inicio a 0 Amp.

EFFECTOS DEL ADITIVO

En campo cte. no existe gran variación de los valores de viscosidad con la velocidad de rotación para M7, M6 y M5, difieren en unidades siendo: $M7 > M6 > M5$. Cuando se evalúa este efecto en la tabla 17, se tiene una mayor relevancia para los interceptos que varían entre si aproximadamente en 0,43 veces en razón de incremento de M5 a M6, y luego a M7. Esto puede ser causado porque el incremento de adición de ceniza de cascarilla de arroz genera mayor estabilidad en el fluido permitiéndole conservar sus propiedades a largo plazo a medida que se desarrollan las pruebas. Teniendo en cuenta que la rotación influye en la sedimentación, se observó que con la adición se reduce esta sedimentación y logrando mayor dispersión a medida que se realizan las evaluaciones de viscosidades llevando al incremento de las mismas.

La M5 demuestra valores más elevados que M3, aunque ambas tienen 3 % de aditivo, pero M5 posee partículas de mayores tamaños, recordando que el efecto magnético deriva del volumen y no de la superficie, será mayo a mayor volumen de partícula.

9. CONCLUSIONES

- ✿ Se logró generar un fluido Magnetoreológicos básico con las propiedades más especificadas en la literatura donde se observa en estos el incremento de la viscosidad al aplicar cualquier valor de campo magnético y mayores incrementos con intensidades de campo elevadas.
- ✿ Se corrobora la influencia del tamaño de partícula en las propiedades de las mezclas concretando que las partículas con mayores tamaño sedimentan más fácilmente requiriendo entonces de una aditivación mayor y más específica para garantizar las propiedades de las mezclas preparadas con las mismas, sin embargo se aconseja emplear tamaños de partículas más bajos tener una garantía de que las propiedades a nivel reológico se conserven por mayor tiempo.
- ✿ Adicionar ceniza de cascarilla de arroz como dispersante a las mezclas tiene un buen efecto permitiendo una mayor estabilidad de las partículas en el medio durante un tiempo prolongado en comparación que si no tuviera la adición, sin embargo existe un límite de adición que mejora estas propiedades el cual es de 4%, más allá de esta adición no son tan apreciables las mejoras en la mezcla lo cual da a entender que no se requiere de más adición para estabilizar las mezclas.
- ✿ La concentración de partículas mayores a 15 % genera un incremento de los valores de viscosidad en especial en las curvas de Viscosidad vs Amperaje a medida que se incrementa este último, sin embargo cuando la curva retorna al valor de 0 Amp se evidencia una caída más dramática para las mezclas de mayor concentración ocasionado por la sedimentación excesiva luego de que las partículas formen cuentas organizadas y muy fuertes a elevados campos y pierdan la estabilidad generada por las líneas de campo.
- ✿ Entre mayor es la adición de ceniza de cascarilla de arroz se tiene un leve incremento de los valores de viscosidades obtenidos para la misma concentración de partículas, lo cual indica que el aditivo las estabiliza más permitiéndoles mantenerse distribuidas por más tiempo prolongando así la utilidad del fluido Magnetoreológico desarrollado.
- ✿ La mejor formulación para un fluido Magnetoreológico de acuerdo a los desarrollados tendrá adición de un 4 % de ceniza de cascarilla de arroz, con un 15 % de partículas de tamaños menores a 20 μm . Dada que esta combinación no fue probada en este estudio, se recomienda para futuros trabajos desarrollarla de modo que se corrobore lo establecido.

10. BIBLIOGRAFIA

- [1] Synthesis and properties of magnetorheological (MR) fluids. SevalGenç. University of Pittsburgh. 2002
- [2] Electroheological technology: The future is now. Havelka, K.O. and J.W. Piolet. CHEMTECH, 1996.
- [3] Magnetorheological Fluid. Kevin O'Grady, V. Patel, and S. W. Charless. By Taylor & Francis Group, LLC. 2008
- [4] Magnetorheological (MR) fluids: principles and applications. DrPradeep, I. Phul., Department of Materials Science & Engineering, University of Pittsburgh, and New Age Materials Inc, Pittsburgh. 2001
- [5] Magnetizable Fluids. Tom Black and J. David Carlson. By Taylor & Francis Group, LLC. 2006
- [6] <http://www.actimat.es/web/magnetoreologicos.asp>
- [7] Magnetorheological characterization of carbonyl iron based suspension stabilized by fumed silica. Sung Taek Lim, Min Seong Cho, In Bae Jang, Hyoung Jin Cho. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 282 (2004) 170–173
- [8] Diseño y construcción de un prototipo de Amortiguador Magnetoreológico. César Patricio Guzmán Mayorga. Tesis en Ingeniería eléctrica. Universidad Politécnica Salesiana. 2007
- [9] Magnetorheological Fluids 17. J. David Carlson. Lord Corporation. By Taylor & Francis Group, LLC. 2008
- [10]http://ingenierias.uanl.mx/2/pdf/2_Miguel_Cupich_et_al_Amortiguadores.pdf
- [11] Large-Scale Magnetorheological Fluid Damper for Vibration Mitigation: Modelling, Testing and Control. G.YANG. PhD dissertation. University of Notre Dame, 2001.
- [12]<http://mrfengineering.com.ua/magnytoreologycheskaya-zhydkost/oblasty-prymenyaya/robototexnyka?lang=en>
- [13]<http://www.cochesafondo.com/nueva-generacion-suspension-magnetica-magneride/>
- [14]<http://www.lord.com/products-and-solutions/magneto-rheological-%28mr%29/mr-system.xml>
- [15] The Magnetic Fluid Clutch. J. Rabinow, AIEE Trans. 67 (1948) 1308. 1
- [16] W.M. Winslow, J. Appl. Phys. 20 (1949) 1137

- [17] Intelligent Materials. Thomas Graham House, Science Park, Milton Road Cambridge CB4 0WF. " Intelligent Materials" (2008)
- [18] http://www.magnaflux.com/DesktopModules/Bring2mind/DMX/Download.aspx?Command=Core_Download&EntryId=11276&PortalId=0&TabId=396
- [19] [http://www.lord.com/products-and-solutions/magneto-rheological-\(mr\)/mr-products.xml](http://www.lord.com/products-and-solutions/magneto-rheological-(mr)/mr-products.xml)
- [20] Study on magnetorheological shear thickening fluid. Xianzhou Zhang¹, Weihua Li¹ and X L Gong². Smart Mater. Struct. 17 2008
- [21] Direct pyrolysis of raw rice husks for maximization of SiC whisker formation. R. V. Krishnarao, M. M. Godkhindi, M. Chakraborty, P. G. Mukunda. J. Am. Ceram. Soc. Vol. 74. 1991. pp. 2869-2875.
- [22] Conversion of raw rice husks to SiC by pyrolysis in nitrogen atmosphere. R. V. Krishnarao, Y. R. Mahajan, T. J. Kumar. J. Eur. Ceram. Soc. Vol. 18. 1998. pp. 147-152.
- [23] Design and Construction of a Mössbauer Multichannel Analyzer and its Applications to Study of Metallic Systems. Sanchez, A.J.: Doctoral Thesis, Physics Department, Universidad del Valle, 1997.
- [24] GSAS, General Structure Analysis System. Larson, A.C., Von Dreele, R.B. Los Alamos National Laboratory report LAUR 2004
- [25] Artículo: Como proteger nuestros aparatos eléctricos imprescindibles en caso de tormenta solar. GuyFawkes. <http://loquepodemoshacer.wordpress.com> 2010
- [26] <http://www.sapiensman.com/electrotecnia/problemas14.htm>
- [27] Síntesis y propiedades de ferrofluidos de magnetita. L.A. García-Cerda, O.S. Rodríguez-Fernández, R. Betancourt-Galindo, R. Saldívar-Guerrero. Superficies y Vacío 16(1), 2003
- [28] Influence of particle size distributions on magnetorheological fluid performances. H Chiriac, and G Stoian. National Institute of Research and Development for Technical Physics, 2010

11. ANEXOS

11.1 FICHA DE PRODUCTO ACEITE DE SILICONA VISCASIL 60M



GE Silicones

Viscasil® 60M

ProductDescription

Viscasil silicone fluids are clear, water-white polydimethylsiloxane fluids with no suspended particulate matter. These inert and odorless fluids also exhibit excellent non-metallic lubricating and release properties while maintaining good heat resistance. The Viscasil fluids are available in standard viscosity grades of 5000, 10,000, 12,500, 30,000, 60,000, 100,000, 300,000, 500,000, 600,000 and 1,000,000 centistokes at 25 °C(77F).

INCI Name

Dimethicone

Key Performance Properties

- LowViscosity-TemperatureChange
- Wide TemperatureRange
- ThermalStability
- OxidationStability
- ChemicalInertness
- LowFlammability
- LowSurfaceTension
- ShearStability
- ThermalConductivity
- Non-Corrosive

TypicalProduct Data

Viscasil	60M
Nominal Viscosity cstks @25C (77F)	60,000
Approximate Molecular Weight	116,500
ViscosityTempCoefficient	0.6
SpecificGravity 25/25C(77/77F)	0.977
RefractiveIndex@ 25C(77F)	1.4035
Pour Point F ⁽¹⁾	-47
Flash-Point ⁽¹⁾ (Pensky-Martens Open Cup)	601

Flash-Point ⁽¹⁾ (Pensky-Martens Closed Cup)	-
Surface Tension dynes/cm @ 25C(77F)	21.3
Thermal Expansion cc/cc/C, 0-150C(32-302F)	0.0009
Thermal Conductivity Btu/hrft F (150)(2)	0.090
Maximum Volatility, % Wt Loss, 24 hrs at 150C (302F)	2
Specific Heat Btu/lb F	0.36
Electrical Properties 25C(77F) 102-106 cycles Dielectric Strength kV	35
Dissipation Factor	0.0001
Dielectric Constant	2.75
Volume Resistivity Ohm-cm	1x10 ¹⁴

LEGAL

DISCLAIMER

THE MATERIALS, PRODUCTS AND SERVICES OF GE SILICONES, GE BAYER SILICONES, GE TOSHIBA SILICONES, THEIR SUBSIDIARIES OR AFFILIATES (THE "SUPPLIER"), ARE SOLD SUBJECT TO THE SUPPLIER'S STANDARD CONDITIONS OF SALE, WHICH ARE INCLUDED IN APPLICABLE SALES AGREEMENTS, PRINTED ON THE BACK OF ACKNOWLEDGMENTS AND INVOICES, OR AVAILABLE UPON REQUEST. ALTHOUGH THE INFORMATION, RECOMMENDATIONS OR ADVICE CONTAINED HEREIN IS GIVEN IN GOOD FAITH, SUPPLIER MAKES NO WARRANTY OR GUARANTEE, EXPRESS OR IMPLIED, (I) THAT THE RESULTS DESCRIBED HEREIN WILL BE OBTAINED UNDER END-USE CONDITIONS, OR (II) AS TO THE EFFECTIVENESS OR SAFETY OF ANY DESIGN INCORPORATING SUPPLIER'S MATERIALS, PRODUCTS, SERVICES, RECOMMENDATIONS OR ADVICE. NOTHING IN THIS OR ANY OTHER DOCUMENT SHALL ALTER, VARY, SUPERSEDE OR OPERATE AS A WAIVER OF ANY OF THE SUPPLIER'S STANDARD CONDITIONS OF SALE.

Each user bears the full responsibility for making its own determination as to the suitability of Supplier's materials, products, services, recommendations or advice for its own particular purpose. Each user must identify and perform tests and analyses sufficient to assure it that its finished parts will be safe and suitable for use under end-use conditions. Because actual use of products by the user is beyond the control of Supplier, such use is within the exclusive responsibility of the user, and Supplier cannot be held responsible for any loss incurred through incorrect or faulty use of the products. Further, no statement contained herein concerning a possible or suggested use of any material, product, service or design is intended or should be construed to grant any license under any patent or other intellectual property right of Supplier or any of its subsidiaries or affiliated companies, or as a recommendation for the use of such material, product, service or design in the infringement of any patent or other intellectual property right.

11.2 FICHA DE PRODUCTO ACEITE DE SILICONA EMULSIONADO



GE Silicones

SF96® 350

ProductDescription

SF96® silicone fluids are polydimethylsiloxanes ranging from low to medium viscosity. They are available in 5, 10, 20, 50, 100, 200, 350, 500 and 1000 centistokes at 25°C (77°F). As viscosity increases, they become substantive emollients and have different sensory profiles especially in absorbency, spreadability, smoothness, oiliness and tackiness parameters. Higher viscosity dimethicones have a greater perception of absorbency, smoothness and tackiness, but a lower perception of spreadability and oiliness.

Dimethicones are widely used in skin care and hair care products. They provide smooth silky feel, antiwhitening, detackification and good spreadability in skin and sun care applications. Polydimethylsiloxane fluids serve as binders in pressed powders and sensory enhancers in eye make-up, foundations, lipsticks and powder products. Dimethicones impart conditioning and shine on various hair care products by forming hydrophobic films on hair fibers.

INCI NAME

Dimethicone

Key Performance Properties

- Excellentemolliency
- Anti-whitening
- Soft, smooth, silkyfeel
- Non-greasyfeel
- Conditioning properties for shampoos and conditioners
- Detackification
- Shine

TypicalProduct Data

Properties	SF96-10	SF96-50	SF96-100	SF96-350	SF96-1000
Viscosity @ 25°C (77°F), cst	9-11	47.5-52.5	95-105	332.5-367.5	950-1050
RefractiveIndex @ 25°C (77°F),	1.3980-1.400	1.400-1.404	1.4005-1.4045	1.401-1.405	1.401-1.405

Appearance	Clear Liquid	Clear Liquid	Clear Liquid	Clear Liquid	Clear Liquid
Flash Point, closed cup, °C, °F	> 163°C (> 325°F)	> 281°C (> 538°F)	> 281°C (> 538°F)	> 302°C (575°F)	> 302°C (575°F)
Specific Gravity @ 25°C (77°F)	0.9330 - 0.9392	0.956 - 0.964	0.962 - 0.970	0.965 - 0.973	0.967 - 0.975
Silicone Solids, %	97	99.5	99.5	99.5	99.5

Specifications

Typical product data values should not be used as specifications. Assistance and specifications are available by contacting GE Silicones at 800/255-8886.

11.3 FICHA DE PRODUCTO ACEITE MINERAL

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

Apariencia: Líquido, brillante y claro

(ASTM D 4176/1).

Olor: Característico.

Color Sin determinar (ASTM D 1500)

Densidad a 15°C: 880 kg/m³ (ASTM D 1298).

Punto/ámbito de ebullición: > 200 °C (a 10 mmHg) (ASTM D 1160)

Presión del vapor: 1-10-3 hPa (20 °C)

Viscosidad a 40°C: 44 mm²/s (ASTM D 445).

Solubilidad en el agua: Insoluble en el agua

pH: No aplicable (ASTM D 1287).

Punto de congelación: -18 °C. (ASTM D 97)

Punto de ignición: 220 °C. (ASTM D 92)

Temperatura de autoignición: > 300 °C (DIN 51794)

Límites de explosión:

Inferior: Sin determinar.

Superior: Sin determinar.

Coefficiente de partición (P aceite/agua): Sin determinar.

Extracto de dimetilsulfóxido (DMSO)

del aceite de base: < 3 % wt (IP 346/92)

PRUEBA	ESPECIFICACION	METODO
NUMERO DE NEUTRALIZACIÓN	Neutro	ASTM D-664
COLOR SAYBOLT	Min. +30	ASTM D 156
OLOR Y SABOR	No presenta	Sen- org
GRAVEDAD ESPECIFICA (25°C) g/cm ³	0,818/ 0,865	ASTM D 1298
VISCOSIDAD CINEMATICA A 40°C CST	15 / 22	ASTM D 445
AZUFRE Y SULFUROS	Pasa	
SÓLIDOS PARAFINICOS	Pasa	
SOLUBILIDAD EN AGUA	Insoluble	
PUNTO DE INFLAMACIÓN °C	180 – 200	
PUNTO DE FLUIDEZ °C	-6	
VENCIMIENTO DEL PRODUCTO	2 años*	

11.4 EQUIPO VISCOSIMETRO BROOKFIELD VD-II + PRO



DV-II+ PRO Viscometers

The DV-II+PRO Programmable Digital Viscometer combines traditional Brookfield accuracy, reliability, and versatility with the advantages of electronic sensing, indication, and output.

Features And Benefits

- Continuous display of: Viscosity (cP or mPa·s), Temperature (°C or °F), Shear Rate, Shear Stress, % Torque, Spindle
- 54 selectable speeds provide superior range of viscosity/shear measurements
- LV, RV, HA, and HA torque ranges available.
- Built-in RTD temperature probe for sample monitoring
- Easy-to-use keypad for simple selection of test parameters
- Auto Range feature to display viscosity limits
- Customizable options
- Download custom programs with **DV Loader** software (included)
- Automated program control by PC running optional **Rheocalc®** software; speed control from 0.01 to 200 rpm.
- Parallel printer, serial RS-232, and analog voltage outputs
- Automatic data collection and historical comparison with optional **Wingather™** software
- Comes with the appropriate spindles, DV Loader program, viscometer stand, guard leg, temperature probe and carrying case

Can be used with the following Brookfield accessories:

Thermosel® System, UL Adapter™, Small Sample Adapter, Viscosity Standard Fluids,
Temperature Baths

http://www.viscometers.org/Brookfield_viscometers_laboratory.htm#DV-II+