CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES AVANZADOS, S.C.
POSGRADO

"Síntesis y Caracterización de fluidos magneto-reológicos"

Tesis que como requisito para obtener el Grado de Maestro en Ciencias de Materiales presenta:

Ing. Jacqueline Guadalupe Bocarando Chacón

Directores: Dr. José Andrés Matutes Aquino
M. en C. Oscar E. Ayala Valenzuela

Chihuahua, Chih., México a 30 de agosto del 2006

AGRADECIMIENTOS

Por medio de la presente quiero expresar mi más sincero agradecimiento a las siguientes Instituciones:

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por el apoyo económico para la realización de mis estudios de Maestría y desarrollo de este proyecto de tesis.

Al Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV) por su apoyo y albergue para la realización de experimentos que contribuyeron al desarrollo de la parte experimental de este proyecto.

De la misma manera quisiera brindar mis agradecimientos a mis asesores de tesis:

Al Dr. José Andrés Matutes Aquino por aceptarme en su equipo de trabajo y dirigir este proyecto de investigación, por sus valiosas observaciones y paciencia clave para la finalización de este proyecto de tesis.

Al M.C. Oscar Eduardo Ayala Valenzuela, por su infinita disposición para alcanzar cada una de las metas planteadas durante mi formación académica.

A mi comité tutoral, Dr. Alfredo Aguilar Elguezabal, Dr. Francisco Paraguay Delgado, Dr. Francisco Espinosa Magaña, Dra. Guadalupe Virginia Nevárez Morillón y al Dr. Guillermo González Sánchez, por todas las correcciones, sugerencias y planteamientos que me permitieron avanzar con firmeza en cada de las etapas de mi formación académica y en la obtención de los objetivos de mi investigación.

A los técnicos del CIMAV, Ing. Wilber Antúnez Flores, M. en C. Manuel Román Aguirre, Ing. Luis De la Torre Sáenz y al Ing. Daniel Lardizabal Gutiérrez, por su disposición e inmenso apoyo en la realización de pruebas y sobre todo por brindarme su amistad y apoyo incondicional.

DEDICATORIA

A Dios por todos las bendiciones otorgadas a lo largo de mi vida y permitirme alcanzar un logro más en mi vida profesional.

A mi madre **Antonia Chacón Rivas**, por el constante amor y apoyo que me ha brindado siempre, eres una gran mujer de quien admiro su grandeza y fortaleza para enfrentar la vida, por tener la virtud de amar y comprender, pero sobre todo por ser siempre mi mejor amiga.

A mi padre **Lino Bocarando Córdoba**, por estar ahí cuando más lo necesito, por ser un excelente padre de quien admiro su fortaleza y responsabilidad.

A mis hermanos Francisco, Rosalina y Lino por formar parte de mi vida.

A mis incondicionales amigas Lorena Romero Balderrama, Mónica Elvira Mendoza Duarte y Ananí Contreras.

INDICE

	Página
Índice	i
Lista de Figuras	ii
Lista de Tablas	iii
Resumen	1
Abstract	2
I. Introducción	3
1 Fluidos Magneto-reológicos	3
1.1 Composición	3
1.1.1. Partículas magnéticas	3
1.1.2. Fluido portador	4
1.1.3. Aditivos	4
1.2 Microestructura	4
1.3 Reología	4
2. Fluidos Magnéticos o Ferrofluidos	6
3. Fluidos Magneto-reológicos Inversos	7
4. Fluidos Electro-Reológicos	7
5. Comparación de Fluidos FMR y FER	7
6.Importancia de los FMR en el Desarrollo Tecnológico	8
II. Objetivos	10
Hipótesis	10
Objetivo Principal	10
Objetivos Particulares	10
III. Materiales y Métodos	11
1. Materiales	11
1.1 Partículas Magnéticas	11
1.2 Fluido Portador	12
1.3 Síntesis del Fluido Magneto-reológico	13
2. Métodos Experimentales	13
2.1 Caracterización de Partículas Magnéticas	13
2.1.1 Difracción de Rayos X (DRX)	14
2.1.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	15
2.1.3 Medición del diámetro de partícula	16
2.2 Metodología para la obtención del FMR	17
2.3 Caracterización de los FMR obtenidos	19
2.3.1 Análisis de Distribución de Tamaño de Partícula para el FMR base agua	19
2.3.2 Análisis Termogravimétrico (ATG)	20
2.3.3 Magnetometría de muestra vibrante (VSM)	20
2.3.4 Microscopia electrónica de barrido (MEB)	21

2.3.5 Análisis Termogravimétrico (ATG)..... 21
2.3.6 Estabilidad de los FMR..... 21
2.3.7 Reómetro con campo magnético..... 22
III. Resultados y Discusión 23
3.1 Caracterización de las partículas Magnéticas..... 23
3.1.1 Difracción de Rayos X..... 23
3.1.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)..... 27
3.1.3 Análisis elemental mediante Energía Dispersiva de Rayos X (EDAX)..... 29
3.1.4 Análisis de Distribución de tamaño de Partícula..... 31
3.1.5Análisis Termogravimétrico (ATG)..... 35
3.1.6 Magnetometría de muestra vibrante (VSM)..... 38
3.2 Caracterización de los FMR sintetizados..... 41
3.2.1 Análisis de distribución de tamaño de partícula (DLS)... 41
3.2.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)..... 43
3.2.3 Análisis Termogravimétrico (ATG)..... 45
3.2.4 Estabilidad de los FMR..... 46
3.2.5 Magnetometría de muestra vibrante (VSM)..... 47
3.2.6 Reometría con Campo Magnético..... 49
IV. Conclusiones 54
V. Sugerencias para trabajo a futuro..... 55
VI. Bibliografía..... 56

Lista de Figuras

Figura 1. Componentes de un amortiguador con FMR.
Figura 2. Origen del magnetismo a) momento orbital y b) momento de espin.
Figura 3. Dependencia de la coercitividad magnética con el tamaño de partícula.
Figura 4. Muestra un cristal que cumple con la condición de Bragg.
Figura 5. Componentes básicos de un microscopio electrónico de barrido.
Figura 6. Diagrama de flujo del procedimiento para la obtención de un FMR
Figura 7. Estructura cúbica centrada en el cuerpo del α-Fe.
Figura 8. Patrón de difracción de rayos X del polvo de hierro R1470, medido con radiación K_α de Cu, con un paso de 0.02° cada 5 seg.
Figura 9. Patrón de difracción de rayos X del polvo de hierro S1281 medido con radiación K_α de Cu, con un paso de 0.02° cada 5 seg.
Figura 10. Patrón de difracción de rayos X del polvo de hierro R2430 medido con radiación K_α de Cu, con un paso de 0.02º cada 5 seg
Figura 11. Imagen de microscopía electrónica de barrido con electrones secundarios de las partículas de Fe carbonílico R1470.
Figura 12. Imagen de Microscopía electrónica de barrido con electrones secundarios de las partículas de Fe carbonílico S1281.
Figura 13. Imagen de microscopía electrónica de barrido con electrones secundarios de las partículas de Fe carbonílico R2430.
Figura 14. Análisis EDAX para partículas de hierro carbonílico R1470
Figura 15. Análisis EDAX para partículas de hierro carbonílico S1281.
Figura 16. Análisis EDAX para partículas de hierro carbonílico R2430.
Figura 17. Histograma para partículas de hierro carbonílico R-1470
Figura 18. Histograma para partículas de hierro carbonílico S-1281
Figura 19. Histograma para partículas de hierro carbonílico R-2430
Figura 20. Curva TGA obtenida para los polvos de hierro carbonílico R1470.
Figura 21. Curva TGA obtenida para los polvos de hierro carbonílico S1281.
Figura 22. Curva TGA obtenida para los polvos de hierro carbonílico R2430.
Figura 23. Lazo de histéresis para el polvo R1470 (magnetización contra campo magnético aplicado)
Figura 24. Lazo de histéresis para el polvo S1281 (magnetización contra campo magnético aplicado).
Figura 25. Lazo de histéresis para el polvo R2430 (magnetización contra campo magnético aplicado)

Figura 26. Análisis de tamaño de partícula de los polvos R1470 formando parte del FMR1A.
Figura 27. Análisis de tamaño de partícula de los polvos S1281 formando parte del FMR2A.
Figura 28. Análisis de tamaño de partícula de los polvos R2430 formando parte del FMR3A.
Figura 29. Partículas S1281 a) formando parte del FMR2A, b) formando parte del FMR2M y c) partículas solas.
Figura 30. Análisis Termogravimétrico para FMR1A
Figura 31. Análisis Termogravimétrico para FMR2M.
Figura 32. Lazo de histéresis para el fluido magneto-reológico FMR1A.
Figura 33. Lazo de histéresis para el fluido magneto-reológico FMR1M.
Figura 34. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) sin campo para FMR1A.
Figura 35. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) sin campo para FMR1M.
Figura 36. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) aplicando un campo de 0.2 T para FMR1A.
Figura 37. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) aplicando un campo de 0.2 T para FMR1M
Figura 38. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) aplicando un campo de 0.6T para FMR1A.
Figura 39. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) aplicando un campo de 0.6 T para FMR1M.

Lista de Tablas

Tabla 1. Parámetros micro magnéticos a temperatura ambiente.
Tabla 2. Propiedades físico-químicas de los fluidos portadores utilizados
Tabla 3. Proporciones utilizadas para la síntesis de los FMR base agua
Tabla 4. Proporciones utilizadas para la síntesis de los FMR base aceite
Tabla 5. Ángulos θ calculados y experimentales para el polvo de hierro R1470.
Tabla 6. Composición elemental de los diferentes polvos de hierro carbonílico, obtenidos de un análisis general con EDAX.
Tabla 7. Valor medio y desviación típica de los tamaños de partículas de los diferentes grados de hierro carbonílico, calculados a partir del ajuste de una distribución log-normal.
Tabla 8. Propiedades magnéticas de los tres tipos de partículas utilizadas
Tabla 9. Clasificación de los fluidos magneto reológicos sintetizados.
Tabla 10. Comparación de diámetros promedios de las partículas obtenidos de las micrografías, Mastersizer 2000 y proporcionados por ISP Technologies.
Tabla 11. Propiedades magnéticas de fluidos magneto-reológicos en base agua y aceite mineral.

RESUMEN

Este trabajo se enfoca al estudio y síntesis de fluidos magneto-reológicos (FMR), los cuales son dispersiones de partículas magnéticas de tamaño de micras (1-10μm) suspendidas en un fluido portador (líquidos orgánicos polares y agua) con ayuda de un surfactante y aditivos que se añaden dependiendo de la aplicación del FMR. Los FMR son medios de gran interés teórico y práctico, ya que presentan la característica de que, sin más que aplicar un campo magnético externo, el sistema evoluciona desde un estado fluido a otro estado en el que muestra una estructura más ordenada, habiendo una dirección privilegiada que coincide con la dirección del campo magnético aplicado.

El mayor interés en la investigación sobre estos materiales se ha centrado en la síntesis de los mismos y, particularmente, en el desarrollo de aquellos que produjeran grandes cambios de viscosidad y del esfuerzo dando lugar a aplicaciones comerciales como, por ejemplo, sistemas de amortiguación en automóviles de lujo, amortiguadores en estructuras civiles para mitigación de daño sísmico, etc.

Se obtuvieron diez fluidos magneto-reológicos con diferentes grados de partículas magnéticas obtenidas de ISP Technologies y diferentes fluidos portadores (aceite mineral, aceite de silicona, keroseno, agua, etc.). Seis de los más estables se analizaron mediante difracción de rayos X (XRD), microscopía electrónica de barrido (MEB) y se obtuvieron los lazos de histéresis con magnetometría de muestra vibrante (VSM), así como las coercitividades de las muestras bajo estudio.

Se observó que las partículas con mayor magnetización de saturación son las partículas tipo R lo que coincide con su pureza. Con análisis termogravimétrico (ATG) se determinó la estabilidad térmica de los fluidos magneto-reológicos la cual se conserva hasta 250º C. Mediante cálculos teóricos sobre la estabilidad de los FMR, se predice que los FMR en base aceite mineral son los que presentan mejor estabilidad. El comportamiento magneto-reológico para cada FMR se obtuvo de un análisis de Reometría con campo magnético encontrándose esfuerzos de cedencia entre 5 y 60 kPa a un campo magnético aplicado de 0.6 T. El esfuerzo de cedencia más alto lo presenta el FMR en base aceite mineral y con partículas de hierro carbonilito grado R1470.

ABSTRACT

This work is concerned about the synthesis and characterization of Magnetorheological fluids (MRF), which are dispersions of micro-sized (1-10 μm) magnetically soft particles suspended in a liquid carrier with the help of a surfactant and additives. The yield strength of these fluids can be changed significantly within milliseconds by the application of an external magnetic field. MRF devices are being used and developed for shock absorbers, clutches, brakes, and seismic dampers.

The goal of this research was to synthesize several MRF and to study their magnetorheological response. To achieve this goal we: (a) Developed a simple process to synthesize MRF (b) Charactherized the iron magnetic particles used in the MRF and c) studied the factors affecting the rheological properties of MRF.

The MRF were synthetized using different grades of commercial carbonyl iron obtained from ISP Technologies and differents liquid carriers like mineral oil, silicon oil, kerosene, water, etc.

Only the cubic α-Fe phase was determined in carbonyl iron by x-ray diffration (XRD). With scanning electron microscopy (SEM) can be observed that the particles have spherical shape. The hysteresis loop data give a maximum magnetization in the range of 180-190 emu/g and low coercivity for all samples of carbonyl iron. The maximum magnetization corresponds to carbonyl iron grade R and it can be associated with its higher purity. By using thermogravimetric, analysis (TGA) it can be inferred that oxidation of carbonyl iron starts about 250°C.

The calculations of stability of MRF using the Stoke's Law predict a higher time stability for the mineral oil-based than for the water-based MRF. The MRF using mineral oil can be stable up to 250° C.

The magnetorheological behavior of the MRF was analysed using a rheometer with applied magnetic field. Yield stress values of MRF ranging from 5 to 60 kPa at a magnetic field of 0.6 T were measured. The highest

yield stress was obtained for the mineral oil based MRF with R1470 grade of carbonyl iron.

I. INTRODUCCIÓN.

1. Fluidos magneto-reológicos.

Un fluido magneto-reológico FMR son dispersiones que contienen partículas ferromagnéticas o ferrimagnéticas de tamaño de micras (10^{-6} m) (tales como hierro, ferritas, etc) que se polarizan magnéticamente y se suspenden en un medio portador que es la fase continua (agua, aceite mineral, aceite de silicón, etc.) y por lo general contienen ciertos aditivos dependiendo la aplicación de dicho fluido, el descubrimiento de fluidos magneto reológicos se atribuye a Jacob Rabinow en 1951 [1-2].

Cuando se induce un campo magnético las partículas se alinean formando cadenas paralelas al campo magnético aplicado, minimizando así interacciones magnéticas entre las partículas y exhibiendo un aumento considerable en la viscosidad. Se requiere un esfuerzo de corte o una diferencia de presión para romper estas cadenas formadas por las partículas en el FMR, la fuerza del FMR (valor del esfuerzo de cedencia) aumenta en función de la intensidad del campo magnético aplicado. Estos fluidos presentan un alto esfuerzo de cedencia (50-100 kPa) debido ala fuerza de los dipolos creado por las partículas [3]. Este efecto en el FMR frecuentemente se caracteriza siguiendo el modelo plástico de Bingham.

1.1. Componentes básicos de un FMR.

Generalmente los FMR contienen tres componentes principales y son:

1.1.1 Partículas Magnéticas.

Las partículas son la fase magnéticamente activa del FMR, estas son un componente muy importante, pues la imanación inducida que sufren cuando se les aplica el campo magnético y las interacciones entre ellas que producen el cambio en la microestructura del material son las responsables del efecto MR. Se suelen usar partículas esféricas ferromagnéticas como pueden ser ferritas de níquel zinc (Phulle et al., 1999), aunque son las partículas de hierro carbonilo de tamaño micrométrico las más comúnmente utilizadas ya que su alta imanación de saturación 2.1 Tesla, su baja coercitividad (materiales blandos que se pueden imanar y desimanar fácilmente) y su alta pureza, las hacen excelentes para posibles aplicaciones. El tamaño de las partículas de hierro carbonilo es ideal puesto que tienen muchos dominios magnéticos. El grado de pureza ayuda a disminuir el efecto de anclaje, así como el efecto de anisotropía magnética de forma.

1.1.2. Fluido portador.

La función que tiene el fluido portador es ser el medio donde la fase magnéticamente activa se suspenda. Se pueden utilizar líquidos orgánicos polares (aceite mineral, hidrocarburos, etc.) y agua. La selección del liquido portador adecuado para la síntesis de un FMR es basándose en la aplicación de dicho fluido, es decir tener presente el intervalo de temperatura a la que será sometido el FMR y basándose en eso seleccionar un liquido portador con un punto de ebullición que no sobrepase él limite superior de ese intervalo de operación. Es importante que el FMR no reaccione ni con la fase magnéticamente activa ni con el material que compone el dispositivo que lo contendrá. Un aspecto muy importante que depende de la selección del fluido portador es el hecho de que la viscosidad de dicho fluido ayudara a que el FMR pueda tener una mejor estabilidad.

1.1.3. Aditivos.

Ciertos aditivos se pueden añadir al FMR para mejorar algunas propiedades mejorando así su funcionamiento, para aumentar el tiempo de vida útil tanto del FMR como del dispositivo. Por ejemplo Alisa J. Millar Henrie en el 2002, a un FMR en base agua agregó etilenglicol como aditivo aumentando el intervalo de temperatura de operación [4].

Existe un grupo de fluidos con una propiedad en común, que en la mayoría de los casos, son dispersiones de partículas en un fluido portador y algún aspecto de su reología es controlado por un campo magnético o eléctrico externo. Dentro de este grupo se encuentran los fluidos magneto-reológicos (FMR), los fluidos magnéticos o ferrofluidos, los fluidos electro-reológicos (FER) y los fluidos magneto-reológicos inversos.

1.2 Microestructura

Una vez descritos los posibles componentes de los FMR, es necesario analizar los conocimientos existentes sobre su microestructura, pues, debido a la diferencia de propiedades magnéticas entre el fluido y las partículas, bajo la acción de un campo magnético se induce un cambio en la estructura que será el responsable de los cambios de las propiedades.

Cuando no hay campo aplicado parece coherente que la estructura de los FMR sea la de una suspensión, pudiendo aparecer algún tipo de agregación entre las partículas de tipo débil.

La microestructura que se forma en un FMR bajo la acción de un campo magnético uniaxial uniforme va a depender de diversos factores, como son la intensidad de campo aplicado, la forma del incremento de campo aplicado, la fracción de volumen, la viscosidad del solvente o el tamaño de la celda de medida.

Para bajas fracciones de volumen, la microestructura formada e, incluso, el proceso de formación son bastante bien conocidos. Hay resultados experimentales usando técnicas ópticas, simulaciones y modelos teóricos que describen adecuadamente esta situación como se mostrará al explicar los mecanismos de agregación.

A pesar de que la mayoría de los FMR se sintetizan con fracciones de volumen altas, existe poca información reportada.

En los FMR habituales la interacción magnética domina a la térmica de modo que se favorece la agregación de partículas formando estructuras más complejas. Según Furst, el proceso de agregación tiene lugar en dos fases. Inicialmente, en pocos milisegundos, la mayoría de las partículas se unen formando cadenas a lo largo de la dirección del campo magnético aplicado. Tras esta primera orientación, estas cadenas pueden interaccionar lateralmente formando columnas más gruesas o estructuras más complejas dependiendo de la fracción de volumen.

El proceso de formación y la tipología de las columnas dependerán de la existencia de fluctuaciones térmicas, de la presencia de defectos, de la fracción de volumen (define la distancia entre partículas y posteriormente entre estructuras) y de la intensidad de campo magnético aplicado (tiene influencia en la rigidez de las estructuras formadas, en la importancia de las fluctuaciones térmicas y en el valor del potencial atractivo de los defectos).

Cuando los FMR poseen una viscosidad alta se favorece la interacción lateral entre cadenas. Cuando las cadenas son suficientemente largas y la agregación en los extremos es demasiado lenta, si la distancia entre cadenas es pequeña, se produce la formación de columnas por agregación lateral uniéndose dos cadenas por un punto y el resto de la cadena se unen como si fuera una cremallera. Para fracciones de volumen altas se forman estructuras más complejas.

Para bajas fracciones de volumen y altos campos aplicados no se debería producir interacción lateral, dando como resultado una agregación en largas cadenas. Esto es debido a que los a que para campos altos las cadenas son muy rígidas, haciendo que la interacción sea de corto alance. De esta forma, si la fracción de volumen es baja, no tendría por qué haber estructuras cercanas dificultando que se produzca la interacción. Sin embargo en un sistema real las fluctuaciones térmicas y los defectos topológicos de las cadenas causan variaciones de la densidad de momento magnético a lo largo de la misma, rompiendo simetría en la dirección perpendicular al eje de la cadena. Estas variaciones de la densidad de momento magnético harán que se favorezca la interacción lateral y se pudieran formar columnas.

1.3 Reología

La Reología es la disciplina que más se ha empleado para el estudio de los FMR. Los cambios que se producen en los parámetros reológicos son tan importantes que es natural que la búsqueda principal de aplicaciones haya ido por esa rama de la ciencia.

Cuando no hay campo magnético aplicado se supone que la suspensión se comporta idealmente como un fluido newtoniano. Sin embargo, cuando se le aplica un campo magnético se le considera como un plástico de Binghman. Un concepto importante es el esfuerzo umbral que se define como el mínimo valor que debe de tomar el esfuerzo aplicado para hacer que comience a fluir el sistema y que es característico de los comportamientos tipo plásticos de Bingham. Este parámetro está relacionado con la fuerza necesaria para inducir la ruptura de las estructuras formadas al aplicar el campo magnético.

Al ser la Reología el campo científico más utilizado en el estudio de estos FMR, es aquí donde han surgido más aplicaciones tecnológicas. En suspensiones en coches, como el Ferrari FF que usa el sistema de amortiguación Scm3, el Audi TT con el sistema de amortiguación Delphi MagneRide o el sistema de Lord Corporation para vehículos militares, Frenos, amortiguación de vibraciones sísmicas, control de válvulas, pulimento de precisión, etc.

Actualmente la mayoría de las investigaciones en FMR persiguen mejorar el proceso de sedimentación y redispersión de las partículas. Esto es debido a que los mayores inconvenientes que presentan estos fluidos para dar paso a una aplicación tecnológica vienen ocasionados por el inevitable proceso de sedimentación que sufren. Esta sedimentación es resultado de la desadaptación de densidades de los componentes y sólo puede ser retrasada pero nunca suprimida. Otro inconveniente consiste en que tras varios ciclos de uso las suspensiones se encuentran aglomeradas, perdiendo parte de la efectividad para la que han sido diseñadas, este último problema se denomina “espesamiento debido al uso”.

2. Fluidos Magnéticos o Ferrofluidos.

Los ferrofluidos son dispersiones estables de partículas magnéticas de material súper-paramagnético de tamaño de nanómetros (<10 nm) como las partículas de oxido de hierro (Fe_3O_4). En un material súper-paramagnético el momento dipolar magnético cambia su dirección rápidamente como resultado de la energía térmica y por lo tanto la partícula (o un grano en un material policristalino) no exhibe un momento dipolar neto en un tiempo promedio. Las partículas nanométricas exhiben movimiento Browniano y tienen tendencia a permanecer suspendidas. La estabilidad de estos fluidos se alcanza a través de un surfactante que evita la floculación o sedimentación de las partículas.

Los ferrofluidos y dispositivos basados en ferrofluidos tienen éxito comercial, y se utilizan principalmente como sellos de alta presión y proveen un medio de enfriamiento en aplicaciones tales como bocinas.

3. Fluidos magneto-reológicos inversos.

Los fluidos magneto-reológicos inversos son fluidos magnéticos compuestos, es decir, son una dispersión de partículas no-magnéticas del orden de micras en un fluido magnético como portador. Típicamente el fluido magnético es una suspensión coloidal de partículas de magnetita (Fe_3O_4) de 10 nm de diámetro en promedio, las cuales son 10^9 veces más pequeñas en volumen que las partículas no magnéticas del compuesto [5].

4. Fluidos electro-reológicos.

Los fluidos electro-reológicos (FER) son dispersiones de partículas dieléctricas no magnéticas como el Titanato de Bario, suspendidas en un fluido no conductor. Winslow fue de los primeros que sintetizó FER en 1940. El esfuerzo de cedencia de los FER aumenta con la presencia de un campo eléctrico externo. El campo eléctrico (del orden de kV/mm) induce un dipolo en las partículas dieléctricas las cuales se alinean para minimizar la energía de interacción dipolo-dipolo, formando estructuras como cadenas entre dos electrodos paralelos, cambiando así su comportamiento dentro del campo eléctrico [6]. El comportamiento del FER bajo el efecto del campo eléctrico se caracteriza por el modelo plástico de Bingham. Se requiere un esfuerzo de corte para romper esta alineación de partículas.

5. Comparación de fluidos FMR y FER.

El incremento pronunciado, así como la reversibilidad del esfuerzo de cedencia y viscosidad de los FMR y FER con la aplicación de campo externo magnético o eléctrico han dado origen a una variedad de aplicaciones. Los FMR comparten mucho en común con su contraparte (FER), sin embargo algunos factores que limitan la aplicación de estos fluidos electro-reológicos son: la dependencia del esfuerzo de cedencia con la temperatura, sensibilidad a las impurezas, y la necesidad de fuentes de alto voltaje relativamente caras.

El esfuerzo de cedencia que presentan los fluidos magneto-reológicos (50 - 100 kPa) es mas alto en comparación con la que presentan los fluidos electro-reológicos (2-5 kPa), la cual es una de las mejores ventajas de los fluidos magneto-reológicos. En diseño de ecuaciones indica que para un desempeño mecánico la cantidad de fluido activo necesitado en un dispositivo de FER será cerca de dos ordenes de magnitud mas grande que el que se necesite en un dispositivo con FMR. En lo que se refiere a suministro de poder para dispositivos con FMR y con FER los requerimientos son similares de 2-50 Watts. Dispositivos con FMR pueden funcionar directamente con fuentes de poder de bajo voltaje [7].

6. Importancia de los FMR en el desarrollo tecnológico

Los FMR están siendo utilizados principalmente donde se necesite control de vibración y transferencia de fuerza. De esta manera un esfuerzo considerable se refleja en el desarrollo de amortiguadores usando FMR. Existen factores críticos en los FMR como la estabilidad, el valor máximo de esfuerzo de cedencia que presenten ante un campo magnético, la viscosidad en ausencia del campo magnético, que se deberán tener presentes para darle una aplicación adecuada. Actualmente los FMR, tienen aplicaciones tales como: mitigación del daño sísmico en estructuras civiles [8], amortiguadores para automóviles y para uso industrial, frenos, fabricación de prótesis ortopédicas y estudios biomédicos.

Recientemente se han logrado importantes avances en el desarrollo de dispositivos con aplicaciones en la industria automotriz, Compañías como Delphi Automotive y Cadillac ya han desarrollado una suspensión semiactiva con FMR [9]. Lord Corporation tiene una cantidad significativa de investigación y desarrollo en FMR y dispositivos. Conforme avance el estudio de las propiedades de los FMR, es posible que surjan otras aplicaciones. La figura 1, muestra los componentes de un amortiguador con fluido magneto-reológico [10].

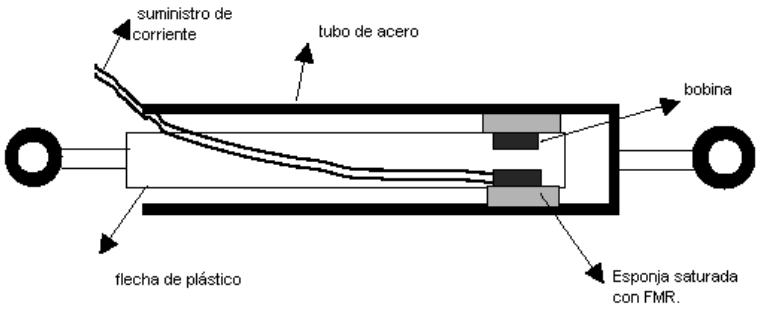


Figura 1. Componentes de un amortiguador con FMR.

La ventaja más importante de estos fluidos sobre interfaces mecánicas convencionales es su habilidad para lograr un cambio en varios órdenes de magnitud de viscosidad en cuestión de milisegundos.

II. Objetivos

Hipótesis

Mediante la selección de partículas magnéticas, así como de un medio transportador adecuado, es posible obtener un fluido con elevada respuesta reológica en presencia de un campo magnético.

Objetivo Principal

Sintetizar y estudiar varios fluidos magneto-reológicos con micro partículas de hierro carbonílico en diferentes líquidos portadores para optimizar su respuesta reológica.

Objetivos Particulares

- Desarrollar un proceso sencillo para la síntesis de un fluido magneto-reológico.

- Caracterizar las partículas magnéticas utilizadas para la síntesis de los fluidos magneto-reológicos.

- Estudio y optimización del comportamiento magneto-reológico de los FMR.

III. Materiales y Métodos

1. Materiales

1.1 Partículas Magnéticas

Las partículas que se utilizaron en la síntesis de estos fluidos magneto-reológicos son partículas multidominio, dado a que el radio que presentan es mayor que el radio critico de dominio según la siguiente tabla [15].

Tabla 1. Parámetros micro magnéticos a temperatura ambiente.

Material	$\mu_0 M_s$ (T)	A (pJ m^{-1})	K_1 (MJ m^{-3})	δ_B (nm)	γ (mJ m^{-2})	l_{ex} (nm)	κ	R_{sd} (nm)	$\mu_0 H_0$ (T)
Fe	2.15	8.3	0.05	40	2.6	1.5	0.12	6	0.06
Co	1.81	10.3	0.53	14	9.3	2.0	0.46	34	0.76
Ni	0.62	3.4	−0.005	82	0.5	3.4	0.13	16	0.03
$BaFe_{12}O_{19}$	0.47	6.1	0.33	14	5.7	6.7	1.37	330	1.8
$SmCo_5$	1.07	22.0	17.2	3.6	78	4.9	4.35	764	40
$Nd_2Fe_{14}B$	1.61	7.7	4.9	3.9	25	1.9	1.54	107	7.6
$Sm_2Fe_{17}N_3$	1.54	11.5	8.6	3.6	40	2.5	2.14	190	14

De la tabla anterior se puede ver que el valor del radio crítico de dominio R_{sd} para el hierro es de 6nm (0.006μm). La coercitividad de partículas en la región monodominio tiene una fuerte dependencia de su tamaño. Si la partícula tiene un tamaño pequeño, la coercitividad es grande, por lo que la coercitividad de partículas multidominios es más pequeña que aquellas partículas monodominio puesto que la rotación del momento magnético en las partículas multidominio ocurre fácilmente por el movimiento de las paredes de dominio.

En los fluidos magneto reológicos el material magnético que se requiere es con baja coercitividad y alta magnetización de saturación, debido a que en el instante en el que el campo se remueve, el fluido debe volver a su estado desmagnetizado en cuestión de milisegundos. Debido a su baja coercitividad, alta magnetización

de saturación y alta pureza, el hierro carbonílico es la mejor opción como fase magnética para estos fluidos.

Las partículas magnéticas de hierro carbonílico utilizadas son: R1470, S1281 y R2430

La figura 3 muestra esquemáticamente como el rango de tamaño es dividido, en relación a la variación de coercitividad con el diámetro D de la partícula [12].

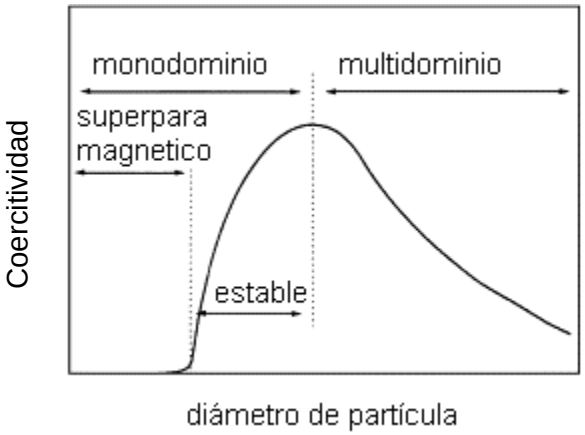


Figura 3. Dependencia de la coercitividad magnética con el tamaño de partícula.

1.2 Fluido Portador

La función del fluido portador en un FMR es mantener la fase dispersa suspendida. La viscosidad del fluido portador debe ser baja para lograr el máximo efecto magneto-reológico. El fluido puede ser polar o no polar y es usualmente seleccionado con respecto a sus características reológicas y estabilidad térmica.

Los fluidos portadores seleccionados para obtener los FMR son: Isopar M, keroseno, aceite de silicón, aceite mineral y agua. Con la selección de estos fluidos se pretende abarcar un amplio rango de aplicación. Para cualquier aplicación un fluido portador se debe seleccionar en base a las propiedades físico-químicas.

La viscosidad es una de las características más importantes a considerar cuando se requiere seleccionar un fluido portador para la obtención de un FMR. Si un fluido portador posee baja viscosidad puede causar sedimentación de las Particulas magnéticas, por lo tanto genera un FMR con baja estabilidad, afectando el efecto magneto-reológico. Otro factor importante es la baja presión de vapor, ya que si es difícil que se evapore el FMR resultante podrá ser utilizado en un rango amplio de temperatura. En la tabla 2, se muestra las propiedades de los fluidos que se utilizaron para obtener los FMR.

Tabla 2. Propiedades físicas de los fluidos portadores utilizados.

Fluido	**Viscosidad CSt**	**Punto de ebullición °C**	**Presión de Vapor mmHg a 20°C**
Isopar M	2.2-3.1	218-257	0.07
Keroseno	0.79-0.82	65	0.5
Aceite de silicón	50-60	260-300	0.93
Aceite mineral	13.08-15.66	150-600	<0.5
Agua	0.01	100	23.76

1.3 Síntesis del Fluido Magneto-reológico

Como se explicó detalladamente en la introducción, los fluidos MR son suspensiones de partículas magnéticas en un medio líquido. Aparte de esas dos fases, suele haber presente una tercera fase más, los aditivos, que ayudan a mejorar la estabilidad y permiten volver a dispersar los componentes tras el uso del fluido o tras un periodo largo de tiempo en el que se ha podido producir cierta sedimentación de las partículas.

Un FMR típicamente consiste de una fase activa (partículas magnéticas) con diámetros en el rango de micras e inclusive nano con un 98% de pureza y un 80% en peso, aditivos en un 1% y el esfuerzo de corte producido se encuentra en un rango de 45-50 kPa, bajo un campo magnético debajo de 0.4 T^3.

2. Métodos Experimentales

La caracterización de las partículas magnéticas utilizadas así como de los fluidos magneto-reológicos sintetizados en el presente trabajo se llevo a cabo utilizando las siguientes técnicas: difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB), análisis termogravimétrico (ATG), magnetometría de muestra vibrante (VSM) y un análisis de distribución de tamaño (mastersizer2000). Los fluidos sintetizados además se caracterizaron mediante Reometría con campo magnético.

A continuación se explicará brevemente cada una de ellas, así como las condiciones en que se realizaron los análisis.

2.1 Caracterización de Partículas Magnéticas.

La fase magnética juega un papel muy importante ya que es la principal fuente de fuerza del fluido magneto-reológico (FMR). Las partículas magnéticas que se utilizaron en este trabajo para la síntesis de los FMR's son polvos de hierro carbonílico (α-Fe) de alta pureza obtenidos de ISP

Technologies. Se utilizaron tres grados diferentes de hierro carbonílico R1470, S1281 y R2430 los cuales poseen un diámetro promedio de partícula de 8.9 μm, 5μm y 5.5μm respectivamente. Estos polvos se obtienen por la descomposición térmica del hierro pentacarbonilíco ($Fe(CO)_5$) el cual produce partículas esféricas. La letra significa la pureza de los polvos, el grado R tiene una pureza del 99% y los tipo S una pureza del 97% y un 3% que corresponde a pequeñas trazas de Oxigeno y Carbono. Otro factor importante en la selección de este tipo de partículas es que posee alta magnetización de saturación y baja coercitividad [30].

2.1.1 Difracción de rayos X (DRX).

La estructura de los cristales se estudia mediante la difracción de rayos x. La ecuación básica de difracción por cristales es conocida como la ley de Bragg [31], que expresa la condición que se debe cumplir para que puedan tener lugar los haces difractados. En la reflexión especular, el ángulo de incidencia es igual al ángulo de reflexión. Aparecen haces difractados cuando las reflexiones procedentes de planos de átomos paralelos interfieren constructivamente, como se indica en la Figura 4. Considerando la dispersión elástica, en la que no varía la energía de los rayos X en la reflexión.

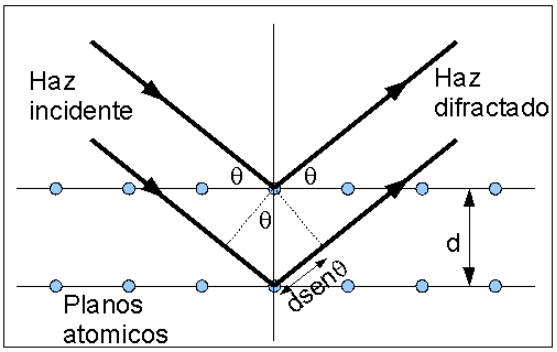


Figura 4. Muestra un cristal que cumple con la condición de Bragg.

Considérese los planos paralelos de la red distantes entre sí por una distancia d. La radiación incidente está contenida en el plano del papel. La diferencia de trayectos correspondientes a rayos reflejados en planos adyacentes es $2d\text{sen}\theta$, midiéndose θ a partir del plano. Se produce la interferencia constructiva de la radiación procedente de planos sucesivos cuando la diferencia de trayectos es un número entero n de longitud de ondaλ, de modo que:

$$n\lambda = 2d\text{sen}\theta$$

Esta es la ecuación de la ley de Bragg. La reflexión de Bragg puede producirse únicamente para longitudes de onda $\lambda \geq 2d$. Por esta razón, no se puede utilizar luz visible. La ley de Bragg es una consecuencia de la periodicidad de la red.

Para la conocer las fases presentes en cada polvo de hierro carbonílico se utilizó un difractometro marca Philips modelo X' pert, con una radiación de CuK (λ =1.54), con un paso de 0.02º cada 5 seg.

2.1.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

En microscopia electrónica de barrido (MEB) para obtener una imagen se generan electrones secundarios o retrodispersados de la muestra a observar mediante el barrido de un haz de electrones acelerados y enfocados sobre su superficie. Los electrones reemitidos son colectados por un detector de estado sólido.

Esta técnica permite observar, además de la topografía, cambios en la densidad y composición superficial de la muestra hasta profundidades máximas del orden de 1 µm, se pueden obtener imágenes de electrones secundarios para el análisis de la morfología superficial y de las secciones transversales de muestras. Cada uno de los productos tiene uso para imagen, análisis cristalográficos o análisis químicos.

Con esta técnica se pueden observar las partículas directamente, estudiando así la forma de las mismas, lo que nos permite juzgar muy bien sobre si se ha realizado una correcta dispersión, o por el contrario existen aglomeraciones. La desventaja de esta técnica es que relativamente unas pocas partículas son examinadas, por lo tanto existe la posibilidad de no realizar un muestreo representativo.

El polvo de hierro carbonílico para este análisis se preparó colocando una cantidad pequeña del polvo sobre una cinta de cobre de doble cara previamente pegada al portamuestra de aluminio, después presionando con una espátula se verifica que este polvo quede muy bien pegado ala cinta. Finalmente la muestra se introduce al microscopio. Seleccionando un área y utilizando electrones secundarios se logra obtener diferentes micrografías de los polvos. La figura 5, muestra los componentes principales de un microscopio electrónico de barrido.

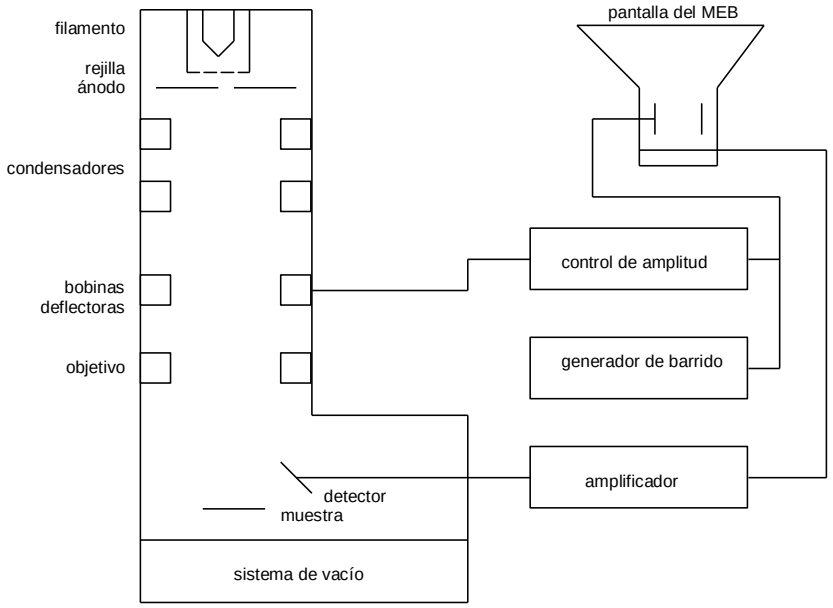


Figura 5. Componentes básicos de un microscopio electrónico de barrido.

2.1.3 Medición del diámetro de partícula

La distribución de tamaño se obtuvo con el programa Image-Pro Plus versión 4.5.019 analizador de imágenes y ajuste Log-normal.

La frecuencia de distribución que presenta un conjunto de datos es un factor determinante para seleccionar un análisis estadístico. Existen algunos métodos estadísticos ampliamente utilizados tales como ANOVA

(análisis of variance), análisis de regresión y análisis de distribución normal (Gausiana) los cuales requieren que los datos estén normalmente distribuidos.

La distribución normal (Gausiana) es frecuentemente utilizada para describir la variación que ocurre en datos de varias disciplinas científicas. Sin embargo muchas mediciones muestran distribuciones con una tendencia ya sea a mayor valor o a menor valor. Este tipo de distribuciones es particularmente común cuando tienen sus valores promedio bajos, presentan varianzas grandes, y sus valores no pueden ser negativos. Tales distribuciones con tendencia se ajustan muy bien con una distribución log-normal [33].

Para analizar y caracterizar la variación en el tamaño de partícula de los polvos de hierro carbonílico se aplico un ajuste log-normal con la ayuda del programa microcal origin versión 6.

2.2 Metodología para la obtención de los FMR

Existen diversos métodos de síntesis para un fluido magneto reológico (FMR), el método utilizado para realizar este trabajo es el más simple de todos, ya que solo se necesita mezclar bien sus componentes en un orden determinado. Otros métodos emplean procesos complicados, equipos muy sofisticados y materiales difíciles de obtener [37].

Para sintetizar el FMR se llevó acabo el siguiente procedimiento (figura 6):

a) Las partículas magnéticas se mezclaron con cada uno de los fluidos portadores utilizados durante 30 min a 400 rpm, en las proporciones mostradas en la tabla 3.

b) Posteriormente el aditivo se añadió en la cantidad establecida y mostrada en la tabla 3 y se continuó con la agitación durante 30 min. A 400 rpm.

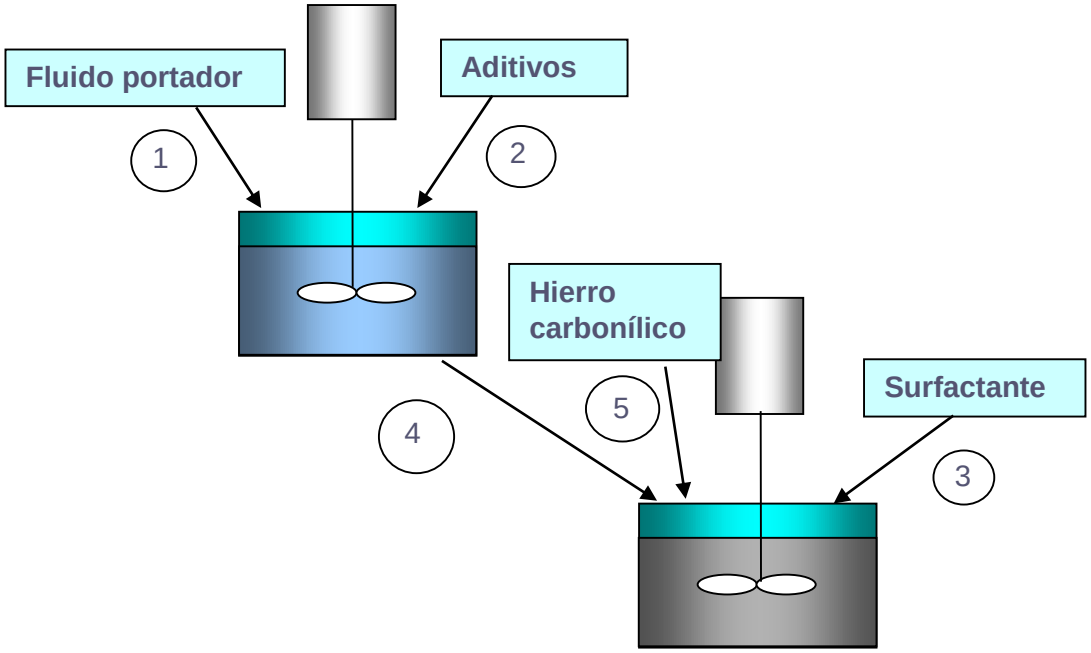


Figura 6. Diagrama de flujo del procedimiento para la obtención de un FMR

La figura 6 muestra el procedimiento que se siguió en la síntesis del FMR acuoso consistió en: dispersar el polvo de carboximetil celulosa en la solución de etilenglicol hasta disolver el primero. Se mezcló el Hidróxido de sodio y el nitrito de sodio en agua. La solución acuosa se añadió mientras la dispersión de etilenglicol continuaba agitándose. El mezclado continuó hasta que el carboximetil celulosa se disolvió. Finalmente, las partículas de hierro carbonílico se añadieron sin dejar de agitar hasta que la mezcla total quedó completamente uniforme, se obtuvo el fluido magneto-reológico [35] Para sintetizar un fluido magneto reológico en base aceite mineral básicamente es el mismo procedimiento se mezcla el fluido portador y el surfactante en este caso Dióxido de silicio hasta homogeneizar la mezcla y finalmente se añaden las partículas de hierro carbonílico [36].

La tabla 3, muestra las proporciones de cada reactivo que se utilizaron para sintetizar los fluidos magneto reológicos en base agua (20 ml) [35].

Tabla 3. Proporciones para la síntesis del FMR base agua.

Reactivo	% peso	Volumen (ml)	Masa (g)
Fase magnética (R1470,S1281y R2430)	80	6	45.8
Agua tridestilada	12	13	13
Carboximetil celulosa de Sodio	1	0.5	0.8
Aditivos (etilenglicol, NaOH y $NaNO_2$)	7	0.5	17.2

La tabla 4, muestra las proporciones de cada reactivo que se utilizaron para sintetizar los fluidos magneto reológicos en base aceite mineral (20 ml) [36].

Tabla 4. Proporciones para la síntesis del FMR base aceite mineral.

Reactivo	% peso	Volumen(ml)	Masa (g)
Fase magnética (R1470,S1281y R2430)	80	6	45.8
Aceite mineral (0.838 g/cc)	18	13	10.89
Dióxido de silicio (2.6 g/cc)	2	1	2.6

2.3 Caracterización de los FMR obtenidos

Se caracterizaron los fluidos en base agua y aceite mineral que son los que presentan mayor estabilidad.

2.3.1 Análisis de distribución de tamaño de partícula para el FMR base agua

El análisis de distribución de tamaño de partícula de los fluidos magneto reológicos en base agua se llevó acabo con la técnica de difracción láser más correctamente determinada como "Low Angle Láser Ligth Scattering" (LALLS) en un equipo modelo Mastersizer 2000 fabricado por Malvern Instruments.

Este método se utiliza para la caracterización del tamaño de partículas en el intervalo comprendido entre 0.02 y 2000 micras y se basa en el principio de que "el ángulo de difracción es inversamente proporcional al tamaño de la partícula". El equipo Mastersizer 2000 consiste en:

- Un láser como fuente de luz coherente con una longitud de onda fija. El láser de He-Ne (λ=0.63 μm) es de los más comunes, pero la selección de una fuente dependerá de las necesidades en cuanto a estabilidad con respecto de la temperatura, mejor relación señal-ruido, etc.

- Un detector adecuado. Por lo general este detector es una estructura fina tipo diapositiva de sílice fotosensible, que dispone de un número de detectores discretos.

- Medio de paso de la muestra a través del haz del láser. Las partículas en suspensión pueden ser medidas con la ayuda de un sistema de recirculación, que hace que pasen al interior de la celda de medición, por donde pasa el haz de láser.

El Mastersizer 2000 aplica la Teoría de Franhofer la cual asume lo siguiente:

- una partícula es mucho más grande que la longitud de onda empleada, normalmente 5 veces (5λ). Por tanto un equipo que disponga de un láser de He-Ne tendrá un límite inferior de medida de 3 micras, aproximadamente.

- Todos los tamaños de partícula dispersan luz con la misma eficiencia.

- La partícula es opaca y no transmite luz.

Para muestras con tamaños pequeños, pueden llegar a dar errores de hasta el 30% especialmente cuando el índice de refracción relativo de la partícula y el medio está cercano a la unidad. Así también cuando la longitud de onda de la luz del láser, el dispersor provoca una compleja función con máximo y mínimos presentes.

Para obtener una precisión es necesario conocer el índice de refracción tanto de la partícula como del medio y la parte de absorción del índice de refracción (absorbancia) [32].

Para obtener el diámetro promedio en volumen de las partículas se introdujo la muestra suspendida en agua.

2.3.2. Análisis Termogravimétrico (ATG).

Este método registra la diferencia de temperatura entre una sustancia y un material de referencia en un ambiente calentado a una velocidad controlada en función del tiempo o de la temperatura. La información que nos proporciona es la cantidad cuantitativa de componentes, porcentaje de oxidación de las muestras, entre otra información.

Se realizó un análisis Termogravimétrico con la finalidad de observar el comportamiento de las partículas de hierro ante cambios de temperatura desde 100 a 800 °C en atmósfera de aire con una alimentación de 10 cm^3/min, en un equipo marca Hi Res modelo TGA 2950 fabricado por TA Instruments.

2.3.3. Magnetometría de muestra vibrante (VSM).

Este método fue desarrollado por Foner, su principio físico consiste en medir una señal proporcional al momento magnético de una muestra que vibra perpendicularmente a un campo magnético uniforme. Un transductor electromecánico es el que proporciona la vibración sinusoidal a una varilla porta-muestra en cuyo extremo se coloca la muestra. La varilla que vibra también porta una muestra de referencia (imán permanente) cerca del final de su extremo superior. Su principio es similar al de una bocina de audio y este es alimentado con una señal de 90 Hz suministrada por un generador de señales.

La detección se lleva a cabo por inducción electromagnética mediante un sistema de bobinas convenientemente diseñado. El campo magnético oscilante de la muestra induce una fuerza electromotriz alterna en el sistema de bobinas detectoras. La señal es procesada por un sistema electrónico formado por un amplificador de bajo ruido, un amplificador sintonizado y un detector faso-sensitivo o lock-in. Los voltajes de los dos sistemas independientes de bobinas se comparan y la diferencia es proporcional al momento magnético de la muestra, la comparación se lleva a cabo en el lock-in.

La magnetometría de muestra vibrante es una técnica versátil y sensible. Puede detectar cambios de momento magnético del orden de $5X\ 10^{-5}$ erg/Oe [34].

Esta técnica se utilizó para evaluar las propiedades magnéticas de los polvos de hierro con ayuda de un magnetómetro de muestra vibrante marca LDJ, modelo 9600. Se pesó una muestra del polvo de hierro de cada tipo, se colocó en la porta-muestra y se le aplico un campo máximo de ±15 kOe, El lazo de histéresis de magnetización se obtiene cambiando el campo magnético aplicado (H).

El VSM fue calibrado con una muestra de Níquel de magnetización de saturación conocida antes del experimento. Todas las mediciones de los ciclos de histéresis fueron determinadas a temperatura ambiente.

2.3.4 Microscopia electrónica de barrido (MEB).

Las muestras de fluidos se prepararon colocando de 1-2 gotas de fluido magneto reológico sobre un porta muestra de aluminio y antes de ser introducida al microscopio se mete en una estufa a 200° C durante 2 hr. Este proceso de preparación se siguió para cada fluido aumentando la temperatura para los fluidos en base aceite mineral a 350 ° C. Para asegurar que la muestra este completamente seca.

2.3.5 Análisis Termogravimétrico (ATG).

Se realizó un análisis termogravimétrico con la finalidad de conocer el comportamiento de los fluidos magneto reológicos ante cambios de temperatura desde 100 a 800 °C en atmósfera de aire con una alimentación de 10 cm^3/min.

2.3.6 Estabilidad de los FMR.

Los FMR contienen partículas con alta densidad (hierro, ferritas, etc.) dispersadas en un liquido portador con baja densidad. Como consecuencia de esto, la fuerza gravitación en contra de la estabilidad presenta un problema importante en las aplicaciones tecnológicas.

Tomando en cuenta las propiedades de los componentes como densidad, viscosidad y tamaño se aplico la ley de Stoke para conocer la velocidad de sedimentación de las partículas.

2.3.7 Reómetro con campo magnético.

Desde la síntesis de fluidos magneto-reológicos se debe tener presente la aplicación que tendrá dicho fluido, seleccionando adecuadamente el fluido portador tomando en cuenta su viscosidad, ya que en ausencia de campo magnético las propiedades reológicas dependen principalmente del fluido portador, agentes estabilizantes y la carga de partículas. Así si se utiliza un fluido portador de viscosidad baja debe balancearse con otros aditivos por ejemplo que amplíen el rango de temperatura o alguno que ayude a que las partículas puedan permanecer suspendidas en dicho fluido.

El efecto magneto reológico de cuatro de los seis fluidos sintetizados (FMR1A, FMR1M, FMR2A y FMR2M) se midió en un reómetro modular MCR-500 de Physica Messtechnik, Alemania. El sistema de medición consta de la celda comercial magnetoreológica PP 20/MR con geometrías plato-plato de 20 mm de diámetro, la cual permite la aplicación del campo magnético perpendicular a la dirección de corte. Mediante este sistema se obtuvieron las curvas de esfuerzo de corte en función de la velocidad de corte. Los análisis se realizaron a temperatura ambiente.

El objetivo de este análisis es observar la dependencia del esfuerzo de cedencia con la densidad de flujo magnético (B = 0,0.2, 0.6 T) para cada fluido.

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Este capítulo se encuentra dividido en dos secciones, primeramente se muestran y discuten los resultados de los análisis obtenidos de la caracterización de los polvos de hierro carbonílico, posteriormente los de los FMR sintetizados.

3.1 Caracterización de las Partículas Magnéticas

Es importante realizar una caracterización de las partículas magnéticas antes de utilizarlas en la síntesis de un fluido magneto reológico ya que una buena estabilización dependerá de la morfología y tamaño de las mismas; además, la fase dispersa determina las propiedades magnéticas reales del FMR.

3.1.1 Difracción de rayos X.

Para identificar las fases presentes en los polvos de hierro carbonílico utilizados (R1470, S1281 y R2430) se les midieron los patrones de difracción de rayos X.

El α-Fe tiene una estructura cúbica centrada en el cuerpo, b.c.c., y pertenece al grupo espacial I m –3 m que tiene el número 229. El parámetro reticular es a = 2.8665 Å [38].

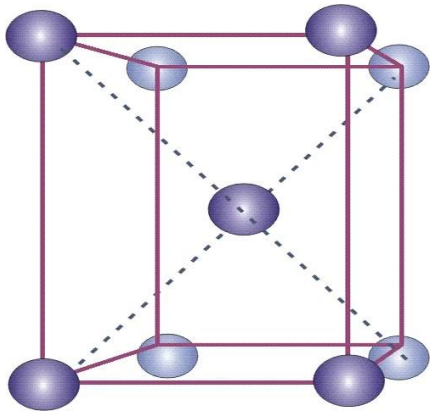


Figura 7. Estructura cúbica centrada en el cuerpo del α-Fe.

La ley de Bragg de la difracción viene dada por la ecuación 1.

$$n\lambda = 2d \ \text{sen}\ \theta \qquad (1)$$

Donde d es la distancia interplanar, 2θ es el ángulo entre el haz incidente y el haz difractado, λ es la longitud de onda de la radiación utilizada y normalmente usamos el primer orden de difracción, es decir, n=1[39].

Las distancias interplanares en la estructura cúbica se relacionan con sus índices de Miller y con el parámetro a de la red por la ecuación

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \qquad (2)$$

Sustituyendo esta expresión para la distancia interplanar d en la ecuación de la ley de Bragg y despejando el ángulo θ finalmente obtenemos:

$$\theta = arcsen\frac{\lambda\sqrt{h^2+k^2+l^2}}{2a} \qquad (3)$$

Los posibles valores de los índices de Miller que describen las líneas de difracción de una estructura cúbica centrada en el cuerpo se determinan a partir del cálculo del factor de estructura cuya fórmula general es

$$F_{hkl} = \sum f_n e^{2\pi i(hu_n+kv_n+lw_n)} \qquad (4)$$

donde f_n es el factor de dispersión atómica, (h,k,l) son los índices de Miller y (u_n,v_n,w_n) son las coordenadas fraccionales de las posiciones de los átomos en la celda unitaria. Para la estructura cúbica centrada en el cuerpo un átomo está ubicado en el origen con coordenadas (0,0,0) y otro átomo en el centro de la celda unitaria con coordenadas (1/2,1/2,1/2), entonces sustituyendo estos valores en la fórmula del factor de estructura:

$$F_{hkl} = f(1+e^{2\pi i(\frac{h}{2}+\frac{k}{2}+\frac{l}{2})}) = f(1+e^{\pi i(h+k+l)}) \qquad (5)$$

Cuando h+k+l= número par F=2f

Cuando h+k+l= número ímpar F=0

Por lo tanto, solo existen líneas de difracción cuando la suma del cuadrado de los índices de Miller es un número par.

La tabla 5, muestra los ángulos θ calculados y los ángulos θ experimentales para el polvo de hierro R1470, utilizando la longitud de onda de la radiación K_α del cobre, λ_{Cu}=1.54 Å.

Tabla 5. Ángulos θ calculados y experimentales para el polvo de hierro R1470.

(hkl)	Suma del cuadrado de los índices de Miller	θ calculado	θ experimental
(110)	2	44.66	44.67
(200)	4	65.00	65.12
(112)	6	82.30	82.37
(220)	8	98.90	99.19
(310)	10	116.30	116.49
(222)	12	137.00	137.56

Para la obtención de los difractogramas se utilizó un difractómetro de rayos X de la marca Siemens modelo D5000 con monocromador de grafito. Los patrones que se reportan se determinaron con un paso de 0.02 grados utilizando como radiación la línea Kα del cobre (λ = 1.5406 Å).

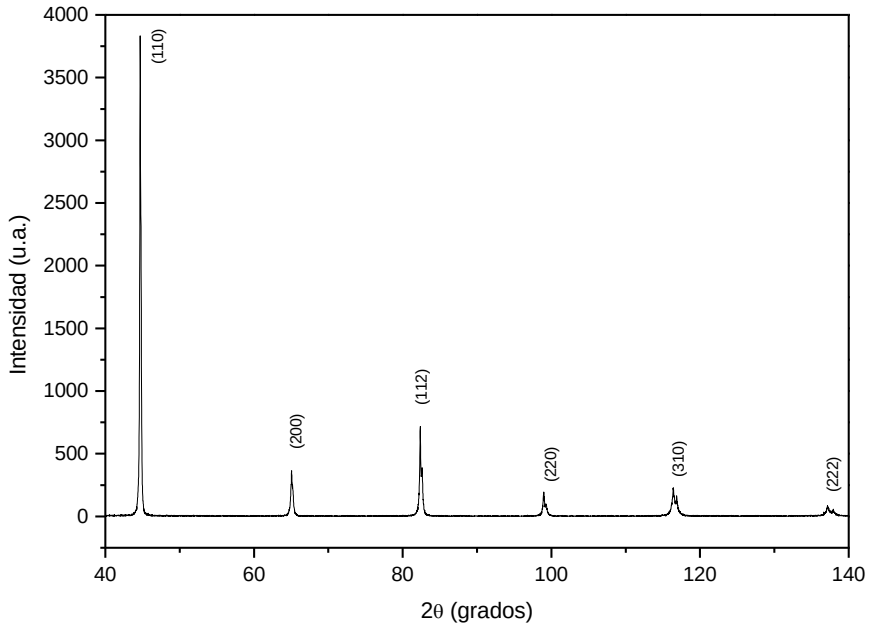


Figura 8. Patrón de difracción de rayos X del polvo de hierro R1470, medido con radiación K_α de Cu, con un paso de 0.02° cada 5 seg.

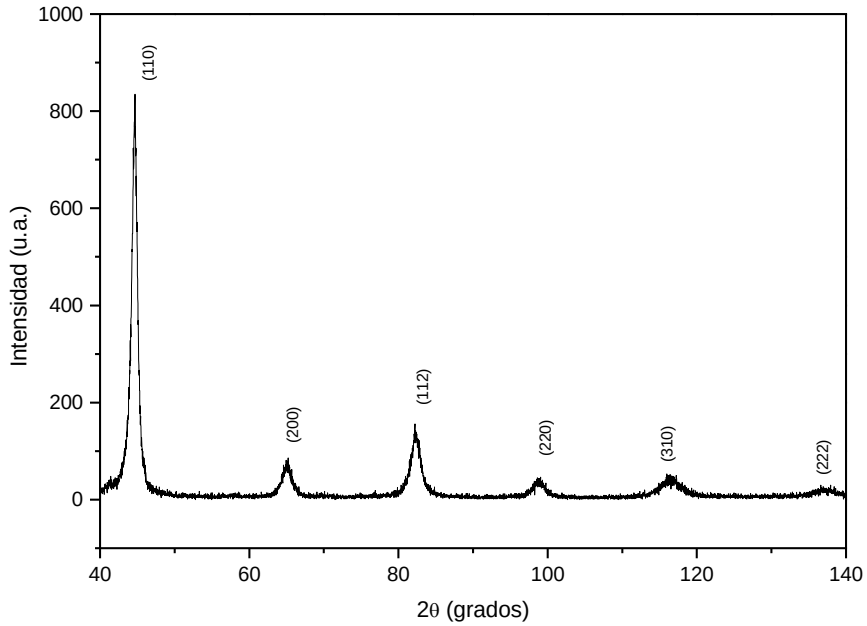


Figura 9. Patrón de difracción de rayos X del polvo de hierro S1281 medido con radiación K_α de Cu, con un paso de 0.02° cada 5 seg.

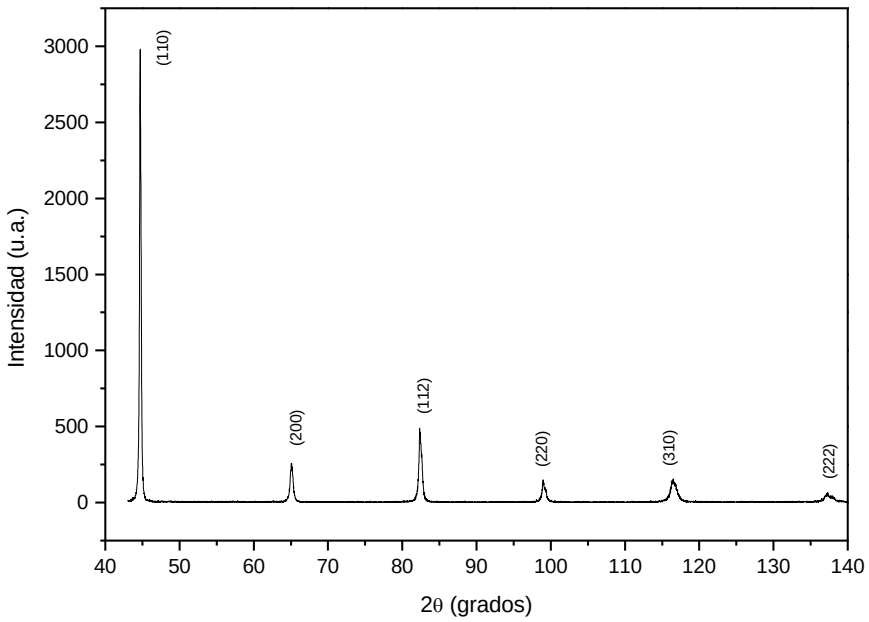


Figura 10. Patrón de difracción de rayos X del polvo de hierro R2430 medido con radiación K_α de Cu, con un paso de 0.02º cada 5 seg.

Las figuras 8, 9 y 10 muestran los patrones de difracción de rayos X de los polvos de hierro R1470, S1281 y R2430. En todos los casos las líneas de difracción se identificaron con las correspondientes a las líneas de difracción de la estructura cúbica centrada en el cuerpo del α-Fe. Estos patrones de difracción nos permiten confirmar que el polvo usado solo contiene como fase al α-Fe.

3.1.2. Microscopia electrónica de barrido (MEB).

Las siguientes micrografías se obtuvieron para los diferentes polvos en un microscopio electrónico de barrido con electrones secundarios, marca JEOL modelo JSM-5800 L.V. con un voltaje acelerador de 15 kV.

La figura 11 muestra una micrografía del Fe carbonílico R1470, en la cual se observan partículas de forma esférica y aglomerados irregulares de partículas. Las partículas esféricas observadas tienen un tamaño del orden de unos pocos micrómetros, mientras que algunos de los aglomerados llegan a tener tamaños mayores que 10 micrómetros.

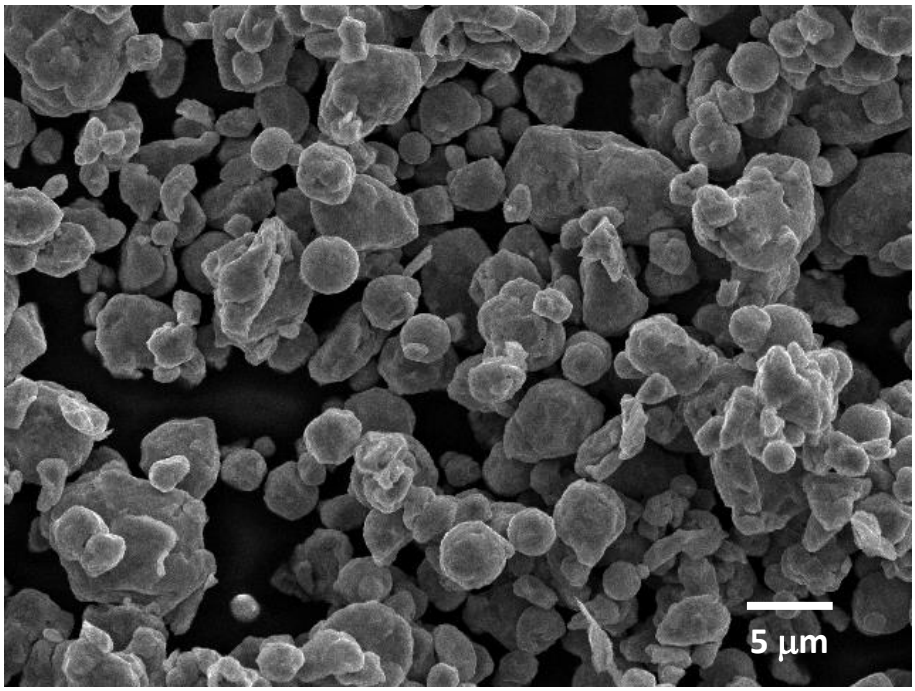


Figura 11. Imagen de microscopía electrónica de barrido con electrones secundarios de las partículas de Fe carbonílico R1470.

La micrografía de la figura 12 muestra el Fe carbonílico S1281, tomada en el microscopio electrónico de barrido con electrones secundarios, donde se observa una distribución de tamaños de partículas esféricas y una menor cantidad de aglomerados en comparación con la R1470.

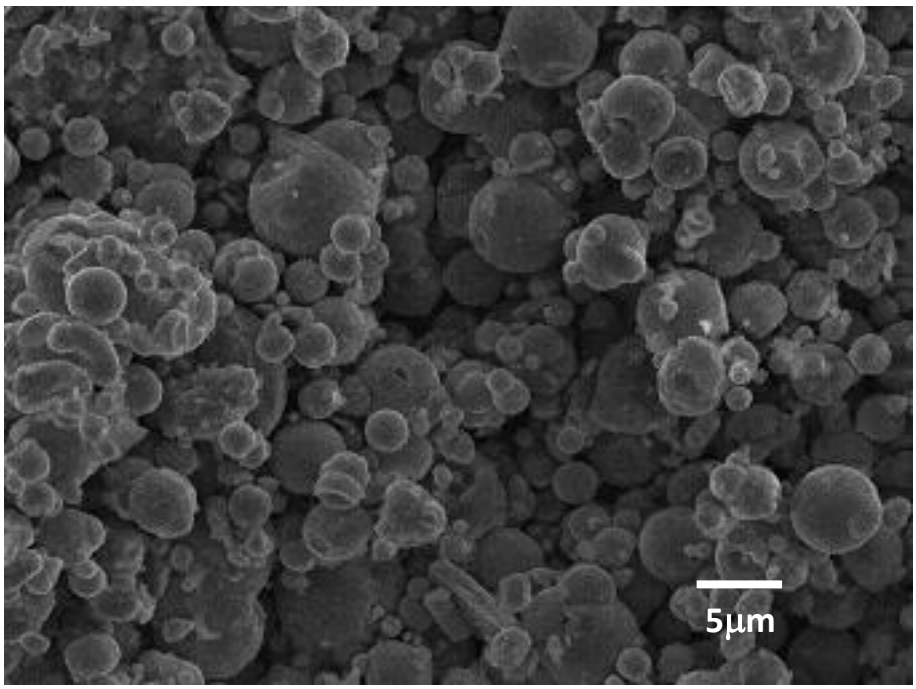


Figura 12. Imagen de Microscopía electrónica de barrido con electrones secundarios de las partículas de Fe carbonílico S1281.

En la figura 13 se muestra una micrografía del Fe carbonílico R2430, tomada en el microscopio electrónico de barrido con electrones secundarios, donde también se observa una distribución de tamaños de partículas sin aglomerados irregulares.

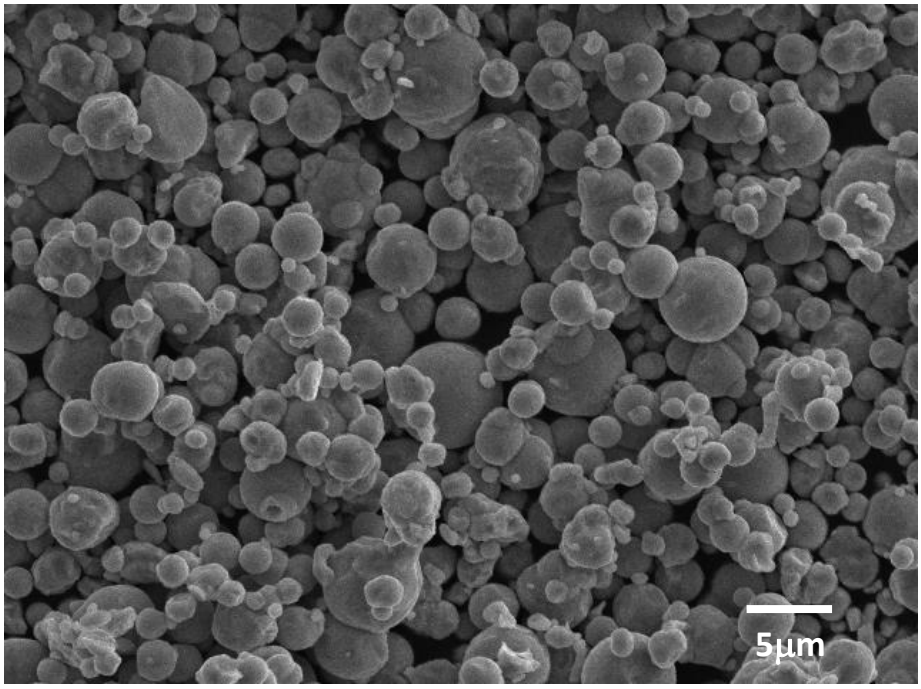


Figura 13. Imagen de microscopía electrónica de barrido con electrones secundarios de las partículas de Fe carbonílico R2430.

En conclusión de las imágenes mostradas, el polvo de hierro R1470 es el que contiene más aglomerados irregulares en comparación con los polvos de hierro S1281 y R2430. Para los tres tipos de polvos de hierro existe una distribución relativamente amplia de tamaños de partícula.

3.1.3 Análisis elemental mediante Energía Dispersiva de Rayos X (EDAX)

En las figuras 14, 15 y 16 se muestran los espectros de energía dispersiva de rayos X (EDAX), y en la tabla 2 se muestra el grado de pureza para cada tipo de polvo de hierro carbonílico

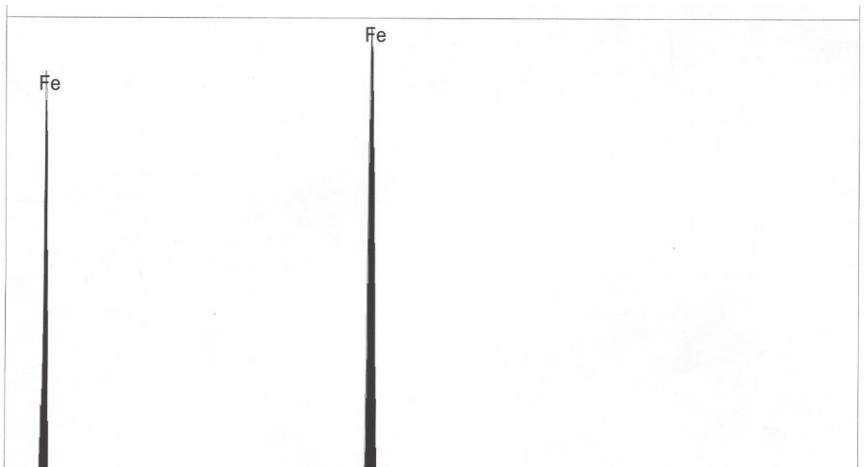


Figura 14. Análisis EDAX para partículas de hierro carbonílico R1470.

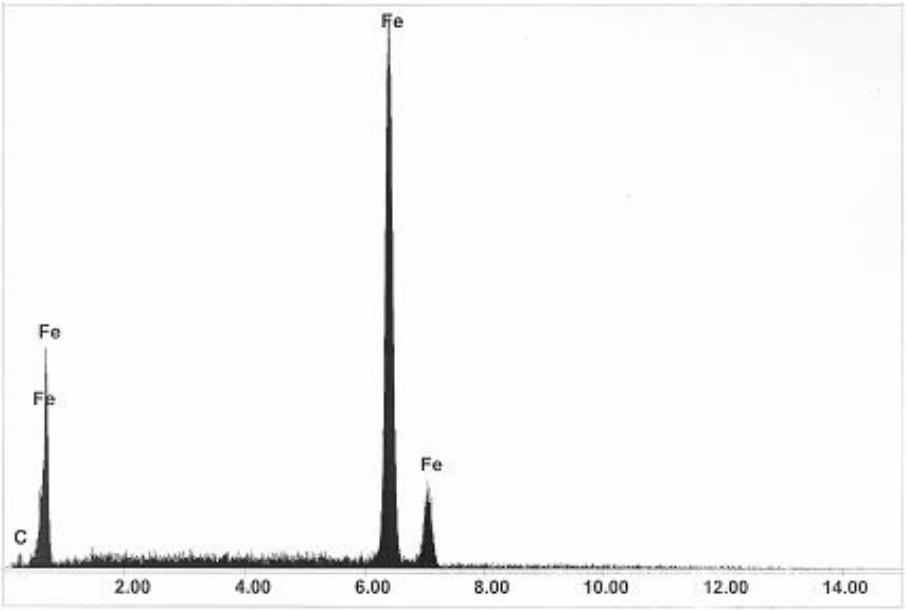


Figura 15. Análisis EDAX para partículas de hierro carbonílico S1281.

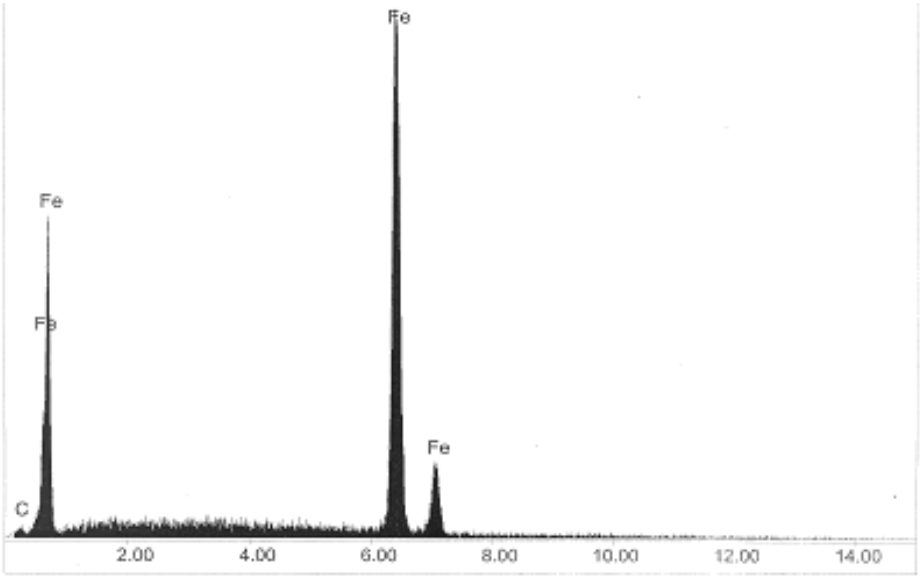


Figura 16. Análisis EDAX para partículas de hierro carbonílico R2430.

Tabla 6. Composición elemental de los diferentes polvos de hierro carbonílico, obtenidos de un análisis general con EDAX.

Grado de Fe carbonílico	C (% peso)	Fe (% peso)
R-1470	1.06	98.94
S-1281	1.68	98.32
R-2430	0.5	99.50

En los tres tipos de polvos se aprecia, además del pico característico del hierro, el pico que corresponde al carbono. De la tabla 2 se concluye que el polvo de hierro carbonílico R2430 es el que posee menor cantidad de carbono, mientras

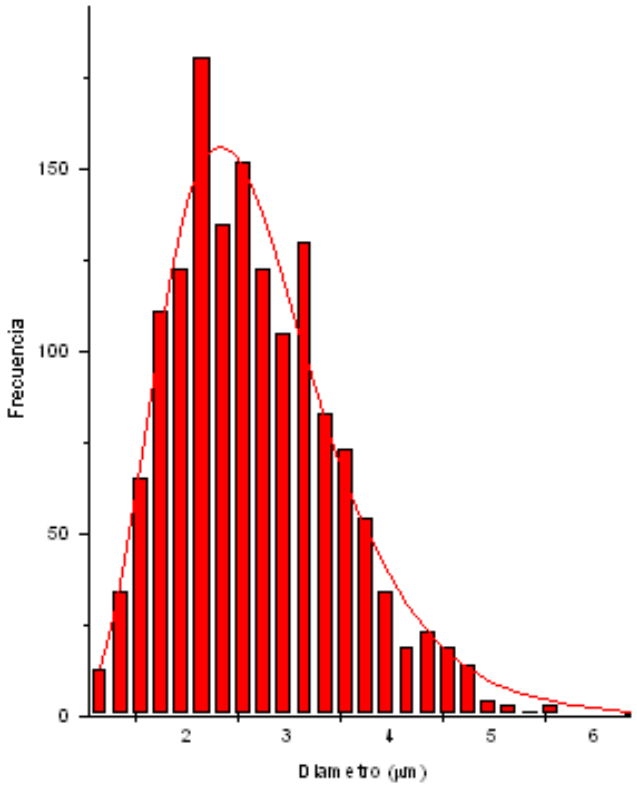
que el polvo S1281 es el que mayor cantidad de carbono contiene. Los polvos tipo R son mas puros que los polvos tipo S.

3.1.4. Análisis de distribución de tamaño de partícula.

Con la ayuda de las micrografías obtenidas en el microscopio electrónico de barrido se procesó cada imagen utilizando el programa Image-Pro Plus versión 4.5.019 analizador de imágenes, midiendo directamente el diámetro de aproximadamente 1000 partículas para cada grado de polvo de hierro estudiado. Con estos datos se construyeron los histogramas de distribución de tamaños de partícula para cada uno de los polvos de hierro carbonílico utilizados. Asimismo se ajustaron los histogramas experimentales de tamaños de partícula con una distribución log-normal. Se seleccionó este tipo de ajuste por que es el que describe mejor las distribuciones de tamaños de partícula [34]. A partir del ajuste de la distribución log-normal a los histogramas se determinaron el valor medio del tamaño de partículas y la desviación típica del valor medio para cada tipo de hierro carbonílico.

En la figura 26,27 y 28 se muestran los histogramas de la distribución de tamaños de partícula medidas y el ajuste de la distribución log-normal para los polvos de Fe carbonílico R1470, S1281 y R2430 respectivamente. A partir de estos ajustes se determinaron los valores medio de tamaños de partícula que se muestran en la tabla 6.

Figura 17. Histograma para partículas de hierro carbonílico R-1470



Para las partículas R-1470 el valor medio es igual a 2.7±0.8 µm. En el intervalo de una desviación típica los valores de los tamaños de las partículas van desde 1.9 hasta 3.5 µm, lo que indica una distribución ancha de tamaños de partícula.

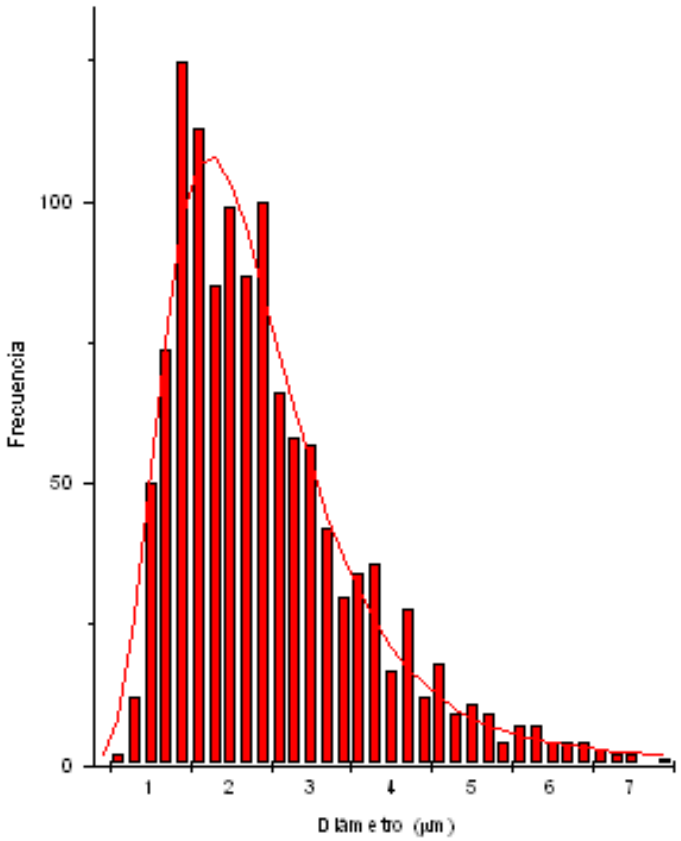


Figura 18. Histograma para partículas de hierro carbonílico S-1281

Para las partículas S-1281 el valor medio es igual a 2.5±1.2 µm. En el intervalo de una desviación típica los valores de los tamaños de las partículas van desde 1.3 hasta 3.7 µm.

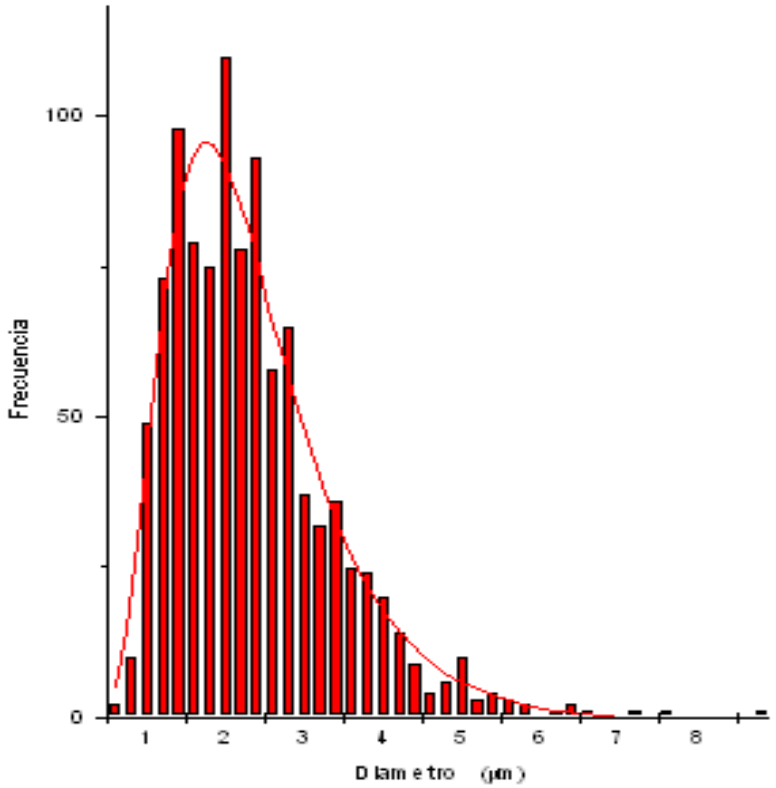


Figura 19. Histograma para partículas de hierro carbonílico R-2430

Para las partículas R-2430 el valor medio es igual a 2.3±1.0 µm. En el intervalo de una desviación típica los valores de los tamaños de las partículas van desde 1.3 hasta 3.3µm.

Tabla 7. Valor medio y desviación típica de los tamaños de partículas de los diferentes grados de hierro carbonílico, calculados a partir del ajuste de una distribución log-normal.

Grado de Fe	Valor medio (μm)	Desviación estandar (μm)	Intervalo de tamaño de partícula (μm)	Tamaño de la muestra (unidades)
R1470	2.7	0.8	1.9-3.5	1503
S1281	2.5	1.2	1.3-3.7	1512
R2430	2.3	1.0	1.3-3.3	1026

La Microscopía electrónica de barrido es una excelente técnica, ya que permite ver las partículas directamente, por lo que se puede estudiar la forma de las mismas y además observar si la muestra contiene aglomerados de partículas.

Es importante mencionar que 1 gramo de partículas de 10 micras (densidad 2.5) contiene $760X10^6$ partículas, por lo que todas éstas, nunca podrán ser examinadas individualmente por microscopia [32].

Por lo tanto existe la posibilidad de realizar un muestreo no representativo.

En los polvos de hierro carbonílico están presentes aglomerados de partículas los cuales difícilmente su simetría se aproxima a una esfera y no fueron considerados. Existe también la posibilidad de que partículas con mayor tamaño por lo tanto mayor densidad esté en el fondo de la porta muestras y no puedan ser enfocadas, por lo tanto no se incluirán en el análisis de distribución de tamaño de las partículas.

3.1.5 Análisis Termogravimétrico (ATG).

Las figuras 20, 21 y 22 muestran los termogramas de los polvos R1470, S1281 y R2430 respectivamente. Los análisis Termogravimétrico se realizaron en un

equipo marca TA Instruments HI RES modelo TGA 2950 en un intervalo de temperatura de 100 a 800 ºC, con una alimentación de 10 cm^3/min.

Estos termogramas se caracterizan, en general, por presentar curvas de ganancia de peso, debidas a la oxidación que sufren los polvos de hierro carbonílico.

De acuerdo con las siguientes relaciones estequiométricas tenemos

$$2Fe + O_2 \longrightarrow 2FeO$$

Para obtener 2 mol de FeO (143.58 g/mol) se requiere 2 mol de hierro (111.58 g/mol) y 1 mol de Oxigeno (32 g/mol), obteniendo la relación peso final de hierro (wf) entre peso inicial (wi) obtenemos la proporción en la que debe aumentar el peso de la muestra para tener esta fase a determinada temperatura.

$$\frac{w_f}{w_i} = \frac{143.58}{111.58} = 1.28$$

Cuando el peso aumenta en un 28% se tiene la fase FeO.

$$3Fe + 2\,O_2 \longrightarrow Fe_3O_4$$

Para obtener Fe_3O_4 (231.54 g/mol) se requiere 3 mol de Hierro (167.54 g/mol) y 2 mol de Oxigeno (64 g/mol). Obteniendo la relación peso final (wf) entre peso inicial (wi) obtenemos la proporción en la que debe aumentar el peso de la muestra para tener esta fase a determinada temperatura.

$$\frac{w_f}{w_i} = \frac{231.54}{167.54} = 1.38$$

Cuando el peso aumenta en un 38% tendremos la fase Fe_3O_4.

$$2Fe + 3/2\ O_2 \longrightarrow Fe_2O_3$$

$$\frac{w_f}{w_i} = \frac{159.68}{111.68} = 1.42$$

La muestra aumenta en un 42% su peso para contar con la presencia de Fe_2O_3

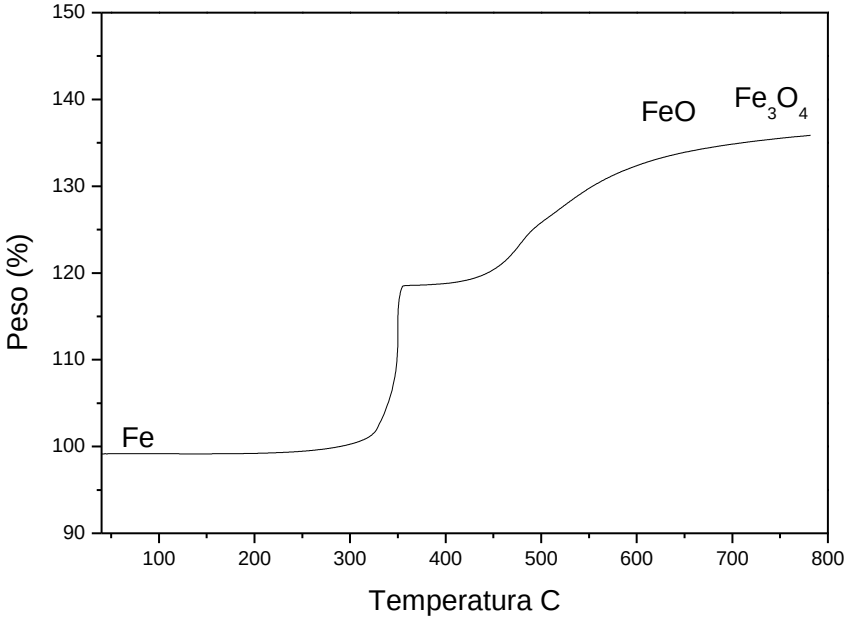


Figura 20. Curva TGA obtenida para los polvos de hierro carbonílico. R1470.

Para el polvo tipo S1281, figura 21, el material presenta un aumento de peso a partir de una temperatura de 350º C el cual se relaciona con formación de fases. Después de 570º C existe la formación de la fase wustita FeO la cual

coexiste con la fase magnetita Fe_3O_4. El aumento de peso del hierro es del 38%.

En el tipo de polvo R2430 el material empieza con un aumento de peso desde los 300º C. A una temperatura de 570º C un aumento de peso significativo de 43%, el cual se relaciona con la formación de la fase wustita FeO y magnetita Fe_3O_4.

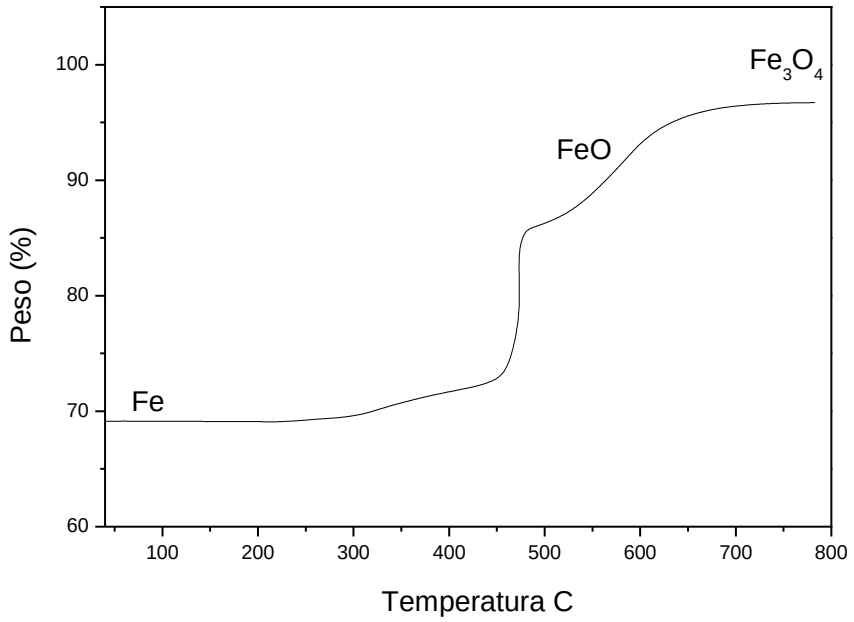


Figura 21. Curva TGA obtenida para los polvos de hierro carbonílico.

S1281.

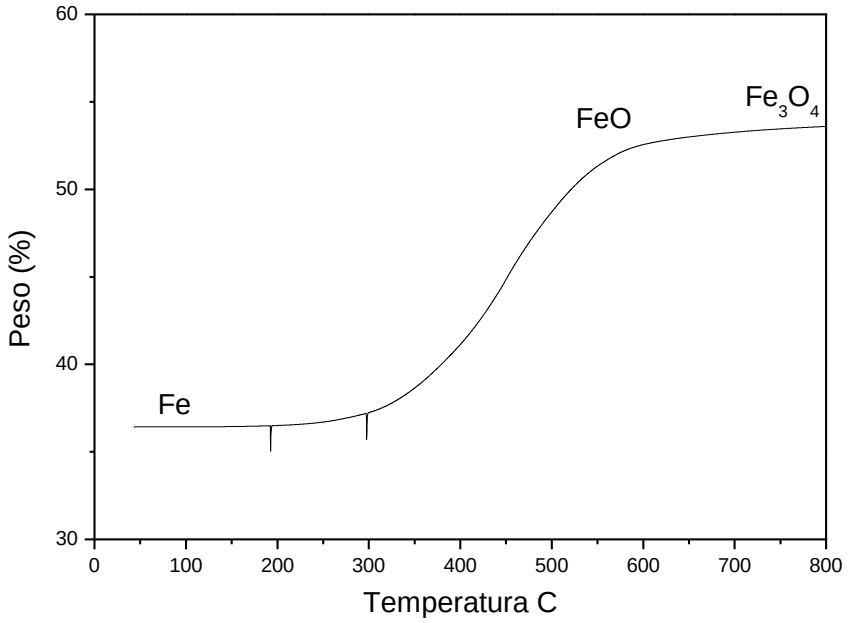


Figura 22. Curva TGA obtenida para los polvos de hierro carbonílico.

R2430.

Observando los termogramas realizados a los tres diferentes tipos de hierro carbonílico y considerando las relaciones estequiométricas tenemos que para el polvo tipo R1470 el material presenta un aumento de peso significativo desde una temperatura de 350 ºC el cual se relaciona con la formación fases. El porcentaje de aumento en peso de la muestra es de 38%.

La formación de las fases dependerá de la cantidad de oxigeno presente, así como del tamaño de las partículas.

Para el hierro en atmósfera rica en Oxigeno la fase de wustita (FeO) coexiste con la fase de magnetita (Fe_3O_4.) desde una temperatura de 570 - 1424º C [40].

Para la aplicación de los fluidos magneto- reológicos sintetizados con este tipo de partículas una temperatura donde se puede asegurar que cambios en las partículas no afectan las propiedades de los fluidos es hasta los 250º C.

3.1.6. Magnetometría de muestra vibrante

Las partículas utilizadas en este trabajo para la síntesis de fluidos magneto reológicos tienen un radio promedio entre 2.5 y 4 μm, de la tabla 6 podemos ver que el radio critico de dominio para las partículas de hierro es de 6 nm, por lo que se concluye que las partículas de hierro carbonílico utilizadas son partículas multidominio.

El análisis se llevó a cabo en un equipo marca LDJ, modelo 9600 calibrado con un disco de níquel de masa = 0.409 g, magnetización = 54.9 emu/g @ 10,000 Oe.

Las figuras 23, 24 y 25 muestran el lazo de histéresis para los polvos de hierro carbonílico R1470, S1281 y R2430 respectivamente, de los cuales podemos conocer la magnetización de saturación de las partículas. La coercitividad y la magnetización de saturación para el hierro en bulto es 1.01 Oe (80.39 A/m) y 214.137emu/g (2.1 T) respectivamente [30].

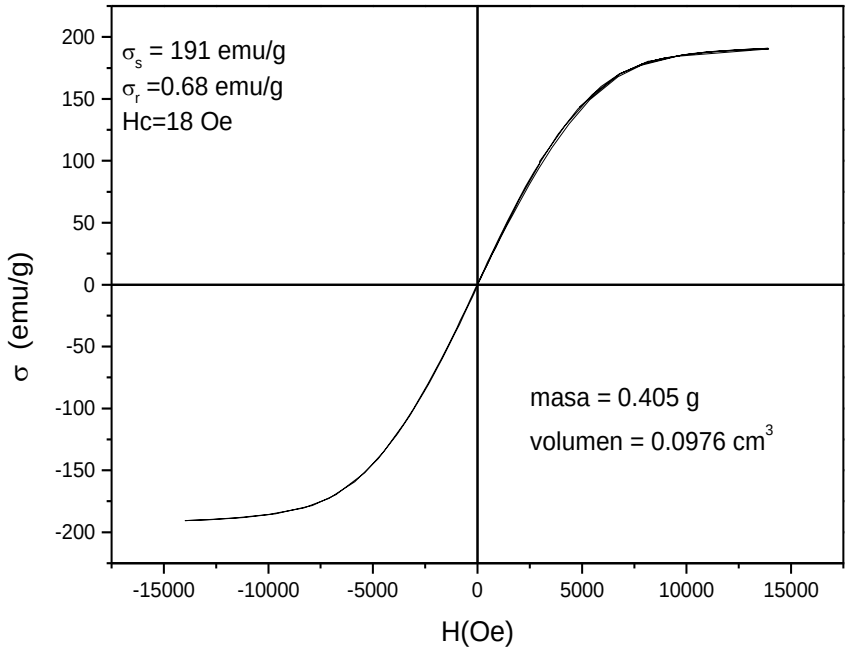


Figura 23. Lazo de histéresis para el polvo R1470 (magnetización contra campo magnético aplicado)

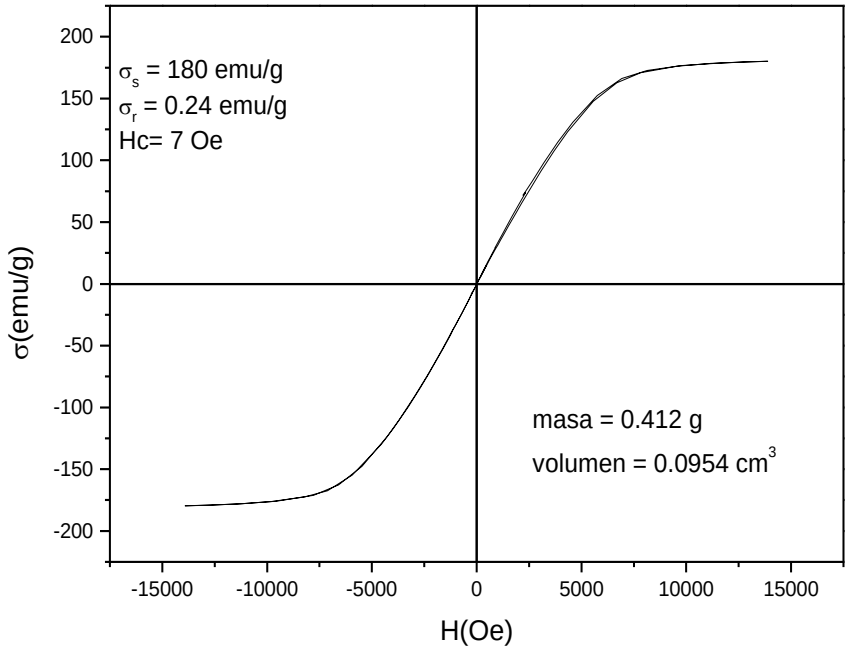


Figura 24. Lazo de histéresis para el polvo S1281 (magnetización contra campo magnético aplicado).

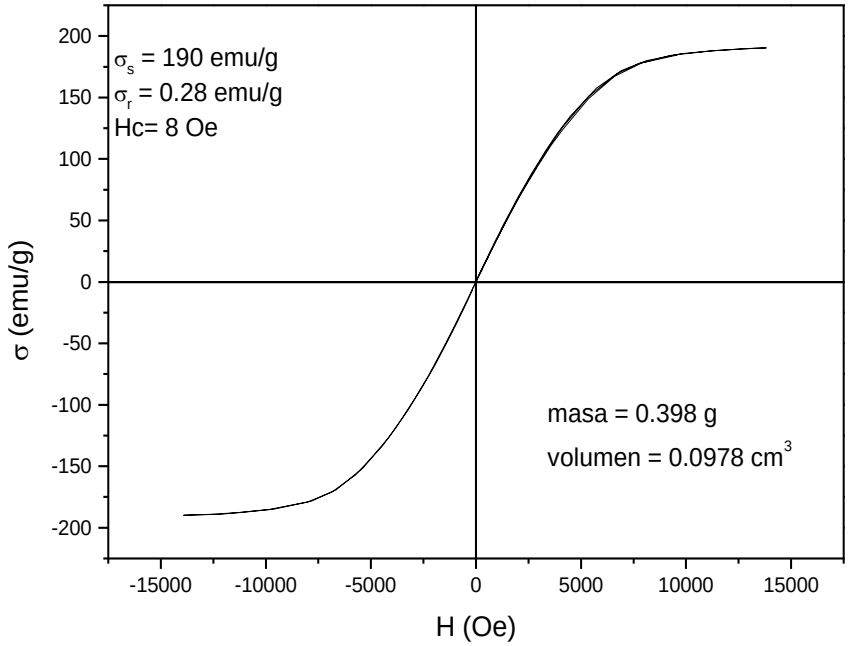


Figura 25. Lazo de histéresis para el polvo R2430 (magnetización contra campo magnético aplicado)

Tabla 8. Propiedades magnéticas de los tres tipos de partículas utilizadas.

Tipo de polvo de hierro carbonílico	Magnetización de saturación(emu/g)	Magnetización remanente (emu/g)	Campo coercitivo (Oe)
R1470	191	0.68	18
S1281	180	0.24	7
R2430	190	0.28	8

De la tabla anterior podemos observar que los polvos presentan una menor magnetización de saturación que la reportada en la literatura para el hierro en bulto (214.13 emu/g). Los polvos R1470 y R2430 son los que presentan la más alta magnetización de saturación en comparación con el polvo tipo S, esto se debe a la pureza del material.

3.2 Caracterización de los FMR sintetizados.

De los fluidos sintetizados los fluidos en base Isopar-M, aceite de silicón, Keroseno, no mostraron estabilidad. Los fluidos en base agua y aceite mineral son los que presentan mayor estabilidad.

En total se sintetizaron 6 fluidos magneto reológicos variando el fluido portador y las partículas. La tabla 9, muestra la clasificación de los fluidos.

Tabla 9. Clasificación de los fluidos magneto reológicos sintetizados.

Fluido	Partículas	Fluido portador
FMR1A	R1470	Agua
FMR1M		Aceite mineral
FMR2A	S1281	Agua
FMR2M		Aceite mineral
FMR3A	R2430	Agua
FMR3M		Aceite mineral

3.2.1 Análisis de distribución de tamaño de partícula (DLS)

La distribución de tamaño de partícula se obtuvo usando el equipo Mastersizer 2000, las figuras 26, 27 y 28 muestran el análisis para los polvos R1470 ya formando parte de los FMR

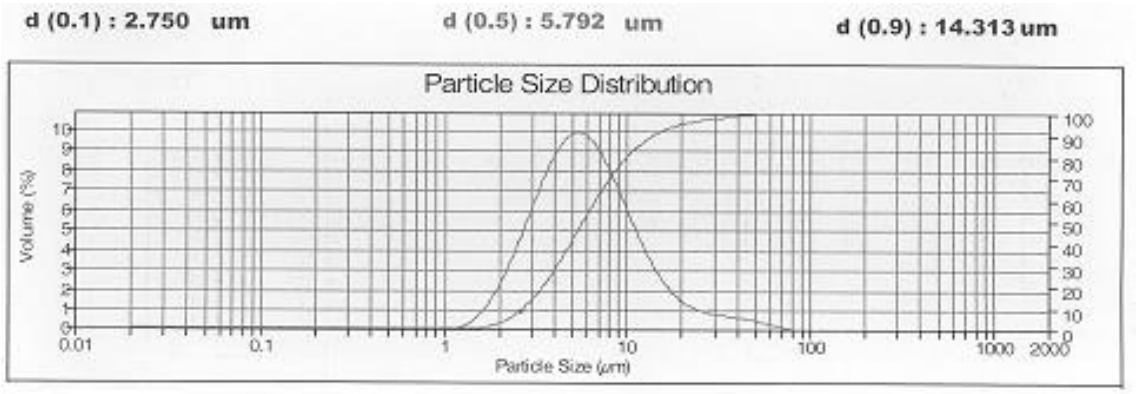


Figura 26. Análisis de tamaño de partícula de los polvos R1470 formando parte del FMR1A.

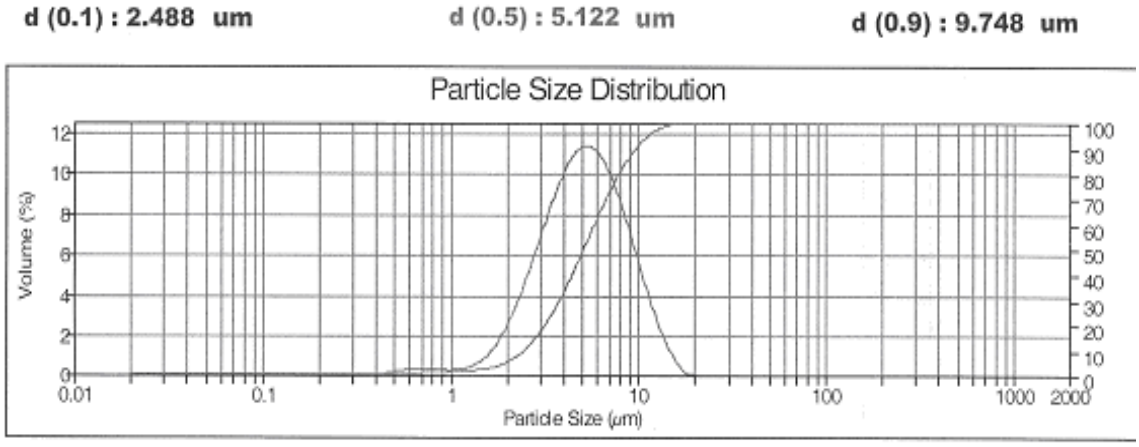


Figura 27. Análisis de tamaño de partícula de los polvos S1281 formando parte del FMR2A.

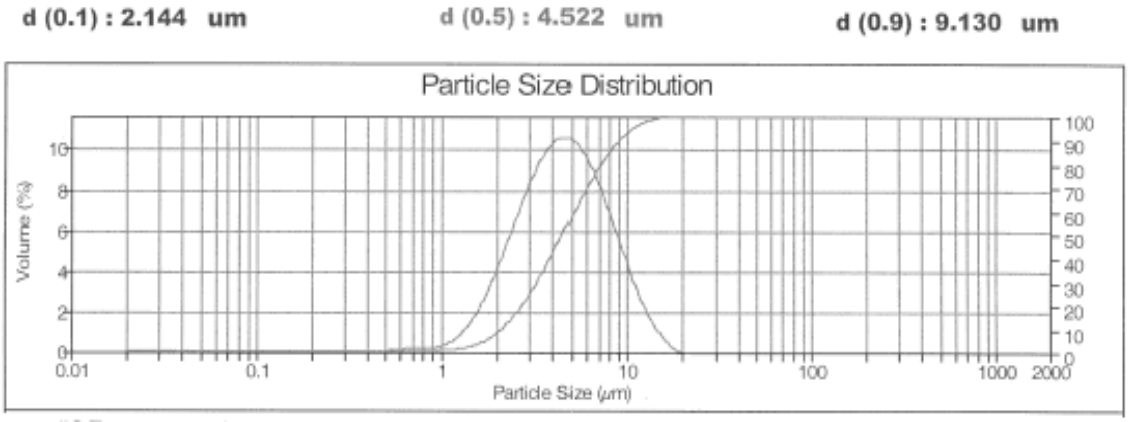


Figura 28. Análisis de tamaño de partícula de los polvos R2430 formando parte del FMR3A.

La tabla 10 resume los valores de los diámetros medios en volumen de partícula obtenidos para cada tipo de partícula formando parte de un FMR acuoso.

Tabla 10. Comparación de diámetros promedios de las partículas obtenidos de las micrografías, Mastersizer 2000 y proporcionados por ISP Technologies.

Tipo de polvo de hierro carbonílico	Diámetro medio (μm) SEM	Diámetro medio en volumen (μm). Mastersizer 2000)	ISP Technologies (μm).
R1470	2.67±0.8	7.94	8.9

S1281	2.50±1.2	5.68	5.0
R2430	2.33±1.0	5.16	5.5

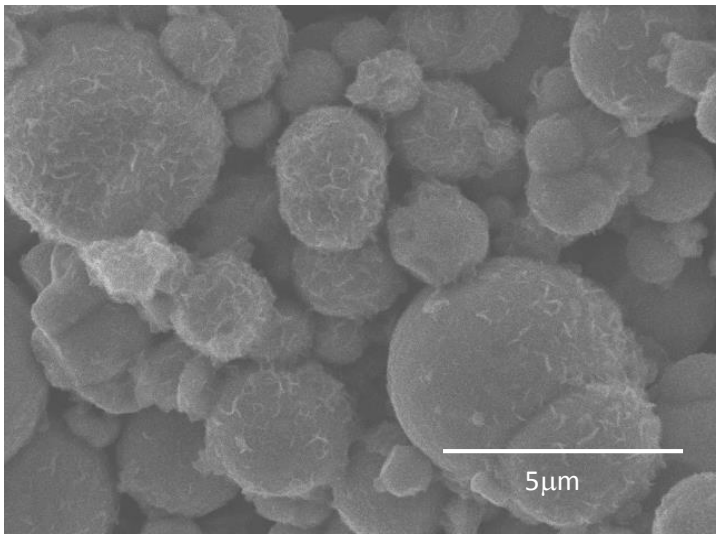
El hecho de que el diámetro obtenido con Mastersizer 2000 es más cercano al proporcionado por el proveedor es debido a que este último utiliza el mismo método de Mastersizer 2000. En el caso de los diámetros obtenidos de las micrografías obtenidas con MEB, es debido a que además de no ser una técnica adecuada para obtener un diámetro promedio de partícula es porque mediante esta técnica la medición es directa y las partículas aglomeradas no son medidas, sin embargo el equipo Mastersizer 2000 toma esos aglomerados como una partícula y considera este diámetro para obtener el promedio.

3.2.2 Microscopia electrónica de barrido (MEB)

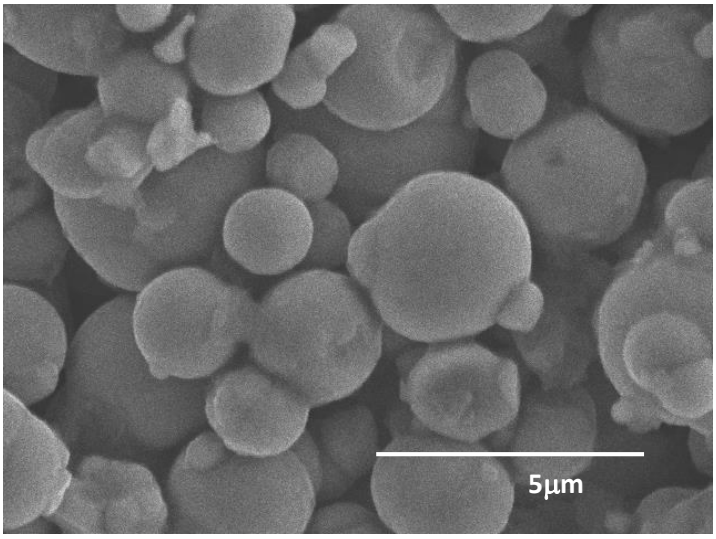
La preparación de los FMR consiste en mantenerlos en un horno durante 2 hr a una temperatura de 200 y 350° C para asegurar que los FMR en base agua y en base aceite mineral estén completamente secos.

En la figura 29, se muestran a) las partículas S1281 formando parte del fluido FMR2A, en la cual se puede observar como el surfactante envuelve a la partícula, b) las partículas en aceite mineral y c) partículas solas.

a)



b)



c)

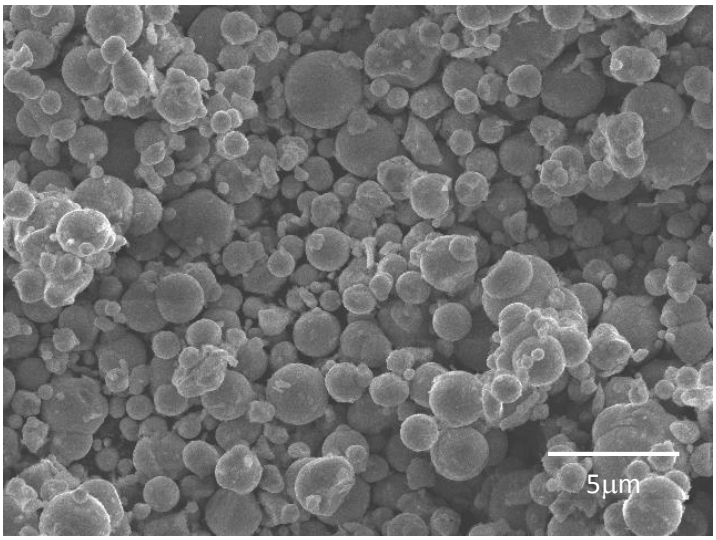


Figura 29. Partículas S1281 a) formando parte del FMR2A, b) formando parte del FMR2M y c) partículas solas.

De las micrografías de los fluidos con polvos de hierro carbonílico S1281 en la foto a) se puede observar pequeñas estructuras adheridas a la superficie de las

partículas que se asocian a lo que quedo del carboximetil celulosa de sodio después de que el fluido se seco a una temperatura de 200°C. En la foto b) se observa también pequeñas trazas de lo que es el dióxido de silicio adherido a la superficie de las partículas, observándose lo mismo para los otros tipos de fluidos magneto-reológicos y a manera de comparación la foto c) muestra las partículas sin formar parte de los fluidos.

3.2.3 Análisis termogravimétrico (ATG)

Con el objetivo de conocer el intervalo de temperatura en la que los fluidos magneto reológicos sintetizados no alteren sus propiedades, se sometió a un tratamiento térmico cada fluido.

La figura 30 muestra el comportamiento del fluido FMR1A ante la variación de temperatura en un intervalo de 100 a 800°C.

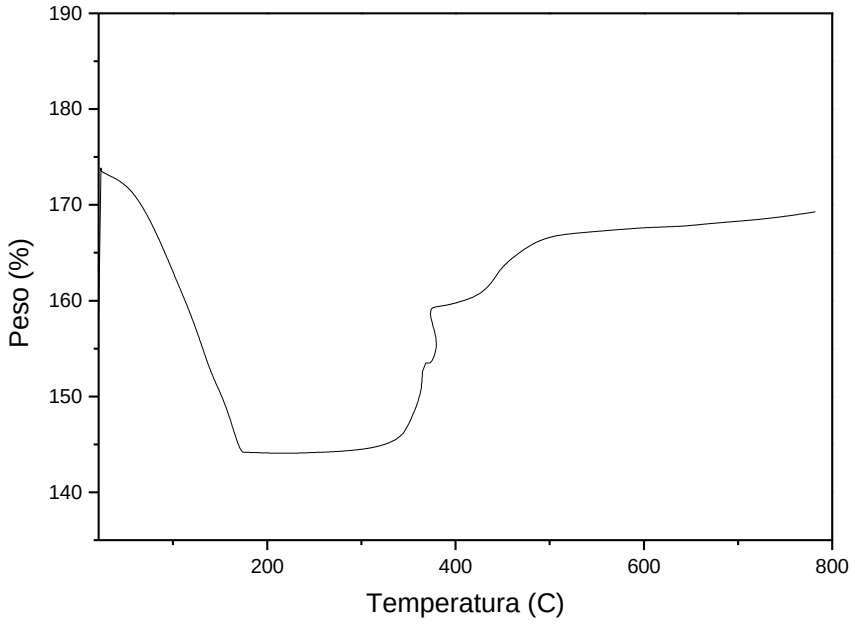


Figura 30. Análisis termogravimétrico para FMR1A

En el termograma de la figura 30 se observa una perdida en peso significativa después de los 100 °C y continua hasta 180 °C, lo que esta relacionada con la perdida de agua, que es el fluido portador de este fluido, así como la perdida del surfactante en este caso carboximetil celulosa de Sodio 116-118°C. El que se tenga perdida significante hasta 180 °C es debido al uso de un aditivo que amplía el rango de temperatura de operación del fluido.

Después de 300 °C la muestra empieza a ganar peso, lo que esta asociado con la oxidación de las partículas, es decir la formación de nuevas fases. El termograma de la figura 31, muestra el comportamiento del fluido FMR2M.

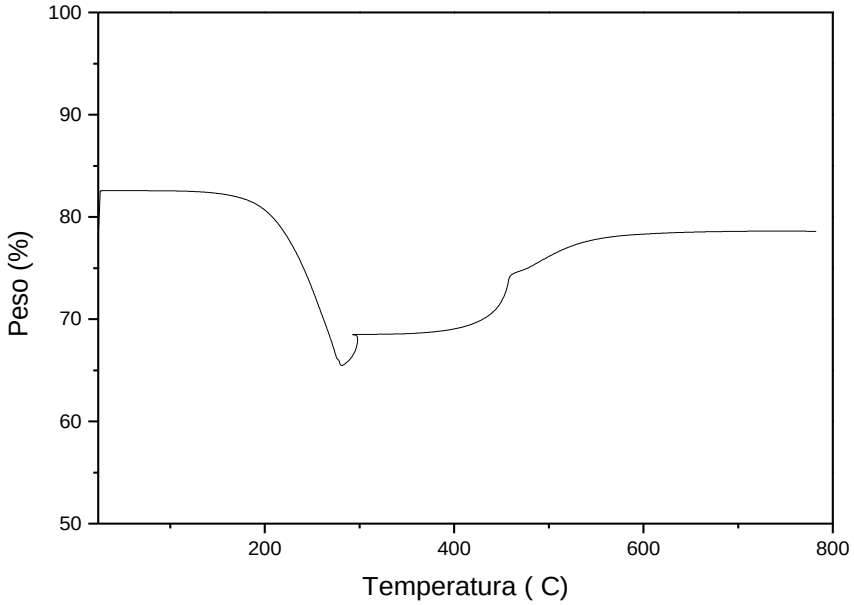


Figura 31. Análisis termogravimétrico para FMR2M.

En la figura 31, presenta una perdida en peso en el material después de los 200 °C, relacionada con la evaporación del fluido portador en este caso aceite mineral el cual tiene un punto de ebullición de 300°C. También presenta aumento en peso a partir de una temperatura de 300°C, asociada con la formación de nuevas fases.

3.2.3 Estabilidad del FMR

Con la La ley de Stoke se obtiene la dependencia de la velocidad de sedimentación de una partícula esférica. El valor de la densidad y viscosidad del agua son 1 g/ cm^3 y 0.011 Poise, respectivamente. El valor de la densidad y viscosidad del aceite mineral son 0.838 g/cm^3 y 1.86 Poise respectivamente. La tabla 10 muestra la velocidad de sedimentación teórica calculada para cada fluido con la Ley de Stoke.

Tabla 10. Velocidad de sedimentación teórica calculada para cada fluido con la Ley de Stoke.

Fluido	R_p(cm)	Densidad de partícula (g/cm^3)	Velocidad de sedimentación (cm/hr)
FMR1A	0.0004	7.8	74.8238
FMR1M	0.0004	7.8	0.4695
FMR2A	0.00025	7.54	28.1105
FMR2M	0.00025	7.54	0.1765
FMR3A	0.00027	7.8	34.0916
FMR3M	0.00027	7.8	0.2139

En la fórmula de la ley de Stoke se muestra que la velocidad de sedimentación de las partículas tiene dependencia directa con la diferencia de densidades de las partículas y el fluido portador, así como también muestra que es inversamente proporcional a la viscosidad del fluido portador. En los resultados de la tabla 10 se puede ver que para los fluidos en base agua (menor viscosidad que el aceite mineral) las partículas sedimentaran mas rápido que en los fluidos en base aceite mineral.

Las partículas en los fluidos FMR1 y FMR3 tienen la misma densidad, sin embargo el tamaño de las partículas R1470 utilizadas en el fluido FMR1 tienen un diámetro promedio mayor (8.9 μm) que el diámetro promedio de las partículas R2430 (5.5 μm) utilizadas en el fluido FMR3, lo que las hace caer a mayor velocidad, favoreciendo la formación de una pasta en el fondo del contenedor del fluido, lo que puede afectar las propiedades reológicas. Se han sintetizado fluidos magneto reológicos utilizando fluidos portadores con una viscosidad alta (grasa) con el objetivo de disminuir la velocidad de sedimento de las partículas, este tipo de fluidos son los que tienen aplicaciones en control de vibraciones sísmicas para estructuras civiles, donde aquí el fluido permanece por un periodo de tiempo largo sin agitación[19].

3.2.5 Magnetometría de muestra vibrante (VSM).

Del análisis del MEB se observa que las partículas tienen un intervalo amplio de distribución de tamaños de partícula, lo que puede afectar en algunas propiedades reológicas, puesto que partículas de diferentes tamaños pueden tener diferentes propiedades magnéticas.

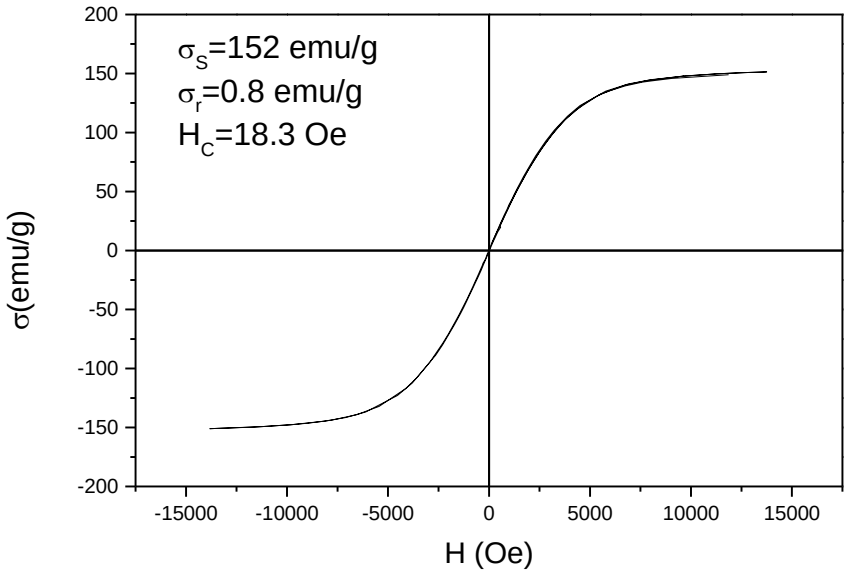


Figura 32. Lazo de histéresis para el fluido magneto-reológico FMR1A.

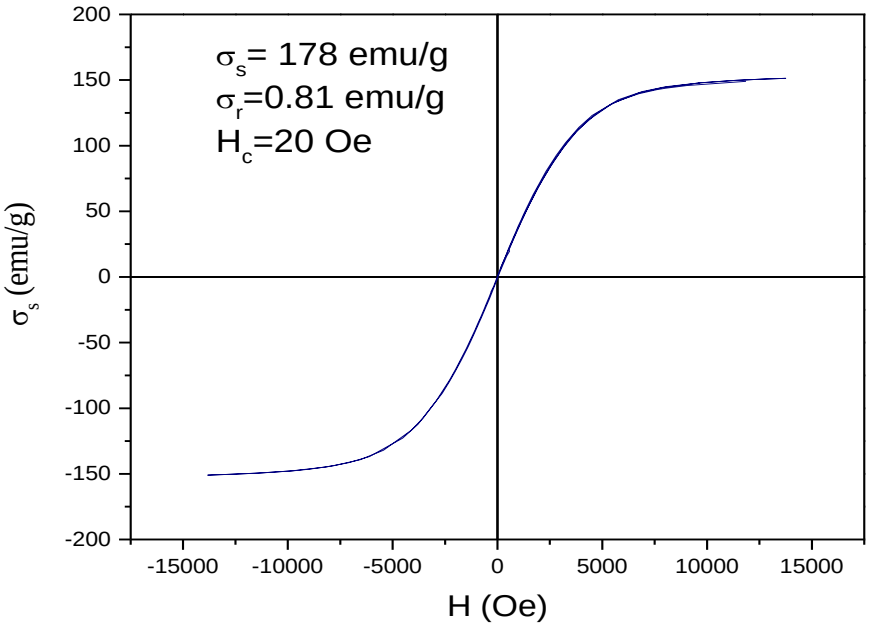


Figura 33. Lazo de histéresis para el fluido magneto-reológico FMR1M.

Tabla 11. Propiedades magnéticas de fluidos magneto-reológicos en base agua y aceite mineral.

Fluido	Magnetización (emu/g)	Magnetización remanente (emu/g)	Campo coercitivo (Oe)
FMR1A	152	0.8	18
FMR1M	178	0.8	20

Los lazos de histéresis para los fluidos magneto-reológicos son característicos de los materiales magnéticamente blandos. La magnetización de saturación que presentan es como habría de esperarse menor, debido a que la cantidad de fase magnética ya se encuentra en cierta proporción conformando el FMR.

3.2.6 Reometría con campo magnético.

Se obtuvieron los esfuerzos de cedencia de los fluidos magneto-reológicos en base agua y aceite mineral con campo magnético aplicado 0.2 y 0.6 T de donde se puede observar el comportamiento reológico

El esfuerzo de cedencia dinámico se obtiene de acuerdo a la siguiente ecuación

$$\sigma = \eta\gamma + \sigma_y$$

Extrapolando el esfuerzo de corte contra la curva de velocidad de corte a una velocidad de corte cero.

Para esfuerzos aplicados $\tau > \tau_y$ el material puede fluir. Las siguientes figuras muestran cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) de los fluidos magneto-reológicos sintetizados para un campo aplicado de 0, 0.2 y 0.6 T.

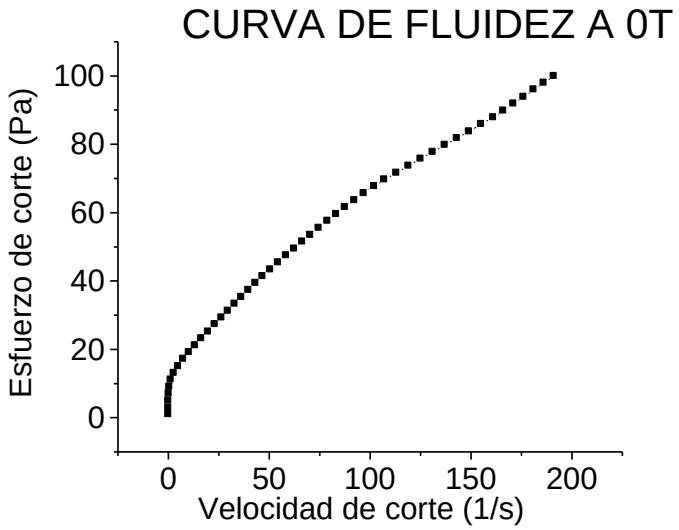


Figura 34. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) sin campo para FMR1A.

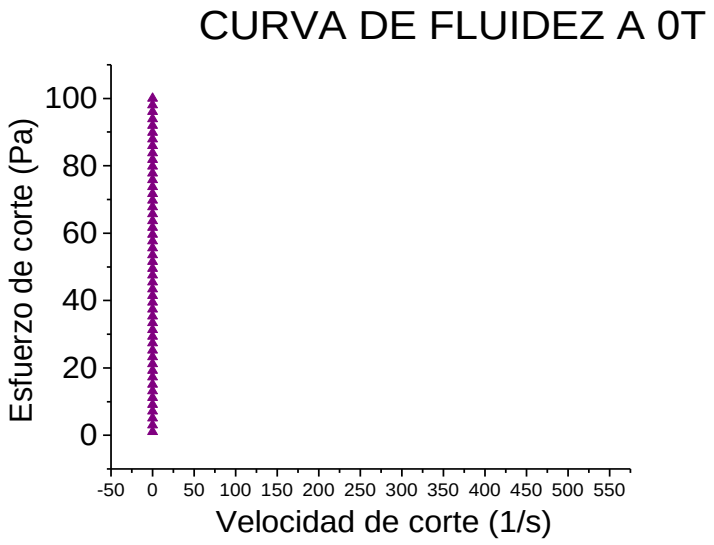
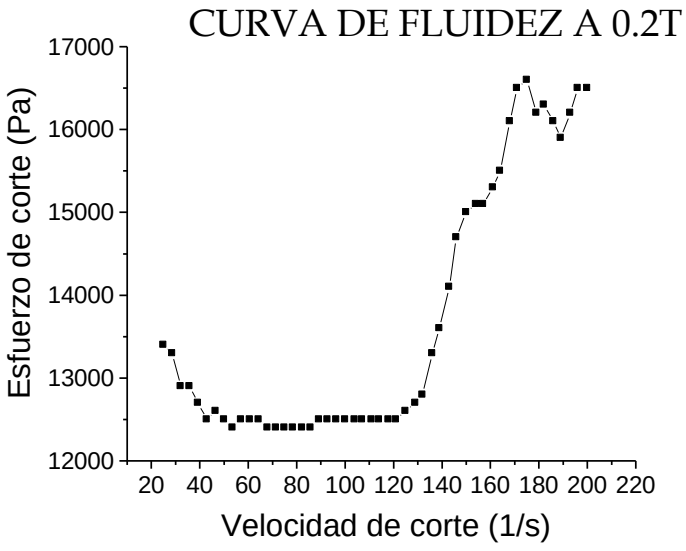


Figura 35. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) sin campo para FMR1M.

Para los FMR en base agua se observa un comportamiento típico de un fluido tipo Bingham, ya que presenta un punto de cedencia y después una dependencia



de esfuerzo de corte con la velocidad de corte. En los FMR en base aceite mineral el punto de cedencia se encuentra en un punto mayor de esfuerzo de corte, por lo que se requeriría repetir el análisis aumentando el esfuerzo de corte.

Figura 36. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) aplicando un campo de 0.2 T para FMR1A.

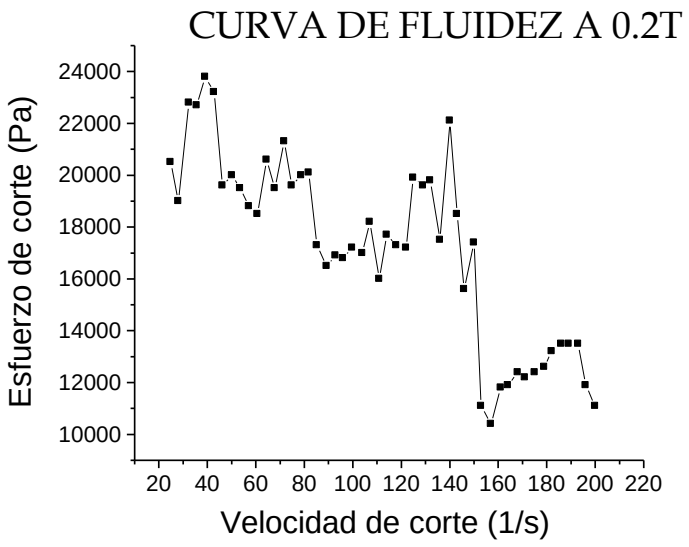


Figura 37. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) aplicando un campo de 0.2 T para FMR1M

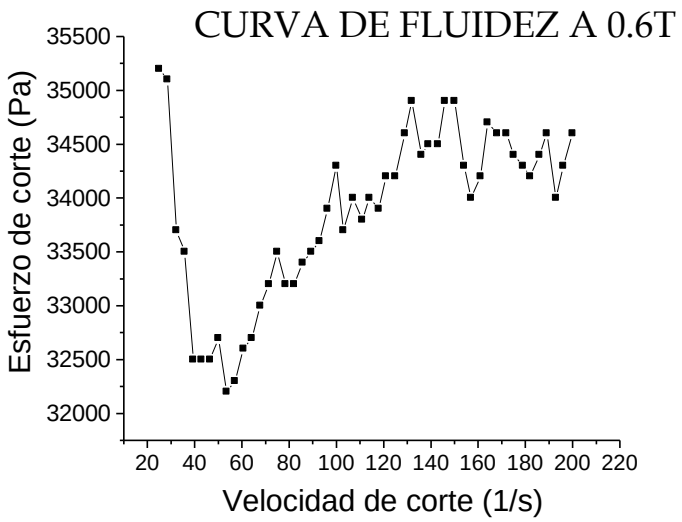


Figura 38. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) aplicando un campo de 0.6T para FMR1A.

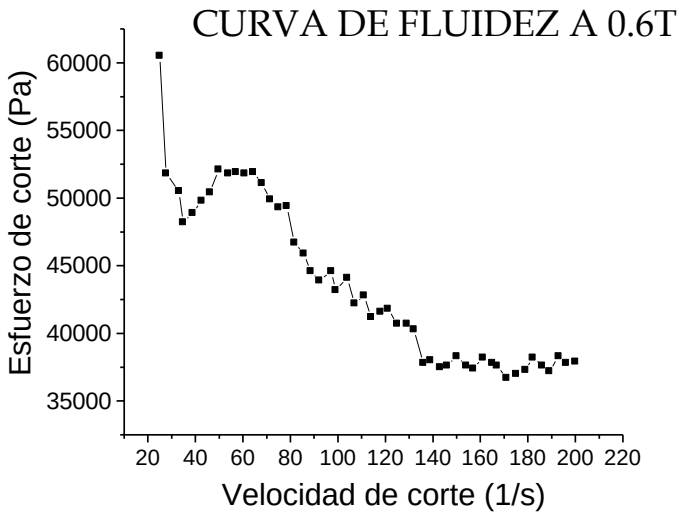


Figura 39. Cambios en esfuerzo de corte (Pa) y velocidades de corte (1/s) aplicando un campo de 0.6 T para FMR1M.

.

En las graficas obtenidas para un campo de 0.2 T se observa que el FMR1A tiene un esfuerzo de cedencia de 13500 Pa a una velocidad de corte de 20 s^{-1}, posteriormente baja el esfuerzo y se conserva independiente de la velocidad de corte en un intervalo de 40 a 120 s^{-1} lo que se asocia a una viscosidad constante, finalmente aumenta este esfuerzo de cedencia hasta 16500 Pa.

Para el FMR1M empieza con un esfuerzo de cedencia de aproximadamente 21000 Pa y su tendencia es a disminuir en función de la velocidad de corte, esto debido al rompimiento de cadenas de partículas conforme aumenta la velocidad de corte.

Aplicando un campo de 0.6 T el FMR1A presenta un esfuerzo de cedencia de 35000 Pa a una baja velocidad de corte y tiende a bajar ese esfuerzo para posteriormente volver aumentarlo, este comportamiento se asocia al rompimiento de cadenas largas pero también a la formación de nuevas cadenas originando así esta variación en el esfuerzo de cedencia.

El FMR1M presenta un esfuerzo de cedencia de 60000 Pa a baja velocidad de corte y posteriormente tiende a bajar ese esfuerzo de cedencia, aunque el campo magnético aplicado es alto y favorece la formación de cadenas de partículas para altas velocidades de corte las cadenas fuertes no pueden volver a formarse. Los resultados obtenidos se resumen en la tabla 12.

Tabla 12. Propiedades reológicas de los fluidos magneto-reológicos.

El esfuerzo de cedencia de los fluidos magneto-reológicos depende principalmente de la saturación de magnetización de las partículas magnéticas que lo forman.

El FMR1M presenta el esfuerzo de cedencia mas alto de 60000kPa a 0.6 T, el cual contiene las partículas R1470 de las más puras, y las que muestran mayor magnetización de saturación. En comparación con el esfuerzo de cedencia que presenta Phule et al. en1999 [29] de 100000 Pa a 0.8 T, se encuentra que el fluido sintetizado en este trabajo puede aumentar el esfuerzo de cedencia a un campo mayor. Debido a la viscosidad del fluido portador (aceite mineral) de este FMR es más estable que el de base en agua.

IV.

Esfuerzo de cedencia (Pa)	B=0 T	B=0.2 T	B= 0.6 T
FMR1A	16	13500	35000
FMR1M	--	21000	60000

CONCLUSIONES

1. Por medio de Difracción de Rayos X (DRX) se establece que la única fase presente en los polvos de hierro carbonílico corresponde a hierro alfa (α-Fe).

2. En base a las micrografías obtenidas por MEB los tres tipos de partículas magnéticas de hierro carbonílico, tienen una amplia distribución de tamaño de partícula y en general una morfología esféricas.

3. La magnetización de saturación de los polvos de hierro carbonílico tipo R es mas alta que la que presentan los polvos tipo S, una razón es que de las partículas de hierro tipo S contienen mayor cantidad de impurezas que los tipo R.

4. Mediante la ley de Stoke se observa que la estabilidad de los FMR se relaciona inversamente con la viscosidad del fluido de lo que podemos determinar que los FMR en base aceite mineral son mas estables que los FMR en base agua.

5. Con Análisis Termogravimétrico (ATG) se estableció los fluidos magneto-reológicos en base aceite mineral son estables hasta una temperatura de 250°C.

6. De las curvas de esfuerzo de corte contra velocidad de corte se puede decir que el mejor fluido es el FMR1M, por presentar el esfuerzo de cedencia mas alto de 60 kPa a 0.6T (6000 Oe).

V. SUGERENCIAS PARA TRABAJO FUTURO.

1. Obtener FMR con molienda mecánica para lograr una mayor estabilidad obteniendo fluidos más homogéneos.

2. Utilizar otros surfactantes.

3. Realizar un estudio más detallado de los FMR por medio de Reometría con campo magnético aplicado.

4. Mezclar un FMR con un ferrofluido para estudiar el comportamiento reológico.

VI. BIBLIOGRAFÍA

[1] Rabinow, J. 1948.The Magnetic Fluid Clutch. AIEE Trans. 67:1308.

[2] Rabinow, J. 1951.Magnetic Fluid Torque and Force Transmitting Device. U.S. Patent.: USA.

[3] J. David Carlson.2001. "What makes a good MR fluid?".Lord Corporation.

[4] Alisa J. Millar Henrie.2002. Encyclopedia Of Smart Materials. Schwartz, John Wiley & Sons.Lord Corporation.1-2:597.

[5] j. Popplewell and R. E. Rosensweig.1996. “magnetorheological fluid

composites” .J. Phys. D:appl. Phys. p.29.

[6] Pradeep P. Phule. 2001.magnetorheological (MR) fluids: principles and applications. Smart Materials Bulletin. p.7-10.

[7] Ginder, J.M.1996. Rheology Controlled by Magnetic Fields. E. Immergut. Encyclopedia of Applied Physics. VCH: New York. p. 487.

[8] Ioan Bica. 2004. “Magnetorheological Suspension Electromagnetic Brake”. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 270:321-326.

[9] www.delphiautomotive.com.

[10] Gans, J.d.2000. Magnetorheology of an Inverse Ferrofluid.University of Twente:Twente. p. 135.

[11] Chikazumi, S.1978.clasification of various kind or magnetism. Charap Stanley H.Physics of Magnetism.Krieger publishing,Florida.p.7-12.

[12] Cullity, B.D.1972.Kinds of magnetism.Introduction to Magnetic Materials.Cohen Morris.Addison-Wesley. p.84-202.

[13] Chen, C.W.1986. Magnetism and Metallurgy of Soft Magnetic Materials. 2 ed.: Dover Publication.

[14] D.C.Jiles.2003.recent advances and future directions in magnetic materials. Acta materialia.51:5907-5939.

[15] Coey J.M.D.,Skomski Ralph.1999.Basic Mircromagnetism.Revill J.A.Permanent Magnetism.Institute of Physics publishing Bristol and Philadelphia.p158.

[16] Lemaire, E., G. Bossis, and Y. Grasselli, 1993.Yield stress and structuration of magnetorheological suspensions. Journal of Magnetism and Magnetic Materials,

122: p. 51 - 52.

[17] Nielsen, L.E.1977. Polymer Rheology., New York: Marcel Dekker, Inc.

[18] Barnes, H.A.1989. Shear-Thickening ("Dilatancy") in Suspensions of Nonaggregating Solid Particles Dispersed in Newtonian Liquids. Journal of Rheology, 2:329 -366.

[19] Markovitz, H.1980. Polymer Rheology. Carnegie Mellon University: Pittsburgh.

[20] Chong, J.S., E.B. Christiansen, and A.D. Baer.1971. Rheology of Concentrated Suspensions.Journal of Applied Polymer Science, 15: 2007-2021.

[21] Laun, M., C. Kormann, and N. Willenbacher.1996.Rheometry on Magnetorheological Fluids.Rheologica Acta. 35: 417-431.

[22] Ginder, J.M. and L.C. Davis.1994.Shear Stresses in Magnetorheological fluids: Role of Magnetic Saturation. Applied Physics Letters. 65(26):3410 - 3412.

[23] Ginder, J.M., L.C. Davis, and L.D. Elie.1995.Rheology of Magnetorheological Fluids:Models and Measurements.5th International Conference on ER Fluids and MR Suspensions.: World Scientific.

[24] Potanin, A.A., et al.1998.Rheological Probing of Structure and Pigment-Resin Interactions inMagnetic Paints. Rheological Acta. 37:89-96.

[25] Foister, R.T.1997.Magnetorheological Fluids.US Patent 5667715. General

Motors Corporation: USA.

[26] Hiemenz, P.C.1986.Principle of Colloid and Surface Chemistry. Undergraduate Chemistry. ed. J.J. Lagowski. New York: Marcel Dekker, Inc.Vol. 4

[27] Rankin, P.J., A.T. Horvarth, and D.J. Klingenberg.1999.Magnetorheology

in Viscoplastic Media. Rheological Acta. 38:471-477.

[28] Inoue, H., H. Fukke, and M. Katsumoto.1990.Effect of Polymer Adsorbed Layer on Magnetic Particle Dispersion. IEEE Transactions on Magnetics. 26(1):75 - 76.

[29] Phulé, P.P.1999.Magnetorheological Fluid, in United States Patent. University of Pittsburgh: USA.

[30] Bozorth, R.M., 1978, Ferromagnetism. New York: IEEE Press.

[31]L.Fuentes, M. Reyes.2002.Difracción de rayos X. Mineralogía

analítica.Dirección de extensión y difusión cultural.Chihuahua, México p. 204-

205.

[32]Alan Rawle.Principios básicos del análisis del tamaño de partículas. Malvern Instruments Ltd, England.Ref:WR141AT

[33]Eckhard limpert,Werner A. Stahel, and Markus abbt.2001.Log-normal distributions across the sciencies: keys and clues.BioScience.51(5):341-351.

[34] Eudaldo Garcia T. Arnardo González A.,Sergio García G.,José L. Sánchez L. 1986.Metodos experimentales de magnetismo.editorial pueblo y educación p.43.

[35]J. David Carlson, Jeannine C. Jones.Aqueous Magnetorheological Material. Patente numero US 5,670,077.

[36] Sung Taek Lim, Min Seong Cho, In Bae Jang, Hyoung Jin Choi.2004.Magnetorheological characterization of carbonyl iron based suspension stabilized by fumed silica. Journal of magnetism and magnetic materials.282:170-173.

[37] Ioan Bica.2004.Magnetorheological Suspension Electromagnetic Brake. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 270:321-326.

[38] Owen, E.A.Yates.E.L.2003. Precision measurements of crystal parameters.. Journal of Chemical Physics.3: 605-616.ICSD #52258

[39] D.Cullity, Elements of X-ray diffraction, B. Second Edition, Addison-Wesley Publishing Company

[40] William W. Scott Jr. 1990. Binary alloy phase diagrams.second edition.Thaddeus B. Massalski. The materials information society.2:p.1742.