

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 698 153**

21 Número de solicitud: 201730993

51 Int. Cl.:

**B27K 7/00** (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN

B2

22 Fecha de presentación:

**31.07.2017**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**31.01.2019**

Fecha de concesión:

**31.05.2019**

45 Fecha de publicación de la concesión:

**07.06.2019**

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID (42.8%)  
Avda. Gregorio Peces Barba, 1  
28919 LEGANES (Madrid) ES;  
INSTITUTO DE CIÊNCIA E INOVAÇÃO EM  
ENGENHARIA MECÂNICA E ENGENHARIA  
INDUSTRIAL (28.6%);  
UNIVERSIDADE DO PORTO (14.3%) y  
UNIVERSIDAD PONTIFICIA COMILLAS (14.3%)**

72 Inventor/es:

**ABENÓJAR BUENDÍA, Juana;  
OLIVEIRA QUEIRÓS FERREIRA BARBOSA, Ana  
Sofía;  
MARTÍNEZ CASANOVA, Miguel Angel;  
CAMILO CARBAS, Ricardo João;  
VELASCO LÓPEZ, Francisco Javier;  
MARTINS DA SILVA, Lucas Filipe y  
DEL REAL ROMERO, Juan Carlos**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

54 Título: **Procedimiento para la producción de partículas de corcho magnéticas, partículas así obtenidas y usos de las mismas**

57 Resumen:

Procedimiento para la producción de partículas de corcho magnéticas, partículas así obtenidas y usos de las mismas.

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir partículas de corcho magnéticas que comprende las etapas de proporcionar una composición de una solución alcalina y partículas de corcho, con un tamaño comprendido entre 1 nm y 2 mm, y agitar; añadir una solución ácida que contenga cationes de  $Fe^{3+}$  y  $Fe^{2+}$  a la composición para provocar la magnetización de las partículas de corcho y mantener la agitación; filtrar la solución obtenida para obtener un precipitado de partículas de corcho magnetizadas y lavar el precipitado con agua hasta que la solución de lavado alcance un pH comprendido entre 4 y 7, y dejar secar hasta obtener partículas de corcho magnetizadas estabilizadas, en el que la magnetización de las partículas de corcho es debida a la formación de un revestimiento de magnetita sobre las partículas, adsorbiéndose la magnetita sobre la superficie de la partícula. También se refiere a partículas de corcho magnetizadas así obtenidas y sus usos.

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 41 LP 24/2015.

Dentro de los seis meses siguientes a la publicación de la concesión en el Boletín Oficial de la Propiedad Industrial cualquier persona podrá oponerse a la concesión. La oposición deberá dirigirse a la OEPM en escrito motivado y previo pago de la tasa correspondiente (art. 43 LP 24/2015).

ES 2 698 153 B2

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de partículas de corcho magnéticas, partículas así obtenidas y usos de las mismas

5

### Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir partículas magnéticas. En particular, se refiere a un procedimiento para obtener partículas de corcho magnéticas, a las partículas obtenidas mediante este procedimiento y a sus usos en la fabricación de adhesivos, pinturas o materiales compuestos de matriz polimérica o para formar pequeñas piezas magnéticas que se aplicarán en diferentes industrias.

10

### Antecedentes de la invención

15

La demanda de nuevos materiales con propiedades personalizadas aumenta cada día, siendo necesario combinar diferentes grupos de materiales, tales como materiales compuestos. Debido a estos requisitos, se están desarrollando polímeros, pinturas o adhesivos con mejoradas propiedades eléctricas, térmicas, mecánicas (fatiga, tenacidad, impacto o desgaste). También se requiere una combinación de propiedades, junto con la necesidad de obtener materiales más ligeros.

20

En respuesta a esta demanda, los autores de la presente invención han desarrollado un nuevo procedimiento para obtener partículas de corcho magnetizadas. En 1981, Massart (*R.Massart. Preparation of aqueous magnetic liquids in alkaline and acidic media. IEEE transactions on magnetics, 17/2 (1981) 1247-1248*) obtuvo una disolución acuosa de magnetita. Mediante un procedimiento similar, en 2004, Oliveira et al. fabricaron un material compuesto de carbono magnético activado en disolución para absorber contaminantes de agua, tales como aceite (*L.C.A. Oliveira, R.V.R.A. Rios, J.D. Fabris, R.M. Lago, K. Sapag. Magnetic particle technology: A simple preparation of magnetic composites for the adsorption of water contaminants. Journal of Chemical Education, 82 (2004) 248-250*). También se ha obtenido madera magnética (*B.Hui, G. Li, G. Han, Y. Li, L. Wang, J. Li. Fabrication of magnetic response composite based on wood veneers by a simple in situ synthesis method. Wood Science and Technology 49 (2015) 755-767*). Con el fin de

30

producir la madera magnética, se requiere un recubrimiento de quitosano seguido por un tratamiento de magnetización. El quitosano actúa como un puente que une el revestimiento de magnetita y los sustratos de madera, que es el factor clave para la formación de sus fuertes fuerzas de unión. Otro procedimiento para obtener madera magnética fue propuesto por Dong *et al.* (Y. Dong, Yutao Y., Y. Zhang, S. Zhan, J. Li. *Combined treatment for conversion of fast-growing poplar wood to magnetic wood with high dimensional stability Wood Science and Technology* 50 (2016) 503–517), con magnetización de madera de álamo por coprecipitación de iones férricos y ferrosos y posterior polimerización in situ por impregnación con una solución de alcohol furfurílico.

10

El procedimiento propuesto por los autores de la presente invención parte de los mismos conceptos, es decir, una coprecipitación de iones férricos y ferrosos en una disolución alcalina, pero, en este caso, sin la necesidad de introducir los iones de hierro desde la disolución al componente bajo condiciones de vacío y furfurilación (Dong *et al.*, 2016), como se demuestra en la madera. También permite trabajar directamente con las partículas, sin necesidad de que estén en la disolución (como Massart *et al.*, 1981, y Oliveira *et al.*, 2004) y tampoco es necesario insertar grupos de nitrógeno en la superficie como en Hui, *et al.*, 2015. Ventajosamente, en el procedimiento de la presente invención la magnetita es adsorbida sobre la superficie de las partículas.

20

Con el procedimiento de magnetización propuesto en la presente invención se han obtenido partículas de corcho con propiedades magnéticas. En los materiales compuestos, estas partículas se pueden usar para modificar las propiedades finales. Por ejemplo, el corcho modifica las propiedades mecánicas de los adhesivos epoxi, aumentando su resistencia al impacto y su tenacidad (Barbosa, A. Q., da Silva, L. F., Öchsner, A., Abenojar, J., & del Real, J. C. (2012). *Influence of the size and amount of cork particles on the impact toughness of a structural adhesive. The Journal of Adhesion*, 88(4-6), 452-470). La metodología propuesta en la presente invención permite fabricar partículas de corcho magnéticas y las utiliza para reforzar una matriz polimérica, de manera que las partículas pueden ser desplazadas a lugares específicos dentro del material antes del procedimiento de curado, pudiendo así modificar las propiedades mecánicas en localizaciones específicas de los materiales compuestos.

30

Todos los tipos de relés contienen un material electroconductor y se pueden mover

libremente bajo el efecto de un campo magnético externo. Durante su ciclo de vida, los extremos libres de las placas, dirigidos uno hacia el otro, se solapan y forman una base para un nuevo tipo de dispositivo de conmutación con un "contacto germético controlado magnéticamente" ("germetic magnetically controlled contact") (en ruso) o "interruptor de láminas" ("reed switch") (en inglés). Este contacto se denomina "contacto controlado magnéticamente" porque se cierra bajo la influencia de un campo magnético externo, a diferencia de los contactos de los relés ordinarios que se conmutan con la ayuda de la fuerza mecánica aplicada directamente sobre ellos (*Reed Switches and Reed Relays in Electric Relays: Principles and applications. Taylor & Francis Group, LLC, 2006*). Los elementos de contacto de los interruptores de láminas están hechos de materiales ferromagnéticos con coeficientes de expansión lineal similares al vidrio. El material más frecuentemente usado es Permalloy, una aleación de hierro y níquel (*H. Shokrollahi, K. Janghorban. Soft magnetic composite materials (SMCs). Journal of Materials Processing Technology, 189 (2007) 1–12; H. Shokrollah. The magnetic and structural properties of the most important alloys of iron produced by mechanical alloying. Materials & Design, 30 (2009) 3374–3387*) (usualmente un 25 % de níquel en la aleación). A veces se usa Kovar (aleación de hierro, níquel y cobalto) para aplicaciones de alta temperatura (*Shankar B. Dalavi, J. Theerthagiri, M.Manivel Raja, R.N. Panda. Synthesis, characterization and magnetic properties of nanocrystalline FeNi<sub>80-x</sub>Co<sub>20</sub> ternary alloys. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 344 (2013) 30–34*).

Existen muchas patentes que reivindican sensores magnéticos, pero en todos los casos se usan aleaciones metálicas (por ejemplo, los documentos US 6201259 B1 o US 6636391 B2). Ventajosamente, las partículas magnéticas naturales obtenidas por el procedimiento de la presente invención se podrían conformar para formar pequeñas piezas magnéticas, como sensores, relés o electroimanes más ligeros que los metálicos (por ejemplo, aleaciones de hierro) utilizados actualmente.

Finalmente, las partículas de corcho magnetizadas de la presente invención se pueden usar en la fabricación de materiales compuestos, pinturas o adhesivos, aprovechando su movilidad en la matriz polimérica antes del procedimiento de curado.

### **Breve descripción de los dibujos**

La invención puede adoptar diferentes formas físicas y químicas, cuyos modos de realización preferentes se describirán en detalle y se ilustran en las figuras que se adjuntan a este documento:

- 5
- Figura 1.-** Cámara de plasma de baja presión: (izquierda) en el exterior y (derecha) en el interior.
- Figura 2.-** Esquema del procedimiento de fabricación de partículas magnéticas.
- 10 **Figura 3.-** Densidad de partículas de corcho medida con un picnómetro de helio.
- Figura 4.-** Partículas de corcho no tratadas, en un intervalo de 250-500  $\mu\text{m}$ .
- Figura 5.-** Partículas de corcho, en un intervalo de 250-500  $\mu\text{m}$ , tratados en cámara de plasma.
- Figura 6.-** Partículas de corcho, en un intervalo de 250-500  $\mu\text{m}$ , lavadas.
- 15 **Figura 7.-** Partículas de corcho magnéticas: (izquierda) 53-38  $\mu\text{m}$  y (derecha) 250-125  $\mu\text{m}$ .
- Figura 8.-** Espectro EDX de una partícula de corcho magnética en el área marcada en la micrografía.
- Figura 9.-** Mapeo elemental obtenido a partir de espectros EDX, sobre una partícula magnética de corcho, medido en el área marcada en la figura 8.
- 20 **Figura 10.-** Prueba con un imán sobre las partículas de corcho magnéticas: (izquierda) 53-38  $\mu\text{m}$  y (derecha) 250-125  $\mu\text{m}$ .
- Figura 11.-** Patrón de difracción de rayos X de partículas de corcho magnéticas obtenido con diferentes soluciones alcalinas. JCPDS número 89-2355 para  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetita).

### 25 **Descripción detallada de la invención**

En respuesta a las necesidades del estado de la técnica, en relación con la búsqueda de nuevos materiales con propiedades personalizadas, junto con la necesidad de obtener materiales más ligeros, los autores de la presente invención han desarrollado una nueva

30 técnica para obtener partículas magnéticas a partir de materiales biológicos. En este procedimiento, la magnetización se produce aplicando un recubrimiento de magnetita sobre la partícula biológica, adsorbiéndose la magnetita sobre la superficie del material.

La técnica propuesta se ha aplicado al corcho, para obtener partículas de corcho

funcionalmente modificadas.

La presente invención proporciona, por tanto, un procedimiento para producir partículas de corcho magnéticas que comprende las etapas de:

5

a) Proporcionar una composición que comprende una solución alcalina y partículas de corcho, teniendo dichas partículas un tamaño comprendido entre 1 nm y 2 mm, y agitar;

10 b) Añadir una solución ácida que contenga cationes de  $\text{Fe}^{3+}$  y  $\text{Fe}^{2+}$  a la composición obtenida en a) para provocar la magnetización de las partículas de corcho y mantener la agitación;

c) Filtrar la solución obtenida en b) para obtener un precipitado de partículas de corcho magnetizadas, y

15 d) Lavar el precipitado con agua hasta que la solución de lavado alcance un pH comprendido entre 4 y 7 y dejar secar hasta obtener partículas de corcho magnetizadas estabilizadas,

Las partículas se secan hasta que alcanzan el peso constante; el tiempo depende del agua absorbida por el corcho.

20

La magnetización de las partículas de corcho en b) se debe a la formación de un revestimiento de magnetita sobre las partículas, adsorbiéndose la magnetita sobre la superficie de la partícula.

25 En un modo de realización en particular, la solución alcalina de la etapa a) es NaOH o  $\text{NH}_3$ . En un modo de realización preferente, se usan 8-15 gramos de partículas de corcho por litro de solución alcalina.

30 La solución ácida de la etapa b), que contiene cationes de  $\text{Fe}^{3+}$  y  $\text{Fe}^{2+}$ , tiene un pH de entre 1,5 y 2,5, y se obtiene a partir de sales de cloruro o sulfatos férrico o ferroso. Ambas soluciones se procesan para producir magnetita. En un modo de realización preferente, los cationes de  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$  mantienen una proporción molar de 5/3, de acuerdo con la reacción química.

En el procedimiento de la presente invención, el control del pH es esencial para la formación de magnetita, ya que a un pH muy ácido se forma un precipitado parduzco cuasi-gelatinoso y a un pH alrededor de 4 la magnetita comienza a estabilizarse y a depositarse sobre las partículas de corcho. Esta estabilización termina con el pH neutro.

5

En las partículas con baja energía superficial, es necesario aumentar su energía superficial usando tratamientos mecánicos o modificaciones químicas, para aumentar su humectabilidad y permitirles adherirse a otros materiales. Este grupo de materiales incluye polímeros y la mayoría de los materiales naturales, tal como corcho. Los tratamientos superficiales se utilizan para aumentar la energía superficial, siendo la energía superficial una medida de las fuerzas intermoleculares. Cuando un sólido tiene alta energía superficial, atrae mejor los líquidos y se dice que es humedecido por ellos.

En el procedimiento de la presente invención, las partículas de magnetita deben ser adsorbidas superficialmente por las partículas a tratar. Por lo tanto, es necesario tener una energía superficial previa adecuada junto con una limpieza superficial.

Por consiguiente, en modos de realización en particular del procedimiento de la presente invención, pueden ser necesarios pretratamientos superficiales de las partículas de corcho. Estos pretratamientos incluyen tratamientos de limpieza o activación superficial que promuevan el procedimiento de magnetización.

Por lo tanto, en un modo de realización en particular del procedimiento de la presente invención, el pretratamiento incluye lavar las partículas de corcho con agua desionizada, acetona y etanol, y dejarlas secar.

En otro modo de realización en particular, la etapa de pretratamiento incluye tratar y limpiar las partículas de corcho en una cámara de plasma de baja presión con diferentes gases (aire, oxígeno u otros gases inertes).

30

El plasma es un material gaseoso fuertemente ionizado con un número igual de cargas eléctricas positivas y negativas libres. Cuando el plasma entra en contacto con la superficie de cualquier material, su energía es liberada y transmitida a esa superficie. El principio del proceso se basa en las interacciones entre las partículas del plasma y la superficie del

material (F.F. Chen, M.D. Smith. *Plasma in Van Nostrand's Scientific Encyclopedia*. John Wiley & Sons, Inc 2007; A. Schutze, J.Y. Jeong, S.E. Babayan, J. Park, G.S. Selwyn, R.F. Hicks. *The atmospheric-pressure plasma jet: a review and comparison to other plasma sources*. *IEEE Transactions on Plasma Science*, 26/6 (1998) 1685–1694). Los efectos que se pueden obtener mediante el tratamiento con plasma son: limpieza, activación superficial y erosión superficial.

El procedimiento de magnetización se llevó a cabo en una disolución acuosa y, después de la estabilización de este procedimiento, se consiguió la magnetización de las partículas. Después del procedimiento de secado de las partículas en la etapa d), se mantiene la magnetización.

En otro aspecto principal de la presente invención, se contemplan aquellas partículas de corcho magnetizadas obtenidas por el procedimiento de la presente invención.

Las partículas de corcho magnéticas así obtenidas se pueden introducir en una matriz polimérica y dispersar de tal manera que se proporcionen diferentes propiedades mecánicas, de desgaste o eléctricas al material. Una vez que las partículas están incrustadas o embebidas en la matriz de resina y el procedimiento de curado ha terminado, ya no se observan las propiedades magnéticas.

Por lo tanto, otro aspecto de la presente invención se refiere al uso de partículas de corcho magnetizadas así obtenidas en la fabricación de materiales compuestos de matriz polimérica. Particularmente, las partículas de corcho magnetizadas constituyen entre un 0,01 y un 70 % del volumen total de la composición del material compuesto.

El objetivo principal de la presente invención es desarrollar una técnica capaz de obtener partículas de corcho funcionalmente modificadas con el fin de proporcionar propiedades magnéticas, que pueden ser movidas por un imán mediante atracción. Por lo tanto, las partículas se pueden incrustar en una resina (adhesivo o pintura) con el fin de modificar sus propiedades mecánicas, eléctricas, térmicas o de desgaste en áreas específicas donde podrían ser demandadas.

Por lo tanto, otro aspecto de la presente invención se refiere al uso de las partículas de



corcho magnéticas obtenidas por el procedimiento de la presente invención en la fabricación de composiciones adhesivas o de pintura. Las partículas de corcho magnetizadas constituyen entre un 0,01 y un 40 % del volumen total de la composición.

- 5 Al mismo tiempo, en algunos casos, estas partículas magnéticas se pueden usar en la fabricación de pequeñas piezas magnéticas, como sensores, relés o electroimanes más ligeros que los metálicos actualmente usados y aplicarse en un gran número de industrias.

## EJEMPLOS

10

### *Materiales y pretratamientos*

En este ejemplo, las partículas de corcho se sometieron a un pretratamiento previo para obtener una energía superficial previa adecuada junto con una limpieza superficial.

15

Por lo tanto, se llevaron a cabo dos pretratamientos previos alternativos de las partículas de corcho en el procedimiento de magnetización, que se detallan a continuación:

1. Se lavaron de 3-3,5 g de partículas de corcho progresivamente con 100 ml de agua desionizada, acetona y etanol. Las partículas se dejaron secar hasta el día siguiente para llevar a cabo el procedimiento de magnetización; o

20

2. Las partículas se trataron y se limpiaron en la cámara de plasma a baja presión durante 5 minutos a baja potencia con aire (figura 1). En relación con este tema se han publicado varios artículos sobre el efecto del plasma sobre las partículas (*J. Abenojar, A. Q.Barbosa, Y. Ballesteros, J.C. del Real, L.F.M. da Silva, M.A. Martínez. Effect of surface treatments on cork: surface energy, adhesion and acoustic insulation. Wood Science and Technology 48/1 (enero 2014) 207-224; A.Q. Barbosa, M. Figueiredo, L. da Silva, A. Öchsner, J. Abenojar. Toughness of a brittle epoxy resin reinforced with micro cork particles: effect of size, amount and surface treatment. Composites Part B, 114 (2017) 299-310, DOI: 10.1016/j.compositesb.2016.10.072*).

25

30

### *Magnetización*

Para el tratamiento de magnetización fue necesaria una solución de cationes de  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$  obtenidos a partir de sales de cloruro o sulfatos férrico o ferroso. Estos cationes, de acuerdo con la reacción química de formación de la magnetita, deberían mantener una proporción molar de 5/3 en la solución de 20 g/l (manteniendo la estequiometría de la reacción, se puede cambiar el volumen). Esta solución de cationes de hierro tiene un pH ácido de 2,0.

Se usó una solución 1 M de amoníaco (pH 12) como solución alcalina. También se podría usar una solución de NaOH (5 M) como solución alcalina. El control del pH fue esencial para la formación de magnetita, ya que a un pH muy ácido se formó un precipitado parduzco cuasi-gelatinoso y a un pH alrededor de 4 la magnetita empezó a estabilizarse y a depositarse sobre las partículas de corcho. Esta estabilización finalizó con el pH neutro.

El proceso de magnetización sigue el esquema presentado en la **figura 2**. Se añadieron 12 gramos de partículas por cada litro de solución de amoníaco. Con la ayuda de una placa magnética y un imán, se agitaron las partículas en el amoníaco (1). A partir de una bureta, la solución de cationes de Fe se añadió gota a gota sobre el amoníaco con las partículas a magnetizar (2), manteniendo una agitación suave.

Después de añadir toda la solución, se mantuvo bajo agitación suave durante aproximadamente 5 minutos y después otros 5 minutos en reposo. La solución resultante tenía un pH de aproximadamente 9,5. La solución se filtró entonces y el precipitado tuvo que ser lavado con agua desionizada (3) hasta un pH de 6,5. Una vez obtenido el pH deseado, se dejó secar alrededor de 6 horas en una estufa a 60 °C, hasta que se alcanzó una masa constante.

### *Caracterización*

Con el fin de estudiar el efecto de la magnetización, se midió la densidad de polvo usando un picnómetro de helio. La morfología del material también se estudió con microscopía electrónica de barrido (SEM) y se realizaron pruebas de difracción de rayos X.

Para probar que las partículas magnéticas habían sido magnetizadas, las muestras se

sometieron a pruebas con imanes de neodimio (imanes de disco de Ø 60 mm, altura 5 mm y Ø 30 mm, altura 15 mm, neodimio, N42, niquelado por Supermagnetec).

### *Resultados*

5

La **figura 3** muestra los resultados de densidad medidos con el picnómetro de helio para diferentes tamaños de partícula de corcho. Se observó un aumento de un 13,5 % para partículas más pequeñas (38-53 µm) y de un 17,5 % para partículas más grandes (125 y 250 µm), lo que lleva a la conclusión de que la magnetita estaba presente en las partículas.

10

Las partículas más grandes tenían más cavidades en las que se podía depositar la magnetita. Aunque las partículas más pequeñas presentan más superficie disponible para la deposición de magnetita, también presentan menos cantidad de cavidades, por lo que se observa una diferencia entre las densidades.

15

La cantidad (en volumen) de partículas de corcho añadidas a la matriz polimérica está, por tanto, intrínsecamente ligada a la densidad; existe la necesidad de recalcular su valor teniendo en cuenta este aumento de densidad.

20

La **figura 4** presenta las partículas de corcho sin ningún tratamiento, donde la estructura de panal, característica del corcho, está claramente identificada. En las partículas analizadas, el grosor de la pared celular estaba entre 1,5 y 2 µm. Cuando se lleva a cabo el tratamiento con plasma, aparentemente se observa una disminución en el tamaño de la pared celular de hasta 0,4 µm y una deformación en la partícula (**figura 5**). Sin embargo, este efecto no se detectó cuando se lavaron las partículas (**figura 6**).

25

En las partículas tratadas en una cámara de plasma se observa una mejorada unión entre el corcho y la magnetita, en comparación con las partículas lavadas. No obstante, las partículas de corcho se pueden magnetizar con los dos pretratamientos. En la **figura 7** se puede observar cómo las partículas están completamente recubiertas independientemente de su tamaño, y no se percibe la estructura de panal de las partículas de corcho.

30

Cuando las partículas de corcho fueron analizadas por EDX (espectros de rayos X de energía dispersiva), se revelaron los elementos presentes y su cantidad y se confirmó la presencia de hierro en las partículas. De acuerdo con la **figura 8**, en el área analizada se

encontró carbono, pico K (7,88 % en peso), oxígeno, pico K (56,49 % en peso) y hierro, pico L (35,63 % en peso). La **figura 9** muestra un mapeo elemental obtenido en la misma área que la **figura 8**. Aunque la falta de planitud de las partículas no permite un mapeo elemental sobre toda el área, es posible observar la presencia de los tres elementos en la zona  
5 analizada.

Usando un imán, se mostró cómo todas las partículas fueron atraídas, independientemente de su tamaño (véase la **figura 10**). La presencia de magnetita en las partículas de corcho también se estudió mediante difracción de rayos X. El corcho, que es un material amorfo,  
10 presenta el difractograma característico de cualquier material amorfo. Cuando el corcho magnético se estudió por difracción de rayos X (**figura 11**), la presencia de magnetita se puede observar por la coincidencia con el patrón de la magnetita nº 89-2355. En este análisis, la prueba se llevó a cabo en partes en que la solución alcalina de hidróxido de amonio o amoniaco disociado ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) se cambió por hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ). Los  
15 resultados son los mismos, coincidiendo la magnetita con el mismo patrón.

20

25

30

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de partículas de corcho magnéticas, comprendiendo el procedimiento las etapas de:

5

a) Proporcionar una composición que comprende una solución alcalina que contiene partículas de corcho, teniendo dichas partículas un tamaño comprendido entre 1 nm y 2 mm, y agitar;

10 b) Añadir una solución ácida que contenga cationes de  $\text{Fe}^{3+}$  y  $\text{Fe}^{2+}$  a la composición obtenida en a) para provocar la magnetización de las partículas de corcho y mantener la agitación;

c) Filtrar la solución obtenida en b) para obtener un precipitado de partículas de corcho magnetizadas, y

15 d) Lavar el precipitado con agua hasta que la solución de lavado alcance un pH comprendido entre 4 y 7 y dejar secar hasta obtener partículas de corcho magnetizadas estabilizadas,

20 en el que la magnetización de las partículas de corcho en b) se debe a la formación de un revestimiento de magnetita sobre las partículas, adsorbiéndose la magnetita sobre la superficie de la partícula.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la solución alcalina de la etapa a) es NaOH o  $\text{NH}_3$ .

25 3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el que la solución ácida tiene un pH de entre 1,5 y 2,5.

30 4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la solución ácida de la etapa b), que contiene cationes de  $\text{Fe}^{3+}$  y  $\text{Fe}^{2+}$ , se obtiene a partir de sales de cloruro o sulfatos ferroso o férrico.

5. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 4, en el que los cationes de  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$  mantienen una proporción molar de 5/3.

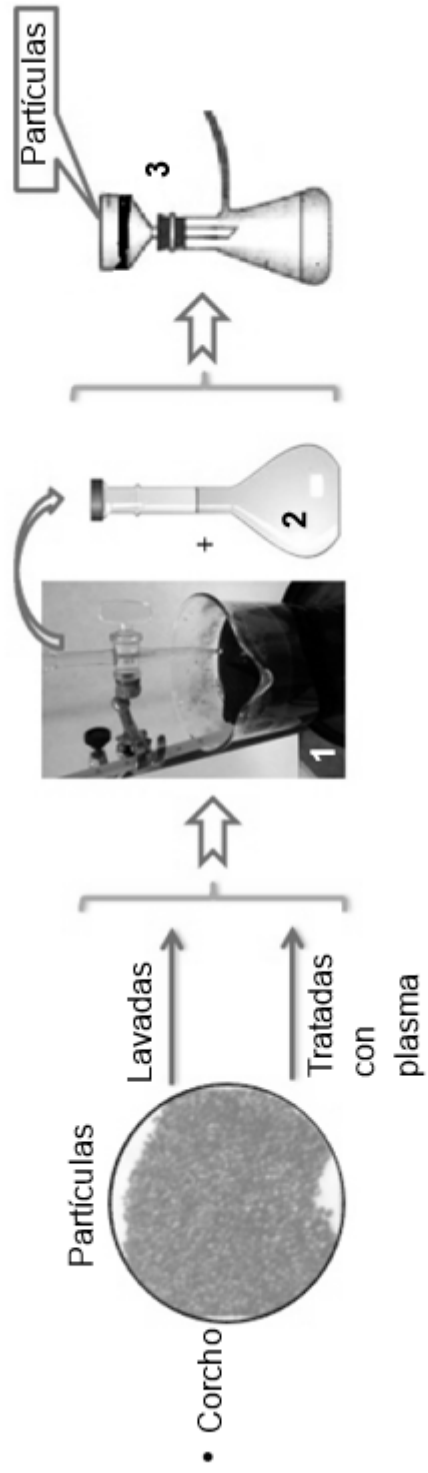
6. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las partículas de corcho se someten a un pretratamiento superficial antes de la etapa a).
7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el pretratamiento es un tratamiento de limpieza o activación superficial.
8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el pretratamiento incluye lavar las partículas de corcho con agua desionizada, acetona y etanol, y dejarlas secar.
9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el pretratamiento incluye tratar y limpiar las partículas de corcho en una cámara de plasma de baja presión con un gas.
10. Partículas de corcho magnetizadas obtenidas mediante el procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1-9.
11. Uso de partículas de corcho magnetizadas, de acuerdo con la reivindicación 10, para la fabricación de composiciones de adhesivo o de pintura.
12. Uso de acuerdo con la reivindicación 11, en el que las partículas de corcho magnetizadas constituyen entre un 0,01 y un 40 % del volumen total de la composición.
13. Uso de partículas de corcho magnetizadas, de acuerdo con la reivindicación 10, para la fabricación de materiales compuestos de matriz polimérica.
14. Uso de acuerdo con la reivindicación 13, en el que las partículas de corcho magnetizadas constituyen entre un 0,01 y un 70 % del volumen total de la composición del material compuesto.
15. Uso de partículas de corcho magnetizadas, de acuerdo con la reivindicación 10, para la fabricación de pequeñas partículas magnéticas.

16. Uso de acuerdo con la reivindicación 15, en el que las partículas magnéticas pequeñas son sensores, relés o electroimanes.

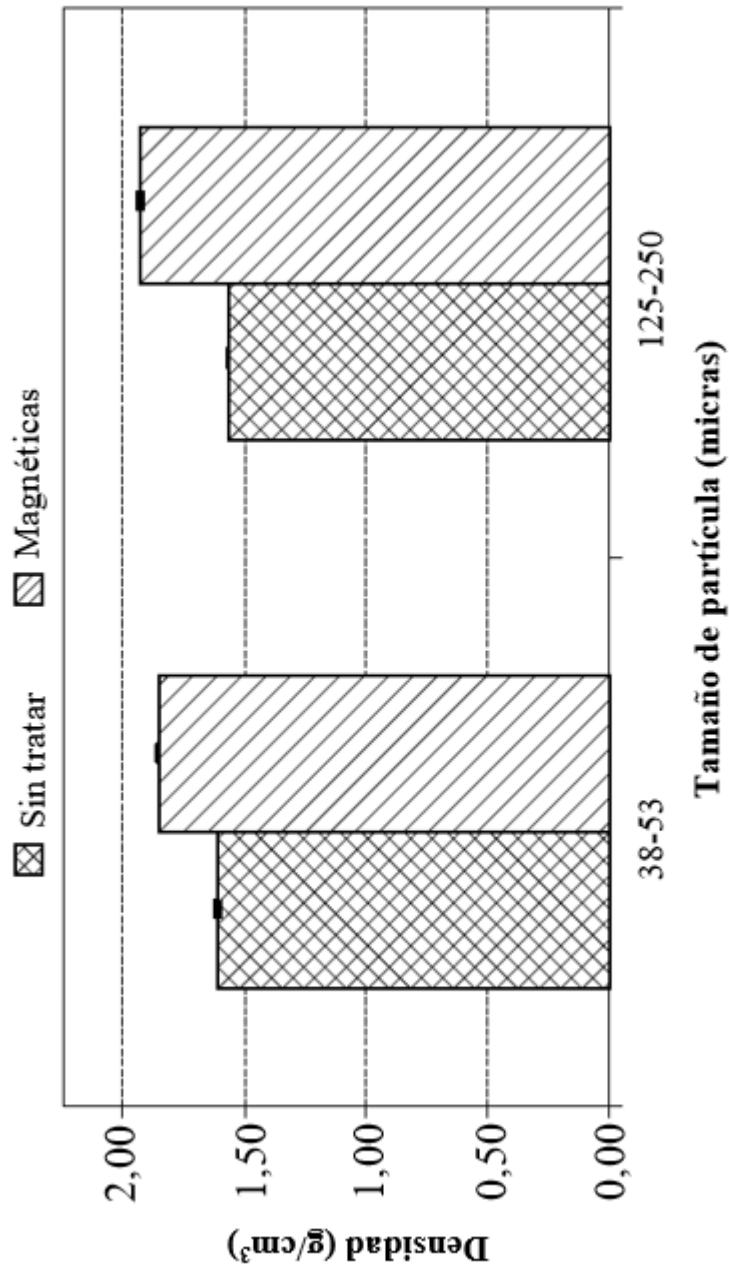


**FIG. 1**





**FIG. 2**



**FIG. 3**

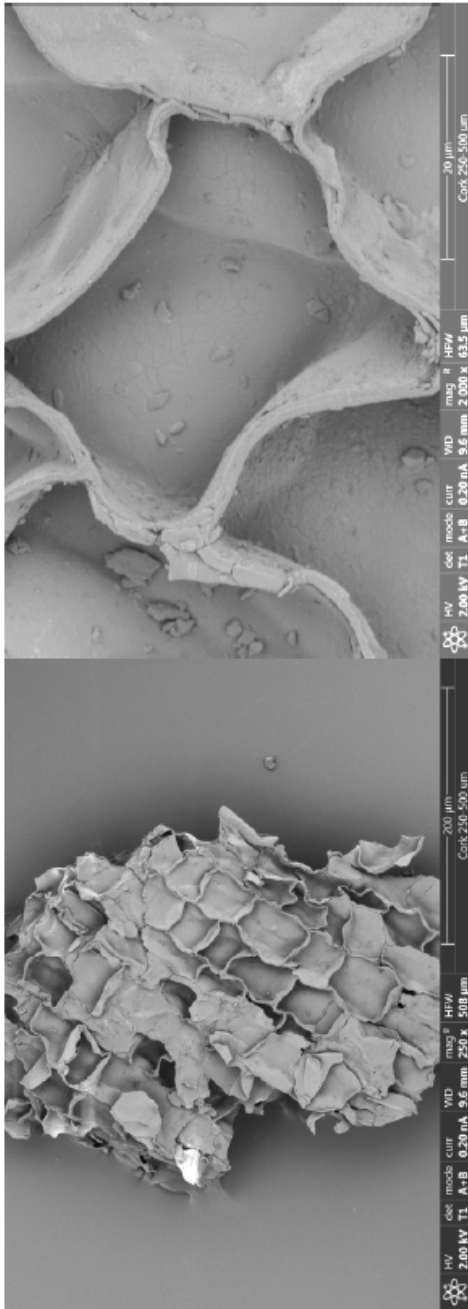


FIG. 4

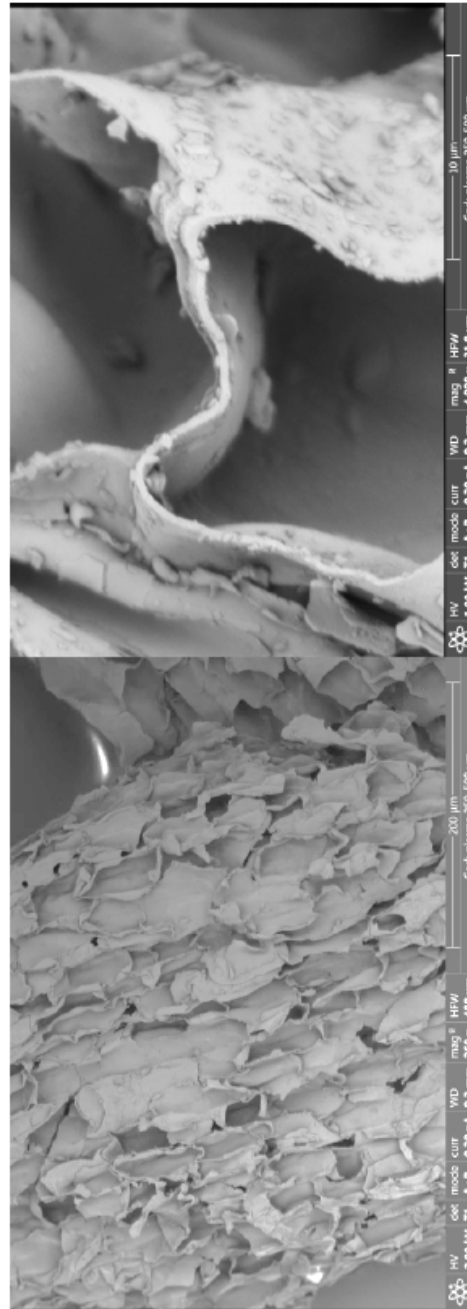


FIG. 5

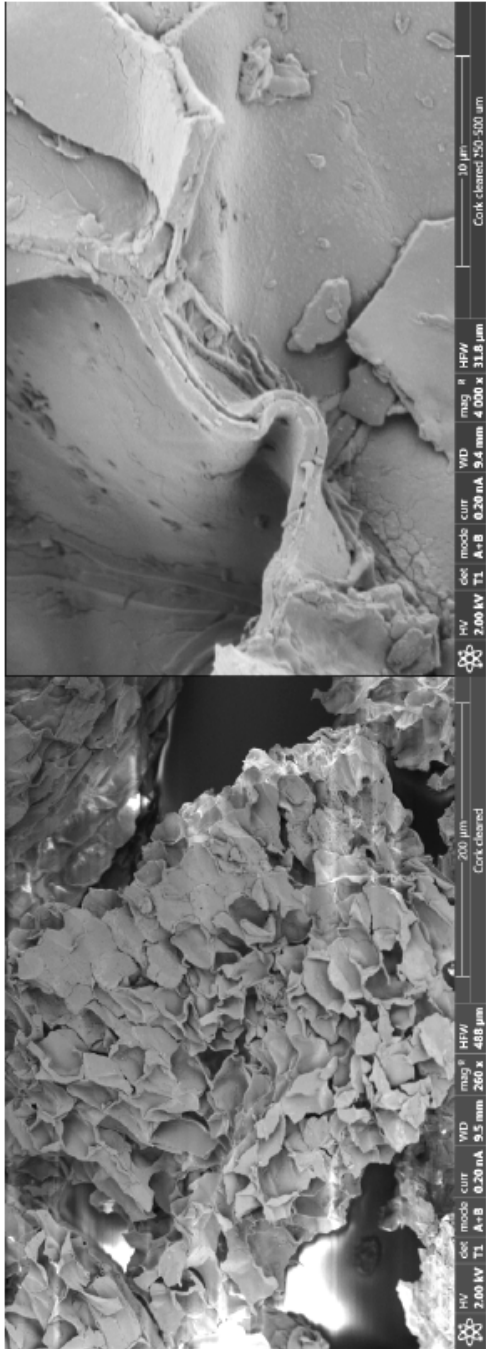


FIG. 6

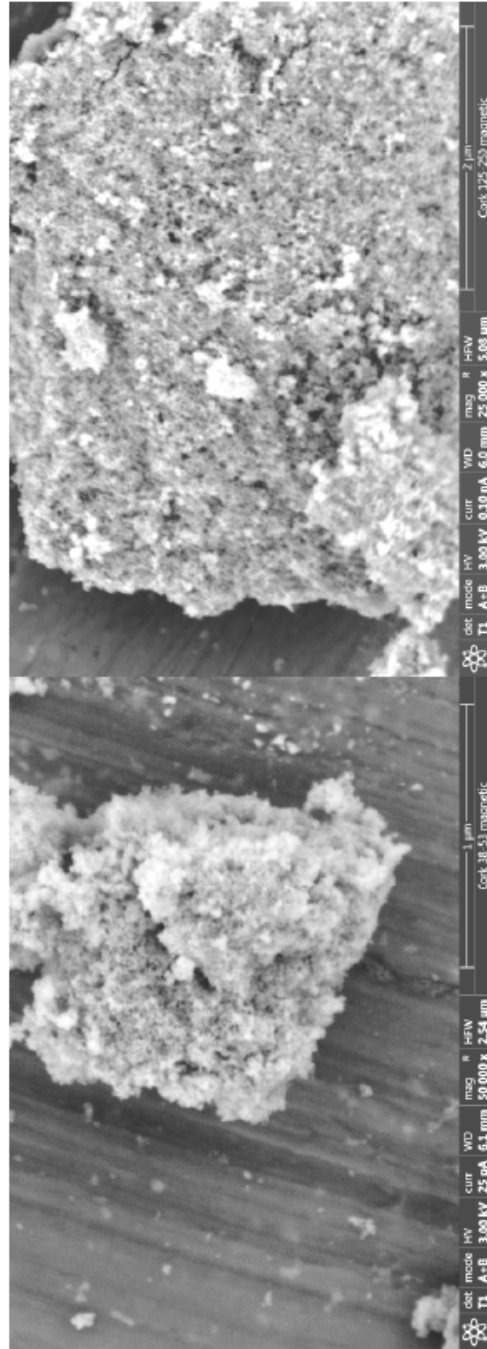
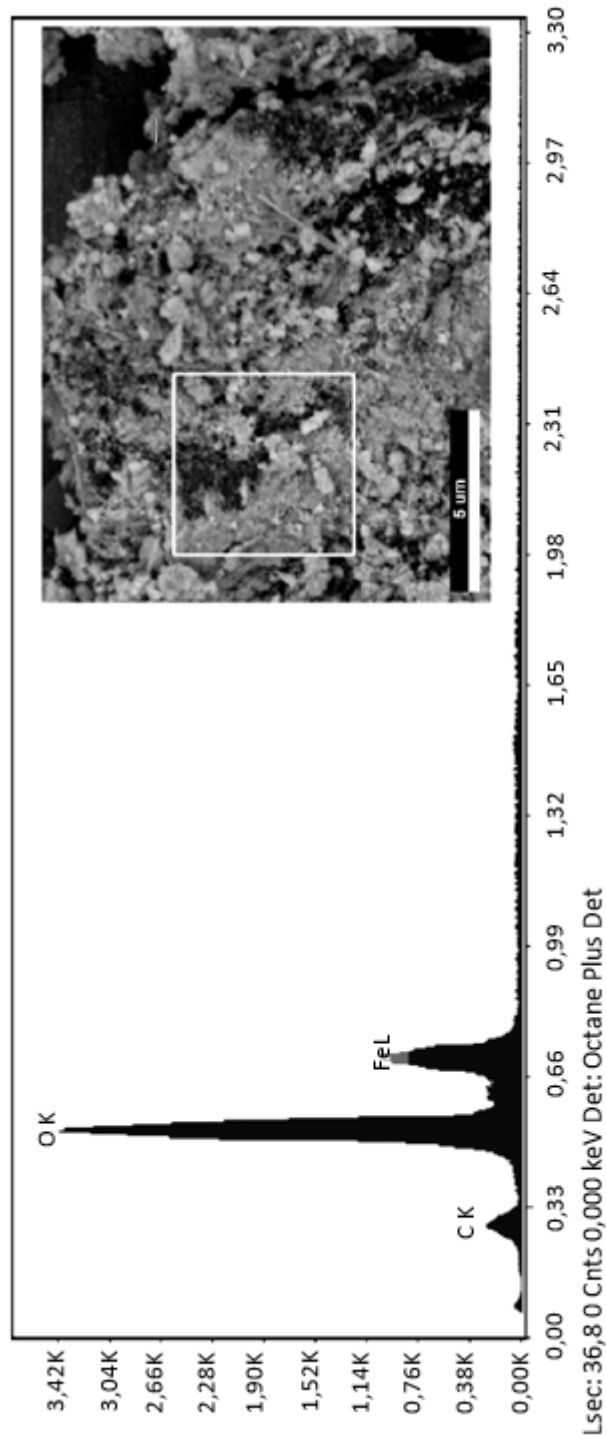
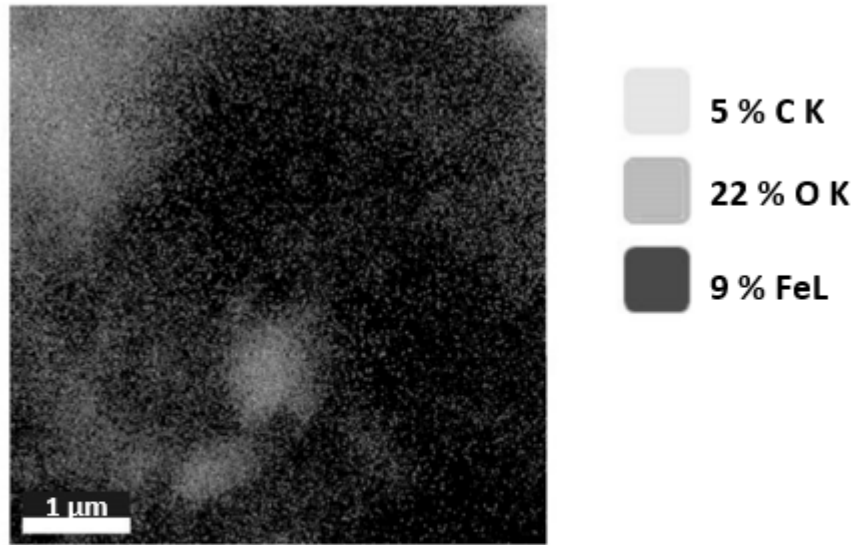


FIG. 7



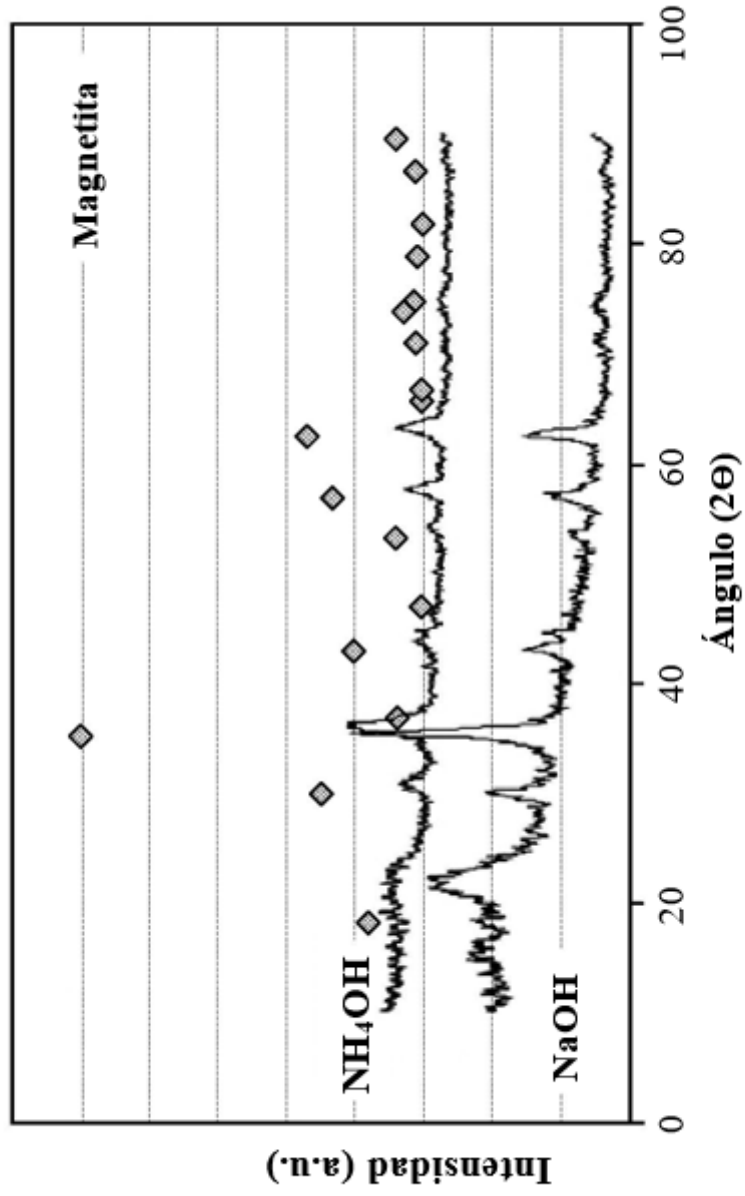
**FIG. 8**



**FIG. 9**



**FIG. 10**



**FIG. 11**