



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV KONSTRUOVÁNÍ

INSTITUTE OF MACHINE AND INDUSTRIAL DESIGN

STUDIUM STABILITY BIDISPERZNÍ MR KAPALINY A JEJÍHO MAGNETOREOLOGICKÉHO EFEKTU

STUDY ON STABILITY OF BIDISPERSE MR FLUID AND ITS MAGNETORHEOLOGICAL EFFECT

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Ondřej Dvořáček

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jakub Roupec, Ph.D.

BRNO 2018

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav konstruování
Student: **Bc. Ondřej Dvořáček**
Studijní program: Strojní inženýrství
Studijní obor: Konstrukční inženýrství
Vedoucí práce: **Ing. Jakub Roupec, Ph.D.**
Akademický rok: 2017/18

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č. 111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Studium stability bidisperzní MR kapaliny a jejího magnetoreologického efektu

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Bidisperzní MR kapaliny obsahují dvě rozdílné velikosti vhodně vybraných železných částic, což vede ke zlepšení sedimentační stability a vyššímu magnetoreologickému efektu, který umožní větší regulační rozsah MR prvku. Pro přípravu vysoce výkonné MR kapaliny je nutné zvolit nejen vhodný poměr velikostí částic, ale také jejich hmotnostní zastoupení nebo tvar částic. V minulosti bylo publikováno mnoho studií o přínosu bidisperzních MR kapalin nebo jiném tvaru železných částic, nicméně žádná studie dostatečně nepopsala vztah mezi vlastnostmi a složením MR kapaliny pro průmyslové využití.

Typ práce: výzkumná

Projekt: GAČR

Cíle diplomové práce:

Hlavním cílem práce je studium bidisperzní MR kapaliny dosahující vysokého magnetoreologického efektu a sedimentační stability díky vhodné kombinaci velikostí železných částic, jejich hmotnostního zastoupení a tvaru.

Díličí cíle diplomové práce:

- rešerše vlivu velikosti a tvaru částic a hmotnostního poměru jednotlivých frakcí na magnetické a sedimentační vlastnosti MR kapaliny,
- výběr, nákup a ověření vlastností vybraných železných částic,
- výběr vhodné nosné kapaliny pro laboratorní testování MR kapalin,
- experimentální vyhodnocení vybraných kombinací železných částic (sedimentace, MR efekt),

- ověření vlastností porovnáním s monodisperzními MR kapalinami obsahujícími stejné velikosti částic (sedimentace, MR efekt).

Požadované výstupy: publikace, průvodní zpráva, fotografická dokumentace, digitální data.

Rozsah práce: cca 72 000 znaků (40 - 50 stran textu bez obrázků).

Struktura práce a šablona průvodní zprávy jsou závazné:

http://dokumenty.uk.fme.vutbr.cz/BP_DP/Zasady_VSKP_2018.pdf

Seznam doporučené literatury:

NGATU, G. T. a N. M. WERELEY. Viscometric and sedimentation characterization of bidisperse magnetorheological fluids. IEEE Transactions on Magnetics. 2007, roč. 43, č. 6, s. 2474–2476. ISSN 00189464.

NGATU, G. T., N. M. WERELEY, J. O. KARLI a R. C. BELL. Dimorphic magnetorheological fluids: exploiting partial substitution of microspheres by nanowires. Smart Materials and Structures. 2008, roč. 17, č. 4, s. 45022. ISSN 0964-1726.

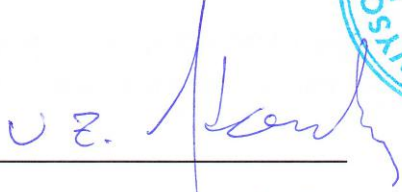
WERELEY, N. M. Bidisperse Magnetorheological Fluids using Fe Particles at Nanometer and Micron Scale. Journal of Intelligent Material Systems and Structures. 2006, roč. 17, č. 5, s. 393–401. ISSN 1045-389X.

TRENDLER, A. M. a H. BÖSE. Influence of particle size on the rheological properties of magnetorheological suspensions. International Journal of Modern Physics B. 2005, roč. 19, č. 7–9, s. 1416–1422.

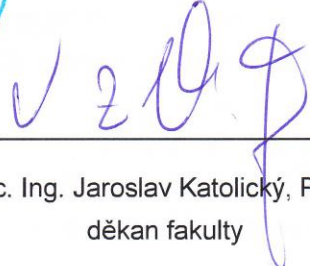
LEE, S., K.-Y. SHIN a J. JANG. Enhanced magnetorheological performance of highly uniform magnetic carbon nanoparticles. Nanoscale. 2015, roč. 7, č. 21, s. 9646–9654. ISSN 2040-3364.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2017/18.


V Brně, dne 27. 10. 2017



prof. Ing. Martin Hartl, Ph.D.
ředitel ústavu



doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
DĚKANÁT
L. S.

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá studiem vlastností bidisperzních MR kapalin. První část se zabývá rešerší a analýzou předchozích publikovaných studií. V hlavní části práce jsou zkoumány sedimentační vlastnosti monodisperzí a bidisperzí v závislosti na velikosti primárních a sekundárních částic, poměru mezi frakcemi, celkové koncentraci částic v MR kapalině a viskozitě nosné kapaliny. K posouzení sedimentační stability je využívána rychlost inicializační sedimentace. Následně jsou vzorky MR kapalin podrobeny testování na slit-flow reometru a naměřeny tokové křivky za různých teplot a za přítomnosti různě intenzivních magnetických polí. MR efekt je posuzován pomocí meze toku. Práce obsahuje výsledky přibližující chování zkoumaných vzorků MR kapaliny.

KLÍČOVÁ SLOVA

Magnetoreologické kapaliny, MR kapaliny, bidisperzní, MR efekt, sedimentační stabilita

ABSTRACT

The diploma thesis deals with the study of the behaviour of bidisperse MR fluids. The introduction gives brief research and analysis of previously published studies. In the main part of this thesis, the sedimentation properties of monodispersions and bidispersions are investigated influencing on the primary and secondary particles size, the ratio between the fractions, the total concentration of the particles dispersed in the MR fluid and the carrier fluid viscosity. The initialization sedimentation rate is used to assess sediment stability. Subsequently, MR samples are tested on a slit-flow rheometer, and flow curves are measured at different temperatures and in the presence of various magnetic fields intensities. The MR effect is evaluated by the yield stress. The study contains results describing the behaviour of investigated MR fluid samples.

KEYWORDS

Magnetorheological fluids, MR fluids, bidisperse, MR effect, sedimentation stability

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

DVOŘÁČEK, O. *Studium stability bidisperzní MR kapaliny a jejího magnetoreologického efektu*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 136 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Jakub Roupec, Ph.D..

ČESTNÉ PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci *Studium stability bidisperzní MR kapaliny a jejího magnetoreologického efektu* vykonal samostatně pod vedením Ing. Jakuba Roupce, Ph.D. a v seznamu uvedl všechny použité literární zdroje.

V Brně 18. května 2018

Bc. Ondřej Dvořáček

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych poděkoval panu Ing. Jakobovi Roupcevi, Ph.D. za vedení práce a pomoc s jejím vypracováním. Dále děkuji členům jeho týmu za cenné rady. V neposlední řadě bych moc rád poděkoval své rodině a přítelkyni za neustálou podporu při studiu a během zpracování diplomové práce.

OBSAH

1 Úvod	13
2 Přehled současného stavu poznání	14
2.1 Nejvýznamnější vlastnosti MR kapalin	14
2.1.1 Magnetoreologický efekt	14
2.1.2 Sedimentační stabilita	14
2.2 Vlivy velikosti a tvaru částic na vlastnosti MR kapaliny	15
2.2.1 Viskometrická a sedimentační charakterizace bidisperzních magnetoreologických kapalin	15
2.2.2 Bidisperzní magnetoreologická kapalina obsahující Fe částice v nanometrických a mikrometrických velikostech	18
2.2.3 Dimorfní magnetoreologické kapaliny používající částečné nahrazení kulových mikročástic vláknitými nanočásticemi	21
2.2.4 Vliv velikosti částic na reologické vlastnosti v magnetoreologických suspenzích	25
2.2.5 Vliv velikosti částic na reologické vlastnosti magnetoreologických kapalin složených z plochých železných částic	27
2.2.6 Reologické vlastnosti a stabilita magnetoreologických kapalin v emulzi vody v oleji	29
2.2.7 Reologické vlastnosti a rozptylová stabilita magnetoreologických kapalin	30
2.2.8 Reologické vlastnosti magnetoreologických kapalin	34
2.2.9 Toková závislost extrémně bidisperzních magnetizovatelných kapalin	35
2.2.10 Dynamická charakterizace extrémně bidisperzních magnetoreologických kapalin	36
2.2.11 Vliv velikosti částic na reologii magnetoreologických kapalin	39
3 Analýza problému a cíl práce	40
3.1 Analýza problému	40
3.2 Analýza, interpretace a zhodnocení poznatků z rešerše	40
3.3 Podstata a cíle diplomové práce	46
4 Materiál a metody	47
4.1 Výběr částic	47
4.2 Výběr druhu nosné kapaliny, příměsí a způsobu míchání	48
4.3 Sedimentační testy	50
4.3.1 Měřicí stand	51
4.3.2 Ověření analýzy sedimentace monodisperzí	53
4.3.3 Měření sedimentace bidisperzí	53
4.4 Reologické testy	53
4.4.1 Slit-flow reometr	53
4.4.2 Měření tokových křivek	54
4.5 Volba viskozity nosné kapaliny pro testy	57
4.6 Způsob vyhodnocení výsledků	60
5 Výsledky	61
5.2 Sedimentační testy	61
5.2.1 Závislost na viskozitě nosné kapaliny	61
5.2.2 Závislost na velikosti částic – monodisperze	63
5.2.3 Závislost na velikosti částic – bidisperze	64

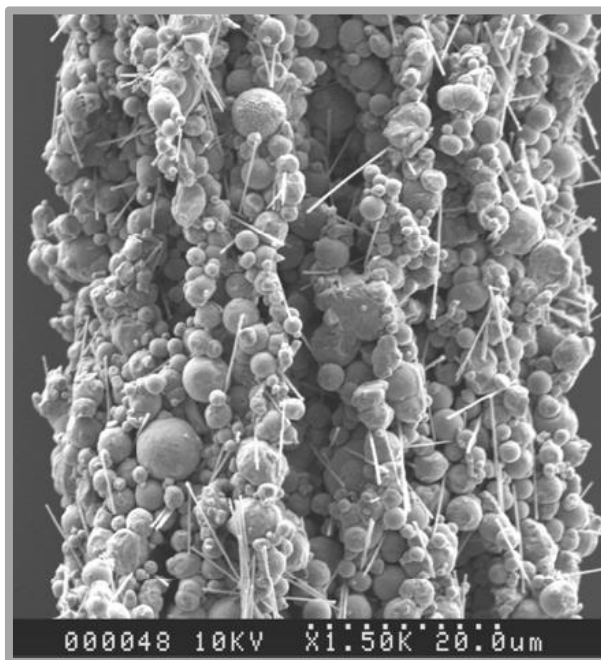
5.3 Magnetoreologické testy	66
5.3.1 Závislost na velikosti částic – monodisperze	67
5.3.2 Závislost na velikosti částic – bidisperze	70
6 Diskuze	72
6.1 Rešerše vlivu složení MR kapaliny na její vlastnosti	72
6.2 Výběr a nákup Fe částic a ustanovení metodiky měření a vyhodnocování	73
6.3 Vliv viskozity nosné kapaliny na sedimentaci MR kapalin	76
6.4 Experimentální vyhodnocení vlastností MR kapalin	77
6.5 Ověření vlastností bidisperzních MR kapalin srovnáním s monodisperzemi	79
6.6 Porovnání s rešerší	80
7 Závěr	83
8 Bibliografie	84
9 Seznam použitých zkratk, symbolů a veličin	88
10 Seznam obrázků a grafů	89
11 Seznam tabulek	95
12 Seznam příloh	96
Přílohy	97
Příloha VIII – SEM snímky	101
Příloha IX – Pěnění nosné kapaliny	103
Příloha X – Recyklace částic	105
Příloha XI – Vyhodnocovací skript sedimentace	106
Příloha XII – Opakovaní sedimentačního testu pomocí Arduino	112
Příloha XIII – Vyhodnocovací skript pro určení tokových křivek	114
Příloha XIV – Seznam provedených testů	120
Příloha XV – Odborný článek	121

1 ÚVOD

Magnetoreologické kapaliny (někdy pouze MR kapaliny) jsou suspenze železných částic o velikosti v řádu mikrometrů až nanometrů, které po rozptýlení v kapalině výrazně mění své vlastnosti v závislosti na okolním magnetickém poli [1]. Jacob Rabinow popisuje v článku z roku 1948 regulaci hydrodynamické spojky pomocí této kapaliny a je tak často označován jako její vynálezce [2]. Od té doby našla MR kapalina v mnoha modifikacích uplatnění ve stavebnictví, lékařství, biochemii, a hlavně ve strojírenství. Uplatňuje se především při plynulém regulování systémů nebo tlumení vibrací [3, 4].

Prínosem je regulovatelnost meze toku při Binghamském projevu kapaliny. Tato vlastnost se označuje jako magnetoreologický efekt a má na něj velký vliv složení MR kapaliny. Konkrétně množství obsažených částic, jejich velikost a tvar. Problémem MR kapalin je sedimentace, při které se rozptýlené částice usazují na dno a magnetoreologický efekt zbylé kapaliny s nižší koncentrací je mnohem menší. Bylo zjištěno, že rychlost sedimentace (*angl. sedimentation rate*) se dá výrazně snížit náhradou určitého procenta mikročástic částicemi menší velikosti [5]. Takovéto MR kapaliny bývají nazývány bidisperzní. Náhrada určitého hmotnostního procenta částicemi o rozdílné velikosti má vliv také na magnetoreologický efekt a regulační rozsah, který je důležitý v praktickém využití.

Řada studií přináší zhodnocení kvality různých modifikací MR kapaliny v závislosti na množství obsažených účinných částic, poměru frakcí v bidisperzní kapalině, velikosti částic nebo jejich převládajícím tvaru (obr. 1-1). Výzkum v oblasti MR kapalin však postrádá shrnující poznatky, které by zodpověděly, jaké výhody by přineslo a jakou měrou by přispělo zkombinování uvedených přístupů. Práce si klade za cíl doplnit a experimentálně ověřit tento dosud nezodpovězený problém.



Obr. 1-1 Zřetězené mikročástice s příměsí nanovláken v bidisperzní MR kapalině [6]

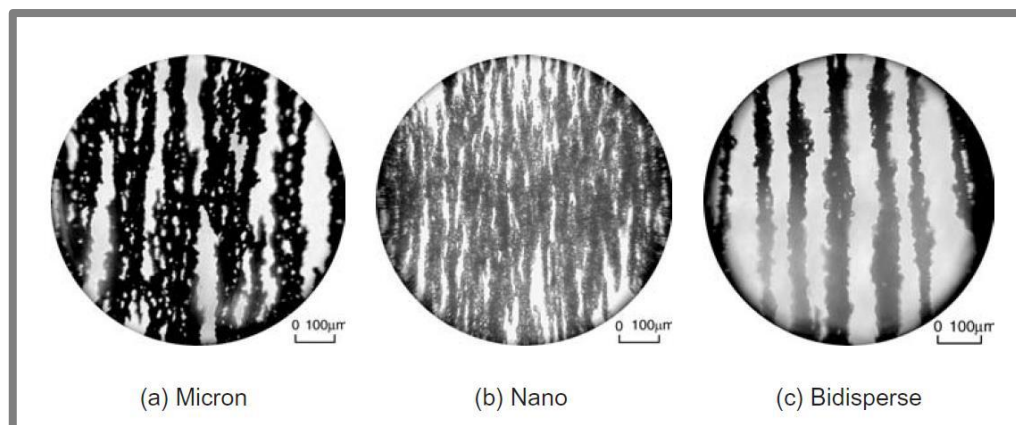
2 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ

Zkoumané vlastnosti magnetoreologické kapaliny jsou nejvíce ovlivňovány velikostí částic, množstvím a tvarem. U bidisperzních kapalin je to pak velikost částic v každé frakci a poměr mezi oběma frakcemi. V rešeršní části této práce budou popsány nejvýznamnější vlastnosti MR kapalin a odborné poznatky zkoumající jejich závislosti.

2.1 Nejvýznamnější vlastnosti MR kapalin

2.1.1 Magnetoreologický efekt

Magnetoreologické kapaliny bývají obvykle označovány jako Binghamské kapaliny, pro které je typická mez toku (*angl. yield stress*) [5]. Běžné MR kapaliny s kulovitými částicemi železa v mikrometrových velikostech dosahují hodnot do 100 kPa [6]. Magnetoreologickým efektem bývá nazýván stav, kdy vlivem magnetického pole procházejícím kapalinou donutíme rozptýlené částice se řetězit přibližně rovnoběžně se směry siločar tohoto pole (obr. 2-1). Regulací intenzity pole jsme schopni plynule, a přesto okamžitě (náběh MR efektu trvá okolo 0,6 až 0,8 ms [7]), kontrolovat reologické vlastnosti – meze toku a viskozitu. MR efekt lze odečíst z reogramu, což je závislost smykového napětí v kapalině na smykovém spádu. Oproti grafu běžné kapaliny obsahuje reogram tokové křivky za přítomnosti různě silných magnetických polí.



Obr. 2-1 Řetězení částic v MR kapalině při účincích magnetického pole [1]

2.1.2 Sedimentační stabilita

Sedimentace je dlouhodobě největším problémem MR kapalin a znesnadňuje jejich použití ve strojírenských aplikacích [1]. Probíhá, pokud MR kapalina není vystavena magnetickému poli. Důvodem klesání a usazování železných částic je tíhová síla působící na tělesa (částice), které mají vyšší hustotou než nosná kapalina [6]. Usazením většiny částic na dno nádoby se magnetoreologický efekt téměř úplně ztratí a kapalina je nepoužitelná. Opětovné rozptýlení je složité. Znovu rozmíchaná kapalina se může svými vlastnostmi lišit od předchozího stavu. V praxi není možno sedimentaci úplně zabránit, ale lze ji zpomalit např. přidáním příměsí nanočástic, na které působí Brownův pohyb a nemají tak tendenci se usazovat [1].

2.2 Vlivy velikosti a tvaru částic na vlastnosti MR kapaliny

2.2

2.2.1 Viskometrická a sedimentační charakterizace bidisperzních magnetoreologických kapalin

2.2.1

V článku [5] Ngatu uvádí výhody a nevýhody částečného nahrazení mikročástic nanočásticemi. Ve své bidisperzní kapalině používá vzorek komerčně dostupných kulových mikročástic, který obsahuje velikosti mezi 2–10 μm a vzorek nanočástic o velikosti 40 nm. Práce zkoumá připravené vzorky v poměrech uvedených na obr. 2-2. Vše rozmícháno v silikonovém oleji s přídatkem lecitinu jako surfaktantu.

Total Fe Loading %wt	50	50	50	60	60	60
Microparticle : Nanoparticle Ratio	100:00	90:10	85:15	100:00	90:10	85:15
Total Fe Loading %wt	70	70	70	80	80	
Microparticle : Nanoparticle Ratio	100:00	90:10	85:15	100:00	90:10	

Obr. 2-2 Tabulka složení zkoumaných MR kapalin [5]

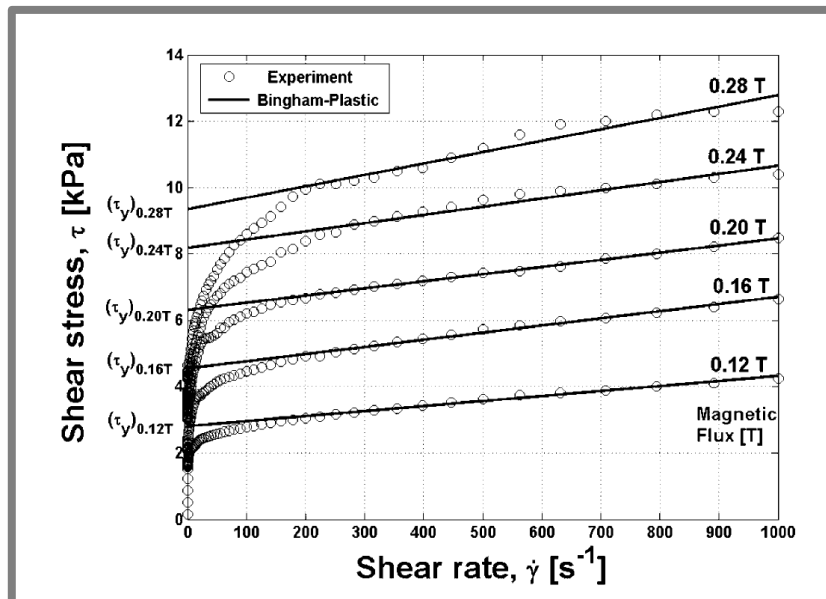
Na obr. 2-3 jsou zobrazeny tokové křivky pro MR kapalinu o obsahu 60 hm. % železných částic v poměru mikro- k nanočásticím 85 : 15. Každá toková křivka je naměřena při vpravo uvedené intenzitě magnetického pole. Dále je pro srovnání proložena Bingham-plastickým modelem podle rovnice:

$$\tau = \tau_y + \mu\dot{\gamma} \quad (2-1)$$

kde:

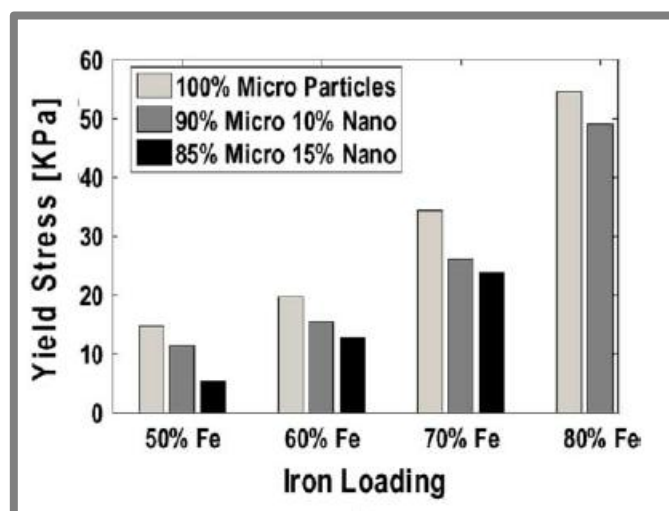
τ	[kPa]	je smykové napětí
τ_y	[kPa]	- mez toku
μ	[Pa·s]	- dynamická viskozita za mezí toku
$\dot{\gamma}$	[s ⁻¹]	- smykový spád

Tato reprezentace je použita pro smykové spády větší než 200 s⁻¹, kde lze pozorovat přibližně lineární závislost.



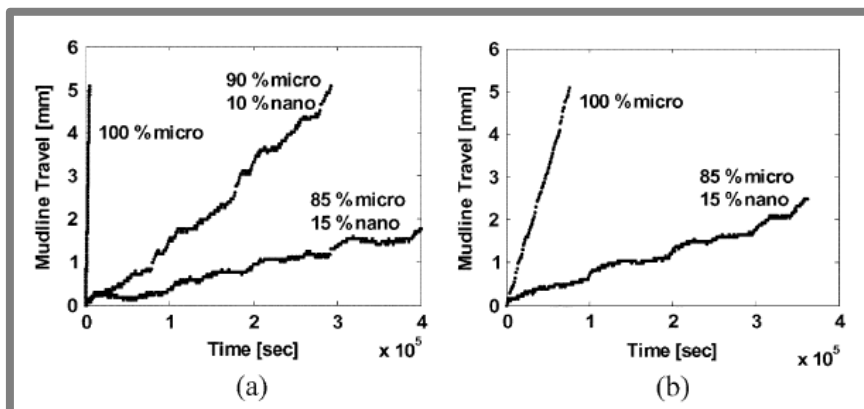
Obr. 2-3 Reogram s proložením Bingham-plastickým modelem v pěti testovaných hladinách mag. pole. Použitá MR kapalina: 60 hm. % Fe částic s 85 % mikročástic a 15 % nanočástic [5]

Pro všechny testované suspenze zobrazuje mez toku na obr. 2-4. Je možno pozorovat pokles meze toku při zvyšování množství nanočástic v podílu Fe aditiv. Při vyšších hmotnostních procentech Fe částic (nad 70 hm. %) je však pokles meze toku méně výrazný, jak v absolutním, tak poměrném posuzování. Konkrétně pro vzorek s 50 hm. % Fe částic při nahrazení 15 % mikročástic nanočásticemi vykazuje pokles meze toku o 64 %, kdežto vzorek se 70 hm. % při stejném nahrazení pouze 30% úbytek. Je také možné pozorovat, že při zvyšování poměru nanočástic nad deset procent snižuje mez toku pomaleji než prvotní náhrada do 10 % při 70 a 80 hm. % Fe částic v MR kapalině. Autor článku však neuvádí, při jaké magnetické indukci odhaduje meze toku v obr. 2-4. Tento obrázek určuje mez toku 13 kPa pro MR kapalinu o 60 hm. % s náhradou 15 % nanočástic. Ta stejná kapalina však na obr. 2-3 nedosahuje této meze toku v měřeném spektru 0,12 – 0,28 T.



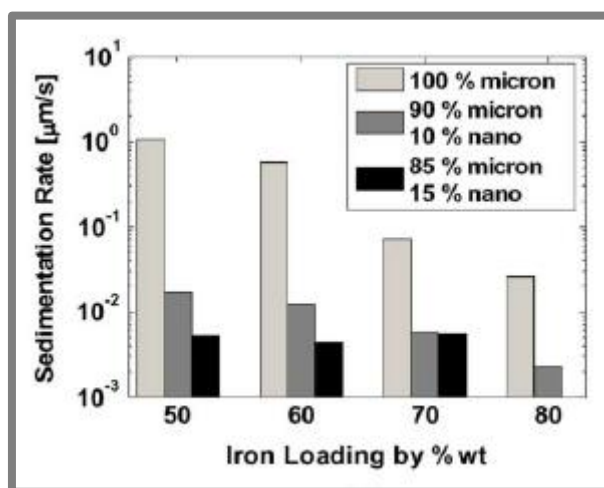
Obr. 2-4 Odhadované meze toku pro různé koncentrace MR kapalin a poměry frakcí [5]

Míra sedimentace je určována pomocí změny indukce během klesání částic a následného přepočtu na pohyb rozhraní mezi dvěma senzory vzdálenými 27,5 mm. Vykreslené výsledky (obr. 2-5) ukazují změnu pozice rozhraní v závislosti na čase pro dvě zkoumané koncentrace. Například kapalina s 70 hm. % Fe mikročástic sedimentuje rychlostí $0,07 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Při nahrazení 10 % mikronových částic nanočásticemi rychlost výrazně klesne na $0,0058 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$.



Obr. 2-5 Rychlost sedimentace při použití železných částic v obsahu: (a) 50 hm.%, (b) 70 hm. % [5]

Celkové porovnání míry sedimentace zkoumaných vzorků je zobrazeno na obr. 2-6. Můžeme pozorovat redukcí rychlosti až o dva řády při 10% náhradě mikročástic nanočásticemi. Více než 10% záměna nevyvolává už tak enormní reakci. Podle Ngatua nahrazení více než 15 % nemá na sedimentaci další vliv. Mezi vzorky s celkově 50 a 70 hm. % složenými pouze s mikronových částic je pozorovatelný řádový rozdíl v rychlosti sedimentace. Ovšem náhrada 15 % mikročástic nanočásticemi u kapaliny s 50 hm. % snížila rychlost sedimentace na úroveň vzorku s 70 hm. % a stejnou náhradou.



Obr. 2-6 Porovnání odhadovaných rychlostí sedimentace různých MR kapalin [5]

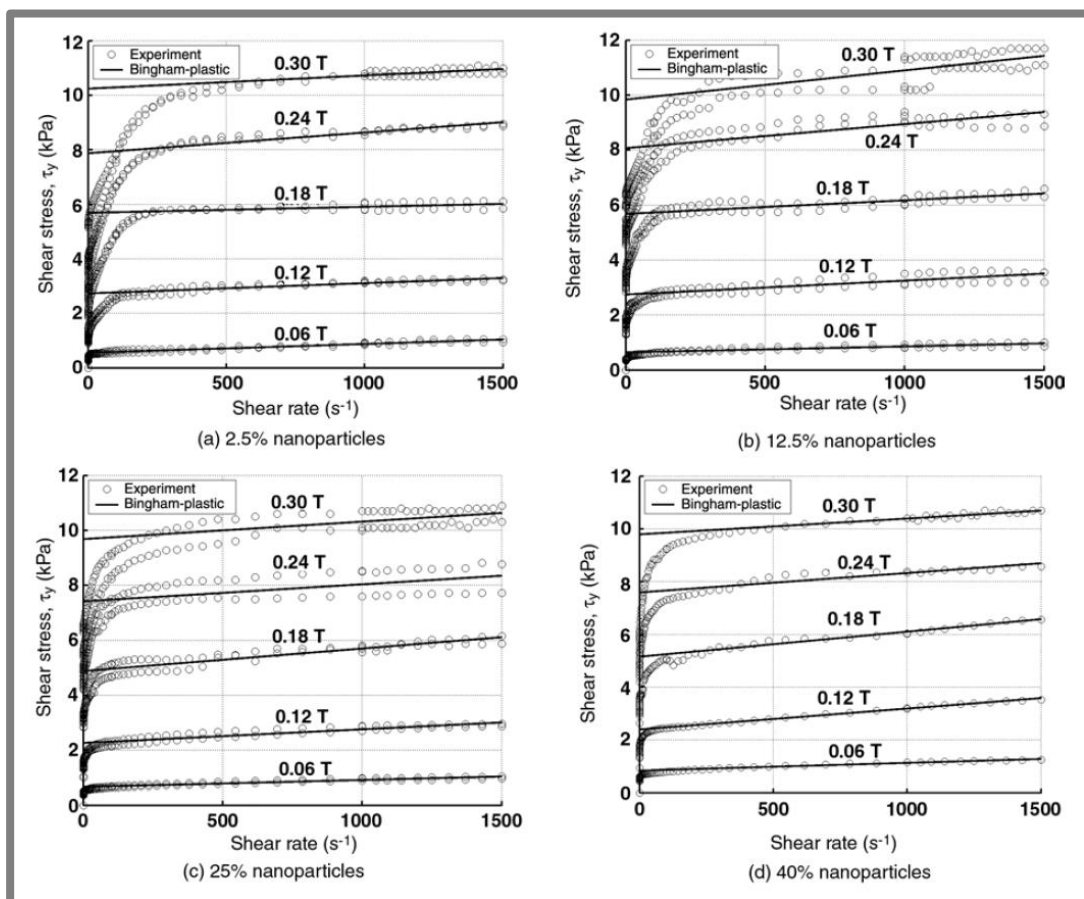
2.2.2 Bidisperzní magnetoreologická kapalina obsahující Fe částice v nanometrických a mikrometrických velikostech

Další z článků [1], který zkoumá vliv bidisperzity kapaliny na MR efekt, publikoval Wereley. Používá k přípravě MR kapaliny hydraulický olej jako nosnou kapalinu, Fe částice o průměrné velikosti 30 μm pro jednu frakci a železný prášek o 28 nm pro druhou. Všechny vzorky měly jednotnou hmotnost. Byly vytvořeny ze 77,25 g železných částic, 1,5 g lecitinu jako surfaktantu a 50 g oleje. Wereley v tomto článku uvádí výzkum vlastností MR kapaliny různých poměrů mezi frakcemi, ovšem vždy pro celkovou koncentraci 60 hm. % Fe částic (obr. 2-7). Navíc byly ještě vytvořeny vzorky bez nanočástic a z čistých nanočástic.

ID	16-B	17-A	17-B	17-C	18-A	18-B	18-C	18-D	19-A	19-B	19-C
Micropowder %	97.5	95	92.5	90	87.5	85	82.5	80	75	70	60
Nanopowder %	2.5	5	7.5	10	12.5	15	17.5	20	25	30	40

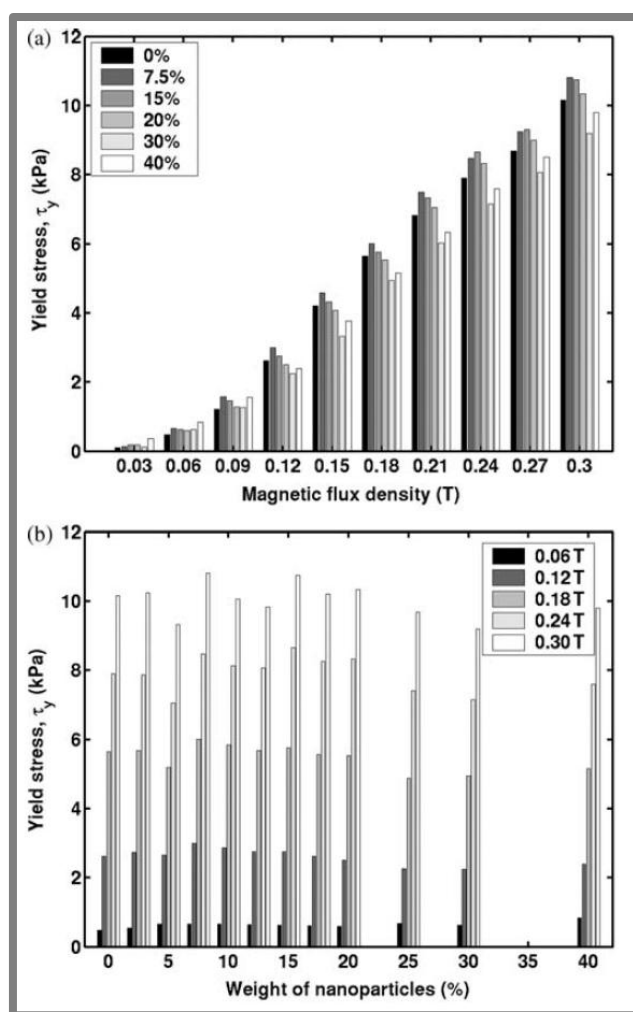
Obr. 2-7 Zkoumané poměry mikro- a nanofrakcí MR kapalině s 60 hm. % Fe částic v [1]

Tokové křivky (obr. 2-8) publikované v [1] jsou taktéž proloženy Bingham-plastickým modelem.



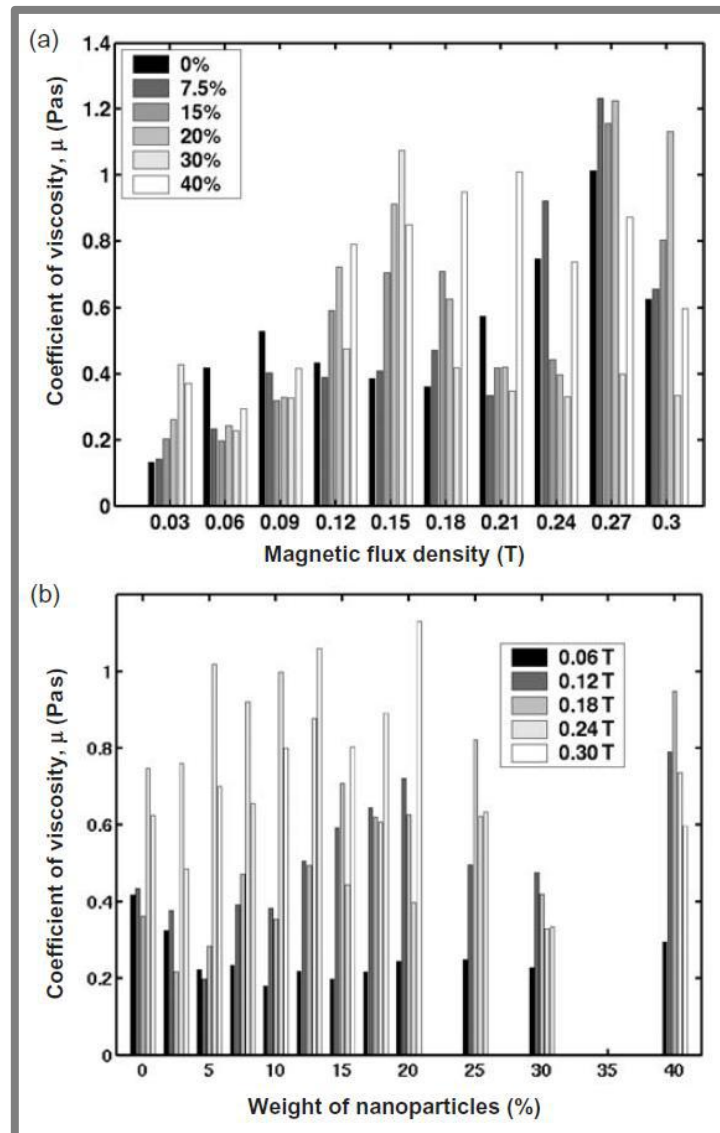
Obr. 2-8 Reogramy s proložením Bingham-plastickým modelem v pěti testovaných hladinách mag. pole. Různé druhy použitých MR kapalin [1]

Obr. 2-9 zobrazuje tendenci změny meze toku v závislosti na magnetické indukci pro různé bidisperzní poměry (obr. 2-9a) a mez toku v závislosti na množství nahrazených mikročástic nanočásticemi pro různé magnetické pole (obr. 2-9b). Z výsledků je zřejmé, že malé množství nanočástic (7,5 hm. %) v kapalině přispívá ke zlepšení magnetických vlastností v kapalině. To je způsobeno tendencí nanočástic doplňovat mezery v řetězcích při řazení podle siločar magnetického pole [5]. Na druhou stranu tento jev se podle [1] nevyskytuje při malých intenzitách magnetického pole.



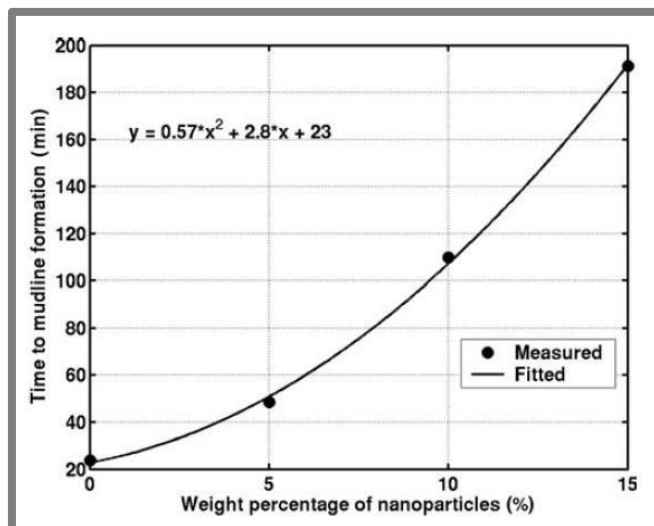
Obr. 2-9 Mez toku v závislosti na: (a) magnetickém poli, (b) % nanočástic [1]

Práce popisuje také vlivy na viskozitu. Na obr. 2-10 je zobrazena závislost plastické viskozity (popisující průběh tokové křivky za mezí toku) (obr. 2-10a) na magnetické indukci, (obr. 2-10b) na množství nahrazených mikročástic nanočásticemi. Výchyly viskozity v oblasti za mezí toku nevykazují žádný vývojový trend během zvyšování podílu nanočástic. Snad pouze výrazný pokles při aplikaci 30 hm. % nanočástic stojí za povšimnutí. Při aplikaci magnetického pole (např. 0,3 T), kdy se viskozita jasně zvyšuje s narůstajícím podílem nanočástic, podle autora hodnoty naznačují, že nárůst viskozity ve vypnutém stavu je hlavním důvodem, že se rychlost sedimentace snižuje při zvyšování podílu nanočástic [1].



Obr. 2-10 Plastická viskozita nad mezí toku s využitím Bingham-plastického modelu v závislosti na: (a) magnetickém poli, (b) % nanočástic [1]

Sedimentace byla měřena pomocí přístroje ZATLLS [8], který používá laser a fotodiodu. Graf na obr. 2-11 zobrazuje dobu do zformování rozhraní v závislosti na hmotnostním procentu nanočástic. Je vidět, že s nárůstem poměru nanočástic stabilita magnetoreologické kapaliny roste. Zajímavé je, že rychlost do vytvoření sedimentačního rozhraní nebylo možné změřit pro kapalinu složenou pouze z nanočástic.

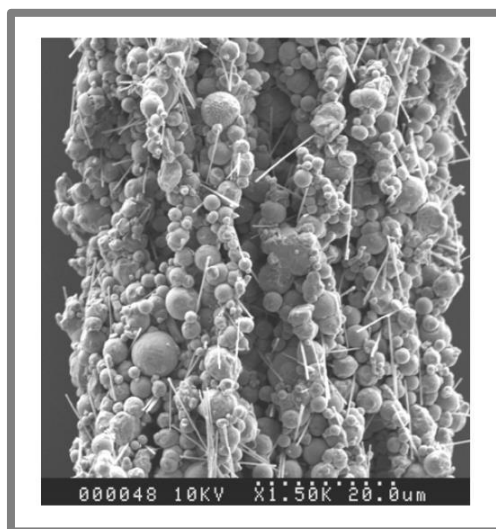


Obr. 2-11 Graf rychlosti sedimentace jako funkce hmotnostního obsahu nanočástic [1]

2.2.3 Dimorfní magnetoreologické kapaliny používající částečné nahrazení kulových mikročástic vláknitými nanočásticemi

2.2.3

Autoři článku Ngatu a Wereley [6] používají jako základové kulové částice Fe (obr. 2-12) v rozptylu průměru od 6 do 10 μm . K náhradě jsou používány nanovláknité částice Fe o středním průměru 230 nm a délce $7,6 \pm 5,1 \mu\text{m}$. Vše je mícháno do základového silikonového oleje. Ke stabilizaci jsou vždy použity 2 hm. % lecitinu. Autoři zkoumají směsi podle tabulky na obr. 2-13.

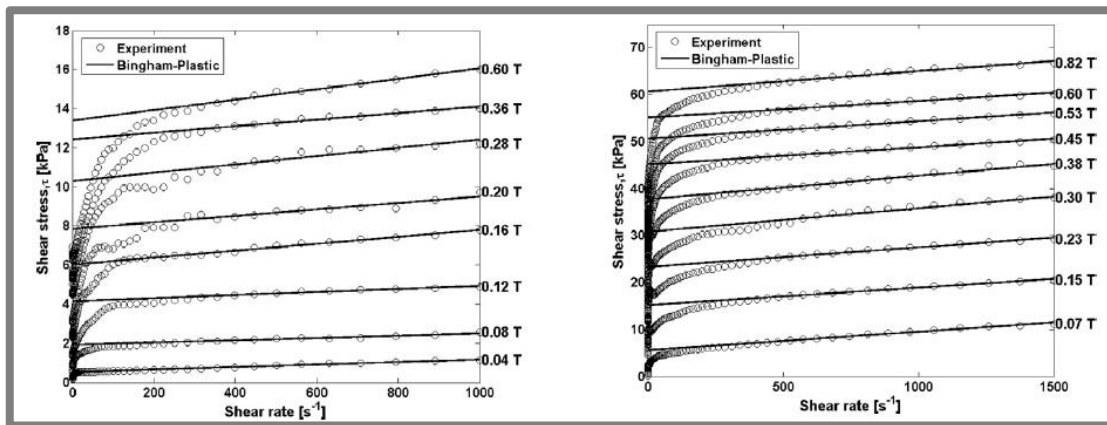


Obr. 2-12 Mikroskopický snímek MR kapaliny se 78 hm. % mikročástic a 2 hm. % nanovláken s magnetickým poli [6]

Sample ID		3	4	5	6	7	8	9	10	11
Total iron loading	Wt%	50	50	60	60	80	80	80	80	80
	Vol%	11.5	11.5	16	16	33	33	33	33	33
Microspheres	Wt%	50	44	60	52	80	78	76	74	72
	Vol%	11.5	10	16	13.5	33	32.1	31.4	30.4	29.6
Nanowires	Wt%	0	7	0	8	0	2	4	6	8
	Vol%	0	1.5	0	2.5	0	0.9	1.6	2.6	3.4

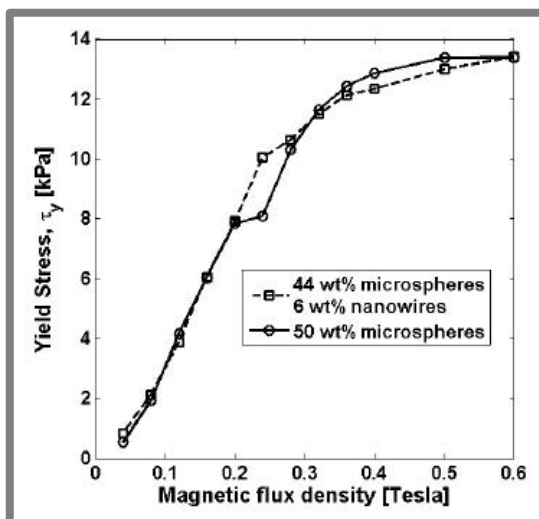
Obr. 2-13 Vzorčky MR kapalin zkoumané v [6]

Na obr. 2-14 vlevo je zobrazen reogram kapaliny s obsahem 50 hm. % mikročastic, vpravo s obsahem 76 hm. % mikročastic a 4 hm. % nanovláken.

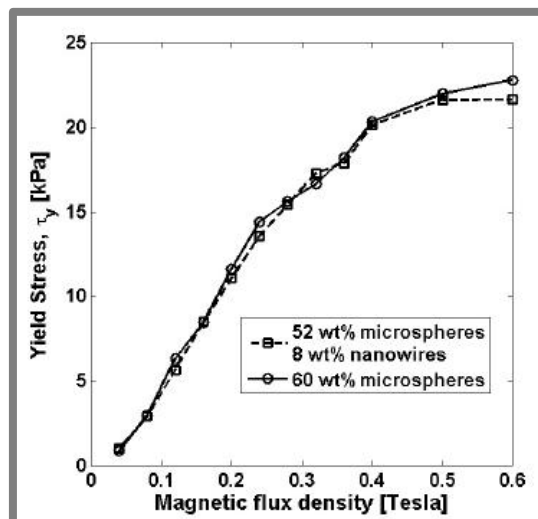


Obr. 2-14 Reogramy MR kapalin: vlevo s 50 hm. % mikročastic, vpravo s 76 hm. % mikročastic a 4 hm. % nanovláken [6]

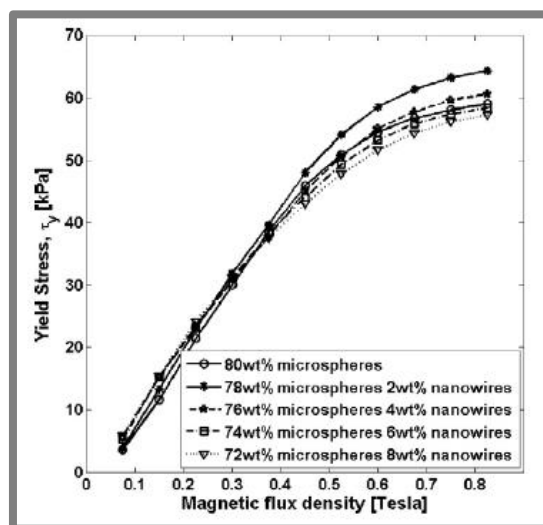
Obrázky 2-15 až 2-17 zobrazují graf meze toku v závislosti na hustotě magnetického pole vždy pro MR kapalinu s určitým hmotnostním podílem pouze mikročastic Fe a následně s částečnými náhradami nanovlákeny. Na obr. 2-15 a 2-16, pro MR kapaliny s celkovým obsahem částic 50 a 60 hm. %, není viditelný výraznější rozdíl mezi jednosložkovou a dimorfní kapalinou. Při 70 hm. % (obr. 2-17) výsledky ukazují stejný průběh meze toku napříč složeními ve slabších magnetických polích. Oproti tomu při silnějších magnetických polích vykazují nárůst meze toku pro kapalinu s 2 hm. % nanovláken a následný stálý pokles meze toku s dalším růstem obsahu nanovláken. Na obr. 2-18 jsou zobrazeny nejvyšší naměřené meze toku pro vzorky MR kapalin s celkovým obsahem částic 80 hm. %. Mezi uvedenými monodisperzemi a bidisperzemi nebyly pozorovány rozdíly meze toku větší než 10 %.



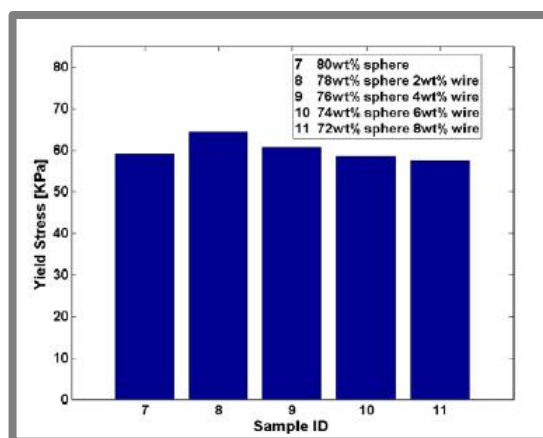
Obr. 2-15 Mez toku v závislosti na magnetické indukci pro MR kapaliny obsahující 50 hm. % Fe částic s různými poměry mikročastic a nanovláken [6]



Obr. 2-16 Mez toku v závislosti na magnetické indukci pro MR kapaliny obsahující 60 hm. % Fe částic s různými poměry mikročastic a nanovláken [6]



Obr. 2-17 Mez toku v závislosti na magnetické indukci pro MR kapaliny obsahující 70 hm. % Fe částic s různými poměry mikročástic a nanovláken [6]



Obr. 2-18 Nejvyšší naměřená mez toku MR kapaliny obsahující 80 hm. % Fe částic s různými poměry mikročástic a nanovláken [6]

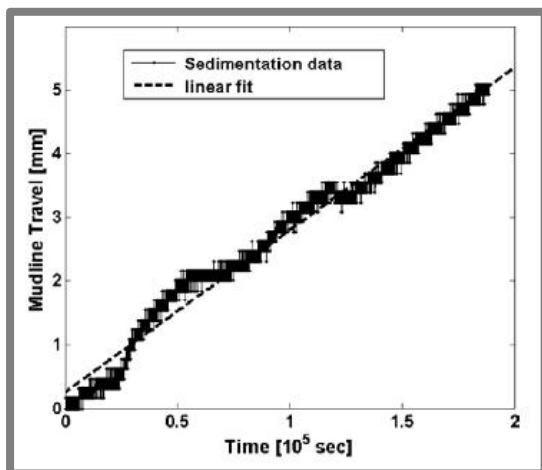
V tabulce na obr. 2-19 jsou zobrazeny viskozity vzorků bez přítomnosti magnetického pole.

Sample ID	Sample description	Off-state viscosity (Pa s)
7	80 wt% sphere	1.3
8	78 wt% sphere 2 wt% wire	2.1
9	76 wt% sphere 4 wt% wire	3.5
10	74 wt% sphere 6 wt% wire	3.5
11	72 wt% sphere 8 wt% wire	4.4

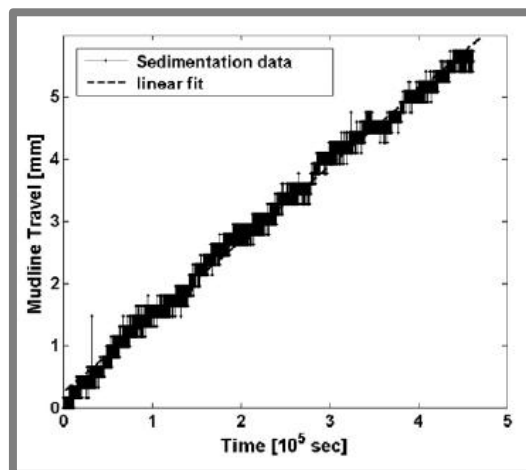
Obr. 2-18 Naměřené viskozity ve vypnutém stavu [6]

V článku je také měřena rychlost sedimentace. Byla měřena stejným způsobem, jaký je uveden v kap. 2.2.1. Obr. 2-19 a 2-20 zobrazuje závislost poklesu rozhraní na čase

pro vzorky 7 a 8 (viz. obr. 2-13). Proložením přímkou je vyčíslena rychlost sedimentace. Obrázky ukazují, jak se dvojnásobně zlepši stabilita MR kapaliny (s 80 hm. %) pouze malou substitucí nanovláknů (2 hm. %). Dojde k poklesu sedimentační rychlosti z $0,0254 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ na $0,0122 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Pro kapalinu s 50 hm. % mikročástic je rychlost $1,90 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Při modifikaci na 44 hm. % mikročástic a 6 hm. % nanovláken pak $0,036 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Další poklesy rychlosti sedimentace jsou zřejmé z obr. 2-21.



Obr. 2-19 Rychlost sedimentace při použití 80 hm. % mikročástic [6]



Obr. 2-20 Rychlost sedimentace při použití 78 hm. % mikročástic a 2 hm. % nanovláken [6]

Sample ID	Sample description	Sedimentation velocity ($\mu\text{m s}^{-1}$)
3	50 wt% sphere	1.9
4	44 wt% sphere 6 wt% wire	0.036
5	60 wt% sphere	0.86
6	52 wt% sphere 8 wt% wire	0.017
7	80 wt% sphere	0.0254
8	78 wt% sphere 2 wt% wire	0.0122
9	76 wt% sphere 4 wt% wire	0.0021

Obr. 2-21 Tabulka rychlostí sedimentace zkoumaných MR kapalin [6]

Další metodou určování rychlosti usazování je procentní sedimentace. Jedná se o poměr supernatantu (tekutiny nad sedimentem) ku celkovému objemu MR kapaliny. Hodnoty byly určeny po alespoň jednom měsíci usazování. Je vidět (obr. 2-22), že všechny dimorfní vzorky mají vyšší sedimentační stabilitu než jednosložkové. Dále autor uvádí, že díky nahodilé orientaci a tvaru nanovláken je jednodušší znovu rozptýlit usazené dimorfní oproti konvenčním MR kapalinám.

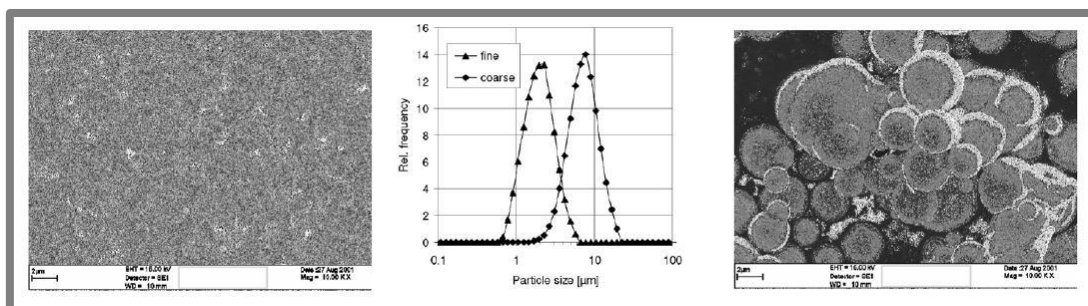
Sample ID	Composition	Sedimentation percentage (%)
3	50 wt% spheres	72.9
4	44 wt% spheres 6 wt% wires	23.4
5	60 wt% spheres	66.7
6	52 wt% spheres 8 wt% wires	14.0
7	80 wt% spheres	14.8
8	78 wt% spheres 2 wt% wires	8.8
9	76 wt% spheres 4 wt% wires	5.7

Obr. 2-22 Tabulka procentní sedimentace zkoumaných MR kapalin [6]

2.2.4 Vliv velikosti částic na reologické vlastnosti v magnetoreologických suspenzích

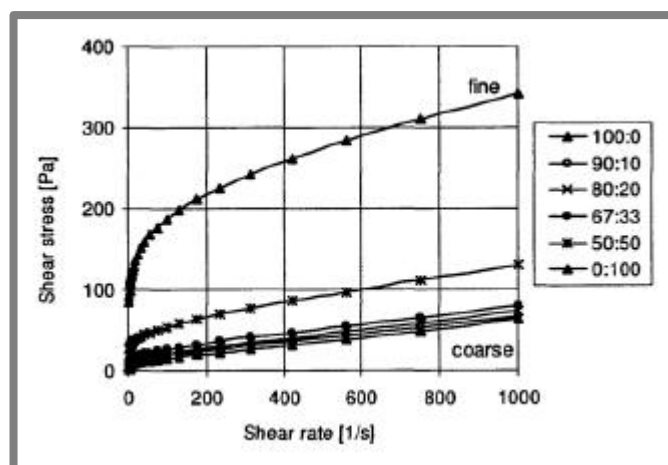
2.2.4

Trendler [9] zkoumá magnetoreologické vlastnosti bidisperzních kapalin, které obsahují rozptýlené Fe částice o velikosti 6,7 μm a částečně také Fe prášek o velikosti 1,8 μm . Na obr. 2-23 je možno vidět rozptyl velikosti částic obou druhů.

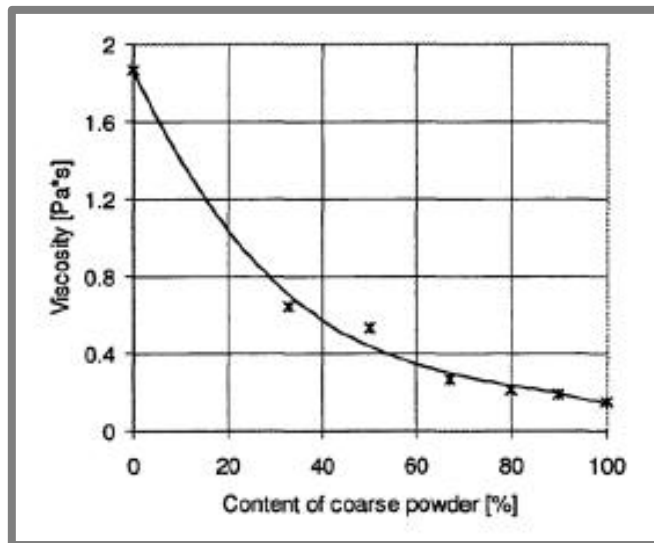


Obr. 2-22 Zleva: mikroskopický snímek Fe prášku; rozptyl velikostí částic ve vzorcích; mikroskopický snímek Fe částic [9]

Na obr. 2-23 jsou zobrazeny tokové křivky bez přítomnosti magnetického pole pro všechny zkoumané suspenze. Se zvyšujícím se přidavkem menších Fe částic se mez toku stále pozvolna zvyšuje. Monodisperzní MR kapalina obsahující pouze 1,8 μm velké částice se vyznačuje výrazně vyšší mezí toku a také řádově vyšší viskozitou (obr. 2.24).

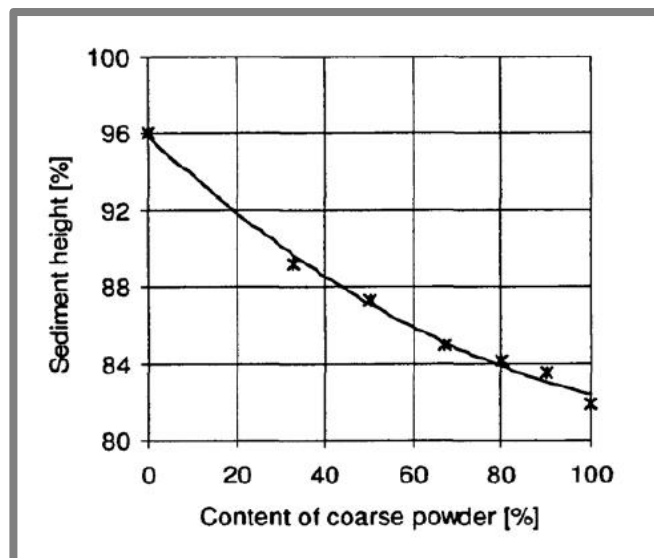


Obr. 2-23 Reogramy MR kapalin o různých poměrech frakcí bez mag. pole. Uveden objemový poměr [9]



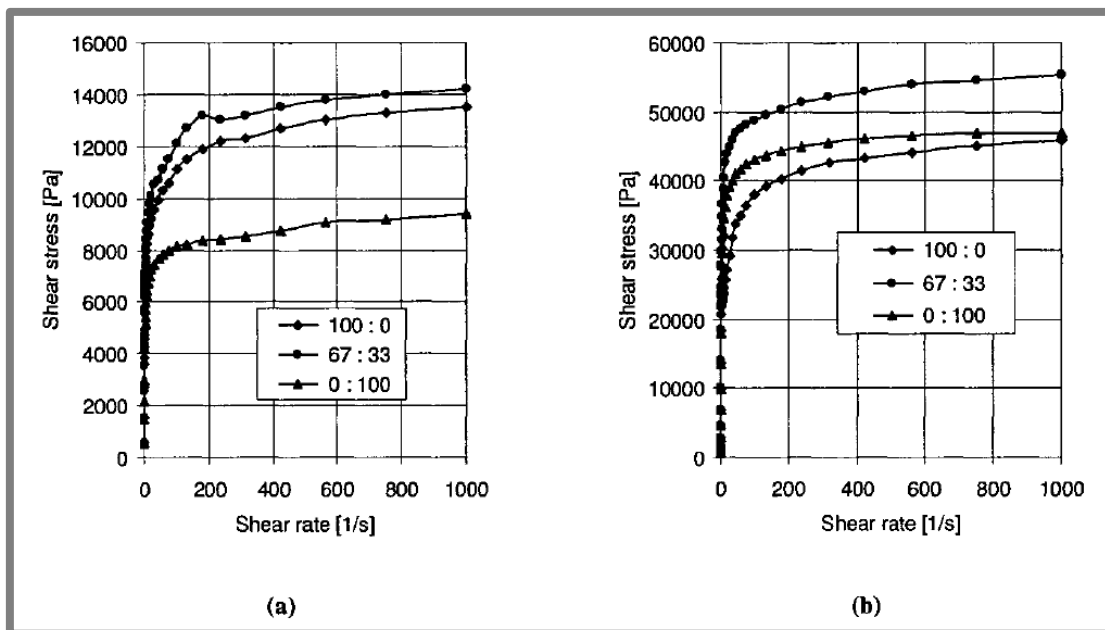
Obr. 2-24 Viskozita MR kapalin o různých poměrech frakcí bez mag. pole. Uveden objemový poměr [9]

Byla též porovnáвана sedimentační stabilita vzorků (obr. 2-25) podle poměru obsažených frakcí. Je vyčíslena jako procentní výška sedimentu po 7 dnech usazování (s ohledem na počáteční výšku suspenze).



Obr. 2-25 Závislost procentní sedimentace na obsahu frakcí Fe částic. Uveden objemový poměr [9]

V práci byly ještě změřeny reogramy za působení magnetického pole (obr. 2-26). Ve srovnání s ostatními studii dosahují tyto suspenze velmi vysokých mezí toku. Vzorek s čistě jemnými částicemi dosahuje vyšší meze toku než vzorek s pouze hrubými mikročásticemi při magnetickém poli 600 mT.

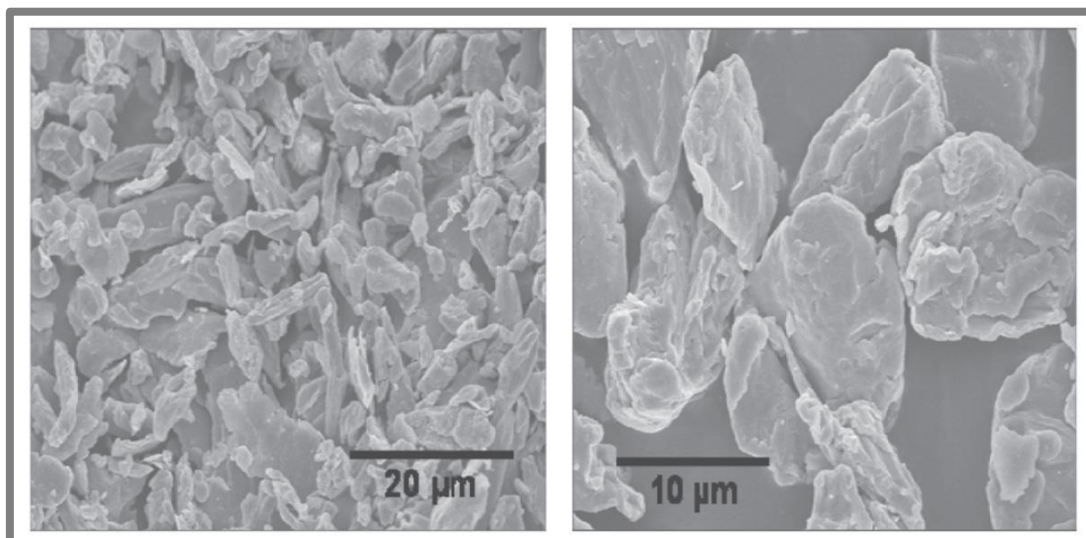


Obr. 2-25 Tokové křivky MR kapalin s různým poměrem hrubých k jemným Fe částicím v magnetickém poli: (a) 200 mT; (b) 600 mT. Uveden objemový poměr [9]

2.2.5 Vliv velikosti částic na reologické vlastnosti magnetoreologických kapalin složených z plochých železných částic

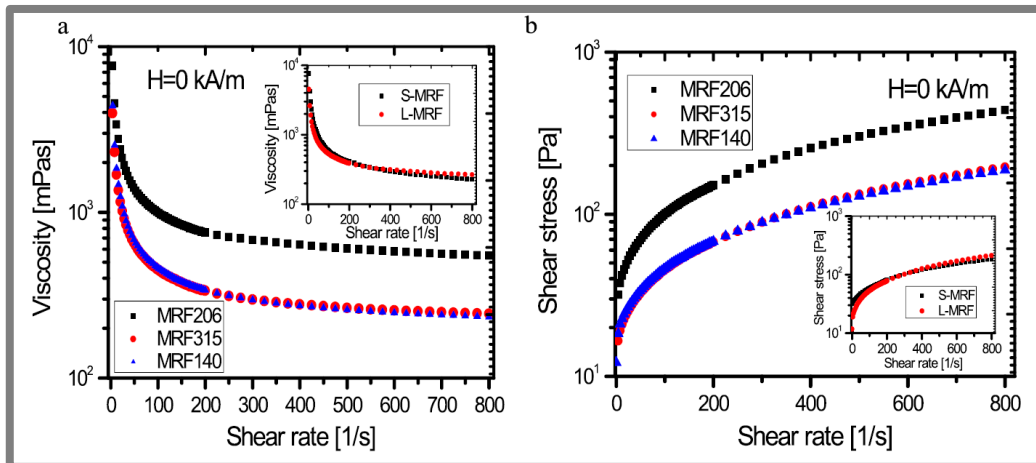
2.2.5

V dalším odborném článku Shah [10] řeší použití železných částic, které mají plochý tvar. Ten je blíže specifikován obrázkem 2-26. Vlevo jsou zobrazeny menší částice o průměrné velikosti 2 μm a vpravo větší částice 19 μm . Jako základová kapalina je použit parafinový olej a přidáno malé množství stabilizátoru. Byly připraveny dvě jednosložkové kapaliny pouze s menšími částicemi (S-MRF) a s většími částicemi (L-MRF). Dále byly namíchány tři bidisperzní vzorky s hmotnostním poměrem menších ku větším částicím 0,67 (MRF206), 1,5 (MRF 315) a 4,0 (MRF140). Celkový objem Fe částic v kapalině byl zvolen 16 obj. % (~ 62 hm. % - pozn. autora).

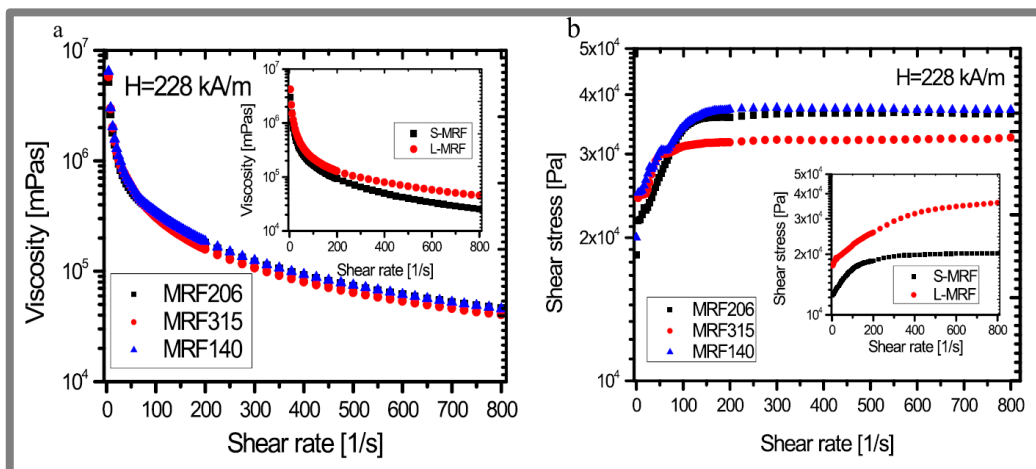


Obr. 2-26 Morfologie mikrostruktury zkoumaných plochých Fe částic: vlevo menší, vpravo větší [10]

Reologické vlastnosti vzorků jsou zobrazeny na obr. 2-27 bez magnetického pole a na obr. 2-28 s aplikovaným polem o síle $228 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$ (tzn. mag. indukce pro tuto hodnotu podle permeabilit z B - H křivek uvedených ve studii přibližně 220 mT pro MRF206, 250 mT pro MRF315, 275 mT pro MRF140, 250 mT pro S-MRF a 315 mT pro L-MRF – pozn. autora) [10]. Nejlepšího magnetoreologického efektu dosahuje kapalina s označením MRF140.



Obr. 2-27 Závislost viskozity a smykového napětí na smykovém spádu pro zkoumané MR kapaliny bez přítomnosti magnetického pole [10]



Obr. 2-28 Závislost viskozity a smykového napětí na smykovém spádu pro zkoumané MR kapaliny v magnetickém poli [10]

V tabulce na obr. 2-29 je posuzována počáteční sedimentace. Procentní hodnota vyjadřuje podíl objemu kapaliny nad usazeninou vůči objemu celé kapaliny. Bidisperzní kapaliny sedimentují vždy pomaleji než monodisperzní. Nejlepší sedimentační stabilitu vykazuje kapalina MRF140, která obsahuje výrazně vyšší množství menších částic [10]. Všechna měření shrnuje tabulka na obrázku 2-30. V posledních sloupcích jsou zobrazeny hodnoty koeficientů F_1 a F_2 . Tyto koeficienty slouží (ještě společně s koeficientem F_3) podle metodiky z [3] k určení vhodnosti použití komerčních MR kapalin pro moderní inženýrské aplikace.

MR Fluid	Initial settling rate (%/day)
MRF206	0.8
MRF315	1
MRF140	0.3
S-MRF	1.33
L-MRF	1.38

Obr. 2-29 Procentní sedimentace za den pro různé kapaliny [10]

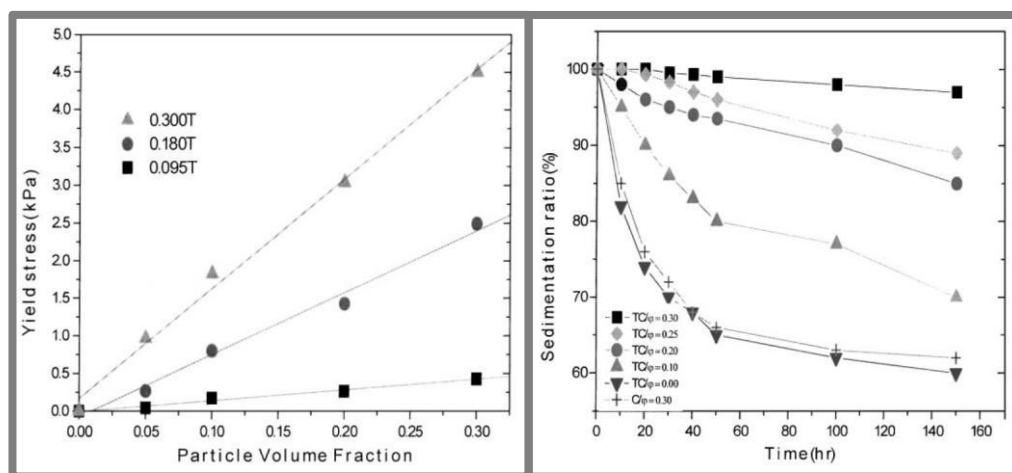
MR Fluid	Weight fraction (W_s/W_L)	Fluid magnetization (M_s) ($kA\ m^{-1}$)	Yield stress at $H=228\ kAm^{-1}$ (kPa)	$F_1 = \tau^2/\eta$ (Pa/s)	$F_2 = \tau^2/\eta\rho$ ($m^2\ s^{-3}$)
MRF206	0.67	200	36.16	2	2
MRF315	1.5	242	31.76	3	3
MRF140	4.0	260	37.89	1	1
S-MRF	—	229	19.30	5	5
L-MRF	—	293	30.98	4	4

Obr. 2-30 Shrnující tabulka výzkumu publikovaném v [10]

2.2.6 Reologické vlastnosti a stabilita magnetoreologických kapalin v emulzi vody v oleji

2.2.6

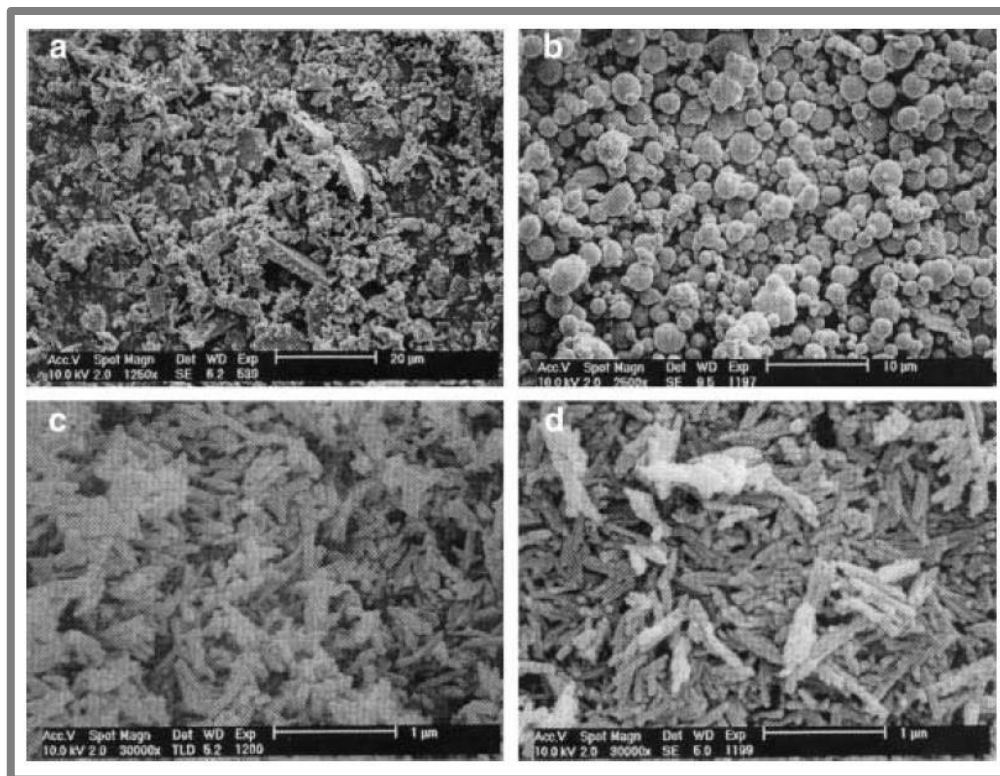
Park ve svém článku [11] zkoumá charakteristiky monodisperzní MR kapaliny. Nosná kapalina je vytvořena přidáním 10 – 30 obj. % vody do minerálního oleje s příměsí surfaktantu. Železné částice použité ve studii mají velikost 4,5 – 5,2 μm a kulovitý tvar. Na obr. 2-31 je vlevo zobrazena závislost meze toku na objemovém množství 0 – 30 obj. % (0 – 80 hm. %) pro různé magnetické indukce. Vpravo jsou pak zobrazeny sedimentační křivky pro různé husté MR kapaliny.



Obr. 2-31 Vlevo: závislost meze toku na obj. % pro různá mag. pole; vpravo: sedimentační křivky pro různé obj. % [11]

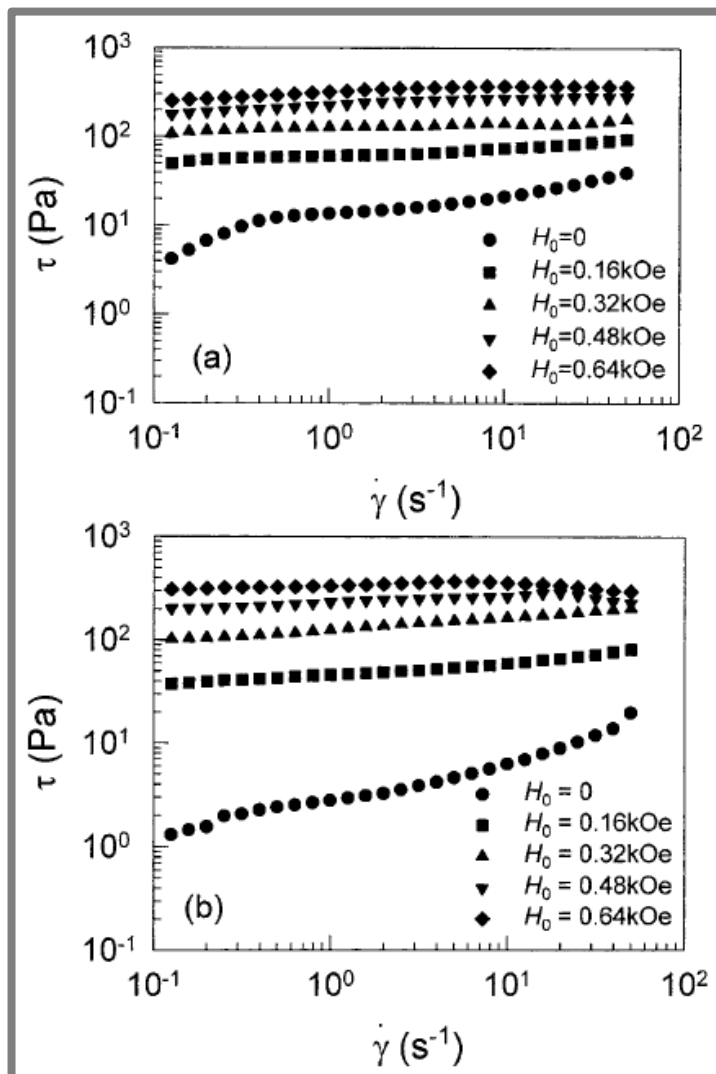
2.2.7 Reologické vlastnosti a rozptylová stabilita magnetoreologických kapalin

V článku Chin [12] zkoumá magnetické a sedimentační charakteristiky MR kapalin. Používá magnetitové částice Fe_3O_4 o velikosti $5\ \mu\text{m}$ a hustotě $5,18\ \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Jejich tvar je výrazně nepravidelný (obr. 2-32a). Dalším materiálem částic je uhlíkové železo $\text{Fe}(\text{CO})_5$ o velikosti $4,5 - 5,2\ \mu\text{m}$ a hustotě $4,4\ \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ tvarem téměř kulové.



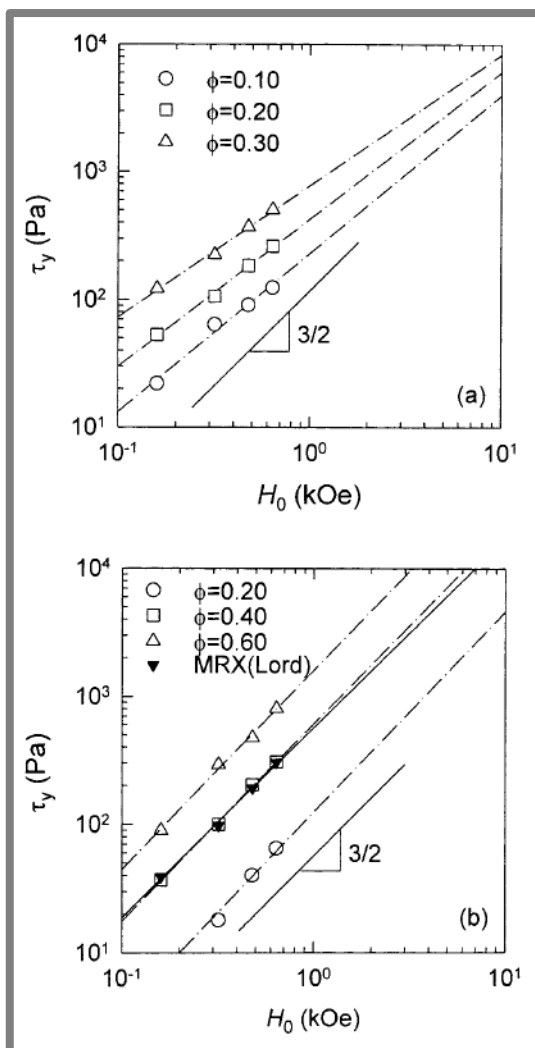
Obr. 2-32 Snímky z elektronového mikroskopu zkoumaných magnetických částic: (a) Fe_3O_4 zvětšeno 1250x; (b) $\text{Fe}(\text{CO})_5$ – 2500x; (c) $\text{Co-}\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ – 30000x; (d) CrO_2 – 30000x [12]

Je připraven vzorek 1 obsahující 20 obj. % (~60 hm.%) Fe_3O_4 v silikonovém oleji a vzorek 2 se 40 obj. % (~77 hm.%) $\text{Fe}(\text{CO})_5$. Obr. 2-33a zobrazuje tokové křivky vzorku 1 v různých hustotách magnetického pole (přibližně 0–210 mT) a 2-33b tokové křivky vzorku 2. Obě MR kapaliny vykazují Binghamské chování.

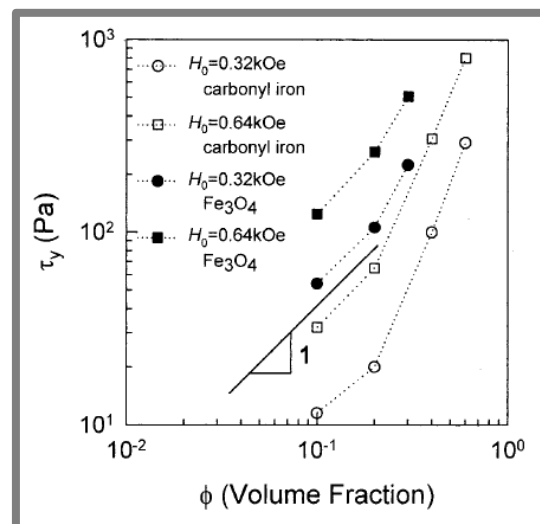


Obr. 2-33 Tokové křivky za různých mag. polích: (a) vzorku 1, tj. 60 hm. Fe_3O_4 %, (b) vzorku 2, tj. 77 hm. % $\text{Fe}(\text{CO})_5$ (b) [12]

Pro testy na obr. 2-34 jsou připraveny další poměry frakcí částic. Konkrétně Fe_3O_4 ve množstvích 10; 20 a 30 obj. % (přibližně 40; 60 a 70 hm. %) a $\text{Fe}(\text{CO})_5$ v 20; 40 a 60 obj. % (přibližně 55; 75 a 88 hm. %). Do zkoumání byla také zařazena komerční MR kapalina MRX od firmy Lord. Grafy vykreslují hodnotu meze toku na aplikovaném magnetickém poli. Meze toku suspenzí magnetitu (obr. 2-34(a)) narůstají v mag. poli rychleji než lineárně. Směsi obsahující částice uhlíkového železa (obr. 2-34(b)) reagují podobně jako křivka se sklonem $H_0^{3/2}$, která je uvedena na obrázku bez ohledu na objem frakce. Na obr. 2-35 je zobrazen komparační graf meze toku na obj. % částic podle uvedené legendy.



Obr. 2-34 Závislost meze toku na externím magnetickém poli pro různá obj. % částic v suspenzi MR kapalin: (a) Fe_3O_4 ; (b) $\text{Fe}(\text{CO})_5$ [12]



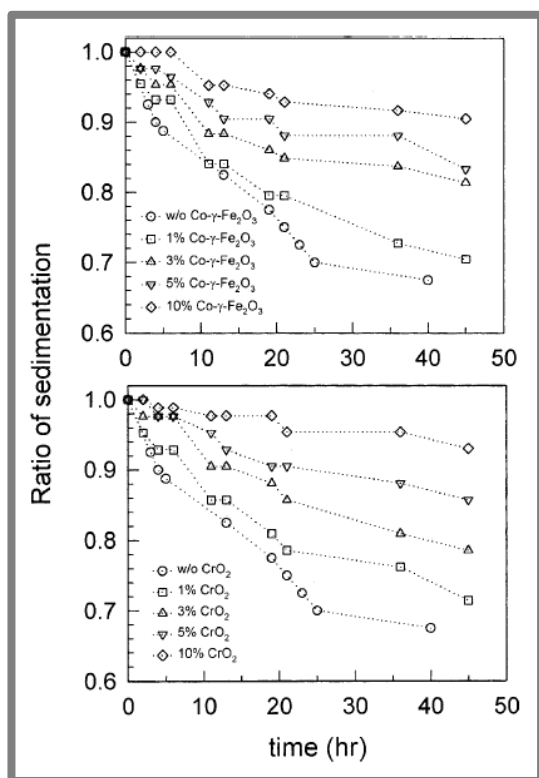
Obr. 2-35 Závislost meze toku na objemovém množství rozptýlených částic v MR kapalině [12]

Dále byl zkoumán přidavek dvou druhů feromagnetických nanočástic, $\text{Co-}\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (obr. 2-32(c)) a CrO_2 (obr. 2-32(d)), pro zlepšení sedimentační stability [12]. Velikost částic není ve článku přímo uvedena, takže byla přibližně určena ze snímků: 250 nm a 500 nm. V této části bylo do vzorku 2 rozmícháno uvedené množství $\text{Co-}\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nebo CrO_2 . Obr. 2-36 pak ukazuje časový průběh sedimentace. Poměr je spočítán:

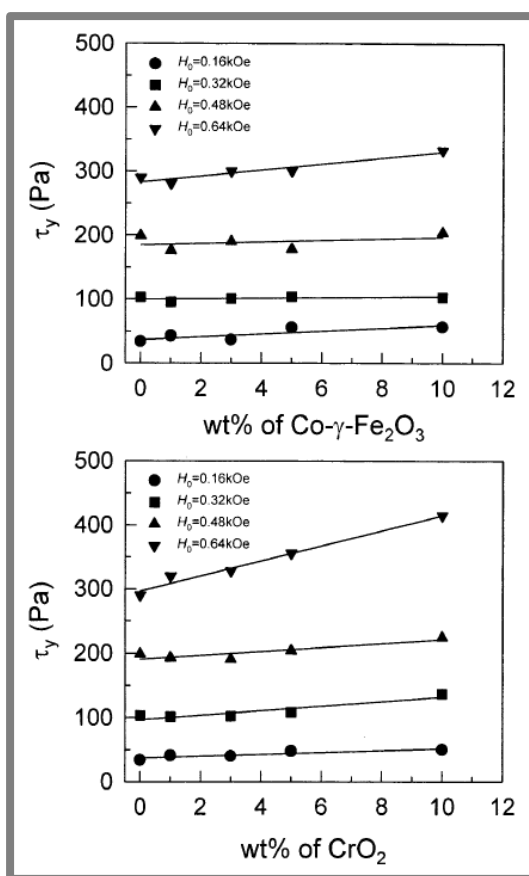
$$\text{Ratio of sedimentation} = 1 - \frac{\text{objem kapaliny nad sedimentem}}{\text{celkový objem kapaliny}} \quad (2-2)$$

V obou případech příměsí dojde k výraznému poklesu rychlosti usazování.

Na obr. 2-37 jsou zobrazeny meze toku vzorku 2 s různým obsahem příměsí $\text{Co-}\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nebo CrO_2 za působení různě silných magnetických polí.



Obr. 2-36 Projev sedimentační stability vzorku 2 v závislosti na čase [12]

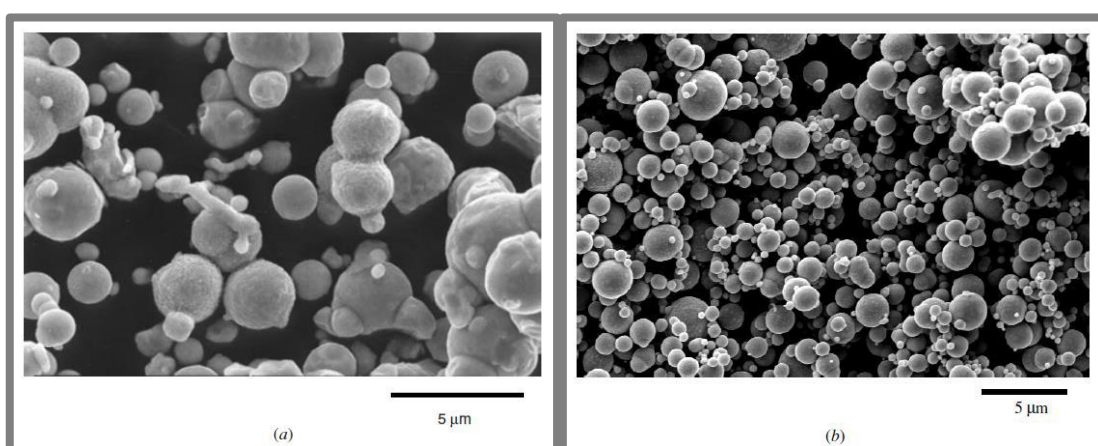


Obr. 2-37 Zaznamenané dynamické meze toku v závislosti na příměsí uvedené v obrázku při různých magnetických polích [12]

2.2.8 Reologické vlastnosti magnetoreologických kapalin

Práce [13] zkoumá MR vlastnosti monodisperzních suspenzí. Genc se detailně zaměřuje na magnetoreologický efekt a jeho souvislosti s magnetickou indukcí. Popisuje také metodiku predikce meze toku, bohužel se však nezaobírá sedimentační stabilitou.

Jsou použity železné částice o dvou velikostech. Částice A jsou hrubší (7-9 μm) s čistotou $\sim 99,5\%$ Fe. Částice B jsou jemnější ($\sim 2\ \mu\text{m}$) s nižší čistotou $\sim 98,2\%$ Fe. Velikost a morfologie povrchu byla zkoumána elektronovým mikroskopem a je patrná z obr. 2-38. Podle snímku se částice A zdají být menší, než uvádí autor. Pro každou velikost byly namíchány dvě MR kapaliny. Jedenkrát s objemem Fe frakce 0,33 a podruhé 0,40.



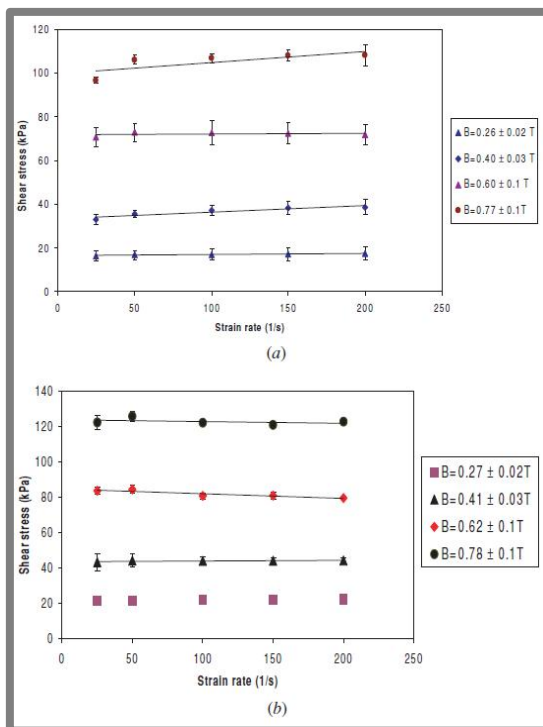
Obr. 2-38 Snímky částic z elektronového mikroskopu částic A (a) a částic B (b) [13]

Tokové křivky byly vykreslovány v rozsahu 0,2 – 0,8 T. Mez toku pro suspenze obsahující 33 a 40 obj. % částic A byla naměřena 100 ± 3 a 124 ± 3 kPa. Kompletní měření je zřejmé z obr. 2-40. Pro vzorky s jemnějšími částicemi B (obr. 2-41) pak 80 ± 8 a 102 ± 2 kPa při 0,8 T. Z následujícího obr. 2-41 jde vidět, že nejvyšších mezí toku při všech intenzitách magnetického pole dosahuje vzorek s 40 obj. % částic A. Vzorky s 40 obj. % částic B a 33 obj. % částic A dosahují téměř totožných mezí toku. Nejmenších mezí toku pak MR kapalina s 33 obj. % jemnějších částic B. Tabulky na obrázku 2-39 shrnují naměřená data a porovnávají se spočítanými mezemi toku podle rovnic uvedených přímo v obrázcích.

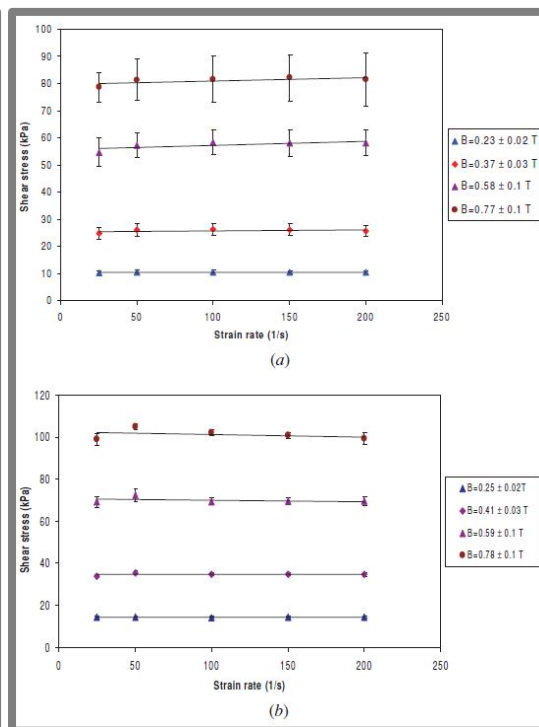
B(T)	Grade A		Grade B		B(T)	Grade A		Grade B	
	Calculated yield stress (kPa)	Measured dynamic yield stress (kPa)	Calculated yield stress (kPa)	Measured dynamic yield stress (kPa)		Calculated yield stress (kPa)	Measured dynamic yield stress (kPa)	Calculated yield stress (kPa)	Measured dynamic yield stress (kPa)
0.2	10 ^a	16 ± 3	6 ^b	10 ± 1	0.2	16 ^a	22 ± 1	10 ^b	14 ± 0.6
0.4	34 ^a	33 ± 3	25 ^b	26 ± 2	0.4	44 ^a	45 ± 3	33,4 ^b	35 ± 1
0.6	72 ^a	72 ± 5	55,8 ^b	56 ± 5	0.6	85 ^a	84,3 ± 2	71 ^b	71 ± 2
0.8	93 ^c	100 ± 3	80 ^c	80 ± 8	0.8	114 ^c	124 ± 3	98 ^c	102 ± 2

^a $\tau_y = 173.27B^2 + 15.795B.$	^a $\tau_y = 153.8B^2 + 48.531B.$
^b $\tau_y = 151.77B^2 + 1.9086B.$	^b $\tau_y = 173.35B^2 + 14.299B.$
^c $\tau_y^{\text{sat}} = \left(\frac{4}{577}\right)\xi(3)\phi\mu_0(M_S)^2.$	^c $\tau_y^{\text{sat}} = \left(\frac{4}{577}\right)\xi(3)\phi\mu_0(M_S)^2.$

Obr. 2-39 Tabulka pro vzorky s 33 obj. % (vlevo) a s 40 obj. % frakce Fe (vpravo) [13]



Obr. 2-40 Reogramy při působícím magnetickém poli suspenzí s hrubšími částicemi A
o (a) 33 obj. % a (b) 40 obj. % [13]



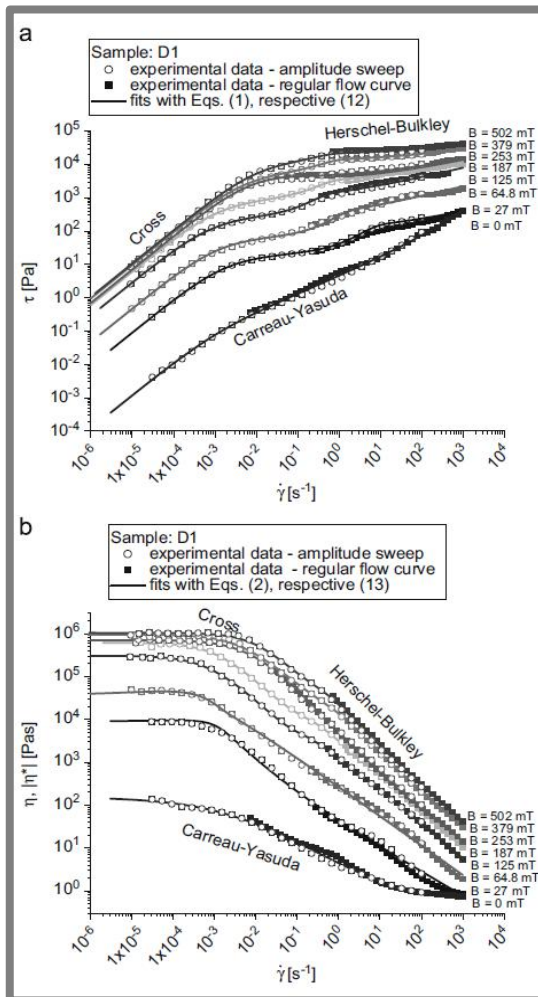
Obr. 2-41 Reogramy při působícím magnetickém poli suspenzí s jemnějšími částicemi B
o (a) 33 obj. % a (b) 40 obj. % [13]

2.2.9 Toková závislost extrémně bidisperzních magnetizovatelných kapalin

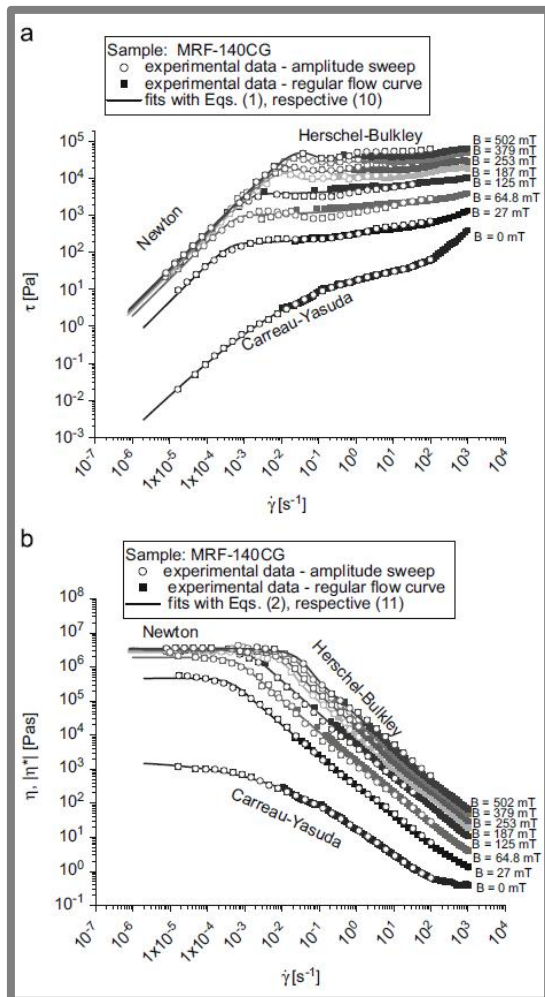
Susan-Resiga v článku [14] srovnává extrémně bidisperzní magnetizovatelnou kapalinu (označovanou D1) s komerčně dostupnou magnetoreologickou kapalinou MRF-140CG od firmy LORD.

Složení kapaliny D1: 20 obj. % magnetitových nanočástic (hlavní rozměr ~ 7 nm), 20 obj. % Fe částic o velikosti $2,1 \mu\text{m}$ a odchylkou normálního rozložení $1,13 \mu\text{m}$. Vše rozptýleno v transformátorovém oleji. Kapalina MRF-140CG obsahuje: 40 obj. % železných částic o průměrné velikosti $2,3 \pm 1,53 \mu\text{m}$ v hydrokarbonové nosné kapalině.

Práce zaznamenává tokové křivky (obr. 2-42a a obr. 2-43a) a závislost viskozity na smykovém spádu (obr. 2-42b a obr. 2-43b) pro obě kapaliny při různých magnetických polích. Podle grafů je při magnetické indukci 502 mT mez toku MR kapaliny D1 45 kPa a MR kapaliny MRF-140CG 80 kPa. Práce se nezabývá sedimentačními závislostmi.



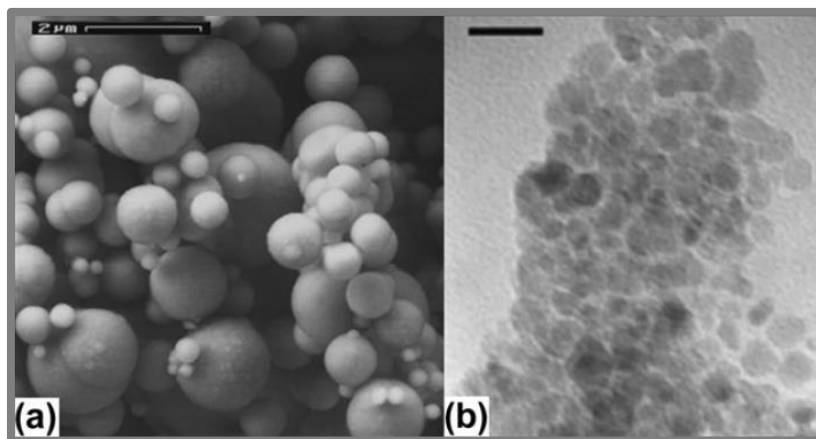
Obr. 2-42 (a) Tokové křivky a (b) závislost viskozity na smykovém spádu při různých mag. polích pro kapalinu D1 [14]



Obr. 2-43 (a) Tokové křivky a (b) závislost viskozity na smykovém spádu při různých mag. polích pro kapalinu MRF-140CG [14]

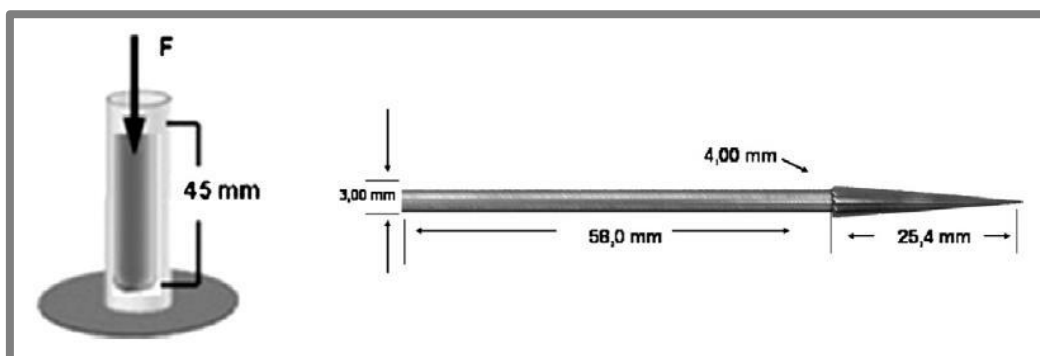
2.2.10 Dynamická charakterizace extrémně bidisperzních magnetoreologických kapalin

Ve svém článku [15] Iglesias píše o výzkumu bidisperzních MR kapalin, které obsahují submikronové částice jako základní. Konkrétně se jedná o železné částice o průměrné velikosti 900 ± 300 nm (obr. 2-44(a)). Připravené vzorky obsahují vždy 32 obj. % (~80 hm. %) těchto částic rozmíchaných v minerálním oleji. Zkoumané vzorky dále obsahují ještě 1,55; 3,1; 6,2 nebo 7,9 obj. % (tj. ~3,8; 7,3; 13,7 nebo 17 hm. %) magnetitových nanočástic o velikosti $7,8 \pm 0,3$ nm (obr. 2-44(b)) (v článku jsou uvedeny v jednotkách uvádějící velikost částic chybně mm, ale podle textu a snímku se jedná o nm – pozn. autora).



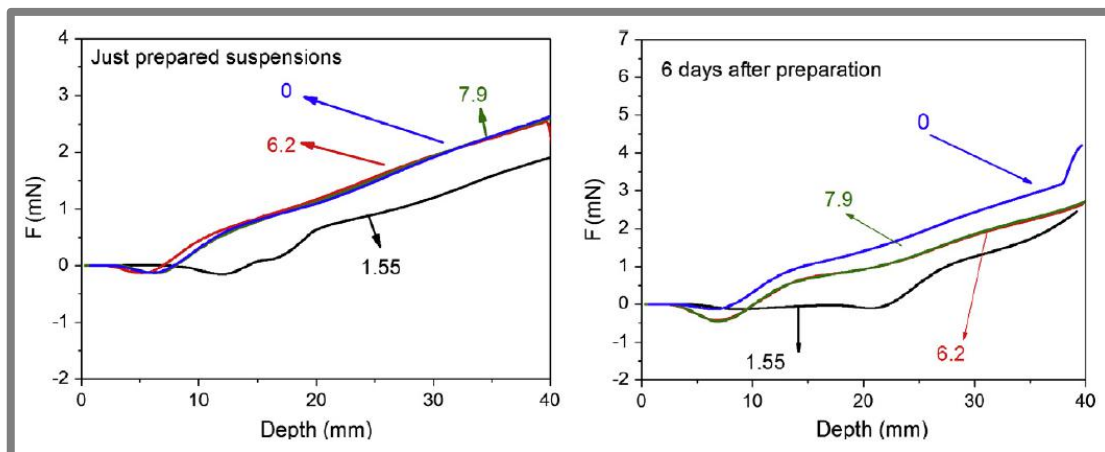
Obr. 2-44 (a) Snímek mikročástic (délka proužku 2 μm);
(b) snímek nanočástic (délka proužku 20 nm) [15]

Práce používá k určení sedimentační stability metodu silového působení jehlou na MR kapalinu. Schematické zobrazení pokusu je na obr. 2-45 vlevo. Válec s MR kapalinou je umístěný na váze. Do něj se zasouvá standardní penetrační jehla (STM-D5-05a, obr. 2-45 vpravo) konstantní rychlostí $10 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$. Zaznamenává se síla odporu proti působení v závislosti na hloubce penetrace. Měření pokračuje, dokud se nedosáhne dna.



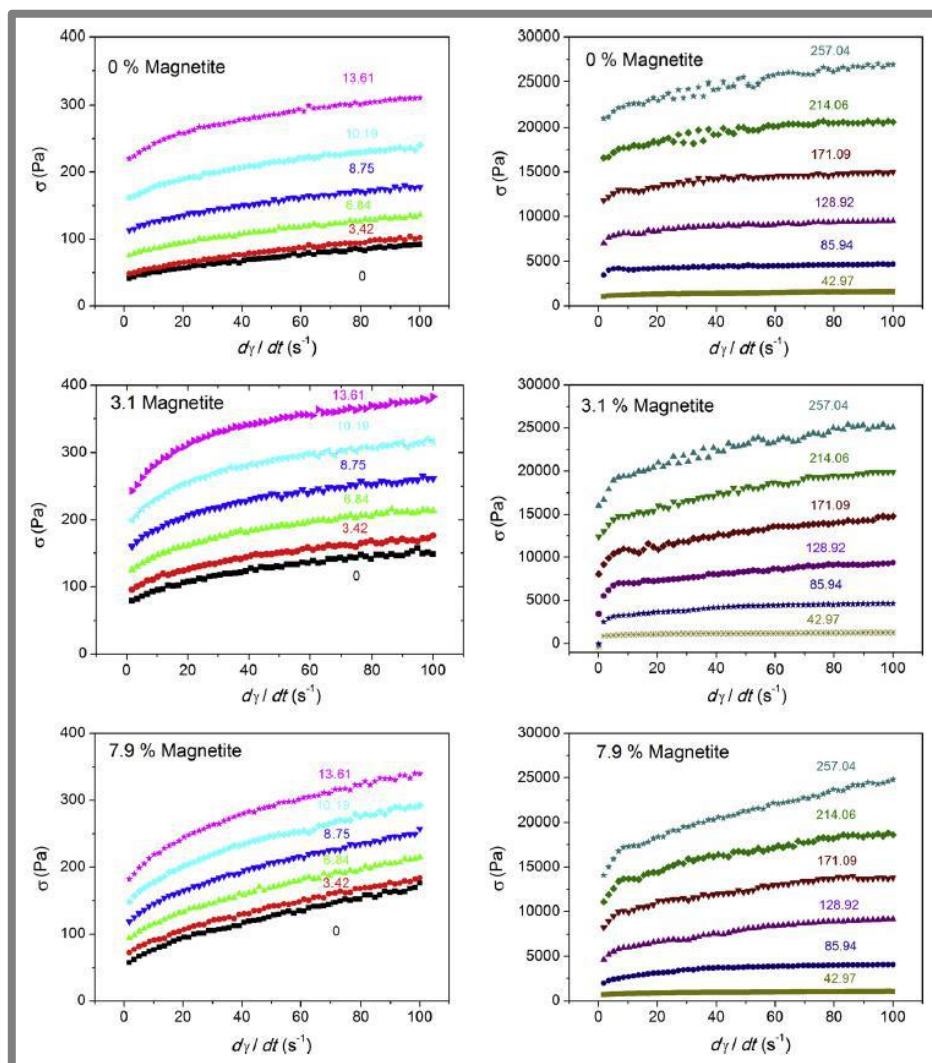
Obr. 2-45 Schematické zobrazení experimentu (vlevo), jehla ASTM-D5-05a (vpravo) [15]

Graf pro různé příměsi nanočástic je změřen ihned po namíchání a také po 6 dnech usazování (obr. 2-46). Z této závislosti lze přibližně určit procentní sedimentaci. Nejvyšší sedimentační stabilitu vykazuje vzorek bez příměsi nanočástic, následován shodně 6,2 a 7,9 obj. % nanočástic a nejhorší výsledky vykazuje vzorek s objemovým obsahem 1,55 % nanočástic. Data se zdají být zkreslena, protože ihned po přípravě by měly všechny suspenze vykazovat stejné chování.



Obr. 2-46 Síla odporu prostředí vůči prostupující jehle MR kapalinou v závislosti na hloubce prostupu [15]

Na obr. 2-47 jsou zobrazeny naměřené tokové křivky různých obj. % příměsí nanočástic za různé magnetické indukce.

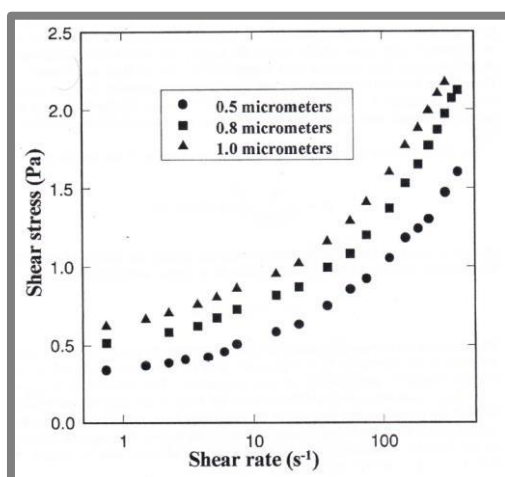


Obr. 2-47 Tokové křivky za slabých (vlevo) silných (vpravo) mag. polích [15]

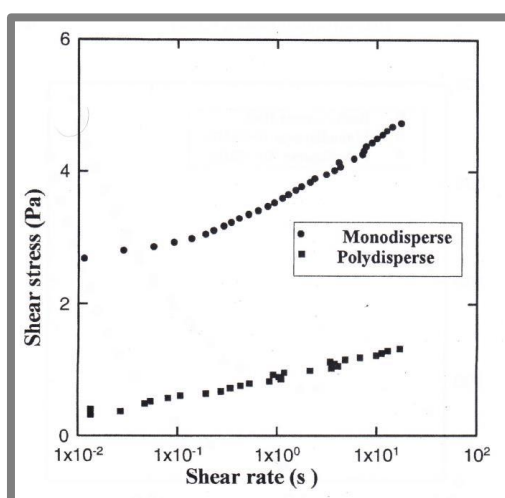
2.2.11 Vliv velikosti částic na reologii magnetoreologických kapalin

Lemaire v článku [16] používá dvě rozdílné magnetické suspenze. Pro námi řešenou problematiku je zajímavá pouze jedna, která je tvořena částicemi polystyrenu obsahující 60 hm. % magnetitu. Tyto kulové částice jsou zkoumány ve třech velikostech 0,5; 0,8 a 1,0 μm (se standardní odchylkou 10 %). Článek se nezabývá vlivem na sedimentaci.

Nejprve jsou změřeny reogramy prvního druhu částic. Na obr. 2-48 jsou uvedeny tokové křivky monodisperzních suspenzí o stejném objemovém množství 5 % ($\sim 10,5$ hm. % při hustotě $2,02 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ spočítané z údajů v [17] – pozn. autora) a magnetickém poli 115,5 Oe (při uvedené průměrné permeabilitě 1,34 je indukce přibližně 15,5 mT – pozn. autora). Všechny tři kapaliny vykazují podobné chování a podobné meze toku. Se stejnými částicemi je zobrazeno ještě porovnání na obr. 2-49, které ukazuje dva vzorky se stejnými 5 obj. % částic při 100 Oe ($\sim 13,5$ mT). Jedna směs monodisperzní (0,7 μm částice) a druhá polydisperzní (částice distribuované v rozptylu 0,2–1 μm). Monodisperzní směs vykazuje asi 4x vyšší mez toku než polydisperzní. Článek tím říká, že pro reálnou aplikaci je výhodnější použít monodisperzi (popřípadě její modifikaci – bidisperzi) než polydisperzi.



Obr. 2-48 Reogram různých velikostí magnetických částic v mag. poli (115 Oe) [16]



Obr. 2-49 Porovnání tokových křivek monodisperzní a polydisperzní MR suspenze (100 Oe) [16]

3 ANALÝZA PROBLÉMU A CÍL PRÁCE

3.1 Analýza problému

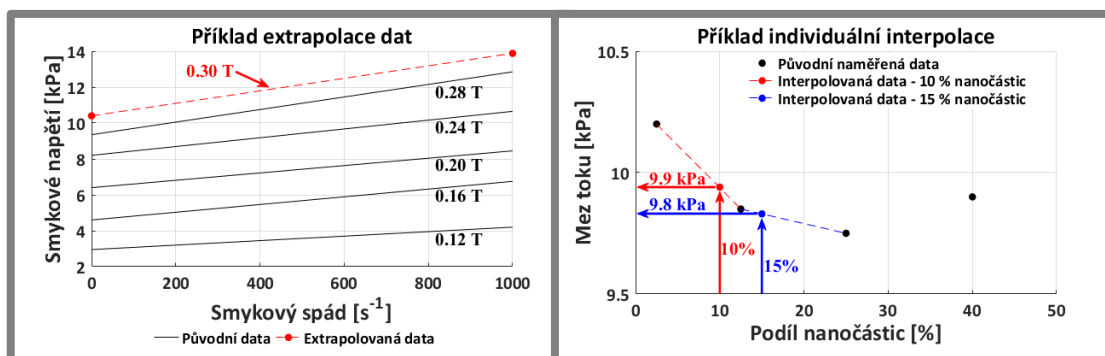
Z rešeršní části vyplývá, že hlavním problémem MR kapalin, který brání jejich širšímu průmyslovému použití, je jejich rychlá sedimentace. Příkladem je vzorek z článku [12], v kterém je na grafu sedimentace (obr. 2-36) zřejmé, že monodisperzní MR kapalina se už po dvaceti hodinách usadila. U bidisperzních kapalin se sedimentační stabilita výrazně zvýší. V praxi by se tak vyplatilo použít bidisperzní kapalinu kvůli její pomalejší sedimentaci i za cenu částečného snížení MR efektu.

MR vlastnosti suspenzí studuje mnoho vědeckých skupin, každá ale prezentuje výsledky měření jiným způsobem. V reogramech se liší rozsahem smykového spádu, nebo hustotami magnetického pole pro vyhodnocení. Články také různě klasifikují sedimentační stabilitu (pohybem rozhraní, časem do vytvoření rozhraní, odporem vůči prostupu, vizuální kontrolou polohy rozhraní po delším čase aj.). Problémem práce tedy bude najít kritéria, podle kterých bude možné sjednotit metodiku posuzování vlastností MR kapalin a čímž posuzovat tendence změny proměnných. Bude tedy zapotřebí použít interpolačních (extrapolačních) metod a najít rozsahy, ve kterých bude možné kapaliny srovnat.

3.2 Analýza, interpretace a zhodnocení poznatků z rešerše

Ve většině MR kapalin převažují sférické částice. Jsou také pro porovnávání k dispozici data např. plochých nebo podlouhlých částic. Rozměry Fe částic, které bývají obsaženy jako primární, se nejčastěji pohybují v rozmezí 1–10 μm .

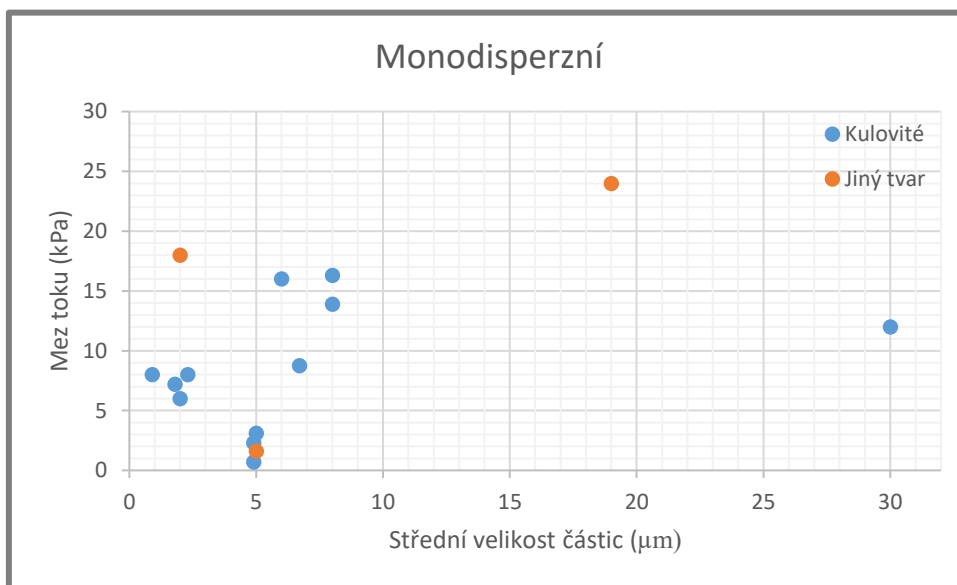
Na obr. 3-3 je možné vidět závislost meze toku na velikosti částic monodisperzí. Hodnoty jsou uvedené ze všech článků v rešerši a jsou sjednoceny pomocí interpolačních, extrapolačních a podobnostních metod pro MR kapalinu s 60 hm. % při 300 mT. Příklad práce s daty pro získání výsledků je na obrázcích 3-1 a 3-2. Nejvýraznějšími poznatky jsou kulovité Fe částice. Lze u nich pozorovat lineární rostoucí trend. S tendencí nesouhlasí částice o velikosti 5 μm uvedené jednou výzkumnou skupinou v [11, 18], které mají nižší meze toku. Vyšší než očekávanou meze toku (18 kPa) mají ploché železné částice o velikosti 2 μm [10]. Největší posuzované částice (30 μm) zkoumané Wereleym [1] vykazují nižší meze toku (12 kPa) než jakou by naznačoval trend (asi 35 kPa).



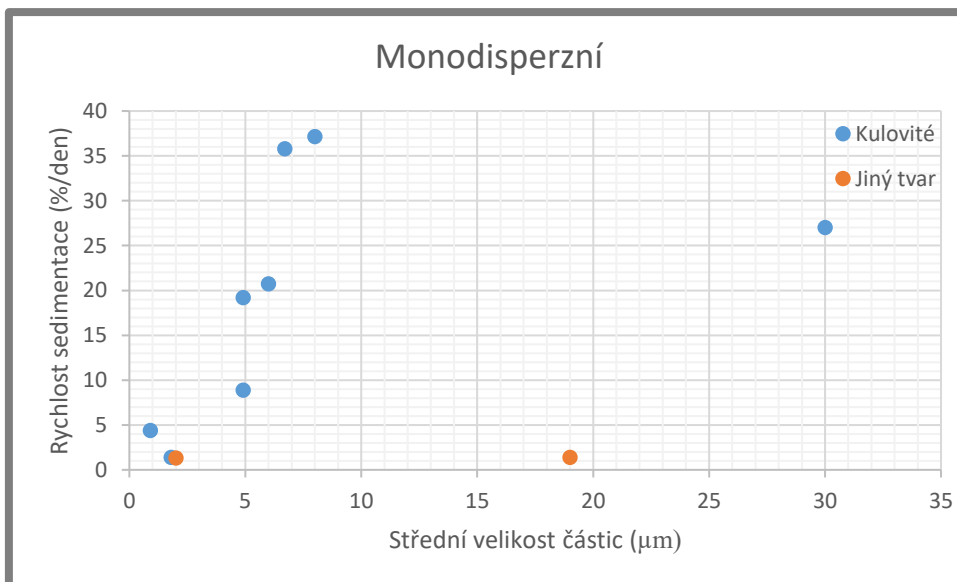
Obr. 3-1 Příklad práce s daty – extraplace výsledků podle magnetické indukce

Obr. 3-2 Příklad práce s daty – individuální interpolace výsledků podle podílu nanočástic

Sedimentační závislost je zobrazena na obr. 3-4. Bohužel ne všichni autoři zkoumají zároveň s magnetoreologickými i sedimentační vlastnosti. Různé způsoby měření sedimentace jsou přibližně přepočteny na sedimentační spád udávaný v %/den (přepčet z vyčíslení sedimentace „časem do zformování rozhraní“ není možný přímo, proto jsou výsledky částic s průměrem 30 μm z [1] určeny přibližně nepřímo pomocí článků [1, 19, 20]). Můžeme pozorovat trend poklesu sedimentační rychlosti s poklesem velikosti částic. Proti trendu výrazně vystupuje vzorek s 19 μm plochými částicemi, který má sedimentační rychlost pouze 1,38 %/den [10].



Obr. 3-3 Zobrazení mezí toku monodisperzních MR kapalin v závislosti na velikosti částic pro různé tvary částic (60 hm. %, 300 mT)

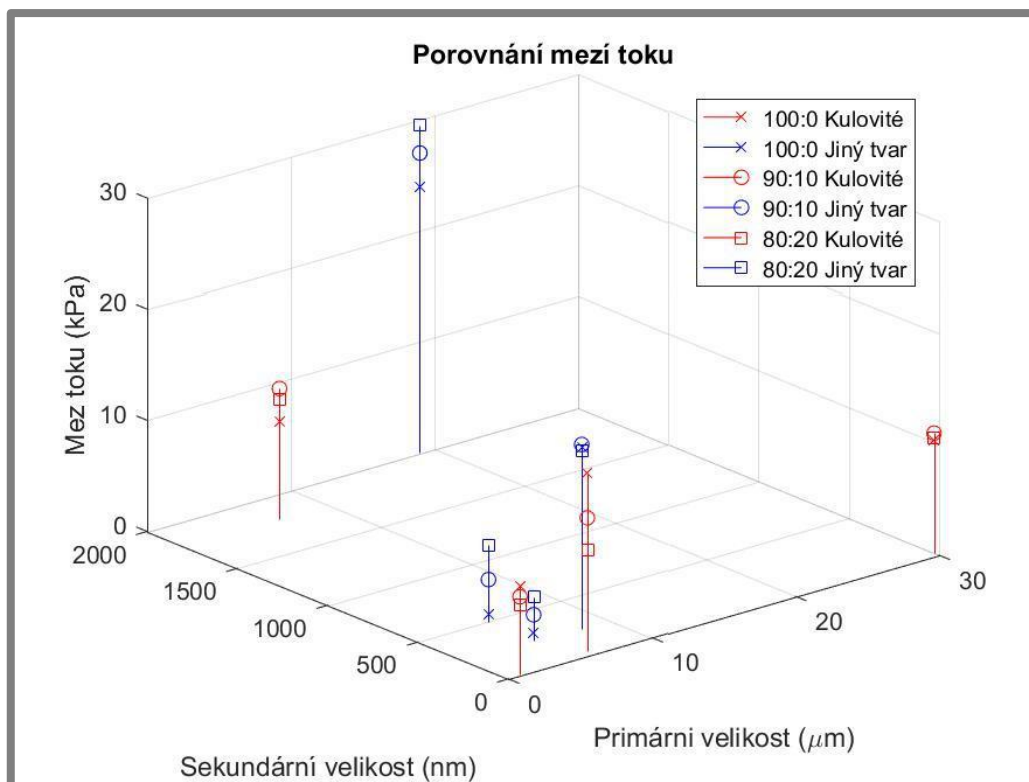


Obr. 3-4 Zobrazení sedimentačního spádu monodisperzních MR kapalin v závislosti na velikosti částic pro různé tvary částic (60 hm. %, 300 mT)

U bidisperzních suspenzí je velikost druhé frakce obvykle v řádu desítek nebo stovek nanometrů. Vyskytují se také bidisperzní kapaliny, které mají obě frakce v řádu

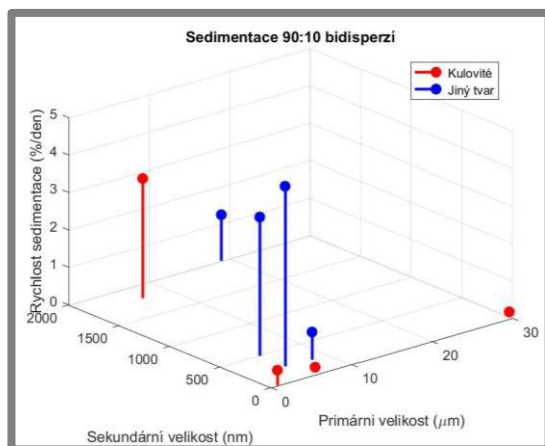
jednotek mikrometrů. Obvyklá celková koncentrace částic v MR kapalině je 50–80 hm. %. Větší podíl zabraňuje kapalině v tekutosti. Obvyklá náhrada sekundární frakcí v bidisperzních kapalinách je obvykle do 15–40 % (v závislosti na velikosti částic). Od určitého procenta je z hlediska redukce sedimentace další zvyšování zbytečné.

Obr. 3-5 zobrazuje rozmístění meze toku v prostoru velikostí částic jednotlivých frakcí pro různé tvary částic při 10% a 20% náhradě primární frakce sekundární (shodně 60 hm. % při 300 mT). Zároveň je ukázáno i srovnání s hodnotou monodisperzní kapaliny (umístěna podle primární frakce). Hodnota meze toku stoupá s růstem jak primárních, tak sekundárních částic. Výjimku tvoří kapaliny, které obsahují poměrně malé částice v obou frakcích, konkrétně 0,9 μm s 10 % 7,8 nm (7 kPa) [15] a 6 μm s 10 % 40 nm (12 kPa) [5]. Úplně mimo trendové chování (pouze 10,8 kPa) jsou největší částice (30 μm) s velmi malými (28 nm) [1]. Graf také potvrzuje Wereleyho poznatek z [1], že v důsledku přidání malého množství malých sekundárních částic mez toku stoupne z důvodu zaplnění mezer v řetězcích výrazně větších částic. Samostatné grafy pro náhradu 10 a 20 % jsou zobrazeny v příloze I a II.

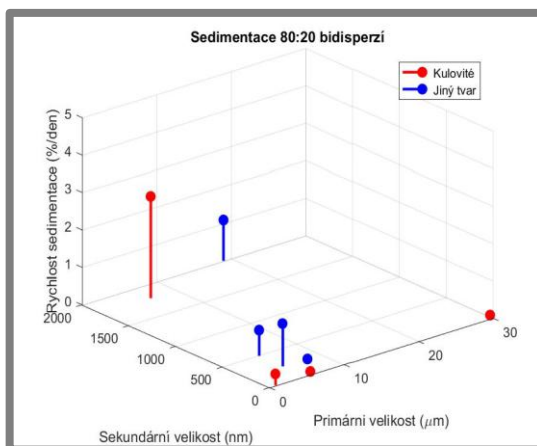


Obr. 3-5 Zobrazení meze toku bidisperzních MR kapalin v závislosti na velikosti částic v obou frakcích pro různé tvary částic (60 hm. %, 300 mT)

Sedimentační rychlost v závislosti na velikosti částic v obou frakcích je zobrazena na následujících grafech. Nejprve jsou na obrázcích 3-6 a 3-7 zobrazeny sedimentační rychlosti v závislosti na velikosti částic ve frakcích pro 10 a 20% náhradu primární frakce sekundární. Sedimentace MR kapaliny v poměru frakcí 90:10 naznačuje výrazný nárůst sedimentační rychlosti v oblasti přibližně 100 nm velkých sekundárních částic. Zdá se, že pokud nahradíme podobně malé celkové množství



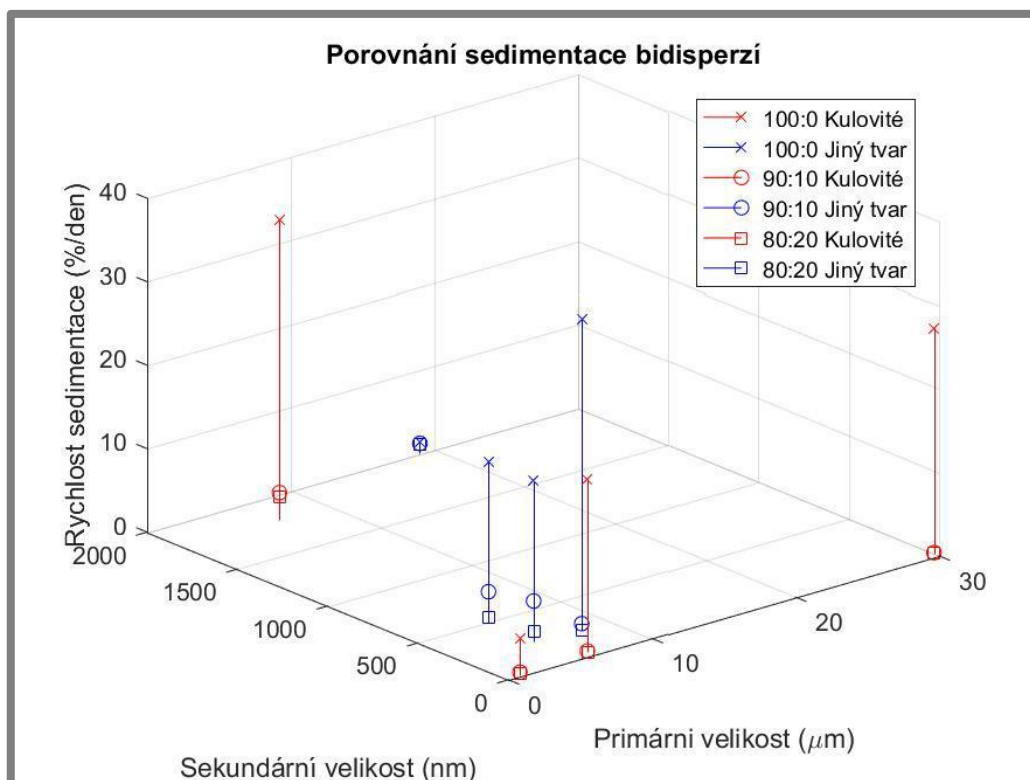
Obr. 3-6 Rychlost sedimentace v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapalinu s poměrem frakcí 90:10 s celkově 60 hm. % částic a pro různé tvary částic



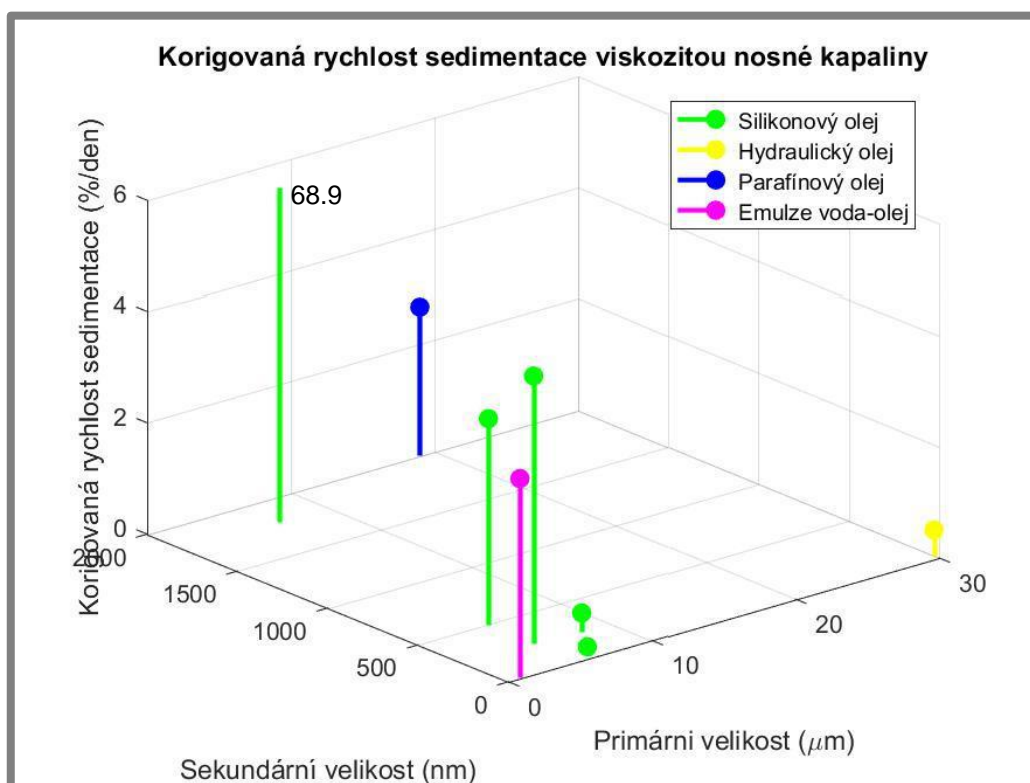
Obr. 3-7 Rychlost sedimentace v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapalinu s poměrem frakcí 80:20 s celkově 60 hm. % částic a pro různé tvary částic

částicemi o takto malé velikosti, dosáhneme řádově pomalejší sedimentace, než přidáním částic větších než 100 nm. Ohledně primárních částic graf nenaznačuje žádný trend. Na vedlejším grafu pro poměr 80:20 je zřejmé, že pomyslná hranice k dosažení nízké sedimentace se posouvá k vyšším velikostem částic s rostoucím podílem sekundárních částic. V obou případech z trendu vystupují ploché mikronové částice z [10], které mají vyšší stabilitu pravděpodobně díky svému specifickému tvaru. V porovnání dvou poměrů bidisperzních a monodisperzní MR kapalin (obr. 3-8) můžeme pozorovat výrazné zpomalení sedimentace. Pro srovnání, částicím o velikosti přibližně 5–7 µm se sedimentační rychlost zpomalí při náhradě 10 % sekundárními částicemi o velikosti 1800 nm z 35,8 na 3,18 %/den, 250 nm z 19,2 na 4,8 %/den a 40 nm z 20,7 na 0,13 %/den. Nelze pozorovat, že by sedimentační rychlost bidisperzních kapalin byla závislá na rychlosti sedimentace monodisperze, tzn. že by trendově docházelo k zpomalení o určité procento. Naopak můžeme vidět, že zpomalení probíhá na určitou koncovou hodnotu a řídí se výše popsaným trendem. Pouze malé snížení vykazuje MR suspenze s oběma mikrometrickými frakcemi, jde spíše ale o to, že kapalina vykazovala dobrou sedimentační stabilitu i v monodisperzi. To bylo pravděpodobně způsobeno plochým tvarem částic [10].

Protože na sedimentační stabilitu MR kapalin má velký vliv viskozita základové kapaliny, je také zahrnuta do analýzy. Na dalším grafu (obr. 3-9) je zobrazena závislost sedimentační rychlosti MR kapalin (bidisperze v poměru 90:10, celkově 60 hm. % Fe částic), která je korigována dynamickou viskozitou nosné kapaliny, v závislosti na velikosti částic v obou frakcích pro různé druhy nosných kapalin. Nosné kapaliny mají ve výzkumech velmi různé viskozity (0,01 až 0,189 Pa·s), a to i mezi stejným druhem kapaliny (např. různé viskozity silikonových olejů), proto byla korekce prováděna individuálně pro každý vzorek podle výzkumu [21] (graf v příloze VII) a výsledkem je přiblížení viskozity všech vzorků k 0,1 Pa·s. V porovnání s nekorigovanou sedimentací (graf v příloze) výrazně stouply rychlosti vzorkům v emulzi voda-olej [11] (z 0,4 na 3,6 %/den), parafinový olej [10] (z 1,2 na 4,2 %/den) a extrémně vzorku popisovaného Trendlerem [9] v levé části grafu (z 3,1 na 68,9 %/den), který měl nejvyšší viskozitu 0,01 Pa·s.

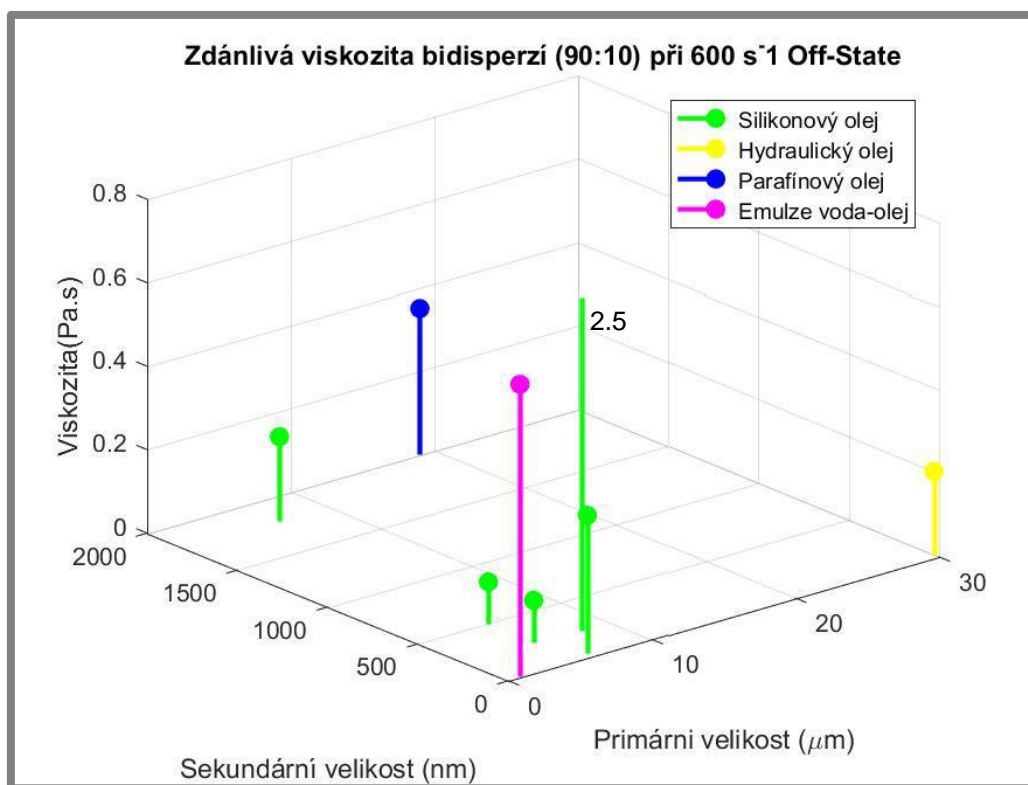


Obr. 3-8 Zobrazení porovnání sedimentačního rychlosti bidisperzních a monodisperzních MR kapalin (vždy 60 hm. %) v závislosti na velikosti částic v obou frakcích pro různé tvary částic a různé poměry frakcí



Obr. 3-9 Detail grafu korigované rychlosti sedimentace viskozitou nosné kapaliny v závislosti na velikosti primárních a sekundárních částic pro různé druhy nosných kapalin (vždy bidisperzní MR kapalina 90:10 s 60 hm. % částic)

Dalším ukazatelem použitelnosti MR kapalin v reálných aplikacích je zdánlivá viskozita. Na obrázku 3-10 je zobrazena dynamická viskozita bidisperze v poměru 90:10 s 60 hm. % určena při smykovém spádu 600 s^{-1} bez působení magnetického pole v závislosti na velikosti částic. Nejvyšší viskozity 2,5 Pa·s dosahuje kapalina obsahující podíl nanovláken [6], dále pak výrazně nižší ploché částice v parafinovém oleji (0,35 Pa·s) [10] a kulovité částice v emulzi voda-olej (0,7 Pa·s) [11]. Ostatní hodnoty se pohybují v rozmezí 0,1 – 0,3 Pa·s. (V příloze VI je zobrazen graf, kolik činí nárůst viskozity vlivem obsahu Fe částic v kapalině.)



Obr. 3-10 Detail grafu zdánlivé viskozity v závislosti na velikosti primárních a sekundárních částic pro různé druhy nosných kapalin (vždy bidisperzní MR kapalina 90:10 s 60 hm. % částic, určena při 600 s^{-1} bez přítomnosti mag. pole)

Dále v rozhodování hrály roli další závislosti, jejichž grafy jsou umístěny v přílohách III, IV a V. Celkově jsou v rešerši popsány monodisperze, bidisperze a dokonce v [16] i polydisperze. Dle zjištěných poznatků se pro technické aplikace nejlépe hodí bidisperzní MR kapaliny. Ze zhodnocení meze toku se jeví nejlépe použít primární částice o velikosti 6–9 μm . Sekundární částice větší než 100 nm. Změněný tvar mírně zvyšuje MR efekt. Pro dobrou sedimentační stabilitu je podle analýzy vhodné použít částice do velikosti 5 μm pro primární frakci společně s malým množstvím (<10 %) sekundárních částic menších než 100 nm nebo větším množstvím (20–40 %) částic 100–1000 nm. Změněný tvar (hlavně plochý a vláknitý) má velký vliv na snížení sedimentační rychlosti, jsou však nepoužitelné v praxi z důvodu zvýšení viskozity. Z těchto důvodů navrhuji pro experimentální testování kulovité částice pro primární frakci o velikosti 5 μm a 8 μm . Pro porovnání s komerčními kapalinami ještě kulovité částice s průměrem 2 μm . V sekundární frakci by se měly otestovat kulovité částice ve velikostech 10–50 nm v nižších koncentracích a 100–250 nm ve vyšších bidisperzních poměrech.

3.3 Podstata a cíle diplomové práce

Na Ústavu konstruování FSI VUT v Brně probíhá výzkum v oblasti MR kapalin a jejich aplikace. Součástí tohoto výzkumu bude i tato diplomová práce, která se bude zabývat výzkumem a vývojem MR kapaliny.

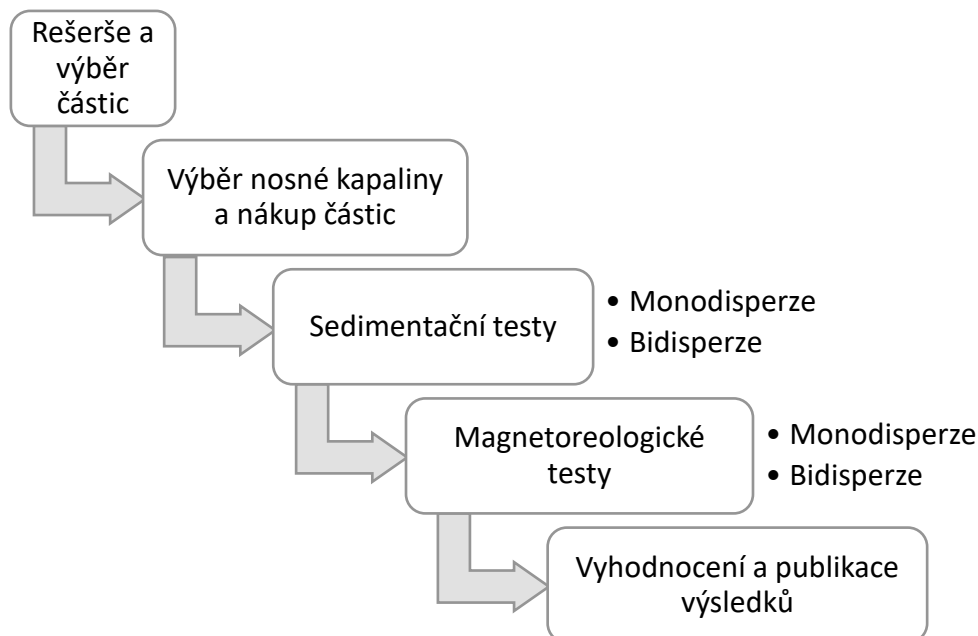
Hlavním cílem práce je studium bidisperzní MR kapaliny dosahující vysokého magnetoreologického efektu a sedimentační stability díky vhodné kombinaci různých velikostí železných částic, jejich hmotnostního zastoupení a tvaru.

Díličí cíle diplomové práce:

- rešerše vlivu velikosti a tvaru částic a hmotnostního poměru jednotlivých frakcí na magnetické a sedimentační vlastnosti MR kapaliny,
- výběr, nákup a ověření vlastností vybraných železných částic,
- výběr vhodné nosné kapaliny pro laboratorní testování MR kapalin,
- experimentální vyhodnocení vybraných kombinací železných částic (sedimentace, MR efekt),
- ověření vlastností porovnáním s monodisperzními MR kapalinami obsahujícími stejné velikosti částic (sedimentace, MR efekt).

4 MATERIÁL A METODY

Diplomová práce je součástí širšího výzkumného projektu. Experimentální část zabývající se zkoumáním bidisperzních MR kapalin se bude uskutečňovat pomocí materiálů, na těchto zařízeních a bude obsahovat experimenty popsané v této kapitole. Je vypracována podle následujícího postupu:



4.1 Výběr částic

Na základě kritické rešerše byly navrženy 3 velikosti železných částic, které vykazují dobré předpoklady pro tvorbu primární frakce stabilní suspenze se zachováním vysokého MR efektu. Tyto částice se nakonec podařilo zakoupit od firmy BASF. V následující tabulce 4-1 jsou uvedeny všechny dostupné mikročástice na ÚK a tučně jsou vyznačeny částice určené pro studium bidisperze.

Tab. 4-1 Dostupné mikročástice

Interní označení	Označení producenta	Střední velikost částic (μm)	Min. obsah Fe (%)	Typ	Producent
2 μm	HS	2,05	97,5	hard	BASF
2 μm HQ	HQ	2	97,8	hard	BASF
3 μm	EW	3,5	97,0	hard	BASF
4 μm	OM	4,55	97,8	hard	BASF
5 μm	EM	5,25	97,0	hard	BASF
8 μm	CM	8,25	99,5	soft	BASF
44 μm	325 mesh	44	97,0	-	Aldrich

Dále jsou dle rešerše vybrány dva druhy částic nanometrických velikostí, které budou tvořit bidisperzní směsi. V tab. 4-2 jsou uvedeny zakoupené částice. Tučně vyznačené jsou určeny ke zkoumání bidisperzí.

Tab. 4-2 Dostupné nanočástice

Interní označení	Označení producenta	Střední velikost částic (nm)	Min. obsah Fe (%)	Producent
N050	0922XH	50	99,5	SS Nano
N070	0923XH	70	99,5	SS Nano
N115	0924XH	115	99,5	SS Nano
N790	-	790	-	Nanografi
N065P	-	65	Permalloy	Nanografi

Vybrané SEM snímky částic pořízené ÚMVI jsou kvůli svému rozsahu uvedeny v příloze VIII.

4.2 Výběr druhu nosné kapaliny, příměsí a způsobu míchání

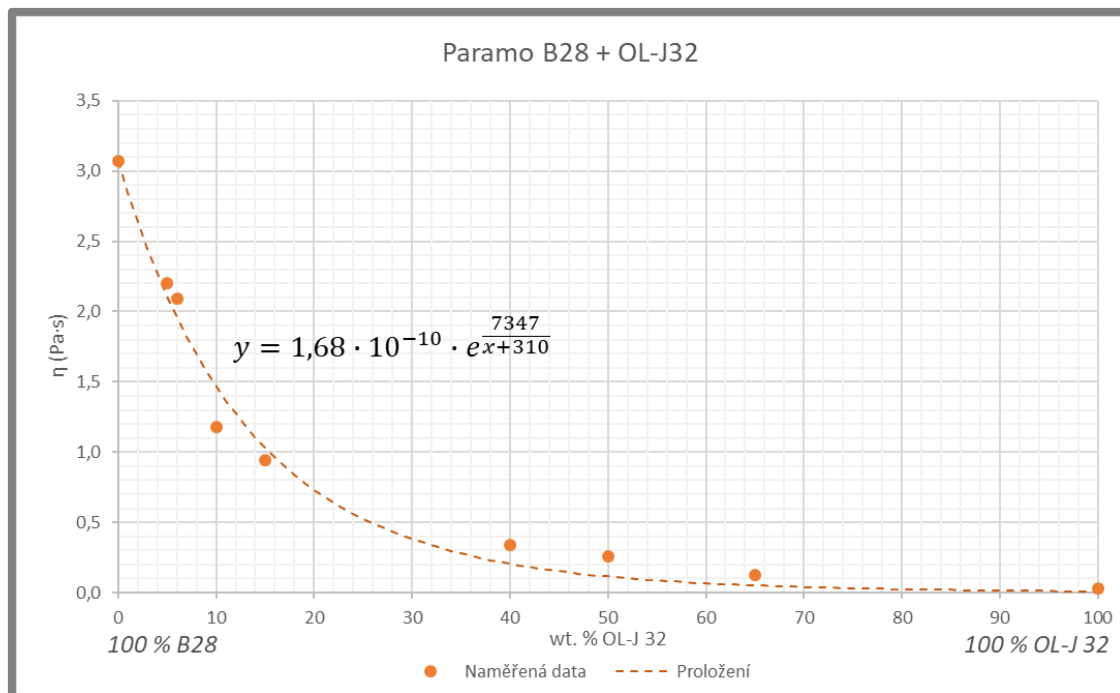
Nosná kapalina má výrazný vliv na viskozitu MR kapaliny, tedy i na sedimentační vlastnosti. Běžně se jako základové kapaliny používají oleje (nejčastěji silikonové). Další možností je užití polyalkylene glykolů ve směsi s vodou, které mohou mít až gelovou konzistenci [22]. Ty nejsou ovšem vhodné pro zamýšlené použití v tlumičích. Následně se přidávají různá aditiva např. protipěnovací, surfaktanty, nebo pro zpomalení sedimentace. Poslední uvedené lze nahradit použitím oleje s vyšší viskozitou. Z těchto důvodů a na doporučení Ing. Němce ze společnosti Paramo byly pro tvorbu základové kapaliny vybrány oleje uvedené v tab. 4-3. Tyto oleje jsou navzájem plně mísitelné, neobsahují žádná aditiva. Jejich míšením lze docílit libovolné viskozity, a tak modifikovat viskozitu nosné kapaliny [22]. Viskozita byla změřena přístrojem Rotovisco (měřicí element Z20Ti).

Tab. 4-3 Dostupné oleje pro nosnou kapalinu

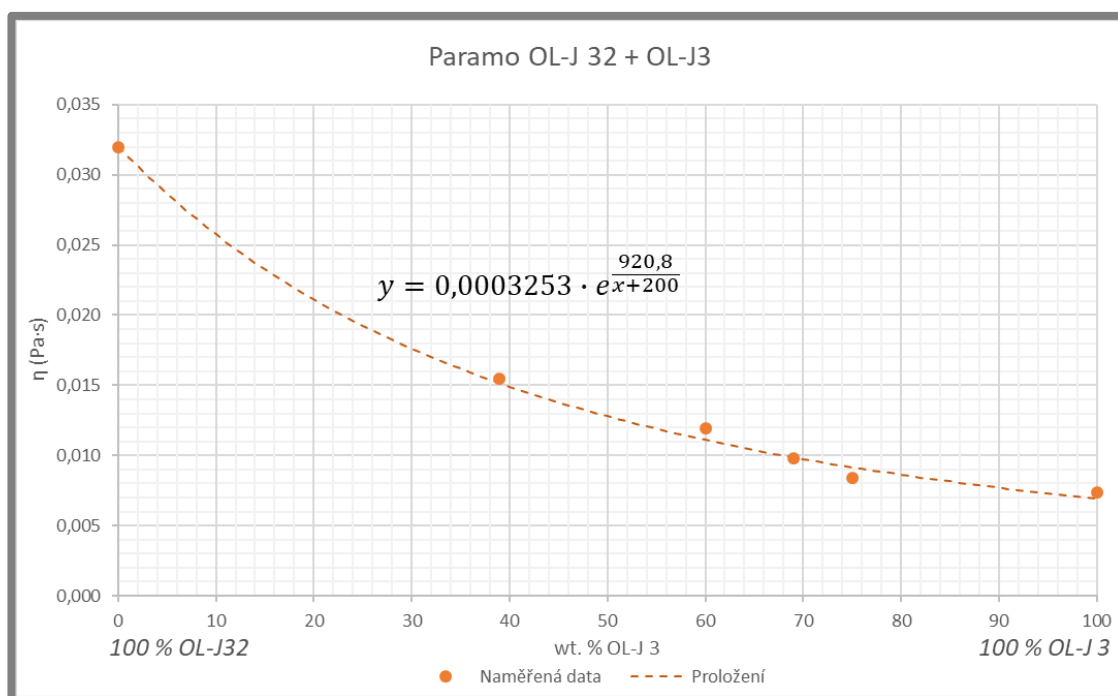
Označení	Typ oleje	Viskozita (20 °C)	Producent
B28	Válcový	3,071 Pa·s	Paramo
OL-J 32	Ložiskový	0,032 Pa·s	Paramo
OL-J 3	Ložiskový	0,001 Pa·s	Paramo

Na obr. 4-1 je zobrazena závislost dynamické viskozity při 20 °C na hmotnostním poměru oleje OL-J 32 v B28 a obr. 4-2 ukazuje závislost dynamické viskozity při 20 °C na hmotnostním poměru oleje OL-J 3 v OL-J 32. V obou grafech jsou naměřené hodnoty proloženy modifikovaným Andrade-Eyringovým modelem.

Ukázalo se, že viskozita B28 je pro sedimentační i pro magnetoreologické testy velmi vysoká. První sedimentační test (44 mikronové částice v koncentraci 30 obj. %) byl proveden při zredukované viskozitě 1 Pa·s s výsledkem 0,86 mm mm/h. Při této rychlosti trvá sedimentace příliš dlouho. Bylo proto přistoupeno k dalším testům se snižováním viskozity s cílem dosáhnout sedimentační rychlosti přibližně 5 mm/h. Toho se povedlo dosáhnout se 44 μm při viskozitě 0,125 Pa·s. Avšak po zkoušce při této viskozitě s částicemi o velikosti 2 μm byla rychlost sedimentace 0,16 mm/h. Bylo tak přikročeno k dalšímu snižování viskozity, aby se rychlost blížila 5 mm/h s těmito menšími částicemi, které jsou v užším výběru pro měření bidisperzních MR kapalin.



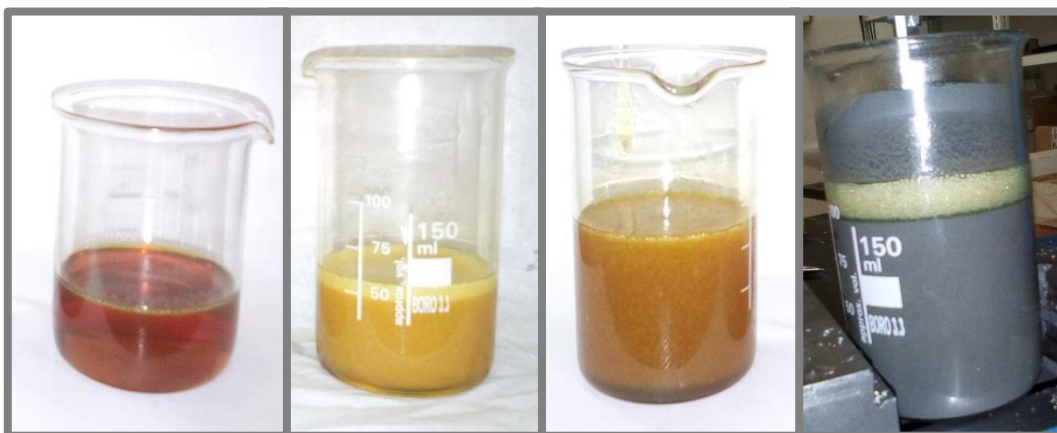
Obr. 4-1 Závislost viskozity na poměru mezi oleji B28 a OL-J 32



Obr. 4-2 Závislost viskozity na poměru mezi oleji OL-J 32 a OL-J 3

Pro testy MR kapalin je důležitá homogenita směsi. Je důležité strojové míchání (míchačka, vrtačka) v délce přinejmenším 30 minut. Po prvním zkušebním rozmíchání se vyskytly potíže se vzniklými vzduchovými bublinami v kapalině (obr. 4-3), které mimo jiné způsobily dočasné navýšení objemu. To při sedimentačních testech způsobovalo postupný pokles hladiny, který znehodnocoval výsledky. Při testech v reometru by bublinky mohly zkreslovat měření. Problém se vyskytuje u olejů s vyšší viskozitou. Je tedy nutné přidávat ještě protipěnovací případy:

- akrylátové – odstranění bublin v objemu (obr. 4-3c),
- silikonové – odstranění bublin na hladině (obr. 4-3b).



Obr. 4-3 (a) Čistý olej Paramo B28, (b) zpěněný olej – bubliny na hladině, (c) zpěněný olej – bubliny v objemu (d) zpěněná MR kapalina

Řešení problémů s pěněním nosné kapaliny je kvůli svému rozsahu popsáno v příloze IX. Výsledkem je nutnost použít odpěňovače za podmínek uvedených v tabulce 4-4.

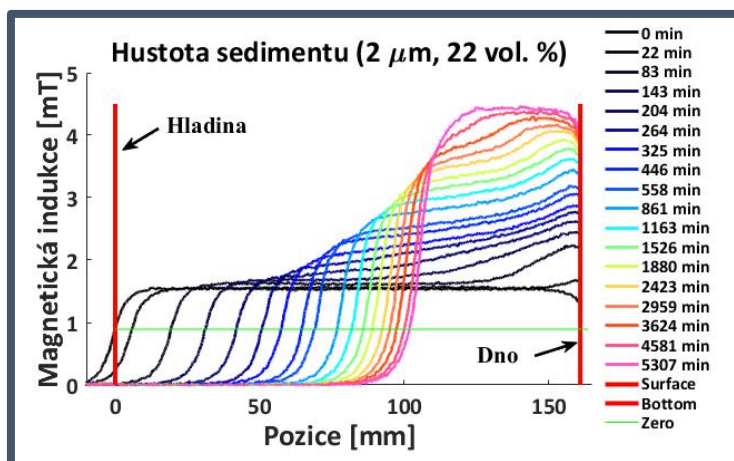
Tab. 4-4 Podmínky, za kterých je nutné použít konkrétní odpěňovače

Viskozita při 20 °C	Množství odpěňovače	
	Objemový	Povrchový
nižší než 0,125 Pa·s	není nutné	není nutné
0,125 – 0,25 Pa·s	není nutné	0,012 hm. %
0,25 – 0,6 Pa·s	0,050 hm. %	0,012 hm. %
vyšší než 0,6 Pa·s	pění vždy	

4.3 Sedimentační testy

Sedimentační testy jsou prvním ze dvou hlavních úkolů práce. Pro testy jsou vytvořeny suspenze poměrem 22, 32 a 40 obj. % (přibližně odpovídá 71, 80 a 85 hm. %). Tyto vzorky jsou zkoumány jako monodisperze a následně, po přidání nanočástic, jako bidisperze.

Výsledkem testů je rychlost sedimentace, která je určena ze sedimentační křivky (obr. 4-4). Ta vykazuje závislost magnetické indukce na svislé poloze ve vzorku. Opakováním cca 5 měření přibližně v 1 až 60 minutových intervalech (podle vizuálně predikované rychlosti sedimentace) je možno získat závislost polohy rozhraní na čase, tedy rychlost inicializační sedimentace. Ta se projevuje nejpozději v prvních hodinách. Z tohoto grafu kromě pohybu rozhraní můžeme pozorovat koncentraci (lokální hustotu) na každém místě ve vzorku a její změnu v čase.

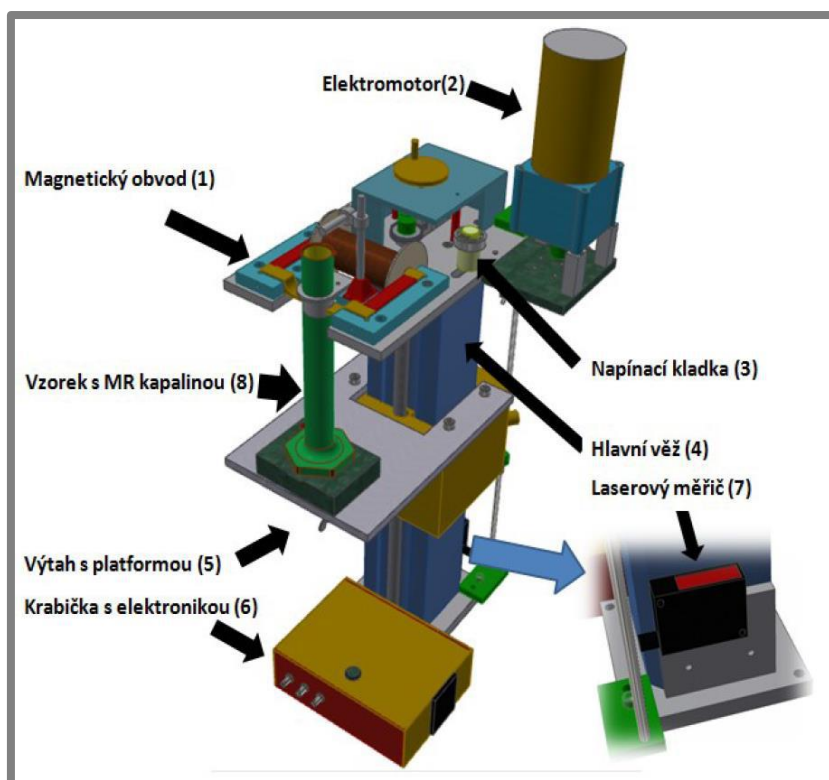


Obr. 4-4 Závislost magnetické indukce na pozici ve vzorku v různých časech značí lokální hustotu

4.3.1 Měřicí stand

Stand určený k měření sedimentace (obr. 4-5) magnetoreologických kapalin, který je dostupný v laboratoři ÚK, pracuje na principu měření magnetické indukce v magnetickém obvodu.

4.3.1



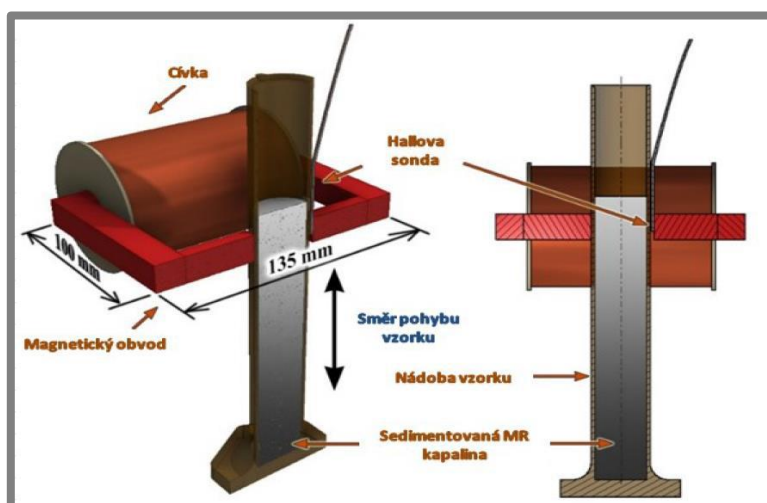
Obr. 4-5 Popis standu k měření sedimentace [21]

Měření probíhá během vertikálního průchodu nádoby s měřenou kapalinou skrz štěrbinu v magnetickém obvodu (obr. 4-6), která je zakončena pólovými nástavci optimalizovanými pro odměrný válec (obr. 4-7, materiál: behanit). Teslametrem s Hallovou sondou je měřena změna magnetické indukce. Pokud je mezera vyplněna vzduchem (ještě nebylo dosaženo hladiny) nebo čistým základovým olejem nad vrstvou sedimentu, je magnetický odpor (reluktance) vysoký. V případě přítomnosti

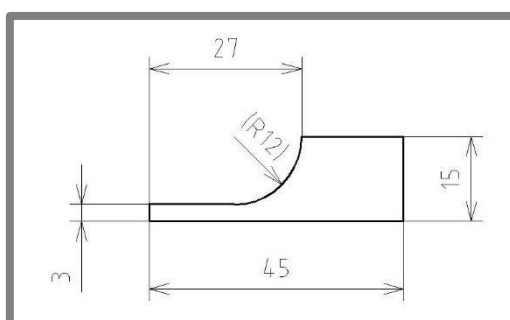
MR kapaliny v obvodu dojde k nárůstu magnetické indukce, která je lineárně závislá na koncentraci částic v měřeném místě. Právě zkoumaná poloha je určena přesným laserovým senzorem [21, 23]. Všechny prvky měřicího řetězce jsou uvedeny v tab. 4-5. Měřicí stand byl modifikován pro použití odměrného válce o objemu 100 ml. Tento konkrétní válec je použit pro všechna měření. Veškeré sedimentační testy probíhají za pokojové teploty (stand neumožňuje ohřev vzorku) a za tíhového zrychlení.

Tab. 4-5 Zařízení v měřicím řetězci [21]

Laserový měřič vzdálenosti	<i>Baumer OADM 20U2472/S14C</i>
Halova sonda	<i>Farnell/element14 SIP-3, 1301</i>
Stabilizovaný laboratorní zdroj	<i>GW-INSTEK PST 3202</i>
Rezistor (bočník)	
Analyzátor dat	<i>Dewetron DEWE -50 USB2</i>



Obr. 4-6 Schéma měření [23]



Obr. 4-7 Pólový nástavec

Měřicí stand byl pro potřeby DP doplněn o externí řídicí obvod, který zajišťuje opakování testu v čase i bez přítomnosti obsluhy. Řídicí program (Příloha XII) napsaný v Arduino IDE zajišťuje opakování měření ve zvoleném časovém intervalu. Řídicí jednotka Arduino UNO R3 přemostí tlačítko *start* na 5 sekund pomocí relé. Toto řešení umožňuje současně manuální start testu a řízení programem. Potenciometrem je možno schodovitě měnit čas mezi testy (1, 10, 30 nebo 60 minut).

Spínačem se zapíná a vypíná cyklování. Zapnutí je indikováno rozsvícením diody na pinu 13 na platformě.

4.3.2 Ověření analýzy sedimentace monodisperzí

4.3.2

Pro ověření sedimentačních vlastností vyplývajících z rešerše (především grafu na obr. 3-2) jsou nejprve proměřeny monodisperzní směsi. Ve třech koncentracích se jedná celkem o 21 měření. K tvorbě jsou použity všechny velikosti částic z tabulky 4-1 a za výše uvedených koncentrací. K porovnání s grafem 3-2 je nutné převést výsledky na sedimentační spád (%/den), který uvádí většina autorů, ale je méně přesný a průkazný.

4.3.3 Měření sedimentace bidisperzí

4.3.3

Největším přínosem měření sedimentace je vliv bidisperze. K tomuto měření jsou připraveny vzorky MR kapalin s primárními částicemi vybranými na základě rešerše a označenými v tab. 4-1. Za sekundární částice jsou použity vyznačené částice v tab. 4-2 a to podle schématu v tab. 4-6.

Tab. 4-6 Návrh obsahu částic zkoumaných vzorků v hm. %

Primární částice	Sekundární částice 1	Sekundární částice 2
95 %	5 %	
95 %		5 %
90 %	10 %	
90 %		10 %

Celkově se jedná v jedné koncentraci o 12 testů bidisperzí.

4.4 Reologické testy

4.4

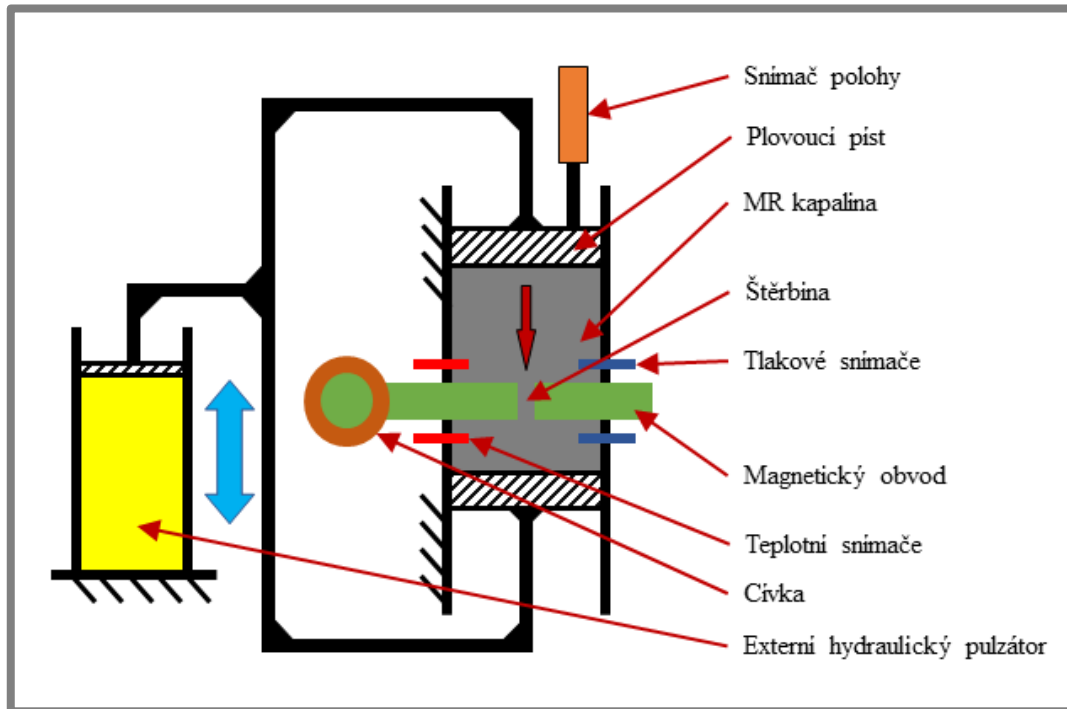
Vzorky ze sedimentačních testů budou znovu rozmíchány a podrobeny magnetoreologickým testům.

4.4.1 Slit-flow reometr

4.4.1

V praxi jsou nejčastěji používané rotační reometry. Ty mají však nedostatky hlavně v nízkém smykovém spádu (obvykle jen 0–1000 s⁻¹) a používání Newtonova reologického modelu k vyhodnocení, kdy je tokový profil lineární. Tyto nedostatky odstraňuje slit-flow reometr, který je umístěn v laboratořích ÚK. Umožňuje měřit v rozmezí 0 – 150 000 s⁻¹, při magnetických polích do 500 kA·m⁻¹ a také za různých teplot MR kapalin. Těmito parametry dovoluje zkoumání MR kapalin v reálných podmínkách, kterým jsou vystaveny v lineárních MR zařízeních [24–26].

Slit-flow reometr (obr. 4-8) namísto měření smykového napětí při rotaci zjišťuje odpor kapaliny při průchodu štěrbinou (obr. 4-9), ve které jsou umístěny tlakové senzory. Magnetické pole je tvořeno cívkou. MR kapalina je ve válci umístěna mezi dva pohyblivé písty. Ty jsou nuceny k pohybu hydraulickým pulsátorem INOVA. Záznam dat zajišťuje DAQ stanice DEWE-800 od firmy Dewetron.



Obr. 4-8 Schéma slit-flow reometru



Obr. 4-9 Měřicí štěrbinu reometru [25]

4.4.2 Měření tokových křivek

Tokové křivky jsou měřeny při magnetických polích uvedených v tab. 4-7 na slit-flow reometru. Tato pole jsou naměřena ve štěrbině na vzduchu a platí pro uvedené elektrické proudy. Rozsah měřených smykových spádů bude $3\,000$ až $25\,000\text{ s}^{-1}$ (to odpovídá přibližně rozsahu $0,05$ až $0,6\text{ Hz}$ při amplitudě výchylky reometru 30 mm). Zvolený rozsah smykových spádů se velmi blíží rychlostem v reálných průmyslových aplikacích a výsledky smykových napětí lze použít pro CFD simulace. Z naměřených dat polohy se derivací určí okamžitá rychlost (obr. 4-10). Následně je určen moment průchodu nulovou polohou, neboť v tomto bodě je rychlost největší. Z této maximální rychlosti je určen smykový spád pomocí rovnice 4-1.

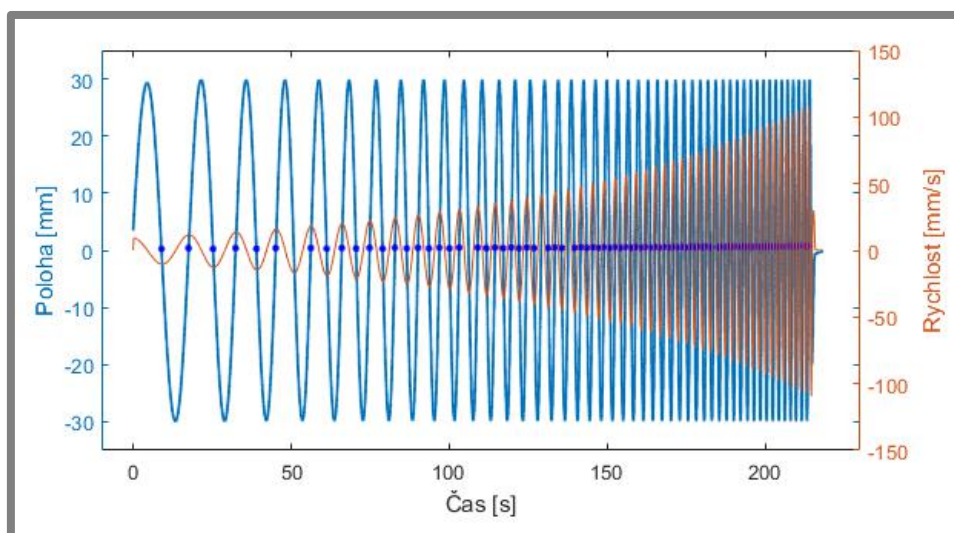
$$\dot{\gamma} = \frac{6 \cdot Q}{h^2 \cdot w} \quad (4-1)$$

kde:

$\dot{\gamma}$	$[\text{s}^{-1}]$	je smykový spád
Q	$[\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$	- objemový průtok
h	$[\text{mm}]$	- výška štěrbin
w	$[\text{mm}]$	- šířka štěrbin

Tab. 4-7 Zvolená magnetická pole pro měření

Elektrický proud (mA)	Intenzita magnetického pole ($\text{kA} \cdot \text{m}^{-1}$)
0	0
176	35
276	70
360	105
460	140



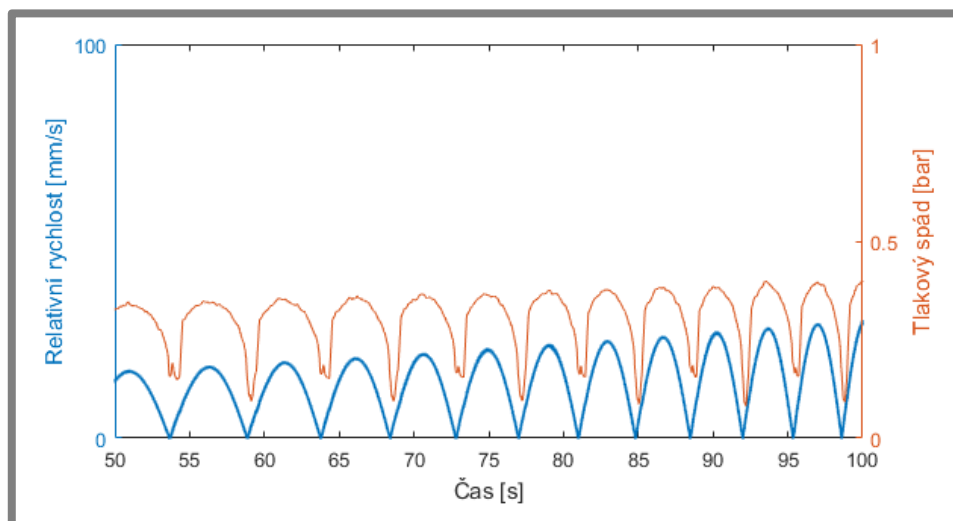
Obr. 4-10 Graf závislosti polohy (modře) a rychlosti (oranžově) na čase během prováděného testu. Tmavě modře jsou vyznačeny body, ve kterých je určován smykový spád

V maximum smykového spádu (tj. při nejvyšší rychlosti) během cyklu musí také nastat maximum tlakového spádu. Na obr. 4-11 je zobrazena část záznamu během zkoušky. Absolutní hodnota rychlosti je v korelaci s tlakovým spádem, z kterého je podle rovnice 4-2 určeno smykové napětí v kapalině.

$$\tau = \frac{\Delta p \cdot h}{L \cdot 2} \quad (4-2)$$

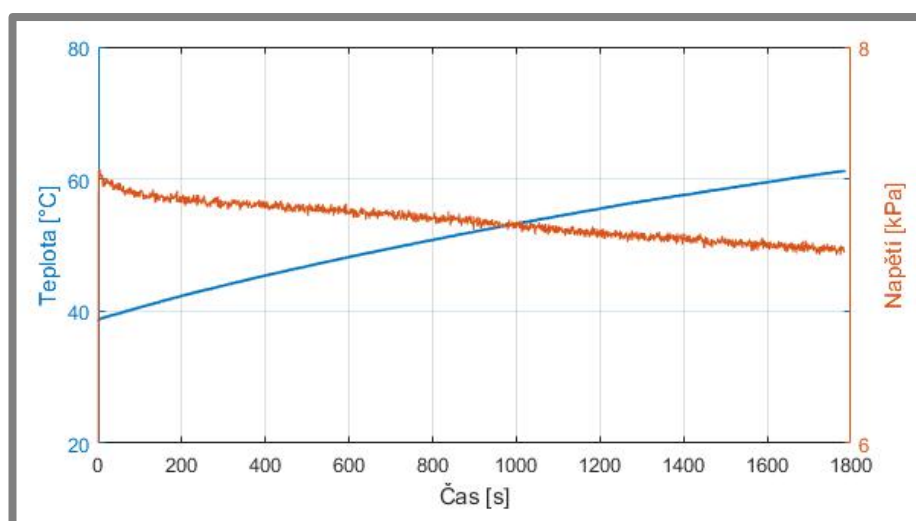
kde:

τ	[kPa]	je smykové napětí
Δp	[Pa]	- tlakový spád
h	[mm]	- výška štěrbinu
L	[mm]	- délka štěrbinu



Obr. 4-11 Detail grafu závislosti absolutní hodnoty rychlosti (modře) a tlakového spádu (oranžově) na čase během prováděného testu

Veškerá měření jsou provedena při teplotách kapaliny 40 a 60 °C. K takovému ohřevu kapaliny běžně dochází v tlumičích. K ohřevu vzorku během testu dochází mechanicky, tj. pulzací kapaliny skrz štěrbinu. Záznam změny teploty (obr. 4-12) ukazuje ohřev vzorku (8 μm + 5 % 50 nm v celkové koncentraci 22 obj. %) při 140 kA $\cdot\text{m}^{-1}$, pulzací rychlostí 1 Hz a amplitudě 30 mm. Lze pozorovat mírný pokles smykového napětí s rostoucí teplotou. Výsledkem měření jsou porovnatelné reogramy, ze kterých lze určit meze toku a viskozity.



Obr. 4-12 Graf průběhu teploty a smykového napětí v čase

Stejně jako u sedimentace jsou nejprve proměřeny všechny částice v monodisperzi kvůli porovnání s rešerší. Následuje měření bidisperzí podle tabulky 4-6. Jedná se tedy shodně o 21 měření monodisperzí a přibližně 12 měření bidisperzí (změna teploty je brána jako jedno měření).

4.5 Volba viskozity nosné kapaliny pro testy

4.5

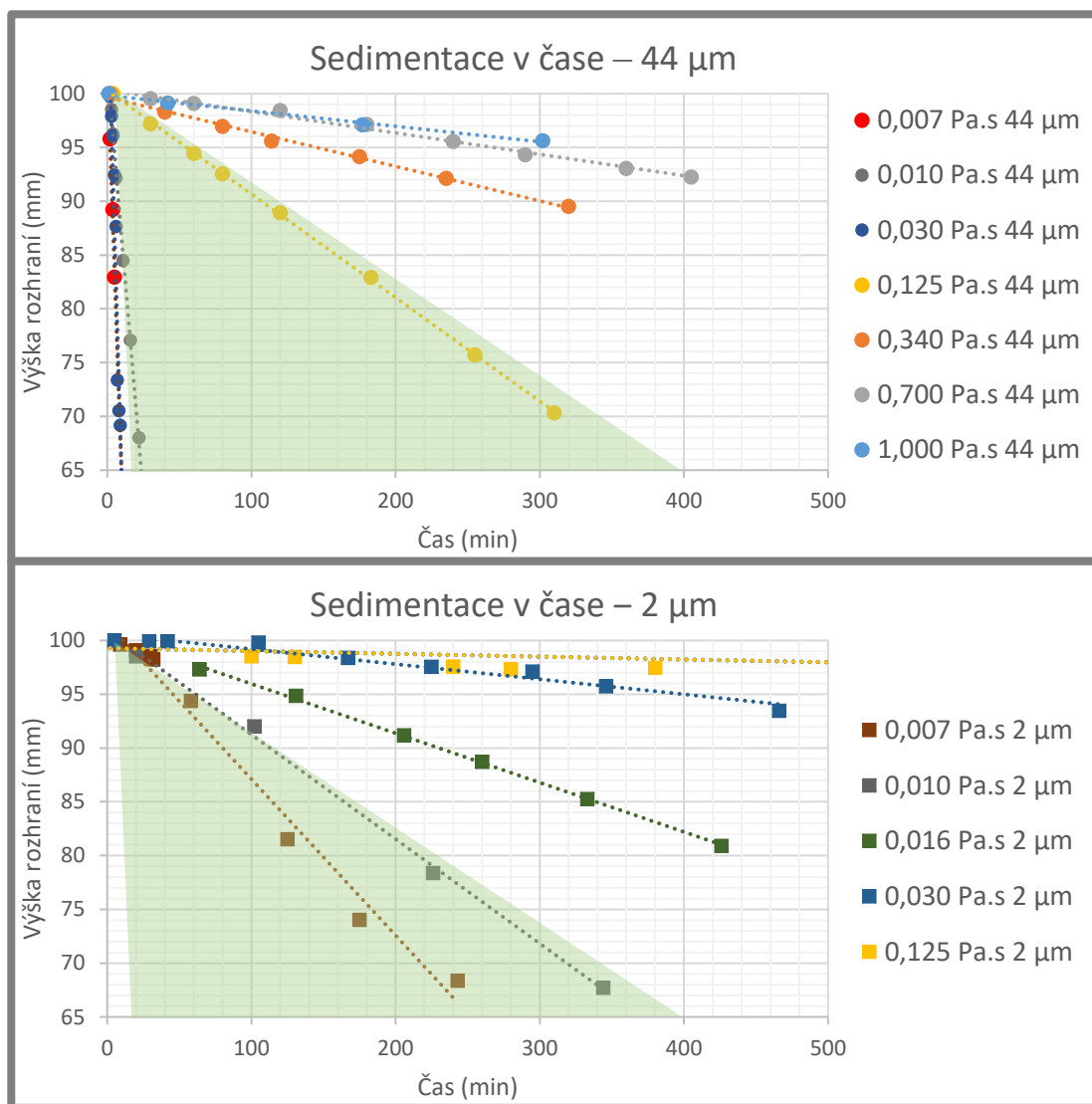
Volba viskozity nosné kapaliny pro sedimentační (následně také pro magnetoreologické testy) vychází ze znalosti závislosti rychlosti inicializační sedimentace na viskozitě nosné kapaliny s největšími a nejmenšími testovanými částicemi. Všechna měření byla prováděna pro objem Fe částic 30 obj. %. Pro tyto testy byly vybrány 44 mikronové částice, které by měly sedimentovat nejrychleji a 2 mikronové částice, které by měly sedimentovat nejpomaleji z dostupných mikročástic.

Tato měření probíhala pro různé viskozity modifikované mícháním olejů z tab. 4-3. Celkem bylo provedeno 7 sedimentačních testů s 44 mikronovými částicemi a 5 testů s 2 mikronovými částicemi. Ostatní podmínky byly vždy shodné. Po každém měření byla inicializační (lineární) fáze sedimentace proložena trendovou přímkou, a tak určena směrnice sedimentace. Z ní bylo možno určit průměrnou rychlost sedimentace v mm/h. Směrnice a průměrné rychlosti jsou v závislosti na viskozitě a použitých částicích vyčísleny v tab. 4-8.

Tab. 4-8 Změřené hodnoty rychlostí sedimentace pro jednotlivé vzorky

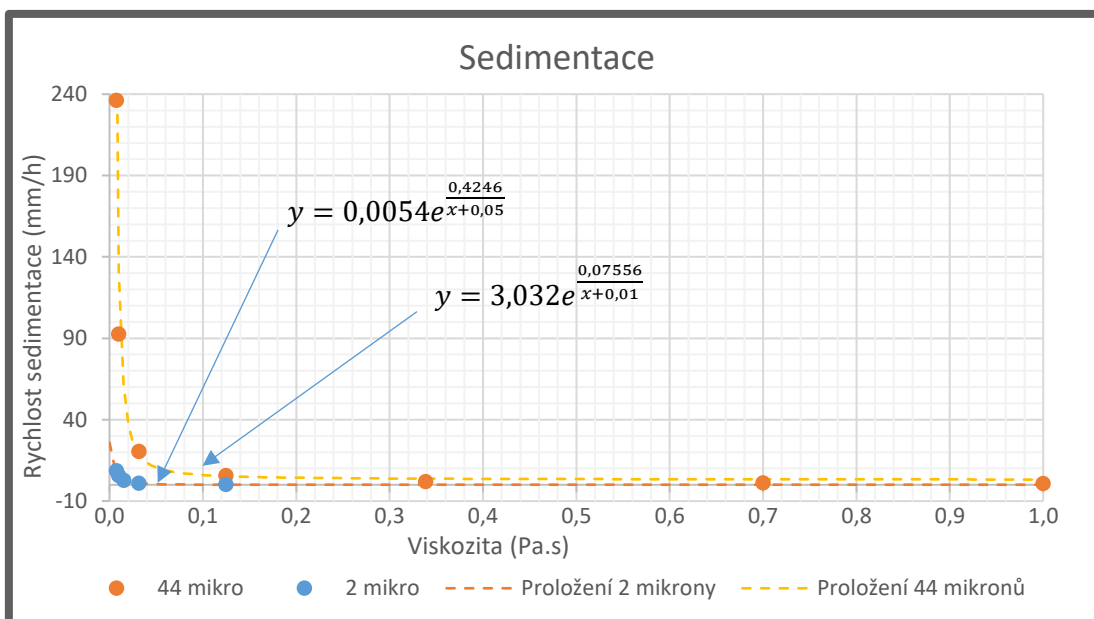
Velikost částic (μm)	Viskozita nosné kapaliny při 20 °C (Pa·s)	Směrnice proložení sedimentace	Rychlost sedimentace (mm/h)
44	1,000	-0,0144	0,86
44	0,700	-0,0199	1,19
44	0,339	-0,0322	1,93
44	0,125	-0,0963	5,78
44	0,032	-0,3400	20,40
44	0,010	-1,5456	92,74
44	0,007	-3,9389	236,33
2	0,125	-0,0026	0,16
2	0,032	-0,0162	0,97
2	0,016	-0,0459	2,75
2	0,010	-0,0971	5,83
2	0,007	-0,1452	8,71

Na obr. 4-13 jsou porovnány inicializační sedimentace v čase pro 2 μm a 44 μm . Do grafů jsou vloženy naměřené body a proloženy přímkami. V grafech je také zvýrazněna výseč, ve které by se měly nejlépe nacházet sedimentační křivky. V této oblasti je rychlost sedimentace z hlediska měření a průběhu experimentu ideální. Napravo od výseče jsou hodnoty tak malé, že sedimentační testy nelze provést v průběhu 1 až 3 dnů, v krajních hodnotách je sedimentace extrémně pomalá. Nalevo od výseče je rychlost sedimentace příliš vysoká (přibližně nad 50 mm/hod) a metoda ztrácí přesnost kvůli začátku sedimentace ihned po vypnutí míchání.



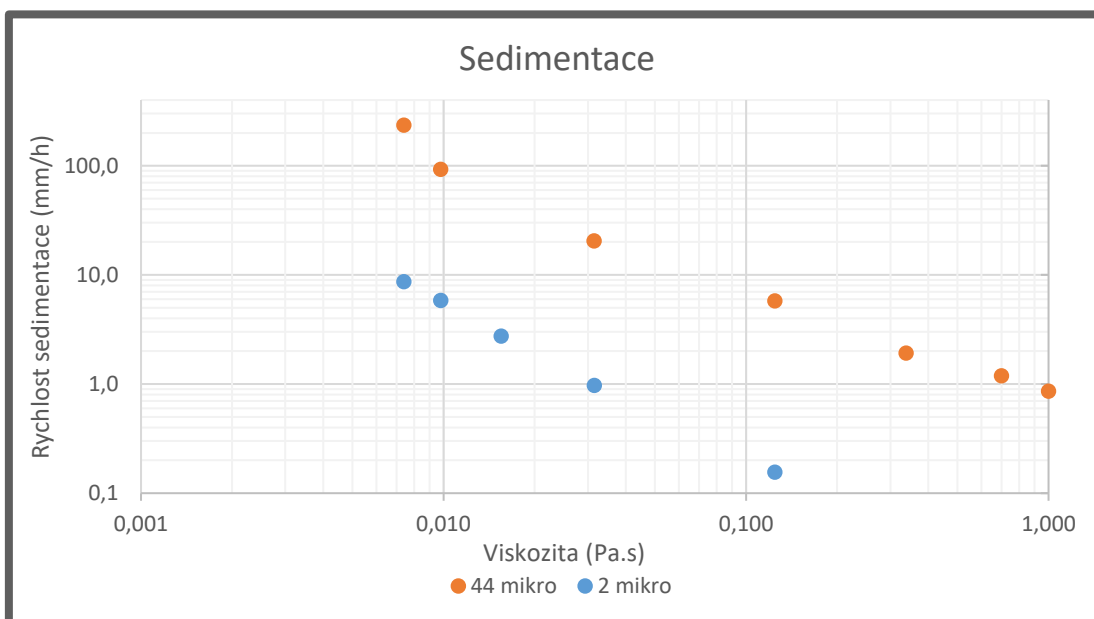
Obr. 4-13 Porovnání polohy rozhraní v čase při inicializační sedimentaci pro vzorky o různých viskozitách a různých velikostech částic pro 44 µm částice (nahore) a 2 µm částice (dole). Výšeče představují optimální polohu sedimentační křivky pro sedimentační test

Rychlost sedimentace v závislosti na viskozitě je uvedena na obrázku 4-14. Sedimentace obou velikostí částic je velice pomalá za viskozit vyšších než 0,1 Pa·s. Dále se snižující se viskozitou rychlost sedimentace rychle vzrůstá v závislosti na použitých částicích. Strmost nárůstu rychlosti sedimentace větších částic (44 mikronové částice) je výrazně větší než u menších částic (2 mikronové částice). Z toho vyplývá, že i model použitý k proložení trendovou křivkou je mírně odlišný. Byl použit Andrade-Eyringův model, který byl modifikován pro každou závislost. Rovnice chování sedimentace jsou zobrazeny v obr. 4-14.



Obr. 4-14 Závislost rychlosti sedimentace na viskozitě pro různé velikosti částic

Pokud graf rychlost sedimentace–viskozita zobrazíme s oběma osami v logaritmických souřadnicích (obr. 4-15), můžeme pozorovat, že hodnoty vzorků s oběma velikostmi částic se nacházejí přibližně v přímce.



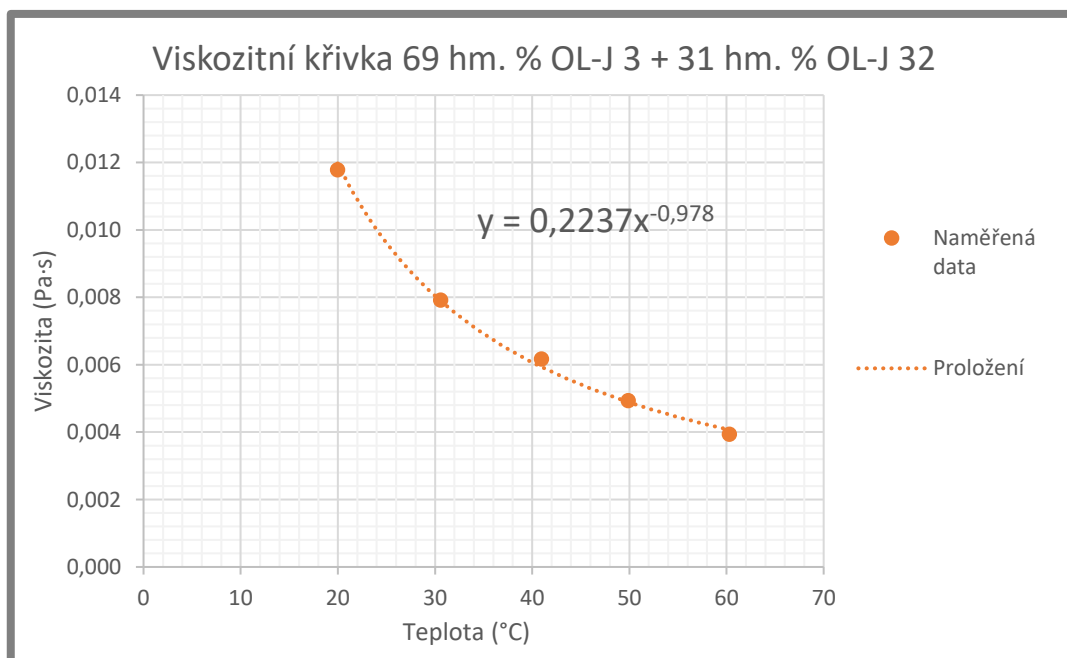
Obr. 4-15 Závislost rychlosti sedimentace na viskozitě pro různé velikosti částic v logaritmických souřadnicích

Z tohoto grafu lze vyvozovat, že další zvyšování rychlosti sedimentace záměnou oleje už dále není možné. Pokud bychom chtěli zvolit viskozitu nosné kapaliny tak, aby vzorky s 2 mikronovými částicemi sedimentovaly vyššími rychlostmi (například 50 mm/h), museli bychom dále snižovat viskozitu oleje (pro tento případ na cca 0,003 Pa.s). Tuto viskozitu použitím standardně dostupných průmyslových olejů lze

dosáhnou už pouze ohřevem. V tom případě by bylo ale nutné modifikovat stand k měření sedimentace a narážíme tak už na limity měřicího zařízení.

Z toho lze také usuzovat závislost rychlosti sedimentace na teplotě. Známe-li viskozitní křivku (závislost viskozity na teplotě) nosné kapaliny – oleje, ze známé teploty můžeme lehce odvodit viskozitu, ze které podle obr. 4-15 odečteme rychlost sedimentace pro MR kapalinu s určitou velikostí částic.

Vzhledem k technickým možnostem a časové náročnosti byla pro další testy vybrána nosná kapalina o viskozitě 0,010 Pa·s při 20 °C. Při této viskozitě by se rychlosti sedimentace při přetížení 1g měly pohybovat mezi 5,8 – 93 mm/h, tzn. mezi délkou sedimentačního testu 1 až 12 hodin. Nosná kapalina bude připravena podle obr. 4-2 smícháním 69 hm. % OL-J 3 a 31 hm. % OL-J 32. Vzhledem k měření i za zvýšených teplot byla změřena celá viskozitní křivka této směsi olejů (obr. 4-16) v rozsahu od 20 °C po 60 °C. S odkazem na tab. 4-4 není nutné použít protipěňivá aditiva.



Obr. 4-16 Viskozitní křivka směsi olejů (závislost viskozity na teplotě)

4.6 Způsob vyhodnocení výsledků

Závěrem práce je nutné vyhodnotit výsledky měření. Především se jedná o porovnání s rešerší, zjištění závislosti charakteristik MR kapaliny na velikosti částic (monodisperze), vyhodnocení nejlepší velikosti částic (primární i sekundární frakce), optimálního poměrného množství částic v kapalině, nejvhodnějšího poměru mezi frakcemi pro přípravu MR kapalin při praktickém využití, popř. také porovnání s jinými tvary částic uváděných v rešerši.

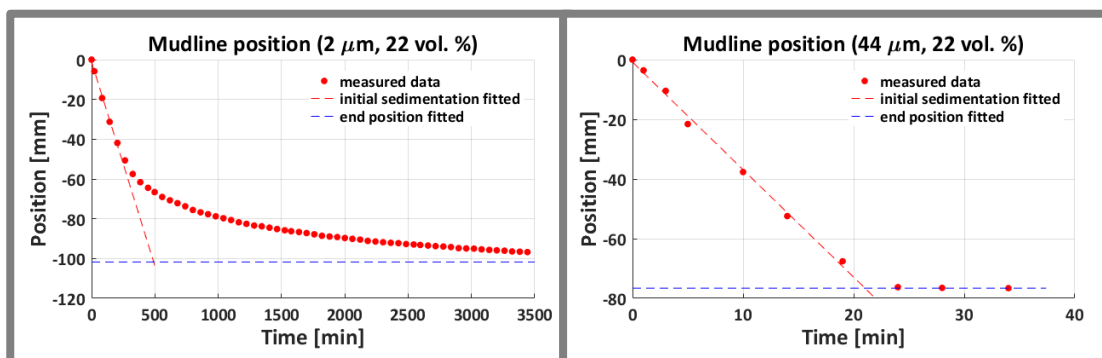
Měření probíhá s využitím softwaru Dewesoft s možností exportu dat do formátu Matlab. K vyhodnocení sedimentace pak MATLAB (příloha XI), popřípadě dílčí úkoly v Microsoft Excel. Vyhodnocení MR efektu probíhá v MATLAB (Příloha XIII).

5 VÝSLEDKY

V této části jsou uvedeny výsledky měření rychlosti sedimentace a magnetoreologické testy.

5.2 Sedimentační testy

Dva typické průběhy sedimentace jsou zobrazeny na grafu na obr. 5-1. Je určena poloha rozhraní mezi sedimentem a supernatantem v daném čase. U poměrně velkých částic (44 μm) (obr. 5-1b) je pozorovatelný strmý, téměř lineární pokles rozhraní. Poté dochází velice rychle k ukončení sedimentace. U menších částic (2 μm) (obr. 5-1a) dochází ke prudké inicializaci usazování, ale je následováno postupným zpomalováním až do úplného usazení. Z těchto grafů je vždy vyhodnocována inicializační sedimentace. Ta je udávána proložením dat přímkou. Její směrnice ukazuje rychlost inicializační sedimentace, která je porovnatelná. Druhá (vodorovná) přímková v tomto grafu ukazuje rozhraní po konci usazování, kdy se částice úplně usadily.



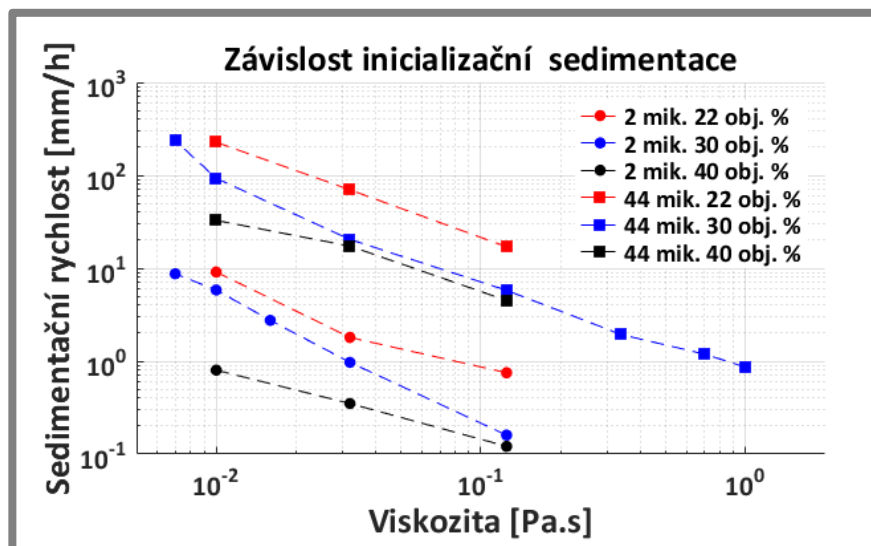
Obr. 5-1 Pozice rozhraní během sedimentace vzorku s obsahem 22 obj. % Fe částic v nosné kapalině o viskozitě 0,010 Pa·s (a) s průměrnou velikostí částic 2 μm , (b) s průměrnou velikostí částic 44 μm

Můžeme vidět, že pozice konce usazování je pokaždé odlišná, i když oba vzorky byly připraveny ze stejné hmotnosti částic (přesnost váhy 0.1 g). Jedná se také o vzorky se stejnou viskozitou nosné kapaliny, takže odlišná sedimentace nemůže být přisuzována této vlastnosti. Teoretické zaplnění prostoru BCC nebo FCC strukturou je 68 %, respektive 74 %. Oba vzorky byly měřeny při stejné počáteční výšce hladiny (rozdíl ve výšce vzorku je 1,2 mm) a konečný sediment by měl zaujímat místo 22 % hodnotu 29,7 % objemu válce (v případě uvažování FCC). Proto je matematicky určený pokles hladiny pro oba vzorky přibližně shodně 113 mm. Z toho vyplývá, že 2 μm částice zastaví svoji sedimentaci o 12 mm dříve (usazenina tvoří 37 %) a 44 mikronové dokonce o 37 mm (usazenina tvoří 53 %) před teoretickou hodnotou. Tento fenomén je přisuzován faktu, že vlivem povrchového napětí oleje na povrchu částic dochází k vytvoření obalu částice, který zamezuje kontaktu s okolními. Podle výsledků měření jsou větší částice v sedimentu více vzdálené než menší částice.

5.2.1 Závislost na viskozitě nosné kapaliny

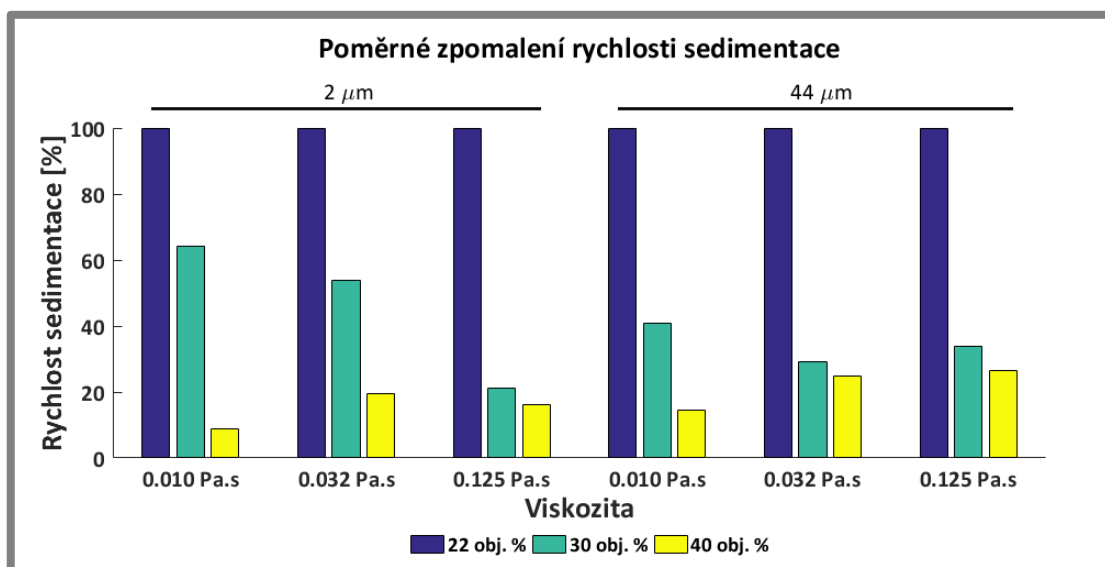
Sedimentační spád v závislosti na viskozitě nosné kapaliny je zobrazen na obr. 5-2. Obě osy grafu jsou kvůli velkému rozptylu dat zobrazeny v logaritmických souřadnicích. Za všech okolností rychlost sedimentace klesá s narůstající viskozitou, narůstajícím objemovým podílem prášku a snižující se velikostí částic. Můžeme tvrdit, že v závislosti na modifikaci viskozity o jeden řád se změní inicializační rychlost

usazování přibližně o jeden a půl řádu. Konkrétně pro příklad, 44 mikronové částice při viskozitě 1 Pa·s sedimentují rychlostí 0,86 mm/h, při snížení na 0,125 Pa·s 5,8 mm·h⁻¹ a při viskozitě 0,010 Pa·s je hodnota inicializační sedimentace 93 mm·h⁻¹. Lze také pozorovat řádový rozdíl mezi sedimentací jednotlivých velikostí částic. Vzorkem obsahujícím 44 mikronové částice klesá mudline rychlostí 20,4 mm·h⁻¹, při použití 2 mikronových částic klesne rychlost na 0,97 mm·h⁻¹ (obě kapaliny shodně 30 obj. % částic při viskozitě 0,32 Pa·s).



Obr. 5-2 Závislost inicializační sedimentace na viskozitě nosné kapaliny pro různé velikosti částic a objemová množství částic

Z uvedeného histogramu (obr. 5-3) je možné pozorovat pokles rychlosti sedimentace zejména při změně koncentrace kapaliny. Hodnota množství částic 22 obj. % pro každé částice a každou viskozitu je brána jako etalon, vůči kterému je posuzována sedimentace při objemu 30 a 40 obj. % částic. U 2 μm částic a viskozity 0,010 Pa·s je pokles pro 30 obj. % méně výrazný (pouze 64 % původní hodnoty) než pro 22 obj. %. Tento pokles na hodnotu 9 % původní hodnoty je největším naměřeným rozdílem.



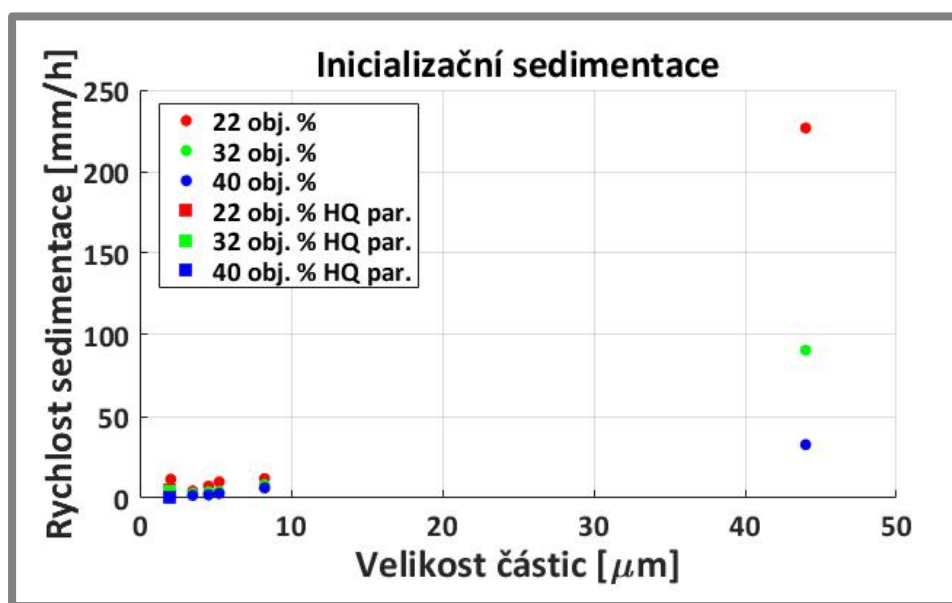
Obr. 5-3 Porovnání poklesu sedimentační rychlosti při navýšení podílu Fe částic

U ostatních měřených vzorků je pokles rychlosti sedimentace větší při změně koncentrace z 22 na 30 obj. % než následující navýšení podílu částic z 30 na 40 obj. %. U některých vzorků je rozdíl rychlosti mezi 30 a 40 obj. % pouze přibližně 5 %.

5.2.2 Závislost na velikosti částic – monodisperze

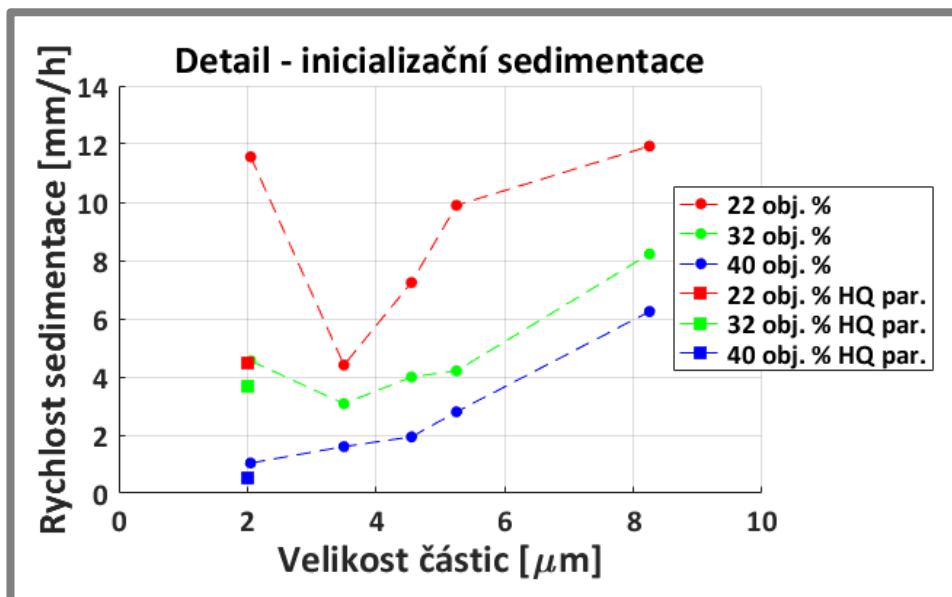
5.2.2

Pro porovnání s rešerší a se zkoumanými bidisperzními směsmi byly naměřeny rychlosti sedimentace monodisperzí. Při těchto testech byla nosná kapalina namíchána vždy se stejné směsi olejů OL-J 32 a OL-J 3 popsané výše. Modifikací bylo použití rozdílných železných prášků o různých středních velikostech částic a různých koncentrací. Obr. 5-4 zobrazuje všechny (21 vzorků) naměřené výsledky rychlosti sedimentace monodisperzí. Ty jsou zobrazeny podle průměrné velikosti částic, barevně rozděleny podle objemového procenta částic ve vzorku a tvarem symbolu podle typu částic. Z výsledků je patrné, že částice o střední velikosti částic 2–8 μm sedimentují výrazně pomaleji než řádově větší částice o velikosti 44 μm . Vždy dochází ke zpomalení sedimentace s navýšením koncentrace. Sedimentační rychlost 44 μm částic v koncentraci 22 obj. % se zdá být rychlejší, než by naznačoval trend sestavený ze zbylých částic. U koncentrace částic 33 obj. % se jeví být všechny vzorky v lineárním trendu. Oproti tomu 40 obj. % nevykazuje tak markantní rozdíl mezi menšími a většími testovanými částicemi.



Obr. 5-4 Rychlost inicializační sedimentace v závislosti na velikosti částic pro různé koncentrace

Na následujícím obr. 5-5 je zobrazen detail předchozího grafu v oblasti výsledků měření vzorků s 2–8 μm částicemi. I zde můžeme pozorovat, že s rostoucí velikostí částic převážně narůstá rychlost sedimentace. Jedinou výjimku představují 2 μm částice v koncentracích 22 a 32 obj. %. Je zajímavé, že tyto částice v koncentraci 40 obj. % zachovávají trend. Druhé 2 μm částice označované HQ se chovají trendově ve všech koncentracích. Výsledkem je, že při snížení střední průměrné velikosti částic z 8 μm na 2 μm dojde ke snížení rychlosti sedimentace z 6 $\text{mm}\cdot\text{h}^{-1}$ na 1 $\text{mm}\cdot\text{h}^{-1}$ (přibližně 40 obj. %). Tedy při snížení velikosti na 25 % dojde ke zpomalení na 17 % původní hodnoty. Dle výsledků se dá takový pokles předpokládat i pro ostatní koncentrace za předpokladu, že použijete konkrétní 2 μm HQ částice.

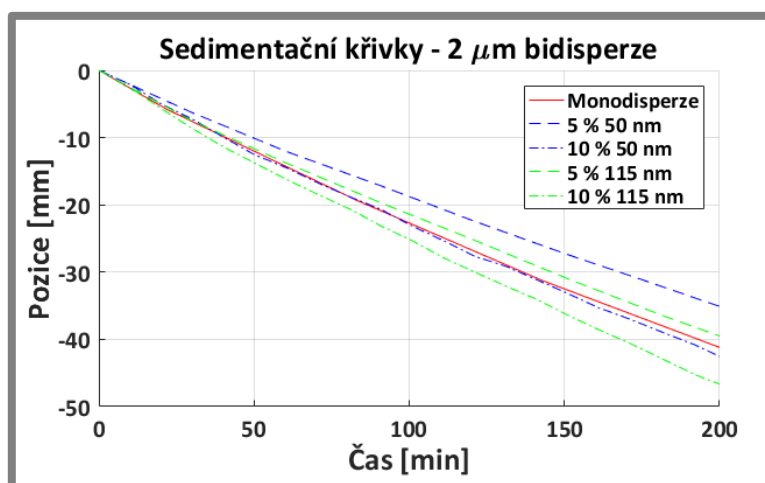


Obr. 5-5 Rychlost inicializační sedimentace v závislosti na velikosti 2–8 μm částic pro různé koncentrace

5.2.3 Závislost na velikosti částic – bidisperze

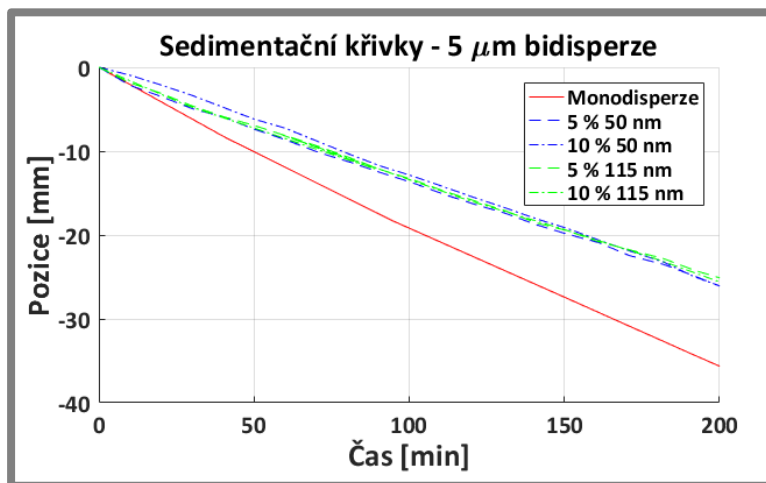
Bylo změřeno celkem 12 bidisperzních směsí. Tyto měřené vzorky se skládaly vždy ze stejné základové kapaliny a obsahovaly celkově stejné množství částic – a to 22 obj. %. Na následujících grafech jsou zobrazeny sedimentační křivky v prvních 200 minutách po rozmíchání. Plnou červenou čarou je vždy zobrazena příslušná monodisperze, čárkovaně pak 5% náhrada primární frakce sekundární a čerchovaně 10%. Barevně jsou odlišeny různé sekundární částice o středních průměrných velikostech 50 nm a 115 nm.

Obr. 5-6 zobrazuje křivky sedimentace vzorků s 2 μm primárními částicemi. Můžeme pozorovat, že s 5% náhradou v obou případech dojde ke zpomalení sedimentace. Zvláštní je, že při zvýšení náhrady nanočásticemi na 10 % dojde se zvýšení rychlosti sedimentace dokonce ještě nad rychlost monodisperze.



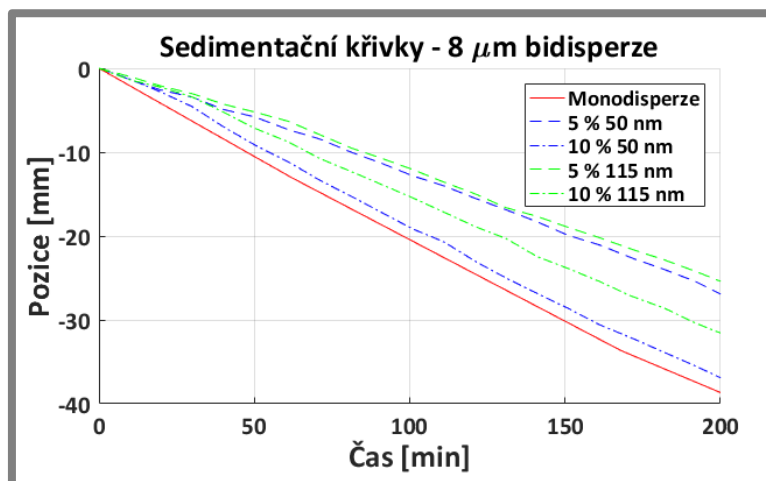
Obr. 5-6 Sedimentační křivky bidisperzí s 2 μm primárními částicemi

Sedimentační křivky (obr. 5-7) směsí s 5 μm částicemi v základu vždy značí zpomalení sedimentace bidisperze oproti monodisperzi. Měření bidisperzí jak 5%, tak 10% náhrad obou druhů nanočástic ukazují vždy velice podobnou rychlost sedimentace.



Obr. 5-7 Sedimentační křivky bidisperzí s 5 μm primárními částicemi

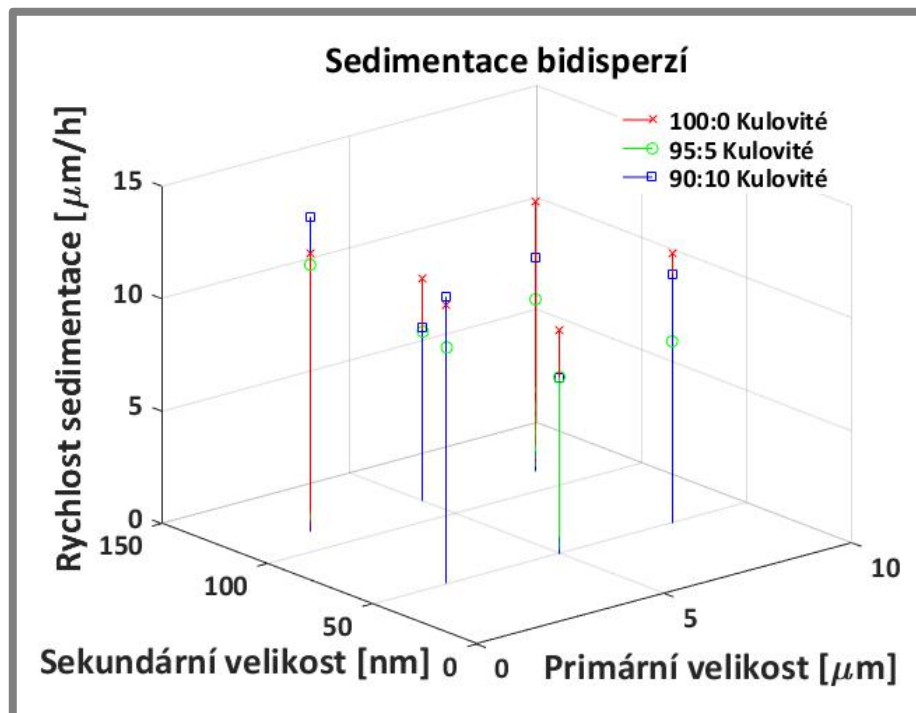
Obrázek 5-8 zobrazuje závislost posledního druhu bidisperzí – s 8 μm primárními částicemi. Zde můžeme vidět, že 5% náhrady zpomalí svoji sedimentaci. Sedimentace vzorku s 10% náhradou 155 nm částic se oproti 5% zrychlí. Vzorek s 10% náhradou 50 nm částic zrychlí sedimentaci ještě více, ale sedimentuje pomaleji než uvedená monodisperze.



Obr. 5-8 Sedimentační křivky bidisperzí s 8 μm primárními částicemi

Graf rychlosti inicializační sedimentace v závislosti na velikosti primárních částic a sekundárních částic pro monodisperzi a bidisperzi 95:5 a 90:10 je zobrazen na následujícím obrázku 5-9. K největšímu poklesu rychlosti sedimentace došlo při náhradě 5 % 115 nm částicemi ve vzorku s 8 μm primárními částicemi, a to z $12,0 \text{ mm}\cdot\text{h}^{-1}$ na $7,6 \text{ mm}\cdot\text{h}^{-1}$. Ani použití stejné konfigurace s 50 nm částicemi nedopadlo výrazně hůř. Zde došlo ke zpomalení na $8,1 \text{ mm}\cdot\text{h}^{-1}$. Naopak nejmenší pokles rychlosti sedimentace náhradou 5% nanočásticemi byl při použití 2 μm a 50 nm

Fe částic. Nečekaně nikdy nedošlo při navýšení podílu nanočástic na 10 % k výraznému zpomalení sedimentace. Většinou došlo ke zrychlení inicializační sedimentace oproti 5% náhradě. V obou testovaných vzorcích s 2 μm částicemi dokonce došlo k pomalejšímu usazování částic než při použití pouze mikrometrových částic.



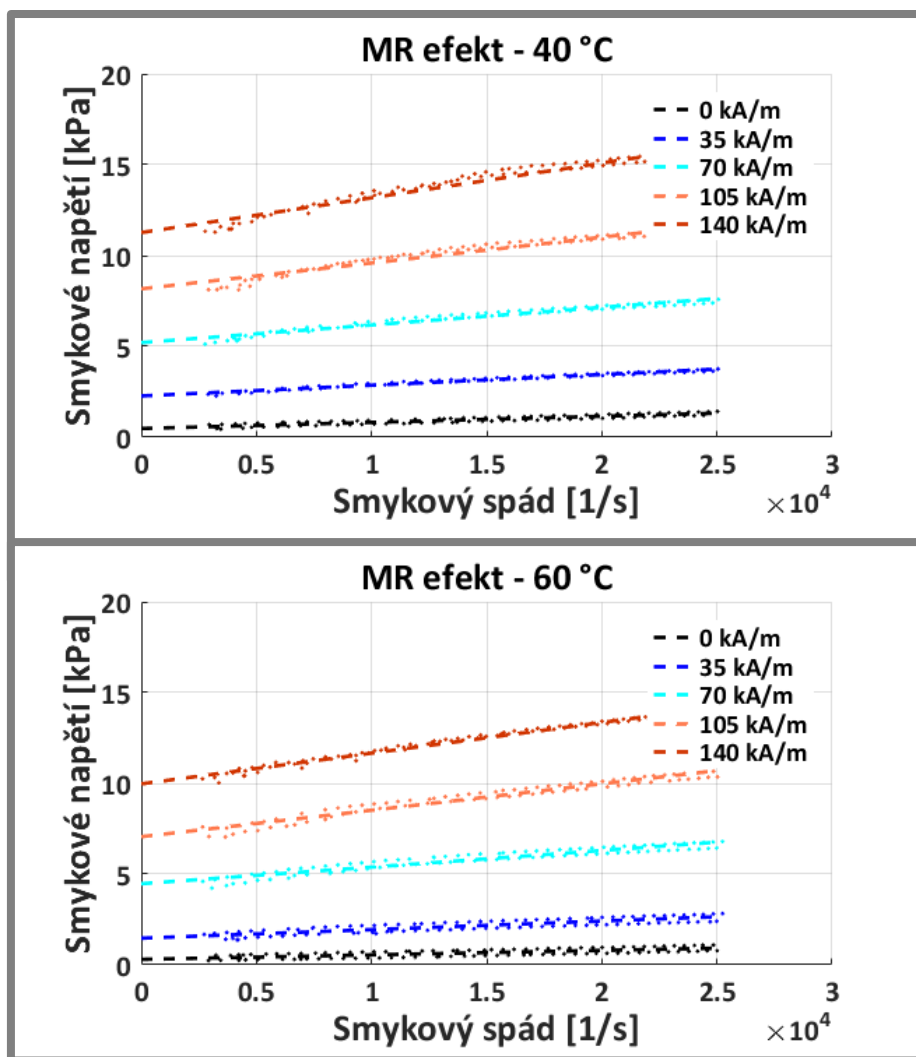
Obr. 5-9 Porovnání hodnoty inicializační sedimentace všech vzorků bidisperzí a příslušné monodisperze v závislosti na velikosti primárních a sekundárních

5.3 Magnetoreologické testy

Všechny vzorky MR kapalin byly po sedimentačním testu znovu rozmíchány a podrobeny testování na slit-flow reometru. Naměřená data byla zpracována postupem popsáním v kapitole 4.4. Výsledky jsou zobrazeny tokovými křivkami v reogramech. Pro každý měřený vzorek jsou sestaveny dva samostatné reogramy – pro 40 °C a 60 °C. Na obr. 5-10 je zobrazen reogram MR kapaliny obsahující 32 obj. % částic o střední velikosti 2 μm . Data jsou v celém naměřeném rozsahu proložena přímkou pomocí metody nejmenších čtverců. Mez toku pro každou hladinu intenzity magnetického pole je určena průnikem této přímky s osou y odpovídající smykovému spádu 0 s^{-1} . Rozdíl mezi takto určenou mezí toku při daném magnetickém poli a mezí toku při nulovém magnetickém poli značí magnetoreologický efekt. Na grafech můžeme pozorovat teplotní závislost MR efektu. Při zvýšení teploty ze 40 °C na 60 °C dojde ve stejné MR kapalině při magnetickém poli o intenzitě 140 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$ k poklesu meze toku z 11,5 kPa na 10 kPa. Při 70 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$ klesne mez toku z 5,1 kPa na 4,3 kPa.

Stojí za povšimnutí, že hodnota meze toku určená výše popsanou metodou při nulovém magnetickém poli není nulová, tzn. přímka nesměřuje do počátku souřadného systému. To mohlo být způsobeno zbytkovým zmagnetováním magnetického obvodu při nastavení další úrovně magnetického pole, přestože při každém přechodu z vyšší na

nižší byl magnetický obvod pečlivě odmagnetován. Tato hodnota „zdánlivé“ meze toku přibližně ukazuje velikost chyby vnášené do výsledků už během měření. V průměru se pohybuje do 0,5 kPa. Dalším fenoménem, který vstupuje do měření, je nestálost teploty. Kapalina během zkoušky mění svou teplotu v závislosti na smykovém spádu (rychlosti průchodu štěrbinou) a také síle magnetického pole (odporu proti průchodu štěrbinou). MR kapalina během testu (obzvláště při 60 °C) chladla až o 3 °C. Tato měření byla zahajována při mírně vyšších teplotách tak, aby se teplotní průměr během celého měření blížil nominální hodnotě.

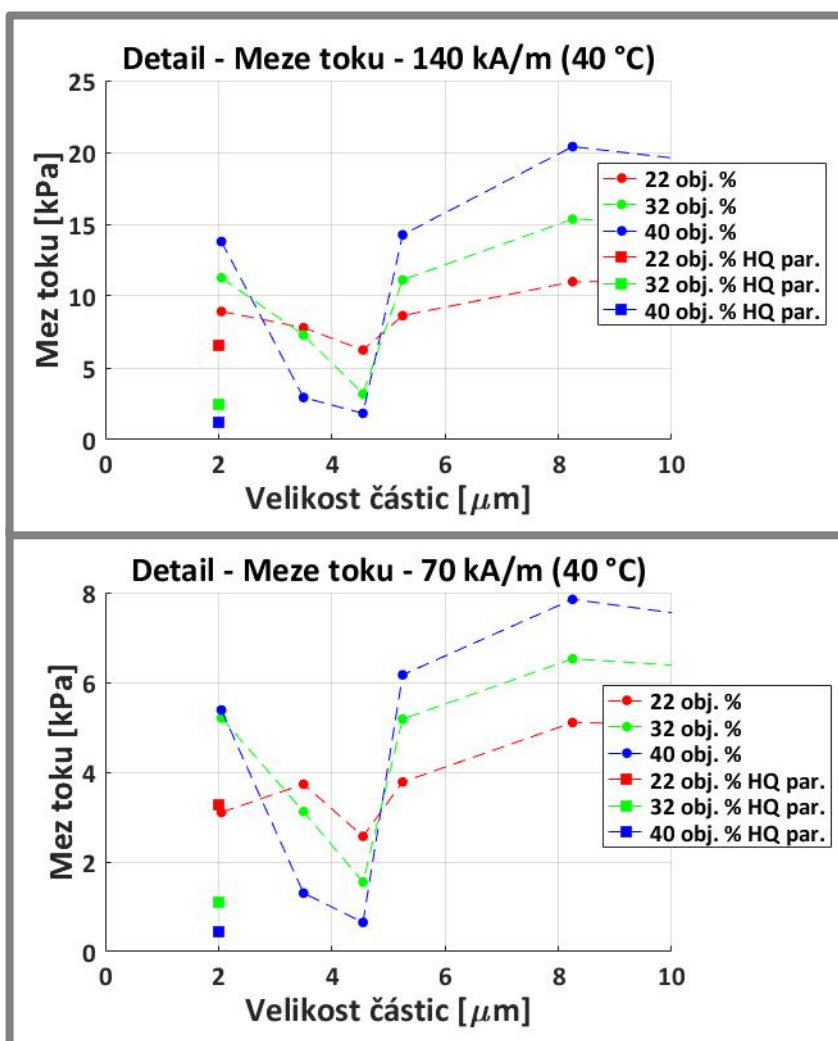


Obr. 5-10 Tokové křivky MR kapaliny (32 obj. % 2 μm) za různých intenzit mag. pole pro teploty 40 °C a 60 °C

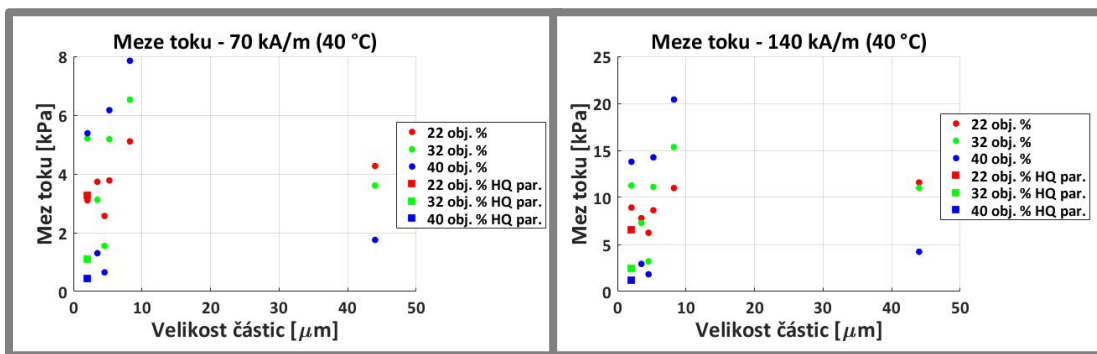
5.3.1 Závislost na velikosti částic – monodisperze

Na obrázku 5-11 můžeme vidět naměřené hodnoty meze toku pro monodisperze s primárními částicemi 2 μm až 8 μm . Graf je zobrazen vždy pro jednu intenzitu magnetického pole. Konkrétně horní pro 140 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$ a spodní pro 70 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$. Obr. 4-12 ukazuje hodnoty pro celý rozsah měřených částic. Na první pohled je vidět, že měřené vzorky se u některých vzorků chovají nestandardně. S narůstajícím celkovým podílem částic v kapalině by se měl MR efekt zvyšovat. U vzorků s 3, 4, 44 a 2 μm HQ částicemi tomu tak není. Naopak mez toku se v tomto případě snižuje. Očekávaně

narůstajícího MR efektu je dosaženo pouze u 2, 5 a 8 μm částic. V způsobu měření ani způsobu přípravy vzorků nebyly rozdílné postupy. Výsledky vzorků, u kterých MR efekt klesl, by naznačovaly, že kapalina měla nižší koncentraci částic, nebo se částice staly méně magnetizovatelné (měly vyšší reluktanci). Pokud bychom považovali za správné pouze výsledky všech vzorků při koncentraci 22 obj. % a vzorky 2, 5 a 8 mikronových částic ostatních koncentrací, potom mez toku od 4 μm do 8 μm částic znatelně naroste. Při $140 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ je mez toku 2 μm a 5 μm částic shodně 9 kPa. Při $70 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ oba druhy 2 μm částic vykazují podobnou mez toku s rozdílem pouze 0,2 kPa (22 obj. %). Podle grafu na obr. 4-15, kde jsou zobrazeny vzorky s 44 μm částicemi, trend nárůstu meze toku nepokračuje. Při $140 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ je mez toku 44 μm v koncentraci 22 obj. % téměř stejná jako 8 μm částic ve stejné koncentraci a při $70 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ dokonce nižší přibližně o 1 kPa.

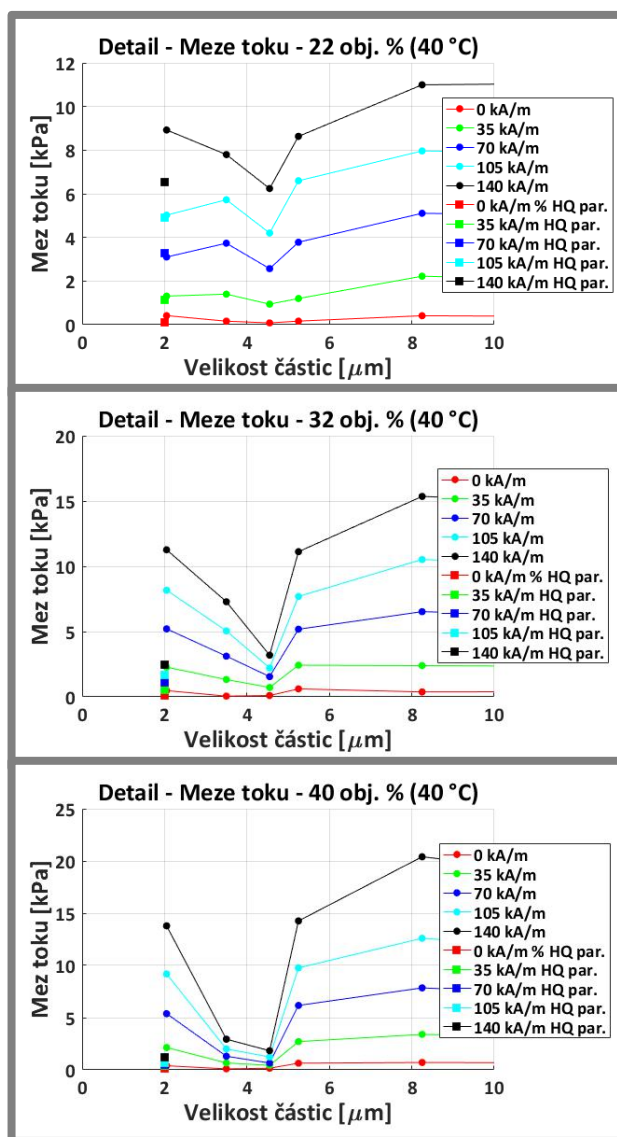


Obr. 5-11 Detail meze toku v závislosti na velikosti částic při 40 °C pro různé koncentrace MR kapalin – nahoře v magnetickém poli o intenzitě $140 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$, dole $70 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$



Obr. 5-12 Grafy mezí toku všech vzorků v závislosti na velikosti částic při 40 °C pro různé koncentrace MR kapalin – nahoře v magnetickém poli o intenzitě 140 kA·m⁻¹, dole 70 kA·m⁻¹

Na obrázku 5-13 jsou zobrazeny meze toku v závislosti na velikosti částic (2–8 μm) pouze v jedné koncentraci (22 obj. %, 32 obj. % a 40 obj. %) pro všechny intenzity

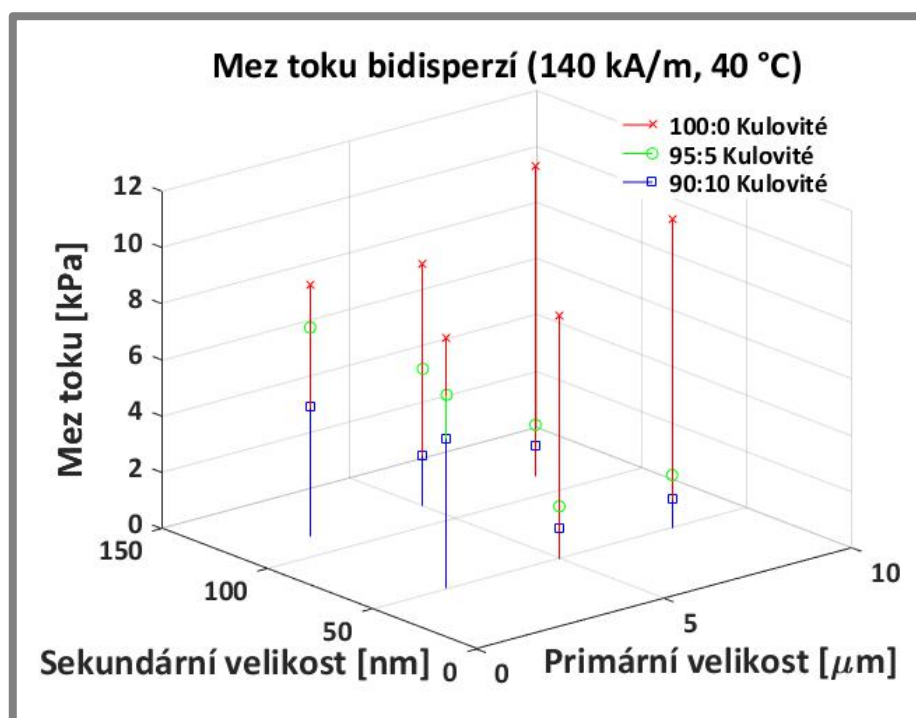


Obr. 5-13 Detail mezí toku v závislosti na velikosti částic při 40 °C v jedné koncentraci 22 obj. % (nahore), 32 obj. % (uprostřed) a 40 obj. % (dole) částic pro různé intenzity magnetického pole

magnetického pole. Lze pozorovat, že s rostoucí intenzitou magnetického pole se zvětšuje vzájemný rozdíl mezi toku mezi jednotlivými velikostmi částic. Například v koncentraci 22 obj. % v MR efektu 4 a 5 μm částic při $35 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ je rozdíl do 0,2 kPa, kdežto při $105 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ naroste rozdíl na přibližně 2 kPa.

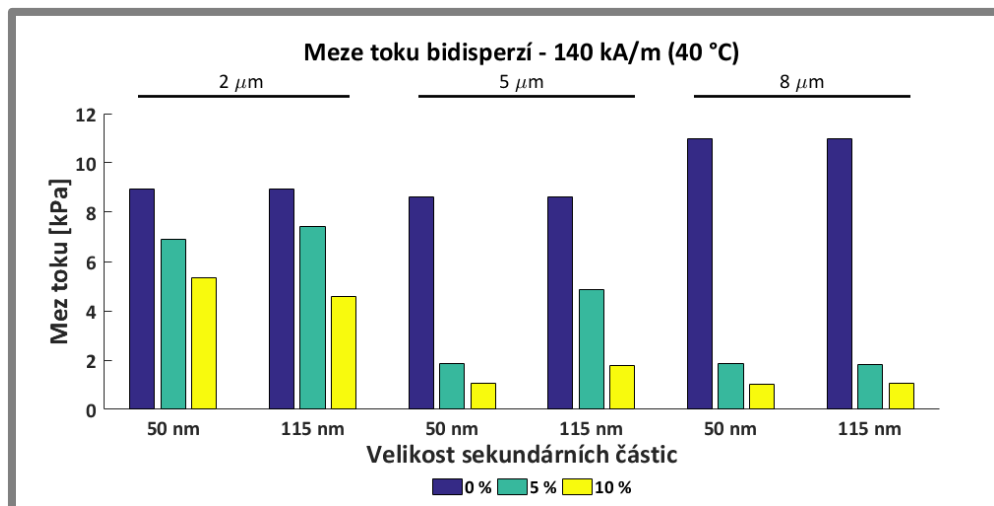
5.3.2 Závislost na velikosti částic – bidisperze

Magnetoreologické vlastnosti bidisperzních MR kapaliny byly zkoumány na slit-flow reometru za stejných podmínek jako monodisperze. Na obrázku 5-14 můžeme pozorovat meze toku bidisperzních směsí v závislosti na velikosti primárních a velikosti sekundárních částic. Z grafu je zjevné, že všechny bidisperzní směsi mají nižší mez toku než k nim náležící monodisperze. Také platí, že se zvětšujícím se podílem nanočástic mez toku klesá. Můžeme pozorovat, že čím je rozdíl mezi velikostí primárních a sekundárních částic větší, tím narůstá rozdíl mezi MR efekty monodisperze a bidisperze. Pro příklad vzorek obsahující 2 μm částice s 5 % 115 nm vykazoval snížení meze toku při $140 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ a 60°C přibližně o 1,5 kPa na 7,4 kPa. Za stejných podmínek došlo u kapaliny obsahující 8 μm částice s 5 % 50 nm o snížení blížící se 9,5 kPa na 1,9 kPa.



Obr. 5-14 Porovnání hodnoty meze toku všech vzorků bidisperzí a příslušné monodisperze v závislosti na velikosti primárních a sekundárních pro $140 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ a 60°C

Obrázek 5-15 zobrazuje vzájemné porovnání mezi toku vždy pro konkrétní skupinu spolu souvisejících MR kapalin. Vzorky složené převážně z 2 μm částic vykazují snížení meze toku se substitucí části mikročástic nanočásticemi obou velikostí výrazně méně než ostatní vzorky. U směsí s 8 μm částicemi dochází k výraznému snížení meze toku už při malé (5 %) náhradě. Při zdvojnásobení náhrady nedošlo u těchto vzorků k dalšímu výraznému poklesu meze toku.



Obr. 5-15 Graf snížení meze toku v závislosti na množství a velikosti nanočástic pro $140 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$ a $40 \text{ }^\circ\text{C}$

6 DISKUZE

Hlavním cílem práce je studium bidisperzních MR kapalin dosahující vysokého magnetoreologického efektu a sedimentační stability díky vhodné kombinaci velikostí železných částic, jejich hmotnostního zastoupení a tvaru. Práce je zasazena do kontextu výzkumného programu prováděného Odborem technické diagnostiky na Ústavu konstruování a volně navazuje na předchozí výzkum.

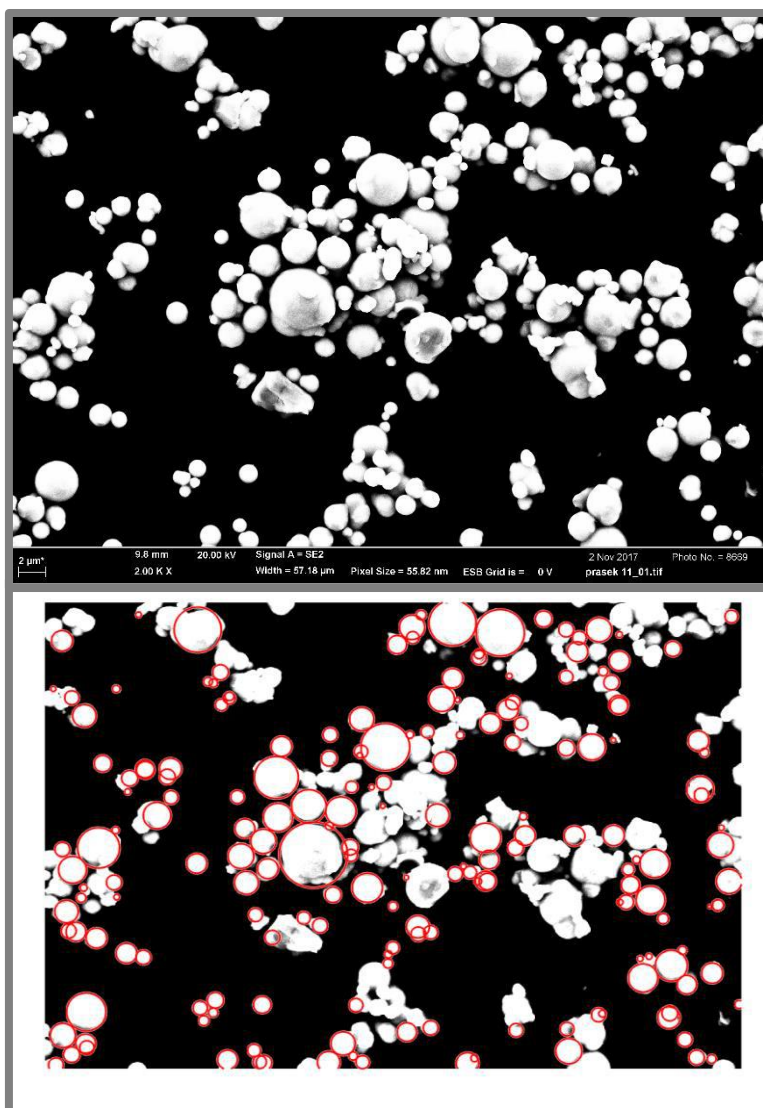
6.1 Rešerše vlivu složení MR kapaliny na její vlastnosti

Prvním úkolem diplomové práce je shromáždit a analyzovat poznatky o vlivu velikosti a tvaru částic a hmotnostního poměru jednotlivých frakcí na magnetické a sedimentační vlastnosti MR kapalin. Relevantní články různých výzkumných skupin jsou cenným zdrojem informací, ale publikované výsledky nejsou vzájemně porovnatelné bez normalizace. Proto je přistoupeno k sjednocení dat pomocí interpolačních, extrapolačních a podobnostních metod.

Z rešerše vyplývá, že všechny výše zmíněné parametry mají velký vliv na vlastnosti MR kapalin. Největší vliv je dle očekávání přisouzen hmotnostnímu zastoupení částic v kapalině [5]. Se zvyšujícím se podílem částic v MR kapalině se zvyšuje sedimentační stabilita a také zvyšuje MR efekt. Na magnetické vlastnosti má vliv také materiál částic používaných v MR kapalinách. Většinou se v současné době používá tzv. Carbonyl Iron (CI). Jedná se o železo s vysokou čistotou (až 99,5 %) získávané termolýzou pentakarbonylu železa ($\text{Fe}(\text{CO})_5$). Díky svým dobrým magnetickým vlastnostem předčil dříve často používaný magnetit nebo oxid železitý [12, 15, 17, 28, 29]. Nosná kapalina, v které jsou rozmíchány částice, vstupuje do vlastností MR kapaliny výrazně svojí viskozitou. Nejčastěji se používají silikonové oleje. Volbou vysoké viskozity lze sedimentaci částic téměř zastavit, ale za cenu znemožnění použití kapaliny v dynamických strojních celcích, kde je využíváno toku kapaliny. Pro zvýšení sedimentační stability přizachování rozumné viskozity se pak používají různá aditiva – stabilizátory. Ta nebyla ve vlastních experimentech používána, abychom byly schopni vyhodnocovat pouze zkoumané vlivy. Podobný efekt má změna tvaru z kulovitého na jiný – s větším tokovým odporem. V takovém případě je MR kapalina stabilnější a k sedimentaci dochází pomaleji. Bohužel dojde k výraznému zvýšení viskozity [6, 10, 11, 30]. Proto zůstávají stále nejčastěji používány kulovité částice. Zatím ne příliš diskutovanou proměnou, která má vliv na vlastnosti MR kapalin, je velikost částic. Určitý výzkum většinou používá jedny (nanejvýš dvoje) částice, které používá během celého experimentu. Spolu s využitím bidisperzí jsou toto nejméně probádané oblasti vlivu na vlastnosti MR kapalin. Je známo, že větší částice mají vyšší MR efekt, ale rychle sedimentují. To by mělo kompenzovat vytvoření bidisperze, kdy dochází vlivem Brownova pohybu přidaných nanočástic k samovolnému rozmíchávání suspenze. V nejlepším případě by mělo využití malé náhrady větších částic (v řádu mikrometrů) malými (v řádech nanometrů) také mírně zvýšit mez toku kvůli zaplnění děr v řetězcích větších částic malými [1]. V poslední řadě mají vliv na částice různá aditiva do MR kapalin (např. stabilizátory nebo disperzanty) a také různé modifikátory částic, které upravují morfologii povrchu nebo povlaku částice [18, 31, 32]. Bylo rozhodnuto, že pro účely zkoumání DP se aditiv nebude využívat, aby bylo možné vyhodnotit pouze vybrané vlivy. Vliv povlakování částic je na ÚK zkoumán v rámci jiného projektu ve spolupráci s FCH VUT v Brně.

6.2 Výběr a nákup Fe částic a ustanovení metodiky měření a vyhodnocování

Na základě analýzy rešerše byly vybrány různé velikosti částic pro vlastní testování. Zvoleny byly pouze kulovité částice z důvodu nežádoucího zvyšování viskozity MR kapaliny částicemi jiného tvaru. Následně byly poptány CI mikročástice u více než 10 výrobců nebo dodavatelů. Nakonec byly zakoupeny mikročástice (i další velikosti mimo vybrané) od firmy BASF [29]. Z předchozích testů zbyla k dispozici ještě jedna velikost od firmy Aldrich. Větším problémem bylo sehnání a zakoupení kulovitých nanočástic vybraných velikostí. Tyto prášky jsou často nedostupné a někdy zařazeny mezi vojenský strategický materiál, takže je nelze jednoduše objednat. Konečně se podařilo dodat vybrané částice od firmy Skyspring Nanomaterials (SS nano) [33]. Mikročástice byly elektronovým mikroskopem (SEM) vyfoceny pro ověření jejich velikosti, tvaru a morfologie. Vybrané snímky jsou v příloze VIII. Následně byla velikost částic vyhodnocena ze snímků v prostředí MATLAB. Na obr. 6-1 nahoře můžeme vidět snímek 8 μm částic i s měřítkem a na fotce dole ořezanou fotku



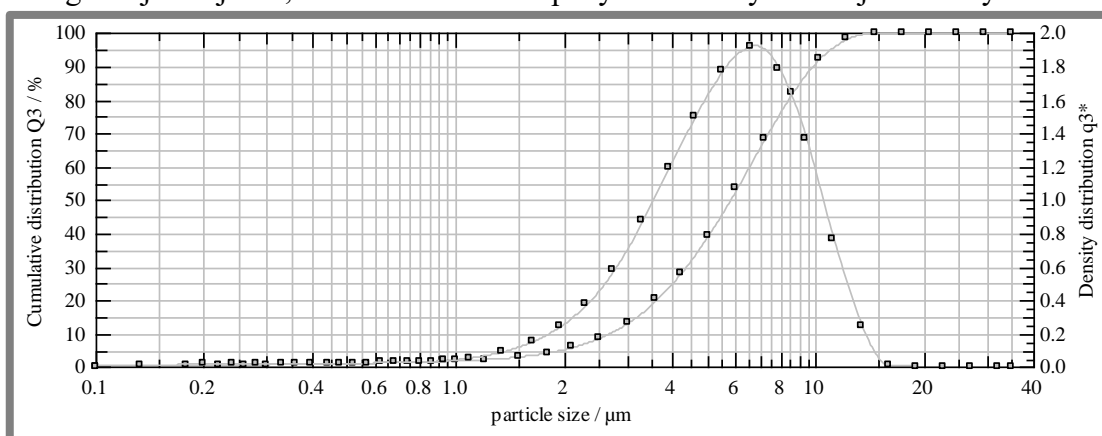
Obr. 6-1 SEM snímek 8 μm částic. Originál fotky s měřítkem (nahore), ořezaná fotka ve vyhodnocovacím programu (dole)

z vyhodnocovacího programu. Při prozkoumání fotografií bylo zjištěno, že na 8 snímcích jsou z 1006 měřených částic pouze 4 o velikosti přibližně 8 μm a žádná větší nalezena nebyla. Skutečná průměrná velikost je 1,91 μm . Že je střední velikost menší, než 8 μm je možné pozorovat i přímo na obr. 6-1. Podobné výsledky byly získány i z ostatních vzorků. Z tohoto důvodu byly stejné vzorky odeslány na Fakultu chemickou, kde byly velikosti vyhodnoceny přístrojem HELOS. Tento přístroj měří velikost částic stejnou metodou jako výrobcem používané zařízení Beckman, ale s vyšší přesností. Porovnání všech výsledků je v tabulce 6-1.

Tab. 6-1 Srovnání velikosti částic různými metodami měření

Interní označení	Označení producenta	Velikost uváděná výrobcem (μm)	Velikost SEM (μm)	Velikost HELOS (μm)	Skutečný tvar
2 μm	HS	2,05	0,90	2,08	Kulovité
2 μm HQ	HQ	2,00	1,27	1,47	Kulovité
3 μm	EW	3,50	1,58	3,35	Kulovité
4 μm	OM	4,55	1,45	4,17	Kulovité
5 μm	EM	5,25	1,60	4,56	Kulovité
8 μm	CM	8,25	1,91	5,80	Kulovité
44 μm	325 mesh	44,00	neměřeno	43,55	Nepřavidelný

Obrázek 6-2 zobrazuje distribuci 8 μm částic z přístroje HELOS. Data uvádí menší střední hodnotu (5,80 μm), ale rozložení velikostí se blíží očekávaným datům. Z výsledků měření velikosti není jasné, která metoda je chybná. Zda SEM snímky mohou poskytovat zkreslující data nebo jestli například přístroj HELOS neměří shluky částic, které se od sebe rozdělí až mechanickým mícháním v MR kapalině. Ze SEM fotografií je ale jasné, že tvar částic zakoupených od firmy BASF je kulovitý.

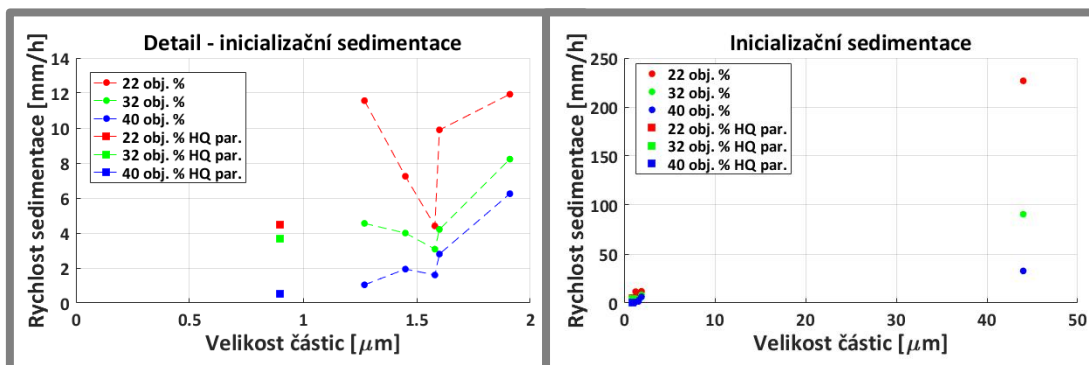


Obr. 6-2 Graf distribuce velikosti částic ve vzorku „8 μm “

Zároveň je možné, že některé ze studií rozebíraných v rešerši, také neznají přesnou velikost částic. Studie používající částice od firmy BASF se mohou potýkat se stejným problémem a pokud důvěřují údajům výrobce bez vlastní ověření, mohou se dopustit zkreslení výsledků. V rešerši bylo například upozorněno na nesedící údaj o velikosti částic a fotografii z mikroskopu ve studii Gence [13], na které žádná částice neměla rozměr větší než 4 μm a podle textu je průměrná velikost ve vzorku 7–9 μm . Ve

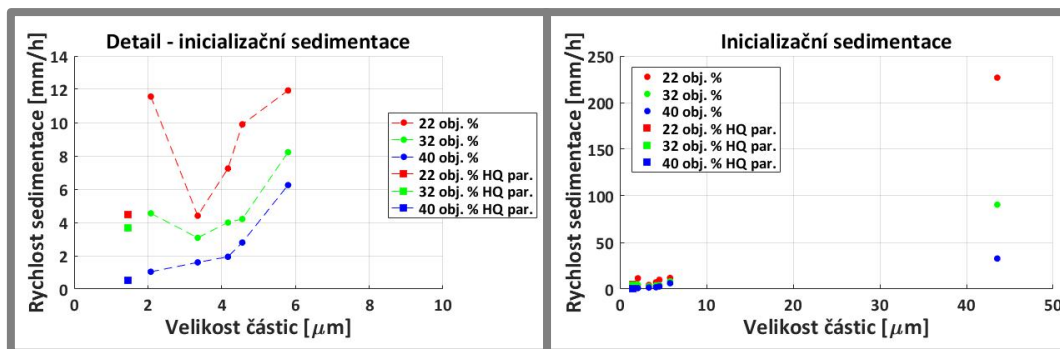
studiích také není jednoznačně určeno, co už je monodisperze a co je polydisperze. Monodisperze by měla být „štíhlá“ distribuce částic okolo jedné hodnoty. V této DP jsou označovány prášky jako monodisperze kvůli podobnosti distribučním grafům publikovaným výzkumnými skupinami v rešerši.

V případě, že bychom uvažovali velikost částic z měření na SEM, tak by sedimentační charakteristiky monodisperzních vzorků v koncentraci 22 a 32 obj. % nevykazovaly trendové chování, jak je vidět na obr. 6-3. MR kapaliny s 40 obj. % by vykazovaly přibližně lineární trend. Je nutné připomenout, že vzorky změnily posloupnost, z jakou jsou publikovány v ostatních grafech a také rozsah grafu je jiný.



Obr. 6-3 Grafy sedimentační rychlosti v závislosti na velikosti částic, které jsou získané z měření na elektronovém mikroskopu

Na obr. 6-4 je sedimentační rychlost v závislosti na velikosti částic určené měřením na přístroji HELOS. Vzorky nezměnily svoji posloupnost a došlo k výrazně menší změně dat než při měření na SEM. Trendy rychlostí sedimentace se zdají být stabilní pro všechny koncentrace. Opět se vymyká pouze vzorek s 2 μm částicemi v koncentracích 22 a 32 obj. %.



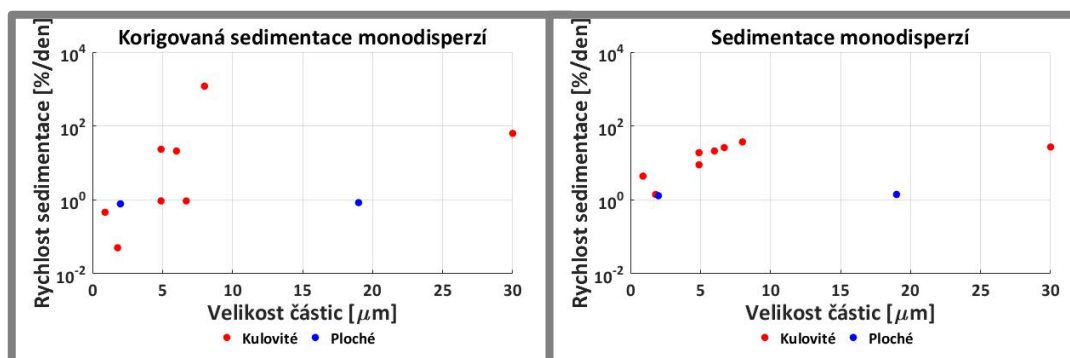
Obr. 6-3 Grafy sedimentační rychlosti v závislosti na velikosti částic, které jsou získané z měření na přístroji HELOS

Sedimentační testy byly prováděny na standu pomocí měření magnetické indukce. Vzhledem k časové náročnosti testu byla vytvořena automatizace měření, která provedla měření vzorku po zvoleném časovém úseku bez přítomnosti obsluhy. Tato úprava zvýšila počet souborů, které bylo nutné z každého testu analyzovat. Vzhledem k počtu provedených testů byl vyvinut vyhodnocovací program (publikovaný v [21]) a doplněn např. o dynamický výběr bodů pro proložení přímkou. Po těchto úpravách došlo k redukci pracnosti vyhodnocení, zpřesnění výsledků a vyhlazení výsledné sedimentační křivky (obr. 5-1a).

Magnetoreologické testy byly prováděny na nové generaci slit-flow reometru. Provedením testů v rámci této DP bylo zařízení důkladně otestováno. Do budoucna je nutné vyřešit stabilizaci teploty během testu, protože současný rozptyl hodnoty do cca 3 °C je značný. Vzhledem k množství zkoumaných vzorků MR kapalin byl vytvořen vyhodnocovací program v prostředí MATLAB. Skript po spuštění načte všechny naměřené soubory s daty, vyzve uživatele k provedení kalibrace tlakových snímačů (při stojícím pístu musí být tlak shodný) a následně vyhodnotí a vykreslí reogramy.

6.3 Vliv viskozity nosné kapaliny na sedimentaci MR kapalin

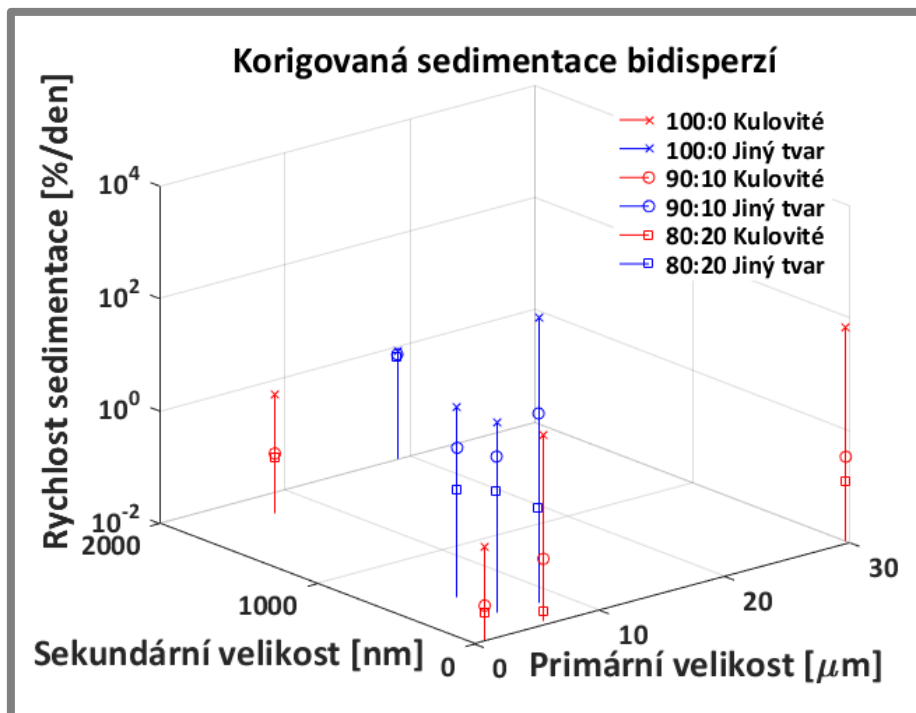
Protože na sedimentační stabilitu MR kapalin má velký vliv viskozita základové kapaliny, byla také zahrnuta do analýzy. Na obrázku 6-5 je zobrazena závislost sedimentační rychlosti MR kapaliny (z rešerše) v závislosti na velikosti částic, která je korigována na nominální dynamickou viskozitu díky znalosti rychlosti sedimentace v závislosti na viskozitě nosné kapaliny, viz str. 62 obr. 5-2. Na obrázku 6-7 je zobrazena stejná závislost pro různé bidisperzní poměry (pro porovnání je přidána i příslušná monodisperze). Nosné kapaliny mají ve výzkumech velmi různé viskozity (0,01 až 0,25 Pa·s při 20 °C), a to i mezi stejným druhem oleje (např. různé viskozity silikonových olejů). Proto byla korekce prováděna individuálně pro každý vzorek podle naměřených hodnot na obrázku 5-2. Výsledkem je korekce sedimentace při nominální viskozitě 0,1 Pa·s při které byla naměřena rychlosti sedimentace 2 μm částic 0,21 mm/h. Výsledné hodnoty tedy sjednocují viskozity všech výzkumů a je tedy možné je porovnávat. Výrazný vliv viskozity je eliminován a rychlost sedimentace tak závisí pouze na částicích (případně aditivech, která nejsou uvažována). Pro porovnání je zobrazen obrázek 6-6, který zobrazuje stejné výsledky jako obrázek 3-4, pouze v logaritmických souřadnicích osy sedimentační rychlosti a totožným rozsahem. Lze vidět širší rozptyl hodnot v upravené verzi. To je způsobeno unifikací viskozity.



Obr. 6-5 Graf rychlosti sedimentace v závislosti na velikosti částic korigovaný dynamickou viskozitou nosné kapaliny

Obr. 6-6 Graf rychlosti sedimentace v závislosti na velikosti částic v logaritmických souřadnicích

Ze zkoumaných studií bylo zjištěno, že sedimentační vlastnosti jsou závislé na velikosti částic. Vlastním měřením bylo ověřeno, že tyto hodnoty nejsou vypovídající, pokud společně s nimi neuvažujeme i viskozitu základové kapaliny. Následně byly normalizované hodnoty korigovány naměřenými daty pro jednotlivé viskozity. Bylo zjištěno, že rozptyl sedimentací udržuje klesající trend stability se zvětšující se průměrnou velikostí částic, ale výrazně strměji, než bylo předpokládáno. Lze tedy říci, že kdyby byla v některých MR kapalinách popisovaných v rešerši použita viskozita běžných hodnot používaných v MR kapalinách, pak by byly výsledky zcela jiné.

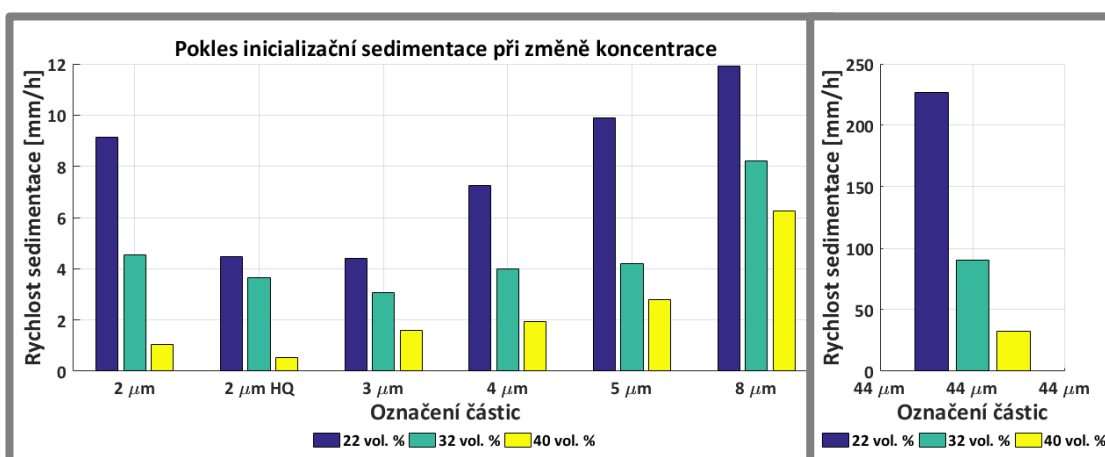


Obr. 6-7 Graf rychlosti sedimentace v závislosti na velikosti primárních a sekundárních částic korigovaný dynamickou viskozitou nosné kapaliny

6.4 Experimentální vyhodnocení vlastností MR kapalin

Monodisperzní MR kapaliny z hlediska sedimentace podle provedených experimentů vykazují podobné chování jako bylo predikováno rešerší. Jak je vidět na obr. 6-8, trend nárůstu rychlosti sedimentace se zvětšujícími se částicemi byl prokázán. Pouze 2 μm částice v koncentraci 22 obj. % sedimentují rychleji. Tento konkrétní test byl z důvodů ověření výsledků opakován třikrát a výsledky se lišily o méně než 5 %. Jak podle sedimentačních, tak podle reologických testů by se dalo tvrdit, že prášek nemá střední velikost částic 2 μm jak uvádí autor, ale v oblasti 4–5 μm . To může být předmětem dalšího vyhodnocování.

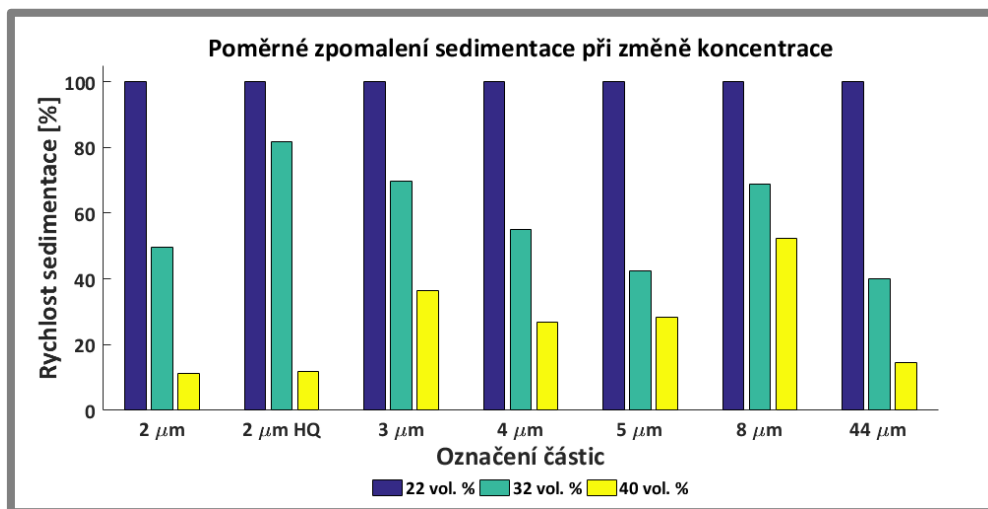
6.4



Obr. 6-8 Pokles inicializační rychlosti sedimentace monodisperzí při změně koncentrace částic v MR kapalině pro částice o velikosti 2–8 μm (vlevo) a 44 μm (vpravo)

S odkazem na obrázek 6-9, kde je zobrazena poměrná změna rychlosti sedimentace při změně koncentrace, můžeme tvrdit, že podle očekávání dochází ke snížení rychlosti

sedimentace při zvýšení koncentrace částic. Konkrétně největší rozdíl mezi 22 obj. % a 32 obj. % vykazuje vzorek s největšími 44 μm částicemi, a to zpomalení o 60 %. Největší rozdíl při změně koncentrace z 22 obj. % na 40 obj. % (a také z 32 obj. % na 40 obj. %) je naměřen u 2 μm HQ částic. Rychlost klesla na 10 % původní hodnoty.



Obr. 6-5 Poměrný pokles inicializační rychlosti sedimentace monodisperzí při změně koncentrace částic v MR kapalině

Bohužel se nepodařilo získat k vlastním experimentům CI částice o střední velikosti přibližně 20–30 μm . Testy s těmito částicemi by bylo možné doplnit údaje o vlastnostech MR kapaliny, které nejsou známy. Je zajímavé, že výsledky s největšími rozdíly v případě změny koncentrace vykazují vzorky s největšími (44 μm) a nejmenšími (2 μm HQ) částicemi. U koncentrace 32 obj. % se změna v rychlosti sedimentace dá přisoudit rozdílu v obsahu povrchu částic. Menší částice mají v součtu výrazně větší povrch, a tak vlivem vyššího povrchového napětí na rozhraní pevné a kapalně fáze dochází k pomalejšímu průběhu sedimentace při navyšování koncentrace částic v kapalině.

Magnetoreologické vlastnosti změřené v rámci vlastních experimentů ukazují většinou na dodržení trendu. Meze toku některých vzorků MR kapalin neočekávaně poklesly se zvýšením koncentrace. Tento pokles není v souladu s očekávaným chováním. Jinak se monodisperzní MR kapaliny z hlediska MR efektu chovají předvídatelně, tzn. mez toku roste se zvětšující se velikostí částic a také s rostoucím podílem částic v kapalině. Pokles u některých částic mohl být způsoben magnetickým ovlivněním částic během předchozího testu, který mohl vést např. ke shlukům částic. Bohužel tuto hypotézu není možné ověřit a vzhledem k množství potřebných částic pro testy ji nebylo možné během testování eliminovat tím, že by byly vždy použity nové částice. Z těchto důvodů není ani možné určit, proč se liší chování jednotlivých vzorků při změně koncentrace částic, přestože byla dodržena jednotná metodika přípravy vzorků.

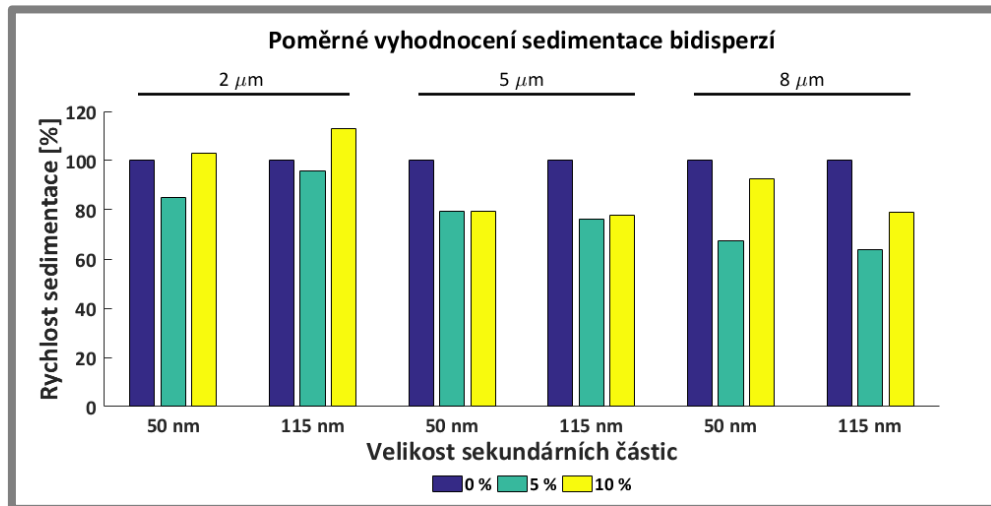
Pro další pokračování výzkumu se z monodisperzních MR kapalin jeví nejlepší použít **vzorek s 5 μm částicemi**. Tento vzorek vykazuje zachování poměrně vysoké meze toku za přijatelné sedimentační stability oproti vzorkům např. s 8 μm částicemi. Konkrétně pro 32 obj. % (nejpoužívanější koncentraci v praxi) je mez toku 5 μm částic

11 kPa (5,2 kPa) při $140 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ ($70 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$) a pro vzorek s $8 \mu\text{m}$ částicemi přibližně 15,5 kPa (6,5 kPa). Nárůst MR efektu mezi těmito vzorky je **o 41 %** ($140 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$) a **25 %** ($70 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$). Kdežto sedimentační rychlost vzorku s $5 \mu\text{m}$ oproti $8 \mu\text{m}$ částic vzroste z $4,1 \text{ mm}\cdot\text{h}^{-1}$ na $8,1 \text{ mm}\cdot\text{h}^{-1}$, tj. **o 98 %**. Jedná se o velký nárůst stability s poměrně malou ztrátou MR efektu. Podobné chování vykazují také $2 \mu\text{m}$ částice, ale u těchto vzorků sedimentační stabilita strměji klesá s klesající koncentrací.

6.5 Ověření vlastností bidisperzních MR kapalin srovnáním s monodisperzemi

6.5

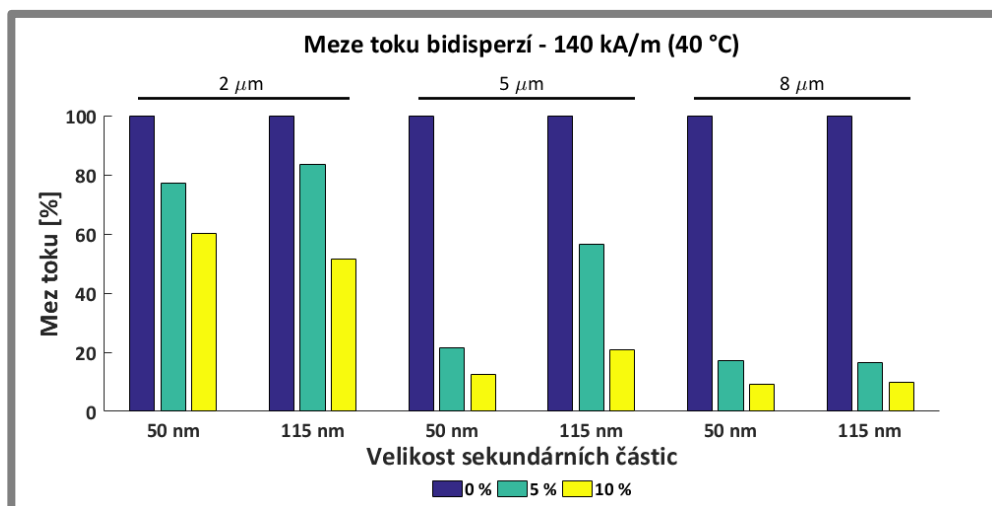
Chování bidisperzních MR kapalin bylo největším překvapením studie. Podle rešerše mělo při náhradě malého procenta mikročástic nanočásticemi dojít z hlediska sedimentační stability k výraznému poklesu rychlosti sedimentace a k malému (nebo žádnému) úbytku MR efektu. Výsledky vlastních experimentů však ukazují něco jiného. Poměrná změna sedimentační rychlosti je zobrazena na obr. 6-10. Vlivem přidání nanočástic se podařilo docílit nanejvýš zpomalení sedimentace **o 35 %** a to pro vzorek s $8 \mu\text{m}$ částicemi s podílem 5 % 115 nm částic. Nejhorší výsledky vykazuje vzorek s $2 \mu\text{m}$ a 115 nm částicemi, kdy při 5% náhradě dojde ke zpomalení pouze o 5 % a při 10% náhradě dokonce ke zrychlení o 10 % oproti monodisperzi. Z hlediska sedimentační stability bidisperzí byly nejlepší vlastnosti naměřeny u vzorků s $5 \mu\text{m}$ částicemi a oběma druhy nanočástic. U těchto vzorků dochází k zpomalení inicializační sedimentace přibližně **o 20 %** a tato hodnota zůstává pro 5% i 10% náhradu. Otázkou zůstává, jestli by stejné chování inicializační sedimentace bylo pozorováno i u bidisperzních MR kapalin s výrazně vyšší viskozitou, popř. jestli sedimentační křivky budou vykazovat stejný průběh jako na obr. 5-1a.



Obr. 6-10 Poměrná změna rychlosti inicializační sedimentace bidisperzí při změně poměru primárních a sekundárních částic v MR kapalině

MR efekt zkoumaných vzorků bidisperzí také přinesl zajímavé zjištění (obr. 6-11). U některých vzorků klesla mez toku při 10% náhradě nanočásticemi až na 10 % původní hodnoty. Jediným vzorkem, u kterého byl naměřen pokles meze toku menší než 20 % u 5% náhrady nanočásticemi, byl vzorek s $2 \mu\text{m}$ a 115 nm částicemi.

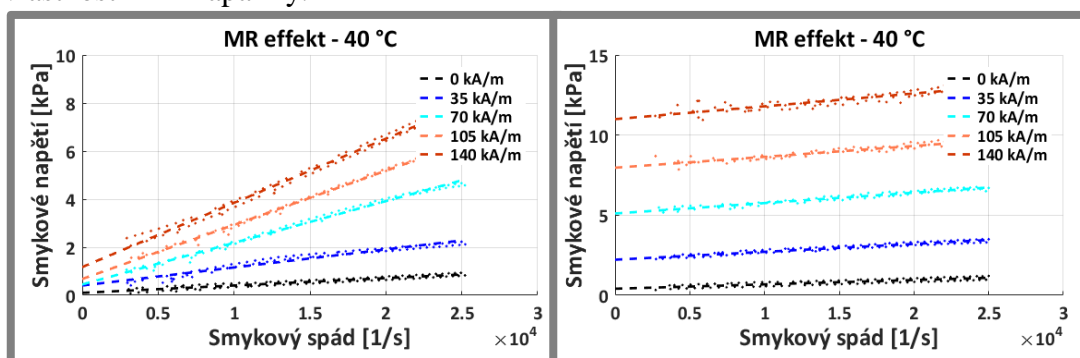
Chování bidisperzí by naznačovalo, že určitý podíl nanočástic má na sedimentační charakteristiky MR kapalin výrazně menší vliv, než by naznačovala rešerše, a naopak magnetoreologické vlastnosti jsou silně závislé na této sekundární frakci. Velkým



Obr. 6-11 Poměrný pokles meze toku bidisperzí při změně poměru primárních a sekundárních částic v MR kapalině při magnetickém poli o intenzitě $140 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$ a $40 \text{ }^\circ\text{C}$

vlivem může být také fakt, že nanočástice byly ve vzorku rozptýleny pouze mechanickým mícháním, nikoli chemicky – pomocí disperzantů. Použití těchto prostředků by přineslo možnost většího poznání vlivů, které na tyto dvě hlavní vlastnosti MR kapaliny působí. Pokud by vliv disperzantů nepřinesl výraznou změnu v chování bidisperzí, pak by jejich použití v strojírenských aplikacích (především tlumičích) nepřinášelo velkou výhodu.

Druhým možným vysvětlením je, že použitý druh nanočástic má velký vliv na viskozitu bidisperzní MR kapaliny. Na obr. 6-12 vlevo můžeme vidět naměřené tokové křivky pro $8 \mu\text{m}$ částice s 5% náhradou 115 nm částicemi a na obr. 6-12 vpravo pro monodisperzi $8 \mu\text{m}$ částic (shodná koncentrace 22 obj. %). Lze pozorovat výrazný nárůst viskozity za meze toku. V tomto případě by podíl výrazně menších částic (nanočástic) mezi velkými částicemi (mikročástečkami) měl výrazný vliv na tokové vlastnosti MR kapaliny.

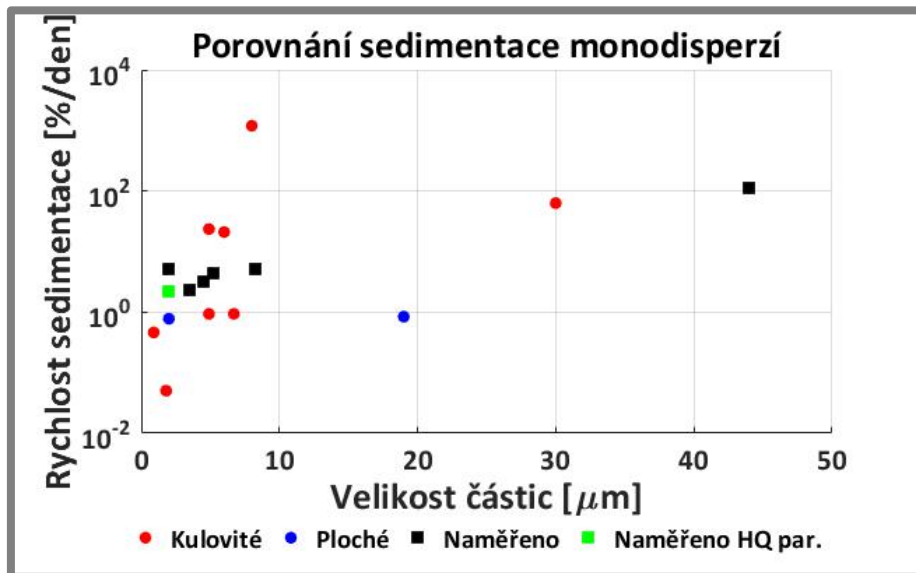


Obr. 6-12 Tokové křivky za různých magnetických polí pro bidisperzní MR kapalinu obsahující celkově 22 obj. % částic – 95 % $8 \mu\text{m}$ a 5 % 115 nm (vlevo) a monodisperzní MR kapalinu s 22 obj. % $8 \mu\text{m}$ (vpravo)

6.6 Porovnání s rešerší

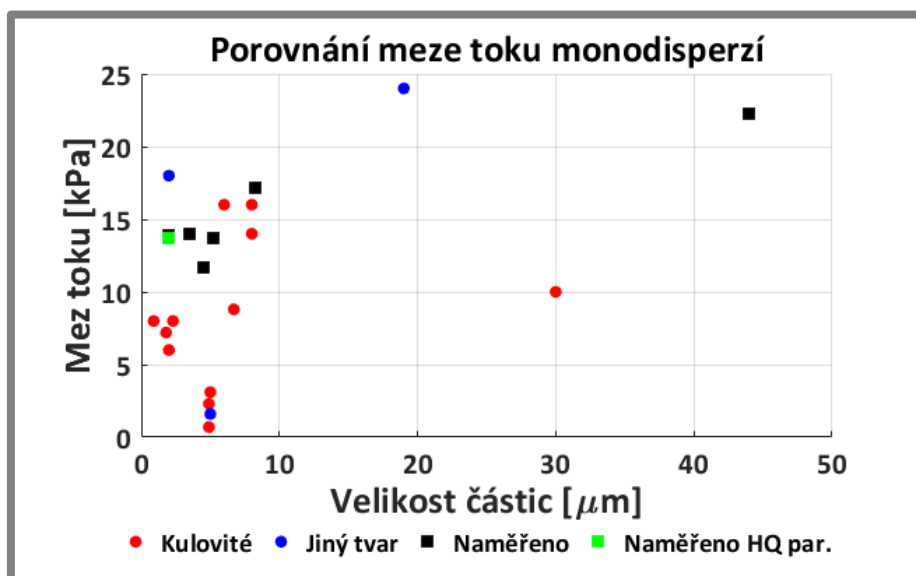
Na naměřené monodisperzní vzorky MR kapalin byla aplikována stejná metoda jako na analýzu rešerše. Všechny výsledky zobrazené v grafu na obr. 6-13 jsou mezi sebou porovnatelné, protože jsou normalizovány pro 60 hm. % částic a stejnou viskozitu nosného oleje $0,1 \text{ Pa} \cdot \text{s}$. Experimentálně testované vzorky sedimentují rychlostí

přibližně stejnou, jako vzorky z rešerše. Některé MR kapaliny v oblasti velikosti částic 2–5 μm sedimentují výrazně pomaleji. To je nejspíše způsobeno proti sedimentačními aditivy. Větší částice (30 a 44 μm) sedimentují pomaleji, než by naznačoval průběh trendu. Nejpomaleji sedimentuje vzorek publikovaný Trendlerem [9], nejrychleji MR kapalina ze studie, kterou provedl Ngatu [6].



Obr. 6-13 Porovnání sedimentační rychlosti monodisperzních MR kapalin (60 hm. %, viskozita 0,1 Pa·s) v závislosti na velikosti částic. Kruhové symboly označují data vyplývající z rešerše, čtverečky označují naměřená data

Z hlediska MR efektu jsou porovnány meze toku při 600 mT získané z rešerše a naměřené vlastními experimenty (vše monodisperze o koncentraci 60 hm. %) v závislosti na velikosti částic (obr. 6-14). Testované vzorky o středních velikostech částic 4–6 μm se úrovní meze toku blíží v rešerši popisovaným MR kapalinám. Oboje



Obr. 6-14 Porovnání meze toku monodisperzních MR kapalin (60 hm. %, 600 mT) v závislosti na velikosti částic. Kruhové symboly označují data vyplývající z rešerše, čtverečky označují naměřená data

2 μm částice a 3 μm částice vykazují dvojnásobně silnější magnetoreologické chování než většina ostatních publikovaných vzorků s podobně velikými částicemi. Výrazně nižší mez toku mají vzorky publikované Parkem a Chinem [11, 12].

Podle těchto výsledků je nejvhodnější velikost částic pro praktické využití v MR kapalinách **5 μm** . Vzorky s tímto průměrným rozměrem zachovávají vysokou sedimentační stabilitu a se zachováním vysokého MR efektu.

Diplomová práce přináší poznatky, které lze využít při simulacích tlumících systémů nebo při návrhu náplně tlumičů. Získané poznatky umožňují nalezení optimálních vlastností MR kapaliny (MR efekt, sedimentační stabilita, viskozita) pro konkrétní navrhovaný tlumič. Výhoda ve vytváření vlastních náplní MR tlumičů spočívá nejen v možnosti přípravy uzpůsobené náplně „na míru“, ale také v úspoře nákladů. V současné době nepoužívanější komerční MR kapalina *MRF-132DG* od firmy *LORD* stojí dle internetových stránek výrobce \$800 (17 250 Kč) za 1 litr. Výroba stejného množství vzorku 5 μm + 5 % 50 nm se stejnou koncentrací 32 obj. % stála přibližně 4 250 Kč a monodisperzní varianta přibližně 3 500 Kč. V ceně ovšem nejsou započítána aditiva, která by byla nutno přidat do oleje pro delší životnost a lepší vlastnosti MR kapaliny.

7 ZÁVĚR

Diplomová práce se zabývá studiem vlastností MR kapalin. V úvodní části je zpracována rešerše dříve publikovaných studií monodisperzních a bidisperzních MR kapalin. Na základě analýzy této rešerše byly vybrány železné částice, které byly zakoupeny pro vlastní testování.

Následně byla sestavena metodika zkoumání sedimentačních a magnetoreologických vlastností. Byl výrazně zefektivněn proces měření (automatizace sedimentačního standu, otestování nové generace slit-flow reometru) a také proces vyhodnocování (vývojem programu v MATLAB). Experimentálně byla vybrána optimální viskozita na základě měření rychlosti sedimentace s 2 μm a 44 μm částicemi při různých viskozitách nosné kapaliny, aby bylo možné provádět celé sedimentační testy v rozumné době (v řádech nanejvýš dnů). Byl tedy změřen vztah mezi rychlostí sedimentace a viskozitou nosné kapaliny MR kapalin. Na základě těchto měření byly korigovány rychlosti sedimentace vzorků uvažovaných v rešerši a tím zpřesněny z ní získané výsledky. Tato data jsou obsažena v odborném článku (Příloha XV), který byl odeslán do impaktovaného odborného časopisu *Smart Materials and Structures*.

V hlavní části práce byla změřena sedimentační charakteristika 53 různých MR kapalin a magnetoreologické vlastnosti 33 různých MR kapalin. Tyto kapaliny byly vyhodnoceny, vzájemně porovnány pro nalezení nejlepší konfigurace a také porovnány s výsledky získanými jinými výzkumnými skupinami shrnutými v rešerši. Bylo zjištěno že v závislosti na vzrůstající velikosti částic stoupá mez toku, ale také rychlost sedimentace. S rostoucí koncentrací MR kapaliny roste sedimentační stabilita. Mez toku v závislosti na koncentraci částic v MR kapalině u některých vzorků částic vzrostla, ale u jiných klesla. Bidisperzní kapaliny byly porovnány s příslušnými monodisperzními MR kapalinami, a díky tomu popsány změny vlastností zapříčiněné přidáním druhé frakce – nanočástic. Tyto kapaliny měly podle rešerše vykazovat oproti monodisperzím mírný nárůst sedimentační stability a malý pokles (nebo podle některých studií malý nárůst) meze toku. Experimentálně bylo zjištěno, že bidisperze mají malý pozitivní vliv na sedimentaci, ale MR efekt klesá výrazně více, než bylo očekáváno. **Byl splněn hlavní cíl práce včetně všech cílů dílčích.**

V pokračování studia vlastností MR kapalin navazujících na tuto diplomovou práci by bylo vhodné zaměřit se na vliv aditiv na sedimentační stabilitu a MR efekt. Především by bylo vhodné za stejných experimentálních podmínek vyzkoušet stabilizační prostředky sloužící k snížení rychlosti sedimentace. U bidisperzních MR kapalin otestovat disperzanty, které by měly zajistit lepší rozptýlení a fungování nanočástic v kapalině. Na testy provedené v rámci diplomové práce budou navazovat další testy MR kapalin (tokové křivky v neaktivovaném stavu na RotoVisco, měření Stribecovy křivky, zkoumání vlivu na opotřebení, a jiné).

8 BIBLIOGRAFIE

- [1] WERELEY, N. M., A. CHAUDHURI, J. -H. YOO, S JOHN, S. KOTHA, A. SUGGS, R. RADHAKRISHNAN, B. J. LOVE a T. S. SUDARSHAN. Bidisperse Magnetorheological Fluids using Fe Particles at Nanometer and Micron Scale. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2006, **17**(5), 393–401. ISSN 1045-389X.
- [2] RABINOW, Jacob. The Magnetic Fluid Clutch. *Transactions of the American Institute of Electrical Engineers*. 1948, **67**(2), 1308–1315. ISSN 0096-3860.
- [3] JOLLY, M. R., J. W. BENDER a J. D. CARLSON. Properties and applications of Magnetorheological fluids. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. 2006, **18**, 127–130. ISSN 19718993.
- [4] PARK, Bong Jun, Fei Fei FANG a Hyoung Jin CHOI. Magnetorheology: materials and application. *Soft Matter*. 2010, **6**(21), 5246–5253. ISSN 1744-683X.
- [5] NGATU, Grum T a Norman M WERELEY. Viscometric and Sedimentation Characterization of Bidisperse Magnetorheological Fluids. *IEEE Transactions on Magnetics*. 2007, **43**(6), 2474–2476. ISSN 0018-9464.
- [6] NGATU, G T, N M WERELEY, J O KARLI a R C BELL. Dimorphic magnetorheological fluids: exploiting partial substitution of microspheres by nanowires. *Smart Materials and Structures*. 2008, **17**(4), 45022. ISSN 0964-1726.
- [7] GONCALVES, FERNANDO D. a J. DAVID CARLSON. Investigating The Time Dependence Of The MR Effect. *International Journal of Modern Physics B*. 2007, **21**(28n29), 4832–4840. ISSN 0217-9792.
- [8] HOFFMAN, D. L., D. R. BROOKS, P. I. DOLEZ a B. J. LOVE. Design of a z-axis translating laser light scattering device for particulate settling measurement in dispersed fluids. *Review of Scientific Instruments*. 2002, **73**(6), 2479. ISSN 00346748.
- [9] TRENDLER, A.M. a H. BÖSE. *Influence of particle size on the rheological properties of magnetorheological suspensions*. 2005. ISSN 0217-9792
- [10] SHAH, Kruti a Seung-bok CHOI. The influence of particle size on the rheological properties of plate-like iron particle based magnetorheological fluids. *Smart Materials and Structures*. 2015, **24**(1), 15004. ISSN 0964-1726.
- [11] PARK, Jong Hyeok, Byung Doo CHIN a O Ok PARK. Rheological Properties and Stabilization of Magnetorheological Fluids in a Water-in-Oil Emulsion. *Journal of colloid and interface science*. 2001, **240**(1), 349–354. ISSN 1095-7103.

- [12] CHIN, B. D., J. H. PARK, M. H. KWON a O. O. PARK. Rheological properties and dispersion stability of magnetorheological (MR) suspensions. *Rheologica Acta*. 2001, **40**(3), 211–219. ISSN 00354511.
- [13] GENC, Seval a Pradeep P PHULE. Rheological properties of magnetorheological fluids. *Smart Materials and Structures*. 2002, **140**, 140–146.
- [14] SUSAN-RESIGA, Daniela, Doina BICA a L. VÉKÁS. Flow behaviour of extremely bidisperse magnetizable fluids. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2010, **322**(20), 3166–3172. ISSN 03048853.
- [15] IGLESIAS, G. R., M. T. LÓPEZ-LÓPEZ, J. D G DURÁN, F. GONZÁLEZ-CABALLERO a A. V. DELGADO. Dynamic characterization of extremely bidisperse magnetorheological fluids. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2012, **377**(1), 153–159. ISSN 00219797.
- [16] LEMAIRE, E., A. MEUNIER, G. BOSSIS, J. LIU, D. FELT, P. BASHTOVOI a N. MATOUSSEVITCH. Influence of particle size on the rheology of magnetorheological fluids. *Journal of Rheology*. 1995, **39**(5), 1011–1020.
- [17] HARTMANN, Patrice C. a Ronald D. SANDERSON. Preparation of magnetite-polystyrene core-shell hybrid nanoparticles, initiated by a covalently bonded azo compound. *Macromolecular Symposia*. 2007, **255**, 24–35. ISSN 10221360.
- [18] CHIN, Byung Doo, Jong Hyeok PARK, Moo Hyun KWON a O. Ok PARK. Rheological properties and dispersion stability of magnetorheological (MR) suspensions. *Rheologica Acta*. 2001, **40**(3), 211–219. ISSN 0035-4511.
- [19] CHOI, Young-Tai, Lei XIE a Norman M WERELEY. Testing and analysis of magnetorheological fluid sedimentation in a column using a vertical axis inductance monitoring system. *Smart Materials and Structures*. 2016, **25**(4), 04LT01. ISSN 0964-1726.
- [20] BURGUERA, E.F., B.J. LOVE, R. SAHUL, G. NGATU a N.M. WERELEY. A Physical Basis for Stability in Bimodal Dispersions Including Micrometer-sized Particles and Nanoparticles using Both Linear and Non-linear Models to Describe Yield. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2008, **19**(11), 1361–1367. ISSN 1045-389X.
- [21] BERKA, Pavel. Studium sedimentace MR kapalin. *Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství*. 2017, (Vedoucí diplomové práce Ing. Jakub Roupec, Ph.D.), 110 s.
- [22] Interview s Ing. Pavlem Němcem. 2017, (Vývojové odd., PARAMO s.).
- [23] ROUPEC, J, P BERKA, I MAZŮREK, Z STRECKER, M KUBÍK, O MACHÁČEK a MT ANDATI. A novel method for measurement of MR fluid sedimentation and its experimental verification. *Smart Materials and*

- Structures*. 2017, **26**(10), 13 s.
- [24] ROUPEC, Jakub. Temperature Dependence of Magnetorheological Fluid Yield Stress and Bingham Viscosity. In: *22nd International Conference Engineering Mechanics 2016*. 2016.
- [25] ROUPEC, J, I MAZŮREK, M KLAPKA a P ČÍŽ. Identification of MR Fluids Properties in Mechatronic Damping Elements. In: *Recent Advances in Mechatronics*. 2009, s. 115–120. ISBN 978-3-642-05021-3.
- [26] ROUPEC, J, I MAZŮREK, Z STRECKER a M KLAPKA. The behavior of the MR fluid during durability test. *Journal of Physics: Conference Series*. 2013, **412**(1), 12024. ISSN 1742-6588.
- [27] STRECKER, Zbynek, Jakub ROUPEC, Ivan MAZUREK, Ondrej MACHACEK, Michal KUBIK a Milan KLAPKA. Design of magnetorheological damper with short time response. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2015, **26**(14), 1951–1958. ISSN 15308138.
- [28] CHAE, Hyun Sik, Shang Hao PIAO, Wen Jiao HAN a Hyoung Jin CHOI. Core/Shell Polystyrene/Magnetite Hybrid Nanoparticles Fabricated by Pickering Emulsion Polymerization and Their Magnetorheological Response. *Macromolecular Chemistry and Physics*. 2018, **1700408**, 1–7. ISSN 15213935.
- [29] BASF CORP. Carbonyl Iron Powder. *Broschure* [online]. 2012, 7. Dostupné z: www.carbonylironpowder.com
- [30] SHAH, Kruti, Do Xuan PHU, Min-Sang SEONG, R V UPADHYAY a Seung-Bok CHOI. A low sedimentation magnetorheological fluid based on plate-like iron particles, and verification using a damper test. *Smart Materials and Structures* [online]. 2014, **23**(2), 27001. ISSN 0964-1726.
- [31] MRLIK, Miroslav a Vladimír PAVLINEK. Magnetorheological suspensions based on modified carbonyl iron particles with an extremely thin poly (n-butyl acrylate) layer and their enhanced stability properties. *Smart Materials and Structures*. nedatováno, **25**(8), 1–10. ISSN 1361-665X.
- [32] PLACHY, Tomas, Martin CVEK, Zuzana KOZAKOVA, Michal SEDLACIK a Robert MOUCKA. The enhanced MR performance of dimorphic MR suspensions containing either magnetic rods or their non-magnetic analogs. *Smart Materials and Structures*. 2017, **26**(2). ISSN 1361665X.
- [33] SKYSPRING NANOMATERIALS INC. Catalog - Nanomaterials from Skyspring [online]. 2015. Dostupné z: www.ssnano.com
- [34] MAZŮREK, Ivan, Jakub ROUPEC, Milan KLAPKA a Zbyněk STRECKER. Load and rheometric unit for the test of magnetorheological fluid. *Meccanica*. 2013, **48**(3), 631–641. ISSN 00256455.
- [35] GONCALVES, FERNANDO D. a J. DAVID CARLSON. Investigating The

- Time Dependence Of The MR Effect. *International Journal of Modern Physics B*. 2007, **21**(28n29), 4832–4840. ISSN 0217-9792.
- [36] BURGUERA, E.F., B.J. LOVE, R. SAHUL, G. NGATU a N.M. WERELEY. A Physical Basis for Stability in Bimodal Dispersions Including Micrometer-sized Particles and Nanoparticles using Both Linear and Non-linear Models to Describe Yield. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2008, **19**(11), 1361–1367. ISSN 1045-389X.
- [37] SONG, Yuhua, Paul M MATHIAS, David TREMBLAY a Chau-Chyun CHEN. Liquid Viscosity Model for Polymer Solutions and Mixtures. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 2003, **42**, 2415–2422. ISSN 0888-5885.

9 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN

MR	- magnetoreologický, magnetoreologická
MRF	- magnetorheological fluid
angl.	- anglicky
hm. %, wt. %	- hmotnostních procent
obj. %, vol. %	- objemových procent
Fe	- železo, železný
ZATLLS	- Z-Axis Translating Laser Light Scattering
SEM	- scanning electron microscope
cca	- circa, přibližně
FSI VUT v Brně	- Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně
ÚK	- Ústav konstruování
UMVI	- Ústav materiálových věd a inženýrství
DAQ	- Data acquisition
CFD	- Computational Fluid Dynamics
BCC	- Body centered cube
FCC	- Face centered cube
CI	- Carbonyl Iron

τ	[kPa]	je smykové napětí
τ_y	[kPa]	- mez toku
μ	[Pa·s]	- dynamická viskozita za mezí toku
$\dot{\gamma}$	[s ⁻¹]	- smykový spád
Q	[m ³ ·s ⁻¹]	- objemový průtok
h	[mm]	- výška štěrbin
w	[mm]	- šířka štěrbin
Δp	[Pa]	- tlakový spád
L	[mm]	- délka štěrbin

10 SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ

Obr. 1-1 Zřetězené mikročástice s příměsí nanovláken v bidisperzní MR kapalině [6]	13
Obr. 2-1 Řetězení částic v MR kapalině při účincích magnetického pole [1]	14
Obr. 2-2 Tabulka složení zkoumaných MR kapalin [5]	15
Obr. 2-3 Reogram s proložením Bingham-plastickým modelem v pěti testovaných hladinách mag. pole. Použitá MR kapalina: 60 hm. % Fe částic s 85 % mikročástic a 15 % nanočástic [5]	16
Obr. 2-4 Odhadované meze toku pro různé koncentrace MR kapalin a poměry frakcí [5]	16
Obr. 2-5 Rychlost sedimentace při použití železných částic v obsahu: (a) 50 hm.%, (b) 70 hm. % [5]	17
Obr. 2-6 Porovnání odhadovaných rychlostí sedimentace různých MR kapalin [5]	17
Obr. 2-7 Zkoumané poměry mikro- a nanofrakcí MR kapalině s 60 hm. % Fe částic v [1]	18
Obr. 2-8 Reogramy s proložením Bingham-plastickým modelem v pěti testovaných hladinách mag. pole. Různé druhy použitých MR kapalin [1]	18
Obr. 2-9 Mez toku v závislosti na: (a) magnetickém poli, (b) % nanočástic [1]	19
Obr. 2-10 Plastická viskozita nad mezí toku s využitím Bingham-plastického modelu v závislosti na: (a) magnetickém poli, (b) % nanočástic [1]	20
Obr. 2-11 Graf rychlosti sedimentace jako funkce hmotnostního obsahu nanočástic [1]	21
Obr. 2-12 Mikroskopický snímek MR kapaliny se 78 hm. % mikročástic a 2 hm. % nanovláken s magnetickým poli [6]	21
Obr. 2-13 Vzorky MR kapalin zkoumané v [6]	21
Obr. 2-14 Reogramy MR kapalin: vlevo s 50 hm. % mikročástic, vpravo s 76 hm. % mikročástic a 4 hm. % nanovláken [6]	22
Obr. 2-15 Mez toku v závislosti na magnetické indukci pro MR kapalinu obsahující 50 hm. % Fe částic s různými poměry mikročástic a nanovláken [6]	22
Obr. 2-16 Mez toku v závislosti na magnetické indukci pro MR kapalinu obsahující 60 hm. % Fe částic s různými poměry mikročástic a nanovláken [6]	22
Obr. 2-17 Mez toku v závislosti na magnetické indukci pro MR kapalinu obsahující 70 hm. % Fe částic s různými poměry mikročástic a nanovláken [6]	23
Obr. 2-18 Nejvyšší naměřená mez toku MR kapalinu obsahující 80 hm. % Fe částic s různými poměry mikročástic a nanovláken [6]	23
Obr. 2-18 Naměřené viskozity ve vypnutém stavu [6]	23
Obr. 2-19 Rychlost sedimentace při použití 80 hm. % mikročástic [6]	24
Obr. 2-20 Rychlost sedimentace při použití 78 hm. % mikročástic a 2 hm. % nanovláken [6]	24
Obr. 2-21 Tabulka rychlostí sedimentace zkoumaných MR kapalin [6]	24
Obr. 2-22 Tabulka procentní sedimentace zkoumaných MR kapalin [6]	25
Obr. 2-22 Zleva: mikroskopický snímek Fe prášku; rozptyl velikostí částic ve vzorcích; mikroskopický snímek Fe částic [9]	25
Obr. 2-23 Reogramy MR kapalin o různých poměrech frakcí bez mag. pole. Uveden objemový poměr [9]	25
Obr. 2-24 Viskozita MR kapalin o různých poměrech frakcí bez mag. pole.	26

Uveden objemový poměr [9]	26
Obr. 2-25 Závislost procentní sedimentace na obsahu frakcí Fe částic. Uveden objemový poměr [9]	26
Obr. 2-25 Tokové křivky MR kapalin s různým poměrem hrubých k jemným Fe částicím v magnetickém poli: (a) 200 mT; (b) 600 mT. Uveden objemový poměr [9]	27
Obr. 2-26 Morfologie mikrostruktury zkoumaných plochých Fe částic: vlevo menší, vpravo větší [10]	27
Obr. 2-27 Závislost viskozity a smykového napětí na smykovém spádu pro zkoumané MR kapaliny bez přítomnosti magnetického pole [10]	28
Obr. 2-28 Závislost viskozity a smykového napětí na smykovém spádu pro zkoumané MR kapaliny v magnetickém poli [10]	28
Obr. 2-29 Procentní sedimentace za den pro různé kapaliny [10]	29
Obr. 2-30 Shrnující tabulka výzkumu publikovaném v [10]	29
Obr. 2-31 Vlevo: závislost meze toku na obj. % pro různá mag. pole; vpravo: sedimentační křivky pro různé obj. % [11]	29
Obr. 2-32 Snímky z elektronového mikroskopu zkoumaných magnetických částic: (a) Fe_3O_4 zvětšeno 1250x; (b) $\text{Fe}(\text{CO})_5$ – 2500x; (c) $\text{Co-}\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ – 30000x; (d) CrO_2 – 30000x [12]	30
Obr. 2-33 Tokové křivky za různých mag. polích: (a) vzorku 1, tj. 60 hm. Fe_3O_4 %, (b) vzorku 2, tj. 77 hm. % $\text{Fe}(\text{CO})_5$ (b) [12]	31
Obr. 2-35 Závislost meze toku na objemovém množství rozptýlených částic v MR kapalině [12]	32
Obr. 2-34 Závislost meze toku na externím magnetickém poli pro různá obj. % částic v suspenzi MR kapalin: (a) Fe_3O_4 ; (b) $\text{Fe}(\text{CO})_5$ [12]	32
Obr. 2-37 Zaznamenané dynamické meze toku v závislosti na příměsi uvedené v obrázku při různých magnetických polích [12]	33
Obr. 2-36 Projev sedimentační stability vzorku 2 v závislosti na čase [12]	33
Obr. 2-38 Snímky částic z elektronového mikroskopu částic A (a) a částic B (b) [13]	34
Obr. 2-39 Tabulka pro vzorky s 33 obj. % (vlevo) a s 40 obj. % frakce Fe (vpravo) [13]	34
Obr. 2-41 Reogramy při působícím magnetickém poli suspenzí s jemnějšími částicemi B o (a) 33 obj. % a (b) 40 obj. % [13]	35
Obr. 2-40 Reogramy při působícím magnetickém poli suspenzí s hrubšími částicemi A o (a) 33 obj. % a (b) 40 obj. % [13]	35
Obr. 2-42 (a) Tokové křivky a (b) závislost viskozity na smykovém spádu při různých mag. polích pro kapalinu D1 [14]	36
Obr. 2-43 (a) Tokové křivky a (b) závislost viskozity na smykovém spádu při různých mag. polích pro kapalinu MRF-140CG [14]	36
Obr. 2-44 (a) Snímek mikročástic (délka proužku 2 μm); (b) snímek nanočástic (délka proužku 20 nm) [15]	37
Obr. 2-45 Schematické zobrazení experimentu (vlevo), jehla ASTM-D5-05a (vpravo) [15]	37

Obr. 2-46 Síla odporu prostředí vůči prostupující jehle MR kapalinou v závislosti na hloubce prostupu [15]	38
Obr. 2-47 Tokové křivky za slabých (vlevo) silných (vpravo) mag. polích [15]	38
Obr. 2-48 Reogram různých velikostí magnetických částic v mag. poli (115 Oe) [16]	39
Obr. 2-49 Porovnání tokových křivek monodisperzní a polydisperzní MR suspenze (100 Oe) [16]	39
Obr. 3-1 Příklad práce s daty – extrapolace výsledků podle magnetické indukce	40
Obr. 3-2 Příklad práce s daty – individuální interpolace výsledků podle podílu nanočástic	40
Obr. 3-3 Zobrazení mezí toku monodisperzních MR kapalin v závislosti na velikosti částic pro různé tvary částic (60 hm. %, 300 mT)	41
Obr. 3-4 Zobrazení sedimentačního spádu monodisperzních MR kapalin v závislosti na velikosti částic pro různé tvary částic (60 hm. %, 300 mT)	41
Obr. 3-5 Zobrazení meze toku bidisperzních MR kapalin v závislosti na velikosti částic v obou frakcích pro různé tvary částic (60 hm. %, 300 mT)	42
Obr. 3-6 Rychlost sedimentace v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 90:10 s celkově 60 hm. % částic a pro různé tvary částic	43
Obr. 3-7 Rychlost sedimentace v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 80:20 s celkově 60 hm. % částic a pro různé tvary částic	43
Obr. 3-8 Zobrazení porovnání sedimentační rychlosti bidisperzních a monodisperzních MR kapalin (vždy 60 hm. %) v závislosti na velikosti částic v obou frakcích pro různé tvary částic a různé poměry frakcí	44
Obr. 3-9 Detail grafu korigované rychlosti sedimentace viskozitou nosné kapaliny v závislosti na velikosti primárních a sekundárních částic pro různé druhy nosných kapalin (vždy bidisperzní MR kapalina 90:10 s 60 hm. % částic)	44
Obr. 3-10 Detail grafu zdánlivé viskozity v závislosti na velikosti primárních a sekundárních částic pro různé druhy nosných kapalin (vždy bidisperzní MR kapalina 90:10 s 60 hm. % částic, určena při 600 s^{-1} bez přítomnosti mag. pole)	45
Obr. 4-1 Závislost viskozity na poměru mezi oleji B28 a OL-J 32	49
Obr. 4-2 Závislost viskozity na poměru mezi oleji OL-J 32 a OL-J 3	49
Obr. 4-3 (a) Čistý olej Paramo B28, (b) zpěněný olej – bubliny na hladině, (c) zpěněný olej – bubliny v objemu (d) zpěněná MR kapalina	50
Obr. 4-4 Závislost magnetické indukce na pozici ve vzorku v různých časech značící lokální hustotu	51
Obr. 4-5 Popis standu k měření sedimentace [21]	51
Obr. 4-7 Pólový nástavec	52
Obr. 4-6 Schéma měření [23]	52
Obr. 4-9 Měřicí šterbina reometru [25]	54
Obr. 4-8 Schéma slit-flow reometru	54
Obr. 4-10 Graf závislosti polohy (modře) a rychlosti (oranžově) na čase během prováděného testu. Tmavě modře jsou vyznačeny body, ve kterých je určován smykový spád	55
Obr. 4-11 Detail grafu závislosti absolutní hodnoty rychlosti (modře) a tlakového spádu (oranžově) na čase během prováděného testu	56
Obr. 4-12 Graf průběhu teploty a smykového napětí v čase	56

Obr. 4-13 Porovnání polohy rozhraní v čase při inicializační sedimentaci pro vzorky o různých viskozitách a různých velikostech částic pro 44 μm částice (nahore) a 2 μm částice (dole). Výseče představují optimální polohu sedimentační křivky pro sedimentační test	58
Obr. 4-14 Závislost rychlosti sedimentace na viskozitě pro různé velikosti částic	59
Obr. 4-15 Závislost rychlosti sedimentace na viskozitě pro různé velikosti částic v logaritmických souřadnicích	59
Obr. 4-16 Viskozitní křivka směsi olejů (závislost viskozity na teplotě)	60
Obr. 5-1 Pozice rozhraní během sedimentace vzorku s obsahem 22 obj. % Fe částic v nosné kapalině o viskozitě 0,010 Pa·s (a) s průměrnou velikostí částic 2 μm , (b) s průměrnou velikostí částic 44 μm	61
Obr. 5-2 Závislost inicializační sedimentace na viskozitě nosné kapaliny pro různé velikosti částic a objemová množství částic	62
Obr. 5-3 Porovnání poklesu sedimentační rychlosti při navýšení podílu Fe částic	62
Obr. 5-4 Rychlost inicializační sedimentace v závislosti na velikosti částic pro různé koncentrace	63
Obr. 5-5 Rychlost inicializační sedimentace v závislosti na velikosti 2–8 μm částic pro různé koncentrace	64
Obr. 5-6 Sedimentační křivky bidisperzí s 2 μm primárními částicemi	64
Obr. 5-7 Sedimentační křivky bidisperzí s 5 μm primárními částicemi	65
Obr. 5-8 Sedimentační křivky bidisperzí s 8 μm primárními částicemi	65
Obr. 5-9 Porovnání hodnoty inicializační sedimentace všech vzorků bidisperzí a příslušné monodisperze v závislosti na velikosti primárních a sekundárních částic	66
Obr. 5-10 Tokové křivky MR kapaliny (32 obj. % 2 μm) za různých intenzit mag. pole pro teploty 40 °C a 60 °C	67
Obr. 5-11 Detail mezi toku v závislosti na velikosti částic při 40 °C pro různé koncentrace MR kapalin – nahore v magnetickém poli o intenzitě 140 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$, dole 70 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$	68
Obr. 5-13 Detail mezi toku v závislosti na velikosti částic při 40 °C v jedné koncentraci 22 obj. % (nahore), 32 obj. % (uprostřed) a 40 obj. % (dole) částic pro různé intenzity magnetického pole	69
Obr. 5-12 Grafy mezi toku všech vzorků v závislosti na velikosti částic při 40 °C pro různé koncentrace MR kapalin – nahore v magnetickém poli o intenzitě 140 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$, dole 70 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$	69
Obr. 5-14 Porovnání hodnoty meze toku všech vzorků bidisperzí a příslušné monodisperze v závislosti na velikosti primárních a sekundárních pro 140 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$ a 60 °C	70
Obr. 5-15 Graf snížení meze toku v závislosti na množství a velikosti nanočástic pro 140 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$ a 40 °C	71
Obr. 6-1 SEM snímek 8 μm částic. Originál fotky s měřítkem (nahore), ořezaná fotka ve vyhodnocovacím programu (dole)	73
Obr. 6-2 Graf distribuce velikosti částic ve vzorku „8 μm “	74
Obr. 6-3 Grafy sedimentační rychlosti v závislosti na velikosti částic, které jsou získané z měření na elektronovém mikroskopu	75
Obr. 6-3 Grafy sedimentační rychlosti v závislosti na velikosti částic, které jsou získané z měření na přístroji HELOS	75
Obr. 6-5 Graf rychlosti sedimentace v závislosti na velikosti částic korigovaný dynamickou viskozitou nosné kapaliny	76

Obr. 6-6 Graf rychlosti sedimentace v závislosti na velikosti částic v logaritmických souřadnicích	76
Obr. 6-7 Graf rychlosti sedimentace v závislosti na velikosti primárních a sekundárních částic korigovaný dynamickou viskozitou nosné kapaliny	77
Obr. 6-8 Pokles inicializační rychlosti sedimentace monodisperzí při změně koncentrace částic v MR kapalině pro částice o velikosti 2–8 μm (vlevo) a 44 μm (vpravo)	77
Obr. 6-5 Poměrný pokles inicializační rychlosti sedimentace monodisperzí při změně koncentrace částic v MR kapalině	78
Obr. 6-10 Poměrná změna rychlosti inicializační sedimentace bidisperzí při změně poměru primárních a sekundárních částic v MR kapalině	79
Obr. 6-11 Poměrný pokles meze toku bidisperzí při změně poměru primárních a sekundárních částic v MR kapalině při magnetickém poli o intenzitě $140 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$ a $40 \text{ }^\circ\text{C}$	80
Obr. 6-12 Tokové křivky za různých magnetických polí pro bidisperzní MR kapalinu obsahující celkově 22 obj. % částic – 95 % 8 μm a 5 % 115 nm (vlevo) a monodisperzní MR kapalinu s 22 obj. % 8 μm (vpravo)	80
Obr. 6-13 Porovnání sedimentační rychlosti monodisperzních MR kapalin (60 hm. %, viskozita 0,1 Pa·s) v závislosti na velikosti částic. Kruhové symboly označují data vyplývající z rešerše, čtverečky označují naměřená data	81
Obr. 6-14 Porovnání meze toku monodisperzních MR kapalin (60 hm. %, 600 mT) v závislosti na velikosti částic. Kruhové symboly označují data vyplývající z rešerše, čtverečky označují naměřená data	81
Příloha I Mez toku v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 90:10 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé tvary částic	97
Příloha II Mez toku v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 80:20 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé tvary částic	97
Příloha III Post-yield viskozita v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 90:10 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé tvary částic měřené při mag. indukci 300 mT	98
Příloha IV Rychlost sedimentace v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 80:20 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé nosné kapaliny	98
Příloha V Porovnání zpomalení rychlosti sedimentace bidisperzních vůči monodisperzním MR kapalinám v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci	99
Příloha VI Přírůstek viskozity bidisperzí vlivem přítomnosti Fe částic v závislosti na velikosti částic v obou frakcích. Je získán odečtení viskozity nosné kapaliny od celkové Off-State viskozity	99
Příloha VII Závislost směrnice rychlosti sedimentace na viskozitě nosné kapaliny měřená na ÚK FSI VUT v Brně [21]	100
Obr. VIII-2 SEM snímek – 2 μm HQ částice	101
Obr. VIII-1 SEM snímek – 2 μm částice	101
Obr. VIII-4 SEM snímek – 44 μm částice	102
Obr. VIII-3 SEM snímek – 8 μm částice	102

Obr. IX-1 Zpěněný olej s Lubrizolem v koncentraci (a) 0,05 hm. %, (b) 0,1 hm. % a (c) 1 hm. % 104

Obr. IX-2 (a) Nezpěněný olej; Zpěněný olej 1,5 Pa·s (b) bez odpěňovačů (c) s 0,05 % Lubrizolu a 0,012 % Lukosiolu 104

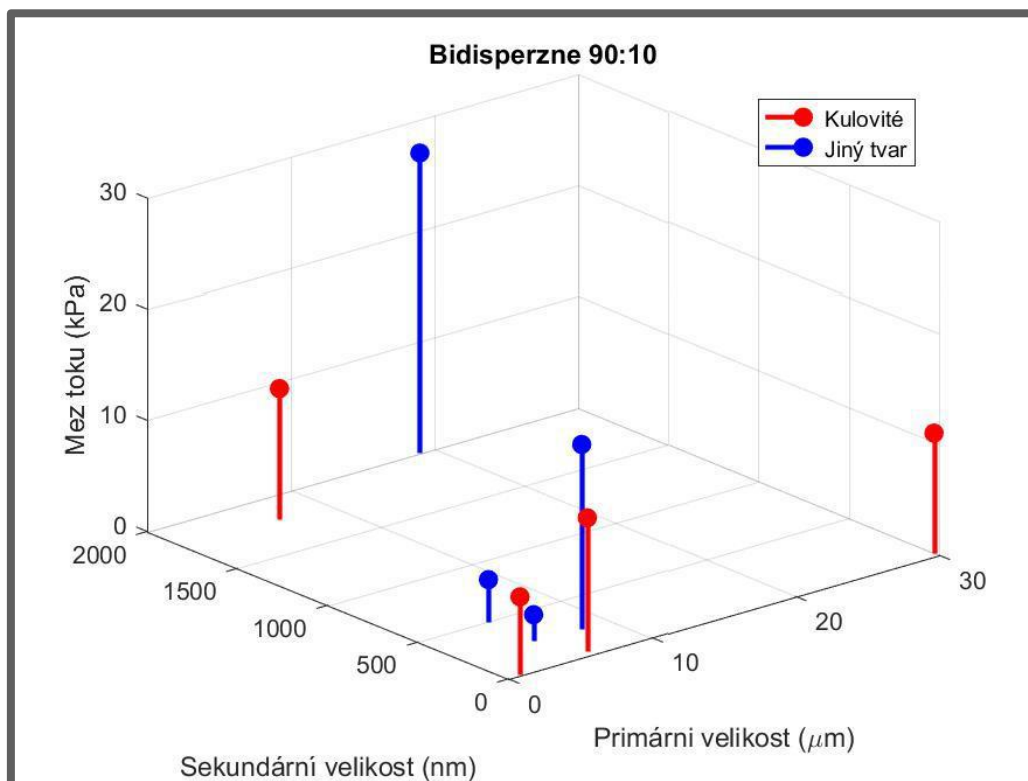
11 SEZNAM TABULEK**11**

Tab. 4-1 Dostupné mikročástice	47
Tab. 4-2 Dostupné nanočástice	48
Tab. 4-3 Dostupné oleje pro nosnou kapalinu	48
Tab. 4-4 Podmínky, za kterých je nutné použít konkrétní odpěňovače	50
Tab. 4-5 Zařízení v měřicím řetězci [21]	52
Tab. 4-6 Návrh obsahu částic zkoumaných vzorků v hm. %	53
Tab. 4-7 Zvolená magnetická pole pro měření	55
Tab. 4-8 Změřené hodnoty rychlostí sedimentace pro jednotlivé vzorky	57
Tab. 6-1 Srovnání velikosti částic různými metodami měření	74
Tab IX-1 Obdržené vzorky odpěňovačů	103

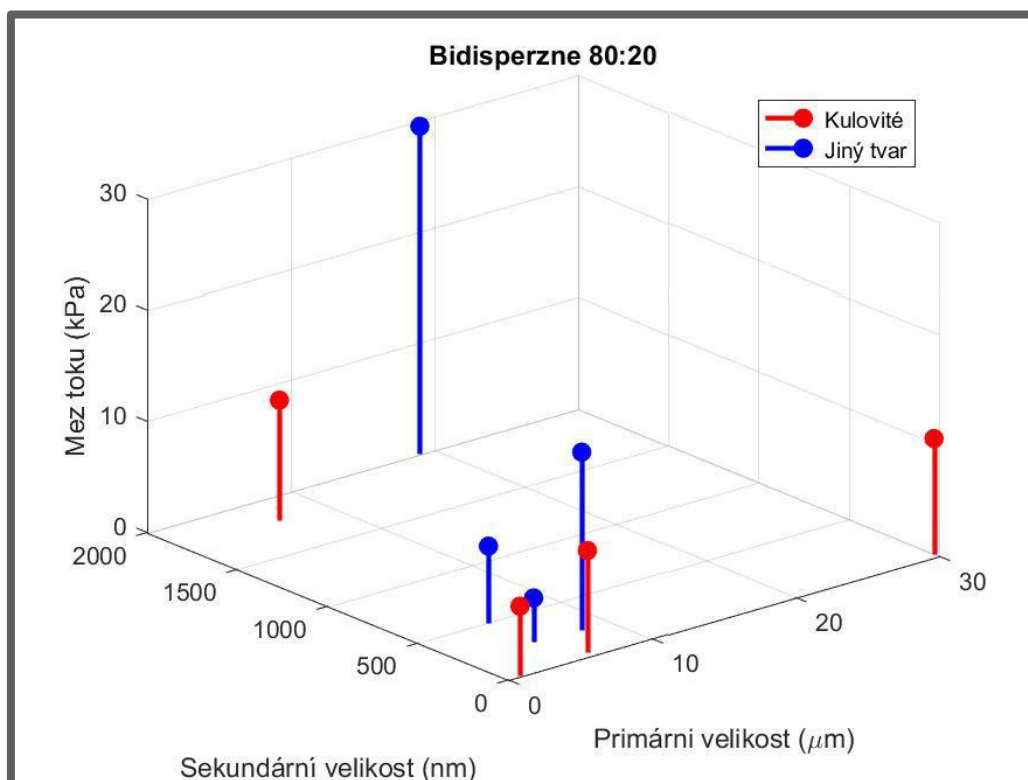
12 SEZNAM PŘÍLOH

- **Příloha I** Mez toku v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 90:10 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé tvary částic
- **Příloha II** Mez toku v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 80:20 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé tvary částic
- **Příloha III** Post-yield viskozita v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 90:10 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé tvary částic měřené při mag. indukci 300 mT
- **Příloha IV** Rychlost sedimentace v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 80:20 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé nosné kapaliny
- **Příloha V** Porovnání zpomalení rychlosti sedimentace bidisperzních vůči monodisperzním MR kapalinám v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci
- **Příloha VI** Přírůstek viskozity bidisperzí vlivem přítomnosti Fe částic v závislosti na velikosti částic v obou frakcích. Je získán odečtení viskozity nosné kapaliny od celkové Off-State viskozity
- **Příloha VII** Závislost směrnice rychlosti sedimentace na viskozitě nosné kapaliny měřená na ÚK FSI VUT v Brně [21]
- **Příloha VIII** SEM snímky
- **Příloha IX** Pěnění nosné kapaliny
- **Příloha X** Recyklace částic
- **Příloha XI** Vyhodnocovací skript sedimentace
- **Příloha XII** Opakování sedimentačního testu pomocí Arduino
- **Příloha XIII** Vyhodnocovací skript pro určení tokových křivek
- **Příloha XIV** Seznam provedených testů
- **Příloha XV** Odborný článek

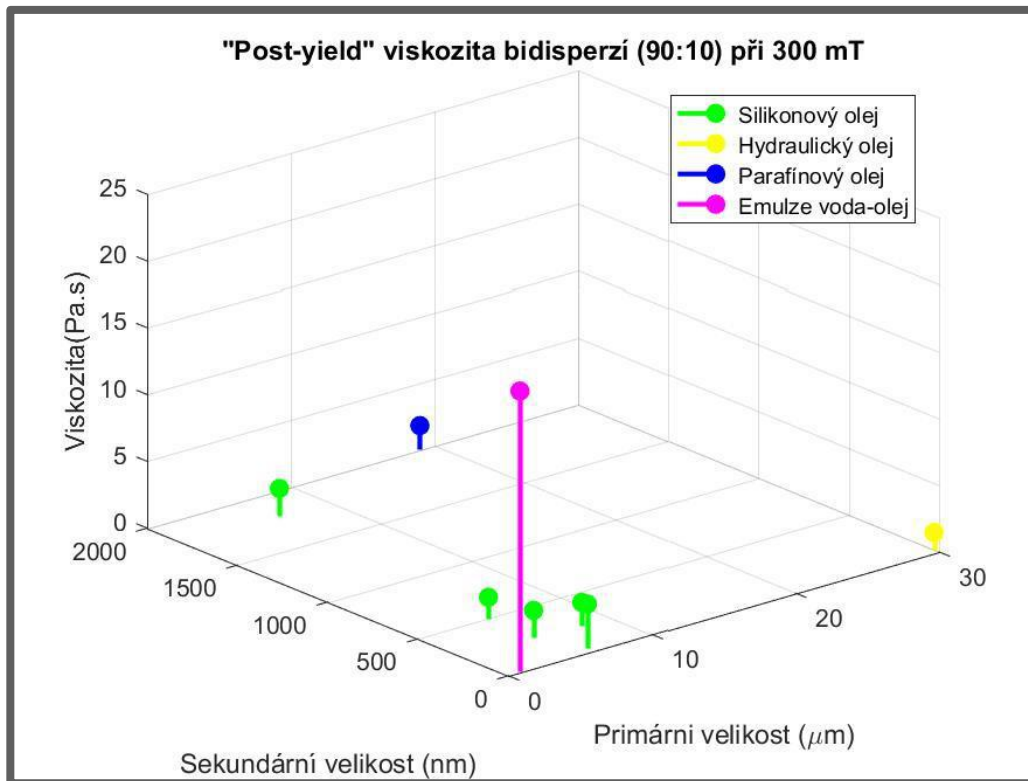
PŘÍLOHY



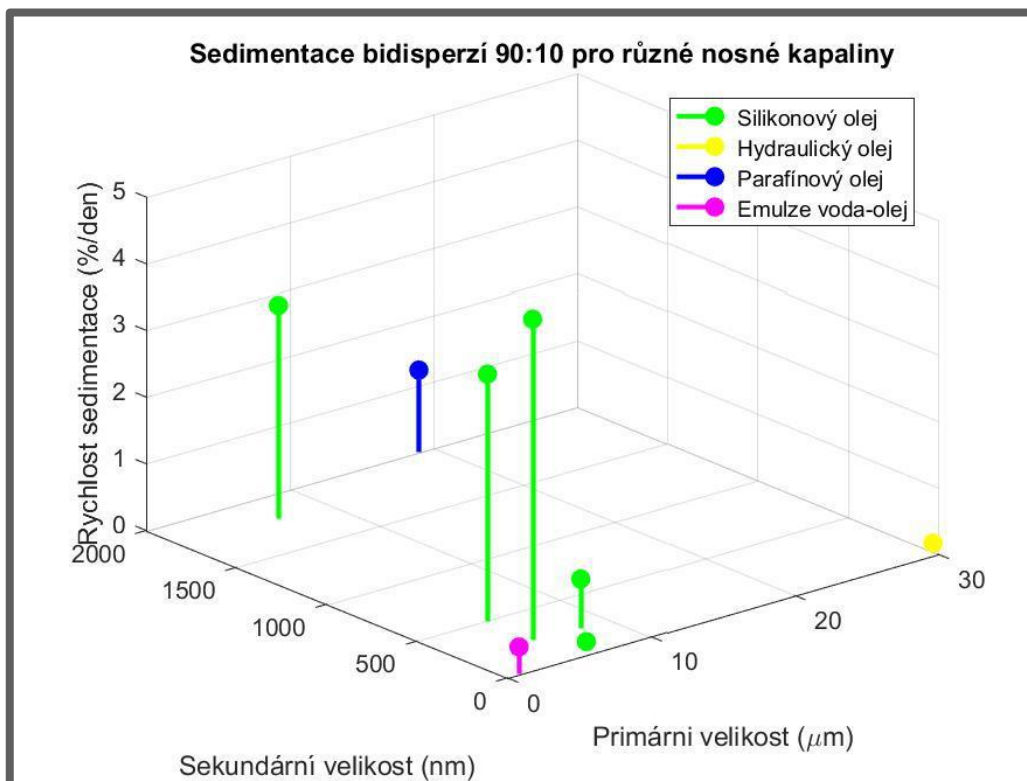
Příloha I Mez toku v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 90:10 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé tvary částic



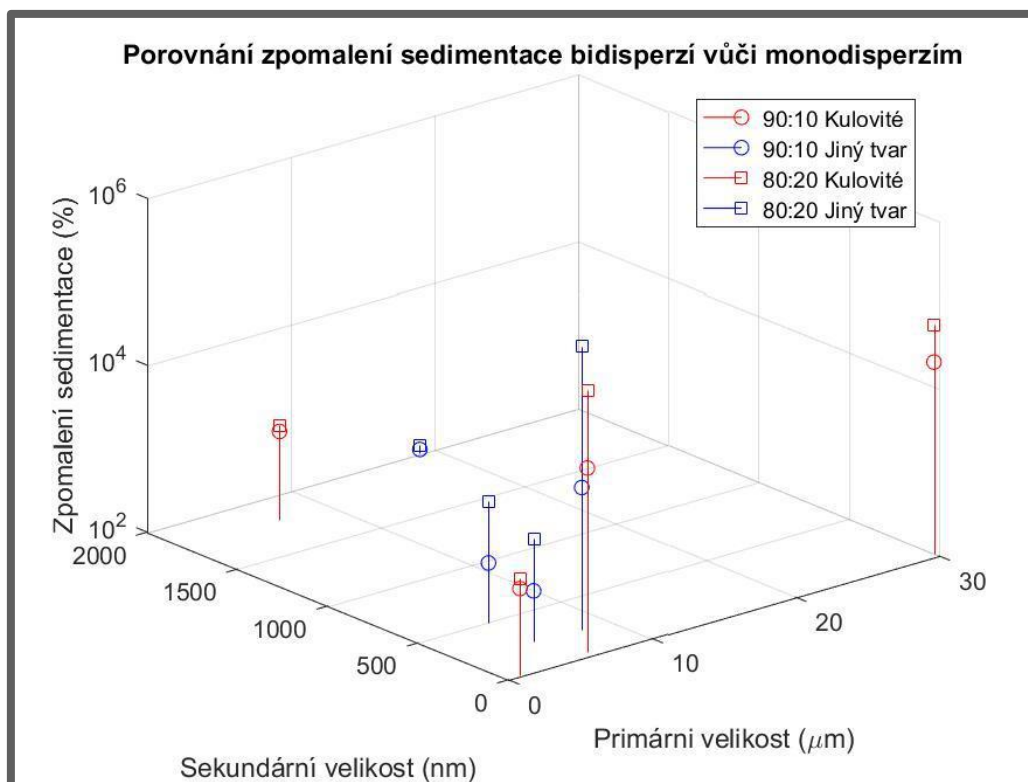
Příloha II Mez toku v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 80:20 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé tvary částic



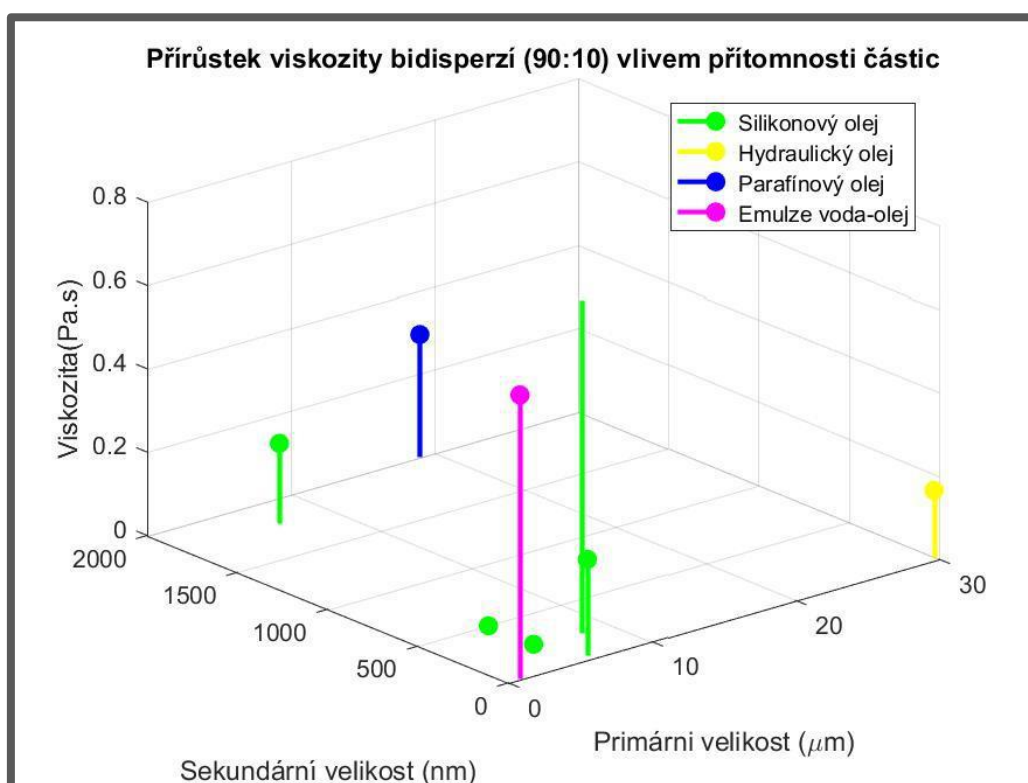
Příloha III Post-yield viskozita v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 90:10 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé tvary částic měřené při mag. indukci 300 mT



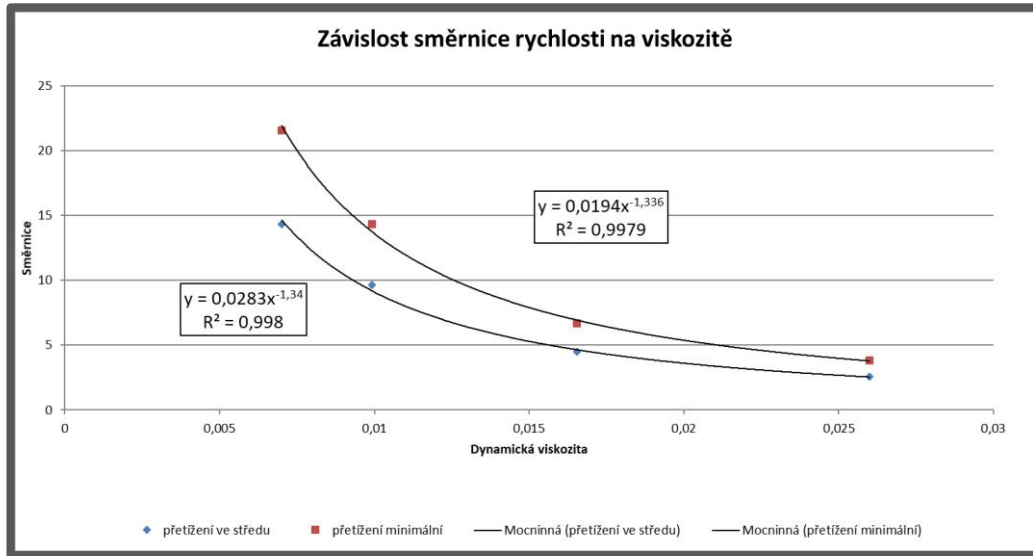
Příloha IV Rychlost sedimentace v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci pro MR kapaliny s poměrem frakcí 80:20 s celkově 60 hm. % Fe částic a pro různé nosné kapaliny



Příloha V Porovnání zpomalení rychlosti sedimentace bidisperzních vůči monodisperzním MR kapalinám v závislosti na velikosti částic v primární a sekundární frakci

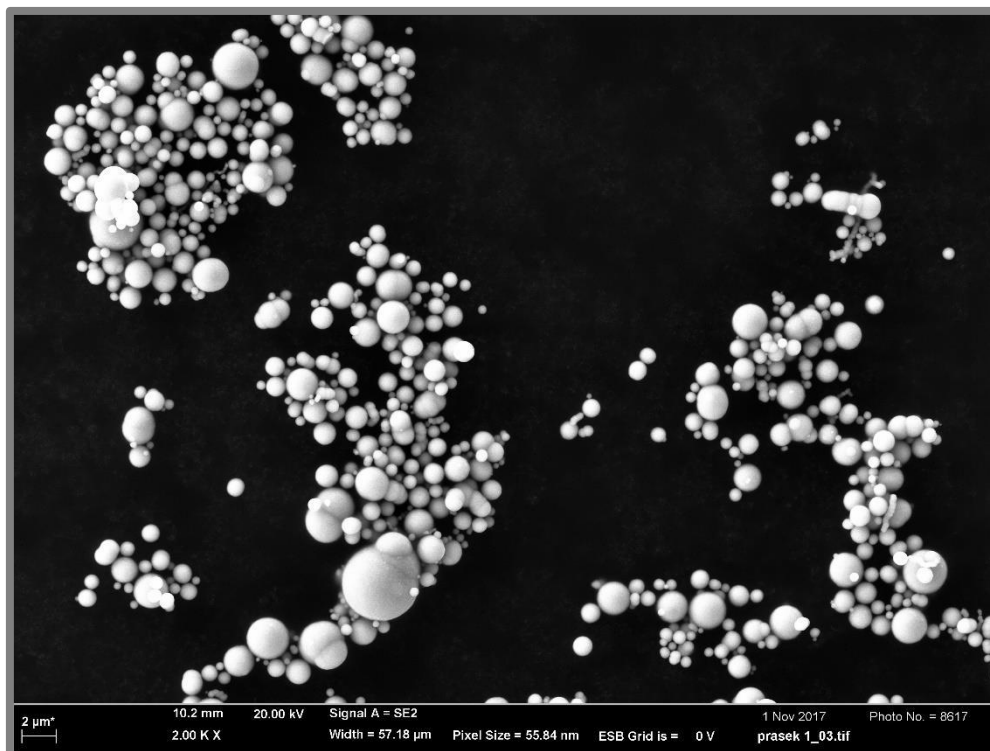


Příloha VI Přírůstek viskozity bidisperzí vlivem přítomnosti Fe částic v závislosti na velikosti částic v obou frakcích. Je získán odečet viskozity nosné kapaliny od celkové Off-State viskozity

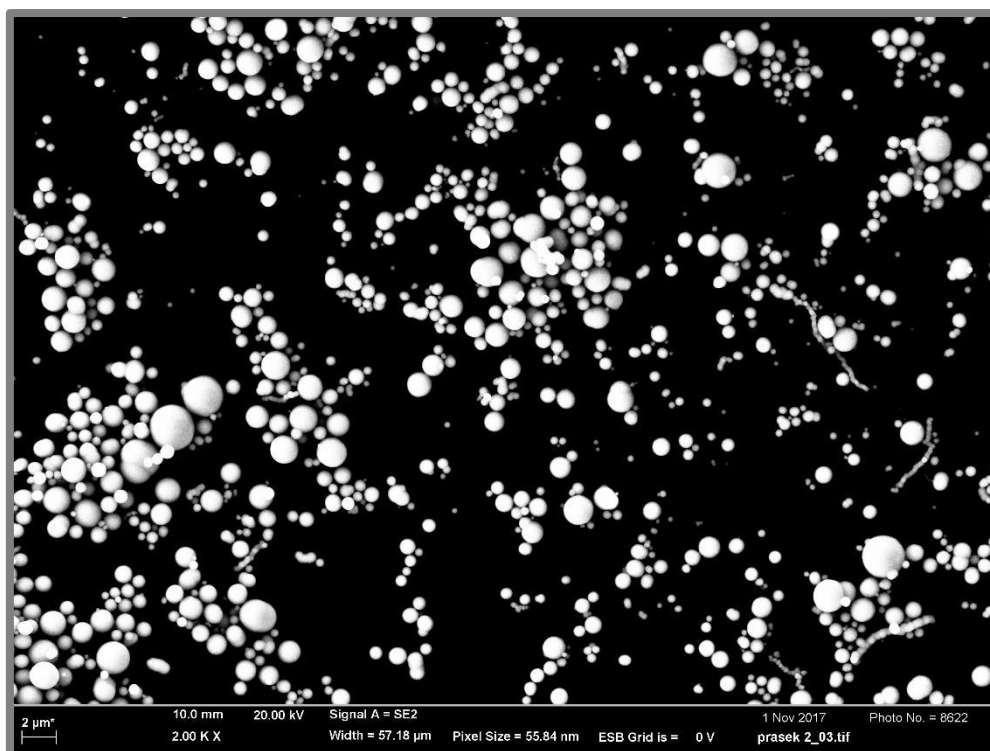


Příloha VII Závislost směrnice rychlosti sedimentace na viskozitě nosné kapaliny měřená na ÚK FSI VUT v Brně [21]

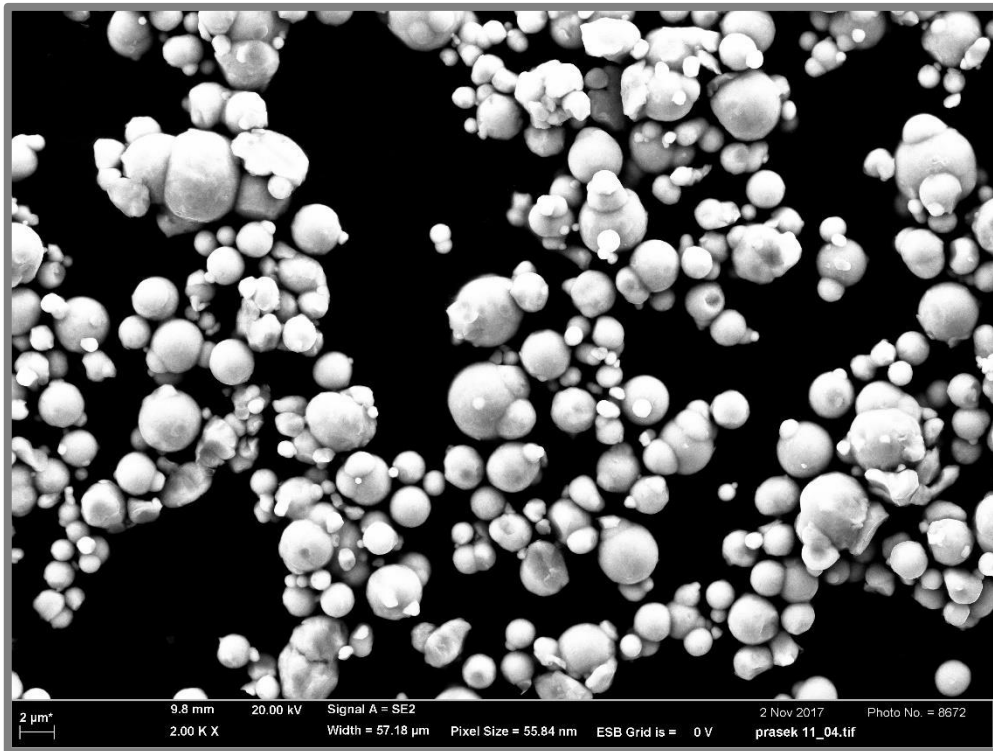
Příloha VIII – SEM snímky



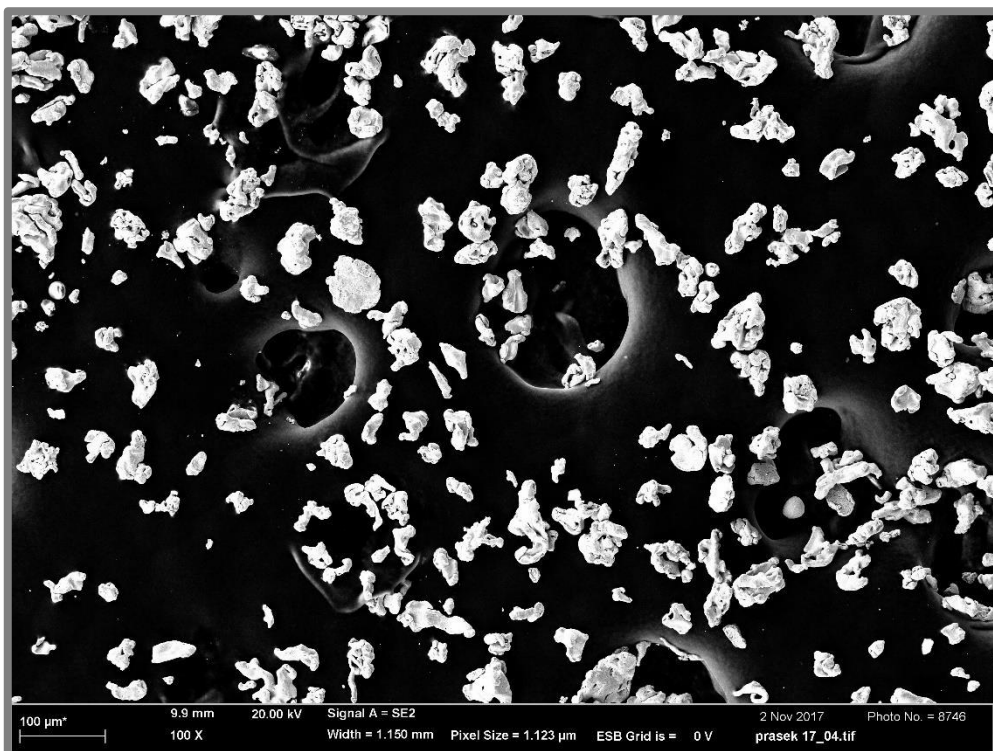
Obr. VIII-1 SEM snímek – 2 μm částice



Obr. VIII-2 SEM snímek – 2 μm HQ částice



Obr. VIII-3 SEM snímek – 8 μm částice



Obr. VIII-4 SEM snímek – 44 μm částice

Příloha IX – Pěnění nosné kapaliny

Jak bylo již zmíněno v kapitole 4.2, jako nosná kapalina k testům byl vybrán směs olejů s nižší viskozitou, který problémy s pěněním nevykazuje. Zde uvedené výsledky jsou ale zajímavé a mohou v budoucnu pomoci ve výběru základového oleje pro MR kapalinu do reálné průmyslové aplikace.

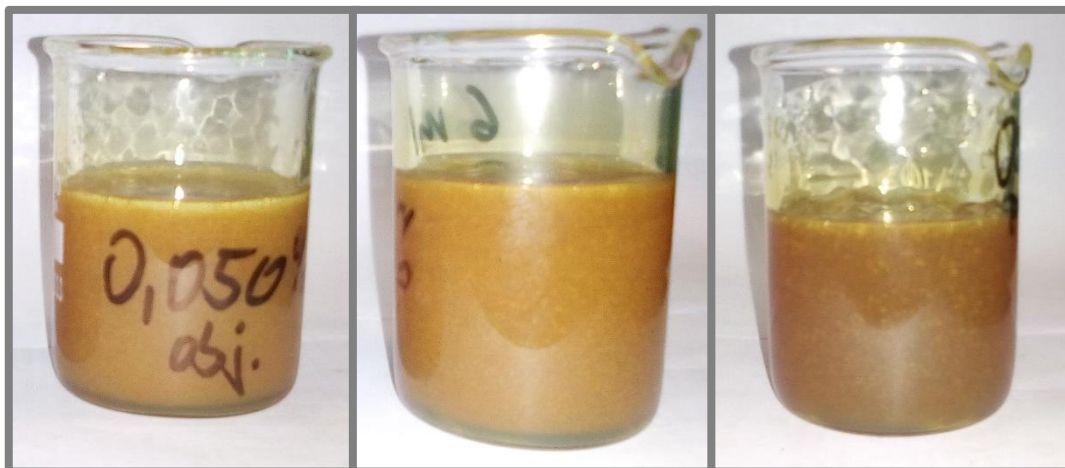
Olej (PARAMO B28) zamýšlený pro použití jako nosný pro MR kapalinu se chová nestandardně. Při jeho rozmíchávání vyššími rychlostmi (nad cca 500 ot/min) dochází ke vzniku bublin jak v objemu, tak na povrchu. Tento problém je možné vidět na obrázku 4.3. Kvůli vysokým smykovým rychlostem při testech ve slit-flow reometru, kde MR kapalina protéká škrticí štěrbinou vysokou smykovou rychlostí, není možné pěnění v tomto množství akceptovat kvůli vysokému riziku ovlivnění výsledků měření. Bublinky zanikají velice pomalu kvůli vysoké viskozitě (3 Pa·s při 20 °C). Proto se v prvním kroku přistoupilo k snížení viskozity na 2 Pa·s při 20 °C přidáním 6 hm. % ložiskového oleje PARAMO OL-J 32. Tato směs reagovala míchání podobně jako čistá B28.

Bylo přistoupeno k přidání protipěnivých přísad. Od vývojového oddělení firmy Paramo jsme obdrželi dva odpěňovače (tab. IX-1).

Tab IX-1 Obdržené vzorky odpěňovačů

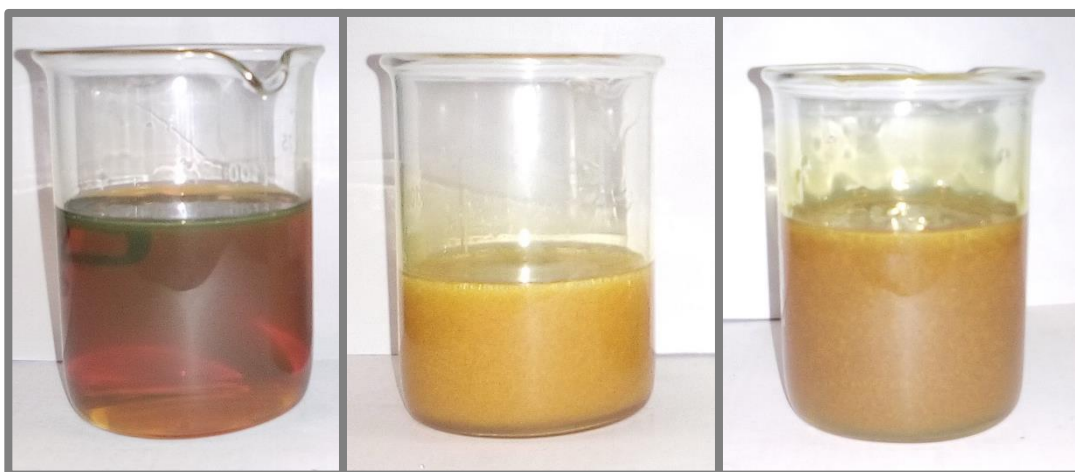
Název	Použití – odstranění bublin	Doporučená koncentrace (hm. %)	Producent
Lubrizol 889D	v objemu	0,005-0,050	Lubrizol France
Lukosiol RX	na hladině	0,003-0,012	Lučební závody a.s., Kolín

Protože doporučené koncentrace jsou tak malé, že pro účely testování je nešlo efektivně nabírat (objemy v řádech jednotek mikrolitrů), byla rozmíchána nejprve 1% směs každého z odpěňovačů s olejem, ze které se následně rozmíchávaly vzorky s doporučenou koncentrací. Na obrázku IX-1a je nejvyšší doporučená koncentrace 0,05 hm. % Lubrizolu ve směsi oleje o viskozitě 2 Pa·s. Vzhledem k silnému zpěnění bylo přistoupeno k navýšení koncentrace na dvojnásobek maximální doporučené dávky (obr. IX-1b). Vzorek nevykazoval zjevné zlepšení. Na obr. IX-1c je rozmíchaný vzorek s koncentrací 1%. Zde lze pozorovat zlepšení, ale bublinky v oleji stále zůstávají. Vzorky s Lukosiolem vykazovaly velice podobné výsledky



Obr. IX-1 Zpěňný olej s Lubrizolem v koncentraci (a) 0,05 hm. %, (b) 0,1 hm. % a (c) 1 hm. %

Následně bylo přikročeno k testu, kdy byl touto rychlostí rozmíchán hydraulický olej, který má výrazně nižší viskozitu přibližně 0,1 Pa·s. Tento olej byl odolný proti jakémukoli pění. Dalším rozumným postupem se tedy jeví snížení viskozity. Byla rozmíchána směs B28 s 10 hm. % OL-J 32, která měla viskozitu 1,5 Pa·s při 20 C°. Na obr. IX-2a je tento vzorek zpěněn a na IX-2b je zpěněn po přidání 0,05 hm. % Lubrizolu a 0,012 hm. % Lukosiolu. Závěrem z tohoto testování lze říct, že oba přípravky opravdu pomáhají snižovat množství vzduchových bublin v oleji, ale je nutné snížit viskozitu natolik, aby stoupaly kapalinou k hladině výrazně rychleji.



Obr. IX-2 (a) Nezpěňný olej; Zpěňný olej 1,5 Pa·s (b) bez odpěňovačů (c) s 0,05 % Lubrizolu a 0,012 % Lukosiolu

Na obrázku 4-1 je možné vidět viskozitu v závislosti na množství oleje OL-J 32 v B28. Díky proložení naměřených hodnot Andrade-Eyringovým modelem získáváme představu o průběhu, na jehož základě byla namíchána směs s 14,5 hm. % OL-J 32 (1 Pa·s). Tento vzorek už vykazoval malé množství tvorby bublin, ale byl stále tak viskózní, že neumožňoval měření sedimentace. V dalším je směs olejů OL-J 32 (23 hm. %) a B28 (77 hm. %) s viskozitou 0,6 Pa·s, kdy pěnivost je už velmi malá a sedimentace se na základě provedeného experimentu dá proměřit během jednoho dne se 44 mikronovými železnými částicemi. S menšími částicemi tomu tak ovšem není. Je nutné snížit viskozitu z jiného důvodu, než jen kvůli pění. Shrnutí výsledků tohoto testování je uvedeno v tab. 4-3.

Příloha X – Recyklace částic

Používané železné částice v MR kapalinách po skončení testu je možné znovu použít. K recyklaci a znovuvyužití částic dochází zejména kvůli složité dostupnosti prášků a úspoře přírodních a ekonomických zdrojů. Je třeba před opětovným použitím provést několik úkonů pro udržení (popř. obnovení) jejich jakosti. Tento proces byl opakovaním zdokonalen na tento:

1. Odstranění oleje

K odstranění oleje využijeme usazování částic. Po usazení na dno zůstane většina oleje nad práškem a můžeme olej vylít nebo odsát stříkačkou.

2. Vymytí oleje

Nosný olej MR kapaliny je v čistém prášku nežádoucí. K jeho odstranění dochází reakcí s hexanem nebo benzínem. Aceton je pro tento proces příliš slabý. Nalejeme jeden z uvedených odmašťovačů do kádinky přibližně v poměru 2 díly na 1 díl prášku. Poté dobře rozmícháme směs. Kvůli nízké viskozitě prášek sedimentuje výrazně rychleji. Pro urychlení sedimentace je možné využít centrifugu. U menších velikostí částic je to nutné. Po usazení vylijeme benzín nebo hexan. Tento proces opakujeme tak dlouho, dokud není hexan nebo benzín na pohled čistý i po kontaminaci olejem nebo dokud prášek po nabrání lžičkou ihned neuschne.

3. Vysušení prášku

Prášek sušíme rozprostřený v peci při 60 °C nejlépe 1 až 3 dny. Poté je prášek znovu možno využít. Bylo ověřeno, že tento proces nemá vliv na sedimentační charakteristiky.

Příloha XI – Vyhodnocovací skript sedimentace

```
clear all;
close all;
clc;

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
% ----- ZADEJ -----%

filename = '2mikro_RT_32vol';           % jméno souborů s měřením;
zároveň jméno souboru s výstupem
files_number = 681;                    % počet souborů pro analýzu
vzorek = 1;                            % čísla vzorků
windowTime = 0.2;                      % velikost okénka pro filtraci -
nastavuje se délka okénka v sekundách!

% ----- KONEC -----%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

output =
struct('name', {}, 'nefiltr', {}, 'filtr', {}, 'integral', {}, 'hladina_ind'
, {}, 'hladina_pol', {}, 'time', {});

switch vzorek
    case 1
        hladina = 26.2;
    case 2
        hladina = 25.3;
    case 3
        hladina = 22.8;
    case 4
        hladina = 26.7;
    case 5
        hladina = 22.7;
    case 6
        hladina = 22.8;
    case 7
        hladina = 30.0;
end

if exist([filename, '.mat'], 'file')
    delete ([filename, '.mat']);
end

TOS = zeros(files_number,1);

for i = 0:(files_number-1)
    if i<10
        st = ['000', int2str(i)];
    elseif i>=10 && i<100
        st = ['00', int2str(i)];
    elseif i>=100
        st = ['0', int2str(i)];
    end
end
```

```
eval(['load ', filename, '_', st, '.mat'])
size_output = i + 1;

% úprava a promazání načtených proměnných

clear Datal_time_poloha;
clear Datal_time_proud;
clear Datal_time_indukce;
indukce = Datal_indukce;
poloha = Datal_poloha;
proud = mean(Datal_proud); clear Datal_poloha_count; clear
Datal_poloha_MIN;
clear Datal_indukce; clear Datal_time_poloha_count;
clear Datal_poloha; clear Post_time; clear Pre_time;
clear Datal_proud; clear Store_type; clear Start_trigger_times;
clear Number_of_channels;
TOS(i+1,1) = Start_time; clear Start_time

poloha_end = max(poloha)-min(poloha);
poloha = poloha -(min(poloha)+ hladina);

%popis matice
% 1.sloupec = poloha
% 2.sloupec = indukce
% 3.sloupec = zprůměrovaná indukce z 2. sloupec po roztřídění

matice = [poloha indukce];
matice = sortrows(matice);

% FILTR - šířka okénka je definovaná dle vzorkovací frekvence
windowSize = windowTime * Sample_rate;

matice (:,3) =
filter(ones(1,windowSize)/windowSize,1,matice(1:end,2));

%vykreslení čar začátku hladiny a konce odměrného válce (definice
pro graf
%zprůměrovaných hodnot, neplatí pro graf RESULTS)
graf_start=[0 round(min(indukce))-0.5; 0 round(max(indukce))+0.5];
graf_konec=[round(max(poloha),1) round(min(indukce))-0.5;
round(max(poloha),1) round(max(indukce))+0.5];

% posun filtrovaných dat o polovinu okénka a uložení do proměnné
Filtr_indukce
Filtr_indukce=[matice(151:(end-
windowSize/2),1),matice((150+windowSize/2+1):end,3)];

% odečtení offsetu od naměřených dat
index_nuly = find((Filtr_indukce(:,1))>=-5.5) &
(Filtr_indukce(:,1)<=-5));
prumer = mean(Filtr_indukce(1:index_nuly(1,1),2));
Filtr_indukce(:,2) = (Filtr_indukce(:,2) - prumer);

%%% VYKRESLENÍ ZDROJOVÝCH DAT A ZPRŮMĚROVANÝCH %%%

figure
```

```
hold on;
plot
(matice(1:end,1),matice(1:end,2),'k','LineStyle','none','Marker','.',
,'MarkerSize',4);
plot(matice(151:(end-
windowSize/2),1),matice((150+windowSize/2+1):end,3),'r','LineStyle',
'none','Marker','.', 'MarkerSize',4.5);
plot(graf_start(1:2,1),graf_start(1:2,2));
plot(graf_konec(1:2,1),graf_konec(1:2,2));
hold off;

% výpočet plochy (integrálu) pod křivkou indukce
n=length(Filtr_indukce)-1;
integral = 0;

for k=1:(n-1)
    integral = (abs(Filtr_indukce(k+1,1))-
abs(Filtr_indukce(k,1)))*Filtr_indukce(k,2)+integral;
end

% vynásobení indukce poměrem integrálů
if size_output>1
Filtr_indukce(1:end,2)=Filtr_indukce(1:end,2)*(output(1,1).integral/
integral);
end;

% uložení do proměnné Output
output(size_output,1).name=File_name;
output(size_output,1).nefiltr=[matice(1:end,1) matice(1:end,2)];
output(size_output,1).filtr=[Filtr_indukce(1:end,1),Filtr_indukce(1:
end,2)];
output(size_output,1).integral=integral;

%detekce hladiny sedimentu
if size_output>1

hladina_pozice=find(output(size_output,1).filtr(1:end,2)>=output(1,1
).hladina_ind &
output(size_output,1).filtr(1:end,2)<=(output(1,1).hladina_ind+0.02)
);

output(size_output,1).hladina_pol=output(size_output,1).filtr(hladin
a_pozice(1,1),1);
else
    hladina_pozice = find(output(1,1).filtr(1:end,1)>=0 &
output(1,1).filtr(1:end,1)<=0.10);
    hladina_indukce = output(1,1).filtr(hladina_pozice(1,1),2);
    output(1,1).hladina_ind=hladina_indukce;
    output(1,1).hladina_pol=0;
end;

%vykreslení úrovně indukce pro hladinu sedimentu
nula=[0 output(1,1).hladina_ind; 163.5 output(1,1).hladina_ind];

% uložení průběžných výsledků
save([filename, '.mat'], 'output');
```

```
end;
close all
% úprava formátu času měření
TOS = round((TOS - TOS(1,1))*24*60); % čas v minutách

for i = 1:(files_number-0)
    output(i,1).time = TOS(i,1);
end

% úprava Start a Konce pro vykreslení bez offsetu
graf_start=[0 0; 0 round(max(Filtr_indukce(:,2))+0.5)];
graf_konec=[round(max(poloha),1) 0; round(max(poloha),1)
round(max(Filtr_indukce(:,2))+0.5)];

% barvy grafu + legenda
color_matice = [0 0 0; 0 0 143; 0 0 255; 0 159 255; 0 255 255; 121
255 121; 210 255 77; 255 210 77; 255 121 77; 255 75 15; 255 77 121;
255 77 210; 210 77 255; 209 52 0];
color_matice = color_matice/255;

figure1 = figure('PaperSize',[20.98 29.68],'Color',[1 1
1],'Position',[10 50 1660
930],'NumberTitle','off','Name','Results');
axes1 = axes('Parent',figure1,'Position',[0.13 0.15 0.775
0.7859],'FontWeight','bold','FontSize',16,'FontName','Calibri');
hold on;

% vykreslení všech křivek
for k=1:size_output
    plot
    (output(k,1).filtr(1:end,1),output(k,1).filtr(1:end,2),'Color',color
_matice(k,1:3),...
    'LineStyle','-
','LineWidth',2,'Marker','none','DisplayName',[num2str(TOS(k,1)), '
min']);
end
plot(graf_start(1:2,1),graf_start(1:2,2),'LineWidth',3,'Color',[1 0
0],'DisplayName','Surface');
plot(graf_konec(1:2,1),graf_konec(1:2,2),'LineWidth',3,'Color',[1 0
0],'DisplayName','Bottom');
plot(nula(1:2,1),nula(1:2,2),'DisplayName','Zero');
xlabel('Position [mm]','fontname',
'Calibri','fontsize',20,'fontweight','b');
ylabel('Magnetic flux density [mT]','fontname',
'calibri','fontsize',20,'fontweight','b');
title([filename,' - course of sediment during long-term
sedimentation'],'fontname',
'calibri','fontsize',20,'fontweight','b');

% vygenerování legendy
legend1 = legend(axes1,'show');
set(legend1,'EdgeColor',[1 1
1],'Orientation','horizontal','Position',[0.2831 0.02 0.551
0.04579],'FontSize',14);

% vytvoření šipek v grafu
```

```
annotation(figure1,'arrow',[0.325 0.29],[0.7502
0.7014],'LineWidth',2);
annotation(figure1,'arrow',[0.749 0.779],[0.43
0.4728],'LineWidth',2);

% vytvoření popisků k šipkám
annotation(figure1,'textbox',[0.315 0.7372 0.05436 0.06376],
'String',{'Surface'},'FontWeight','bold',...
'FontSize',16,'FontName','Times New
Roman','FitBoxToText','off','EdgeColor','none');
annotation(figure1,'textbox',[0.698 0.3952 0.05436
0.06376],'String',{'Bottom'},'FontWeight','bold',...
'FontSize',16,'FontName','Times New
Roman','FitBoxToText','off','EdgeColor','none');

hold off;

%% Vyhodnocení rychlosti

figure2 = figure('PaperSize',[20.98 29.68],'Color',[1 1
1],'Position',[10 50 1660
930],'NumberTitle','off','Name','Results');
axes1 = axes('Parent',figure2,'Position',[0.13 0.15 0.775
0.7859],'FontWeight','bold','FontSize',16,'FontName','Calibri');
hold on;

plot (TOS,-
[output.hladina_pol],'Color','r','LineStyle','none','Marker','.', 'Ma
rkerSize',20,'DisplayName',[num2str(TOS(k,1)), ' min']);

xlabel('Time [min]','fontname',
'Calibri','fontsize',20,'fontweight','b');
ylabel('Position [mm]','fontname',
'calibri','fontsize',20,'fontweight','b');
title([filename,' - Mudline position'],'fontname',
'calibri','fontsize',20,'fontweight','b');

%% PROLOŽENÍ PŘÍMKAMI
myarray = strcat('Bod
',cellfun(@num2str,num2cell((1:size_output)'), 'UniformOutput',false)
);
dolni = menu('Určete PRVNÍ bod proložení!',myarray);
horni = menu('Určete POSLEDNÍ bod proložení!',myarray);

TOS = TOS(dolni:horni)';

koef = polyfit(TOS,-[output(dolni:horni).hladina_pol],1);
fitted_curve1(:,1) = (0:TOS(1,(horni-dolni)+1)/20:TOS(1,(horni-
dolni)+1)*1.3);
fitted_curve1(:,2) = polyval(koef,fitted_curve1(:,1));
plot(fitted_curve1(:,1),fitted_curve1(:,2),'r--');

% vytvoření rovnice v grafu
```

```
annotation(figure2,'textbox',[0.2314 0.7372 0.1436 0.06376],
'String',[ 'y = ',num2str(koef(1,1)), 'x + ',num2str(koef(1,2))],...
'FontWeight','bold','FontSize',16,'FontName','Times New
Roman','FitBoxToText','off','EdgeColor','none');

% Spodní přímka
dotaz = menu('Jsou k dispozici body po konci
sedimentace?','ANO','NE');

switch dotaz
case 1
    fitted_curve2(:,1) =
0:output(end,1).time/10:output(end,1).time*1.1;
    fitted_curve2(:,2) = -output(end,1).hladina_pol;
    plot(fitted_curve2(:,1),fitted_curve2(:,2),'b--');

    % vygenerování legendy
    legend2 = legend('measured data','initial sedimentation
fitted','sediment fitted');
    set(legend2,'EdgeColor',[1 1
1], 'Orientation','horizontal','Position',[0.2831 0.02 0.551
0.04579], 'FontSize',14);
    otherwise
    % vygenerování legendy
    legend2 = legend('measured','fitted');
    set(legend2,'EdgeColor',[1 1
1], 'Orientation','horizontal','Position',[0.2831 0.02 0.551
0.04579], 'FontSize',14);
end
grid on
hold off;

%% VÝPIS HODNOT

fprintf('Rovnice proložení je:\n y = %.4f . x +
%.2f\n',koef(1,1),koef(1,2));

x = abs(koef(1,1))*60;
fprintf('Rychlost inicializační sedimentace je: %.1f mm/h\n',x);

if dotaz == 1
    fprintf('Konečná pozice mudline je: %.1f mm/h\n',-
output(end,1).hladina_pol);
    clear x
    clear y
    x = abs((max(poloha)-min(poloha))-hladina);
    y = ((x - abs(output(end,1).hladina_pol))/x)*100;
    fprintf('Usazenina tvoří: %.1f %% \n',y);
    clear x
    clear y
end
```

Příloha XII – Opakování sedimentačního testu pomocí Arduino

```
// Inicializace

int spinac = 12;
int rele = 8;
long cas = 0;
int frekvence;
int stavspinac = 0;
long dalsi;
long akt = 1;

void setup() {

Serial.begin(9600);

pinMode(spinac, INPUT_PULLUP);
pinMode(rele, OUTPUT);
pinMode(13, OUTPUT);

// Hodnota frekvence měřená v (min)
frekvence = 1;

digitalWrite(rele, LOW);
digitalWrite(13, LOW);
dalsi = frekvence;

}

void loop() {

int pot = analogRead(A0);

if (pot < 256) {
    if ( frekvence != 1 ) {
        dalsi = 1;
    }
    frekvence = 1;
}
if (pot >= 256 && pot < 512) {
    if ( frekvence != 10 ) {
        dalsi = 10;
    }
    frekvence = 10;
}
if (pot >= 512 && pot < 768) {
    if ( frekvence != 30 ) {
        dalsi = 30;
    }
    frekvence = 30;
}
if (pot >= 768) {
    if ( frekvence != 60 ) {
```

```
        dalsi = 60;
    }
    frekvence = 60;
}

delay(1000);

stavspinac = digitalRead(spinac);

akt = millis();
cas = akt + (frekvence * 60000);

if (stavspinac == LOW) {
    digitalWrite(13, HIGH);
    if (cas >= dalsi) {
        digitalWrite(rele, HIGH);
        delay(5000);
        digitalWrite(rele, LOW);
        delay(55000);

        dalsi = cas + (frekvence * 60000);
    }
}

if (stavspinac == HIGH) {
    digitalWrite(13, LOW);
}
```

Příloha XIII – Vyhodnocovací skript pro určení tokových křivek

```

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
% ----- Verze 1 -----%

% Nutné řazení dat

% 0 = 0kAm
% 1 = 0kAm 60st
% 2 = 35kAm
% 3 = 35kAm 60st
% 4 = 70kAm
% 5 = 70kAm 60st
% 6 = 105kAm
% 7 = 105kAm 60st
% 8 = 140kAm
% 9 = 140kAm 60st

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

clear all;
close all;
clc;

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
% ----- ZADEJ -----%
vzorek_zacatek = 212; %
vzorek_konec = 218; %
% ----- KONEC -----%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
format compact

% Příprava struktury k zápisu
output = struct('spad',{},'napeti',{},'mez_toku',{},'teplota',{});

filename = 'SIN_sweep_30mm_vule2mm'; % jméno souborů s
měření; zároveň jméno souboru s výstupem
files_number = 10; % počet souborů pro analýzu

if exist([filename,'.mat'],'file')
    delete ([filename,'.mat']); %vymazání předchozího
souboru s uloženými a upravenými daty
end

%% Kalibrace

% Načtení prvního souboru pro kalibraci
eval(['load ', filename, '_',int2str(0),'.mat'])

tlak_up = [Data1_time_tlak_up,Data1_tlak_up];
tlak_down = [Data1_time_tlak_down,Data1_tlak_down];
poloha = [Data1_time_poloha_Inova,Data1_poloha_Inova];
clear Data1_poloha_Inova; clear Data1_calc_poloha;

```

```
clear Datal_teplota; clear Datal_Poloha;
clear Datal_tlak_up; clear Datal_Poloha_Filtr;
clear Datal_tlak_down; clear Datal_Poloha_MAX;
clear Datal_time_poloha_Inova; clear Datal_Poloha_MIN;
clear Datal_time_tlak_up; clear Datal_proud;
clear Datal_time_tlak_down; clear Datal_time_calc_poloha;
clear Datal_time_Poloha; clear Datal_time_Poloha_Filtr;
clear Datal_time_Poloha_MAX; clear Datal_time_Poloha_MIN;
clear Datal_time_teplota; clear Datal_time_tlakovy_spad;
clear Datal_time_proud; clear Datal_tlakovy_spad;
clear Number_of_channels; clear Store_type;
clear Start_time;

% Vykreslení části signálu pro kalibraci
figure(1)
plot (poloha(:,1),poloha(:,2));
xlim([vzorek_zacatek vzorek_konec]);
ylim([-1 1]);
grid on

% Dialogové okno
kalibrace = menu('Je píšť statický?', 'Ano', 'Ne');

if kalibrace == 2
    error('Nutno vybrat jinou oblast pro kalibraci tlakových
snímačů')
end
clear kalibrace
close all

k=1;
for i = 1:(size(poloha,1))
    if tlak_up(i,1) > vzorek_zacatek && tlak_up(i,1) < vzorek_konec
        kalibrace_tlak_up(k,1) = tlak_up(i,2);
        kalibrace_tlak_down(k,1) = tlak_down(i,2);
        k=k+1;
    end
end
clear k

kalibrace = kalibrace_tlak_up(:,1)-kalibrace_tlak_down(:,1);
kalibrace = mean(kalibrace); % kalibrační konstanta

% Vyhodnocovací smyčka tokových křivek

for i = 0:(files_number-1)

size_output = i + 1;

% Načtení souboru
eval(['load ', filename, '_', int2str(i), '.mat'])

% Úprava a promazání načtených proměnných
poloha = [Datal_time_poloha_Inova,Datal_poloha_Inova];
```

```
teplota = mean(Data1_teploata);
tlak_up = [Data1_time_tlak_up,Data1_tlak_up];
tlak_down = [Data1_time_tlak_down,Data1_tlak_down];
clear Data1_poloha_Inova; clear Data1_calc_poloha;
clear Data1_teploata; clear Data1_Poloha;
clear Data1_tlak_up; clear Data1_Poloha_Filtr;
clear Data1_tlak_down; clear Data1_Poloha_MAX;
clear Data1_time_poloha_Inova; clear Data1_Poloha_MIN;
clear Data1_time_tlak_up; clear Data1_proud;
clear Data1_time_tlak_down; clear Data1_time_calc_poloha;
clear Data1_time_Poloha; clear Data1_time_Poloha_Filtr;
clear Data1_time_Poloha_MAX; clear Data1_time_Poloha_MIN;
clear Data1_time_teploata; clear Data1_time_tlakovy_spad
clear Data1_time_proud; clear Data1_tlakovy_spad
clear Number_of_channels; clear Store_type;
clear Start_time;

% Určení tlakového spádu
tlak_down(:,2) = tlak_down(:,2) - kalibrace;
tlak_spad = [tlak_down(:,1),abs(tlak_down(:,2) - tlak_up(:,2))];

% Filtr
windowTime=0.2;
windowSize = windowTime * Sample_rate;
tlak_spad(:,2) =
filter(ones(1,windowSize)/windowSize,1,tlak_spad(1:end,2));

% Určení rychlosti z polohy
rychlost = (poloha(2:end,2)-poloha(1:(end-1),2))/(1/Sample_rate);
rychlost(end+1) = 0;
matice = [poloha,abs(rychlost),tlak_spad(:,2)];
rychlost = [poloha(:,1),rychlost];
matice(:,3) =
filter(ones(1,windowSize)/windowSize,1,matice(1:end,3));
kriterium = 20;          polohy
stred = (max(matice(:,2)) + min(matice(:,2)))/2;
interval = matice(:,2)<(stred+max(matice(:,2))*(kriterium/100)) &
matice(:,2)>(stred-max(matice(:,2))*(kriterium/100));
matice_SEL = matice(interval,:);

for s = 2 : length(matice_SEL)
    if (matice_SEL(s,2) > stred) && (matice_SEL(s-1,2) < stred)
        Fv(s,:) = matice_SEL(s,:);
    end
    if (matice_SEL(s,2) < stred) && (matice_SEL(s-1,2) > stred);
        Fv(s,:) = matice_SEL(s,:);
    end
end

clear s

p = Fv==0;
ind = find(p(:,3));
Fv(ind,:)=[];
Fv(end,:)=[];

% Výpočet smykového spádu
```

```
spad=((6*(Fv(:,3)/1000)*3.14159*(0.01565^2))/((0.0006^2)*0.051));

% Výpočet smykového napětí
napeti=((Fv(:,4)*0.0006*100)/(0.016*2));

% Ořezání hodnot po testu
velikost = length(Fv);
orez = 25000;
clear ind

ind = length(Fv);
s = 0;
for h = 1 : length(Fv)
    if (spad(h,1) > orez) && (spad(h-1,1) <= orez)
        if s == 0
            ind = h;
            s = 1;
        end
    end
end
clear h
clear s

for k = 1 : ind
    spad2(k,1) = spad (k,1);
    napeti2(k,1) = napeti (k,1);
end
clear k

% Výpis dat do struktury
output(size_output,1).spad = spad2;
output(size_output,1).napeti = napeti2;
output(size_output,1).teplota = teplota;

clear Fv
clear spad
clear napeti
clear spad2
clear napeti2
end

% Vykreslení reogramu při 40 st.
% barvy grafu + legenda
color_matice = [0 0 0; 0 0 255; 0 255 255; 255 121 77; 209 52 0];
color_matice = color_matice/255;

figure1 = figure('PaperSize',[20.98 29.68],'Color',[1 1
1],'Position',[200 500 650
400],'NumberTitle','off','Name','Results');
axes1 = axes('Parent',figure1,'Position',[0.14 0.25 0.76
0.65],'FontWeight','bold','FontSize',16,'FontName','Calibri');
hold on;
%ylim([0 50])

for k=1:size_output/2
```

```
plot (output((2*k)-1,1).spad,output((2*k)-
1,1).napeti, 'Color',color_matice(k,1:3),...

'LineStyle','none','LineWidth',2,'Marker','o','MarkerSize',0.5);
koef = polyfit(output((2*k)-1,1).spad,output((2*k)-
1,1).napeti,1);
fitted_curve1(:,1) = [0,orez];
fitted_curve1(:,2) = polyval(koef,fitted_curve1(:,1));
h(k) =
plot(fitted_curve1(:,1),fitted_curve1(:,2), 'Color',color_matice(k,1:
3), 'LineStyle', '--', 'LineWidth',2, 'Marker', 'none');
output((2*k)-1,1).mez_toku = fitted_curve1(1,2);
end
xlabel('Smykový spád [1/s]', 'fontname',
'Calibri', 'fontsize',20, 'fontweight', 'b');
ylabel('Smykové napětí [kPa]', 'fontname',
'calibri', 'fontsize',20, 'fontweight', 'b');
title('MR efekt - 40 °C', 'fontname',
'calibri', 'fontsize',20, 'fontweight', 'b');

% vygenerování legendy
legend1 = legend(h([1 2 3 4 5]), '0 kA/m', '35 kA/m', '70 kA/m', '105
kA/m', '140 kA/m');
set(legend1, 'EdgeColor',[1 1 1], 'FontSize',14);
grid on;

hold off

%% Vykreslení reogramu při 40 st.

figure2 = figure('PaperSize',[20.98 29.68], 'Color',[1 1
1], 'Position',[900 500 650
400], 'NumberTitle', 'off', 'Name', 'Results');
axes1 = axes('Parent',figure2, 'Position',[0.14 0.25 0.76
0.65], 'FontWeight', 'bold', 'FontSize',16, 'FontName', 'Calibri');
hold on;
%ylim([0 50])

for k=1:size_output/2
plot
(output((2*k),1).spad,output((2*k),1).napeti, 'Color',color_matice(k,
1:3),...

'LineStyle','none','LineWidth',2,'Marker','o','MarkerSize',0.5);
koef = polyfit(output((2*k),1).spad,output((2*k),1).napeti,1);
fitted_curve1(:,1) = [0,orez];
fitted_curve1(:,2) = polyval(koef,fitted_curve1(:,1));
h(k) =
plot(fitted_curve1(:,1),fitted_curve1(:,2), 'Color',color_matice(k,1:
3), 'LineStyle', '--', 'LineWidth',2, 'Marker', 'none');
output((2*k),1).mez_toku = fitted_curve1(1,2);
end
xlabel('Smykový spád [1/s]', 'fontname',
'Calibri', 'fontsize',20, 'fontweight', 'b');
ylabel('Smykové napětí [kPa]', 'fontname',
'calibri', 'fontsize',20, 'fontweight', 'b');
title('MR efekt - 60 °C', 'fontname',
'calibri', 'fontsize',20, 'fontweight', 'b');
```

```
% vygenerování legendy
legend2 = legend(h([1 2 3 4 5]), '0 kA/m', '35 kA/m', '70 kA/m', '105
kA/m', '140 kA/m');
set(legend2, 'EdgeColor', [1 1 1], 'FontSize', 14);
grid on;

hold off
```

Příloha XIV – Seznam provedených testů

Částice primární (μm)	Koncentrace částic (obj. %)	Částice sekundární (nm)	Množství sekundárních částic (%)	Viskozita (Pa·s)	Sedimentační test	MR test (slit-flow reometr)
44	30	-	-	1,000	Ano	Ne
44	30	-	-	0,700	Ano	Ne
44	30	-	-	0,339	Ano	Ne
44	30	-	-	0,125	Ano	Ne
44	30	-	-	0,032	Ano	Ne
44	30	-	-	0,007	Ano	Ne
44	30	-	-	0,010	Ano	Ne
2	30	-	-	0,125	Ano	Ne
2	30	-	-	0,032	Ano	Ne
2	30	-	-	0,007	Ano	Ne
2	30	-	-	0,016	Ano	Ne
2	30	-	-	0,010	Ano	Ne
2	22	-	-	0,125	Ano	Ne
44	22	-	-	0,125	Ano	Ne
2	40	-	-	0,125	Ano	Ne
44	40	-	-	0,125	Ano	Ne
2	22	-	-	0,032	Ano	Ne
44	22	-	-	0,032	Ano	Ne
2	40	-	-	0,032	Ano	Ne
44	40	-	-	0,032	Ano	Ne
2	22	-	-	0,010	Ano	Ano
2HQ	22	-	-	0,010	Ano	Ano
3	22	-	-	0,010	Ano	Ano
4	22	-	-	0,010	Ano	Ano
5	22	-	-	0,010	Ano	Ano
8	22	-	-	0,010	Ano	Ano
44	22	-	-	0,010	Ano	Ano
2	32	-	-	0,010	Ano	Ano
2HQ	32	-	-	0,010	Ano	Ano
3	32	-	-	0,010	Ano	Ano
4	32	-	-	0,010	Ano	Ano
5	32	-	-	0,010	Ano	Ano
8	32	-	-	0,010	Ano	Ano
44	32	-	-	0,010	Ano	Ano
2	40	-	-	0,010	Ano	Ano
2HQ	40	-	-	0,010	Ano	Ano
3	40	-	-	0,010	Ano	Ano
4	40	-	-	0,010	Ano	Ano
5	40	-	-	0,010	Ano	Ano
8	40	-	-	0,010	Ano	Ano
44	40	-	-	0,010	Ano	Ano
2	22	50	5	0,010	Ano	Ano
2	22	50	10	0,010	Ano	Ano
2	22	115	5	0,010	Ano	Ano
2	22	115	10	0,010	Ano	Ano
5	22	50	5	0,010	Ano	Ano
5	22	50	10	0,010	Ano	Ano
5	22	115	5	0,010	Ano	Ano
5	22	115	10	0,010	Ano	Ano
8	22	50	5	0,010	Ano	Ano
8	22	50	10	0,010	Ano	Ano
8	22	115	5	0,010	Ano	Ano
8	22	115	10	0,010	Ano	Ano

Příloha XV – Odborný článek

Influence of bidisperse MR fluid behaviour on Fe particles size with consideration of carrier fluid viscosity

O Dvořáček, J Roupec, O Macháček, I Mazůrek, Z Strecker and M Kubík

Brno University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering,
Institute of Machine and Industrial Design, Technická 2, 616 69,
Brno,
Czech Republic

Email: roupec.j@fme.vutbr.cz

Abstract Paper describes the behaviour of monodispersion and bidispersion magnetorheological (MR) fluids depending on the size of the iron particles. Influence on sedimentation stability and MR effect are assessed. The study briefly summarizes previous research. The results of sedimentation rate and yield stress at the specified magnetic field of MR fluids are normalized for comparison. Subsequently, the rate of sedimentation is measured for two selected particles with different viscosities of the carrier fluid. The sedimentation rate values from the research are adjusted as if they all had the same viscosity using the experiment results. This method revealed a strong dependence of sedimentation rate on viscosity. Previously presented results may not be relevant without consideration of this viscosity influence.

INTRODUCTION

Magnetorheological fluids (MR fluids or MRFs) are suspensions of iron particles usually at scale from nanometers to micrometers, which are dispersed in a non-magnetic fluid and significantly change their properties in dependence of surrounding magnetic field [1]. Jacob Rabinow described in 1948 electromagnetically controlled fluid clutch using MR fluid and he is broadly considered as its discoverer [2].

MR fluids are usually considered as Bingham fluids with significant yield (initial) stress [5]. Common MR fluids with spherical micro-sized Fe particles reach value up to 100 kPa [6, 34]. The magnetorheological effect (MR effect) is a state when in the presence of a magnetic field are dispersed particles forced to make chains roughly parallel to the line of the magnetic force. Magnetic field intensity regulation can smoothly but still immediately (measured MR changing dependence is ca. 0.6 to 0.8 ms [27, 35]) control rheological properties (mostly yield stress high and viscosity). MR effect is shown in the flow curves (shear stress versus shear rate) at specified magnetic fields.

The main problem of MR fluids is their sedimentation. Dispersed particles settle to a bottom and can decrease an MR effect of MR fluid located above the sediment [26]. Sedimentation stability has been the biggest obstacle hampering common industrial apply of MR systems and thus has been a long-standing problem of MR fluid [1]. Sedimentation is on progress in case of the magnetic field is not applied. The reason of particles sedimentation is the dominance of gravitational forces on larger particles because of their higher density

compared to the carrier fluid. Agglomerate the iron particles at the bottom of the container making the suspension unusable due to the MR effect disappearance [6]. Redisperse can be very difficult and the suspension properties may change. In principle, it is impossible to prevent the sedimentation, but we can minimize it without losing fluid applicability. For example by adding nanoparticle fraction where the Brownian motion work to [1]. It has been found that speed of sedimentation can be reduced, among other approaches, by replacing some percent of microparticles with nanoparticles (or sub-micron or micron size particles if the bigger particles as a primary fraction are used) [5, 9, 11]. These MR fluids are called bidisperse. Adding a small amount of nanoparticles can also influence MR effect and regulation (dynamic) range, which is necessary for practical utilization [1].

Many studies have shown a lot of MR fluid modifications evaluation in dependence on carbonyl iron particles (CIP) concentration, the ratio of primary and secondary fractions in bidisperse MRFs and CIP size, particles shape, used additives and particles coating [6, 9, 11, 28, 31, 32, 36]. Research in the field of rheology lacks the results describing advantages of combination all mentioned approaches. The aim of this study deals with summary and analysis of previous research papers. The experimentally determined dependence of sedimentation rate on carrier fluid viscosity for various concentrations of CIP and various CIP size had to be used for normalization and comparison of results from reviewed studies.

THEORETICAL RESEARCH

Ngatu [5] presented advantages and disadvantages of micrometer-scale with nanometer-scale Fe particles partial substitution. In his bidisperse MR fluids were used commercially available spherical microparticles with the average diameter 2-10 μm and nanoparticles with 40 nm. Particles were dispersed in silicone oil as the carrier fluid with different concentrations. Lecithin was used as a surfactant. For comparison was the measured data (flow curves at the specified field) fitted with the Bingham-plastic model. This representation was used for shear rates above 200 s^{-1} where the data are significantly linear. In this paper, during increasing the nanoparticles fraction ratio, the yield stress shows a decreasing trend. In the higher weight percentage content of the Fe particles (over 70 wt. %) is decreasing tendency less distinctive in both absolute and relative assessment. Namely, a sample with total 50 wt. % Fe particles including 15 % of nanoparticles reports 64 % fall of the yield stress. Nevertheless, a sample with total 70 wt. % of Fe particles and same nanoparticles percentage shows only 30 % fall. It is also possible to notice that nanoparticle ratio increasing above 10 % is causing slower yield stress decreasing than initial nanoparticle substitution up to 10 % in 70 and 80 wt. % Fe particles MRFs. The sedimentation rate is evaluated by magnetic flux density change during particles sedimentation followed by transfer to mudline travel. Mudline position in time is presented for two different concentrations. For example, 70 wt. % Fe microparticles sample sediment at $0.07 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. In case of 10 % substitution by nanoparticles speed of sedimentation rapidly drop to $0.0058 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. In the overall comparison of the sedimentation rate, we can see a reduction of up to two orders of magnitude at 10 % microparticles with nanoparticles substitution. More than 10 % does not cause an enormous response. According to Ngatu, more than 15 % of nanoparticles have no more influence. Summed up, between the samples with nominal 50 and 70 wt. % (only microparticles) is significant one order difference of the sedimentation rate. However, 15 % substitution in 50 wt. % sample decreases the value of sedimentation to the level of 70 wt. % sample with the same substitution.

Wereley [1] studied the bidispersity influence on MR effect. It was used for MR fluid preparation of hydraulic oil (Mobil DTE20) as a carrier fluid, primary Fe particles having the average diameter 30 μm and secondary 28 nm. All samples had similar weight and Fe particles concentration (60 wt. %). They were prepared with 77.25 g of iron powder, 1.5 g of lecithin as the surfactant and 50 g of the base fluid. A total of 11 samples in different fraction ratio and

2 monodisperse (pure micron- or nanoparticle) samples were prepared. Flow curves were fitted with the Bingham-plastic model as in the previously mentioned paper. The study shows the trend changes in the magnetic flux density for various bidisperse ratio and yield stress effect on microparticles with nanoparticles substitution at the different magnetic field. The results obtained information that a small quantity of nanoparticles (7.5 wt. %) in the fluid helps to improve the magnetic properties of the MR fluid. This happens due to the nanoparticles appear to fill the interparticle spaces in the formed microparticle chains along magnetic field lines [5]. On the other hand, this phenomenon does not occur at weak magnetic field intensities [1]. The study described dependences on viscosity, too. Presented was post-yield viscosity influence on magnetic flux density and fraction ratio. Deviations of the post-yield viscosity show no developmental trend while increasing the nanoparticle fraction. Perhaps only a significant drop when 30 wt. % nanoparticles are applied seems to be worthwhile. According to [1], when the low a magnetic field (e.g. 0.3 T) is applied, the viscosity is clearly increasing with the increasing fraction of nanoparticles, the values indicate that the off-state viscosity increase is the main reason why the sedimentation rate decreases as the nanoparticle wt. % increases. Sedimentation was measured using the system ZATLLS [8] which uses a laser and a photodiode. The graph in research shows the time to mudline formation depending on the weight percentage of nanoparticles. It is significant that as the nanoparticle ratio increases, the stability of the MR fluid increases too. Interestingly, the speed to mudline formation could not be measured for a nanoparticle-only sample.

Ngatu and Wereley [6] used the spherical particles Fe with a diameter range of 6 to 10 μm . Fe nanowires are used as secondary Fe fraction with a mean diameter of 230 nm and a length of $7.6 \pm 5.1 \mu\text{m}$. Everything is mixed into silicone base oil (GE SF96-200) with a viscosity of 0.175 Pa·s with added 2 wt. % lecithin for stabilization. Yield stress dependence on magnetic flux density graphs is published for MR fluid with a specific weight fraction of Fe only and then with partial nanowires substitution. Among MR fluids with the 50 and 60 wt. % total particle content is not visible a significant difference between all microparticles and dimorphic fluid. In 70 wt. % sample, the results show the same yield stress data course at low magnetic fields. Nevertheless, at stronger magnetic fields show an increase in the yield stress for a fluid with 2 wt. % of nanowires and the consequent steady fall in yield stress with a further increase in nanowires percentage. The highest measured value for MR samples is for a total particle content of 80 wt. %. Between the above-mentioned monodispersions and bidispersions, yield stress differences greater than 10 % were not observed. The paper presents the viscosity of the samples without the presence of a magnetic field. The sedimentation rate is also measured. It was measured and fitted with the same method as in the source [5]. From the sedimentation velocity values can be observed a twice higher sedimentation stability of MR fluid (with 80 wt.%) with only a small substitution of nanowires (2 wt.%). The sedimentation rate falls from $0.0254 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ to $0.0122 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. For a sample with 50 wt. % of microparticles is a velocity of $1.90 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. In case of modified to 44 wt. % microparticles and 6 wt. % nanowires then $0.036 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Another method of determining the sedimentation rate is percentage sedimentation. This is the ratio of supernatant (fluid above sediment) to the total volume of MR sample in a graduated cylinder. Values were determined after at least one month of settling. It can be seen that all dimorphic samples have higher sedimentation stability than monodisperse. Furthermore, the authors state that due to the random orientation and shape of the nanofibers, it is easier to re-disperse the sedimented dimorphic than conventional MR fluids.

Trendler [9] presented the research about the magnetorheological properties of bidisperse fluids that contained 6.7 μm size Fe particles and partly also a Fe powder of 1.8 μm . The carrier fluid was a silicone oil having a dynamic viscosity of 10 mPa·s at 25 ° C. During the increasing addition of smaller Fe particles, the yield stress is still slightly increasing. Monodisperse MR fluid containing only 1.8 μm particles is characterized by a significantly higher yield stress and an order higher viscosity. The sedimentation stability of the samples was also compared according to the ratio of the fractions. It is evaluated as a percentage of the

sediment after 7 days of settling. In the paper, the flow curves were measured at the influence of the magnetic field. Compared with other studies, these suspensions have very high yield stress values. A sample of smaller-only particles reaches a higher yield stress than a sample with only coarse powder at a 600 mT magnetic field.

Shah [10] presented the use of plate-like iron particles. Smaller particles with an average size of 2 μm and larger particles of 19 μm . Heavy paraffin oil (viscosity 64 cSt at 37.8 °C and density 0.89 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$) was used as the base fluid and a small amount of stabilizer was added. Two single-component liquids with small particles (S-MRF) and larger particles (L-MRF) were prepared. In addition, three bidispersion samples with a ratio of smaller to larger particles of 0.67 (MRF206), 1.5 (MRF 315) and 4.0 (MRF140) were mixed. The total volume of Fe particles in the liquid was selected at 16 vol. % (~ 62 wt. % - *author's note*). The rheological properties of the samples without magnetic field and with applied field of 228 $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$ (*i.e.*, magnetic flux density values according to magnetization curve from study were estimated of approximately 220 mT for MRF206, 250 mT for MRF315, 275 mT for MRF140, 250 mT for S-MRF, and 315 mT for L-MRF - *author's note*) were measured. The best MR effect is obtained by the MRF140 sample. The initial sedimentation is assessed. Percent value is the ratio of the volume of liquid above the mudline to the entire. Bidisperse fluids sediment down slower than monodisperse. The best sedimentation stability is found in MRF140, which contains a significantly higher number of smaller particles. The thesis presents values of coefficients that are used (according to the methodology of [3]) to determine the suitability of commercial MRFs for modern engineering applications.

Park [11] described the characteristics of a monodisperse MR fluid. The carrier fluid is formed by adding 10-30 vol. % of water to the mineral oil with a surfactant admixture. The iron particles used in the study are 4.5-5.2 μm on average diameter and spherical in shape. A yield stress of 0-30 vol. % (0-80 wt. %) is reported for various magnetic flux densities and sedimentation curves for differently dense MR fluid.

Chin [12] studied the magnetic and sedimentation characteristics of MR fluids. He used magnetite particles of Fe_3O_4 of 5 μm in diameter and a density of 5.18 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Its shape is very irregular. Another material was carbonyl iron $\text{Fe}(\text{CO})_5$ of 4.5-5.2 μm and a density of 4.4 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ with the nearly spherical shape. As the carrier fluid was used silicone oil (viscosity of 0.10 Pa·s, the density of 0.96 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$). Sample 1 contained 20 vol. % (~ 60 wt. %) of Fe_3O_4 in silicone oil and sample 2 40 vol. % (~ 77 wt. %) of $\text{Fe}(\text{CO})_5$. Flow curves of sample 1 and sample 2 were measured at different fields level (*approximately 0-210 mT*). Both MR fluids were presented for their behaviour as Bingham-plastic. For other tests, MR fluids in additional concentration ratio of particles were prepared. Specifically, Fe_3O_4 in amounts of 10, 20 and 30 % by volume (nearly 40, 60 and 70 % by weight) and $\text{Fe}(\text{CO})_5$ with 20, 40 and 60% by volume (nearly 55, 75 and 88 wt. %). LORD's commercial MR fluid signed MRX was also included in the study. Graphs plot the value of the yield stress depending on the applied magnetic field. The yield stress of magnetite suspension increases in magnetic field exponentially. Furthermore, the addition of two types of ferromagnetic nanoparticles, Co- γ - Fe_2O_3 and CrO_2 , to improve sediment stability was investigated. The particle size is not directly reported in the article, so it was approximately estimated from the microscope captures at 250 nm and 500 nm. In this section, the several percentage ratios of Co- γ - Fe_2O_3 or CrO_2 were added into sample 2. In both types of second particle fractions, there is a significant decrease in sedimentation rate. The article also examined the effect of the amount of admixture on magnetorheological behaviour.

Genc [13] studied MR properties of monodisperse suspensions. The author was focused in detail on the MR effect and its association with magnetic flux density. It also described the yield stress prediction methodology, but unfortunately did not investigate sedimentation stability. Iron particles of two sizes were used. Particles A were coarser (7-9 μm) with $\sim 99.5\%$ Fe purity. Particles B were finer (~ 2 μm) with a slightly lower purity of $\sim 98.2\%$ Fe. The size and surface morphology were examined by an electron microscope. According to the image, particles A seem to be smaller than the author presented. For each

size, two MR fluids were mixed. First with a volume Fe fraction of 33 % and a second of 40 %. The flow curves were evaluated in the range of 0.2-0.8 T. The yield stress for suspensions containing 33 and 40 vol. % of particles A was measured at 100 ± 3 and 124 ± 3 kPa. For samples with finer particles B then 80 ± 8 and 102 ± 2 kPa at 0.8 T. From the results, the highest yield stress reaches the sample with 40 vol. % of the particles A at all magnetic field intensities. Samples with 40 vol. % of particles B and 33 % by volume of particles A reach nearly identical yield stress value. The lowest yield stress is evaluated for MR fluid with 33 vol. % of finer particles B.

Susan-Resiga [14] compared an extremely bidisperse magnetizable fluid (marked D1) with commercially available MR fluid MRF-140CG from LORD Co. Content of sample D1: 20 vol. % of magnetite nanoparticles (main size ~ 7 nm), 20 vol. % of Fe particles of an average size distribution of $2.1 \mu\text{m}$ and a standard deviation of $1.13 \mu\text{m}$. All dispersed in transformer oil. MRF-140CG contains 40 vol. % of iron particles with an average size of $2.3 \pm 1.53 \mu\text{m}$ in the hydrocarbon carrier fluid. The work recorded the flow curves and the shear rate–viscosity dependence for both fluids at different magnetic fields. According to the graphs, when the magnetic flux density is 502 mT, the yield stress of fluid is D1 of 45 kPa and the MRF-140CG 80 kPa MR fluid. The thesis did not deal with sedimentation behaviour.

Iglesias [15] wrote about the research of bidisperse MR fluids that contain sub-micron particles. Specifically, it was an iron powder with an average particle size of 900 ± 300 nm. The prepared samples each contained 32 vol. % (~ 80 wt. %) of these particles mixed in mineral oil with a viscosity of $23 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ at 25°C . The measured samples additionally included 1.55; 3.1; 6.2 or 7.9 vol. % (i.e., $\sim 3.8, 7.3, 13.7$ or 17 wt. %) of magnetite nanoparticles of 7.8 ± 0.3 nm (*in the paper the particle size is incorrect mm, but according to the text and the picture it is the nm – author's note*). The thesis used the method of force action with a needle for MR fluid to determine the sedimentation stability and redispersibility. The standard penetration needle (STM-D5-05a) was inserted into the cylinder with the MR fluid at a constant speed of $10 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$. The needle was connected to a digital semi-micro balance. The resistance of the agglomerated particles against the penetration at specific depth was recorded. The measurement continued until the bottom was reached. The graph for the various nanoparticle impurities was measured immediately after mixing and after 6 days of settling. From this dependence, approximately a percentage of sedimentation can be determined. Highest sedimentation stability shows a nanoparticle sample, followed by the same 6.2 and 7.9 vol. % nanoparticles and the worst results show a sample of 1.55 % by volume of the nanoparticles. Data should be distorted because immediately after preparation not all suspensions have the same behaviour. In addition, flow curves of added different percentages of nanoparticles for different magnetic flux densities are measured.

Lemaire [16] used two different magnetic suspensions. For us, only one that contains polystyrene particles with 60 wt. % of magnetite is interesting. These spherical particles were examined in three sizes of 0.5; 0.8 and $1.0 \mu\text{m}$ (with a standard deviation of 10 %). The article does not deal with sedimentation. At first, the flow curves of the first particle type was measured. There are shown the flow curves of monodispersion suspensions of the same volume of 5 % (~ 10.5 wt. % at a density of $2.02 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ calculated from data in [17] – *author's note*) and magnetic field 115.5 Oe (*at the stated average permeability of 1.34 magnetic flux density of approximately 15.5 mT – author's note*). All three fluids show similar behaviour and similar yield stress. With the same particles, a comparison is evaluated. Showing two samples with the same 5 vol. % of the particles at 100 Oe (~ 13.5 mT). One sample of monodispersion ($0.7 \mu\text{m}$ particle) and second polydispersion (particles distributed in 0.2-1 μm range). The monodispersion sample reaches about 4 times higher yield stress than the polydispersion. The article thus states that for the real application it is preferable to use the monodispersion (or its modification - bidispersion) than the polydispersion.

METHODS

1. MR fluid preparation

Based on a critical review, two sizes of CIP have been proposed that have good prerequisites for the preparation of a monodisperse stable suspension while maintaining a high MR effect. These particles were chosen to differ greatly in size but at the same time were suitable for the preparation of MR fluid. The first finer carbonyl iron (Fe purity 97.5 %) particles have a size of 2 μm and were purchased from BASF Co. The second larger particles have an average diameter of 44 μm (325 mesh, from Aldrich) and a slightly lower Fe purity of 97.0 %. Both particles can be considered as nearly spherical morphology according to the electron microscope scans.

The carrier fluid has a significant effect on the viscosity of the MR fluid and on the sedimentation properties. Basically, oils (most commonly silicone) are used as the base fluid. Subsequently, various additives, such as antifoulants, surfactants, or sedimentation retardants are added. The last one can be replaced by using a higher viscosity oil. For these reasons, the oils listed in Table 1 have been selected for the carrier fluid. These oils are completely miscible with each other and contain no additives. Thus this the viscosity of the carrier fluid can be smoothly modified from 0.001 to 3 Pa·s. The viscosity of oils was measured with the HAAKE RotoVisco RV1 rotation rheometer (measuring element Z20Ti).

Table 1 Used base oils

Oil	Viscosity at 20 °C
Paramo B28	3.071 Pa·s
Paramo OL-J 32	0.032 Pa·s
Paramo OL-J 3	0.001 Pa·s

Figure 1a shows a dynamic viscosity at 20 °C influence on the content ratio of the oil OL-J 32 in B28, and Figure 1b the same relationship for the oil OL-J 3 in OL-J 32. In both graphs, the measured values are fitted with the modified Andrade-Eyring model [37]. Homogeneity is important for MR fluid testing. Samples were mixed for at least 30 minutes at minimum 500 RPM. The homogeneity of the suspensions is controlled by constant magnetic flux density (magnetic induction) at all points along the sample.

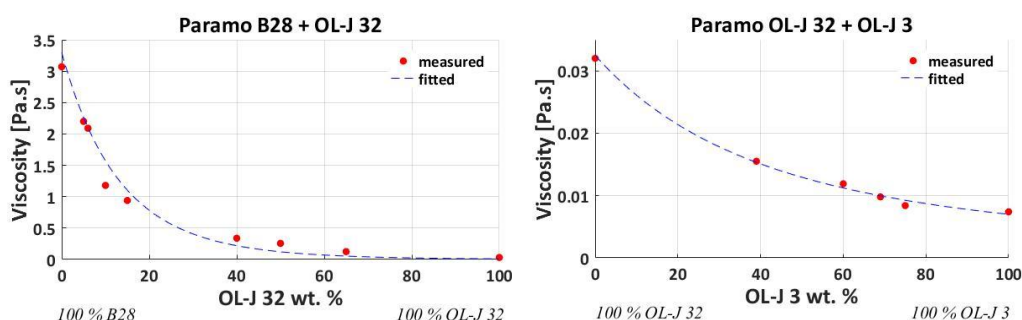


Figure 1 Measured and fitted dynamic viscosity at 20 °C depending on the percentage content of oil (a) OL-J 32 in B28, (b) OL-J 3 in OL-J 32

2. Measurement of MR fluid sedimentation

The result of the tests was the sedimentation rate, which was determined from the sedimentation curve. It is the dependence of the magnetic flux density on the vertical position in the sample. By repeating measurements at approximately hourly intervals (depends on

actual rate), it is possible to obtain the mudline position at the time, i.e. the rate of initialization sedimentation. This should start at the latest in the first hours. The measurement was carried out during the vertical passage of the container with the measured fluid through the gap in the magnetic circuit (Figure 2a,b), which is terminated by the pole adapters (Figure 2c) optimized for the measuring cylinder (material: behanit). The magnetic flux density changing was measured by the Hall probe. If the gap is filled with air (no mudline is reached), the magnetic resistance (reluctance) is high. In the presence of MR fluid in the circuit, there is an increase in magnetic flux density that is linearly dependent on the particle concentration at the measured point. The currently researched position is determined by a precision laser sensor. The evaluation and measuring method are detailedly described in [23]. All sedimentation tests were performed at room temperature (stand does not allow sample heating) and gravitation acceleration.

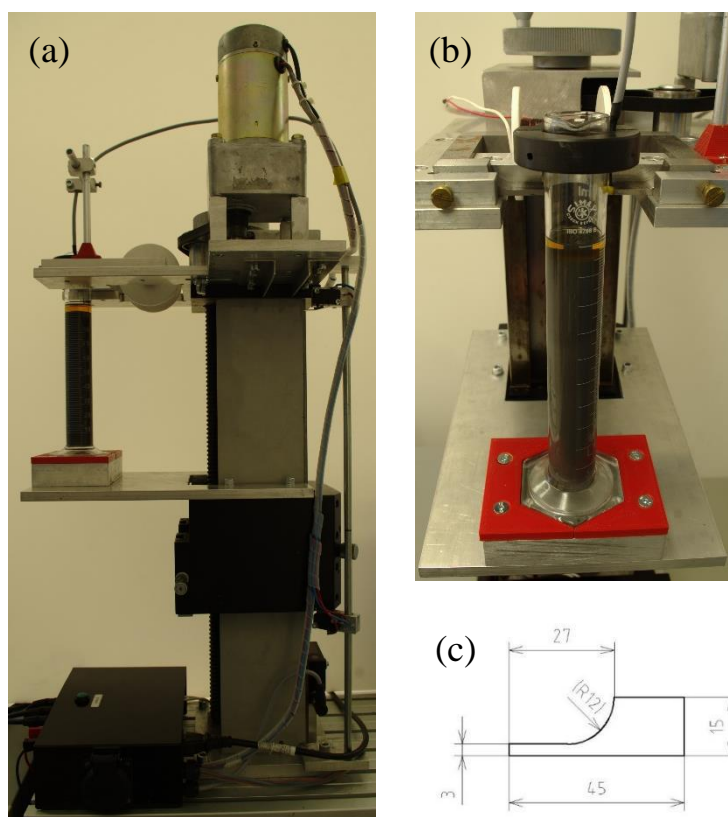


Figure 2(a) Measuring station overview with the sedimenting sample during the process of measurement, **(b)** detail of the sample, magnetic circuit and hall probe, **(c)** pole adapters shape and dimensions

In each sedimentation test, continuous concentrations were measured at each point of the measuring cylinder. For example, Figure 4 shows a change in concentration over time for $2\ \mu\text{m}$ particles and a total of 22 vol. % of particles. A gradual increase at the beginning, as well as a decrease at the end of each concentration curve, is due to the partial passage of magnetic flux lines outside the fluid on the phase interface (detailedly described in [23]). The surface magnetic flux density value is determined by measuring the actual position at the start of the test (the green line in the graph). It can be observed that first MR fluid density will only occur at the bottom. Subsequently, the increasing concentration spreads to the whole volume. Interestingly, the increase in particle counts is steeper at the position nearly the bottom than near of the surface. The suspension sedimentation is completed when the concentration of the whole volume is again achieved (sedimentation curve in the middle part is horizontal).

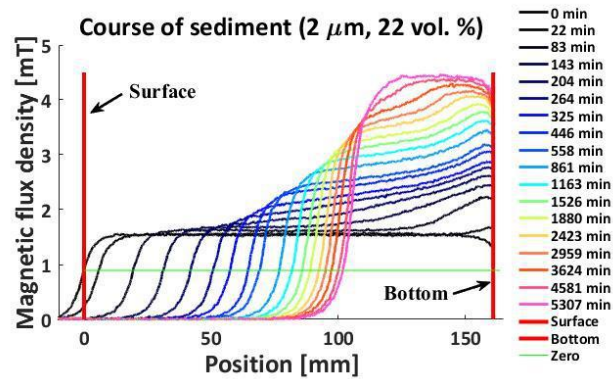


Figure 4 Change of the sediment course depended on location in sample high in different times

From this graph (Figure 3), the position of the mudline is determined at the time. For relatively large particles (44 μm) (Figure 3b), a steep almost linear decrease of the mudline is observable. Then, sedimentation ends very quickly. For smaller particles (2 μm) (Figure 3a), sedimentation is also rapidly initiated but is followed by a gradual deceleration until complete agglomerating. From these graphs, an initial sedimentation is always evaluated. This is indicated by data fitting with a linear function. Its direction shows the initial sedimentation rate, which can be comparable. The second (horizontal) line in this graph shows the mudline after the sedimentation termination when the particles finally agglomerated at the bottom.

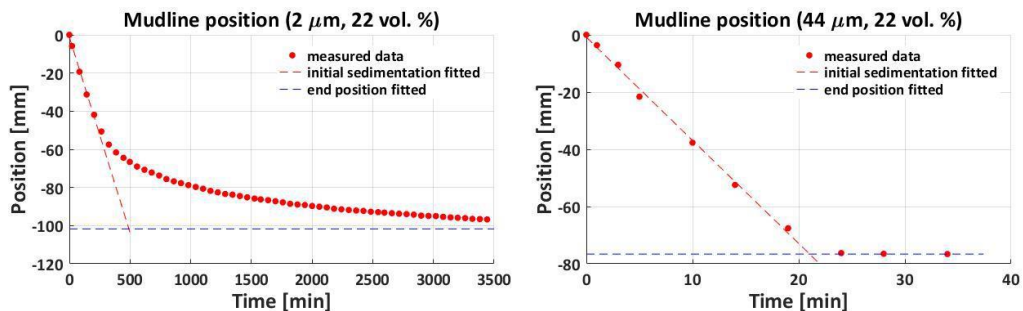


Figure 3 Sedimentation curve of 22 vol. % CIP dispersed in carrier fluid with viscosity of 0.010 Pa.s (a) 2 microns sized particles, (b) 44 microns sized particles

It can be seen that the end position of sedimentation is always different, although both samples were prepared from the same mass of particles (weighing-machine accuracy of 0.1 g). Samples are with the same viscosity, so different sedimentation cannot be caused by this property. The theoretical packing fraction of the body-centred cubic (BCC) or face-centred cubic (FCC) structure is 68% or 74%. Both samples were measured at the same surface level (difference in sample height is 1.2 mm), and the final agglomerated cake of powder should occupy 29.7% (FCC structure) of cylinder volume instead of 22%. Therefore, the mathematically determined mudline drop for both samples is approximately 113 mm. It follows that the 2 μm particle stops its sedimentation by 12 mm (the sediment occupies 37%) and 44 μm even by 37 mm (the sediment occupies 53%) before the theoretical value. This phenomenon is attributed to the fact that the surface tension in the oil nearby the particle surface interacts with a surrounding particles.

The sedimentation rate, depending on the viscosity of the carrier fluid, is shown in Figure 5. Both graph axes are displayed in logarithmic scale because of the large data range. Under all circumstances, the rate of sedimentation decreases with increasing of viscosity, the volume of powder and also average particle size. We can say that, depending on the viscosity modification by one order, the initialization speed of sedimentation changing by circa one and

a half orders. Specifically, a 44 μm particles at a viscosity of 1 Pa.s sediment at a rate of 0.86 mm/h, decreasing viscosity to 0.125 Pa.s 5.8 mm/h, and to 0.010 Pa.s the initialization sedimentation value is 93 mm/h. It is also possible to observe the orderly difference between sedimentation of each particle type. A sample containing 44 μm particles the mudline decreases at a rate of 20.4 mm/h. In case of powder substitution with 2 μm sized particles a sedimentation rate is 0.97 Pa.s (both MR fluids content equals 30 vol. % of the particles at a viscosity of 0.32 Pa.s).

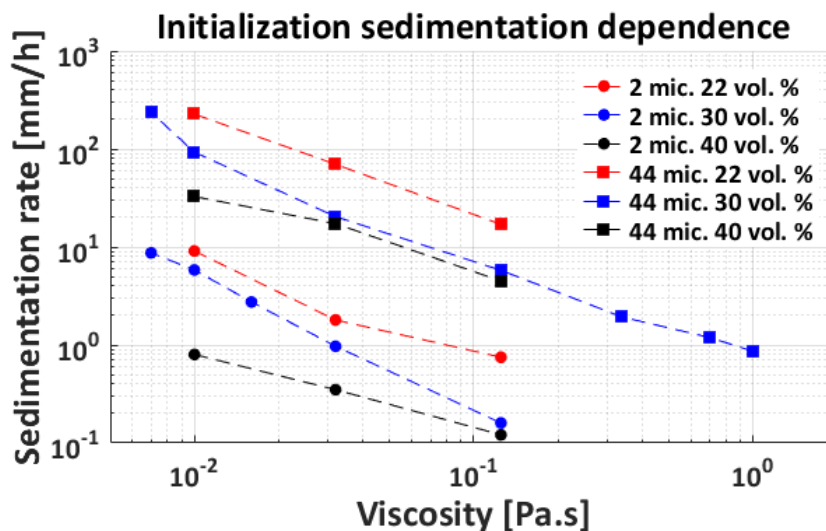


Figure 5 Initial sedimentation rate dependence on viscosity of carrier fluid for different concentrations and particle sizes

From the bar graph in Figure 6, a decrease in the rate of sedimentation can be observed especially when changing the concentration of the fluid. The powder volume of 22 vol. % for each particle size and each viscosity is taken as the standard (etalon) against which sedimentation at 30 and 40 vol. % are compared. In the sample with 2 μm particles in the lowest viscosity of 0.010 Pa.s the drop of 30 vol. % is less significant (only 64% of the original value) than 22 vol. %. This fluid decreases to 8.8% of the original value and it is the largest difference. On the other comparisons, the decrease in sedimentation rate for the volume powder percentage increase to 30% is always greater than the next increase of the particles ratio to 40 vol. %. For some samples, the difference between 30% and 40% powder by volume is marginal (approx. 5%).

3. Theoretical research analyses

Many scientific groups studied MR properties of suspensions, but each presented the results of measurement in another way. The graphs of flow curves differ in the shear rate range or magnetic flux densities for evaluation. The articles also classify sedimentation stability in various ways (by moving the mudline, by time to a mudline formation, perforation resistance, visual control of the position of the mudline during a longer time period etc.). Therefore, the problem of the research analyses was to find the criteria by which it was possible to unify the methodology of assessing the properties of MR fluids and thus to compare the tendencies of changing the results. It was necessary to use interpolation (extrapolation) methods and find ranges where fluids could have been compared. Figure 7a shows an example of extrapolation data processing from [5]. The results were estimated by similar methods from several papers.

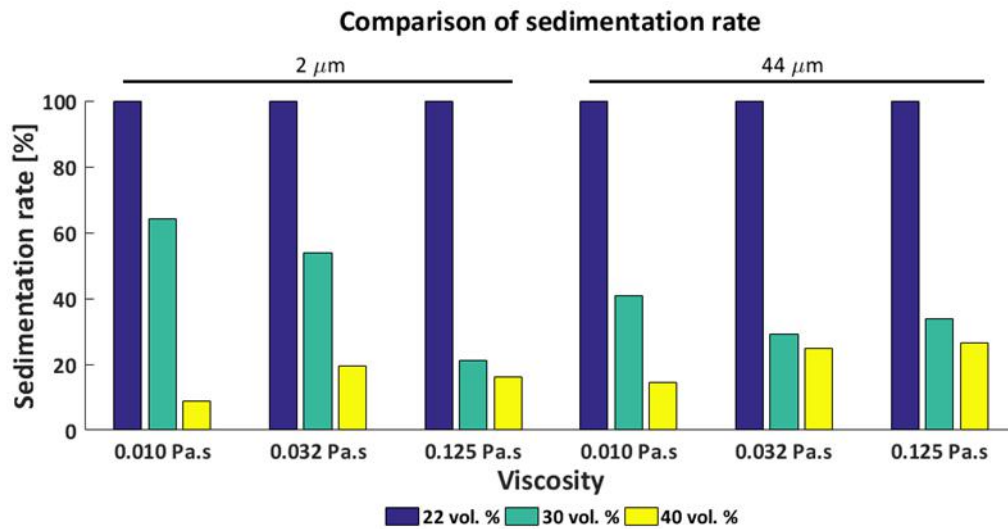


Figure 6 Comparison of the sedimentation rate percentage decrease in case of increase content ratio of CIP

If the data did not show any regression, the individual linear interpolation from the two nearest points was used (Figure 7b) [1].

In most MR fluids, spherical particles are used. There are also available data for comparison with the flat or elongated particles. The dimensions of the Fe particles, which are included as primary ones, range the most frequently in the range 1-10 μm. Unknown viscosities at 20 °C are estimated from producer data sheet or by post-yield viscosity by author's graphs.

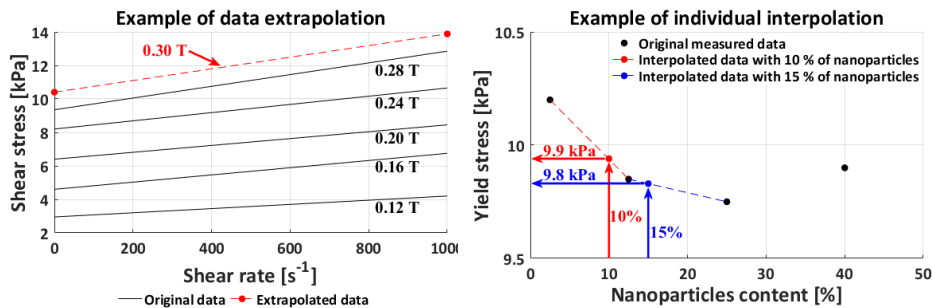


Figure 7(a) Example of the measured data [3] extrapolation by magnetix flux density, **(b)** Example of the measured data [1] extrapolation by percentage of the nanoparticle fraction

RESULTS AND DISCUSSION

1. Theoretical results

The values given in all articles in the theoretical research are unified by means of interpolation (extrapolation) or similar methods (Table 2 for monodispersions, Table 3 for bidispersions). Evaluations of yield stresses are at 300 mT.

Table 2 Normalized values for monodisperse MR fluids (60 wt. %)

Author	Particles size (μm)	Particles shape	Particles material	Relative viscosity at 20 °C ($\text{Pa}\cdot\text{s}$)	Yield stress (kPa)	Sedimentation rate (%/day)
Ngatu	6	Spherical	Iron	0.10	16	21
Wereley	30	Spherical	Iron	0.20	10	27
Ngatu	8	Spherical	Iron	0.25	16	37
Trendler	6.7	Spherical	Iron	0.01	8.8	36
Trendler	1.8	Spherical	Iron	0.01	7.2	1.4
Shah	19	Plate-like	Iron	0.07	24	1.4
Shah	2	Plate-like	Iron	0.07	18	1.3
Chin	5	Irregular	Magnetite	0.12	1.6	-
Chin	4.9	Spherical	Iron	0.12	0.7	19
Chin	5	Spherical	Iron	0.17	3.1	-
Genc	8	Spherical	Iron	0.10	14	-
Genc	2	Spherical	Iron	0.10	6	-
Susan-Resiga	2.3	Spherical	Iron	0.07	8	-
Iglesias	0.9	Spherical	Iron	0.02	8	4.4
Park	4.9	Spherical	Iron	0.02	2.3	8.9

Yield stress dependence on an average particle size is reported in Figure 8. The most interesting findings are spherical Fe particles. A linearly growing trend can be observed. Contrary to the tendency is 5 μm particles listed by one research group in [18, 19] with lower yield stress. Higher than expected yield stress (18 kPa) have flat iron particles of 2 μm [11]. The largest examined particles (30 μm) examined by Wereley [1] show a lower yield stress (10 kPa) than the trend suggested (about 35 kPa).

Table 3 Normalized values for bidisperse MR fluids (10 % secondary substitution, 60 wt. % in total)

Author	Primary particles size (μm)	Primary particles shape	Primary particles material	Secondary particles size (nm)	Secondary particles shape	Secondary particles material	Relative viscosity at 20 °C ($\text{Pa}\cdot\text{s}$)	Yield stress (kPa)	Sedimentation rate (%/day)
Ngatu	6	Spherical	Iron	40	Spherical	Iron	0.10	12	0.13
Wereley	30	Spherical	Iron	28	Spherical	Iron	0.20	9.9	0.14
Ngatu	8	Spherical	Iron	230	Wires	Iron	0.25	16.6	0.73
Trendler	6.7	Spherical	Iron	1800	Spherical	Iron	0.01	11.7	3.18
Shah	19	Plate-like	Iron	2000	Plate-like	Iron	0.07	27	1.23
Chin	4.9	Spherical	Iron	250	Needle-like	Co- γ -Fe ₂ O ₃	0.12	2.3	4.8
Chin	4.9	Spherical	Iron	500	Needle-like	CrO ₂	0.12	3.8	3.7
Iglesias	0.9	Spherical	Iron	7.8	Spherical	Iron	0.02	7	0.4

The sedimentation dependence is shown in Figure 9. Unfortunately, not all the authors study both the magnetorheological and sedimentation properties. The various methods of sedimentation measurements are roughly converted to the sedimentation rate given in % per day (recalculation from the "time to mudline formation" is not possible directly, therefore the results of particles with a diameter of 30 μm from [1] are determined approximately indirectly using papers [1, 19, 36]). We can observe the trend of decrease the speed of sedimentation with the decrease in particle size. A sample of 19 μm plate-like particles [10] with a sedimentary rate of only 1.38 %/day is moved strongly out of the trend.

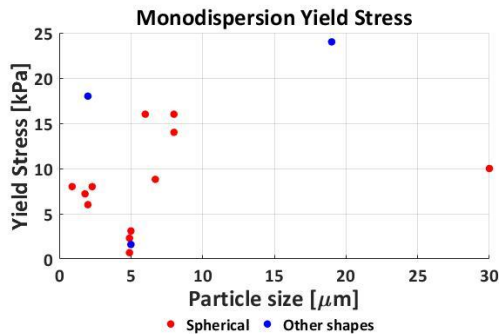


Figure 8 Monodispersion yield stress vs particle size for different particle shapes

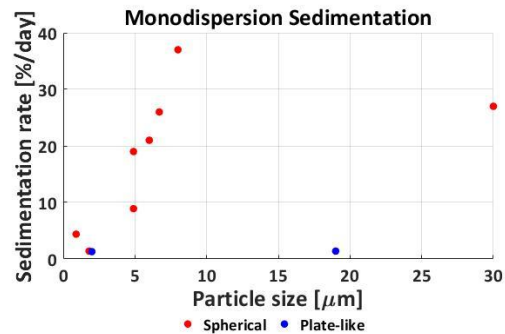


Figure 9 Monodispersion sedimentation rate vs particle size for different particle shapes

For bidisperse suspensions, the size of the second fraction particles is usually in the order of tens or hundreds of nanometres. There are also bidisperse fluids having both fractions in the order of micrometres. The ordinary total particle concentration in the MR fluid is 50-80 wt. %. Larger solid content prevents a fluid from flowing. Usual substitution with a second fraction in the bidisperse fluid is usually up to 15-40% (depending on particle size). For sedimentation reduction, from a certain point, a further increase is needless. Figure 8 depicts the distribution of yield stress in particle size of each fraction for different particle shapes at 10 % and 20 % substitution of a primary fraction with secondary (equally 60% by weight at 300 mT). At the same time, a comparison is made with the value of the monodisperse MR fluid (located according to the position of primary fraction powder size). The yield stress value increases with the growth of both primary and secondary particles size. The exception is that fluids containing relatively small particles in both fractions, namely 0.9 μm with 10% of 7.8 nm (7 kPa) [15] and 6 μm with 10% of 40 nm (12 kPa) [5]. Quite out of trend behaviour (only 10.8 kPa) are the largest particles (30 μm) with very small (28 nm) [1]. The graph also confirms Wereley's observation from [1] that, due to the addition of a small amount of small secondary particles, the yield stress possibly increases due to the filling of gaps in chains which are formed by larger particles.

The sedimentation rate, depending on the particle size in both fractions, is shown in the graph in Figure 9. The MR fluid sedimentation in a 90:10 fraction indicates a significant increase in sedimentation speed in the location of approximately 100 nm sized secondary particles. It seems that if it is substituted with a similarly small total amount of particles of such small size, there will be achieved orderly slower sedimentation than by adding particles larger than 100 nm. In a primary fraction, the graph does not indicate any trend. On the 80:20 ratio, the imaginary border to achieve low sedimentation rates moves to higher particle sizes with an increasing ratio of secondary particles. In both cases, flat micron particles from [10] come out of the trend and the MR fluid with them is more stable due to their specific shape. From a comparison of the two ratios of bidisperse and monodisperse MR fluids, we can notice a significant sedimentation reduction. For example, with particles of approximately 5-7 μm , the sedimentation rate is slowed down by replacing 10% with secondary particles at 1800 nm from 35.8 to 3.18 %/day, 250 nm from 19.2 to 4.8 %/day and 40 nm from 20.7 to 0.13 %/day. It cannot be observed that the sedimentation rate of the bidispersion fluids was dependent on the sedimentation rate of the monodispersion, i.e., that there is a trend of slowing down by a

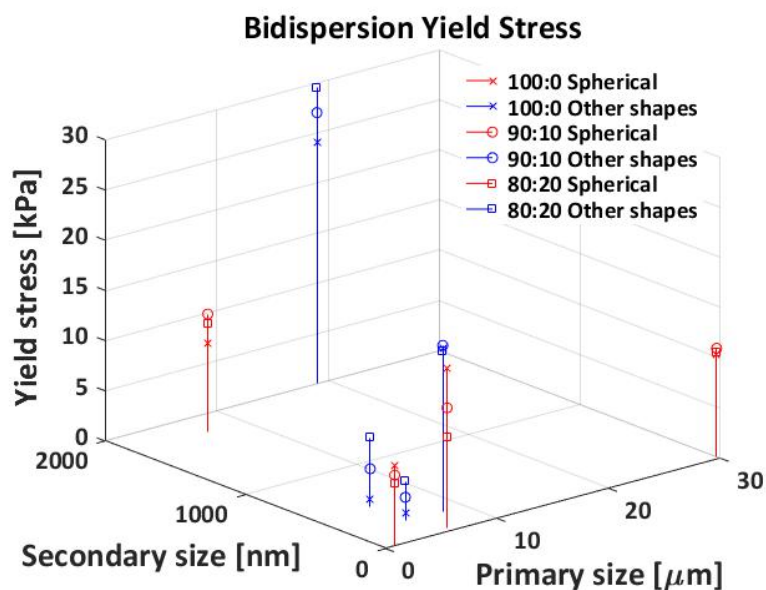


Figure 8 Bidispersion yield stress vs primary particle size and secondary particle size for different particle shapes and different secondary substitutions

similar percentage. On the contrary, we can see that the deceleration takes place at a certain end value and follows the trend described above. Only a slight decrease is observed for the MR suspension with both micrometric fractions, but rather that the fluid showed good sedimentation stability even in monodispersion. This was probably due to the flat shape of the particles [10].

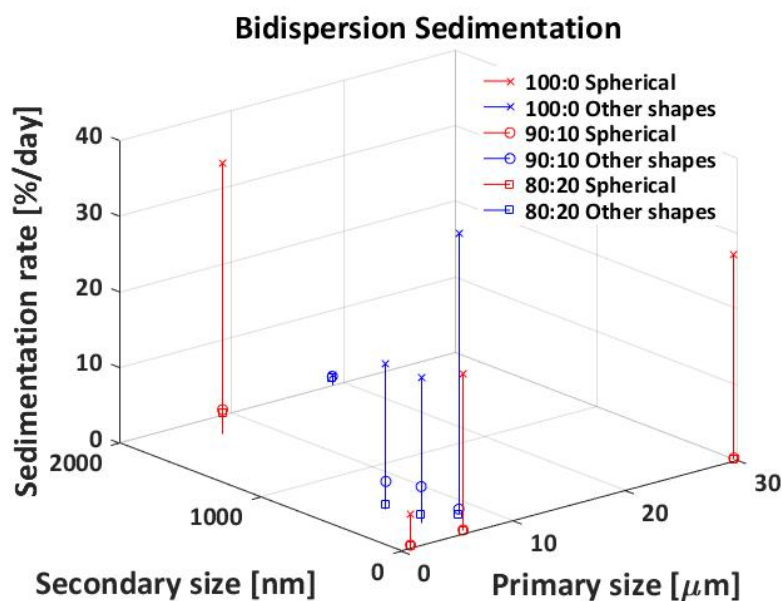


Figure 9 Bidispersion sedimentation rate vs primary particle size and secondary particle size for different particle shapes and different secondary substitutions

2. Join of the approaches

As the sedimentation stability of MR fluids greatly influences the viscosity of the carrier fluid, it is also included in the analysis. Figure 12 shows the dependence of the sedimentation rate of the MR fluid (from the theoretical research) on the particle size which is corrected by the dynamic viscosity of the carrier fluid. Figure 10 shows the same dependence for different bidispersion ratios (the corresponding monodispersion is added for comparison). Carrying fluid have very different viscosities (from 0.01 to 0.25 Pa·s at 20 °C), even in the same type of oil (e.g. different viscosities of silicone oils). Therefore, the adjusting is performed individually for each sample according to the measured values in Figure 5. The results are the viscosity approximation of all samples close to 0.1 Pa·s at which the sedimentation rate of 2 μm particles was measured at 0.21 mm/h. The resulting values thus unify the viscosities of all the research and it is, therefore, possible to compare them. The major viscosity influence is eliminated and the sedimentation behaviour depends only on the properties of the particles. For comparison is shown Figure 11 which shows the same results as **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.** Different is only logarithmic coordinates of the axis of sedimentation rate in the same range as Figure 12. There is a wider spread of values in the modified version. This is due to the unification of viscosity.

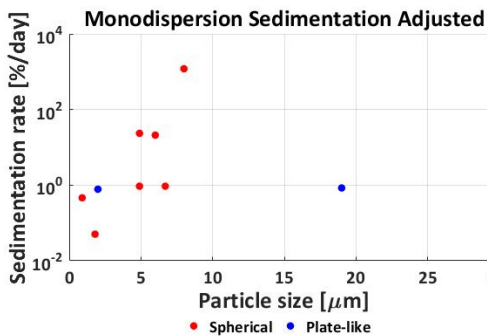


Figure 12 Sedimentation rate vs particle size adjusted by dynamic viscosity of the carrier

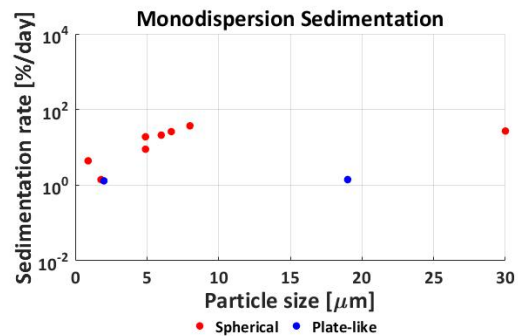


Figure 11 Sedimentation rate vs particle size in logarithmic scale

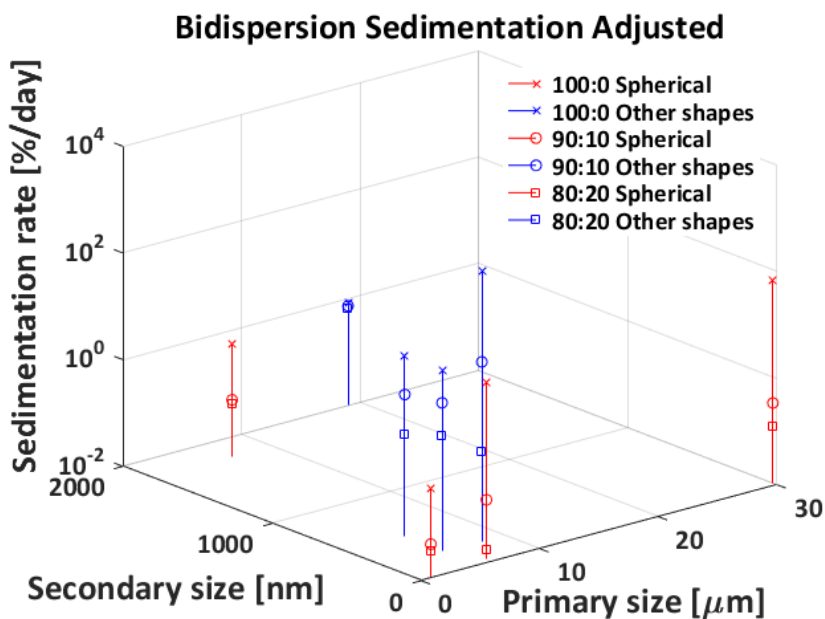


Figure 10 Sedimentation rate vs primary particle size and secondary particle size adjusted by dynamic viscosity of the carrier fluid

CONCLUSION

In the paper was conducted research of MR fluids especially in terms of the MR effect and sedimentation stability. The MR effect of bidisperse MR fluids is poorly dependent on the secondary particles fraction. Most studies indicate a slight increase in the yield stress in the sample with a small secondary fraction of finer powder (about 10%). Upon addition of secondary particles, the MR effect decreases. MR effect is strongly influenced by particle size. As the size increases, the yield stress also increases. The viscosity has no observable impact on the yield stress. It only influences the flow properties of the fluid above the yield stress. From the studies which deal with sedimentation properties were found to be dependent on the particle size. By the measurement, it was verified that these values are not relevant unless we also consider the viscosity of the carrier fluid. Subsequently, the normalized values were adjusted with correction parameter established from measured data for each viscosity. Sedimentation rate values range is keeping a growing trend of sedimentation rate with an increasing average particle size, but significantly steeper than on non-adjusted graph. Therefore, if more certain viscosities were used in papers in MR samples, then the results would be quite different. It has also been found that the rate of sedimentation can also be considerably slowed by the addition of the secondary fraction. The best results appear to be for MR fluids with nanometric particles in the secondary fraction. The best ratio to reduce sedimentation appears to be approx. up to 10%. Additional second fraction content enhancement has no such significant effect. Particle shape also significantly influences sedimentation characteristic of MR fluid. It also slows sedimentation to some extent, but significantly increases MR viscosity as a whole [6]. For this reason, the use of changed particle shape (from spherical to other) does not seem to be the ideal method of reducing sedimentation of MR fluids that are designed for use in damping systems.

REFERENCES

- [1] WERELEY, N. M., A. CHAUDHURI, J. -H. YOO, S. JOHN, S. KOTHA, A. SUGGS, R. RADHAKRISHNAN, B. J. LOVE a T. S. SUDARSHAN. Bidisperse Magnetorheological Fluids using Fe Particles at Nanometer and Micron Scale. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2006, 17(5), 393–401. ISSN 1045-389X.
- [2] RABINOW, Jacob. The Magnetic Fluid Clutch. *Transactions of the American Institute of Electrical Engineers*. 1948, 67(2), 1308–1315. ISSN 0096-3860.
- [3] NGATU, Grum T a Norman M WERELEY. Viscometric and Sedimentation Characterization of Bidisperse Magnetorheological Fluids. *IEEE Transactions on Magnetics*. 2007, 43(6), 2474–2476. ISSN 0018-9464.
- [4] NGATU, G T, N M WERELEY, J O KARLI a R C BELL. Dimorphic magnetorheological fluids: exploiting partial substitution of microspheres by nanowires. *Smart Materials and Structures*. 2008, 17(4), 45022. ISSN 0964-1726.
- [5] MAZŮREK, Ivan, Jakub ROUPEC, Milan KLAPKA a Zbyněk STRECKER. Load and rheometric unit for the test of magnetorheological fluid. *Meccanica*. 2013, 48(3), 631–641. ISSN 00256455.
- [6] GONCALVES, FERNANDO D. a J. DAVID CARLSON. Investigating The Time Dependence Of The MR Effect. *International Journal of Modern Physics B*. 2007, 21(28n29), 4832–4840. ISSN 0217-9792.
- [7] STRECKER, Zbynek, Jakub ROUPEC, Ivan MAZUREK, Ondrej MACHACEK, Michal KUBIK a Milan KLAPKA. Design of magnetorheological damper with short time response. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2015, 26(14), 1951–1958. ISSN 15308138.
- [8] ROUPEC, J, I MAZŮREK, Z STRECKER a M KLAPKA. The behavior of the MR fluid during durability test. *Journal of Physics: Conference Series*. 2013, 412(1), 12024. ISSN 1742-6588.
- [9] PARK, Jong Hyeok, Byung Doo CHIN a O Ok PARK. Rheological Properties and Stabilization of Magnetorheological Fluids in a Water-in-Oil Emulsion. *Journal of colloid and interface science*. 2001, 240(1), 349–354. ISSN 1095-7103.

- [10] TRENDLER, A.M. a H. BÖSE. Influence of particle size on the rheological properties of magnetorheological suspensions. 2005. ISSN 0217-9792
- [11] PLACHY, Tomas, Martin CVEK, Zuzana KOZAKOVA, Michal SEDLACIK a Robert MOUCKA. The enhanced MR performance of dimorphic MR suspensions containing either magnetic rods or their non-magnetic analogs. *Smart Materials and Structures*. 2017, 26(2). ISSN 1361665X.
- [12] CHAE, Hyun Sik, Shang Hao PIAO, Wen Jiao HAN a Hyoung Jin CHOI. Core/Shell Polystyrene/Magnetite Hybrid Nanoparticles Fabricated by Pickering Emulsion Polymerization and Their Magnetorheological Response. *Macromolecular Chemistry and Physics*. 2018, 1700408, 1–7. ISSN 15213935.
- [13] MRLIK, Miroslav a Vladimír PAVLINEK. Magnetorheological suspensions based on modified carbonyl iron particles with an extremely thin poly (n-butyl acrylate) layer and their enhanced stability properties. *Smart Materials and Structures*. nedatováno, 25(8), 1–10. ISSN 1361-665X.
- [14] BURGUERA, E.F., B.J. LOVE, R. SAHUL, G. NGATU a N.M. WERELEY. A Physical Basis for Stability in Bimodal Dispersions Including Micrometer-sized Particles and Nanoparticles using Both Linear and Non-linear Models to Describe Yield. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2008, 19(11), 1361–1367. ISSN 1045-389X.
- [15] HOFFMAN, D. L., D. R. BROOKS, P. I. DOLEZ a B. J. LOVE. Design of a z-axis translating laser light scattering device for particulate settling measurement in dispersed fluids. *Review of Scientific Instruments*. 2002, 73(6), 2479. ISSN 00346748.
- [16] SHAH, Kruti a Seung-bok CHOI. The influence of particle size on the rheological properties of plate-like iron particle based magnetorheological fluids. *Smart Materials and Structures*. 2015, 24(1), 15004. ISSN 0964-1726.
- [17] JOLLY, M. R., J. W. BENDER a J. D. CARLSON. Properties and applications of Magnetorheological fluids. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. 2006, 18, 127–130. ISSN 19718993.
- [18] CHIN, B. D., J. H. PARK, M. H. KWON a O. O. PARK. Rheological properties and dispersion stability of magnetorheological (MR) suspensions. *Rheologica Acta*. 2001, 40(3), 211–219. ISSN 00354511.
- [19] GENC, Seval a Pradeep P PHULE. Rheological properties of magnetorheological fluids. *Smart Materials and Structures*. 2002, 140, 140–146.
- [20] SUSAN-RESIGA, Daniela, Doina BICA a L. VÉKÁS. Flow behaviour of extremely bidisperse magnetizable fluids. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2010, 322(20), 3166–3172. ISSN 03048853.
- [21] IGLESIAS, G. R., M. T. LÓPEZ-LÓPEZ, J. D G DURÁN, F. GONZÁLEZ-CABALLERO a A. V. DELGADO. Dynamic characterization of extremely bidisperse magnetorheological fluids. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2012, 377(1), 153–159. ISSN 00219797.
- [22] LEMAIRE, E., A. MEUNIER, G. BOSSIS, J. LIU, D. FELT, P. BASHTOVOI a N. MATOUSSEVITCH. Influence of particle size on the rheology of magnetorheological fluids. *Journal of Rheology*. 1995, 39(5), 1011–1020.
- [23] HARTMANN, Patrice C. a Ronald D. SANDERSON. Preparation of magnetite-polystyrene core-shell hybrid nanoparticles, initiated by a covalently bonded azo compound. *Macromolecular Symposia*. 2007, 255, 24–35. ISSN 10221360.
- [24] SONG, Yuhua, Paul M MATHIAS, David TREMBLAY a Chau-Chyun CHEN. Liquid Viscosity Model for Polymer Solutions and Mixtures. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 2003, 42, 2415–2422. ISSN 0888-5885.
- [25] ROUPEC, J, P BERKA, I MAZŮREK, Z STRECKER, M KUBÍK, O MACHÁČEK a MT ANDATI. A novel method for measurement of MR fluid sedimentation and its experimental verification. *Smart Materials and Structures*. 2017, 26(10), 13 s.
- [26] CHIN, Byung Doo, Jong Hyeok PARK, Moo Hyun KWON a O. Ok PARK. Rheological properties and dispersion stability of magnetorheological (MR) suspensions. *Rheologica Acta*. 2001, 40(3), 211–219. ISSN 0035-4511.
- [27] CHOI, Young-Tai, Lei XIE a Norman M WERELEY. Testing and analysis of magnetorheological fluid sedimentation in a column using a vertical axis inductance monitoring system. *Smart Materials and Structures*. 2016, 25(4), 04LT01. ISSN 0964-1726.