

# Universidad de Oviedo

# Escuela Superior de la Marina Civil de Gijón

# Trabajo Fin de Máster

# <u>"INFLUENCIA DEL MÓDULO DE YOUNG EN</u> LAS PROPIEDADES MAGNETOESTRICTIVAS DE <u>COMPOSITES MAGNETITA-SILICONA"</u>

Para acceder al Título de Máster Universitario en

# TECNOLOGÍAS MARINAS Y MANTENIMIENTO

Autor/a: Celia Villamea Rodriguez Tutor/a: Marlene Bartolomé Sáez Francisco Javier Carrizo Medina

Julio - 2019

## ÍNDICE

INTRODUCCIÓN1
INTRODUCCIÓN1
MAGNETOSTRICCIÓN Y EFECTO VILLARI
MODELO DESARROLLADO PARA LA SEÑAL DEL EFECTO VILLARI6
MÓDULO DE YOUNG DE LOS MATERIALES ELASTÓMEROS8
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL11
FABRICACIÓN DE LOS COMPOSITES11
SISTEMA DE MEDIDA DEL EFECTO VILLARI15
SISTEMA DE MEDIDA DEL MÓDULO DE YOUNG19
RESULTADOS 22
RESULTADOS DE LAS MEDIDAS DEL EFECTO VILLARI
RESULTADOS DE LAS MEDIDAS DEL MODULO DE YOUNG
DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS
MEDIDAS DEL EFECTO VILLARI SOBRE LAS MUESTRAS CURADAS SIN CAMPO
MEDIDAS DEL EFECTO VILLARI SOBRE LAS MUESTRAS CURADAS EN CAMPO MAGNÉTICO Y MEDIDAS
EN AUSENCIA DE CAMPO
MEDIDAS DEL EFECTO VILLARI SOBRE LAS MUESTRAS CURADAS EN CAMPO MAGNÉTICO Y MEDIDAS
CON CAMPO APLICADO40
CONCLUSIONES
ANEXOS Y BIBLIOGRAFIA

# INTRODUCCIÓN

#### INTRODUCCIÓN

El objetivo de este trabajo es el estudio de la influencia del módulo de Young sobre las propiedades magnetoestrictivas de composites magneto-elásticos, siendo en nuestro caso elastómeros de magnetita-silicona; con la finalidad de ser utilizado en posteriores investigaciones para el desarrollo de un sensor magnético aplicado a la industria naval. En un futuro se pretende que el citado sensor sirva para monitorizar los esfuerzos a los que un buque se encuentra sometido, con el fin de comprobar si se cumple con el margen de seguridad requerido.

La característica principal de los elastómeros es su elasticidad. Un elastómero está compuesto por el agrupamiento de miles de monómeros que se unen formando grandes cadenas, que serán las que aportarán dicha elasticidad al elastómero, debido a su flexibilidad y su desorden. Cuando un elastómero se estira permite que sus moléculas se alineen, y al soltar la tensión, inmediatamente, volverá a su estado original.

Un material magneto-reológico (MR) no es más que una dispersión de micropartículas magnéticas dentro de un elastómero magnéticamente inerte, y cuyas propiedades mecánicas se ven afectadas al aplicarles un campo magnético. Cuando un material magneto-reológico (MR) se encuentra sometido a un campo magnético externo, las partículas magnéticas forman estructuras alargadas orientadas en la dirección del campo aplicado, y como consecuencia de ello algunas de sus propiedades físicas experimentan ciertos cambios rápidos y cuasi-reversibles, que dependen directamente de la intensidad del campo aplicado y la concentración de las partículas.

El primer informe sobre el efecto magneto reológico fue publicado por Jacob Rabinow (1) en 1940, mientras trabajaba en el National Bureau of Standards, en Estados Unidos de América; aunque no fue hasta los años 90 cuando surgió el verdadero interés por estos materiales, con los trabajos realizados por Jolly y col (2,3).

Actualmente existe un gran interés en dichos materiales, ya que sus propiedades permiten que sean utilizados para diversas aplicaciones: desde la fabricación de músculos artificiales (4), en el campo biomédico; hasta el control en el suministro de fármacos (5), micro bombas sin válvulas (6), o el control de la hipertermia mediante el

1

uso de compuestos con nanopartículas de magnetita dispersas en una matriz de silicio para permitir así el aumento de temperatura de 36°C a 42°C (7); pasando por aplicaciones en la industria del automóvil como en la suspensión de vibraciones del asiento del vehículo (8), además de aplicaciones en la ingeniería civil (9).

#### MAGNETOSTRICCIÓN Y EFECTO VILLARI

Un elastómero magneto-elástico estará básicamente formado por dos o tres componentes básicos, que serán las partículas magnéticas, una matriz de elastómero y, a veces, aditivos como aceite, polvo de vidrio, etc. Por eso, se han realizado diferentes trabajos a la obtención de materiales nuevos variando para ello la matriz polimérica (10,11) y/o el tamaño, tipo y concentración de las partículas magnéticas (12-14) para adecuar así las propiedades magnéticas, eléctricas y mecánicas a las diversas aplicaciones. Además, puede ser interesante la mención de la siguiente clasificación de los elastómeros magneto-elásticos en las siguientes categorías:

- <u>Elastómeros isótropos</u>: Se cura el composite sin la presencia de un campo magnético, y por lo tanto, las partículas magnéticas se alinean aleatoriamente;
- <u>Elastómeros anisótropos (o alineados)</u>: Se cura el composite en presencia de un campo magnético, lo que produce la alineación de las partículas a lo largo de las líneas de campo producidas por el campo magnético.

Esta clasificación puede ser interesante, ya que las propiedades magnéticas y mecánicas varían dependiendo de la distribución alineada o aleatoria de las partículas magnéticas (15,16).

Otra propiedad característica de estos materiales es su magnetostriccion, que es la que permite que los materiales ferromagnéticos varíen su longitud cuando son sometidos a un campo magnético. La magnetostricción se denomina con la letra  $\lambda$ , y viene dada con la siguiente expresión:

$$\lambda = \frac{\Delta L}{L} \tag{1}$$

Donde L pertenece a la longitud de la muestra y  $\Delta$ L a la variación de longitud de la muestra una vez se le ha aplicado el campo magnético.

Cuando la magnetostricción ( $\lambda$ ) adquiere su máximo valor, se le conoce como magnetostricción de saturación ( $\lambda_s$ ). Cuando el resultado de la magnetostricción es positivo, quiere decir que el material sufre un alargamiento en la misma dirección de la imanación, mientras que, si el resultado de la misma es negativo, el material sufre un acortamiento en dicha dirección. Por ello la imanación, y con ello, el campo mágnetico

aplicado influirán directamente en la deformación del material, como podemos ver en la figura 1.



Figura 1. Gráfico magnetostricción frente al campo magnético H aplicado.

Los elastómeros magneto-elásticos se caracterizan por su alta magnetostricción, que es lo que hace que estos materiales sean unos excelentes candidatos para su uso en sensores de esfuerzo y fuerza.

Para nuestro trabajo, el efecto que estudiaremos será el efecto inverso a la magnetostricción, que es conocido como efecto Villari, y que consiste en la variación de la susceptibilidad magnética de un material cuando éste es sometido a una tensión.

En los materiales magnetostrictivos convencionales, sabemos que en general una alta magnetostricción significa una señal más alta del efecto Villari, pues toda la deformación es provocada por el efecto magnético. Sin embargo, esto cambia en los elastómeros magneto-elásticos, ya que existen dos efectos que originan la magnetostricción: Uno es el efecto mecánico, originado por el realineamiento mecánico de las partículas; y otro es el efecto magnético, que se debe a la magnetostricción de las partículas magnéticas del elastómero magneto-elástico (16,17). De ahí, que no está claro que el efecto mecánico origine una señal apreciable en la medida del efecto Villari. Por ello es necesario evaluar dicho efecto Villari en estos materiales, y poder determinar así la

capacidad de los elastómeros magneto-elásticos para ser aplicados en sensores magnéticos de no contacto.

Los composites magnetostrictivos han sido el foco de numerosas investigaciones para su utilización en sensores y actuadores, sobre todo estos últimos años, tras conocer que la adición de la matriz aumenta la resistividad eléctrica aumentando así su operatividad a altas frecuencias. Por ello, se está realizando una amplia investigación para la obtención de composites formados por partículas magnéticas de material magnetostrictivo incrustado en diferentes matrices.

Los composites que proporcionan mayores valores de la magnetostricción son los composites con partículas de Terfenol-D, pero tienen el gran inconveniente del alto coste de sus materiales. Por ello, se ha descubierto recientemente que las aleaciones de Fe-Al y Fe-Ga son una prometedora alternativa al mismo, ya que poseen un elevado acoplo magneto-mecánico, una baja histéresis y una elevada imanación de saturación, además que sus componentes son mucho más económicos. Todo esto hace se vean como una prometedora alternativa para su estudio y su posterior aplicación en sensores magnéticos.

#### MODELO DESARROLLADO PARA LA SEÑAL DEL EFECTO VILLARI



Figura 2. Esquema del sistema de medida del Efecto Villari en composites de elastómeros magnéticos imanados.

En la figura 2 se muestra un esquema a grandes rasgos de una instalación de medida del efecto Villari para muestras de imanes elásticos como los utilizados en el presente trabajo. El principio de la medida es la variación del flujo magnético recogido por una bobina secundaria que rodea a la muestra cuando esta es sometida a una tensión mecánica. Esta variación de flujo magnético se mide de manera directa en un flúxmetro integrador que recibe la señal del carrete secundario.

En un trabajo anterior desarrollado en nuestro laboratorio (18) se describe cómo la variación del flujo magnético obtenida en composites elastómeros magnéticos se puede interpretar como el efecto de la variación del área de la sección transversal de la muestra cuando es traccionada; si suponemos que la imanación de la muestra no varía sustancialmente, al disminuir el área de la sección de la muestra, el flujo magnético disminuirá proporcionalmente a dicha área:

$$\Phi = \mu_o MNA \Longrightarrow \Delta \Phi = \mu_o MN \,\Delta A \tag{2}$$

Donde  $\Phi$  es el flujo magnético,  $\mu_o$  es la permeabilidad magnética del vacío, *M* es la imanación de la muestra, *N* es el número de espiras del secundario y *A* es el área de la sección transversal de la muestra.

Si la muestra sufre por deformación una variación  $\Delta A$  en su sección, esto implicará una variación en el flujo magnético de  $\Delta \Phi$ .

Escribiendo la variación del área de la sección transversal de la muestra en función de la tensión  $\sigma$  aplicada a la muestra, el módulo de Young de la muestra E y suponiendo que la muestra no experimenta una variación de volumen apreciable con la tensión aplicada. Para una primera aproximación, se obtiene la siguiente variación en valor absoluto del flujo con la tensión:

$$\Delta \Phi = \frac{a\sigma}{E + \sigma} \tag{3}$$

Donde  $a = \mu_o MNA_o$  es el flujo magnético total producido por la muestra cuando se introduce en el secundario sin tensión aplicada.

Como se puede observar en la ecuación (3), la medida de la variación de flujo depende de la constante elástica E del elastómero, por lo que la sensibilidad de la medida con la tensión se puede mejorar notablemente cuando se disminuye el módulo de Young de las muestras.

En el presente trabajo se estudia el efecto Villari de una serie de muestras de composites magnéticos de silicona-magnetita de manera que todas las muestras tienen la misma concentración de magnetita, pero distinto módulo de Young. Es decir, refiriéndonos a la ecuación (3), todas las muestras tienen el mismo parámetro a pero distinto valor del módulo *E*. De esta forma podremos comprobar si se cumple la ecuación (3) en cuanto a su dependencia con el módulo elástico *E* de las muestras.

Con el fin de variar el módulo de Young de las muestras, se ha utilizado en su fabricación silicona diluida en distinta medida con aceite de silicona.

7

#### MÓDULO DE YOUNG DE LOS MATERIALES ELASTÓMEROS

Como ya se ha dicho anteriormente, los materiales elastómeros se caracterizan por su gran elasticidad; incluso tras deformaciones muy grandes mayores del 100% recuperan su forma original cuando se relaja al ser retiradas las fuerzas que lo tensionan. Además, debido a su estructura, se necesitan tensiones pequeñas para producir grandes deformaciones.



Figura 3. Curva característica de tensión- deformación. La pendiente en la región elástica es el módulo de Young.

La curva tensión-deformación para La mayor parte de las sustancias suelen tener una parte lineal (ley de Hooke) para deformaciones pequeñas, es decir, la tensión necesaria  $\sigma$  para producir una deformación  $\varepsilon$  varía linealmente:

$$\sigma = E\varepsilon$$
 (Ley de Hooke) (4)

A la constante elástica E se la denomina módulo de Young. Esta constante es relativamente fácil de medir porque es la pendiente de la parte lineal inicial de la curva tensión-deformación (véase figura 3).

Los polímeros elastómeros presentan curvas de tensión-deformación no lineales ya desde el inicio a tensiones bajas. La figura 4 representa una curva característica de tensión-deformación para un material elastómero.



Figura 4. Curva característica tensión-deformación de un polímero elastómero.

La figura 4 representa una gráfica tensión-deformación típica de una muestra de polímero elastómero. Como se puede apreciar, la dependencia es no lineal para todo el rango de tensiones aplicadas, de forma que, al no existir una zona claramente lineal, el módulo de Young no es fácilmente definible.

Para deformaciones por debajo del 100% la curva es casi parabólica y con una curvatura pequeña, de modo que tomaremos como módulo de Young la pendiente media en el tramo de medidas considerado.

La figura 5 muestra la gráfica tensión-deformación medida en nuestro laboratorio de una muestra de silicona.





Como se puede observar, para deformaciones hasta el 70%, aunque la curva no es lineal, se comete muy poco error si se considera una recta con la pendiente obtenida de la regresión lineal correspondiente. De esta manera, asignaríamos un valor promedio para el módulo de Young de la muestra en este intervalo de deformaciones de 0,32 MPa.

Las medidas que realizaremos posteriormente de los módulos de Young de las muestras de composite silicona-magnetita se calcularán a partir de las curvas de tensióndeformación por este mismo procedimiento, pero la aproximación será mucho mejor, ya que las deformaciones a las que someteremos a las muestras serán mucho menores.

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

#### FABRICACIÓN DE LOS COMPOSITES

Como ya hemos mencionado, los composites que hemos realizado están compuestos por magnetita en polvo (partículas magnéticas) embebido en una matriz de silicona.

Todas las muestras están compuestas por un 60% de magnetita en polvo, y variando la composición de la matriz de silicona conseguiremos variar así el módulo de Young.

Para variar la composición de la matriz de silicona lo que haremos será ir añadiendo aceite de silicona a la mezcla, consiguiendo así modificar el módulo de Young, y con ello, la variación del efecto Villari.



Figura 6. Foto de magnetita, aceite y silicona.

Para la fabricación de los composites lo primero que hacemos es pesar la cantidad necesaria de polvos de magnetita, que será siempre constante, ya que siempre es de un 60% en peso.

Posteriormente repartimos el 40% restante entre las cantidades de silicona líquida y de aceite de silicona correspondientes a cada composite, como se muestra en la Tabla 1 que exponemos en el apartado de "resultados" del presente trabajo.



Figura 7. Báscula de precisión y otros utensilios utilizados para realizar la mezcla.

Para que el pesaje sea lo más preciso posible, nos ayudaremos de una báscula de precisión (figura 7), y pesamos en ella los polvos de magnetita y la silicona en unos cuencos de cerámica, y el aceite de silicona en un vidrio de reloj. Una vez pesadas las cantidades correspondientes, lo mezclamos manualmente y a temperatura ambiente, ayudándonos de una barra como agitador, hasta conseguir una mezcla homogénea, como se muestra en la figura 8.



Figura 8. Mezcla homogeneizada de silicona líquida y magnetita

El siguiente paso es introducir la mezcla en una jeringuilla con la que la inyectaremos dentro de los moldes de los que disponemos, evitando así la formación de burbujas de aire en el composite, como se muestra en la siguiente figura 9.



Figura 9. Inyección de la mezcla en el molde

Una vez rellenado el molde, lo dejamos secando durante 4 días aproximadamente. Realizamos dos procesos de secado diferente para cada composite. Por un lado, uno de los composites lo dejaremos secando al aire, sin la aplicación de ningún campo; y otro composite lo dejaremos secando bajo la acción de un campo magnético creado por un imán permanente, que produce un campo magnético sobre la muestra de unos 350 mT en los extremos, hasta 220 mT en el centro. Como ya hemos comentado anteriormente, cuando un elastómero magneto-elástico es curado bajo la acción de un campo magnético, las partículas del mismo sufren un alineamiento en la dirección de dicho campo, contribuyendo así al aumento de la imanación remanente, o la capacidad que posee un material para retener el magnetismo después de haber sido inducido. Por ello, una vez desmoldadas, las probetas obtenidas tendrán diferentes características en función del proceso de secado que hemos utilizado.



Figura 10. Muestra curando en el imán

#### SISTEMA DE MEDIDA DEL EFECTO VILLARI

Como ya hemos comentado anteriormente, el efecto Villari consiste en el cambio de la susceptibilidad magnética de un material magnético cuando éste es sometido a una tensión. Se trata del efecto inverso a la magnetostricción.

Por ello, para la medida del efecto Villari nos basamos en el hecho de que al someter el material magnetostrictivo a una tensión, la imanación de este material varía. Y está variación de la imanación da lugar a una variación del flujo magnético a través de un carrete que se recoje en un carrete que rodea al material. Para poder cuantificar esta variación, utilizaremos un flúxmetro integrador.

La variación de flujo magnético en el carrete da lugar a una fuerza electromotriz inducida que de acuerdo con la ley de Faraday será la siguiente:

$$V(t) = -N \frac{\partial}{\partial t} \iint \vec{B} \cdot \vec{dS}$$
 (5)

Siendo  $\vec{B}$  el campo magnético,  $\vec{dS}$  la superficie elemental y *N* el número de vueltas del carrete.

El flúxmetro, mediante la integración de esta fuerza electromotriz, obtiene la variación de flujo:

$$\Phi = -\int_{1}^{2} V(t)dt \tag{6}$$

Para medir el efecto Villari en nuestros composites utilizamos un dispositivo anteriormente desarrollado en nuestro laboratorio para un trabajo de fin de grado (19) y que, brevemente, describimos a continuación.



Figura 11. Esquema del Sistema de medida del Efecto Villari.

Como se muestra en el esquema anterior, el sistema de medida consta de un autotransformador que será el encargado de alimentar con corriente continua a un carrete primario. Este carrete será el encargado de generar el campo magnético aplicado a la muestra, que estará situada dentro del carrete primario y, a su vez, dentro del carrete secundario. Al mismo tiempo está colocado en serie oposición con el carrete secundario otro carrete de sus mismas características, para así lograr anular cualquier señal producida por el campo magnético aplicado al carrete secundario.

Para conocer la corriente de alimentación y, con ella, el campo generado, conectamos un amperímetro en serie. El campo magnético máximo al cual sometemos la muestra será un campo máximo de 2,13 mT, correspondiéndose con una intensidad de alimentación del carrete de 1 A, siendo esta la máxima intensidad a la cual podemos someter al carrete primario para evitar su calentamiento excesivo debido al efecto Joule.

Para aplicar tensión sobre la muestra utilizaremos un peso "p" que uniremos a la muestra mediante un cable. En la siguiente fotografía podemos ver la instalación que hemos utilizado para la medida del efecto Villari.





Figura 12. Instalación para la medida del efecto Villari.

Antes de comenzar con la medida del efecto Villari, obtenemos el valor de remanencia de las muestras, que es la capacidad que tiene un material para mantener el magnetismo después de haberle aplicado un campo, y para ello realizaremos lo siguiente:

Con el fluxómetro estabilizado y a cero, introducimos la muestra en el carrete secundario, y el valor que el fluxómetro nos da sería la remanencia de la muestra.

Una vez medida la remanencia, comenzamos con la medida del efecto Villari. Para ello introducimos la muestra en el carrete secundario y la sujetamos por un extremo con una brida para sujetarla. En el otro extremo de la muestra le atamos un hilo del cual colgaremos los pesos con los que iremos ejerciendo la tensión. Introducimos el soporte de los carretes secundarios dentro del primario, hacemos pasar el hilo sujeto a la muestra por una polea, y a partir de ahí, iremos colocando los pesos. Comenzamos con un peso de 10 g y vamos aumentando de 10g en 10g hasta llegar a 200g. para comenzar a medir lo primero será estabilizar el fluxómetro, ajustando la intensidad y el voltaje para ajustar con ello la deriva. Una vez hecho esto, comenzaremos poniendo los pesos y obteniendo los valores de la variación de flujo.

Hemos realizado también medidas aplicando un capo fijo de 2,13 mT, correspondiente a 1 A en la intensidad de alimentación del carrete. Cuando realizamos las medidas con campo, además de lo anterior tendremos que tener en cuenta la polaridad de la muestra.

Con el valor de cada peso representamos en una tabla el valor de flujo obtenido en Vs respecto del peso.

#### SISTEMA DE MEDIDA DEL MÓDULO DE YOUNG

Para la obtención del módulo de Young hemos utilizado el ensayo de tracción, pues contamos con una máquina de tracción MTS 400/M (Figura 13), la cual mediante un programa informatico llamado "TestWorks" se obtienen los datos de la máquina de tracción y se encarga de realizar el tratamiento de dichas medidas experimentales para la formación de la gráfica correspondiente.



Figura 13. Máquina de tracción

El ensayo de tracción consiste en someter una probeta normalizada a un esfuerzo axial de tracción creciente hasta que llega a producirse cierta tensión o incluso, se llega a la rotura de la misma, midiendo así la resistencia de un material a una fuerza estática o aplicada lentamente.

El proceso para la realización de dichas mediciones consiste en lo siguiente:

Primero colocamos la probeta entre las mordazas aplicándole la presión necesaria para que no se produzca el deslizamiento del material por las mismas, en la Figura 14 se puede observar la disposición de las mordazas en un ensayo realizado en el laboratorio de magnetismo.



Figura 14: Ensayo de tracción de una probeta de silicona.

Colocamos el extensómetro en la probeta, para así poder medir el alargamiento de éste en vez de medir el desplazamiento de las mordazas, lo que nos aporta una mayor exactitud en los resultados finales.

Seguidamente iniciaremos el desplazamiento del carro a una velocidad de 5 mm/min.

Es necesario tarar el canal a ``0´´ en el puente, distancia entre mordazas, para saber el desplazamiento real de las mismas. Esto es conveniente aun cuando la medida se efectúe con extensómetro, con el fin de comparar el valor obtenido.

Se hará un seguimiento del gráfico y de los datos tanto de tensión como de desplazamiento, con el fin de detectar cualquier problema durante el ensayo y subsanarlo lo antes posible.

Para finalizar procedemos a la obtención e Interpretación de los datos obtenidos. El programa TestWorks, antes mencionado, nos ofrece la posibilidad de elegir la frecuencia de muestreo en la toma de datos, en nuestro caso la frecuencia de muestreo más apropiada fue de 10 Hz. Los ficheros con los datos experimentales obtenidos del programa TestWorks son importados en la hoja de cálculo Excel (Microsoft) con el que se realizan las gráficas de tensión-deformación y se obtienen los valores de los módulos de Young de cada muestra.



Figura 15. Máquina de tracción conectada al PC

## RESULTADOS

Para este trabajo hemos fabricado 7 composites de silicona líquida, aceite de silicona y polvos de magnetita, todas ellas con un 60% en peso de polvos de magnetita, como ya hemos mencionado anteriormente. El 40% restante de silicona líquida y aceite de silicona será lo que iremos modificando, de manera que, tendremos desde un composite formado solo por polvos de magnetita (60%) y silicona liquida (40%), sin aceite de silicona; hasta llegar a uno compuesto por un 15% en peso de aceite de silicona (siempre de ese 40% restante) \*. Podemos ver los composites fabricados y su composición en la siguiente tabla 1.

<u>MUESTRA</u>	<u>COMPOSICIÓN DE SILICONA LÍQUIDA</u> (% EN PESO DEL 40% RESTANTE) <u>*</u>	<u>COMPOSICIÓN DE ACEITE DE SILICONA</u> <u>(%EN PESO DEL 40% RESTANTE) *</u>
1	100	0
2	97,5	2,5
3	95	5
4	92,5	7,5
5	90	10
6	87,5	12,5
7	85	15

Tabla I. Muestras fabricadas de composite Silicona/magnetita.

De cada composite hemos realizado dos muestras de igual composición pero que se diferencian entre sí mediante el método de curado al que han sido sometidas.

La primera la hemos secado al aire, es decir, bajo las condiciones ambientales normales y sin aplicarle ninguna fuerza externa.

La segunda muestra de cada composite la hemos curado bajo la acción de un campo magnético fuerte, de modo que el resultado final son probetas con mayor elasticidad dotadas además de cierto grado de imanación. Así nuestras muestras se estarán comportando como imanes flexibles. Estas segundas muestras, curadas bajo la acción de un campo magnético, quedan ligeramente imantadas ya durante el proceso de curado. Será en estas muestras en las que se presenta la imanación de remanencia, que creará por sí sola un flujo magnético inicial cuando lo introducimos en el seno del carrete secundario del sistema de medida del Efecto Villari.

#### RESULTADOS DE LAS MEDIDAS DEL EFECTO VILLARI

Para cada composite hemos realizado una serie de medidas del efecto Villari, como se explica a continuación:

- En las muestras curadas al aire sin aplicación de ninguna fuerza externa, se realizan las medidas del Efecto Villari aplicando un campo magnético longitudinal externo sobre la muestra. El campo aplicado es de 2,13 mT.
- En las muestras curadas ya bajo la acción de un campo magnético se realizan dos medidas diferentes del Efecto Villari. La primera medida se obtiene aplicando un campo magnético externo sobre la muestra, como en el caso anterior. La segunda medida se realiza sin la aplicación de ningún otro campo externo, ya que utilizaremos la propia imanación remanente de la muestra que ya ha adquirido anteriormente durante el proceso de curado.

TENSIÓN	PESO	MUESTRA 1	MUESTRA 2	MUESTRA 3	MUESTRA 4	MUESTRA 5	MUESTRA 6	MUESTRA 7
(KPa)	(g)	∆φ (x10-7 V⋅s)						
0,00	0	0	0	0	0	0	0	0
6,53	10	30	20	40	35	20	80	30
13,07	20	50	50	60	60	50	110	50
19,60	30	60	120	110	110	100	180	80
26,13	40	90	160	150	150	140	280	120
32,67	50	110	190	160	200	190	360	150
39,20	60	140	250	190	250	240	440	170
45,73	70	170	300	220	320	280	530	210
52,27	80	210	370	225	370	340	630	232
58,80	90	250	420	310	410	380	710	270
65,33	100	290	480	350	470	430	770	292
71,87	110	330	560	370	520	500	830	325
78,40	120	360	610	410	560	550	910	350
84,93	130	390	670	450	630	610	960	390
91,47	140	430	720	500	690	660	1020	412
98,00	150	510	780	520	740	700	1080	440
104,53	160	550	840	560	820	760	1150	470
111,07	170	590	900	590	880	810	1220	502
117,60	180	630	940	620	940	840	1280	525
124,13	190	670	990	660	990	910	1350	550
130,67	200	710	1040	680	1050	960	1420	580

A continuación, se exponen los resultados obtenidos de dichas mediciones.

Tabla 2: Resultados de las medidas del efecto Villari de las muestras curadas sin campo y medidas con campo aplicado.

TENSIÓN	PESO	MUESTRA 1	MUESTRA 2	MUESTRA 3	MUESTRA 4	MUESTRA 5	MUESTRA 6	MUESTRA 7
(KPa)	(g)		Δ <b>φ</b> (x10-7 V⋅s)					
0,00	0	0	0	0	0	0	0	0
6,53	10	30	110	160	130	160	80	140
13,07	20	90	200	290	310	330	210	350
19,60	30	190	380	460	500	610	350	610
26,13	40	340	580	640	810	880	610	830
32,67	50	510	890	830	1040	1200	880	1210
39,20	60	750	1190	1040	1260	1490	1170	1540
45,73	70	1030	1480	1370	1540	1800	1410	1930
52,27	80	1260	1770	1640	1830	2080	1740	2340
58,80	90	1510	2030	1970	2110	2410	2030	2640
65,33	100	1860	2360	2250	2370	2710	2240	3030
71,87	110	2160	2630	2540	2610	3010	2540	3410
78,40	120	2380	2830	2830	2830	3310	2810	3760
84,93	130	2660	3190	3060	3240	3620	3110	4120
91,47	140	2870	3370	3300	3440	3940	3420	4450
98,00	150	3210	3590	3520	3630	4180	3690	4870
104,53	160	3570	3760	3830	3830	4490	3970	5230
111,07	170	3780	3950	4000	4050	4710	4260	5450
117,60	180	4010	4120	4280	4230	5080	4520	5840
124,13	190	4260	4290	4450	4430	5480	4760	6230
130,67	200	4480	4390	4680	4640	5780	5130	6530

Tabla 3: Resultados de las medidas del efecto Villari de las muestras curadas con campo y medidas sin campo aplicado.

TENSIÓN	PESO	MUESTRA 1	MUESTRA 2	MUESTRA 3	MUESTRA 4	MUESTRA 5	MUESTRA 6	MUESTRA 7
(KPa)	(g)	∆ <b>φ</b> (x10-7 V·s)						
0,00	0	0	0	0	0	0	0	0
6,53	10	100	90	140	190	150	210	110
13,07	20	160	140	280	410	320	580	250
19,60	30	340	340	470	660	520	850	440
26,13	40	570	430	680	1010	760	1070	680
32,67	50	830	580	980	1330	1070	1430	940
39,20	60	1080	890	1270	1610	1340	1750	1330
45,73	70	1360	1280	1620	1890	1620	2180	1590
52,27	80	1720	1510	1940	2230	1980	2500	1890
58,80	90	2050	1790	2270	2560	2190	2840	2150
65,33	100	2580	2080	2550	2870	2460	3280	2470
71,87	110	2820	2410	2820	3180	2750	3650	2760
78,40	120	3110	2730	3060	3490	3110	3840	3050
84,93	130	3510	2980	3360	3980	3370	4200	3270
91,47	140	3760	3260	3610	4170	3720	4470	3580
98,00	150	4110	3480	3880	4410	4050	4790	3850
104,53	160	4410	3740	4160	4740	4300	5050	4110
111,07	170	4720	3870	4430	5010	4630	5280	4380
117,60	180	4910	4210	4670	5220	4960	5600	4670
124,13	190	5240	4480	4960	5430	5360	5890	4880
130,67	200	5560	4720	5240	5630	5620	6200	5110

Tabla 4: Resultados de las medidas del efecto Villari de las muestras curadas con campo y medidas con campo aplicado.

Para obtener la tensión aplicamos la siguiente expresión:

$$\sigma = \frac{mg}{A}$$

Donde  $\sigma$  es la tensión, *m* es la masa (es decir, serían las masas que vamos añadiendo para que aumente el peso, y con ello la tensión), *g* es la gravedad y *A* es el área que posee la muestra en su sección transversal, (en nuestro caso el área es de 3x5 mm).

Las siguientes gráficas (figuras 16,17,18) muestran las curvas del Efecto Villari que poseen las muestras realizadas (Tabla 1).



Figura 16. Gráfica representativa del Efecto Villari que poseen las muestras curadas sin campo cuando las medimos bajo la acción de un campo magnético externo.



Figura 17. Gráfica representativa del Efecto Villari que poseen las muestras curadas bajo la acción de un campo magnético externo cuando las medimos sin aplicación de ningún campo externo.





#### RESULTADOS DE LAS MEDIDAS DEL MODULO DE YOUNG

Los resultados de las medidas de las curvas tensión-deformación de las muestras se pueden ver en las figuras 19 a 25.



Figura 19. Gráfico Tensión-Deformación de la muestra 1 (0% de aceite) curada sin campo aplicado.







Figura 21. Gráfico Tensión-Deformación de la muestra 3 (5% de aceite) curada sin campo aplicado.



Figura 22. Gráfico Tensión-Deformación de la muestra 4 (7,5% de aceite) curada sin campo aplicado.



Figura 23. Gráfico Tensión-Deformación de la muestra 5 (10% de aceite) curada sin campo aplicado.



Figura 24. Gráfico Tensión-Deformación de la muestra 6 (12,5% de aceite) curada sin campo aplicado.



Figura 25. Gráfico Tensión-Deformación de la muestra 7 (15% de aceite) curada sin campo aplicado.

La ecuación mostrada en las gráficas se corresponde con el resultado de la regresión lineal de los datos experimentales. El valor de la pendiente se corresponde con el módulo de Young aplicable a las muestras para el tramo de deformaciones entre 0 y 0,2.

La Tabla 5 muestra los valores de los módulos de Young obtenidos para las muestras. Como se puede observar, al diluir la silicona con pequeñas cantidades de aceite se consigue disminuir el módulo de Young de las muestras.

Muestra	Módulo de Young E (MPa)	Incertidumbre DE (MPa)
1	0,93	0,04
2	0,90	0,04
3	0,88	0,04
4	0,86	0,04
5	0,82	0,04
6	0,81	0,04
7	0,76	0,03

Tabla 5. Tabla con los valores obtenidos de nuestras muestras para el módulo de Young.

## DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

Como se verá más adelante, los resultados obtenidos de las medidas del efecto Villari de las muestras en relación con sus módulos de Young son ciertamente dispares. Por ese motivo, discutiremos por separado cada tanda de medidas.

#### MEDIDAS DEL EFECTO VILLARI SOBRE LAS MUESTRAS CURADAS SIN CAMPO

Las muestras fabricadas en ausencia de campo magnético se encuentran inicialmente desimanadas, de modo que no se detecta flujo apreciable cuando se introducen en el carrete secundario. El único modo de obtener flujo es realizar la medida del efecto Villari añadiendo un campo externo de 2,13 mT producido por el carrete primario.

Aunque el campo magnético aplicado es pequeño, produce una imanación apreciable en las muestras, de modo que al ser deformadas estas por las tensiones mecánicas se detecta una variación del flujo magnético.

La figura 16 muestra el resultado del efecto Villari sobre estas muestras bajo la aplicación del campo de 2,13 mT producido por el carrete primario como se ha dicho. En general, en los experimentos del efecto Villari, se puede observar que la señal obtenida de variación de flujo magnético es más o menos lineal con la tensión aplicada, de modo que la característica más importante para describir las gráficas es la pendiente de la recta de regresión ajustada a las mismas. La pendiente indica la sensibilidad del material a la hora de detectar las tensiones aplicadas a la muestra.

Muestra	E (MPa)	Pendiente (x10 <sup>-7</sup> Vs/kPa)
1	0,93	5,59
2	0,90	8,41
3	0,88	5,33
4	0,86	8,23
5	0,82	7,62
6	0,81	11,0
7	0,76	4,48

La tabla 6 muestra los resultados de las pendientes o sensibilidades para las muestras fabricadas en ausencia de campo magnético aplicado.

Tabla 6. Resultados de las pendientes para las muestras curadas sin la aplicación de ningún campo externo

Como se puede observar, los valores de las pendientes no siguen ningún patrón y parecen no tener relación con el módulo de Young de las muestras.

Este resultado parece indicar que las muestras desimanadas se comportan de manera distinta ante la acción del campo magnético de 2,13 mT aplicado con el carrete primario de la instalación. Aunque todas las muestras tienen la misma concentración de magnetita alcanzan distintos grados de imanación al ser introducidas en dicho campo. Además, seguramente, al ser retiradas del campo mantendrían distintos grados de remanencia.

Este hecho se puede explicar teniendo en cuenta que la imanación de las muestras no solo dependan de la concentración de polvo de magnetita, sino que influya también su granulometría; es decir, la distribución en tamaños de las partículas de magnetita que forman la muestra.

Parece, como una primera conclusión, que se necesita realizar la granulometría del polvo de magnetita utilizado, aunque dicho estudio excede los objetivos del presente trabajo.

## MEDIDAS DEL EFECTO VILLARI SOBRE LAS MUESTRAS CURADAS EN CAMPO MAGNÉTICO Y MEDIDAS EN AUSENCIA DE CAMPO.

Las muestras curadas en presencia de un campo magnético intenso de 220-350 mT quedan imanadas durante el proceso, de modo que presentan una imanación remanente y se comportan como imanes flexibles debido a su composición gomosa.

Cuando las muestras así fabricadas se introducen en el carrete secundario de la instalación de medida, ya producen un flujo inicial que se refleja en el fluxmetro. Este flujo, debido a la imanación de remanencia de las muestras lo denominaremos  $\Phi_{R}$ .

Se midieron los flujos de remanencia de todas las muestras y los resultados se pueden ver almacenados en la tabla 7 junto con los valores de las pendientes obtenidas de las gráficas del efecto Villari de la figura 17.

Los valores obtenidos de los flujos de remanencia presentan bastante dispersión teniendo en cuenta que la proporción de polvo de magnetita es la misma para todas ellas. Este hecho concuerda con los resultados obtenidos en el apartado anterior. Seguramente se requiera una gran uniformidad en el tamaño de los granos de magnetita para reducir esta dispersión en la imanación de remanencia.

Muestra	E (MPa)	Flujo de remanencia $arPsi_{R}$	Pendiente (x10 <sup>-</sup>	Pendiente calculada
		(x10⁵ Vs/kPa)	<sup>7</sup> Vs/kPa)	(x10 <sup>-7</sup> Vs/kPa)
1	0,93	395	37,4	37,2
2	0,90	382	37,1	37,0
3	0,88	385	38,1	38,0
4	0,86	374	37,5	37,7
5	0,82	425	45,1	44,6
6	0,81	388	40,9	41,2
7	0,76	435	52,5	48,7

Tabla 7. Valores de los flujos de remanencia y los valores de las pendientes obtenidas de las gráficas del efecto Villari de nuestras muestras. Las medidas realizadas del módulo de Young y del flujo de remanencia permiten comprobar el funcionamiento de la ecuación (3) en la interpretación de los resultados del efecto Villari de las muestras medidas sin campo aplicado. Para ello, hemos calculado los resultados de la ecuación (3) para cada muestra y para cada tensión aplicada usando los valores de FR (*"a"* en la ecuación (3)) y el módulo de Young (*E* en la ecuación (3)). Los resultados obtenidos se pueden observar en las figuras 26 a 32. En cada gráfico se representan los valores obtenidos experimentalmente y los calculados mediante la ecuación (3).

Se han realizado regresiones lineales de los resultados de las medidas calculadas para muestra y las pendientes obtenidas se encuentran almacenadas en la tabla 7 donde se pueden comparar fácilmente con las pendientes calculadas de las medidas experimentales.



Figura 26. Comparación gráfica de los resultados obtenidos experimentalmente y los calculados mediante la ecuación (3) para la muestra 1.



Figura 27. Comparación gráfica de los resultados obtenidos experimentalmente y los calculados mediante la ecuación (3) para la muestra 2.



Figura 28. Comparación gráfica de los resultados obtenidos experimentalmente y los calculados mediante la ecuación (3) para la muestra 3.



Figura 29. Comparación gráfica de los resultados obtenidos experimentalmente y los calculados mediante la ecuación (3) para la muestra 4.



Figura 30. Comparación gráfica de los resultados obtenidos experimentalmente y los calculados mediante la ecuación (3) para la muestra 5.



Figura 31. Comparación gráfica de los resultados obtenidos experimentalmente y los calculados mediante la ecuación (3) para la muestra 6.



Figura 32. Comparación gráfica de los resultados obtenidos experimentalmente y los calculados mediante la ecuación (3) para la muestra 7.

De los resultados almacenados en la tabla 7 se puede observar que la ecuación (3) predice muy bien la pendiente experimental de la medida del efecto Villari. Este resultado refuerza la idea de que el efecto de la variación del flujo magnético en los experimentos se debe a la disminución de la sección transversal de la muestra al ser traccionada.

Por otra parte, las gráficas que comparan los resultados calculados con los obtenidos experimentalmente ofrecen divergencias bastante importantes como se puede ver.

Pensamos que las diferencias entre los valores calculados y los valores experimentales pueden deberse a que, en las medidas realizadas a tensiones pequeñas, la muestra sufre movimientos de recolocación y ajuste en sus mordazas, lo que hace que la tensión aplicada no se utilice para deformar a la muestra, sino para recolocarla. Una vez que la muestra no se mueve en sus mordazas, se deforma regularmente con la tensión reproduciendo la misma pendiente que la curva calculada.

### MEDIDAS DEL EFECTO VILLARI SOBRE LAS MUESTRAS CURADAS EN CAMPO MAGNÉTICO Y MEDIDAS CON CAMPO APLICADO.

Las mismas muestras analizadas en apartado anterior, que habían sido fabricadas en el seno de un campo magnético para inducir en ellas una imanación remanente, son ahora medidas en la instalación de medida del efecto Villari aplicando un campo mediante el carrete primario de 2,13 mT. Los resultados obtenidos se pueden ver en la figura 18.

Al realizar la medida con el campo magnético aplicado, la imanación de las muestras deberá ser ligeramente superior a la imanación remanente del apartado anterior, de modo que este aumento se debe ver reflejado en un aumento en los flujos medidos durante los experimentos.

La tabla 8 muestra los valores de las pendientes obtenidas experimentalmente y representadas en la figura 18. Los valores de los flujos de remanencia FR y los valores de los flujos de la imanación que mejor se ajustan a la ecuación (3) para obtener las pendientes experimentales.

Muestra	E (MPa)	Flujo de remanencia	Pendiente (x10 <sup>-</sup>	Flujo de Imanación calculada
		Φ <sub>R</sub> (x10 <sup>-5</sup> Vs)	<sup>7</sup> Vs/kPa)	(x10⁵ Vs)
1	0,93	395	45,8	484
2	0,90	382	38,9	402
3	0,88	385	42,0	426
4	0,86	374	45,6	452
5	0,82	425	44,2	422
6	0,81	388	48,7	460
7	0,76	435	41,5	371

Tabla 8. Valores de las pendientes obtenidas experimentalmente, además de los flujos de remanencia (FR) y los valores de los flujos de la imanación.

Como se puede apreciar en la tabla, con la aplicación del campo magnético de 2,13 mT proporcionado por el carrete primario de la instalación, en general se observa, como cabría esperar un aumento de la pendiente. No se puede extraer una conclusión clara

de este primer experimento ya que el aumento observado no parece seguir un patrón claro.

En la tabla también se puede ver el valor para el flujo de la imanación que mejor ajusta la ecuación (3) para obtener la pendiente experimental. En dos de las muestras nos encontramos con un resultado absurdo; la muestras con 10% y 15% de aceite producen un resultado cualitativamente contrario al que deberían, ya que al aplicar el campo la imanación debería aumentar y no disminuir como reflejan las medidas de estas muestras. Una explicación para este resultado anómalo puede ser que las muestras se colocaran con la imanación invertida al sentido del campo, en vez de hacerlo c on la imanación en el mismo sentido que el campo. Este error en la colocación de la muestra haría que el campo magnético aplicado en realidad desimanase en parte a las muestras en vez de imanarlas.

# CONCLUSIONES

La disminución del módulo de Young en los composites de magnetita-silicona analizados produce un aumento en la señal obtenida del efecto Villari de acuerdo con el modelo que explica el efecto debido a la disminución del área de la sección transversal de las muestras cuando son traccionadas.

La imanación que se obtiene en el composite no solo depende de la proporción de polvo de magnetita, sino que también de la distribución relativa de los tamaños de grano. Debido a la conclusión anterior, la medida del efecto Villari con campo magnético aplicado es difícil de controlar y los resultados son impredecibles.

El uso de muestras de composite fabricadas en el seno de un campo magnético intenso y realizando las medidas del efecto Villari sin aplicación de campo magnético produce resultados predecibles según nuestro modelo.

#### ANEXOS Y BIBLIOGRAFIA

- J. Rabinow 1948 Magnetic Fluid Clutch National Bureau of Standards Technical News Bulletin 32 54–60.
- M.R. Jolly, J.D. Carlson and B.C. Muñoz, Smart mater. Struct. 5 (1996)
  607.
- M.R. Jolly, J.D. Carlson, B.C. Muñoz and T.a. Bullions, J. Intell. Mater. Syst. Struct. 7 (1996) 613.
- V.Q. Nguyen, A.S. Ahmed and R.V. Ramanujan, Adv. Mater. 24 82012)
  4041.
- X. Zhao, J. Kim, Ch.A. Cezar, N. Huebsch, K. Lee, K. Bouhadir and D.J. Mooney, Active scaffolds on-demand drug and cell delivery. Proc. Natl. Acad. Sci. USA 2011, 108, 67.
- 6) X. Zhou and F. Amirouche, Micromachines 2 (2011) 345.
- F. N. Pirmoradi, J.K. Jackson, H.M. Burt and M. Chiao, Lab. Chip 11 (2011) 3072.
- W. Li, X. Zhang and H. Du. Development and simulation evaluation of a magnetorheological elastomer isolator for seat vibration control J. Intell. Mater. Syst. Struct. 23 (2012) 1041–8.
- S.H. Eem, H.J. Jung and J.H. Koo. Application of MRelastomers for improving seismic protection of base-isolatedstructures IEEE Trans. Mag. 47 (2011) 2901–4.
- 10) S. Abramchuk, Polym. Adv. Technol. 18 (2007) 88389.
- 11) Kallio, Marke, Espoo, VTT Publicatons. 565 (2005)146 p.

- 12) N. Guskos, J, Typek, B.V. Padyak, Yu K.Gorelenko, I. Pelech, U. Narkiewicz, e. Pesowicz, A. Guskos and Z. Rosnaliec, Journal of Non Crystalline Solids. 356 (2010)1893-1901.
- 13) P. Siegried, J.-H.Koo and M. Pechan, Polymer testing 37 (2014) 6-11.
- 14) L.A. Makarova, Y.A. Alekhina, T.S Rusakova and N.S. Perov. Tunable properties of magnetoactive elastomers for biomedical applications.
   Physics Procedia 82 (2016) 38-45.
- 15) G.V. Stepanov, S.S. Abramchuk, D.A. Grishin, L.V. Nikitin, E.Yu. Kramarenko y A.R. Khokhlov. Polymer 48 (2007) 488.
- G. Riesgo, J. Carrizo, L. Elbaile, R.D. Crespo, R. Sepúlveda, J.A.
  García, Magnetostrictive properties of FeAl/Polyester and FeAl/silicone composites, Materials Science and Engineering B, 215 (2017) 56.
- 17) Y. Chen, J.E. Snyder, C.R. Schwichtenberg, K.W. Dennis, D.K. Faltzgraf, R.W. McCallum, D.C. Jiles, Effect of the elastic modulus of the matrix on magnetostrictive strain in composites, Appl. Phys. Lett. 74 (1999) 1159-1161
- 18)G. Riesgo, L. Elbaile, J. Carrizo, G. García, R.D. Crespo, M.A. García,Y.Torres y J.A. García; Villari Effect in Silicone/FeGa composites, BullMaster (en prensa).
- G. García. Diseño y construcción de una instalación para la medida de efectos magnetomecánicos en composites magnéticos, Escuela Superior de la Marina Civil, Universidad de Oviedo, Gijón (diciembre 2016).

44