

LUBRICANTES MAGNETOVISCOSOS



TESIS DOCTORAL

GUILLERMO RAMÓN IGLESIAS SALTO

**DEPARTAMENTO DE FÍSICA APLICADA
UNIVERSIDAD DE GRANADA**

Granada, 2008

Editor: Editorial de la Universidad de Granada
Autor: Guillermo Ramón Iglesias Salto
D.L.: GR. 2856-2008
ISBN: 978-84-691-8341-0

D. Fernando González Caballero y D. Juan de Dios García López-Durán, Catedrático y Profesor Titular, respectivamente, del Departamento de Física Aplicada de la Universidad de Granada,

CERTIFICAN:

Que el trabajo de investigación que se presenta en esta memoria, titulado

LUBRICANTES MAGNETOVISCOSOS

ha sido realizado en el Departamento de Física Aplicada de la Universidad de Granada, bajo nuestra dirección, por el Licenciado D. Guillermo Ramón Iglesias Salto, y constituye su Tesis Doctoral.

Con esta fecha, autorizamos su presentación ante la Universidad de Granada.

Granada, 29 de octubre de 2008

**Dr. Fernando González
Caballero**
Catedrático del Departamento
de Física Aplicada.
Universidad de Granada

**Dr. Juan de Dios
García López-Durán**
Prof. Titular del Departamento
de Física Aplicada.
Universidad de Granada

El doctorando
Guillermo Ramón Iglesias Salto

ÍNDICE

CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN.

1.1. Generalidades	3
1.2. Los fluidos magnetorreológicos	6
1.2. Objetivos científicos	14
1.3. Metodología y plan de trabajo	16

CAPÍTULO 2 ESTABILIDAD DE FLUIDOS MAGNETORREOLÓGICOS CONCENTRADOS.

2.1. Introducción	21
2.2. Materiales	
<i>a. Suspensiones en aceite de silicona y en aceite mineral</i>	23
<i>b. Preparación de los ferrofluidos</i>	28
2.3. Métodos experimentales	
<i>a. Método de medida de altura de sedimento</i>	31
<i>b. Método de inducción magnética</i>	35
2.4. Resultados y discusión	
<i>a. Suspensiones de hierro en aceite de silicona.</i>	52
<i>b. Suspensiones de hierro en aceite mineral con estabilizantes en disolución.</i>	60
<i>c. Fluidos magnetorreológicos bimodales</i>	65

CAPÍTULO 3 REDISPERSIÓN DE FLUIDOS MAGNETORREOLÓGICOS CONCENTRADOS.

3.1. Introducción	73
3.2. Materiales y métodos experimentales	
<i>a. Materiales</i>	74
<i>b. Redispersión</i>	75
<i>c. Protocolo de medida</i>	79
3.3. Resultados y discusión	
<i>a. Comparación entre las suspensiones FMR1 y FMR2.</i>	82
<i>b. Fluidos magnetorreológicos bimodales</i>	88

CAPÍTULO 4. MAGNETORREOLOGÍA

4.1. Introducción	93
4.2. Materiales y métodos experimentales	
<i>a. Materiales</i>	98

<i>b. Métodos experimentales</i>	98
4.3. Resultados y discusión	
<i>a. Comparación entre las suspensiones FMR1 y FMR2.</i>	99
<i>b. Comportamiento MR en función de la temperatura.</i>	104
<i>c. Magnetorreología de suspensiones bimodales</i>	111

CAPÍTULO 5. TRIBOLOGÍA.

5.1. Introducción	123
5.2. Amortiguadores hidráulicos. Fundamentos	127
5.3. Ensayos y caracterización del amortiguador	135
5.4. Materiales y métodos experimentales	
<i>a. Materiales</i>	143
<i>b Métodos experimentales</i>	144
5.5. Resultados y discusión	
<i>a. Comparación entre las suspensiones FMR1-32% y FMR2.</i>	149
<i>b. Fluido FMR1-32%: histéresis magnetorreológica y respuesta tribológica.</i>	160
<i>c. Suspensiones Bimodales.</i>	169

CAPÍTULO 6. CONCLUSIONES

183

CAPÍTULO 8. BIBLIOGRAFÍA

195

ANEXOS

211

- P200502282-ES2284347.** .D.G.Durán, G.R. Iglesias, A.V. Delgado, F. González-Caballero. "Method and device for the determination of the sedimentation velocity and concentration profile of particles in magnetic and magnetorheological fluids", (Spain, 13/09/2005).
- P200601189** (Spain) **PCT/ES2007/000266** (European) .D.G.Durán, G.R. Iglesias, A.V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli. "Footwear with damping". (Spain, 27/04/2006); (European, 27/04/2007). **WO/2007/125148** "Footwear with shock-absorbing effect". (08/11/2007).
- 2008946540**-.D.G.Durán, G.R. Iglesias, A.V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli. "Distributed-pressure saddle" (Spain, 16/08/2008).
- (pending number)** D.G.Durán, G.R. Iglesias, A.V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli. "Improved, continuously adapted crutch based on magnetorheological fluids" (Spain, 14/11/2008).
- P200602735-EPO 7119395.7** J. D. G. Durán, F. González Caballero, A. V. Delgado, G. R. Iglesias, M. López-López, M. L. Jiménez Olivares, L. Fernández Ruiz-Morón, J. Insa Moneo.

“Magnetorheological fluid” (Spain, 26/10/2006); (European, 26/10/2007)

P200700104- *J. D. G. Durán, F. González Caballero, A. V. Delgado, G. R. Iglesias, M. López-López, M. L. Jiménez Olivares, L. Fernández Ruiz-Morón, J. Insa Moneo. “Magnetic and magnetorheological fluid as filler compunds” (Spain, 29/12/2006)*

P200801895- *J. D. G. Durán, F. González Caballero, A. V. Delgado, G. R. Iglesias, M. López-López, M. L. Jiménez Olivares, L. Fernández Ruiz-Morón, J. Insa Moneo. “Magnetorheological fluid (FMR)” (Spain, 8/06/2008)*

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

INTRODUCCIÓN

1.1. Generalidades.

En los últimos años, el desarrollo de los denominados materiales inteligentes ha experimentado un gran auge. La principal característica de estos materiales reside en que sus propiedades varían cuando se modifica alguna variable externa o cuando sufren la acción de un campo de fuerzas externo. [Ginder (1996); Phulé (1998)]. Este es el caso de los materiales que exhiben propiedades como: ferroelectricidad, piroelectricidad, magnetostricción, electro-croísmo, entre otros. La mayoría de estos materiales se utilizan en estado sólido, o bien recubriendo en finas capas a un substrato determinado. Existe además un conjunto de materiales/fluidos que son sensibles a la acción de campos magnéticos externos (“field-responsive fluids”). Este conjunto engloba a los fluidos magnetorreológicos (FMR) [Bossis y cols. (2002); Ginder (1996); Phulé (1998)], los ferrofluidos (FF) [Charles (2002); Odenbach (2003); Rosensweig (1985)], los materiales electrorreológicos (ER) [Phulé (1998)] y algunos tipos de geles poliméricos [Bossis y cols. (2002); Charles, (2002)]. La diferencia principal entre estos y los usualmente denominados materiales inteligentes tradicionales, radica en el hecho de que por lo general son dispersiones o geles, en lugar de sólidos [Phulé (1998)].

En efecto, en la mayoría de los casos, los fluidos con respuesta a campos externos son dispersiones de partículas en un medio líquido, cuyas propiedades reológicas pueden controlarse con ayuda de un campo externo eléctrico o magnético. A pesar de que las aplicaciones de estos fluidos han atraído el interés comercial en los últimos años,

hay constatación bibliográfica de que la idea de preparar fluidos que responden a los estímulos de un campo externo datan de mediados del siglo XIX [Riordan y Hoddenson (1997)].

De manera más relevante, el interés por la preparación y aplicaciones de estos tipos de fluidos se describieron por primera vez a finales de la década de 1940, cuando Winslow (1949) describió los primeros fluidos electrorreológicos, consistentes en dispersiones coloidales de partículas dieléctricas en un medio no conductor. Es característico que en presencia de un campo eléctrico externo, las suspensiones ER experimentan un incremento de su esfuerzo umbral o de fluencia (o esfuerzo de cizalla mínimo para que el sistema comience a fluir). El mecanismo más aceptado para explicar la aparición o el aumento del esfuerzo umbral supone que el campo eléctrico (del orden de los kV/mm) induce un momento dipolar en las partículas dieléctricas, de modo que estas se alinean con el fin de minimizar la energía de interacción dipolo-dipolo. Por tanto, es necesario aplicar al sistema un esfuerzo de cizalla suficiente para romper la estructura generada entre las partículas. En los últimos años, el desarrollo de dispositivos ER no ha desembocado en aplicaciones tecnológicas comercialmente viables, principalmente por las siguientes razones: bajos esfuerzos umbrales (máximos de 10 kPa), dependencia del esfuerzo umbral con la temperatura, sensibilidad a las impurezas que pueden alterar los mecanismos de polarización y la necesidad de dispositivos capaces de proporcionar campos eléctricos intensos que son relativamente costoso en comparación con los que se utilizan para generar campos magnéticos muy intensos (inducción magnética del orden de 1 T).

Desde que en la década de 1948 Rabinow describiera el efecto magnetorreológico y durante las dos décadas siguientes aparecieron numerosos trabajos sobre suspensiones de partículas coloidales magnéticas [Rosensweig (1985)]. Sin embargo, sus aplicaciones tecnológicas se vieron obstaculizadas por el elevado consumo energético que suponía obtener partículas coloidales magnéticas por trituración. Sólo cuando se propusieron métodos de síntesis de partículas magnéticas nano- o micrométricas se comenzaron a desarrollar dispositivos tecnológicos que utilizaban este tipo de suspensiones. En la década de 1960 se comenzó a preparar ferrofluidos con nano-partículas sintéticas [Papell (1965)]. Se trata de dispersiones coloidales de partículas ferri o ferromagnéticas de pequeño tamaño del orden de 10 nm [Bica y cols. (2002); Kin y cols. (2001); Massart (1981)]. Para estos tamaños las partículas son monodominios magnéticos, y la suspensión se comporta como un medio paramagnético de elevada imanación, o superparamagnético.

La estabilidad coloidal de los ferrofluidos esta comprometida por la existencia de fuerzas de atracción de van der Waals que pueden provocar la agregación y separación de fases en la suspensión. De ahí que desde muy pronto [Rosensweig (1985)] se propusiera la adición de compuestos (tensioactivos, polímeros de bajo peso molecular), que al absorberse sobre las nano-partículas, son capaces de conferir estabilidad a los ferrofluidos por repulsión estérica entre las partículas. Se han encontrado aplicaciones tecnológicas para los ferrofluidos en muy diversos campos, tales como: sistemas de sellado magnético [Ferrotec (2006)], en procesos de separación controlada de materiales [Parsonage (1988)], detección de dominios magnéticos en

materiales sólidos [Wolfe y North (1974)], pulido de lentes ópticas [Holton (1993); Shimada y cols. (2002)], en sistemas de refrigeración de altavoces de gran potencia, tintas de impresora [Océ (2006); Xerox (2006)] y dispositivos magnetotérmicos (refrigeración de grandes transformadores) [Ferrotec (2006)] y portadores magnéticos de fármacos [Alexiou y cols. (2004); Elaissari (2003); Durán y cols. (2008)].

1.2. Fluidos Magnetorreológicos.

En el presente trabajo de investigación se han utilizado ferrofluidos y sobre todo fluidos magnetorreológicos para preparar lubricantes activos. Dedicaremos, por tanto, una especial atención a los FMR. Estos son suspensiones coloidales compuestas por partículas ferro- o ferrimagnéticas con tamaños comprendidos entre 0,1 y 10 μm dispersas en medios líquidos polares o apolares. Como hemos señalado anteriormente, fueron descritos por primera vez por Rabinow en 1948 y para su preparación se han utilizado distintos tipos de materiales magnetizables, desde cerámicas a metales y sus aleaciones. El tamaño de las partículas empleadas hace que, desde el punto de vista magnético, sean multidominio. Por otra parte, es conveniente que sean magnéticamente blandas (ciclo de histéresis estrechos: campo coercitivo y magnetización remanente muy pequeño) para evitar la formación de agregados en ausencia de campo externo. Esto favorece que se comporten como fluidos prácticamente newtonianos en ausencia de campo magnético.

El material más comúnmente empleado en la preparación de los fluidos MR es el hierro puro derivado de la descomposición de compuestos de hierro carbonilo [Bossis, (2002)].

Los fluidos magnetorreológicos poseen viscosidades aparentes comprendidas entre 0,1 y 1 Pa·s en ausencia de campo. Cuando se les aplica un campo magnético externo experimentan una rápida transformación de fluidos newtonianos a fluidos de tipo plástico o pseudo-plástico, caracterizado por la existencia de elevados esfuerzos umbrales, de forma reversible y muy rápida: el tiempo de respuesta es del orden de 1 ms. De modo similar al mecanismo ER, la aplicación del campo magnético provoca que las partículas magnéticas se magneticen, comportándose como diminutos imanes. La energía de interacción magnética entre las partículas puede minimizarse si las partículas se alinean en la dirección del campo magnético. Es necesaria la aplicación de un esfuerzo mecánico para deformar estas estructuras formadas en el fluido magnetorreológico, lo que se manifiesta en la existencia del esfuerzo umbral que aumenta con la intensidad del campo magnético. Dependiendo de su composición, y a la densidad de flujo magnético, los fluidos MR pueden mostrar esfuerzos umbrales de hasta 100 kPa, tanto mayores cuanto mayor sea la imanación de saturación de las partículas magnéticas en suspensión. Sin embargo, el coste y la disponibilidad de estos materiales puede ser un factor limitante. Como ocurre para los fluidos ER, el efecto MR es reversible lo que favorece la incorporación de estos materiales en distintas aplicaciones tecnológicas, como veremos más adelante.

Aunque, como hemos mencionado, las partículas de hierro constituyen el componente sólido más comúnmente utilizado en la

formulación de los fluidos MR, también se han utilizado con frecuencia ferritas de cobalto [Carlson y Weiss (1995); de Vicente (2002)], ferritas de manganeso-zinc, ferritas de níquel-zinc [Phulé y cols. (1997)] y magnetita [Viota y cols. (2005)] como posibles alternativas. Sea cual sea la fase sólida, es preferible que las partículas sean químicamente puras (menor número de defectos en los dominios magnéticos), con alta magnetización de saturación (se pueden alcanzar mayores valores de esfuerzo umbral) y magnéticamente blandas (campos coercitivos próximos a cero favorecen la reversibilidad en el efecto magnetorreológico). De acuerdo con estos requisitos, las partículas de hierro son las más adecuadas. No es aconsejable la presencia de impurezas o de partículas abrasivas en el fluido MR, ya que pueden provocar fenómenos tribológicos indeseados en muchas de sus aplicaciones tecnológicas. El tamaño de las partículas es igualmente importante. Emplear partículas con tamaños superiores a $1\ \mu\text{m}$, genera altas respuestas MR, si bien se favorece igualmente la separación de fases por sedimentación, por lo que en la práctica no es conveniente superar tamaños de cómo mucho $5\ \mu\text{m}$. Los materiales magnéticos (hierro, ferritas) poseen una densidad mucho mayor que la de la mayoría de los líquidos portadores. Por esta razón, la estabilización de estas partículas micrométricas frente a la sedimentación gravitatoria es uno de los mayores retos a superar de cara a las aplicaciones tecnológicas de los FMR [Charles (2002); de Vicente y cols. (2000); Ginder (1996)].

Posibles soluciones podrían ser la disminución del tamaño de las partículas magnéticas y el uso de líquidos portadores con altas densidades y viscosidades, pero la necesidad de que las partículas sean multidominios magnéticos y de que la viscosidad del FMR sea lo más

pequeña posible en ausencia de campo magnético hace que las soluciones citadas anteriormente no sean satisfactorias. Por otra parte, es esencial impedir la agregación de las partículas magnéticas, puesto que ello aceleraría aún más la separación de fases. Además, la existencia de agregación irreversible impide el encadenamiento en estructuras regulares bajo la acción del campo, lo que redundaría en una disminución del efecto MR.

Se han propuesto diversos métodos para mejorar la estabilidad de los FMR frente a proceso de sedimentación y/o agregación. Cabe citar:

- (1) Reduciendo el tamaño de las partículas [Kormann y cols. (1996)].
- (2) Mediante la adición de agentes tixotrópicos (fibras de carbón anisótropo, nano-partículas de sílice, arcillas orgánicas) [Bossis y cols. (2002); Charles (2002); de Vicente y cols. (2002, 2003); Durán y cols. (2008); Shtarkman (1991); van Ewijk y Philipse (2001); Volkova (1998); Volkova y cols. (2000);].
- (3) Utilizando fluidos viscoplásticos como medios de suspensión [Rankin y cols. (1998, 1999)].
- (4) Mediante el uso de emulsiones agua-aceite como medio de dispersión [Park y cols. (2001)].
- (5) Por adición de tensioactivos que proporcionen repulsión estérica entre las partículas (sales de ácidos grasos) [Durán y cols. (2008); Rosensweig (1985); Winslow (1949)].
- (6) Mediante la adición de partículas magnéticas de tamaño nanométrico estabilizadas estéricamente [Chen y cols. (1998); Chin y cols. (2001); López-López y cols. (2005)].

La composición de la fase líquida juega también un papel muy relevante en las propiedades de los fluidos MR, más allá de su función como simple medio de suspensión de la fase magnéticamente activa. Se han utilizado aceites de silicona [Margida y cols. (1996); Phulé (1998)], aceites minerales sintéticos o semi-sintéticos [Ashour y cols. (1996)] o la combinación de estos con otros líquidos polares [Kormann y cols. (1995)]. También se han empleado líquidos portadores acuosos [de Vicente (2002); Viota y cols. (2005)]. Al escoger la fase líquida, y dependiendo de la posible aplicación tecnológica en particular, es importante considerar su temperatura de ebullición, su presión de vapor a altas temperaturas y su temperatura de solidificación. En la mayoría de los fluidos MR es deseable que la viscosidad en ausencia de campo magnético sea la menor posible para que el efecto MR sea lo más acusado. Por la misma razón, la variación de la viscosidad con la temperatura ha de ser lo menor posible, especialmente cuando los FMR se destinan a aplicaciones en las que la temperatura de trabajo varía en un amplio intervalo, como ocurre en lubricantes para amortiguadores.

Con el fin de mejorar las prestaciones de los fluidos MR se suelen incorporar distintos tipos de aditivos que minimicen la sedimentación de las partículas magnéticas, que mejoren su redispersión y que inhiban la oxidación (en el caso de utilizar partículas magnéticas metálicas). Para disminuir la sedimentación y facilitar la redispersión de los fluidos magnetorreológicos, se suelen añadir aditivos gelificantes, como por ejemplo nanopartículas de sílice [de Vicente (2002); López-López y cols. (2005); Shtarkman, (1991); Viota y cols. (2007)] o bien tensioactivos como ácidos grasos o sus

sales [Winslow (1949)]. El gel formado debe tener un esfuerzo umbral pequeño para que pueda fluir fácilmente en ausencia de campo [Bossis y cols. (2002)]. Otro problema asociado a este tipo de fluidos es por ejemplo, el debido a la corrosión de las partículas magnéticas metálicas: cuando se emplean fluidos magnetorreológicos en amortiguadores se han medido aumentos en un factor tres de la viscosidad a campo cero tras 600000 ciclos. Carlson y Weiss (1994) identificaron este aumento de la viscosidad con los fragmentos producidos por las partículas oxidadas.

Por último, debemos mencionar que actualmente los fluidos MR más prometedores son aquellos que se preparan utilizando ferrofluidos como medio de dispersión [Kormann y cols., (1995)]. Ginder (1996), obtuvo valores de esfuerzo umbral hasta cuatro veces superiores a los obtenidos con cualquier otro medio líquido. La explicación de este incremento reside en que la energía de interacción magnética entre dos partículas suspendidas en un medio con permeabilidad relativa μ_m , depende linealmente de μ_m , y, en el caso de ferrofluidos, μ_m puede ser significativamente mayor que la del líquido portador. En consecuencia, la agregación de las partículas micrométricas puede verse impedida por la acción de las partículas nanométricas, lo que mejora la estabilidad coloidal de los FMR [Modesto y cols. (2005)].

Las aplicaciones de los fluidos MR están fundamentalmente centradas en el control de vibraciones. La mayoría de las investigaciones se han realizado en:

- (i) El sector automovilístico para sistemas de amortiguación, embrague y frenos [Ahn y cols., (2005); Carlson y Weiss

- (1994); Jolly y cols., (1996); Neelakantan y Washington, (2005); Rheonetic]
- (ii) Sistemas de control antisísmico [Carlson y Spencer, (1996); Choi y cols., (2004); Dyke y cols., (1996); Gavin y Hanson, (1998); Hartsock y cols., (1991); Kamath y cols., (1998)].
 - (iii) Desarrollo de pantallas táctiles [Liu y cols., (2005)] y detección de dominios magnéticos en materiales sólidos [Wolfe y North (1974)].
 - (iv) Fabricación de amortiguadores para su uso en electrodomésticos, automóviles [Carlson y Spencer (1996); Choi y col. (2004); Dyke y col. (1996); Gavin y Hanson (1998); Ginder y col. (1996); Ginder (1998); Hartsock y col. (1991); Kamath y col. (1998)]; y (iv)
 - (v) Biomedicina, prótesis y portadores magnéticos de fármacos [Alonso (2004); Arias y col. (2001); Williams (1992); Elaissari y cols., (2003); Liu y cols., (2001)].
 - (vi) Otras aplicaciones tales como: Calzado con amortiguación [Durán y cols (2005)], Estructura de relleno con fluidos magnéticos y magnetorreológicos (2006)], [Durán y cols (2008)], Bastón magnetorreológico [[Durán y cols (2008)], Silla de montar de presión distribuida [Durán y cols (2008)].

Hoy día son muchos los proyectos de investigación que se realizan en este campo, con financiación pública o privada, donde empresas como *Ford Motor Company*, *General Motors* y *Lord Corporation* han obtenido considerables avances técnicos. Así mismo, en el sector europeo de la industria de lubricantes, la compañía española Repsol-YPF ha desarrollado desde el año 2002, junto a nuestro grupo de

investigación, nuevos lubricantes magnetorreológicos para amortiguadores.

En la presente memoria presentaremos los principales avances realizados en e marco de dicha colaboración, de la que han resultado algunas publicaciones en revistas internacionales, comunicaciones a congresos y algunas patentes nacionales o europeas. Destacamos las siguientes:

- (i) *P200502282* – J. D. G. Durán, G. R. Iglesias, A. V. Delgado, F. González-Caballero. “Método y aparato para la determinación de la velocidad de sedimentación y el perfil de concentración de partículas en fluidos magnéticos y magnetorreológicos”, (Spain, 13/09/2005).
- (ii) *P200601189* - J. D. G. Durán, G. R. Iglesias, A. V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli. “Calzado con amortiguación”. (Spain, 27/04/2006).
- (iii) *P20060235* - J. D. G. Durán, F. González Caballero, A. V. Delgado, G. R. Iglesias, M. López-López, M. L. Jiménez Olivares, L. Fernández Ruiz-Morón, J. Insa Moneo. “Fluido Magnetorreológico” (Spain, 26/10/2006)
- (iv) *PCT / ES2007/000266*-J. D. G. Durán, G. R. Iglesias, A. V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli. “Calzado con amortiguación”. (European, 27/04/2007).
- (v) *EPO 7119395.7* - J. D. G. Durán, F. González Caballero, A. V. Delgado, G. R. Iglesias, M. López-López, M. L. Jiménez Olivares, L. Fernández Ruiz-Morón, J. Insa Moneo. “Fluido Magnetorreológico” (26/10/2007)
- (vi) *WO/2007/125148* - J. D. G. Durán, G. R. Iglesias, A. V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli. “Footwear with shock-absorbing effect”. (08/11/2007)

- (vii) *2008946540* - J. D. G. Durán, G. R. Iglesias, A. V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli.. “Silla de equitación o de montar ecuestre ergonómica y adaptable” (Spain, 16/08/2008)
- (viii) *P200700104* - J. D. G. Durán, G. R. Iglesias, A. V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli “Estructura de relleno con fluidos magnéticos y magnetorreológicos” (Spain, 29/12/2006)
- (ix) J. D. G. Durán, F. González Caballero, A. V. Delgado, G. R. Iglesias, M. López-López, L. Fernández Ruiz-Morón, J. Insa Moneo. “Fluido Magnetorreológico Bimodal” (Spain, 26/10/2006)
- (x) J. D. G. Durán, F. González Caballero, A. V. Delgado, G. R. Iglesias, M. López-López, L. Fernández Ruiz-Morón, J. Insa Moneo. “Fluido Magnetorreológico (FMR)” (EPO, pending number)
- (xi) J. D. G. Durán, G. R. Iglesias, A. V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli.. “Muleta mejorada de adaptación continua mediante fluidos magnéticos y magnetorreológicos” (Spain, pending number)

1.3. Objetivos científicos.

Los objetivos generales del presente trabajo fueron los siguientes:

- a. **Preparación de fluidos magnetorreológicos estables.** La falta de estabilidad de los FMR frente a procesos de agregación irreversible y de sedimentación es la mayor limitación de estos fluidos para la extensión a gran escala con vistas a su aplicación tecnológica. Se ha propuesto la adición de agentes dispersantes (polímeros o tensioactivos) y de agentes viscosizantes (polímeros, nanopartículas de

magnetita) para evitar la agregación y la sedimentación respectivamente [Bossis y col. (2002); Muñoz y col. (2001)]. El análisis del efecto de la incorporación de algunos de estos aditivos en un lubricante magnetorreológico representa uno de los principales retos de este trabajo.

- b. **Sintetizar partículas de magnetita.** De tamaño submicrométrico y razonablemente monodispersas para preparar ferrofluidos concentrado estables que actúen como líquido portador.
- c. Puesta a punto de un método no óptico para estudiar la estabilidad de FMR concentrados. La escasez de trabajos en los que se analice de una forma adecuada dicha estabilidad se debe básicamente a la imposibilidad de utilizar métodos ópticos, debido a la opacidad de las suspensiones.
- d. **Diseño de un método para estudiar cuantitativamente la redispersabilidad de FMR concentrados.** Frecuentemente se mencionan en la bibliografía [Phule (2002); Modesto (2008)] que conseguir que las suspensiones MR sean fácilmente redispersables tras prolongados tiempos de reposo es incluso más importante que evitar que sedimenten rápidamente. Sin embargo, que sepamos, existen pocos trabajos que estudien cuantitativamente la facilidad de redispersión de los sedimentos.

- e. **Estudiar de las propiedades magnetorreológicas de los FMR preparados.** Después de analizar la eficacia de los distintos agentes estabilizantes, será necesario estudiar las propiedades reológicas, tanto en ausencia como en presencia de campo magnético, de aquellos FMR que siendo estables puedan tener mayor interés como lubricantes activos. Una variable adicional de interés en el estudio magnetorreológico será la temperatura, por cuanto los lubricantes han de responder adecuadamente en un amplio intervalos de temperaturas de trabajo.

- f. **Ensayar el comportamiento tribológico de los FMR preparados en amortiguadores comerciales MR.** Después de seleccionar aquellos lubricantes FMR que presentan las mejores prestaciones en cuanto a estabilidad, redispersión y comportamiento magnetorreológico, es necesario probar su funcionamiento en amortiguadores MR. Para ello, es necesario realizar ensayos tribológicos en un banco de pruebas de amortiguadores.

1.4. Metodología y plan de trabajo

Teniendo en cuenta los objetivos planteados anteriormente, el presente trabajo se inicia con la preparación de diversos FMR y la búsqueda de aditivos específicos para mejorar las propiedades de estabilidad y redispersión sin comprometer las propiedades magnetorreológicas, que serán claves para su aplicabilidad como

lubricantes, bajo estas ideas generales, el presente trabajo se ha sido organizado en tres bloques:

En el primer bloque (Capítulos 2 y 3), estudiaremos la estabilidad y redispersión de FMR concentrados que contienen partículas de hierro micrométrico como fase sólida. Se ensayó el efecto de: *(i)* adición de compuestos solubles en aceite base que se utilizó como fase líquida, y *(ii)* en el uso de ferrofluidos estables como medio portador de las partículas de hierro, es decir, de FMR con bimodalidad extrema respecto a la distribución de tamaños de las partículas magnéticas que contienen.

En el segundo bloque estudiaremos la respuesta magnetorreológica de las distintas suspensiones preparadas, se utilizará un reómetro que permita determinar las propiedades reológicas de los FMR tanto en ausencia como en presencia de campo magnético. Se analizarán las cantidades óptimas de aditivos estabilizantes y, en su caso, de nanopartículas magnéticas que permitan maximizar el efecto magnetorreológico (Capítulo 4).

En el tercer bloque (Capítulo 5) presentamos los ensayos realizados en un amortiguador magnetorreológico comercial cargado con lubricantes MR previamente preparados. Los ensayos se realizaron en un amortiguador modelo MagneRide de la compañía Delphi y los ensayos se realizaron en un banco de pruebas MTS850, para ensayos dinámicos de amortiguadores de automoción, propiedad de REPSOL YPF e instalada en la Escuela de Ingenieros Industriales de la Universidad Politécnica de Madrid. En todos los ensayos

realizados, se compararán los resultados con los obtenidos utilizando un lubricante MR comercializado por Lord Corporation (USA).

En el Capítulo 6, presentaremos las principales conclusiones que se extraen de este trabajo.

El Capítulo 7 recoge la bibliografía citada a lo largo de la presente memoria.

Finalmente en el anexo final se incluye las patentes derivadas de este trabajo. Algunas sobre los mismos tópicos incluidos en esta memoria y otras sobre aplicaciones de FMR desarrollados en nuestro laboratorio, en distintos dispositivos que no se han trasladado al texto de esta memoria.

CAPÍTULO 2

*ESTABILIDAD DE FLUIDOS
MAGNETORREOLÓGICOS
CONCENTRADOS*

2.1. Introducción

Las distintas aplicaciones tecnológicas de los FMR en embragues, frenos, amortiguadores o sistemas semiactivos de protección antisísmica [Bossis y cols. (2002); Dyke y cols. (1996); Ginder (1996); Ginder (1998); Hogan (1996); Leventon (1993); Phulé (1998)] hacen que, en la formulación de estos fluidos, se deban utilizar partículas magnéticas de tamaño micrométrico ($\sim 1-10 \mu\text{m}$) y elevada densidad ($\sim 5 - 8 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) para alcanzar efectos magnetorreológicos suficientemente intensos.

Habitualmente, estos FMR están afectados por fenómenos de agregación irreversible y sedimentación gravitatoria, con la consiguiente separación de fases que los inutiliza para su uso como lubricantes semiactivos. En los últimos años se han propuesto distintos métodos para la reducir la agregación y la sedimentación de las partículas en FMR:

- (i) Adición de agentes tixotrópicos (fibras de carbono, nanopartículas de sílice, arcillas orgánicas, polímeros) [Chin y cols. (2001); De Vicente y cols (2003); Durán y cols. (2008); López-López y cols. (2006, 2008); Muñoz y cols. (2001); Viota y cols. (2005, 2008)].
- (ii) Adición de tensioactivos (ácido oleico, estearato de aluminio o de litio) [Durán y cols. (2008); Jang y cols. (2005); López-López y cols. (2006, 2008); Phulé y cols. (1999); Viota y cols. (2005, 2008); Van Ewijk y cols. (1999)].

- (iii) Utilización de ferrofluidos concentrados o líquidos iónicos como portadores [Guerreo-Sanchez y cols. (2007); López-López y cols. (2005, 2006); Ngatu y cols. (2007); Park y cols. (2001); Poddar y cols. (2004); Rankin y cols. (1999), Viota y cols. (2007); Wereley y cols. (2006)].

Uno de los principales problemas que se presentan al estudiar la estabilidad de FMR es la ausencia de métodos experimentales adecuados aplicables a suspensiones con concentración muy elevada de partículas sólidas. Por ello, para el estudio de la estabilidad de FMR concentrados fue necesario desarrollar un dispositivo de medida especial, ya que a partir de concentraciones de partículas de hierro superiores al 1 % v/v los métodos basados en fenómenos ópticos no son útiles porque las suspensiones son opacas [Bordes y cols. (2003); López-López y cols (2005)]. Por ello en este trabajo se propone e implementa un nuevo dispositivo capaz de medir de forma cuantitativa y automática la velocidad de sedimentación en función del tiempo. Está basado en la medida de la frecuencia de resonancia de un circuito LC paralelo en el que la bobina rodea a la muestra objeto de estudio.

La descripción de este método de inducción electromagnética constituye el objetivo de la primera parte del capítulo.

En la segunda parte se investiga la cantidad óptima de aditivos que permiten estabilizar las suspensiones con alto contenido de hierro (hasta $\phi = 32$ %), sin perder de vista el requisito de que la suspensión final sea fácilmente redispersable. Como consecuencia de la alta concentración de hierro, es importante tener en cuenta la

pequeña remanencia magnética de las partículas que, junto con la atracción por fuerzas de Van der Waals, favorece su agregación irreversible. Como hemos mencionado, este es uno de los principales problemas que impiden obtener suspensiones estables o fácilmente redispersables [Phulé y cols. (1999)].

Finalmente, se estudia la estabilidad de un nuevo tipo de fluidos magnéticos: los fluidos magnéticos bimodales, que son suspensiones coloidales de micropartículas magnéticas dispersas en ferrofluidos estables. Sorprendentemente, la velocidad de sedimentación en estos nuevos FMR puede ser considerablemente más baja que la de los FMR tradicionales.

Es importante destacar que los aditivos utilizados en este trabajo son muy diferentes desde un punto de vista físico y químico y, por tanto, los mecanismos de estabilización de las suspensiones son diferentes. Estudiaremos el efecto estabilizante de: *(i)* aditivos solubles en el aceite portador (tensioactivos, polímeros reguladores de la viscosidad), y *(ii)* aditivos sólidos, como son las nanopartículas magnéticas que se dispersan en el ferrofluido portador.

2.2. Materiales

a) Suspensiones en aceite de silicona y en aceite mineral

Los materiales utilizados para la preparación de las suspensiones fueron los siguientes:

Partículas de hierro. Como fase dispersa se utilizaron partículas de hierro de tamaño micrométrico de calidad HQ (BASF,

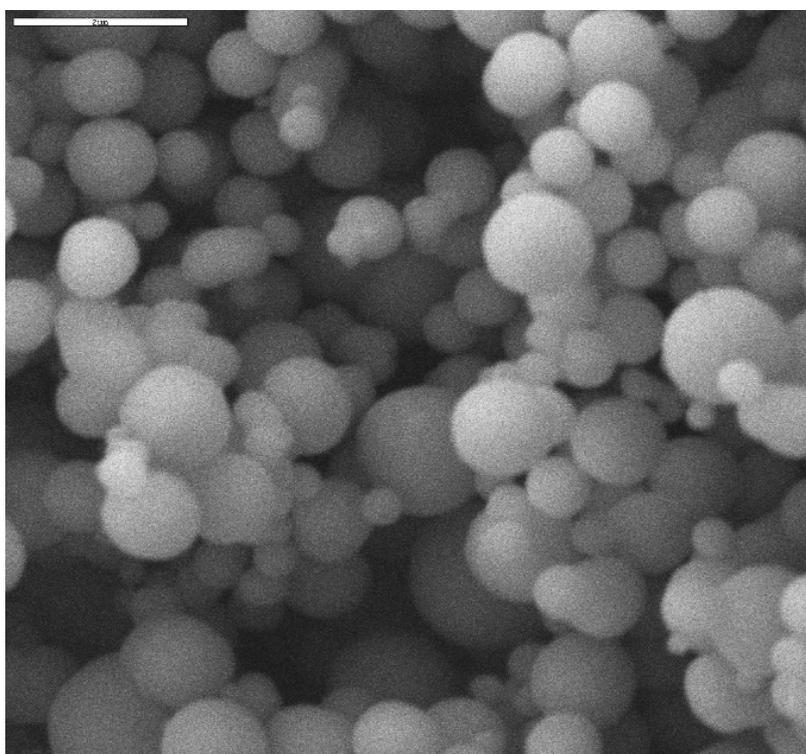
Alemania), obtenidas a partir de precursores de hierro carbonilo. La composición química y la distribución de tamaños se indican en la Tabla 2.1. Se eligieron estas partículas por tres razones:

- (i) Poseen elevada imanación de saturación (de la que depende la intensidad del efecto magnetorreológico).
- (ii) Tienen geometría aproximadamente esférica.
- (iii) Se puede disponer de cantidades suficientemente elevadas como para preparar FMR con alta concentración de hierro.

A partir de fotografías obtenidas con un microscopio electrónico de barrido (SEM), como la mostrada en la Figura 2.1 obtuvimos que el diámetro medio (\pm desviación estándar) era de 800 ± 240 nm, promediando sobre una muestra de 100 ± 3 partículas (véase la distribución de diámetros en la Figura 2.2). Se trata, además, de partículas poco porosas: su superficie específica fue determinada mediante adsorción de N_2 , según el método B.E.T. multipunto (dispositivo Quantasorb Jr., Quantachrome, USA.), obteniéndose un valor de $0,98 \pm 0,10$ m²/g.

Tabla 2.1 Características de las partículas de hierro según el fabricante (BASF).

Elemento	Concentración (% peso)
Hierro	min. 97,5
Carbono	0,7 - 1,0
Nitrógeno	0,7 - 1,0
Oxígeno	0,3 - 0,5
Distribución de tamaño de partícula	
Percentil 10 (10% menor que)	<1,0 μm
Percentil 50 (50% menor que)	<2,0 μm
Percentil 90 (90% menor que)	<3,0 μm
Densidad	7,50 g/cm^3

**Figura 2.1.** Fotografía con microscopio electrónico de barrido (SEM) de las partículas de hierro HQ. Longitud de la barra: 2 μm .

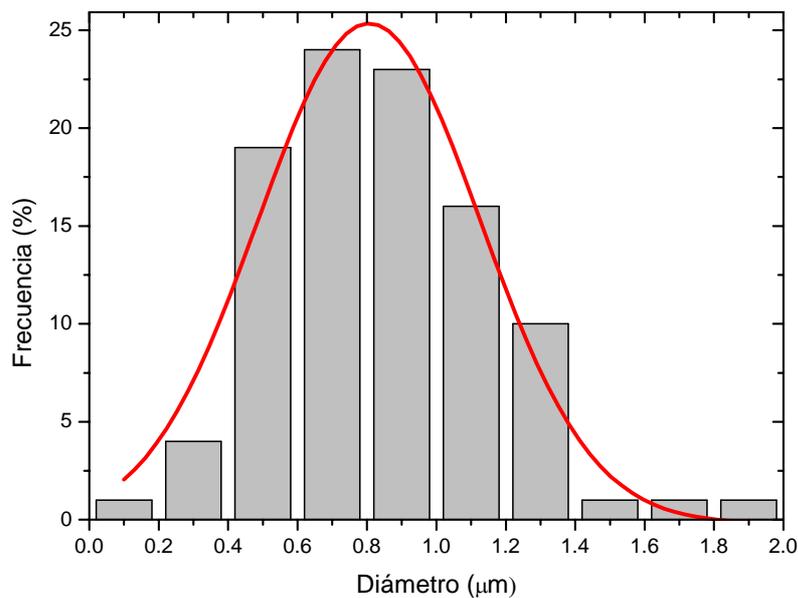


Figura 2.2. Distribución de tamaños de las partículas de hierro BASF HQ.

Líquidos portadores. Se han utilizado distintos líquidos apolares. El primero fue un aceite mineral de alta pureza suministrado por Repsol-YPF (España), cuya denominación es SN-60. Sus principales propiedades físicas son:

- (i) Densidad. Se midió con un densímetro DSM-500 (Anton Paar, Austria). Su valor a 25 °C fue de $954 \pm 1 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$.
- (ii) Constante dieléctrica. Medida con un dispositivo Dekameter DK-300 (WTW, Alemania). Su valor a 25 °C fue de $\epsilon_r = 2,6$

- (iii) Viscosidad. Se midió con un reómetro Bohlin CS-10 (Bohlin, Inglaterra), obteniéndose a 25 °C un valor de $\eta = 30,8 \pm 0,3$ mPa·s.

También se utilizaron: hexano (viscosidad a 25 °C: $\eta = 0,314$ mPa·s) y varios aceites de silicona con viscosidades de 10, 20, 50, y 100 mPa·s, suministrados por Panreac (España) y Aldrich (Alemania).

Aditivos. Los aditivos utilizados para conseguir la composición óptima que permitiera obtener FMR estables, fácilmente redispersables y con elevada respuesta MR fueron los siguientes: *(i)* estearato de aluminio, que actúa como tensioactivo para evitar la agregación, suministrado por Sigma-Aldrich (Alemania); *(ii)* una mezcla de polímeros (lo denominaremos PMV) utilizados como modificadores de viscosidad suministrados por REPSOL-YPF (España), que contiene un polímero de 2-alcoxi-dialquil-succinato con un peso molecular medio entre 1000 y 5000 g/mol y el segundo un copolímero de estireno y dialquil-fumarato con un peso molecular medio entre 80.000 y 130.000 g/mol. El polímero de 2-alcoxi-dialquil-succinato es un polímero formado por un solo monómero en el que tanto el radical alcoxi como los dos radicales alquílicos pueden contener entre ocho y doce átomos de carbono. El copolímero de estireno y dialquil-fumarato es un copolímero de bloque que contiene dos monómeros que son estireno y dialquil-fumarato, en este último el radical alquilo puede contener entre ocho y doce átomos de carbono; *(iii)* ácido oleico (Sigma-Aldrich, Alemania), que se utilizó como tensioactivo en la preparación de los ferrofluidos.

a) Preparación de las suspensiones en aceite de silicona o en aceite mineral.

En general, la preparación de FMR es relativamente simple y suele ser suficiente con mezclar los ingredientes (partículas magnéticas, medio de dispersión, aditivos, etc.) mediante agitación y/o ultrasonidos [Charles (2002)]. Sin embargo, cuando la concentración de hierro ha de ser elevada (hasta el 32 % v/v en algunos ensayos), es muy importante establecer un protocolo de mezcla que permita un adecuado mojado de las partículas sólidas y la obtención de una suspensión homogénea. El procedimiento de preparación más adecuado propuesto incluye las siguientes etapas:

- (i) Disolución en el aceite base de las cantidades adecuadas de aditivos solubles con agitación mecánica (Heidolph RZR 2100, Alemania) a 400 rpm durante 10 minutos.
- (ii) Adición progresiva de las partículas de hierro bajo agitación continua a 400 rpm durante 10 minutos con el mismo agitador.

b) Preparación de los ferrofluidos.

Para preparar los ferrofluidos se sintetizaron partículas nanométricas de magnetita recubiertas por ácido oleico siguiendo el procedimiento propuesto por López-López y cols. (2005). Este consta de las siguientes etapas:

- (i) Mezcla de disoluciones de sales de Fe(II) y Fe(III). Se disuelven 18 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y 34 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 175 y 200 mL de agua, respectivamente. A continuación, se mezclan las dos disoluciones.
- (ii) Coprecipitación de hidróxidos. Inmediatamente después de mezclar las dos disoluciones, se añaden 88 mL de una disolución de amoníaco al 30 % de modo que se alcance un $\text{pH} = 10$. Esta adición se realiza lentamente bajo agitación mecánica intensa para que la disolución permanezca lo más homogénea posible en cada momento.
- (iii) Adición de ácido oleico. A continuación, se añaden 8 mL de ácido oleico a la disolución alcalina y la emulsión resultante se envejece durante 1 hora a 25 °C bajo agitación mecánica intensa. Transcurrido este tiempo, se calienta la mezcla a una velocidad de 2 °C/min hasta alcanzar 95 °C, con objeto de transformar los hidróxidos en magnetita. En cuanto se alcanzan los 95 °C, la suspensión se enfría a temperatura ambiente.
- (iv) Adsorción de ión oleato. Después de enfriarla, se acidifica la suspensión hasta $\text{pH} = 5$ añadiendo HNO_3 (≈ 85 mL de HNO_3 al 35 %). A este pH, la superficie de la magnetita está positivamente cargada ya que su punto isoeléctrico (pH_{iep} : pH para el cual el potencial zeta se anula) es $\text{pH}_{\text{iep}} \approx 6,5$ [Galindo-González y cols. (2005)] y la proporción de iones oleato en disolución es todavía suficiente (el pK_a del

ácido oleico es 9,85) como para que se produzca la adsorción química de iones oleato sobre las partículas de magnetita. A medida que se van recubriendo de iones oleato, las partículas de magnetita coagulan y sedimentan como consecuencia de la alta hidrofobicidad de la cadena hidrocarbonada de los iones oleato.

- (v) Lavado y adición del portador. El precipitado previamente formado se somete a cuatro ciclos de decantación magnética y redispersión en agua desionizada y filtrada para eliminar los restos de sales en disolución. Posteriormente, se decanta/redispersa en acetona para eliminar el agua y el ácido oleico no adsorbido. A continuación se añade el líquido portador al sedimento y la mezcla resultante se agita mecánicamente a 35-50 °C durante varias horas para evaporar la acetona y homogeneizar la suspensión.

La Figura 2.3 muestra la fotografía obtenida en el microscopio electrónico de transmisión de alta resolución (HRTEM) de las partículas de magnetita sintéticas utilizadas para preparar los ferrofluidos. El diámetro medio (\pm desviación típica) obtenido a partir de fotografías como la mostrada en la Figura 2.3 es de $7,8 \pm 0,3$ nm.

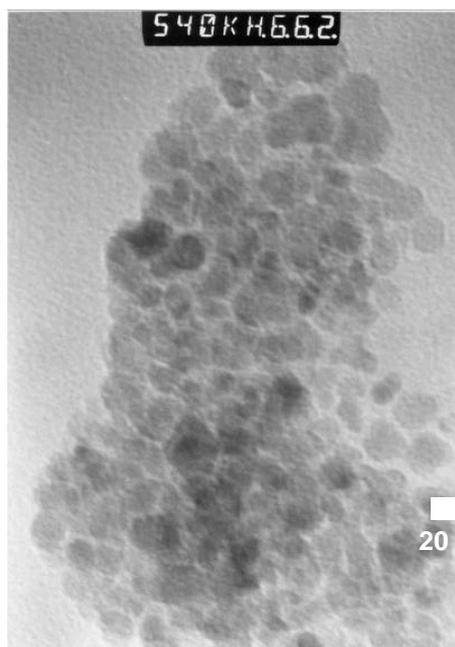


Figura 2.3. Fotografía de las partículas de magnetita obtenida en un microscopio electrónico de transmisión de alta resolución (HRTEM).

2.3. Métodos experimentales.

a) *Método de medida de altura de sedimento.*

Como hemos mencionado, a partir de concentraciones con porcentajes mayores del 1 % en v/v de partículas de hierro, los métodos basados en la medida de la absorbancia óptica no son útiles debido a la alta absorbancia óptica de las partículas de hierro o de magnetita: las suspensiones son opacas. Tradicionalmente, para estudiar la velocidad de sedimentación de suspensiones coloidales concentradas se ha medido la altura del sedimento en función del tiempo. En la primera parte de los ensayos se ha utilizado esta técnica

para los FMR concentrados, aunque procurando automatizar la toma de datos. Para esto se utilizó una cámara oscura para el registro fotográfico de la posición de la interfase suspensión/sobrenadante transparente a medida que transcurre la sedimentación. La Figura 2.4 muestra algunos de sus elementos.



Figura 2.4. Elementos del sistema diseñado para el registro fotográfico de la sedimentación: a) tubo de ensayo con la suspensión y regla graduada; b) lámpara de iluminación y filtros; c) cámara digital; d) contador digital de tiempo.

El tubo de ensayo que contiene la suspensión (diámetro interno 8,70 mm, altura 113,0 mm) se ilumina con luz blanca de intensidad controlable. Con objeto de obtener la mejor calidad de imagen, pueden usarse filtros de colores que se intercalan entre la lámpara y el tubo de ensayo para aumentar el contraste en la interfase suspensión/sobrenadante transparente. La Figura 2.5

muestra el montaje completo para el ensayo comparativo con dos tubos de ensayo y en la disposición para obtener medidas altura-tiempo. Adicionalmente, fue necesario diseñar un circuito electrónico de control de la cámara fotográfica (disparador electrónico) basado en un microcontrolador PIC16F84. Esto permitió elegir la frecuencia de disparo de la cámara para alcanzar la máxima resolución de 1 Mpixel.

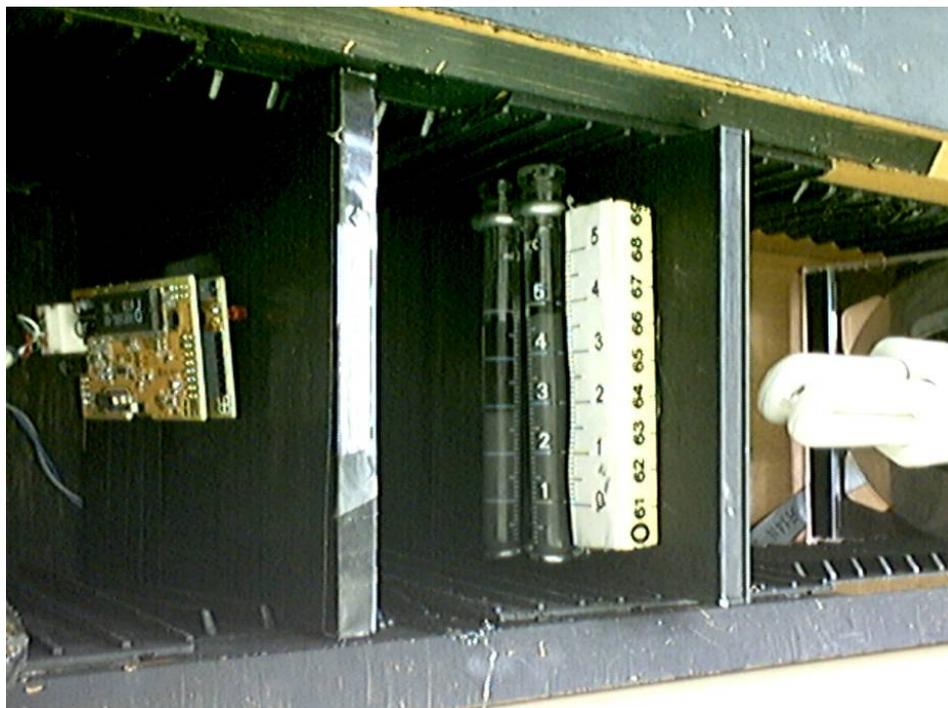


Figura 2.5. Dispositivo para medir la altura de sedimento en función del tiempo en suspensiones concentradas.

La Figura 2.6 muestra como ejemplo una sucesión de fotogramas obtenidos con este método.

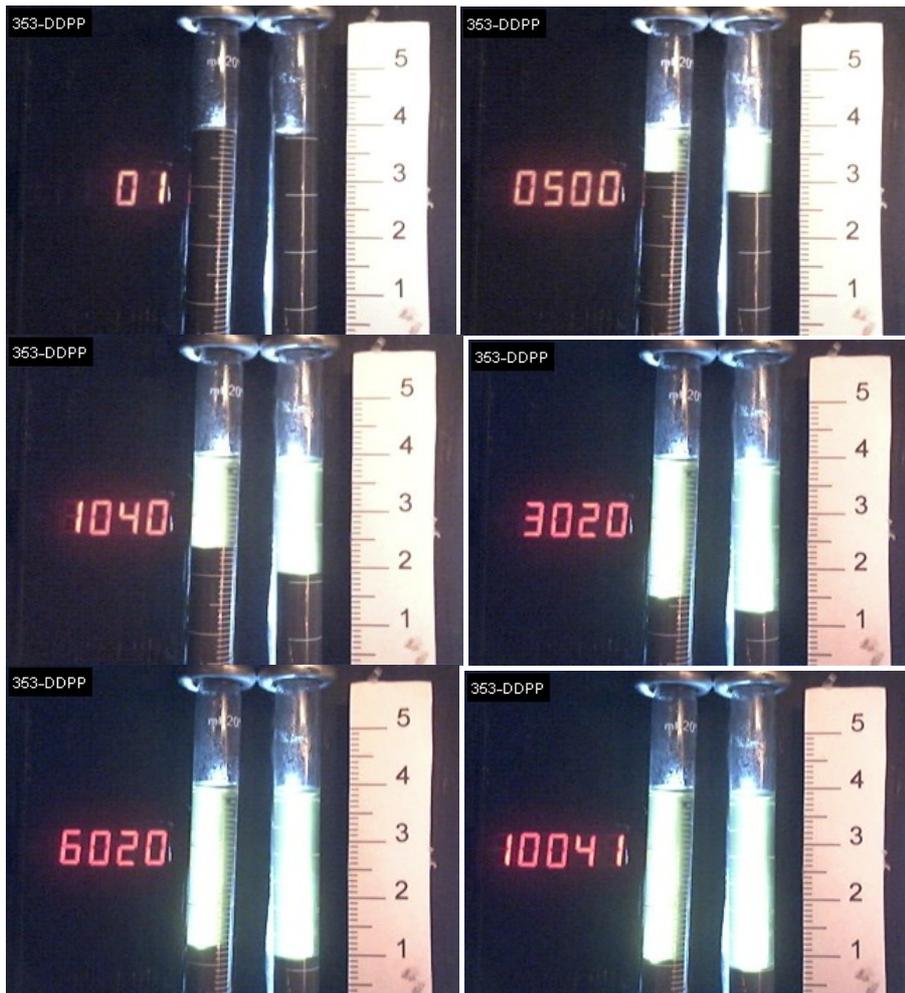


Figura 2.6. Sucesión de fotogramas de dos suspensiones al 20 % v/v de Fe en aceite base. Los contadores indican el tiempo transcurrido en segundos desde el inicio del ensayo.

La Figura 2.7 recoge los datos obtenidos de fotogramas como los que se muestran en la Figura 2.6.

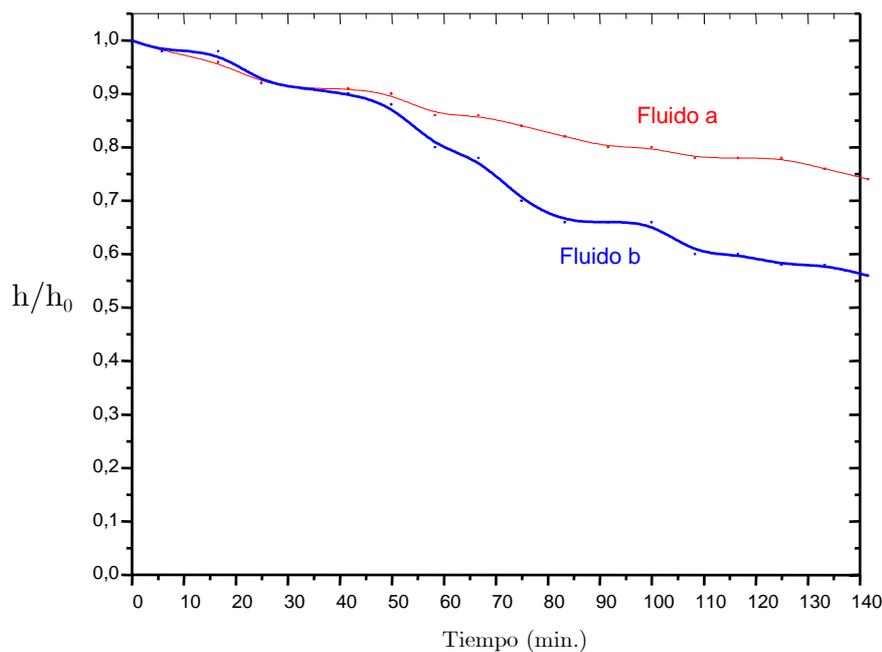


Figura 2.7. Posición h (relativa a su valor inicial, h_0) de la interfase suspensión/sobrenadante transparente en función del tiempo para un ensayo típico con suspensiones con elevada concentración de hierro. Fluido a: $\phi_{Fe} = 30\%$; fluido b: $\phi_{Fe} = 20\%$; medio dispersante: aceite mineral.

b) Método de inducción magnética.

El método descrito en el apartado anterior tiene algunas dificultades. En primer lugar, el análisis de los fotogramas obtenidos es laborioso: a medida que la concentración de partículas aumenta se hace más prolongado el tiempo de medida y además es más difícil distinguir la interfase de separación. Por ello, se desarrolló un nuevo dispositivo capaz de realizar automáticamente las medidas de sedimentación sin usar técnicas ópticas. Este nuevo dispositivo permite obtener la evolución temporal de la concentración local de partículas magnéticas en fluidos magnéticos opacos en distintas zonas

de la suspensión objeto de estudio. Para ello, se pueden utilizar una o más bobinas sensoras que forman parte de un circuito LC paralelo. En este se puede determinar, eligiendo adecuadamente la capacidad del condensador, la evolución temporal de la frecuencia de resonancia del circuito LC conforme sedimentan las partículas magnéticas [Durán y cols. (2005) y (2007)]. A continuación, describiremos los principios físicos en que se basa su funcionamiento.

La frecuencia f de resonancia de un circuito paralelo formado por un condensador de capacidad C y una bobina de inductancia L viene dada por:

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \quad (2.1)$$

A su vez, la inductancia L de la bobina es función de la permeabilidad relativa μ_r del medio que hay en su interior, así como de sus características geométricas, según la expresión:

$$L = \mu_0\mu_r \frac{N^2 A}{\ell} \quad (2.2)$$

donde μ_0 es la permeabilidad magnética del vacío, N el número de espiras de la bobina, A su sección y ℓ su longitud.

En primer lugar, es necesario seleccionar la bobina y el condensador adecuados para el circuito LC. Para ello se consideran los datos que se representan en la Figura 2.8, que corresponden a la determinación de la frecuencia de resonancia del valor de la inductancia L . Primeramente se mide el valor de la inductancia de tres bobinas

sensores con distinta cantidad de vueltas, sin muestra y posteriormente con una serie de suspensiones con concentraciones que varían gradualmente desde 0 % hasta 50 % v/v de hierro en aceite de silicona (rangos de concentraciones estudiadas en este trabajo). Luego se mide la frecuencia de resonancia del circuito LC para cada una de las bobinas sensoras y para distintos valores de capacidades en paralelo del circuito resonante, para cada suspensión utilizada anteriormente. La frecuencia de resonancia se midió con un multímetro Keithley 2700 (EE.UU) y el valor de las bobinas se midió con un medidor de impedancia. Como puede observarse, para una bobina de 10 vueltas la frecuencia de resonancia se encuentra comprendida entre los 400 kHz para capacidad de 47 nF y cercana a los 2 MHz para capacidades de 1 nF; sin embargo, la variación del valor de la inductancia en todo el intervalo fue de solo $\pm 1 \mu\text{H}$, siendo por lo tanto la sensibilidad muy baja. En el caso de una bobina con 150 vueltas, si bien el valor de la inductancia varía desde los 600 μH a 900 μH , la frecuencia de trabajo es muy baja y susceptible de interferencias por ruido en la red o en su fuente de alimentación (50 Hz). El valor intermedio de 75 vueltas resulta óptimo, debido a que su frecuencia de resonancia es del orden de los 400 kHz y la variación de la inductancia es de alrededor de $\pm 50 \mu\text{H}$, con una capacidad de 1 nF. La bobina está construida con hilo de cobre esmaltado de 0,2 mm² de sección. En todos los casos, las bobinas tenían un diámetro de 10 mm, correspondiente al diámetro externo del tubo de ensayo utilizado para contener la muestra y una longitud $l = 5$ mm.

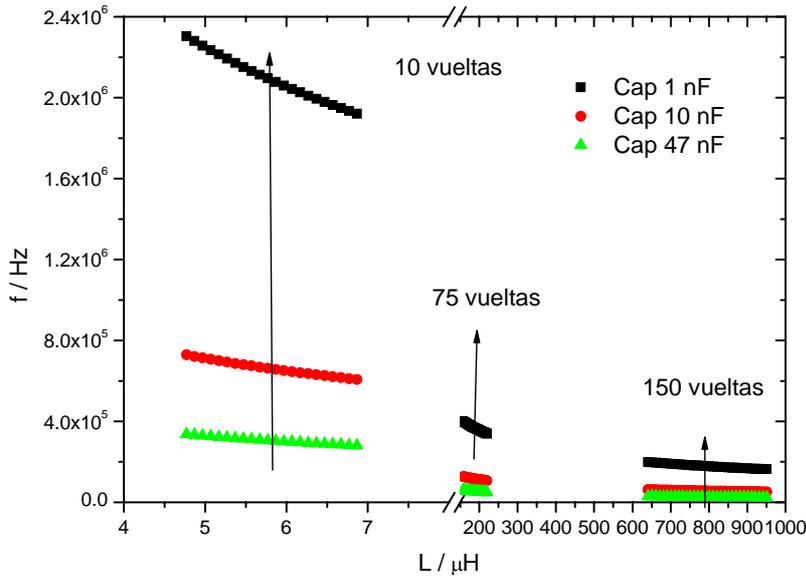


Figura 2.8. Frecuencia de resonancia f en función de la inductancia de la bobina sensora para las capacidades del condensador en el circuito LC paralelo que se indican. En cada conjunto de datos el rango de concentración de la muestra varió desde 0 ($L_{\text{mínima}}$) hasta 50 % v/v ($L_{\text{máxima}}$) de hierro en aceite de silicona.

Para determinar la relación entre la frecuencia y la concentración de partículas magnéticas, se usa la expresión de Maxwell-Garnett para partículas esféricas [Garnett (1904)] que relaciona permeabilidad magnética relativa de la suspensión, μ_r , con la de las partículas, μ_{rp} y la del medio líquido, μ_{rm} , de acuerdo con:

$$\mu_r = \mu_{rm} \frac{1 + 2\beta\phi}{1 - \beta\phi}; \quad \beta = \frac{\mu_{rp} - \mu_{rm}}{\mu_{rp} + 2\mu_{rm}} \quad (2.3)$$

donde β es el factor de contraste magnético. En el caso de partículas de hierro, como $\mu_{rp} \gg \mu_{rm}$, $\beta \approx 1$ y en consecuencia:

$$\mu_r = \mu_{rm} \frac{1+2\phi}{1-\phi} \quad (2.4)$$

siendo ϕ la fracción de volumen de partículas ferromagnéticas en la suspensión. Teniendo en cuenta las expresiones de la frecuencia de resonancia (Ecs. 2.1 y 2.2) se puede definir una frecuencia normalizada f_r para cualquier instante t como el cociente entre la frecuencia inicial y la frecuencia en ese instante. Esta frecuencia nos informará de la fracción de volumen de sólidos existente en la posición de la bobina sensora:

$$f(t) \propto \sqrt{\frac{1-\phi(t)}{1+2\phi(t)}} \quad (2.5)$$

$$f_r(t) = \frac{f(t=0)}{f(t)} = \sqrt{\frac{[1+2\phi(t)](1-\phi_0)}{[1+2\phi_0](1-\phi(t))}} \quad (2.6)$$

donde ϕ_0 es la fracción de volumen en tiempo inicial (suspensión homogénea).

La precisión del método depende la sensibilidad en la medida de f_r cuando cambia la fracción de volumen de sólidos. En la Figura 2.9 se observa la dependencia de f_r con diferentes valores de ϕ_0 local en el proceso de sedimentación. Puede observarse que para fracciones de volúmenes iniciales tan bajas como el 5 %, f_r cambia en un 25 % desde la concentración máxima inicial hasta estar completamente diluida.

La técnica que hemos diseñado permite determinar la fracción de volumen local de partículas magnéticas en:

- (i) Una sola zona de la suspensión colocando una bobina sensora a una altura fija.
- (ii) Varias zonas, usando diferentes bobinas sensoras simultáneamente.
- (iii) A lo largo del recipiente que contiene la suspensión barriendo con una bobina móvil, lo que permite determinar la fracción de volumen en función del tiempo y de la altura en la suspensión.

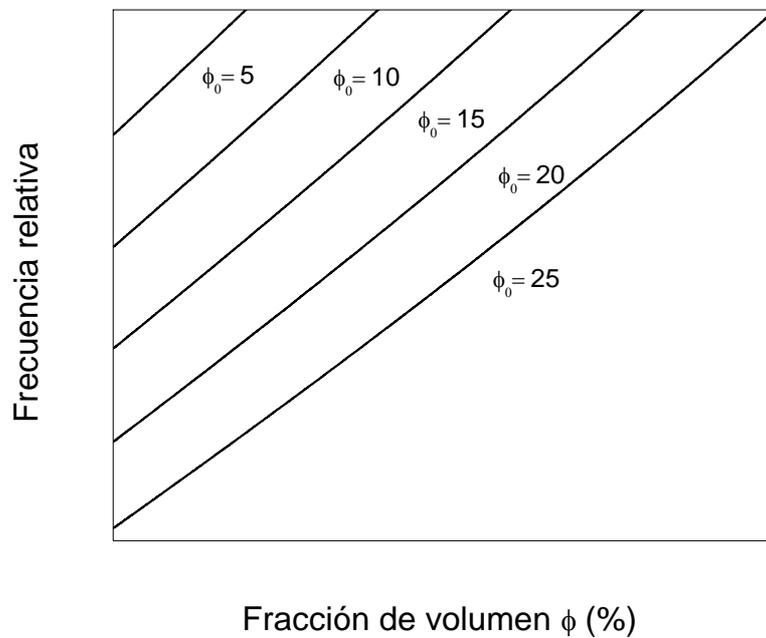


Figura 2.9. Dependencia de la función f_r sobre la fracción de volumen en la región de sensado para diferentes fracciones de volúmenes iniciales

En la Figura 2.10 se puede observar la disposición de las bobinas para el caso de utilizar una y tres bobinas sensoras, respectivamente.

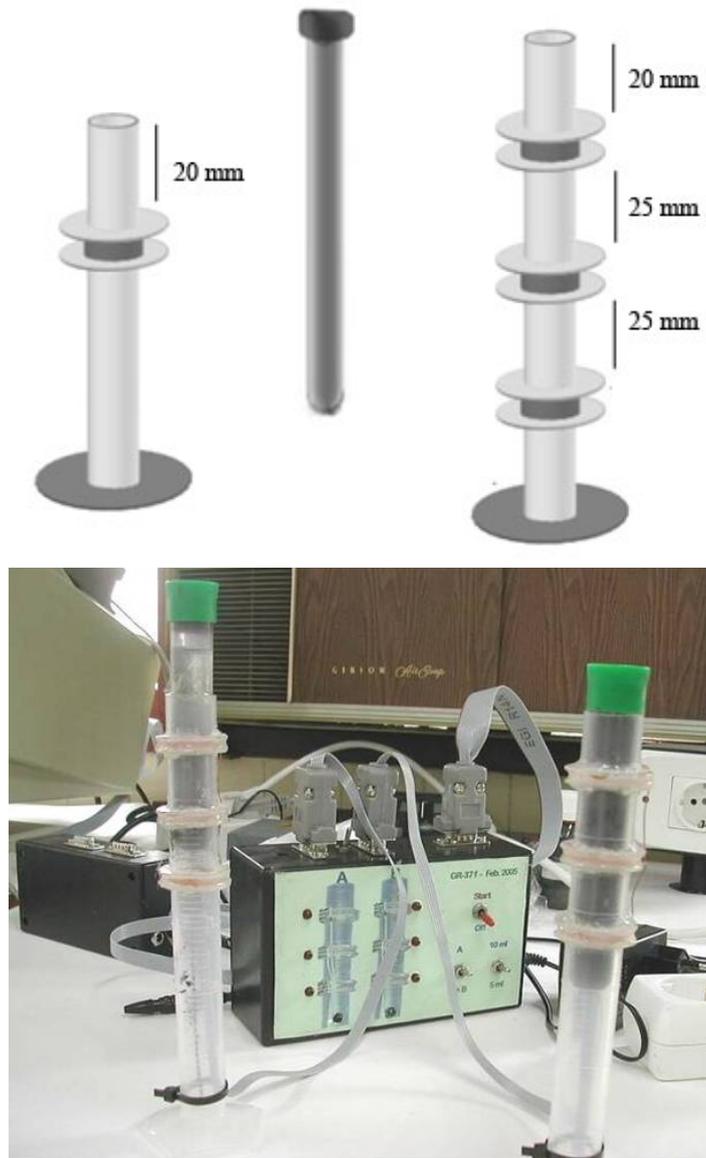


Figura 2.10. Arriba: disposición para una y tres bobinas sensoras. Abajo: prototipo de medida.

Se utilizaron tubos de ensayo de 10 mm de diámetro y 100 mm de alto. En las medidas con una única bobina, esta se colocó a 20 mm por debajo la superficie de la suspensión. Cuando se utilizaron tres bobinas sensoras, se situaron con una separación de 25 mm, la primera a 20 mm de la superficie de la suspensión.

En la Figura 2.11 se muestra un esquema del circuito electrónico del oscilador, basado en el circuito integrado LM311 configurado como circuito “comparador de voltajes” entre las entradas RA3 y RA0. Al conectar la fuente de alimentación (5 V, corriente continua) al circuito, aparece en la entrada RA3 y en la salida RA4 un voltaje positivo, que carga C3 a través de la resistencia R5 hasta que el voltaje del condensador sea similar al de la entrada RA3, momento en que el condensador C2 recibe también carga a través de R1. Este cero de voltaje hace que C3 se descargue por R5 y que C2, que estaba a un voltaje $V/2$, se descargue a través del circuito paralelo L_1C_1 , produciendo un transitorio que hace oscilar y comenzar el proceso nuevamente. Se tiene así a la salida de RA4 una señal cuadrada cuya frecuencia es directamente proporcional a la frecuencia de resonancia del circuito paralelo L_1C_1 .

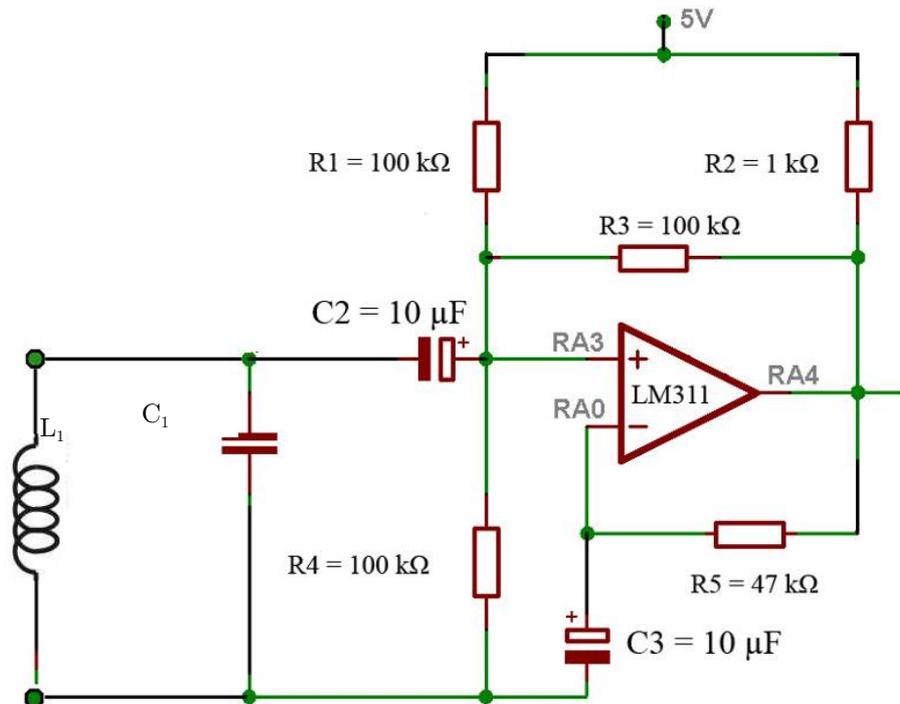


Figura 2.11. Circuito oscilador utilizado para la medida de frecuencia de resonancia en el circuito LC paralelo con bobina L_1 y condensador C_1 .

La calibración del dispositivo se complica debido a que en las Ecs. (2.1) a (2.6) no se tienen en cuenta dos importantes limitaciones:

- (i) Los elementos del circuito LC son componentes reales: la bobina posee una resistencia de pérdida en serie y el condensador posee una capacidad parásita en paralelo. Esta impedancia no se considera en el desarrollo de las Ecuaciones.

- (ii) El cociente entre la longitud y el diámetro de la bobina sensora no es suficientemente grande como para despreciar efectos de borde.

Debido a esto, para calibrar el dispositivo de medida es necesario realizar previamente una medida de la frecuencia de resonancia con el tubo de ensayo vacío f_0 (sin suspensión en su interior) y luego realizar una serie de medidas de frecuencia para distintas concentraciones de sólidos conocidas en el rango de interés. En la Figura 2.12 se representa f_0/f en función de la fracción de volumen de hierro en suspensiones en aceite de silicona de viscosidad $\eta = 10$ mPa·s. Nótese que esta función decrece con la fracción de volumen de partículas que se encuentran en la zona rodeada por la bobina sensora. La línea continua en la Fig. 2.12 corresponde al ajuste lineal: $(f_0/f) = 0,998 - 0,0038 \times \phi$, con el coeficiente de correlación $r = 0,998$. Por lo tanto, utilizando esta ecuación de ajuste se puede calcular fracción de volumen de ϕ local, a medida que se produce la sedimentación en una determinada suspensión.

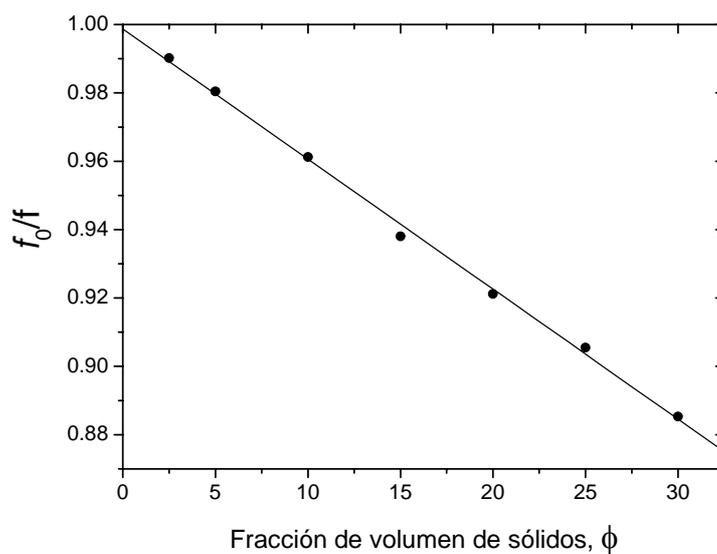


Figura 2.12. Cociente entre la frecuencia de resonancia entre (f_0) y en suspensiones de diferentes fracciones de volúmenes. La línea discontinua representa el ajuste lineal de los datos obtenidos.

En el método de barrido* [Iglesias (2007)] es posible obtener gráficas como las mostradas en la Figura 2.13, evidencia directa del proceso de sedimentación de la muestra: el procedimiento nos ofrece el perfil de concentración de partículas para cada tiempo de medida.

*Premio Emilio Herrera Linares 2007. Universidad de Granada. Modalidad divulgación científica

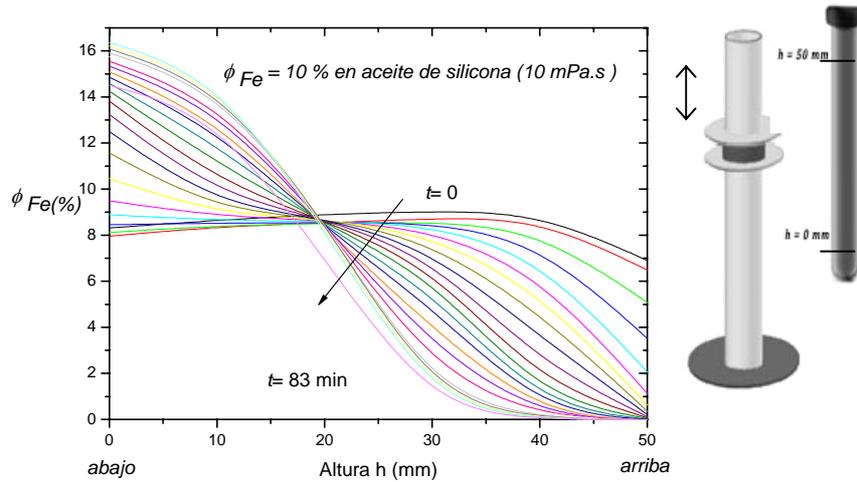


Figura 2.13. Resultados típicos del ensayo de barrido.

Otro ejemplo de los datos obtenidos utilizando el método de barrido se presenta en la Figura 2.14, donde se muestra una representación en tres dimensiones de lo que sucede en la suspensión. Mientras en los instantes iniciales el perfil de concentración de partículas es constante (distribución homogénea), a medida que transcurre el tiempo se produce un drástico cambio en dicho perfil. En la parte superior de la suspensión ($h = 50 \text{ mm}$, $y = 0$) disminuye la concentración de partículas (*color azul*: sobrenadante sin partículas), que claramente se acumulan en niveles inferiores ($h = 0$, $y = 50 \text{ mm}$) de la celda de medida (*color rojo*: acumulación de partículas). El experimento suministra una información cuantitativa de cómo ocurre el proceso de sedimentación.

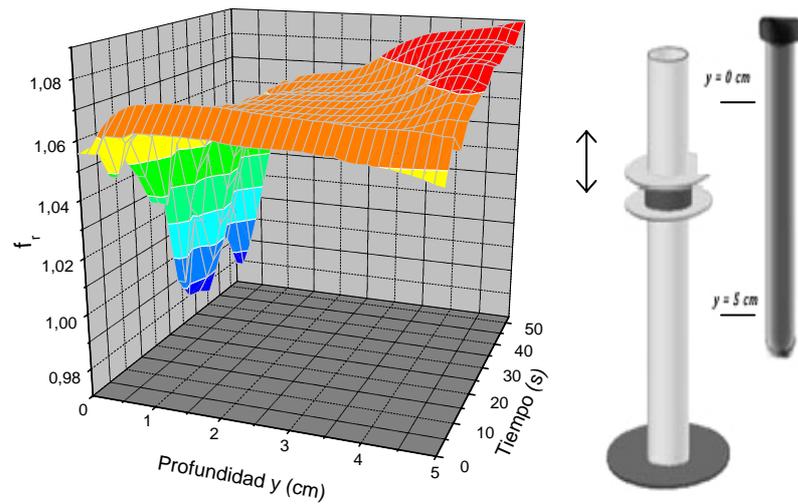


Figura 2.14. Resultado típico de un experimento de barrido de sedimentación: frecuencia relativa (Ec. 2.6) en función del tiempo (50 s) y la profundidad $y = 0$ a 50 mm (medida desde la superficie de la suspensión). Suspensión de Fe al 10% v/v en acetona.

En la Figura 2.15 se representa el diagrama de bloques del dispositivo de barrido. Posee un sistema mecánico basado en un motor tipo paso a paso controlado por el PC que hace que la bobina sensora recorra la muestra verticalmente a intervalos de tiempo prefijados por el operador mediante el software desarrollado para tal fin.

El circuito LC y el oscilador descrito anteriormente se conectan a un mini-frecuencímetro basado en un microcontrolador PIC12F683, con interfase RS232. El circuito del medidor de frecuencia se muestra en la Figura 2.16.

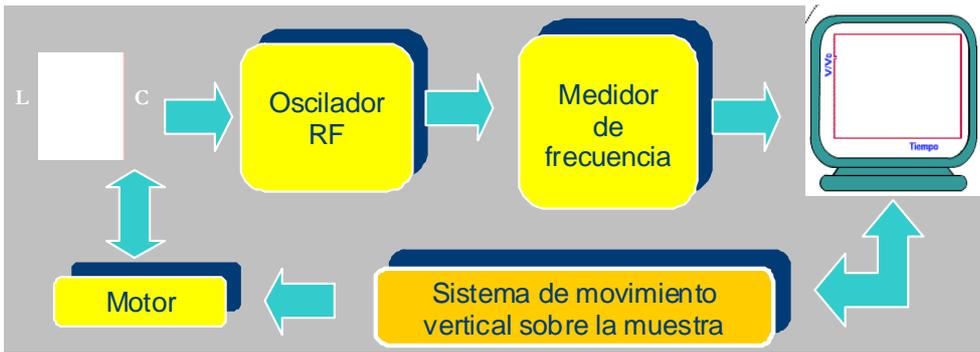


Figura 2.15. Diagrama de bloques del sistema de barrido completo.

El voltaje para su funcionamiento se toma a través del puerto serie y se estabiliza la tensión en 5 V con un regulador LM7805 (100 mA). Los condensadores C1, C2, C3 y los diodos D1 y D2 conforman la fuente de alimentación. El cristal X1 y los condensadores C5, C4, C6 brindan al PIC la frecuencia de trabajo, con la cual calculará la frecuencia de entrada, sirviendo el condensador variable VC como medio de ajuste fino para la frecuencia leída.

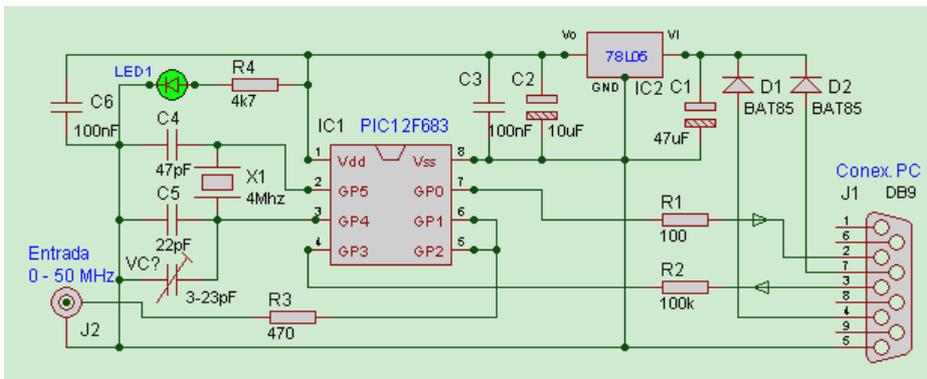


Figura 2.16. Esquema eléctrico del mini-frecuencímetro basado en el PIC 12F683.

Se realizó el montaje del circuito en una placa universal de pequeñas dimensiones y se montó todo el conjunto (oscilador y

frecuencímetro) dentro de una carcasa de medidas reducidas de 30x50x13 mm. (véase la Figura 2.17). La salida hacia el ordenador se realizó mediante un conector DIM de 9 pines.



Figura 2.17. Circuito final del oscilador y frecuencímetro ensamblado.

En la Figura 2.18 se muestra fotografías del dispositivo de barrido completo.



Figura 2.18. Dispositivo de barrido completo.

El sistema se ensambló en un dispositivo preparado por un usuario no experto en el diseño, y que está pensado para una eventual comercialización en el futuro. La Figura 2.18 muestra fotografías del dispositivo final, que bautizamos como “Magnetoscan 40” y en la Figura 2.19 se observa la pantalla de bienvenida del software desarrollado en Visual Basic®, con las opciones disponibles: barrido o una sola bobina sensora fija.

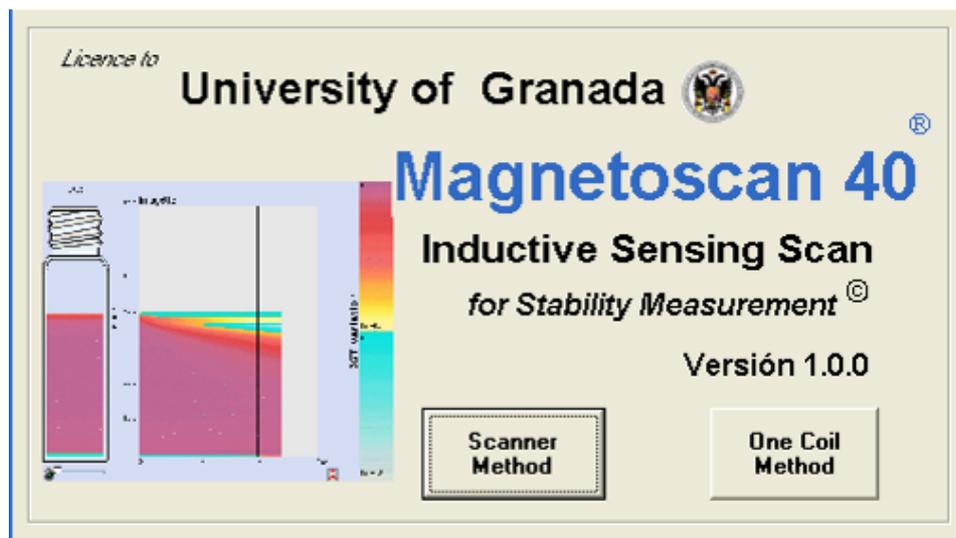


Figura 2.19. Pantalla de bienvenida del software del Magnetoscan 40.

La pantalla de toma de datos para cada opción (barrido o bobina fija) se muestra en la Figura 2.20. El software permite controlar la posición de inicio de la bobina sensora, y suministra una tabla de datos de los parámetros más importantes del ensayo: frecuencia, posición instantánea de la bobina, tiempo de ensayo, tiempo de captura, recorrido total e intervalos de medida, número de datos y número de ciclos completos registrados.

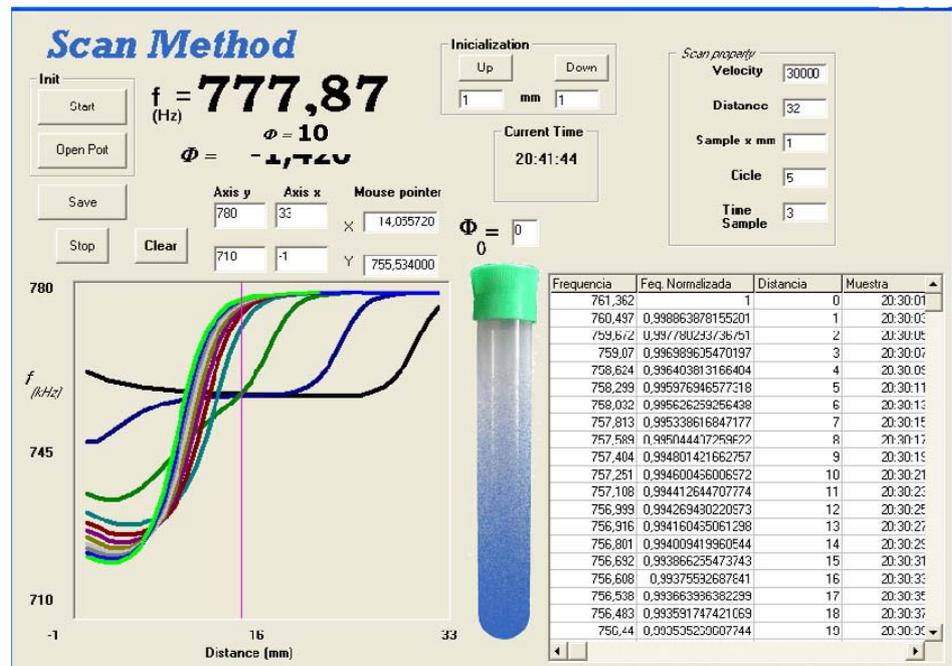
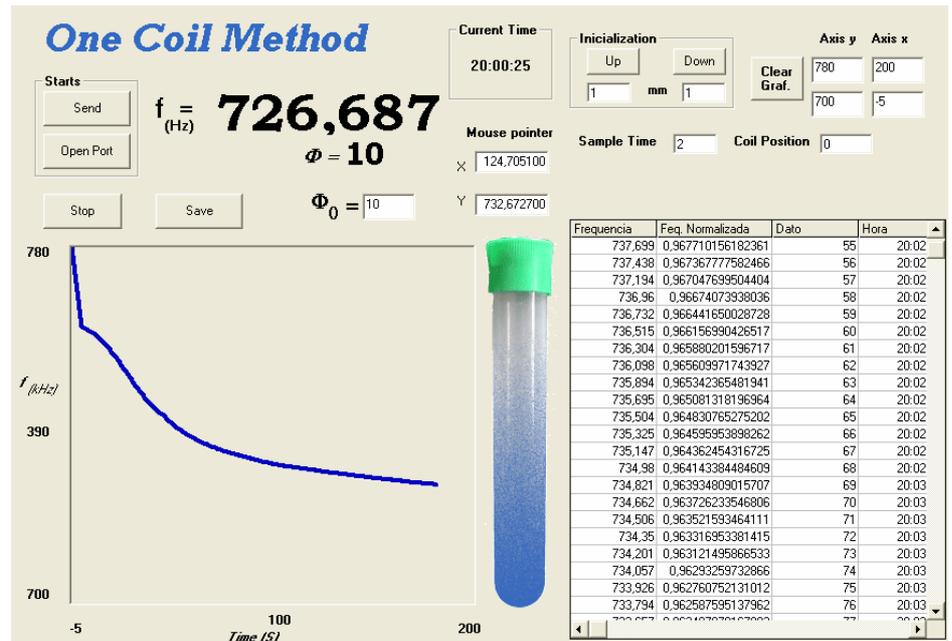


Figura 2.20. Pantallas de opciones de medida del dispositivo Magnetoscan: para bobina fija (arriba); barrido con una bobina (abajo).

2.4. Resultados y discusión.

a) *Suspensiones de hierro en aceite de silicona.*

Comenzamos estudiando suspensiones que solo tienen dos componentes: partículas de hierro como fase sólida y aceite de silicona como fase líquida. Se utilizaron aceites con distinta viscosidad en presencia de varios aditivos estabilizantes en las suspensiones. En primer lugar, discutiremos los resultados obtenidos en suspensiones que contienen distintas concentraciones de partículas de hierro en aceite de silicona con viscosidad $\eta = 10$ mPa·s. En la Figura 2.21 se representa la variación de la fracción de volumen con el tiempo de sedimentación para suspensiones con fracciones de volumen inicial $\phi_0 = 2,5$ %, $\phi_0 = 5$ % y $\phi_0 = 10$ %. Estos datos se obtuvieron utilizando una bobina sensora fija, situada a 20 mm por debajo de la superficie superior de la suspensión.

Obsérvese cómo la reducción de la fracción de volumen ϕ con el tiempo es similar en las tres muestras ensayadas, salvo por dos diferencias esenciales: la primera está relacionada con el tiempo característico de sedimentación (mayor tiempo cuanto mayor es la concentración inicial ϕ_0 de partículas en la suspensión), y en segundo término, el valor de la fracción de volumen alcanzada para periodos de tiempo prolongados.

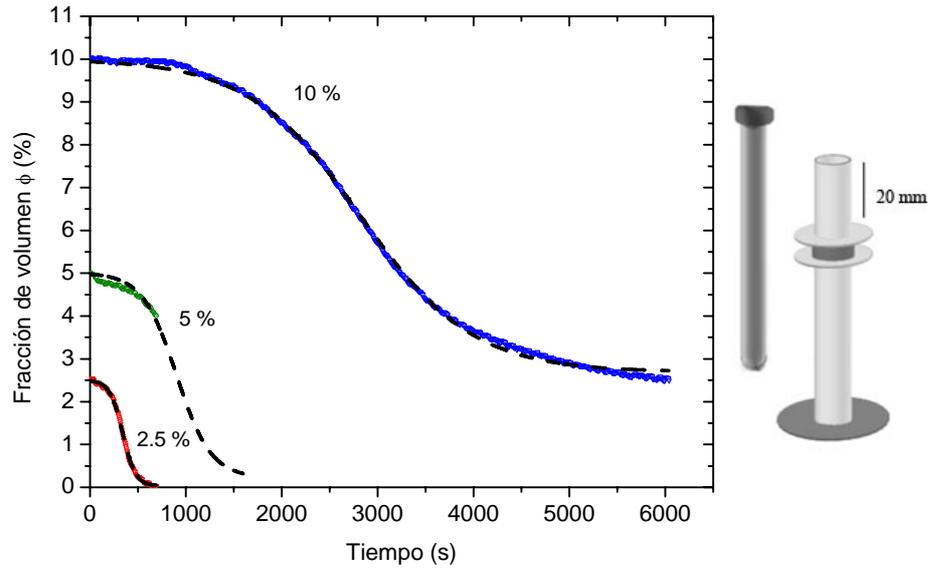


Figura 2.21. Variación de la fracción de volumen de hierro con el tiempo de sedimentación para suspensiones con concentraciones iniciales: $\phi_0 = 2,5 \%$, $\phi_0 = 5 \%$ y $\phi_0 = 10 \%$. Líquido portador: aceite de silicón de viscosidad $\eta = 10 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Las líneas discontinuas corresponden al ajuste a la ecuación (2.7).

Para obtener parámetros que cuantifiquen el perfil de sedimentación, podemos ajustar la curva $\phi - t$ a la siguiente función:

$$\phi(t) = \frac{\phi_0 - \phi(\infty)}{1 + \exp[(t - T) / \tau]} + \phi(\infty) \quad (2.7)$$

donde $\phi(\infty)$ es la fracción de volumen para periodos de tiempo elevados, T es el tiempo para el cual $\phi = \frac{\phi_0 - \phi(\infty)}{2}$ y τ es el tiempo característico de caída de ϕ . Los resultados de los ajustes realizados se muestran en la Figura 2.21 y en la Tabla 2.2. Obsérvese que cuando

la concentración inicial de hierro es más elevada, la sedimentación se inicia más tarde (T crece) y ocurre más lentamente (τ crece). Además, cuanto mayor sea ϕ_0 mayor es $\phi(\infty)$, si bien el sedimento es menos compacto ($\phi(\infty)/\phi_0$ crece con ϕ_0).

Tabla 2.2. Valores de los parámetros característicos del perfil de sedimentación (ec. 2.7) para suspensiones con fracciones de volumen de hierro iniciales de $\phi_0 = 2.5\%$, $\phi_0 = 5\%$ y $\phi_0 = 10\%$. Viscosidad del aceite 10 mPa·s.

ϕ_0 (%)	$\phi(\infty)$ (%)	T(s)	τ (s)
2,5	$0,032 \pm 0.006$	339 ± 1	$67,2 \pm 0.6$
5	$0,23 \pm 0.01$	904 ± 2	178 ± 2
10	$2,69 \pm 0.01$	2819 ± 3	586 ± 2

En la Figura 2.22 se presentan los resultados para suspensiones con mayor concentración inicial de hierro ($\phi_0 = 15\%$, $\phi_0 = 20\%$ y $\phi_0 = 25\%$) en aceite de silicona de viscosidad $\eta = 10$ mPa·s y con una bobina sensora ubicada a 20 mm desde la superficie de la suspensión. En la suspensión con $\phi_0 = 15\%$ es necesario que transcurra un tiempo mayor de 10^4 s para observar una reducción significativa de la fracción de volumen local de hierro. Incluso, para fracciones de volumen $\phi_0 \geq 20\%$ no se observa una reducción de la fracción de volumen en la zona de la bobina sensora: en cambio existe un aumento de la fracción de volumen para $t \geq 10^4$ s. Esto puede explicarse si se considera la polidispersión de la suspensión: las partículas más grandes parecen “flotar” sobre un fluido muy concentrado que contiene las partículas más pequeñas. Es decir, existe una fuerza de empuje que lleva a las partículas más grandes hacia la superficie de la suspensión. Para el caso de la suspensión con fracción

de volumen $\geq 25\%$ será necesario un mayor tiempo de ensayo para visualizar este efecto.

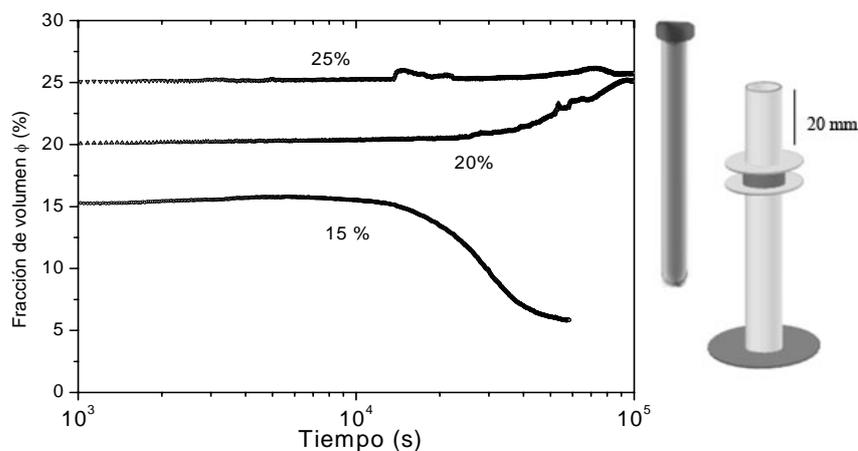


Figura 2.22. Fracción de volumen local de hierro en función del tiempo para suspensiones con $\phi_0 = 15\%$, $\phi_0 = 20\%$ y $\phi_0 = 25\%$ en aceite de silicona de viscosidad $\eta = 10$ mPa·s.

Esto lo podemos comprobar utilizando para los ensayos tres bobinas sensoras en distintas zonas de la muestra. En la Figura 2.23 (a, b y c) se observa el resultado de utilizar tres bobinas sensoras: bobina superior (1), bobina central (2), bobina inferior (3) separadas 25 mm entre sí, estando la primera a 20 mm de la superficie superior de la suspensión. Se utilizaron suspensiones con fracción de volumen de hierro $\phi = 5\%$ dispersas en líquidos portadores con viscosidades $\eta_a = 0,314$ mPa·s (hexano), $\eta_b = 50$ mPa·s (silicona) y $\eta_c = 100$ mPa·s (silicona). Para las suspensiones con menor viscosidad ($\eta_a = 0,314$ mPa·s y $\eta_b = 50$ mPa·s), la bobina sensora superior (1) indica claramente la reducción en la fracción de volumen. Esta reducción también es observada, pero con cierto retraso, en la bobina central

(2). Sin embargo, la bobina sensora inferior (3) detecta un aumento en la fracción de volumen local, como esperaríamos de un proceso de sedimentación. La posterior compactación del sedimento produce una disminución de fracción de volumen en la zona de media que tiene lugar al cabo de unos 50 s (caso c) y 20000 s (caso b).

Cuando la viscosidad del líquido portador es elevada (Figura 2.23 c; $\eta_c = 100$ mPa·s), todas las bobinas sensoras indican una reducción inicial en la fracción de volumen, incluso en la bobina inferior (3), como puede observarse en los primeros 3000 s transcurridos. Podemos explicar este fenómeno debido a la capacidad de “flotar” de las partículas más grandes que desaparecen de la zona inferior como consecuencias del empuje hidrostático provocado por la alta densidad del sedimento que ocupa el fondo, constituido principalmente por las partículas más pequeñas. Debido a la alta viscosidad del fluido, las partículas más pequeñas provenientes de la zona superior necesitan mayor tiempo para llegar a la zona inferior de la muestra y este retraso temporal en el aumento de la fracción de volumen es registrado por la bobina inferior (3).

Analicemos ahora qué ocurre al aumentar la fracción de volumen de partículas. En la Figura 2.24 se representan ensayos similares a los de la Fig. 2.23 con tres bobinas, pero ahora con una fracción de volumen inicial $\phi_0 = 20$ %. Como puede observarse, el comportamiento es cualitativamente similar al de la suspensión con fracción de volumen $\phi_0 = 5$ % (Figura 2.23), aunque el tiempo necesario para observar una reducción/aumento de ϕ es diferente. En este caso, el tiempo es mayor cuanto mayor es la viscosidad del fluido.

Incluso las variaciones en ϕ pueden ser muy pequeñas, como se observa en la suspensión con $\eta_c = 100$ mPa·s.

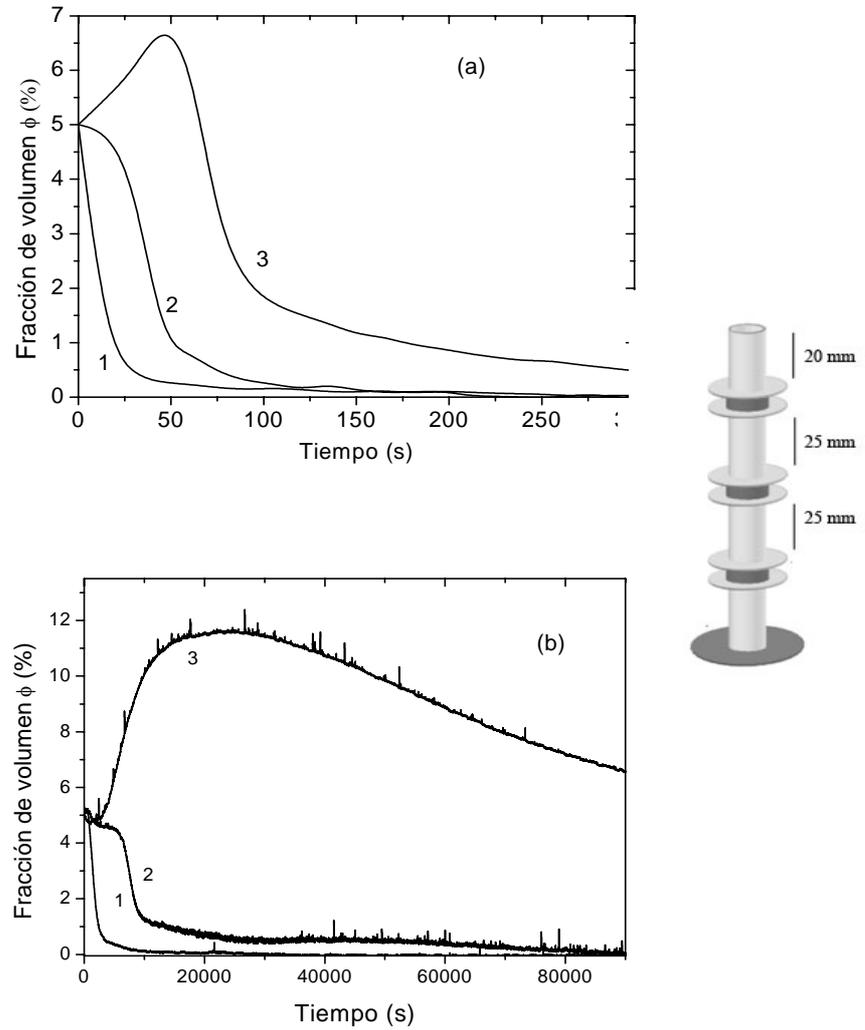


Figura 2.23.a. Fracción de volumen en función del tiempo para suspensiones con $\phi_0 = 5$ % de hierro y líquidos portadores con viscosidades a) $\eta_a = 0,314$ mPa·s, b) $\eta_b = 50$ mPa·s. Las curvas señaladas con 1, 2, 3 corresponden a medidas en bobinas situadas a 20, 45 y 75 mm de la superficie de la suspensión, respectivamente.

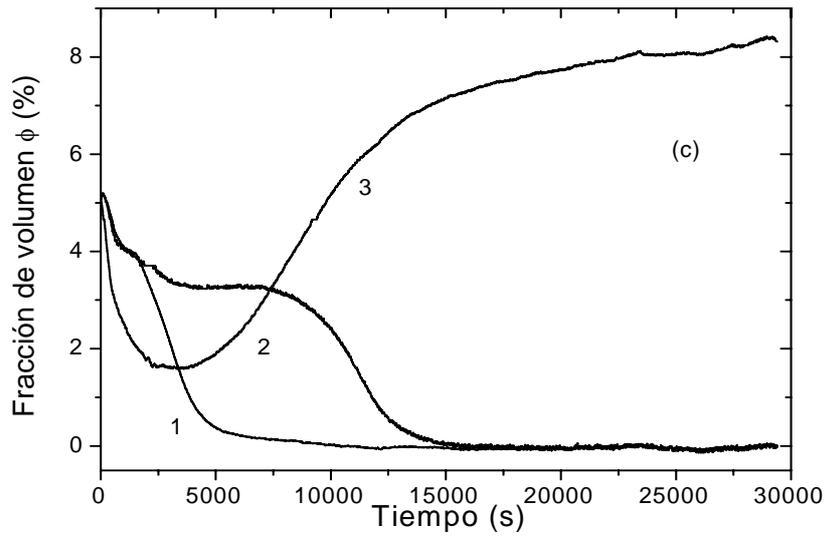


Figura 2.23.b. Similar a 2.23.a para viscosidad c) $\eta_c = 100$ mPa·s del líquido portador

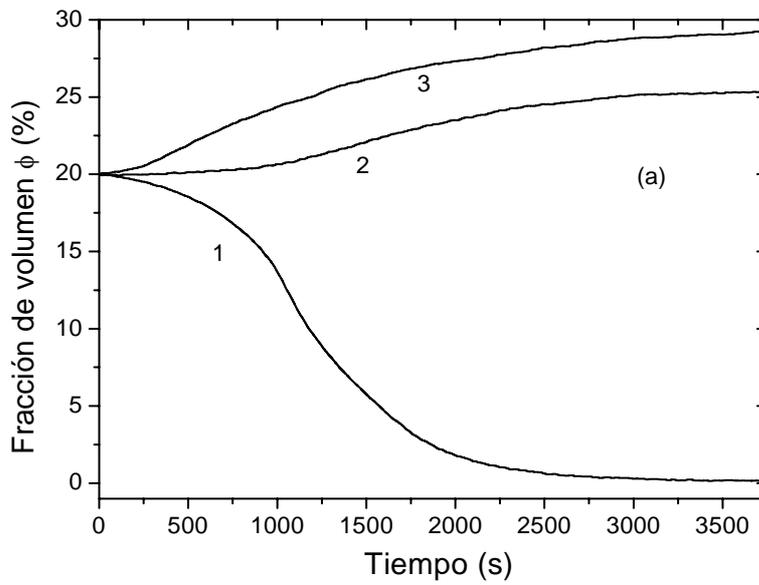


Figura 2.24.a. Similar a la Figura 2.23. Fracción de volumen inicial de hierro: $\phi_0 = 20\%$. Viscosidad a) $\eta_a = 0,314$ mPa·s

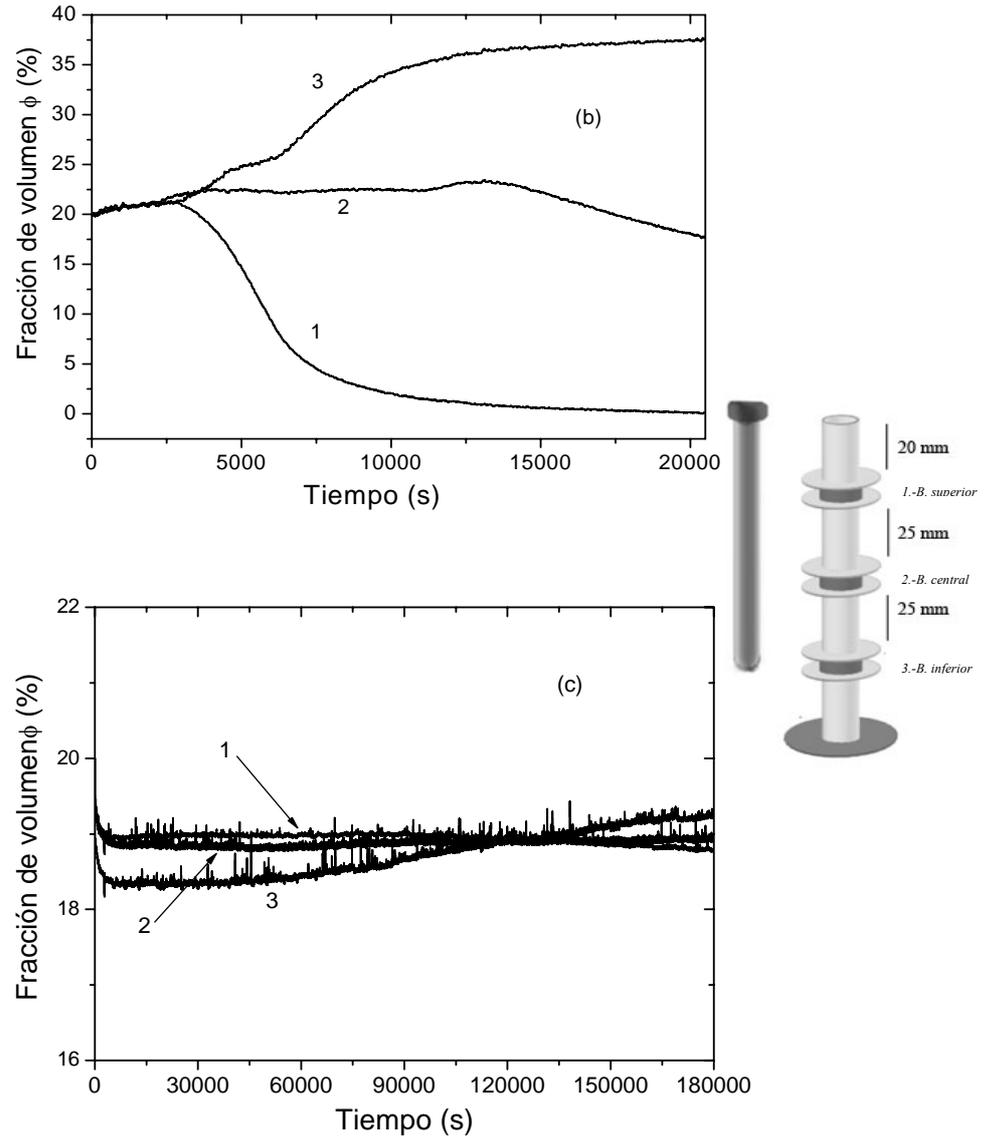


Figura 2.24.b. Similar a la Figura 2.23. Fracción de volumen inicial de hierro: $\phi_0=20\%$. Viscosidad b) $\eta_b = 50$ mPa·s y c) $\eta_b = 100$ mPa·s respectivamente.

b) Suspensiones de hierro en aceite mineral con estabilizantes en disolución.

En este apartado describiremos los resultados obtenidos en suspensiones que contienen partículas de hierro en aceite mineral. En este líquido portador se añadió un agente tensioactivo que evita la agregación entre las partículas (estearato de aluminio) y una mezcla de polímeros que modifican la viscosidad del aceite para disminuir la velocidad de sedimentación en la suspensión.

Para determinar la concentración óptima de los aditivos estabilizantes fue necesario tener en cuenta en primer lugar la baja solubilidad del estearato de aluminio en medio oleoso, si bien a medida que esta sal se adsorbe sobre las partículas de hierro la sal precipitada se disuelve progresivamente. En la Figura 2.25 se muestra un ensayo realizado con el método de inducción de tres bobinas, para suspensiones con 0,2 %, 0,4 % y 1,2 % p/v de esterato de aluminio y una concentración de hierro del 20 % v/v.

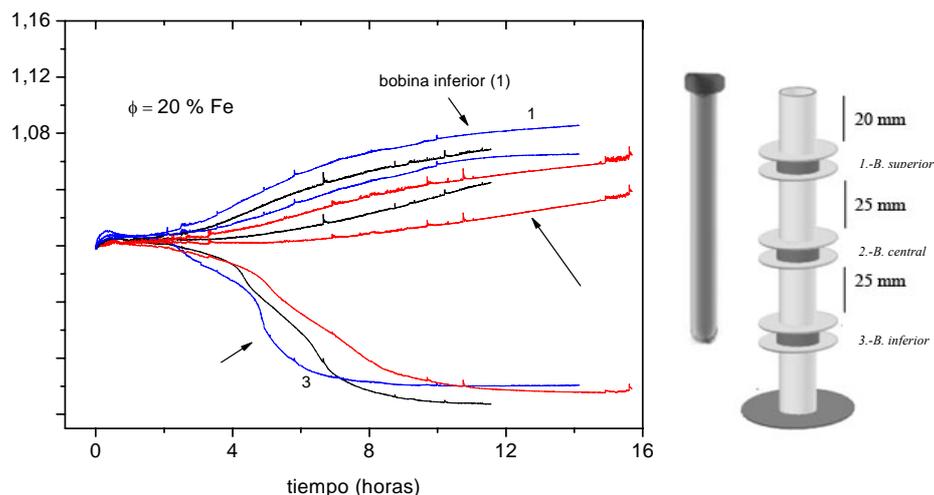


Figura 2.25. Frecuencia relativa del circuito oscilante sensor en función del tiempo para las siguientes concentraciones de estearato de aluminio: en naranja 0,2 %, en negro 0,4 % y en azul 1,2 % p/v. Las curvas señaladas con 1, 2, 3 corresponden a las bobinas superior, central e inferior, respectivamente. Recuerdese que de acuerdo con la ec. (2.6) (v. Fig.2.9) a concentraciones mayores, mayor es el valor de f_r

Estos resultados sugieren que la cantidad óptima de estearato de aluminio se encuentra aproximadamente entre 0,2 y 0,5 g/100 mL de aceite base. Un aumento de concentración por encima de este intervalo no provoca una mejora en la estabilidad.

En segundo lugar, se disolvió una mezcla de polímeros para aumentar la viscosidad del líquido portador (en adelante polímero modificador de la viscosidad o “PMV”). Su función principal consiste en evitar la sedimentación de las partículas de hierro, por su efecto espesante y dispersante. Recuérdese que el PMV es una mezcla de dos polímeros (2-alcoxi-dialquil-succinato y un copolímero de estireno y dialquil-fumarato). Ambos polímeros, además de modificar la viscosidad del aceite son capaces de adsorberse sobre las partículas, evitando así su

agregación y facilitando el mojado de las partículas metálicas por el aceite base.

Para determinar la cantidad óptima de PMV fue necesario tener en cuenta la alta viscosidad que presenta el PMV (entre 5 Pa·s y 30 Pa·s a 25 °C), y considerar además que un exceso de concentración de PMV puede empeorar la facilidad de redispersión y el efecto magnetorrelógico en la suspensión. El criterio adoptado fue no superar una viscosidad final (aceite base y PMV) de 80 mPa·s, que es el valor límite en la mayoría de aceites comerciales utilizados como lubricantes de amortiguadores. Recordemos que el aceite SN60 de Repsol-YPF utilizado como aceite base tiene una viscosidad a 25 °C de 30,8 mPa·s.

Se ensayaron suspensiones en las que el líquido portador contenía una concentración de PMV entre 2 y 5 g/100 mL de aceite base. A título orientativo, se puede decir que la viscosidad del aceite que contenía 2 g de PMV en 100 mL era de 54 mPa·s. En la Tabla 2.3 se presenta la composición óptima propuesta.

TABLA 2.3. Composición de la fase líquida del fluido magnetorrelógico.

Compuesto	Cantidad
Aceite base	50%-90% del volumen total FMR
Agente estabilizante: Estearato de aluminio	0,2 – 0,5 g/100mL de aceite base
Modificador de la viscosidad (“PMV”): polímero de 2-alcoxi-dialquil-succinato y copolímero de estireno y dialquil- fumarato	2-5 g/100 mL de aceite base

A modo de ejemplo, en la Figura 2.26 se presentan los resultados de los experimentos de sedimentación en tres suspensiones que tenían siguiente composición:

- (a) 0,2 % p/v de AlSt (estearato de aluminio) + 2 % p/v de PMV + 32 % v/v de Fe (REPSOLYPF-UGR32%).
- (b) 0,2 % p/v AlSt + 2 % p/v de PMV + 25 % v/v de Fe.
- (c) 0,4 % p/v AlSt + 1 % p/v de polímero de polialquenil succinimida polioliol (dispersante típico utilizado en lubricantes, y distinto del polímero PMV, al que llamaremos “PD”) + 2 % p/v de PMV + 25 % v/v de Fe.

Como se puede observar en la Figura 2.26, por adición de PMV se obtuvo un FMR estable durante un tiempo no inferior a 10 días con contenidos de hierro en fracción de volumen $\phi = 25\%$ y $\phi = 32\%$. Se observa también que la adición de un segundo dispersante (PD) no favorece la estabilidad del sistema.

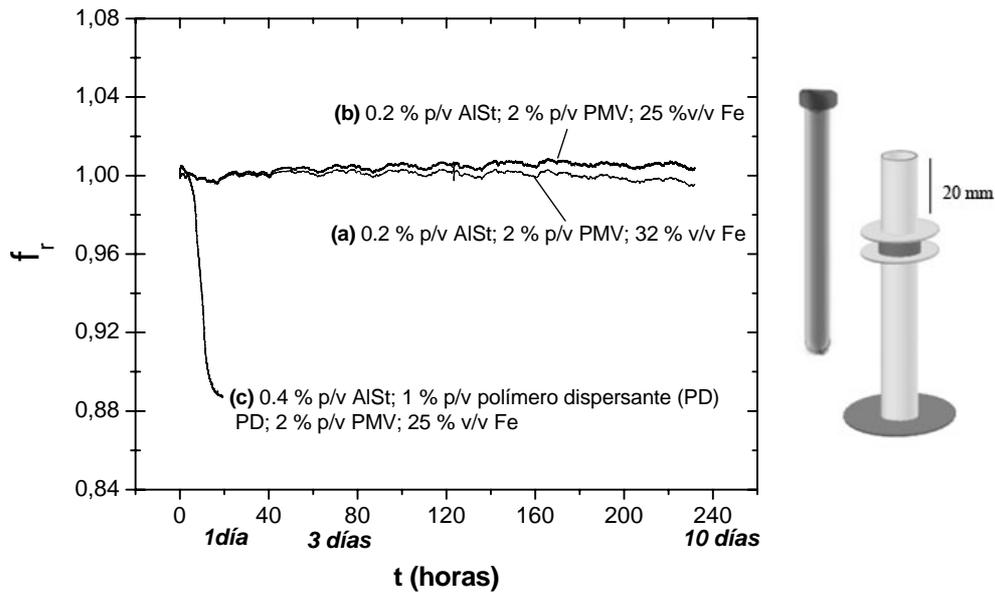


Figura 2.26. Frecuencia relativa del circuito oscilante sensor en función del tiempo para diferentes muestras de FMR.

Se comparó la estabilidad de la formulación óptima REPSOLYPF-UGR32% con la de un producto comercial FMR132LD de la compañía Lord Corp. (USA). Este fluido contiene una fracción de volumen de hierro $\phi = 32 \%$. En adelante nos referiremos a él como FMRCOM32%. En la Figura 2.27 se incluyen los ensayos de sedimentación de las muestras REPSOLYPF-UGR32% y FMRCOM32%. En este caso se muestran los resultados de las medidas tomadas simultáneamente con dos bobinas sensoras situadas en la parte superior e inferior del tubo de ensayo que contiene a las suspensiones. Como se puede observar, para la muestra de REPSOLYPF-UGR32% no se aprecian diferencias significativas entre las medidas tomadas con ambas bobinas. Por el contrario, en el caso de la muestra FMRCOM32%

se aprecia un aumento significativo en los valores de f_r tomados en la bobina inferior, lo que indica que la concentración de hierro en el fondo de la suspensión crece más rápidamente en esta muestra comercial que en la suspensión propuesta. Podemos concluir que el fluido REPSOLYPF-UGR32% mantuvo la homogeneidad (sedimentación despreciable) durante al menos 20 días.

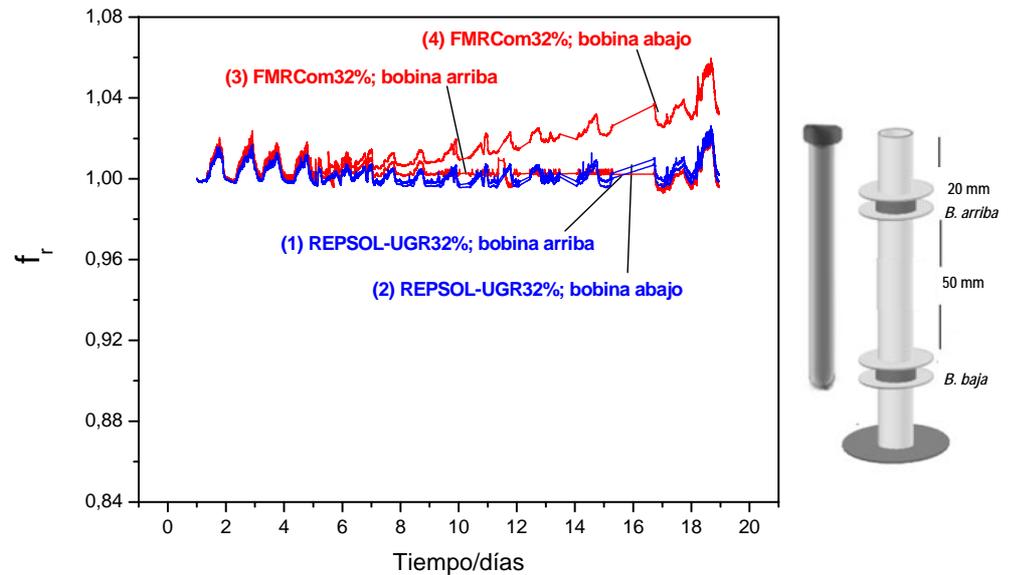


Figura 2.27. Frecuencia relativa del circuito oscilante sensor en función del tiempo para las muestras de FMR que se indican.

c) Fluidos magnetorreológicos bimodales.

En este apartado estudiaremos la estabilidad de suspensiones de partículas magnéticas con una distribución de tamaños extremadamente bimodal. Este FMR contiene solamente un FF que actúa de líquido portador y partículas magnetizables de tamaño micrométrico dispersas en el mismo. El FF es una suspensión de nanopartículas de magnetita

dispersas en aceite base estabilizadas por adsorción de moléculas de tensioactivo. Para proporcionar al producto prestaciones específicas para la aplicación a que se destinen, se pueden añadir otros aditivos, tales como antioxidantes, anticorrosivos y mejoradores de fricción.

Esta nueva formulación no contiene aditivos sólidos distintos de las partículas magnéticas y, además se evitan los procesos de agregación y sedimentación. En consecuencia, se puede usar como lubricante tanto para la fabricación de amortiguadores hidráulicos como para amortiguadores de fricción.

La fracción de volumen de partículas nanométricas contenidas en el FF ha de ser la mínima imprescindible para:

- (i) Minimizar la sedimentación.
- (ii) Conseguir una fácil redispersión de las partículas micrométricas magnetizables que se dispersan en el mismo.
- (iii) Reducir el coste del FMR final.

Las partículas de magnetita que se encuentran en el FF se obtuvieron mediante síntesis química (veáse apartado 2.2.3) durante la cual se adsorbió un tensioactivo estabilizante (ácido oleico) sobre ellas. Poseen las siguientes características:

- (i) Diámetro medio: $7,8 \pm 0,3$ nm.
- (ii) Permeabilidad magnética relativa inicial: 6,7.
- (iii) Imanación de saturación: 410 kA/m.
- (iv) Imanación remanente: 1,9 kA/m.
- (v) Campo coercitivo: 1,8 kA/m.

Una ventaja de estos FMR bimodales es la facilidad de preparación, que comprende los siguientes pasos:

- (i) Preparación del FF: se dispersan en el aceite base las nanopartículas recubiertas por tensioactivo estabilizante de forma gradual bajo agitación continua hasta obtener un ferrofluido homogéneo.
- (ii) Se agregan las partículas magnéticas de tamaño micrométrico en forma gradual mientras continúa la agitación hasta obtener un FMR homogéneo.

Para evaluar la concentración de magnetita óptima en el FF con objeto de obtener un FMR bimodal estable se prepararon suspensiones con las siguientes composiciones:

- (1) 32 % v/v de hierro disperso en FF que contiene 1,55 % v/v de magnetita.
- (2) 32 % v/v de hierro disperso en FF que contiene 3,1 % v/v de magnetita.
- (3) 32 % v/v de hierro disperso en FF que contiene 6,2 % v/v de magnetita.

En la Figura 2.28 se muestran los resultados de los ensayos de sedimentación realizados con estas tres suspensiones. Se observa que el FMR es estable durante un tiempo no inferior a 7 días cuando el contenido de magnetita nanométrica del FF portador es mayor de aproximadamente el 3 % v/v. El incremento de la concentración de nanopartículas de magnetita en el FF portador por encima del 3 % v/v

no representa una mejora significativa en la estabilidad del FMR resultante.

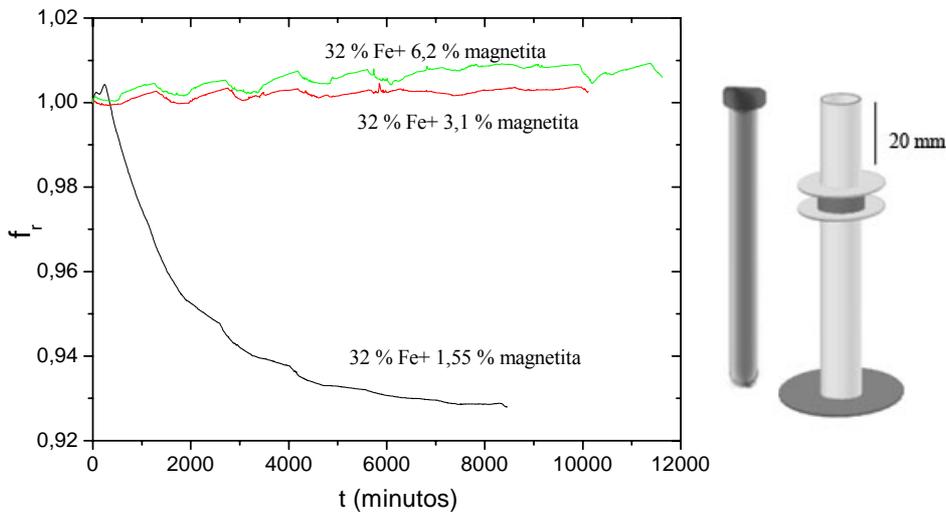


Figura 2.28. Frecuencia relativa del circuito oscilante sensor en función del tiempo de distintas muestras de FMR bimodales. Una bobina situada a 20 mm de la superficie.

La disminución de la velocidad de sedimentación y la facilidad para redispersar el FMR se basa en que las partículas nanométricas contenidas en el FF forman una nube o halo alrededor de las micrométricas por atracción magnética entre ambos tipos de partículas como se puede observar en la fotografía de la Figura 2.29. [López-Lopez y cols. (2005)]. Puede observarse que no llegan a formarse heteroagregados (entre micro- y nanopartículas) compactos porque las moléculas de tensioactivo adsorbidas sobre la magnetita imponen una barrera estérica que impide que se adhieran a las micropartículas de hierro.

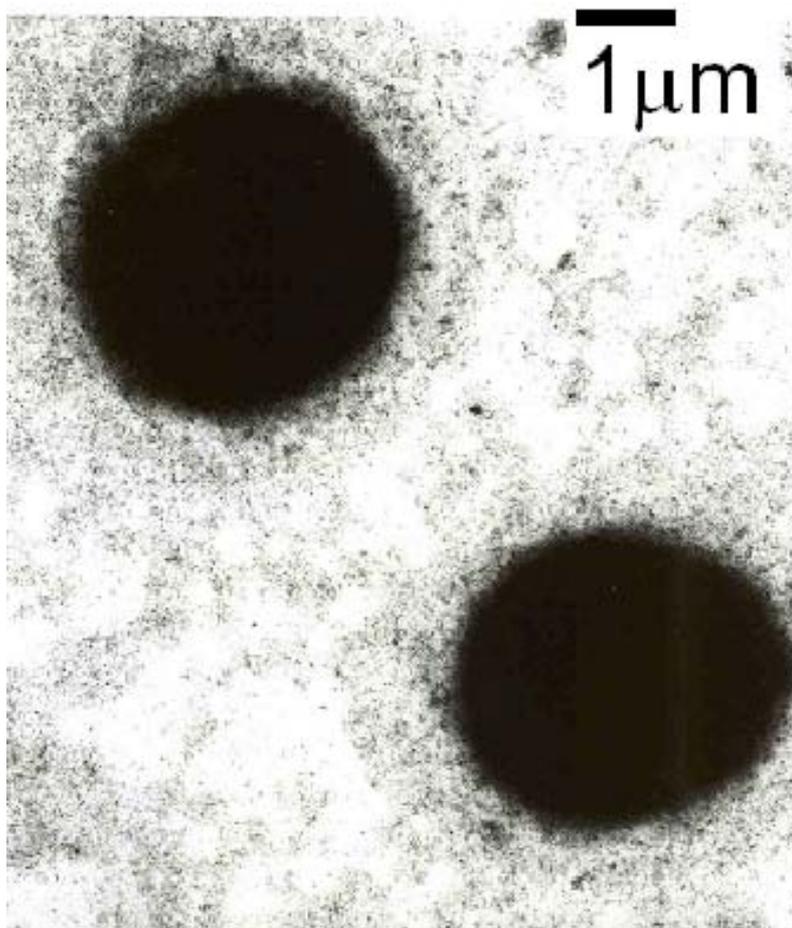


Figura 2.28. Fotografía HRTEM de la partícula de hierro rodeada por partículas de magnetita sintética.

La existencia de dicho halo protector evita que, en ausencia de campo magnético externo, las micropartículas puedan formar hom-agregados por el efecto combinado de las interacciones de van der Waals y magnética. La fuerza de atracción magnética en ausencia de campo externo aplicado tiene su origen en la pequeña imanación remanente que poseen las micropartículas de hierro, a pesar de que son magnéticamente blandas (poseen un ciclo de histéresis muy estrecho).

CAPÍTULO 3

*REDISPERSIÓN DE FLUIDOS
MAGNETORREOLÓGICOS
CONCENTRADOS*

3.1. Introducción.

En la bibliografía sobre las aplicaciones tecnológicas de los fluidos magnetorreológicos se menciona frecuentemente que uno de los principales factores limitantes de estos fluidos para su uso como lubricantes reside, incluso más que en evitar que sedimenten, en la dificultad de redispersión de los mismos tras largos periodos de tiempo en reposo [Phulé y Ginder (1998)]. Esta dificultad proviene de dos fenómenos fundamentalmente:

- (i) La posible existencia de agregados entre partículas magnéticas que coagulan por acción conjunta de las fuerzas de atracción magnética (la magnetización remanente puede ser pequeña, pero no nula) y las fuerzas de van der Waals.
- (ii) En aquellos FMR que contienen partículas coloidales que forman geles espesantes (sílice, arcillas orgánicas) para impedir la sedimentación, suelen aparecer sedimentos cada vez más compactos por desgaste del material sólido no-magnético tras largos periodos de tiempo de uso.

La situación ideal sería aquella en la que el FMR no sedimentase apreciablemente, permaneciendo las partículas dispersas, sin variar de modo significativo su estado de agregación. En un ensayo de determinación de la frecuencia de resonancia (f_r), como los que hemos descrito en el capítulo anterior, esto equivaldría a que la representación $f_r(t)$ fuese una línea recta horizontal para largos periodos de tiempo en reposo (del orden de meses). Realmente esto no

ocurre. Sin embargo, ello no significa que el FMR sea inutilizable a partir de ese momento. Una vez que el fluido ha sedimentado, puede utilizarse si es posible su redispersión utilizando métodos fácilmente implementables en un dispositivo real y sin que haya que realizar un trabajo mecánico muy elevado.

No existen, que sepamos, estudios cuantitativos sobre la rigidez de los sedimentos formados en fluidos magnetorreológicos tras periodos de almacenamiento muy prolongados. De ahí que nos hayamos planteado cómo medir el grado de redispersabilidad de modo cuantitativo. Para ello, se puso a punto un procedimiento que permite medir la rigidez del sedimento tras distintos periodos de reposo de los lubricantes magnetorreológicos.

En este capítulo se describe, en primer lugar, la técnica ideada para estimar de forma cuantitativa la redispersabilidad de los sedimentos. A continuación, se aplica a los dos FMR más estables desarrollados es este trabajo y se comparan los resultados con los correspondientes a un lubricante magnetorreológico comercial.

3.2. Materiales y métodos experimentales

a) Materiales

Los materiales utilizados para la preparación de las suspensiones magnetorreológicas fueron descritos en el Capítulo 2. Aplicaremos la técnica de evaluación de la redispersabilidad a las formulaciones óptimas propuestas anteriormente. Estas son:

- (i) *FMR1*. Es el FMR denominado “REPSOLYPF-UGR32%” que se recordará que contiene una fracción de volumen del 32 % de hierro disperso en un líquido portador compuesto por aceite base SN60, PMV (polímero modificador de viscosidad).
- (ii) *FMR2*. Es el FMR comercializado por Lord Corporation (EE.UU.) bajo la denominación FMR-132LD, que contiene una fracción de volumen del 32 % de partículas de hierro (denominado en el Cap. 2 “FMRCom32%”).
- (iii) *FMR3*. Es el FMR bimodal que contiene una fracción de volumen del 32 % de hierro disperso en un líquido portador que es un ferrofluido con concentración de magnetita entre el 1,55 % y 7,9 % v/v.

b) Redispersión.

El método se basa en la medida de la fuerza necesaria para penetrar el sedimento formado tras un cierto tiempo de reposo de la suspensión. El valor obtenido para dicha fuerza representa una medida del grado de compactación o rigidez de dicho sedimento. Por otra parte, hay que tener en cuenta que, dada la anchura de la distribución de tamaños de las partículas magnéticas utilizadas, el sedimento formado no suele ser homogéneo. De aquí que sea útil determinar la fuerza de penetración en función de la profundidad en el sedimento formado, para lo cual se diseñó un dispositivo capaz de medir dicha fuerza de penetración de forma simple y automatizada.

Los requisitos que debe cumplir el dispositivo de medida son los siguientes:

- (i) El ensayo debe realizarse con una aguja estándar de penetración.
- (ii) Debe ser reproducible y permitir que los ensayos realizados tras diferentes periodos de tiempo sean comparables.
- (iii) Debe poseer elevada sensibilidad, para diferenciar pequeñas variaciones de fuerza entre fluidos de similares características.
- (iv) El ensayo ha de poder realizarse controlando la velocidad, distancia, ciclos y dirección de penetración.
- (v) Debe ser fácil la adquisición y posterior procesamiento de los datos de fuerza de penetración en función de la distancia o del tiempo.

Para cumplir estos requisitos se diseñó un dispositivo compuesto por las siguientes partes:

- (i) Aguja de penetración estándar ASTM D5-05a. Habitualmente, se utiliza en ensayos de rigidez de asfaltos. Está compuesta por un vástago cilíndrico al que se acopla una punta cónica: el detalle de la aguja se muestra en la Figura 3.1. El vástago tiene una longitud de 58,0 mm y diámetro 3,0 mm; la punta cónica tiene 25,4 mm de longitud y 4,00 mm de diámetro máximo. El peso del conjunto vástago-punta

es de 2,50 g. Las suspensiones a ensayar se introdujeron en tubos de ensayo con diámetro de 9 mm.

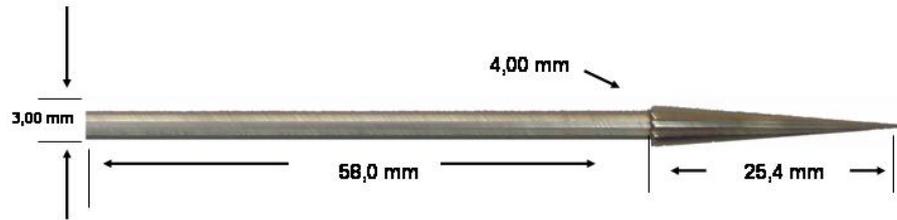


Figura 3.1. Aguja estándar ASTM D5-05a utilizada en ensayos de penetración.

- (ii) Un motor paso a paso, que se encuentra unido en forma solidaria a un tornillo roscado a 2 mm/vuelta, con altura total de 300 mm. Este motor permite controlar a través del ordenador el número de vueltas que realiza el tornillo, la velocidad (los ensayos se realizaron a $v = 10$ mm/s) y su sentido de giro. El tornillo soporta una plataforma cuadrada de 100 mm², que sube o baja dependiendo del sentido de giro.
- (iii) Para alcanzar la sensibilidad deseada, el vástago se unió verticalmente y por debajo a una balanza de precisión Mettler AE163 (sensibilidad $\pm 0,01$ mg).
- (iv) Las lecturas de fuerza/desplazamiento de la aguja, se envían al ordenador mediante el puerto serie RS232, mientras que las órdenes al motor, sentido de giro (ascenso-descenso) y número de ciclos, se envían a través del puerto paralelo del mismo ordenador.
- (v) Hardware/software: fue necesario diseñar, programar y construir una interfase electrónica de potencia entre el

ordenador, el motor y los sensores de fin de carrera e inicio y fin del ensayo.

El detalle del dispositivo completo se muestra en la Figura 3.2.

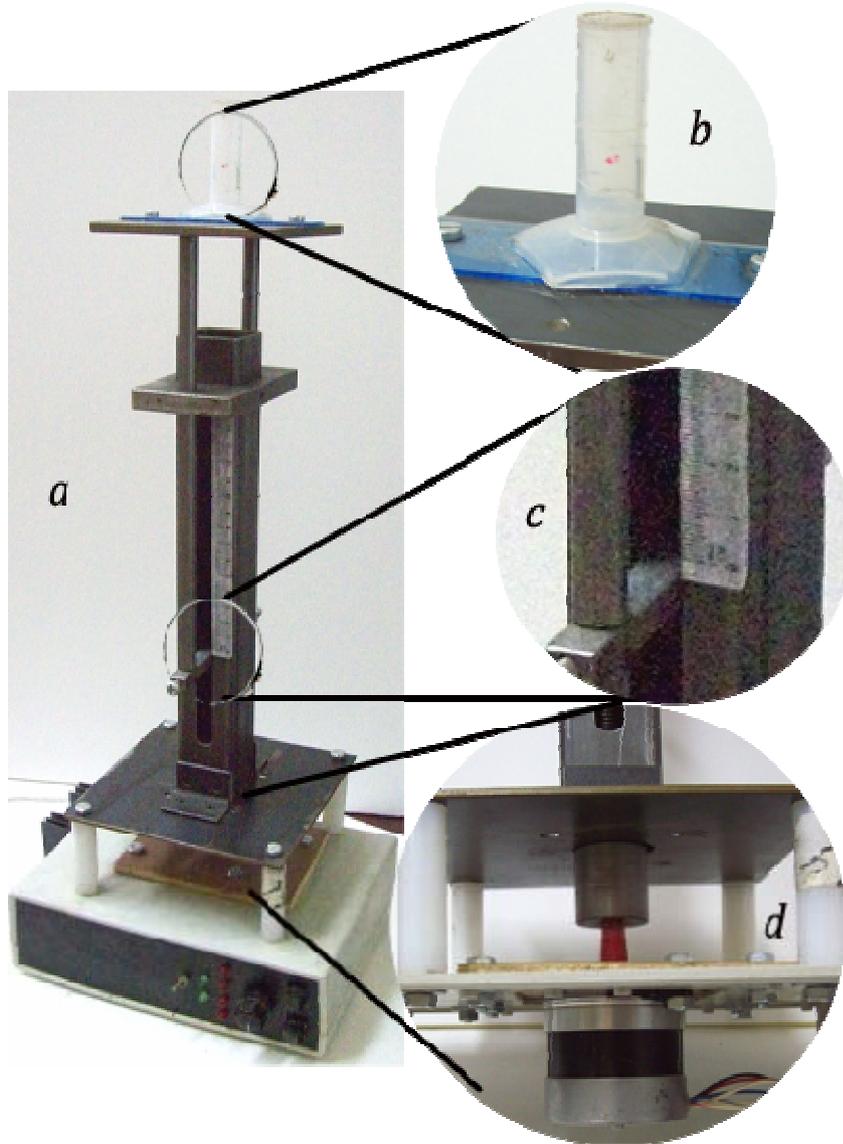


Figura 3.2. a) Dispositivo de medida de fuerza de penetración/extracción en sedimentos; b) soporte muestra; c) altura graduada d) motor paso a paso

c) Protocolo de medida.

Antes de iniciar cada ensayo se pone a cero la balanza. A continuación se coloca la muestra en el tubo de ensayo y se programan las características del experimento (ciclos necesarios, tiempo de espera entre ciclos, etc.). Luego se inicia el ensayo haciendo ascender el tubo hasta la distancia prefijada, registrando simultáneamente los datos de fuerza de penetración, tiempo y distancia recorrida.

Para comprobar la sensibilidad del método, se procedió a medir el empuje hidrostático sobre el vástago al sumergirlo en acetona pura y en distintas muestras con partículas dispersas en aceite. En la Figura 3.3 se muestran los resultados de estos ensayos preliminares. El dispositivo es capaz de detectar y distinguir perfectamente la diferencia entre suspensiones con distinto grado de compactación: valores más elevados de fuerza de penetración se corresponden con suspensiones más difíciles de redispersar.

En el caso de la acetona pura, la fuerza de penetración aumenta linealmente con la distancia debido al aumento del empuje hidrostático conforme se va sumergiendo el vástago en el líquido. En el caso del fluido FMR1 la fuerza también varía linealmente, aunque con valores mayores que en el caso de la acetona pura. Finalmente para FMR2, se registran irregularidades en la gráfica fuerza-distancia debidas seguramente a la presencia de gran número de agregados en el camino recorrido. Al final se observa un pico muy agudo, que se corresponde con un sedimento muy compacto en el fondo del tubo de ensayo.

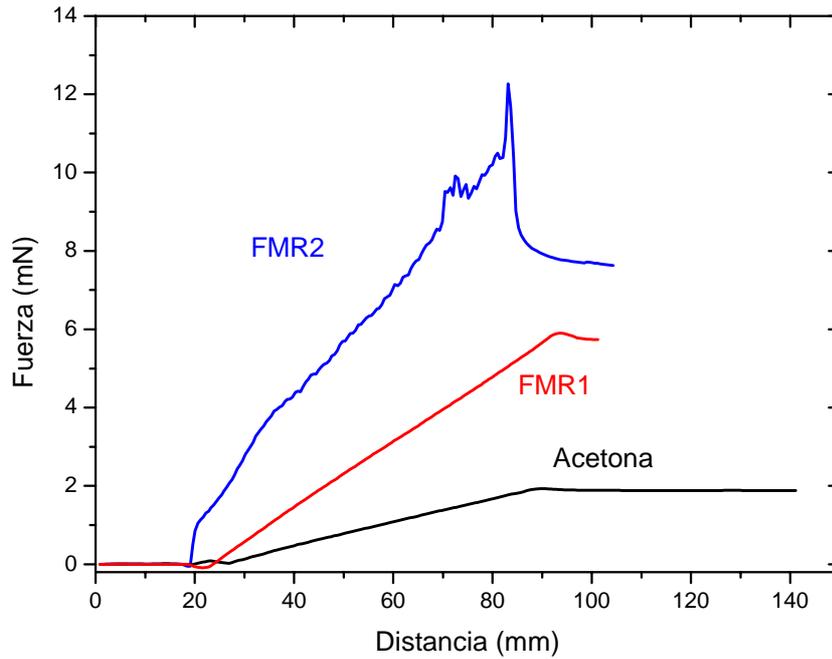


Figura 3.3. Fuerza de penetración en función de la distancia para diferentes suspensiones (fluidos FMR1 y FMR2) comparada con la medida en acetona pura.

La realización de varios ciclos de penetración/extracción de la aguja permite evaluar la reproducibilidad del método e informa sobre el grado de compactación de la muestra. En el primer ciclo se puede observar un pico fuerza-distancia distinto al de ciclos posteriores puesto que en el primero se ha alterado el grado de compactación del sedimento. En la Figura 3.4 se muestra el comportamiento en ciclos sucesivos en una suspensión recién homogeneizada y tras 30 días de reposo. Se observa que al transcurrir el tiempo de reposo (compárense los picos de suspensión inicial y tras 30 días) la fuerza de penetración aumenta considerablemente, lo que nos indica que el sedimento se va compactando.

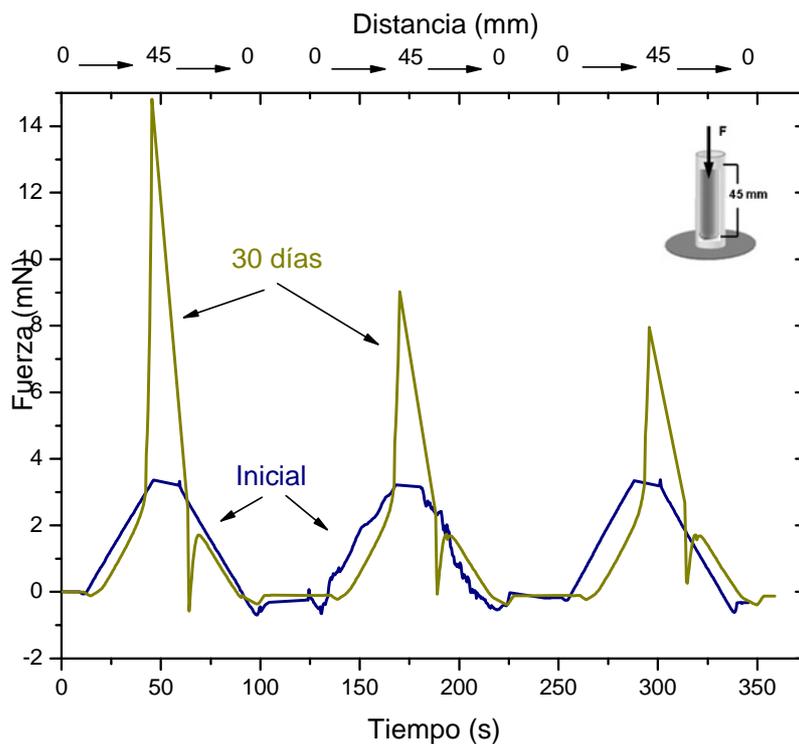


Figura 3.4. Sucesivos ciclos en un ensayo de penetración. Se representan datos de fuerza-tiempo de recorrido de la aguja a través de la muestra en el fluido FMR2 recién homogeneizada y tras 30 días de reposo.

En la Figura 3.5 se puede observar en detalle el primer ciclo representado en la Fig. 3.4. Obsérvese que al retirar la aguja de la muestra que llevaba 30 días en reposo, aparece un pico final que desciende hasta valores negativos de fuerza. Esto es debido a que la aguja arrastra fluido que se ha adherido a ella. También es posible observar un tramo horizontal posterior al inicio del inicio del ensayo (entre 10 s y 20 s) que corresponde al sobrenadante sin partículas que hay en la parte superior de la muestra tras 30 días de reposo.

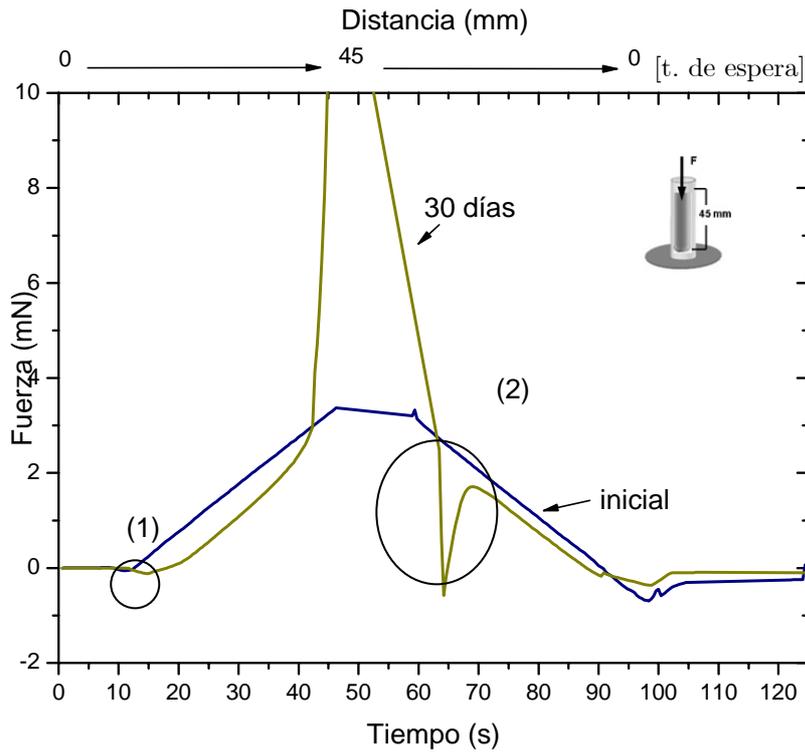


Figura 3.5. Detalle del primer ciclo de los tres mostrados en la Fig. 3.4. Se han remarcado el alargamiento del tramo de fuerza nula (1) y el pico de fuerza negativa en la extracción (2).

3.3 Resultados y discusión.

a) Comparación entre las suspensiones FMR1 y FMR2.

En la Figura 3.6 se representa la fuerza de penetración en función del tiempo en tres ciclos consecutivos de penetración/extracción de la aguja para las muestras FMR1 y FMR2 tras 30 días en reposo. Como se observa, la fuerza de penetración

siempre fue mayor en el fluido comercial (FMR2) que en el diseñado por nosotros FMR1.

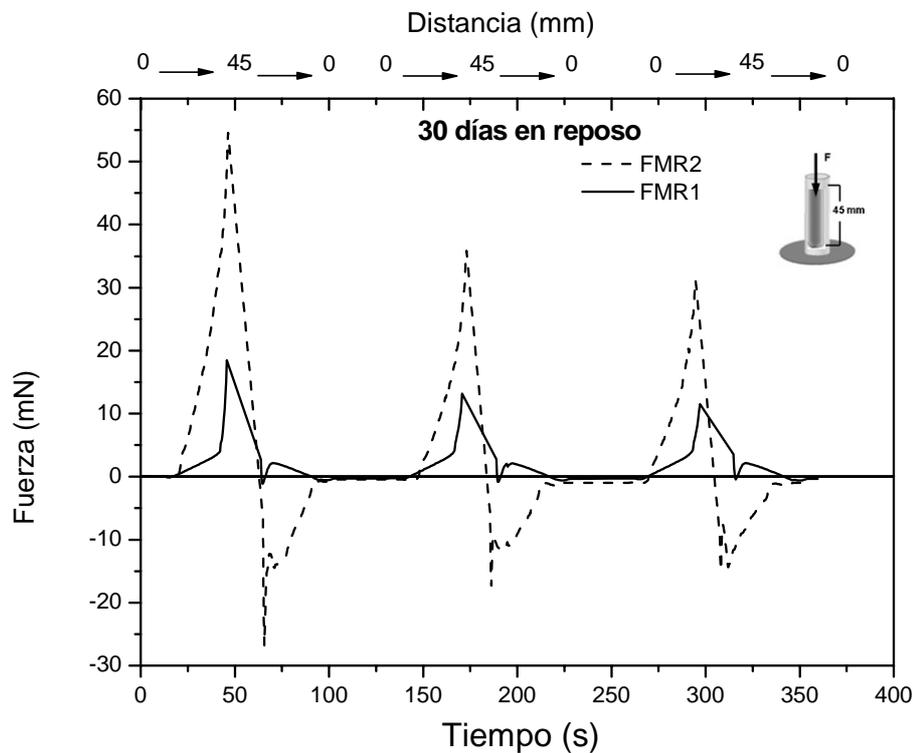


Figura 3.6. Fuerza de penetración en el sedimento en función de la distancia (tiempo) penetrada, tras 30 días de reposo de los fluidos: suspensión FMR1 (“REPSOLYPF-UGR32%”) y suspensión FMR2 (“FMRCOM32%”)

No obstante, conviene analizar en detalle la gráfica. Para ello, en la Figura 3.7 se muestra el primer ciclo de penetración que aparecía en la Fig. 3.6. En la zona recuadrada a la izquierda de la gráfica se puede observar que, mientras que en el fluido FMR2 se produce un ascenso brusco y monótono en la relación fuerza-tiempo, en el fluido FMR1 existe primero un ascenso lento (menor pendiente

fuerza-tiempo) seguido de otro tramo en que la pendiente es mayor. Este cambio de pendiente es debido a la penetración en el líquido sobrenadante seguido de la penetración progresiva en el sedimento. En el recuadro de la derecha de la Fig. 3.7 (valores negativos de fuerza) se muestra otra diferencia relevante entre los dos fluidos. El pico con fuerzas negativas en la fase de extracción de la aguja indica que esta arrastra fluido adherido a sus paredes, principalmente en el fluido comercial, FMR2.

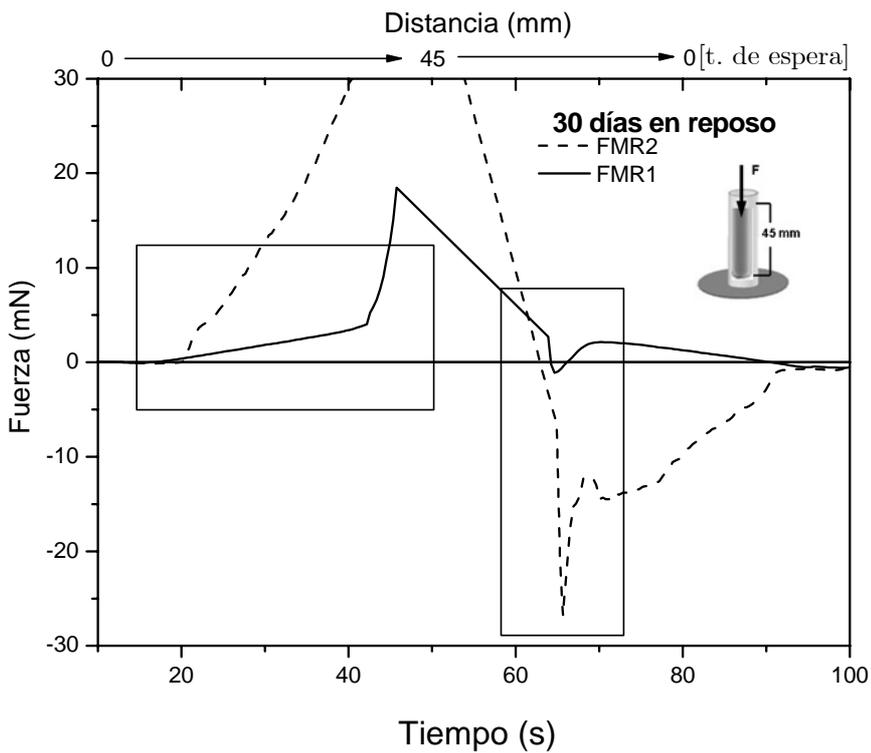


Figura 3.7. Detalle del primer ciclo de penetración mostrado en la Fig. 3.6.

Si tenemos en cuenta que el sedimento en el fluido comercial es más compacto (véase Fig. 3.6) y que en la penetración se alcanzan picos de fuerza mucho mayores que para el fluido REPSOLYPF-

UGR32% (FMR1), es lógico que al extraer la aguja esta arrastre mayor masa de sedimento en el producto comercial.

En resumen, las Figuras 3.6 y 3.7 muestran que, aunque en el fluido FMR1 existe una pequeña zona superior de separación de fases, el sedimento es menos compacto que en el fluido comercial FMR2. En consecuencia, el primero será más fácil de redispersar, obteniéndose un fluido más homogéneo en el primer ciclo de funcionamiento en el amortiguador. Por ello, es de esperar una respuesta más regular en el funcionamiento oscilante del sistema.

En la Figura 3.8 se comparan los resultados obtenidos en el primer ciclo de penetración en las mismas muestras recién homogeneizadas.

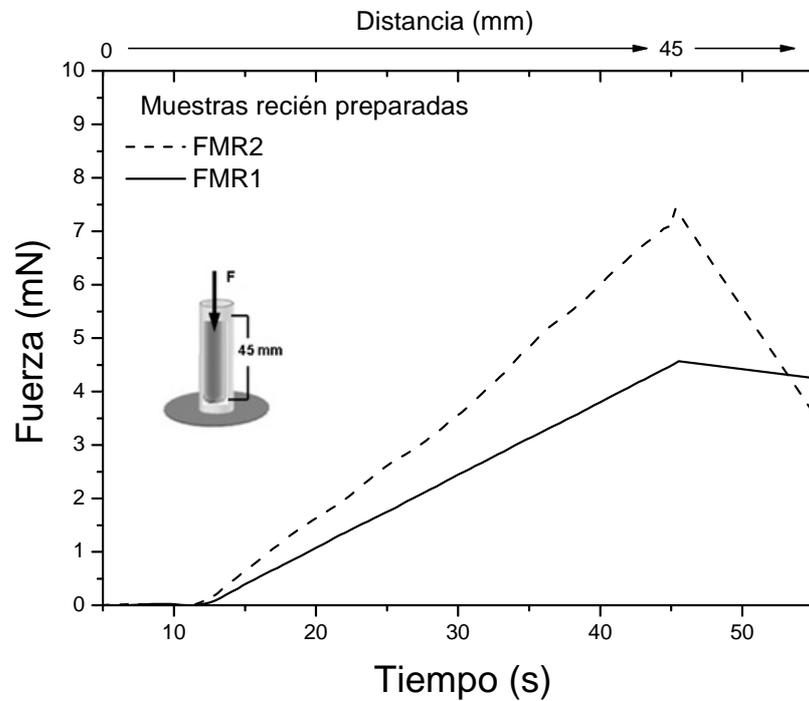


Figura 3.8. Detalle del primer ciclo de penetración. Suspensiones recién homogeneizadas.

Las dos Figuras siguientes 3.9 y 3.10 corresponden a los resultados obtenidos después de 15 y 30 días de reposo, respectivamente.

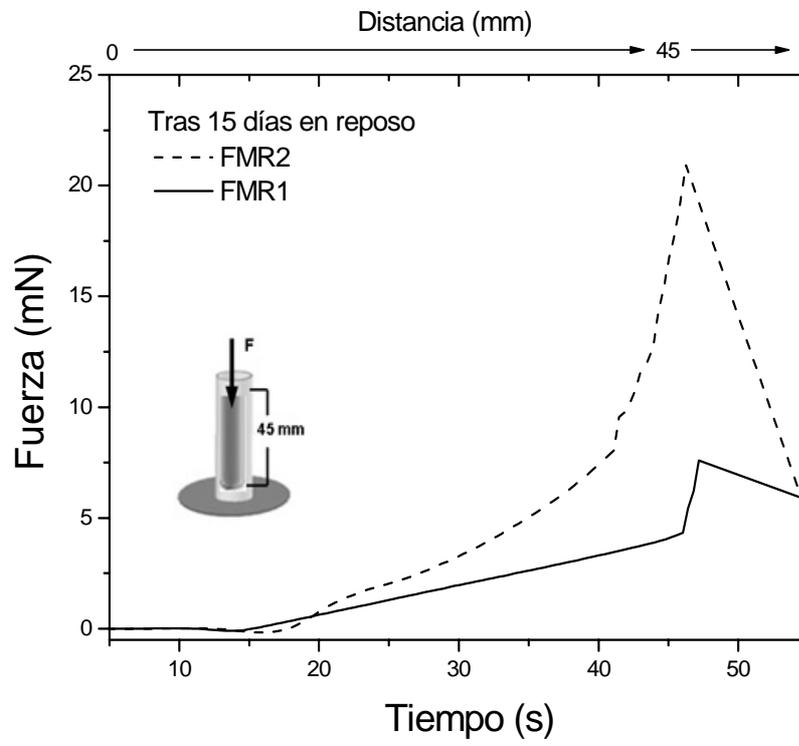


Figura 3.9. Detalle del primer ciclo de penetración, tras 15 días en de reposo de las suspensiones.

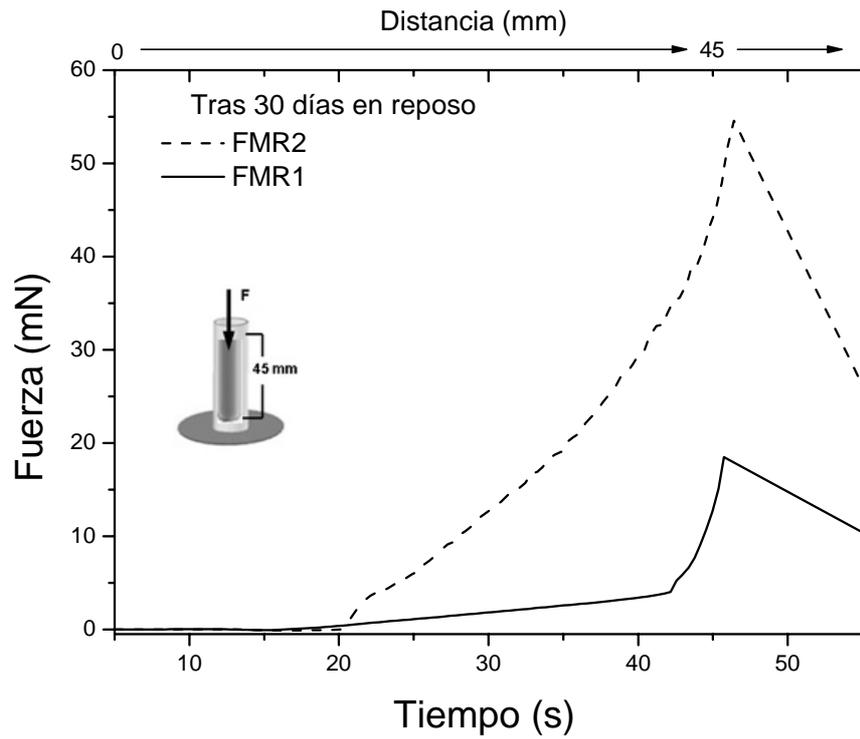


Figura 3.10. Similar a las anteriores, tras 30 días de reposo.

Los datos de las Figs. 3.8 - 3.10, muestran claramente que el sedimento de nuestro fluido REPSOLYPF-UGR32% (FMR1), es significativamente menos compacto (véase que el pico en la gráfica fuerza-tiempo se produce a valores de fuerza mucho menores) que el formado en el fluido comercial, cualquiera que sea el tiempo transcurrido.

b) Fluidos magnetorreológicos bimodales: FMR 3.

En el Capítulo anterior hemos descrito las propiedades de estabilidad de un FMR en el que el fluido portador es un ferrofluido. Aunque el comportamiento de este tipo de sistemas en cuanto a cinética de sedimentación resulta muy positivo, conviene insistir en la necesaria evaluación de la redispersión de los sedimentos de este nuevo tipo de fluidos.

En la Figura 3.11 se representa la fuerza de penetración en función del tiempo y profundidad en un ciclo de penetración/extracción de la aguja para muestras que contienen un 32 % v/v de Fe en un medio oleoso puro y en medios portadores magnéticos (ferrofluidos que contienen 1,55 %, 6,2 % y 7,9 % v/v de magnetita). Se muestran los resultados obtenidos en las muestras recién homogeneizadas. Se puede observar que la muestra con 32 % Fe + 1,55 % magnetita es la que presenta menos resistencia a la penetración, mientras que las otras tres muestras presentan resultados similares.

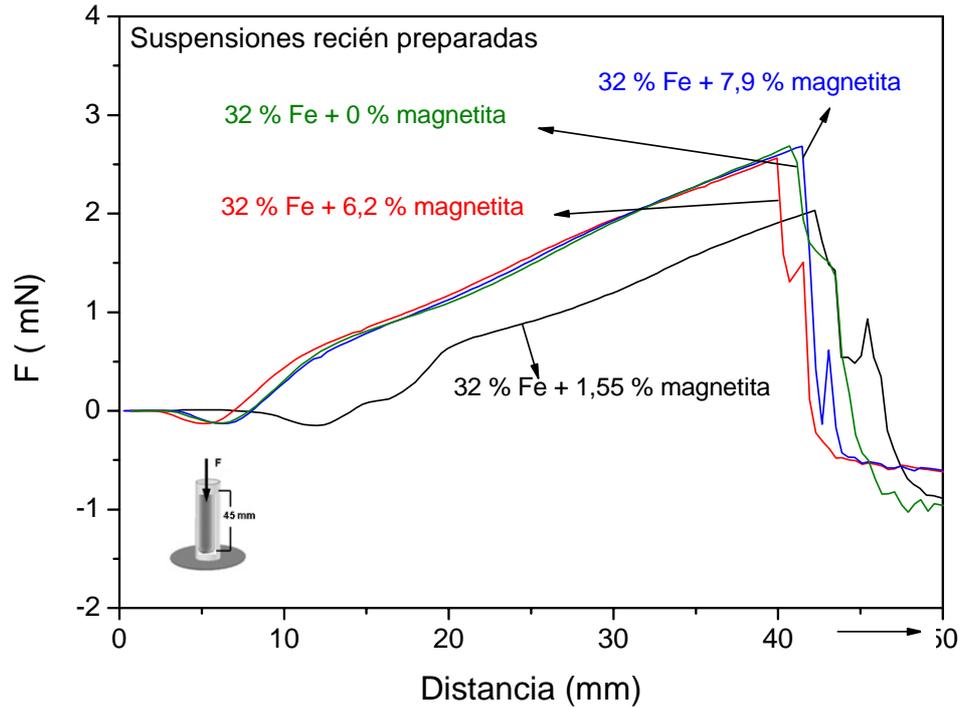


Figura 3.11. Fuerza de penetración/extracción en el sedimento en función de la distancia para las suspensiones recién preparadas que se indican.

En la Figura 3.12 se representan los resultados obtenidos con las mismas muestras de la Fig. 3.11 transcurridos 6 días en reposo desde su preparación. Se aprecia que la muestra preparada en medio oleoso puro sin magnetita presenta un sedimento más compacto: obsérvese que el máximo en el pico fuerza-distancia alcanza un valor de aproximadamente 5 mN (recién preparada era de aprox. 2,5 mN). También se aprecia un pico muy agudo (distancia 35-45 mm) que indica la presencia de un sedimento muy compacto en el fondo de la suspensión. Por el contrario, en las muestras con ferrofluido el máximo en fuerza de penetración prácticamente se ha mantenido en

torno a 2,5 mN después de 6 días en reposo, lo que representa una clara evidencia de que el sedimento formado no aumenta su rigidez significativamente en un período de tiempo del orden de una semana.

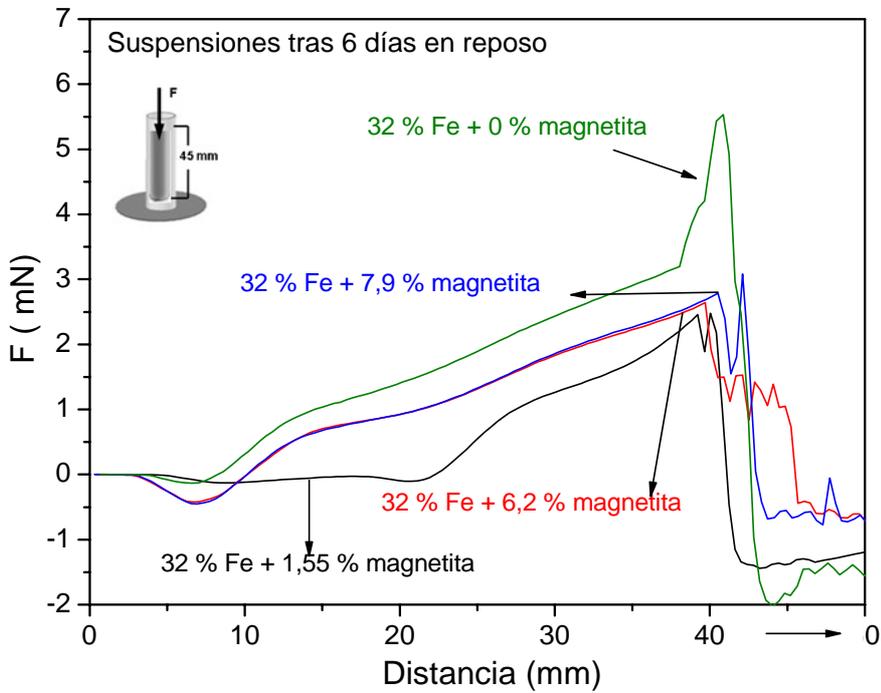


Figura 3.12. Similar a la Fig. 3.11 después de 6 días de reposo.

Sin duda el efecto protector de los halos de nanopartículas de magnetita que rodean a las partículas micrométricas de hierro evita la formación de sedimentos muy compactos y, por tanto, los hace fácilmente redispersables.

CAPÍTULO 4

MAGNETORREOLOGÍA

4.1. Introducción.

Los fluidos magnetorreológicos (FMR) poseen la propiedad de cambiar drásticamente sus propiedades reológicas bajo la acción de un campo magnético externo. En ausencia de campo, un FMR se comporta aproximadamente como un fluido newtoniano que se deforma continua e indefinidamente con independencia del esfuerzo σ aplicado sobre él, y cuya ecuación constitutiva bajo cizalla simple viene dada por la conocida ecuación de Newton:

$$\sigma = \eta \dot{\gamma} \quad (4.1)$$

donde $\dot{\gamma}$ es la velocidad de deformación (o gradiente transversal de velocidad) y η , la viscosidad.

Sin embargo, en presencia de un campo magnético se necesita un esfuerzo mínimo (esfuerzo umbral) para que el FMR fluya, es decir se comporta como fluido de tipo plástico [Barnes y cols., (1989); Macosko, (1994)]. Ello es debido a que la atracción magnética entre partículas da lugar a la formación de cadenas de partículas más o menos ordenadas y, para que el fluido en su conjunto pueda fluir es necesario recuperar un esfuerzo neto llamado esfuerzo umbral.

La mayoría de los fluidos magnetorreológicos poseen este tipo de comportamiento, cuya ecuación constitutiva [Barnes y cols., (1989); Goodwin y Hughes, (2000)] en el caso de un plástico ideal, es:

$$\sigma = \sigma_y + \eta_B \cdot \dot{\gamma} \quad (4.2)$$

donde σ_y es el esfuerzo umbral y η_B la viscosidad a elevadas velocidades de deformación.

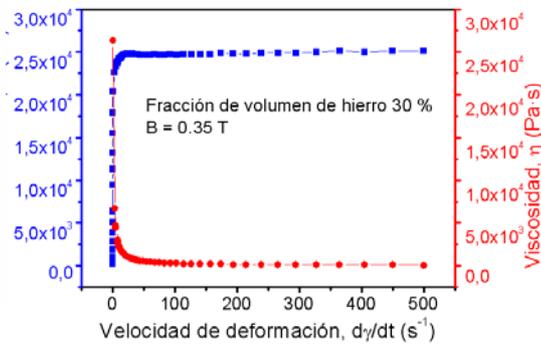
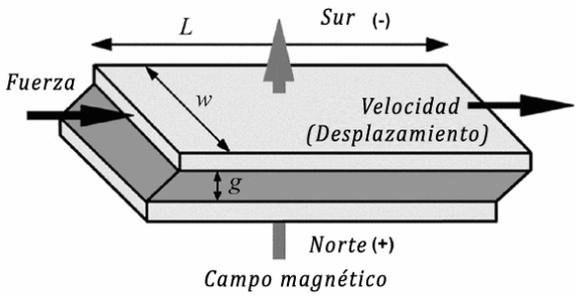
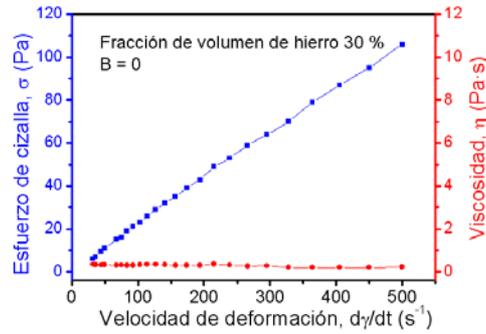
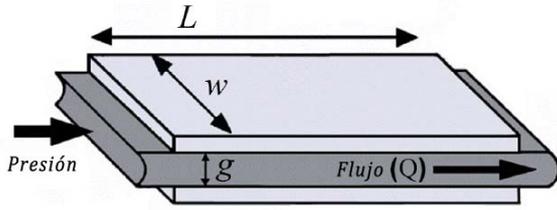


Figura 4.1. Reogramas para ilustrar el efecto magnetorreológico. Arriba: si $B = 0$, el fluido se comporta como newtoniano, abajo: si $B \neq 0$, el fluido se comporta como plástico fluidificante.

Como se puede apreciar en la Figura 4.1, la principal característica de estos sistemas cuando están sometidos a un campo magnético externo es que no comienzan a fluir hasta que el esfuerzo aplicado sobre ellos no supera cierto valor crítico, el esfuerzo umbral. El comportamiento posterior es aproximadamente newtoniano. En términos de viscosidad, se puede decir que poseen un comportamiento

intensamente fluidificante, es decir, la viscosidad sufre un fuerte descenso al aumentar la velocidad de deformación. El punto de partida en la explicación del fenómeno magnetorreológico es la interacción (supondremos dipolar) entre los momentos magnéticos \mathbf{m}_1 y \mathbf{m}_2 de dos partículas, en la que la posición de la segunda, respecto al centro de la primera, viene dada por \mathbf{r} . Si la permeabilidad relativa del medio es μ_m , la energía potencial de interacción [Bossis y cols. (2002)] es:

$$V_M(\mathbf{r}) = \frac{\mu_0 \mu_m}{4\pi} \left(\frac{\mathbf{m}_1 \cdot \mathbf{m}_2}{r^3} - \frac{3(\mathbf{m}_1 \cdot \mathbf{r})(\mathbf{m}_2 \cdot \mathbf{r})}{r^5} \right) \quad (4.3)$$

siendo $r = |\mathbf{r}|$.

Como indica la Figura 4.1, la energía potencial es mínima cuando $\theta_1 = \theta_2 = 0$, es decir, los momentos magnéticos están alineados.

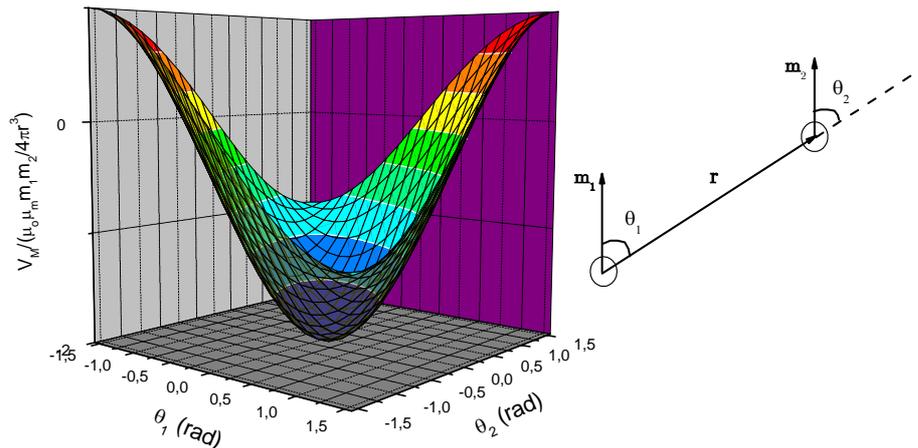


Figura 4.2. Energía potencial de interacción entre dos dipolos magnéticos en función de los ángulos θ_1 , θ_2 .

En tal caso, V_M sólo dependerá de r :

$$V_M(r) = -\frac{\mu_0 \mu_m}{2\pi} \frac{m_1 m_2}{r^3} \quad (4.4)$$

En el caso de las partículas de hierro utilizadas en este trabajo, los momentos magnéticos remanentes de las partículas son muy pequeños, por lo que la interacción solo ocurrirá en presencia de un campo magnético. Este inducirá una magnetización $\mathbf{M} = \chi \mathbf{H}$, siendo χ la susceptibilidad magnética del material. Para partículas esféricas iguales $\mathbf{m}_1 = \mathbf{m}_2 = (4/3)\pi a^3 \mathbf{M}$, donde a es el radio de la partícula. Con ello,

$$V_M(r) = -\frac{8\pi}{9} \frac{\mu_0 \mu_m M^2 a^3}{\left(\frac{r-2a}{a} + 2\right)^3} \quad (4.5)$$

La energía magnética del sistema será mínima si las partículas se alinean con el campo, a la mínima distancia entre sus superficies ($r - 2a = a$). La Figura 4.3 ilustra el resultado: las partículas forman cadenas o columnas en la dirección del campo. Si la suspensión se sitúa entre las placas de un reómetro y se aplica un esfuerzo de cizalla transversal al campo, el líquido en primer lugar se deforma elásticamente y las cadenas se extienden desde una placa a otra, y sólo cuando el esfuerzo es lo suficientemente alto el líquido comienza a fluir. Existe un proceso de destrucción de las cadenas y sucesivamente una nueva formación de ellas [Carletto y cols. (2002), Val Kova y cols.(2001)]. Este comportamiento microscópico se traducirá en un esfuerzo finito para iniciar el flujo, y una mayor viscosidad que en el fluido desmagnetizado.

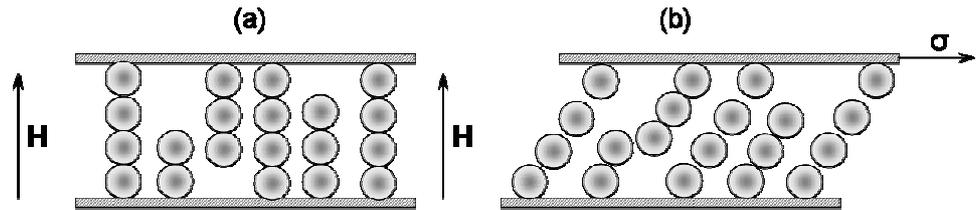


Figura 4.3. (a).Formación de cadenas bajo la acción de un campo magnético (H). (b) Formación de microestructuras bajo la acción simultánea de un campo magnético (H) y un esfuerzo de cizalla (σ).

En capítulos anteriores se han evaluado las propiedades básicas de tres tipos de fluidos magnetorreológicos: uno es comercial (FMR2) y se usará sin modificar, a modo de comparación, otro está basado en micropartículas de hierro dispersas en un fluido con aditivos estabilizantes en disolución (FMR1), y en el tercero usa un ferrofluido (suspensión de nanopartículas de magnetita en aceite) como medio portador de las partículas micrométricas de hierro.

El estudio debe completarse ahora considerando la respuesta magnetorreológica de estos tres sistemas. Ello supone obtener experimentalmente sus reogramas en presencia de campos magnéticos externos, analizando el efecto de las principales variables que presumiblemente afecten a dicha respuesta, a saber: concentración de micropartículas de hierro, concentración de nanopartículas de magnetita, intensidad de campo magnético y variación de la temperatura.

4.2. Materiales y métodos experimentales.

a) Materiales.

Los materiales utilizados para la preparación de las suspensiones magnetorreológicas se describieron en el capítulo 2. Las suspensiones que se utilizaron para estudiar el comportamiento magnetorreológico son los que en el capítulo 3 denominamos: *FMR1* (o “REPSOLYPF-UGR32%”), *FMR2* (o “FMRCOM32%”) y *FMR3* (o “bimodales”).

b) Métodos experimentales.

Las propiedades magnetorreológicas de las suspensiones se midieron a $25,0\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ en un magnetorreómetro MCR 300 de Physica-Anton Paar (Austria). Se utilizó una geometría de medida de platos paralelos de 2 cm de diámetro con una separación entre ellos de 0,35 mm.

El protocolo de medida consta de los siguientes pasos: (i) Sin campo aplicado: la muestra se somete a una rampa creciente de velocidades de deformación entre 0 y 100 s^{-1} . La duración total del ensayo se fija en 30 s. (ii) Se repite el procedimiento anterior para cada valor de campo magnético deseado. Los campos se aplican en orden creciente.

4.3. Resultados y discusión

a) Comparación entre las suspensiones FMR1 (“REPSOLYPF-UGR32%”) y FMR2 (“FMRCOM32%”).

CAMPOS MAGNÉTICOS INTENSOS

En las Figuras 4.3 y 4.4 se muestran los reogramas (esfuerzo de cizalla en función de velocidad de deformación) de los fluidos FMR1 y FMR2 que contienen un 32 % de hierro, bajo la acción de campos magnéticos de intensidad creciente.

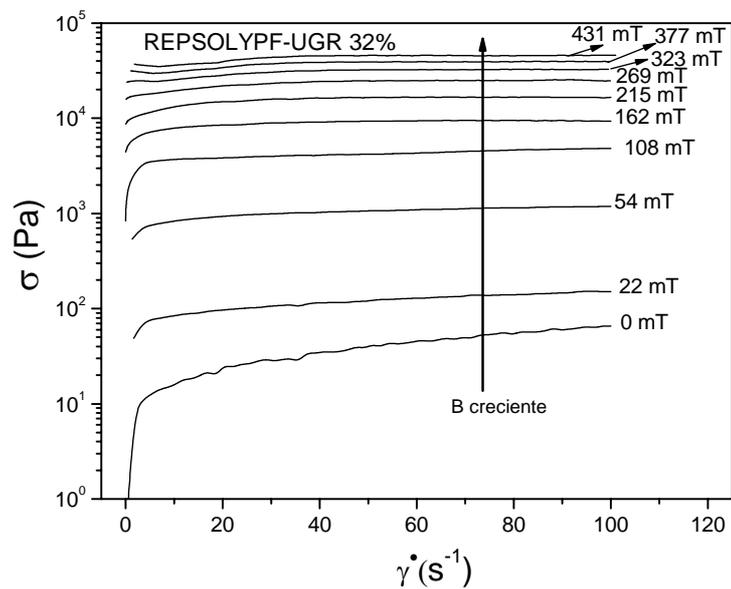


Figura 4.3. Esfuerzo de cizalla frente a velocidad de deformación para los valores crecientes de inducción magnética (B) que se indican. Fluido FMR1.

Es muy notable el aumento del esfuerzo umbral entre 3 y 4 órdenes de magnitud cuando se aplican campos magnéticos de hasta $B = 431$ mT. Esto ocurre para ambos FMR, si bien la variación es más

gradual (respuesta MR más controlable) y se inicia en menores valores, es el caso del FMR1.

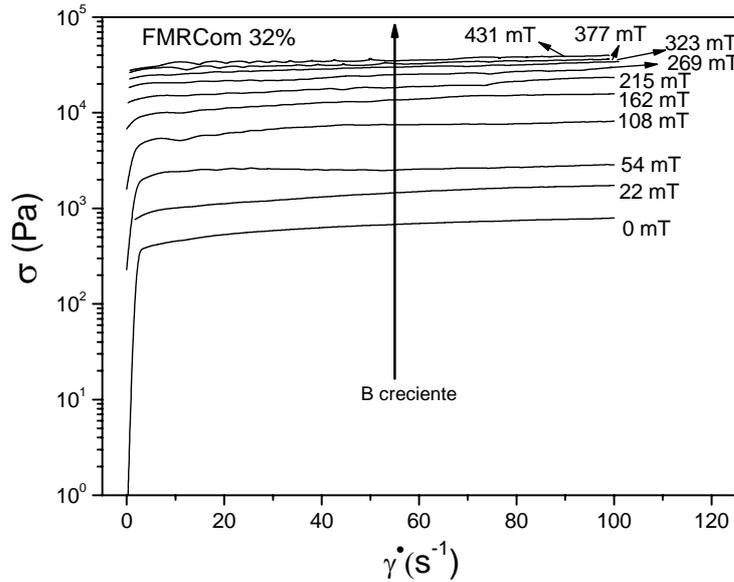


Figura 4.4. Similar a la Fig. 4.3. Fluido FMR2.

En términos cuantitativos, tomando como valor de referencia el valor del esfuerzo de cizalla necesario para alcanzar una velocidad de deformación de 50 s^{-1} , en las Figuras 4.5 y 4.6 se representan los valores de dicho esfuerzo obtenidos al recorrer un ciclo completo de campo magnético creciente y después decreciente para ambos fluidos. Como se puede observar, se alcanzaron valores de esfuerzo de cizalla más elevados en el fluido FMR1 ($\sigma_{\text{máximo}} = 46300 \text{ Pa}$) que en el comercial ($\sigma_{\text{máximo}} = 35900 \text{ Pa}$) para $B = 431 \text{ mT}$. El ciclo de histéresis magnética es relativamente estrecho en ambos fluidos: $\Delta\sigma$ (para $B = 215 \text{ mT}$) = 3300 Pa en FMR1 y 3500 Pa en FMR2.

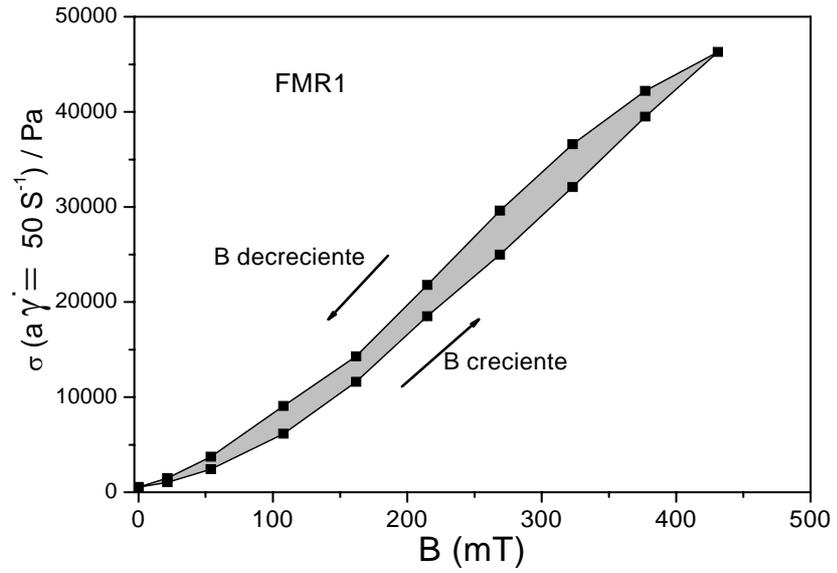


Figura 4.5. Esfuerzo de cizalla (a velocidad de deformación de 50 s^{-1}) en función de la inducción magnética (B) para el fluido FMR1, para campo aplicado primero creciente y después decreciente.

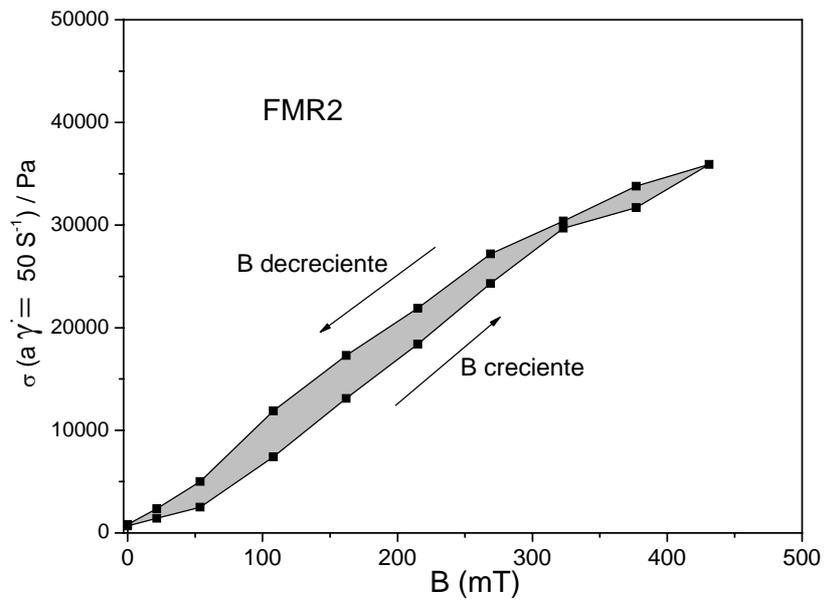


Figura 4.6.- Análoga a la Fig. 4.5 para el fluido FMR2.

A la vista de estos datos se puede confirmar que existe un intenso efecto magnetorreológico, es decir, se produce un importante incremento de esfuerzo umbral al aumentar el campo magnético aplicado siendo este, más notable en el FMR1.

CAMPOS MAGNÉTICOS DE BAJA INTENSIDAD

Por otra parte, es interesante comprobar la respuesta de ambas suspensiones para campos magnéticos poco intensos, explorando así las posibilidades de control de la respuesta magnetorreológica. En las Figuras 4.7 a la 4.10 se representan los resultados obtenidos. El FMR1 desarrolla para campos magnéticos con $B \leq 21,5$ mT, menores esfuerzos umbrales que el fluido comercial FMR2 y además, presenta una respuesta más regular.

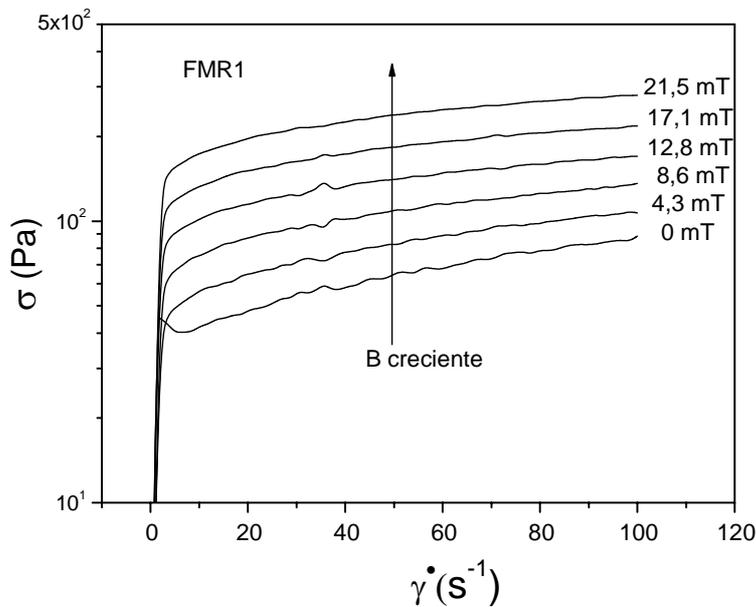


Figura 4.7. Esfuerzo de cizalla en función de velocidad de deformación para campos externos de baja intensidad (B entre 0 y 21,5 mT). Fluido FMR1.

Obsérvense los picos en las gráficas de las Figs. 4.8 y 4.10. Probablemente este resultado es consecuencia de la presencia de agregados de partículas de hierro en el producto comercial.

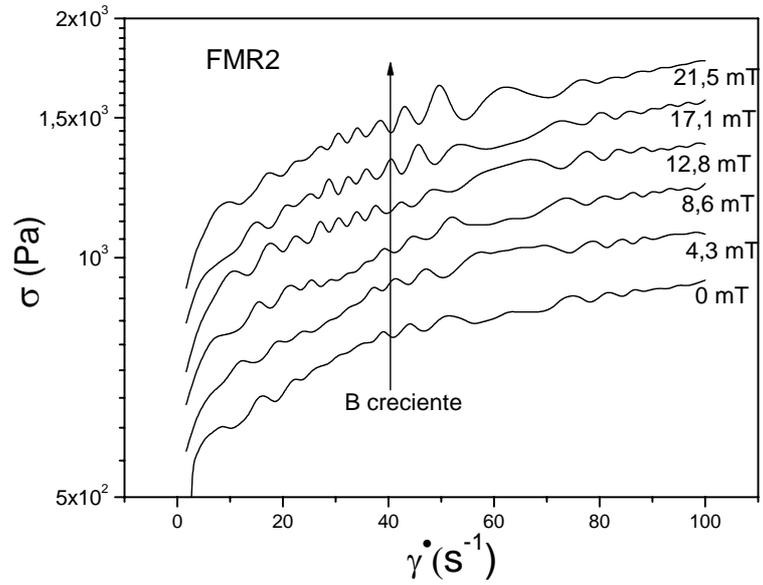


Figura 4.8. Análoga a la Fig. 4.7. Fluido FMR2.

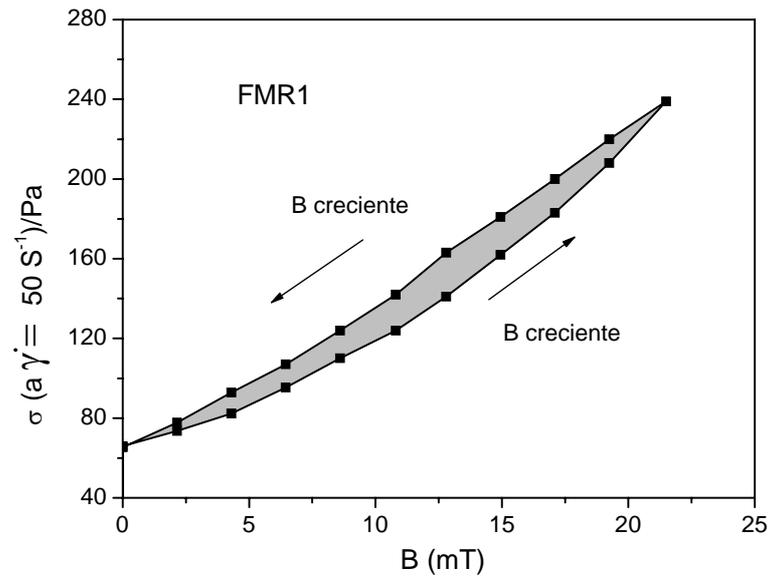


Figura 4.9. Esfuerzo de cizalla (a velocidad de deformación de 50 s^{-1}) en función de la inducción magnética (B) para el fluido FMR1 para un ciclo de campo magnético de baja intensidad.

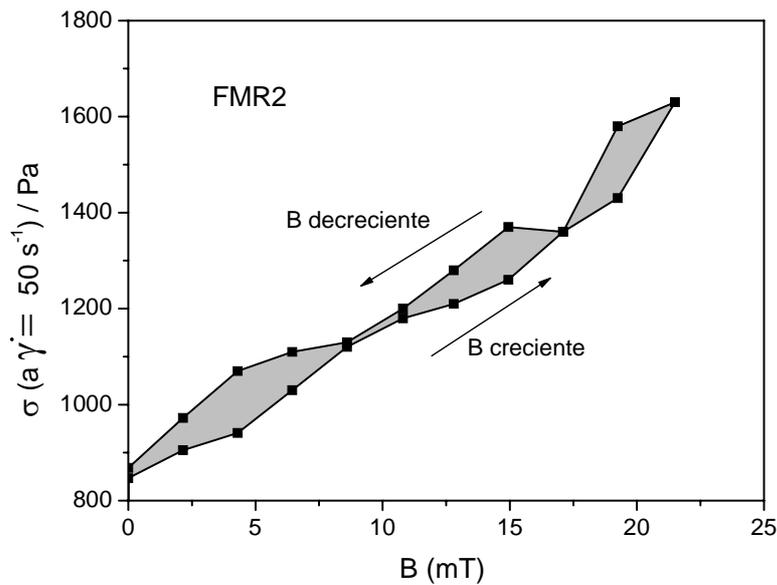


Figura 4.10. Análoga a la Fig. 4.9. Fluido FMR2.

Ambos fluidos se comportan de modo similar para campos de baja intensidad, con escasa histéresis y esfuerzos umbrales moderados y controlables. El fluido FMR1 presenta esfuerzos umbrales menores que el comercial FMR2 en estas condiciones experimentales. Este hecho representa una ventaja porque con el FMR1 dispondremos de un mayor rango de respuesta MR controlable cuando se utilice como lubricante semi-activo en un amortiguador.

b) Comportamiento magnetorreológico en función de la temperatura.

Una variable importante a considerar en el estudio reológico de este tipo de fluidos es el efecto de la variación de temperatura. Esto es especialmente relevante cuando el aceite base lleva en disolución polímeros reguladores o modificadores de la viscosidad

(PMV), puesto que su función, entre otras, consiste en moderar los elevados cambios de viscosidad del aceite al cambiar la temperatura. Por ello, es pertinente estudiar el efecto de la temperatura en los fluidos FMR1 y FMR2 (el primero contiene un PMV y el segundo presumiblemente también).

Los protocolos seguidos para el estudio del efecto de la temperatura fueron:

- (i) *Temperaturas bajas.* Desde temperatura ambiente (25 °C), se enfrió el fluido a -2 °C y se realizaron los ensayos. Luego, desde -2 °C se bajó la temperatura a -11 °C y se realizaron nuevamente los ensayos.
- (ii) *Temperaturas altas.* Desde temperatura ambiente (25 °C), se elevó la temperatura hasta 40 °C y se realizaron los ensayos. A continuación desde 40 °C se incrementó la temperatura hasta 80 °C y se realizaron nuevamente los ensayos.

En las Figuras 4.11 y 4.12 se muestran respectivamente los reogramas del fluido FMR1 en la zona de baja temperatura para dos valores de campo magnético aplicado ($B = 196$ mT y $B = 430$ mT). Las Figuras 4.13 y 4.14 corresponden a temperaturas superiores a la ambiente.

En las Figuras 4.13 y 4.14 se muestran los reogramas del esfuerzo de cizalla para $B = 196$ mT y $B = 430$ mT para temperaturas entre 25 °C y 80 °C para el fluido FMR1.

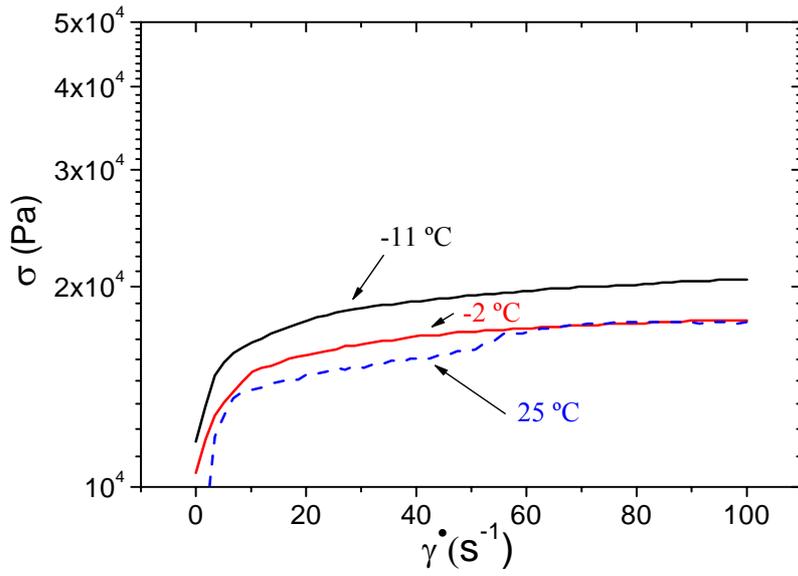


Figura 4.11. Esfuerzo de cizalla en función de la velocidad de deformación para las temperaturas que se indican. Campo aplicado $B = 196$ mT. Fluido FMR1.

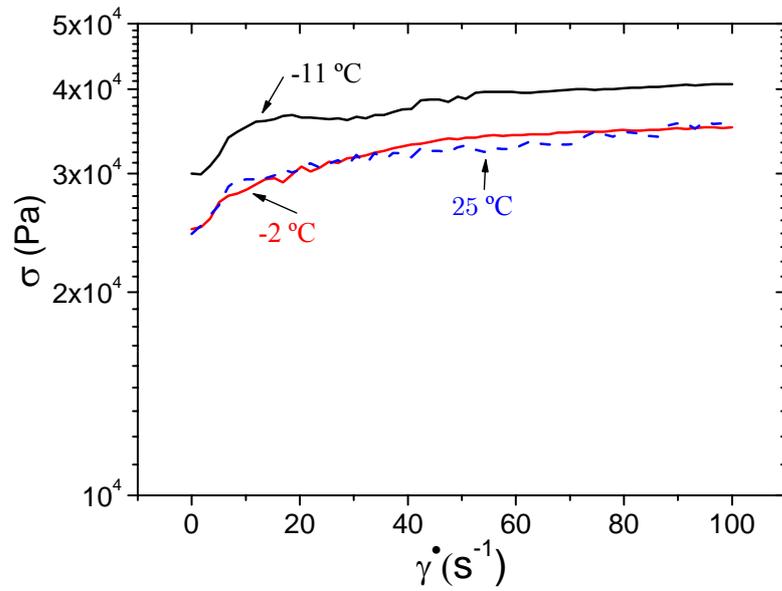


Figura 4.12. Similar a la Fig. 4.11 con campo aplicado $B = 430$ mT.

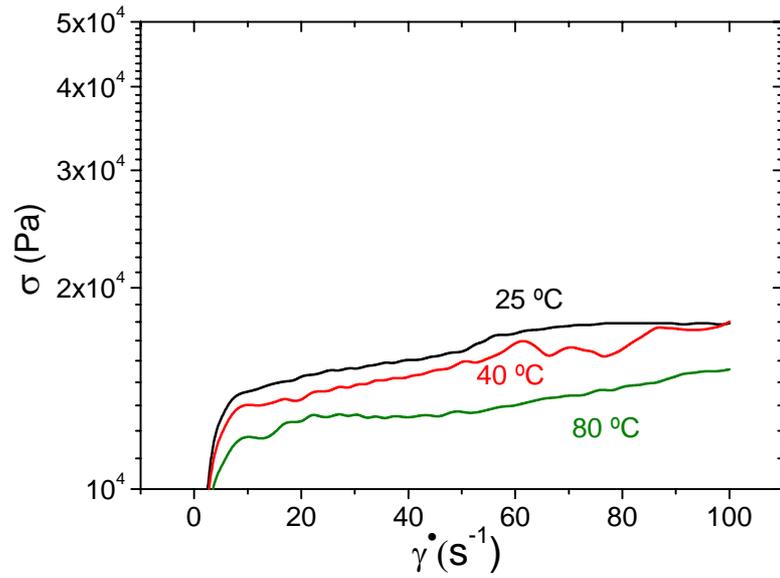


Figura 4.13. Reogramas obtenidos en el fluido FMR1 para las temperaturas que se indican. Campo aplicado $B = 196$ mT.

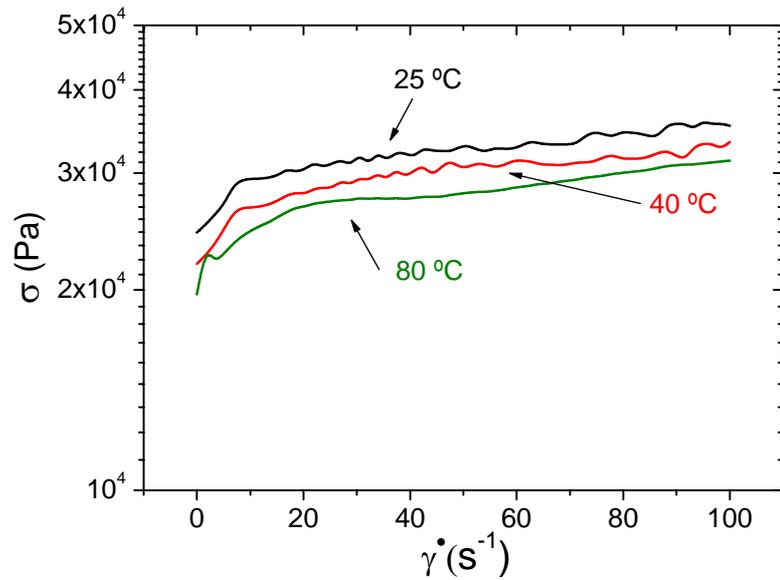


Figura 4.14. Esfuerzo de cizalla para distintas temperaturas (altas). Campo aplicado $B = 430$ mT. Fluido FMR1

En la Tabla 4.1 se incluyen los datos obtenidos de los ensayos anteriores, para una velocidad de deformación $d\gamma/dt = 50 \text{ s}^{-1}$. Se observa que los cambios en el esfuerzo necesario para hacer fluir el lubricante al modificar la temperatura entre $-11 \text{ }^\circ\text{C}$ a $80 \text{ }^\circ\text{C}$ son moderados, lo que indica que el modificador de viscosidad actúa eficientemente evitando cambios muy bruscos en la viscosidad del líquido portador. Por lo tanto la estabilidad térmica de la muestra FMR1 es muy notable, de modo que este fluido magnetorreológico puede usarse en sistemas de control de vibraciones en un intervalo muy amplio de temperaturas.

Tabla 4.1. FMR1. Esfuerzo de cizalla para una velocidad de deformación $d\gamma/dt = 50 \text{ s}^{-1}$ para dos valores de campo magnético (B) y en el rango de temperatura indicado.

Temp. ($^\circ\text{C}$)	σ (Pa) ($B = 196 \text{ mT}$)	σ (Pa) ($B = 430 \text{ mT}$)
-11	19400	38700
-2	17100	34181
25	16100	33000
40	15600	30.600
80	13000	28.000

En la Figura 4.15, 4.16, 4.17 y 4.18 se comparan los fluidos FMR1 y FMR2 para la temperatura de $-11 \text{ }^\circ\text{C}$ y $40 \text{ }^\circ\text{C}$, para dos campos aplicados ($B = 196 \text{ mT}$ y $B = 430 \text{ mT}$).

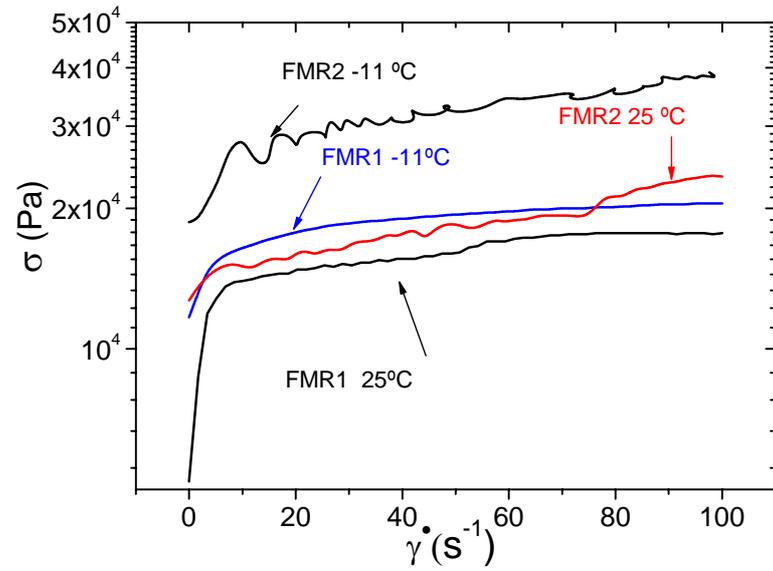


Figura 4.15. Comparación de reogramas obtenidos a -11°C en los fluidos FMR1 y FMR2. Se incluyen para comparar los reogramas obtenidos a 25°C . Campo aplicado $B = 196\text{ mT}$.

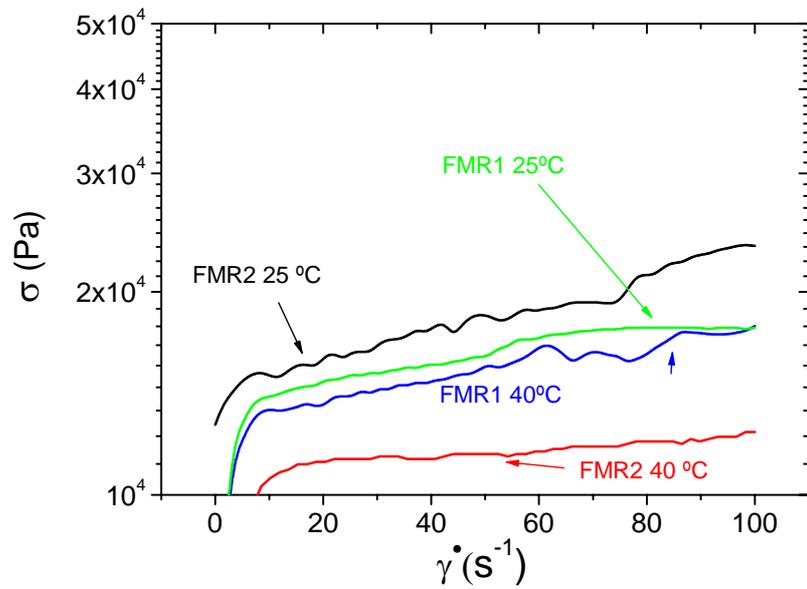


Figura 4.16. Similar a la Fig. 4.15 para temperatura de 40°C . Campo aplicado $B = 196\text{ mT}$.

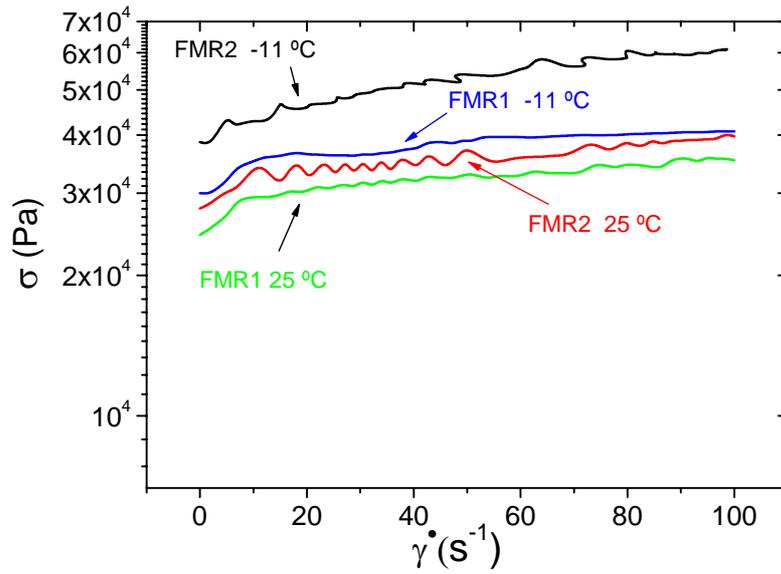


Figura 4.17. Análoga a la Figura 4. 15; pero con campo aplicado $B = 430$ mT

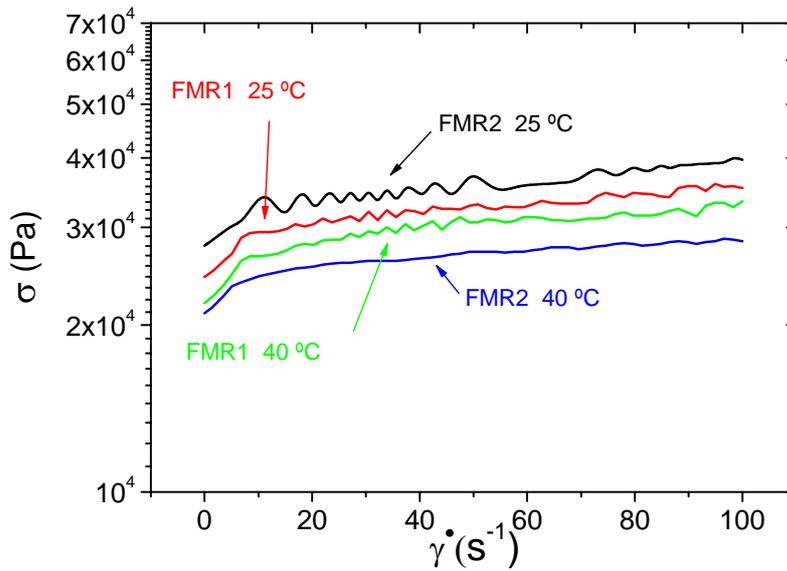


Figura 4.18. Análoga a la Fig. 4.16; pero con campo aplicado $B = 430$ mT.

En la Tabla 4.2 se muestran los datos obtenidos por comparación entre ambas suspensiones.

Tabla 4.2. Comparación entre los fluidos FMR1 y FMR2. Esfuerzo de cizalla para una velocidad de deformación $dy/dt = 50 \text{ s}^{-1}$ para dos valores de campo magnético aplicado (B) y las temperaturas que se indican.

Temp. (°C)	σ (Pa) ($B = 196\text{mT}$)		σ (Pa) ($B = 430\text{mT}$)	
	FMR1	FMR2	FMR1	FMR2
-11	19400	32100	38700	53700
40	15600	11500	30600	27100
25	16100	18400	33000	37200

Para la temperatura de $-11 \text{ }^\circ\text{C}$, en el fluido REPSOLYPF-UGR32% (FMR1) el comportamiento es similar al mostrado a $25 \text{ }^\circ\text{C}$. En el fluido FMRCOM32% (FMR2) se incrementa significativamente el esfuerzo umbral. Para una temperatura de $40 \text{ }^\circ\text{C}$, el fluido FMR1 muestra comportamiento similar al mostrado a $25 \text{ }^\circ\text{C}$, mientras que en el fluido FMR2 disminuye en mayor medida el esfuerzo umbral.

c) Magnetorreología de las suspensiones bimodales

En los capítulos anteriores se estudió la estabilidad y redispersabilidad de fluidos magnéticos con bimodalidad extrema compuestos por partículas multidominio y monodominio magnético. Se pudo observar que es posible reducir sustancialmente la sedimentación y mejorar la redispersabilidad de las partículas micrométricas de estos fluidos variando adecuadamente la proporción de las partículas nanométricas, con una concentración no inferior al 3 % v/v de magnetita. Sin embargo, la incógnita que ahora surge es si

estos fluidos presentan respuesta magnetorreológica comparable a la de los fluidos magnetorreológicos denominados FMR1 y FMR2.

En relación a este aspecto, Ginder y cols. (1996) encontraron un aumento de esfuerzo umbral en un factor de cuatro al utilizar ferrofluidos como medios de dispersión, como consecuencia del aumento en la permeabilidad relativa del medio de dispersión [Bossis y cols. (2002)]. Chen y cols. (1998) y Chin y cols. (2001) encontraron resultados similares al añadir partículas metálicas de tamaño nanométrico a suspensiones de hierro micrométrico. También en un trabajo anterior de nuestro grupo [López-López y cols. (2006)] se encontró que utilizando ferrofluidos suficientemente concentrados como líquido portador aumentaba significativamente el esfuerzo umbral dinámico.

La magnetorreología de los FMR bimodales en este trabajo se evaluó a partir de sus reogramas para distintos valores de campo y diferentes concentraciones de magnetita nanométrica. Los datos se muestran en las Figuras 4.19 - 21 (campos baja intensidad) y 4.22 - 4.24 (campos elevados).

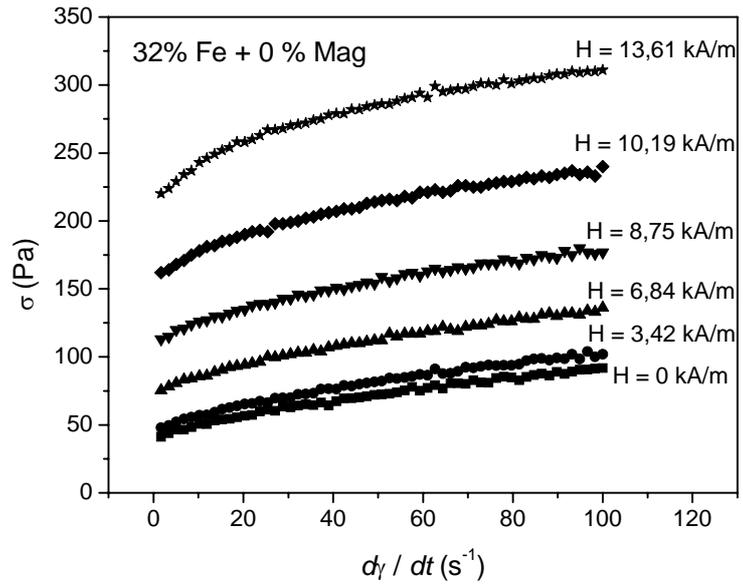


Figura 4.19. Esfuerzo de cizalla (σ) frente a velocidad de deformación ($d\gamma/dt$), para valores crecientes de intensidad de campo magnético (H). FMR con partículas de hierro (32 % v/v) dispersas en aceite base. Valores de campo magnético $H < 13,61$ kA/m.

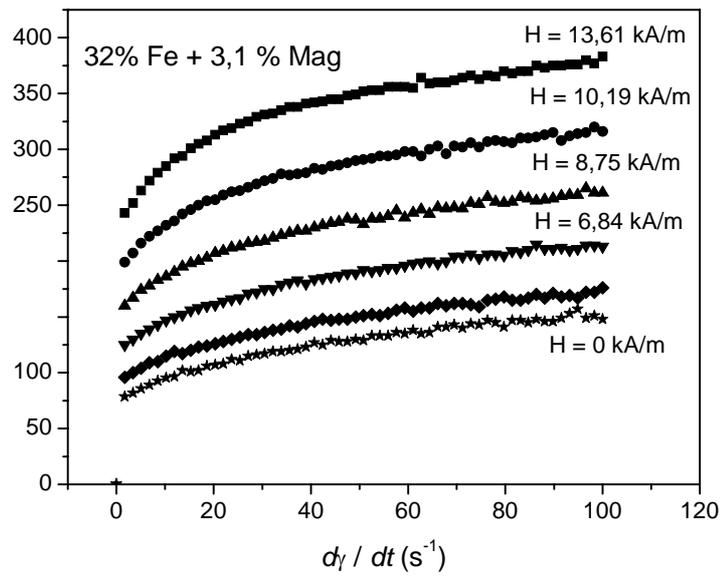


Figura 4.20. Similar Fig. 4.19 para un FMR con ferrofluido portador con 3,1 % v/v de magnetita.

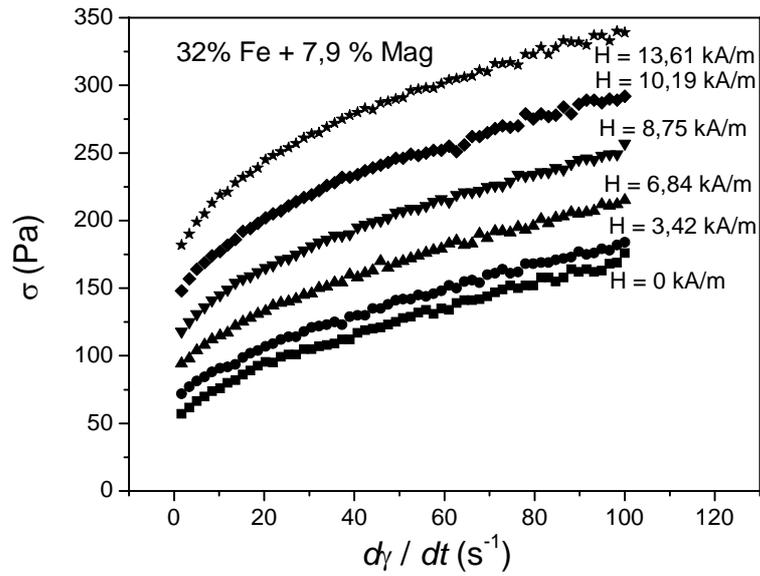


Figura 4.21. Similar Fig. 4.19 para un FMR con ferrofluido portador con 7.9 % v/v de magnetita.

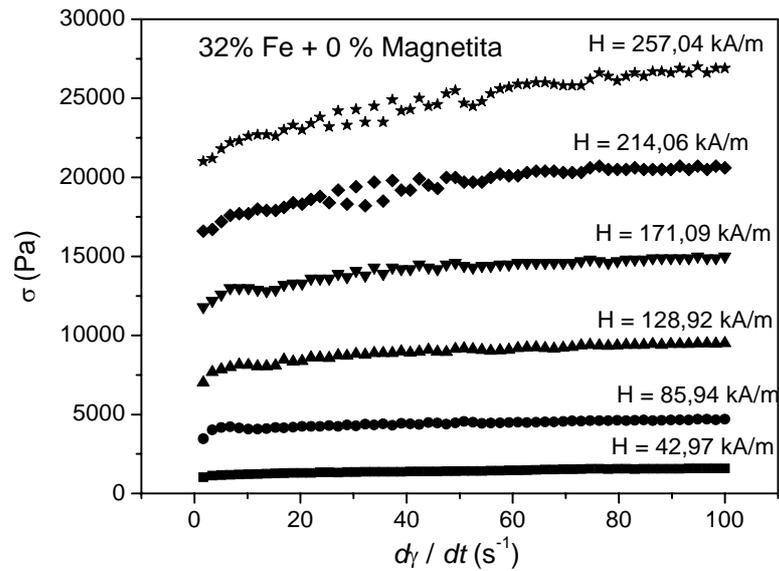


Figura 4. 22. Esfuerzo de cizalla (σ) frente a velocidad de deformación ($d\gamma/dt$), para los valores crecientes de intensidad de campo magnético (H). FMR que solo contiene partículas de hierro (fracción de volumen 32 %) dispersas en aceite base.

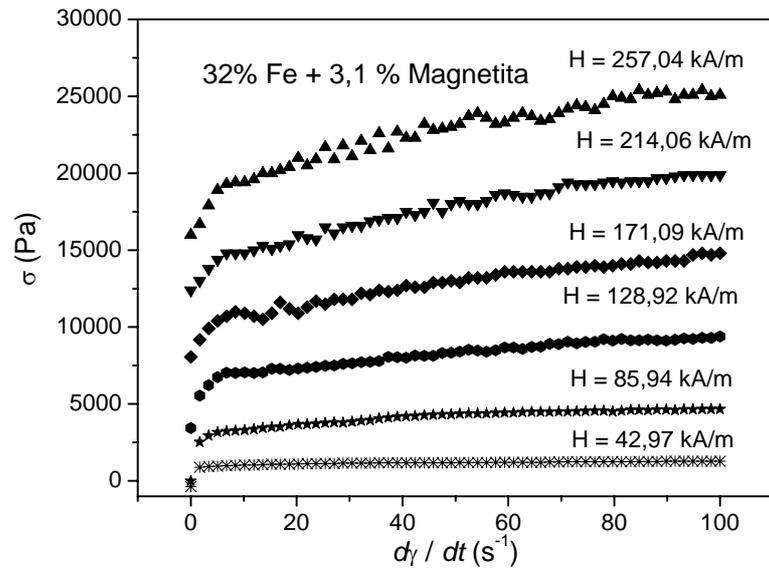


Figura 4. 23. Similar Fig. 4.22 para el FMR con ferrofluido como líquido portador que contiene una fracción de volumen de 3,1 % de magnetita.

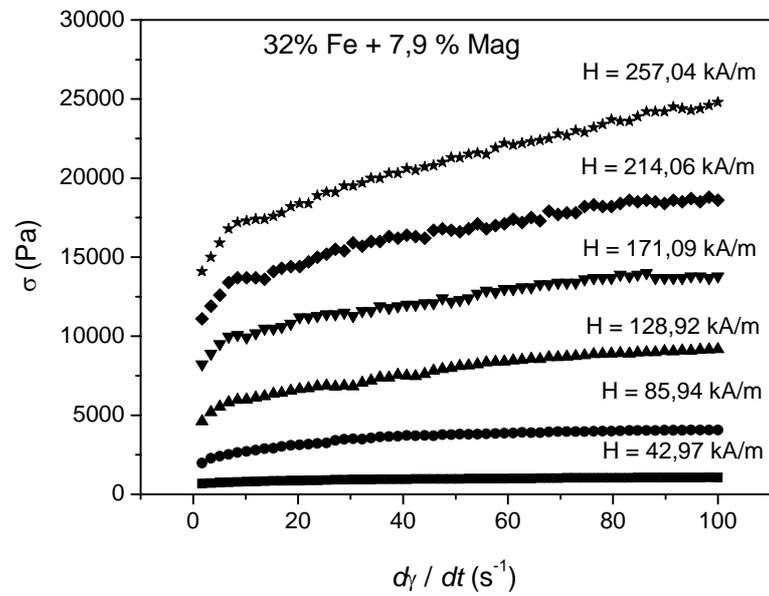


Figura 4.24. Similar Fig. 4.22 para el FMR con ferrofluido como líquido portador que contiene una fracción de volumen de 7,9 % de magnetita.

Para cuantificar la respuesta MR se tratará de obtener un parámetro que dé cuenta de la intensidad del efecto MR en cada caso. A la vista de la dependencia típica de $\sigma - \dot{\gamma}$ observada en las figuras anteriores, se propone un ajuste de los datos al modelo plástico de Bingham, $\sigma = \sigma_y + \eta_B \dot{\gamma}$, donde σ_y representa el esfuerzo umbral, y η_B es la viscosidad Bingham. Para realizar los ajustes se tomaron los datos experimentales de los reogramas para velocidades de deformación $\dot{\gamma} > 20 \text{ s}^{-1}$ en la muestra que sólo contenía micropartículas de Fe y para $\dot{\gamma} > 30 \text{ s}^{-1}$ para las muestras que además contenían nanopartículas de magnetita. Los resultados se muestran en las Figuras 4.25 – 4.28.

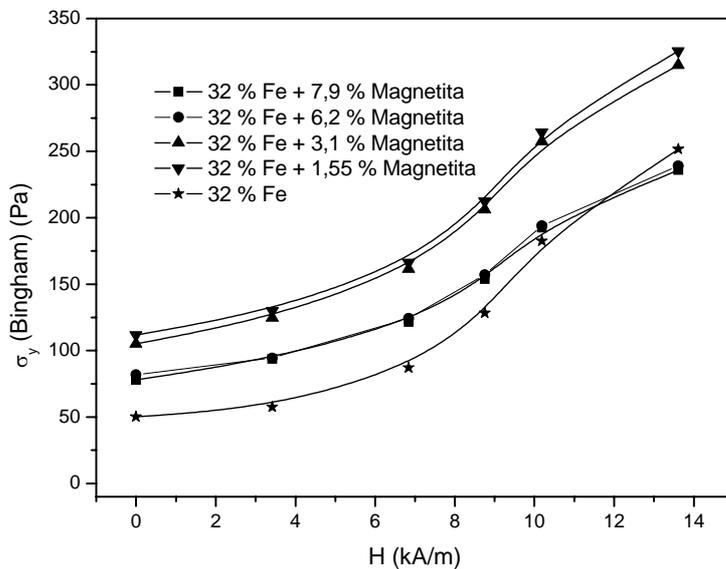


Figura 4.25. Representa el esfuerzo umbral (σ_y) (campos de baja intensidad), obtenida por ajuste a la ecuación de Bingham, en función de la intensidad del campo magnético aplicado (H) para las suspensiones que se indican.

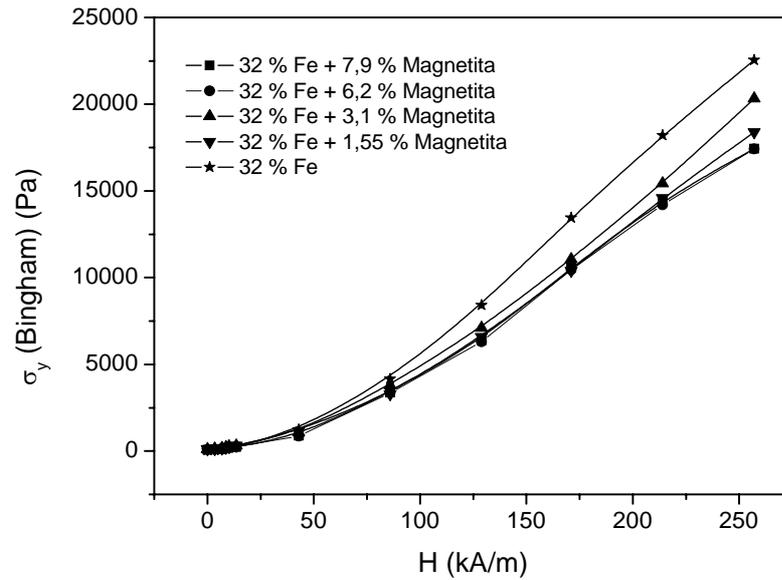


Figura 4.26. Representa el esfuerzo umbral (σ_y) (campos intensos), obtenido por ajuste a la ecuación de Bingham, en función de la intensidad del campo magnético aplicado (H).

En las Figura 4.25 y 4.26 se muestran los esfuerzos umbrales dinámicos para campos bajos y altos, obtenidos en las diferentes muestras estudiadas en función de la intensidad de campo magnético. Se puede observar, en todos los casos, un importante aumento del esfuerzo umbral a medida que el campo es más intenso. Lo más destacable es que basta una concentración en torno a un 3 % de magnetita para alcanzar un efecto MR similar al de la muestra con líquido portador no magnético. Ulteriores aumentos de la concentración de magnetita en el FMR producen incluso una ligera disminución del esfuerzo umbral a un campo dado. Esto indica que, cuando la concentración de magnetita es muy elevada, la formación de un halo muy denso de nanopartículas de magnetita en torno a las

partículas de hierro, debilita la interacción magnética entre las micropartículas.

Por tanto, utilizando una concentración de nanopartículas no muy elevada (en torno a 3 % v/v de magnetita) se obtienen FMR estables y fácilmente redispersables en los que además se alcanzan efectos MR tan intensos como los que se consiguen en otras formulaciones en las que el medio líquido ha de contener aditivos estabilizantes y espesantes.

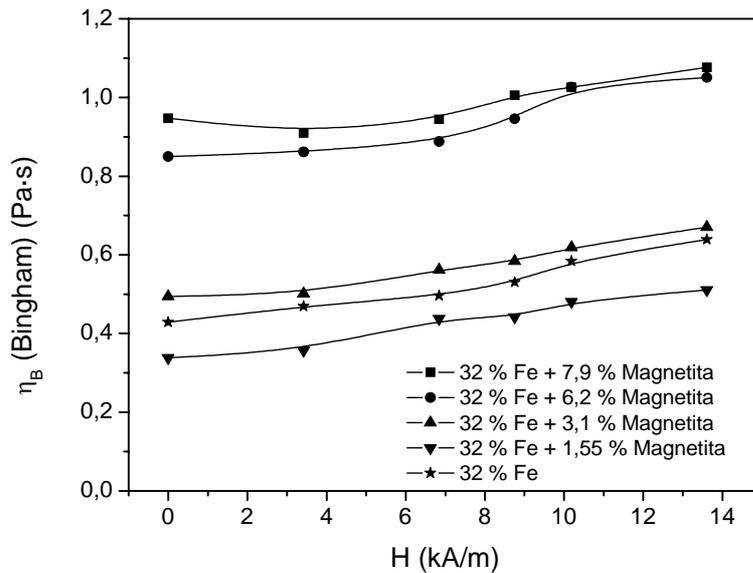


Figura 4.27. Representa la viscosidad (η_B) (campos bajos), obtenido por ajuste a la ecuación de Bingham en función de la intensidad del campo magnético aplicado (H).

Esta conclusión se puede reforzar con los datos de viscosidad Bingham que se representan para campos bajos y altos en las Figuras 4.27 y 4.28, respectivamente. El incremento de viscosidad producido en las suspensiones por aplicación del campo magnético resulta más acusado en los FMR que contienen nanopartículas magnéticas. Además, los incrementos de viscosidad en las muestras con

nanopartículas magnéticas son muy similares hasta valores de campo $H \approx 225 \text{ kA/m}$ (inducción magnética externa $B \approx 280 \text{ mT}$).

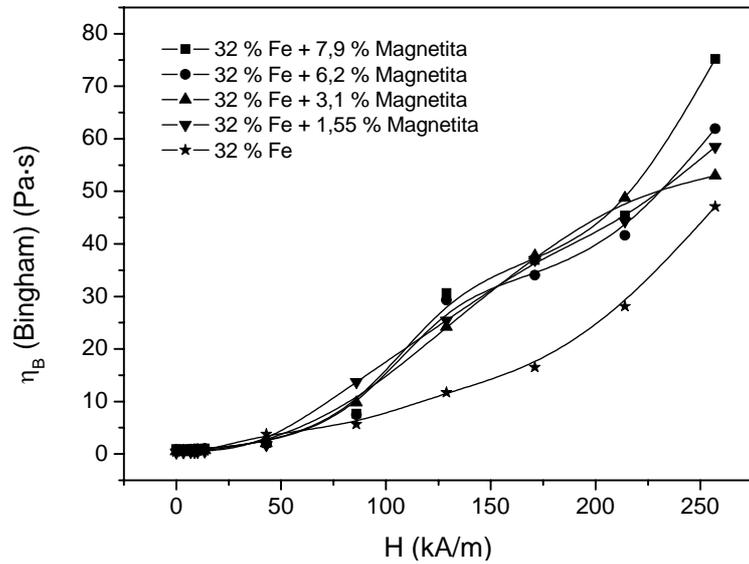


Figura 4.28. Representa la viscosidad (η_B) (campos altos), obtenida por ajuste a la ecuación de Bingham en función de la intensidad del campo magnético aplicado (H).

Por tanto, incluso con sólo un 1,55 % v/v de magnetita se obtiene un efecto magneto-viscoso intenso. Sin embargo, si este ha de ser compatible con la necesaria estabilidad y fácil redispersión de la suspensión será necesario utilizar una concentración algo mayor: en torno al 3 % de volumen de magnetita nanométrica.

CAPÍTULO 5

TRIBOLOGÍA

5.1. Introducción

Como es bien sabido, en los primeros automóviles no se utilizaba ningún tipo de suspensión debido a que eran lentos y pesados. A medida que los vehículos se volvieron más ligeros y rápidos fue evidente la necesidad de incorporar sistemas de suspensión, no sólo por razones de comodidad sino para evitar los problemas de tracción y estabilidad asociados a la pérdida de contacto entre los neumáticos y el suelo. Como el neumático es el único elemento del vehículo en contacto con el suelo, se deduce que la principal función del sistema de suspensión es la de asegurar el contacto entre el neumático y el suelo.

En un segundo plano, la suspensión ha de proporcionar la máxima comodidad posible a los pasajeros y estabilidad a la carga transportada. La comodidad se puede cuantificar mediante la energía transmitida a través de la suspensión hacia el habitáculo de pasajeros (masa suspendida). Existen numerosos estudios en cuanto a las ventajas y desventajas relacionadas con priorizar comodidad frente a estabilidad o viceversa. Lo ideal sería que la suspensión de un vehículo responda igual de bien para la conducción agresiva en autopista o en carretera de montaña. En la Figura 5.1 se ilustra cualitativamente la curva de “compromiso” entre comodidad y estabilidad en el vehículo típico dependiendo del grado de amortiguación. En general, dependiendo de la aplicación a que se destine el vehículo, el grado de amortiguación debe permitir elegir el balance óptimo entre comodidad y estabilidad.

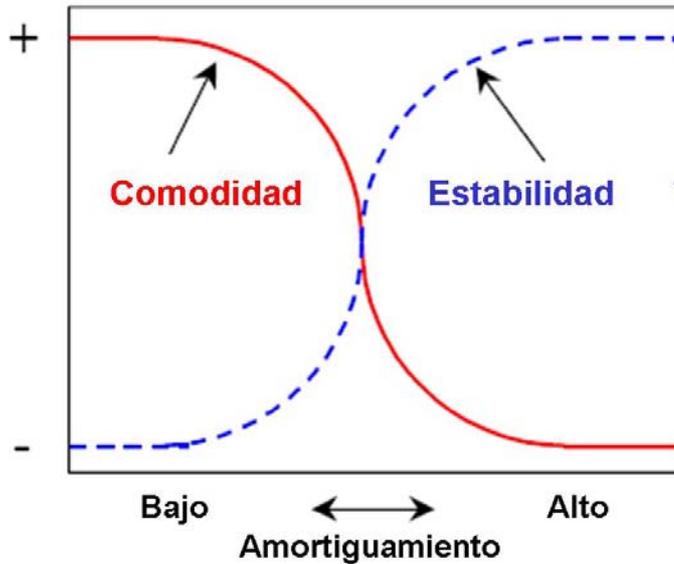


Figura 5.1. Curvas de compromiso entre comodidad y estabilidad en el vehículo dependiendo del grado de amortiguación.

Existen tres modelos de sistemas de suspensión: pasiva, completamente activa y semiactiva. Se ha utilizado para describir cada sistema el “modelo de cuarto de vehículo”, el cual permite describir de forma simple los componentes de cada sistema. El modelo de suspensión pasiva se esquematiza en la Figura 5.2: como se vé, consiste (además del neumático, que no es objeto de nuestro estudio, como tampoco lo es la geometría concreta de la suspensión) en un muelle y un amortiguador. Las características del muelle se eligen teniendo en cuenta solamente el peso del vehículo: es un elemento pasivo en el sistema. Por su parte el amortiguador se encarga de reducir la amplitud de las oscilaciones y su duración, garantizando además el contacto neumático/suelo.

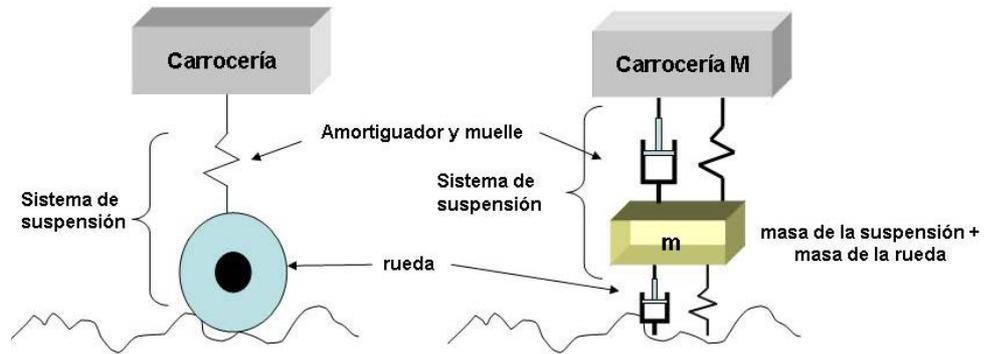


Figura 5.2. Modelo de suspensión pasiva.

Si el amortiguador se sustituye por un actuador hidráulico (servo actuador), la suspensión se convierte en activa (Figura 5.3). En este caso, el actuador aplica una fuerza contraria a la fuerza externa sufrida por la suspensión tanto en compresión como en tracción, cuyo valor se fija por el sistema de control. Sin embargo, su funcionamiento requiere un consumo muy elevado de energía por lo que en la práctica no se suelen utilizar.

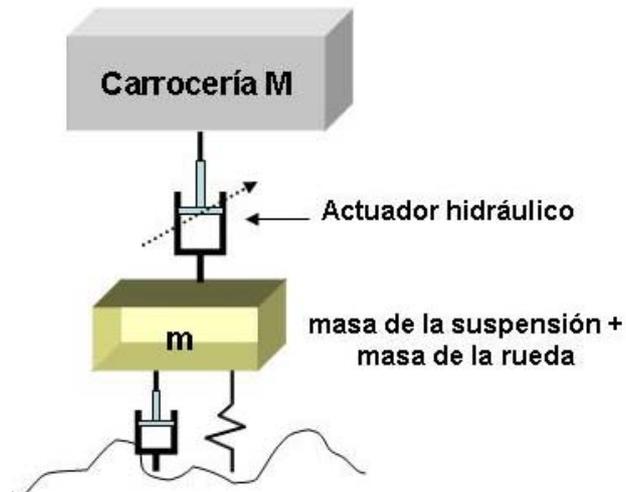


Figura 5.3 Modelo de suspensión activa.

El tercer tipo de suspensión es la semi-activa (Figura 5.4). En este caso, el amortiguador pasivo se sustituye por un amortiguador especial denominado “semi-activo” capaz de cambiar sus características de amortiguación dinámicamente.

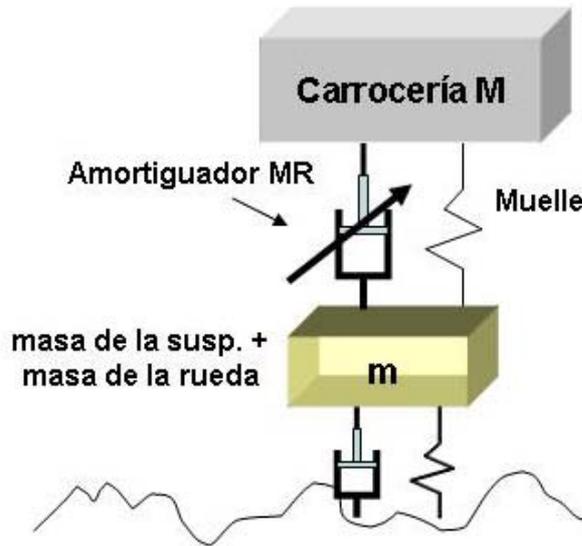


Figura 5.4 Modelo de suspensión semi-activa.

Este es el caso que nos interesa, dado que uno de los procedimientos ideados para modificar las características del amortiguador es modificar la viscosidad del aceite que contiene mediante la aplicación de campos externos, eléctricos (amortiguador electrorreológico) o magnéticos (amortiguadores magnetorreológicos).

Este último método es el que constituye el objeto de esta parte de nuestra investigación. En este capítulo se describen los ensayos tribológicos realizados en amortiguadores que incorporan los lubricantes FMR preparados en este trabajo. Para ello, estos lubricantes se cargaron en un amortiguador magnetorreológico para

automoción fabricado por DEPHI (USA) y el amortiguador se sometió a diferentes ensayos de tracción / compresión. Los protocolos de medida utilizados derivan de los que habitualmente se emplean en la industria automovilística para el control de calidad de lubricantes para amortiguadores.

5.2. Amortiguadores hidráulicos. Fundamentos

Para poder evaluar el rendimiento de los lubricantes ensayados es conveniente, en primer lugar, exponer brevemente cómo funciona la suspensión de los automóviles. Recordemos que la función de un amortiguador consiste en detener parcial o totalmente un movimiento no deseado que aparece, de forma intencionada o no, en un sistema mecánico. En particular, en un automóvil, el grado de amortiguación debe conjugarse con otros requisitos como maniobrabilidad y comodidad.

Para disminuir la velocidad de un cuerpo se tiene que actuar con una fuerza de sentido contrario a la velocidad. La fuerza más sencilla que cumple este requisito es la de fricción, que es la fuerza de amortiguación utilizada en oscilaciones mecánicas. En los amortiguadores para automóviles siempre se busca la fricción viscosa puesto que es función, entre otras variables, de la velocidad relativa sólido-fluido. De ahí que se hable de amortiguadores hidráulicos. En un automóvil se alcanzan las condiciones óptimas de maniobrabilidad y comodidad cuando la relación entre fuerza amortiguadora y velocidad es lineal. Cuando el factor de amortiguamiento (constante de proporcionalidad entre fuerza y velocidad de oscilación) es elevado, el amortiguador es capaz de aislar a los pasajeros de perturbaciones de alta frecuencia (superior a la frecuencia natural del sistema). Por el

contrario, para perturbaciones de tipo impulsivo (como un obstáculo o bache en la carretera), la protección debe extenderse también a las frecuencias bajas y lo mejor es entonces tener un factor de amortiguamiento alto.

Si a un fluido que circula por un conducto se le pone una restricción, como por ejemplo, un orificio o un estrangulamiento, el fluido sale con una presión estática inferior y una temperatura superior, de forma que se ha transformado energía mecánica en energía térmica. Este efecto de conversión de energía es la base de todo amortiguador hidráulico, en el cual existe una parte móvil (vástago) que desplaza un fluido (generalmente aceite) a través de unos orificios y/o válvulas en los que se produce la pérdida de carga.

Como el volumen interior del amortiguador es constante y los lubricantes utilizados son prácticamente incompresibles, el movimiento del vástago no sería posible si el amortiguador no se diseña de forma que permita la circulación / reflujo del fluido en las fases de compresión / tracción. De hecho, los amortiguadores se clasifican dependiendo de la configuración del flujo de lubricante en su interior.

En concreto, se distinguen tres tipos de amortiguadores: el de doble tubo, el monotubo y el de depósitos separados. La Figura 5.5 ilustra la configuración de los dos primeros. El diseño de los amortiguadores magnetorreológicos se basa en el del amortiguador monotubo, aunque existen diseños más complejos que utilizan el de doble tubo. El amortiguador monotubo presenta una sola cámara de flujo para el lubricante, mientras que las válvulas situadas en el pistón permiten el flujo en uno u otro sentido en las fases de tracción y compresión.

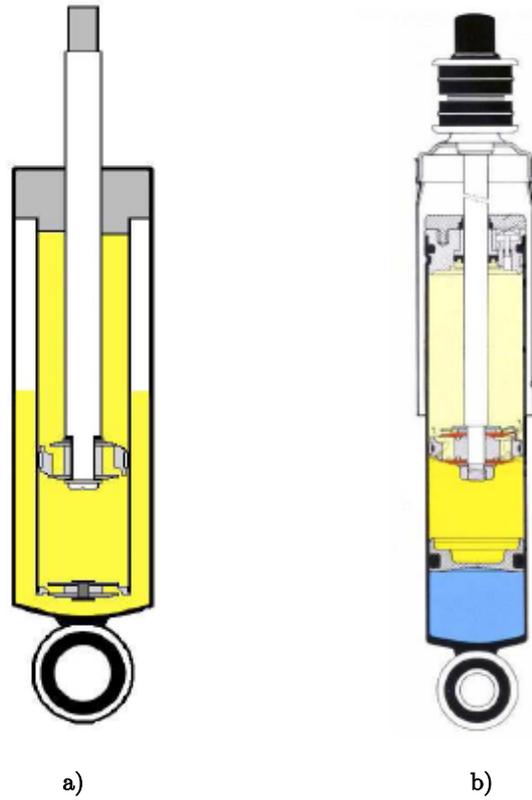


Figura 5.5. a) Amortiguador de doble tubo; b) Amortiguador monotubo.

Como puede observarse en la Figura 5.6, el amortiguador monotubo consta, además de la cámara destinada al lubricante, de otra que contiene gas (normalmente nitrógeno) a presión. Ambas están separadas por una pared elástica. Cuando la velocidad del pistón es baja, las válvulas de apertura por presión permanecen cerradas y el aceite pasa a través del orificio de paso central de baja presión. Una vez que la presión del aceite alcanza la del tarado de las válvulas de presión, éstas empiezan a abrirse y dejan pasar el aceite. Cuanto más aumenta la presión, mayor es la apertura de las válvulas,

y finalmente, cuando la apertura es completa, la fuerza amortiguadora queda controlada nuevamente por el paso del aceite a través del orificio central.

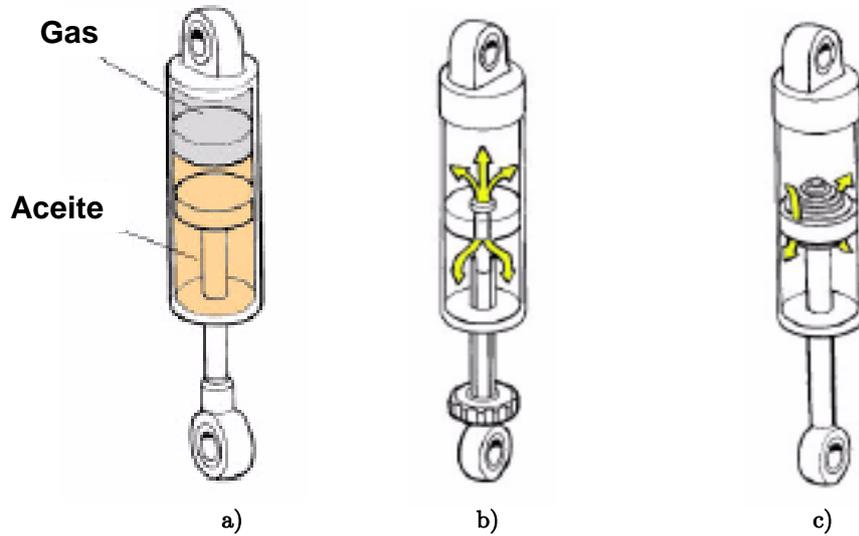


Figura 5.6. a) Muestra las dos cámaras internas para gas y lubricante; b) muestra el flujo a través del orificio central del pistón a baja presión; c) muestra el flujo a través de las válvulas en el pistón a presión elevada.

En el caso de los amortiguadores magnetorreológicos no se requieren válvulas para restringir el flujo, puesto que este se controla mediante el campo generado por la bobina incorporada al pistón. La principal ventaja de este sistema con amortiguadores magnetorreológicos frente a los tradicionales es la rapidez de variación del tipo de amortiguación y la gran versatilidad que permiten para su uso en distintos tipos de vehículos para uso civil y militar. El campo magnético puede cambiar las características viscoelásticas del lubricante y controlar el flujo, como se ilustra en la Figura 5.7. En ausencia de campo aplicado, el fluido magnetorreológico se comporta como un fluido newtoniano y el perfil de velocidades es el

correspondiente a un flujo parabólico de tipo Poiseuille (“OFF” en la Figura).

Bajo la acción del campo (“ON” en Figura 5.7), el FMR se comporta como un fluido no-newtoniano de tipo plástico con un gradiente transversal de velocidad mucho menor. La capa de fluido adyacente a las paredes esta sometida a un esfuerzo de cizalla muy intenso (mayor que el esfuerzo umbral) y fluye como un fluido muy viscoso. Por el contrario, la vena de fluido central (tapón), en al que el esfuerzo de cizalla es menor que el esfuerzo umbral, es arrastrada como un material de tipo elástico. El resultado es que el caudal se reduce y el factor de amortiguamiento crece drásticamente. La Figura 5.8 muestra la disposición de la bobina en el interior de un amortiguador de este tipo.

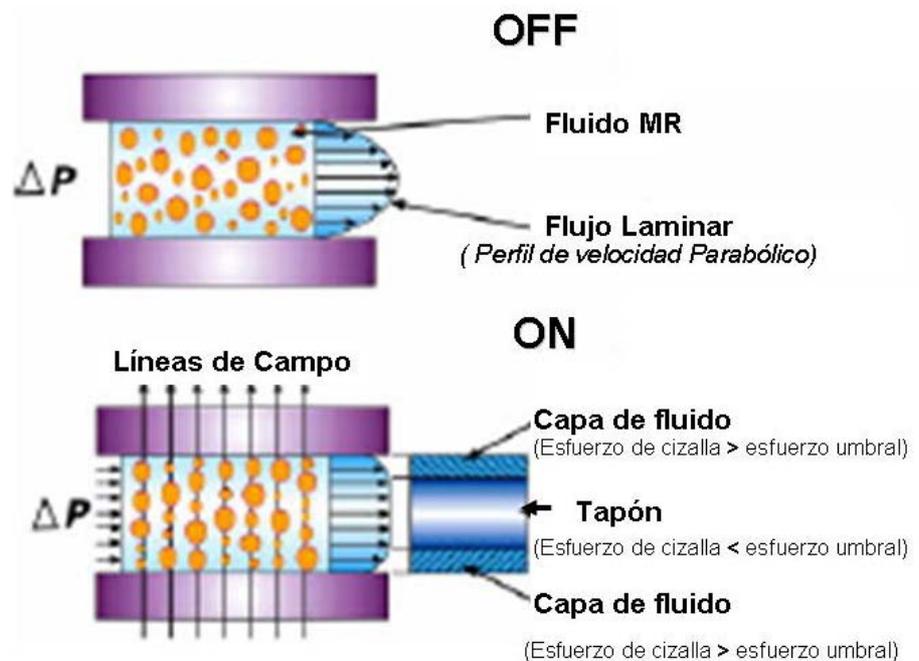


Figura 5.7. Modificación de las propiedades viscoelásticas del MR al aplicar un campo magnético en un amortiguador magnetorreológico.

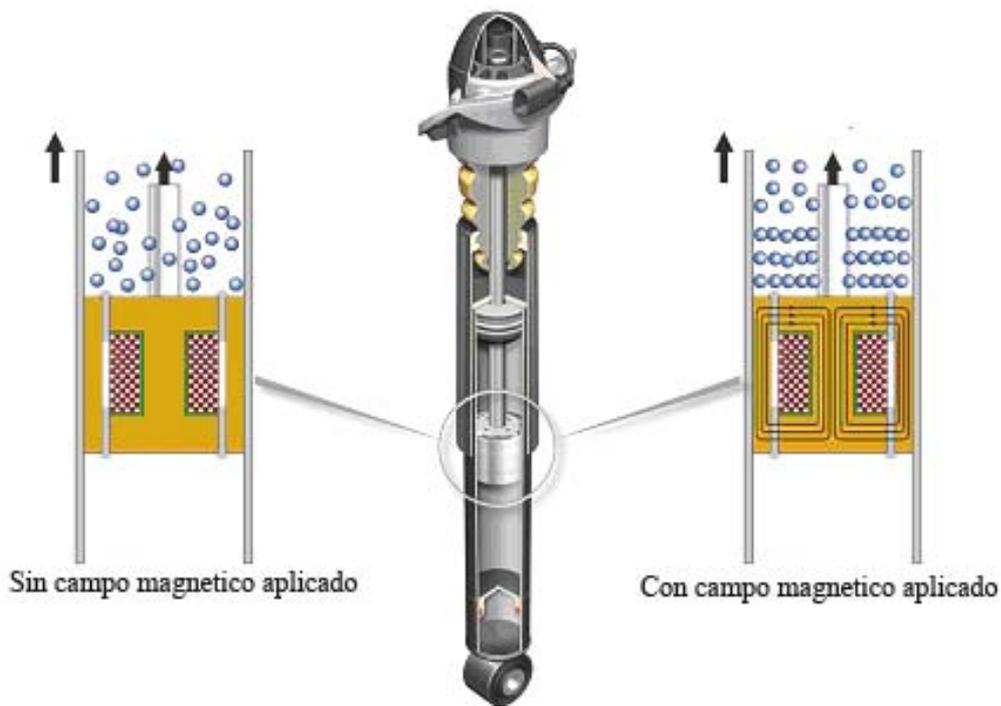


Figura 5.8. Detalle de la bobina de control de un amortiguador magnetorreológico. Izquierda: bobina sin activar. Derecha: bobina activada.

La primera aplicación de amortiguadores magnetorreológicos en la industria automovilística fue el sistema MagneRide de Delphi Automotive, basado en un FMR constituido por una suspensión de partículas de hierro con un tamaño de algunas micras dispersas en un lubricante hidrocarbonado sintético. Los primeros prototipos de automóviles que utilizan amortiguadores magnetorreológicos datan de principios de los 90. Actualmente, se comercializan en automóviles de alta gama (General Motors, Ford, Audi). También se están incorporando en vehículos que soportan cargas elevadas. La Figura 5.9 ilustra los beneficios de utilizar el sistema de control selectivo

Magne-Ride en un automóvil con suspensión semi-activa MR comparado con la suspensión pasiva del mismo modelo de coche.

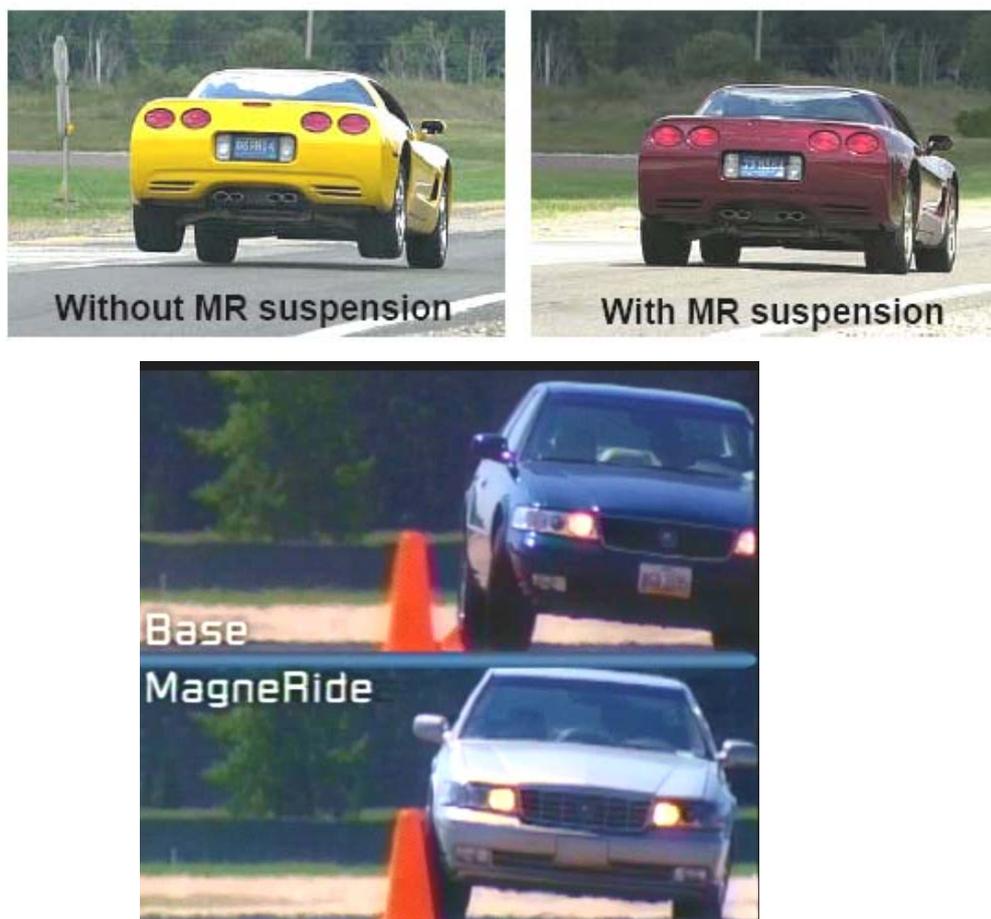


Figura 5.9. Fotogramas que ilustran el comportamiento de una suspensión pasiva comercial y otra magnetorreológica: superior: en la estabilidad; inferior: en la maniobrabilidad.

Pueden también diseñarse aplicaciones relacionadas con el control de vibraciones a menor escala. Así, la Figura 5.10 muestra en detalle la bobina de control de un amortiguador magnetorreológico de

fricción construido en nuestro laboratorio. La corriente que circula por la bobina ubicada en el pistón del amortiguador genera un campo magnético perpendicular al camino que atraviesa el fluido (véase el detalle de las líneas de campo magnético). Cuando se utilizan dos o más bobinas, como puede apreciarse en la fotografía, es necesario bobinar cada una de forma alternada, para lograr que las líneas de flujo se cierren correctamente, saliendo las mismas por un extremo y entrando nuevamente por la siguiente pieza polar, cerrando así el camino al flujo magnético. El amortiguador de fricción de la fotografía fue utilizado para amortiguar la vibración del motor de una lavadora comercial desbalanceada, al entrar en el modo de centrifugado.



Figura 5.10. Arriba: detalle del campo magnético generado por la bobina del pistón.
Abajo y derecha: Detalle de un amortiguador magnetorreológico de fricción
construido en nuestro laboratorio.

La fotografía de la Figura 5.11 muestra la ubicación del amortiguador y la correspondiente medición de la vibración cuando se aplica y se quita la corriente por la bobina.

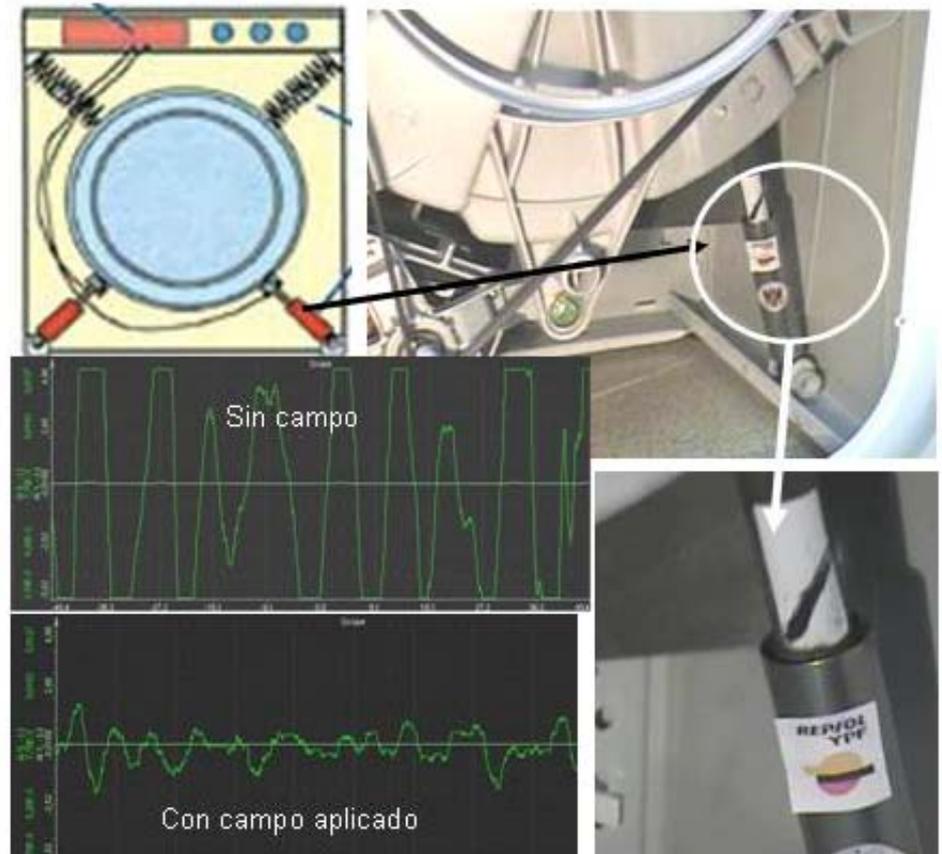


Figura 5.11. Arriba: Esquema de ubicación de amortiguadores. Derecha: amortiguadores MR. Abajo: registro de vibraciones con y sin aplicación de campo magnético (corriente en la bobina) del amortiguador MR.

5.3. Ensayos y caracterización del amortiguador

Los ensayos dinámicos y de fricción de lubricantes para amortiguadores de automóviles tienen una importancia crucial en el diseño de los mismos. Existen tres formas diferentes de caracterizar el

comportamiento del amortiguador. La primera consiste en calcular el coeficiente de amortiguamiento, la segunda en representar gráficamente la fuerza generada en función de la posición del pistón y la tercera consiste en representar la dependencia entre la fuerza y la velocidad del pistón. Nos centraremos únicamente en la segunda y tercera.

La Figura 5.12 ilustra los resultados de un ensayo en que se mide la fuerza de amortiguamiento en función de la posición del pistón para una frecuencia de oscilación dada.

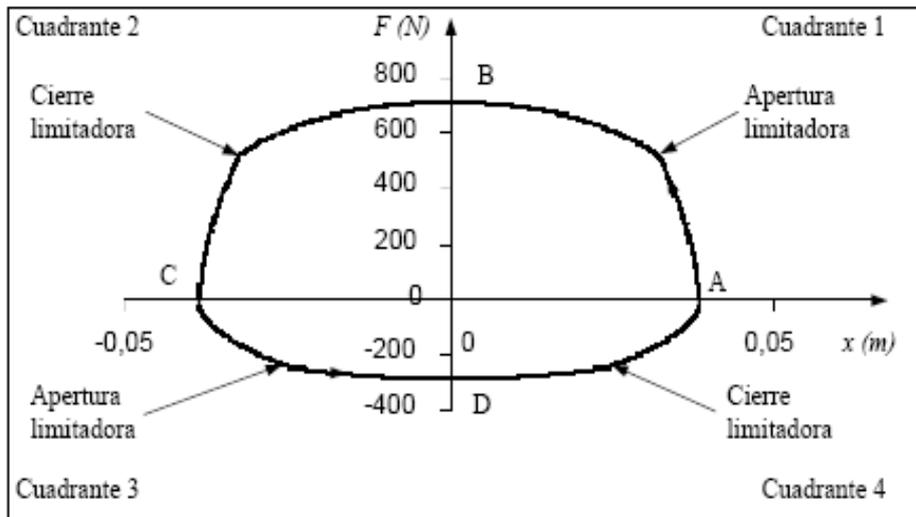


Figura 5.12. Representación gráfica de la fuerza de amortiguamiento en función de la posición.

Los puntos A, B, C y D del gráfico corresponden en cada caso al cierre y apertura de las válvulas de alta y baja velocidad o ambas a la vez según sea el caso. El punto A del cuadrante 1 corresponde al inicio del ciclo de tracción (por lo que su compresión es máxima). A partir de este punto empiezan a trabajar las válvulas de baja limitadoras. En el punto B se alcanza la velocidad máxima del

amortiguador para el ciclo de tracción, por lo que la característica de actuación está gobernada por la actuación conjunta de las válvulas de alta y baja velocidad. Es en algún punto del segundo cuadrante cuando se produce el cierre total de las limitadoras a tracción, por lo que nuevamente son los conductos de baja velocidad los que determinan la fuerza de amortiguamiento. Una vez se ha alcanzado el punto C del tercer cuadrante, el amortiguador se encuentra en su máxima extensión y comenzando el ciclo de compresión. En la primera zona, de la misma forma que sucedía en el inicio del ciclo de tracción, la fuerza de amortiguamiento está gobernada por las válvulas de baja velocidad a compresión, hasta el punto en que las limitadoras empiezan a funcionar. El punto D es el momento de máxima velocidad de compresión y el comportamiento del amortiguador está definido tanto las válvulas de baja como de alta velocidad. Nuevamente, en algún momento del cuarto cuadrante, las válvulas limitadoras a compresión cierran y el comportamiento se encuentra impuesto por las válvulas de baja velocidad.

También es posible observar que la curva no es simétrica debido a que en condiciones normales de trabajo, el amortiguador trabaja en contra de la fuerza de compresión y a favor de la fuerza de tracción.

Cuando se trata de un amortiguador magnetorreológico, la apertura y cierre de válvulas es análogo al paso de corriente por la bobina del pistón y como es deducible, para cada corriente se tendría una curva diferente, como muestra el ejemplo de la Figura 5.13.

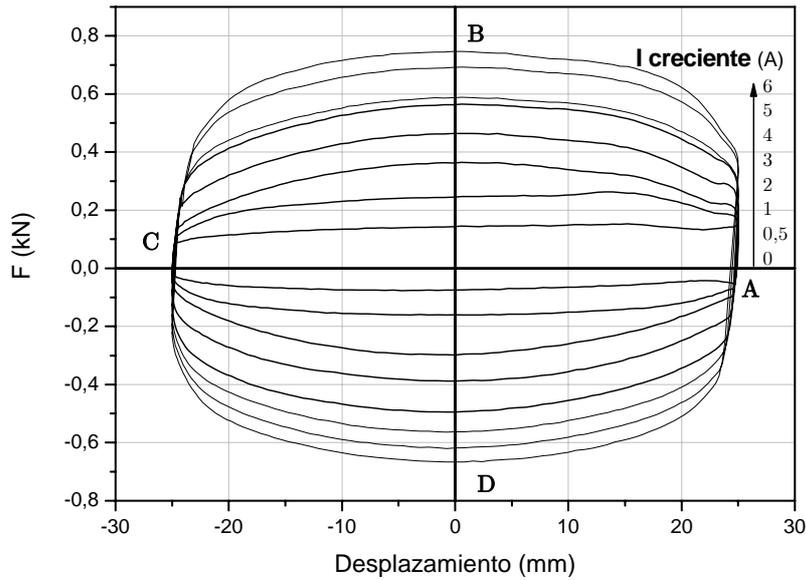


Figura 5.13. Representación gráfica de la fuerza de amortiguamiento en función de la posición para un amortiguador magnetorreológico, para diferentes corrientes aplicadas en la bobina del pistón.

Este tipo de ensayos tiene la limitación de que no permiten de manera directa evaluar si la fuerza es o no proporcional a la velocidad, como se admite en muchos modelos matemáticos y como el fabricante desea. Por ello, es más frecuente usar ensayos de fuerza de amortiguamiento en función de la velocidad. En la Figura 5.14 se muestra un ejemplo, correspondiente a la representación fuerza-posición de la Figura 5.12.

Como se puede observar, la dependencia lineal está lejos de la realidad para los amortiguadores reales. Una ventaja del gráfico es que permite observar de forma clara el grado de histéresis presente en el amortiguador.

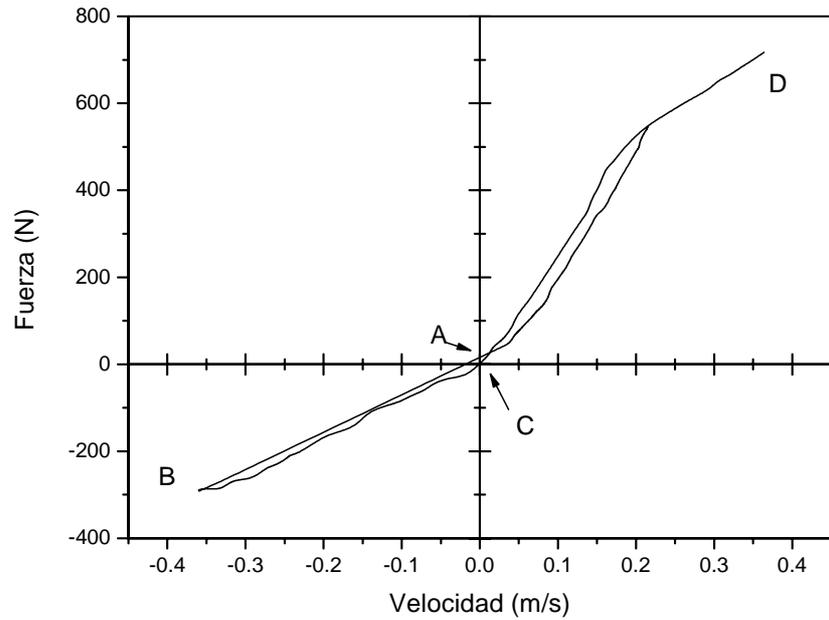


Figura 5.14. Representación gráfica de la fuerza de amortiguamiento en función de la velocidad para el ejemplo de la Figura 5.12.

Nuevamente para el caso de un amortiguador magnetorreológico, se tendrían tantas curvas como corrientes aplicadas en la bobina del pistón, según puede observarse en la Figura 5.15. En la Figura 5.16 se ha representado el rango de trabajo de un amortiguador pasivo y un amortiguador magnetorreológico. En el amortiguador pasivo tenemos solo una curva característica de fuerza en función de la velocidad, mientras que el MR existe una zona de trabajo activa, cuyo rango depende de la corriente que ingresa a la bobina del pistón y la cual, es posible controlarla de manera selectiva.

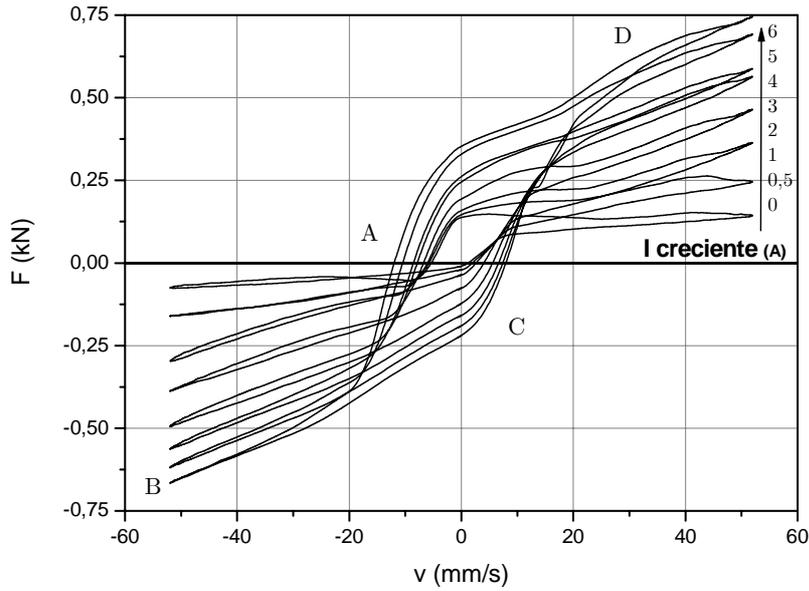


Figura 5.15 Representación gráfica de la fuerza de amortiguamiento en función de la velocidad para un amortiguador magnetorreológico. Cada curva corresponde a una intensidad de corriente creciente entre 0 y 6 A.

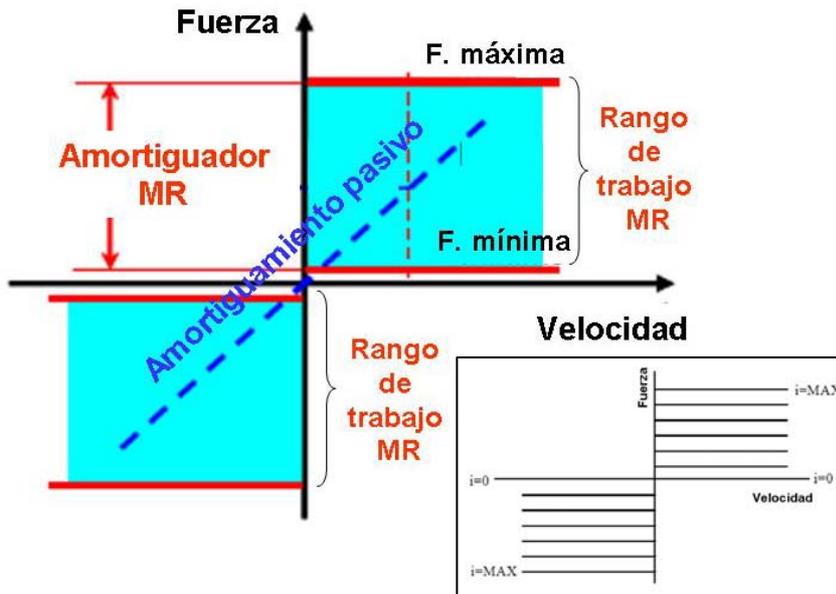


Figura 5.16 Rango de trabajo de un amortiguador pasivo y un MR.

Por último, mencionamos otro ensayo importante en la caracterización de amortiguadores: el de fricción. Tiene como objeto de medir esfuerzos internos distintos de los puramente hidráulicos. Para ello se mueve en tracción y compresión el pistón a muy baja velocidad, con objeto de detectar rozamientos sólido-sólido. En la Figura 5.17 se ilustra un ejemplo del ensayo de fricción de un amortiguador típico: se programa la máquina de ensayos para realizar un ciclo de compresión y tracción a baja velocidad y poca amplitud, determinándose la fuerza en función de la posición del pistón. Los datos de interés en este ensayo son los valores de fuerza a, b, c : a y c representan el valor absoluto del cambio de fuerza necesario para invertir el movimiento (de tracción a compresión y viceversa) y b es el doble de la fuerza necesaria para mantener una velocidad constante.

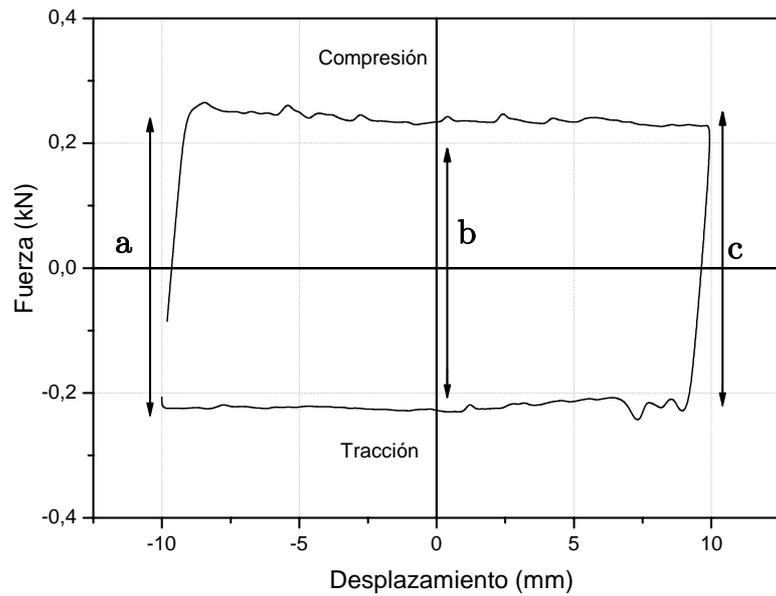


Figura 5.17. Ensayo de fricción en un amortiguador monotubo.

En la Tabla 5.1 se presenta la información detallada de las especificaciones de ensayo impuestas por los diferentes fabricantes de amortiguadores para la validación, mediante ensayos de fricción, de los diferentes lubricantes.

Tabla 5.1. Especificaciones del ensayo de fricción según fabricante.

FABRICANTE	CONDICIONES	OBSERBACIONES
Europeo	Tipo de excitación: rampa desplaz velocidad cte: 2 mm/s amplitud: ± 5 mm	200 ciclos pre-ensayo Frecuencia: 1,5 Hz Amplitud: ± 25 mm
Japonés	Tipo de excitación: senoide velocidad Máxima: 5 mm/s Amplitud: ± 5 mm	pre-ensayo: 10 minutos velocidad: 0,1 m/s Amplitud: ± 30 mm
Americano	Tipo de excitación: rampa desplaz velocidad cte: 0,4 mm/s Amplitud: ± 10 mm	pre-ensayo :10 ciclos velocidad: 0,1 m/s Amplitud: ± 25 mm

Cada fabricante valida un ensayo dado si se ha realizado según los procedimientos indicados en la Tabla 5.1. los valores de validación dependen de cada fabricante y debe reunir ciertos requisitos que suelen establecerse respecto a los valores aceptables de los parámetros a , b y c de la Fig. 5.17, que se detallan en la Tabla 5.2

Tabla 5.2. Parámetros de ensayos de fricción y validación según diferentes fabricantes.

Fabricante	Parámetro	Valor máx.
Europeo	b	$b = 80$ N
Japonés	$a, c, (a+b)/2$	Según modelo
Americano	$a, c, a+c$	$a = 50$ N, $c = 60$ N

En el caso de un amortiguador magnetorreológico, para cada corriente aplicada tendremos diferentes ciclos de fricción según puede observarse como ejemplo en la Figura 5.18.

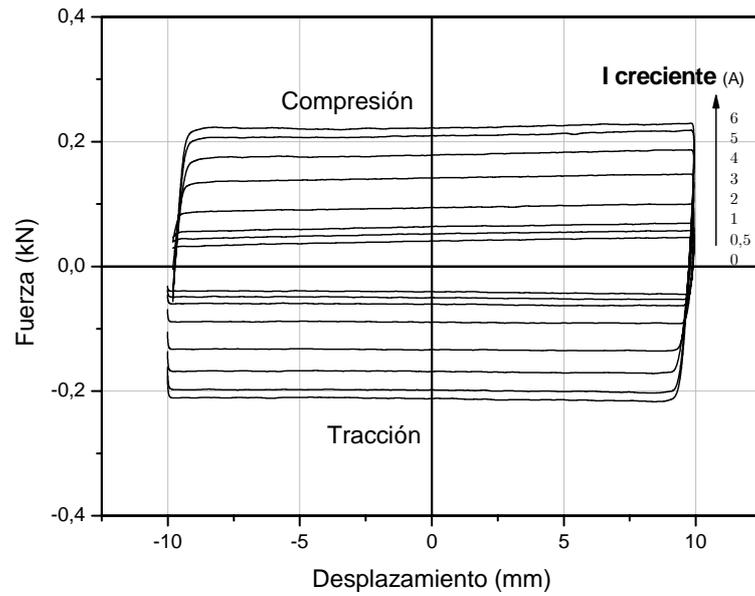


Figura 5.18. Ensayo de fricción en un amortiguador magnetorreológico para intensidades de corriente entre 0 y 6 A. Velocidad de desplazamiento es de 0,4 mm/s

La simple comparación de las Figuras 5.17 y 5.18 nos da una clara visión de la versatilidad de los amortiguadores MR: su utilización en el sistema de suspensión brinda un rango más amplio de operación del mismo, es decir, es como si se tuvieran tantos amortiguadores como corrientes aplicadas a la bobina del pistón.

5.4. Materiales y métodos experimentales

a) Materiales.

Los lubricantes que se utilizaron para los ensayos tribológicos fueron descritos en el Capítulo 2. Las suspensiones que se utilizaron para la evaluación de su comportamiento son los que en el capítulo 3 denominamos: *FMR1* (o fluido “REPSOLYPF-UGR32%”), *FMR2* (o

fluido “FMRCom32%”) y *FMR3* (o fluido “REPSOLYPF-UGR bimodal”; con 32 % v. de Fe y magnetita 3,7 % v/v). No obstante, también se utilizó una suspensión de partículas de hierro del 25% en fracción de volumen. De ahí que en adelante distinguiremos entre las suspensiones FMR1-25% y FMR1-32 para especificar el contenido de partículas en cada caso.

b) Métodos experimentales

Descripción del amortiguador.

Se realizaron los ensayos típicos de fricción, caracterización e histéresis según las especificaciones de un fabricante europeo en cuanto a los valores de frecuencias, velocidades y desplazamientos mínimos y máximos exigidos. Los ensayos se realizaron en un amortiguador magnetorreológico para automóvil de tipo monotubo presurizado con nitrógeno, modelo “MagneRide” fabricado por Delphi (USA) (Figura 5.19). El amortiguador se llenó con el fluido MR (200 mL) y se introdujo nitrógeno hasta alcanzar una presión de 5 bares; a continuación se sujetó con dobles rótulas para evitar esfuerzos debidos a deslizamientos y no se aplicó en este caso ningún tipo de carga lateral.

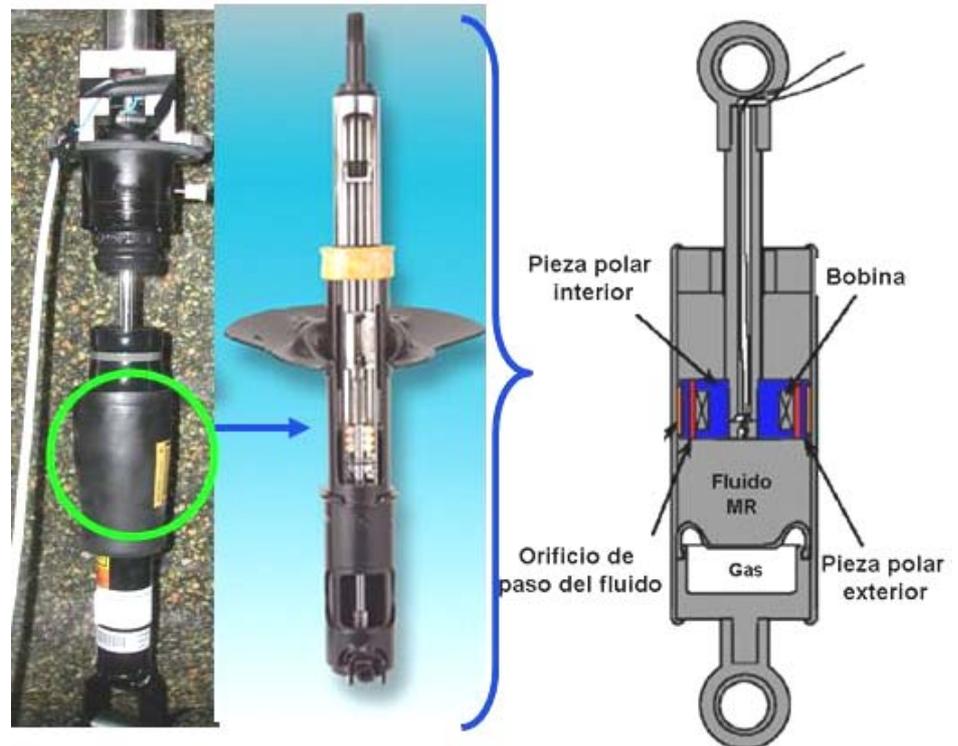


Figura 5.19. Izquierda: amortiguador MR “MagneRide” ensayado; centro: vista en corte; derecha: descripción de los componentes principales.

Descripción del dispositivo de medida.

La temperatura de medida fue en todos los casos de 40 ± 1 °C. Todos los ensayos incluyeron una etapa previa de homogeneización y calentamiento. Las medidas se realizaron en un dispositivo MTS 835 que se ilustra en la Figura 5.20, con unidad de presión MTS 505.11 (MTS Systems Corp., USA).

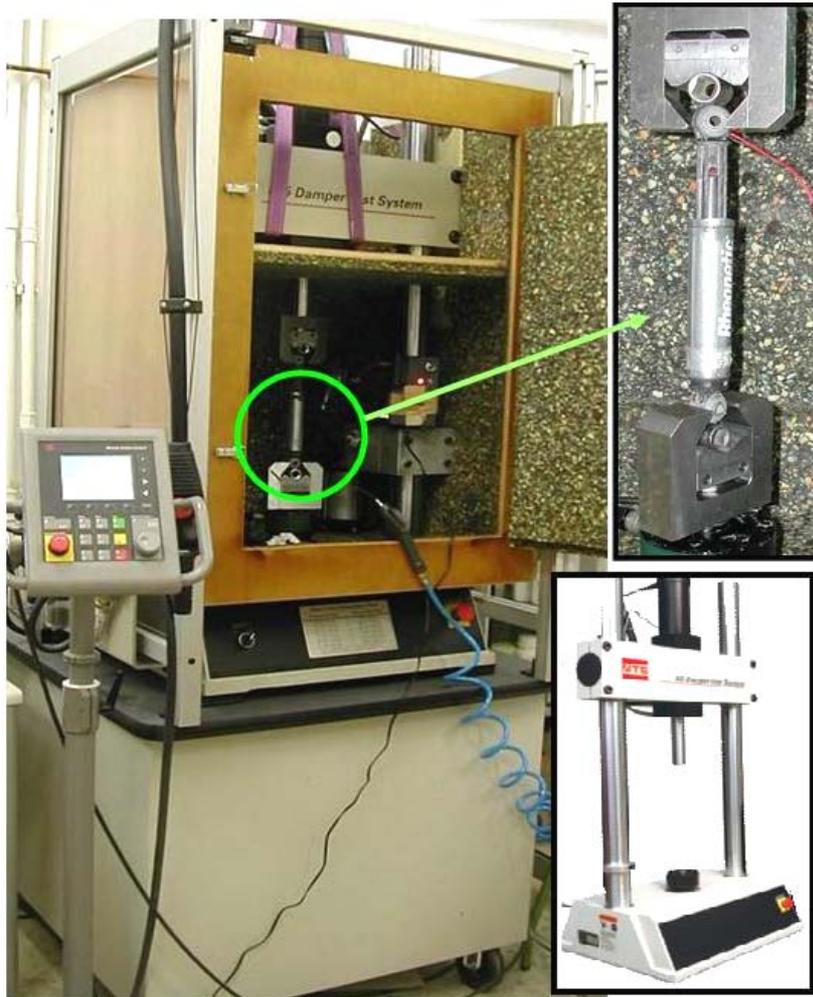


Figura 5.20. Dispositivo para ensayo MTS-835 (MTS Systems Corp., USA).
Derecha: sujeción de rótulas en el amortiguador MR.

Entre sus características de funcionamiento cabe destacar las siguientes:

- (i) La estación de ensayo funciona con 2 células de carga de 5 kN y de 15 kN, según el tipo de ensayo.
- (ii) Recorrido máximo de 100 mm.

- (iii) La velocidad máxima varía en función de la carga como se muestra en la Figura 5.21 para el caso de excitación tipo sinusoidal.

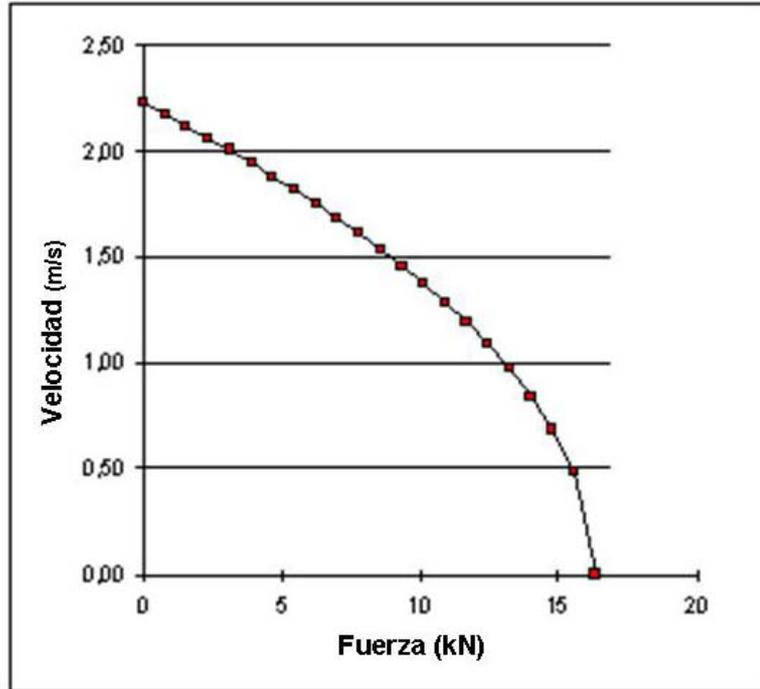


Figura 5.21. Velocidad máxima teórica en función de la fuerza de carga en el dispositivo MTS-835.

Ensayos tribológicos.

Todos los ensayos fueron precedidos por una etapa de calentamiento que consistió en aplicar una fuerza tipo sinusoidal durante 10 ciclos con una amplitud de desplazamiento de 20 mm (carrera de 40 mm, velocidad máxima de 50 mm/s y una frecuencia de excitación de 0.398 Hz. Posteriormente, los procedimientos seguidos fueron como sigue:

Fricción: ya mencionamos anteriormente que su objeto es medir esfuerzos internos distintos de los puramente hidráulicos, por lo que se realiza a muy baja velocidad. Se mantuvo una velocidad constante de 0,4 mm/s y el desplazamiento máximo fue de ± 20 mm. El periodo de oscilación fue de 100 s.

Caracterización: en este ensayo, tras la etapa de calentamiento, se aplicó una excitación sinusoidal con amplitud constante y frecuencia creciente (etapas) según se detalla en la Tabla 5.3.

Tabla 5.3. Detalle de cada etapa en el ensayo de caracterización.

Etapa	2	3	4	5	6	7
Velocidad máxima (mm/s)	52	131	262	393	524	1048
Frecuencia f (Hz)	0,3678	0,9266	1,853	2,779	3,7	7,413

Histéresis: en este ensayo, tras la etapa de calentamiento, se aplica una excitación con frecuencia constante (1,5 Hz en las etapas 2 a 5 y 12 Hz en etapas 6-10). Para ambas frecuencias se aumentó la amplitud de la carrera en cada una de las etapas según se detalla en la Tabla 5.4.

Tabla 5.4. Detalle de cada etapa en el ensayo de histéresis.

Etapa	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Frecuencia (Hz)		1,5					12		
Carrera (mm)	10,61	21,22	42,22	63,66	2,653	5,305	9,284	14,589	19,89
Velocidad máx. (mm/s)	50	100	200	300	100	200	350	550	750

Histéresis de corriente: hemos denominado así a un nuevo ensayo en el que se aplica a la bobina del amortiguador con una rampa creciente y luego decreciente de intensidades de corrientes en períodos de tiempo iguales, manteniendo las condiciones de carrera (45 mm) y frecuencia (0,9266 Hz; $v_{max} = 131$ mm/s) constantes.

Las corrientes de excitación de la bobina fueron: 0, 1, 2, 3, 4, 5 y 6 A en escalones crecientes. A continuación se realizaron dos ensayos consecutivos sin paso de corriente. Inmediatamente después se pasaron corrientes decrecientes desde 6 A hasta 0 A con escalones de 1 A.

5.5. Resultados y discusión

a) *Comparación entre las suspensiones FMR1-32% y FMR2.*

Ensayos de fricción.

En las Figuras 5.22 y 5.23 se muestran los resultados de los ensayos de fricción (fuerza en función de desplazamiento en compresión y tracción, a baja velocidad) para los fluidos FMR1-32% y FMR2 en ausencia de campo magnético (intensidad de corriente en bobina del amortiguador $I = 0$) y para campos magnéticos crecientes (intensidad de corriente en la bobina del amortiguador entre 0,5 y 6 A (0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6A)).

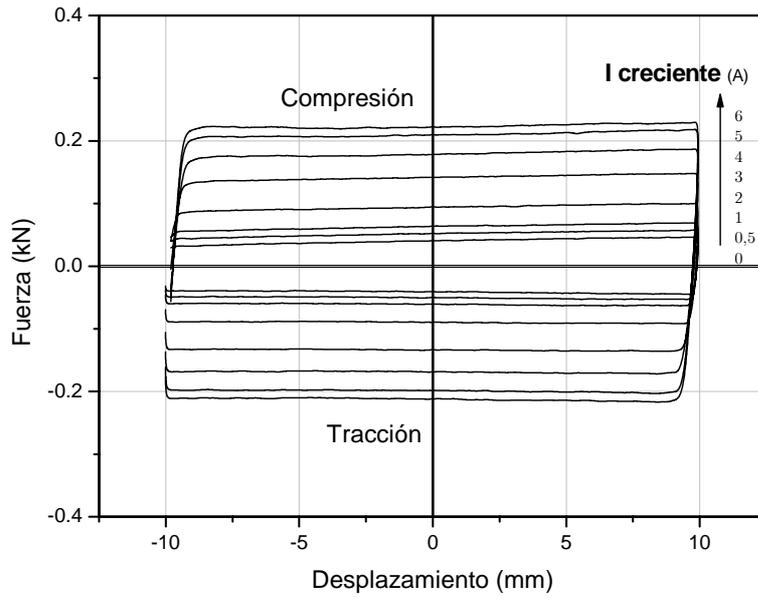


Figura 5.22. Ensayo de fricción en amortiguador MRF para valores crecientes (0, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6 A) de intensidad de corriente. Fluido FMR1-32%.

Se observa que, incluso para elevadas intensidades de corriente, el amortiguador con el fluido FMR1-32% muestra un comportamiento sin irregularidades notables en las curvas fuerza-desplazamiento. En cambio, en el mismo ensayo, utilizando el fluido comercial (FMR2) y especialmente para $I \geq 4$ A, se observó un comportamiento irregular.

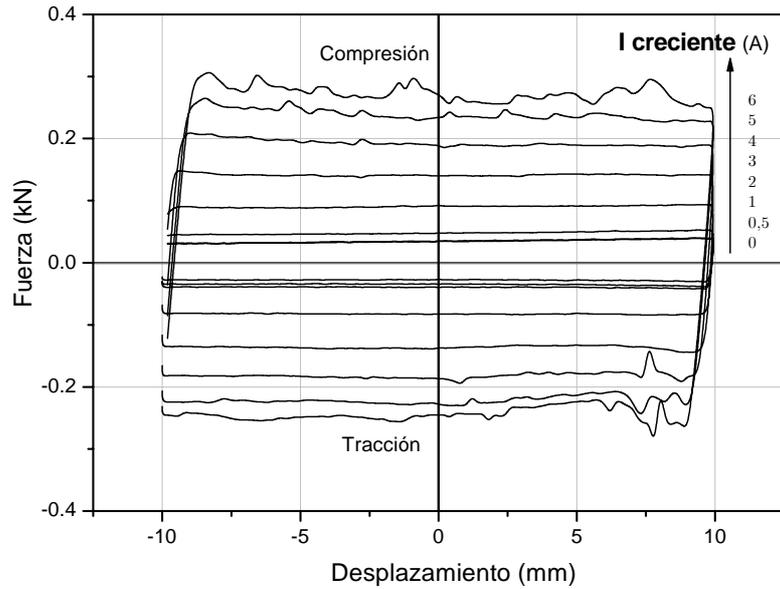


Figura 5.23. Similar a Fig. 5.22. Fluido FMR2.

La existencia de picos en estas curvas puede deberse a la deficiente estabilización en esta suspensión. En efecto, la existencia de agregación irreversible daría lugar a la formación de estructuras muy irregulares bajo la acción del campo. La formación/ruptura de estas al pasar a través del pistón provocan fenómenos de fricción no hidráulicos que podrían dañar el amortiguador y que, en todo caso dan lugar a comportamientos erráticos no deseados. En cambio, con el fluido FMR1, tanto al 25 % v/v como al 32 % v/v de hierro, se tiene una respuesta monótonamente creciente y sin irregularidades en todo el rango de funcionamiento de 0 a 6A de intensidad de corriente.

De los datos de gráficas como las Figuras 5.22 y 5.23 se extrajeron los valores de fuerza para la posición de desplazamiento nulo para las distintas intensidades de corriente. Los resultados se presentan en la Figura 5.24, tanto para FMR2 como para FMR1-25% y FMR1-

32%. La respuesta del amortiguador con los dos lubricantes FMR1 fue más intensa para intensidades de corriente menores de 2 A, mientras que ocurrió lo contrario para intensidades mayores de 3 A.

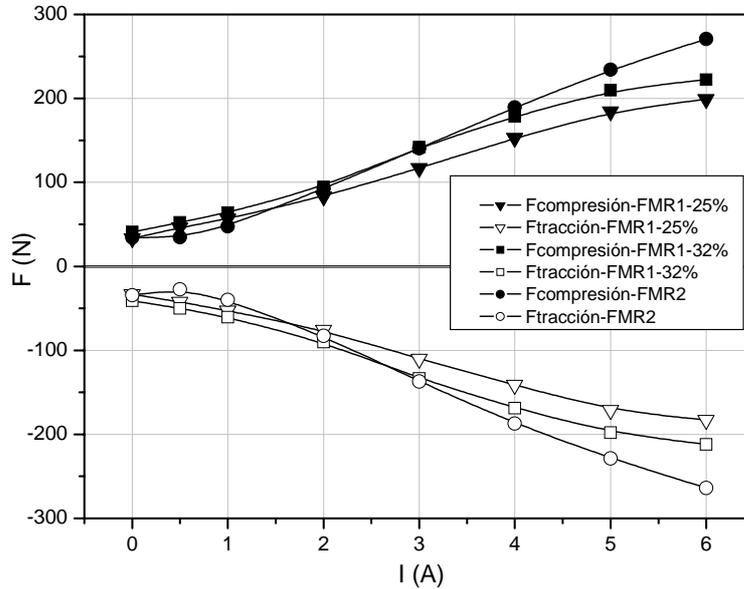


Figura. 5.24. Fuerza (en posición $x = 0$) en compresión y tracción en función de intensidad de corriente en un ensayo de fricción. Fluidos FMR1-25%; FMR1-32% y FMR2.

Ensayo de caracterización

Las Figuras 5.25 y 5.26 presentan la dependencia entre fuerza y desplazamiento en las etapas 2 a 6 del ensayo de caracterización para los fluidos FMR1-32% y FMR2 en ausencia de campo magnético. Se observa la existencia de irregularidades en el fluido comercial FMR2 para las etapas realizadas a mayor velocidad. Por otra parte, los valores de fuerza alcanzados con el fluido FMR1-32% fueron más elevados.

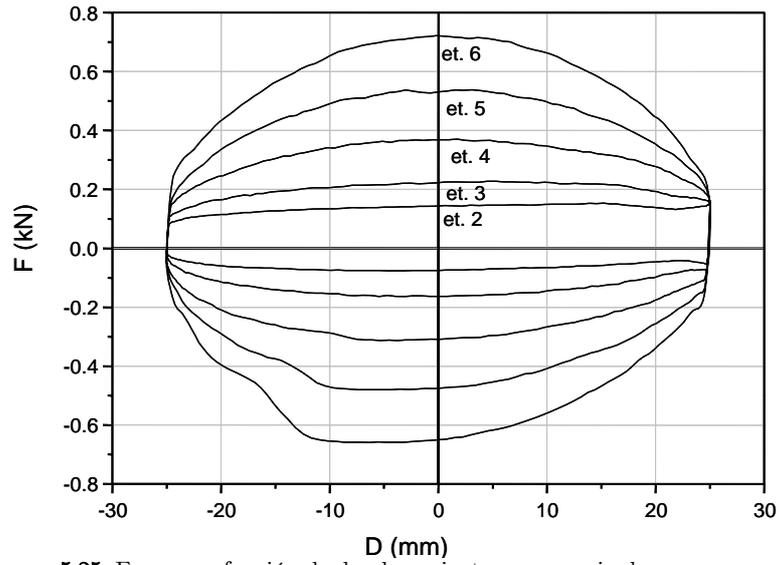


Figura. 5.25. Fuerza en función de desplazamiento en ausencia de campo magnético. Ensayo de caracterización en las etapas (et.) 2 a 6 para el fluido FMR1-32%

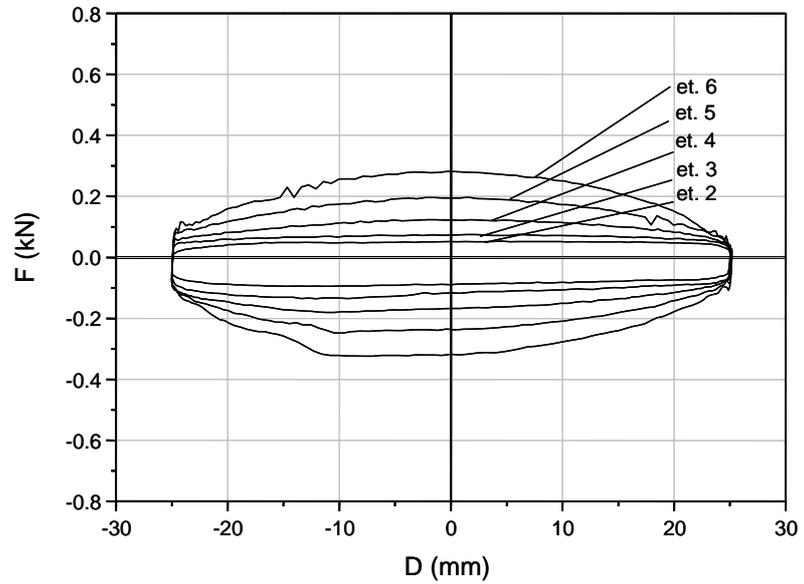


Figura. 5.26. Similar a Fig. 5.24 Fluido FMR2.

Las Figuras 5.27 y 5.28 representan las curvas de fuerza en función del desplazamiento obtenidas en la etapa 2 para intensidades de corriente

crecientes (de 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6A) para los fluidos, FMR1-32% y FMR2 respectivamente

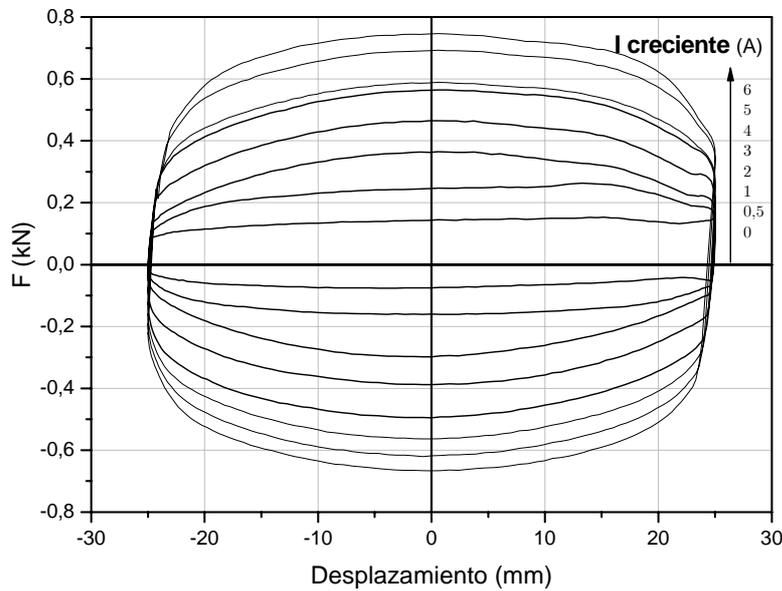


Figura. 5.27. Fuerza en función de desplazamiento. Ensayo de caracterización para intensidades de corriente crecientes en la etapa 2 para el fluido FMR1-32%.

Los hechos más destacables que se pueden observar en estas dos Figuras son: (i) se alcanzan valores de fuerza más elevados para una misma intensidad de corriente dada en el fluido FMR1-32% y (ii) no se aprecia una respuesta irregular ni siquiera para elevadas intensidades de corriente en este fluido; por el contrario, existe una respuesta dinámica irregular para $I \geq 4$ A en el amortiguador cargado con FMR2. En todo caso, la versatilidad y excelente respuesta del amortiguador magnetorreológico.

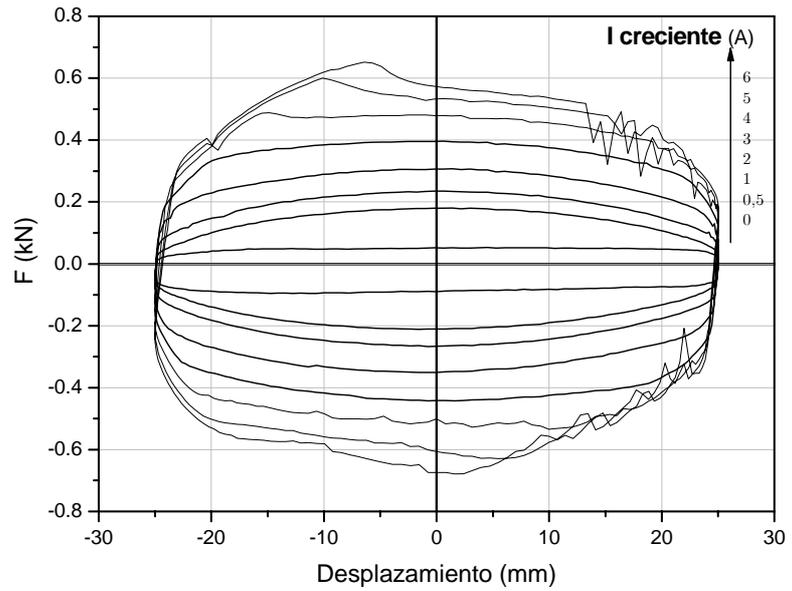


Figura. 5.28. Similar a Fig. 5.27. Fluido FMR2.

Las Figuras 5.29 y 5.30 muestran los resultados obtenidos en la etapa 3 de este ensayo (frecuencia: 0,9266 Hz, velocidad máxima: 131 mm/s). Se pueden extraer conclusiones similares a las que deducimos de los resultados obtenidos en la etapa 2 (Figs. 5.27 y 5.28): *(i)* se alcanzan valores de fuerza más elevados para una intensidad de corriente dada en el fluido FMR1-32% que en el comercial FMR2 y *(ii)* no se aprecia una respuesta irregular para elevadas intensidades de corriente en el lubricante FMR1, mientras que la respuesta sí es irregular en el fluido comercial FMR2.

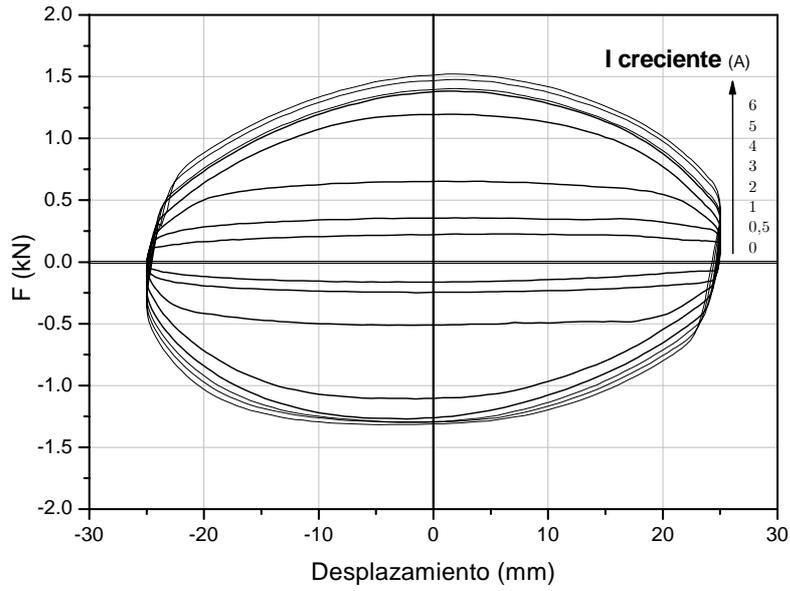


Figura. 5.29. Fuerza en función de desplazamiento para intensidades de corriente crecientes en la etapa 3 Ensayo de caracterización para el fluido FMR1-32%.

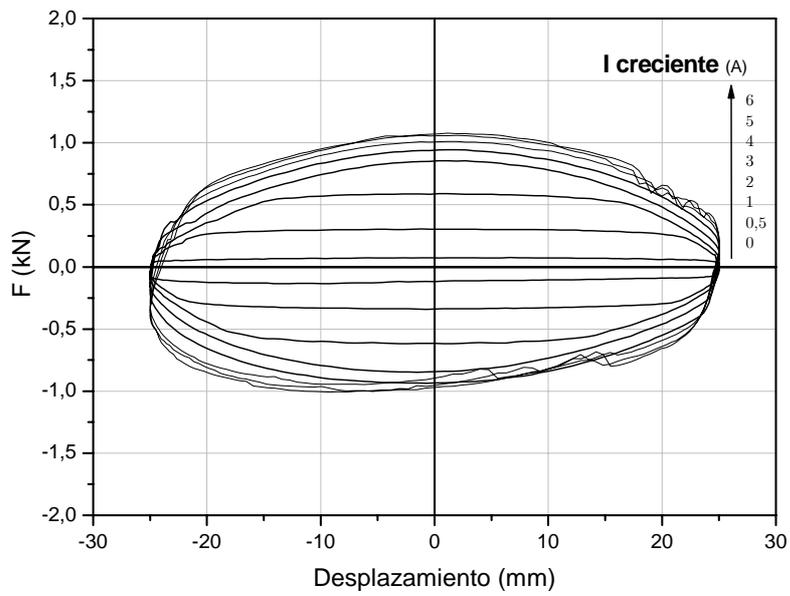


Figura. 5.30 Similar a Fig. 5.29. Fluido FMR2.

Como mencionamos, es más ilustrativo para el diseñador considerar la respuesta del amortiguador en términos de fuerza-velocidad. La Figura 5.31 muestra los resultados de fuerza en función de velocidad en la etapa 2 del ensayo de caracterización para intensidades de corriente crecientes (0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6A), para el fluido FMR1-32%. De nuevo se observa la ausencia de irregularidades en la respuesta.

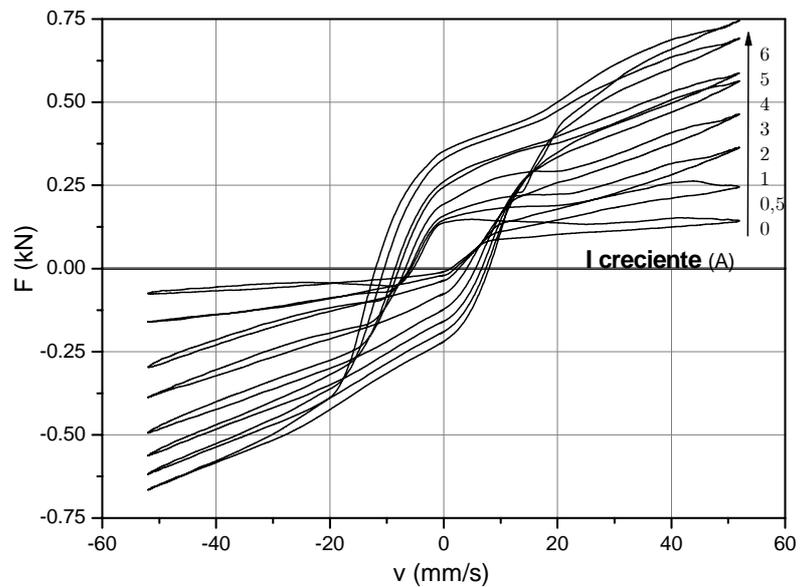


Figura 5.31. Fuerza en función de la velocidad para intensidades de corriente crecientes en la etapa 2. Ensayo de caracterización para el fluido FMR1-32%

El gran número de datos de gráficas como la de la Fig. 5.31, se puede resumir representando, como se hace en la Figura 5.32 la fuerza máxima frente a la velocidad máxima para las etapas 2 a 7 e intensidades de corriente crecientes en el amortiguador cargado con nuestro fluido.

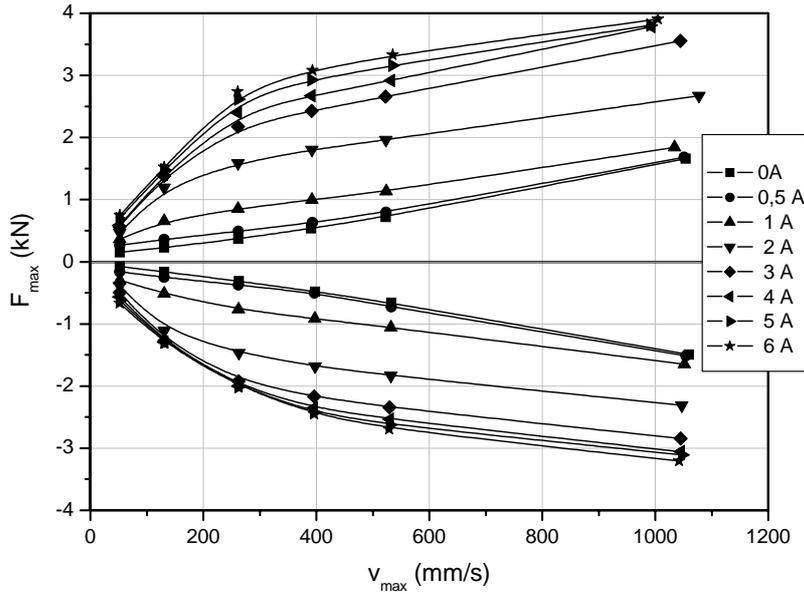


Figura 5.32. Fuerza máxima en función de la velocidad máxima obtenida para oscilaciones con distinta frecuencia (etapas 2 a 7) para las intensidades de corriente que se indican. Fluido FMR1-32%.

Finalmente, en la Figura 5.33 se comparan los resultados de fuerza máxima en función de la intensidad de corriente para la etapa 7 (oscilaciones de 7,413 Hz) con los lubricantes FMR1-25%, FMR1-32% y FMR2. Queda de manifiesto que la respuesta del fluido FMR1 (tanto con 25% como con 32% de hierro) es más intensa (valores de fuerza más elevados) que en el fluido comercial FMR2 para oscilaciones sinusoidales de 7,4 Hz.

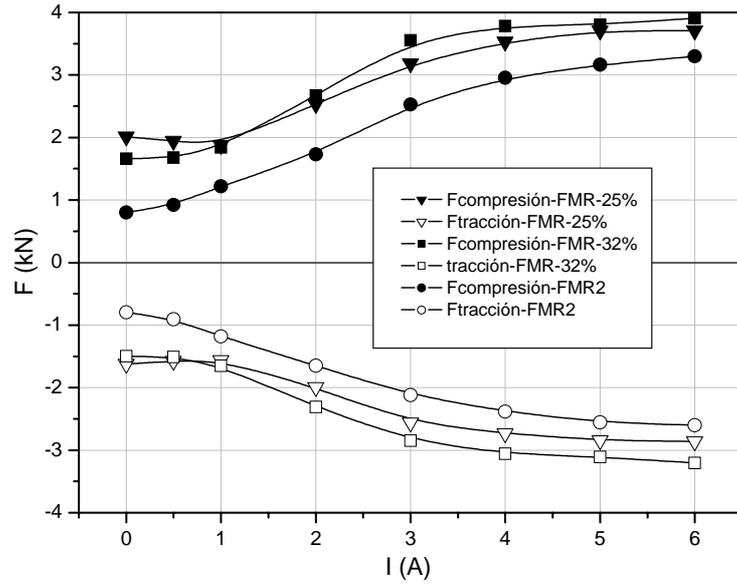


Figura 5.33. Fuerza máxima en función de la intensidad de corriente en la etapa 7 del ensayo de caracterización para los fluidos FMR1-25%, FMR1-32% y FMR2.

Ensayo de histéresis.

Las Figuras 5.34-5.37 representan, a modo de ejemplo, la dependencia entre fuerza y velocidad en las etapas 2 a 5 (1,5 Hz) y 6 a 10 (12 Hz) para los fluidos FMR1-32% y FMR2 en ausencia de campo magnético aplicado.

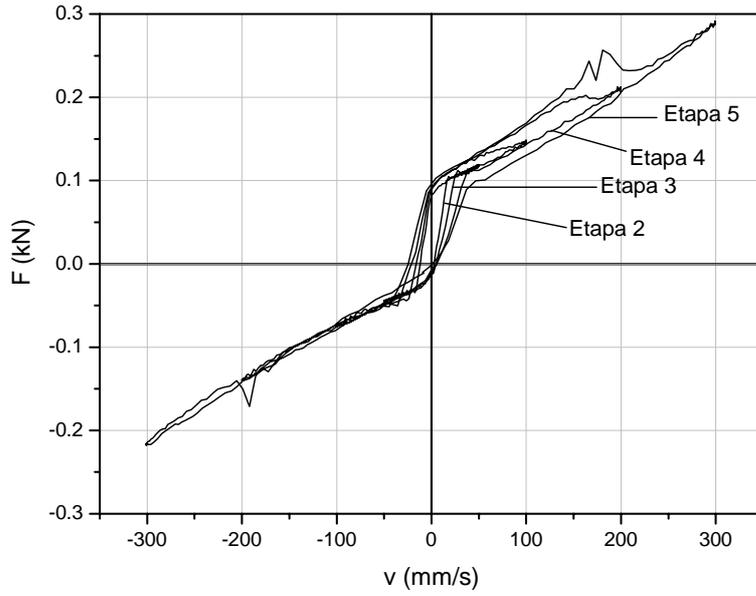


Figura 5.34. Ensayo de histéresis en amortiguador con el fluido FMR1-32% sin aplicar campo magnético. Etapas 2 a 5, con una frecuencia de 1,5 Hz.

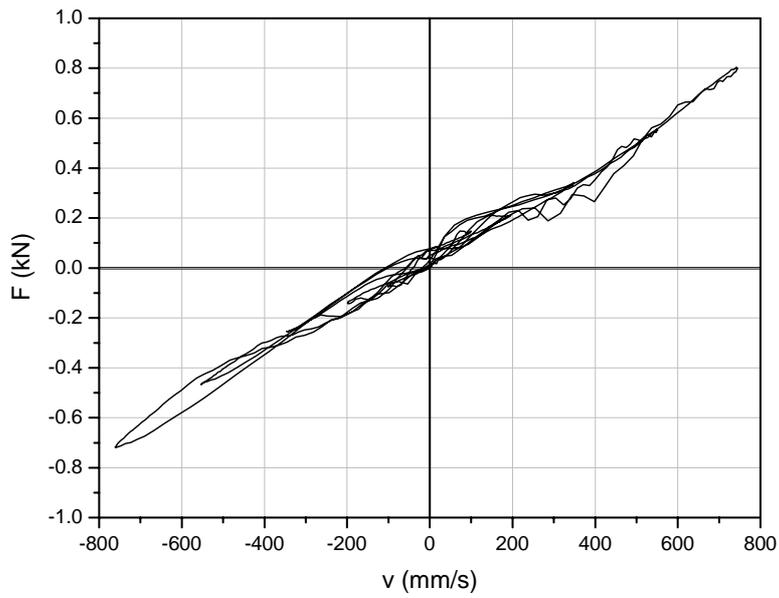


Figura 5.35.- Ensayo de histéresis en amortiguador con el fluido FMR1-32% sin aplicar campo magnético. Etapas 6 a 10, con una frecuencia de 12 Hz.

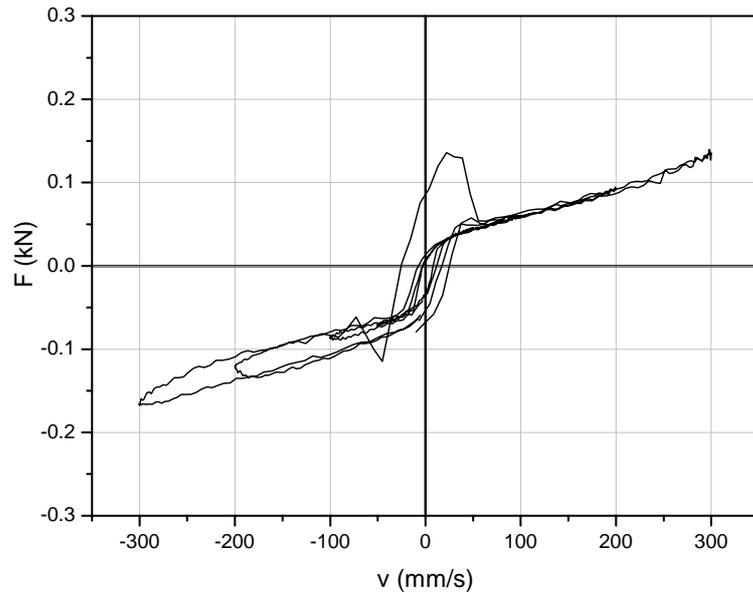


Figura 5.36. Ensayo de histéresis con el fluido FMR2 sin aplicar campo magnético. Etapas 2 a 5, con una frecuencia de 1,5 Hz.

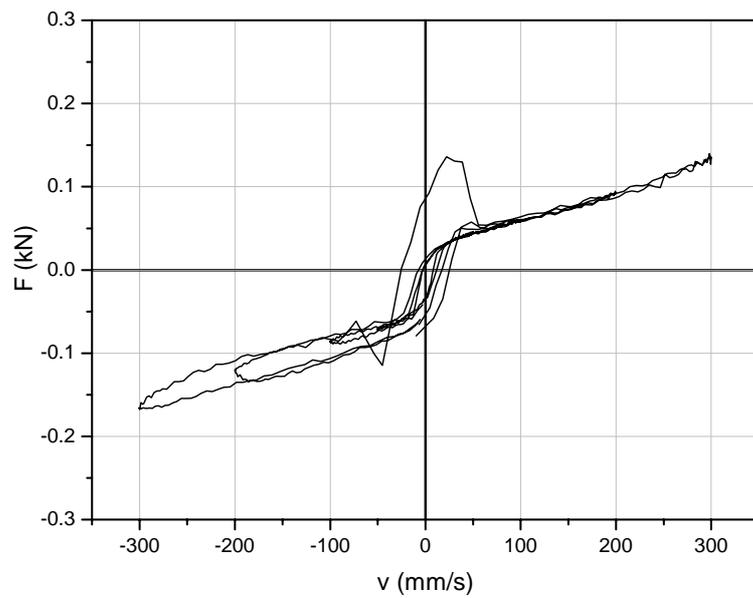


Figura 5.37. Ensayo de histéresis con el fluido FMR2 sin aplicar campo magnético. Etapas 6 a 10, con una frecuencia de 12 Hz.

De manera similar se pudieron obtener las curvas fuerza-velocidad cuando pasa corriente (entre 0 y 6A) por la bobina del amortiguador. Las Figuras 5.38 y 5.39 muestran los resultados obtenidos cuando se aplica un campo magnético en la etapa 3 para ambos fluidos, FMR1-32% y FMR2, y las Figuras 5.40 y 5.41 para la etapa 6. En estas figuras se puede observar la diferencia entre ambos fluidos: (i) ausencia de picos en las curvas fuerza-velocidad y (ii) mayor intervalo de valores de fuerza alcanzados en el fluido FMR1, lo que permite una respuesta más versátil y proporcionada a impulsos mecánicos externos.

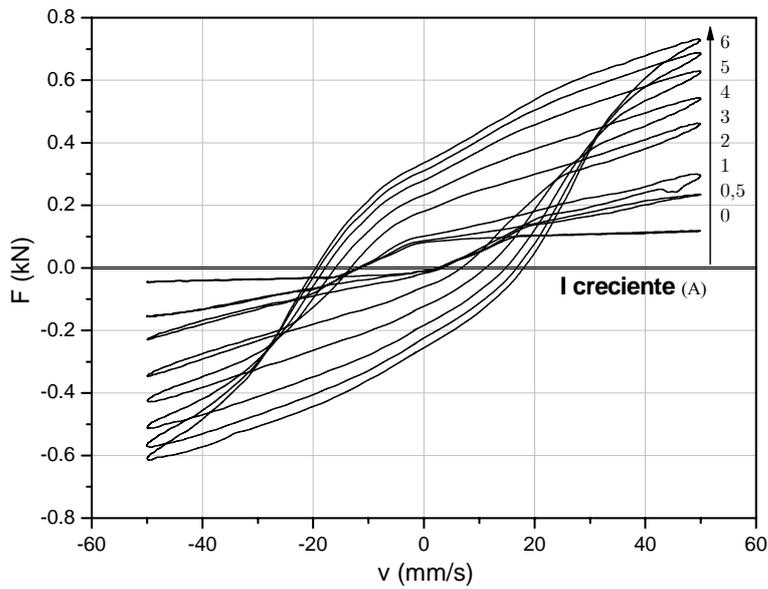


Figura 5.38. Fuerza en función de la velocidad para intensidades de corriente: 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6 A. Etapa 2. Fluido FMR1-32%.

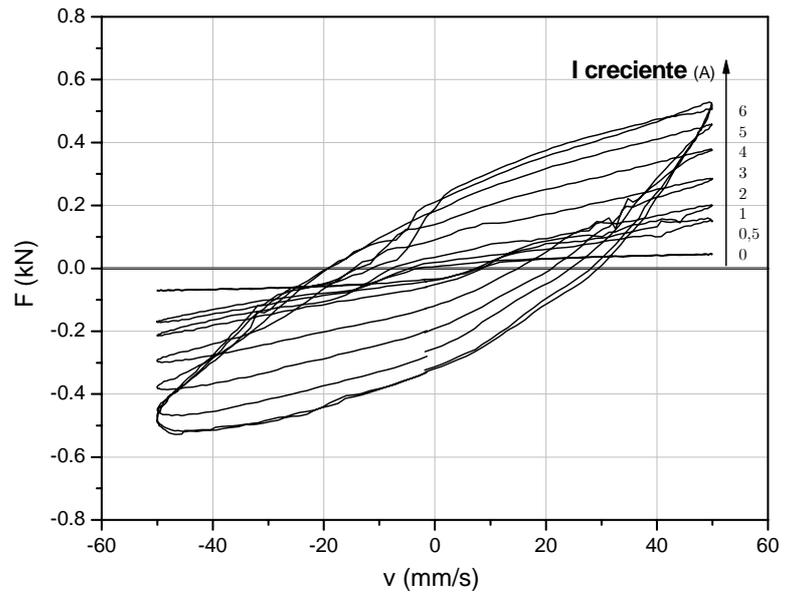


Figura 5.39. Similar a la Fig. 5.38. Fluido FMR2.

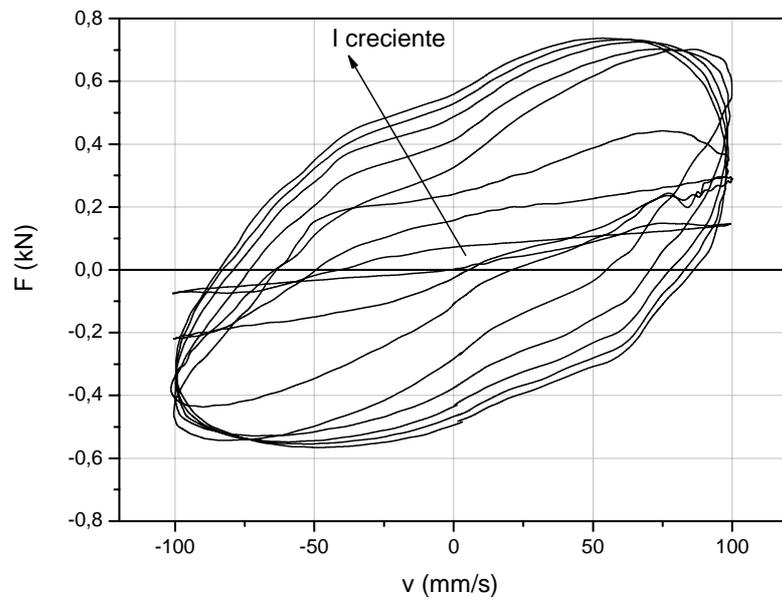


Figura 5.40. Fuerza en función de la velocidad para intensidades de corriente: 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6 A. Etapa 6. Fluido FMR1-32%.

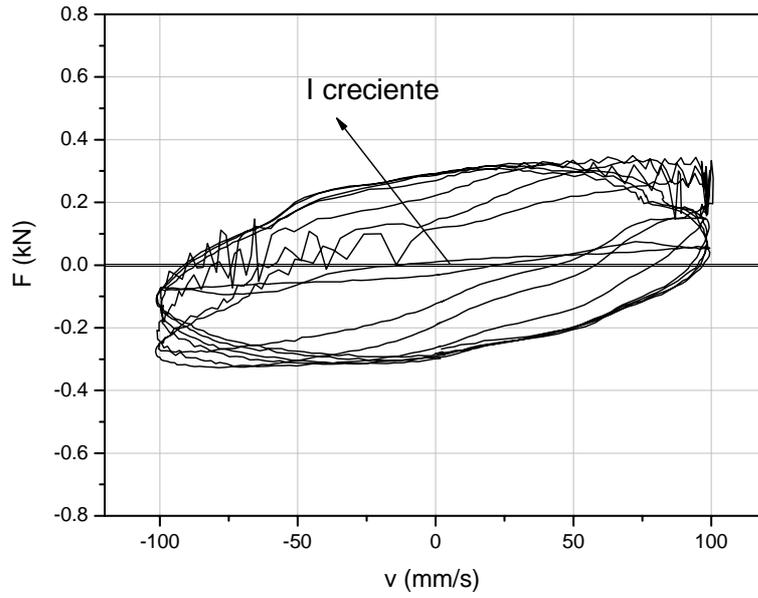


Figura 5.41 Similar a la Fig. 5.40. Fluido FMR2.

A partir de gráficas como las mostradas en las figuras anteriores, se obtuvieron los datos que se representan en las Figuras 5.42 (etapas 2 a 5) y 5.43 (etapas 6 a 10) para la relación entre fuerza máxima y velocidad máxima para intensidades de corrientes en el intervalo de 0 A a 6 A para el fluido FMR1-32%.

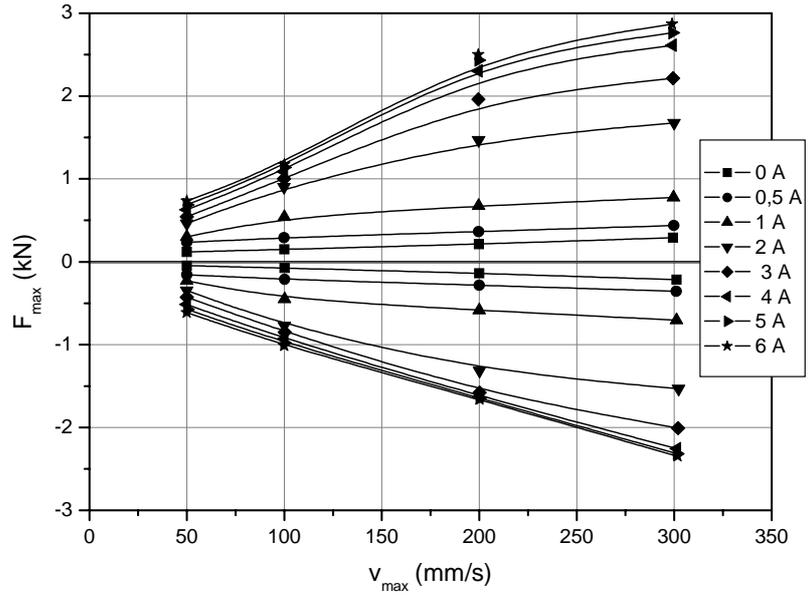


Figura 5.42. Fuerza máxima en función de la velocidad máxima (etapas 2 a 5 del ensayo de histéresis) para las intensidades de corriente que se indican. Fluido FMR1-32%.

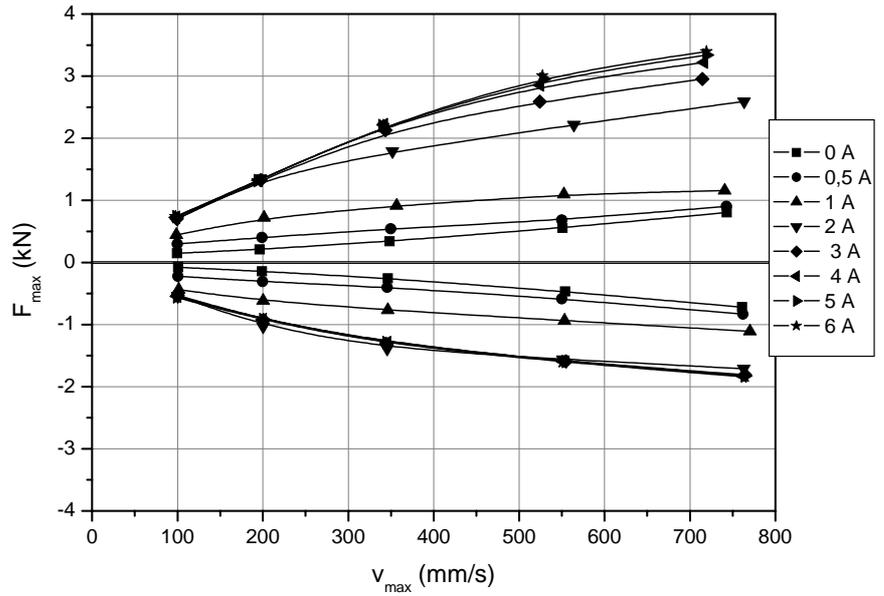


Figura 5.43. Como en la Figura 5.42, pero para las etapas 6 a 10.

Finalmente, en la Figura 5.44 se compara la relación entre fuerza e intensidad de corriente para los fluidos que contienen un 32 % de hierro (FMR1 y FMR2) en dos de las etapas realizadas: etapa 2 (1,5 Hz; $v_{\max} = 50$ mm/s) y etapa 10 (12 Hz; $v_{\max} = 1048$ mm/s). Se observa que, tanto a bajas como altas frecuencias, la respuesta del fluido FMR1-32% es más intensa en todo el intervalo de intensidades de corriente.

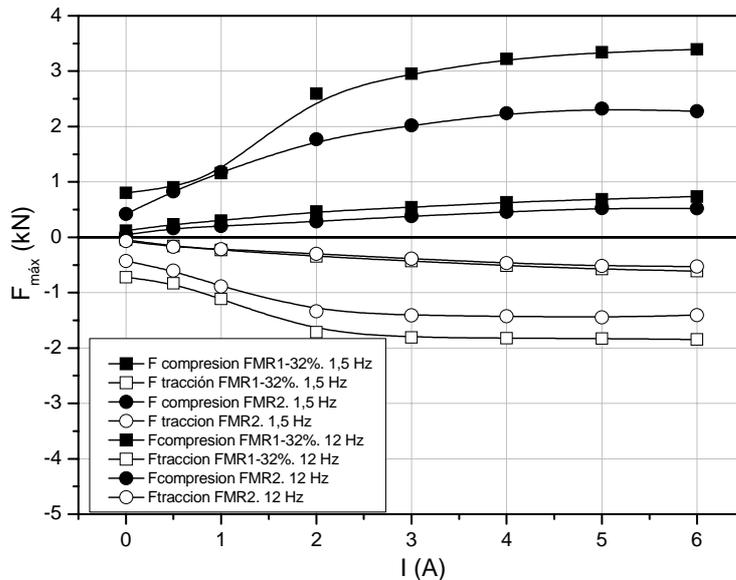


Figura 5.44. Fuerza máxima en función de la intensidad de corriente. Etapas 2 (1,5 Hz) y 10 (12 Hz) para los fluidos FMR1-32% y FMR2.

A modo de resumen, puede decirse que la amplia gama de ensayos tribológicos efectuados en un amortiguador magnetorreológico comercial para automóviles permiten concluir que el fluido FMR1 muestra una respuesta regular, sin picos en ciclos fuerza-desplazamiento o fuerza-velocidad, bajo la acción de fuerzas externas en un amplio rango de amplitudes y frecuencias de excitación. Sometido a oscilaciones sinusoidales posee una respuesta más intensa, tanto a frecuencias bajas (aprox. 1 Hz) como elevadas (aprox. 12 Hz), que el FMR comercial, que

hemos utilizado para comparar. Ello implica que se puede conseguir una respuesta de intensidad comparable a otros FMR comerciales añadiendo concentraciones de hierro significativamente menores, lo que reduciría problemas de oxidación y degradación del lubricante.

b) Fluido FMR1-32%: histéresis magnétorreológica y respuesta tribológica

En el uso normal de un amortiguador MR como el ensayado, el sistema de control estará permanentemente aplicando mayor o menor corriente a las bobinas, en función de las necesidades de la conducción del vehículo. Es importante que el comportamiento del amortiguador sea predecible, con independencia de la historia anterior. En particular, nos planteamos si la respuesta dinámica para una corriente dada sería diferente según el valor de la corriente aplicada con anterioridad. Para responder a esa pregunta, se planearon ensayos que pueden denominarse de *histéresis de corriente*: se trataba de ciclos de caracterización con frecuencia 0,9260 Hz, velocidad de 131 mm/s y una amplitud de 45 mm. La Figura 5.45 muestra los resultados de estos ensayos en forma de fuerza máxima (en tracción o compresión) para corrientes crecientes de 0 a 6 A y después decrecientes (6 a 0 A) en la bobina, pasando por corriente nula entre uno y otro proceso.

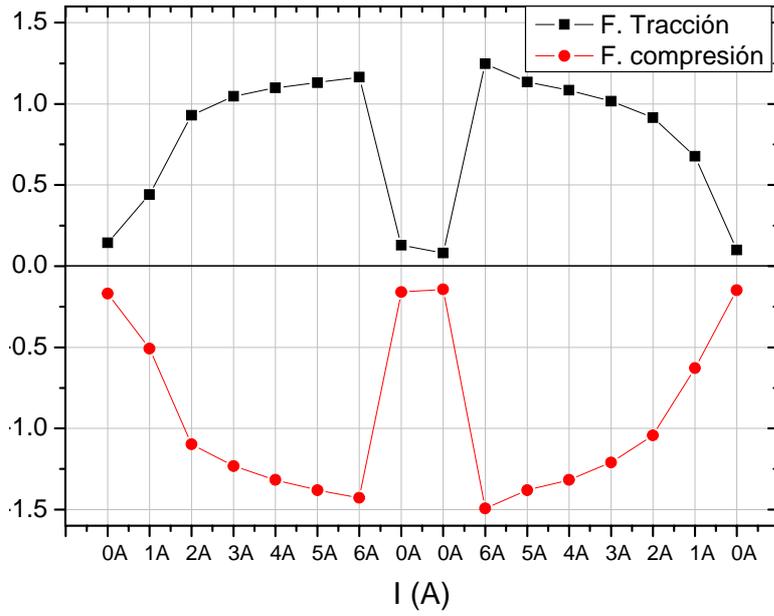


Figura 5.45. Fuerza máxima en función de intensidad en ensayos de histéresis de corriente para 15 periodos de tiempo. Corrientes ascendentes desde 0 a 6 A y decrecientes de 6 a 0 A. Escalón de corriente 1 A. Fluido FMR1-32%.

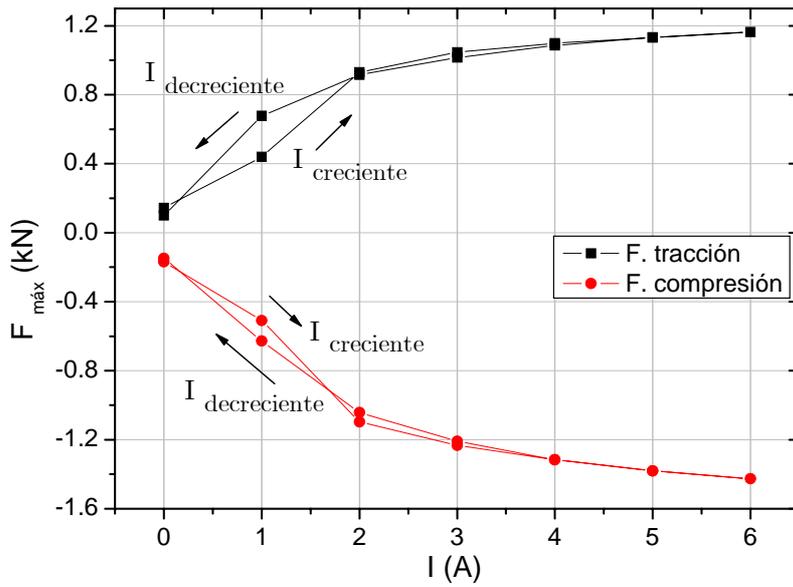


Figura 5.46. Similar a Fig. 5.45 donde se aprecia en detalle la baja histéresis y la saturación de control a partir de 4 A.

En la Fig. 5.46 se han superpuesto los resultados de las rampas de intensidades crecientes y decrecientes. Se puede concluir que el amortiguador es muy controlable por la corriente aplicada y no se presenta memoria magnética en su respuesta. También podemos concluir que a partir de 4 A existe un efecto de saturación en la respuesta mecánica del amortiguador, probablemente debido a la proximidad a la imanación de saturación de las partículas de hierro. Esto supone un menor consumo de energía en el control del campo magnético, dado que basta con aplicar una corriente menor que la máxima admisible para tener la máxima respuesta.

c) Suspensiones bimodales. FMR3

Como en los otros fluidos, la prueba final de su aplicabilidad pasa sin duda por su carga en el amortiguador y la realización de ciclos de trabajo con él. Por ello, se describen a continuación los ensayos en los que se utilizó una suspensión que contenía un 3,7 % de magnetita y un 32 % v/v de Fe dispersos en aceite base. Este fluido se ha denominado FMR3 en el presente trabajo. Como en los otros fluidos, siempre se realizó una etapa previa de homogeneización y calentamiento.

Ensayo de fricción

En la Figura 5.47 se muestran los resultados obtenidos en el ensayo de fricción (velocidad constante de 0,4 mm/s, amplitud de 20 mm, periodo de oscilación 100 s) de fuerza en función de desplazamiento en compresión y tracción, en ausencia de campo magnético (intensidad de

corriente en bobina del amortiguador $I = 0$) y para campos magnéticos crecientes (intensidad de corriente en la bobina del amortiguador: $I = 1, 2, 3, 4, 5$ y 6 A). Puede observarse que, incluso para elevadas intensidades de corriente, el amortiguador mostraba un comportamiento regular sin oscilaciones notables en las curvas fuerza-desplazamiento.

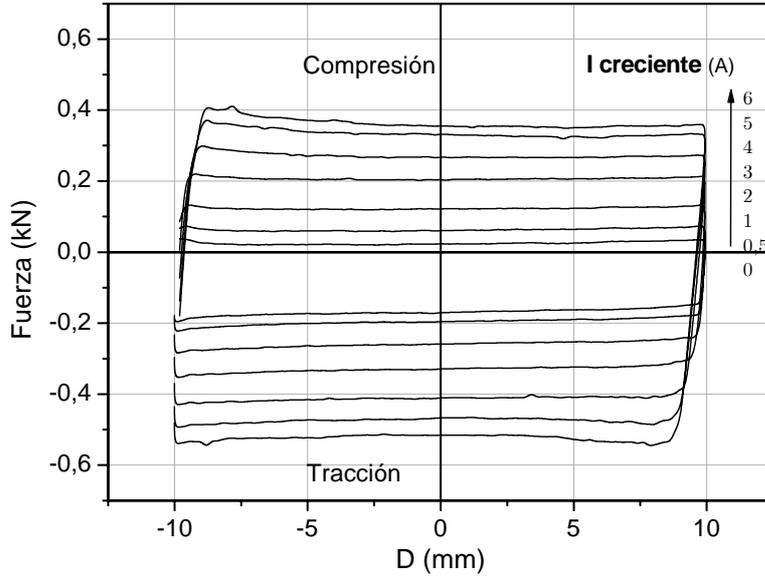


Figura 5.46. Fuerza en función de desplazamiento (D) en compresión y en tracción para valores crecientes de intensidad entre 0 y 6 A. Fluido FMR3.

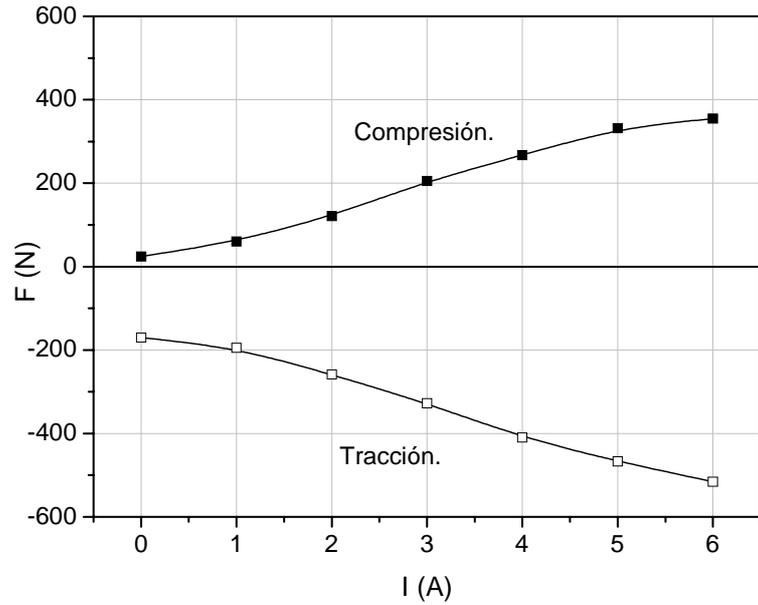


Figura 5.47. Fuerza (en posición $D = 0$) en compresión y tracción en función de intensidad de corriente (I) para el fluido FMR3.

De gráficas como la de la Fig. 5.46, se extrajeron los valores de fuerza para la posición de desplazamiento nulo ($D = 0$) para las distintas intensidades de corriente empleadas. Los resultados, representados en la Figura 5.47, demuestran que la respuesta del amortiguador con el fluido FMR3 es más intensa y crece de forma monótona y sin irregularidades, a medida que se aumenta la intensidad de corriente aplicada en el intervalo de 0 a 6 A. Si estos resultados se comparan con los de las Figuras 5.21-22 se puede concluir que el fluido se endurece al añadir la magnetita nanométrica, si bien, como veremos, sus prestaciones no se ven en absoluto menguadas por este hecho.

Ensayo de caracterización

En este ensayo, tras la etapa de calentamiento, se aplicó una excitación sinusoidal con frecuencias crecientes según se vio en la Tabla 5.3. En la Figura 5.48 se representa como ejemplo el ensayo de caracterización (dependencia entre fuerza y velocidad) para la etapa 2 ($f = 0,3678$ Hz; $v_{max} = 52$ mm/s), en presencia de campo magnético para intensidades de corriente en el intervalo 0 a 6 A. A partir de gráficas como esta se obtienen los datos de la Figura 5.49 que muestran la dependencia entre la fuerza máxima y la velocidad máxima alcanzada en las etapas 2 a 7 de este tipo de ensayos y para las intensidades de corriente antes mencionadas.

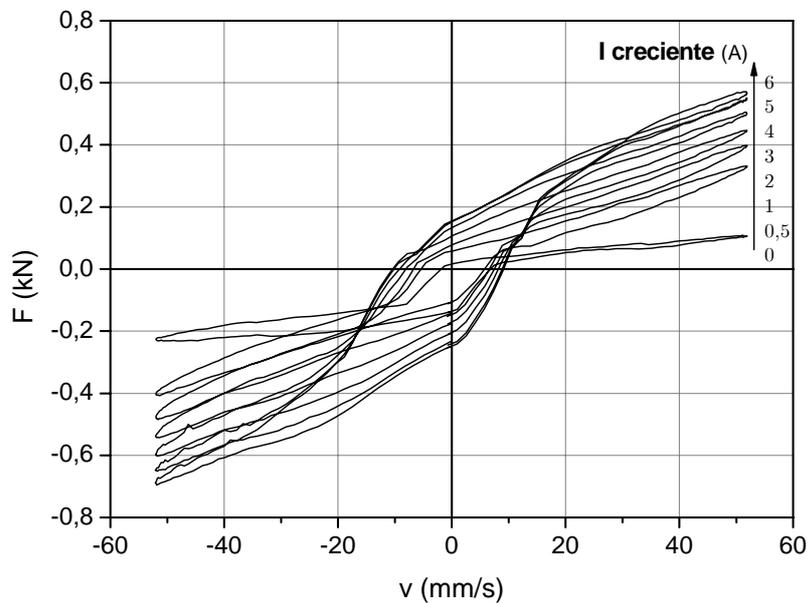


Figura 5.48. Fuerza en función de la velocidad para intensidades de corriente: 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6 A, respectivamente. Etapa 2 del ensayo de caracterización. Fluido FMR3.

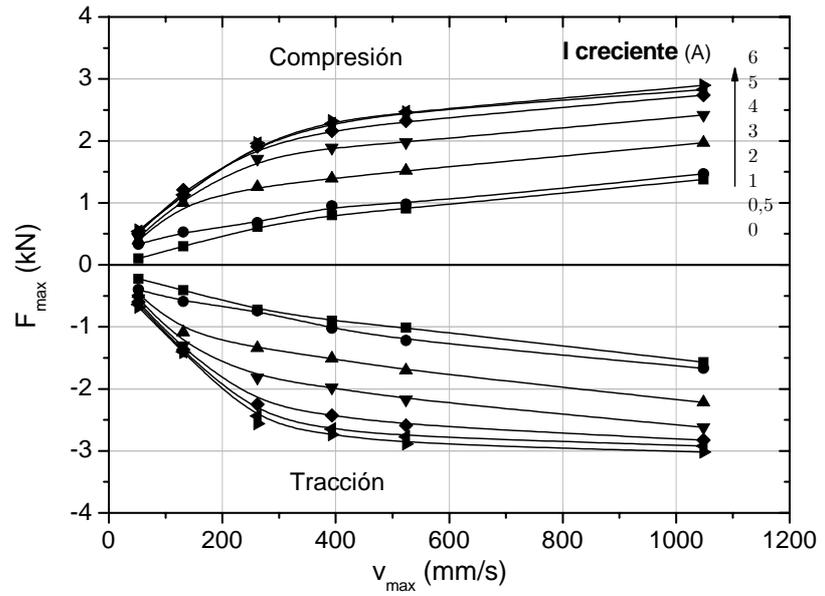


Figura 5.49. Fuerza máxima en función de la velocidad máxima obtenida en compresión y tracción. Etapas 2 a 7 para las intensidades de corriente crecientes entre 0 y 6 A. Fluido FMR3

Se observa en la Fig. 5.49 que, para todas las intensidades de corriente, la fuerza máxima crece monótonamente con la velocidad máxima. Además, los valores de fuerza máxima más elevados se alcanzan a las intensidades de corriente más altas como consecuencia de la mayor rigidez alcanzada en el fluido FMR3 al crecer el campo magnético generado en el interior del amortiguador. Finalmente, en la Figura 5.50 se representa la fuerza máxima en función de la intensidad de corriente en la etapa 7 para el FMR3.

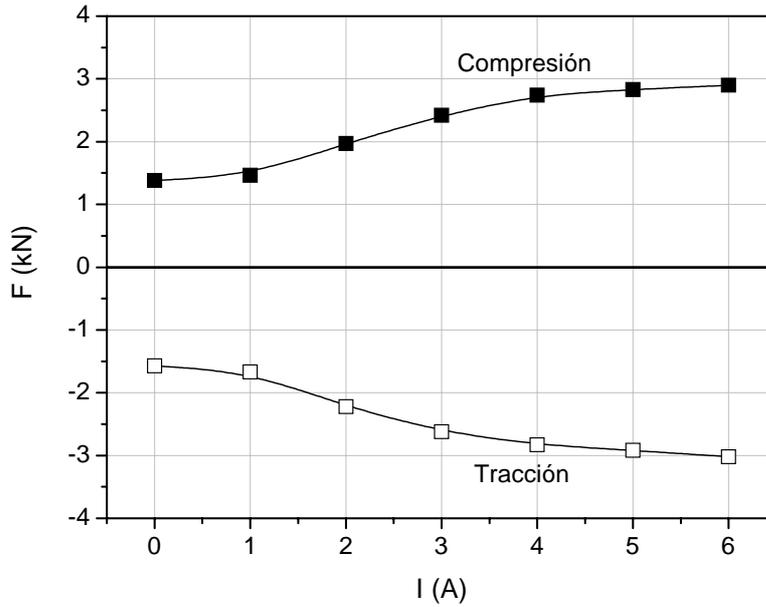


Figura 5.50. Fuerza máxima en función de la intensidad de corriente en la etapa 7 para el FMR3.

Ensayo de histéresis.

En este ensayo al igual que con los fluidos con polímeros disueltos en aceite base, tras la etapa de calentamiento, se aplicó una excitación en desplazamiento con frecuencia constante (1,5 Hz en las etapas 2 a 5 y 12 Hz en etapas 6-10) y se aumentó la amplitud de la carrera en cada una de las etapas según se vio en detalle en la en la Tabla 5.3.

Las Figuras 5.51-54 representan, a modo de ejemplo, la dependencia entre fuerza y velocidad en las etapas 2 a 5 (1,5 Hz) y 6 a 10 (12 Hz) para el fluido FMR3.

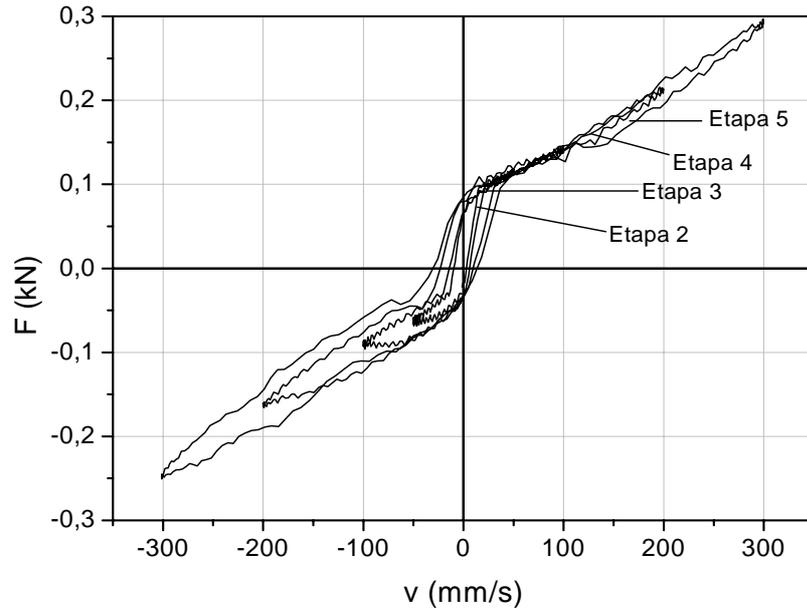


Figura 5.51. Ensayo de histéresis en amortiguador con el fluido FMR3 sin aplicar campo magnético. Etapas 2 a 5, con una frecuencia de 1,5 Hz.

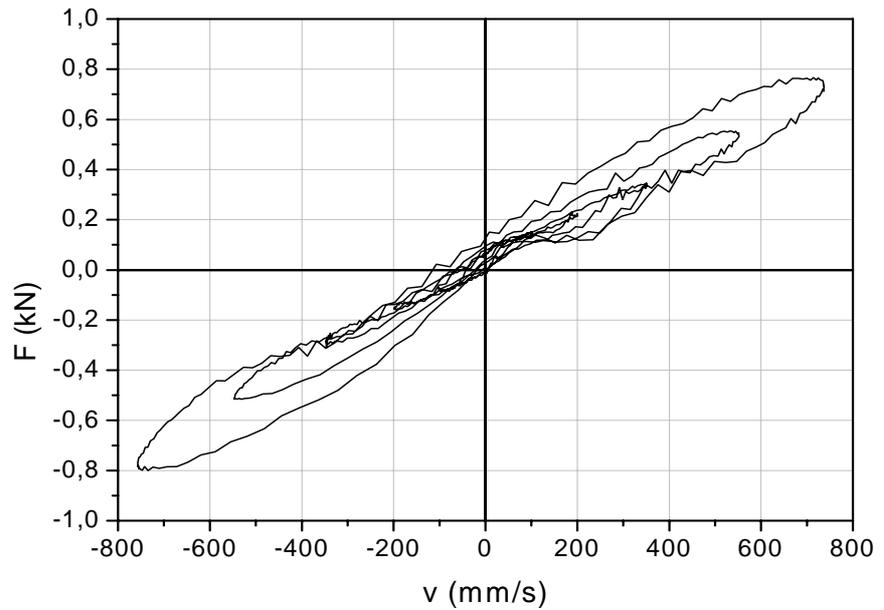


Figura 5.52. Ensayo de histéresis en amortiguador con el fluido FMR3 sin aplicar campo magnético. Etapas 6 a 10, con una frecuencia de 12 Hz.

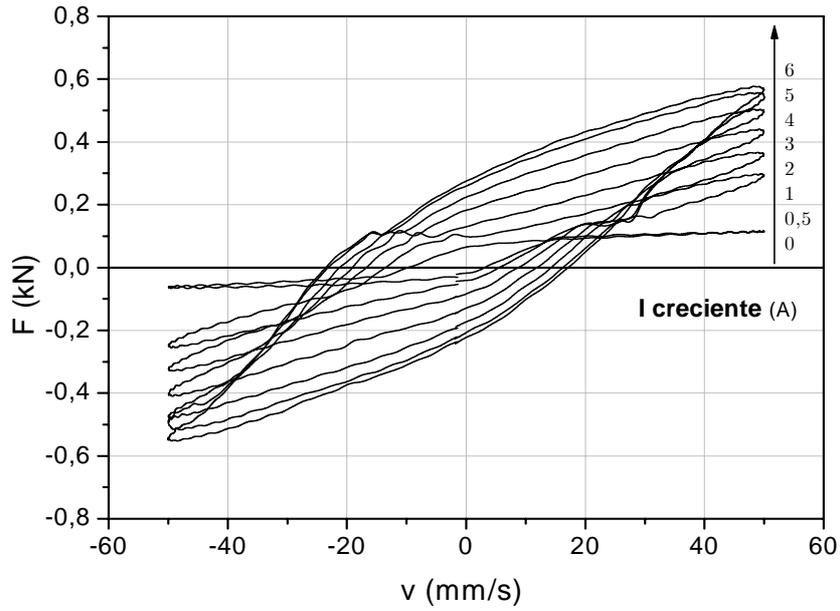


Figura 5.53. Fuerza en función de la velocidad para las intensidades de corrientes indicadas. Etapa 2. Fluido FMR3.

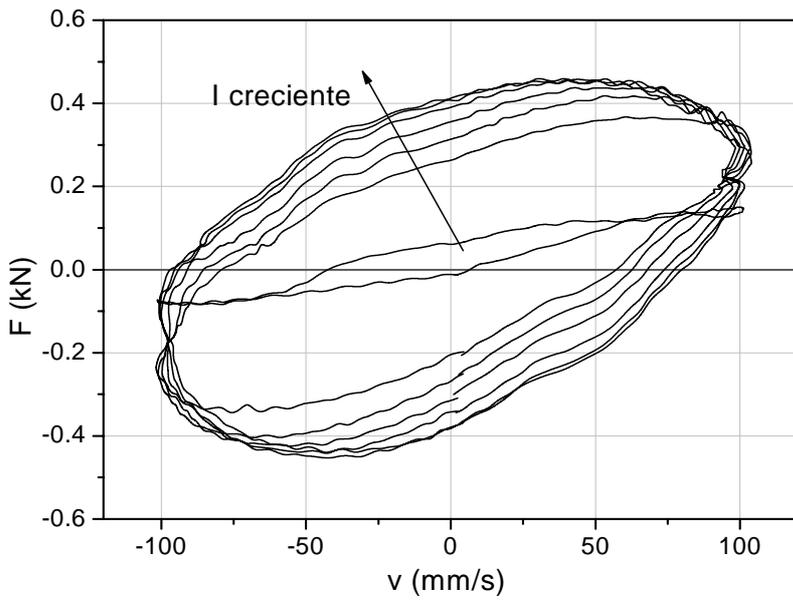


Figura 5.54. Fuerza en función de la velocidad para intensidades de corriente: 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6 A, respectivamente. Etapa 6. Fluido FMR3.

A partir de las gráficas anteriores se obtienen los datos que se representan en las Figuras 5.55 (etapas 2 a 5, frecuencia 1,5 Hz) y 5.56 (etapas 6 a 10, frecuencia 12 Hz) para la relación entre fuerza máxima y velocidad máxima para intensidades de corriente en el intervalo 0 A a 6 A. Se puede observar que el control de la respuesta es posible para las menores velocidades (Figura 5.55), dado que la fuerza varía claramente con la intensidad. Por el contrario, a velocidades mayores las dependencias se hacen más lineales, y menos variables con la corriente aplicada, indicando un creciente papel del componente puramente hidráulico del amortiguamiento.

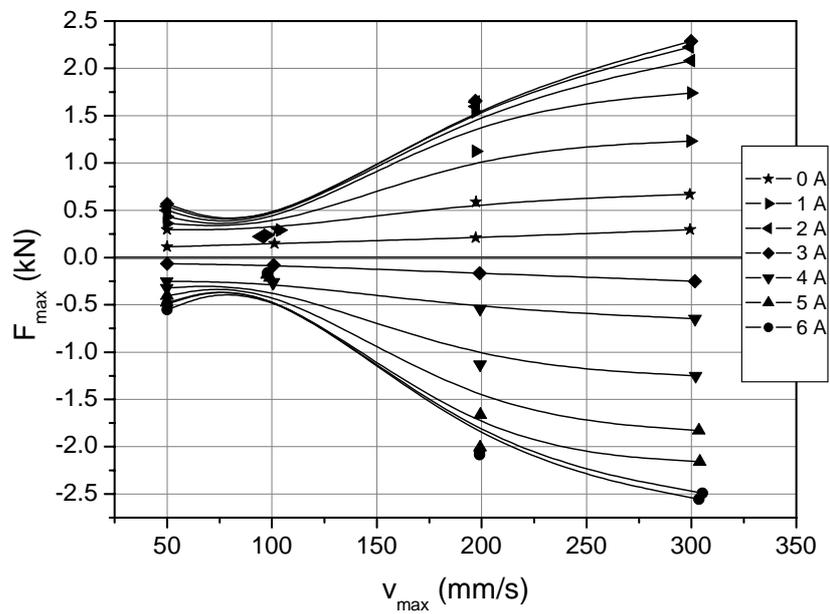


Figura 5.55. Fuerza máxima en función de la velocidad máxima. Etapas 2 a 5 para las intensidades de corriente que se indican. Fluido FMR3.

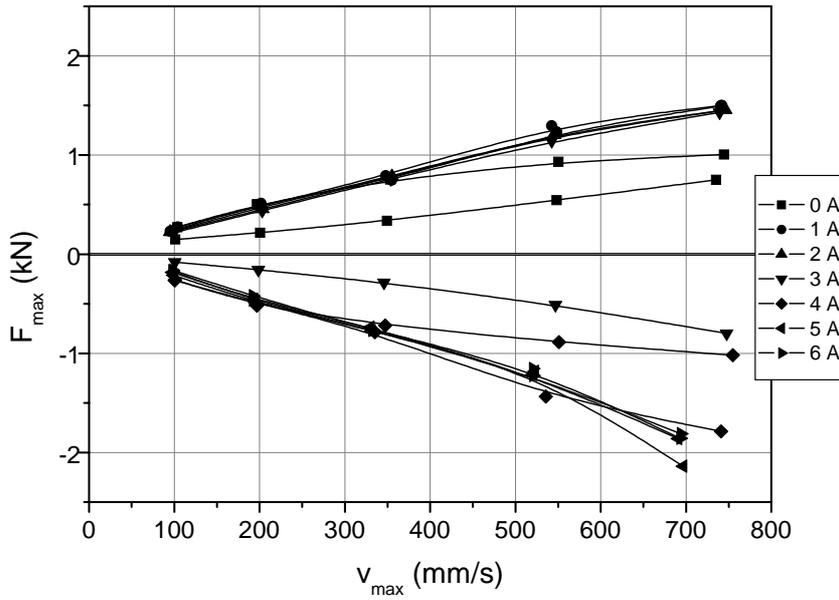


Figura 5.56. Fuerza máxima en función de la velocidad máxima. Etapas 6 a 10 para las intensidades de corriente que se indican. Fluido FMR3.

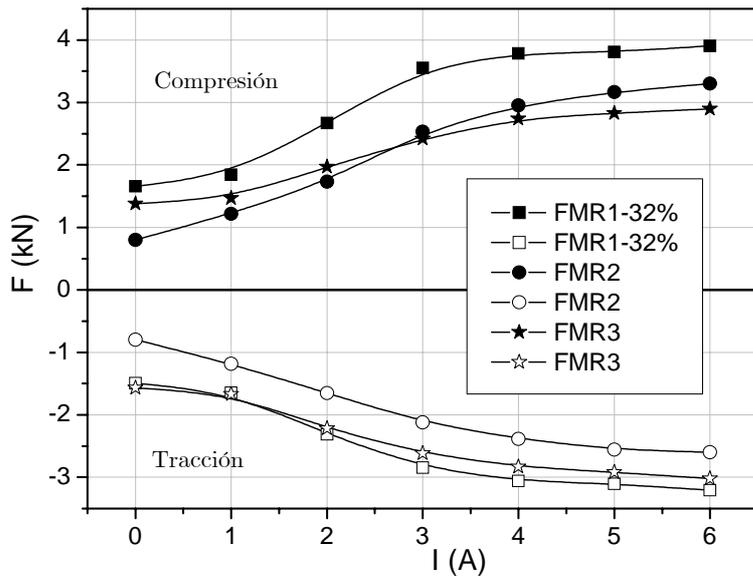


Figura 5.57. Fuerza máxima en función de la intensidad de corriente. Etapa 10 para los fluidos mostrados. Frecuencia 12 Hz.

La comparación de las prestaciones de los fluidos FMR1 (con 32 % de Fe), FMR2 (comercial) y FMR3 se realiza en la Figura 5.57, donde se muestran las relaciones fuerza máxima-intensidad en la etapa 10 (12 Hz) para los tres fluidos. Nótese cómo en estas condiciones extremas (velocidad máxima de 750 mm/s), las respuestas son similares, si bien el fluido FMR3 se aproxima más en su comportamiento dinámico al fluido comercial FMR2 que al fluido FMR1 diseñado en este trabajo.

CAPÍTULO 6

CONCLUSIONES

Estabilidad

En este capítulo se ha considerado el problema esencial de la sedimentación de fluidos magnetorreológicos y se han realizado aportaciones tanto desde el punto de vista de su determinación experimental como del de su control. Los resultados más significativos se resumen como sigue:

1. Se ha diseñado un dispositivo específico para la medida de la velocidad de sedimentación en FMR concentrados (opacos) basado en fenómenos de inducción magnética. El método consiste esencialmente en medir la frecuencia de resonancia en función del tiempo de sedimentación en un circuito paralelo formado por una bobina sensora y un condensador. La bobina sensora rodea el tubo de ensayo en que se encuentra la muestra a investigar. El dispositivo es capaz de medir con precisión la fracción de volumen de sólidos (partículas ferro- y ferrimagnéticas) dispersos en cualquier medio líquido en función del tiempo, brindando una amplia información sobre el proceso de sedimentación en suspensiones concentradas.
2. Se ha demostrado que la adición de estearato de aluminio y polímeros modificadores de viscosidad (PMV) permite preparar un fluido magnetorreológico muy estable en el tiempo. Se ha comprobado que no existe una sedimentación significativa en periodos de hasta 20 días. Los dos aditivos tienen bajo coste.

3. La formulación propuesta denominada REPSOLYPF-UGR32% es de realización sencilla, no contiene aditivos sólidos distintos de las partículas magnetizables y, además, se evitan los procesos de agregación y sedimentación. En consecuencia, se puede usar como lubricante tanto para amortiguadores hidráulicos como para amortiguadores de fricción. En este último caso, bastaría con aumentar la concentración del aditivo modificador de la viscosidad para elevar la viscosidad del producto y conseguir que el lubricante permanezca absorbido en la esponja que contiene el lubricante en este tipo de amortiguadores.
4. Se ha formulado un fluido magnetorreológico que contiene partículas micrométricas magnetizables dispersas en una fase líquida que a su vez es un ferrofluido. Se trata de una suspensión en medio oleoso de partículas con distribución extremadamente bimodal: una población de partículas magnéticas nanométricas con tratamiento superficial hidrofóbico y otra población de partículas micrométricas.
5. Basándonos en resultados similares obtenidos en el grupo, se propone que la formación de nubes o halos de nanopartículas magnéticas alrededor de las partículas de tamaño micrométrico, favorecida por la imanación remanente de estas últimas, provoca una disminución en la velocidad de sedimentación de las partículas micrométricas. Se ha demostrado que una concentración del 3 % v/v de nano-magnetita es

suficiente para conseguir FMR estables con un elevado contenido de micropartículas de hierro ($\phi = 32\%$).

Redispersión

El método diseñado cumple los requisitos impuestos para la determinación de redispersabilidad, basada en la evaluación de la dureza y estructura del sedimento. La aplicación de esta técnica a distintos tipos de fluidos arroja los siguientes resultados fundamentales:

6. El fluido denominado fluido REPSOLYPF-UGR32% (FMR1), compuesto por 32 % v/v de partículas de hierro en la fase sólida y con estearato de aluminio y PMV disueltos en la fase líquida, presenta sedimentos mucho menos compactos que los que se observan en el fluido comercial (FMR2) utilizado para comparación.
7. El uso de un ferrofluido como líquido portador evita la formación de sedimentos compactos durante periodos prolongados en reposo o almacenamiento, incluso para una concentración de magnetita en el ferrofluido tan baja como el 1,55 % en fracción de volumen.
8. Se sugiere que el beneficio de la utilización de ferrofluidos en la formulación de este lubricante reside en el efecto protector que ejercen las nanopartículas de magnetita que rodean a cada partícula de hierro evitando que se formen

agregados compactos entre las partículas micrométricas. Además, la presencia de moléculas de ácido oleico adsorbidas sobre las nanopartículas impide, por repulsión estérica, que ambos tipos de partículas se adhieran entre sí y que los heteroagregados hierro-magnetita sean compactos.

Magnetorreología

En este capítulo se han descrito las propiedades magnetorreológicas de las suspensiones de partículas de hierro estabilizadas mediante: (i) la adición estearato de aluminio y PMV y (ii) la adición de nanopartículas de magnetita. Se han obtenido sus reogramas para distintas composiciones, intensidades de campo magnético aplicado y temperaturas. Se han investigado tres tipos de sistemas: el fluido magnetorreológico REPSOLYPF-UGR32% (FMR1) con un 32 % de hierro en un aceite con aditivos, el fluido comercial de Lord Corporation (FMR2), y distintos fluidos basados en mezclas de hierro micrométrico (32 % v/v), magnetita nanométrica (distintas concentraciones, desde 1,55 % v/v hasta 8 % v/v), sin otros aditivos en el aceite portador. Las principales observaciones se resumen en las siguientes conclusiones:

9. En el caso de la formulación FMR1, se ha encontrado que no posee esfuerzo umbral a campo magnético cero por lo cual funciona como un lubricante típico, o no activo, en ausencia de campo. Al aplicar un campo magnético aparece un esfuerzo umbral y aumenta su viscosidad en un

intervalo muy amplio dependiendo del contenido en partículas magnetizables y de la intensidad del campo magnético aplicado.

10. El comportamiento magnetorreológico del fluido se caracteriza por:

- (i) En presencia de campo magnético débil (inducción magnética del campo externo menor de 21,5 mT) se obtienen esfuerzos umbrales (comportamiento plástico) y viscosidades menores que los del FMR2 comercial utilizado para comparar.

- (ii) Bajo campos magnéticos elevados se alcanzan esfuerzos umbrales y viscosidades mayores que en FMR2.

11. Los reogramas de los fluidos FMR1 y FMR2 sufren variaciones muy moderadas al cambiar la temperatura en un amplio intervalo (-11 °C a 80 °C), lo que indica que el polímero modificador de viscosidad actúa eficientemente evitando cambios muy bruscos en la viscosidad del líquido portador.

12. Para los fluidos con una distribución bimodal extrema de partículas magnéticas, los resultados obtenidos indican que utilizando una concentración de nanopartículas no muy elevada (en torno a 3 % v/v de magnetita) se obtienen FMR estables y fácilmente redispersables en los que además se

alcanzan efectos MR tan intensos como los que se consiguen en otras formulaciones en las que el medio líquido ha de contener aditivos estabilizantes y espesantes.

13. Por el contrario, la presencia de concentraciones de magnetita inferiores al 7 % v/v, conlleva un leve decremento de la respuesta magnetorreológica de las suspensiones. Este hecho se debe al recubrimiento que forman las partículas de magnetita alrededor de las partículas de hierro (formación de halo muy denso), que llega a dificultar y debilitar la interacción magnética entre las micropartículas
14. Se ha observado también, para todas las suspensiones con nanopartículas de magnetita, un incremento del esfuerzo umbral y de la viscosidad inicial a campo cero. Sin embargo, esta circunstancia no afecta a la facilidad de redispersión, como se demostró anteriormente.

Tribología

Se han realizado distintos ensayos para comprobar la respuesta tribológica de varios lubricantes magnetorreológicos en amortiguadores de automoción especialmente diseñados para el uso de este tipo de lubricantes. Estos amortiguadores fueron del tipo

monotubo presurizado en los que el lubricante fluye a través de canales en los que se aplican campos magnéticos de intensidad creciente. Las principales conclusiones que se derivan de este estudio son las siguientes:

15. Ensayos de fricción. En estos ensayos se pretendían detectar fricciones no hidráulicas en los amortiguadores. En efecto se observaron irregularidades en la respuesta dinámica del lubricante comercial (FMR2). En cambio en el lubricante denominado FMR1, que contenía distintos aditivos estabilizantes y reguladores de la viscosidad, la respuesta observada mostraba ausencia de fricciones no hidráulicas que pudieran dar lugar a efectos tribológicos no deseados, tales como el rayado de los conductos de flujo del lubricante. Esta ausencia de fricciones no hidráulicas se comprobó en un amplio rango de intensidades de corriente aplicadas en el amortiguador. Un resultado similar se encontró al estudiar el compuesto FMR3, en el que el líquido portador era un ferrofluido con baja concentración de nanopartículas de magnetita.
16. Ensayos de caracterización e histéresis tribológica. En estos ensayos se comprobó la respuesta hidráulica de los lubricantes magnetorreológicos, bajo la acción de campos magnéticos de intensidad creciente, y en condiciones muy variable de

frecuencia y amplitud en el recorrido del pistón del amortiguador. Se comprobó la ausencia de irregularidades en la respuesta dinámica del amortiguador en las suspensiones FMR1 y FMR3 preparadas en este trabajo. Esto no fue así en el caso del lubricante comercial FMR2, probablemente por la presencia de agregación irreversible en la suspensión. Por otra parte, los ensayos muestran que el rango de incremento de los valores de fuerza hidrodinámica al aumentar la corriente aplicada en el amortiguador es similar, e incluso más amplio en algunos casos, cuando se utilizan los lubricantes FMR1 o FMR3 respecto al lubricante comercial FMR2. Este resultado permite concluir que la respuesta de los lubricantes FMR1 y FMR3 es más versátil en comparación con la del FMR2, es decir, permite modular una mejor respuesta proporcionada a perturbaciones mecánicas externas.

17. Ensayo de histéresis en intensidad de corriente. Este ensayo se realizó para comprobar los posibles efectos de remanencia magnética y, por tanto, ausencia de reversibilidad en la respuesta hidráulica del FMR3 (ferrofluido portador). Para ello, se sometió al amortiguador a un ensayo similar a los anteriores de caracterización bajo la acción de campos magnéticos crecientes, pero en esta ocasión seguidos de ensayos en los que la intensidad de

corriente aplicada a las bobinas del amortiguador fue decreciente. Se comprobó que la respuesta mecánica -es decir, los resultados de fuerza máxima alcanzada en función de la intensidad de corriente- es prácticamente superponible cuando se aplica intensidad de corriente creciente e intensidad decreciente. Por tanto, la respuesta dinámica prácticamente no depende de la historia magnética previa del FMR.

CAPÍTULO 7

BIBLIOGRAFIA

Adamson, A.W., “*Physical Chemistry of Surfaces*”, 4th Ed., John Wiley & Sons, New York, (1982).

Ahn, Y.K., Yang, B., Ahmadian, M., Morishita, S., *J. Intelligent Mater. Systems and Structures*, **16**, 127, (2005).

Alexiou, Ch., Schmid, R., Jurgons, R., Bergemann, Ch., Arnold, W., Parak, F.G., En Odenbach S (Ed) *Ferrofluids, Lecture Notes in Physics*, Berlin, (2002).

Arias, J.L., Gallardo, V., Gómez-Lopera, S., Plaza, R.C., Delgado, A.V., *J. Controlled Release*, **77**, 309 (2001)

Asakura, S., Oosawa, F., *J. Chem. Phys.*, **22** (7) 1255, (1954).

Ashour, O., Rogers, C.A., Kordonsky, W.L., *J. Intelligent Mater. Systems and Structures*, **7**, 123, (1996).

Ashcroft, N.W., Mermin, N.D., “*Solid State Physics*”, HRW International Editions, Philadelphia, USA, (1968).

Barnes, H.A., Hutton, J.F., Walters, K., “*An introduction to Rheology*”, Elsevier, Amsterdam, (1989).

Barthel, H., Rosch, L., Weis, J., in Auner, N., Weis, J. (Ed) *Organosilicon Chemistry II: From Molecules to Materials*, VCH Publishers, Weinheim, p 761-777, (1996)

BASF: <http://www.basf.com>

Bica, D., Vékás, L., Raşa, M., *J. Magn. Magn. Mater.*, **252**, 10 (2002)

Blair, M.J., Patey, G.N., *J. Chem. Phys.*, **111** (7), 3278, (1999).

Bombard, A.J.F., Knobel, M., Alcantara, M.R., Joeques, I., *J. Intelligent Mater. Sys. Str.*, **13**, 7-8, 471-478 (2002).

Bossis, G., Lemaire, E., Volkova, O., Clercx, H., *J. Rheol.*, **41** (3) 687 (1997)

Bossis, G., Volkova, O., Lacis, S., Meunier, A. En Odenbach S (Ed) *Ferrofluids, Lecture Notes in Physics*, Berlin, p 206, (2002)

- Carlson, J.D., Weiss, K.D., *Machine Design* **8**, 61-66, (1994).
- Carlson, J.D., Weiss, K.D., patente EE.UU. **5.382.373** (1995).
- Carlson, J.D., Catenzarite, D.M., Clair, K.A.ST., *Int J Modern Phys. B*, **10**, 2857, (1996).
- Carlson, J.D., Spencer, B.F., *Proc. 3rd Int. Conference on Motion and Vibration Control* **3**, 35, (1996)
- Charles, S.W., En Odenbach S (Ed) *Ferrofluids, Lecture Notes in Physics*, Berlin, p15, (2002)
- Chen, Z.Y., Tang, X., Zhang, G.C., Jin, Y., Ni, W., Zhu, Y.R., En: Nakano y Koyama, (Eds) *Proc. 6th Int. Conference on Electrorheological Fluids, Magnetorheological suspensions and their applications*, World Scientific, Singapur (1998)
- Chibowski, E., González-Caballero, F., *Langmuir*, **9**, 330, (1993).
- Chibowski, E., González-Caballero, F., *J adhesión Sci Technol* **7**, 1195, (1993b).
- Chibowski, E., Hołysz, L., Zdziennicka, A., González-Caballero, F., En: AK Chattopadhyay, KL Mittal, eds. *Surfactants in solution*. New Cork: Marcel Dekker, p.31, (1996).
- Chin, B.D., Park, J.H., Kwon, M.H., Park, O.O., *Rheol. Acta* **40**, 211, (2001).
- Choi, K.M., Cho, S.W., Jung, H.J., Lee, I. W., *Earthquake Engng. Struct. Dyn.* **33**, 723, (2004).
- Christenson, H.K., *J. Disp. Sci. Technol.*, **9**, 171, (1998).
- Comstock, L.R., "*Introduction to Magnetism and Magnetic Recording*", Wiley, New York, Chapter 2, (1995).
- Cosgrove, T., "*Colloid Science: principles, methods and applications*", Blackwell Publishing, Bristol, (2005).

Couarraze, G., Grossiord, J.L., “*Initiation à la Rheologie*”, Technique et documentation, Lavoissier, Paris, (1983).

de Gans, B.J., Blom, C., Philipse, A.P., Mellema, J., *Phys. Rev. E*, **60**, 4518, (1999).

de Gans, B.J., Doctoral Thesis, University of Twente, (2000).

de Gennes, P.G., *Adv. Colloid Interface Sci.*, **27**, 189-209, (1987).

Degüssa (2005) : <http://www.degussa.com>

Delgado, A.V., “*Interfacial electrokinetics and electrophoresis*”, Vol 106, Marcel Dekker, New York, (2002).

Delgado, A.V., González-Caballero, F., Hunter, R.J., Koopal, L.K., Lyklema, J., *Pure Appl. Chem.*, **77**, 10, 1753-1805, (2005)

De Vicente, J., Delgado, A.V., Plaza, R.C., Durán, J.D.G., González-Caballero, F., *Langmuir*, **16**, 7954-7961, (2000).

De Vicente, J., Tesis doctoral, Universidad de Granada, (2002).

Dukhin, S.S., Semenikhin, N.M., *Kolloidn. Zh.*, **32**, 360 (1970)

Duncan-Hewitt, W., Nisman, R., En: KL Mittal, eds. Contact angle, wettability and adhesion. Utrecht, VSP, p.791, (1993).

Durán, J.D.G., Tesis Doctoral, Universidad de Granada, (1994).

Durán, J.D.G., Guindo, M.C., Delgado, A.V., González-Caballero, F., *Langmuir*, **11**, 3648, (1995).

Durán, J.D.G., González-Caballero, F., Delgado, A.V., Iglesias, G., (2005) Patente número: **P200502282**.

Dyke, S.J., Spencer, B.F., Sain, M.K., Carlson, J.D., *Smart. Mater. Struct.*, **5**, 565 (1996).

Elaissari, A., Sauzedde, F., Montagne, F., Pichot, C., En : A. Elaissari, ed. Colloidal Polymers, Synthesis and Characterization,

Surfactant Science Series, Vol. 115, Marcel Dekker, New York, p. 285, (2003).

Farris, R.J., *Trans. Soc. Rheol.*, **12**, 281, (1968).

Felt, D.W., Hagenbüchkle, M., Liu, J., Richard, J., *J. Intelligent Mater. Sys. Str.*, **7**, 589, (1996).

Felici, N.J., Foulc, J.N., Atten, P., *Proc. 4th Inter. Conf. on Electrorheological Fluids* (R. Tao y G.D. Roy, Ed), World Scientific, Singapore, p.139, (1994).

Ferrotec, (2006), <http://www.ferrotec.com>

Fleer, G.J., Cohen Stuart, M.A., Scheutjens, J., Cosgrove, T., Vincent, B., *Polymers at Interfaces*, Chapman & Hall, New York, (1993).

Flory, P.J., *Statistical Mechanics of Chain Molecules*. Hanser, Munich, (1989).

Fowkes, F.M., *J. Phys. Chem.*, **66**, 382, (1962).

Fowkes, F.M., "*Physicochemical Aspects of Polymers Surfaces*", Vol. 2, Ed. K.L. Mittal, Plenum Press, New York, (1983).

Gallardo, V., Ruiz, M. A., Delgado, A. V., En: F. Nielloud, G. Marti-Mestres (Eds.), *Pharmaceutical Emulsions and Suspensions*, Marcel Dekker, New York, p.409, (2000).

Gavin, H.P., Hanson, R.D., *Proc. 2nd World Conference on Structural Control*, Kyoto (1998).

Ginder, J.M., *Enciclopedia of Applied Physics*, **16**, 487 , (1996).

Gómez-Lopera, S.A., Plaza, R., Delgado, A.V., *J. Colloid Interface Sci.* **240**, 40, (2001).

González-Caballero, F., Durán, J. D. G., En: F. Nielloud, G. Marti-Mestres (Eds.), *Pharmaceutical Emulsions and Suspensions*, Marcel Dekker, New York, p.127, (2000).

Good, R.J., Girifalco, L.A., *J. Phys. Chem.* **62**, 304, (1960).

Good, R.J., En: R.J. Good, R.R. Stromberg, eds. *Surface and Colloid Science*, Vol. 11. New York: Plenum Press, Chapter 1, (1979).

Good, R.J., “*Contact Angle, Wettability and Adhesion*”, (Ed. Mittal, K.L.), VSP, Utrecht, (1993).

Goodwin, J.W., Highes, R.W., “*Rheology for Chemist*”, Royal Society of Chemistry, Cambridge (2000).

Gregory, J., *J. Colloid Interface Sci.*, **83**, 138, (1981).

Gun’ko, V.M., Zarko, V.I., Turov, V.V., Leboda, R., Chibowski, E., Gun’ko, V.V., *J. Colloid Interface Sci.*, **205**, 106-120 (1998).

Hayes, C., *J. Colloid Interface Sci.*, **52**, 2, 239, (1975).

Hartsock, F.L., Novark, R.F., Chaundy, G.H., *J. Rheol.* **35**, 1305, (1991).

Harrison, C. G. A., *Nature*, **217**, 46-47, (1968).

Henry, D.C., *Proc.Roy. Soc.*, **A133**, 106, (1931).

Hermans, J.J., Fujita, H., *Koninkl. Ned. Akad. Wetenschap. Proc. B*, **58**, 182, (1955).

Herpin, A., “*Theorie du Magnétisme*”, Institute National des Sciences et Techniques Nucléaires, Saclai, (1968).

Hiemenz, P.C., Rajagopalan, R. “*Principles of Colloid and Surface Chemistry*”, Marcel Dekker Inc., New York (1997).

Hill, R.J., Saville, D.A., Russel, W.B., *J. Colloid Interface Sci.*, **258**, 56, (2003).

Hill, R.J., *Phys. Rev. E*, **70**, 051046, (2004).

Hill, R.J., Saville, D.A., *Colloids and Surfaces. A.* **267**, 31 (2005).

Holton, W.C., *Photonics Spectra*, **27**, 30, (1993).

Hogg, R., Healy, T.W., Fuerstenenau, D.W., *J. Chem. Soc. Faraday Trans.*, **62**, 1638, (1966).

Hunter, R.J., “*Zeta potential in Colloid Science*”, Vol.1, Clarendon Press, Oxford, (1981).

Hunter, R.J., “*Foundations of Colloid Science*”, Vol. I, Oxford University Press, Oxford, (1987).

Hunter, R.J., “*Introduction to modern colloid science*”, Oxford University Press, Oxford, (1997).

Hunter, R.J., “*Foundations of Colloid Science*”, 2nd Ed., Oxford University Press, Oxford, (2001).

Israelachvily, J., “*Intermolecular and Surface Forces*”, 2^o Ed., Academic Press, London, (1991).

Iwasaki, I., Cooke, S.R.B., Kim, Y.S., *Trans AIME.*, **223**, 113, (1962).

Janczuk, B., Chibowski, E., Bialopiotrowicz, T., González-Caballero, F., *Colloid and Surfaces*, **35**, 41, (1989).

Jiles, D., “*Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*”, Chapman & Hall, Londres, (1991).

Johnson, S.B., Franks, G.V., Scales, P.J., Scales, D.V., Healy, T.W., *Int. J. Miner. Process.*, **58**, 267, (2000).

Jolly, M.R., Carlson, J.D., Muñoz, B.C., *Smart Mater. Struct.*, **5**, 607-614, (1996)

Keesom, W.H., *Physik*, **22**, 129, 643, (1921).

Kamath, G.K., Werely, N.M., Jolly, M.R., *SPIE. Symp. On Smart Structures and Materials*, SPIE Proc. Ser. Ed. Regelbrugge. Vol. 3392, (1998).

Khan, S.A., Zoeller, N.J., *J. Rheol.*, **37**, 1225 (1993).

Kim, D.K., Zhang, Y., Voit, W., Rao, K., Muhammed, M., *J. Magn. Mater.*, **225**, 30, (2001).

Kittel, C., *Introducción a la Física del Estado Sólido*, Ed. Reverté, Barcelona, (1993).

Klokkenburg, M., Dullens, R., Kegel, W.K., Ern , B.H., Philipse, A.P., *Phys. Rev. Lett.*, **96**, 037203 (2006).

Kordonsky, V.I., Shulman, Z.P., Gorodkin, S.R., Demchik, S.A., Prokhorov, V., Zaltsgendler, E.A., Khusid, B.M., *J. Magn. Magn. Mater.*, **85**, 114 (1990).

Kormann, C., Laun, H.M., Richter, H.J., *Proc. Of the 5th Int. Conf. on ERF, MRS, and Associated Technology*, (Ed. Bullough, W.A.), World Scientific, Sheffield, (1995).

Lacis, S., Zavickis, E., Bossis, G., *Int. J. Modern Phys. B*, **16** (17-18): 2307, (2002).

Lemaire, E., Bossis, G., Volkova, O., *Int. J. Mod. Phys. B.*, **10**, 3173, (1996).

Levine, S., Levine, K., Sharp, K.A., Books, D.E., *Biophys. J.*, **42**, 127-135, (1983).

Liu, Y., Davidson, R.I., Taylor, P.M., Ngu, J.D., Z rraga, J.M.C., *Displays*, **26**, 29-35, (2005).

L pez-Garc a, J.J., Grosse, C., Horno, J., *J. Colloid Interface Sci.*, **265**, 327-340, (2003)

L pez-L pez, M.T., de Vicente, J., Bossis, G., Gonz lez-Caballero, F., Dur n, J.D.G., *J. Mater. Re.*, **20**, 874-881 (2005).

Lyklema, J., “*Fundamentals of Interface and Colloid Science (Vol. II): Solid-Liquid Interfaces*”, Academia Press, London, (1995).

Lyklema, J., “*Structure of the Solid/Liquid Interface and the Electrical Double Layer*”. Solid/Liquid Dispersions. Ed. Tadros T.F., Academic Press, London, (1995b).

Macosko, C., “*Rheology. Principles, measurements and applications*” VCH Publishers, Inc., New York, (1994).

- Makino, K., (2002) *Electrophoresis of Polymer-coated Particles*. (Chap. 25 in “Interface electrokinetics and electrophoresis” (Eds. Delgado, A.V., Marcel-Dekker, Nueva York)
- Margida, A.J., Weiss, K.D., Carlson, J.D., *Proc. Of the 5th Int. Conf. on ERF, MRS, and Associated Technology*, (Ed. Bullough, W.A.), World Scientific, Sheffield, (1996).
- Martin, J.E., Anderson, R.A., *J. Chem, Phys.*, **104**, 4814, (1996).
- Martin, J.E., *Phys. Rev. E*, **63**, 0114061-9, (2001).
- Massart, R., *IEEE Trans Magnetics*. **17**, 1247-1248 (1981)
- Matijević, E., *Annu. Rev. Mater. Sci.* **15**, 483, (1985).
- Neelakantan, V.A., Washington, G.N., *J. Int, Mat System and Structures*, **16**, 703-711, (2005).
- Neumann, A., Good, R.J., *J Colloid Interface Sci.*, **38**, 341, (1972).
- Neumann, A., Omenyi, S.N., van Oss, C.J., *J. Colloid Polymer Sci.*, **257**, 413, (1979).
- Newman, A.W., “Micromeritics” En: “*Physical Characterization of Pharmaceutical Solids*”, Ed: Brittain H.G., Marcel Dekker Inc., New York, 253-280, (1995).
- Noveon, *Pharmaceutical Polymers*, Bulletin 3, (2003)
- O’Brien, R.W., White, L.R., *J. Chem.Soc.Faraday.Trans.2.*, **74**, 1607, (1978).
- Océ (2006), <http://www.oce.com>
- Ochs, M., Čosović, B., Stumm, W., *Geochim. Cosmochim. Acta*, **58**, 639, (1994).
- Odenbach, S., *Colloid and Surfaces A*, **217**, 171, (2003).

Odiel, A.L., Lewis, J.A., "Effect of Nonadsorbed Polymer on the stability of weakly Flocculated Suspensions", *Langmuir*, **12**, 3413-3424, (1996).

Ohshima, H., *J. Colloid Interface Sci.* **130**, 281, (1989).

Ohshima, H., Makino, K., Kato, T., Fujimoto, K., Kondo, T., Kawaguchi, H., *J. Colloid Interface Sci.* **159**, 512-514, (1993).

Ohshima, H., *Colloids Surfaces A: Physicochem Eng Aspects* **103**, 249-255, (1995).

Ohshima, H., in Ohshima, Furosawa K (Ed) *Electrical Phenomena at Interfaces*, Marcel Dekker, New York, Cap.2. (1998).

Ohshima, H., in Delgado AV (Ed) *Interfacial Electrokinetics and Electrophoresis*, Marcel Dekker, New York, p 123, (2002).

Ozaki, M., Suzuki, H., Takahashi, K., Matijević, E., (1986), *J. Colloid Interface Sci.*, **113**, 76.

Papell, S., Patente EE.UU. **3.215.572**, (1965).

Park, J.H., Chin, B.D., Park, O.O., *J. Colloid Interface Sci.* **240**, 349, (2001).

Parthasarathy, M., Klingenberg, D.J., *Rheological Acta*, **34**, 417 (1995).

Peterson, E.A., Krueger, D.A., *J. Colloid Interface Sci.*, **62**, 1, 15, (1977).

Plaza, R.C., Arias, J.L., Espin, M., Jimenez, M.L., Delgado, A.V., *J. Colloid Interface Sci.* **245**, 86-90, (2002).

Phulé, P.P., Jatkar, A.D., Ginder, J.M., *Proc. MRS: Materials for Smart Systems*, **459**, (Eds. George, E.P. Gothardt, R., Otsuka, K., Trolier-McKinstry, S., Wun Fogle, M.), Materials Research Society, Pittsburgh, P.99, (1997).

Phulé, P.P., Ginder, J.M., *MRS Bulletin*, **23**, 19, (1998).

- Pugh, R.J., En: R. J. Pugh, L. Bergström (Eds.), *Surface Chemistry in Advanced Ceramics Processing*; Marcel Dekker, New York, p.127, (1994).
- Quemada, D., Berli, C., *Adv. Colloid and Int. Sci.* **98**, 51, 85, (2002).
- Rabinow, J., *AIEE Trans.* 67, 1308 (1948).
- Raghavan, S.R., Khan, S.A., *J. Rheol.*, **39**, 1311, (1995).
- Raghavan, S.R., Hou, J., Baker, G.L., Khan, S.A., *Langmuir*, **16**, 1066, (2000).
- Raghavan, S.R., Walls, H.J., Khan, S.A., *Langmuir*, **16**, 7920, (2000b).
- Ramos-Tejada, M.M., de Vicente, J., Ontiveros, A., Durán, J.D.G., *J. Rheol.*, **45**, 1159, (2001).
- Ramos-Tejada, M.M., Ontiveros, A., Viota, J.L., Durán, J.D.G., *J. Colloid Interface Sci.* **268**, 85, (2003).
- Rankin, P.J., Horvath, A.T., Klingenberg, D.J., *Rheol. Acta* **38**, 471, (1999).
- Regazzoni, A.E., Blesa, M.A., Maroto, A.J., *J. Colloid Interface Sci.*, **91** (2), 560-570, (1983).
- Regazzoni, A.E., Matijević, E., *Corrosion Houston*, **38**, 212, (1982).
- Reitz, J.R., Milford, F.J., Christy, R.W., “*Fundamentos de la Teoría Electromagnética*”, Addison-Wesley Iberoamericana, Wilmington, (1996).
- Riordan, M., Hoddeson, L., *Sci. Am.*, **8**, 10, (1997).
- Rosen, L.A., Baygents, J.C., Saville, D.A., *J. Chem. Phys.* **98** (5), 4183, (1993).
- Rosensweig, R.E., *Ferrohydrodynamics*, Cambridge University Press: Cambridge, U.K., (1985).
- Rosensweig, R.E., *Sci. Am.*, **247**, 136, (1982).

- Russel, W.B., Saville, D.A., Schowalter, W.R., “*Colloidal Dispersions*”, Cambridge University Press, Cambridge, (1989).
- Saville, D.A., *J. Colloid Interface Sci.*, **222**, 137, (2000)
- Saville, D.A., Russel, W.B., *J. Colloid Interface Sci.*, **258**, 56-74, (2003).
- Schenkel, J.H., Kitchener, J.A., *Trans. Faraday Soc.*, **56**, 161, (1960).
- Senqun, M.Z., Probstein, R.F., *Rheol. Acta* **28**, 382, (1989).
- Shapiro, A.P., Probstein, R.F., *Phys. Rev. Lett.* **68**, 1422, (1992).
- Sharp, K.A., Brooks, D.E., *Biophys. J.*, **47**, 563-566 (1985).
- Shimada, K., Akagami, Y., Kamiyama, S., Fujita, T., Miyazaki, T., Shibayama, A., *J. Intelligent Mater. Systems and Structures*, **13**, 405, (2002).
- Shtarkman, E.M., U.S. Patent 4.992.190 (1991).
- Shulman, Z.P., Gorodkin, R.G., Korobko, E.V., Gleb, V.K., J. Non-Newtonian Fluid, **8**, 29, (1981).
- Skavarla, J., Kmet, S., *Int J. Min Processing*, **32**, 111, (1991).
- Sugimoto, T., Matijević, E., *J. Colloid Interface Sci.*, **74** (1), 227-243 (1980).
- Svoboda, J., Zofka, J., *J. Colloid Interface Sci.*, **94**, 1, 37, (1983).
- Tadros, TH. F., “*Solid/Liquid Dispersions*”, Academic Press, (1987).
- Tewari, P.H., Lee, W., *J. Colloid Interface Sci.*, **52**, 77, (1975).
- Tjipangandjara, K.F., Somasundaran, P., *Colloids Surf. A.*, **55**, 245-255, (1991).
- van Ewijk, G.A., Philipse, A.P., *Langmuir*, **17**, 7204-7209, (2001).

van Olphen, H.J., “*An Introduction to Clay Colloidal Chemistry*”, 2nd Ed., Wiley, New York, (1977).

van Oss, C.J., Good, R.J., Chaudhury, M.K., *J. Colloid Interface Sci.*, **111**, 378, (1986).

van Oss, C.J., Chaudhury, M.K., Good, R.J., *Adv. Colloid Int. Sci.*, **28**, 35, (1987).

van Oss, C.J., Chaudhury, M.K., Good, R.J., *Chem Rev.*, **88**, 927, (1988).

van Oss, C.J., Good, R.J., *J. Macromolec. Sci. Chem.*, **A26**, 1183, (1989).

van Oss, C.J., Chaudhury, M.K., Good, R.J., *Separ. Sci. Tech.* **24**, 15, (1989).

van Oss, C.J., *Clays & Clay Min.*, **38**, 151, (1990).

van Oss, C.J., “*Interfacial Forces in Aqueous Media*”, Marcel Dekker Inc., New York, (1994).

Viota, J.L., de Vicente, J., Durán, J.D.G., Delgado, A.V., *J. Colloid Interface Sci.*, **284** (2), 527, (2005).

Visser, J., *J. Advan. Colloid Interface Sci.*, **3**, 331, (1972).

Visser, J., in Matijević, E., (Ed) *Surface and Colloid Science*, Wiley, New York, 8, p 21 (1976).

Volkova, O., Bossis, G., Guyot, M., Bashtovoi, V., Reks, A., *J. Rheol.*, **44**, 91 (2000).

Wang, Z.W., Holm C., *Phys.Rev. E*, **68** (4), 041401, (2003).

Weiss, K.D., “*High Strength Magneto- and Electro rheological fluids*”.425-430, (1993).

White, L.R., *J. Colloid Interface Sci.*, **95**, 286, (1983).

Winslow, W.M., *J. Appl. Phys*, **20**, 1137-40, (1949).

Wolfe, R., North, J.C., *Appl. Phys. Lett.*, **25**, 122, (1974).

Wu, C.W., Conrad, H., *J. Appl. Phys.*, **83**, 3880, (1998).

Xerox (2006), <http://www.xerox.com>

Zhou, Z., Scales, P.J., Boger, D.V., *Chem. Engineering Sci.*, **56**, 2901, (2001).

ANEXOS

P200502282-ES2284347. *J.D.G.Durán, G.R.Iglesias, A.V.Delgado, F.González-Caballero* "Method and device for the determination of the sedimentation velocity and concentration profile of particles in magnetic and magnetorheological fluids", (spain, 13/09/2005).

"Método y aparato para la determinación de la velocidad de sedimentación y el perfil de concentración de partículas en fluidos magnéticos y magnetorreológicos"

DESCRIPCIÓN

Método, equipo y dispositivo electrónico para la determinación experimental en laboratorio y de campo, de características de sedimentación, perfil de sedimentación, velocidad de sedimentación, estado de floculación, estado de compactación, redispersabilidad, y perfil de concentración de partículas en suspensiones de partículas ferromagnética, ferrimagnéticas o metálicas, donde los métodos ópticos son incapaces de medir estos parámetros, debido a la opacidad de las muestras.

La invención está basada en la determinación del valor "intrínseco" de la inductancia L de una bobina, mediante medidas de frecuencias de oscilación y de voltajes, que no involucran corrientes parásitas o de Foucault, pues la determinación sólo depende de la permeabilidad del material interno en la bobina sensora dispuesta a tal fin.

ESTADO DE LA TÉCNICA

Se conoce como fluidos magnéticos aquellos sistemas formados por partículas de carácter ferromagnético o ferrimagnético en un fluido portador. Cuando el tamaño de

partícula es suficiente, a estos fluidos se les llama *magnetorreológicos* y presentan la importante propiedad de variar sus propiedades de flujo (reológicas) de manera rápida y significativa al ser sometidos a un campo magnético moderado. Es decir, se puede hacer que el sistema cambie desde un fluido normal (newtoniano) de baja viscosidad hasta un fluido con elevado esfuerzo umbral (pseudoplástico o plástico) con una elevada viscosidad efectiva controlado por el campo magnético aplicado.

Esta propiedad confiere a los fluidos magnetorreológicos la posibilidad de controlar sus propiedades mecánicas y por tanto emplearlos en multitud de aplicaciones técnicas en las que se desea que un fluido (frecuentemente un aceite) varíe sus viscosidad o presente esfuerzo umbral de fluencia a nuestra voluntad. Ejemplos de tales aplicaciones son: amortiguación de vibraciones periódicas y no periódicas, frenado, embragues, protección antisísmica de estructuras, protección del operador o conductor de maquinaria productora de vibraciones, etc. En estos campos de la ingeniería civil y mecánica, así como en la medicina ortopédica, empiezan a aparecer las primeras aplicaciones de estos fluidos con propiedades muy especiales.

El diseño de un fluido magnetorreológico requiere la selección previa de: aceite base, naturaleza del material en suspensión, aditivos necesarios, con el objetivo último de conseguir que el fluido presente respuesta suficiente al campo magnético y, muy importante, que presente estabilidad frente a la agregación y sedimentación de las partículas.

Este último aspecto es clave: ha de tenerse en cuenta que las propiedades magnetorreológicas dependen de la concentración de partículas en el medio,

y que una respuesta adecuada a las aplicaciones tecnológicas mencionadas supone elevadas concentraciones de partículas (entre el 20 y el 30 % en volumen), que favorecen las interacciones entre ellas y por tanto la formación de agregados voluminosos que sedimentan con facilidad, inutilizando el fluido. Ello se agrava por la elevada densidad de las partículas utilizadas (típicamente por encima de 5000 kg/m^3) con estos objetivos.

Por ello, en el proceso de diseño de los fluidos magnetorreológicos y en fluidos que contienen partículas metálicas, se suelen incorporar surfactantes, dispersantes y diversos aditivos para mejorar dicha estabilidad. Aun así, el problema de la sedimentación no puede resolverse completamente.

Debido a este hecho, es necesario diseñar fluidos magnetorreológico muy estables con el tiempo y que no pierdan sus propiedades reológicas. Es deseable que los fluidos magnetorreológicos se comporten como un fluido normal en ausencia de campo y aumenten su viscosidad a medida que se aumente el campo magnético aplicado.

Para poder caracterizar y medir la sedimentación, el perfil de concentración de partículas, su velocidad de sedimentación y el estado de floculación del fluido es de vital importancia, tanto en la fase de diseño como en la de aplicación de campo, donde trabaja continuamente este fluido, tener una clara idea cuantificada de cómo se manifiesta el fenómeno gravitatorio con el fin de evitar o minimizar la caída de las partículas y por consiguiente la separación de fases entre el líquido base más sus aditivos y el conjunto de partículas metálicas, con objeto de impedir cambios en su respuesta reológica.

Esto es especialmente importante en el caso de fluidos magnetorreológicos aplicados a equipos de amortiguación, en los que la inactividad por tiempo prolongado les hace especialmente susceptibles a la sedimentación.

Se conoce un método para determinar el contenido de partículas metálicas en una grasa, sin uso de tests de naturaleza química o de observación microscópica, que se menciona en la patente WO0050883. En esta se discute un método y dispositivo para determinar el contenido de partículas metálicas en una grasa lubricante, usando el efecto denominado corriente parásitas o de Foucault o "eddy currents".

En este método, una muestra muy fina de grasa lubricante se deposita sobre una superficie y sobre la misma se hace incidir un campo magnético alterno. Mediante el fenómeno mencionado de corrientes parásitas, se recoge en otra bobina sensora la corriente inducida por la bobina generadora. La corriente inducida en la bobina sensora está relacionada con la concentración de partículas metálicas en la muestra, aunque no se demuestra, cuál es la relación entre la concentración de partículas y la corriente inducida, ya que sólo se trata de un método de comparación relativo.

En otra patente posterior, WO03104845, se utiliza el mismo método de medición de corrientes, para medir la sedimentación, pero aplicado directamente a la medición de fluidos magnetorreológicos en equipos que usan estos fluidos.

Sin embargo, el método de medida basado en corrientes circulares o parásitas tiene varias desventajas según el autor. La muestra insertada en la superficie del equipo medidor sedimenta

rápida y sólo es posible medir durante un tiempo limitado o muy corto, siendo necesario limpiar la superficie donde se coloca la muestra después de cada medida. Además, se debe tener cuidado de colocar la misma cantidad de ella para cada medida, lo cual reduce la reproducibilidad. Ello hace que este método sea tedioso para su aplicación sistemática, ya que requiere un trabajo manual importante en la recolección de muestras y limpieza de la superficie de medida, siendo imposible la automatización de las medidas.

OBJETO DE LA INVENCION

El método, equipo y dispositivo electrónico que se describen a continuación consiguen la determinación experimental en laboratorio y de campo, de características de sedimentación, perfil de sedimentación, velocidad de sedimentación, estado de compactación, redispersabilidad y perfil de concentración de partículas en suspensiones de partículas metálicas, donde los métodos ópticos son incapaces de medir estos parámetros, debido a la opacidad de las muestras. Se basa en la dependencia entre la inductancia de una bobina cilíndrica y la permeabilidad magnética del material que contiene.

Permite evaluar de manera reproducible y sencilla variaciones en la concentración de partículas existentes en puntos dados de la suspensión o a lo largo de todo su volumen. Con ello, se puede conocer en cualquier momento la velocidad a la que las partículas están sedimentando y, por tanto, la facilidad de agregación que presentan. El diseñador o usuario del fluido puede entonces decidir sobre una base bien fundamentada si el sistema que se ha diseñado es adecuado para el objetivo

que se pretende o, por el contrario, si requiere cambios significativos en su composición

La invención a que se hace referencia no requiere de ninguna calibración previa, se puede aplicar a cualquier suspensión (sin límite de concentración de partículas), y sólo requiere que los sólidos dispersos presenten permeabilidad magnética significativamente diferente de la del medio de suspensión. Además, está basada en principios físicos bien establecidos, por lo que el usuario no necesita especial formación para su uso y para el análisis de los resultados que arroje.

El método de este invento es aplicable a la determinación del perfil de concentración dinámico y estático de una suspensión que contenga partículas tanto ferromagnéticas como ferrimagnéticas, así como partículas metálicas que, aunque no magnéticas, posean permeabilidad magnética medible.

Este método permite determinar, por comparación con una suspensión de concentración conocida, la concentración de partículas ferromagnéticas, ferrimagnéticas o metálicas en otras suspensiones.

El método permite obtener una medida cuantitativa de la facilidad o velocidad de redispersión por comparación entre diferentes fluidos que contengan las partículas citadas. Para ello, se deja sedimentar la suspensión un tiempo previo definido. En ese momento, y mientras el equipo sigue tomando datos, se agita la suspensión con un vástago terminado en forma de hélice desde el fondo de la misma. Se mide el tiempo necesario para que la suspensión esté completamente redispersada. Este valor final dará idea

la velocidad de redispersión o facilidad con que la suspensión recupera su estado inicial después de haber sedimentado, y por ende su facilidad para lograr ser homogeneizada o mezclados sus componentes.

Al tratarse de un método en tiempo real, y basado en determinaciones directas de frecuencia o voltaje, permite con facilidad transmitir los datos obtenidos a una computadora, o a cualquier tipo de soporte magnético.

El método y equipo de esta invención pueden constituirse en un equipo portátil de pequeñas dimensiones, y programable.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

El método y dispositivo se basa en la medida, en función del tiempo y de la posición de interés, del valor puntual de la inductancia de una o más bobinas sensoras y la variación de ésta debido al aumento o disminución de la permeabilidad en el interior de las bobinas. Este hecho se produce por el movimiento de partículas metálicas de la suspensión en el núcleo de la misma.

Se describe a continuación los métodos y dispositivos utilizados para la determinación del valor de la inductancia en las bobinas sensoras.

El primer método consiste en determinar el valor de la inductancia a partir de la frecuencia de resonancia de un circuito LC compuesto por la bobina exploradora y un condensador, elegido en función de la muestra a medir y de la frecuencia de exploración elegida.

En este método se hace oscilar libremente el circuito paralelo LC, y la señal de salida de este circuito oscilador es llevada a un medidor de frecuencias.

Puesto que la capacidad, C , del condensador en paralelo es constante, los cambios de frecuencia observados en su caso han de deberse a cambios de la inductancia, L , y, por tanto, a cambios en la permeabilidad magnética, μ_r , de la suspensión que es rodeada por la bobina sensora. Dicha permeabilidad crecerá mientras mayor sea la concentración de partículas magnéticas en el punto de medida, de modo que la frecuencia de oscilación disminuirá al aumentar la concentración y viceversa.

La expresión que determina la frecuencia f de resonancia de un circuito paralelo formado por un condensador de capacidad C y una bobina de inductancia L es:

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \quad (\text{III.1})$$

Por su parte, de acuerdo con la ley de Faraday, la inductancia de la bobina viene determinada por la permeabilidad relativa μ_m del medio que hay en su interior, así como por sus propiedades geométricas, según la expresión:

$$L = \mu_0 \mu_m \frac{N^2 A}{l} \quad (\text{III.2})$$

Donde la inductancia L depende de la permeabilidad del medio en su interior μ_m , siendo μ_0 la permeabilidad magnética del vacío, N el número de espiras de la bobina, A su sección y l su longitud.

Para poder determinar cuantitativamente la relación entre la frecuencia y la concentración de partículas magnéticas, se usa la expresión de Maxwell-Garnett, que relaciona la susceptibilidad relativa de la suspensión, μ_r , con la de las partículas, μ_{rp} y la del medio. Si, como ocurre en el

caso de las partículas magnetizables, $\mu_{rp} \gg \mu_{rm}$ la expresión será:

$$\mu_r = \mu_{rm} \frac{1 + 2\phi}{1 - \phi} \quad (\text{III.3})$$

siendo ϕ la concentración de partículas, expresada como fracción de volumen de sólidos respecto del volumen total.

Teniendo en cuenta las expresiones de la inductancia L y de la frecuencia de resonancia, f , se puede definir una frecuencia normalizada f_r para cualquier instante t como cociente de la frecuencia inicial y la frecuencia en ese instante. Esta frecuencia nos informará de la fracción de volumen de sólidos existente en la posición de la bobina sensora:

$$f_r(t) = \frac{f(t=0)}{f(t)} \propto \sqrt{\frac{1+2\phi(t)}{1-\phi(t)}} \quad (\text{III.4})$$

El hecho de que esta invención esté diseñada para obtener datos de frecuencia en función del tiempo la hace óptima para obtener las características dinámicas de la sedimentación y estabilidad de las suspensiones de partículas metálicas, dado que en el punto en el que se sitúa la bobina sensora será posible evaluar los cambios en el grado de compactación y de floculación de la muestra.

Así mismo, el otro método utilizado para medir el valor de la inductancia de la bobina sensora, consiste en excitar la bobina sensora con un generador de corriente y un circuito oscilador que realiza la tarea de interrumpir periódicamente la corriente que alimenta la bobina. De esta manera se mide en los bornes de la bobina el voltaje de autoinducción generada por la misma.

Este valor de voltaje de autoinducción es directamente

proporcional al valor de la bobina sensora. Por consiguiente la variación del voltaje de salida del equipo indicará la variación directa del valor de la inductancia, midiendo en forma dinámica la concentración de partículas en el punto de medida de la bobina sensora.

La expresión que determina este método para diferentes valores de bobinas que cambian debido al aumento o disminución en la permeabilidad del núcleo L_0, L_1, \dots, L_n es:

$$v_0 = L_0, v_1 = L_1, \dots, v_n = L_n \quad (\text{III.5})$$

Relacionando esto con la expresión de Maxwell-Garnett (III.3), el voltaje de medida nos informará de la fracción de volumen de sólidos existente en la posición de la bobina sensora de la siguiente manera:

$$v_r(t) = \frac{v(t=0)}{v(t)} \propto \frac{1 - \phi(t)}{1 + 2\phi(t)} \quad (\text{III.6})$$

En la **Figura 1** se representa las expresiones (III.4) y (III.6) para ambos métodos, donde se observa las diferencias entre ambos. En el método por frecuencia, la función es ligeramente más susceptible a cambios en la concentración de partículas que el método de voltajes. Además se observa muy buena linealidad en ambos casos, con respecto a la concentración de partículas (**Figura 2**).

Así mismo, en el método por frecuencia, la sintonía o frecuencia de oscilación del circuito paralelo es ajustada mediante el condensador C , para diferentes cantidades de vueltas de la bobina sensora, determinando el valor de la frecuencia de salida del sistema y posibilitando variar la sensibilidad de la medida, según puede observarse en la **Figura 3**.

Para el caso en que se utilicen diversas bobinas sensoras, el equipo incluye un microcontrolador programable y/o una entrada para el control por ordenador (**Figura 4**) que

conecta cada vez, una bobina al circuito oscilante y desconecta las demás para asegurar la ausencia de inducción mutua entre las diferentes bobinas que perturbaría las medidas. Así mismo, a través de este circuito se envían las ordenes de inicio y fin de lectura al equipo de medida.

Para disponer de un perfil completo de concentración y distribución de partículas, tanto en forma estática como dinámica, hemos utilizado una sola bobina sensora en modo de escáner o de barrido, en la que la bobina sensora recorre la muestra. en forma vertical, una determinada cantidad de ciclos y de tiempo, midiendo el valor de la inductancia a cada paso de la misma y en cada instante deseado.

El sistema mecánico es controlado por un microcontrolador o un ordenador que envía las órdenes relativas a la posición sobre la muestra para la captura en cada instante de la señal de la bobina sensora. La señal capturada es enviada hacia los circuitos de medida para su análisis posterior.

La medición periódica del valor de la inductancia junto con el valor de la distancia recorrida y el tiempo de cada captura, nos informa de el perfil completo de la muestra, como así también de la concentración de partículas en forma dinámica, estado de floculación y la velocidad de sedimentación. (Ver Figura 5)

Asociando los datos obtenidos para cada intervalo de lectura y mediante la programación de un software específico, se obtiene una simulación gráfica para una determinada cantidad de partículas ingresadas a voluntad al inicio del mismo. El software relaciona el valor de la inductancia con el valor n de partículas ingresadas.

Si la muestra esta homogéneamente mezclada, el valor de la inductancia, será el mismo en todos los puntos de la muestra y la cantidad n de partículas ingresadas, estarán distribuidas homogéneamente en el bote de la muestra simulada.

A medida que transcurre el tiempo y actúe el fenómeno de la gravedad, las partículas sedimentarán, provocando un cambio en el valor de la inductancia (por cambio en la permeabilidad del núcleo) en cada punto de la muestra recorrida por la bobina sensora y por consiguiente el software podrá graficar el cambio de distribución de las partículas en cada instante de tiempo, hasta terminar el experimento (Figura 6)

Esta invención permite evaluar la facilidad o velocidad de redispersión o reestabilización de una suspensión de partículas ferromagnéticas, ferrimagnéticas o metálicas tras el fenómeno de sedimentación. Para ello, se determina la frecuencia a medida que la muestra se trata en un baño ultrasónico o se bate con un agitador rotatorio. Se determina el tiempo necesario para recuperar la frecuencia inicial y este es un parámetro de redispersabilidad que es original en esta invención.

La invención permite realizar las determinaciones mencionadas de estabilidad, sedimentación, compactación y redispersabilidad de suspensiones de partículas magnéticas o metálicas de varios modos, que puede seleccionar el usuario, y que incluyen:

- a. Medida mediante una sola bobina sensora fija en un punto de la suspensión.
- b. Determinaciones simultáneas en varios puntos usando diferentes bobinas sensoras.

- c. Barrido con una bobina móvil a lo largo del recipiente de la suspensión, que permite la determinación continua de fracción de volumen en función del tiempo y de la altura en la suspensión.

La **Figura 6** muestra un esquema típico de montaje, correspondiente al caso de varias bobinas sensoras, colocadas en distintas posiciones de la célula de medida. Ésta consiste en un tubo cilíndrico que soporta la muestra que es de plástico o vidrio, normalmente, o cualquier material no magnético.

El volumen de muestra necesario podrá ser pequeño, del orden de cm^3 . Este valor no es crítico en el diseño: el tubo con la muestra, sólo ha de llenarse lo suficiente como para que el nivel máximo, supere la posición de la bobina más alta. Los datos de frecuencia o voltaje se recogen en un frecuencímetro o un voltímetro comercial que, a través de su puerto de comunicaciones, los envía a un ordenador para su posterior análisis o distribución.

La invención permite realizar determinaciones simultáneas en varias muestras, cuyo número dependerá de los canales de adquisición de datos del sistema utilizado y del número de bobinas sensoras que se usen con cada una de las muestras.

En la **Figura 9** se muestra, a título de ejemplo, la evolución de la frecuencia con el tiempo para tres fluidos magnetorreológicos basados en hierro con diferentes aditivos y una bobina sensora superior, situada a 10mm de la superficie. Obsérvese que la invención permite distinguir con perfecta claridad las muy diferentes características de sedimentación de los tres fluidos, indicando las diferencias de

estado de floculación de los distintos casos.

MODOS DE REALIZACIÓN

Supuesto 1. Determinación puntual de la sedimentación, perfil de sedimentación, velocidad de sedimentación o estado de floculación.

Se usa en este caso una sola bobina sensora, como indica la **Figura 7**. Se determina en primer lugar la frecuencia en vacío, es decir, sin muestra, se procede a continuación a colocar la muestra de suspensión en su soporte y se inicia la secuencia de captura. La frecuencia de oscilación correspondiente a la bobina exploradora iniciará su variación con el tiempo, y lo hará aumentado o disminuyendo dependiendo de la situación de la bobina exploradora: si ésta se encuentra cerca del fondo del recipiente, la frecuencia de oscilación disminuirá con el tiempo y la función f_t aumentará, dado que las partículas sedimentadas, acabarán llegando a la parte inferior del tubo, donde se incrementará la fracción de volumen de sólidos y por tanto la permeabilidad magnética. Si, por el contrario, la bobina exploradora se coloca en la parte superior del recipiente que contiene la suspensión de muestra, la fracción de volumen decrecerá con el tiempo con lo que la frecuencia de oscilación aumentará y la función f_t disminuirá. En la **Figura 9** puede verse el resultado para tres fluidos diferentes y con una bobina sensora situada a 10mm de la superficie de cada muestra.

Supuesto 2. Necesidad de medir en diferentes puntos de la muestra la velocidad de sedimentación, estado de floculación, estado de compactación, o perfil de concentración de partículas.

Se ilustra en la **Figura 8** el caso de tres bobinas. Las tres son de idénticas características y están conectadas al microcontrolador u ordenador que seleccionará cada una en forma secuencial y enviará al frecuencímetro y al ordenador la señal de que la medida es correcta y que bobina es la sensora en ese instante. El ordenador capturará los datos provenientes de la lectura de la frecuencia y los representará y almacenará para su posterior análisis. Esta configuración hace posible la determinación precisa del perfil de sedimentación dinámico. La **Figura 10** ilustra cómo evoluciona la concentración de partículas para una muestra en los tres niveles de medida, e indica claramente cómo transcurre la sedimentación.

Supuesto 3. Necesidad de obtener un perfil de sedimentación, de estado de floculación, de estado de compactación, o de concentración relativa, a lo largo de toda la célula de medida, y no en uno o varios puntos discretos de la misma.

Se implementa con una sola bobina exploradora, sujeta en este caso (**Figura 11**) a un cabezal móvil que puede desplazarse verticalmente a largo del soporte de la muestra recorriendo el total del tubo. Mediante un ordenador o un microcontrolador se envía las ordenes de subir o bajar y de detener la bobina sensora y la de tomar una medida puntual de frecuencia. Es posible también, realizar el recorrido sin pausa a lo largo del tubo que contiene la muestra, enviando en este caso la información sobre el cambio de permeabilidad magnética en función de la distancia (**Figura 5**)

Supuesto 4. Determinación de la redispersabilidad de suspensiones de partículas ferromagnéticas, ferrimagnéticas o metálicas.

Para realizar este supuesto, basta con determinar, usando cualquiera de los métodos descritos en los **Supuestos 1, 2 y 3**, la variación temporal de la frecuencia de oscilación de la (o las) bobina(s) sensora(s) mientras se agita la muestra de modo reproducible, por ejemplo, usando una varilla de agitación (de vidrio o plástico, para evitar perturbaciones magnéticas) que gira a determinada velocidad en el interior de la muestra. La velocidad de variación de la frecuencia o el tiempo necesario para alcanzar la frecuencia inicial (determinada antes de la sedimentación) es el parámetro cuantitativo de redispersabilidad.

DESCRIPCIÓN DE LAS ILUSTRACIONES

Figura 1. Grafica de la relación entre las funciones (III.4) y (III.6) del método y la expresión de Maxwell-Garnett, de la fracción de volumen de sólidos existente en la posición de la bobina sensora. f_r indica la frecuencia normalizada en relación a la concentración, v_r indica el voltaje normalizado en función de la concentración y ϕ es la concentración en un instante determinado.

Figura 2. Aproximación lineal de las funciones (III.4) y (III.6) del método y la expresión de Maxwell-Garnett, de la fracción de volumen de sólidos existente en la posición de la bobina sensora. f_r indica la frecuencia normalizada en relación a la concentración, v_r indica el voltaje normalizado en función de la concentración y ϕ es la concentración en un instante determinado.

Figura 3. Gráfica de selección de sensibilidades y elección de la capacidad, C , y frecuencia de oscilación, f , del equipo, L indica el valor de la inductancia de la bobina sensora.

Figura 4. Esquema del circuito electrónico de control de la conexión de las diferentes bobinas al oscilador. Los osciladores están representado por **Osc1**, **Osc2** y **Osc3**, el medidor de frecuencias por **Frec**, **L1**, **L2** y **L3** representan las inductancias de las bobinas sensora y **C1**, **C2** y **C3** los condensadores del circuito paralelo. **IN** indica el dispositivo de selección de bobina sensora.

Figura 5. Evolución temporal y espacial del perfil de frecuencia, f_r a lo largo de la célula de medida en un experimento típico del modo de funcionamiento en barrido; **d** distancia recorrida en la muestra, **t** tiempo de ensayo.

Figura 6. Simulación por software para $n=33$ partículas (puntos) para una muestra determinada en diferentes instantes de tiempo, t_0 , t_1 , t_2 , ... y t_n .

Figura 7. Esquema del soporte de la muestra con una bobina sensora central, **Tb** indica el tubo de soporte de la muestra a ensayar, **w** base plana del soporte de muestras, **m** tubo de muestra a ensayar.

Figura 8 Esquema del soporte de la muestra con varias bobinas sensoras. **bs** bobina superior, **bc** bobina central, **bi** bobina inferior, **Tb** tubo de soporte de la muestra a ensayar, **w** base plana del soporte de muestras.

Figura 9. Evolución temporal de la frecuencia de oscilación normalizada, f_r , en tres fluidos magnetorreológicos denotados **1**, **2**, y **3** con una sola bobina sensora situada a 10mm de la superficie de cada muestra. **t** indica el tiempo del experimento.

Figura 10. Evolución temporal de la frecuencia de oscilación normalizada, f_r , en cada una de las tres bobinas sensoras de una misma muestra. **t** indica el tiempo. **bs** indica los valores obtenidos

por la bobina superior, **bc** los obtenidos por la bobina centra y **bi** los obtenidos por la bobina inferior.

Figura 11. Modelo de equipo de barrido con escáner que recorre la muestra verticalmente. **Bm** denota la bobina móvil, **cm** es el control del motor que permite cambiar la posición vertical de la bobina y **Frec** indica el medidor de frecuencias. **PC** indica el ordenador o microcontrolador que controla el movimiento y recoge los datos.

REIVINDICACIONES

1. Método para la determinación local de características de sedimentación en suspensiones de partículas ferromagnéticas, ferrimagnéticas o metálicas, aplicable especialmente a suspensiones altamente concentradas, que comprende los siguientes pasos:
 - a. Depósito de la suspensión en un recipiente provisto de una o más bobinas sensoras circundantes al depósito.
 - b. Medición sistemática del cambio de la inductancia en el tiempo de cada una de las bobinas.
 - c. Transferencia de los datos obtenidos a un ordenador para su posterior análisis.
2. Método, según la reivindicación 1, caracterizado por determinar el cambio del valor de la inductancia a partir de la variación en la permeabilidad magnética en el interior de la bobina exploradora.
3. Aparato para determinar las características de sedimentación en suspensiones de partículas ferromagnéticas, ferrimagnéticas o metálicas, que comprende:
 - a. Una célula de medida cilíndrica que contiene la muestra.

- b. Una o más bobinas sensoras circundando a la célula de medida cilíndrica.
 - c. Un sistema de determinación de la inductancia de la bobina en función del tiempo, basado en la determinación de la frecuencia de resonancia de un circuito, en el que el condensador en paralelo con la bobina tiene una capacidad variable por el operador
 - d. Un circuito electrónico que incluye un microcontrolador programable y/o una entrada para ordenador, que conecta cada vez una bobina al circuito oscilante y desconecta las demás.
 - e. Un circuito de salida de datos hacia un ordenador.
4. Aparato, según reivindicación anterior, caracterizado porque las bobinas sensoras son de alambre esmaltado, de diámetro comprendido entre 0.1 mm hasta los 2 mm., su cantidad de vueltas varía entre 1 y 200 y su longitud puede estar comprendida entre 1 mm y 30 mm.
5. Aparato para determinar las características de sedimentación, en suspensiones de partículas ferromagnéticas, ferrimagnéticas o metálicas, que comprende:
- a. Una célula de medida cilíndrica que contiene la muestra.
 - b. Una bobina sensora, sujeta a un cabezal móvil que puede desplazarse verticalmente a largo del soporte de la muestra recorriendo el total del tubo.
 - c. Un sistema de determinación de la inductancia de la bobina en función del tiempo, un microcontrolador o una entrada para ordenador, que controla el movimiento de la bobina sensora y toma una medida puntual del valor de la inductancia.
 - d. Un dispositivo de entrada y salida hacia un ordenador que permite recibir órdenes de subida o bajada y enviar las mediciones realizadas.
6. Aparato, según reivindicación anterior, caracterizado porque las bobinas sensoras son de alambre esmaltado, de diámetro comprendido entre 0.1 mm hasta los 2 mm. su cantidad de vueltas varía entre 1 y 200 y su longitud puede estar comprendida entre 1 mm y 30 mm.
7. Utilización del método según reivindicaciones 1 y 2 para determinar el perfil y la velocidad de sedimentación, el estado de floculación y de compactación, la redispersabilidad, y los perfiles de concentración de partículas en suspensiones de partículas ferromagnéticas, ferrimagnéticas o metálicas.
8. Utilización del aparato según reivindicación 3 y 4 para determinar el perfil y la velocidad de sedimentación, el estado de floculación y de compactación, la redispersabilidad, y los perfiles de concentración de partículas en suspensiones de partículas ferromagnéticas, ferrimagnéticas o metálicas.
9. Utilización del aparato según reivindicaciones 5 y 6 para determinar el perfil y la velocidad de sedimentación, el estado de floculación y de compactación, la redispersabilidad, y los perfiles de concentración de partículas en suspensiones de partículas ferromagnéticas, ferrimagnéticas o metálicas.

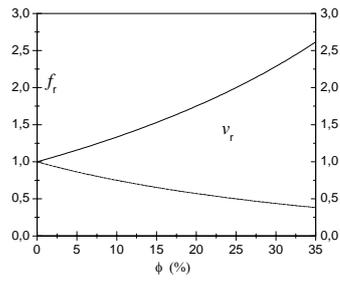


Figura 1

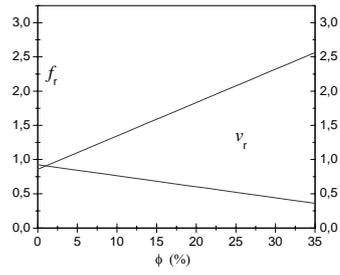


Figura 2

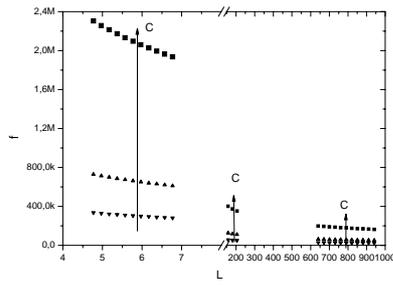


Figura 3

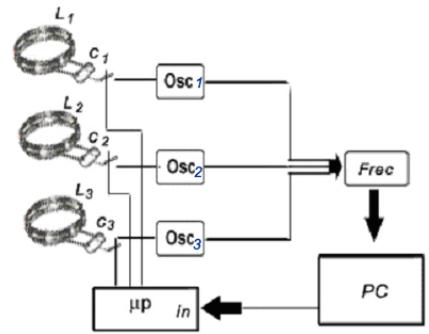


Figura 4

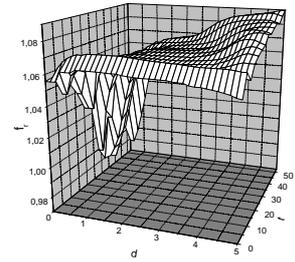


Figura 5

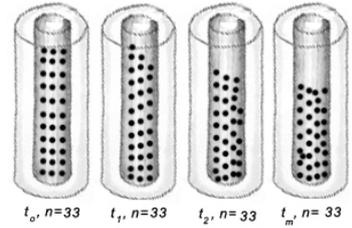


Figura 6

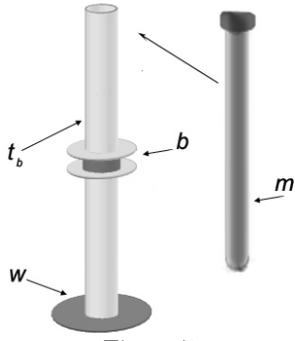


Figura 7

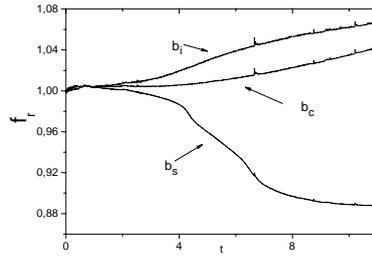


Figura 10

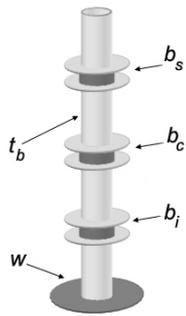


Figura 8

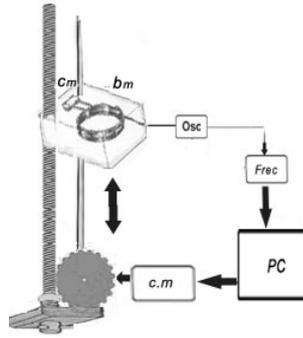


Figura 11

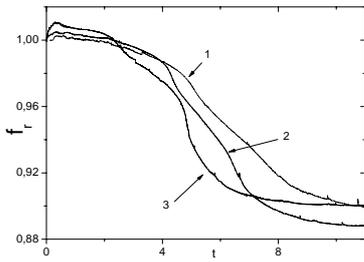


Figura 9

P200601189 (Spain) PCT/ES2007/000266 (European) J.D.G.Durán, G.R. Iglesias, A.V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli. "Footwear with damping". (Spain, 27/04/2006); (European, 27/04/2007).

WO/2007/125148 Durán/Iglesias and cols. "Footwear with shock-absorbing effect". (08/11/2007).

"Calzado con amortiguación"

DESCRIPCIÓN

Suela, plantilla o puntera para calzado amortiguado con fluidos magnéticos y magnetorreológicos.

Objeto de la invención

El objeto de la presente invención es proporcionar un sistema de amortiguación para el calzado basado en la utilización de fluidos magnéticos y magnetorreológicos y controlable por medio de imanes permanentes de distintos tamaños y que a través de sus campos magnéticos regulan la amortiguación al ejercer una presión por el pie.

Estado de la Técnica

Un problema con los zapatos y el calzado en general ha sido conseguir equilibrio entre soporte y amortiguamiento. En un día medios los pies y piernas se ven sometidos a impactos importantes. Al correr, saltar, caminar e incluso estar de pie realizan fuerzas sobre los pies y piernas que pueden causar dolor, cansancio y heridas.

El pie es un mecanismo complejo capaz de soportar y difundir muchas fuerzas de

impacto. La grasa natural protectora en el talón y la parte delantera así como la flexibilidad del arco ayudan a amortiguarlo.

Una zancada de atleta es en parte una carga de energía en los tejidos flexibles. Por ejemplo, al caminar o correr, el tendón de Aquiles y el arco se estiran y contraen guardando energía en tendones y ligamentos. Cuando la presión en estos elementos se libera, la energía guardada se libera reduciendo la carga para los músculos.

Aunque el pie tenga propiedades naturales de amortiguamiento y rebote, es incapaz por sí solo de superar muchas fuerzas en la actividad atlética. Cuando no se lleva calzado con amortiguamiento y apoyo, el dolor y cansancio son mayores. Por otro lado, si el calzado no está bien acolchado puede haber ampollas, daños en músculos, tendones y ligamentos y fracturas óseas.

Un calzado inadecuado también produce dolor de espalda. Un buen calzado deberá complementar la funcionalidad natural del pie, en parte incorporando una suela (externa, media, interna) que absorba impactos. También es de importancia el uso de un tacón o medio de amortiguación en el talón ya que éste suele ser la zona de mayor presión soportada

Ha habido intentos de aumentar la elasticidad y retorno de energía del pie con suelas que guardan la energía en la compresión y la devuelven en la expansión.

Otra forma de solucionar el problema de amortiguación consiste en usar dispositivos llenos de fluido presurizado. En la patente con número de solicitud EP1994907885 se describen algunas patentes que utilizan este mecanismo.

El problema común es que los amortiguamientos son inflados por un fluido a presión, concretamente un gas presurizado que entra en el amortiguamiento por una válvula exterior.

Un fluido presurizado tiene varias dificultades. Entre ellas, puede ser tedioso ajustar constantemente la presión o insertar fluido en el amortiguamiento, es difícil mantener una presión constante, los dispositivos de gas presurizado son caros y el gas tiende a salirse, por lo que debe añadirse gas adicional.

La patente alemana DE 820.869 y la estadounidense US 4.577.417 describen amortiguamientos con cavidades de talón y dedos con aire a presión ambiente.

Ambas muestran amortiguamiento con tubo recto que conecta cavidades. Solo se ofrece un tipo de flujo de aire entre cavidades y ninguna, una solución para actividades y pesos distintos.

La patente US 4.458.430 describe sistema de amortiguadores llenos parcial o completamente de fluido de diversas viscosidades. Esta invención presenta el problema de que los conductos de conexión son de diámetro uniforme. Este hecho supone una desventaja: sólo hay un grado de amortiguación no adaptable a distintas actividades atléticas y cuerpos.

Los intentos de controlar el ritmo de fluido por válvula han sido complejos y caros. La patente US 4.446.634 describe un calzado con cámaras, dos conductos y válvulas. Girando botones en válvulas se regula el ritmo de fluido entre cámaras. Esta patente presenta además como inconveniente un amortiguador caro y propenso a averías debido a las numerosas piezas y sus conexiones

complejas. La solicitud PCT/GB91/00740 - WO 91/16831 describe una válvula de dos elementos de plástico duro dispuestos encima y debajo de dispositivo de expansión. Al ser los elementos de distinto material que el amortiguador, se encarece la fabricación. Los elementos cierran el tubo de expansión durante el uso, lo que puede evitar que llegue al contenedor delantero la cantidad de fluido adecuada. El tubo de expansión, al ser sólo un tubo recto, ofrece las desventajas ya citadas.

En la patente US 2004177531 se describe un sistema inteligente para calzado, que actúa sobre el talón, que se ajusta automáticamente en función de la respuesta obtenida a través de un sensor y un complejo sistema electrónico que gobierna un mecanismo de un tipo de amortiguador con fluido magnetorreológico o motor. En esta patente no se menciona el uso de imanes, la fuente de energía que alimenta el circuito es por baterías, cuya autonomía estimada no superaría las 100 horas de ejercicio, siendo incómodo el cambio de las mismas una vez agotada. Por otro lado, el sistema no es intercambiable, aunque posee un ajuste en función de la actividad a realizar.

En esta invención el sistema electrónico esta compuesto por diferentes sensores, cableado, baterías y componentes electrónicos que pueden estropearse fácilmente en el caso de un lavado mal realizado o inmersión en líquidos, provocando un mal funcionamiento y obligando al usuario a descartar dicho calzado, tanto por su costo como su mantenimiento.

En algunos casos el sistema consta de un microprocesador, un sensor y un motor especial. El sensor incorporado envía los datos de peso, velocidad y tipo de terreno al procesador, que a su vez calcula los parámetros para que un

diminuto motor haga los ajustes correspondientes.

En la actualidad se están estudiando muchos mecanismos de amortiguación para calzado, utilizando pequeños sensores en la planta del pie, que controlan circuitos complejos de cálculo, los cuales controlan válvulas electrónicas que regulan el paso de fluidos entre cavidades. Este problema no está resuelto y su inconveniente radica en lo costoso del diseño e implementación y el uso de unas baterías que tienden a agotarse.

Fluidos Magnetorreológicos

Se conoce como fluidos magnéticos aquellos sistemas formados por partículas de carácter ferromagnético o ferromagnético en un fluido portador. Cuando el tamaño de partícula es suficiente, a estos fluidos se les llama *magnetorreológicos* y presentan la importante propiedad de variar sus propiedades de flujo (geológicas) de manera rápida y significativa al ser sometidos a un campo magnético moderado. Es decir, se puede hacer que el sistema cambie desde un fluido normal (newtoniano) de baja viscosidad hasta un fluido con elevado esfuerzo umbral (pseudo plástico o plástico) con una elevada viscosidad efectiva controlada por el campo magnético aplicado (Figura 1).

Esta propiedad confiere a los fluidos magnetorreológicos la posibilidad de controlar sus propiedades mecánicas y por tanto emplearlos en multitud de aplicaciones técnicas en las que se desea que un fluido (frecuentemente un aceite o agua) varíe su viscosidad o presente esfuerzo umbral de fluencia a nuestra voluntad. Ejemplos de tales aplicaciones son: amortiguación de vibraciones periódicas y no periódicas, frenado, embragues, protección antisísmica de

estructuras, protección del operador o conductor de maquinaria productora de vibraciones, etc.

En estos campos de la ingeniería civil y mecánica, así como en la medicina ortopédica, empiezan a aparecer las primeras aplicaciones de estos fluidos con propiedades muy especiales.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención consiste en un sistema de amortiguación para calzado compuesto por material flexible, como goma, plástico, pseudo-plástico o materiales del tipo elastómeros, etc, en cuyo interior hay unas cavidades o compartimentos de diversas formas geométricas (por ejemplo esferas de diferentes tamaños) conectados por conductos estrechos entre cada una de ellos. Estas cavidades están llenas con un fluido magnetorreológico o magnético que puede ser de diferentes concentraciones según el tipo de amortiguación que se requiera, al andar, correr o caminar por terrenos abruptos, o dependiendo del peso a amortiguar del individuo.

El fluido esta soportado en diferentes cavidades, partiendo de un mínimo de dos, donde en la unión entre las cavidades existe uno o más conductos, para el intercambio de caudal entre las ellas. El intercambio de fluido entre las cavidades dependerá de la fuerza recibida al pisar en cada zona.

Sobre cada unión o conducto entre cavidades se coloca un iman del tipo permanente sujetado a un pequeño muelle. En cada pisada el campo magnético generado por el imán, al acercarse al conducto de interconexión entre cada zona, produce, un aumento en la viscosidad del fluido. Es decir el

fluido cambia sus propiedades por efecto del campo magnético aplicado.

Este campo que se acerca y se le aleja según sea la presión y el ritmo del caminar, cambia las propiedades del fluido aumentando o disminuyendo su viscosidad inicial por efecto magnetorreológico, produciendo a su vez un amortiguamiento inteligente, actuando como válvula de paso entre cada cavidad, cerrando o abriendo el paso, dependiendo de la presión ejercida.

Este conducto por el que pasa el fluido lleva un muelle pequeño que sostiene un imán permanente. El muelle, al recibir un determinada fuerza de impacto, se comprime y acerca el imán y, por tanto el campo magnético, al conducto provocando el efecto magnetorreológico deseado (válvula inteligente) cambiando la viscosidad del fluido en el conducto, aumentando su viscosidad e impidiendo que el fluido fluya naturalmente de un extremo a otro.

El muelle actúa como soporte del imán y lo mantiene alejado del conducto de paso y se comprime cuando es ejercida una fuerza. Se expande una vez que deja de actuar la fuerza, sirviendo únicamente de elemento recuperador, volviendo a colocar el imán en la posición original. Cuando el imán se aleja del conducto el fluido vuelve a circular normalmente.

El sistema de amortiguación propuesto puede ser fijo o intercambiable por el usuario en función de la amortiguación que prefiera o la actividad que vaya a realizar, o también es posible elegirla en función del peso del individuo. Puede diseñarse un sistema de acondicionador o control teniendo en cuenta la fuerza magnética del imán en el conducto de paso. Es también posible realizar el diseño a partir de la concentración de

las partículas que lleva el fluido magnetorreológico.

Otra forma de control por el usuario de las propiedades de amortiguación es la de poder cambiar la disposición de los imanes con el simple intercambio de una o más cilindros o bastones, que se podrán insertar en ciertas cavidades de la plantilla, suela o talón, en la que la disposición de los imanes o la característica magnética ha sido modificada.

El sistema propuesto, no lleva electrónica asociada, aunque es fácilmente incorporable al mismo. Una ventaja adicional de no usar baterías es que permite que su inmersión en líquidos no afecte al control de amortiguación o no produzca choques eléctricos o cortocircuitos que estropeen el calzado dejándolo inutilizable para su función.

También es posible colocar el sistema en otra parte del calzado como por ejemplo en la punta o en los lados, de tal forma que los imanes y muelles convenientemente distribuidos, ya sea en forma longitudinal, vertical u horizontal amortigüen la fuerza ejercida o se adapte a la forma del pie del individuo al caminar, produciendo un andar cómodo y estable.

Con una disposición alternativa haría posible hacer que, el sistema funcione inversamente, es decir que al recibir un fuerza o presión el muelle y por consiguiente el imán de alejen, contrariamente a lo anterior dejando pasar el líquido entre cada cavidad produciendo el efecto inverso.

Otra opción de la invención consistiría en intercambiar los muelles por cavidades de aire o goma quienes realizan el efecto de este, en los diseños anteriores. En este caso, al aplicar una fuerza sobre la pieza de goma o aire,

esta se deforma según sea la presión y la orientación de la fuerza que se aplica. Como esta pieza soporta varios imanes, al recibir una fuerza perpendicularmente por ejemplo, los imanes se acercaran al conducto de paso. Sin embargo, si además la fuerza esta inclinada con respecto a la vertical, la pieza se deformará más de un lado que de otro acercando unos imanes al conducto y alejando otros. De esta manera se consigue amortiguar fuerzas que provengan de diferentes direcciones (no solo la normales del talón), pudiendo así, adaptar la estructura para otras partes del calzado, como por ejemplo la puntera, el tobillo, etc.

El efecto magnetoreológico también ofrece la posibilidad de que, sin intervenir conductos para el paso para el fluido de una cavidad a otra, solo se coloquen cavidades independientes, las que están ubicadas debajo de una imán en forma plana que cubra ciertas zonas de la cavidad, cuando esta plancha de imán junto con su campo magnético se acerque a la cavidad con el fluido, cambiará la viscosidad del mismo resistiendo a la presión aplicada, se comportará como sólido (se endurece) y volverá a comportarse como líquido al alejarse la misma.

MODOS DE REALIZACION

El efecto que provoca un campo magnético al aproximarse a un conducto donde esta alojado un fluido magnetoreológico descrito con anterioridad, hace que este fluido se endurezca (cambio en la viscosidad del fluido) en el conducto de paso, así mismo si se ejerce una fuerza en una zona, externa al conducto, el fluido intentará desplazarse hacia la zona opuesta y comunicada por el conducto, donde no hay una fuerza aplicada distribuyendo la presión entre las cavidades. El efecto del campo provocará que las velocidades de

desplazamiento del fluido hacia la otra zona disminuyan (Figura 2 y 3) $v_1 > v_2$, en función del campo magnético aplicado, cuya magnitud depende de cuan cerca este el imán del conducto.

Con este principio se realizaron distintos modos de realización.

Cavidades en forma de esferas con fluido y muelles con imanes (Figuras 4 y 5): Se realiza interconectando una cantidad predeterminada de cavidades (**z**) que contienen fluidos magnéticos o magnetoreológicos. Estas cavidades están conectadas entre si a través de conductos (**c**) donde atraviesa el fluido al recibir la presión en una o más cavidades. Se dispone en forma perpendicular y ubicado sobre cada conducto de paso, un doble conjunto formado por muelle (**M**) e imán (**i**) quienes actuarán en forma solidaria con la presión ejercida acercando o alejando el imán (campo magnético) al conducto de paso, disminuyendo la velocidad del fluido entre cavidades (pasando de V_1 a V_2). (Figura 2)

La distribución de las cavidades (**z**) y los muelles puede cubrir parte o toda la planta del calzado (Figura 5). (No me convence. De todos modos, yo eliminaría figurasí)

Sistema para suela o plantilla completa con diferentes zonas de amortiguación (Figura 6): Se realiza incorporando varias cavidades llenas de fluido magnético o magnetoreológico y se conectan entre ellas a través de unos conductos (**c**) donde el fluido pasa de una zona a otra en función del punto donde se ejerza la fuerza o presión. En esta disposición se colocan una cantidad determinada de muelles (**M**) e imanes (**i**), de tal manera que al recibir una presión en alguna parte de la planta, los muelles superiores se acerquen a la superficie inferior provocando el cambio

de viscosidad en el conducto de paso y por consiguiente un cambio en la amortiguación.

Sistema en forma de "Panal de abejas"

(Figura 7): En este modo de realización, el sistema de amortiguación está formado por cavidades (**z**), en este caso en forma de hexágonos interconectados entre sí a través de uno o más pequeños conductos (**c**), no se utilizan muelles, sino esferas llenas de aire o de goma elástica (**e**) que sostiene en forma solidaria tres imanes colocados en un plano sensiblemente paralelo y superior al formado por los conductos que unen las cavidades (**z**). Los imanes (**i**) están fijados a otras esferas formando red independiente. Al ejercer una fuerza (**F**) sobre una cavidad y cerca de una esfera con imanes hará que parte del imán actué sobre algunos conductos y sobre otros no, amortiguando parcialmente unas zonas y otras en forma total.

Si una fuerza (**F**) o presión es ejercida en un punto en concreto, la esferas (**e**) de aire o goma elástica donde incide la fuerza se deformaría acercando las tres puntas de los imanes que sostiene, mientras que las puntas opuestas no sufrirían la acción de la fuerza, quedando en su estado original. Esto haría que la varilla de imán se inclinase más hacia un lado que el otro, produciendo un campo magnético más intenso en la zona de la fuerza o presión aplicada, por la aproximación del imán. (**Figura 8**).

Modo de Realización Preferido

Disposición tridimensional (Figuras 9, 10 y 11): En este modo de realización se ha tenido en cuenta la posibilidad de que el sistema reciba fuerzas de presión de diferentes direcciones y realice la amortiguación en forma gradual a la misma. Para ello las cavidades (**z**) se disponen según el esquema, y se han

representado con forma de botón, ilustrado en la Figura 11. Los imanes (**i**) están fijados a una esfera de aire o goma blanda (**e**), en posiciones opuestas si se emplean 2 imanes (**i**) (Figura 9) o bien formando una cruz si se emplean 4 (Figura 10). La disposición resultante (Figura 11) es una red que puede amortiguar no solo por la magnitud de la fuerza, sino también en función de la dirección de la fuerza o presión aplicada.

La cantidad de imanes (**i**) a colocar en el sistema dependerá del diseño, teniendo en cuenta un mínimo de dos imanes, y la necesidad de que la zona de impacto reaccione en función de la fuerza recibida tanto en amplitud como en la dirección de la misma. Es decir, al aplicar una fuerza o presión en dirección perpendicular, la esfera (**e**) se aplasta acercando uno o más imanes al conducto de paso (**c**), provocando el efecto magnetoreológico en el conducto que afecte esta esfera y luego vuelve a su estado inicial. Si la fuerza (**F**), es en otra dirección acercará el otro juego de imanes opuestos afectando en este caso a otras conductos (**c**) y cavidades (**z**). Esta disposición hace que sea posible su uso no solo en la plantilla del calzado, sino también en los laterales o la puntera, siendo capaz de provocar el mismo efecto magnetoreológico al incidir fuerzas de diferentes direcciones. Si se utiliza un par imanes (**i**), la esfera (**e**), si bien se deformará con distintas direcciones, no hará llegar los campos magnéticos en la dirección de la fuerza, sino tuviera un imán solidario a la esfera. Con este concepto será posible el diseño de un imán cilíndrico y la disposición de la red sería circular cubriendo todas las direcciones posibles de impacto.

Sistema intercambiable por el usuario: (Figura 12) El modo de realización propuesto, es un complemento de los casos anteriores y se fundamenta en hacer que el usuario del calzado inserte

en determinadas zonas del calzado (el talón por ejemplo) Figura 7, elementos que contengan diferentes disposiciones de imanes, de tal forma que la distribución de imanes, afecte a una o más zonas y por consiguiente varíe la cantidad de amortiguación, que estará vinculada a la cantidad de imanes en el cilindro, la cantidad de cavidades a las que afecte y las características de los imanes insertados.

Descripción de las figuras

Nomenclatura usada en las figuras:

CM: Campo Magnético

p: Partículas

F: Fuerza aplicada

V₁: Velocidad del fluido sin Campo

V₂: Velocidad del fluido con Campo y fuerza aplicada

M: Muelle

c : conducto o cana de interconexión

i: imán

z: zona o cavidad que aloja el fluido

e: esfera de aire o goma elástica

Pl: plantilla o planta del calzado

Va: varilla de imanes o de regulación

t : Talón

s: suela

Figura 1: Ilustración del efecto magnetoreológico en fluidos con partículas magnéticas (**p**), sin campo magnético y sometidas a un campo magnético externo (**CM**)

Figura 2: Efecto en el cambio de la velocidad **v₁** a **v₂** de un conducto por efecto magnetoreológico en fluidos con partículas magnéticas (**p**) sometidas a una campo magnético externo (**CM**) y a una fuerza o presión (**F**)

Figura 3 : Esquema en detalle del efecto de una fuerza o presión (**F**) que acerca o aleja un imán (**i**) y su muelle (**M**) sobre un conducto (**c**) de paso entre las cavidades (**z**) que contienen fluido magnetoreológico.

Figura 4: Disposición en tres dimensiones de un diseño con esferas (**e**) llenas de fluido magnetoreológico junto con sus muelles (**M**) e imanes (**i**) que causan el efecto magnetoreológico en cada conducto (**c**) que unen cada esfera formando una red

Figura 5: Plantilla o suela (**Pl**) típica que utiliza el modelo de esferas (**e**) y conducto de paso (**c**). La red de muelles e imanes (**i**) se coloca por arriba y por debajo de la red de esferas (**e**). No se incluye los muelles y los imanes en la figura.

Figura 6: Plantilla de un calzado tipo con diferentes cavidades (**z**) o cavidades de fluido, conectadas por un conducto (**c**). Muelle (**M**) e imanes (**i**).

Figura 7: Esquema en forma de panal, donde existen más de un conducto (**c**) que enlazan las cavidades (**z**). La esfera central (**e**) soporta tres imanes (**i**) que afectan a varios conductos (**c**) en cada zona de contacto cuando se hace incidir una fuerza **F**

Figura 8: Esquema en forma de panal, que muestra el efecto al incidir una fuerza (**F**) en una determinada zona (**z**) afectando a algunas esferas (**e**) y a otras no. (**CM**) Campo magnético variable alrededor de la esfera aplastada.

Figura 9: Diseño y efecto con esferas de aire o goma (**e**), que realizan la función de muelles pero con la posibilidad de recibir fuerzas de impacto provenientes de varias direcciones. Es de notar como los imanes (**i**) al recibir una determinada

fuerza o presión (**F**) se acercan hacia los extremos frente a su estado inicial.

Figura 10: Efecto de una fuerza vertical en la esfera (**e**) de aire o goma desplazando los imanes (**i**) verticalmente y en el caso de que la fuerza o presión (**F**) se opuesta alejarán un par y acercarán el otro juego de imanes opuestos (**i**)

Figura 11: Disposición de "botón" para las cavidades (**z**) y esfera (**e**) de aire o goma para obtener el efecto de amortiguación, el sistema mínimo debe estar compuesta por cuatro cavidades (**z**) y un centro esférico (**e**) solidario a cuatro imanes (**i**) dispuestos en forma de cruz.

Figura 12: Esquema tipo, para talón de calzado, con posibilidad de que el usuario intercambie la amortiguación con el simple hecho de insertar diferentes varillas (**Va**) que incorporan imanes (**i**) con diferentes distribuciones y características.

REIVINDICACIONES

1. Sistema de amortiguación para calzado caracterizado por utilizar fluidos magnetorreológicos e imanes para modificar la resistencia a la presión.
2. Sistema de amortiguación para calzado que comprende
 - a. Elemento con cavidades rellenas de fluido magnético o magnetoreológico.
 - b. Imanes cuya posición varía en función de la presión ejercida sobre el sistema y que modifican las características de viscosidad del fluido.
3. Sistema de amortiguación para calzado según reivindicación 2 caracterizado porque las cavidades están comunicadas entre sí por uno o varios conductos y los imanes se encuentran ubicados a uno o ambos lados de los conductos que intercomunican las cavidades con el fluido.
4. Sistema de amortiguación para calzado según reivindicación 2 caracterizado porque las cavidades que contienen el fluido son independientes y están ubicadas debajo de un imán en forma plana.
5. Sistema de amortiguación para calzado según reivindicaciones 2, 3 ó 4 caracterizado por que la posición de los imanes se regula mediante muelles.
6. Sistema de amortiguación para calzado según reivindicaciones 2, 3 ó 4 caracterizado por que la posición de los imanes se regula mediante cavidades de aire que se contraen en función de presión ejercida.
7. Sistema de amortiguación para calzado según reivindicaciones 2, 3 ó 4 caracterizado por que la posición de los imanes se regula mediante elementos de goma que se contraen en función de presión ejercida.
8. Sistema de amortiguación para calzado según reivindicaciones 6 ó 7 caracterizado porque las cavidades de aire o elementos de goma (**e**) pueden contraerse en diferentes direcciones, en función de la dirección de la presión ejercida.
9. Sistema de amortiguación para calzado según reivindicaciones 3, 6 ó 7 caracterizado porque las cavidades que contienen el fluido (**z**), tienen forma de hexágonos interconectados entre sí a través uno o más conductos (**c**), y los elementos

flexibles (e) sostienen los imanes colocados en un plano sensiblemente paralelo y superior al formado por los conductos de unión entre cavidades.

10. Suela para calzado que comprende un sistema de amortiguación según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
11. Tacón para calzado que comprende un sistema de amortiguación según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
12. Puntera para calzado que comprende un sistema de amortiguación según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
13. Calzado que comprende un sistema de amortiguación según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
14. Calzado caracterizado por presentar una o más cavidades en la suela o tacón adaptadas para la inserción de un sistema de amortiguación según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

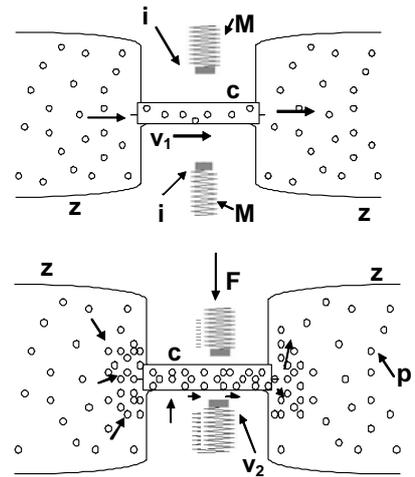


Figura 3

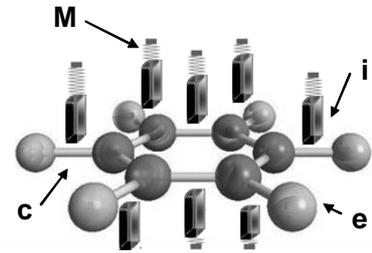


Figura 4

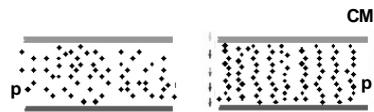


Figura 1

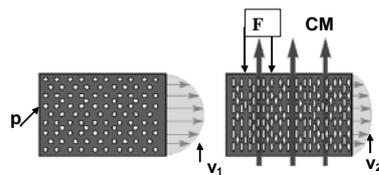


Figura 2

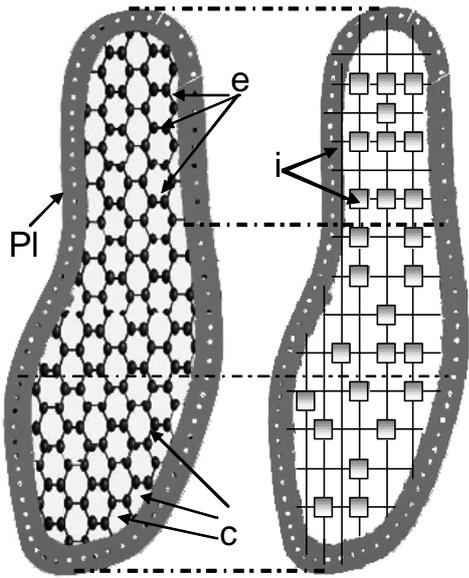


Figura 5

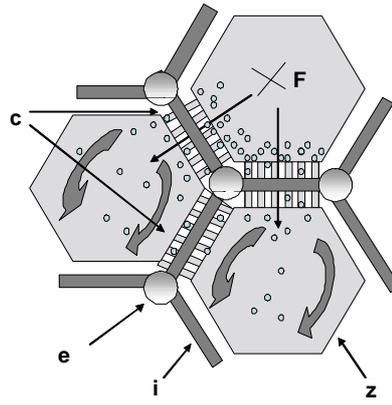


Figura 7

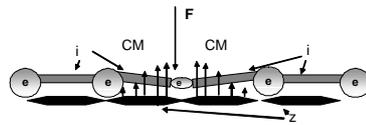


Figura 8

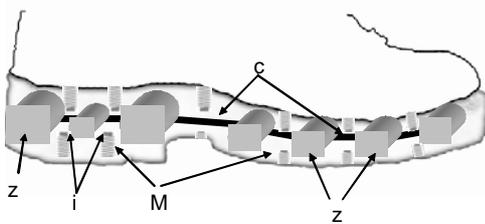


Figura 6

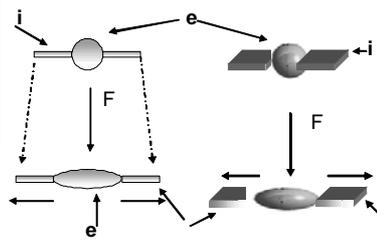


Figura 9

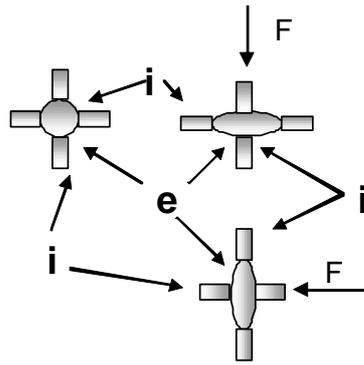


Figura 10

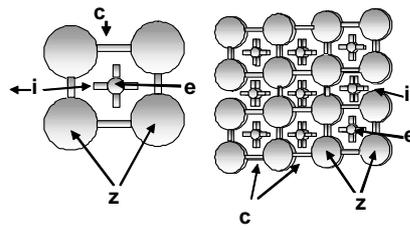


Figura 11

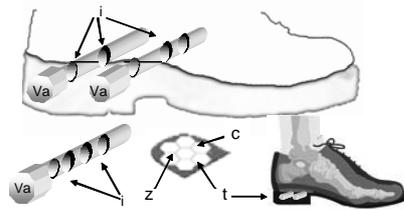


Figura 12

2008946540- J.D.G.Durán, G.R.Iglesias, A.V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli. "Distributed-pressure saddle" (Spain, 16/08/2008).

Silla de montar de presión distribuida.

RESUMEN

La presente invención se refiere a una silla de montar que presenta un sistema novedoso de doble adaptación de presiones ejercidas tanto en el lomo del animal como así también sobre el jinete. Esta silla presenta numerosos celdas con un relleno, conteniendo cada panel una pluralidad de alojamientos o cavidades con fluido magnético o magnetorreológicos capaz de cambiar su viscosidad con la aplicación de campos magnéticos externos.

Cada alojamiento o cavidad llenas de fluido dispuestos, entre la cobertura superior y la superficie de contacto con el animal, tanto en la parte delantera como trasera, tienen como fin el de aplicar una presión distribuida tanto al lomo del animal como al jinete, independientemente de la contextura o peso de este.

La presión distribuida sobre el lomo del animal y a su vez en el jinete, es el efecto resultante de la aplicación de un campo magnético externo a un fluido magnetorreológico, el cual se encuentra dentro de los alojamientos, cavidades o zonas conectadas entre si por medio de canales o conductos de paso.

El resultado de la uniformidad en la presión ejercida por el jinete sobre la montura se logra acercando o alejando imanes sostenidos solidariamente por muelles alojados sobre y debajo de las cavidad llenas de fluido, en el caso en que los imanes estén colocados sobre algún conducto de paso entre las cavidades, estos servirán como válvulas

de apertura o cierre (válvula inteligente) de los conductos distribuyendo la presión según sea la fuerza ejercida.

La disposición de los imanes es tal que al hacer incidir una fuerza o presión en la superficie del sistema, los imanes se acercan a los conductos de paso entre las cavidades o alas cavidades directamente y por ende el campo magnético del imán, de esta manera se logra cambiar la viscosidad del fluido y por consiguiente la velocidad de paso del fluido en el sistema.

DESCRIPCIÓN

Silla de montar ergonómica y adaptable con fluidos magnéticos y magnetorreológicos.

Objeto de la invención

El objeto de la presente invención es proporcionar un sistema de presión distribuida para una silla de montar basado en la utilización de fluidos magnéticos y magnetorreológicos y controlable por medio de imanes permanentes de distintos tamaños y que a través de cambios de la posición de sus campos magnéticos regulan la presión ejercida por el jinete sobre el lomo del caballo y viceversa.

Estado de la Técnica

Una silla de montar convencional tiene en sus celdas inferiores una estructura compresible destinada a distribuir el peso del jinete sobre el lomo del caballo. Convencionalmente, los celdas constan de una envoltura en la que se inserta con la mano una empaquetadura de lana o material sintético comparable.

En principio, la empaquetadura formada por la lana u otro relleno está destinada para adaptarse a la forma del lomo del caballo y, por lo tanto, a distribuir la

carga reduciendo al mínimo, al mismo tiempo, los puntos de presión sobre el lomo del caballo.

Cuando se utiliza una silla de montar solamente sobre un caballo, los celdas de la silla de montar se comprimirán, durante un periodo de tiempo, y se ajustarán para adoptar la forma del lomo del caballo particular. Sin embargo la compresión que se produce en la empaquetadura es relativamente limitada y aunque el armazón de la silla de montar está configurado para conformarse exactamente al caballo, se producen con frecuencia puntos de presión, en los que se transfiere demasiado peso del jinete hasta el lomo del caballo en zonas específicas.

Esto da como resultado que la piel del animal, no reciba flujo sanguíneo suficiente, lo que reduce la capacidad de la piel para sudar y si esta situación continúa durante un periodo de tiempo largo, puede dar lugar a la pérdida de cabello, lomo dolorido, y posible daño del músculo del caballo.

Estos problemas se complican, como sucede a menudo, cuando se utiliza la silla de montar sobre más que un caballo y, por lo tanto, no se genera la compresión necesaria para colocar adecuadamente la silla de montar sobre el caballo.

Según la forma de montar, el peso del jinete y la forma y configuración constitucional del caballo puede ser necesario adaptar la silla a las modalidades respectivas. El relleno de la silla es factible de modificarse a través de las llamadas aberturas de taponado, es decir, puede introducirse más relleno en la silla o puede extraerse relleno de ella, o bien puede modificarse la posición del relleno según las modalidades.

El relleno de la silla típico se compone por lo general de material acolchado, por ejemplo algodón, lana, material

acolchado sintético y similar. Esto tiene la ventaja de que puede modificarse su posición y densidad. Las aberturas que se usan con frecuencia para esto son, o bien aberturas en la superficie de la silla o costuras que pueden descoserse.

Se conoce una silla de equitación similar en la patente GB.A.625 934, pero tiene el inconveniente que el material de relleno se concentra especialmente en algunas regiones, y en estas regiones de compresión se produce una mayor transmisión de presión en caso de cargar la silla sobre la grupa del caballo, y esto puede conducir a dolores del caballo y de forma correspondiente a tensiones en la grupa del caballo, endurecimientos musculares y similares.

Se conocen otros rellenos de silla, por ejemplo de aire o sillas de gel, teniendo estos la ventaja de que hacen posible una transmisión de presión distribuida sobre la grupa del caballo. Sin embargo, esta silla tiene el inconveniente de que aquí no es posible una adaptación individual a la grupa del caballo, como es el caso de la silla que pueden acolcharse a posteriori con algodón o similar.

En una silla de montar publicada en el documento EP0764607, utiliza para distribuir la presión del jinete una cavidad de aire que están en forma de burbujas y que son infladas por medio de bombeo y se requiere un ajuste cuidadoso ya sea accionando la bolsa o abriendo una válvula para configurar adecuadamente la silla de montar para adaptarse al lomo del caballo. Este ajuste no sólo es difícil de conseguir, sino que también las burbujas tendrán inherentemente a inflarse en una forma redondeada.

En otra publicación ES2247016, utiliza también cavidad de aire dispuestas en la parte delantera y trasera en el interior de la silla, siendo estas cavidades de aire substancialmente lisas y rellenas dentro

de su interior con una espuma de células abiertas elásticamente compresibles.

Estas cavidades están en el panel que contacta con el lomo del caballo, por lo que proporcionan un efecto de relleno para distribuir al lomo del caballo la carga que se genera durante el uso de la silla de montar.

Fluidos Magnetorreológicos

Se conoce como fluidos magnéticos aquellos sistemas formados por partículas de carácter ferromagnético o ferromagnético en un fluido portador. Cuando el tamaño de partícula es suficiente, a estos fluidos se les llama *magnetorreológicos* y presentan la importante propiedad de variar sus propiedades de flujo (geológicas) de manera rápida y significativa al ser sometidos a un campo magnético moderado. Es decir, se puede hacer que el sistema cambie desde un fluido normal (newtoniano) de baja viscosidad hasta un fluido con elevado esfuerzo umbral (pseudo plástico o plástico) con una elevada viscosidad efectiva controlada por el campo magnético aplicado.

Esta propiedad confiere a los fluidos magnetorreológicos la posibilidad de controlar sus propiedades mecánicas y por tanto emplearlos en multitud de aplicaciones técnicas en las que se desea que un fluido (frecuentemente un aceite o agua) varíe su viscosidad o presente esfuerzo umbral de fluencia a nuestra voluntad. Ejemplos de tales aplicaciones son: amortiguación de vibraciones periódicas y no periódicas, frenado, embragues, protección antisísmica de estructuras, protección del operador o conductor de maquinaria productora de vibraciones, etc.

En estos campos de la ingeniería civil y mecánica, así como en la medicina

ortopédica, empiezan a aparecer las primeras aplicaciones de estos fluidos con propiedades muy especiales.

Descripción de las figuras

Nomenclatura usada en las figuras:

Figura 1: Esquema en detalle de los celdas (**p**) que conforman el conjunto interno de la silla de montar y de sus canales (**c**) divisorios, de paso del fluido

Figura 2: Detalle de tres celdas (**p**) que contienen fluido magnetorreológico (**f**) y su conducto de paso (**c**). Los imanes (**i**) se encuentran en posición paralela a cada conducto (**c**) de unión de las celdas (**p**).

Figura 2: Detalle de dos celdas (**p**) que contienen fluido magnetorreológico (**f**) y su conducto de paso (**c**). Los imanes (**i**) se encuentran sujetos de forma solidaria al elemento de amortiguación (**g**) y paralelos al conducto (**c**) de unión de las celdas (**p**).

Figura 4: Esquema de la red de celdas vistas desde arriba (**p**) unidos por pequeños canales (**c**) en el centro de cada celda.

Figura 5: Esquema de la red de celdas vistas desde arriba (**p**) unidos por pequeños canales (**c**) distribuidos uniformemente a lo largo de toda la celda.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención consiste en un sistema de presión y amortiguación distribuida para una silla de montar basado en la utilización de fluidos magnéticos y magnetorreológicos y controlable por medio de imanes permanentes de distintos tamaños y que a través de sus campos magnéticos

regulan la presión ejercida por el jinete sobre el lomo del caballo y viceversa.

La silla de montar esta compuesto por material de cuero en su superficie superior e inferior debidamente acolchados, en cuyo interior entre estas dos superficies existen compartimentos o celdas de diversas formas geométricas (p) , que pueden ser del tipo oval o circular o en forma de celdas, etc., conectados por conductos (c) estrechos entre cada una de ellos. Estos compartimentos o cavidades están llenos con un fluido (f) magnetoreológico o magnético que puede ser de diferentes concentraciones según el tipo de adaptación o amortiguación que se requiera.

El fluido (f) esta soportado en diferentes zonas o celdas (p), estas están unidas ente si por uno o más conductos, para el intercambio de caudal entre ellas. El intercambio de fluido entre las cavidades dependerá de la fuerza recibida en cada zona.

Sobre cada unión o conducto entre zonas se coloca un imán (i) del tipo permanente sujetado a un sistema que realiza la función de muelle y de protección (g).

Esta disposición confiere al sistema la característica de doble adaptación, tanto al lomo del caballo como al jinete, en función de la presión ejercida por este, teniendo en cuenta su contextura y peso, logrando que al recibir mayor presión en una cavidad dada, el campo magnético generado por el acercamiento del imán al conducto de interconexión entre cada zona, produce, un aumento en la viscosidad del fluido. Es decir el fluido cambia sus propiedades por efecto del campo magnético aplicado.

Este campo que se acerca y se le aleja según sea la presión, cambia las

propiedades del fluido aumentando o disminuyendo su viscosidad inicial por efecto magnetoreológico, esto produce una distribución uniforme y óptimo de peso y presiones sobre el lomo del caballo y sobre el jinete, actuando como válvula de paso, cerrando o abriendo el paso, dependiendo de la presión ejercida.

Este conducto (c) por el que pasa el fluido (f) lleva un sistema de muelle (g) que sostiene los imanes permanentes (i) y que a la vez sirve de protección al sistema. El elemento de amortiguación, al recibir un determinada presión, se comprime y acerca el imán (i) y, por tanto el campo magnético al conducto, provocando el efecto magnetorreológico (válvula inteligente) deseado cambiando la viscosidad del fluido en el conducto, aumentando su viscosidad e impidiendo que el fluido fluya naturalmente de un extremo a otro distribuyendo las presiones homogéneamente en toda la superficie. Figura 2 y 3

El elemento de amortiguación actúa como soporte del imán y lo mantiene alejado del conducto de paso y se comprime cuando es ejercida una fuerza, además de servir de protección del conjunto imán-fluido.

El elemento de amortiguación se expande una vez que deja de actuar la fuerza, sirviendo únicamente de elemento recuperador, volviendo a colocar el imán en la posición original. Cuando el imán se aleja del conducto el fluido vuelve a circular normalmente.

MODO DE REALIZACION PREFERIDO

En la Figura 1 se muestra en detalle una silla de montar de presión distribuida donde se puede observar las celdas distribuidas en toda la silla e interconectadas por los conductos de paso del fluido magnético, formado una

red de celdas que amortiguarán la presiones ejercidas de forma óptima y distribuida por toda la superficie de contacto.

En el modo de realización preferido las celdas (p), preferentemente cilíndricas u óvalos, contienen fluidos (f) magnéticos o magnetorreológicos y están conectadas entre sí a través de canales (c) o tubos donde atraviesa el fluido al recibir la presión en uno o más celdas. Se dispone en forma perpendicular y ubicado sobre cada canal, un sistema de muelle constituido por un elemento de amortiguación (g) e imanes (i) del tipo permanentes, quienes actuarán en forma solidaria con la presión ejercida acercando o alejando el imán (campo magnético) al conducto de paso, disminuyendo la velocidad del fluido entre cavidades. En la Figura 2 se muestra en detalle tres celdas (p) interconectadas entre sí por conductos (c) e imanes paralelos sobre cada conducto.

En la Figura 3, se muestra en detalle el conducto (c) entre dos celdas interconectadas (p). Sobre el conducto y en posición paralelo al conducto se encuentran los imanes (i) solidarios al sistema de amortiguación y recuperación de los imanes.

La cantidad de imanes a colocar en el sistema dependerá del diseño y la necesidad de que la zona de contacto reaccione en función de la fuerza recibida tanto en amplitud como en la dirección de la misma. Los conductos de paso pueden situarse en el centro de cada celda o distribuidos en forma homogénea a lo largo de cada celda como se observa en la Figura 4 para un solo conducto y Figura 5 para más de un conducto de paso para el fluido.

REIVINDICACIONES

Silla adaptable de presión distribuida para silla de montar caracterizado por utilizar fluidos magnetorreológicos e imanes para modificar la resistencia a la presión.

Silla adaptable de presión distribuida para silla de montar que comprende:

- a. Celdas conectadas entre sí y rellenos de fluido magnético o magnetorreológico.
 - b. Imanes cuya posición varía en función de la presión ejercida sobre el sistema y que modifican las características de viscosidad del fluido
17. Sistema adaptable de presión distribuida para silla de montar según reivindicación anterior caracterizado porque los campos magnéticos de los imán actúan sobre los conductos que intercomunican los cilindros con el fluido.
18. Silla adaptable de presión distribuida para silla de montar según reivindicación anterior caracterizado por que la posición de los imanes se regula mediante un elemento elástico, preferentemente goma espuma, que regula la posición de los imanes y además sirve de protección al conjunto imanes y fluido.
19. Silla adaptable de presión distribuida para silla de montar según reivindicación 2 caracterizado por que los imanes y las celdas rellenas de fluido pueden contraerse y expandirse en función de la presión ejercida.
20. Silla adaptable de presión distribuida para silla de montar según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

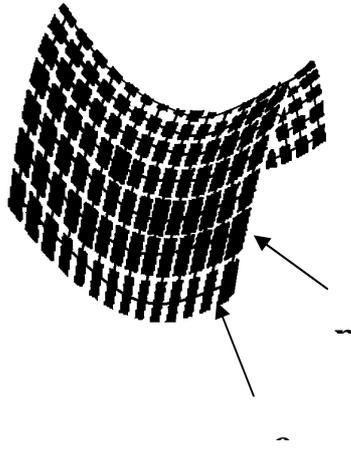


FIGURA 1

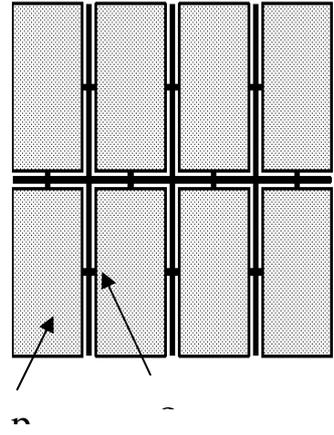


FIGURA 4

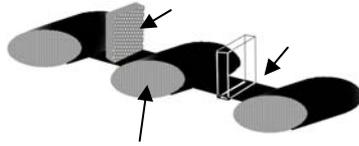


FIGURA 2

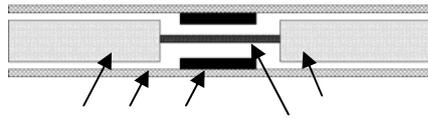


FIGURA 3

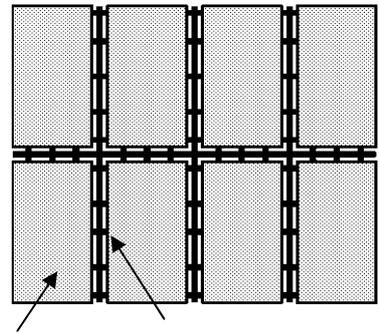


FIGURA 5

(Spain, pending number) J.D.G.Durán,
G.R.Iglesias, A.V. Delgado, F.
González-Caballero, S, Ahualli.
**"Improved, continuously adapted crutch
based on magnetorheological fluids"**

Bastón amortiguado

RESUMEN

Muleta o bastón amortiguado mediante la variación o cambio de la viscosidad de fluidos magnéticos o magnetorreológicos para una amortiguación activa compuesto por dos o más cavidades o zonas que contienen un fluido magnético o magnetorreológico capaz de cambiar su viscosidad con la aplicación de campos magnéticos externos

Las cavidades están separadas por un conducto de paso estrecho, donde actúa un campo magnético externo dispuesto de forma tal que al hacer presión en el extremo superior de la muleta, el campo magnético se aproxima al conducto, originando el efecto magnetorreológico y cambiando la viscosidad del fluido.

La amortiguación es el efecto resultante de la aplicación de un campo magnético externo a un fluido magnetorreológico, el cual se encuentra dentro de cada zona o cavidad y que cambia su viscosidad (se endurece o ablanda) según se aproxime el campo magnético al conducto de paso entre ambas cavidades con fluido.

La disposición de los imanes es tal que al hacer incidir una fuerza o presión en el extremo de la muleta, los imanes se acercan al conducto de paso entre las cavidades y por ende el campo magnético del imán, de esta manera se logra cambiar la viscosidad del fluido y por consiguiente la velocidad de paso del fluido en los canales.

Muleta o bastón amortiguado mediante la variación o cambio de la viscosidad de fluidos magnéticos o magnetorreológicos

DESCRIPCIÓN

Muleta o bastón amortiguado mediante la variación o cambio de la viscosidad de fluidos magnéticos o magnetorreológicos

Objeto de la invención

El objeto de la presente invención es proporcionar un sistema de adaptación continua y uniforme para una muleta utilizada como medio de ayuda y sustentación, basado en la utilización de fluidos magnéticos y/o magnetorreológicos y controlables por medio de campos magnéticos producidos por imanes situados de forma conveniente, para variar en el fluido sus propiedades viscosas.

Sector de la Técnica

El sector de la técnica de esta invención es el de las superficies de apoyo, muletas y bastones que determinan un apoyo mejorado del cuerpo en un punto fijo y sirven de asistencia y ayuda para caminar, andaderas y/o muletas que utilizan las personas impedidas para andar temporal o permanentemente.

Estado de la Técnica

El sistema de amortiguación propuesto es preferentemente útil para la amortiguación en bastones y muletas y posee fluidos magnéticos y magnetorreológicos, un elemento elástico tipo muelle como sistema de recuperación, dos o más cavidades llenas de fluido magnético o magnetorreológico e imanes dispuestos con un sistema de accionamiento tal que, al ejercer un fuerza vertical sobre el sistema de apoyo, este de forma simple, acerque uno o más imanes a uno más conductos de paso entre las cavidades y sobre el fluido magnetorreológico provocando la amortiguación deseada.

Se describen a continuación los sistemas de amortiguamiento para muletas y bastones cuya descripción se aproximan

a la presente invención y se enumeran los que se consideran mas alejados del objeto de esta, entre ellas se citan: ES1036959Y, ES1034631Y, 9601865,DE10054982-A1, EP1118363, JP11309007-A,ES2212475T3, ES2222503T3, JP2000070022, GB2318510, EP701807-A, E701807-A1, DE3121095, BE1010671-A6, Wo9929272, EP0628296, WO9641599, US5571205 y subfamilias de cada una.

La patente DE20205015460-U1 y subfamilias describe un bastón para caminar o tipo bastón para ski, con un mecanismo de absorción de impactos, y con la posibilidad de bloquearse si es necesario. El mismo esta compuesto por un sistema de absorción y un muelle de recuperación. En la patente JP2001211915-A se una muleta o bastón con amortiguamiento próximo a la empuñadura y un sistema de amortiguador con la posibilidad de cambiar la longitud del sistema de apoyo.

En la patente EP978268 y subfamilias se describe sistema de amortiguación para muletas y bastones con un sistema tubular telescópico y muelle de recuperación con el agregado de un sistema de agujeros para el control de la profundidad de compresión del muelle recuperador y un sistema de amarre en caso necesario.

Las patentes FR2668690-A/A1, US4881564-A FR2616304-A, poseen un sistema similar a los descritos anteriormente y en algunos casos se utiliza como medio de amortiguación, goma espuma, o de caucho en sus terminaciones como recubrimiento

En las patentes GB22743889-A/B se comienza a utilizar fluidos del tipo viscosos en el sistema de amortiguación tipo tubular y en conjunto con muelles de recuperación similares a la patentes DE4105836-A/C2, donde el sistema de amortiguamiento se ubica en algunos

casos en la parte inferior o en el empuñadura superior.

No se ha encontrado documentación específica sobre la tecnología de absorción de impactos mediante fluidos magnetorreológicos en el área de dispositivos de bastones o muletas. Sin embargo hemos encontrado sistemas de amortiguación para otras aplicaciones mediante amortiguadores hidráulicos clásicos, o mediante gomas de absorción, junto con muelles de recuperación, existiendo gran cantidad de diseños, ya sea con la incorporación en la base inferior del sistema o en la empuñadura del mismo. La utilización de fluidos con viscosidad variable solo se encuentran en sistemas de amortiguación de coches, motocicletas, asientos de maquinarias pesadas y amortiguadores sísmicos. Solo se ha encontrado una aplicación mas cercana de estos fluidos en el uso de una prótesis para una pierna ortopédica, que utiliza una amortiguador tipo magnetorreológico presurizado con un sistema electrónico altamente sofisticado para cambiar y generar los campos magnéticos en el sistema de amortiguación.

En la presente invención se utilizan fluidos magnéticos o magnetorreológicos, con un sistema de construcción simple, constituido por un sistema tipo "bi-tubular" vertical, y muelles de recuperación e imanes, que al aproximar los mismos, debido a la fuerza ejercida en la parte superior o empuñadura de la muleta o bastón, estos se acercan o alejan del conducto donde atraviesa el fluido variando el campo magnético en el canal de paso, provocando el cambio en la viscosidad del fluido y por consiguiente la amortiguación de la fuerza ejercida en forma continua.

Fluidos Magnetorreológicos

Se conoce como fluidos magnéticos aquellos sistemas formados por partículas de carácter ferromagnético o ferromagnético en un fluido portador.

Cuando el tamaño de partícula es suficiente, a estos fluidos se les llama magnetorreológicos y presentan la importante propiedad de variar sus propiedades de flujo (reológicas) de manera rápida y significativa al ser sometidos a un campo magnético moderado.

Es decir, se puede hacer que el sistema cambie desde un fluido normal (newtoniano) de baja viscosidad hasta un fluido con elevado esfuerzo umbral (pseudos-plástico o plástico) con una elevada viscosidad efectiva controlada por el campo magnético aplicado. Esta propiedad confiere a los fluidos magnetorreológicos la posibilidad de controlar sus propiedades mecánicas y por tanto emplearlos en multitud de aplicaciones técnicas en las que se desea que un fluido (frecuentemente un aceite o agua) varíe su viscosidad o presente esfuerzo umbral de fluencia a nuestra voluntad.

DESCRIPCIÓN

Descripción de las figuras

Figura 1. Detalle de la muleta o bastón junto con al ubicación del sistema de amortiguación (S), del modo preferido 1 y 3. Se denomina con e1 y e2 a las dos empuñaduras de la muleta que reciben la presión o fuerza F1 y F2 respectivamente.

Figura 2. Sistema de amortiguamiento sin preajuste de fuerza, con cavidades geométricas cilíndricas preferentemente del tipo embudo, donde la sección más pequeña es unida mediante un conducto estrecho con la otra cavidad invertida 180 grados. El fluido (f) atraviesa el conducto o canal (c) de una cavidad a otra. El sistema posee dos émbolos invertidos, el superior es solidario con la empuñadura y el inferior es solidario con el muelle de recuperación M1. Los imanes empleados en el sistema se

representan por (i). La fuerza aplicada (F). El sistema de recuperación de los imanes se representa por la letra (b).

Figura 3. Representación similar a la figura 2, para el caso de ejercer una fuerza vertical en la empuñadura de magnitud superior a la constante de recuperación del muelle M1 y superior a la constante de recuperación del muelle M2. El fluido (f) pasa de una cavidad (p) a otra, comprimiendo únicamente el muelle M1. Los imanes empleados en el sistema se representan por (i). La fuerza aplicada (F),

Figura 4. Representación similar a la figura 3, para el caso de ejercer una fuerza vertical en la empuñadura de magnitud superior a ambas constantes de recuperación de los muelles M1 y M2. El fluido (f) pasa de una cavidad (p) a otra, comprimiendo en este caso ambos muelles. A compresión del muelle M2 hace que el cilindro exterior se eleve en forma proporcional a la fuerza (F) aplicada, acercando los imanes al conducto de paso (c) entre las cavidades (p) cambiando la viscosidad del fluido en el conducto y amortiguando el sistema.

Figura 5. Detalle de la muleta o bastón junto con al ubicación del sistema de amortiguación (S) y del sistema de preajuste (a), del modo preferido 2. Se denomina con e1 y e2 a las dos empuñaduras de la muleta que reciben la presión o fuerza F1 y F2 respectivamente.

Figura 6. Sistema de preajuste sin activación. El sistema preferentemente tipo rosca (r) no alcanza a acercar a los imanes (i) al conducto de paso (c) del fluido (f), por lo que el campo magnético no actúa y la amortiguación es debida únicamente a la viscosidad inicial del fluido en las cavidades.

Figura 7. Sistema de preajuste activado. El sistema preferentemente tipo rosca

(r) acerca los imanes (i) al conducto de paso (c) del fluido (f) gradualmente y el campo magnético de los imanes (i) actúa cambiando al viscosidad del fluido en el conducto de paso amortiguando la fuerza ejercida por el usuario.

Figura 8. Sistema combinado de preajuste y amortiguación en el mismo lugar. El preajuste del sistema preferentemente del tipo rosca (r), se encuentra solidario al cilindro o tubo exterior, el cual se eleva si la fuerza (F) el de magnitud suficiente. El sistema tipo rosca acerca los imanes (i) sin que haya una fuerza aplicada (F), por lo que los imanes (i) estarán más cerca del conducto de paso (c), antes que se realice la fuerza que hará que el tubo exterior desplace aún más los imanes al centro del conducto.

Objeto de la invención

La presente invención tiene por objeto el de servir como un sistema de amortiguación continua y adaptable en función de la presión ejercida sobre el punto de apoyo superior preferentemente útil para muletas o bastones. Comprende la utilización de fluidos magnéticos y/o magnetorreológicos, un elemento elástico tipo muelle como sistema de recuperación, dos o más cavidades o zonas llenas de dicho fluido interconectadas entre sí por conductos estrechos e imanes dispuestos a través de un sistema de accionamiento que al ejercer un fuerza vertical sobre el sistema de apoyo, este acerque uno o más imanes al conducto de paso entre las cavidades o zonas llenas de fluido magnetorreológico provocando la amortiguación deseada.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

En las Figuras 1 se detalla la ubicación del sistema de amortiguación cuando no

posee un preajuste de amortiguación. En la Figura 2 el sistema incorpora en la parte superior un sistema de preajuste de amortiguación.

El sistema que se propone comprende uno o varias cavidades o zonas geométricas cuya parte superior es mucho mas grande que su parte inferior terminando en un conducto muy estrecho. A continuación de este conducto se une otra cavidad geométrica igual a la anterior pero invertida 180 grados, de tal modo que los conductos se unan entre sí, dejando pasar el fluido magnetorreológico entre las cavidades o zonas. El sistema incorpora imanes permanentes (i) dispuestos en forma paralela al conducto de unión entre las cavidades y que sirven de sistema de adaptación continúa a la presión ejercida (F) sobre la superficie de apoyo, mediante el acercamiento de estos, cuando se ejerce una presión o fuerza vertical. Figura 2.

En la parte mas grande de las cavidades o zonas se encuentra un émbolo que en el caso de la cavidad superior empuja el fluido hacia abajo realizando un movimiento vertical en correlación con la fuerza de apoyo ejercida. En la cavidad inferior e invertida 180 grados, la fusión del émbolo es de frenar el fluido oponiéndose al empuje vertical.

Al ejercer una fuerza vertical (F) en la parte superior de la muleta, esta se traduce en una fuerza directamente proporcional en la base de esta. Si la fuerza (F) es inferior a un valor predeterminado por la constante k_1 y k_2 de los muelles de recuperación M1 y M2, el sistema solo amortigua y se recupera mediante la acción del muelle M1, cuya constante k_1 de recuperación es inferior a la constante de recuperación k_2 del muelle M2 respectivamente. En este caso no se produce ningún acercamiento de los imanes a los conductos y por consiguiente el fluido que atraviesa el canal o conducto (c), fluye de manera normal dependiendo de su viscosidad inicial. Figura 3.

Es decir que si la fuerza no es lo suficientemente alta prefijada por la constante de los muelles de recuperación y la proximidad prefijada de los imanes de actuación no es la adecuada, estos no ejercen un campo magnético apreciable por lo que el sistema se ablandará y se recuperará en forma homogénea debido a la viscosidad inicial del fluido.

Si la fuerza (F) es lo suficientemente grande comparada con la constante de recuperación k_2 del muelle M2, y por consiguiente de la constante de recuperación k_1 del muelle M1, el sistema de amortiguación actúa comprimiendo ambos muelle M1 y M2 y el muelle M2 hace que el tubo exterior provoque el acercamiento de los imanes siendo este acercamiento proporcional a la fuerza vertical ejercida. Es decir el tubo exterior se desplaza hacia arriba y modifica la separación de los imanes permanentes que provocan el campo magnético en el conducto de paso (c) entre las cavidades, variando la viscosidad del fluido (f) (efecto magnetorreológico) en el conducto estrecho. Figura 4.

Es decir que si la fuerza y el preajuste de los imanes y muelle de activación son más sensibles a la fuerza ejercida como se menciono anteriormente, el sistema frenará el émbolo superior, amortiguando e impidiendo mediante el cambio de la viscosidad del fluido magnetorreológico, en el conducto que atraviesa. Sin embargo, al dejar de aplicar dicha fuerza, el sistema se recupera inmediatamente gracias a que el muelle actúa recuperándose. Los imanes se separarán del conducto de paso dejando pasar el fluido nuevamente en forma normal y su viscosidad no estará afectada el campo magnético de los imanes.

Esta acción ira endureciendo o ablandando el fluido por el efecto magnético permitiendo una adaptación

continúa a la postura y fuerza ejercida por el usuario.

Las zonas o cavidades están llenos con un fluido magnetorreológico o magnético cuya concentración y características de viscosidad dependerán del tipo de adaptación y recuperación que se requiera.

La función de los imanes y del campo magnético es la cambiar la viscosidad del fluido en el conducto de paso entre las cavidades. Estos imanes son del imanes del tipo permanente (i) y están sujetos a un elemento elástico lateral, el cual mantiene alejados del conducto de paso a los imanes y que posibilita que se acerquen o alejen en función de la presión ejercida, debido al movimiento vertical del tubo exterior, que en su recorrido acerca los imanes a los conductos. El campo (imán) que se acerca y se le aleja según sea la presión y el peso aplicado sobre esta estructura, cambia las propiedades del fluido aumentando o disminuyendo su viscosidad inicial. Estos conductos actúan como válvula de paso entre cada cavidad, aumentando o disminuyendo la velocidad del fluido en los conductos. Así, el intercambio de fluido entre las cavidades dependerá de la fuerza recibida en el punto de apoyo superior del sistema y que debido a la magnitud de esta, si es lo suficientemente grande, podrá amortiguarse mediante el efecto magnetorreológico del fluido y que dejará de actuar al no ejercer dicha fuerza. El sistema, no ejercerá ninguna acción si la fuerza es pequeña y solo habrá amortiguación normal dada por la viscosidad inicial del fluido.

En la Figura 6 se representan los detalles del sistema de preajuste, donde puede observarse el sistema de recuperación de los imanes (i) y su sistema de preajuste preferentemente del tipo rosca que acerca los imanes (i) al conducto de paso (c) entre las cavidades (p). En la figura 6 el sistema no esta activado, es decir no se han acercado los

imanes al conducto de paso por lo cual no abra un preajuste activo del sistema. En la Figura 7, el sistema ha sido utilizado acercando los imanes al conducto de paso y de esta forma se cambia y preajusta el sistema cambiando la viscosidad del fluido (f).

La Figura 8 muestra en detalle el sistema combinado de preajuste y sistema de amortiguación en un solo dispositivo, de tal forma que el sistema de recuperación de los imanes, preferentemente del tipo rosca se instala en el cilindro o tubo exterior. Para realizar el preajuste, el sistema roscado acerca gradualmente los imanes de forma permanente al conducto de paso, logrando que el fluido tenga otra viscosidad inicial diferente a la cuando no tiene campo aplicado. De esta forma se preacondiciona el sistema para diferentes usuarios o fuerzas ejercidas en la cualquiera de las empuñaduras e1 y e2.

MODOS DE REALIZACION PREFERIDO

Modo 1.- Muleta con un único sistema de amortiguamiento sin preajuste de fuerza.

En este modo de realización preferido, las cavidades geométricas que contienen fluidos magnéticos o magnetorreológicos están conectadas entre sí a través un estrecho canal o conducto (c) por los que puede pasar el fluido (f) de una zona a otra. Se dispone de forma perpendicular y ubicada cerca del canal de paso entre zonas o cavidades, imanes (i) permanentes quienes actuarán en forma solidaria con la presión recibida, acercando o alejando el campo magnético al conducto de paso (c). Con esto se consigue un cambio en la viscosidad del fluido en la zona de actuación del campo aplicado y por tanto el fluido en el conducto se vuelve más denso (aumenta la viscosidad) y por consiguiente disminuye la velocidad de

paso del resto del fluido entre las cavidades. La forma en que se produce la amortiguación depende del campo magnético aplicado, cuya magnitud depende de la cercanía de los imanes (i) al conducto y del tipo de fluido utilizado.

El sistema de acercamiento de los imanes se realiza mediante un elemento recuperador simple preferentemente del tipo bisagra o biela (b) que mantiene en estado de reposo los imanes alejados del conducto de paso mientras no se ejerza fuerza sobre la empuñadura de la muleta.

El sistema posee dos muelles de recuperación M1 y M2 con constantes de amortiguación/recuperación k_1 y k_2 . Si la fuerza ejercida en la empuñadura es superior a la constante de recuperación del muelle M1 y de magnitud inferior al muelle M2, el émbolo comprime el muelle M1 y no posee suficiente magnitud para comprimir el muelle M2, por lo que el sistema, se amortigua con únicamente mediante el muelle M1 y de la viscosidad inicial del fluido entre las cavidades. En este caso no actúan los imanes. Figura 2.

En el caso en el que la fuerza es de magnitud superior a la constante de recuperación de los muelles M1 y M2, la compresión del muelle M2 hace que el tubo exterior se eleve proporcionalmente con la fuerza aplicada. Al subir el cilindro exterior mueve los imanes debido al sistema de recuperación de esto. Al aproximarse los imanes al conducto de paso (c) del fluido (f), provoca el cambio en la viscosidad del fluido (efecto magnetorreológico) y por consiguiente frena el émbolo superior en forma uniforme y proporcional a la fuerza aplicada. Cuando deja de actuar la fuerza, los imanes se alejan automáticamente y el fluido en el conducto de paso, vuelve a adquirir su viscosidad inicial y el sistema se recupera mediante la ayuda del muelle M1, elevando el émbolo inferior y

superior respectivamente, volviendo el sistema a su estado de reposo. Figura 3.

Modo 2.- Muleta con un único sistema de amortiguamiento con preajuste de fuerza (Figuras 4)

En este modo de realización preferido se ha incorporado en la parte superior al sistema del modo 1, dos cavidades adicionales, interconectadas por un conducto de paso y cuya diferencia radica en que los imanes que provocan el campo magnético están dispuestos en las proximidades del conducto de paso (preferiblemente sobre el conducto), y la aproximación de estos al conducto se realiza manualmente con un sistema preferentemente del tipo rosca (r) que acerca los imanes al conducto de manera permanente, de tal forma que se PRE-acondiciona el sistema de amortiguamiento, debido al cambio de la viscosidad del fluido en el conducto de paso como se explico anteriormente. Este preajuste es controlado por los imanes y le confiere al sistema en su conjunto un cambio en la dureza inicial de amortiguación. Figura 5.

Modo 3.- Muleta con un único sistema de amortiguamiento combinado de preajuste y amortiguación simultánea

En este modo de realización preferido se ha combinado los modos 1 y 2. El sistema se representa en la Figura 6 y consiste en realizar el preajuste mencionado en el modo preferido 2, directamente sobre el sistema de amortiguación principal descrito en el modo 1. De esta forma, el preajuste de amortiguación se realiza acercando o alejando los imanes del sistema con un elemento preferentemente del tipo rosca, la cual esta montada en el tubo o cilindro exterior, logrando de esta manera el preajuste de amortiguación requerida por el usuario.

REIVINDICACIONES

1. Muleta o bastón amortiguado

mediante la variación o cambio de la viscosidad de fluidos magnéticos o magnetorreológicos caracterizado por utilizar imanes que se acrezcan o alejan del fluido modificando la resistencia a la presión ejercida en la parte superior de apoyo.

2. Muleta o bastón amortiguado mediante la variación o cambio de la viscosidad de fluidos magnéticos o magnetorreológicos según reivindicación anterior, que comprende, al menos los siguientes elementos:
 - a. Dos o más zonas o cavidades geométricas llenas de fluido magnético o magnetorreológico interconectados por un canal o conducto estrecho.
 - b. Dos o más imanes cuya posición varía en función de la presión ejercida sobre el sistema modifican las características de viscosidad del fluido.
 - c. Dos o más émbolos situados en la zona más amplia de las cavidades que empujan o resisten el paso del fluido entres las cavidades.
 - d. Dos o más muelles de recuperación con distintas constantes de amortiguación.
 - e. Dos cilindros concéntricos, uno interno y otro externo de diámetro superior que se desplaza verticalmente en función de la presión ejercida.
 - f. Uno o más elementos de ajuste que permitan ajustar y regular a voluntad la posición inicial de los imanes sobre el conducto de paso del fluido.

- 3.
4. Muleta o bastón amortiguado mediante la variación o cambio de la viscosidad de fluidos magnéticos o magnetorreológicos

lógicos según reivindicaciones anteriores caracterizada porque los imanes al acercarse a los conductos de paso entre las cavidades llenas de fluido cambian la viscosidad del fluido en el conducto de paso del fluido.

5. Muleta o bastón amortiguado mediante la variación o cambio de la viscosidad de fluidos magnéticos o magnetorreológicos según reivindicaciones anteriores caracterizada porque al ejercer una fuerza en el apoyo del sistema el cilindro o tubo exterior se desplaza hacia arriba desplazando proporcionalmente el sistema de recuperación de los imanes acercando los mismo al conducto de paso del fluido.
6. Muleta o bastón amortiguado mediante la variación o cambio de la viscosidad de fluidos magnéticos o magnetorreológicos según reivindicaciones anteriores caracterizada porque al dejar de actuar la fuerza, el sistema se recupera gradualmente, sin la intervención de los imanes.
7. Muleta o bastón amortiguado mediante la variación o cambio de la viscosidad de fluidos magnéticos o magnetorreológicos según reivindicaciones anteriores caracterizada porque los muelles poseen distintas constantes de recuperación, que en función de la magnitud de la fuerza ejercida actúa un muelle o los dos simultáneamente.

FIGURAS

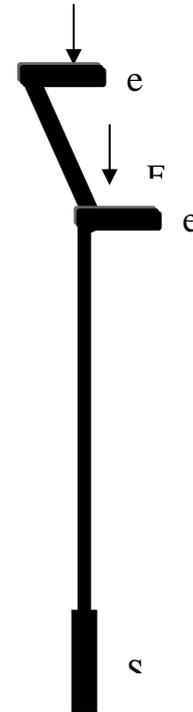


FIGURA 1

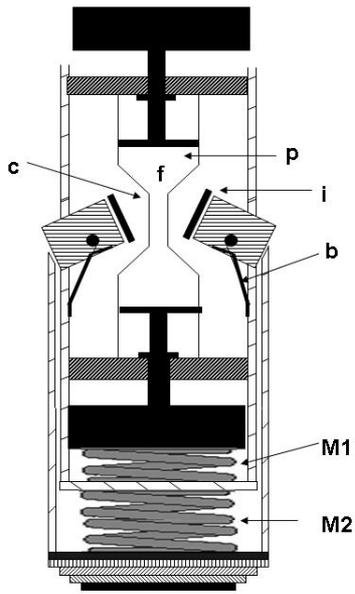


FIGURA 2

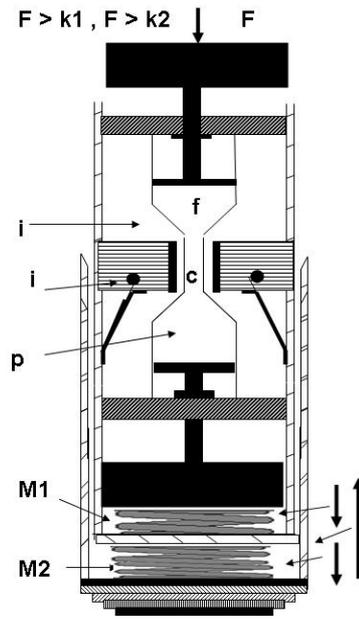


FIGURA 4

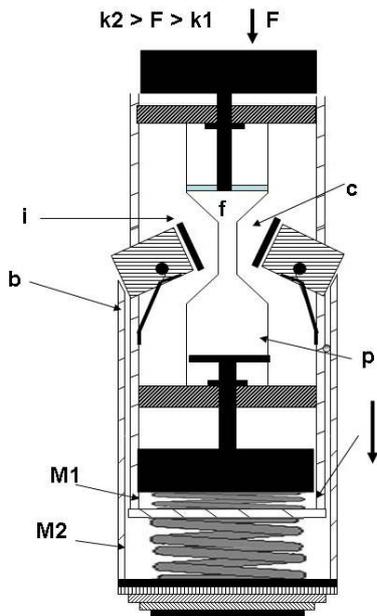


FIGURA 3

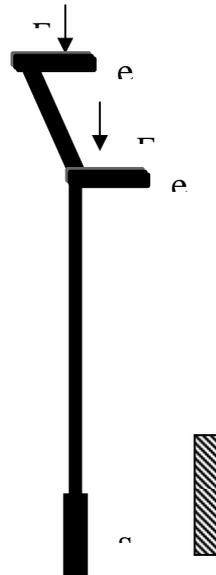


FIGURA 5

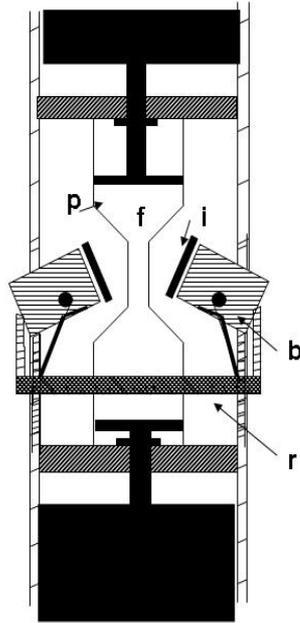


FIGURA 6

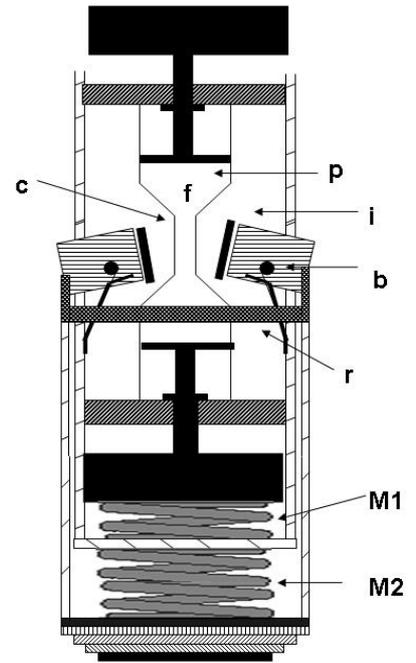


FIGURA 8

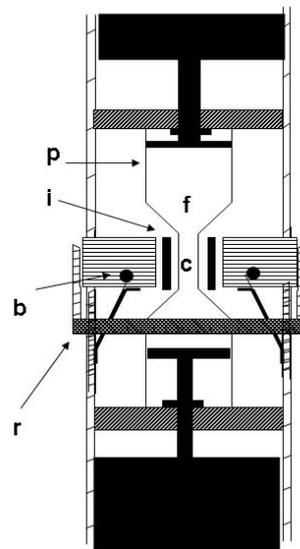


FIGURA 7

P200602735-EPO 7119395.7 J. D. G. Durán, F. González Caballero, A. V. Delgado, G. R. Iglesias, M. López-López, M. L. Jiménez Olivares, L. Fernández Ruiz-Morón, J. Insa Moneo. “Magnetorheological fluid” (Spain, 26/10/2006); (European, 26/10/2007

“FLUIDO MAGNETORREOLÓGICO (FMR)”

La presente invención se refiere a un fluido magnetorreológico (FMR) que comprende partículas micrométricas magnéticas dispersas en una fase líquida compuesta por un aceite base; un modificador de la viscosidad, más particularmente compuesto por dos polímeros, el primero un polímero de tipo poliéster que actúa también como depresor de congelación y el segundo un copolímero de estireno-fumarato; y un agente estabilizante, más particularmente estearato de aluminio. Además del método de preparación y su uso como lubricante para la fabricación de amortiguadores hidráulicos para automoción y de amortiguadores de fricción.

ESTADO DE LA TECNICA ANTERIOR

Los fluidos magnéticos son suspensiones coloidales formadas por partículas ferro- o ferrimagnéticas dispersas en un líquido portador. Cuando el diámetro de las partículas magnetizables es el orden de una micra, se denominan fluidos *magnetorreológicos* (FMR). Presentan la importante propiedad de variar sus propiedades de flujo (reológicas) de manera rápida y reversible al ser sometidos a un campo magnético externo. Se puede conseguir que un FMR cambie desde el comportamiento típico de un fluido viscoso newtoniano hasta el de un fluido plástico con elevado esfuerzo umbral y viscosidad muy elevada por acción del campo

magnético, fenómeno que se conoce como efecto magnetorreológico (MR).

Esta propiedad hace que los FMR posean una amplia gama de aplicaciones tecnológicas. Ejemplos de tales en ingeniería son: amortiguación de vibraciones periódicas y no periódicas, frenado, embragues, protección antisísmica de estructuras, asientos antivibratorios, etc. También se están aplicando en medicina al diseño de prótesis inteligentes para articulaciones óseas.

El diseño de un fluido magnetorreológico requiere la selección previa de: (i) aceite base, (ii) partículas coloidales magnéticas, y (iii) aditivos. Para conseguir que el fluido presente respuesta MR suficientemente elevada es muy importante que sea estable frente a procesos de agregación y sedimentación de las partículas. Se ha de tener en cuenta que, para conseguir un efecto MR intenso, se requieren elevadas concentraciones (hasta el 20% ó 30 % en fracción de volumen) de partículas magnetizables que poseen una densidad muy elevada y una pequeña magnetización remanente. De ahí que se produzca la agregación entre partículas por interacción magnética y su rápida sedimentación. Cuando se produce la separación de fases, y si después no es fácil redispersar la suspensión, el FMR deja de ser útil para la mayor parte de sus potenciales aplicaciones. Por ello, en la formulación de los FMR, se suelen incorporar surfactantes, dispersantes y otros aditivos para mejorar su estabilidad.

Actualmente, existen numerosas patentes sobre fluidos magnéticos y más concretamente sobre fluidos magnetorreológicos. Sin embargo, muy pocas han llegado a comercializarse para su uso en amortiguadores como lubricantes magnetorreológicos. Entre estas, cabe destacar las patentes siguientes: US No. 5,683,615 (Noviembre 1997) y US No. 6,547,986 B1 (Abril 2003). Los FMR comercializados para

amortiguadores, descritas en las patentes citadas, tienen como características más destacables las siguientes: (i) son suspensiones coloidales multi-componentes tanto en la fase sólida como en la líquida; (ii) la fase sólida suele contener: hierro micrométrico, con una amplia distribución de tamaño de partícula y agentes tixotrópicos espesantes (normalmente sílice nanométrica y/o arcillas orgánicas; (iii) la fase líquida contiene componentes antioxidantes y otros para mejorar sus propiedades tribológicas.

Estos aditivos espesantes que se describen en las patentes citadas, del tipo sílice o arcilla orgánica, pueden empeorar el comportamiento tribológico del producto cuando se incorporan en amortiguadores hidráulicos para automoción. Las partículas de sílice o de silicatos son muy abrasivas y, por ello, son contraindicadas para este tipo de amortiguadores, aunque no así para amortiguadores de fricción donde el lubricante se embebe en un tejido poroso o esponja.

EXPLICACION DE LA INVENCION

Los autores de la presente invención proporcionan un fluido magnetorreológico, muy estable en el tiempo y que no pierda sus propiedades reológicas, en el que es posible regular su viscosidad y sus características viscoelásticas por acción de un campo magnético externo. En este sentido, se les puede denominar lubricantes activos, puesto que su función consiste en facilitar que un amortiguador responda ante impulsos mecánicos externos en forma proporcionada a la intensidad de los mismos.

La formulación que proponen los autores de la presente invención para el nuevo FMR es de realización sencilla y no posee esfuerzo umbral a campo magnético cero por lo cual funciona

como un lubricante típico, o no activo, en ausencia de campo. Al aplicar un campo magnético aparece un esfuerzo umbral y aumenta su viscosidad en un intervalo muy amplio dependiendo del contenido en partículas magnetizables y de la intensidad del campo magnético aplicado.

La composición del lubricante comprende (además de las partículas magnetizables y el aceite base) dos aditivos disueltos en la fase líquida para evitar la separación de fases, es decir, como aditivos dispersantes y estabilizantes. Otros aditivos pueden ser añadidos, tales como antioxidantes, anticorrosivos y mejoradores de fricción y que proporcionan al producto prestaciones específicas para la aplicación a que se destinen.

El fluido magnetorreológico de la presente invención no contiene aditivos sólidos distintos de las partículas magnetizables y además se evitan los procesos de agregación y sedimentación. En consecuencia, se puede usar como lubricante tanto para la fabricación de amortiguadores hidráulicos como para amortiguadores de fricción, en este último caso bastaría con aumentar la concentración del aditivo modificador de la viscosidad para elevar la viscosidad del producto y conseguir que el lubricante permanezca absorbido en la esponja.

En particular, el estearato de aluminio es un aditivo que se adsorbe en la interfase hierro/aceite y evita la agregación entre partículas de hierro inducida por la magnetización remanente de dichas partículas. La concentración de este compuesto es muy baja respecto a otros FMR existentes en el mercado. El modificador de viscosidad, es un polímero como puede ser un copolímero de estireno-fumarato, o mezcla de polímeros como puede ser un copolímero de estireno-fumarato con un polímero de tipo poliéster, soluble en el aceite base que regula la viscosidad del producto resultante. Su función principal consiste

en evitar la sedimentación de las partículas de hierro, por su efecto espesante y dispersante. Aunque el estearato de aluminio es un aditivo que está presente en otras formulaciones, la adición de un compuesto soluble como es el modificador de la viscosidad de la presente invención es absolutamente original y ha demostrado una gran eficacia en la mejora de la estabilidad de un fluido magnetorreológico. Los dos aditivos tienen bajo coste.

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un fluido magnetorreológico (FMR) que comprende partículas magnéticas dispersas en una fase líquida compuesta por aceite base, un modificador de la viscosidad y un agente estabilizante.

Por “agente estabilizante” se entiende en la presente invención, un aditivo que impide la agregación entre partículas magnéticas por adsorción sobre las mismas. Y por “modificador de la viscosidad” se entiende en la presente invención, un polímero soluble en aceite base que disminuye la velocidad de sedimentación de las partículas sólidas.

En una realización preferida el agente estabilizante es estearato de aluminio y el modificador de la viscosidad es un copolímero de estireno y fumarato, y más preferiblemente un copolímero de estireno y dialquil-fumarato.

En una realización aún más preferida el modificador de la viscosidad es una mezcla de dos polímeros, polímero de tipo poliéster, como puede ser el 2-alcoxi-dialquil-succinato y un copolímero de estireno y dialquil-fumarato (modificador de la viscosidad que en adelante denominaremos “PMV”), ambos aditivos se adsorben en la interfase partícula magnética/aceite evitando la agregación entre partículas magnéticas, y actúan además mejorando el mojado de las partículas metálicas por el aceite base.

El modificador de viscosidad “PMV” está caracterizado por ser una mezcla de dos polímeros, el primero un polímero de 2-alcoxi-dialquil-succinato con un peso molecular medio entre 1000 y 5000 g/mol y el segundo un copolímero de estireno y dialquil-fumarato con un peso molecular medio entre 80.000 y 130.000 g/mol. Por polímero de 2-alcoxi-dialquil-succinato se entiende en la presente invención un polímero formado por un solo monómero en el que tanto el radical alcoxi como los dos radicales alquílicos pueden contener entre ocho y doce átomos de carbono. Por copolímero de estireno y dialquil-fumarato se entiende un copolímero de bloque que contiene dos monómeros que son estireno y dialquil-fumarato, en este último el radical alquilo puede contener entre ocho y doce átomos de carbono.

Por “partículas magnéticas” se entiende en la presente invención cualquier partícula ferromagnética o ferrimagnética como pueden ser, pero sin limitarse, hierro, cobalto, níquel o aleaciones de los anteriores metales o bien ferritas magnéticas como por ejemplo magnetita, ferrita de cobalto, ferrita de níquel, ferrita de bario. En una realización preferida de la presente invención las partículas magnéticas son de hierro.

Los lubricantes que se proponen son suspensiones magnetorreológicas estables con contenidos de partículas magnéticas entre 10 % y 50 % del volumen total del FMR. Se ha comprobado que no existe una sedimentación significativa en periodos de hasta 20 días, ver ejemplos.

El lubricante magnetorreológico propuesto -como ocurre en otros productos comerciales- tiende a formar un sedimento, compuesto por las partículas más voluminosas presentes en la suspensión, tras largos periodos de almacenamiento. Sin embargo, dicho sedimento es muy poco compacto, lo que facilita la redispersión y homogeneización del producto de forma rápida y sin oponer

una resistencia mecánica elevada. Sin duda la ausencia de aditivos constituidos por partículas coloidales sólidas y la eficacia como dispersantes/estabilizantes de los compuestos solubles añadidos contribuyen de forma notable a la fácil redispersión del producto.

El comportamiento magnetorreológico del producto se caracteriza por: (i) en ausencia de campo magnético se comporta como un líquido prácticamente newtoniano con viscosidad y esfuerzo umbral mucho menores que la de otros lubricantes magnetorreológicos existentes en el mercado; (ii) en presencia de campo magnético débil (inducción magnética del campo externo menor de 21,5 mT) se obtienen esfuerzos umbrales (comportamiento plástico) y viscosidades menores que otros del mercado; (iii) bajo campos magnéticos elevados se alcanzan esfuerzos umbrales y viscosidades mayores que otros FMR del mercado.

Por tanto, el FMR de la presente invención es un producto que permite, por acción de un campo magnético, una variación en sus propiedades reológicas más amplia que en otros lubricantes magnetorreológicos. Ello permite modular una respuesta más versátil y proporcionada a la acción de esfuerzos mecánicos externos que la que poseen otros FMR comercializados (ver ejemplos).

En una realización preferida de la presente invención el fluido FMR comprende una fase líquida según se describe en la Tabla 1.

TABLA 1. Composición de la fase líquida del fluido magnetorreológico.

Compuesto	Cantidad
Aceite base	50%-90% volumen total FMR
Agente estabilizante: Estearato de aluminio	0,1 – 1 g/100mL de aceite base

Modificador de la viscosidad (“PMV”): polímero de 2-alcoxi-dialquil-succinato y copolímero de estireno y dialquil-fumarato	1-10 g/100 mL de aceite base
---	---------------------------------

Las concentraciones más preferidas del estearato de aluminio se encuentran entre 0,15 y 0,8 g/100 mL de aceite base y para el modificador de viscosidad PMV entre 1,5 y 8 g/100 mL de aceite base.

Las concentraciones aún más preferidas de estearato de aluminio se encuentran entre 0,2 y 0,5 g/100 mL de aceite base y para el PMV entre 2 y 5 g/100 mL de aceite base.

Se entiende por aceite base de la presente invención un aceite mineral o un aceite de silicona con un rango de viscosidad de entre 10 y 1000 mPa·s. En una realización preferida se añaden, al aceite base, aditivos anticorrosivos y antioxidantes como pueden ser, pero sin limitarse, aditivos de naturaleza amínica, fenólica o sus mezclas en un rango de concentración entre 0,25 y 5 g/100 mL de aceite base, pero preferiblemente entre 0,35 y 3 g/100 mL de aceite base, y más preferiblemente entre 0,5 y 1 g/100 mL de aceite base. La viscosidad del aceite base es preferiblemente de entre 20 y 100 mPa·s para su uso posterior en amortiguadores hidráulicos y entre 100 y 1000 mPa·s para su uso posterior en amortiguadores de fricción.

Las partículas magnéticas tienen un diámetro que varían entre 0,1 μm y 3 μm , y se encuentran en una proporción de entre 10% y 50 % del volumen total del FMR, y más preferentemente entre 10% y 30 % del volumen total.

Como se describe anteriormente, además del agente estabilizante y del

modificador de la viscosidad, también se pueden añadir otros aditivos al fluido magnetorreológico, tales como antioxidantes, anticorrosivos y mejoradores de fricción y que proporcionan al producto prestaciones específicas para la aplicación a que se destinen.

Otro aspecto de la presente invención proporciona un método de obtención del fluido magnetorreológico ya descrito en la presente invención que comprende los siguientes pasos:

- a. Mezclar aceite base con el agente estabilizante mediante agitación;
- b. Agregar el modificador de la viscosidad mediante agitación; y
- c. Agregar las partículas magnéticas en forma gradual mientras continúa la agitación.

Un tercer aspecto de la presente invención proporciona el uso del fluido magnetorreológico como lubricante para la fabricación de amortiguadores, preferiblemente en la fabricación de amortiguadores hidráulicos o amortiguadores de fricción.

A lo largo de las reivindicaciones y de la descripción de la presente invención, la palabra “comprende” y las variaciones de la misma, no pretenden excluir otros componentes o pasos. Los ejemplos y las figuras se proporcionan a modo de ilustración y no tienen el propósito de limitar la presente invención.

DESCRIPCION DE LAS FIGURAS

Fig. 1.- Representa la frecuencia relativa del circuito oscilante sensor en función del tiempo (“d” son días y “h” horas) de distintas muestras de FMR. Donde (a) 0,2 % p/v de AlSt (estearato de aluminio) + 2 % p/v de PMV + 32 % v/v de Fe; b) 0,2 % p/v AlSt + 2 % p/v de PMV + 25 % v/v de Fe; (c) 0,4 % p/v AlSt + 1 %

p/v de polímero de polialquénil succinimida poliol + 2 % p/v de PMV + 25 % v/v de Fe.

Fig. 2.- Representa la frecuencia relativa del circuito oscilante sensor en función del tiempo de distintas muestras de FMR. Donde (1) REPSOLYPF-UGR32%, bobina arriba; (2) REPSOLYPF-UGR32%, bobina abajo; (3) FMRCOM32%, bobina arriba; (4) FMRCOM32%, bobina abajo.

Fig. 3.- Representa la fuerza de penetración en sedimento en función del tiempo tras 30 días en reposo de los fluidos REPSOLYPF-UGR32% (trazo continuo) y FMRCOM32% (trazo discontinuo). **Fig. 3A.-** Se muestran tres ciclos de penetración-extracción; **Fig. 3B.-** detalle del primer ciclo.

Fig. 4.- Representa la fuerza de penetración en sedimento en función del tiempo para los fluidos REPSOLYPF-UGR32% (trazo continuo) y FMRCOM32% (trazo discontinuo). Se incluye el primer ciclo de penetración en muestras: **Fig. 4A.-** recién preparadas; **Fig. 4B.-** tras 15 días en reposo; **Fig. 4C.-** tras 30 días en reposo.

Fig. 5.- Representa el esfuerzo de cizalla frente a velocidad de deformación para los valores crecientes (“c”) de inducción magnética (B) del campo externo aplicado que se indican. **Fig. 5A.-** Para el fluido REPSOLYPF-UGR32 %; **Fig. 5B.-** Para el fluido FMRCOM32%.

Fig. 6.- Representa el esfuerzo de cizalla (a velocidad de deformación de 50 s^{-1}) en función de la inducción magnética (B) para las muestras **Fig. 6A.-** REPSOLYPF-UGR32% y **Fig. 6B.-** FMRCOM32%, para campo aplicado primero creciente (c) y después decreciente (d).

Fig. 7.- Representa el esfuerzo de cizalla en función de velocidad de deformación para campos externos de baja inducción

magnética (B entre 0 y 21,5 mT). **Fig. 7A.-** Para el fluido REPSOLYPF-UGR32%; **Fig. 7B.-** Para el fluido FMRCOM32%.

Fig. 8.- Representa el esfuerzo de cizalla (a velocidad de deformación de 50 s^{-1}) en función de la inducción magnética (B) para las muestras **Fig. 8A.-** REPSOLYPF-UGR32% y **Fig. 8B.-** FMRCOM32%; para campos magnéticos de baja intensidad.

Fig. 9.- Representa la fuerza en función de desplazamiento (D) en compresión (Comp.) y en tracción (Trac.) en un ensayo de fricción en amortiguador para valores crecientes ("c") de intensidad de corriente (I). **Fig. 9A.-** Para el fluido REPSOLYPF-UGR32 %; **Fig. 9B.-** Para el fluido FMRCOM32%.

Fig. 10.- Representa la fuerza (en posición $x = 0$) en compresión y tracción en función de intensidad de corriente en un ensayo de fricción en amortiguador para: (a) Fuerza en compresión-REPSOLYPF-UGR 25%; (b) Fuerza en tracción-REPSOLYPF-UGR 25%; (c) Fuerza en compresión-REPSOLYPF-UGR 32%; (d) Fuerza en tracción-REPSOLYPF-UGR 32%; (e) Fuerza en compresión-FMRCOM32%; (f) Fuerza en tracción- FMRCOM32%.

Fig. 11.- Representa la fuerza en función de desplazamiento en ausencia de campo magnético aplicado en un ensayo de caracterización en amortiguador en las etapas (et.) 2 a 6 para las muestras: **Fig. 11A.-** REPSOLYPF-UGR32%, **Fig. 11B.-** FMRCOM32%.

Fig. 12.- Representa la fuerza en función de desplazamiento en un ensayo de caracterización para intensidades de corriente crecientes en la etapa 2 para muestras: **Fig 12A.-** REPSOLYPF-UGR32%, **Fig 12B.-** FMRCOM32%.

Fig. 13.- Representa la fuerza en función de desplazamiento para intensidades de corriente crecientes en la etapa 3 de un ensayo de caracterización para muestras:

Fig 12A.- REPSOLYPF-UGR32%, **Fig 12B.-** FMRCOM32%.

Fig. 14.- Representa la fuerza en función de la velocidad para intensidades de corriente crecientes en la etapa 2 de un ensayo de caracterización para muestras de REPSOLYPF-UGR32 %.

Fig. 15.- Representa la fuerza máxima en función de la velocidad máxima obtenida para oscilaciones con distinta frecuencia, en las etapas 2 a 7 de un ensayo de caracterización, para las intensidades de corriente que se indican en un fluido REPSOLYPF-UGR32 %.

Fig. 16.- Representa la fuerza máxima en función de la intensidad de corriente en la etapa 7 de un ensayo de caracterización para los FMR: (a) Fuerza en compresión-REPSOLYPF-UGR 25%; (b) Fuerza en tracción-REPSOLYPF-UGR 25%; (c) Fuerza en compresión-REPSOLYPF-UGR 32%; (d) Fuerza en tracción-REPSOLYPF-UGR 32%; (e) Fuerza en compresión-FMRCOM32%; (f) Fuerza en tracción- FMRCOM32%.

Fig. 17.- Representa un ensayo de histéresis en amortiguador con el fluido REPSOLYPF-UGR32% sin aplicar campo magnético. **Fig. 17A.-** en las etapas 2 a 5, con una frecuencia de 1,5 Hz; **Fig. 17B.-** etapas 6 a 10, con una frecuencia de 12 Hz.

Fig. 18.- Representa un ensayo de histéresis con el fluido FMRCOM32% sin aplicar campo magnético. **Fig. 18A.-** en las etapas 2 a 5, con una frecuencia de 1,5 Hz; **Fig. 18B.-** etapas 6 a 10, con una frecuencia de 12 Hz.

Fig. 19.- Representa la fuerza en función de la velocidad para intensidades de corriente: 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6 A, respectivamente, en la etapa 2 de un ensayo de histéresis y para: **Fig. 19A.-** el fluido REPSOLYPF-UGR32 %; **Fig 19B.-** el fluido FMRCOM32%.

Fig. 20.- Representa la fuerza en función de la velocidad para intensidades de corriente: 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6 A, respectivamente, en la etapa 6 de un ensayo de histéresis y para: **Fig. 20A.-** el fluido REPSOLYPF-UGR32 %; **Fig 20B.-** el fluido FMRCOM32%.

Fig. 21.- Representa la fuerza máxima en función de la velocidad máxima en cada etapa de un ensayo de histéresis, etapas 2 a 5, para las intensidades de corriente que se indican, para el fluido REPSOLYPF-UGR32 %.

Fig. 22.- Representa la fuerza máxima en función de la velocidad máxima en cada etapa de un ensayo de histéresis para las intensidades de corriente que se indican en las etapas 6 a 10, respectivamente, para el fluido REPSOLYPF-UGR32%.

Fig. 23.- Representa la fuerza máxima en función de la intensidad de corriente de corriente en las etapas 2 y 10 de un ensayo de histéresis, para los fluidos REPSOLYPF-UGR y FMRCOM32%: (a) Fuerza en compresión-REPSOLYPF-UGR 32%, 1,5 Hz; (b) Fuerza en tracción-REPSOLYPF-UGR 32%, 1,5 Hz; (c) Fuerza en compresión-FMRCOM32%, 1,5 Hz; (d) Fuerza en tracción-FMRCOM32%, 1,5 Hz; (e) Fuerza en compresión-REPSOLYPF-UGR 32%, 12 Hz; (f) Fuerza en tracción- REPSOLYPF-UGR 32%, 12 Hz; (g) Fuerza en compresión-FMRCOM32%, 12 Hz; (h) Fuerza en tracción- FMRCOM32%, 12 Hz.

EJEMPLOS

A continuación se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que pone de manifiesto la efectividad del nuevo fluido magnetorreológico (FMR) de la presente invención.

EJEMPLO 1.-

Se procedió a la formulación de dos fluidos FMRs con las siguientes composiciones:

- Formulación REPSOLYPF-UGR32%. Concentración de hierro: 32% en fracción de volumen total del FMR; concentración de estearato de aluminio (AlSt): 0,2 g en 100 mL de aceite base; concentración de modificador de viscosidad PMV: 2 g en 100 mL de aceite base. El aceite base es un aceite mineral de REPSOLYPF-YPF de viscosidad 23,5 mPa·s.
- La formulación REPSOLYPF-UGR25%. Contiene un 25% de hierro en fracción de volumen total del FMR; la misma concentración de AlSt que el anterior y una concentración de modificador de viscosidad PMV de 4 g en 100 mL de aceite base. El aceite base es un aceite mineral de REPSOLYPF de viscosidad 23,5 mPa·s.

La fase sólida contenía partículas micrométricas de hierro con una muy ancha distribución de tamaños, utilizando partículas coloidales de hierro (obtenidas a partir de precursores de hierro carbonilo) en una concentración que varía entre el 10 % y el 50 % en fracción de volumen de hierro ϕ (la concentración en gramos de hierro por cada 100 mL de suspensión se obtiene multiplicando ϕ por la densidad del hierro: 7,5 g/cm³). Estas partículas de hierro tenían las siguientes propiedades, descritas en la Tabla 2.

TABLA 2. Composición química, distribución de tamaño y densidad de las partículas de hierro.

Elemento	Concentración (% peso)
Hierro	Min. 97.5
Carbono	0.7 - 1.0
Nitrógeno	0.7 - 1.0
Oxígeno	0.3 - 0.5
Distribución de tamaño de partícula	
Percentil 10 (10% menor que)	<1.0 μm
Percentil 50 (50% menor que)	<2.0 μm
Percentil 90 (90% menor que)	<3.0 μm
Densidad	
“Tap Density”	3.0 - 3.5 g/cm ³
“True Density”	min. 7.5 g/cm ³

Se puso a punto un protocolo simple y sistemático de preparación de las suspensiones que optimiza el mojado de las partículas de hierro, lo que contribuye a la homogeneidad de los FMR resultantes (REPSOLYPF-UGR32% y REPSOLYPF-UGR25%) y, en consecuencia, a su estabilidad y mejor respuesta MR.

Se partió de un aceite base con una viscosidad de 23 mPa·s al que se le añadió los aditivos anticorrosivos y antioxidantes, que mejoran la estabilidad térmica y oxidativa de esta, estos aditivos fueron una mezcla de naturaleza amínica y fenólica.

Posteriormente se mezcló el aceite base y estearato de aluminio durante un tiempo mínimo de 10 minutos mediante un agitador mecánico a 200 rpm.

Después se añadió el modificador de viscosidad PMV mientras se agitó durante un tiempo mínimo de 10 minutos en las mismas condiciones.

Y por último se añadieron las partículas de hierro gradualmente bajo agitación por un periodo de tiempo mínimo de 10

minutos en las condiciones anteriormente mencionadas.

La composición resultante de este procedimiento fue un fluido con una fase líquida, como se describe en la Tabla 1, contiene dos aditivos específicos para esta aplicación disueltos en el aceite base: estearato de aluminio y un modificador de viscosidad (PMV).

Para comparar las propiedades de las dos formulaciones se utilizó uno de los productos comercializados a partir de una de las patentes antes citadas (USA No. 6,547,986 B1, Abril 2003), este producto comercial contiene una concentración del 32 % de hierro en fracción de volumen total del fluido y en adelante nos referiremos a él como FMRCom32%.

EJEMPLO 2.- SEDIMENTACIÓN.

Se diseñó un equipo específico para la medida de sedimentación en FMR concentrados (opacos) basado en fenómenos de inducción electromagnética (equipo reivindicado en la solicitud de patente P2006601189). El método consiste esencialmente en medir la frecuencia de resonancia en función del tiempo de sedimentación en un circuito paralelo formado por una bobina y un condensador. La bobina rodea el tubo de ensayo en que se encontraban las siguientes muestras del FMR (Figura 1):

(a) 0,2 % p/v de AlSt (estearato de aluminio) + 2 % p/v de PMV + 32 % v/v de Fe (“REPSOLYPF-UGR32%”);

(b) 0,2 % p/v AlSt + 2 % p/v de PMV + 25 % v/v de Fe;

(c) 0,4 % p/v AlSt + 1 % p/v de polímero de polialquénil succinimida polioliol (es un dispersante distinto del polímero PMV al que llamaremos “PD”) + 2 % p/v de PMV + 25 % v/v de Fe.

Se calculó una frecuencia relativa f_r como el cociente entre la frecuencia inicial (suspensión homogénea) y la frecuencia en cualquier instante posterior. La frecuencia

relativa depende exclusivamente de la fracción de volumen de partículas magnéticas (ϕ) en la zona de la suspensión rodeada por la bobina sensora, de forma que f_r decrece cuando disminuye ϕ y viceversa.

Se consiguió un FMR estable durante un tiempo no inferior a 20 días con contenidos de hierro en fracción de volumen del 25 % y 32 % –véanse **Figuras 1 y 2**. La Figura 1 ilustra un ejemplo de este comportamiento. En la Figura 2 se comparan los ensayos de sedimentación de las muestras REPSOLYPF-UGR32% y FMRCOM32%. En este caso se muestran los resultados de las medidas tomadas simultáneamente con dos bobinas sensoras situadas en la parte superior e inferior del tubo de ensayo que contiene a las suspensiones. Cómo se pudo observar, para la muestra de REPSOLYPF-UGR32% no se apreciaban diferencias significativas entre las medidas tomadas con ambas bobinas. Por el contrario, en el caso de la muestra FMRCOM32% se apreció un aumento significativo en los valores de f_r tomados en la bobina inferior, lo que indicaba que la concentración de hierro en el fondo de la suspensión crece más rápidamente en esta muestra comercial que en nuestro producto. Por tanto, podemos concluir que en el fluido REPSOLYPF-UGR32% se mantuvo la homogeneidad (sedimentación despreciable) durante al menos 20 días, mientras que en FMRCOM32% no se obtuvo un resultado tan óptimo.

Se ensayó el efecto de la adición de otros dispersantes de tipo polimérico, como se ve en la Figura 1, como el caso de polímero de polialquénil succinimida polioli (“PD”), con objeto de mejorar aún más la estabilidad de las suspensiones. Se comprobó que en suspensiones que contienen una fracción de volumen de hierro de más del 20 % la adición de esos otros dispersantes provocaba una sedimentación más rápida en las suspensiones, es decir, se produce un

efecto sinérgico negativo al disolverlos en el aceite base junto a los otros compuestos mencionados en la Tabla 1.

EJEMPLO 3.- REDISPERSIÓN

En la bibliografía sobre las aplicaciones tecnológicas de los FMR se menciona frecuentemente que uno de los principales factores limitativos de estos fluidos para su uso como lubricantes reside, incluso más que en evitar que sedimenten, en la dificultad de redispersión de los mismos tras largo tiempo en reposo. Esta dificultad proviene de dos fenómenos fundamentalmente: (i) la existencia de agregados entre partículas magnéticas que coagulan por acción de la magnetización remanente de las mismas; y/o (ii) tras largo tiempo de uso, en aquellos FMR que contienen partículas coloidales que forman geles espesantes (sílice, arcillas orgánicas) para impedir la sedimentación, suelen aparecer sedimentos cada vez más compactos por desgaste del material sólido no magnético. Sin embargo, no existen que sepamos estudios cuantitativos sobre la rigidez de los sedimentos formados en FMR. De ahí que hayamos procedido a estudiar la rigidez del sedimento tras distintos tiempos en reposo de los lubricantes.

Este ejemplo consistió en realizar pruebas de penetración. Para ello se midió la fuerza necesaria para penetrar el sedimento con una aguja estándar en función del tiempo. La aguja utilizada estaba compuesta por un vástago cilíndrico al que se acoplaba una punta cónica. El vástago tenía una longitud de 58 mm y diámetro 3,0 mm; la punta cónica tenía 25,4 mm de longitud y 4,00 mm de diámetro máximo. El peso del conjunto vástago-punta fue de 2,50 g. El vástago se unió verticalmente y por debajo a una balanza de precisión Mettler AE163 (sensibilidad $\pm 0,1$ mg).

Las suspensiones a ensayar se introdujeron en tubos de ensayo (altura 40 mm; diámetro 9 mm) acoplados a un motor eléctrico que permitió elevarlos verticalmente a una velocidad de 10 mm/s. Antes de iniciar cada ensayo la balanza se puso a cero y a continuación se hizo ascender el tubo de ensayo de modo que la aguja iba penetrando en la suspensión. Se registró la fuerza necesaria para penetrar en la suspensión en función del tiempo. En cada ensayo se procedió a efectuar tres ciclos consecutivos de penetración/extracción de la aguja.

En la Figura 3(a) se representa la fuerza de penetración en función del tiempo en tres ciclos consecutivos de penetración/extracción de la aguja para las muestras REPSOLYPF-UGR32% y FMRCOM32% que llevaban 30 días en reposo. Como se observó la fuerza de penetración siempre fue mayor en el FMRCOM32% que en REPSOLYPF-UGR32% con igual concentración de hierro.

No obstante, conviene analizar en detalle la gráfica para un análisis más exacto. Para ello, en la Figura 3(b) se muestra un detalle del primer ciclo de penetración que aparecía en la Figura 3(a). En la zona recuadrada a la izquierda de la gráfica se puede observar que, mientras que en el fluido FMRCOM32% se produce un ascenso brusco y monótono en la relación fuerza-tiempo, en el fluido REPSOLYPF-UGR32% existe primero un ascenso lento (menor pendiente fuerza-tiempo) seguido de otro tramo en que la pendiente es mayor. Este cambio de pendiente fue debido a la penetración en el líquido sobrenadante seguido de la penetración progresiva en el sedimento. En el recuadro de la derecha de la Fig. 3(b) (valores negativos de fuerza) se muestra otra diferencia relevante entre los dos fluidos. El pico con fuerzas negativas en la fase de extracción de la aguja indica que esta arrastra fluido

adherido a sus paredes. Si tenemos en cuenta que el sedimento en el fluido comercial es más compacto (véase en Fig. 3(a) que en penetración se alcanzan picos de fuerza mucho mayores que para el fluido REPSOLYPF-UGR32%), es lógico que al extraer la aguja esta arrastre mayor masa de sedimento.

En resumen, la Figura 3 muestra que, aunque en el fluido REPSOLYPF-UGR32% existe una pequeña zona superior de separación de fases, el sedimento es menos compacto que en el fluido comercial FMRCOM32%. En consecuencia, será más fácil de redispersar obteniéndose un fluido más homogéneo en el primer ciclo de funcionamiento en el amortiguador, por lo que es de esperar una respuesta más regular en el funcionamiento oscilante del amortiguador.

En la Figura 4 se comparan los resultados obtenidos en el primer ciclo de penetración en mías muestras recién homogeneizadas (Fig. 4a), a los 15 días (Fig. 4b) y 30 días (Fig.4c) de reposo en el tubo de ensayo. Los datos de esta figura muestran claramente que el sedimento del fluido REPSOLYPF-UGR32% era significativamente menos compacto (véase que el pico en la gráfica fuerza-tiempo se produce a valores de fuerza mucho menores) que el formado en el fluido comercial.

EJEMPLO 4.- PROPIEDADES MAGNETORREOLÓGICAS.

Ejemplo 4a.- Campos magnéticos intensos.

En la Figura 5 mostramos los reogramas (esfuerzo de cizalla en función de velocidad de deformación) de los dos fluidos que contienen un 32 % de hierro (REPSOLYPF-UGR32% y FMRCOM32%) bajo la acción de campos magnéticos de intensidad creciente. Estos reogramas se obtuvieron en un magnetorreómetro (modelo MCR300 de

Physica-Anton Paar, Alemania) utilizando la geometría de platos paralelos.

Se observó cómo el esfuerzo necesario para hacer fluir las muestras (esfuerzo umbral) aumentó en varios órdenes de magnitud al aplicar campos magnéticos externos con inducción magnética de hasta $B = 431$ mT. Entendemos por esfuerzo umbral el esfuerzo de cizalla necesario para que se produzca una velocidad de deformación, $d\gamma/dt$, observable en la escala de tiempo de la aplicación industrial del fluido.

Tomando como valor de referencia el valor del esfuerzo de cizalla necesario para alcanzar una velocidad de deformación de 50 s^{-1} en la Figura 6 se representan los valores de dicho esfuerzo obtenidos al recorrer un ciclo completo de campo magnético creciente y después decreciente. Se obtuvieron los ciclos que se muestran en dicha Figura 6 en la que se comparan los resultados magnetorreológicos obtenidos para el fluido de REPSOLYPF-UGR32% frente a los del fluido FMRCOM32%. Como se puede observar, se alcanzaron valores de esfuerzo de cizalla más elevados en el lubricante REPSOLYPF-UGR32% ($\sigma_{\text{máximo}} = 46300$ Pa, para $B = 432$ mT), que en el comercial ($\sigma_{\text{máximo}} = 35900$ Pa). La anchura del ciclo de histéresis fue similar en REPSOLYPF-UGR32% [$\Delta\sigma$ (para $B = 215$ mT) = 3300 Pa] y en el FMRCOM32% [$\Delta\sigma$ (para $B = 215$ mT) = 3500 Pa]. El ciclo de histéresis es relativamente estrecho y similar en ambos productos.

Se observó el importante incremento de esfuerzo umbral que se consiguió al aumentar el campo magnético. El fluido de la presente invención se comportó como un FMR prácticamente ideal: en ausencia de campo es un fluido newtoniano (esfuerzo umbral despreciable) y al crecer el campo magnético se convierte en un fluido

plástico con esfuerzo umbral que puede alcanzar valores muy elevados.

Ejemplo 4b.- Campos magnéticos de baja intensidad.

Las Figuras 7 y 8 representan los resultados obtenidos para campos magnéticos de baja intensidad. El FMR REPSOLYPF-UGR32% desarrolló, para campos magnéticos con $B < 21,5$ mT, menores esfuerzos umbrales (Figuras 7a y 8a) que el del fluido comercial (Figuras 7b y 8b). En cambio, para valores elevados de campo (Figura 6) se alcanzaron valores de esfuerzo umbral más elevados. Tenemos, por tanto, un lubricante REPSOLYPF-UGR32% con un más amplio intervalo de respuesta magnetorreológica, desde lubricante prácticamente newtoniano, para campo nulo, hasta lubricante no-newtoniano de tipo plástico con muy elevado esfuerzo umbral y viscosidad, bajo campo magnético intenso, que la que posee el producto comercial que hemos empleado para comparar.

EJEMPLO 5.- PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS: ENSAYOS EN AMORTIGUADOR.

Se realizaron ensayos de los FMR formulados por REPSOLYPF-UGR, y se compararon en algunos casos con el fluido de FMRCOM32%, en un amortiguador magnetorreológico para automóvil de tipo monotubo presurizado modelo “MagneRide” fabricado por Delphi (USA). La temperatura de medida fue en todos los casos de $40 \text{ }^\circ\text{C}$. A tal efecto, todos los ensayos en amortiguadores incluyen una etapa previa de homogeneización y calentamiento. Las medidas se realizaron en un dispositivo MTS 835 con unidad de presión MTS 505.11 (MTS Systems Corp., USA). Los ensayos realizados se describen a continuación.

Ejemplo 5a.- Ensayo de fricción.

Este ensayo se realizó a muy baja velocidad, con objeto de medir esfuerzos internos distintos de los puramente hidráulicos. Tal sería el caso de un ensayo de fricción, en un amortiguador convencional. El amortiguador se sujetó con dobles rótulas para evitar esfuerzos debidos a desalineamientos. No se aplicó en este caso ningún tipo de carga lateral. Se mantuvo velocidad constante de 0,4 mm/s y amplitud de 20 mm, de modo que el periodo de oscilación es de 100 s. En la Figura 9 se muestran los resultados de fuerza en función de desplazamiento en compresión y tracción, en ausencia de campo magnético (intensidad de corriente en bobina del amortiguador $I = 0$) y para campos magnéticos crecientes (intensidad de corriente en la bobina del amortiguador entre 0,5 y 6 Amperios: 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6A). Lo más destacable es que, incluso para elevadas intensidades de corriente, el amortiguador con el fluido REPSOLYPF-UGR32% mostraba un comportamiento regular sin oscilaciones notables en las curvas fuerza-desplazamiento (no se observaron picos en las curvas) que con el lubricante de comercial FMRCOM32%. De los datos de gráficas como la de la Figura 9, se extrajeron los valores de fuerza al paso por la posición de desplazamiento nulo para las distintas intensidades de corriente que se muestran en la Figura 10, tanto para el FMRCOM32% como para REPSOLYPF-UGR25% y REPSOLYPF-UGR32%. Se pudo observar que la respuesta del amortiguador con los dos lubricantes REPSOLYPF-UGR fue más intensa para intensidades de corriente menores de 2 A, mientras que ocurrió lo contrario para intensidades mayores de 3A.

Estos ensayos mostraban la tendencia a la agregación de partículas en el fluido comercial FMRCOM32%. Los ensayos dinámicos demostraban como estas estructuras se rompían al aplicar cierta cizalla, dando una respuesta en fuerza

errática. La formación de estructuras que se alineaban en la dirección del campo magnético y se destruyeron rápidamente al aplicar pequeñas deformaciones, en caso del fluido comercial, daban como resultado las curvas irregulares de la gráficas 9b. En caso del fluido de la presente patente REPSOLYPF-UGR, tanto al 25 % como al 32% de hierro, proporcionaban una respuesta monótonamente creciente y sin irregularidades en todo el rango de funcionamiento (de 0 a 6A de intensidad de corriente y 12V de voltaje).

Ejemplo 5b: Ensayo de caracterización

En este ensayo, tras la etapa de calentamiento (etapa 1), se aplicó una excitación sinusoidal con frecuencias crecientes: 0,3678 Hz (etapa 2), 0,9266Hz (etapa 3), 1,853Hz (etapa 4), 2,779Hz (etapa 5), 3,7 Hz (etapa 6) y 7,413 Hz (etapa 7), con una amplitud constante de 45 mm, y velocidades de 52 mm/s (etapa 2), 131 mm/s (etapa 3), 262 mm/s (etapa 4), 393 mm/s (etapa 5), 524 mm/s (etapa 6) y 1048 mm/s (etapa 7), respectivamente.

Las Figuras 11 representa la dependencia entre fuerza y desplazamiento en las etapas 2 a 6 para el fluido REPSOLYPF-UGR32% (Figura 11a) y FMRCOM32% (Figura 11b) en ausencia de campo magnético. Se observó la existencia de irregularidades en el fluido comercial FMRCOM 32% para las etapas realizadas a mayor velocidad. Por otra parte, los valores de fuerza fueron más elevados para el fluido REPSOLYPF-UGR32%.

Las Figuras 12 representa las curvas fuerza en función del desplazamiento obtenidas en la etapa 2 para intensidades de corriente crecientes (de 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6A) para los mismos dos fluidos, REPSOLYPF-UGR32%(Figura 12a) y FMRCOM32% (Figura 12b). Son notables dos hechos: (i) se alcanzaron valores de fuerza más elevados a una misma intensidad de corriente dada en el fluido

REPSOLYPF-UGR32R% que en el comercial FMRCOM32%; y (ii) no se apreciaba respuesta irregular alguna ni siquiera para elevadas intensidades de corriente en el lubricante REPSOLYPF-UGR32%, mientras que la respuesta fue irregular en el fluido comercial FMRCOM32% (ver las curvas a elevada intensidad de corriente en la Figura 12b).

Las Figuras 13 muestran los resultados obtenidos en la etapa 3 de este ensayo, a una mayor frecuencia, 0,9266Hz y velocidad 131 mm/s) de los que se pudo extraer conclusiones similares a los de la Figura 12: (i) se alcanzaron valores de fuerza más elevados a una misma intensidad de corriente dada en el fluido REPSOLYPF-UGR32R% que en el comercial FMRCOM32%; y (ii) no se apreciaba respuesta irregular alguna ni siquiera para elevadas intensidades de corriente en el lubricante REPSOLYPF-UGR32%, mientras que la respuesta fue irregular en el fluido comercial FMRCOM32%.

La Figura 14 muestra los resultados obtenidos en la etapa 2 de este ensayo de caracterización de la fuerza en función de la velocidad para intensidades de corriente crecientes, de 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6A, en una muestra de lubricante REPSOLYPF-UGR32%, en las que de nuevo se observó la ausencia de irregularidades en la respuesta del amortiguador. De gráficas como ésta, se pudieron obtener los datos que se representan en la Figura 15, en la que se representa la relación entre fuerza máxima y velocidad máxima para las etapas 2 a 7 para las distintas intensidades de corriente de 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 y 6A, para el lubricante REPSOLYPF-UGR32%. A partir de gráficas como las de la Figura 15 se pudo obtener la gráfica de la Figura 16, que representa la fuerza máxima en función de la intensidad de corriente para oscilaciones de 7,413 Hz (etapa 7). En esta Figura 16 queda de manifiesto que la respuesta del lubricante es más intensa (valores de fuerza más elevados) en los

lubricantes REPSOLYPF-UGR (tanto con 25% como con 32% de hierro) que en el lubricante comercial FMRCOM32% para oscilaciones sinusoidales de hasta 7,4 Hz.

Ejemplo 5c.- Ensayo de histéresis.

En este ensayo, tras la etapa 1 de calentamiento, se aplicó una excitación en desplazamiento con frecuencia constante (1,5 Hz en las etapas 2 a 5 y 12 Hz en etapas 6-10). Para ambas frecuencias se aumentó la amplitud de la carrera en cada una de las etapas, siendo para la frecuencia de 1,5 Hz de: 10.61 mm (etapa 2), 21.22 mm (etapa 3), 42.22 mm (etapa 4), 63.66 mm (etapa 5), hasta obtener las siguientes velocidades máximas: 50 mm/s (etapa 2), 100 mm/s (etapa 3), 200 mm/s (etapas 4), 300 mm/s (etapa 5). Para la frecuencia de 12 Hz las velocidades máximas y las amplitudes fueron respectivamente: 100 mm/s y 2,653 mm (etapa 6), 200 mm/s y 5,305 mm (etapa 7), 350 mm/s y 9,284 mm (etapa 8), 550 mm/s y 14,589 mm (etapa 9) y 750 mm/s y 19,89 mm(etapa 10).

Las Figuras 17 y 18 representan, a modo de ejemplo, la dependencia entre fuerza y velocidad en las etapas 2 a 5 (1,5 Hz) y 6 a 10 (12 Hz) para el lubricante REPSOLYPF-UGR32% y para el FMRCOM32% en ausencia de campo magnético aplicado. De manera similar se pudo obtener las curvas fuerza-velocidad cuando se pasó corriente (entre 0 y 6A) por la bobina del amortiguador.

Las Figuras 19 muestran los resultados obtenidos en la etapa 3 para ambos fluidos, REPSOLYPF-UGR32% y FMRCOM32%, y las Figuras 20 para la etapa 6. En estas figuras se puede observar la diferencia entre ambos fluidos: ausencia de picos en las curvas fuerza-velocidad y mayor intervalo de valores de fuerza alcanzados en el fluido REPSOLYPF-UGR32%, lo que permite una respuesta más versátil y proporcionada a impulsos mecánicos externos.

A partir de gráficas como las mostradas en las Figuras anteriores, Figura 19 y Figura 20, se obtuvieron los datos que se representan en las Figuras 21 y 22 para la relación entre fuerza máxima y velocidad máxima en los ensayos a 1,5 Hz, en la Figura 21, y 12 Hz, en el Figura 22, para intensidad de corriente en el intervalo de 0 A a 6 A para el fluido REPSOLYPF-UGR32%.

Finalmente, en la Figura 23 se compararon la relación entre fuerza e intensidad de corriente para los lubricantes que contienen un 32 % de hierro (REPSOLYPF-UGR32% y FMRCOM32%) en dos de las etapas realizadas: etapa 2 (1,5 Hz; $v_{\max} = 50$ mm/s) y etapa 10 (12 Hz; $v_{\max} = 1048$ mm/s). Se observó que, tanto a bajas como altas frecuencias, la respuesta del lubricante REPSOLYPF-UGR32% fue más intensa en todo el amplio intervalo de intensidades de corriente ensayado que la del fluido comercial FMRCOM32%.

La amplia gama de ensayos tribológicos efectuados en un amortiguador magnetorreológico comercial para automóviles permiten concluir que el FMR descrito en la presente invención muestra una respuesta regular, sin picos en ciclos fuerza-desplazamiento o fuerza-velocidad, bajo la acción de fuerzas externas en un amplio rango de amplitudes y frecuencias de excitación. Sometido a oscilaciones sinusoidales posee una respuesta más intensa, tanto a bajas frecuencias (aprox. 1 Hz) como elevadas (aprox. 12 Hz), que otros del mercado. Ello implica que se puede conseguir una respuesta de intensidad comparable a otros del mercado con concentraciones de hierro significativamente menores, lo que reduce problemas de oxidación y degradación del lubricante.

REIVINDICACIONES

1. Fluido magnetorreológico (FMR) donde las partículas magnéticas

están dispersas en una fase líquida que comprende: un aceite base, un modificador de la viscosidad y un agente estabilizante.

2. Fluido según la reivindicación 1, donde el modificador de la viscosidad es un copolímero de estireno y fumarato.
3. Fluido según la reivindicación 2, donde el fumarato es dialquil-fumarato.
4. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 2 o 3, donde el modificador de la viscosidad además comprende un polímero de poliéster.
5. Fluido según la reivindicación 4, donde el polímero de poliéster es el 2-alcoxi-dialquil-succinato.
6. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde el modificador de viscosidad está en una proporción de entre 1 % y 10 % (p/v) de aceite base.
7. Fluido según la reivindicación 6, donde el modificador de viscosidad está en una proporción de entre 2% y 5% (p/v) de aceite base.
8. Fluido según la reivindicación 1, donde el agente estabilizante es estearato de aluminio.
9. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 8, donde el agente estabilizante está en una proporción de entre 0,1% y 1 % (p/v) de aceite base.
10. Fluido según la reivindicación 9, donde el agente estabilizante está en una proporción de entre 0,2% y 0,5% (p/v) de aceite base.
11. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde el

- aceite base es un aceite mineral o un aceite de silicona.
12. Fluido según la reivindicación 11, donde el aceite base está en una proporción de entre 50 % y 90 % del volumen total del FMR.
 13. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde al aceite base se añaden aditivos anticorrosivos y antioxidantes.
 14. Fluido según la reivindicación 13, donde los aditivos son de naturaleza amínica, fenólica o sus mezclas.
 15. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 13 o 14, donde los aditivos están en una proporción menor de 5 g/100 mL de aceite base.
 16. Fluido según la reivindicación 1, donde las partículas magnéticas son de hierro.
 17. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 16, donde el diámetro de las partículas magnéticas varían entre 0,1 μm y 3 μm .
 18. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1, 16-17, donde las partículas magnéticas están en una proporción de entre 10 y 50 % del volumen total del FMR.
 19. Fluido según la reivindicación 18, donde las partículas magnéticas están en una proporción de entre 10 y 30% de volumen total del FMR.
 20. Método de obtención del fluido magnetorreológico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 19, que comprende los siguientes pasos:
 - a. Mezclar aceite con el agente estabilizante mediante agitación;
 - b. Agregar el modificador de la viscosidad mediante agitación; y
 - c. Agregar las partículas magnéticas en forma gradual mientras continua la agitación.
 21. Uso del fluido magnetorreológico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 19 como lubricante en la fabricación de amortiguadores.
 22. Uso del fluido magnetorreológico según la reivindicación 21, donde los amortiguadores son hidráulicos o de fricción.

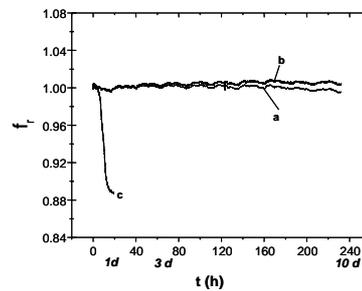


Fig.1

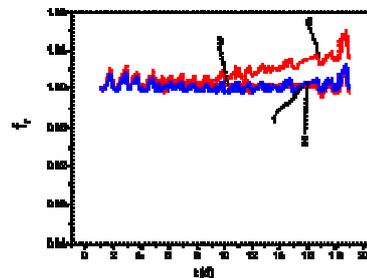


Fig.2

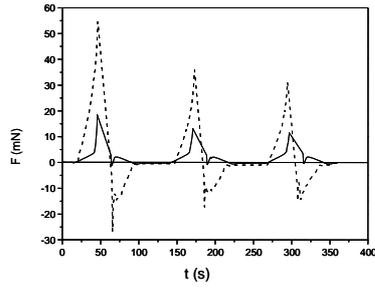


Fig.3A

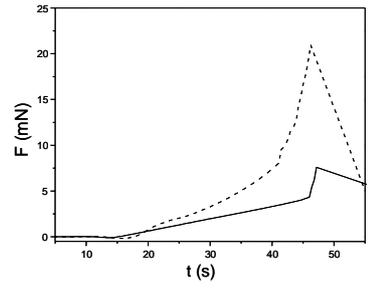


Fig.4B

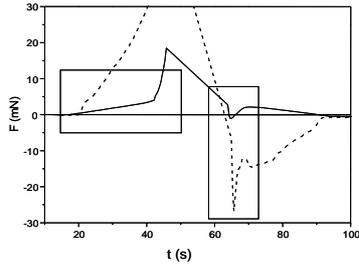


Fig.3B

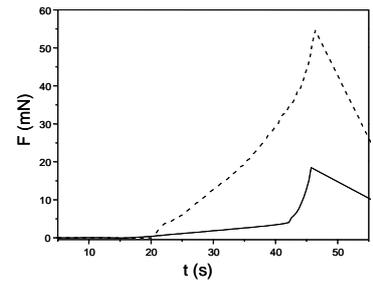


Fig.4C

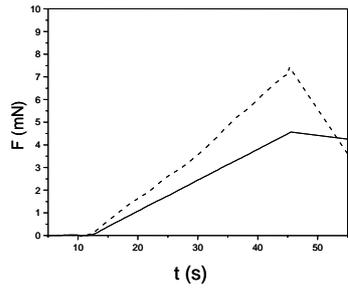


Fig.4A

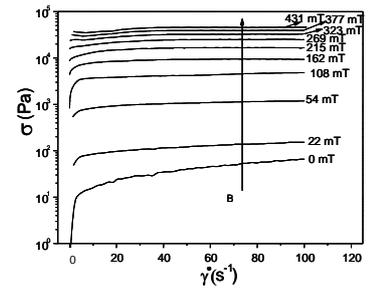


Fig.5A

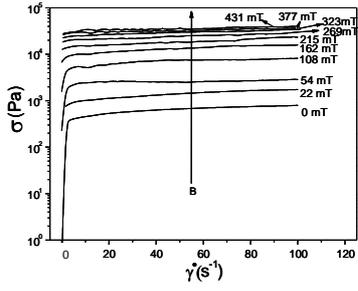


Fig.5B

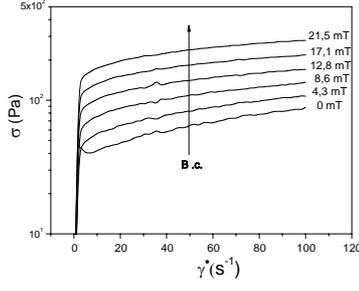


Fig.7A

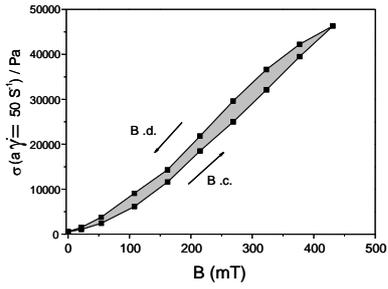


Fig.6A

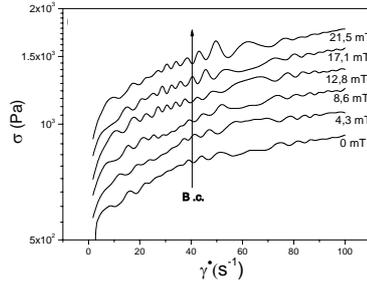


Fig.7B

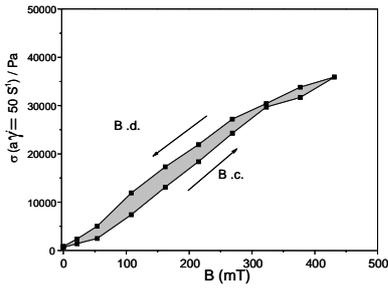


Fig.6B

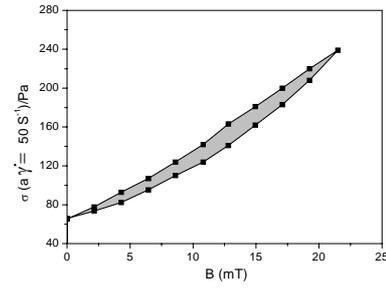


Fig.8A

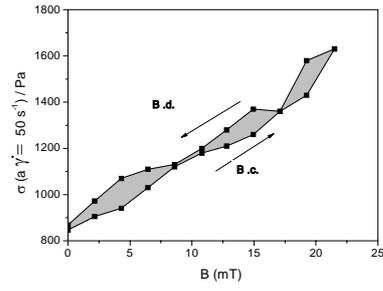


Fig.8B

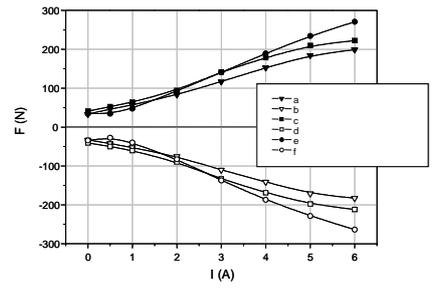


Fig.10

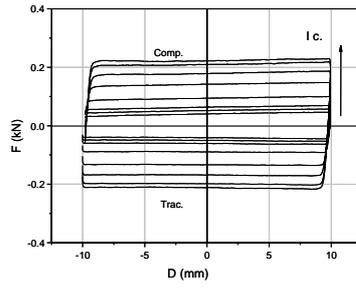


Fig.9A

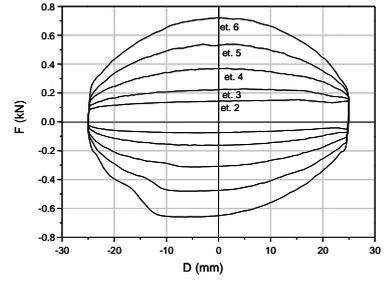


Fig.11A

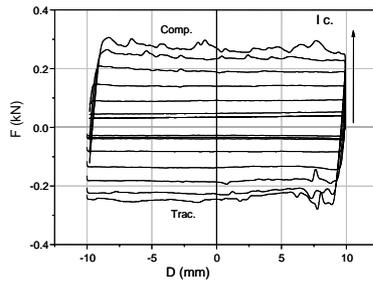


Fig.9B

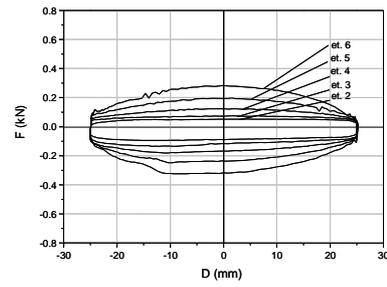


Fig.11B

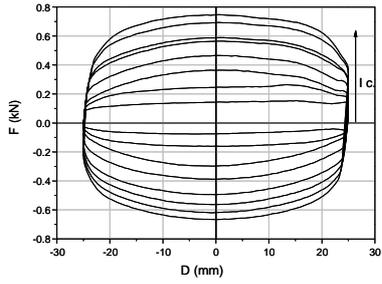


Fig.12A

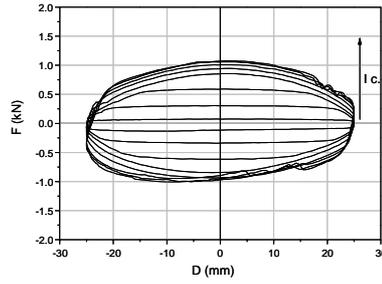


Fig.13B

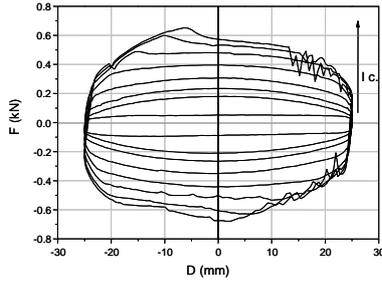


Fig.12B

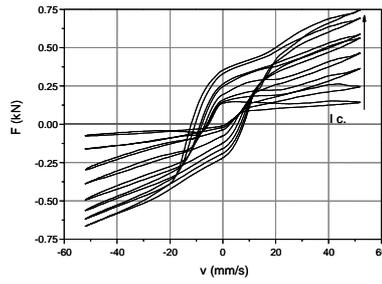


Fig.14

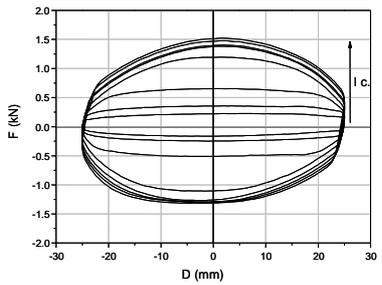


Fig.13D

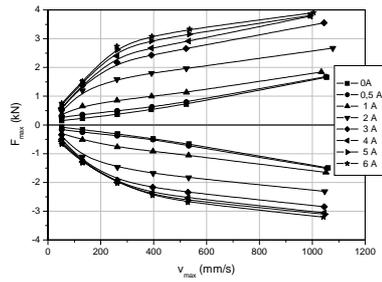


Fig.15

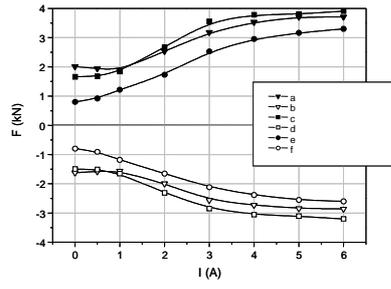


Fig.16

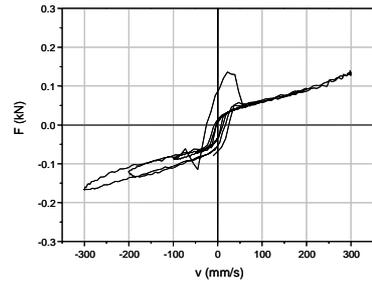


Fig.18A

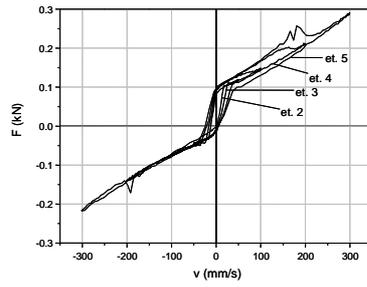


Fig.17A

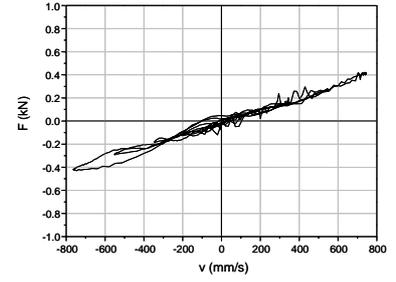


Fig.18B

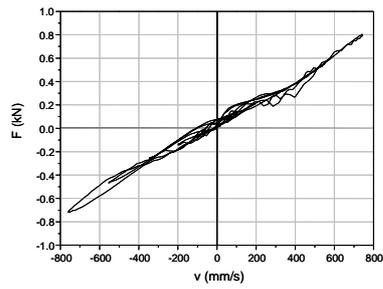


Fig.17B

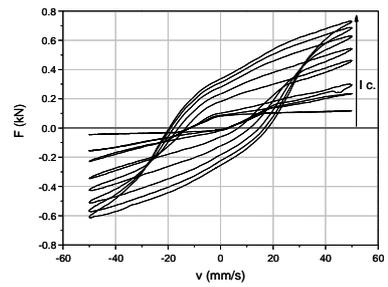


Fig.19A

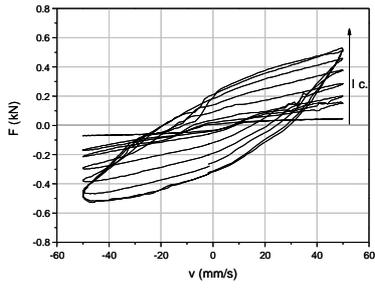


Fig.19B

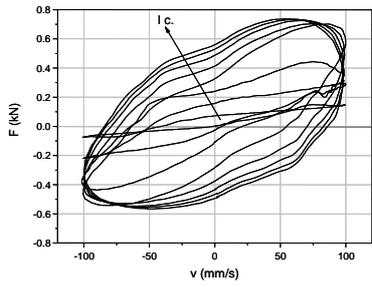


Fig.20A

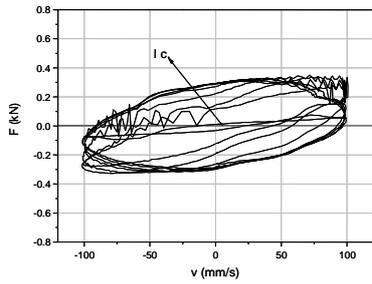


Fig.20B

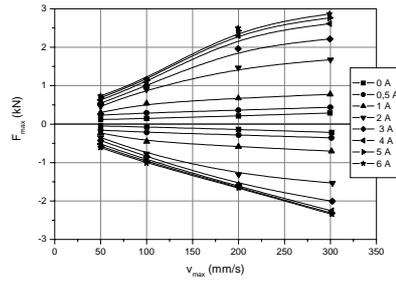


Fig.21

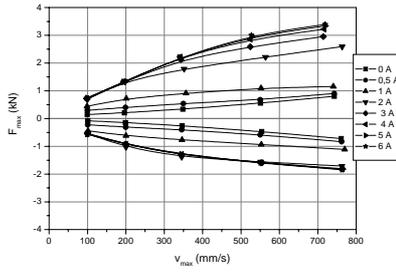


Fig.22

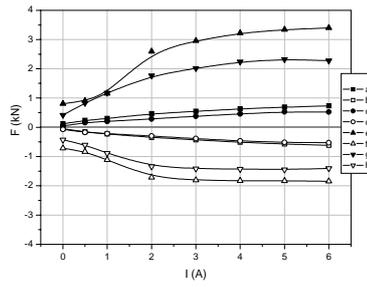


Fig.23

P200700104- J.D.G.Durán, G.R. glesias, A.V. Delgado, F. González-Caballero, S. Ahualli. *“Magnetic and magnetorheological fluids as filler compounds”* (Spain, 29/12/2006).

“ESTRUCTURA DE RELLENO CON FLUIDOS MAGNÉTICOS Y MAGNETORREOLÓGICOS”

RESUMEN

para la amortiguación activa de cojines, colchones, respaldos u otros elementos de apoyo compuesto por una cantidad determinada de zonas o cavidades que contienen un fluido magnético o magnetorreológico capaz de cambiar su viscosidad con la aplicación de campos magnéticos externos.

Cada zona o cavidad llenas de fluido están dispuestas en el interior de la estructura. Sobre y debajo de estas se dispone una capa de goma espuma que sirve de protección y de elemento de recuperación. Allí se encuentra una capa compuesta por material magnético del tipo imán, a lo largo de la estructura y separado a su vez, por otra capa de goma espuma que realiza la función de recuperación, alejar y acercar la o las piezas magnéticas a los conductos de paso, o a las cavidades, o a ambos.

La amortiguación es el efecto resultante de la aplicación de un campo magnético externo a un fluido magnetorreológico, el cual se encuentra dentro de cada zona o cavidad y que cambia su viscosidad (se endurece o ablanda) según se aproxime el campo magnético a las cavidades con fluido.

Otra forma de lograr el efecto de amortiguación es, acercando o alejando imanes sostenidos solidariamente en la capa de goma espuma y colocados de tal forma que afecten únicamente a los conductos de paso entre cada cavidad llenas de fluido, sirviendo estos, como válvulas de apertura o cierre de los

conductos distribuyendo la presión según sea la fuerza ejercida, en este caso el efecto magnetorreológico cambia las velocidades de paso del fluido entre una cavidad a otra dependiendo de donde se aplique la fuerza.

La disposición de los imanes es tal que al hacer incidir una fuerza o presión en la superficie del sistema, los imanes se acercan a los conductos de paso entre las cavidades y por ende el campo magnético del imán, de esta manera se logra cambiar la viscosidad del fluido y por consiguiente la velocidad de paso del fluido en los canales.

Estado de la Técnica

El sector de la técnica de esta invención es el de las superficies de apoyo que determinan un óptimo apoyo del cuerpo y de los elementos acolchados en general asociados a cojines, colchones, respaldo de asientos u otros elementos de apoyo.

Para el caso de su aplicación en colchones, donde la posición del individuo es horizontal y marcada por una postura erecta, ha llevado a que la columna vertebral se desarrolle adoptando una forma en S particular. Esto es, por una parte, óptimo para la funcionalidad de sus movimientos y la distribución de la carga que debe sostener pero, por otra parte, la hace especialmente vulnerable a episodios fisiológicos dolorosos (artrosis lumbar y cervical, dorsalgia, lumbalgia, hernia discal, cifosis, escoliosis, etc.).

Para evitar favorecer dichas dolencias, es fundamental disponer de colchones capaces de permitir que la columna vertebral mantenga la misma configuración, incluso en una posición extendida, que la que presenta en una postura erecta.

Los colchones que carecen de dichas características fuerzan, de hecho, a la columna vertebral a asumir posiciones

irregulares, contribuyendo así a incrementar las dolencias.

Un tipo de amortiguación para colchones, está representado por la clase elástica, con muelles de acciones independientes o interconectadas. Los colchones con muelles interconectados suelen fabricarse por el denominado "sistema Bonnell" que, en sí mismo, es muy económico de obtener, pero de un diseño técnicamente deficiente puesto que proporciona un soporte poco satisfactorio que tiende a crear un efecto de "hamaca" bajo el peso del cuerpo.

Una variación de este tipo de colchón está representada por los colchones provistos de muelles independientes, que suelen estar alojados en bolsas individuales. Este tipo de colchón suele tener un alto coste de fabricación que el basado en muelles interconectados, pero suministra un soporte considerablemente más adecuado, aunque diferenciado en relación con el peso de las diversas masas anatómicas del cuerpo.

El mercado actual ofrece también colchones basados en capas de material reticulado o expandido revestidas de forros hechos de tejido natural o sintético, y frecuentemente acolchado con un material tipo lana, algodón u otras fibras vegetales.

Las capas pueden presentar una rigidez homogénea o diferenciada, dependiendo del tipo de procesamiento al que se sometan; en el caso de una rigidez diferenciada, el colchón reacciona de una manera diferencial al peso de las diversas masas anatómicas, mientras que con la rigidez homogénea no distingue diferencias de peso y reacciona de igual manera para cada parte del cuerpo. Estos sistemas no son auto-reguladores con respecto a los pesos corporales y configuraciones no consideradas en la fase de diseño; en resumen, dicho colchón podría no resultar eficaz si se utiliza por personas excesivamente

pesadas o de muy poco peso.

Existen también los denominados colchones de agua, que están esencialmente constituidos por un receptáculo hecho de un material impermeable que contiene agua, dicho colchón puede dividirse en varias cámaras, de una manera interconectada o independiente. Un colchón de este tipo suele ofrecer una buena adaptabilidad al cuerpo extendido, pero no constituye un soporte adecuado para la columna vertebral, puesto que también tiende a crear un efecto "hamaca".

Para el caso de su aplicación en colchonetas, las mismas, existen las de soporte de aire estático, agua y espuma. A pesar de que estas colchonetas no pueden reducir la resistencia general respecto al peso del cuerpo, pueden reducir el nivel de presión sobre las zonas de mayor presión redistribuyendo la carga y permitiendo que una mayor porción de la colchoneta soporte el cuerpo. Cada uno de estos tipos de colchoneta tiene diferentes ventajas y desventajas.

En general, las colchonetas de soporte de aire estático y de agua proporcionan una mayor capacidad de reducción de la presión en las prominencias huesudas, pero permiten solo un flujo de aire y una disipación de calor limitados. Además, tanto las colchonetas de aire estático como las de agua requieren ser rellenadas, son susceptibles sufrir escapes, y tienden a "tocar fondo" (es decir, permiten que el peso del usuario desplace el aire o el agua dentro de la colchoneta hasta el punto de que el usuario esté soportado por el colchón en vez de por las cavidades de aire o de agua).

A pesar de que se pueden utilizar bombas y válvulas para variar la resistencia a la presión de las colchonetas de aire y agua estáticos en el transcurso del tiempo, estas prestaciones hacen la colchoneta demasiado costosa y difícil de instalar y

transportar.

Las colchonetas de espuma están formadas típicamente por un bloque de espuma entre dos cilindros paralelos que cooperan entre sí, cada uno de los cuales tiene una superficie ondulada.

Los cilindros giran el uno hacia el otro y están distanciados de manera que el bloque de espuma insertado entre ellos resulte comprimido entre los cilindros.

Las mitades resultantes concuerdan perfectamente de manera que, cuando una mitad se tiende sobre la otra, las cumbres de los picos de una mitad descansan contra el fondo de las depresiones de la otra mitad, formando así un bloque sólido. Una colchoneta de espuma de forma compleja actualmente en uso se encuentre descrita en la patente de los US4.686.724.

La colchoneta comprende columnas alternadas de picos y depresiones a la manera de un tablero de ajedrez. Unos canales de aire se encuentran troquelados, cortados por presión o cortados por láser a través del fondo de las depresiones hacia la superficie inferior de la colchoneta, dejando unos tapones extraíbles usados para controlar selectivamente la cantidad de aireación y de disipación del calor corporal que permite la colchoneta.

Al igual que la mayoría de colchonetas que están manufacturadas a partir de un bloque de espuma de grosor uniforme, la suma de la distancia desde la cara inferior de la colchoneta hasta la cumbre de cualquier pico (la altura de pico) y la distancia desde la cara inferior de la colchoneta hasta el fondo de cualquier depresión (la altura de base o altura de fondo de depresión) permanece constante.

Esto se desprende del hecho de que a pesar de que la altura de la superficie ondulada de los cilindros aparejados varía a lo largo de su longitud, las

superficies onduladas opuestas son de igual altura.

Estas colchonetas están diseñadas bajo la premisa de que las partes más pesadas del cuerpo son menos propensas a desarrollar úlceras por presión cuando éstas están soportadas mediante una porción de la colchoneta con una menor relación de pico a base, y que las partes más ligeras del cuerpo son menos propensas a desarrollar úlceras por presión cuando éstas están soportadas mediante una porción de la colchoneta con una relación de pico a base más elevada.

En consecuencia, los extras de la sección de soporte del torso son más bajas que la altura promedio de los picos de las secciones de soporte de la cabeza o de las piernas, y los fondos de las depresiones de la sección de soporte del torso son más profundos que la altura promedio de los fondos de las depresiones de las secciones de soporte de la cabeza o de las piernas.

Sin embargo, las capacidades de reducción de la presión de esta colchoneta son significativamente menores que las capacidades de reducción de presión de las colchonetas de aire estático o agua.

En el caso de su aplicación en asientos donde se ha de permanecer en posición de sentado durante espacios de tiempo prolongados, es importante disponer de una adecuada superficie de apoyo, para evitar los efectos perjudiciales que se suelen producir en esas condiciones, como cansancio adormecimiento de las pernas, etc. Lo cual es particularmente relevante en determinadas casos, como ocurre en la conducción de vehículos, y otras actividades que se llevan a cabo igualmente en posición de sentado.

Se han desarrollado a tal efecto numerosas soluciones de realización de cuerpos para complementar la superficie

de asientos a base de elementos con rellenos de materiales blandos que determinan un mullido que permita mejorar la comodidad del elemento

Se conocen también soluciones que incluyen rellenos con materiales del tipo fluidos, mediante líquido o gas, los cuales ofrecen unas mejoras condiciones de adaptación, sin adquirir deformaciones permanentes; habiéndose desarrollado incluso soluciones con cámaras comunicadas por conductos de paso lento del fluido para posibilitar las adaptaciones de una forma amortiguada y sin brusquedad.

Existen también realizaciones que prevén el control de estas adaptaciones de dichos elementos con múltiples cámaras rellenas de fluido, mediante válvulas de gas, pero las soluciones desarrolladas en este sentido son de dificultoso manejo y no ofrecen fiabilidad en su comportamiento.

Existen también los llamados cojines de distribución de presión, con sistema de compensación de la presión. Este cojín de distribución de la presión está dispuesto en este caso en una envoltura en el núcleo del colchón y está provisto con un sistema de combinación de ventilación de las cámaras. En esta forma de realización, el aire se puede escapar desde las cámaras de aire al interior del elemento de ventilación, lo que hace necesario un suministro de aire adicional constante para mantener la presión en el cojín de distribución de la presión.

Fluidos Magnetorreológicos

Se conoce como fluidos magnéticos aquellos sistemas formados por partículas de carácter ferromagnético o ferromagnético en un fluido portador. Cuando el tamaño de partícula es suficiente, a estos fluidos se les llama magnetorreológicos y presentan la

importante propiedad de variar sus propiedades de flujo (geológicas) de manera rápida y significativa al ser sometidos a un campo magnético moderado.

Es decir, se puede hacer que el sistema cambie desde un fluido normal (newtoniano) de baja viscosidad hasta un fluido con elevado esfuerzo umbral (pseudos-plástico o plástico) con una elevada viscosidad efectiva controlada por el campo magnético aplicado.

Esta propiedad confiere a los fluidos magnetorreológicos la posibilidad de controlar sus propiedades mecánicas y por tanto emplearlos en multitud de aplicaciones técnicas en las que se desea que un fluido (frecuentemente un aceite o agua) varíe su viscosidad o presente esfuerzo umbral de fluencia a nuestra voluntad.

Ejemplos de tales aplicaciones son: amortiguación de vibraciones periódicas y no periódicas, frenado, embragues, protección antisísmica de estructuras, protección del operador o conductor de maquinaria productora de vibraciones, etc.

DESCRIPCIÓN

Descripción de las figuras

Nomenclatura utilizada:

- a: Cavidad conectada por conductos o canales llena de fluido
- b: Imán cilíndrico
- c: Goma espuma
- d: Conducto o canal de interconexión entre las cavidades
- e: Zona de acumulación de fluido en las cavidades
- F: Fuerza o presión externa
- g : Cavidad independiente llena de fluido
- h: imán plano del tamaño de la cavidad cilíndrica
- i: Cavidad plana independiente

j: Imán plano largo
k: Fluido magnetorreológico interno

Figura 1: Modo de realización con cavidades interconectadas (a) entre si a través de conducto o canales (d) donde atraviesa el fluido (k) de una cavidad a otra. El sistema esta constituido por una goma espuma (e) que sirve a la vez de sistema de protección.

Figura 2: Esquema en detalle del efecto de una fuerza o presión (F) que acerca o aleja los imanes (b) y su efecto sobre la goma espuma (e). Sobre un conducto (d) de paso entre las cavidades que contienen fluido magnetorreológico (k), se observa dos zonas (e) diferenciadas, donde el fluido (k) es afectado por la acción del campo magnético de los imanes (b), impidiendo que el fluido pase en su totalidad de un extremo a otro, acumulándose en las uniones. (cierre de válvula inteligente)

Figura 3: Modo de realización con cavidades independientes (g) entre si, con imanes planos (h) del tamaño de las cavidades dispuestos a ambos lados de las mismas. El sistema esta constituido por una goma espuma (e) que sirve a la vez de sistema de protección.

Figura 4: Esquema en detalle del efecto de una fuerza o presión (F) que acerca o aleja los imanes (b) y su efecto sobre la goma espuma (e) sobre algunas cavidades independientes (g) y su efecto en el fluido (k), observándose dos zonas (e) diferenciadas, donde el fluido (k) es afectado por la acción del campo magnético de los imanes (b). Este efecto endurece el fluido impidiendo que la estructura se deforme rápidamente.

Figura 5: Modo de realización preferido con una única cavidad plana uniforme (i) a lo largo de todo el sistema, con un solo imán plano o pintura magnética (j)

y de la misma longitud de la cavidad (i) dispuesto a ambos lados de la misma. El sistema esta constituido por una goma espuma (e) que sirve a la vez de sistema de protección.

Figura 6: Esquema en detalle del efecto de una fuerza o presión (F) que acerca o aleja una porción del imán plano (j) y su efecto sobre la goma espuma (e) sobre una zona de la cavidades plana uniforme (i) y su efecto en el fluido (k), observándose dos zonas (e) diferenciadas, donde el fluido (k) es afectado por la acción del campo magnético de los imanes (j), endureciendo el mismo en la zona afectada, e impidiendo que la superficie se hunda rápidamente

Objeto de la invención

La presente invención tiene por objeto el de servir como un sistema de amortiguación continua y adaptable en función del la presión o el peso ejercido sobre la misma.

La estructura de relleno interna para dicha amortiguación esta constituida por goma espuma, imanes y cavidades interconectadas o no, y en cuyo interior se encuentran los fluidos magnéticos y magnetorreológicos que sirven de sistema de adaptación continua a la presión ejercida sobre la superficie del sistema.

El sistema esta formado por una serie de cámaras esféricas, comunicadas o no, por pequeños canales o conductos entre ellas, permitiendo el paso de un fluido contenido en el interior de cada cámara

En el interior de las cámaras se encuentra alojado un fluido magnético o magnetorreológico que junto a una o varias capas de goma espuma sobre y/o debajo del sistema y con imanes sobre, debajo o a ambos lados de la superficie que actúan como válvulas de cierre o apertura de los canales de

intercomunicación ente las cámaras.

De esta manera al ejercer una presión determinada sobre la superficie donde se encuentra un imán o imanes o pintura magnética, la presión en las cámaras se distribuirá conforme a ella, abriendo o cerrando las válvulas, o endureciendo o ablandando el fluido por el efecto magnético, permitiendo una adaptación continua a la postura del usuario.

Las cavidades podrán estar aisladas entre si, actuando de sistema recuperador una capa de goma espuma que separa la estructura magnética, que al ser presionada, aplica el campo magnético en forma uniforme dependiendo de donde se ejerza mayor o menor presión, cambiando la viscosidad del fluido contenido en cada cavidad, endureciendo o ablandando el fluido.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención sirve para adaptar y amortiguar cualquier superficie donde se coloque la estructura como relleno interno. Esta amortiguación es preferentemente útil para la amortiguación en cojines, colchones, colchonetas o respaldos y posee fluidos magnéticos y magnetorreológicos, goma espuma como sistema de recuperación, cavidades llenas de dicho fluido e imanes de diferentes formas.

Estas cámaras o compartimentos (Fig.1,2,3,4,5,6) están llenos con un fluido magnetorreológico o magnético que puede ser de diferentes concentraciones según el tipo de adaptación que se requiera.

Las cámaras o compartimentos están comunicadas por pequeños canales o conductos, permitiendo el paso del fluido entre ellas para adaptar la estructura en función de la presión ejercida. El intercambio de fluido entre las cavidades dependerá de la fuerza y presión recibida al asentar cada parte del cuerpo en cada

zona.

Sobre cada unión o conducto entre las cavidades se colocan imanes del tipo permanente, sujetado a la goma espuma, la cual posibilita que se acerquen o alejan el conjunto de imanes en función de la presión ejercida.

Este campo que se acerca y se le aleja según sea la presión y el peso del individuo y de su posición en el sistema, cambia las propiedades del fluido aumentando o disminuyendo su viscosidad inicial. En el caso de que exista conductos de interconexión entre cámaras, actúa como válvula de paso entre cada cavidad, cerrando o abriendo el paso (válvula inteligente).

La goma espuma actúa como sistema de recuperación y de soporte de cualquier tipo de imán. Lo mantiene alejado del conducto de paso y se comprime cuando es ejercida una fuerza. Se expande una vez que deja de actuar la fuerza, sirviendo únicamente de elemento recuperador, volviendo a colocar el imán en la posición original. Cuando el imán se aleja del conducto el fluido vuelve a fluir normalmente. El sistema propuesto, no lleva electrónica asociada.

El efecto magnetorreológico también ofrece la posibilidad de que, sin intervenir canales para el paso para el fluido de una cavidad a otra, solo se coloquen cavidades independientes, las que están ubicadas debajo de una imán en forma plana que cubra ciertas zonas de la cavidad, cuando esta plancha de imán junto con su campo magnético se acerque a la cavidad con el fluido, cambiará la viscosidad del mismo resistiendo a la presión aplicada, se comportará como sólido (se endurece) y volverá a comportarse como líquido al alejarse la misma.

MODOS DE REALIZACION PREFERIDO

Modo 1.- Cavidades interconectadas

(Figuras 1 y 2): El efecto que provoca un campo magnético al aproximarse a un conducto (d) donde esta alojado un fluido magnetorreológico (k) descrito con anterioridad, hace que este fluido se endurezca (cambio en la viscosidad del fluido) en el canal (d), así mismo si se ejerce una fuerza (F) en una zona, externa al conducto, el fluido intentará desplazarse hacia la zona opuesta y comunicada por el conducto, donde no hay una fuerza aplicada distribuyendo la presión entre las cavidades, existiendo dos zonas bien diferenciadas (e).

El efecto del campo, provocará que las velocidades de desplazamiento del fluido hacia la otra zona disminuyan en función del campo magnético aplicado, cuya magnitud depende de cuán cerca este el imán (b) del conducto.

Estas cavidades que contienen fluidos magnéticos o magnetorreológicos y están conectadas entre sí a través de canales o conductos (d) donde atraviesa el fluido. Se dispone en forma perpendicular y ubicada sobre cada canal, imanes (b), quienes actuarán en forma solidaria con la presión o peso (F) recibido acercando o alejando el mismo (campo magnético) al conducto de paso (d), disminuyendo la velocidad de paso del fluido entre cavidades, existiendo dos zonas bien diferenciadas (e).

El sistema de muelles en este modo de realización, lo realiza la goma espuma (c) que esta situada a ambos lados de las cavidades (a) y que sostiene solidariamente los imanes (b) sobre cada conducto (d) de paso y que además sirve de protección al conjunto de cavidades.

Con esta distribución homogénea de cavidades cilíndricas (a) llenas de fluido (k) e imanes (b) dispuestos entre los conductos (d) de interconexión entre ellas se logra el efecto de amortiguación activa a cualquier estructura que se complementa a esta, por ejemplo el peso de un individuo (F), su postura, como

así también la distribución de presiones distribuidas en cada zona de contacto, pudiendo adaptarse continuamente a una posición deseada.

La cantidad de imanes (b) a colocar en el sistema dependerá del diseño y la necesidad de que la zona de contacto reaccione en función de la presión (F) y peso soportado.

Modo 2.- Cavidades independientes: (Figura 3 y 4) En el caso en que las cavidades sean independientes entre sí (g), el efecto magnetorreológico sobre las mismas provocará que el fluido interno se endurezca o se ablande en función de la proximidad del campo magnético sobre las mismas, existiendo dos zonas bien diferenciadas (e).

Utilizando la goma espuma (c) a ambos lados del sistema como elemento recuperador y de protección, como así también, de soporte de los imanes (h) que están situados sobre cada una de las cavidades con fluido magnetorreológico (k).

Con esta distribución de cavidades independientes (g) y llenas de fluido (k) e imanes (h) dispuestos sobre cavidad se logra el efecto de amortiguación activa. Cavidad plana uniforme (Figura 4 y 5): En el caso en que la cavidad sea independiente y plana (i) y cuya longitud sea igual a la longitud de la goma espuma (c) que constituye el sistema, el efecto magnetorreológico sobre ella provocará que el fluido interno (k) se endurezca o se ablande en función de la proximidad del campo magnético sobre las mismas existiendo dos zonas bien diferenciadas por el efecto del campo magnético (e), logrando de esta forma la amortiguación activa

La goma espuma se coloca a ambos lados del sistema como elemento recuperador y de protección, como así también, de soporte del imán plano (j) y de longitud similar a la de la goma

espuma (c) y a la cavidad con fluido (i)

Reivindicaciones

8. Estructura de relleno interna para amortiguación para cojín, colchón, colchoneta, respaldo u otro sistema de apoyo **caracterizada** por utilizar fluidos magnetorreológicos e imanes para modificar la resistencia a la presión y goma espuma como elemento de recuperación y protección del sistema.
9. Estructura de relleno interna para amortiguación para cojín, colchón, colchoneta u otro sistema de apoyo, que comprende, al menos, los siguientes elementos:
 - a. Uno o más elementos conectados entre sí y rellenos de fluido magnético o magnetoreológico.
 - b. Uno o más elementos independientes entre sí y rellenos de fluido magnético o magnetoreológico.
 - c. Uno o más imanes cuya posición varía en función de la presión ejercida sobre el sistema y que modifican las características de viscosidad del fluido.
 - d. Goma espuma que cumple la doble función de sistema de recuperación y de protección.
10. Estructura de relleno interna para amortiguación para cojín, colchón, colchoneta, respaldos u otros elementos de apoyo según reivindicación anterior caracterizada por que la posición del o de los imanes se regula mediante la incorporación de goma espuma como elemento de recuperación y de protección del sistema.
11. Estructura de relleno interna para amortiguación para cojín, colchón, colchoneta, respaldos u otros elementos de apoyo según reivindicación 2 caracterizado por que las cavidades llenas de fluido magnético o magnetoreológico tienen formas geométricas independientes entre si.
12. Estructura de relleno interna para amortiguación para cojín, colchón, colchoneta, respaldos u otros elementos de apoyo según reivindicación 2, caracterizado porque existen muchos imanes cilíndricos, sostenidos solidariamente a una goma espuma y que están sobre los conductos de paso entre cavidades.(Fig. 1 y 2)
13. Estructura de relleno interna para amortiguación para cojín, colchón, colchoneta, respaldos u otros elementos de apoyo según reivindicación 2, caracterizado porque existen muchos imanes planos, del tamaño de cada cavidad y ubicados arriba y debajo de cada un de ellas. (Fig. 3 y 4)
14. Estructura de relleno interna para amortiguación para cojín, colchón, colchoneta, respaldos u otros elementos de apoyo según reivindicación 2, caracterizado porque existe un solo imán plano, a lo largo de todo el sistema y del tamaño de la cavidad y se encuentra ubicado a ambos lados de la misma.(Fig. 5 y 6).
15. Colchón, cojín, colchoneta, asiento y respaldo relleno con la estructura según

reivindicaciones anteriores.

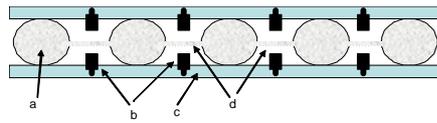


Figura 1

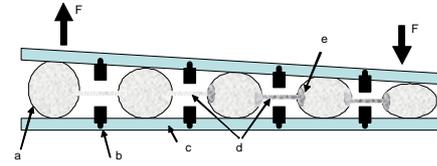


Figura 2

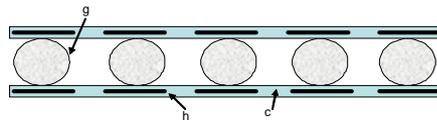


Figura 3

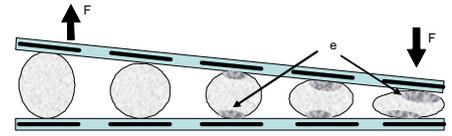


Figura 4

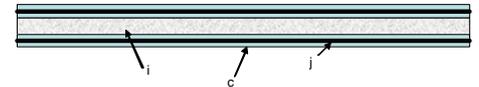


Figura 5

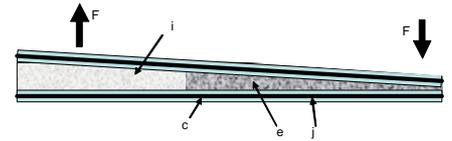


Figura 6

P200801895- J. D. G. Durán, F. González Caballero, A. V. Delgado, G. R. Iglesias, M. López-López, M. L. Jiménez Olivares, L. Fernández Ruiz-Morón, J. Insa Moneo
"Magnetorheological fluid (FMR)"
(Spain, 8/06/2008)

FLUIDO MAGNETORREOLOGICO

La presente invención se refiere a una composición de un fluido magnetorreológico (FMR) constituido por una suspensión de partículas magnéticas dispersas en un líquido portador de naturaleza oleosa. Las partículas magnéticas del FMR de la presente invención poseen una distribución de tamaños bimodal extrema. También se refiere a su método de obtención y sus usos.

ESTADO DE LA TECNICA ANTERIOR

Los fluidos magnéticos son suspensiones coloidales formadas por partículas ferromagnéticas, ferrimagnéticas o superparamagnéticas dispersas en un líquido portador. Cuando el diámetro de las partículas magnetizables es del orden de una micra, se denominan fluidos magnetorreológicos (FMR). Presentan la importante propiedad de variar sus propiedades reológicas de manera reversible y muy rápida (milisegundos) al ser sometidos a un campo magnético externo. Se puede conseguir que un FMR cambie desde el comportamiento típico de un fluido viscoso newtoniano hasta el de un fluido plástico que posee esfuerzo umbral y viscosidad elevados bajo la acción de un campo magnético externo, fenómeno que se conoce como efecto magnetorreológico (MR).

Esta propiedad hace que los FMR posean una amplia gama de aplicaciones tecnológicas. Ejemplos de tales en

ingeniería son: amortiguación de vibraciones periódicas y no periódicas, frenado, embragues, protección antisísmica de estructuras, asientos antivibratorios, etc. También se están aplicando en biomedicina en el diseño de prótesis inteligentes para articulaciones óseas o como vehículos portadores de fármacos.

Para conseguir que un FMR presente respuesta MR suficientemente intensa es necesario que sea estable frente a procesos de agregación y sedimentación de las partículas que se encuentran en suspensión. Se ha de tener en cuenta que para conseguir un efecto MR intenso se requieren elevadas concentraciones (hasta el 50 % en fracción de volumen) de partículas magnetizables que poseen una densidad muy elevada y una pequeña magnetización remanente. De ahí que se produzca la agregación entre partículas por interacción magnética y su rápida sedimentación. Cuando se produce la separación de fases, y si después no es fácil redispersar la suspensión, el FMR deja de ser útil para la mayor parte de sus potenciales aplicaciones.

Actualmente, existen numerosas patentes sobre fluidos magnetorreológicos para su uso como lubricantes en distintos sistemas de amortiguación. En las siguientes patentes se incluyen revisiones sobre las mismas: US5985168; US6427813; US6818143.

Los FMR para amortiguadores poseen varias características comunes: (i) son suspensiones coloidales multi-componentes tanto en la fase sólida como en la líquida; (ii) la fase sólida suele contener partículas micrométricas magnetizables y frecuentemente agentes tixotrópicos espesantes no magnéticos (por ejemplo sílice y/o arcillas orgánicas); (iii) la fase líquida es oleosa y contiene compuestos antioxidantes, antidesgaste y modificadores de

viscosidad.

Se han propuesto diferentes alternativas a los FMR clásicos, es decir, a los FMR que solo contienen partículas magnetizables de tamaño micrométrico dispersas en una fase líquida no magnética. Cabe citar entre dichas propuestas, los FMR que emplean ferrofluidos como fase líquida (US5549837).

Los ferrofluidos son suspensiones de partículas magnéticas con tamaño del orden de 10 nm, que bajo la acción de campos magnéticos intensos pueden aumentar significativamente su viscosidad (efecto magneto-viscoso) pero sin llegar a presentar comportamiento plástico, es decir, no presentan esfuerzo umbral como ocurre en los FMR.

EXPLICACIÓN DE LA INVENCION

La presente invención se refiere una composición cualitativa y cuantitativa de fluidos magnetorreológicos (FMRs) que contienen partículas magnéticas dispersas en un líquido portador. Las partículas magnéticas del FMR de la presente invención poseen una distribución de tamaños bimodal extrema. Por "bimodalidad extrema" se entiende en esta descripción a la existencia de dos poblaciones de partículas magnéticas: una población con tamaño medio en el rango de partículas coloidales micrométricas y otra con tamaño medio en el rango de partículas coloidales nanométricas.

Las nanopartículas magnéticas presentes en el FMR son capaces de conferir estabilidad coloidal a la suspensión resultante, es decir, de evitar la agregación entre las micropartículas magnéticas. De este modo se consigue que el FMR resultante tenga las siguientes características: (1) que sedimente muy lentamente, (2) que forme sedimentos muy poco compactos

y, por tanto, fácilmente redispersables, y (3) que además presente un efecto MR de intensidad similar o mayor al de un FMR que contenga una sola una población de partículas magnéticas de tamaño micrométrico y distintos aditivos dispersantes y viscosizantes no magnéticos, todos ellos dispersos o disueltos en el líquido portador.

La composición del fluido comprende un líquido portador y partículas magnetizables de tamaño nano- y micrométrico dispersas en el mismo. Para conseguir una adecuada dispersión de las nanopartículas magnéticas en el aceite base se añaden agentes tensioactivos cuyas moléculas se adsorben en la interfase sólido-líquido. Para proporcionar al producto prestaciones específicas para la aplicación a que se destinen, se pueden añadir otros aditivos, tales como antioxidantes, anticorrosivos y mejoradores de fricción.

El FMR de la presente invención no contiene aditivos sólidos distintos de las partículas magnéticas y, además, se evitan los procesos de agregación y sedimentación. En consecuencia, se puede usar como lubricante tanto para la fabricación de amortiguadores hidráulicos como para amortiguadores de fricción.

El FMR de la invención es muy estable en el tiempo y en el que es posible regular sus propiedades reológicas por acción de un campo magnético externo. En este sentido, se le puede denominar lubricante activo, puesto que su función consiste en facilitar que un amortiguador responda ante impulsos mecánicos externos en forma proporcionada a la intensidad de los mismos.

La formulación que se propone en la presente invención para el FMR es de realización sencilla y no posee esfuerzo umbral a campo magnético cero por lo cual funciona como un lubricante típico,

o no activo, en ausencia de campo. Al aplicar un campo magnético aparece un esfuerzo umbral y aumenta su viscosidad en un intervalo muy amplio dependiendo de la intensidad de dicho campo, de la fracción de volumen de partículas micrométricas magnetizables y de la fracción de volumen de nanopartículas magnéticas contenidas en el líquido portador.

Por tanto, un primer aspecto de la presente invención se refiere a un fluido magnetorreológico (FMR) que comprende:

- a. un líquido portador; y
- b. al menos dos tipos de partículas magnéticas, dispersas en el líquido portador (a):
 - i. nanopartículas magnéticas que contienen un agente tensioactivo; y
 - ii. micropartículas magnéticas.

Una realización preferida del fluido de la presente invención comprende micropartículas con al menos 10 veces el tamaño de las nanopartículas.

Las partículas de rango micrométrico poseen un tamaño medio de entre 0,05 μm y 10 μm . Las de rango nanométrico tienen un tamaño medio de entre 5 nm y 50 nm, preferiblemente de entre 5 nm y 20 nm y más preferiblemente de unos 10 nm de tamaño medio. El cociente entre los tamaños medios de las partículas micrométricas y el de las partículas nanométricas puede encontrarse en un orden de magnitud de entre 10 y 1000.

En particular, las partículas nanométricas que se encuentran en el FMR bimodal pueden ser partículas de ferritas magnéticas de fórmula estequiométrica $\text{MO.Fe}_2\text{O}_3$, donde M es un metal divalente.

En una realización preferida las nanopartículas son de magnetita, ferrita de cobalto ($\text{CoO.Fe}_2\text{O}_3$), ferrita de níquel ($\text{NiO.Fe}_2\text{O}_3$), ferrita de bario ($\text{BaO.Fe}_2\text{O}_3$), ferritas mixtas que contienen como metal divalente cobalto, níquel y/o bario, en cualquier proporción relativa, o cualquiera de sus combinaciones.

En una realización aún más preferida las partículas nanométricas son partículas superparamagnéticas de cualquiera de las ferritas magnéticas mencionadas en el párrafo anterior, y más preferiblemente estas partículas tienen un tamaño medio de aproximadamente 10 nm.

La fracción de volumen de partículas nanométricas contenidas en el FMR resultante ha de ser la mínima imprescindible para: (i) minimizar la sedimentación; (ii) conseguir una fácil redispersión de las partículas micrométricas magnetizables que se dispersan en el mismo; y (iii) reducir el coste del FMR final.

La disminución de la velocidad de sedimentación y la facilidad para redispersar el FMR se debe a que las partículas nanométricas forman una nube o halo alrededor de las micrométricas por atracción magnética entre ambos tipos de partículas. No llegan a formarse heteroagregados (entre micro- y nanopartículas) compactos porque las moléculas de tensioactivo adsorbidas sobre las nanopartículas imponen una barrera estérica que impide que se adhieran a las micropartículas. La existencia de dicho halo protector evita que, en ausencia de campo magnético externo, las micropartículas puedan formar homoagregados por el efecto combinado de las interacciones de van der Waals y magnética. La fuerza de atracción magnética en ausencia de campo externo aplicado tiene su origen en la pequeña imanación remanente que poseen las micropartículas magnetizables, a pesar de que son magnéticamente blandas (poseen

un ciclo de histéresis muy estrecho).

La fracción de volumen de partículas nanométricas capaz de reducir significativamente la velocidad de sedimentación en el FMR se encuentra entre el 1 % y el 20 % del volumen total del FMR.

En una realización más preferida la fracción de volumen de partículas nanométricas en el FMR resultante se encuentra entre el 1 % y el 7 % del volumen total del FMR. En una realización aún más preferida la fracción de volumen de partículas nanométricas se encuentra en torno al 3 % del volumen total del FMR.

El tensioactivo que se utiliza para evitar la agregación y posterior sedimentación de las partículas nanométricas en el líquido portador puede ser un ácido graso o una sal de ácido graso.

En una realización más preferida el tensioactivo es ácido oleico.

En otra realización preferida el tensioactivo es estearato de aluminio o estearato de litio.

En el FMR también se dispersan partículas magnetizables micrométricas ferro- o ferrimagnéticas. Por partículas micrométricas se entiende partículas con tamaño medio entre 0,05 μm y 10 μm , preferiblemente con tamaño medio entorno a una micra. La forma de estas partículas puede ser esférica y también pueden ser partículas con forma de fibra con una relación de aspectos entre 1 y 10. Dichas partículas pueden ser de material magnético puro o pueden hallarse ocluidas en una matriz polimérica, preferiblemente esta matriz es un copolímero de etilenglicol y metacrilato.

En una realización preferida las partículas magnetizables micrométricas son de magnetita.

En una realización más preferida las partículas micrométricas magnetizables son de hierro, cobalto, níquel o de aleaciones de hierro-cobalto-níquel en cualquier proporción relativa entre los tres metales. En una realización aún más preferida las partículas micrométricas magnetizables son partículas de hierro.

Los lubricantes que se proponen son suspensiones magnetorreológicas estables con contenidos de partículas magnéticas micrométricas entre el 10 % y el 50 % del volumen total del FMR. En una realización preferida la fracción de volumen de partículas micrométricas magnetizables se encuentra entre el 25 % y el 35 % del volumen total del FMR. En una realización aún más preferida la fracción de volumen de partículas micrométricas magnetizables es de aproximadamente el 30 % del volumen total del FMR.

El lubricante magnetorreológico de la presente invención puede tender a formar un sedimento, compuesto por las partículas más voluminosas presentes en la suspensión, tras largos periodos de almacenamiento. Sin embargo, dicho sedimento es muy poco compacto, lo que facilita la redispersión y homogeneización del producto de forma rápida y sin oponer una resistencia mecánica elevada. Sin duda la ausencia de otros aditivos constituidos por partículas coloidales sólidas no magnéticas u otros aditivos disueltos en el líquido portador con el fin de aumentar su viscosidad, y la eficacia como estabilizantes de las nanopartículas magnéticas presentes en el FMR propuesto, contribuyen de forma notable a la fácil redispersión del producto.

El comportamiento magnetorreológico del FMR se caracteriza por: (i) en ausencia de campo magnético se comporta como un líquido prácticamente newtoniano con baja viscosidad y un esfuerzo umbral prácticamente nulo; (ii) en presencia de campos magnéticos intensos (inducción magnética externa B hasta del orden de 1

Tesla) se obtienen esfuerzos umbrales (comportamiento plástico) y viscosidades muy elevados; (iii) los valores de esfuerzo umbral alcanzados en los FMR de la presente invención son del mismo orden que los obtenidos en FMR que sólo contienen partículas micrométricas magnetizables dispersas en un líquido portador que contenga aditivos estabilizantes y viscosizantes no magnéticos recién homogeneizado; (iv) los valores de esfuerzo umbral alcanzados en los FMR de la presente invención son mucho mayores que los obtenidos en FMR que contienen sólo partículas magnetizables micrométricas dispersas en un líquido portador puro (es decir, con una sola población de micropartículas magnéticas o distribución monomodal) transcurrido un tiempo en reposo tras la homogeneización del orden de 10 minutos.

Se entiende por aceite base de la presente invención un aceite mineral o un aceite de silicona con viscosidad en el intervalo 10 mPa's - 1000 mPa's. En una realización preferida se añaden al aceite base agentes anticorrosivos y antioxidantes como pueden ser, pero sin limitarse, aditivos de naturaleza amínica, fenólica o sus mezclas en un rango de concentración menor de 5 g/100 mL de aceite base, más preferiblemente de entre 0,25 y 5 g/100 mL de aceite base, y aún más preferiblemente entre 0,35 y 3 g/100 mL de aceite base, y más preferiblemente entre 0,5 y 1 g/100 mL de aceite base. La viscosidad del aceite base puede encontrarse preferiblemente entre 20 y 100 mPa's para su uso posterior en amortiguadores hidráulicos y entre 100 y 1000 mPa's para su uso posterior en amortiguadores de fricción.

El líquido portador puede estar en una proporción de entre el 30% y el 89% del volumen de total del FMR.

El FMR se prepara dispersando en primer lugar las partículas nanométricas magnéticas, preferiblemente de unos 10

nm de tamaño medio, en un aceite base y la suspensión se estabiliza mediante la adición de un agente tensioactivo. En segundo lugar, en la suspensión resultante de partículas nanométricas, se dispersan partículas magnetizables de tamaño micrométrico. Tanto las partículas nanométricas como las micrométricas pueden ser de distintos materiales ferro- o ferrimagnéticos. Además, se describe el método de preparación y se incluyen ejemplos de medidas de sedimentación, redispersión y propiedades reológicas en presencia de campo magnético externo. Finalmente, se incluyen ejemplos de ensayos mecánicos en un amortiguador hidráulico para automoción en el que el FMR de la presente invención actúa como lubricante.

Por tanto, otro aspecto de la presente invención se refiere a un método de preparación del FMR de la invención que comprende los siguientes pasos:

- d. dispersar en el líquido portador, preferiblemente aceite base con o sin aditivos, las nanopartículas magnéticas, recubiertas por tensioactivo estabilizante, de forma gradual bajo agitación continua hasta obtener un fluido homogéneo;
- e. agregar las partículas magnéticas de tamaño micrométrico en forma gradual al fluido obtenido en el paso (a) mientras continúa la agitación hasta obtener un FMR homogéneo.

Otro aspecto de la presente invención se refiere el uso del FMR como lubricante para amortiguadores, preferiblemente amortiguadores hidráulicos o amortiguadores de fricción.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas o características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y figuras se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

DESCRIPCION DE LAS FIGURAS

Fig. 1.- Representa la frecuencia relativa (adimensional) del circuito oscilante sensor en función del tiempo (en minutos) de distintas muestras de FMR. Las muestras contienen partículas micrométricas de hierro y nanopartículas de magnetita dispersas en aceite base en las siguientes concentraciones: (1) 32 % v/v de Fe y 1,55 % v/v de Fe_3O_4 ; (2) 32 % v/v de Fe y 3,1 % v/v de Fe_3O_4 ; (3) 32 % v/v de Fe y 6,2 % v/v de Fe_3O_4 .

Fig. 2.- Representa la fuerza de penetración en el sedimento en función de la distancia penetrada en distintas muestras de FMR que contienen las siguientes concentraciones de Fe micrométrico y magnetita nanométrica en aceite base: (1) 32 % v/v de hierro; (2) 32 % v/v de hierro y 1,55 % v/v de magnetita; (3) 32 % v/v de hierro disperso y 6,2 % v/v de magnetita; (4) 32 % v/v de hierro y 7,9 % v/v de magnetita. **Fig. 2A.-** Se muestran resultados en suspensiones recién preparadas; **Fig. 2B.-** Se muestran resultados en suspensiones tras permanecer 6 días en reposo desde su preparación.

Fig. 3.- Representa el esfuerzo de cizalla (σ) frente a velocidad de deformación ($d\gamma/dt$), para los valores crecientes de intensidad de campo magnético (H) del campo externo aplicado que se indican. La muestra ensayada contiene partículas de

hierro micrométrico al 32 % v/v dispersas en medio oleoso.

Fig. 4.- Representa el esfuerzo de cizalla (σ) frente a velocidad de deformación ($d\gamma/dt$), para los valores crecientes de intensidad de campo magnético (H) del campo externo aplicado que se indican. La muestra utilizada contiene micropartículas de hierro al 32 % v/v y nanopartículas de magnetita al 7,9 % v/v.

Fig. 5.- Representa el esfuerzo umbral (σ_c) obtenido por ajuste a la ecuación de Bingham (en reogramas como los mostrados en las Figs. 3 y 4) en función de la intensidad del campo magnético aplicado (H). Las muestras de FMR ensayadas contienen las siguientes concentraciones de micropartículas de hierro y nanopartículas de magnetita en aceite base: (a) 32 % v/v de Fe; (b) 32 % v/v de Fe y 1,55 % v/v de magnetita; (c) 32 % v/v de Fe y 3,1 % v/v de magnetita; (d) 32 % v/v de Fe y 6,2 % v/v de magnetita; (e) 32 % v/v de Fe y 7,9 % v/v de magnetita.

Fig. 6.- Representa la viscosidad (η_B) obtenida por ajuste a la ecuación de Bingham (en reogramas como los mostrados en las Figs. 3 y 4) en función de la intensidad del campo magnético aplicado (H). Las muestras de FMR ensayadas contienen las siguientes concentraciones de micropartículas de hierro y nanopartículas de magnetita en aceite base: (a) 32 % v/v de Fe; (b) 32 % v/v de Fe y 1,55 % v/v de magnetita; (c) 32 % v/v de Fe y 3,1 % v/v de magnetita; (d) 32 % v/v de Fe y 6,2 % v/v de magnetita; (e) 32 % v/v de Fe y 7,9 % v/v de magnetita.

Fig. 7.- Representa la fuerza en función de desplazamiento (D) en compresión (Comp.) y en tracción (Trac.) en un ensayo de fricción en amortiguador para valores crecientes ("c") de intensidad de corriente (I) entre 0 y 6 A. El fluido contiene 32% v/v de micropartículas de

hierro y un 3,7 % v/v de nanopartículas de magnetita dispersas en aceite base.

Fig. 8.- Representa la fuerza (en posición $D = 0$) en compresión (Comp.) y tracción (Trac.) en función de intensidad de corriente (I) en un ensayo de fricción en amortiguador para el fluido que contiene 32% v/v de micropartículas de hierro y un 3,7 % v/v de nanopartículas de magnetita en aceite base.

Fig. 9.- Representa la fuerza en función de la velocidad para intensidades de corriente crecientes ("I c.") en el intervalo de 0 a 6 A en la etapa 2 de un ensayo de caracterización para la muestra que contiene 32 % v/v de micropartículas de hierro y un 3,7 % v/v de nanopartículas de magnetita en aceite base.

Fig. 10.- Representa la fuerza máxima en función de la velocidad máxima obtenida en compresión (Comp.) y tracción (Trac.) para oscilaciones con distinta frecuencia en las etapas 2 a 7 de un ensayo de caracterización, para las intensidades de corriente crecientes ("I c.") entre 0 y 6 A, en un fluido con 32 % v/v de micropartículas de hierro y un 3,7 % v/v de nanopartículas de magnetita en aceite base.

Fig. 11.- Representa la fuerza máxima en función de la intensidad de corriente en la etapa 7 de un ensayo de caracterización, para un FMR compuesto por 32 % v/v de micropartículas de hierro y un 3,7 % v/v de nanopartículas de magnetita en aceite base, tanto en compresión (Comp.) como en tracción (Trac.).

EJEMPLOS

A continuación se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que pone de manifiesto la efectividad del FMR de la presente invención.

EJEMPLO 1.-

Se procedió a la formulación de varios fluidos con las siguientes composiciones:

- Formulación 32 % de hierro en medio oleoso no magnético (reivindicado en la solicitud de patente P20060235, Fecha: 26/10/2006). Concentración de hierro 32% en fracción de volumen total del FMR; concentración de estearato de aluminio: 0,2 g en 100 mL de aceite base; concentración de modificador de viscosidad: 2 g en 100 mL de aceite base. El aceite base es un aceite mineral de REPSOL-YPF con viscosidad a 25 °C de 23,5 mPa·s.
- Formulación que contiene un 32 % v/v de micropartículas de hierro y un 1,55 % v/v de nanopartículas de magnetita en aceite base. El aceite base es un aceite mineral de REPSOL-YPF de viscosidad 23,5 mPa·s.
- Formulación que contiene un 32 % v/v de micropartículas de hierro y un 3,1 % v/v de nanopartículas de magnetita en aceite base. El aceite base es un aceite mineral de REPSOL-YPF de viscosidad 23,5 mPa·s.
- Formulación que contiene un 32 % v/v de micropartículas de hierro y un 6,2 % v/v de nanopartículas de magnetita en aceite base. El aceite base es un aceite mineral de REPSOL-YPF de viscosidad 23,5 mPa·s.
- Formulación que contiene un 32 % v/v de micropartículas de hierro y un 7,9 % v/v de nanopartículas de magnetita en aceite base. El aceite base es un aceite mineral de REPSOL-YPF de viscosidad 23,5 mPa·s.

Las partículas micrométricas de hierro poseen las siguientes características: pureza mínima 97,5 % de hierro; densidad 7,5 g/cm³; diámetro medio \pm desviación típica: 930 \pm 330 nm; permeabilidad magnética relativa inicial 1320; imanación de saturación 1720 kA/m; imanación remanente 11 kA/m; campo coercitivo 1,5 kA/m.

Las nanopartículas de magnetita se obtuvieron mediante síntesis química durante la cual se adsorbió un tensioactivo estabilizante (ácido oleico) sobre las partículas. La reacción de síntesis seguida se describe en un trabajo publicado por López-López y cols. [M. T. López-López, J. D. G. Durán, A. V. Delgado, F. González-Caballero, J. Colloid Interface Sci., volumen 291, páginas 144–151 (2005)]. Estas poseen las siguientes características: diámetro medio \pm desviación típica: 7,8 \pm 0,3 nm; permeabilidad magnética relativa inicial 6,7; imanación de saturación: 410 kA/m; imanación remanente: 1,9 kA/m; campo coercitivo: 1,8 kA/m.

Se puso a punto un protocolo simple y sistemático de preparación de las suspensiones que optimiza el mojado de las partículas de hierro, lo que contribuye a la homogeneidad de los FMR resultantes y, en consecuencia, a su estabilidad y mejor respuesta MR.

Se partió de un aceite base con una viscosidad de 23,5 mPa·s al que se le añadieron los aditivos anticorrosivos y antioxidantes, que mejoran su estabilidad térmica y oxidativa. Estos aditivos fueron una mezcla de naturaleza amfílica y fenólica como por ejemplo: difenilamina (0,5 % en peso) y 2,6-di-terc-butilfenol (0,5 % en peso).

Posteriormente, se prepararon las suspensiones de nanopartículas de magnetita mezclando éstas en el aceite durante un tiempo mínimo de 10

minutos mediante un agitador mecánico a 200 rpm.

Y por último se añadieron las partículas de hierro gradualmente bajo agitación por un periodo de tiempo mínimo de 10 minutos en las condiciones anteriormente mencionadas.

EJEMPLO 2.- SEDIMENTACIÓN.

Se diseñó un equipo específico para la medida de sedimentación en FMR concentrados (opacos) basado en fenómenos de inducción electromagnética (equipo reivindicado en la solicitud de patente P2006601189). El método consiste esencialmente en medir la frecuencia de resonancia en función del tiempo de sedimentación en un circuito formado por una bobina y un condensador en paralelo. La bobina “sensora” rodea el tubo de ensayo en que se encontraban las muestras del FMR con la siguiente concentración de micropartículas de hierro y nanopartículas de magnetita:

- (1) 32 % v/v de hierro y 1,55 % v/v de magnetita.
- (2) 32 % v/v de hierro y 3,1 % v/v de magnetita.
- (3) 32 % v/v de hierro y 6,2 % v/v de magnetita.

Se calculó una frecuencia relativa f_r como el cociente entre la frecuencia inicial (suspensión homogénea) y la frecuencia en cualquier instante posterior. La frecuencia relativa depende exclusivamente de la fracción de volumen de partículas magnéticas (ϕ) en la zona de la suspensión rodeada por la bobina sensora, de forma que f_r decrece cuando disminuye ϕ y viceversa.

Se consiguió un FMR estable durante un tiempo no inferior a 7 días cuando el contenido de magnetita nanométrica es mayor de aproximadamente el 3 % v/v y el contenido de hierro es del 32 % v/v. La **Figura 1** ilustra un ejemplo de este comportamiento. En dicha Figura 1 se comparan los ensayos de sedimentación de

las muestras que contienen una fracción de volumen del 32 % de hierro y una concentración de magnetita entre 1,55 % y 6,2 % v/v. Se puede observar que se obtiene un FMR prácticamente estable con una concentración de al menos un 3 % v/v de magnetita. El incremento de la concentración de nanopartículas de magnetita por encima del 3 % v/v no representa una mejora significativa en la estabilidad del FMR resultante.

EJEMPLO 3.- REDISPERSIÓN

En la bibliografía sobre las aplicaciones tecnológicas de los FMR se menciona frecuentemente que uno de los principales factores limitativos de estos fluidos para su uso como lubricantes reside, incluso más que en evitar que sedimenten, en la dificultad de redispersión de los mismos tras prolongado tiempo en reposo. Esta dificultad proviene de dos fenómenos fundamentalmente: (i) la existencia de agregados entre partículas magnéticas que coagulan a causa de la magnetización remanente de las mismas; y/o (ii) tras largo tiempo de uso, en aquellos FMR que contienen partículas coloidales que forman geles espesantes (sílice, arcillas orgánicas) para impedir la sedimentación, suelen aparecer sedimentos cada vez más compactos por desgaste del material sólido. De ahí que hayamos procedido a estudiar la rigidez del sedimento tras distintos tiempos en reposo de los lubricantes.

Este ejemplo consistió en realizar pruebas de penetración. Para ello se midió la fuerza necesaria para penetrar el sedimento con una aguja estándar en función del tiempo. La aguja utilizada estaba compuesta por un vástago cilíndrico al que se acoplaba una punta cónica. El vástago tenía una longitud de 58 mm y diámetro 3,0 mm; la punta cónica tenía 25,4 mm de longitud y 4,00 mm de diámetro máximo. El peso del conjunto vástago-punta fue de 2,50 g. El vástago se unió verticalmente y por

debajo a una balanza de precisión Mettler AE163 (sensibilidad $\pm 0,1$ mg). Las suspensiones a ensayar se introdujeron en tubos de ensayo (altura 40 mm; diámetro 9 mm) acoplados a un motor eléctrico que permitió elevarlos verticalmente a una velocidad de 10 mm/s. Antes de iniciar cada ensayo la balanza se puso a cero y a continuación se hizo ascender el tubo de ensayo de modo que la aguja iba penetrando en la suspensión. Se registró la fuerza necesaria para penetrar y después extraer la aguja de la suspensión en función de la distancia recorrida.

En la **Figura 2** se representa la fuerza de penetración en función del tiempo en un ciclo de penetración/extracción de la aguja para las distintas muestras ensayadas que contienen un 32 % v/v de Fe en medio oleoso (muestra 1) o bien en FMRs que, además de un 32 % v/v de Fe, contienen 1,55 %, 6,2 % y 7,9 % v/v de magnetita (muestras 2, 3 y 4, respectivamente). En la **Figura 2A** se muestran los resultados obtenidos en las muestras recién homogeneizadas. Se puede observar que la muestra 2 (32 % v/v Fe + 1,55 % v/v magnetita) es la que presenta menos resistencia a la penetración, mientras que las otras tres muestras presentan resultados similares. En la **Figura 2B** se muestran los resultados obtenidos con las mismas muestras pero ahora transcurridos 6 días en reposo desde su preparación. Se aprecia que la muestra 1 (32 % v/v Fe en medio oleoso) presenta un sedimento más compacto: obsérvese que el máximo en el pico fuerza-distancia alcanza un valor de aproximadamente 5 mN (recién preparada era de aprox. 2,5 mN). También se observa en esta muestra un pico muy agudo (distancia 35-45 mm) que indica la presencia de un sedimento muy compacto en el fondo de la suspensión. Por el contrario, en las muestras que además de un 32 % v/v de hierro contienen nanopartículas de magnetita, el máximo en fuerza de penetración prácticamente se ha

mantenido en torno a 2,5 mN después de 6 días en reposo, lo que representa una clara evidencia de que el sedimento formado no aumenta su rigidez significativamente en un tiempo de aproximadamente una semana. La explicación reside en el efecto protector que ejercen las nanopartículas de magnetita que rodean a cada partícula de hierro evitando que se formen agregados compactos entre las partículas micrométricas. Además, la presencia de moléculas de ácido oleico en la superficie de las nanopartículas impide, por repulsión estérica, que los heteroagregados hierro-magnetita sean compactos, es decir, que ambos tipos de partículas se adhieran entre sí.

En resumen, la adición de nanopartículas magnéticas en el FMR evita la formación de sedimentos compactos durante periodos prolongados de reposo o almacenamiento del producto, incluso para una concentración de magnetita tan baja como el 1 % en fracción de volumen.

EJEMPLO 4.- PROPIEDADES MAGNETORREOLÓGICAS.

En la **Figura 3** se muestra el reograma (esfuerzo de cizalla vs. velocidad de deformación) para el fluido que sólo contiene partículas magnetizables de hierro dispersas en medio oleoso, y para valores crecientes de la intensidad de campo magnético externo aplicado. En la **Figura 4** se representan los magnetorreogramas para la muestra que contiene 32 % v/v de Fe y 7,9 % v/v de magnetita. Experimentos similares, se realizaron con otras muestras con menor contenido de nanopartículas de magnetita. Los reogramas se obtuvieron en un magnetorreómetro (modelo MCR300 de Physica-Anton Paar, Alemania) utilizando la geometría de platos paralelos.

Para estimar la intensidad del efecto magnetorreológico en condiciones de

flujo se determinaron el esfuerzo umbral y la viscosidad ajustando los datos obtenidos en experimentos como los mostrados en la Figuras 3 y 4 a la ecuación de Bingham: $\sigma = \sigma_y + \eta_B \dot{\gamma}$; σ_y y η_B representan el esfuerzo umbral dinámico (o Bingham) y la viscosidad Bingham, respectivamente. Estos dos parámetros se obtuvieron ajustando los datos experimentales de los reogramas para velocidades de deformación $\dot{\gamma} > 20 \text{ s}^{-1}$ en la muestra sólo contenía micropartículas de Fe y para $\dot{\gamma} > 30 \text{ s}^{-1}$ para las muestras que además contenían nanopartículas de magnetita.

En la **Figura 5** se muestran los esfuerzos umbrales dinámicos obtenidos en las diferentes muestras estudiadas (inmediatamente después de la preparación de suspensiones homogéneas) en función de la intensidad de campo magnético. Se puede observar, en todas las muestras, un importante aumento del esfuerzo umbral conforme el campo es más intenso. Lo más destacable es que basta una concentración en torno a un 3 % de magnetita para alcanzar un efecto MR similar al de la muestra con líquido portador no magnético. Ulteriores aumentos de la concentración de magnetita en el FMR producen incluso una ligera disminución del esfuerzo umbral a un campo dado.

Por tanto, utilizando una concentración de nanopartículas no muy elevada (en torno a 3 % v/v de magnetita) se obtienen FMRs estables y fácilmente redispersables en los que además se alcanzan efectos MR tan intensos como los que se consiguen en otras formulaciones en las que el medio líquido ha de contener aditivos estabilizantes y espesantes.

Esta conclusión se puede reforzar con los datos de viscosidad Bingham que se representan en la **Figura 6**. El

incremento de viscosidad producido en las suspensiones por aplicación del campo magnético resulta ser más acusado en los FMRs que contienen nanopartículas magnéticas. Además, los incrementos de viscosidad en las muestras con nanopartículas magnéticas son muy similares hasta valores de campo $H \approx 225$ kA/m (inducción magnética externa $B \approx 280$ mT) y, por tanto, incluso con sólo un 1,55 % v/v de magnetita) se obtiene un efecto magneto-viscoso intenso. Sin embargo, si este ha de ser compatible con la necesaria estabilidad y fácil redispersión del producto será necesario utilizar una concentración algo mayor: fracción de volumen de magnetita nanométrica en torno al 3 %.

EJEMPLO 5.- PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS: ENSAYOS EN AMORTIGUADOR.

Se realizaron ensayos de los FMR formulados en un amortiguador magnetorreológico para automóvil de tipo monotubo presurizado modelo "MagneRide" fabricado por Delphi (USA). La temperatura de medida fue en todos los casos de 40 °C. A tal efecto, todos los ensayos en amortiguadores incluyen una etapa previa de homogeneización y calentamiento. Las medidas se realizaron en un dispositivo MTS 835 con unidad de presión MTS 505.11 (MTS Systems Corp., USA). El fluido utilizado en los ensayos de los ejemplos 5a y 5b descritos a continuación contenía un 32 % v/v de micropartículas de hierro y un 3,7 % v/v de nanopartículas de magnetita.

Ejemplo 5a.- Ensayo de fricción.

Este ensayo se realizó a muy baja velocidad, con objeto de medir esfuerzos internos distintos de los puramente hidráulicos. Tal sería el caso de un ensayo de fricción, en un amortiguador convencional. El amortiguador se sujetó con dobles rótulas para evitar esfuerzos

debidos a desalineamientos. No se aplicó en este caso ningún tipo de carga lateral. Se mantuvo velocidad constante de 0,4 mm/s y amplitud de 20 mm, de modo que el periodo de oscilación es de 100 s. En la **Figura 7** se muestran los resultados de fuerza en función de desplazamiento en compresión y tracción, en ausencia de campo magnético (intensidad de corriente en bobina del amortiguador $I = 0$) y para campos magnéticos crecientes (intensidad de corriente en la bobina del amortiguador: $I = 1, 2, 3, 4, 5$ y 6 A). Lo más destacable es que, incluso para elevadas intensidades de corriente, el amortiguador mostraba un comportamiento regular sin oscilaciones notables en las curvas fuerza-desplazamiento. De gráficas como la de la **Figura 7**, se extrajeron los valores de fuerza al paso por la posición de desplazamiento nulo ($D = 0$) para las distintas intensidades de corriente empleadas como se muestra en la **Figura 8**. Los datos representados en esta figura demuestran que la respuesta del amortiguador fue más intensa, y creció de forma monótona y sin irregularidades, conforme se aumentaba la intensidad de corriente aplicada en el intervalo de 0 a 6 A.

Ejemplo 5b: Ensayo de caracterización

En este ensayo, tras la etapa de calentamiento (etapa 1), se aplicó una excitación sinusoidal con frecuencias crecientes: 0,3678 Hz (etapa 2), 0,9266Hz (etapa 3), 1,853Hz (etapa 4), 2,779Hz (etapa 5), 3,7 Hz (etapa 6) y 7,413 Hz (etapa 7), con una amplitud constante de 45 mm, y velocidades máximas de 52 mm/s (etapa 2), 131 mm/s (etapa 3), 262 mm/s (etapa 4), 393 mm/s (etapa 5), 524 mm/s (etapa 6) y 1048 mm/s (etapa 7), respectivamente.

La **Figura 9** representa la dependencia entre fuerza y velocidad en la etapa 2 para intensidades de corriente crecientes en el intervalo 0 – 6 A. A partir de gráficas como la de la **Figura 9** se puede

obtener la dependencia entre fuerza máxima y velocidad máxima alcanzadas en las etapas 2 a 7 de este tipo de ensayos, y para las intensidades de corriente antes mencionadas, como se muestra en la **Figura 10**. Se observa, para cada una de las intensidades de corriente, que la fuerza máxima crece monótonamente con la velocidad máxima. Los valores de fuerza máxima más elevados se alcanzan a las intensidades de corriente más altas como consecuencia de la mayor rigidez alcanzada en el fluido al crecer el campo magnético generado en el interior del amortiguador.

En la **Figura 11** se muestra la fuerza máxima alcanzada en la etapa 7 de este ensayo de caracterización en función de la intensidad de corriente, tanto en compresión como en tracción. Se observa que la fuerza crece rápidamente hasta una intensidad de corriente de 3 A, para luego experimentar un crecimiento más lento en el intervalo de 3 A a 6 A. Es notable que a 6 A la fuerza máxima alcanzada es algo mayor del doble de la necesaria en ausencia de campo magnético (0 A).

REIVINDICACIONES

1. Fluido magnetorreológico (FMR) que comprende:
 - a. un líquido portador; y
 - b. al menos dos tipos de partículas magnéticas, dispersas en el líquido portador (a):
 - i. nanopartículas magnéticas que contienen un agente tensioactivo; y
 - ii. micropartículas magnéticas.
2. Fluido según la reivindicación 1, donde el tamaño de las micropartículas es de al menos 10 veces el tamaño de las nanopartículas.
3. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, donde las nanopartículas magnéticas tienen un tamaño medio de entre 5 nm y 50 nm.
4. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde las partículas nanométricas tienen un tamaño de entre 5 nm y 20 nm.
5. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde las nanopartículas se seleccionan de la lista que comprende magnetita, ferrita de cobalto, ferrita de níquel, ferrita de bario, ferrita mixta que contiene cobalto, níquel y/o bario, o cualquiera de sus combinaciones.
6. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde las nanopartículas magnéticas se encuentran en una proporción de entre 1 % y 20% del volumen total del FMR.
7. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde las nanopartículas magnéticas se encuentran en una proporción de entre 1 % y 7 % del volumen total del FMR.
8. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde el agente tensioactivo es un ácido graso o una sal de ácido graso.
9. Fluido según la reivindicación 8, donde el ácido graso es ácido oleico.
10. Fluido según la reivindicación 8, donde la sal de ácido graso se puede seleccionar de entre estearato de aluminio o estearato de litio.
11. Fluido según las reivindicaciones 1 a 10, donde el líquido portador es aceite base con una viscosidad de entre 10 mPa·s y 1000 mPa·s.

12. Fluido según la reivindicación 11, donde el aceite base es un aceite mineral o un aceite de silicona.
13. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, donde el líquido portador además comprende aditivos anticorrosivos y/o antioxidantes.
14. Fluido según la reivindicación 13, donde los aditivos son compuestos que contienen grupos amino, fenol o cualquiera de sus mezclas.
15. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 13 ó 14, donde los aditivos están en una cantidad menor de 5 g por cada 100 mL de aceite base.
16. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, donde el líquido portador está en una proporción de entre 30 % y 89 % del volumen total del FMR.
17. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, donde las micropartículas magnéticas tienen un tamaño medio de entre 0,05 μm y 10 μm
18. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, donde las micropartículas magnéticas son metales ferromagnéticos seleccionados de entre hierro, cobalto, níquel o cualquiera de sus aleaciones, ferritas magnéticas o magnetita.
19. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 18, donde las micropartículas magnéticas están ocultas en una matriz polimérica.
20. Fluido según la reivindicación 19, en que la matriz polimérica es un copolímero de etilenglicol y metacrilato.
21. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20, donde las micropartículas magnéticas están en una proporción de entre el 10 % y el 50 % del volumen total del FMR.
22. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 21, donde las micropartículas magnéticas están en una proporción de entre 25 % y 30 % del volumen total del FMR.
23. Fluido según cualquiera de las reivindicaciones 17 a 22, donde las micropartículas metálicas son de forma esferoidal o alargada con una relación de ejes entre 1 y 10.
24. Método de obtención del fluido magnetorreológico (FMR) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 23, que comprende:
 - a. mezclar el líquido portador, el agente tensioactivo y las nanopartículas magnéticas; y
 - b. agregar a la suspensión obtenida en el paso (a), las micropartículas magnéticas mediante agitación.
25. Método según la reivindicación 24, donde el líquido portador es un aceite base.
26. Método según cualquiera de las reivindicaciones 24 ó 25, donde el líquido portador además comprende aditivos.
27. Uso del fluido magnetorreológico (FMR) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 23, como lubricante en la fabricación de amortiguadores.
28. Uso del fluido magnetorreológico (FMR) según la reivindicación 27, donde los amortiguadores son hidráulicos o de fricción.

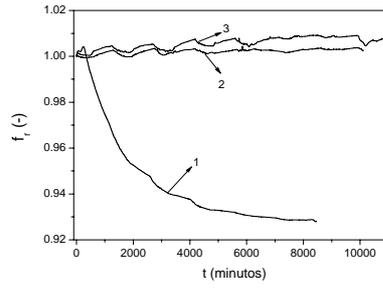


FIG. 1

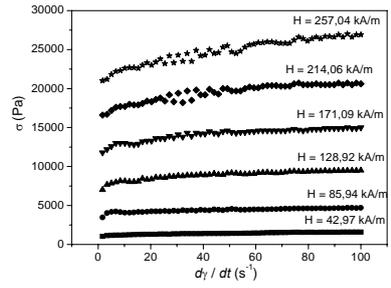


FIG. 3

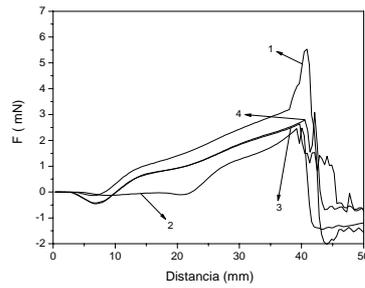


FIG. 2A

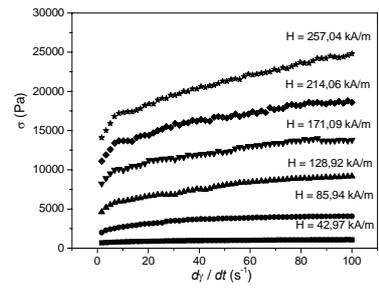


FIG. 4

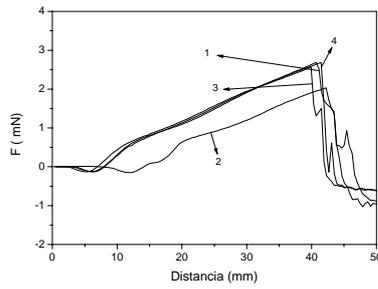


FIG. 2B

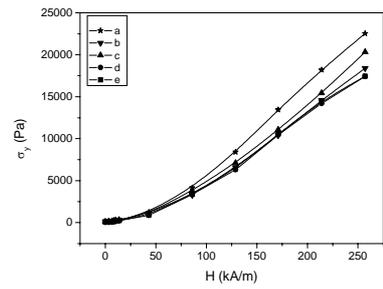


FIG. 5

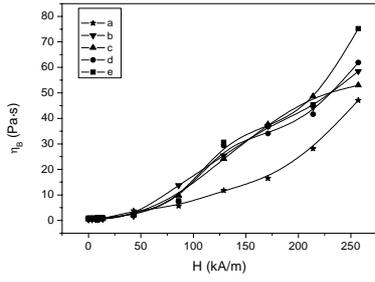


FIG. 6

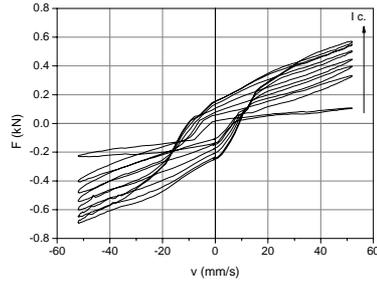


FIG. 9

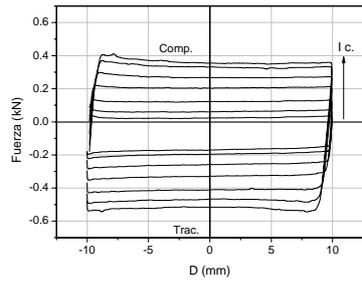


FIG. 7

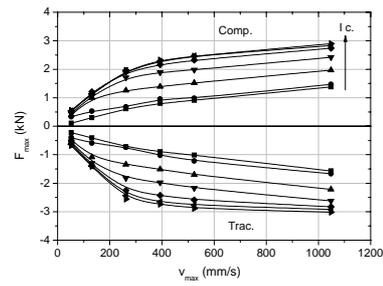


FIG. 10

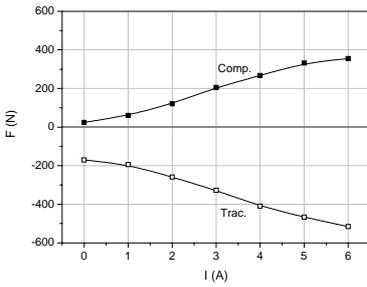


FIG. 8

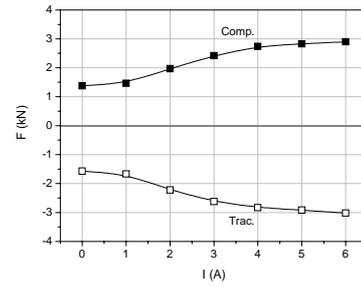


FIG. 11