



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 SEDIMENTACE MR KAPALIN

THE STUDY OF MR FLUIDS SEDIMENTATION

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Pavel Berka

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jakub Roupec, Ph.D.

BRNO 2017

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav konstruování
Student: **Bc. Pavel Berka**
Studijní program: Strojní inženýrství
Studijní obor: Konstrukční inženýrství
Vedoucí práce: **Ing. Jakub Roupec, Ph.D.**
Akademický rok: 2016/17

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 sedimentace MR kapalin

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

V současné praxi probíhá nejčastěji měření sedimentace MR kapalin za podmínek samovolného usazování částic, což může u stabilních suspenzí znamenat délku měření až 2 roky, než se sedimentace zastaví a částice v nosné kapalině dosáhnou nejtěsnějšího uspořádání. Lze ale provést tzv. akcelerované měření, které probíhá při větším zrychlení než je 1G. Při tomto měření je ale vhodné najít empirický vztah, aby mohly být výsledky interpretovány i pro statickou zkoušku sedimentace.

Typ práce: výzkumná

Projekt: GAČR

Cíle diplomové práce:

Cílem práce je experimentální určení vztahu pro převod výsledků z akcelerované sedimentace MR kapalin na sedimentaci za normálních podmínek. Vztah bude brát v potaz teplotu vzorku. V práci bude také sledován vliv geometrie nádoby na sedimentaci.

Dílčí cíle diplomové práce:

- návrh standu pro měření sedimentace s vyšší sensitivitou na lokální změny koncentrace železných částic,
- empirický vztah pro vyjádření statické sedimentace z akcelerované zkoušky při pokojové teplotě,
- empirický vztah pro vyjádření statické sedimentace z akcelerované zkoušky při teplotách 40, 60 a 80 °C,
- úprava centrifugy pro zkoušky sedimentace za zvýšené teploty.

Požadované výstupy: publikace, průvodní zpráva, fotografická dokumentace, laboratorní protokol, 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_2017.pdf

Seznam doporučené literatury:

MALKIN, A., Y. Rheology fundamentals. ChemTec Pub, Toronto. 1994.

MALKIN, A., Y. a AVRAAM, I. Rheology: concepts, methods, and applications. ChemTec Pub, Toronto. 2012.

CHHABRA, R.P. a RICHARDSON, J.F. Non-Newtonian flow and applied rheology: engineering applications. Butterworth-Heinemann/Elsevier, Amsterdam, 2008.

ROUPEC, J. Mezní a degradační procesy magnetoreologických tlumičů odpružení. Vysoké učení technické v Brně, Brno. Disertační práce, 2008.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2016/17

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Martin Hartl, Ph.D.

ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.

děkan fakulty

ABSTRAKT

Práce se zabývá akcelerovanou sedimentací magnetoreologických (MR) kapalin a to za pokojové i zvýšených teplot (40, 60 a 80 °C). Sedimentace je akcelerována pomocí centrifugy. Testovanou kapalinou je MRF - 122EG od společnosti LORD. V práci je popsán návrh a realizace nového měřicího zařízení pro vyhodnocení sedimentace. Zařízení je založeno na principu měření magnetické indukce v magnetickém obvodu. Magnetické komponenty zařízení byly navrženy pomocí MKP analýzy, která je v práci rovněž popsána. Dále je popsán návrh vyhřívané komory centrifugy, pro testy za vyšších teplot. Na základě experimentů je stanoven empirický vztah umožňující výpočet rychlosti sedimentace pro různá přetížení a různé teploty.

KLÍČOVÁ SLOVA

Sedimentace, magnetoreologická kapalina, akcelerovaná zkouška, MR kapaliny

ABSTRACT

This diploma thesis investigates the accelerated sedimentation of the magnetorheological fluids (MRFs) using centrifuge. Experiments are carried out at room temperature as well as at higher temperatures (40°C, 60°C and 80°C). The development of the new improved measuring device for the sedimentation evaluation is described. Magnetic components of the device were designed using FEM analysis. Newly designed device is verified. To accomplish the experiments at the high temperatures the new heated chamber for experimental centrifuge is designed and constructed. In the next part of the work full experiment of the accelerated sedimentation is performed. At final the empirical model of the sedimentation velocity for various accelerations and temperatures is synthesized.

KEY WORDS

Sedimentation, magnetorheological fluid, accelerated tests, MR fluids

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

BERKA, P. *Studium sedimentace magnetoreologických kapalin*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 110 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Jakub Roupec, Ph.D.

PODĚKOVÁNÍ

Na tomto místě bych rád poděkoval svému vedoucímu Ing. Jakubu Roupcevi, Ph.D. za odborné vedení, pomoc a rady při řešení této diplomové práce. Také bych chtěl poděkovat své rodině a zvláště své přítelkyni za trpělivost a podporu, kterou mi při realizaci této práce poskytovala.

ČESTNÉ PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem svoji diplomovou práci na téma Studium sedimentace MR kapalin vypracoval samostatně, pod vedením Ing. Jakuba Roupce, Ph.D. a uvedl v seznamu všechny použité literární zdroje.

V Brně, dne 19. května 2017

.....
Pavel Berka

OBSAH

1 Úvod	13
2 Shrnutí současného stavu poznání	14
2.1 Metody měření sedimentace	14
2.1.1 Optické metody	14
2.1.2 Měření ultrazvukem [9].....	16
2.1.3 Metody založené na měření změny indukčnosti.....	17
2.1.4 Metoda měření magnetické indukce.....	21
2.2 Matematické modely sedimentace.....	22
2.2.1 Historie a úvod do problematiky	22
2.2.2 Kynchův kinematický model	23
2.2.3 Modely určující pádovou rychlost částice v koncentrovaném prostředí...	25
2.3 Akcelerované sedimentační zkoušky [30].....	31
3 Analýza problému a cíl práce.....	32
4 Materiály a metody	33
4.1 Princip metody měření sedimentace	33
4.2 Měřicí zařízení	34
4.2.1 Magnetický obvod	36
4.2.2 Upevnění vzorků	37
4.2.3 Zapojení elektroniky standu.....	38
4.2.4 Pohon výtahu standu (obr. 4.12).....	40
4.2.5 Upevnění laserového měřiče (obr. 4.13)	40
4.3 Optimalizace tvaru pólových nástavců.....	41
4.3.1 Vytvoření a nastavení analýzy	42
4.3.2 Referenční analýza původních pólových nástavců	43
4.3.3 Výsledky MKP analýzy pro různé tvary magnetického obvodu	44
4.3.4 MKP analýza vybraných variant	46
4.3.5 Experimentální ověření vybraných variant výsledků MKP analýzy	47
4.3.4 Výběr finální varianty a její srovnání s původní variantou)	48
4.4 Měřicí řetězec	49
4.5 Experimentální centrifuga	51
4.6 Tepelná komora pro experimenty za vyšších teplot	52
4.7 Testované MR kapaliny a příprava vzorků	54
4.8 Metodika experimentu akcelerovaných zkoušek	54
4.8.1 Postup měření na měřicím zařízení	55
4.8.2 Průběh testování za vyšší teploty	55
4.9 Zpracování měřených dat	56
4.9.1 Filtrace a úprava naměřených dat	56
4.9.2 Vyhodnocení sedimentačních profilů.....	58
4.10 Opakovatelnost měření	59
4.11 Měření magnetické remanence magnetického obvodu	60
4.12 Metodika testování vlivu geometrie nádoby	62
5 Výsledky.....	63
5.1 Ověření funkce měřicího zařízení	63
5.2 Vliv geometrie nádoby	64
5.3 Akcelerovaná sedimentace za pokojové teploty	64
5.4 Akcelerovaná sedimentace za zvýšených teplot	66

5.4.1 Akcelerovaná sedimentace při teplotě 40°C	66
5.3.2 Akcelerovaná sedimentace při teplotě 60°C	67
5.3.3 Akcelerovaná sedimentace při teplotě 80°C (obr. 5.11)	69
6 Diskuze	70
6.1 Měřicí zařízení a metodika experimentu	70
6.2 Vliv geometrie nádoby	70
6.3 Experimenty akcelerované sedimentace.....	70
6.3.1 Akcelerovaná sedimentace při pokojové teplotě	70
6.3.2 Akcelerovaná sedimentace za zvýšených teplot.....	72
6.4 Tvorba empirického vztahu.....	72
7 Závěr	78
7.1 Splnění cílů diplomové práce.....	78
7.1.1 Hlavní cíl diplomové práce	78
7.1.2 Vedlejší cíle	79
7.2 Další pokračování práce	79
8 Seznam použitých symbolů a zkratk.....	80
9 Seznam grafů a obrázků	81
10 Seznam tabulek.....	83
11 Seznam použitých zdrojů.....	84
Přílohy	87
Příloha 1 - Kód pro zpracování měřených dat.....	87
Příloha 2 - Odborný článek.....	90

Magnetoreologické (MR) kapaliny jsou kapaliny schopné měnit své reologické vlastnosti, jestliže jsou vystaveny působení vnějšího magnetického pole.

Jedná se o suspenze pevných železných částic (o velikosti okolo $1\mu\text{m}$) rozptýlených v nosné kapalině. Nosnou kapalinou je většinou olej (např. polyalfaolefin), ale může to být o voda nebo alkohol [1]. Dále jsou v kapalině přítomna různá aditiva se zlepšujícími vlastnostmi. Vlivem magnetického pole formují částice řetězce a dochází k nárůstu meze kluzu. Kapalina je v tzv. aktivovaném stavu. Po odstranění magnetického pole, se kapalina opět vrátí do výchozího stavu. MR zařízení našly využití v mnoha aplikacích, zejména pak v automobilovém průmyslu. Využívány jsou ale i ve stavebnictví a také v biomedicinském průmyslu. Nejrozšířenější formou MR zařízení jsou elektronicky ovládané MR tlumiče, schopné tlumit kmitání lépe než běžné pasivní tlumiče [2]. Ve stavebnictví byly použity MR tlumiče k tlumení otřesů budov v seizmicky aktivních oblastech [3]. Uplatnění nacházejí i rotační MR zařízení – spojky a brzdy. Základním problémem omezujícím využití MR kapalin je jejich stabilita. Zejména nízká sedimentační stabilita, která je důsledkem vysokého rozdílu v hmotnosti rozptýlených částic ($7800\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$) a nosné kapaliny (okolo $1000\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$) [4]. V poslední době byl učiněn v oblasti stabilizace MR kapalin značný pokrok a stabilita komerčních MR kapalin je v současnosti na vysoké úrovni díky použití vhodných aditiv.

I přes všechny pokroky je sedimentace problémem, se kterým je potřeba vždy počítat. Při aplikacích, kdy je MR kapalina neustále promíchávána (např. tlumiče v autech), není tento problém tak zjevný. Použití v bezpečnostních systémech aktivovaných jen jednou za čas, by ovšem mohlo znamenat problém. Každá nově namíchaná kapalina je proto testována z hlediska sedimentační stability. Ve většině případů je proveden klasický statický test v usazovací nádobě, nebo-li 1G test. Test, je-li proveden až do doby dosažení naprosté sedimentační rovnováhy, je značně zdlouhavý (u současných komerčních MR kapalin i přes 150 dní). Zrychlení testování by mohly přinést sedimentační zkoušky v odstředivkách [5]. Takováto akcelerovaná zkouška sedimentace nebyla doposud nikým publikována. Otázkou zůstává, zda je možné výsledky akcelerovaného testování odpovídajícím způsobem vyhodnotit a porovnat a převést na výsledky klasických testů.

2 SHRNUTÍ SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ

V rešeršní části práce budou nejprve uvedeny metody, pomocí kterých lze sedimentaci měřit, zejména metody vhodné přímo pro měření MR kapalin. Dále budou představeny matematické modely popisující mechanismus sedimentace a obecné informace věnující se akcelerovaným zkouškám.

2.1 Metody měření sedimentace

Nejčastěji se sedimentace měří tak, že je odměřována výška (potažmo objem) čisté vyloučené kapaliny o porovnání s celkovým objemem. Tato metoda je postačující pro většinu dlouhodobých sedimentačních experimentů s MR kapalinami. Problém nastává, nedojde-li k vytvoření jasného rozhraní mezi vyloučenou kapalinou a sedimentem nebo chceme-li znát detailněji průběh sedimentace v celém vzorku. Ve zdravotnictví a chemii se používají pro hodnocení optické metody. Ve stavebnictví se používají často metody založené na vodivosti sedimentujícího vzorku.

U MR kapalin se pro takovéto hodnocení používají metody založené na magnetických vlastnostech železných částic přítomných v kapalině.

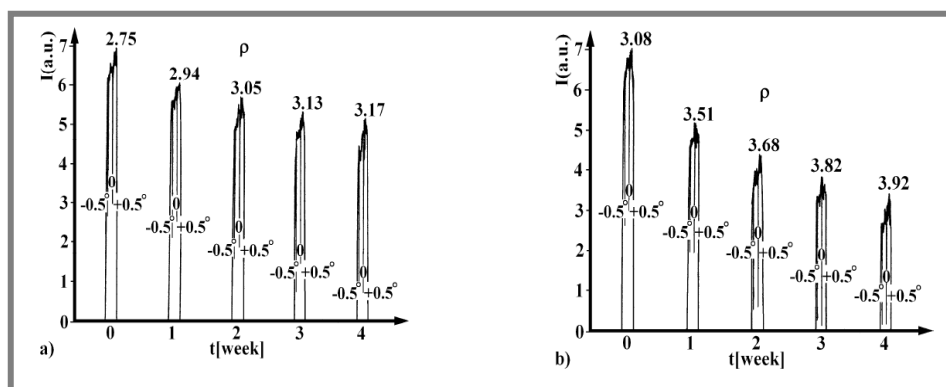
2.1.1 Optické metody

Optické metody jsou obecně nejvyužívanější metody pro hodnocení sedimentace.

U MR kapalin narážejí na problém neprůhlednosti vzorku a tím často ztrácejí účinnost. Zde budou ovšem prezentovány některé optické metody, které pro výzkum MR kapalin byly použity nebo by potenciálně použity být mohly.

Rentgenové záření

Pro hodnocení sedimentace MR kapalin použil rentgenové záření Marin Lita (2008) [6]. Zkoumal a porovnával dva vzorky MR kapalin. Komerční MRF-132DG od společnosti LORD a nově namíchanou kapalinu MRF-LM5. Střední velikost částic byla u MRF-132DG 8,87 μm . MRF-LM5 obsahovala částice o velikosti 4-6 μm . Měření probíhala v intervalu jeden týden po dobu 4 týdnů. Měřena byla intenzita záření u dna vzorku.

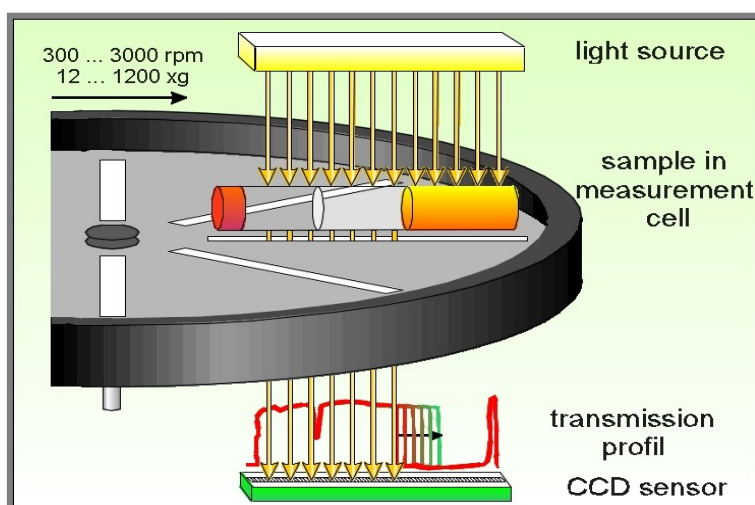


Obr. 2.1 Intenzita rentgenového záření a odpovídající hustota po 1, 2, 3 a 4 týdnech
a) MRF-LM5 b) MRF-132DG od společnosti LORD [6]

Na obrázku 2.1 jsou výsledky experimentu, u každého píku je uvedena hustota. Výsledky ukazují, že nově namíchaná kapalina sedimentuje o něco pomaleji než komerční kapalina.

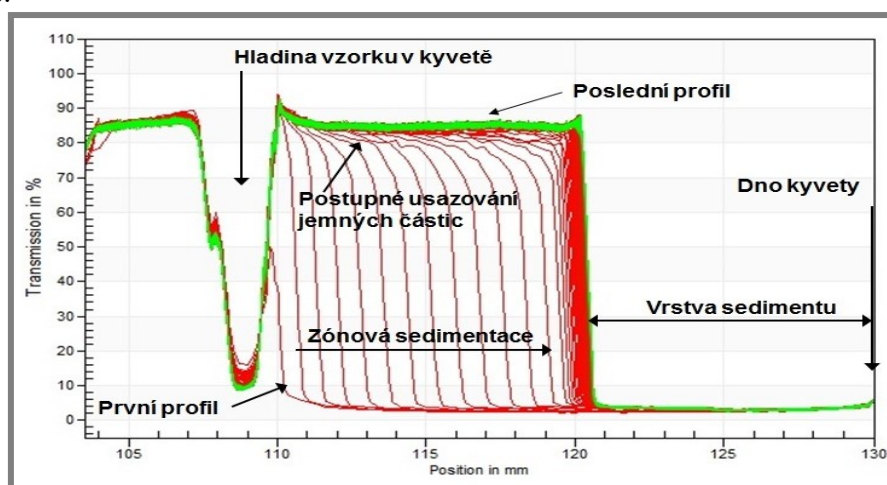
Analytická centrifuga LUMiSizer

Pro analýzu sedimentace se zvláště v chemii používají přímo analytické odstředivky. Jednou z nich je LUMiSizer. V ní může být umístěno až 12 vzorků. Maximální otáčky jsou 4000 rpm. Vestavěná je i regulace teploty. Princip funkce je na obr. 2.2. Vzorky jsou prosvětlovány světlem ze zdroje. Intenzita záření proniklého vzorkem je závislá na hustotě kapaliny, kterou prochází a je měřena CCD senzorem.



Obr. 2.2 Princip funkce analytické centrifugy LUMiSizer [7]

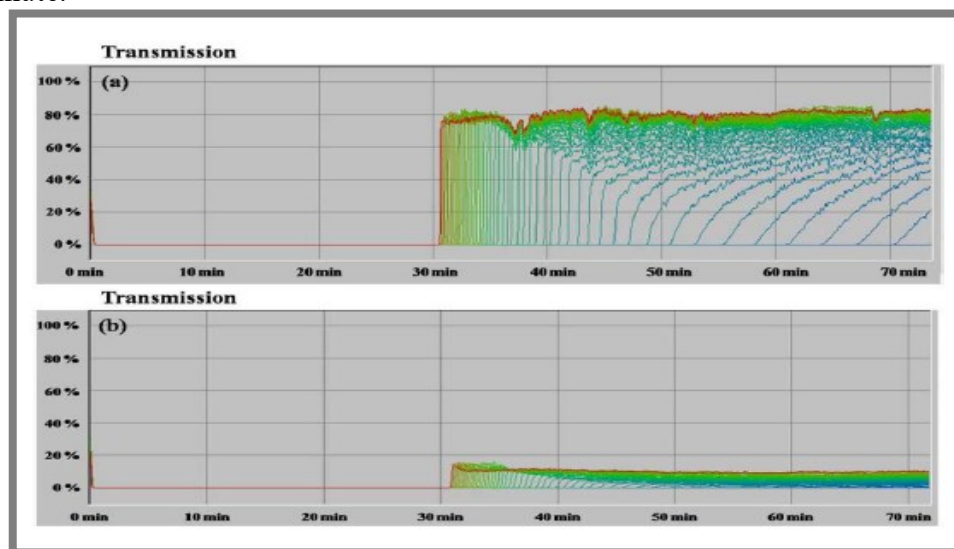
LUMiSizer vyjadřuje stabilitu systému pomocí indexu nestability, nebo pomocí rychlosti sedimentace. [7] Centrifuga je schopná také vyhodnotit charakter a trend velikosti částic. Právě vyhodnocení sedimentačních, reologických vlastností a rozložení velikosti částic v jednom přístroji je největší výhodou této centrifugy. Příklad naměřených dat je na obr. 2.3. Data jsou z testu sedimentace práškového lignitu ve vodě.



Obr. 2.3 Transmittanční profily z přístroje LUMiSizer, analýza lignitových částic ve vodě [7]

Turbiscan

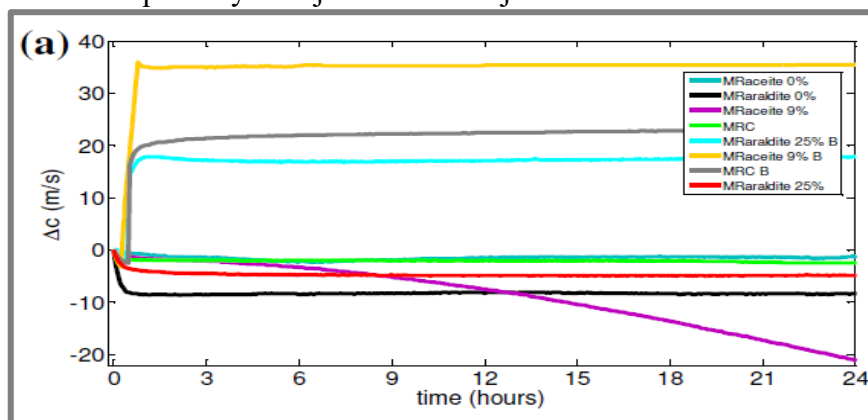
Optický analyzátor Turbiscan byl použit k analýze sedimentační stability MR kapalin (K. H. Songem a kol., 2009)[8]. Tento přístroj používá paprsky o vlnové délce 850 nm. Obsahuje dva detektory, jeden měří intenzitu záření pronikajícího vzorkem a druhý intenzitu odraženého záření. Data z měření Turbiscanem jsou na obr. 2.4. Vzorky jsou rozmíchány, poté 30 minut v klidu a následně je provedeno měření po 1 minutě.



Obr. 2.4 Měření sedimentace přístrojem Turbiscan a) vzorky bez nanočástic, b) vzorky s přidanými nanočásticemi

2.1.2 Měření ultrazvukem [9]

Rychlost zvuku procházejícího vzorkem s MR kapalinou je závislá na koncentraci železných částic. Tohoto faktu využil např. J. Rodriguez-Lopez (2012), který pro měření sedimentace použil ultrazvukové (960kHz) pulzy procházející vzorkem. Zaznamenával rychlost zvuku pro různé časy sedimentace. Porovnává komerční kapalinu MRC (MRF 132DG Lord Company) s vlastními namíchanými MR kapalinami - MRaraldite a MRaceite o různých koncentracích. Výsledky jsou na obr. 2.5. Zveřejněné výsledky jsou bohužel naměřeny pouze po dobu 24 hodin, za tuto dobu většina komerčních MR kapalin výrazněji nesedimentuje.



Obr. 2.5 Graf závislosti změny rychlosti zvuku na čase sedimentace vzorky s označením B byly testovány v magnetickém poli (aktivovaném stavu)[9]

Z výsledků je patrné že v aktivovaném stavu dojde k značnému navýšení sedimentační stability. Kapalina *MRaceite* v neaktivovaném stavu výrazně sedimentuje (fialová křivka, kdežto v aktivovaném stavu je sedimentace ve vymezeném čase minimální. Metoda je citlivá na teplotu, při které měření probíhá. Se zvyšující se teplotou klesá rychlost zvuku procházejícího vzorkem. [9]

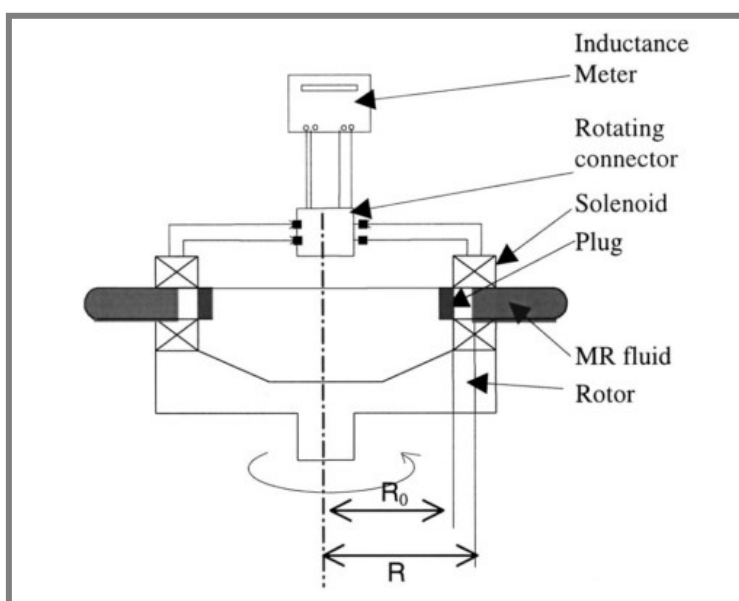
2.1.3 Metody založené na měření změny indukčnosti

2.1.3

Metoda podle Gorodkina

První kdo se zabýval měřením sedimentace MR kapalin byl Gorodkin [10]. Ve své práci použil pro hodnocení tzv. sedimentační konstantu S , která je dána jako poměr rychlosti sedimentace a gravitačního zrychlení. Rychlost sedimentace vyhodnocuje pomocí zařízení na obr. 2.6. Jedná se o centrifugu, ve které rotují dva vzorky s MR kapalinou. Na těchto vzorcích jsou umístěny **solenoidy**, tak aby pokrývaly oblast sledovaného rozhraní nosná kapalina-sediment. Solenoidy jsou napojeny na měřič indukčnosti. Je sledována změna indukčnosti.

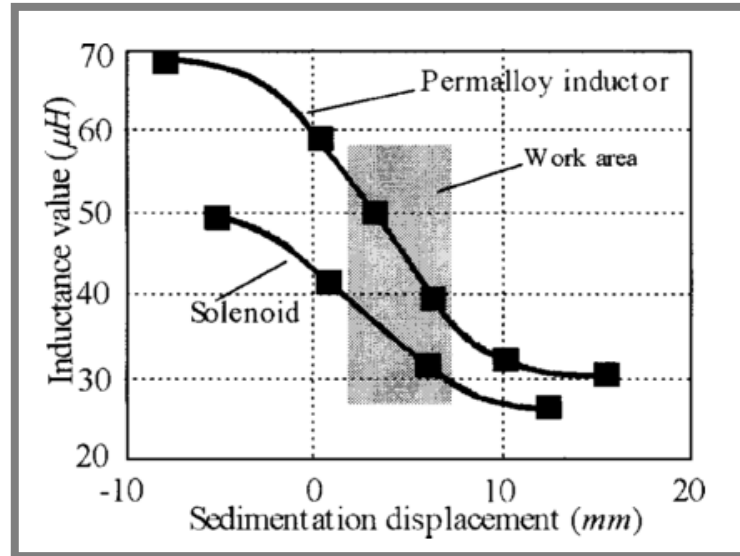
Výhodou této metody je možnost sledovat rychlost sedimentace kontinuálně přímo při centrifugaci. Nevýhodou je omezení jen na oblast solenoidu, s kterým nelze v průběhu testu pohybovat. Další práce [11] zpochybnil, zda lze centrifugací a sedimentací při 1 G určit stejnou hodnotu sedimentační konstanty.



Obr. 2.6 Měřicí aparatura podle Gorodkina[10]

Chen a Chen [11]

Další pokrok v Gorodkinem započaté práci přinesli Chen a Chen (2003). Zaměřili se zejména na vylepšení měřící cívky. Narozdíl od Gorodkina nepracovali s centrifugou, ale zaměřili se na sedimentaci při 1G. Jejich experimentální zařízení se skládá se stojanu, na kterém je uchycena odměrná bireta s kapalinou. Na vrcholku stojanu je umístěna měřící cívka s možností polohování ve svislé ose. Srovnávali klasický solenoid s cívkou ze slitiny Permalloy (magneticky měkká slitina železa a niklu). Výsledky jsou v grafu na obr. 2.7.

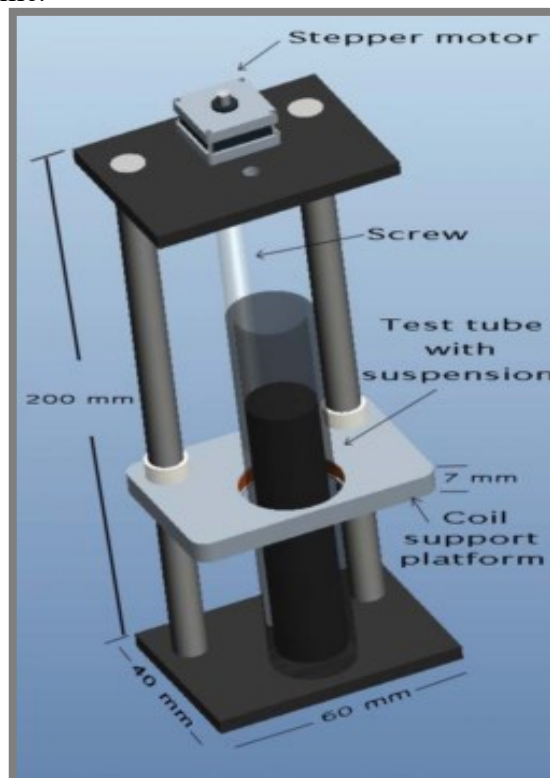


Obr. 2.7 Porovnání měření indukčnosti klasickým solenoidem a induktorem ze slitiny Permalloy[11]

Z výsledků jasně plyne, že použití induktoru ze slitiny Permalloy přináší téměř dvojnásobné zvýšení citlivosti měření indukčnosti v pracovní oblasti.

Iglesias [12]

Ve své práci z roku 2011 představil plně automatizované zařízení pro hodnocení sedimentace MR kapalin. Jedná se o novou verzi původního konceptu z roku 2007 [13]. Na obrázku 2.8 je znázorněno měřicí zařízení s cívkou umístěnou na vertikálně se pohybující platformě.



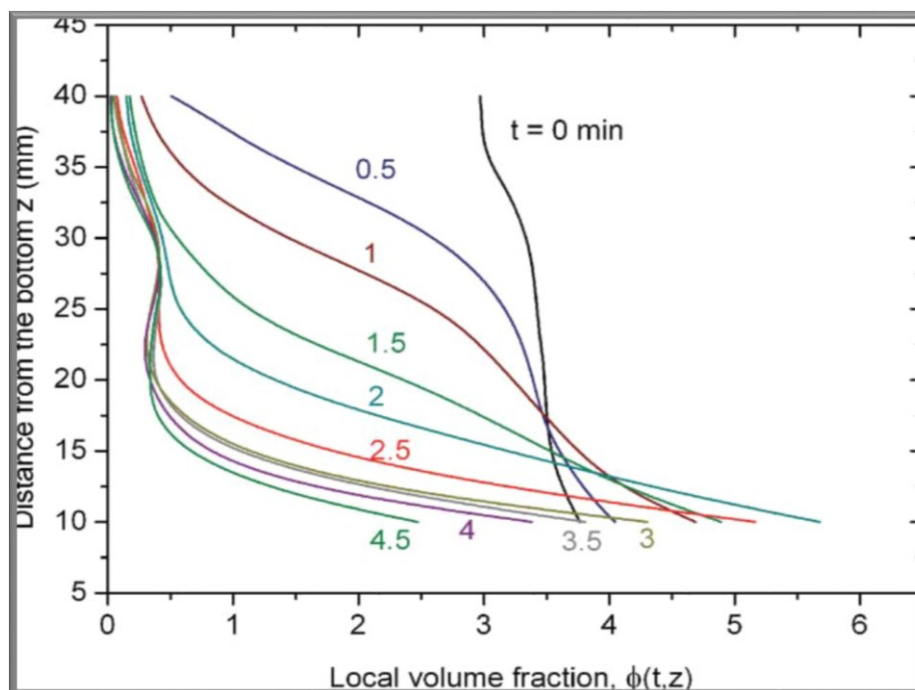
Obr. 2.8 Automatizované měřicí zařízení podle Iglesias [12]

Cívka umístěná na pohyblivé platformě projíždí přes celou výšku vzorku. Indukčnost cívky (L) je závislá na objemové koncentraci železných částic v prostoru, který cívka obklopuje. Iglesias využívá měření rezonanční frekvence LC obvodu, vzniklého spojením cívky s vhodným kondenzátorem. Vztah mezi rezonanční frekvencí a objemovou koncentrací je následující:

$$f(t, z) = \sqrt{\frac{1 - \varphi(t, z)}{1 + 2\varphi(t, z)}} \quad (1)$$

f [Hz] - rezonanční frekvence
 φ [-] - objemová koncentrace (objemový zlomek)

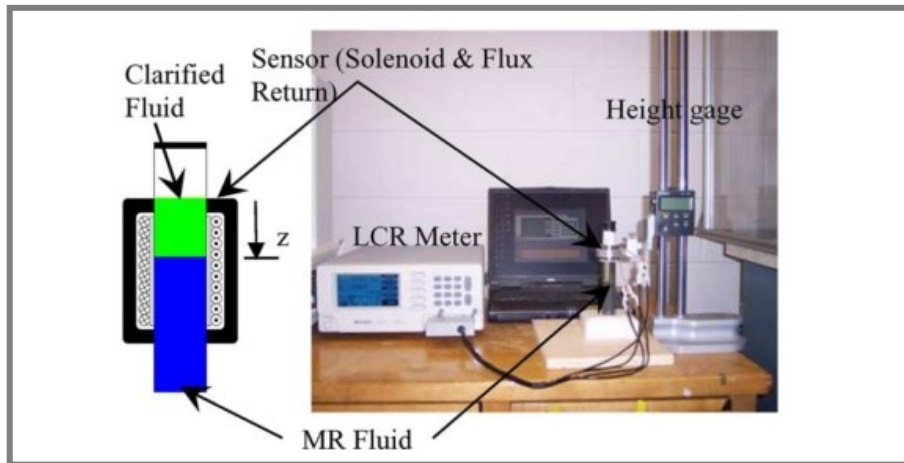
Obr. 2.9 znázorňuje data naměřená touto metodou. Jedná se o měření MR kapaliny o objemové koncentraci pevných částic 5% v několika časových úsecích. Z dat lze vypočítat úbytek koncentrace v horní části zkumavky a nárůst koncentrace u dna. [12]



Obr. 2.9 Měření závislosti objemové koncentrace na výšce vzorku podle Iglesiasie[12]

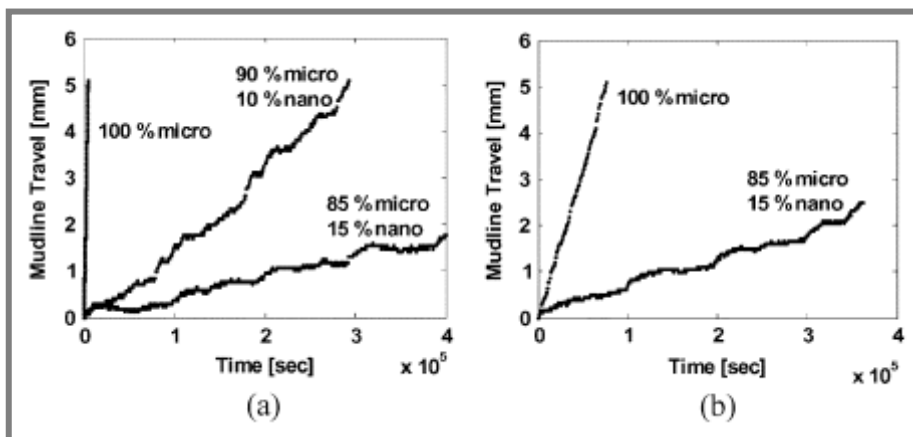
Ngatu a Welerey [14]

Ngatu a Welerey zkoumali vliv přidání nanočástic na stabilitu MR kapaliny. Jejich metoda měření vychází z předchozích prací. Solenoid obklopuje určitý objem MR kapaliny ve válci (obr. 2.10). Při této metodě je cívka nehybná a je sledován pohyb rozhraní nosná kapalina-sediment. Změna indukčnosti cívky je měřena LCR metrem.



Obr. 2.10 Měřicí aparatura a měřicí řetězec podle Ngatu a Wereleye [14]

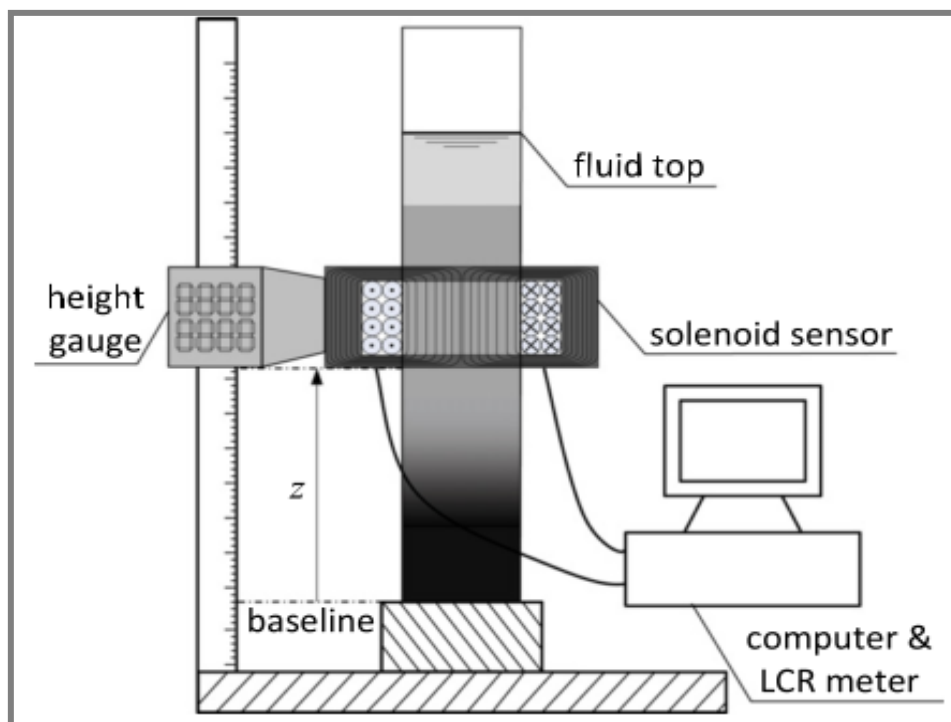
Výsledky jsou uvedeny v grafech na obrázku. Grafy ukazují vliv přítomnosti různého obsahu nanočástic ve vzorku. Ukázalo se, že rychlost sedimentace se výrazně sníží s vyšší přítomností nanočástic.[14]



Obr. 2.11 Graf vzdálenosti rozhraní od hladiny na čase
a) 50% hm. Fe částic b) 70 hm. % Fe částic [14]

Choi, Xie a Wereley [15]

V práci z roku 2016, testují autoři sedimentační kapalinu MR kapalin z různým obsahem železných částic. K vyhodnocení používají podobně jako Iglesias (2011) měřicí stand s pohyblivou cívkou (VAIMS - Vertical Axis Inductance Monitoring System) na obr. 2.12. Výsledky prezentované v práci jsou na vysoké úrovni a poukazují na životaschopnost metody měření sedimentace pomocí sekundární cívky. Dále je v práci provedeno i srovnání s matematickými modely popisujícími sedimentaci. Metoda byla použita i v další práci autorů [16], v ní zkoumají vliv viskozity nosné kapaliny na rychlost sedimentace. Mimo zkoumané laboratorně připravené kapaliny je měřena také sedimentace komerční kapaliny MRF-132DG.

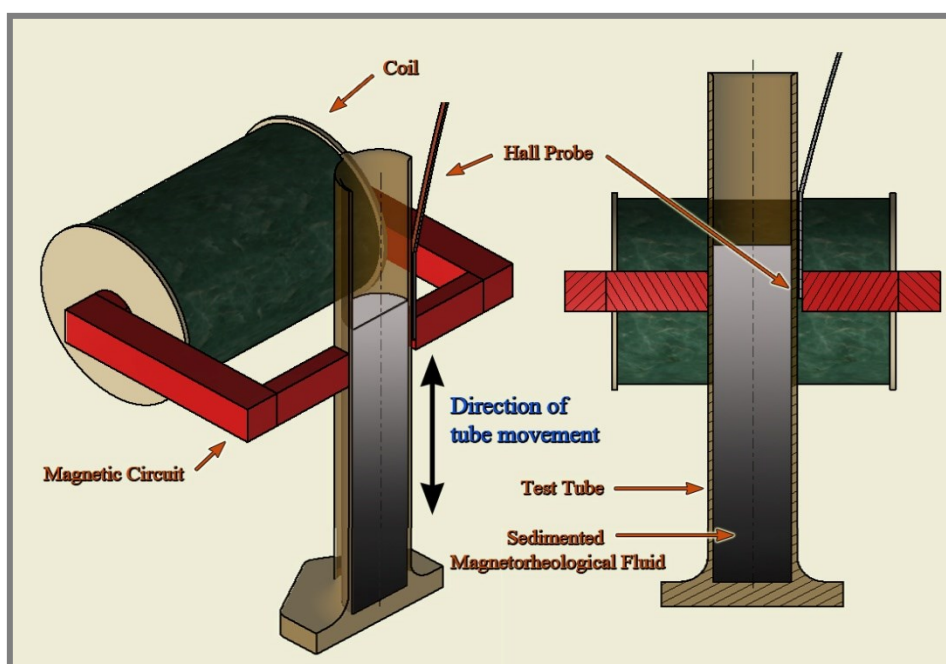


Obr. 2.12 Měřicí zařízení pro měření sedimentace VAIMS[15]

2.1.4 Metoda měření magnetické indukce

2.1.4

Metoda měření sedimentace pomocí měření magnetické indukce byla vyvinuta na Ústavu Konstruování v roce 2015 [5]. Metoda je založena na měření magnetické indukce pomocí Hallovy sondy v mezeře magnetického obvodu. Mezerou prochází zkoumaný vzorek MR kapaliny. Čím je větší koncentrace feritových částic, tím je vyšší i magnetická permeabilita prostředí a tím pádem i magnetická indukce. Schematické znázornění je na obr. 2.13.



Obr. 2.13 Princip měření magnetické indukce v magnetickém obvodu[5]

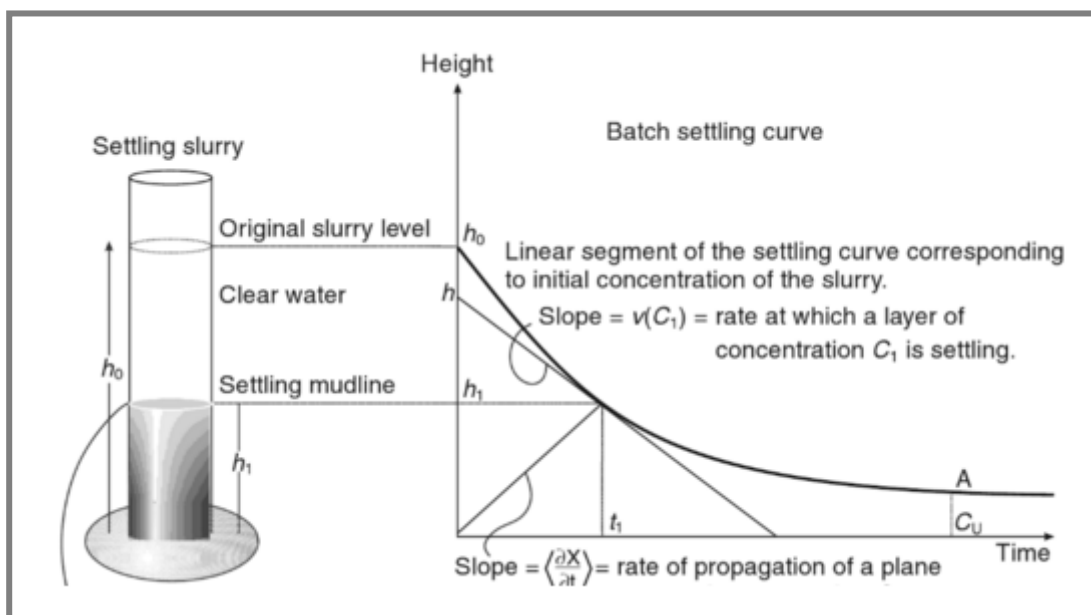
2.2 Matematické modely sedimentace

2.2.1 Historie a úvod do problematiky

Vytvoření matematického modelu popisujícího sedimentaci je komplexní problém, kterému se věnovala a věnuje celá řada autorů. V průmyslové praxi je motivací zejména návrh usazovacích nádrží. Skvělý přehled historie výzkumu sedimentace přinesli ve své práci Concha a Bürger 2002 [17].

První pokusy o matematický popis souvislostí mezi pozorovaným sedimentačním chováním a mikroskopickými vlastnostmi sedimentujících částic byl učiněn Steinourem (1944) [18]. Ovšem opravdu ucelený přístup k problematice prezentoval Kynch (1952) [19]. Vytvořil první kinematický model a položil základy, na nichž stavělo mnoho pozdějších autorů. Později byl tento model rozšířen o poznatky o kompresi sedimentu. Coe a Clavenger (1916) [17] poprvé popsali jednotlivé fáze procesi usazování. Rozlišili čtyři zóny: nejvýše se nachází čistá kapalina, pod ní suspenze o původní koncentraci, poté přechodová oblast a na dně kompresní zóna (samotný sediment).

Sedimentaci obecně lze rozdělit z hlediska okrajových podmínek na sedimentaci s přítokem/odtokem suspenze (continual sedimentation) a sedimentaci v uzavřeném prostředí (bez přítoku/odtoku tzv. batch sedimentation). Klasické testy sedimentační stability suspenzí probíhají v uzavřeném prostředí (bez odtoku). Průběh takového testu je na obr. 2.14.



Obr. 2.14 Test sedimentace a závislost výšky rozhraní (mudline) na čase [20]

Jak klesají pevné částice ke dnu, tak se stejnou rychlostí se pohybuje směrem ke dnu i rozhraní kapalina-sediment. Směrnice sklonu křivky určuje rychlost sedimentace a je závislá na okamžité koncentraci pevných částic. V určitém čase sedimentace mechanismem pádu částic ustane a nastane komprese sedimentu. Rychlost sedimentace je poté velice nízká. Po určité době dojde k úplnému ustálení směsi (bod A). Sediment dosáhne své maximální koncentrace tzv. kritické koncentrace C_U [20].

2.2.2 Kynchův kinematický model

Kynch vychází ze základního předpokladu, že rychlost sedimentace je závislá pouze na okamžité lokální objemové koncentraci částic [19]. Z tohoto modelu vychází většina pozdějších modelů, které jej vylepšují a rozšiřují. Kynch stanovil několik zjednodušujících předpokladů:

Zjednodušující předpoklady 1. typu (pro matematické zjednodušení):

-
- koncentrace částic je v horizontálním směru konstantní
- počáteční koncentrace se zvyšuje směrem ke dnu
- rychlost částic konverguje k nule, jako se zvyšuje hustota k hustotě kritické

Předpoklady 2. typu (z nedostatku fyz. podkladů)

- rychlost částic závisí pouze na lokální koncentraci (hustotě)
- efekt stěn může být zanedbán
- částice mají stejný tvar i velikost

Základním vztahem Kynchova modelu je parciální diferenciální rovnice kontinuity pevné fáze [17]:

$$\frac{\partial \phi}{\partial t} + \frac{\partial f_{bk}(\phi)}{\partial z} = 0, \quad 0 \leq z \leq L, \quad t > 0, \quad (2)$$

Kde:

$\Phi[-]$ -lokální objemová koncentrace pevných částic

z [m] -vzdálenost ode dna

t [s] -čas

f_{bk} je tzv. Kynchova funkce hustoty proudění (Kynch batch flux density function):

$$f_{bk}(\phi) = \phi v_s \quad (3)$$

Počáteční podmínky jsou:

$$\phi(z, 0) = \begin{cases} 0 & \text{for } z=L, \\ \phi_0 & \text{for } 0 < z < L, \\ \phi_{\max} & \text{for } z=0, \end{cases} \quad (4)$$

Kde Φ_{\max} je maximální objemová koncentrace pevných částic (odpovídající max. prostorovému uspořádání) a Φ_0 je počáteční objemová koncentrace. K řešení podle Kynche postačuje znalost f_{bk} a znalost počáteční koncentrace. Rovnice (rovnice kontinuity) může být vyřešena pomocí metody charakteristik. Tato teorie byla potvrzena mnoha experimenty s vynikající shodou. Kynchova teorie je vhodná pro sedimentaci malých pevných kulových částic o stejné velikosti. Není však přesná v případě směsí, které vločkují (flocculent suspension) a vytváří stlačitelný sediment [17].

Problémem zůstává určení funkce f_{bk} . Funkce musí být určena pomocí konstitutivních vztahů na základě konkrétních experimentů.

Richardson-Zaki

Jedna z nejpoužívanějších rovnic pro stanovení funkce f_{bk} . Jedná se o dvouparametrickou rovnici, již zmíněnou výše. Konstitutivní parametry jsou zde n a u_∞ .

$$f_{bk}(\phi) = u_\infty \phi (1 - \phi)^n, \quad n > 1, \quad (5)$$

n [-] parametr rovnice
 u_∞ [m.s⁻¹] rychlost pádu jednotlivé částice v kapalině

Nedostatkem této metody je fakt, že rychlost sedimentace je nulová při koncentraci $\Phi=1$, což je v rozporu s experimenty, kdy se ukazuje, že maximální objemová koncentrace se pohybuje mezi 0,6 a 0,7. [17]. Rychlost je tedy nulová již při koncentracích menších než 1.

Michaels a Bolger (1962)

Michaels a Bolger navrhli tříparametrickou rovnici pro určení funkce f_{bk} :

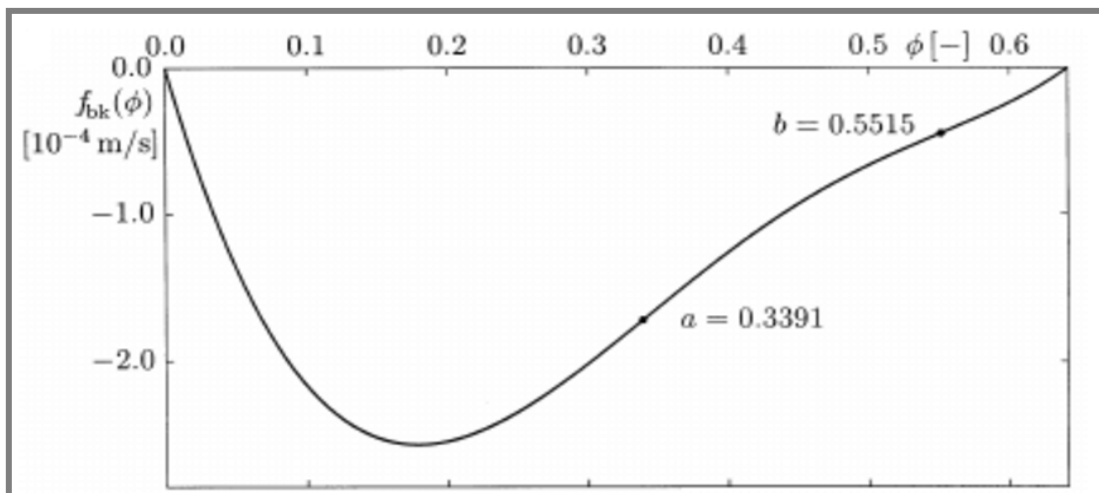
$$f_{bk} = u_\infty \varphi \left(1 - \frac{\varphi}{\varphi_{max}}\right)^n, \quad n > 1 \quad (6)$$

Pro pevné kulové částice je podle autorů vhodný exponent $n=4,65$ [21].

Shannon a kol. (1963)

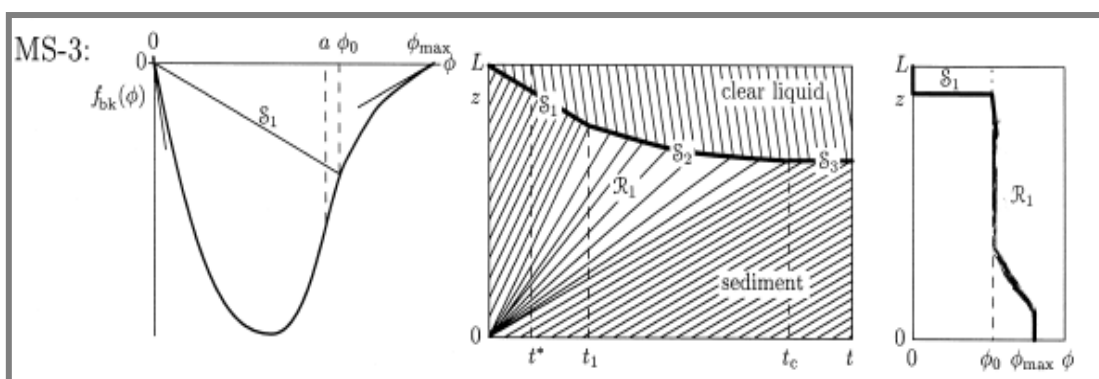
Shannon stanovil empirický vztah proložení experimentálních dat polynomem 4. řádu. Graf funkce f_{bk} v závislosti na objemové koncentraci částic je na obr. 4.18. Funkce má v tomto případě dva inflexní body [17].

$$f_{bk}(\varphi) = \varphi(-0,33843 + 1,37672\varphi - 1,62275\varphi^2 - 0,11264\varphi^3 + 0,902253\varphi^4) \cdot 10^{-2} m/s \quad (7)$$



Obr. 2.15 Graf závislosti funkce hustoty toku na objemové koncentraci částic podle Shannona (1963) [17]

Řešením Kynchovy rovnice za použití funkce f_{bk} o maximálně dvou inflexních bodech bylo dosaženo sedmi různých řešení - tzv. módů sedimentace MS-1 až MS-7 [22]. Na obr. 2.16 je zobrazen jeden z módů sedimentace konkrétně MS-3.



Obr. 2.16 Sedimentační mód MS-3 [22]

K řešení jsou použity numerické metody. Při řešení se vyskytují nespojitosti, pro které je třeba zavést přechodové podmínky. Celkově vzato je řešení Kynchovy teorie netriviální úloha, kterou se zabývá řada autorů. Například R. Burger v několika svých pracích [17, 23–25]

2.2.3 Modely určující pádovou rychlost částice v koncentrovaném prostředí

2.2.3

K popisu sedimentace podle Kynche je potřeba provést nejprve experiment a na jeho základě stanovit konstitutivní vztahy. Nelze pomocí něho tedy predikovat rychlost sedimentace neznámé koncentrované směsi. Závislost rychlosti pádu volné částice kapalinou na koncentraci suspenze se snaží predikovat vztahy uvedené v této kapitole. Prvním krokem k zjištění pádové rychlosti je určení tzv. konečné pádové rychlosti částice (terminal falling velocity). Její výpočet je založen na jednoduché rovnováze vztahové, gravitační a odporové síly určené Stokesovým zákonem.

Síly působící na částici

Nejprve je třeba určit síly působící na jednotlivou částici v kapalině. Proti pohybu částice v kapalině působí třecí síla. Ta se dá rozdělit na složku způsobenou třením o povrch částice (skin friction) a složku způsobenou rozložením tlaku před a za částicí (form drag force) [26]. Celková třecí síla se často vyjadřuje pomocí bezrozměrného koeficientu C_D ve tvaru:

$$F_D = \frac{1}{2} C_D \rho v^2 S \quad (8)$$

Kde:

v [m.s ⁻¹]	-rychlost částice
ρ [kg.m ⁻³]	-hustota kapaliny
S [m ²]	-plocha průřezu částice

Bezrozměrný koeficient C_D je pro Newtonské kapaliny funkcí Reynoldsova čísla. Závisí ovšem také na režimu proudění. Čím větší je Reynoldsovo číslo tím větší je výskyt turbulencí a tím dochází ke zvýšení odporové síly. Pro $Re < 1$ (laminární proudění) se koeficient odporu vyjadřuje pomocí Stokesova vztahu:

$$C_D = \frac{24}{Re} \quad (9)$$

Pro vyšší hodnoty Reynoldsova čísla se využívá celá řada vztahů např. pro $2 < Re < 500$ se využívá vztah Birdův (další vztahy jsou Allenův, Goldsmithův aj.).

Na každou částici ponořenou v kapalině působí také vztlaková síla jako výslednice tlakového působení kapaliny. Dáme-li tedy do rovnováhy výše uvedené síly se silou gravitační dostaneme rovnováhu ve tvaru:

$$F_D + F_{Vz} - F_G = 0 \quad (10)$$

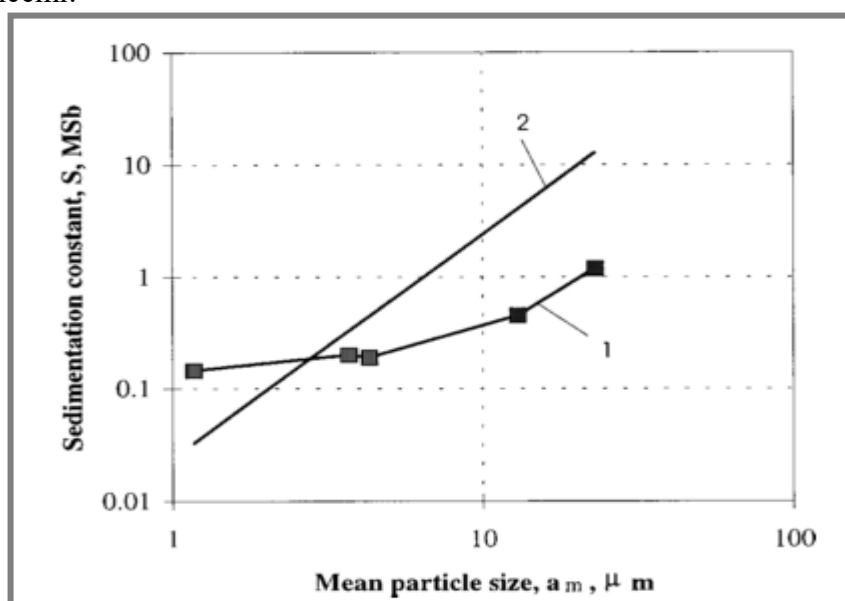
po dosazení výše uvedených vztahů lze vyjádřit rychlost pádu v jednotlivé částice v kapalině jako:

$$v = \frac{gd^2(\rho_s - \rho_f)}{18\mu} \quad (11)$$

Kde:

μ [Pa.s]	-dynamická viskozita kapaliny
ρ_s [kg.m ⁻³]	-hustota pevné částice
ρ_f [kg.m ⁻³]	-hustota kapaliny
d [m]	-průměr částice
g [m.s ⁻²]	-gravitační zrychlení

Tento model využil ve své práci např. Gorodkin [10]. Srovnání s experimentem (obr. 2.17) ukázalo jasný nedostatek model v důsledku zanedbání vlivu interakcí s ostatními částicemi.



Obr. 2.17 Sedimentační konstanta S v závislosti na střední velikosti částic: křivka 1 experiment, křivka 2 teoretický model [10]

Vztah podle Richardsona a Zakiho [27]

Sedimentaci brzděnou vlivem okolních částic lze popsat vztahem **Richardsona a Zakiho** (1954). Jedná se o jeden z nejpoužívanějších vztahů. Vztah lze aplikovat na Newtonovské kapaliny do hodnoty Reynoldsova čísla okolo $Re = 2$ [17].

$$\frac{v_0}{v} = (1 - C)^Z \quad (12)$$

v_0 [$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$] - rychlost pádu brzděné sedimentace
 v [$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$] - rychlost pádu jednotlivé částice v kapalině
 C [-] - objemová koncentrace částic

Celá řada článků se věnuje stanovení exponentu Z (v jiných zdrojích n). Další práce se zabývají stanovením tohoto exponentu.

Podle Chhabry a Richardsona [26] je koeficient Z je definován jako funkce Archimédova čísla:

$$\frac{4,8-Z}{Z-2,4} = 0,0365 Ar^{0,57} [1 - 2,4 \times (d/D)^{0,27}] \quad (13)$$

d [m] - průměr částice
 D [m] - průměr nádoby
 Ar [-] - Archimédovo číslo

Archimédovo číslo Ar se poté vypočítá podle vztahu [26]:

$$Ar = C_D Re = \frac{gd^3 \rho_f (\rho_s - \rho_f)}{\mu^2} \quad (14)$$

ρ_s [kg.m ⁻³]	-hustota pevné částice
ρ_f [kg.m ⁻³]	-hustota kapaliny
μ [Pa.s]	-dynamická viskozita kapaliny
d [m]	-průměr částice

T.E. Baldock a kol. studuje sedimentaci koncentrovaných suspenzí písku a vody [28]. Experimentální data srovnává s Richardson-Zakiho vztahem a jimi doporučenými hodnotami exponentu n . Stanovuje koeficient n pomocí vzorce:

$$n = \frac{\log\left(\frac{w_f}{w_t}\right)}{\log(\varepsilon_{min})} \quad (15)$$

w_t [m.s ⁻¹]	-pádová rychlost jediné částice
w_f [m.s ⁻¹]	-rychlost fluidizace
ε_{min} [-]	- minimální objemová koncentrace kapaliny

Minimální koncentrace kapaliny je dána jako:

$$\varepsilon_{min} = 1 - c_{max} \quad (16)$$

Kde c_{max} je maximální objemová koncentrace pevných částic odpovídající maximálnímu prostorovému uspořádání [28].

Rychlost fluidizace je rychlost, při které proud kapaliny proudící vzhůru částicemi začne částice nadlehčovat, a ty se začnou pohybovat spolu s tekutinou (fluidizovat). Pro její výpočet používá vztah:

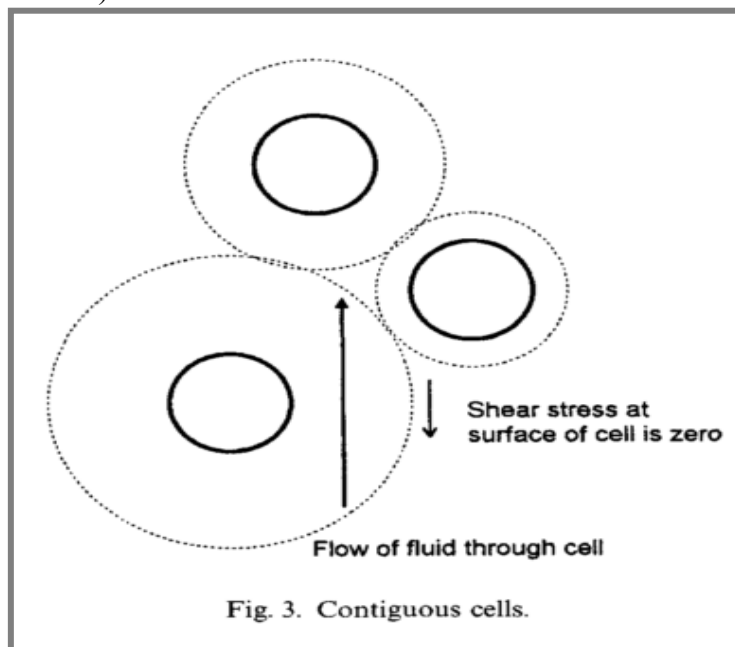
$$w_f = \frac{i}{\left(\frac{V}{gk'} + \frac{0,55w_t}{\sqrt{gk'}}\right)} \quad (17)$$

i [-]	-kritický hydraulický gradient
k' [m.s ⁻¹]	- vnitřní hydraulická vodivost
g [m.s ⁻²]	- gravitační zrychlení
V [m ³]	-objem kapaliny

Dochází k závěru že Richardson-Zakiho vztah lze z výhodou použít i u koncentrovaných suspenzí. [28]

Model podle Smithe [29]

T. N. Smith vypracoval vylepšení modelu dříve vypracovaného Happelem (1958). Zaměřil se na interakci částic. Získaná data poté porovnal se vzorcem Richardson-Zaki. Smithuv model je založen na představě obálky (buňky) obalující každou pevnou částici (obr. 2.18).



Obr. 2.18 Obálkové buňky podle Smithe [29]

Zabývá se pravděpodobností dotyku dvou takových buněk. Zavádí permeabilitu obálky k kterou lze stanovit ze vztahu:

$$k = \frac{3 - \left(\frac{9}{2}\right)\gamma + \left(\frac{9}{2}\right)\gamma^5 - 3\gamma^6}{3 + 2\gamma^5} \frac{d^2}{18c} \quad (18)$$

d [m] - průměr částice
 c [-] - objemová koncentrace

Součinitel γ je definován jako:

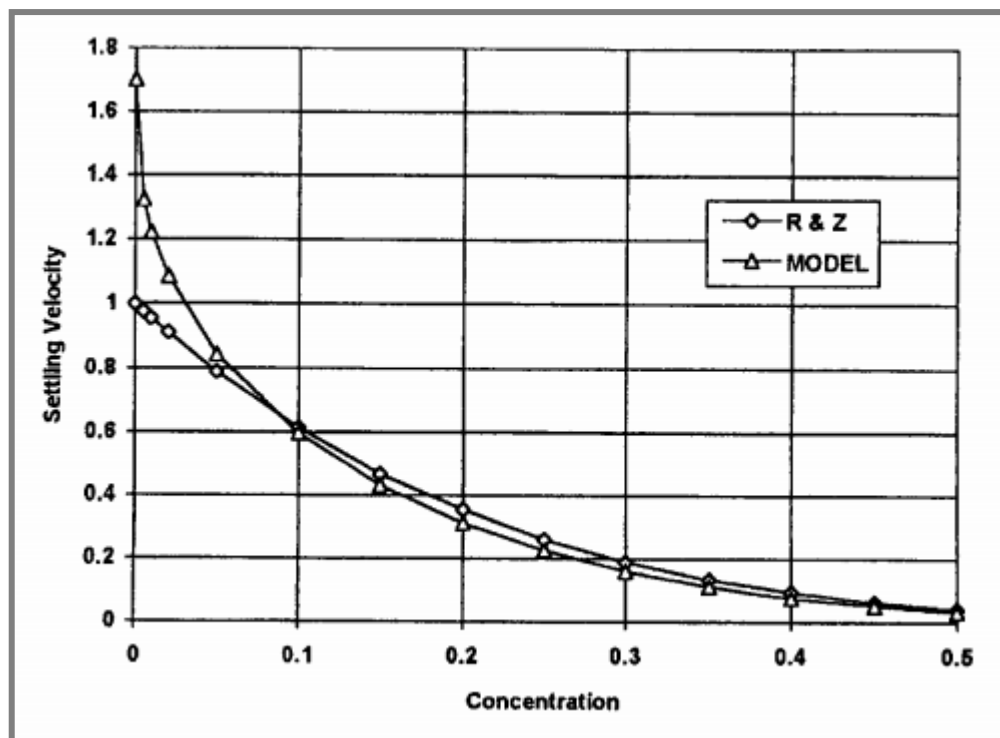
$$\gamma = \sqrt[3]{c} \quad (19)$$

Rychlost sedimentace je spočtena z výsledného vzorce:

$$w = \frac{\bar{k} (\rho_s - \rho_f) * g * \bar{c}}{\mu} \quad (20)$$

μ [Pa.s] - dynamická viskozita kapaliny
 ρ_s [kg.m⁻³] - hustota pevné částice
 ρ_f [kg.m⁻³] - hustota kapaliny
 c [-] - koncentrace suspenze
 g [m.s⁻²] - gravitační zrychlení

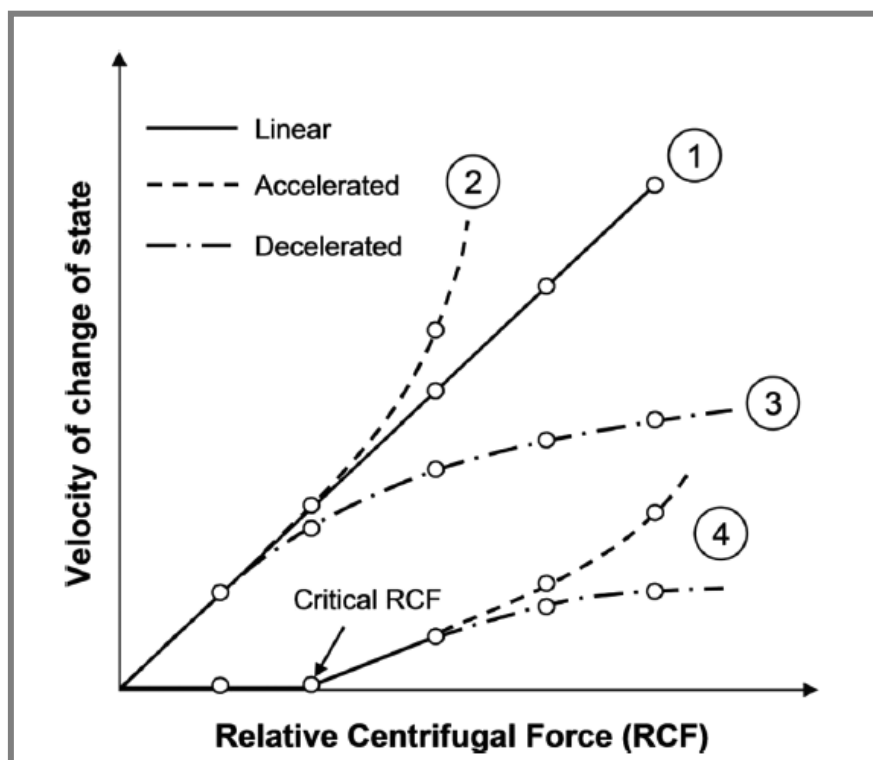
Srovnání Smithova modelu se vzorcem Richardson Zaki je na obr. 2.19. Lze pozorovat vyšší sedimentační rychlost v nižších koncentracích u nového modelu a dobrou shodu u koncentrací vyšších.



Obr. 2.19 Srovnání modelu podle Smithe a modelu Richardson- Zaki [29]

2.3 Akcelerované sedimentační zkoušky [30]

Potřeba akcelarovat zkoušky stability vzniká zejména u velice stabilních směsí. Mohou to být např. emulze s velmi malým rozdílem v hustotách, disperze obohacené stabilizačními činidly nebo jemné nanočástice rozptýlené v nosné kapalině (zde se již výrazně projevuje Brownův pohyb). D. Lerche a T. Sobisch (2011) podávají komplexní přehled těchto akcelerovaných zkoušek, jakož i přehled experimentálních prací věnujících se tomuto tématu. Rozdělují akcelerované zkoušky na několik typů podle mechanismu akcelerace: teplota, centrifuga atd. Na základě zkušeností ze zkoumaných experimentů stanovují čtyři typy průběhu centrifugou akcelerovaných zkoušek (obr. 4.22). Každý ze zkoumaných experimentů hodnotí podle závislosti rychlosti změny stavu (sedimentace, flokulace aj.) na aplikovaném přetížení.



Obr. 2.20 Vztah mezi centrifugační silou a rychlostí sedimentace [30]

3 ANALÝZA PROBLÉMU A CÍL PRÁCE

Technologie založené na MR kapalinách, zažívají v poslední době značný rozvoj. Zejména ve fázi výzkumu. Funkce všech zařízení využívajících MR kapaliny je závislá na vlastnostech v nich použité MR kapaliny. Pro zabezpečení bezproblémového fungování je nutné znát detailně jejich chování. Jedním z největších problémů, s nimiž se MR kapaliny potýkají je jejich **sedimentační stabilita**. Rozdíl v hustotách železných částic a nosné kapaliny je příčinou poměrně rychlé sedimentace těchto částic a následné ztráty funkčních vlastností MR kapaliny (ztráta MR efektu).

Při přípravě takovýchto kapalin se musí věnovat sedimentačním vlastnostem dostatečná pozornost. Namíchané MR kapaliny by měly být testovány a hodnoceny z hlediska jejich sedimentační stability. V současné době neexistuje v tomto směru jakákoliv norma či stanovený obecně platný postup, jak tyto zkoušky provádět. Nejpoužívanější způsob používaný většinou pracovišť je klasický dlouhodobý statický sedimentační test. Takové testy probíhají relativně dlouhou dobu (více než půl roku) a jsou tedy veskrze nepraktické pro rychlý vývoj nových MR kapalin. Dosavadní výzkumy, snad s výjimkou Gorodkina [10], se prozatím nikterak nezabývaly možností tyto zkoušky urychlit tzv. akcelerovanou sedimentací v centrifugách.

Tato práce se zabývá možností použití akcelerovaných zkoušek sedimentační stability MR kapalin a tím urychlení procesu testování nových MR kapalin. Pro vyhodnocení míry sedimentace je nutné zvolit vhodnou metodu a měřicí zařízení. Dále se práce zabývá i provedením akcelerovaných zkoušek za vyšší teploty, což je experiment, který u MR kapalin nebyl ještě nikým jiným publikován.

Cíl práce:

Určení **empirického vztahu** pro převod výsledků z akcelerované sedimentace MR kapalin na sedimentaci za normálních podmínek. Vztah bude brát v potaz **teplotu vzorku**. V práci bude také sledován **vliv geometrie tvaru** nádoby na sedimentace.

Dílní cíle práce byly stanoveny takto:

- návrh a výroba zařízení pro měření sedimentace s vyšší sensitivitou
- empirický vztah pro vyjádření statické sedimentace z akcelerované zkoušky při pokojové teplotě
- empirický vztah pro vyjádření statické sedimentace z akcelerované zkoušky při teplotách 40, 60 a 80°C
- úprava centrifugy pro zkoušky za zvýšené teploty

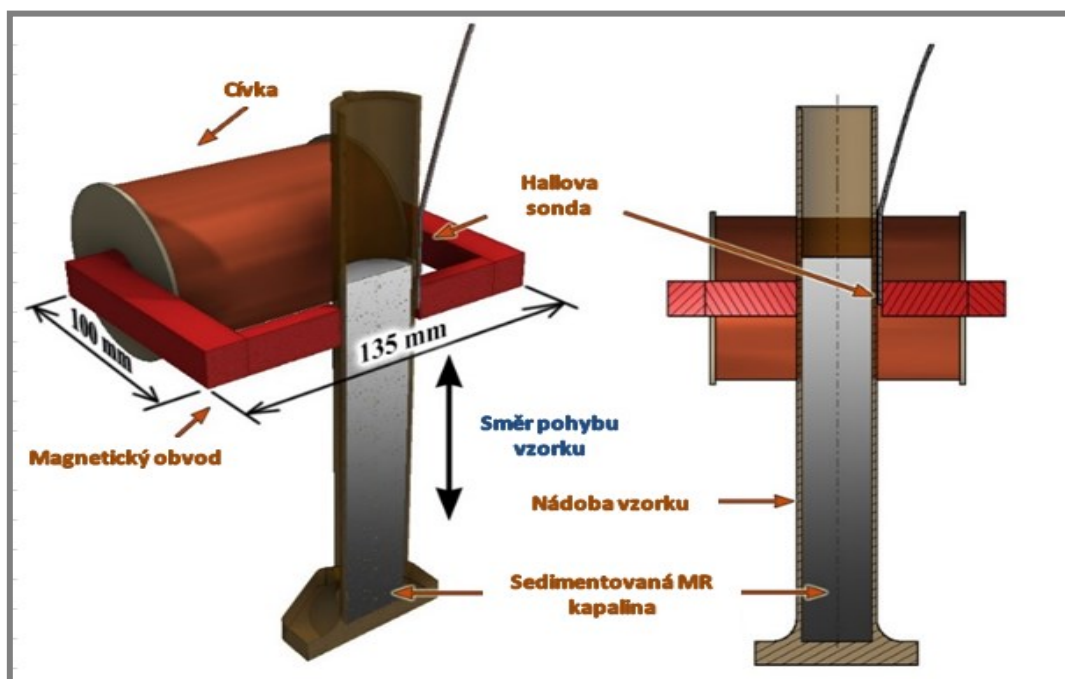
4 MATERIÁLY A METODY

4

4.1

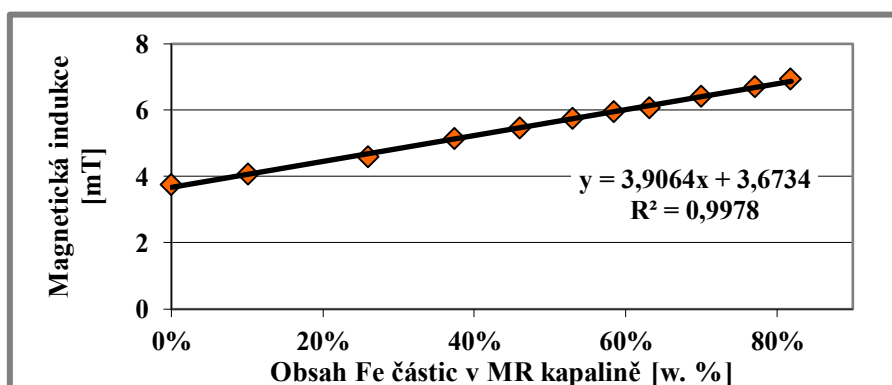
4.1 Princip metody měření sedimentace

Na základě rešerše byla vybrána metoda měření sedimentace pomocí měření magnetické indukce v magnetickém obvodu. Základním principem metody je vertikální průchod testovaného vzorku magnetickým obvodem a měření změny magnetické indukce ve šterbině obvodu (obr. 4.1).



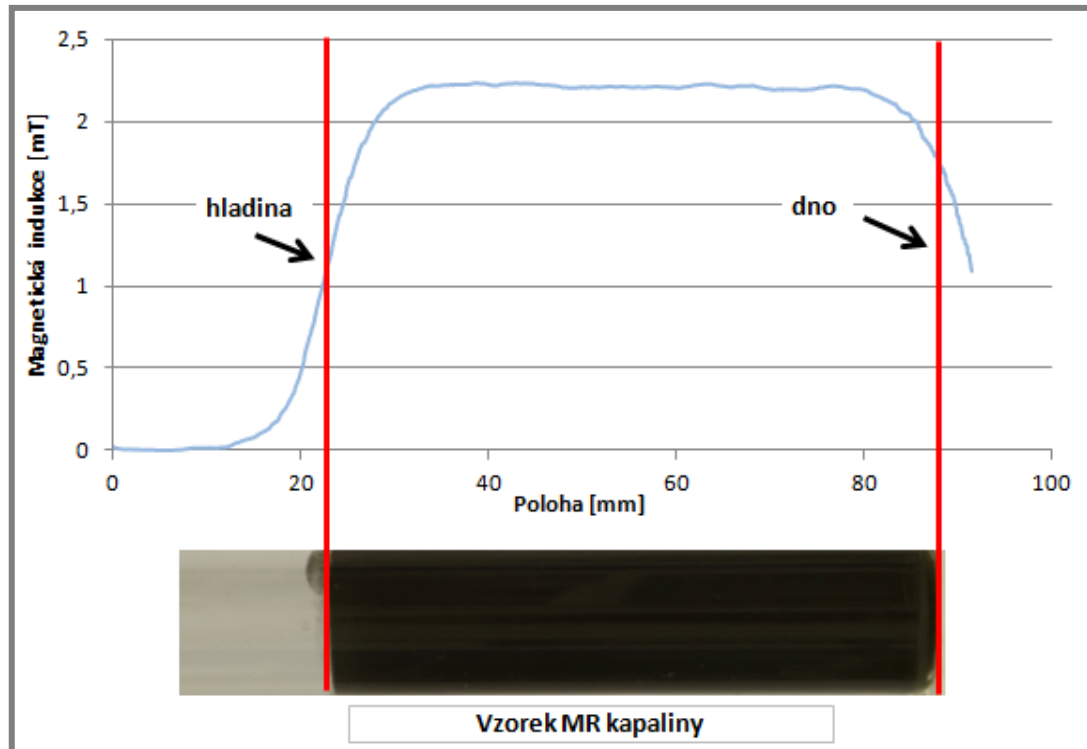
Obr. 4.1 Princip metody měření sedimentace

Pokud je mezera vyplněna vzduchem je její magnetický odpor (reluktance) vysoký (relativní permeabilita vzduchu je 1). V momentě, kdy se však do mezery dostane vzorek s MR kapalinou, sníží se magnetický odpor mezery. Relativní magnetická permeabilita MR kapaliny se pohybuje v hodnotách 2-5. V důsledku snížení magnetického odporu dojde ke zvýšení magnetického proudu, potažmo hustoty magnetického proudu, což vyjadřuje magnetické indukce B . Tato změna je měřena pomocí Hallovy sondy a teslametru.



Obr. 4.2 Závislost měřené magnetické indukce na obsahu Fe částic v MR kapalině

Hodnota magnetické indukce je lineárně závislá na koncentraci železných částic v zkoumaném vzorku (viz graf na obr. 4.2). Vzorek se pohybuje vertikálně skrz magnetický obvod (obr. 4.1) a jeho poloha je měřena přesným senzorem vzdálenosti. Naměřený signál vypadá poté následovně (obr. 4.3):



Obr. 4.3 Naměřený signál magnetické indukce, vzorek MR kapaliny (dole)

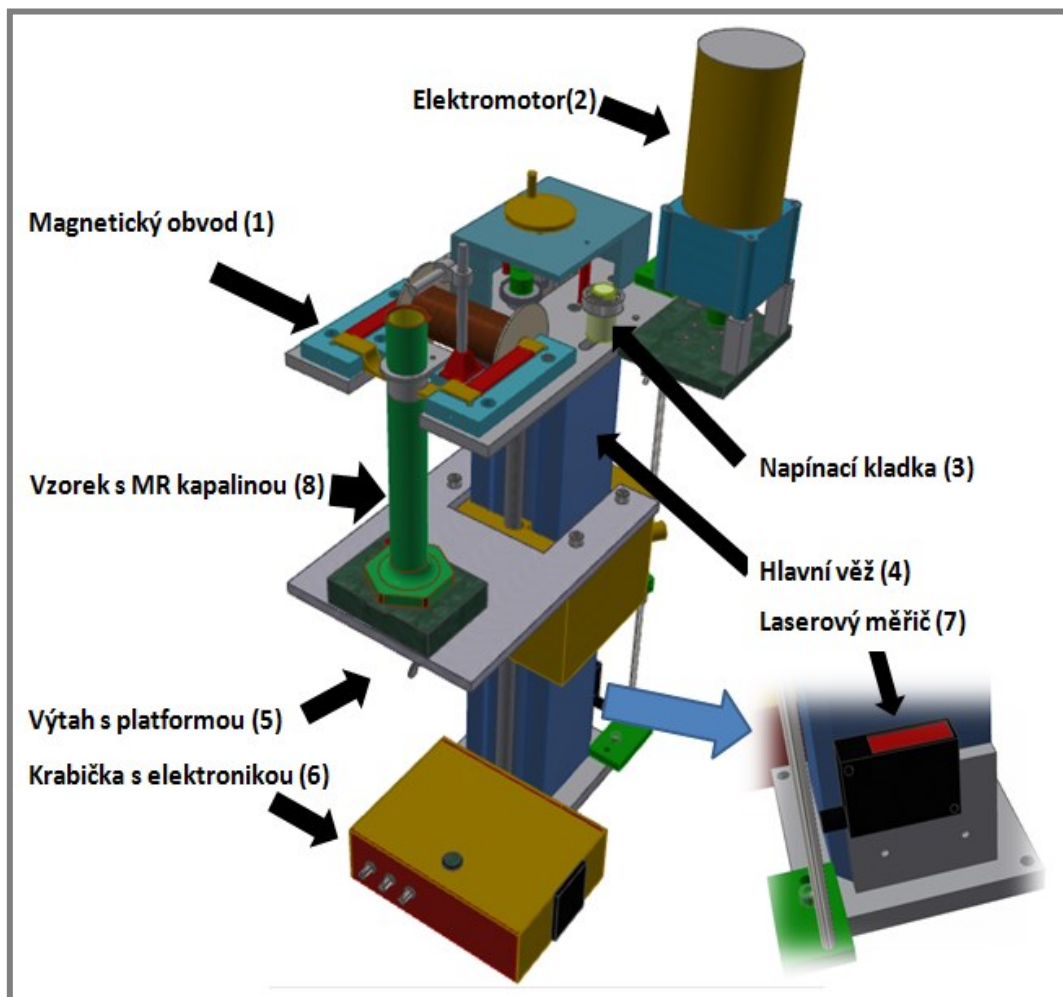
4.2 Měřicí zařízení

Pro zvolenou metodu je nutné navrhnout, sestavit a otestovat měřicí zařízení. Principiálně zařízení vychází z předešlého návrhu, který byl vyvinut v rámci bakalářské práce autora této diplomové práce [5]. Tento prototyp obsahoval některé konstrukční nedostatky. Při konstrukci nového zařízení bylo třeba zakomponovat řadu vylepšení, zejména:

- zvýšení celkové tuhosti pojezdu vzorku pro zamezení vibrací vzorku
- snížení magnetické remanence
- optimalizace pólových nástavců
- umožnění snadné a rychlé výměny částí magnetického obvodu
- sdružení ovládací elektroniky umožnění stabilního a pevného umístění měřicích prvků (laser, Hallova sonda)
- elektrický i manuální pohon výtahu

Prvním krokem bylo vytvoření 3D modelu zařízení. Výsledný model navrženého zařízení je na obr. 4.4. Zařízení se skládá z hlavní věže (4), na níž je umístěna hliníková platforma, která nese magnetický obvod (1) a pohony. Po věži se díky pohybovému šroubu pohybuje výtah, na němž je namontována opět hliníková deska jako

podstava pro testované vzorky. Pohon pohybového šroubu je realizován manuálně pomocí kliky, nebo pomocí elektrického 12V motoru. Přenos krouticího momentu je proveden drážkovaným řemenem napínaným napínací kladkou. Kladku je možné pomocí křídlové matky snadno povolit, čímž je umožněn prokluz řemene a el. pohon je takto odpojen. Při odpojení elektrického pohonu je také snazší pohybovat s výtahem manuálně.

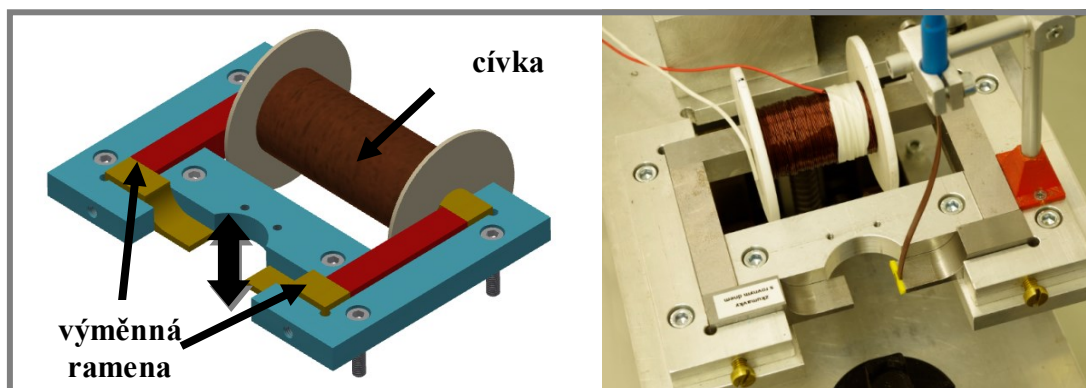


Obr. 4.4 Měřicí stand - 3D model

Před samotným standem je umístěna krabička s elektroinstalací. Na horní straně krabice je tlačítko po jehož stisknutí výtah standu vyjede z výchozí pozice nahoru, po stisknutí horního dorazu se směr pohybu změní a výtah jede směrem dolů, zpět do výchozí pozice. Pro řízení pohybu výtahu jsou k hlavní věži zezadu připevněny koncové dorazy - mikrospínače. Tato trubka zároveň slouží jako vedení pro kabeláž s horní části zařízení. Pozice výtahu je sledována laserovým měřičem vzdálenosti, jež je umístěn zezadu věže.

4.2.1 Magnetický obvod

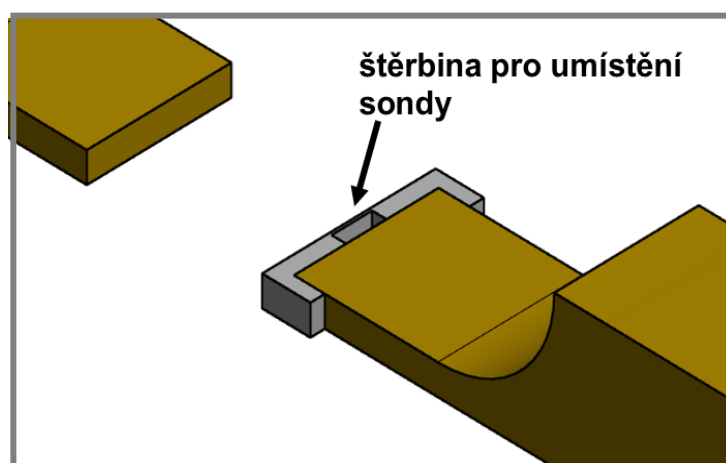
Jádem celého měřicího zařízení je magnetický obvod s cívkou. Spolu se svým uložením je zobrazen na obr. 4.5.



Obr. 4.5 Magnetický obvod s uchycením: model (vlevo), fotografie (vpravo)

Samotný obvod je tvořen čtyřmi čtvercovými tyčemi 15x15 mm z magneticky měkké oceli (ocel s nízkým obsahem uhlíku s obchodním označením Behanit dle ČSN 19 991). Na nejdelším díle je navlečena cívka. Cívka je z měděného lakovaného drátu navinutého na plastové kostře, počet závitů je **200** a průměr drátu je 0,4 mm. Dále jsou zde dvě boční symetrická ramena a dvě přední ramena. Celý obvod je ustaven na horní hliníkové platformě a na místě je zajištěn třemi upevňovacími tělesy (modře na obr. 4.5). Jednotlivé části obvodu se umístí shora a jsou staženy dvěma mosaznými šrouby, tím je zajištěna nepohyblivost částí obvodu. Nepohyblivost jednotlivých součástí a jejich přesné ustavení je důležité pro opakovatelnost měření. Z tohoto důvodu jsou upevňovací tělesa přesně frézována s důrazem na dodržení pravých úhlů.

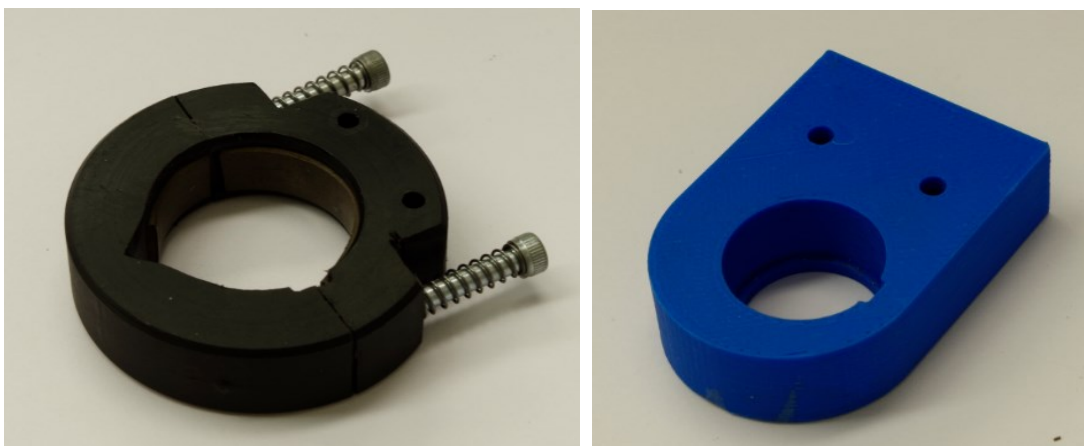
Každou část lze snadno vyjmout po uvolnění směrem nahoru. Počítá se zejména s častou výměnou dvou předních ramen, které se mění při použití vzorků o různých průměrech. Tvar těchto ramen (pólových nástavců) byl optimalizován za použití MKP analýzy (kapitola 4.3) pro dosažení větší citlivosti měření. Na konec pravého pólového nástavce je přilepen plastový díl se štěrbinou pro přesné uložení konce Hallovy sondy, ta je vždy umístěna ve středu průřezu pólového nástavce. Aktivní oblast sondy je kruhová o poloměru 0,4 mm.



Obr. 4.6 Štěrbina pro umístění sondy

4.2.2 Upevnění vzorků

Měření na experimentálním zařízení je značně ovlivněno horizontální polohou vzorku při průchodu magnetickým obvodem. I drobná změna polohy blíže k jednomu z nástavců vyvolá znatelnou odezvu měřicího řetězce. Proto je nutné, aby byl vzorek po celou dobu pohybu pevně veden vedením. Počítá se s použitím vzorků o různých průměrech, proto byly vyrobena vedení o průměrech: 32 mm (zejména odměrné válce 100 ml), 19 mm a 25 mm.



Obr. 4.7 Vedení vzorků - odměrné válce (vlevo), pro zkumavku (vpravo)

Vedení vzorků pro odměrný válec

Vedení vzorku pro odměrné válce (obr. 4.7 vlevo) zajišťuje, aby se vzorek pohyboval po celou dobu měření podél jedné a té samé osy. Těleso vedení je plastový kruhový obrobek z Ertacetalu C. Je rozděleno na **dvě poloviny**. Jedna polovina je statická a je upevněna pevně ke standu. Druhá půlka je k první připevněna pomocí dvou šroubů M4. Ty jsou zašroubovány do pohyblivé části a ve statické části procházejí průchozí dírou. Pod hlavicemi mají umístěny tlačné pružiny, které přitlačují silou zvolenou přepětím pohyblivou část ke statické. Vedení se dá snadno rozevřít a díky tomu jím snadno projdou rozšířené horní okraje u odměrných válců.

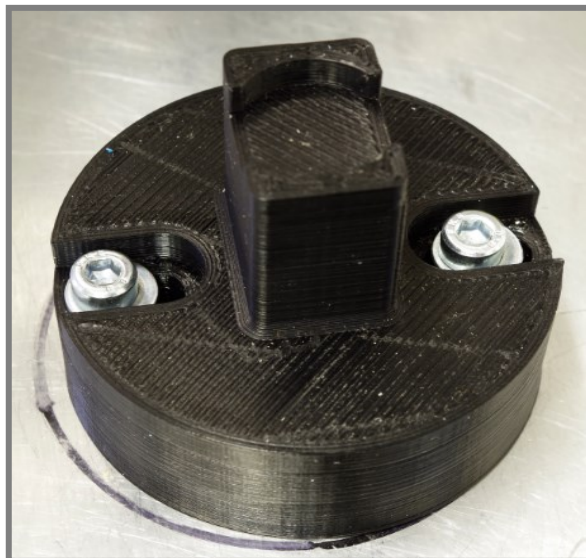
Na vnitřním průměru tělesa vedení je vysoustružena drážka pro umístění teflonové pásky Hennlich F 87. Tato páska umožňuje snadnější pohyb vzorku. Snižuje třecí sílu mezi vedením a vzorkem.

Vedení vzorku pro zkumavky (obr. 4.7 vpravo)

Vedení pro zkumavky je výrazně jednodušší. Zkumavky nemají rozšířené horní okraje ani nalévací "zobáček". Vedení je vyrobeno na FDM 3D tiskárně. K měřicímu zařízení je připevněno dvěma šrouby M3.

Podstava vzorku

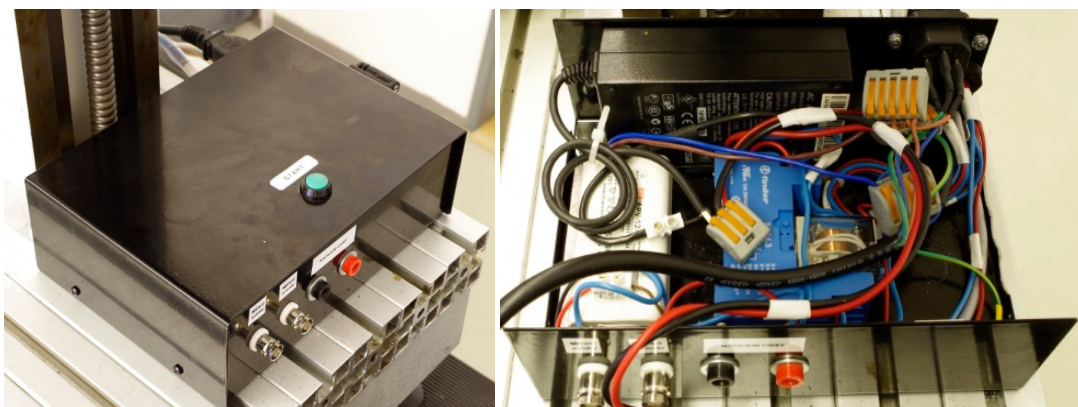
Pokud vzorek nemá rovnou a stabilní podstavu (jako mají např. odměrné válce) je umístěn do podstavy vytvořené na míru (3D tiskem) pro danou sadu vzorků. Na obr. 4.8 je podstava vytvořená pro zkumavky s rovným dnem o průměru 19 mm. Podstava se připevňuje k desce výtahu dvěma šrouby M5.



Obr. 4.8 Podstava pro ustavení spodní části vzorku

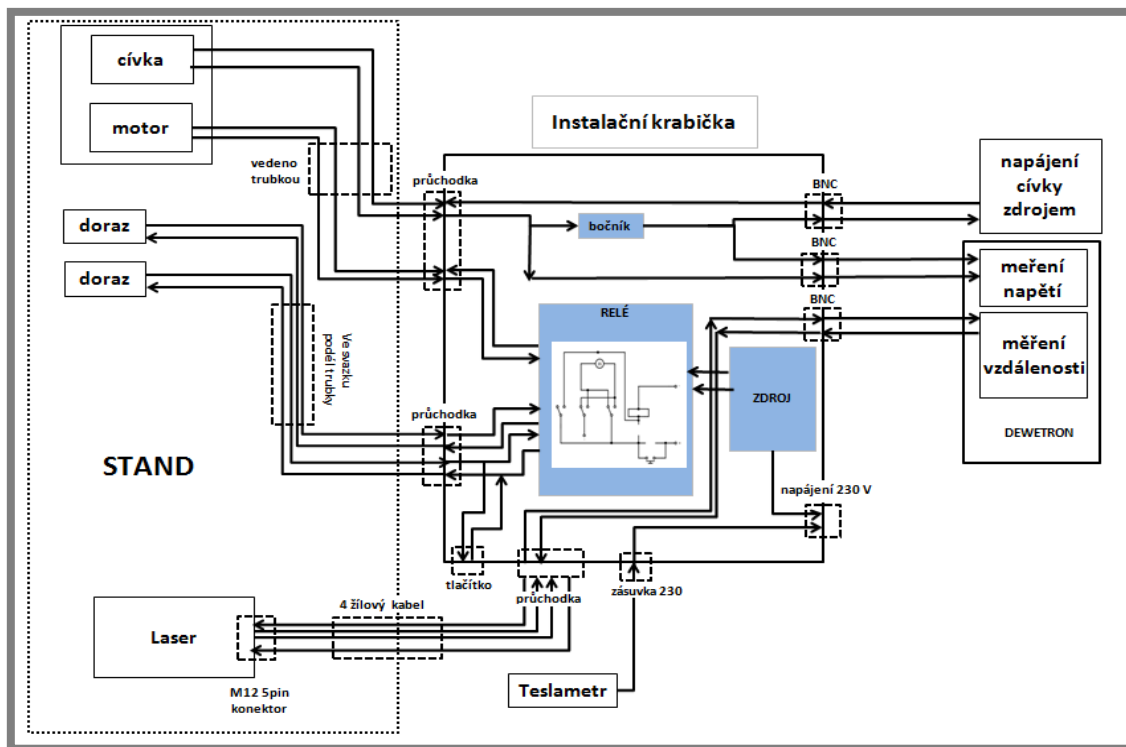
4.2.3 Zapojení elektroniky standu

Veškerá elektronika je zapojena v instalační krabici (obr. 4.9). Nachází se zde pří-
vod 230 V síťového napětí, dva zdroje 12V napětí a přepínací relé. Jeden 12 V zdroj
napájí elektromotor a druhý napájí laserový měřič vzdálenosti. Z krabice jsou vyve-
deny výstupy z měření polohy laserovým čidlem (BNC konektor) a měření proudu v
cívce (BNC konektor). Dále je zde vstup pro napájení cívky, 230 V zásuvka a tlačít-
ko pro spouštění pohybu zařízení. Měření proudu v cívce je realizováno měřením
napětí na bočníku o známém odporu, je zde použit výkonový rezistor o odporu 1 Ω .



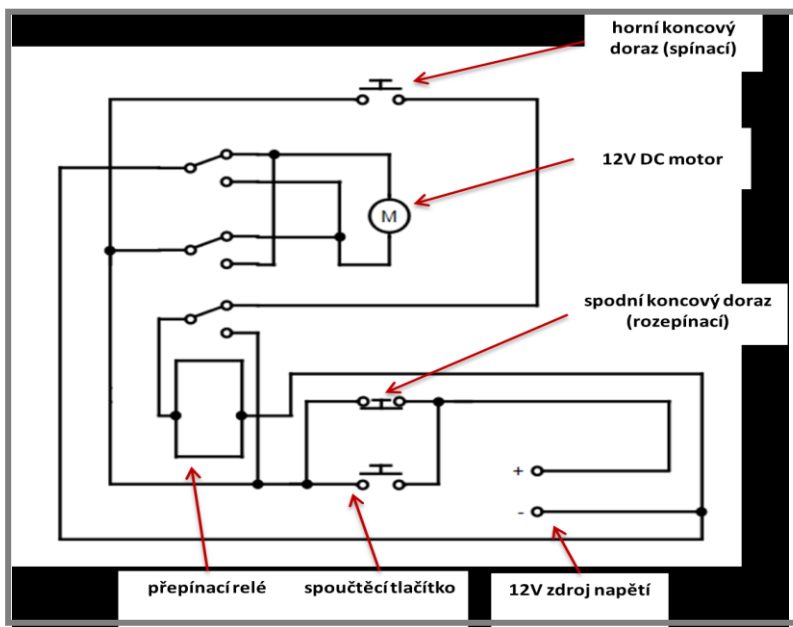
Obr. 4.9 Elektroinstalační krabička (vlevo), rozmístění elektroniky v krabičce (vpravo)

Schéma celkového zapojení elektroniky je na obr. 4.10. Zobrazuje kompletní přehled
připojených komponenta a zařízení.



Obr. 4.10 Zapojení elektroniky standu

Nejsložitějším prvkem elektrotechnického zapojení je obvod pohonu výtahu. Ten obsahuje 2 koncové dorazy (mikrospínače), tlačítko, relé, 12V zdroj napětí a DC motor. Jeho schéma je na obr. 4.11.



Obr. 4.11 Schéma zapojení pohonu výtahu

4.2.4 Pohon výtahu standu (obr. 4.12)

Výtah je poháněn elektrickým 12V DC motorem. Na hřídeli pohybového šroubu je umístěna drážkovaná řemenice o průměru 20 mm. Stejná řemenice je na hřídeli motoru, převodový poměr je tedy 1. Řemenice je na pohybovém šroubu zajištěna pomocí šroubu a talířových pružin. Plochý drážkovaný řemen je napínán napínací kladkou (ložisko umístěné na hřídeli). Napínací kladka se pohybuje ve vyfrézované drážce a je zajištěna zespodu křídlovou maticí M10. Po uvolnění napnutí řemenu, lze s lehkostí využít manuálního pohonu pomocí kličky. Přenos krouticího momentu je zde realizován dvěma ozubenými koly.



Obr. 4.12 Pohon výtahu

Schéma zapojení pohonu je na obr. 4.12 a jeho princip je následující. V klidové poloze je výtah ve své spodní poloze a spodní koncový doraz je stisknut (obvod je rozpojen). Po stisknutí spouštěcího tlačítka dojde k přemostění spodního dorazu a motor se začne otáčet - výtah jede nahoru. Díky tomu dojde k uvolnění (přepnutí) spodního dorazu a motor je tedy napájen bez ohledu na stisknuté spouštěcí tlačítko. Po dosažení horní úvratě je stisknut horní doraz. Ten aktivuje přepínací relé, které přepne polaritu napájení motoru a výtah jede směrem dolů. Zároveň relé přepne přemostovací kontakt díky němuž je v sepnuté poloze, dokud výtah nedojede dolů a celý obvod není opět rozpojen. Koncové dorazy je nutné přenastavit pro různé výšky použitých vzorků.

4.2.5 Upevnění laserového měřiče (obr. 4.13)

Laserový měřič vzdálenosti je umístěn na zadní straně věže měřicího zařízení (viz detail na obr. 4.4). Pro opakovatelné ustavení jeho polohy slouží dorazový tvarový prvek, který je napevno přimontován dvěma šrouby k věži zařízení. Tento tvarový prvek je vyfrézován tak, aby se k němu dal laser přiložit. Poloha laseru se pak zajistí jedním šroubem M3. Takto lze laser snadno demontovat a díky šroubovacímu konektoru M12 (5pin) i odpojit.



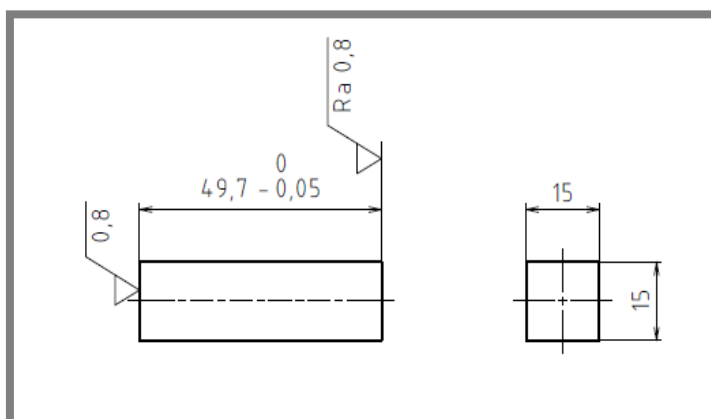
Obr. 4.13 Laserový měřič vzdálenosti

4.3 Optimalizace tvaru pólových nástavců

4.3

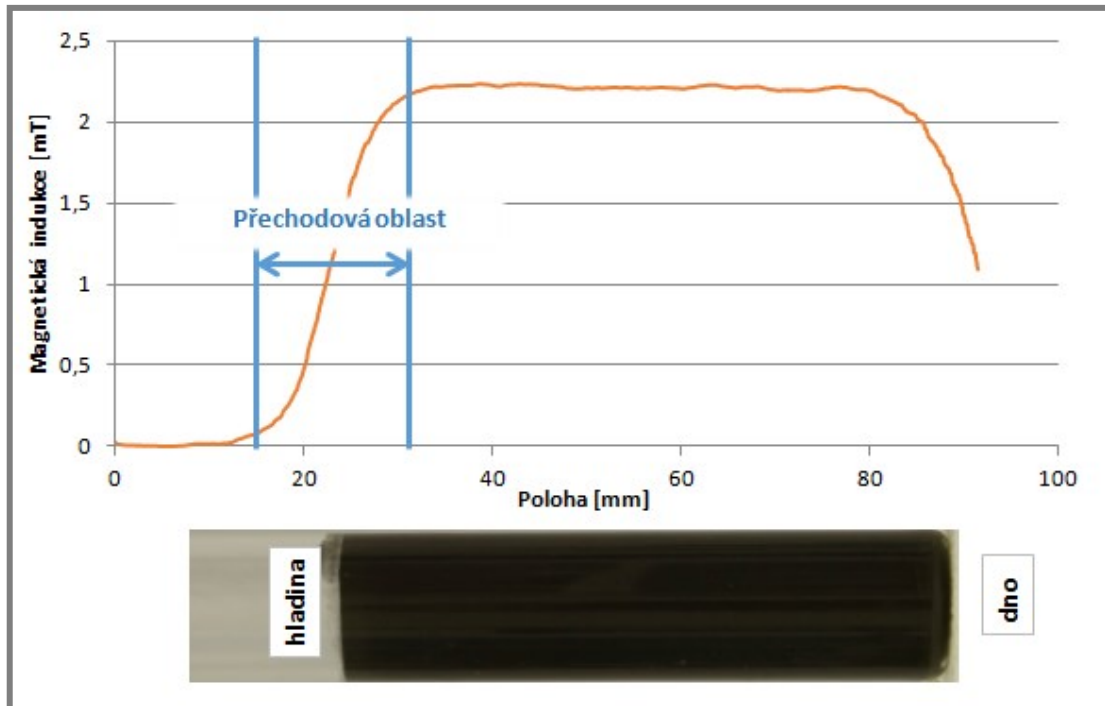
Optimalizace tvaru pólových nástavců si klade za cíl zvýšit senzitivitu měřicího zařízení. Referenčním tvarem, s kterým budou optimalizované varianty srovnávány, je tvar kvádr. Jeho rozměry jsou na obr. 4.14.

- původní tvar - kvádr (jak byl použit u předchozí generace zařízení [5])



Obr. 4.14 Rameno obvodu referenční tvar

Problémem u původní varianty je poměrně široká přechodová oblast. Ta se projevuje, při měření místa ve vzorku, kde dochází ke změně koncentrace MR kapaliny např. u rozhraní vzduch-kapalina (obr. 4.14). Tento přechod by měl být ideálně skokový, avšak magnetické pole obvodu je ovlivněno nejenom částicemi, které se v daný moment nacházejí na úrovni měřicí Hallovy sondy, ale také částicemi nad a pod touto úrovní a indukce pak v přechodové oblasti postupně narůstá. Tento fakt je způsoben rozptylem magnetického pole.

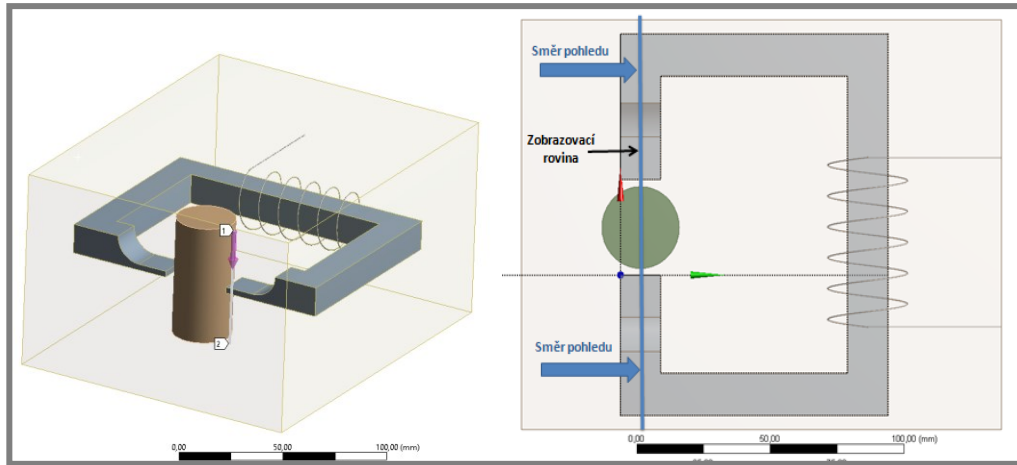


Obr. 4.15 Přechodová oblast měření, vzorek MR kapaliny (dole)

U původních pólových nástavců nastává také problém u měření vzorků, které mají vlastní rozšířenou podstavu (klasicky odměrné válce). Taková podstava brání v úplném průjezdu vzorku magnetickým obvodem. Měřicí sonda je totiž umístěna uprostřed průřezu pólového nástavce, tím pádem se nedostane při měření až k samotnému dnu vzorku. Z tohoto důvodu bylo požadováno, aby nově vyrobené nástavce měly co možná nejmenší výšku, a tím se sonda dostala níže ke dnu vzorku a zvýšila se měřitelná oblast vzorku. Zároveň je požadováno zvýšení senzitivity. Jak již bylo řečeno výše, rozptyl magnetického pole negativně ovlivňuje citlivost měření neboli reakci indukce na změnu koncentrace železných částic v MRF. Je tedy požadováno vhodným tvarem pólových nástavců dosáhnout co nejmenšího rozptylu magnetického pole a tím nejmenší přechodové oblasti. Pro určení ideálního tvaru byla vytvořena MKP analýza v programu ANSYS.

4.3.1 Vytvoření a nastavení analýzy

Prvním krokem analýzy je vytvoření modelu v modulu Geometry (obr. 4.16 vpravo). Model byl importován z programu Inventor a následně upravován v prostředí Ansys. Cívka byla zjednodušena na cívku o 6 závitů. Dále byl namodelován sloupec MR kapaliny. Použitým materiálům byly přiřazeny odpovídající magnetické vlastnosti zejména relativní permeabilita. Pro materiál obvodu - Behanit byla vložena naměřená B-H charakteristika. Relativní permeabilita MR kapaliny ($\mu_{\text{MRF}} = 2,7$) byla stanovena na základě měření provedených na ÚK.



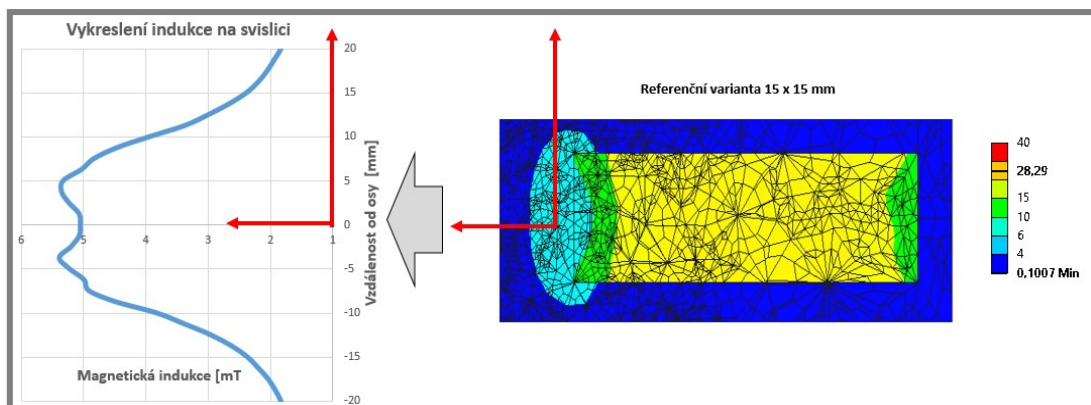
Obr. 4.16 Model magnetického obvodu v prostředí MKP analýzy (vlevo), pohled shora a znázornění roviny, v níž je vykresleno zkoumané magnetické pole (vpravo)

Tvar magnetického pole byl porovnáván v rovině řezu procházející vertikálně v polovině průřezu obvodu (obr. 4.16 vpravo). Proud procházející cívkou byl nastaven vždy tak, aby v místě umístění Hallovy sondy byla magnetická indukce $B = 10$ mT. Porovnávanými faktory byla **šířka magnetického pole** a **poměr magnetických indukcí** s a bez MR kapaliny ($k=B_2/B_1$). Šířka pole byla stanovena ve vzdálenosti 1 mm od konce pravého pólového nástavce, vykreslením magnetické indukce na svislé čáře (obr. 4.16 vlevo). Celý obvod byl pomocí funkce *Enclosure* obalen vzduchovým objemem. Konečněprvková síť byla vytvořena pomocí objemových prvků *tetrahedrons*. V okolí vzduchové mezery bylo vytvořeno zjemnění sítě.

4.3.2 Referenční analýza původních pólových nástavců

4.3.2

Data z MKP analýzy základních 15 x 15 mm pólových nástavců lze vidět na obr. 4.17. Obrázek z MKP analýzy je zobrazen v rovině řezu (viz obr. 4.16 vpravo).



Obr. 4.17 MKP analýza pólových nástavců - referenční pólové nástavce

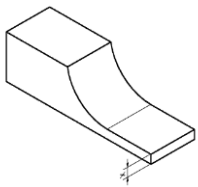
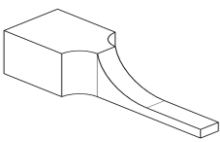

Indukce v měřeném místě s MR kapalinou byl 10 mT, bez MR kapaliny byla indukce 5,15 mT, **poměr indukcí** je u této varianty **1,94**. Vyhodnotit šířku magnetického pole lze pouze, jsou-li zvoleny okrajové hodnoty magnetické indukce. Pro analýzu šířky pole bylo zvoleno magnetické pole s hraniční hodnotou indukce 2 mT. **Šířka**

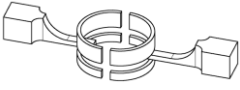
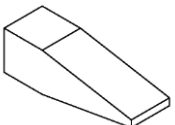
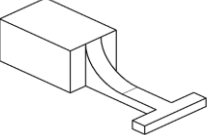
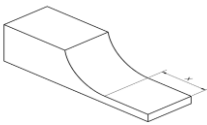
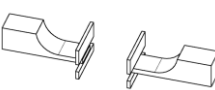
magnetického pole z výše uvedenými hranicemi činí u pravého nastavce **35 mm**. (viz graf na obr. 4.17 vlevo).

4.3.3 Výsledky MKP analýzy pro různé tvary magnetického obvodu

Prvním krokem, kterým se simulace ubíraly, bylo zmenšení výšky konců pólových nastavců. Předpokládaným důsledkem snížení výšky bylo zmenšení šířky magnetického pole díky koncentraci magnetických siločar do zúžených konců. Dále byly analyzovány různé velikosti zúžení konců a některé jiné tvary. Poslední testovanou variantou byly tzv. stínící kroužky a bariéry. Ty mají za cíl odstínit magnetické pole nad a pod konci pólových nastavců. Při analýzách byla velikost vzduchové mezery magnetického obvodu buďto 33,8 mm (varianta s odměrnými válci) nebo 21,5 mm (varianta s centrifugačními zkumavkami). Výsledky jsou znázorněny v tabulce 4.1. Celkově bylo otestováno více variant, než je uvedeno. Pro přehlednost jsou uvedeny nejzajímavější z nich. Zvýrazněné varianty byly určeny k výrobě a experimentálnímu otestování. Varianty nastavců budou dále označeny podle velikosti průřezu konce nastavců ve stylu výška x šířka (např. referenční varianta jako 15 x 15 mm) a také podle použití stínících kroužků.

Tab. 4.1 Výsledky MKP analýzy pólových nastavců

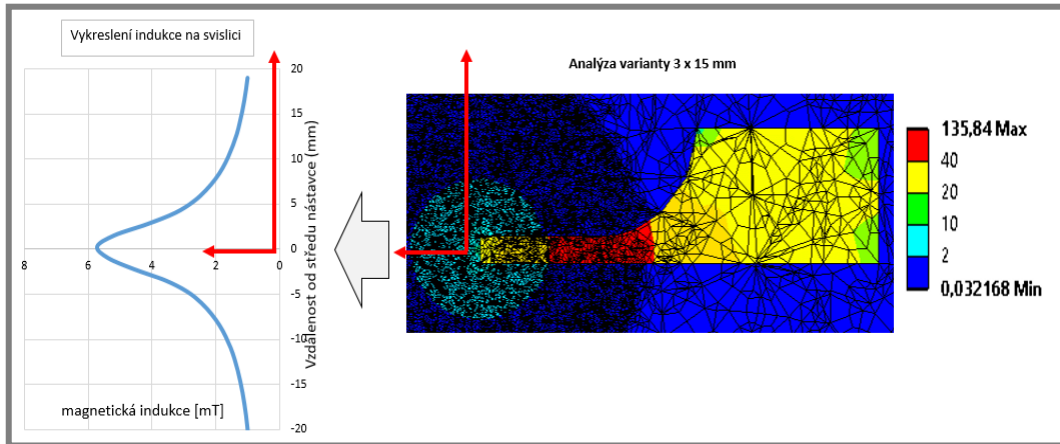
	Tvar pól. nastavce	Charakteristický rozměr	Šířka vzduchové mezery [mm]	Šířka magnetického pole [mm]	Senzi-tivita (k)
Změna výšky zúžení (šířka zúžení 15 mm a délka také 15 mm)		Výška zúžené části 1 mm	33,8	14	1,53
		Výška zúžené části 2 mm	33,8	14	1,48
		Výška zúžené části 3 mm	33,8	14,5	1,70
		Výška zúžené části 5 mm	33,8	22,5	1,51
		Výška zúžené části 3 mm	21,5	16	1,56
Změna šířky zúžení		Šířka konce 5 mm	33,8	9,0	1,56
		Šířka konce 10 mm	33,8	26,3	2,23
Stínící kroužky na 3x15 mm		Bez mezery (kroužky v celku)	33,8	12,0	1,34
		Mezera mezi kroužky 5 mm	33,8	9,8	1,55
		Mezera mezi kroužky 10 mm	33,8	10	1,65
		Mezera mezi kroužky 20 mm	33,8	11,5	1,73

...
	Tvar pól. nástavce	Charakteristický rozměr	Šířka vzduchové mezery [mm]	Šířka magnetického pole [mm]	Senzi-tivita (k)
Stínící kroužky na 3x5 mm		Bez mezery (kroužky v celku)	33,8	8,8	1,12
		Mezera mezi kroužky 5 mm	33,8	9,0	1,32
		Mezera mezi kroužky 10 mm	33,8	10	1,48
Postupné zúžení		Výška na konci 3 mm	33,8	25	1,59
Rozšířené zakončení		Šířka rozšíření 20 mm	33,8	18	1,63
Délky zúžení (průřez 3x15 mm)		Délka zúžení 10 mm	33,8	15	1,72
		Délka zúžení 20 mm	33,8	15	1,75
Stínící bariéry na nást. 3x15 mm		Šířka bariéry 15 mm	33,8	27	1,65
		Šířka bariéry 30 mm	33,8	28	1,55

4.3.4 MKP analýza vybraných variant

Na základě analýzy mnoha variant (tab. 4.1) bylo vybráno 5 variant k experimentálnímu ověření. Pro některé varianty je zde uvedena podrobnější MKP analýza

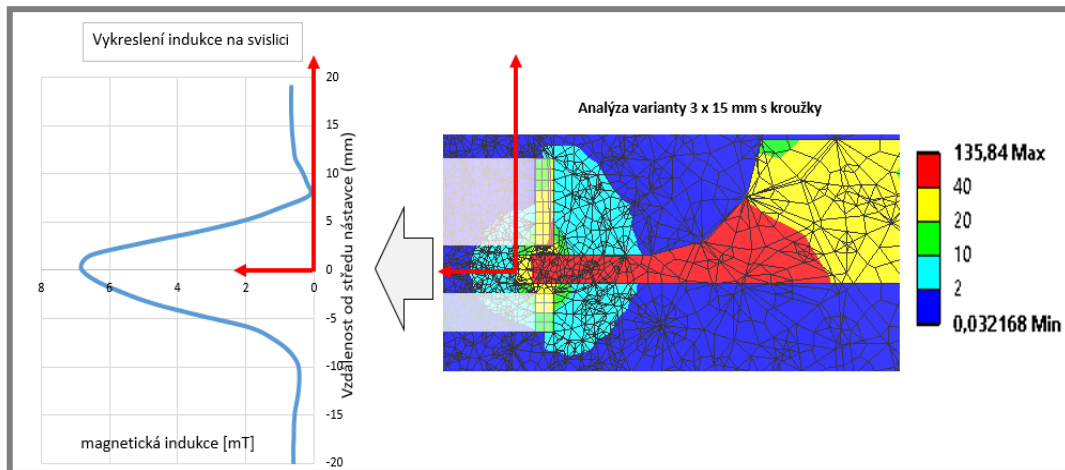
Nástavce výška 3 mm, šířka 15 mm bez stínících kroužků (3. varianta v tab. 4.1):



Obr. 4.18 MKP simulace pólových nástavců - 3 x 15 mm bez kroužků

Šířka magnetického pole u pravého pólu s hranicí 2 mT je 14,5 mm. Poměr indukce s a bez MR kapaliny je pouze 1,70.

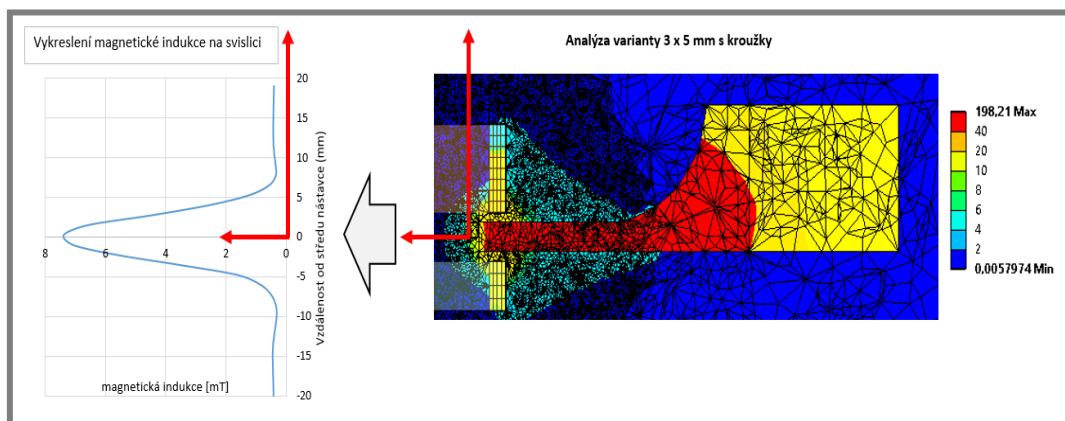
Nástavce výška 3 mm, šířka 15 mm se stínícími kroužky (8. varianta v tab. 4.1):



Obr. 4.19 MKP simulace pólových nástavců - 3 x 15 mm s kroužky

Šířka magnetického pole u pravého pólu s hranicí 2 mT je 12 mm. Poměr indukce s a bez MR kapaliny je pouze 1,34.

Nástavce výška 3 mm, šířka 5 mm se stínícími kroužky (12. varianta v tab. 4.1):



Obr. 4.20 MKP analýza varianta nástavce - 3 x 5 mm s kroužky

U této varianty je pole široké 8,8 mm a poměr indukcí je 1,12. Tato varianta má nejmenší hodnotu nárůstu indukce.

4.3.5 Experimentální ověření vybraných variant výsledků MKP analýzy

Všechny výše uvedené varianty byly realizovány (obr. 4.21). Jejich měřicí vlastnosti byly otestovány na měřicím zařízení. Šířky přechodových oblastí byly následně porovnány s referenční variantou.

4.3.5



Obr. 4.21 Vyrobené varianty pólových nástavců

Při všech porovnávacích testech byl proud v cívce nastaven tak, aby magnetická indukce v obvodu s MR kapalinou dosáhla 10,2 mT. Tato hranice byla zvolena, aby bylo možné porovnat nová měření s měřeními s minulé práce na předešlém měřicím zařízení. V MKP analýze byla použita jiná hranice magnetické indukce (magnetická indukce byla nastavena na 10 mT). Změna je minimální, nepředpokládá se výrazná odchylka. Srovnávací testy byly provedeny na vzorcích v 100 ml odměrných válcích

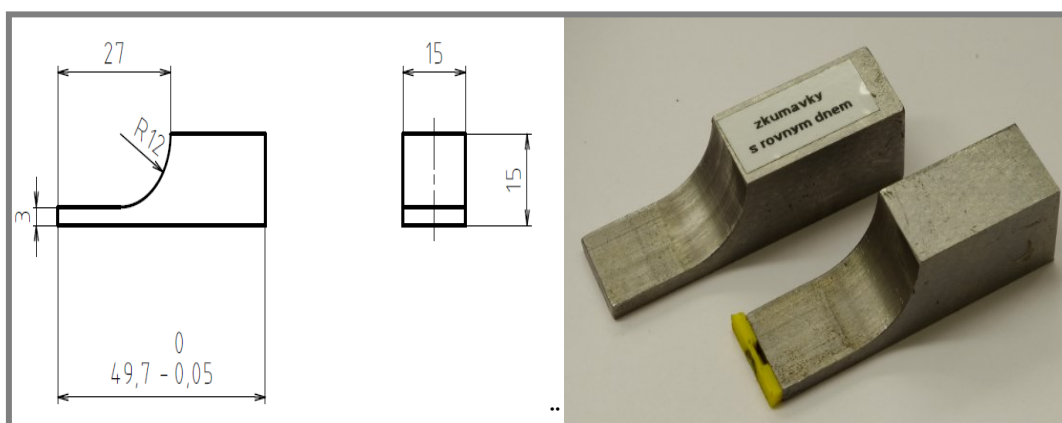
a kapalině MIX, což je směs všech na UK používaných MR kapalin. Tabulka 4.2 srovnává naměřené hodnoty poměru magnetických indukcí s hodnotami ze simulací.

Tab. 4.2 Srovnání experimentu se simulací (zvýrazněna finální varianta)

Varianta	Šířka vzduchové mezery [mm]	Poměr indukcí - simulace	Poměr indukcí - experiment	Šířka magnetického pole [mm]	Šířka ovlivněné oblasti - experiment [mm]
Referenční 15x15 mm	33,8	1,94	1,79	35,0	22,60
3x15 mm	33,8	1,70	1,41	14,5	20,38
3x15 mm	21,5	1,56	1,38	16,0	13,30
3x15 mm s kroužky	21,5	1,34	1,29	12,0	11,40
3x5 mm	33,8	1,56	1,19	9,0	26,19
3x5 s kroužky	33,8	1,12	1,08	8,8	25,50

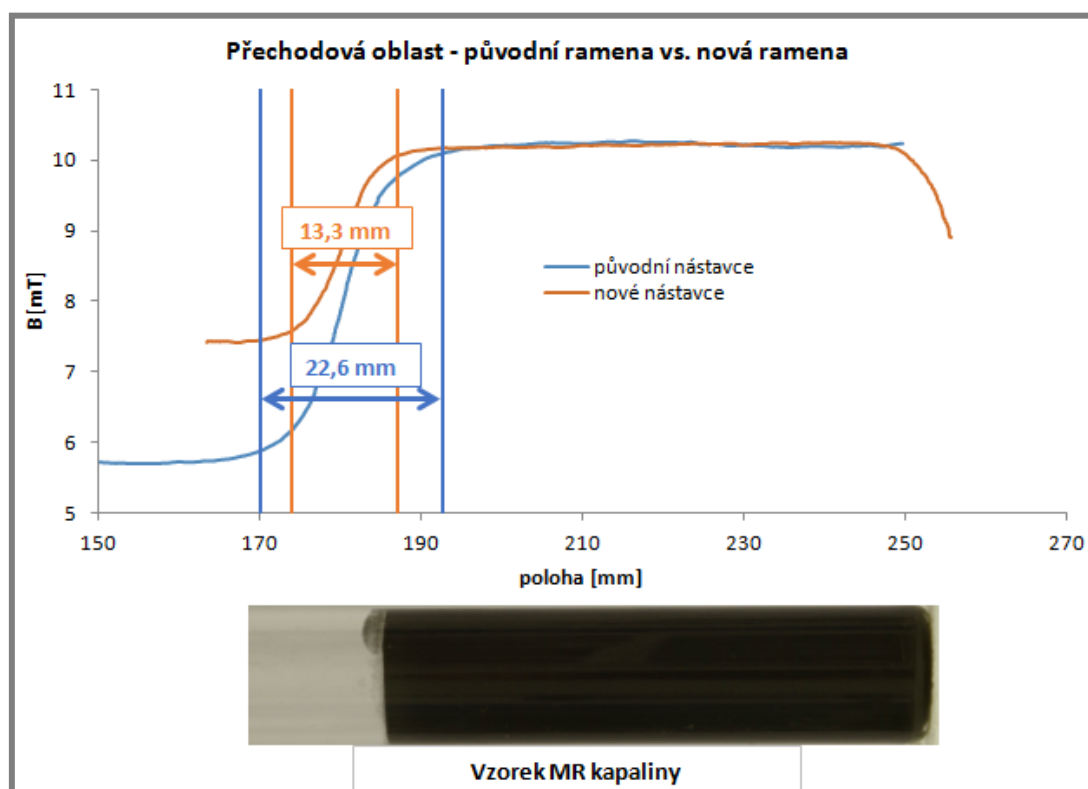
Z tabulky plyne dobrá shoda simulace s experimentem v oblasti měření nárůstu indukce. Naměřené hodnoty poměru indukcí jsou o něco nižší, to se dá přičíst nepřesně stanoveným materiálovým vlastnostem použitých materiálů (zejména magnetické permeability MR kapaliny). Ukazuje se však, že změna šířky přechodové oblasti se neshoduje s trendem změny šířky magnetického pole z MKP analýzy. Nejmenší šířku přechodové oblasti má varianta s nastavci s průřezem 3x15 mm se stínícími kroužky, naopak ze simulací se předpokládala nejmenší šířka u varianty 3x5 mm.

4.3.4 Výběr finální varianty a její srovnání s původní variantou)



Obr. 4.22 Pólové nastavce 3x15 mm: výkres (vlevo), vyrobené nastavce (vpravo)

Jako finální byla vybrána varianta s pólovými nastavci s výškou 3 mm a šířkou 15 mm (obr. 4.22). Tato varianta umožňuje jednak zvětšení měřitelné oblasti vzorků (u odměrných válců), jednak má podstatně menší přechodovou oblast ve srovnání s původní variantou.



Obr. 4.23 Srovnání šířky přechodové oblasti - původní pól. nástavce (15x15 mm) a nové pól. nástavce (3x15mm zúžené)

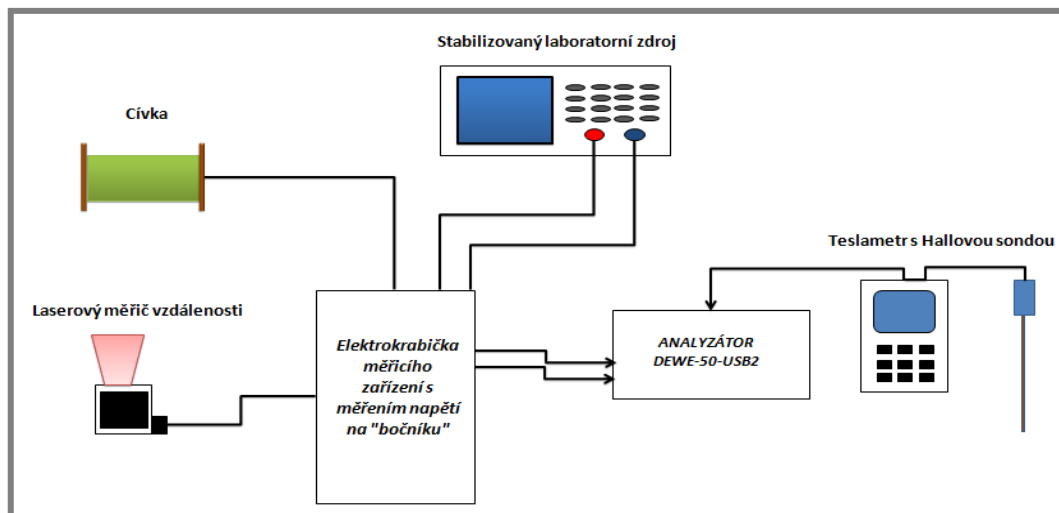
Obr. 4.23 nabízí srovnání přechodové oblasti nových a původních nástavců. Je patrné zmenšení nárůstu indukce i zúžení přechodové oblasti. Díky optimalizaci tvaru ramen magnetického obvodu bylo tedy dosaženo **zmenšení šířky přechodové oblasti o 41 %**.

4.4 Měřicí řetězec

Měřicí řetězec (obr. 4.24) se skládá z těchto zařízení:

- Laserový měřič vzdálenosti
- Teslametr s Halloovou sondou
- Stabilizovaný laboratorní zdroj
- Rezistor (bočník)
- Dewetron DEWE -50 USB2
- Měřicí zařízení

Laserový měřič vzdálenosti i cívka jsou připojeni k elektrokrabičce, z ní vedou dva výstupy. Jeden pro měření napětí (potažmo proudu) na cívce a druhý pro měření vzdálenosti. Do elektrokrabičky vstupují napájení cívky ze stabilizovaného zdroje. Teslametr je zapojen přímo do analyzátoru dat.



Obr. 4.24 Měřicí řetězec

Teslametr

Měření magnetické indukce je realizováno pomocí **Teslametru F.W.Bell 5180** s Hallovou sondou **STD18-0404**. Přístroj je kalibrován před každým měřením a jeho měřicí rozsah je nastaven na nejcitlivější hodnotu. Hallova sonda je umístěna tak, aby její aktivní oblast byla uprostřed průřezu pólového nástavce obvodu.

Stabilizovaný laboratorní zdroj

K napájení cívky byl použit laboratorní zdroj **GW-INSTEK PST 3202**. Je důležité, aby použitý laboratorní zdroj nevytvářel při připojení k cívce špičku proudu a tím aby nedošlo k zmagnetování celého obvodu. Tento jev (zmagnetování vyššími proudy má značný vliv na měření a je žádoucí se mu vyhnout (blíže bude tento jev popsán v kapitole o zpracování dat z měření).

Laserový snímač vzdálenosti

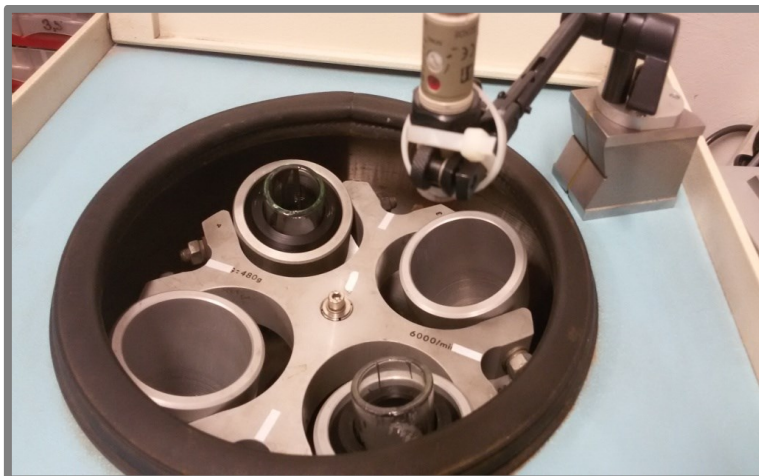
Pro měření polohy výtahu byl použit snímač **Baumer OADM 20U2472/S14C**. Snímač je upevněn k hlavní věži měřícího zařízení. Je napájen napětím 12V a připojuje se k elektrokrabici kabelem s konektorem M12 (5pin). Rozsah měřitelné vzdálenosti je 50-300 mm. Rozlišení je udávané výrobcem v závislosti na měřené vzdálenosti 0,01-0,33 mm a maximální odchylka 0,03-1 mm.

Analyzátor dat

Všechna data o měření jsou zpracována pomocí analyzátoru dat **DEWE-2010** od firmy DEWETRON. Tento analyzátor umožňuje zapojení měřených vstupů a zároveň funguje jako počítač. Samotné měření probíhá v programovém prostředí Dewesoft.

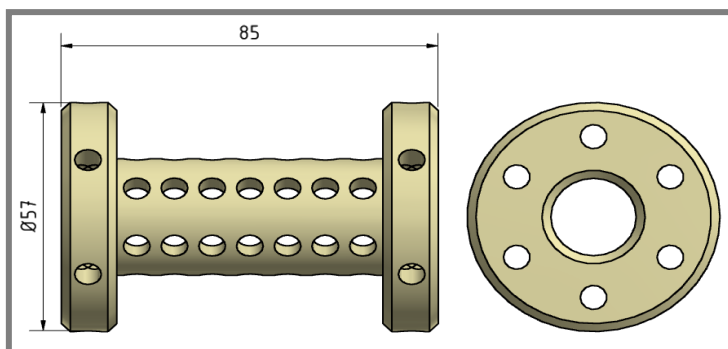
4.5 Experimentální centrifuga

Pro akcelerované zkoušky je použita centrifuga MPW 340. Pro zvýšení přesnosti měření otáček je na centrifugu připevněn snímač otáček **Omron ESF2-DS30B4-P1** (obrázek 4.25). Otáčky jsou vyhodnocovány pomocí analyzátoru Dewetron. Do vnitřního prostoru centrifugy je umístěno teplotní čidlo PT-100.



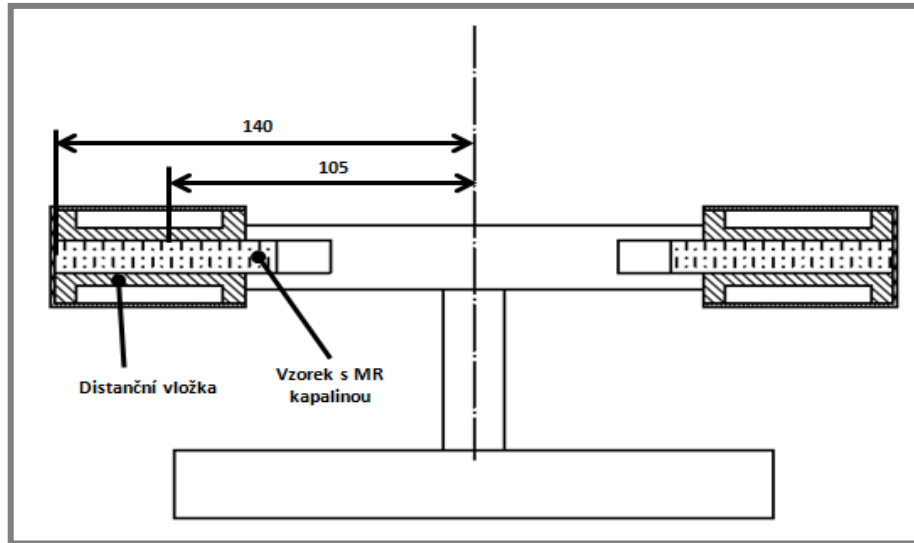
Obr. 4.25 Experimentální centrifuga se snímačem otáček [5]

Centrifuga má celkem 4 hliníkové kalíšky o průměru 57 mm pro umístění vzorků. Při použití vzorů o menším průměru je nutné vytvořit do těchto kalíšků distanční vložky (obr. 4.26). Ty byly vyrobeny z Ertacetalu pro zkumavky s rovným dnem o průměru 19 mm. Vložky byly perforovány v celém svém objemu pro zajištění lepšího přenosu tepla mezi zkumavkami a vyhřívaným prostředím v centrifuze.



Obr. 4.26 Distanční vložka pro centrifugaci zkumavek - perforovaná

Centrifuga je určena k testům akcelerované sedimentace. Každý takový test probíhá za stanoveného přetížení, které se vypočítá z otáček centrifugy a vzdálenosti vzorků od středu otáčení. V této práci bude přetížení počítáno ke středu sloupce testované MR kapaliny. Veškeré vyhodnocení bude probíhat s takto stanoveným přetížením (pokud nebude řečeno jinak). Ke stanovení přetížení je třeba znát vzdálenost od středu otáčení, ta je zobrazena na schematicém obr. 4.27.

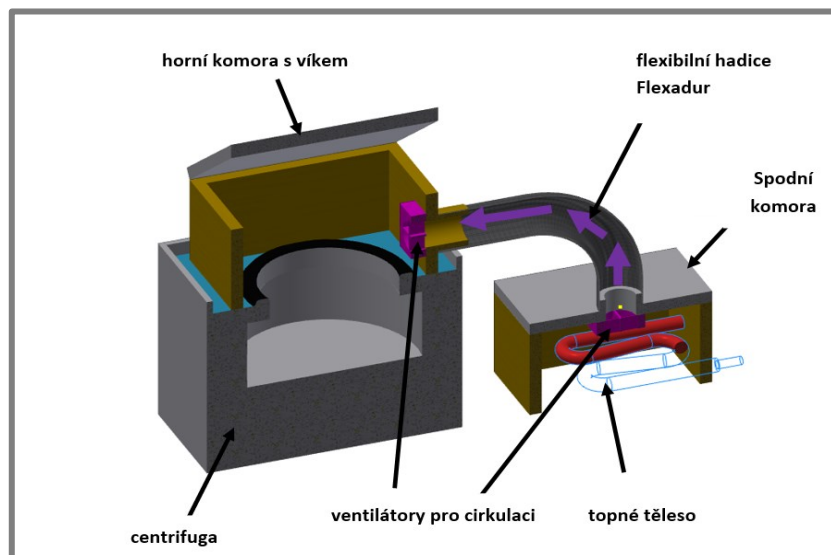


Obr. 4.27 Schéma centrifugy s rozměry ke středu otáčení

4.6 Tepelná komora pro experimenty za vyšších teplot

Jedním z klíčích cílů diplomové práce je provést testy za zvýšených teplot (40, 60 a 80°C). K tomu bylo nutné modifikovat stávající experimentální centrifugu, které v původní konfiguraci žádné vyhřívání nemá. Byly vypracovány tři návrhy provedení komory:

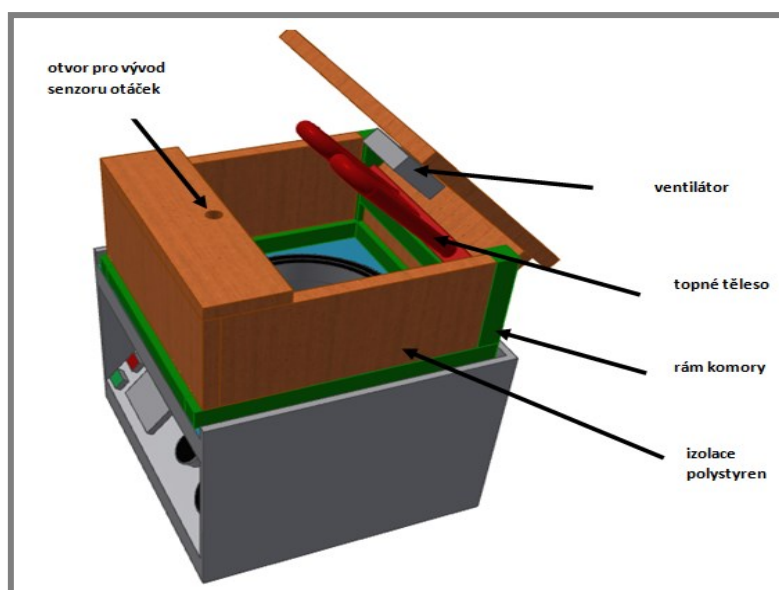
- **Varianta 1** - externí přívod horkého vzduchu (obr. 4.28)



Obr. 4.28 Návrh konstrukce tepelné komory s externí vyhřívací komorou

První návrh má tepelnou komoru umístěnou vedle samotné centrifugy, to má za účel umožnit co nejsnazší přístup k vzorkům v centrifuze. Slabou stránkou tohoto návrhu mohou být značné ztráty tepla vlivem vedení horkého vzduchu na relativně dlouhou vzdálenost.

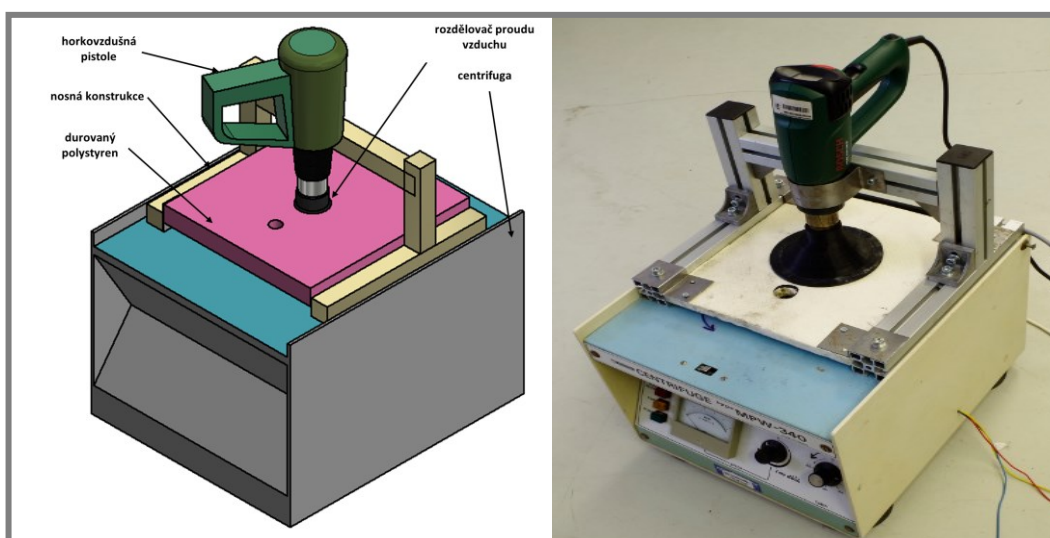
- **Varianta 2** - komora s vyhříváním přímo na centrifuze (obr. 4.29)



Obr. 4.29 Návrh konstrukce tepelné komory s vyhříváním přímo na centrifuze

Druhý návrh je konstrukčně jednodušší. Vyhřívání je umístěno přímo na centrifugu. Slabou stránkou může být ztížená manipulace se vzorky a nebezpečí kontaktu s topným tělesem.

- **Varianta 3** - s vyhříváním horkovzdušnou pistolí (obr. 4.30)



Obr. 4.30 Návrh konstrukce tepelné komory s horkovzdušnou pistolí, vpravo realizovaná konstrukce

Poslední navržená varianta se vyznačuje jednoduchou konstrukcí, kdy je na centrifugu umístěn rám z Bosch profilů. K němu je připevněn krycí plát z polystyrenu. V plátu jsou vyříznuty dva otvory. Menší otvor slouží jako průzor po snímač otáček

a do většího otvoru je umístěn rozvaděč proudu vzduchu, což je v podstatě obrácený trychtýř s rozvodnými lopatkami (vyroben z ABS). Na konstrukci je dále umístěna horkovzdušná pistole Bosch s regulací teploty. Pistole umožňuje nastavovat teplotu v rozsahu 50-500 °C po 10 °C krocích. Jako **finální varianta** určená k realizaci byla zvolena poslední z výše uvedených variant. Ověřovací pokusy prokázaly dostatečný výkon horkovzdušné pistole i schopnost regulace teploty v požadovaném rozsahu (40-80 °C). Toto řešení je taktéž ekonomicky nejvýhodnější, jelikož všechny potřebné komponenty jsou k dispozici na Ústavu konstruování.

4.7 Testované MR kapaliny a příprava vzorků

V rámci této diplomové práce bude otestována MR kapalina MRF-122EG od společnosti LORD. Tato kapalina má ze všech komerčně dostupných kapalin nejvyšší rychlost 1G sedimentace. Parametry kapaliny jsou uvedeny v tabulce 4.3.

Tab. 4.3 Parametry kapaliny MRF 122EG [31]

Hustota kapaliny [g.cm⁻³]	2,28-2,48
Hmotnostní podíl železných částic [%]	72
Objemový podíl železných částic [%]	17
Dynamická viskozita při 40°C [Pa-s]	0.042
Použitelná za teplot [°C]	-40 °C až 130 °C
Průměrná velikost částic [μm] [32]	1,95
Hustota nosné kapaliny [kg/dm ³]	0,8

Před každým experimentem je kapalina rozmíchána pomocí míchadla na sloupové vrtače v originální zásobní láhvi po dobu minimálně 20 minut. Delší doba rozmíchání je důležitá, především pokud kapalina delší dobu stála v nádobě nepoužitá. Poté je přelita do kádinky a následně jsou odlévány požadované vzorky. Veškerá kapalina, která ulpí na stěnách nádob je následně pečlivě seškrabána a slita zpět do zásobní láhve. Pro experimenty byly připravovány dva typy vzorků: kapalina ve **100 ml odměrných válcích** a kapalina ve **zkumavkách** s rovným dnem o průměru 19 mm. Vzorky v odměrných válcích slouží k ověřovacím experimentům a srovnání s předchozí generací měřicího zařízení a vzorky ve zkumavkách jsou připravovány pro akcelerované sedimentační testy. Odměrné válce jsou kapalinou plněny po rysku 100 ml a zkumavky do 70 mm výšky (měřeno od roviny stolu, na niž je zkumavka postavena).

4.8 Metodika experimentu akcelerovaných zkoušek

Vzorky testované MR kapaliny jsou připraveny do centrifugačních zkumavek (pro každý test dva identické vzorky. Použité zkumavky jsou skleněné s rovným dnem s vnějším průměrem 19 mm. Zkumavky musely být seříznuty na výšku 110 mm, aby se vešly do centrifugy. Testování je provedeno vždy pro určitou hodnotu přetížení. Nejprve jsou vzorky změřeny v původním stavu na měřicím zařízení tento stav je označen jako etalon. Poté jsou umístěny do centrifugy a vystaveny přetížení. V požadovaných časových intervalech jsou opět vytaženy a proměřeny na měřicím zařízení. Testování za zvýšené teploty probíhá s tím rozdílem, že na centrifugu je umístěno vyhřívání. Pro tyto testy platí speciální postupy uvedené v kap. 4.8.1.

4.8.1 Postup měření na měřicím zařízení

Vzorek je umístěn na pojízdnou platformu měřicího zařízení a upevněn do vedení. Je nutné nastavit polohu dorazů a vedení pro různé typy nádob na vzorky (popřípadě vyměnit ramena magnetického obvodu). Poté je umístěna do štěrbin v magnetickém obvodu Hallova sonda. Před každým měřením je sonda vynulována. Po zapnutí měřicí aparatury proběhne stiskem tlačítka průjezd vzorku nahoru a dolů magnetickým obvodem. Výsledky jsou zaznamenány v softwaru Dewesoft, ukládání je spuštěno a ukončené pomocí triggeru.

Je nutné dbát na to, aby byla sonda pevně umístěna a v průběhu testu se nepohybovala. Taktéž je důležité ustavit ji vždy do stejné polohy (k tomu slouží upínací stojánek).

Postup měření v bodech:

- Umístění vzorku do standu
- Kontrola napájení cívky a nastavení proudu v cívce
- Kalibrace Hallovy sondy
- Umístění Hallovy sondy a nastavení rozsahu měření na Teslametru
- Kontrola nastavení ukládání naměřených dat
- Spuštění měření
- Navrácení vzorku do centrifugy

4.8.2 Průběh testování za vyšší teploty

Pro testy za vyšších teplot byla navržena vyhřívaná centrifuga (viz 4.5). Jelikož nebylo možné umístit senzor teploty přímo na zkoumané vzorky (na rotor centrifugy), musel být senzor teploty umístěn do prostoru komory centrifugy. Před zahájením testování byla ověřovacím testem zjištěna teplota ve vzorku a stanoveny podmínky pro průběh experimentu za vyšší teploty. U vyšších teplot (60 a 80°C) se objevil problém s rychlostí vyhřátí vzorku s kapalinou, zejména po provedeném měření. Jelikož není vzorek při měření nijak izolován, rychle ztrácí teplotu (při standardním měření cca o 8°C). Následné dohřátí horkým vzduchem trvá relativně dlouhou dobu (15 minut i více), přičemž se na vzorku za vyšších teplot může projevit i 1G sedimentace. Do centrifugačních kalíšků, v nichž jsou vzorky umístěny (viz obr. 4.25), byla nalita voda o odpovídající teplotě. Díky perforovaným vložkám (obr. 4.26) je tato vodní lázeň v přímém kontaktu se vzorkem. Tento postup značně zvyšuje teplotní stálost vzorku jakož i rychlost dohřátí po provedeném měření.

Postup pro testování za teploty 40 °C:

- Vyhřátí centrifugy i se vzorky na 40 °C (nastavení horkovzdušné pistole 50 °C)
- Výdrž na teplotě 38°C po dobu 10ti minut
- Centrifugace s udržováním teploty 38 °C
- Provedení měření vzorků, vzorky jsou co možná nejrychleji vráceny do centrifugy

- Dohřátí vzorků po dobu 2,5 minuty při teplotě 40 °C
- Centrifugace...

Postup pro teploty 60 °C a 80 °C:

- Vyhřátí samotné centrifugy bez vzorků na požadovanou teplotu (nastavení horkovzdušné postole 70 °C a 110 °C)
- Ohřev vody v rychlovarné konvici následně ustálení na teplotu 65 °C respektive 85 °C
- Nalítí vody do centrifugačních kalíšků (125 ml)
- Umístění vzorků do centrifugy dohřívání po dobu 10 minut (teplota 60 a 80 °C)
- Centrifugace
- Měření a vrácení vzorků zpět
- Dohřívání vzorků po dobu 5ti minut (za teploty 60 a 80 °C)
- Centrifugace...

4.9 Zpracování měřených dat

Data naměřená na experimentálním zařízení je nutné ještě dále upravit. Zpracování probíhá v programu Matlab, kde je vytvořen příslušný skript (viz Příloha 1). Prvním krokem je filtrace a průměrování naměřených dat. Díky tomu, že vzorek prochází magnetickým obvodem nejprve směrem nahoru a poté směrem dolů, dostáváme v měřeném signálu dvě identické křivky. Tyto křivky by se měly v zásadě překrývat, což se v praxi neděje pokaždé. Důvody, proč se křivky nepřekrývají, jsou dva. První možností je, že se jedná o první měření s konkrétním vzorkem. Magnetický obvod je zmagnetován na určitou úroveň, po průchodu vzorku se ovšem tato úroveň zvýší. Tento problém se odstraní jednoduše a sice opakováním měření. Druhou možností je pohyb vzorku v průběhu měření, směrem od jednoho konce magnetického obvodu k druhému. Tento problém se odstraní vhodným vycentrováním vedení vzorku. Každopádně drobné rozdíly mezi těmito dvěma křivkami se vyskytnou vždy a odstraní se v rámci zpracování dat průměrováním.

4.9.1 Filtrace a úprava naměřených dat

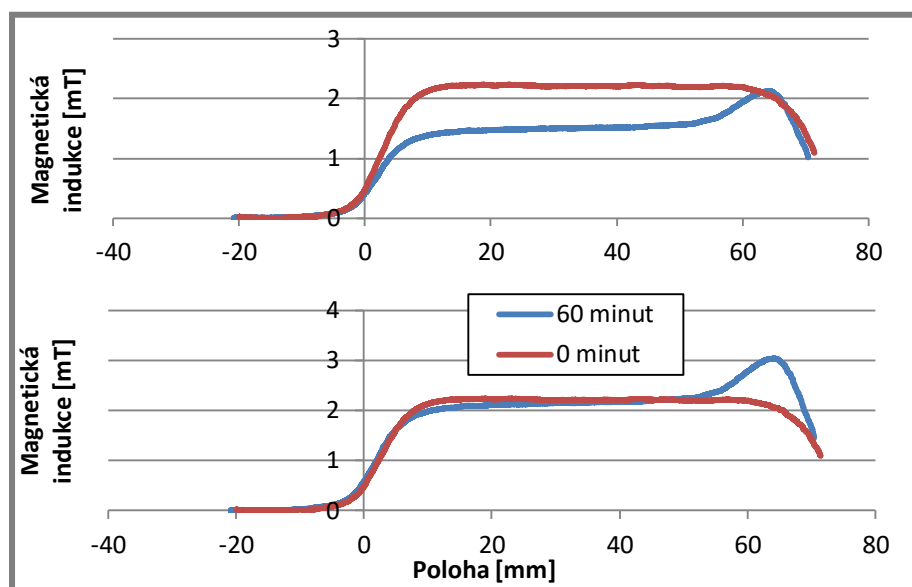
Prvním filtrem, který je aplikován, je 10 Hz hardwarový filtr, jenž filtruje přímo signál z teslametru. Další úprava signálu probíhá ve skriptu v programu Matlab (viz příloha 1). Nejprve je upravena naměřená poloha, aby nula na ose x odpovídala poloze hladiny vzorku.



Obr. 4.31 Úprava naměřených dat - filtrace a odečtení offsetu

Dalším krokem je průměrování klouzavým průměrem, hodnota okénka průměru je jedna pětina z použité vzorkovací frekvence. Následně jsou data posunuta o polovinu šířky okénka. Poté je odečten offset měření, který odpovídá magnetické indukce měřené v obvodu bez MR kapaliny (obr. 4.31).

Vlivem možné magnetizace vyššími proudy se může stát, že data upravená výše uvedenými kroky nekorespondují s realitou. Plocha pod grafem magnetické indukce by měla být u stejného vzorku vždy stejná, ať už je vzorek jakkoliv sedimentován.



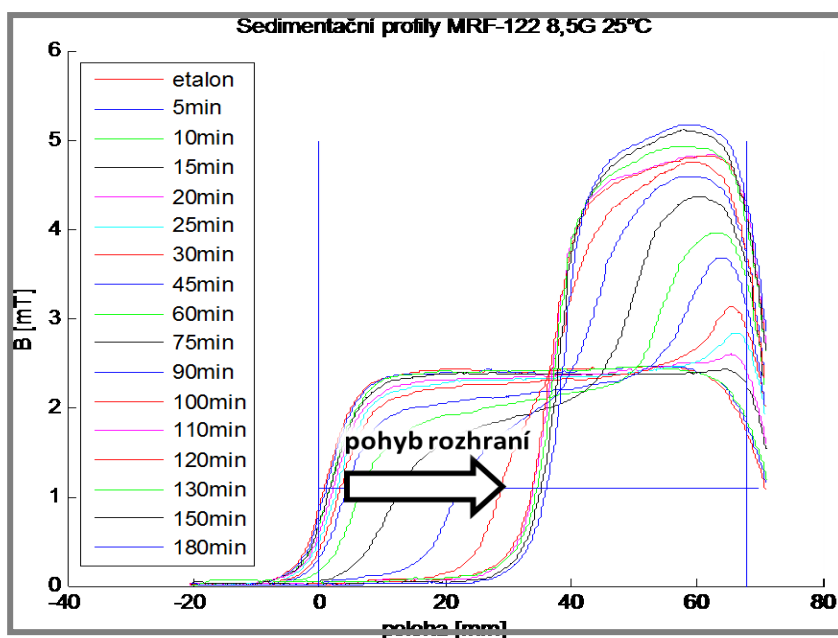
Obr. 4.32 Porovnání dat z akcelerované sedimentace po 0ti a 60ti minutách před korekcí plochy (nahore) po korekci (dole)

Je-li magnetický obvod nějakým vnějším zásahem zmagnetizován na vyšší hodnoty, než normálně, liší se také plochy pod naměřenými křivkami magnetické indukce (obr. 4.32 nahore). Magnetická indukce u dna více sedimentovaného vzorku (60 minut) nemůže být nižší než u dna vzorku sedimentovaného méně (0 minut). Proto je u každé měřené křivky vypočítána plocha pod křivkou a porovnána s plochou z etalo-

nového měření. Podílem těchto ploch je násobena hodnota magnetické indukce, tak se dosáhne stejné plochy pod křivkou u všech měření daného vzorku (obr. 4.32 - dole).

4.9.2 Vyhodnocení sedimentačních profilů

Abychom mohli sledovat průběh sedimentace, je nutné dále zpracovat naměřené sedimentační profily (obr. 4.33). V této práci bude sledován vždy pohyb rozhraní sediment - vyloučená nosná kapalina. Před každým měřením je změřena výška hladiny MR kapaliny (u etalonového vzorku) ke středům pólových nástavců. Naměřená data jsou posunuta o tuto vzdálenost tak, aby nulová poloha odpovídala okamžiku, kdy hladina MR kapaliny prochází středem pólových nástavců. Dále je určena magnetická indukce v tomto místě u etalonového vzorku. Po naměření všech sedimentačních profilů jsou hledány průsečíky s takto určenou hodnotou magnetické indukce. Tak jsou nalezeny polohy hladiny u sedimentovaných vzorků (obr. 4.34).

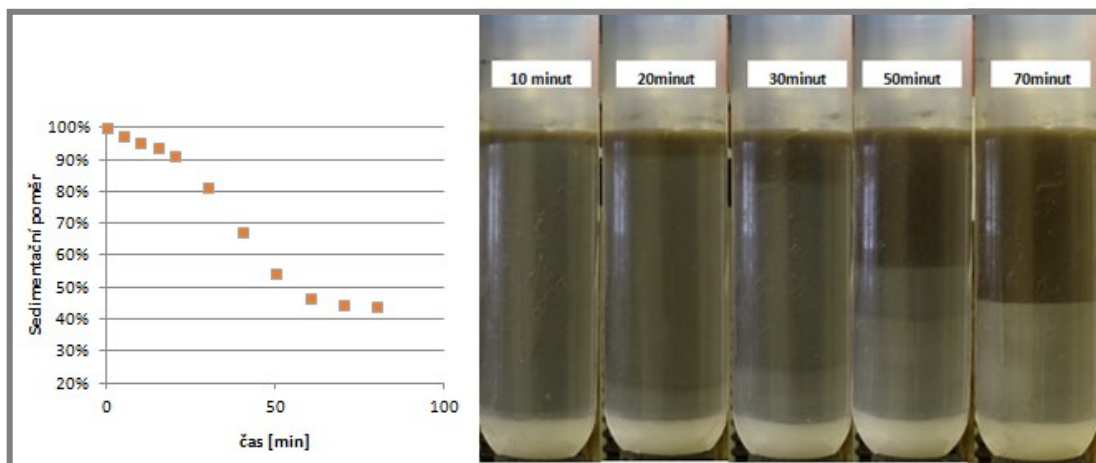


Obr. 4.33 Vyhodnocení sedimentačních profilů

Je-li takto popsán pohyb rozhraní v závislosti na poloze, můžeme spočítat sedimentační poměr:

$$\text{Sedimentační poměr [\%]} = \frac{\text{Výška sedimentu [mm]}}{\text{Výška vzorku [mm]}} \cdot 100 \quad (22)$$

Sedimentační poměr 100 % tedy odpovídá nesedimentované kapalině. Takto vypočítané hodnoty poměru jsou zobrazeny v grafu v závislosti na čase sedimentace (obr. 4.34 vlevo). Na obr. 4.34 vpravo můžeme vidět pro srovnání fotografie sedimentovaných vzorků MR kapaliny. Je vidět, že pokles hladiny odpovídá poklesu vyhodnocenému ze sedimentačních profilů.

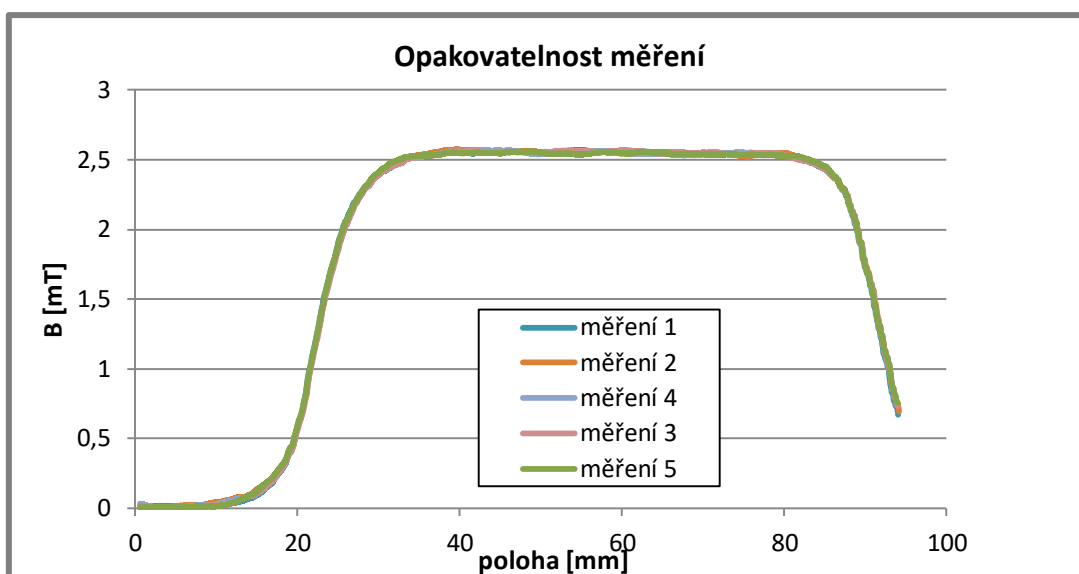


Obr. 4.34 Průběh akcelerované sedimentace (vlevo), odpovídající vzorky (vpravo)

4.10 Opakovatelnost měření

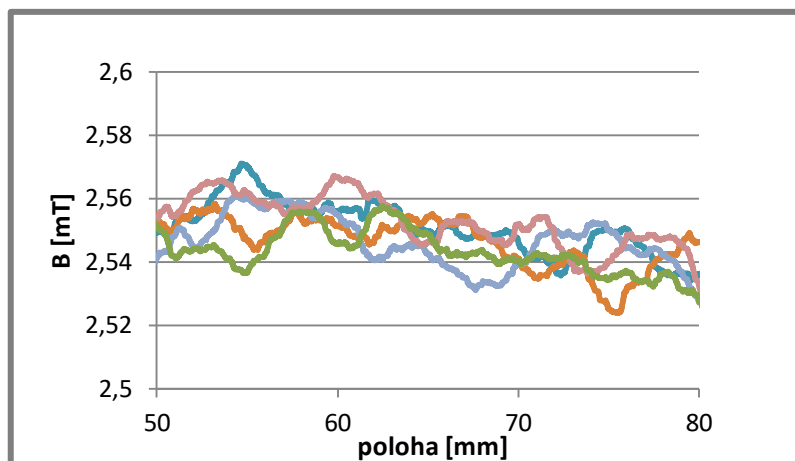
4.10

Jedním z klíčových vlastností měřicí metody je její opakovatelnost. Na obr. 4.35 jsou křivky z 5ti po sobě jdoucích měření provedených na stejném vzorku.



Obr. 4.35 Měření opakovatelnosti

Poněkud lepší představu o rozptylu hodnot měřené magnetické indukce dává zvětšení části výše uvedeného grafu (obr. 4.36). Vezmeme-li průměr ze všech měření a k němu určíme průměrnou směrodatnou odchylku, pak absolutní průměrná odchylka činí **0,063 mT**.



Obr. 4.36 Zvětšený výřez dat z grafu na obr. 4.34

4.11

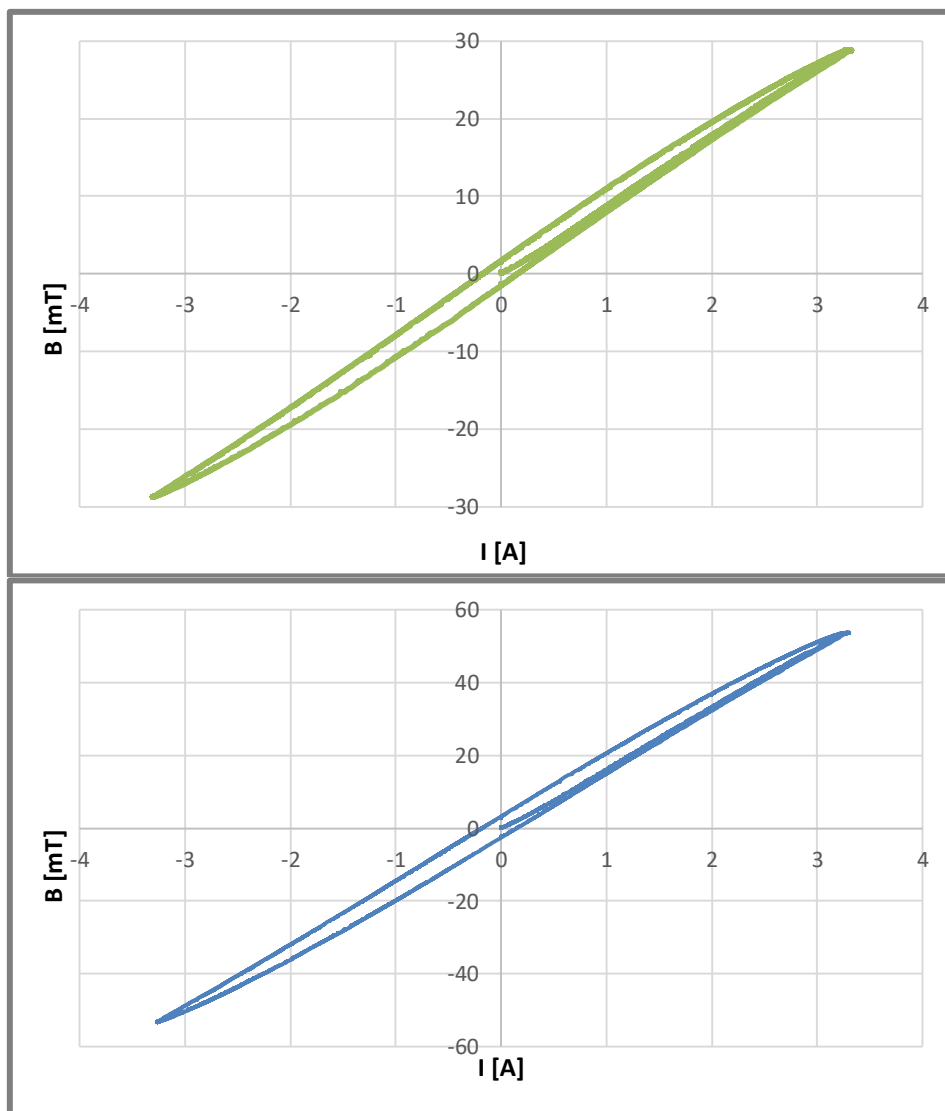
4.11 Měření magnetické remanence magnetického obvodu

Magnetická remanence ovlivňuje negativně naměřená data (kapitola 4.9). Použití Behanitu (viz kapitola 4.2) na výrobu magnetického obvodu by mělo remanenci výrazně snížit. Hodnota magnetické remanence se dá určit z B-H, respektive B-I charakteristiky obvodu. Měření B-H (respektive B-I) křivek proběhlo se dvěma variantami pólových nastavců.

Postup měření byl následující:

- Magnetický obvod byl odmagnetován na co nejnižší možnou hodnotu
- Na připojeném zdroji byl nastavován plynule proud na cívce na maximální možnou hodnotu a poté opět plynule snížen na nulu
- Byla otočena polarita napájení cívky a proud byl opět zvětšován do maximální hodnoty a poté snížen na nulu
- Byla znovu otočena polarita napájení a proud zvětšován do maximální hodnoty

Pro měření byl použit laboratorní zdroj **GW - INSTEK PST 3202**. Naměřený odpor napájené cívky byl **3 Ω** . Maximální proud dosažitelný použitým zdrojem byl omezen napěťovým omezením 10V. Maximální dosažitelný proud byl tedy 3,3A. Výsledky měření jsou na obr. 4.37.



Obr. 4.37 B-I křivka obvodu: s 15 mm nástavci (nahore), s 3 mm nástavci (dole)

Naměřené magnetické remanence získané z výše uvedených grafů jsou v tabulce 4.4. Jsou srovnány s magnetickou remanencí na předešlé generaci měřicího zařízení.

Tab. 4.4 Magnetická remanence - naměřené hodnoty

	Magnetická remanence [mT]	Změna remanence
Původní mag. obvod	4,8	-
Nový obvod - 15 mm ramena	1,66	-76%
Nový obvod - 3 mm ramena	3	-38%

Z tabulky je zřejmé, že se podařilo hodnotu magnetické remanence výrazně snížit u obou variant pólových nástavců.

4.12 Metodika testování vlivu geometrie nádoby

Pro vyhodnocení vlivu geometrie nádoby byl stanoven následující experiment. Jsou připraveny 3 vzorky MR kapaliny MRF 122EG, každý ve zkumavce o jiném průměru. Vzorky mají vždy stejnou výšku sloupce MR kapaliny (70 mm) a budou testovány při přetížení 12 G. Průběh sedimentace bude následně porovnán a stanoven tak vliv geometrie nádoby na průběh sedimentace. Rozměry testovaných zkumavek jsou uvedeny v tabulce 4.5.

Tab. 4.5 Rozměry zkumavek pro testování vlivu geometrie nádoby

	Vnější průměr [mm]	Vnitřní průměr [mm]
Zkumavka s rovným dnem	19,2	16,5
Zkumavka 50 ml	25,2	22,5
Plastová zku- mavka	30,6	27,5

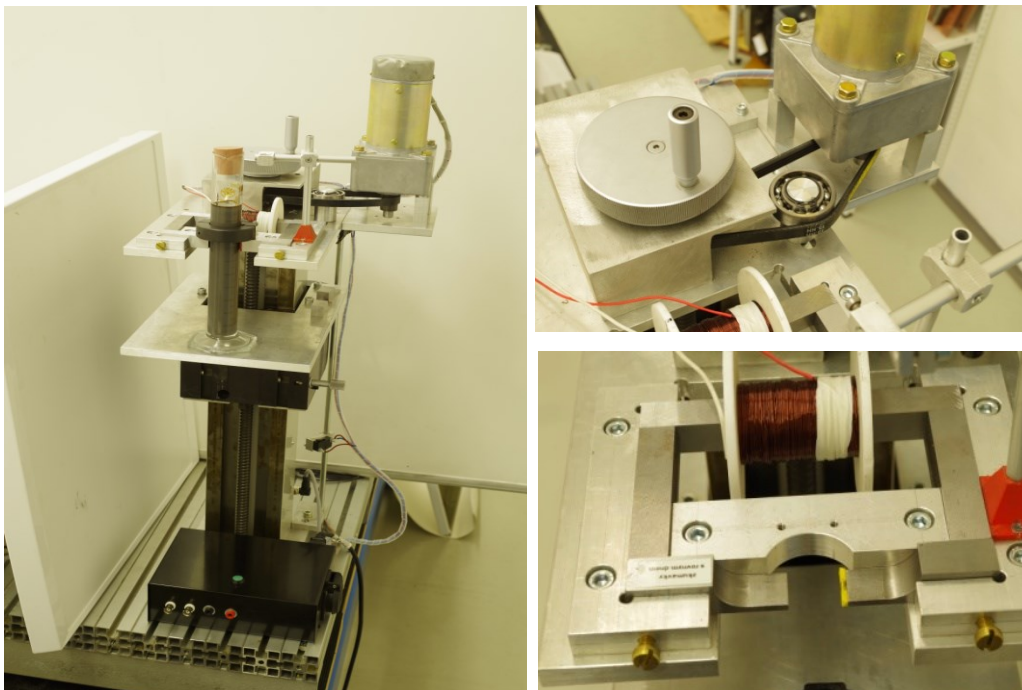
5 VÝSLEDKY

5

5.1 Ověření funkce měřicího zařízení

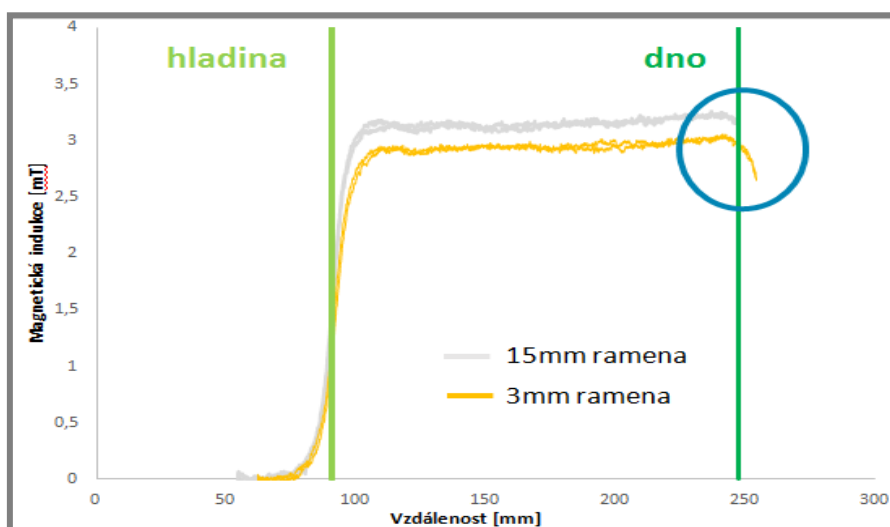
5.1

Na nově vyvinutém zařízení (obr. 5.1) byly nejprve provedeny ověřovací měření.



Obr. 5.1 Měřicí zařízení: celkový pohled (vlevo), vpravo nahoře pohon výtahu (vpravo nahoře), magnetický obvod (vpravo dole)

Podařilo se dosáhnout plynulého pohybu výtahu bez nežádoucích vibrací. Upevnění sondy je stabilní a nedochází k pohybu sondy v průběhu měření. Testovaný vzorek lze snadno vyjmout a díky flexibilnímu průměru vedení vzorku (a jeho snadné výměně), mohou být testovány vzorky s různými průměry.

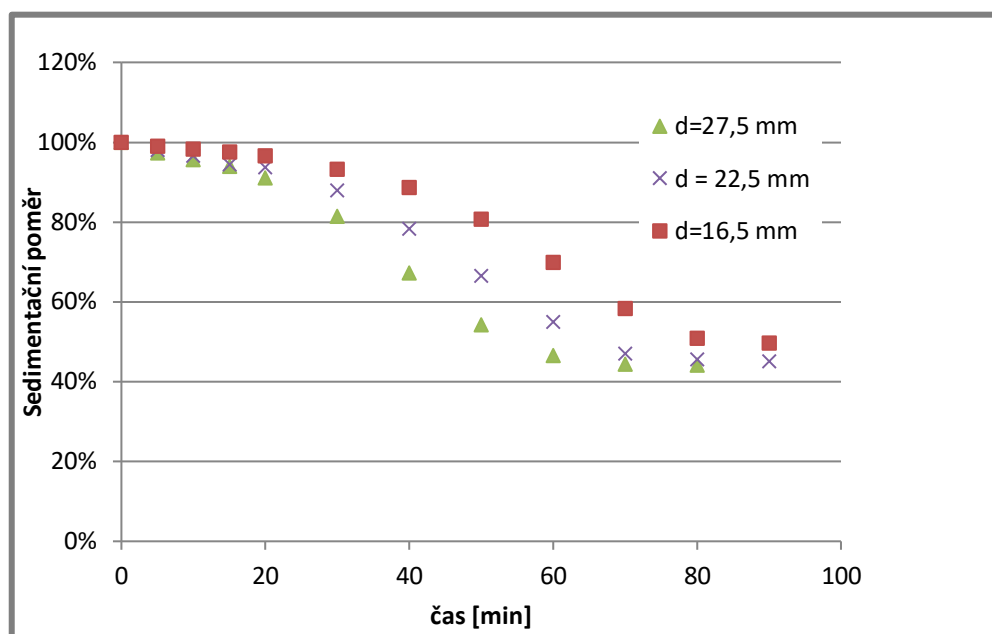


Obr. 5.2 Zvětšení měřené oblasti díky použití nových pólových nástavců

Nové měřicí zařízení má dvě sady vyměnitelných ramen magnetického obvodu. Jsou to ramena 15x15 mm a ramena 3x15mm. Při použití ramen 3x15 mm je zvětšena měřicí oblast, při měření odměrných válců, jelikož měřicí sonda se dokáže dostat blíže ke dnu vzorku. Měření je zobrazeno na obr. 5.2. Modře je zvýrazněna oblast, kterou je možné naměřit navíc díky zúženým nástavcům.

5.2 Vliv geometrie nádoby

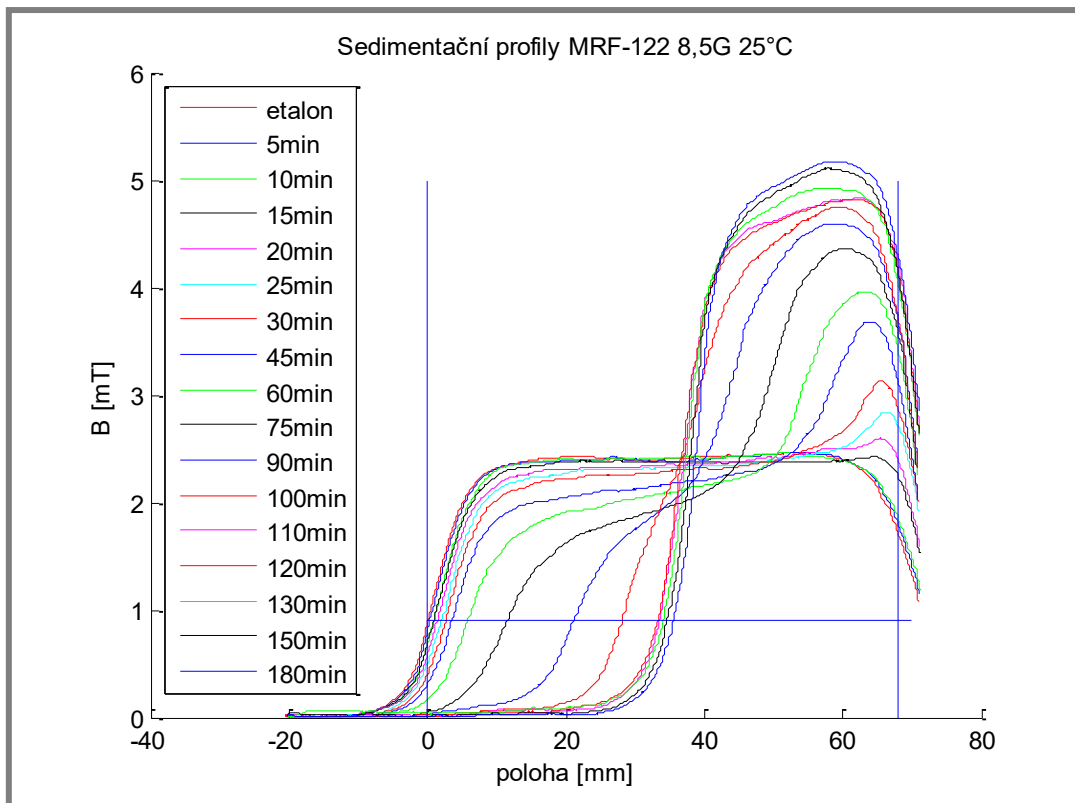
V rámci testování vlivu geometrie nádoby (viz kapitola 4.12) byla měřena sedimentace tří vzorků ve zkumavkách s vnitřními průměry 16,5 mm, 22,5 mm a 27 mm. Všechny vzorky byly vystaveny přetížení 12 G. Výsledky experimentu zobrazuje graf na obr. 5.3.



Obr. 5.3 Vliv geometrie nádoby na průběh sedimentace, přetížení 12G

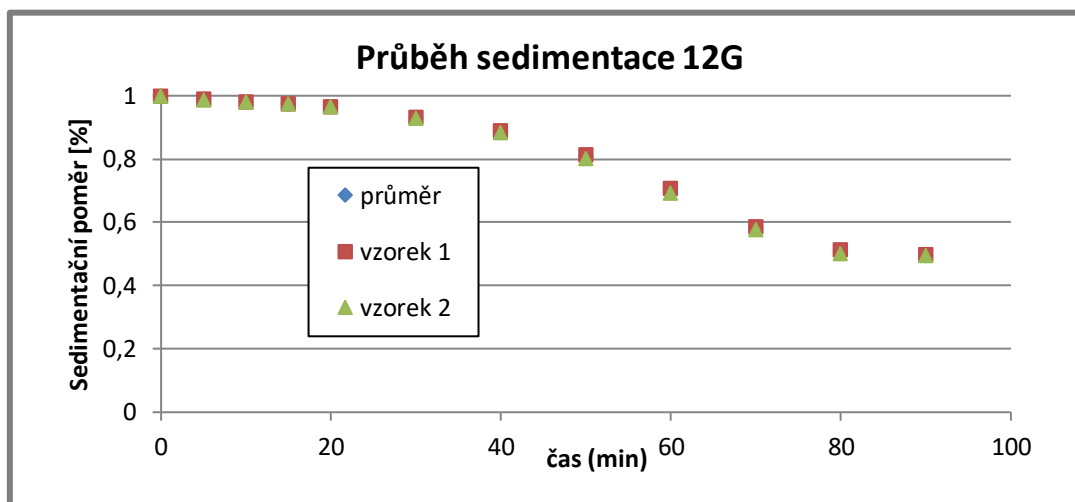
5.3 Akcelerovaná sedimentace za pokojové teploty

Experimenty za pokojové teploty proběhly celkem pro 4 hodnoty přetížení: **4 G, 6 G, 8,5 G a 12 G**. V průběhu testů byla sledována a zaznamenávána teplota. Průměrná teplota ze všech měření byla 25°C. Testy probíhaly vždy do doby, než se výška sedimentu neustálila. Nejdelší dobu trval test při přetížení 4G a to 480 minut. Naopak nekratší test trval 90 minut (12G přetížení). Celkem byl každý vzorek v průběhu těchto testů změřen 66krát, tedy celkem bylo provedeno minimálně 132 měření sedimentačních profilů na měřicím zařízení. Ukázka naměřených sedimentačních profilů je na obr. 5.4



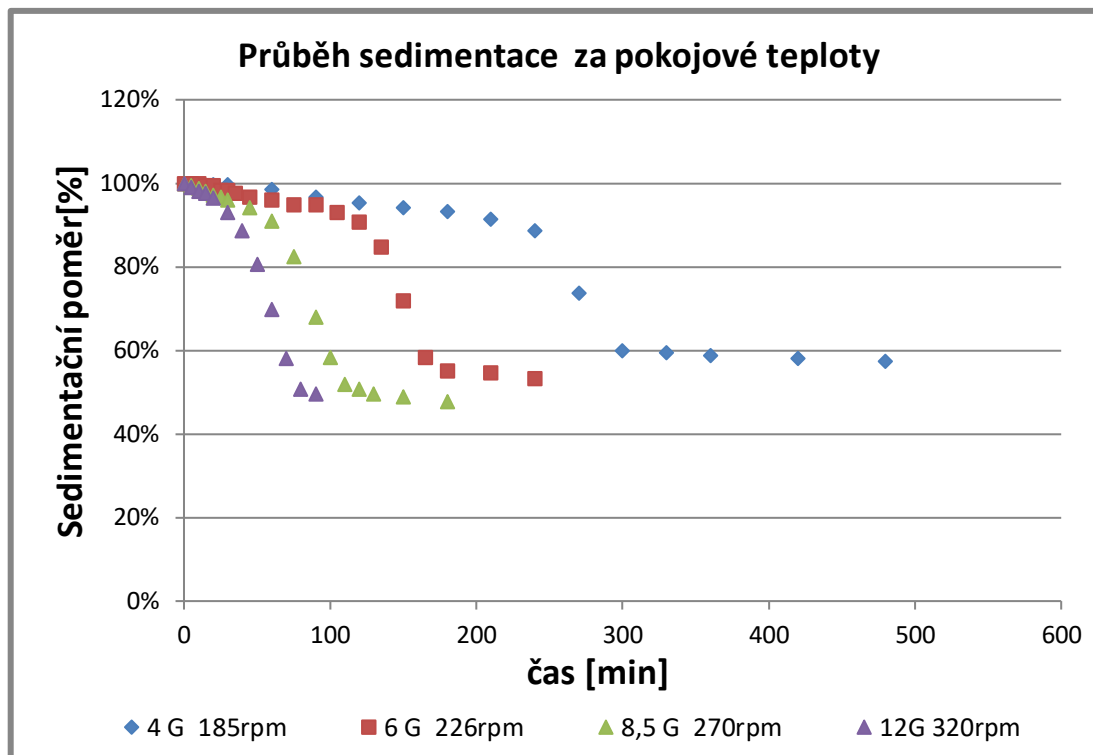
Obr. 5.4 Sedimentační profily akcelerované sedimentace při 8,5G a teplotě 25°C

Každý vzorek byl změřen dvakrát. Výsledný průběh sedimentace je průměrem těchto dvou vzorků. Průběh sedimentace dvou identických vzorků při stejných podmínkách je znázorněn na grafu na obr. 5.5.



Obr. 5.5 Průběh sedimentace při přetížení 12G porovnání 2 identických vzorků a jejich průměru

Rozdíly mezi jednotlivými vzorky jsou minimální. Hodnota maximální odchylky ve výše uvedeném grafu byla 1 %. Oba dva měřené vzorky tedy vykazují stejný průběh sedimentace. Graf na obr. 5.6 shrnuje průběhy sedimentací pro všechna přetížení za pokojové teploty.



Obr. 5.6 Průběh sedimentace za pokojové teploty

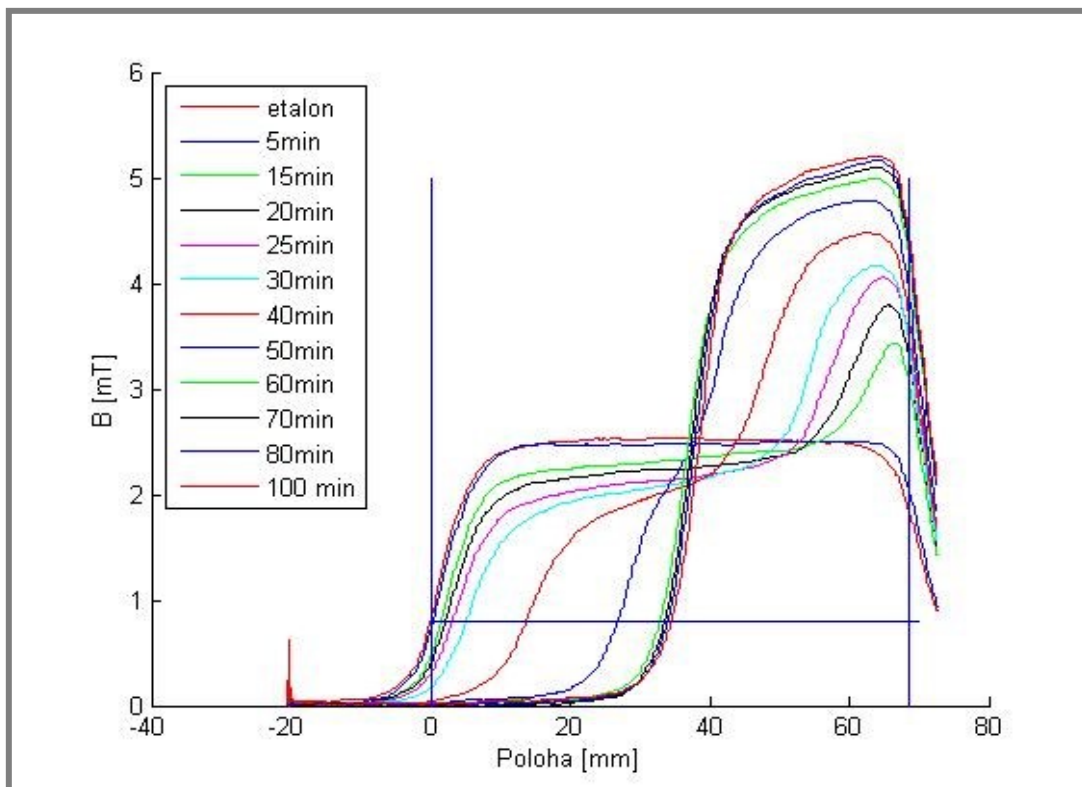
Obecně jsou na každém průběhu sedimentace patrné tři oblasti. První je oblast kdy je pokles pozvolný a má lineární průběh, po dosažení určité úrovně sedimentace (okolo 90ti procent) se rychlost rapidně zvýší a sedimentace probíhá vysokou rychlostí, dokud není dosažení kritické koncentrace a zpomalení sedimentace. Z grafu jde vysledovat předpokládaný fakt, že kapalina sedimentuje nejrychleji při největším aplikovaném přetížení. Částice sedimentují na jinou úroveň pro jiné přetížení (tzn. konečná výška sedimentu je vyšší pro menší zrychlení). Je také zřejmé, že sedimentace úplně neustala u těchto měření, nýbrž i v poslední části průběhů sedimentace pozorujeme pozvolný pokles výšky sedimentu, tzv. kompresi sedimentu.

5.4 Akcelerovaná sedimentace za zvýšených teplot

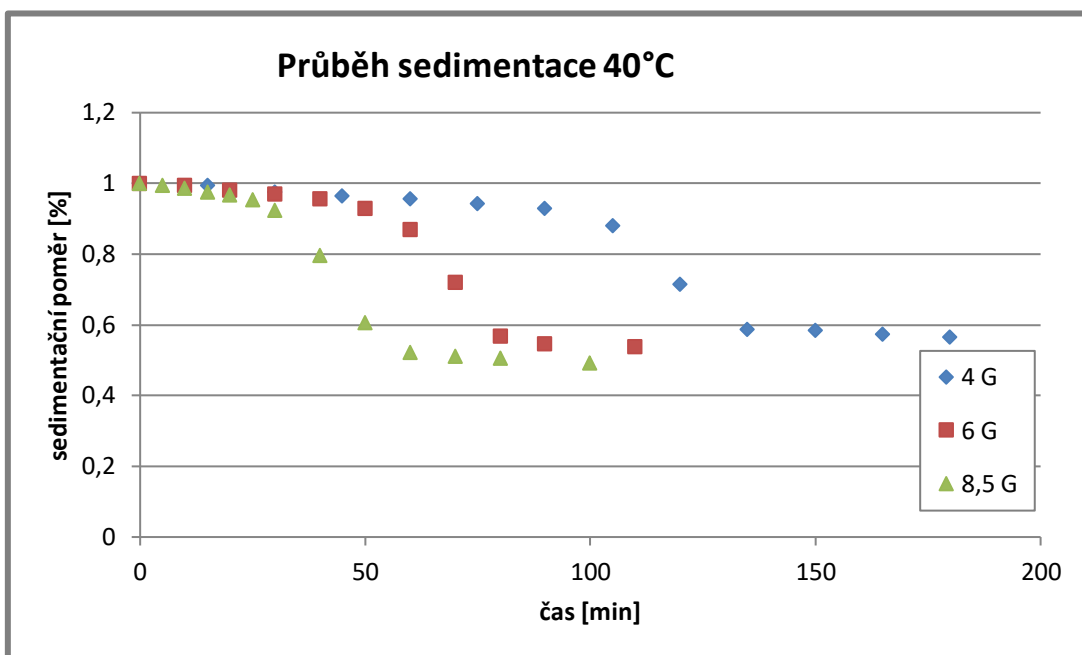
Akcelerovaná sedimentace za zvýšených teplot probíhala podle metodiky uvedené v kapitole 4.8.2. Opět byly testovány dva identické vzorky a z naměřených sedimentačních profilů byly vytvořeny průběhy sedimentace.

5.4.1 Akcelerovaná sedimentace při teplotě 40°C

Během těchto měření nebyly vzorky umístěny do vodní lázně, ale byly pouze vyhřívány teplým vzduchem. Byly provedeny měření při zrychleních 4 G, 6 G a 8,5 G. Sedimentační profily z měření 8,5G jsou zobrazeny na obr. 5.7 a průběh sedimentace je znázorněn na obr. 5.8.



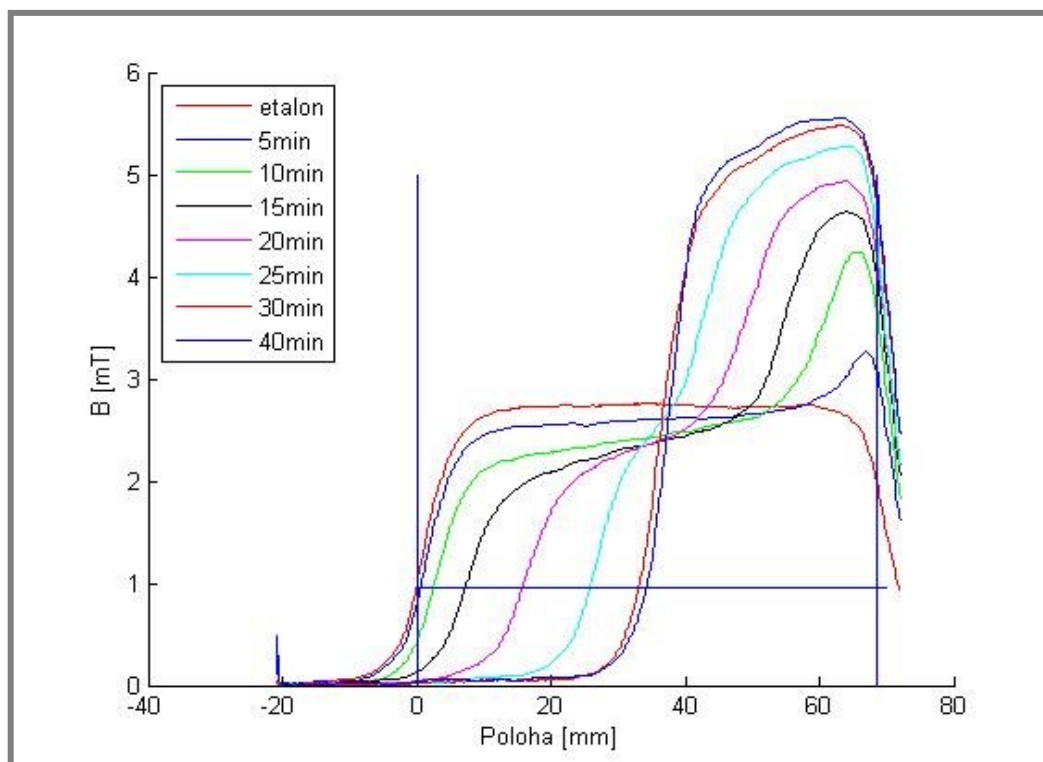
Obr. 5.7 Sedimentační profily akcelerované sedimentace při 8,5G a teplotě 40°C



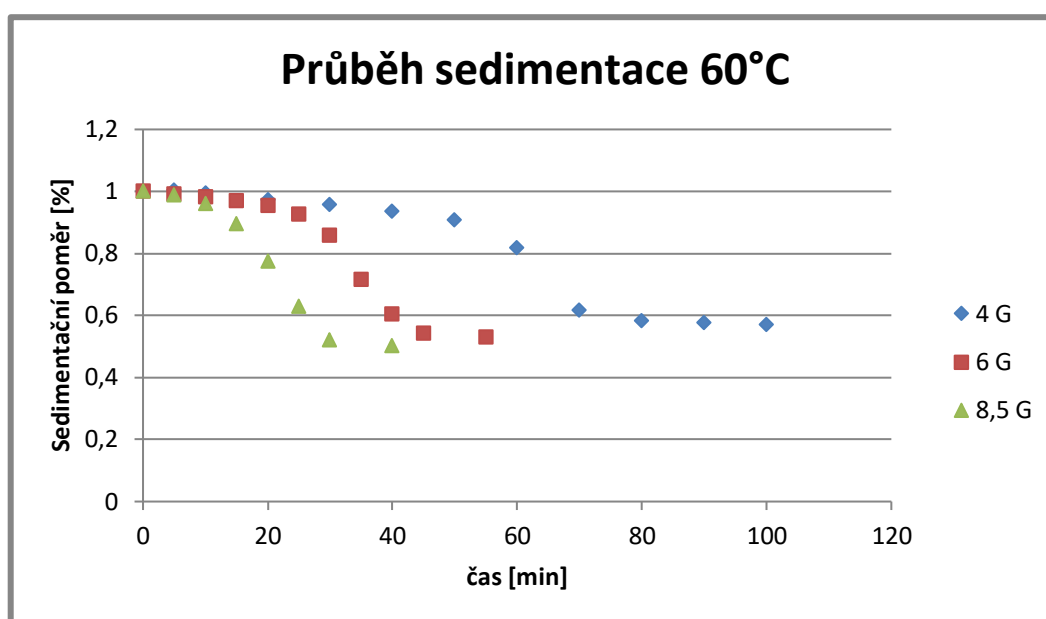
Obr. 5.8 Průběh akcelerované sedimentace při teplotě 40°C

5.3.2 Akcelerovaná sedimentace při teplotě 60°C

Při testování za teploty 60°C bylo nutno vzorky umístit do vodní lázně pro rychlejší vyhřívání. Měřeny byly vzorky při přetížení 4 G, 6 G a 8,5 G. Sedimentační profily z měření 8,5 G jsou zobrazeny na obr. 5.9.



Obr. 5.9 Sedimentační profily akcelerované sedimentace při 8,5 G a teplotě 60°C



Obr. 5.10 Průběh akcelerované sedimentace při teplotě 60°C

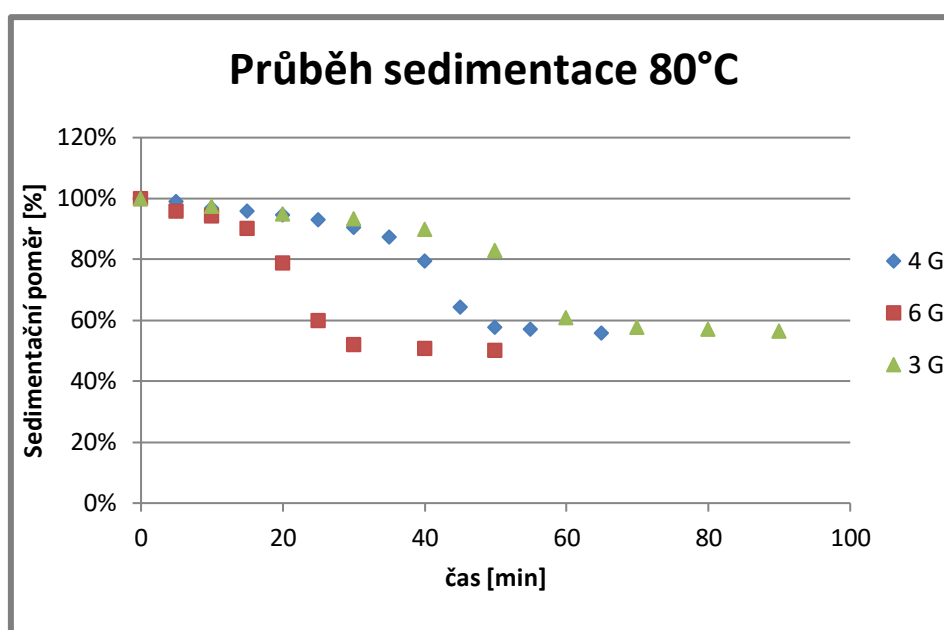
Obr. 5.10 zobrazuje průběh sedimentace při teplotě 60°C. Opět můžeme v porovnání s měřeními za nižších teplot pozorovat rychlejší průběh sedimentace. U nejvyššího přetížení (8,5 G) pozorujeme opět posun zlomu oblasti rychlejší sedimentace směrem k vyšším koncentracím. U nižších přetížení není tento posun výrazný. U teploty 60°C již byla pozorována i výrazná teplotní roztažnost vzorků. V důsledku zvětšení objemu došlo k nárůstu výšky hladiny MR kapaliny o cca 1 mm. V důsledku zvýšení

teploty také panovala obava nedejde-li k výrazné 1 G sedimentaci vzorku v průběhu jeho vyhřívání. Byla provedena měření která ukázala, že za dobu 5ti minutového výhřevu, kdy byl vzorek v klidu v centrifuze došlo pouze k mírnému poklesu výšky sedimentu a to o 0,13 mm.

5.3.3 Akcelerovaná sedimentace při teplotě 80°C (obr. 5.11)

5.3.3

Testování za nejvyšší teploty 80 °C bylo jednoznačně nejtěžší, co se týče průběhu experimentů. Udržet požadovanou teplotu vzhledem k velkým tepelným ztrátám vzorku při měření na experimentálním zařízení bylo náročné. Taktéž role teplotní roztažnosti a 1G sedimentace je zde markantnější. Rychlost sedimentace je již tak vysoká, že rovněž jednotlivá měření (a s tím spojené přerušování centrifugace) mají čím dál tím větší vliv na celkový průběh sedimentace. Výsledky je třeba brát z veškerými ohledy na uvedené nepřesnosti.



Obr. 5. 11 Průběh akcelerované sedimentace při teplotě 80°C

U tohoto experimentu nebylo použito nejvyšší přetížení 8,5 G a to z důvodu vysoké sedimentační rychlosti při této teplotě a přetížení a s tím spojené rostoucí nepřesnosti. Byla použita přetížení 6 G, 4 G a nově 3G. Úvodní lineární oblast průběhu sedimentace je strmější a bod jejího zlomu není tak výrazný. Nedá se však říct, že by k němu došlo ještě při vyšších koncentracích, než u předešlých experimentů. Konečná výška sedimentu je mírně nižší. Pro přetížení 6 G je to 50 oproti 53-54 % z testů nižších teplot.

6 DISKUZE

6.1 Měřicí zařízení a metodika experimentu

Prvním krokem této práce bylo vytvoření nového měřicího zařízení pro měření míry sedimentace MR kapalin. Toto zařízení bylo zcela nově zkonstruováno (obr. 5.1) s využitím poznatků z předešlého návrhu zařízení. Zařízení je plně funkční a jeho nová konstrukce značně usnadnila jeho obsluhu (snadná výměna komponent, manuální i elektrický pohon aj.). Dále byl optimalizován tvar magnetického obvodu respektive pólových nástavců a tímto byla zvýšena senzitivita měření (kapitola 4.3). Šířka sledované přechodové oblasti poklesla u nového magnetického obvodu o **43%**. Dále byl také udán směr který otevírá další možnosti zvýšení senzitivity a sice použití stínících kroužků. Zde bude nutný další výzkum, jež stanoví vhodný tvar a velikost těchto kroužků. Použití Behanitu vedlo k výraznému snížení magnetické remanence (tabulka 4.4). Oproti předchozí generaci měřicího zařízení klesla remanence u nástavců 15x15 mm o **76 %** u nástavců 3x15mm o **38 %**. Díky tomu má obvod menší citlivost na případné zmagnetování vyššími proudy. Opakovatelnost měření byla změřena a zhodnocena (kapitola 4.10) a je na výborné úrovni. Naměřená data jsou zpracována v několika krocích. Celý postup zpracování dat je popsán v kapitole 4.9. Byla navržena a zkonstruována tepelná komora pro testy za vyšších teplot (kap. 4.6). Jedná se o jednoduché a přitom spolehlivé zařízení, které používá k výhřevu horkovzdušnou pistoli. S její pomocí byly provedeny všechny stanovené testy za vyšších teplot (40, 60 a 80 °C). Pro testování za zvýšených teplot byla stanovena metodika průběhu testů.

6.2 Vliv geometrie nádoby

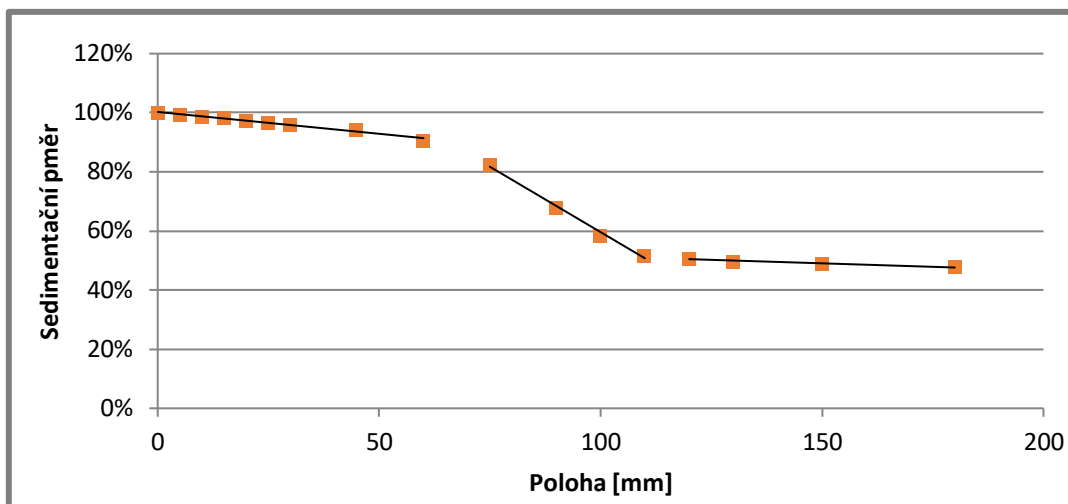
Na základě výsledků experimentu zobrazených v grafu na obr. 5.3 lze stanovit tento závěr. Větší průměr nádoby testovaného vzorku způsobuje rychlejší sedimentaci kapaliny. Tento fakt je důsledek interakcí částic MR kapaliny se stěnami nádoby, v důsledku tření jsou tyto částice brzděny ve svém pohybu. Tento jev je čím dál tím více zjevný, čím je menší průměr nádoby. Takový závěr odpovídá modelu podle Richardsona a Zakiho, je-li koeficient tohoto modelu stanoven podle Chabry a Richardsona [26](kap. 2.2.3 vztah 12 a 13). Model předvídá pokles rychlosti sedimentace s rostoucí hodnotou poměru velikosti částic k průměru nádoby. Konečná výška sedimentu je u větších nádob nižší, to lze přičíst stěnovým efektům v důsledku povrchového napětí, které mají u větších průměrů nádob menší vliv.

6.3 Experimenty akcelerované sedimentace

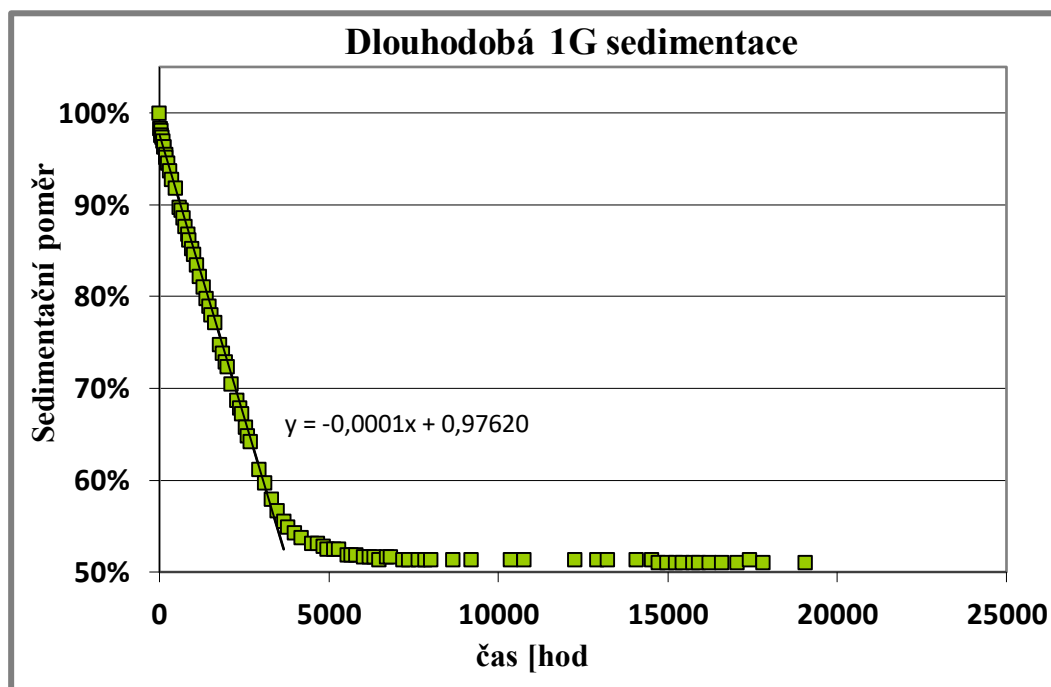
Experimenty akcelerované sedimentace MR kapaliny nebyly publikovány doposud v žádné práci. Z tohoto důvodu není možné výsledky experimentů porovnávat s jinými zdroji.

6.3.1 Akcelerovaná sedimentace při pokojové teplotě

Při pokojové teplotě byly vzorky testovány, při zrychleních 4 G, 6 G, 8,5 G a 12 G. Graf na obr. 6.1 je zobrazuje průběh sedimentace při přetížení 8,5G a pokojové teplotě.



Obr. 6.1 Průběh sedimentace při 8,5G a pokojové teplotě (proložení přímkami)



Obr. 6.2 Průběh 1G sedimentace kapaliny MRF-122EG

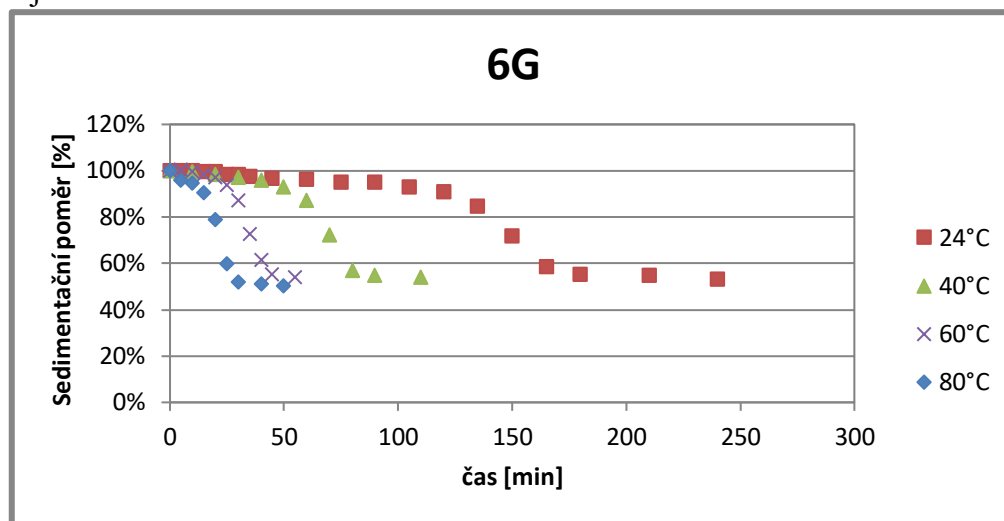
Na rozdíl od 1G sedimentace (obr. 6.2) není průběh sedimentace lineární. To je způsobeno přesunem částic dál od středu otáčení v centrifuze a tím i k aplikaci většího přetížení na tyto částice. Částice také sedimentují na jinou úroveň pro jiné přetížení (tzn. výška sedimentu je vyšší pro menší zrychlení). Je také zřejmé, že sedimentace úplně neustala u těchto měření, nýbrž i v poslední části průběhů sedimentace pozorujeme pozvolný pokles výšky sedimentu, dochází zde totiž k tzv. **kompresi sedimentu** [20]. U 1G sedimentace tato kapalina sedimentovala na úroveň 51 % (obr. 6.2). Výsledky akcelerované sedimentace (obr. 5.6) vykazují pokles pod tuto úroveň u zrychlení 12G a 8,5G, naopak u zrychlení 4 a 6G byla výška sedimentu u konce experimentu větší než 51 %. Vlivem působení větší odstředivé síly dochází tedy ke kompaktnějšímu prostorovému uspořádání částic. Otázkou zůstává, proč je výška

sedimentu u zrychlení 4G a 6G vyšší než u 1G sedimentace. Nejspíše se zde projevuje vliv geometrie nádoby. Vzorky akcelerované sedimentace jsou umístěny ve zkumavkách o vnitřním průměru 16,5 mm, kdežto vzorky 1G sedimentace byly umístěny do odměrných válců o vnitřní průměru 28,5 mm. Na základě vyhodnocení vlivu geometrie (kap. 6.2) je možné říct, že menší průměr zkumavky způsobil vyšší konečnou výšku sedimentu.

6.3.2 Akcelerovaná sedimentace za zvýšených teplot

Na grafu na obr. 5.7 vidíme průběh poklesu výšky sedimentu při teplotě 40 °C. Oproti pokojové teplotě (obr. 5.5) je sedimentační proces rychlejší. Průběh poklesu sedimentu je ovšem téměř zachován. Nejprve lineární pokles poté zlom a zrychlený průběh. Ke zlomu z první části dochází již při vyšších koncentracích okolo 93 %. Konečná výška sedimentu je podobná jako při nižší teplotě.

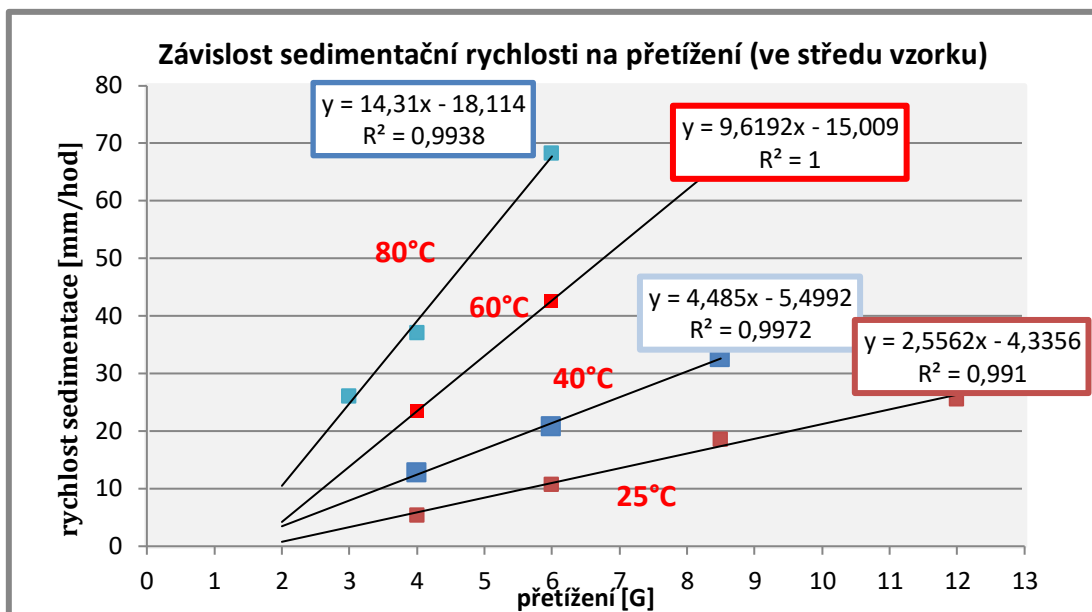
Srovnáme-li jednotlivé průběhy sedimentace pro každé zrychlení (jako příklad pro 6 G obr. 6.3) při různých teplotách, je patrný minimální vliv teploty na konečnou výšku sedimentu. Jediný výrazný rozdíl je u teploty 80°C. Otázkou je, zda je tento rozdíl způsoben opravdu zvýšením teploty a ne nepřesnostmi při experimentu a dalšími jevy např. teplotní roztažností. Vzorek se při měření výrazně ochladí a poté opět rozehřeje.



Obr. 6.3 Sedimentace za přetížení 6G pro různé teploty

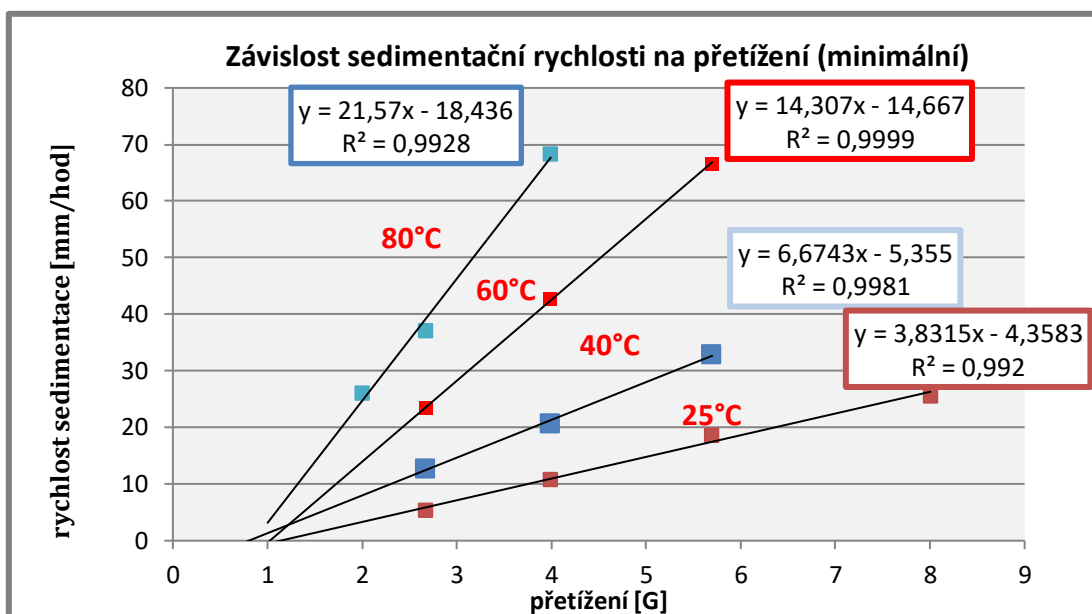
6.4 Tvorba empirického vztahu

Na základě informací z rešerše [30] je určena závislost mezi sedimentační rychlostí a aplikovaným přetížením. Sedimentační rychlost u akcelerované sedimentace není v průběhu sedimentačního procesu konstantní (srovnej obr. 6.1 a 6.2), byla tedy stanovena průměrná sedimentační rychlost, jako podíl celkové dráhy, kterou urazí rozhraní kapalina-sediment a času. Takto určené rychlosti (pro různé teploty) v závislosti na přetížení ve středu vzorku jsou znázorněny v grafu na obr. 6.4.



Obr. 6.4 Sedimentační rychlosti pro různé teploty a přetížení (ve středu vzorku)

Rychlosti pro jednotlivé teploty vykazují lineární závislost na přetížení. Lineární trendy proložené těmito body protínají osu x v hodnotách přetížení větších než 1 G. To může znamenat, že průběh sedimentační rychlosti je zalomený a tyto křivky (obr. 6.4) mají místo zlomu někde okolo 1 G. Pokud místo přetížení ve středu vzorku vyneseme na osu x přetížení u hladiny kapaliny (počáteční nebo také minimální zrychlení) dostaneme graf na obr. 6.5.



Obr. 6.5 Sedimentační rychlosti pro různé teploty a přetížení (minimální)

Lineární spojnice trendů se v tomto grafu již pohybují pro přetížení 1 G blíže ke kladným hodnotám sedimentační rychlosti. Rychlost sedimentace při 1 G je z dlouhodobého testu určena poměrně přesně a její hodnota je **0,0136 mm.hod⁻¹**. Jelikož je

tato hodnota velice blízká nule, nelze ji přesně stanovit na základě provedených akcelerovaných testů. I malá změna naměřené rychlosti při určitém zrychlení se velmi výrazně projeví na směrnici sklonu lineární spojnice trendu, a tím i na předpokládané rychlosti pro přetížení 1G. Dále zůstává otázkou jaké je chování sedimentační rychlosti MR kapaliny v oblasti přetížení 1-2 G. Zde se bude nejspíše nacházet zlom v závislosti rychlosti na zrychlení, jak ho předvídá D. Lerche [30] pro jeden z typů kapalin.

Závislost sedimentační rychlosti na přetížení je tedy v oblasti nad 1G lineární viz rovnice:

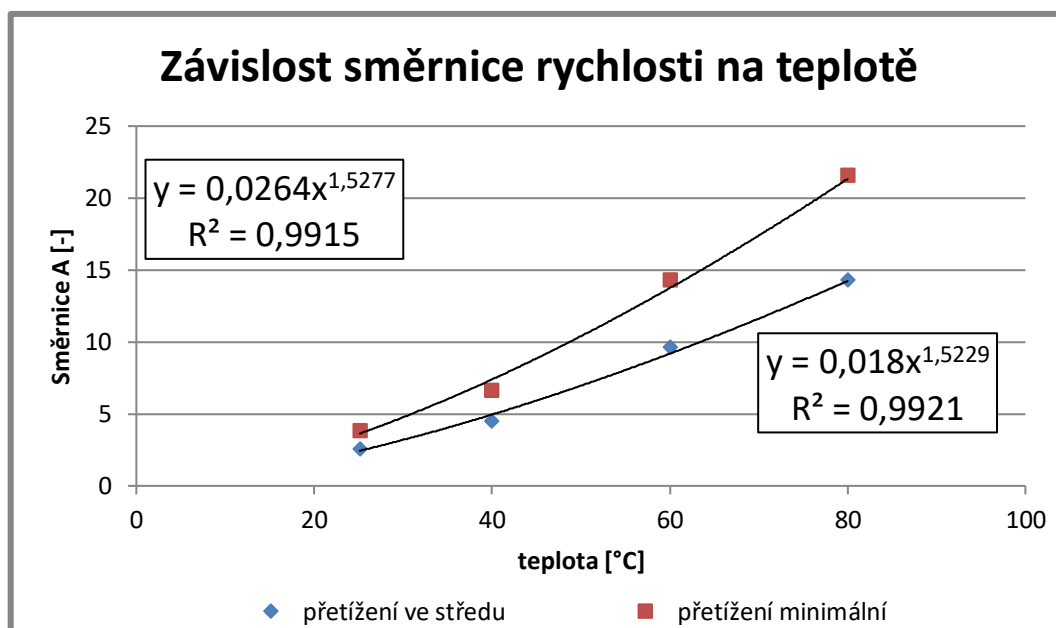
$$v_c = A \cdot x + B \quad (23)$$

kde:

v_c [mm/hod] -sedimentační rychlost
 x [-] -přetížení
 A, B -konstanty

Fyzikální rozměr konstanty A je tedy taky rychlost (mm/hod). Konstanta B musí mít stejný rozměr jako sedimentační rychlost (mm/hod).

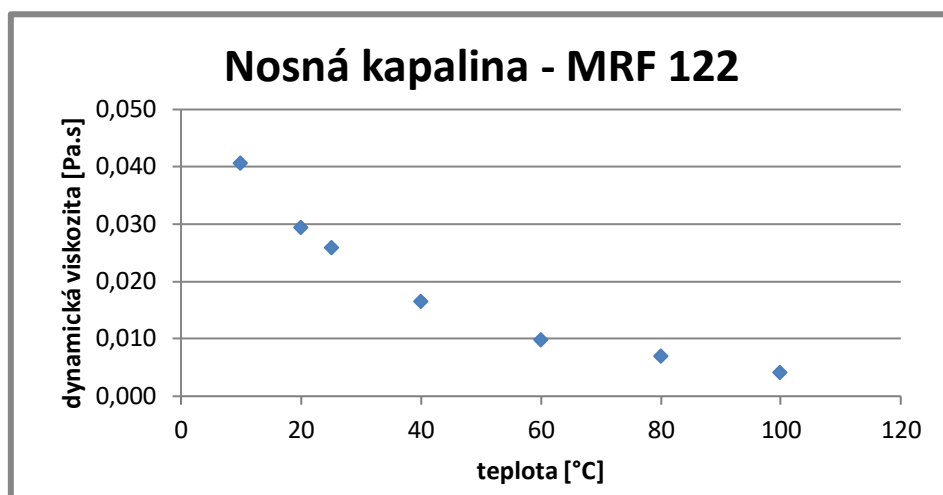
Nyní se věnujme určení závislosti koeficientů výše uvedené rovnice na teplotě. Z grafů na obr. 6.4 a 6.5 můžeme vysledovat závislost směrnic A závislosti sed. rychlosti na teplotě (obr. 6.6). Body jsou proloženy křivkami s mocninou závislostí. S vyšší teplotou se tedy hodnota směrnice zvyšuje.



Obr. 6.6 Závislost směrnic sklonu křivek na teplotě, pro přetížení určené ve středu a pro minimální přetížení

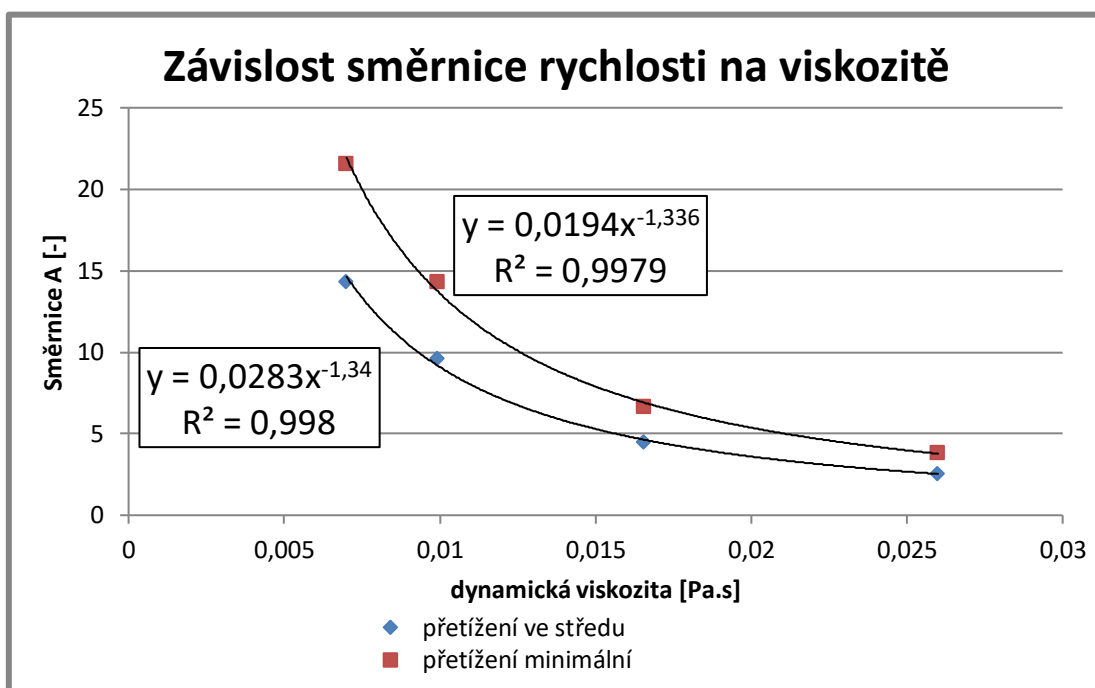
Podíváme-li se, jak vypadá graf viskozity nosné kapaliny MR kapaliny (obr. 6.7) na teplotě zjišťujeme pokles viskozity s rostoucí teplotou. Podle vztahu pro pádovou rychlost (kapitola 2.2.3 rovnice 11) je pádová rychlost částice nepřímě úměrná vis-

kozitě média. Rychlost by tedy měla narůstat s teplotou a to je přesně to co pozorujeme z experimentů.



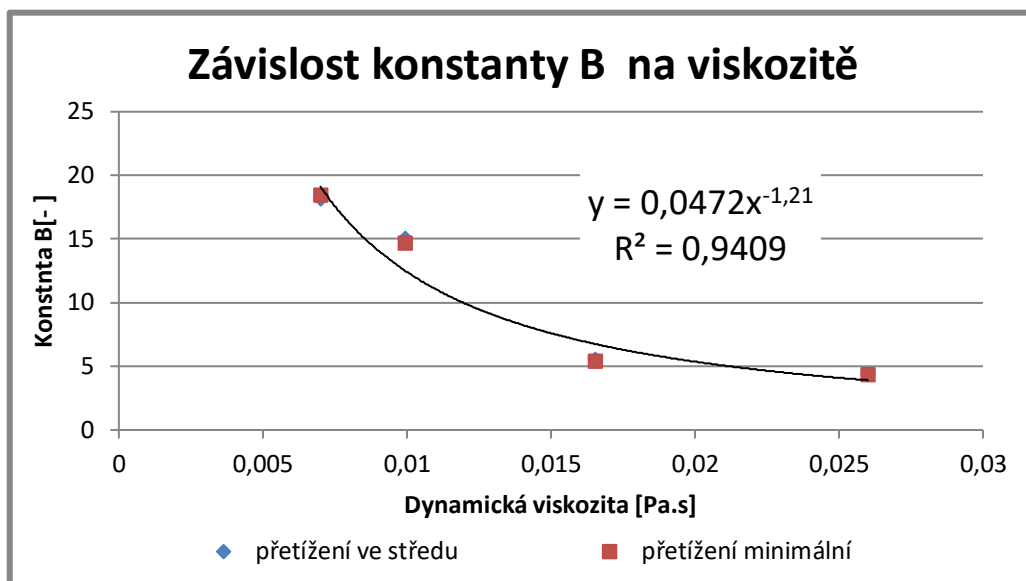
Obr. 6.7 Dynamická viskozita nosné kapaliny v závislosti na teplotě

Zobrazíme-li závislost směrnice A přímo na viskozitě nosné kapaliny, dostaneme graf na obr. 6.8. Měřená data jsou proložena mocninou závislosti s výbornou shodou. Díky znalosti těchto závislostí lze stanovit hodnotu směrnice rychlosti přímo na základě známé závislosti viskozity nosné kapaliny na teplotě. Je vidět, že exponent v uvedených závislostech je prakticky shodný, liší se pouze koeficient k .



Obr. 6.8 Závislost směrnice sklonu křivek na teplotě, pro přetížení určené ve středu a pro minimální přetížení

Dalším krokem je určení závislosti konstanty B na teplotě potažmo na viskozitě. Hodnoty konstant B pro jednotlivé teploty jsou takřka totožné, ať už je určíme z grafu 6.3-1 anebo z grafu 6.3-2.



Obr. 6.9 Závislost konstanty B na viskozitě

Pokud závislosti s grafů 6.8 a 6.9 vložíme do rovnice (23), dostaneme závislost sedimentační rychlosti na přetížení a viskozitě nosné kapaliny. Pro přetížení určené k hladině MR kapaliny (minimální) dostaneme:

$$v_c = (k_{A,min} \cdot \eta^{q_{A,min}}) \cdot x + k_B \cdot \eta^{q_B} \quad (24)$$

kde:

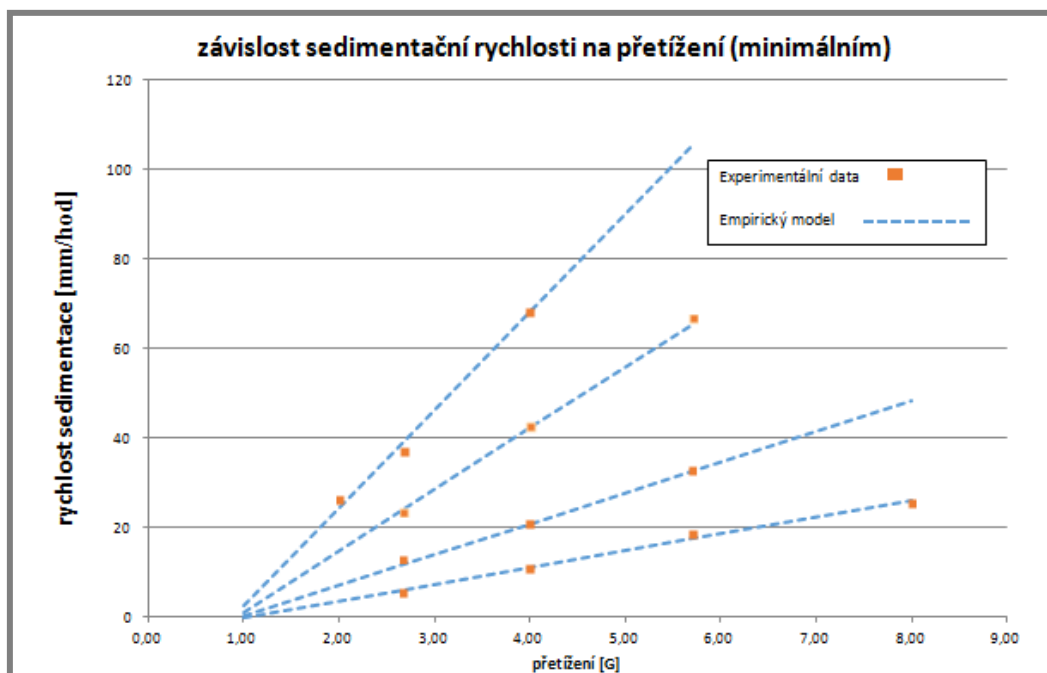
- $k_{A,min}$ -koeficient závislosti konstanty A na viskozitě
 $q_{A,min}$ -koeficient v exponentu závislosti konstanty A na viskozitě
 k_B -koeficient závislosti konstanty B na viskozitě
 q_B -koeficient v exponentu závislosti konstanty B na viskozitě

Hodnoty výše uvedených koeficientů jsou v tabulce 6.1.

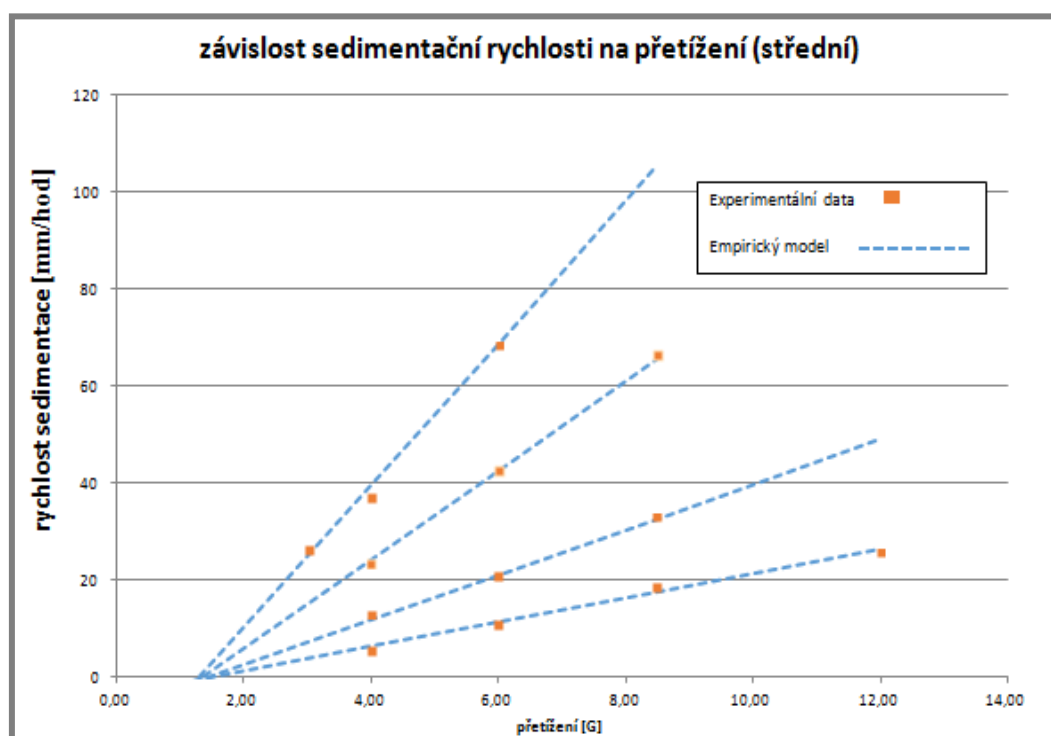
Tab. 6.1 Koeficienty závislosti rychlosti na viskozitě a přetížení

$k_{A,min}$	0,0283
$q_{A,min}$	-1,34
$k_{A,střed}$	0,0194
$q_{A,střed}$	-1,34
k_B	0,0472
q_B	-1,21

Takto určený empirický vztah prokládá experimentálně naměřená data s výbornou shodou (obr. 6.10 a obr. 6.11)



Obr. 6.10 Srovnání empirického modelu s experimentálními daty (model pro minimální přetížení)



Obr. 6.11 Srovnání empirického modelu s experimentálními daty (model pro přetížení ke středu vzorku)

Který z výše uvedených modelů více odpovídá realitě, zůstává otázkou. K jejímu zodpovězení by bylo potřeba znát chování MR kapaliny v oblasti 1-2 G. Navíc by bylo vhodné provést testy 1 G sedimentace za zvýšených teplot.

7 ZÁVĚR

Práce se věnuje studiu sedimentace MR kapalin, konkrétněji akcelerované sedimentaci MR kapalin. V práci jsou popsány testy akcelerované sedimentace (pomocí centrifugy) za pokojové teploty i za vyšších teplot (40, 60 a 80 °C). Pro vyhodnocení sedimentace je použita metoda měření magnetické indukce v závislosti na výšce vzorku. Je zde popsán kompletní návrh nového měřicího zařízení, které bylo v rámci této práce vytvořeno. Na základě provedených experimentů je vytvořen empirický vztah sledující závislost sedimentační rychlosti testované MR kapaliny na teplotě a přetížení. Testovanou kapalinou byla MRF-122EG.

Měřicí zařízení bylo nově navrženo a zkonstruováno se zahrnutím zkušeností z předchozí generace [5]. Zvláštní pozornost byla věnována návrhu magnetického obvodu. Byla vytvořena MKP analýza magnetického obvodu v programu ANSYS. Pomocí ní byl optimalizován tvar pólových nástavců magnetického obvodu, důsledkem čehož je nárůst senzitivity zařízení. Magnetický obvod byl vytvořen z Behanitu (ocel s nízkým obsahem uhlíku), což vedlo k snížení remanence v obvodu a snížení jejího vlivu na měření. Měření vykazují výbornou opakovatelnost.

Experimentální centrifuga používaná k akceleračním testům byla upravena pro testy za vyšších teplot. Úspěšně byly provedeny testy za zvýšených teplot (40 °C, 60 °C a 80 °C) i za pokojové teploty, takovéto testy akcelerované sedimentace MR kapalin nebyly ještě nikým publikovány.

Získané výsledky byly zpracovány a vyhodnoceny. Byl prokázán a zhodnocen vliv geometrie nádoby na sedimentaci. Z průběhů sedimentace byla určena rychlost sedimentace. Na základě experimentů byl vytvořen empirický vztah, který popisuje závislost sedimentační rychlosti na přetížení a teplotě. Navíc byla prokázána souvislost této sedimentační rychlosti na viskozitě testované MR kapaliny. Díky tomu, je nově možné určit sedimentační rychlost na základě pouhé znalosti závislosti viskozity nosné kapaliny na teplotě. Bohužel na základě naměřených dat není možné přesně určit sedimentační rychlost při zrychlení 1G (tedy rychlost statické sedimentace).

Nicméně podobné modely zahrnující vliv přetížení a teploty nebyly ještě nikým publikovány a tudíž se jedná o první kroky do nové oblasti výzkumu sedimentace MR kapalin. Výsledky diplomové práce byly použity k tvorbě odborného článku, který je výstupem této diplomové práce (viz příloha 2)

7.1 Splnění cílů diplomové práce

7.1.1 Hlavní cíl diplomové práce

Hlavní cíl diplomové práce bylo stanovit empirický vztah pro převod akcelerované sedimentace na sedimentaci statickou. V práci byl popsán experiment akceleračních zkoušek, na jehož základě byl takovýto empirický vztah sestaven. Vliv geometrie nádoby byl popsán ve zvláštním experimentu. Hlavní cíl byl tedy **splněn v celém svém rozsahu**. Nad rámec zadání byla určena závislost sedimentační rychlosti přímo na viskozitě nosné kapaliny. Nyní je tedy možné pro MR kapalinu o známé viskozitě určit sedimentační rychlost při **libovolném zrychlení a teplotě**. Přesné určení sedimentační rychlosti při 1 G není na základě tohoto vztahu možné, jelikož chování závislosti sedimentační rychlosti na přetížení okolo 1 G není známé.

7.1.2 Vedlejší cíle

Bylo vytvořeno nové **měřicí zařízení** se zvýšenou senzitivitou na výskyt železných částic. Zařízení umožňuje měřit širokou škálu vzorků. Opakovatelnost měření je na vysoké úrovni. Experimentální centrifuga byla upravena pro testy za zvýšené teploty. Úspěšně byly provedeny testy při 40, 60 a 80 °C. Rovněž vedlejší cíle práce byly splněny v celém svém rozsahu.

7.2 Další pokračování práce

Budoucí práce navazující na tuto by se měly v první řadě zaměřit na testování dalších komerčních kapalin a tím určit, zda je empirický vztah vytvořený v této práci obecně platný pro další kapaliny. Dále by měly být kapaliny otestovány při zrychleních 1-2 G. Závislost sedimentační rychlosti na přetížení v této oblasti vykazuje změnu chování. Popsání této změny by mohlo vést k přesnějšímu určení 1 G sedimentační rychlosti na základě akcelerovaných zkoušek. V neposlední řadě je žádoucí provést testy 1 G sedimentace za zvýšené teploty (v pecích), a tím ověřit empirický vztah z této práce. Co se týče měřicího zařízení, podrobnější průzkum použití stínících kroužků by mohl přispět k dalšímu zvýšení senzitivity zařízení. V rámci vyhodnocení sedimentace by bylo dobré zaměřit se na vyhodnocení různých koncentrací částic v kapalině a dát výsledky do souvislosti s některým z matematických modelů. Taktéž je vyhodnocení změny koncentrace důležité při určení míry sedimentace, kdy je kapalina stále schopná plnit požadovanou funkci.

8 SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

MR		-magnetoreologický
VAIMS		- (vertical axis inductance measurement system) zařízení pro měření inductance při pohybu okolo vertikální osy vzorku
ČSN		- česká státní norma
f	[Hz]	- rezonanční frekvence
φ	[-]	- objemová koncentrace (objemový zlomek)
Φ	[-]	- lokální objemová koncentrace pevných částic
z	[m]	- vzdálenost ode dna
t	[s]	- čas
n	[-]	- parametr rovnice Richardson-Zaki
u_{∞}	[m.s ⁻¹]	- rychlost pádu jednotlivé částice v kapalině
v_o	[m.s ⁻¹]	- rychlost pádu brzděné sedimentace
v	[m.s ⁻¹]	- rychlost pádu jednotlivé částice v kapalině
C	[-]	-objemová koncentrace částic
d	[m]	- průměr částice
D	[m]	- průměr nádoby
Ar	[-]	- Archimédovo číslo
μ	[Pa.s]	- dynamická viskozita kapaliny
ρ_s	[kg.m ⁻³]	- hustota pevné částice
ρ_f	[kg.m ⁻³]	- hustota kapaliny
c	[-]	- koncentrace suspenze
g	[m.s ⁻²]	- gravitační zrychlení
B	[T]	- magnetická indukce

9 SEZNAM GRAFŮ A OBRÁZKŮ

Obr. 2.1 Intenzita rentgenového záření a odpovídající hustota po 1, 2,3 a 4 týdnech a) MRF-LM5 b) MRF-132DG od společnosti LORD [6]	14
Obr. 2.2 Princip funkce analytické centrifugy LUMiSizer [7]	15
Obr. 2.3 Transmittanční profily z přístroje LUMiSizer, analýza lignitových částic ve vodě [7]	15
Obr. 2.4 Měření sedimentace přístrojem Turbiscan a) vzorky bez nanočástic, b) vzorky s přidanými nanočásticemi	16
Obr. 2.5 Graf závislosti změny rychlosti zvuku na čase sedimentace vzorky s označením B byly testovány v magnetickém poli (aktivovaném stavu)[9]	16
Obr. 2.6 Měřicí aparatura podle Gorodkina[10]	17
Obr. 2.7 Porovnání měření indukčnosti klasickým	18
Obr. 2.8 Automatizované měřicí zařízení podle Iglesias [12]	18
Obr. 2.9 Měření závislosti objemové koncentrace na výšce vzorku podle Iglesias[12]	19
Obr. 2.10 Měřicí aparatura a měřicí řetězec podle Ngatu a Wereleye [14]	20
Obr. 2.11 Graf vzdálenosti rozhraní od hladiny na čase	20
Obr. 2.12 Měřicí zařízení pro měření sedimentace VAIMS[15]	21
Obr. 2.13 Princip měření magnetické indukce v magnetickém obvodu[5]	21
Obr. 2.14 Test sedimentace a závislost výšky rozhraní (mudline) na čase [20]	22
Obr. 2.15 Graf závislosti funkce hustoty toku na objemové koncentraci	25
Obr. 2.16 Sedimentační mód MS-3 [22]	25
Obr. 2.17 Sedimentační konstanta S v závislosti na střední velikosti částic:	27
Obr. 2.18 Obálkové buňky podle Smithe [29]	29
Obr. 2.19 Srovnání modelu podle Smithe a modelu Richardson- Zaki [29]	30
Obr. 2.20 Vztah mezi centrifugační silou a rychlostí sedimentace [30]	31
Obr. 4.1 Princip metody měření sedimentace	33
Obr. 4.2 Závislost měřené magnetické indukce na obsahu Fe částic v MR kapalině	33
Obr. 4.3 Naměřený signál magnetické indukce, vzorek MR kapaliny (dole)	34
Obr. 4.4 Měřicí stand - 3D model	35
Obr. 4.5 Magnetický obvod s uchycením: model (vlevo), fotografie (vpravo)	36
Obr. 4.6 Štěrbina pro umístění sondy	36
Obr. 4.7 Vedení vzorků - odměrné válce (vlevo), pro zkumavku (vpravo)	37
Obr. 4.8 Podstava pro ustavení spodní části vzorku	38
Obr. 4.9 Elektroinstalační krabička (vlevo), rozmístění elektroniky v krabičce (vpravo)	38
Obr. 4.10 Zapojení elektroniky standu	39
Obr. 4.11 Schéma zapojení pohonu výtahu	39
Obr. 4.12 Pohon výtahu	40
Obr. 4.13 Laserový měřič vzdálenosti	41
Obr. 4.14 Rameno obvodu referenční tvar	41
Obr. 4.15 Přejížděcí oblast měření, vzorek MR kapaliny (dole)	42
Obr. 4.16 Model magnetického obvodu v prostředí MKP analýzy (vlevo), pohled shora	43
Obr. 4.17 MKP analýza pólových nastavců - referenční pólové nastavec	43
Obr. 4.18 MKP simulace pólových nastavců - 3 x 15 mm bez kroužků	46
Obr. 4.19 MKP simulace pólových nastavců - 3 x 15 mm s kroužky	46

Obr. 4.20 MKP analýza varianta nástavce - 3 x 5 mm s kroužky	47
Obr. 4.21 Vyrobené varianty pólových nástavců	47
Obr. 4.22 Pólové nástavce 3x15 mm: výkres (vlevo), vyrobené nástavce (vpravo) .	48
Obr. 4.23 Srovnání šířky přechodové oblasti - původní pól. nástavce (15x15 mm) a nové pól. nástavce (3x15mm zúžené)	49
Obr. 4.24 Měřicí řetězec	50
Obr. 4.25 Experimentální centrifuga se snímačem otáček [5]	51
Obr. 4.26 Distanční vložka pro centrifugaci zkumavek - perforovaná	51
Obr. 4.27 Schéma centrifugy s rozměry ke středu otáčení	52
Obr. 4.28 Návrh konstrukce tepelné komory s externí vyhřívací komorou	52
Obr. 4.29 Návrh konstrukce tepelné komory s vyhříváním.....	53
Obr. 4.30 Návrh konstrukce tepelné komory s horkovzdušnou pistolí,.....	53
Obr. 4.31 Úprava naměřených dat - filtrace a odečtení offsetu.....	57
Obr. 4.32 Porovnání dat z akcelerované sedimentace po 0ti a 60ti minutách před korekcí plochy (nahore) po korekci (dole)	57
Obr. 4.33 Vyhodnocení sedimentačních profilů	58
Obr. 4.34 Průběh akcelerované sedimentace (vlevo), odpovídající vzorky (vpravo)	59
Obr. 4.35 Měření opakovatelnosti.....	59
Obr. 4.36 Zvětšený výřez dat z grafu na obr. 4.34	60
Obr. 4.37 B-I křivka obvodu: s 15 mm nástavci (nahore), s 3 mm nástavci (dole) .	61
Obr. 5.1 Měřicí zařízení: celkový pohled(vlevo), vpravo nahore pohon výtahu (vpravo nahore),	63
Obr. 5.2 Zvětšení měřené oblasti díky použití nových pólových nástavců	63
Obr. 5.3 Vliv geometrie nádoby na průběh sedimentace, přetížení 12G	64
Obr. 5.4 Sedimentační profily akcelerované sedimentace při 8,5G a teplotě 25°C ..	65
Obr. 5.5 Průběh sedimentace při přetížení 12G porovnání 2 identických vzorků a jejich průměru.....	65
Obr. 5.6 Průběh sedimentace za pokojové teploty	66
Obr. 5.7 Sedimentační profily akcelerované sedimentace při 8,5G a teplotě 40°C ..	67
Obr. 5.8 Průběh akcelerované sedimentace při teplotě 40°C	67
Obr. 5.9 Sedimentační profily akcelerované sedimentace při 8,5G a teplotě 60°C ..	68
Obr. 5.10 Průběh akcelerované sedimentace při teplotě 60°C	68
Obr. 5.11 Průběh akcelerované sedimentace při teplotě 80°C	69
Obr. 6.1 Průběh sedimentace při 8,5G a pokojové teplotě (proložení přímkami)	71
Obr. 6.2 Průběh 1G sedimentace kapaliny MRF-122EG	71
Obr. 6.3 Sedimentace za přetížení 6G pro různé teploty	72
Obr. 6.4 Sedimentační rychlosti pro různé teploty a přetížení (ve středu vzorku) ...	73
Obr. 6.5 Sedimentační rychlosti pro různé teploty a přetížení (minimální)	73
Obr. 6.6 Závislost směrnice sklonu křivek na teplotě, pro přetížení určené	74
Obr. 6.7 Dynamická viskozita nosné kapaliny v závislosti na teplotě.....	75
Obr. 6.8 Závislost směrnice sklonu křivek na teplotě, pro přetížení určené	75
Obr. 6.9 Závislost konstanty B na viskozitě	76
Obr. 6.10 Srovnání empirického modelu s experimentálními daty (model pro minimální přetížení)	77
Obr. 6.11 Srovnání empirického modelu s experimentálními daty	77

10 SEZNAM TABULEK**10**

Tab. 4.1 Výsledky MKP analýzy pólových nástavců	44
Tab. 4.2 Srovnání experimentu se simulací (zvýrazněna finální varianta).....	48
Tab. 4.3 Parametry kapaliny MRF 122EG [31]	54
Tab. 4.4 Magnetická remanence - naměřené hodnoty	61
Tab. 4.5 Rozměry zkumavek pro testování vlivu geometrie nádoby	62
Tab. 6.1 Koeficienty závislosti rychlosti na viskozitě a přetížení	76

11 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] ASHTIANI, M., S. H. HASHEMABADI a A. GHAFFARI. A review on the magnetorheological fluid preparation and stabilization. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* [online]. 2015, roč. 374, s. 711–715. ISSN 03048853. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmmm.2014.09.020
- [2] BICA, Ioan, Ying Dan LIU a Hyoung Jin CHOI. Physical characteristics of magnetorheological suspensions and their applications. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* [online]. 2013, roč. 19, č. 2, s. 394–406. ISSN 1226086X. Dostupné z: doi:10.1016/j.jiec.2012.10.008
- [3] DING, Yang, Lu ZHANG, Hai-Tao ZHU a Zhong-Xian LI. A new magnetorheological damper for seismic control. *Smart Materials and Structures* [online]. 2013, roč. 22, č. 11, s. 115003. ISSN 0964-1726. Dostupné z: doi:10.1088/0964-1726/22/11/115003
- [4] LÓPEZ-LÓPEZ, M. T., A. ZUGALDÍA, F. GONZÁLEZ-CABALLERO a J. D. G. DURÁN. Sedimentation and redispersion phenomena in iron-based magnetorheological fluids. *Journal of Rheology* [online]. 2006, roč. 50, č. 4, s. 543. ISSN 01486055. Dostupné z: doi:10.1122/1.2206716
- [5] BERKA, Pavel. *Sedimentace MR kapaliny při startu nového vesmírného nosiče*. B.m., 2015. VUT Brno.
- [6] LITA, Marin, Adelina HAN a Daniela SUSAN-RESIGA. Characterization of sedimentation and high magnetic field flow behavior of some magnetorheological fluids. *Journal of Physics: Conference Series* [online]. 2009, roč. 149, s. 012071. ISSN 1742-6596. Dostupné z: doi:10.1088/1742-6596/149/1/012071
- [7] DOSKOČIL, L. *Využití analytické odstředivky pro přípravu a studium suspenzí* [online]. [vid. 4. leden 2016]. Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/>
- [8] SONG, Kang Hyun, Bong Jun PARK a Hyoung Jin CHOI. Effect of magnetic nanoparticle additive on characteristics of magnetorheological fluid. *IEEE Transactions on Magnetics* [online]. 2009, roč. 45, č. 10, s. 4045–4048. ISSN 00189464. Dostupné z: doi:10.1109/TMAG.2009.2025390
- [9] RODRÍGUEZ-LÓPEZ, J, L ELVIRA a F Montero De ESPINOSA. Magnetorheological fluid characterization using ultrasound measurements. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* [online]. 2012, roč. 42, s. 012032. ISSN 1757-8981. Dostupné z: doi:10.1088/1757-8981/42/1/012032
- [10] GORODKIN, S. R., W. I. KORDONSKI, E. V. MEDVEDEVA, Z. a. NOVIKOVA, a. B. SHOREY a S. D. JACOBS. A method and device for measurement of a sedimentation constant of magnetorheological fluids. *Review of Scientific Instruments* [online]. 2000, roč. 71, č. 6, s. 2476. ISSN 00346748. Dostupné z: doi:10.1063/1.1150638
- [11] CHEN, L. S. a D. Y. CHEN. Permalloy inductor based instrument that measures the sedimentation constant of magnetorheological fluids. *Review of Scientific Instruments* [online]. 2003, roč. 74, č. 7, s. 3566–3568. ISSN 00346748. Dostupné z: doi:10.1063/1.1581356
- [12] IGLESIAS, G. R., M. T. LÓPEZ-LÓPEZ, A. V. DELGADO a J. D G DURÁN. Description and performance of a fully automatic device for the

- study of the sedimentation of magnetic suspensions. *Review of Scientific Instruments* [online]. 2011, roč. 82, č. 7, s. 2–8. ISSN 00346748. Dostupné z: doi:10.1063/1.3609228
- [13] RUIZ-MORON, L. F., J. Insa MONESMA, J. D G DURAN a A. V. DELGADO. An experimental method for the measurement of the stability of concentrated magnetic fluids. *Journal of Colloid and Interface Science* [online]. 2007, roč. 311, č. 2, s. 475–480. ISSN 00219797. Dostupné z: doi:10.1016/j.jcis.2007.03.063
- [14] NGATU, Grum T. a Norman M. WERELEY. Viscometric and sedimentation characterization of bidisperse magnetorheological fluids. *IEEE Transactions on Magnetics* [online]. 2007, roč. 43, č. 6, s. 2474–2476. ISSN 00189464. Dostupné z: doi:10.1109/TMAG.2007.893867
- [15] 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. nedatováno.
- [16] XIE, Lei, Young-tai CHOI, Chang-rong LIAO a Norman M WERELEY. Long term stability of magnetorheological fluids using high viscosity linear polysiloxane carrier fluids. nedatováno.
- [17] CONCHA, F. a R. BÜRGER. A century of research in sedimentation and thickening. *KONA Powder and Particle Journal* [online]. 2002, roč. 20, č. 20, s. 38–70. Dostupné z: <http://jlc.jst.go.jp/DN/JST.JSTAGE/kona/2002009?from=Google>
- [18] STEINOUR, Harold H. Rate of sedimentation. Concentrated flocculated suspensions of powders. *Industrial & Engineering Chemistry* [online]. 1944, roč. 36, č. 10, s. 901–907. Dostupné z: <http://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ie50418a007>
- [19] KYNCH, G. J. A theory of sedimentation. *Transactions of the Faraday Society* [online]. 1952, roč. 48, s. 166. ISSN 0014-7672. Dostupné z: doi:10.1039/tf9524800166
- [20] KING, R.P. *Introduction to Practical Fluid Flow*. 1. vyd. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2002. ISBN 978-0-7506-4885-1.
- [21] RAMIN, Elham, Dorottya S. W?GNER, Lars YDE, Philip J. BINNING, Michael R. RASMUSSEN, Peter Steen MIKKELSEN a Benedek Gy PL??SZ. A new settling velocity model to describe secondary sedimentation. *Water Research* [online]. 2014, roč. 66, s. 447–458. ISSN 18792448. Dostupné z: doi:10.1016/j.watres.2014.08.034
- [22] BÜRGER, R. a E. M. TORY. On upper rarefaction waves in batch settling. *Powder Technology* [online]. 2000, roč. 108, č. 1, s. 74–87. ISSN 00325910. Dostupné z: doi:10.1016/S0032-5910(99)00257-0
- [23] BERRES, Stefan, Raimund BÜRGER a Elmer M. TORY. Applications of polydisperse sedimentation models. *Chemical Engineering Journal* [online]. 2005, roč. 111, č. 2-3, s. 105–117. ISSN 13858947. Dostupné z: doi:10.1016/j.cej.2005.02.006
- [24] BURGER, R. Phenomenological foundation and mathematical theory of sedimentation-consolidation processes. *Chemical engineering journal* [online]. 2000, roč. 80, č. 1-3, s. 177–188. ISSN 13858947. Dostupné z: doi:10.1016/S1383-5866(00)00089-7
- [25] BURGER, Raimund a Antonio GARCIA. Centrifugal settling of polydisperse

- suspensions with a continuous particle size distribution: A generalized kinetic description. *Drying Technology* [online]. 2008, roč. 26, č. 8, s. 1024–1034. ISSN 0737-3937. Dostupné z: doi:10.1080/07373930802177917
- [26] CHHABRA, R.P. a J.F. RICHARDSON. *Non-Newtonian flow and applied rheology: engineering applications*. 2. vyd. Oxford: Burlington: Butterworth-Heinemann, 2008. ISBN 978-0-7506-8532-0.
- [27] RICHARDSON, J.F. a W.N. ZAKI. Sedimentation and fluidisation: Part I. *Chemical Engineering Research and Design* [online]. 1997, roč. 75, č. 3, s. S82–S100. ISSN 02638762. Dostupné z: doi:10.1016/S0263-8762(97)80006-8
- [28] BALDOCK, T. E., M. R. TOMKINS, P. NIELSEN a M. G. HUGHES. Settling velocity of sediments at high concentrations. *Coastal Engineering* [online]. 2004, roč. 51, č. 1, s. 91–100. ISSN 03783839. Dostupné z: doi:10.1016/j.coastaleng.2003.12.004
- [29] SMITH, Terence N. A model of settling velocity. *Chemical Engineering Science* [online]. 1998, roč. 53, č. 2, s. 315–323. ISSN 00092509. Dostupné z: doi:10.1016/S0009-2509(97)00285-6
- [30] LERCHE, D a T SOBISCH. Direct and Accelerated Characterization of Formulation Stability Direct and Accelerated Characterization of Formulation Stability [online]. 2017, roč. 2691, č. March. Dostupné z: doi:10.1080/01932691.2011.616365
- [31] LORD CORPORATION. *LORD TECHNICAL DATA: MRF-122EG Magneto-Rheological Fluid* [online]. 2011. Dostupné z: www.lord.com
- [32] VANČUROVÁ, M. *Studium sedimentace MT kapalin pro kosmické aplikace*. B.m., 2016. BUT Brno, Faculty of Mechanical engineering.

PŘÍLOHY

Příloha 1 - Kód pro zpracování měřených dat

```
clear all;
close all;
clc;

load MRF_122_etalon2.mat;           %načtení exportovaného souboru z De-
wesoftu

filename = 'mrf_122_226rpm_vz89.mat';
if exist(filename,'file')
    load (filename);               %načtení souboru s uloženými upravenými daty
    size_output = length(output)+1;
else
    size_output=1;                 %pořadí naměřeného souboru
end

% úprava načtených proměnných

clear Data1_time_poloha;
clear Data1_time_proud;
T = Data1_time_indukce;
clear Data1_time_indukce;
indukce = Data1_indukce;
poloha = Data1_poloha;
proud = Data1_proud;
clear Data1_indukce;
clear Data1_poloha;
clear Data1_proud;

% vzdálenost hladiny od rysky 90 ml: MRF-122EG=18mm;m

hladina = (18.5)+1.5;
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];        % vytvoření matice s polohou a indukcí
matice = sortrows(matice);        % vzestupné seřazení prvků matice dle prvního sloup-
ce (poloha)

% FILTR
```

```

windowSize = 300;
matice(:,3) = filter(ones(1,windowSize)/windowSize,1,matice(1:end,2));

%vykreslení čar začátku hladiny a konce odměrného válce
start=[0 12; 0 12];
konec=[68 12; 68 12];

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

% odečtení offsetu od naměřených dat
Filtr_indukce(1:end,2) = (Filtr_indukce(1:end,2) - min(Filtr_indukce(1:end,2)));

figure
hold on;
plot (matice(1:end,1),matice(1:end,2), 'k','LineStyle','none','Marker','!','MarkerSize',4);
plot (matice(151:(end-
windowSi-
ze/2),1),matice((150+windowSize/2+1):end,3),'r','LineStyle','none','Marker','!','Marke
rSize',4.5);
plot(start(1:2,1),start(1:2,2));
plot(konec(1:2,1),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 = 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;

%úprava Start a Konce pro vykreslení bez offsetu
start=[0 0; 0 5];
konec=[68 0; 68 5];

```

```
col=['r','b','g','k','m','c','r','b','g','k','b','r','m','r','b','g','k','c','g','k','m'];

% vykreslení všech křivek
figure
hold on;
for k=1:size(output)
    plot
    put(k,1).filtr(1:end,1),output(k,1).filtr(1:end,2),col(k),'LineStyle','none','Marker','.', 'M
    arkerSize',4);
end
%le-
gend('etalon','5min','10min','15min','20min','25min','30min','60min','90min','120min','
150min','Location','northwest')
plot(start(1:2,1),start(1:2,2));
plot(konec(1:2,1),konec(1:2,2));
plot([0 70],[0.71,0.71])
hold off;

save(filename, 'output');

% clear all;
```

Příloha 2 - Odborný článek

Novel method for measurement of MR fluid sedimentation and its experimental verification

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

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 a novel method of sedimentation measurement. This method is based on measurement of the magnetic flux density change when the sample of magnetorheological fluid (MRF) is passed through the air gap of the magnetic circuit. The settled MRF has a higher density, which is caused by higher content of the iron particles. Therefore this area with settled MRF show the higher magnetic conductivity than the area with smaller amount of iron particles. The methodology of data analysis and evaluation is described here, together with example measurement. Measured data show exact course during long-term sedimentation test. The method can detect the area with the tightest particle configuration. This novel method can solve the problem with unclear boundary between carrier fluid and sediment (mudline) occurring at accelerated sedimentation.

1 Introduction

Magnetorheological fluids (MRF) are a class of smart materials. Their initial discovery is credited to Jacob Rabinow in 1948 [1]. MR fluids mainly consist of three basic compounds: micron-sized iron particles, carrier oil and additives. Immediately upon the application of external magnetic field, the MR fluid can change its state from fluid to semi-solid or plastic state, in which the MR fluid shows viscoplastic behavior, characterized by the initial stress (yield stress), varying based on the extent of the applied magnetic field [2–6]. The main concern in the design of MRF is their sedimentation stability. MRFs consist of a suspension of micron-sized iron particles having high density ($\rho \approx 7.8 \text{ g/cm}^3$) in carrier fluid ($\rho \approx 0.75\text{--}0.95 \text{ g/cm}^3$) with low density. Thus the difference between densities of both components causes the sedimentation instability. Caterino [7] describes the options for enhancing the sedimentation stability, for example: using of smaller iron particles, adding surfactants or colloidal stabilizer to the suspension, higher viscosity of carrier fluid, particle coating, etc. Enhanced sedimentation properties related to iron particles shape were examined in the work of Shah [8] who used plate-like iron particles. Wang and col. [9] revealed the effects of temperature on material properties of MR fluid components. They examined magnetic properties of iron particles under high temperature conditions, shear viscosity of the carrier fluid and the thermal expansion coefficient.

The sedimentation stability can be evaluated from sedimentation profiles. Several methods for monitoring of MRF sedimentation were developed. The sedimentation rate or stability is very often evaluated on the base of simple visual observation of samples [10–15,8,16]. However, this method offers no information about sediment in opaque part of MRF. This method

cannot be used for the sedimentation measurements when centrifuge is used. There is no clear boundary between the sediment and the separated carrier fluid (see Figure 1). Except for visual observation, there are devices for measurement of sedimentation velocity or constant, e.g. tensiometer Krüss K100 [17,18], which immerses a special probe into the fluid at given depth under the surface. The probe is connected to the very accurate load gauge, which measures a particle weight settling onto the probe. This device can measure very accurate a sedimentation velocity in stable position but not a density or particle distribution (sedimentation profile) in the whole column of tested sample. Gorodkin [19] measures also the sedimentation velocity, but he uses a magnetic conductivity of dispersed iron particles in MRF. He determines the sedimentation constant from the change of solenoid inductance, which reacts to the change of MRF density caused by a settling. The sedimentation constant S is a ratio of a sedimentation velocity u to the acceleration of gravity g . The question is, if AC magnetic field around solenoid does not affect the process of sedimentation of iron particles. Chen modified Gorodkin's device for finer sensitivity of measurement with the aim of external magnetic circuit made of permalloy [20]. Thanks to this, the device can measure much smaller movement of the iron particles and it can eliminate the centrifuge impact on the results. Both describing devices has stationary measuring part and cannot measure the course of sediment density in the whole sample column. Therefore it is impossible to recognize a right mode of the sedimentation as is described by Kynch theory [21].

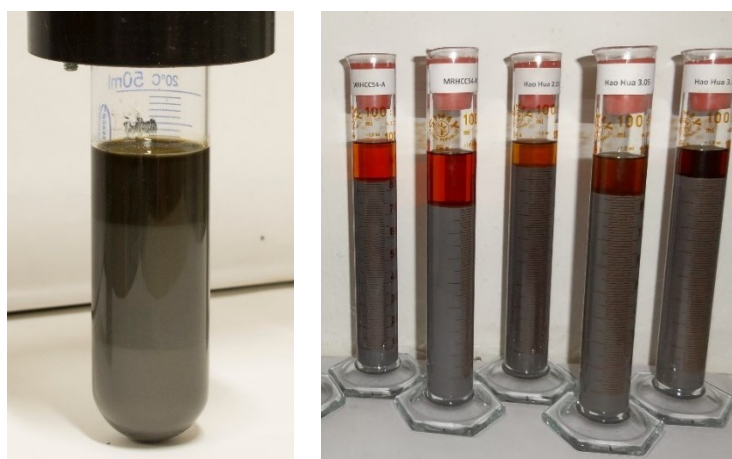


Figure 1(a) MR fluid MRHCCS4-B after 30 min at 40G – no clear boundary between sediment and carrier fluid, carrier fluid is contaminated with Fe-particles; (b) samples of MR fluids after 7,500 hours – clear boundary between sediment and carrier fluid, carrier fluid is clean

Iglesias et al. [22,23] adapted Gorodkin's device that the whole tube with sample of MR fluid can be scanned by the measuring coil and the sedimentation profile is obtained. The volume fraction of iron particles is evaluated from the inductance L of a thin coil surrounding the test tube with sample. Iglesias, contrary to Gorodkin, determines the inductance L from a resonant frequency of LC circuit. Iglesias did not measure a whole sedimentation profile but he started 10 mm below the surface and finished 10 mm above the bottom of the test tube with sample. Therefore the exact and complete profile of sedimentation is not visible. The question is whether the measurement malfunctions of the method around the bottom and surface are so high and uncorrectable, that the results would be misleading. The main and the most important changes arise just around the bottom and the surface. However, the Iglesias's results can be in some cases debatable, for example at MRF with 25 % volume fraction of iron particles [22]. The concentration of MRF is the highest in the middle of the test tube contrary to the bottom and surface area, where the sediment volume fraction is no-

ticeably lower (page 5 in [22]). Moreover, the sedimentation profile is not changing for all time of the test. But it can be expected that the MRF was mixed at the start of measurement and therefore the concentration should be the same in the whole column of the test tube. Similar device with solenoid sensor called VAIMS (vertical axis inductance monitoring system) was presented by Choi [28]. Kordonski [24] followed the Gorodkin's work [19] and designed two different types of sensors measuring MRF concentration on the base of inductance measurement (flow-type concentration sensor) or permeability measurement (flash-mount concentration sensor). These sensors are primarily fit for measurement of concentration in magnetorheological finishing technology for high precision optics. Flow-type sensor measures concentration of MRF flowing in pipes or channels. The method uses primary and secondary coil, which are sharing the same magnetic core representing a sample (MRF). The size of induced voltage on the secondary coil is corresponding to the permeability of sample and therefore also the iron concentration in MRF. Flash-mount sensor measures a MRF concentration close to vessel wall. Also this sensor is using two identical coils which are connected identically as LVDT sensors. If the end of the main coil is in the neighbourhood of MRF, the induced voltage is higher than in the reference coil. Ngatu [25] designed and manufactured another measuring device on the base of Gorodkin's work. He presented a descent of so-called mudline during the sedimentation. In the Lopez's paper [26,27], there are used for the measurement also coils as in the previous cases but there are used two relatively big Helmholtz coils which are used for producing homogenous AC magnetic field of low intensity. The test tube with sample is placed in the centre of this field and a small sensing coil is placed around the test tube. The sensing coil is stationary therefore only the course of sedimentation in specific place can be obtained. Marin Lita [29] measured the sedimentation rate by X-ray transmission using Dron 3 diffractometer. As in the previous work, the position of the measured point in the fluid is stationary and from this reason, only a concentration in this point can be measured. The last example of measurement device is a commercial instrument Turbiscan Classic MA 2000. The measurement is based on a pulsed near-infrared light source which is emitted through the sample and detected on other side. The change in amount of transmitted light gives a distribution of the sample density. The problem occurs for opaque samples as MRF. The light source can pass through the sample only in the area of separated carrier fluid. Therefore, the results from measurement show only a position of boundary between sediment and carrier fluid, no distribution of iron particles in area of sediment MRF. This fact is proven in the works presenting the results of measurements with Turbiscan [30–40].

A new experimental method for measurement of MR fluid sedimentation is introduced in this paper. This method was found to provide a description of iron particle distribution in a whole column of the MR fluid. The method is suitable for the accelerated sedimentation measurement when a centrifuge is used. Using accelerated tests time needed for examination of sedimentation stability of the new MR fluids can be significantly reduced. This work aims to accelerate development of the MR fluids and thus progression of all MR technologies.

2 Method details

2.1 Theoretical background

The method uses a magnetic circuit with the air gap, into which the tested sample is inserted – MR fluid in the test tube or centrifuge tube. MR fluid in homogenous state has a relative permeability from 2 to 8 in dependence on iron content and intensity of magnetic field. Therefore after inserting the sample into the air gap, the total resistance of magnetic circuit will decrease significantly. This fact results in increasing of magnetic flux in circuit and also increasing of related magnetic flux density. To determine the magnitude of change during

this process we can approach to the magnetic circuit analogous to an electrical circuit. Therefore we introduce the Hopkinson's law:

$$F = \Phi \cdot R_m \quad (1)$$

where F is magnetomotive force (MMF), Φ is the magnetic flux and R_m [H^{-1}] is the magnetic reluctance of the circuit. This law is a counterpart to well known Ohm's law. Considering the magnetic circuit composed of N parts with different magnetic or geometrical properties and magnetic flux being constant in whole circle we get for total magnetomotive force F_T the following equation:

$$F_T = \sum_{i=1}^N F_i = \Phi \cdot R_{m,1} + \Phi \cdot R_{m,2} + \dots + \Phi \cdot R_{m,N} \quad (2)$$

Magnetic reluctance of one part of the circuit can be obtained from the following relationship:

$$R_{m,i} = \oint \frac{dl}{\mu_i S} \quad (3)$$

where S is the cross section of the magnetic circuit, μ is the permeability of the material and l is the length of the calculated part. Combining the equations (2) and (3) and considering magnetic permeability and cross section being constant in each one of the magnetic circuit sections we get:

$$F_T = \Phi \frac{l_1}{\mu_1 S_1} + \dots + \Phi \frac{l_N}{\mu_N S_N} \quad (4)$$

Total magnetomotive force can be also obtained from the following relationship:

$$F_T = \oint H dl = I_C \quad (5)$$

where I_C is the total current surrounded by closed path of the magnetic circuit, for the coil with z turns it can be obtained as $I_C = I \cdot z$ where I is the current in the coil. In our case the magnetic circuit consists of two parts: solid steel part and the air gap in two states: with and without the MR fluid. Magnetomotive force is constant through the whole measurement and since the magnetic flux density B can be obtained from:

$$B = \frac{\Phi}{S} \quad (6)$$

The equation (2) can be then written in the following form:

$$B_1 = \frac{F_T}{S(R_{m,circuit} + R_{m,air})} \quad (7)$$

$$B_2 = \frac{F_T}{S(R_{m,circuit} + R_{m,MRF})} \quad (8)$$

where B_1 is the magnetic flux density without MR fluid and B_2 is the magnetic flux density with MR fluid. Magnetic flux density is measured using Hall probe (see figure 3). Ratio of both values of magnetic flux density determines the method sensitivity:

$$k = \frac{B_2}{B_1} = \frac{\frac{F_T}{S(R_{m,circuit} + R_{m,MRF})}}{\frac{F_T}{S(R_{m,circuit} + R_{m,air})}} = \frac{R_{m,circuit} + R_{m,air}}{R_{m,circuit} + R_{m,MRF}} \quad (9)$$

We can see from this equation (9) that the change of the magnetic flux density is indirectly proportional to the reluctance of the MRF. According to equation (3) the reluctance is indirectly proportional to magnetic permeability. Therefore ratio k is directly proportional to magnetic permeability of the MRF. We can calculate the change of magnetic flux densities for the circuit using data from table 1. Relative permeability of the MRF and of the magnetic circuit material (S235) is determined on base of the figure 2.

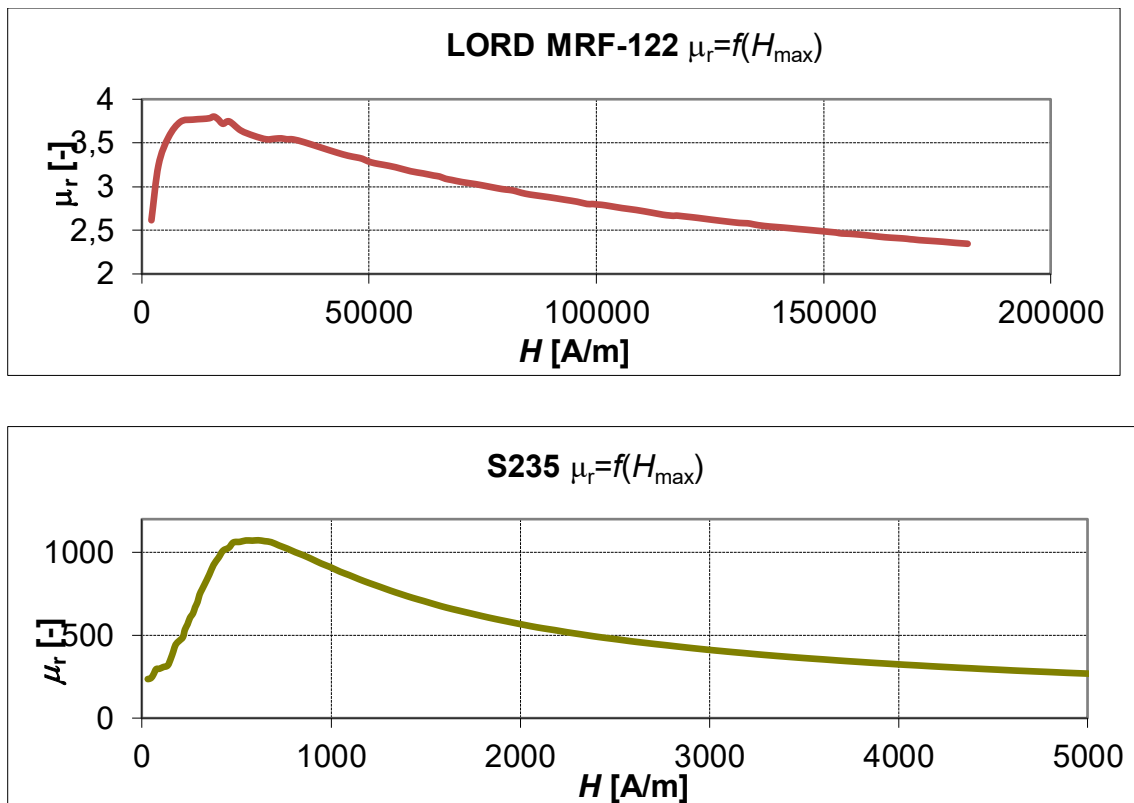


Figure 2. Dependence of the relative permeability of MRF-122 and S235 on the magnetic intensity

Table 1 Parameters of the magnetic circuit

current in the coil	I [A]	0,108
number of turns	z [-]	1200
relative permeability of the air	μ_{air} [-]	1
relative permeability of the MRF	μ_{MRF} [-]	2,6
relative permeability of the structural steel	μ_{circ} [-]	137

cross section of the circuit	$S_{\text{circ}} [\text{m}^2]$	225×10^{-6}
length of the magnetic circuit	$l_{\text{circ}} [\text{m}]$	0,4100
length of the air gap	$l_{\text{air}} [\text{m}]$	0,0328
cross section off the air gap	$S_{\text{air}} [\text{m}^2]$	594×10^{-6}
diameter of the MRF sample	$d [\text{m}]$	0,029

Because the length of the air gap is relatively big, the cross section of the magnetic field in this gap is different from the cross section in the steel part of the circuit. Therefore the FEM analysis was involved to get the magnitude of the air gap cross section (figure 3). Magnetic field was considered with the 2 mT boundary.

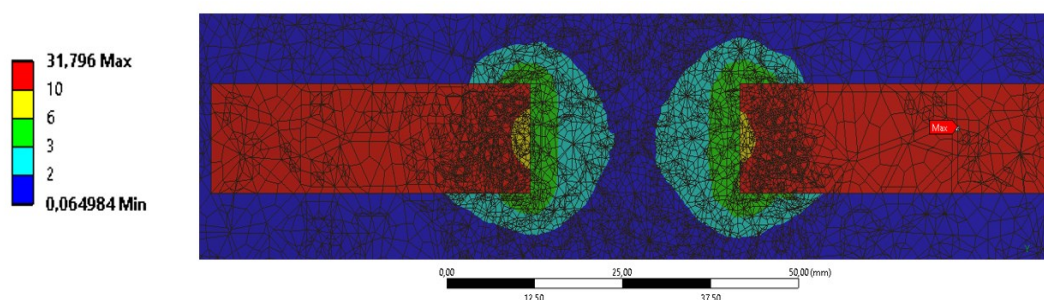


Figure 3. FEM analysis of magnetic field in the air gap

Using above mentioned equation (9) we get:

$$k = \frac{B_2}{B_2} = \frac{7,80}{4,21} = 1,85$$

We can see that the magnetic flux density in the state with the MRF is about 85% higher than without MRF.

2.1 Testing magnetic circuit for selection of the best measurement method

The two ways of magnetic flux detecting were taken into consideration: (a) measurement of voltage on secondary coil generated by AC magnetic field (similar principle as in Gorodkin's work); (b) measurement of magnetic flux density with the Hall probe directly in the magnetic circuit (see Figure 3). The sensitivity test of both methods was carried out on the simple testing magnetic circuit. The difference of measured quantity in the two states was observed – the first state was the air gap without sample and the second state was the air gap with sample of MRF with 30 wt. % of Fe particles. The air gap without MR fluid corresponds to clean carrier fluid.

In the case of measuring the voltage on secondary coil, the maximal sensitivity was measured for voltage on primary coil with 22 V AC and the secondary coil in the position 1 (see Figure 3a). The method sensitivity was changing significantly in dependence on the distance of the secondary coil from the air gap. In the position 1, the increase of voltage with MRF was 22 % (in comparison to the state without sample). In the position 2, the increase was 13 % and in position 3 only 5 %.

In the second case, when the Hall probe was used for measurement of the magnetic flux density, the magnetic circuit was tested with both AC and DC power supply. The sensitivity for

AC and DC power supply was almost the same, but the magnetic circuit was overheating in case of AC voltage, therefore DC supply was finally used. Two positions of Hall probe were tested (see Figure 3b). In the position 1, the increase was almost 100 %. In the position 2, the increase was only 11 %. Therefore the stand was designed in configuration with Hall probe in the position 1 and with DC power supply.

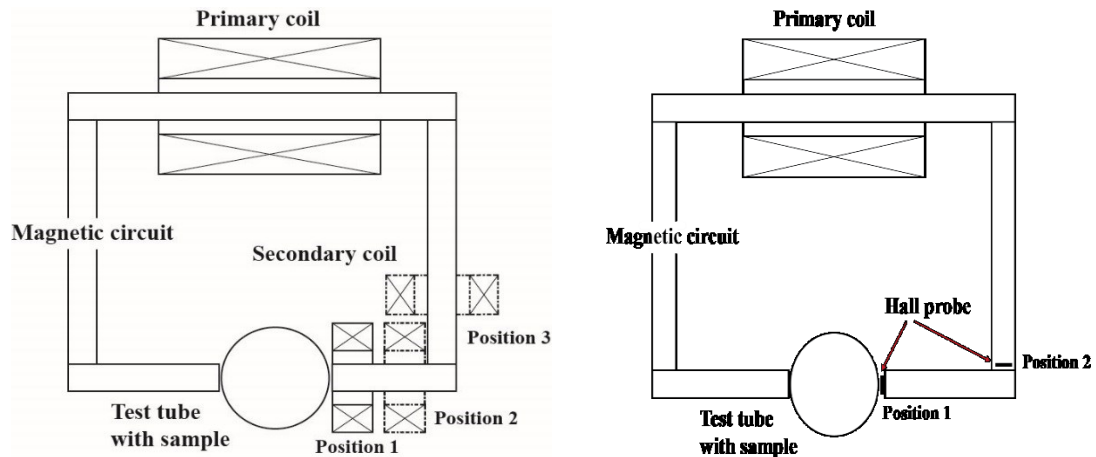


Figure 3. Testing magnetic circuit with marked position of (a) secondary coil; (b) Hall probe

2.2 Magnetic Circuit

Figure 4 shows a final configuration of the magnetic circuit. The coil winding has 1,200 turns. The air gap or space for the test tube is 32.8 mm wide. A diameter of the test tube is smaller (about 31.6 mm) but the suitable clearance between the test tube and the magnetic poles is necessary for smooth motion. Furthermore, the glass test tubes do not have identical diameters. The outer dimensions of circuit are 135 x 100 mm. The magnetic circuit is made from 5 pieces of cold-drawn square bar 15x15 mm from structural steel S235JR without any additional thermal treatment. Screw connections are used for assembly of circuit. Hall probe is tightly slid into the exactly defined place specified by 0.6 mm thick brass plate with relative permeability 1 and so the brass plate does not affect the magnetic field. The probe cannot be permanently fixed into the circuit because it is necessary to calibrate it during each start of teslameter. Exact positioning and turning of the probe perpendicularly to the magnetic field lines is important for accurate measuring.

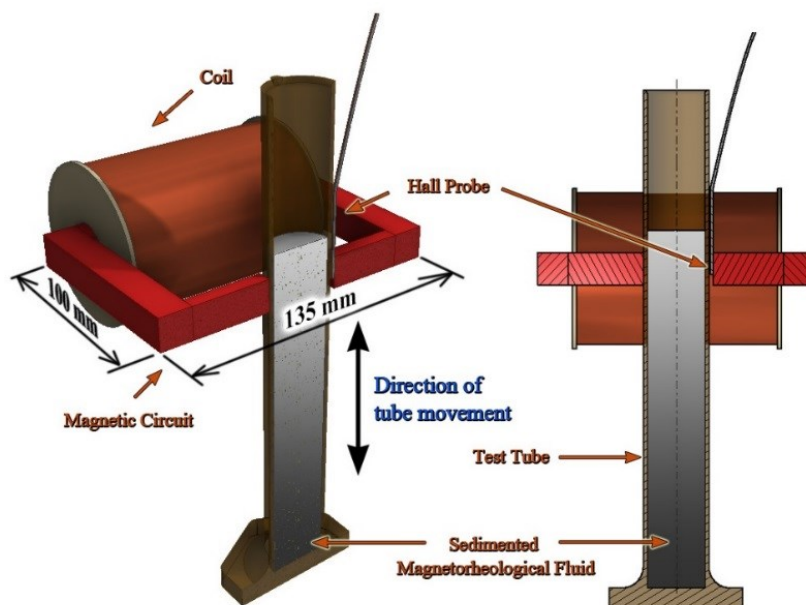


Figure 4. Final design of magnetic circuit

2.3 Mechanical parts, sensors and DAQ system of stand

The magnetic circuit is mounted to the upper part of the stand (Figure 5a). The measured sample is placed on the lift. The exact motion of the lift is ensured by two linear motion ball slides. The lift drive is realized by a motion screw and DC motor. The revolutions of this DC motor are adjusted by the voltage. The measurement of the sample is conducted in both direction – at upward motion and downward motion. Thanks to this, the two curves of magnetic flux density are obtained and the measurement accuracy can be checked because the curves should be identical. There is also visible, when the sample of MRF is influenced by too strong magnetic field. In this case, the curves are not identical. The lift direction is switched automatically by two electromagnetic relay, which turns the direction of the motor when any of end-switch is reached. The sample can be in arbitrary container but it is necessary to change the pole adapters according to the container diameter. We used two container types, the first one is the test tube with diameter 31.6 mm and the second one is the centrifuge tube with diameter 30 mm. In the upper section, the tubes are led by the slide-way made from polyoxymethylene (POM) Ertacetal and this part has to be changed for each container type, see Figure 5b – the black part above the magnetic circuit. The magnetic flux density is measured by teslameter F.W. Bell 5180 with the standard transverse probe STD18-0404. The position of the lift is measured from the base board by the accurate laser sensor from Baumer OADM 20U2472/S14C with the resolution from 0.01 to 0.33 mm in dependence on measured distance. The worst resolution for our application is 0.25 mm (in top stroke). The magnitude of electric current in primary coil is obtained by measurement of the voltage drop on 0.1 Ω shunt resistor. These three signals are recorded and conditioned with sampling frequency 500 Hz by front-end Dewetron USB-50-USB2-8 connected to the laptop. The analog low-pass filter with cut off frequency of 10 Hz was applied on the signal of the magnetic flux density because the measured signal included high frequency noise when the teslameter was set to the finest range.

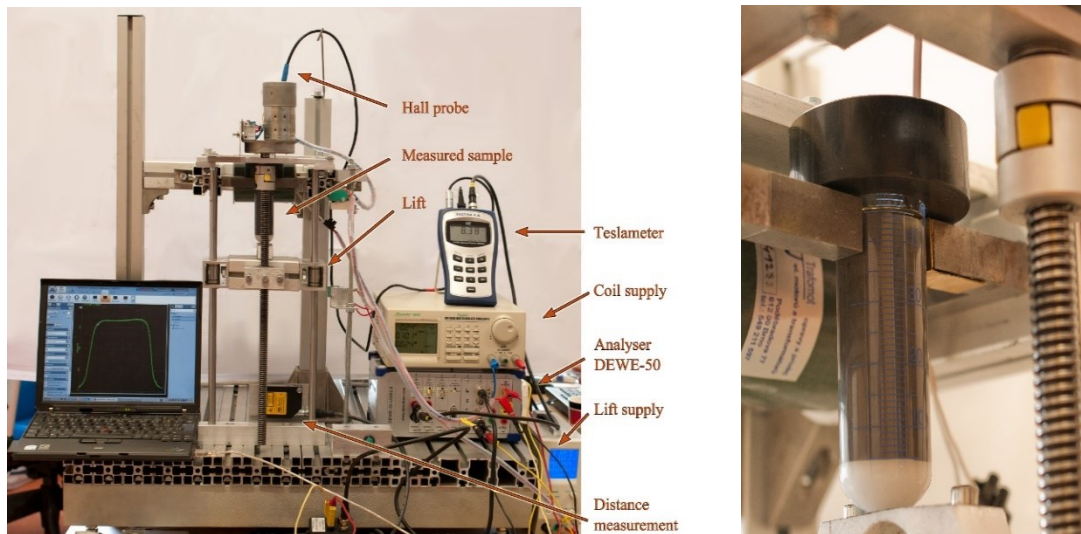


Figure 5(a) measuring stand; (b) the centrifuge tube at measurement in detail

2.4 Optimal lift velocity

Several experiments were carried out for verification of correct operation of the stand. A comparison of different lift velocities and their influence on measured magnetic flux density was the first one. The verification test was carried out with 100 ml test tube. Figure 6 shows that there is an insignificant influence of lift velocity. In this figure, the scale of y-axis with the magnetic flux density is zoomed and measured data are raw. For next measurements, the velocity 12.3 mm/s was adjusted.

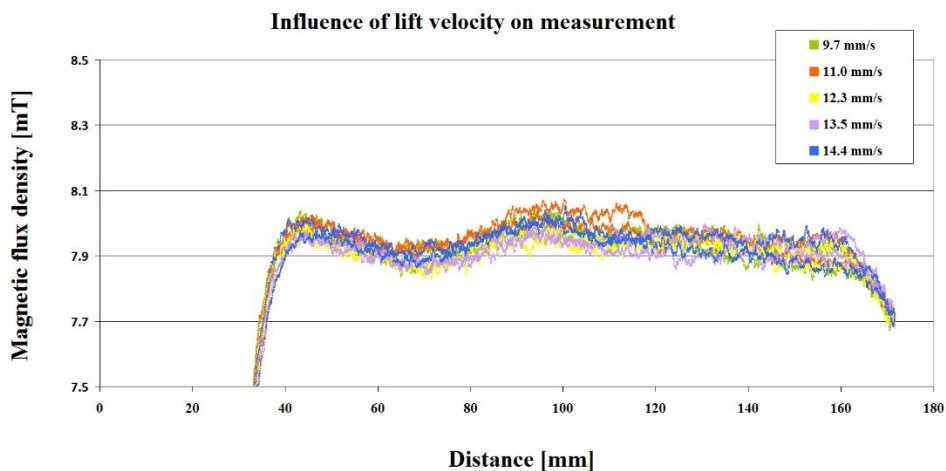


Figure 6. Verification test - Influence of lift velocity on measurement

2.5 Excitation current selection and verification of measurement linearity

The best setting of excitation current in the primary coil and corresponding size of the magnetic field was the task of the next experiment. The measurement procedure was the same as in case of sensing method selection (chapter 2.1), but more accurate. The influence of excitation current was studied on the configuration with magnetic circuit, which was finally used in the stand (Figure 4). The ratio of magnetic flux density with the sample of MRF and with the air was evaluated. This procedure was carried out for a wide range of currents (see Figure

7a). The biggest sensitivity was for the lowest current. The second reason for low current selection is that corresponding magnetic field is low and affecting of the sample by the magnetic field is the least. The current of 0.1 A was selected. The corresponding magnetic flux density with testing MRF is 7.9 mT and without MRF 4.2 mT. The magnetic flux density in dependence on exciting current is not linear (see Figure 7a). Therefore the another test for verification of linear dependence of magnetic flux density on the volume content of Fe-particles for selected current 0.1A (see Figure 7b) was carried out. The different content of Fe-particles was made by mixing of common carbonyl iron (CI) particles (size up to 100 μm) with the thick gear oil (85W-140). The use of high viscosity oil was necessary because no additives were added and sedimentation with common oil would be too fast. Figure 7b shows that the course of magnetic flux density is linear and usable for sedimentation measurement.

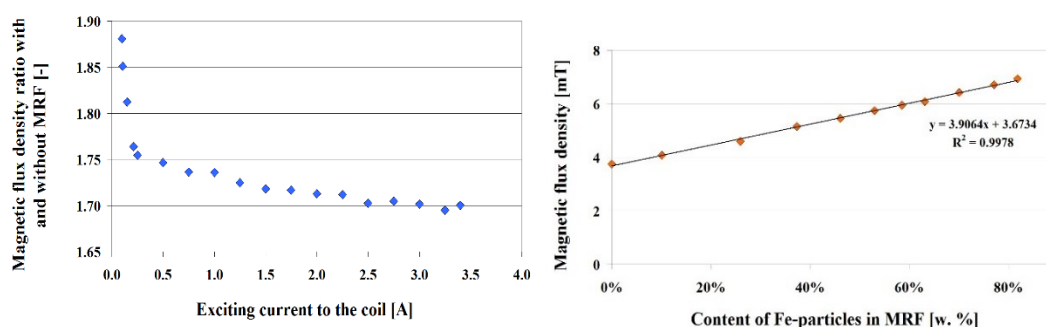


Figure 7. Verification tests: (a) test of method sensitivity at different exciting current to the coil; (b) test of linearity of magnetic flux density in dependence on content of Fe-particles in MRF

2.6 Measurement repeatability

A repeatability is one from the most important properties of the method (see Figure 8). Among each measurement, the Hall probe was pulled out and repeatedly slid to the measuring gap. At the last measurement, the teslameter was switched off and again switched on and the probe was zeroed in the zeroing chamber. The acquired signal was filter with hardware low-pass filter with cut off frequency of 30 Hz and it is smooth with low level of noise.

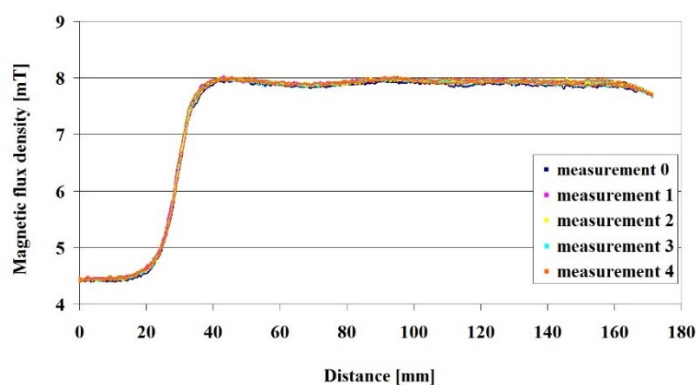


Figure 8. Verification test - method repeatability (repetitive sliding of Hall probe to the measuring slit)

After several measurements, which were carried out in another time, it was observed, that curves of magnetic flux density do not start from the same value (see Figure 11a). It was caused by the material of the magnetic circuit and by the power supply. The material of the magnetic circuit is the common non-alloy quality steel with maximal carbon content of 0.17 %. The relatively high content of carbon causes higher value of remanence. This fact alone is

not a big problem. When the power supply gives the same exciting current to the coil at each time, the remanence should be the same. But used coil with 1.200 turns has a big inductance and a small resistance and therefore the used switching power supply was not able to provide the exact current immediately after switching on. Quite significant current peak appeared at the beginning of startup. This peak caused the magnetization of the magnetic circuit. Unfortunately, the peak was not always identical and consequently the remanence was not also identical. The two ways are possible to eliminate this phenomenon: (a) using better power supply and demagnetizing of the magnetic circuit before each measurement or (b) subtracting of the offset caused by remanence in the post processing. The second way was finally applied because several measurements have been carried out before uncovering of this problem.

The air gap in the magnetic circuit is about 0.6 mm bigger than the test tube. This clearance can affect the measured value of the magnetic flux density. If the test tube is closer to remote magnetic pole, than the Hall probe is located, the magnetic flux density is lower. This decrease is dependent on the content of Fe-particles, see Figure 9. Therefore the sample must be fixed during the measurement.

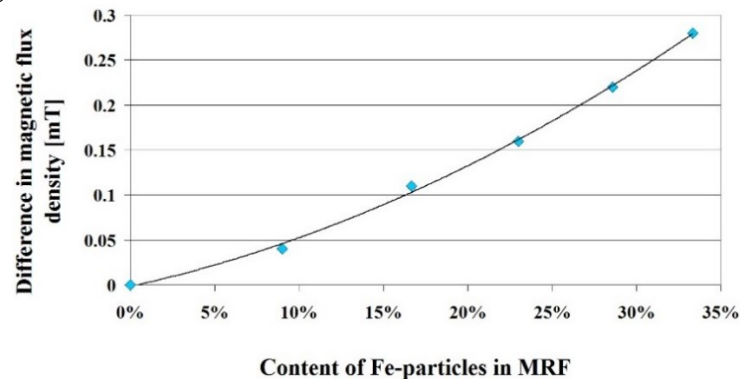


Figure 9. Influence of the test tube position in the air gap (measured for clearance of 0.6 mm)

2.7 Post processing Analysis

The measured signals are acquired in both directions of the lift movement. In ideal case, we should obtain two identical curves (Figure 10). The curves can have a difference due to the clearance between the test tube and the magnetic pole at the circuit. Consequently, the test tube can move slightly during movement. When the curves are identical, it indicates a correct measurement. Matlab was used for post processing analysis. The running average filter with window size 100 was applied on both curves for smooth course and obtaining only one averaged curve (see Zoom on Figure 10). Data was rectified by delay caused by filter (half of the window size). This correction ensures that the measured magnetic flux density corresponds accurately to the position.

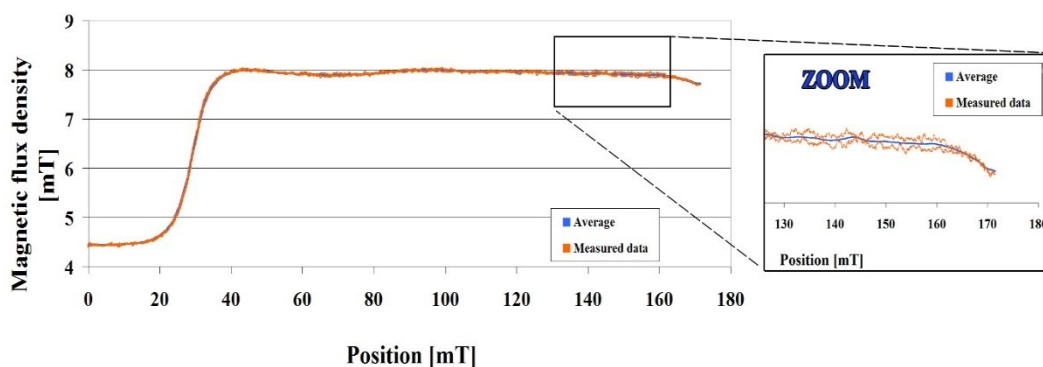


Figure 10. Measured and averaged data

The offset of magnetic flux density (chapter 2.6) was subtracted in the next step. The size of offset corresponds to the magnetic flux density without sample (position of test tube above surface) – zero position in Figure 10. The measurement starts when the MRF is 10 mm below the magnetic circuit (the sample is going firstly upwards), see Figure 12b. Therefore, the measured magnetic flux density cannot be influenced by the sample. So the offset can be easily subtracted. The curves in Figure 11a are with the offset (these curves are taken from measurements of sedimentation at monthly intervals). Figure 11b shows curves after subtracting of the offset. Also the position (x-axis) is adjusted in order that zero corresponds to the surface of the sample.

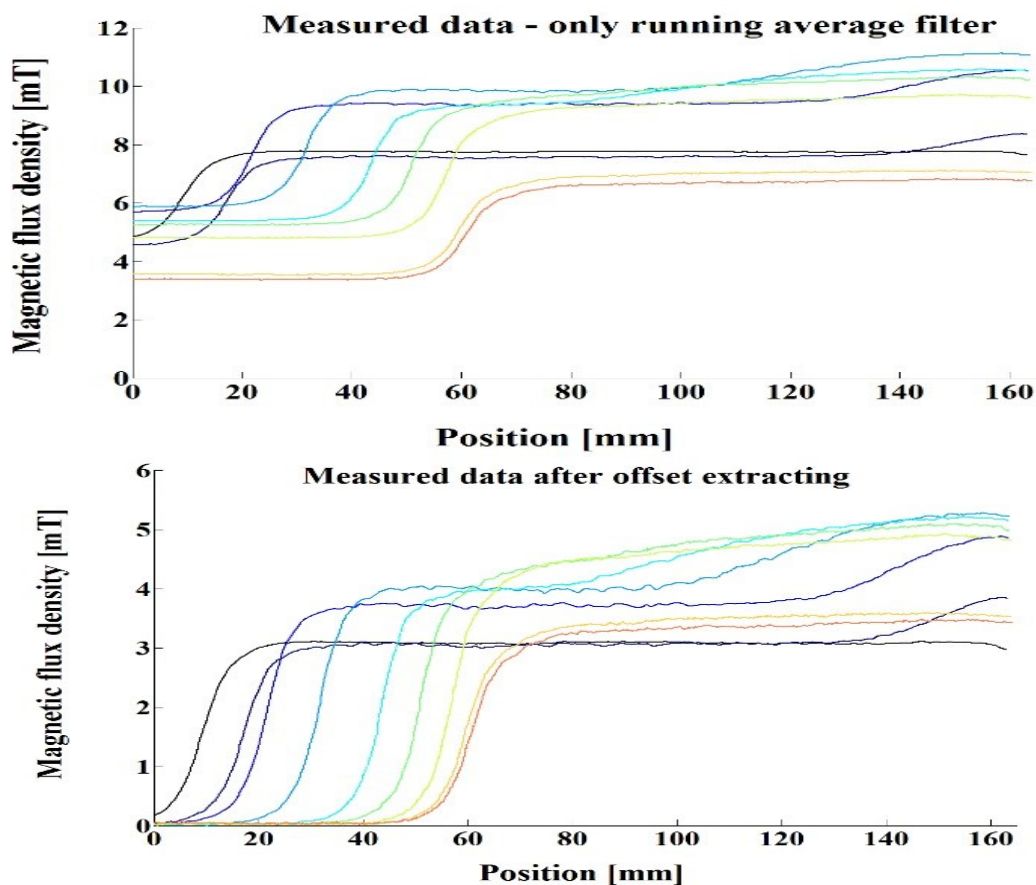


Figure 11. Measured data (a) with applying of running average filter; (b) after offset extracting

Neither this step did not lead in accurate results. This fact can be demonstrated by an orange, dark blue, light green and dark green curves. These curves were separated for better lucidity in Figure 12a. The contradiction is very easily seen when comparing blue and orange curve. It is not possible in principle that the orange curve has lower magnetic flux density at the bottom (position about 165 mm) than the blue curve, which was measured earlier. The same problem can be also demonstrated by both green curves. Generally, the later measured curves of the identical sample (orange and light green) must always have the denser sediment at the bottom and consequently the measured magnetic flux density should be higher. It is obvious that the curves measured at monthly intervals have not only different offset but also a different gain.

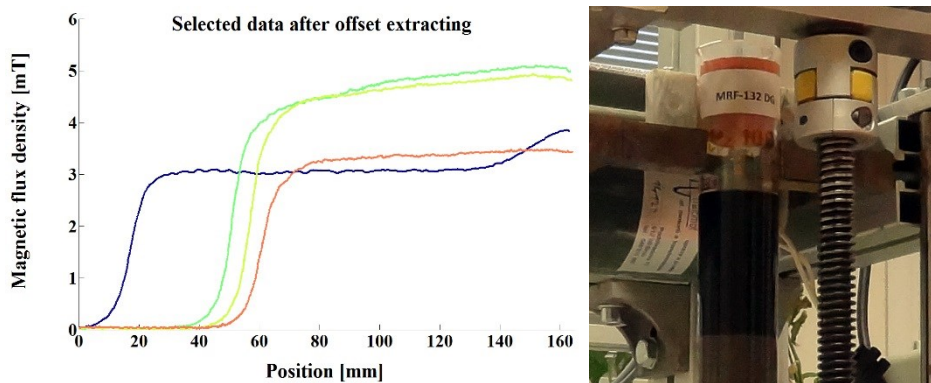


Figure 12(a) Selected data after offset extracting; (b) test tube position at measurement begin

The hysteresis behavior of the magnetic circuit material is the most probable explanation of the above mentioned effect. It is shown in Figure 13. There is a B-H curve of the magnetic circuit of the new stand with air in the gap. When the material is demagnetized, the curve starts almost in origin (total demagnetization is too difficult). But when the magnetic field is changing from magnetized state, the hysteresis loop is obvious and this curve does not go through the origin. The magnetic field corresponding to the exciting current 0.1 A is 1.22 kA/m and it is marked by the red vertical line (Figure 13). The main problem can be with the relative permeability which is different for demagnetized (mark 2) and magnetized state (mark 1). The relative permeability is a derivation of the curves. At the marked points, these derivation are different. The derivation of the demagnetized curve is lower which corresponds to the results in Figure 11a. For example orange curve starts from lower magnetic flux density (more demagnetized state) and it has lower gain (the maximum is lower than it should be).

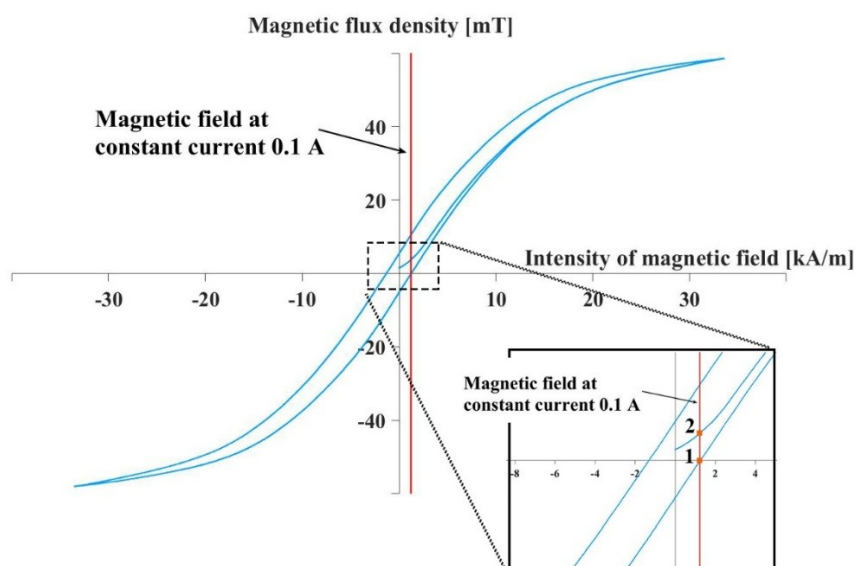


Figure 13. B-H curve of the magnetic circuit of new stand

Assuming that the dependence of magnetic flux density on the Fe-particles concentration is linear, it can be supposed that the area under the curve has to be constant for MRF with constant total concentration of Fe-particles for each sedimentation profiles. Fe-particles are only displacing downwards in the MR fluid and locally changing concentration. The assumption of linear dependence of magnetic flux density on the Fe-particles concentration was confirmed above (Figure 7b). The curve of non-sedimented MRF is considered for etalon. The area under the curve is calculated by numeric integration. Subsequently, the other curves are multiply by ratio between their area and etalon's area. The results after this rectification are shown in Figure 14. Now the results of measurement can be described as physically credible and accurate (compare to Figure 11b).

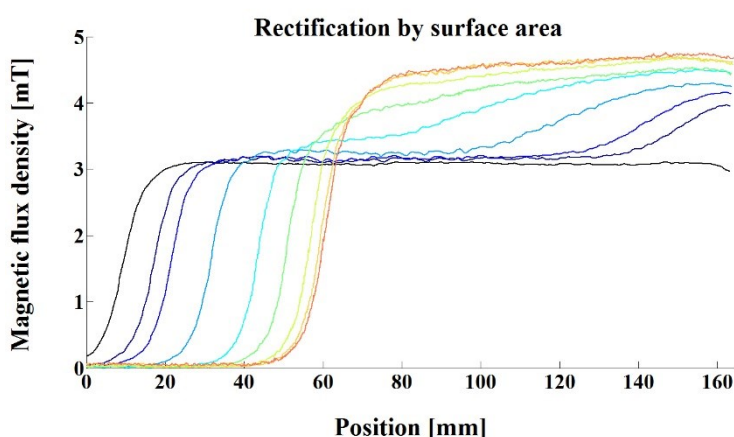


Figure 14. Rectification of measured curves of magnetic flux density by surface area

3 Results and discussion

The measurement of sedimentation was carried out with the commercially available MRF-132DG made by Lord Corporation. The sample of MRF was taken from 1 liter of recently delivered fluid. The whole volume of MRF was mixed consistently during the 20 minutes. After spill of the MRF, the residue of Fe-particles from the bottom of bottle was properly

scraped and mixed together with the MRF for ensuring the original concentration. The parameters of MRF have been measured and compared with datasheet (see 2):

Table 2 Concentration of CI particles in MRF-132DG from LORD Corporation

	measure- ment	data- sheet
Density of carrier oil [kg/dm ³]	0.8	-
Density of Fe-particles (inherited value) [kg/m ³]	7.8	-
Density of MRF [kg/m ³]	3.05	2.98 - 3.18
Volume concentration of CI particles in MRF [%]	32	32
Weight concentration of CI particles in MRF [w. %]	82	80.98

All measurements of sedimentation took 8,662 hours. The sedimentation was measured by the newly designed stand and by simple visual observation, when the sediment position against the surface was measured. Figure 15a shows the results from visual observation measurement. Sedimentation rate is calculated from the equation (10):

$$\text{sedimentation rate } [\%] = \frac{\text{height of sediment } [mm]}{\text{total height } [mm]} \quad (10)$$

In Figure 15a, the blue lines mark the measurements on new stand. Until the time 4,964 hours, the sedimentation run with constant velocity. After this, the sedimentation has been decelerated, because CI particles in the MRF suspension are almost in the closest alignment. The results show “only” change of position of sediment surface, but it is not able to estimate sedimentation profiles.

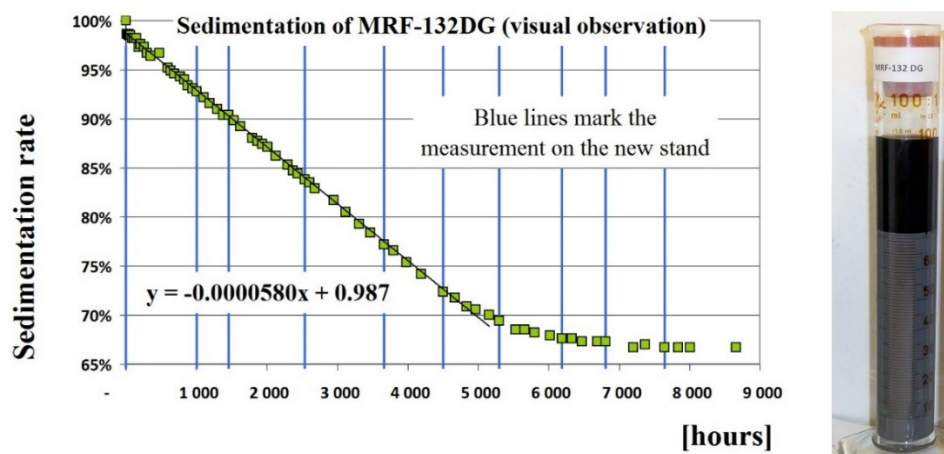


Figure 15. Results of visual observation of MRF-132DG for (a) all measurement; (b) after 4.676 hours

Figure 16 shows the same results from the new stand as in Figure 14 but in addition also the legend, marked bottom and surface and line of motion of sediment surface. The picture of the test tube below corresponds to the last measured state. The descent of sediment surface is obvious. The surface position (0 mm) was measured for freshly mixed MRF (0 hours). The magnetic flux density in this position is not zero (as might be expected), but the close pres-

ence of MRF influences the magnetic circuit due to the dispersion of magnetic flux lines (see Figure 17). Therefore, the magnetic flux density increased weakly, despite the particle concentration considering to lower edge of the magnetic circuit is still zero.

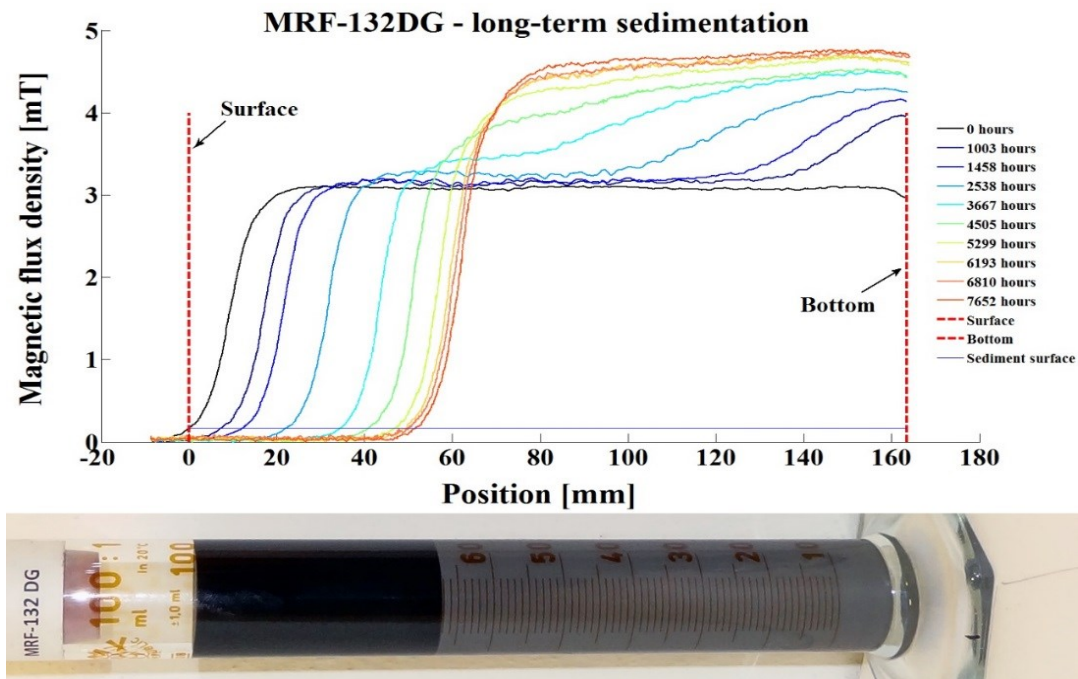


Figure 16. Course of sediment density during long-term sedimentation

The position of boundary between sediment and carrier fluid was detected automatically in Matlab for following measurements and it corresponds to the intersection of sedimentation profile and thin horizontal line *Sediment surface*, which was obtained from the magnetic flux density of the etalon in position 0 mm. Also the end of sedimentation profile is influenced (Figure 16 – black line for 0 hours, position 165 mm). The magnetic flux density in this position is lower because the lower magnetic flux lines pass already through the glass bottom of the test tube (Figure 17 – position 165 mm). The measured values of the magnetic flux density are always averaged due to the 15 mm width of the pole adapters. Therefore the slope of the magnetic flux density at the sediment surface level is not totally vertical, but the increase of the magnetic flux density is gradual (Figure 16 – black line for 0 hours, position 0 mm). It is important to note, that this averaging carries out in the entire measured region, thus the measured values respond slower than the changes in MRF concentration.

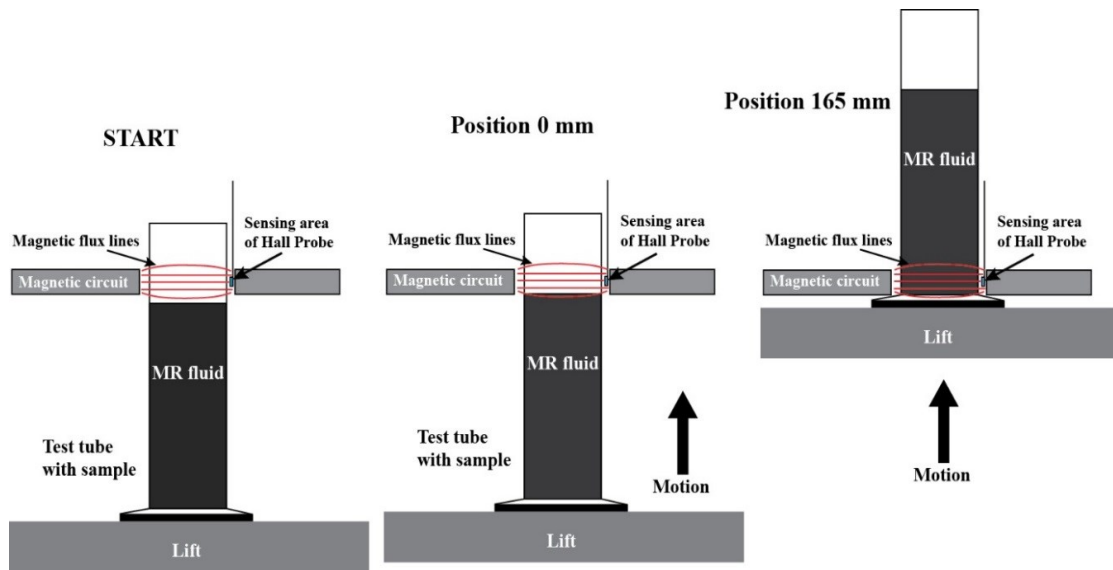


Figure 17. Scheme of boundary conditions affecting the measurement

The creation of thicker sediment on the bottom of test tube can be observed from the course of sedimentation profiles. This sediment reached its maximal density in the time between 4,505th and 5,299th hour from the start of experiment. This time corresponds to the deceleration of sedimentation velocity as it is shown in Figure 15. In that moment, the particles probably reached the closest arrangement in the space. From this time, they started to align to the closest arrangement also the particles in the higher level above the bottom. Kynch theory marks it as a compression of sediment. It is obvious from visual observation (Figure 15), that the exact time, when the compression starts, is about 5.000th hour. So it is clear, that the particle concentration due to sedimentation is not distributed uniformly, but non-uniformly in the direction of pull of gravity acceleration. Figure 18 shows the curves of sedimentation profile which are calibrated to a volume concentration of CI particles. The particles reached maximal concentration 50 vol. %. For comparison, the packing factor for cubic arrangement of spherical particles of bcc structure (body centered cubic) is 68 %, respectively fcc structure (face centered cubic) is 74 %. This comparison is only orientational, because the particles in MRF have not identical size but their size is $1.95 \pm 1.03 \mu\text{m}$ with 68% probability. It is therefore possible that the compacter volume arrangement than 50 % at 1G cannot be achieved due to large variance in the particle sizes, surface tension and the presence of a carrier fluid and additives among CI particles.

According to experience with LORD fluids, the hard and non-mixable sediment is created on the bottom after certain time. Presently, we do not know exactly the density and minute for creation of this sediment, but we hope, that this moment will be easily identified by our new method. Then the exact time of storing or device standstill will be estimated.

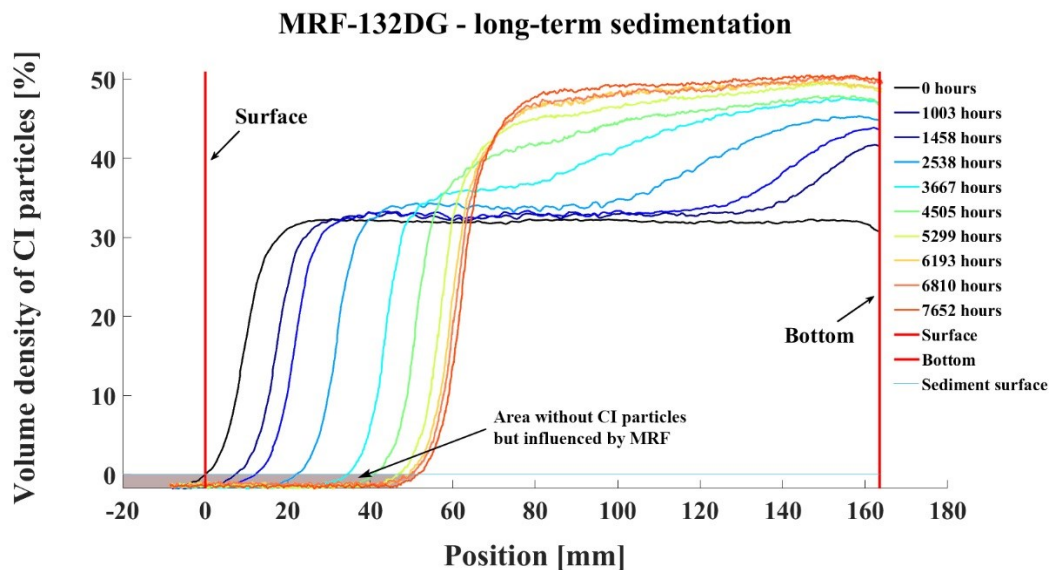


Figure 18. Sedimentation profiles calibrated to volume concentration of CI particles

4 Conclusion

This paper describes a new method for sedimentation measurement of MRFs, which can detect a change in sediment density in the entire column of tested sample. The methodology of data evaluation and analysis is presented. The new method is compared to a visual observation of long-term sedimentation test of MRF-132DG made from Lord Corporation. The results from the new method agree with visual observation. Moreover, the results not only shows the boundary between sedimented MR fluid and carrier oil, but they describe sediment density in the entire column of tested sample. During the test, ten measurements were performed using this new method. All sedimentation test took 8,662 hours. The last measurement using the new method was carried out after 7,652 hours. A deceleration in the sedimentation velocity was observed about 5,000th hour. The deceleration is caused by reaching the closest arrangement of CI particles above the bottom of the test tube, which can be observed on the curves of sedimentation profiles. Hereafter the density of sediment in this area is not increased.

Although the new method measures the density of the sediment with high accuracy, the stand can be improved. The magnetic circuit is currently made from structural steel S235JR, which has high content of carbon (up to 0.17 %). Generally, the more carbon, the higher remanence. Behanit seems as the most suitable material, because it contains no more than 0.02 % of carbon and therefore the remanence is very low. The subsequent full annealing can further minimized the remanence of the circuit. At the same time, the narrowing of the pole adapters from 15 to 3 mm will be performed for faster signal response on the change of particles concentration.

5 Acknowledgements

There is very appreciated a kind sponsorship of many grants of numerous agencies, which granted as little as they could. The research leading to these results has received funding from the MEYS under the National Sustainability Programme I (Project LO1202), FSI-S-14-2329, FEKT/FSI-J-16-3694 and GAČR 13-31834P. I want also acknowledge my wife for patience during my work.

References

- [1] Rabinow J 1948 The Magnetic Fluid Clutch *Trans. Am. Inst. Electr. Eng.* **67** 1308–15
- [2] Klingenberg D J 2001 Magnetorheology: Applications and challenges *Am. Inst. Chem. Eng.* **47** 246–9
- [3] Bossis G, Lacis S, Meunier A and Volkova O 2002 Magnetorheological fluids *J. Magn. Magn. Mater.* **252** 224–8
- [4] Simon T M, Reitich F, Jolly M R, Ito K and Banks H T 2001 The effective magnetic properties of magnetorheological fluids *Math. Comput. Model.* **33** 273–84
- [5] Carlson J D and Jolly M R 2000 MR fluid, foam and elastomer devices *Mechatronics* **10** 555–69
- [6] de Vicente J, Klingenberg D J and Hidalgo-Alvarez R 2011 Magnetorheological fluids: a review *Soft Matter* **7** 3701
- [7] Caterino N, Azmoodeh B M and Occhiuzzi A 2014 Medium to long term behavior of MR dampers for structural control *Smart Mater. Struct.* **23** 117005
- [8] Shah K, Xuan Phu D and Choi S-B 2014 Rheological properties of bi-dispersed magnetorheological fluids based on plate-like iron particles with application to a small-sized damper *J. Appl. Phys.* **115** 203907
- [9] Wang D, Zi B and Zeng Y 2014 Temperature-dependent material properties of the components of magnetorheological fluids *J. Mater. Sci.* 8459–70
- [10] Dong X, Tong Y, Ning M and Jinping O 2015 Properties of cobalt nanofiber-based magnetorheological fluids *RSC Adv.* **5** 13958–63
- [11] Machovsky M, Mrlik M, Kuritka I, Pavlinek V and Babayan V 2014 Novel synthesis of core-shell urchin-like ZnO coated carbonyl iron microparticles and their magnetorheological activity *RSC Adv.* **4** 996–1003
- [12] Pu H and Jiang F 2005 Towards high sedimentation stability: magnetorheological fluids based on CNT/Fe₃O₄ nanocomposites *Nanotechnology* **16** 1486–9
- [13] Jang D S, Liu Y D, Kim J H and Choi H J 2014 Enhanced magnetorheology of soft magnetic carbonyl iron suspension with hard magnetic γ -Fe₂O₃ nanoparticle additive *Colloid Polym. Sci.* **293** 641–7
- [14] Park J H, Chin B D and Park O O 2001 Rheological Properties and Stabilization of Magnetorheological Fluids in a Water-in-Oil Emulsion. *J. Colloid Interface Sci.* **240** 349–54
- [15] Shah K and Choi S-B 2015 The influence of particle size on the rheological properties of plate-like iron particle based magnetorheological fluids *Smart Mater. Struct.* **24** 015004
- [16] Upadhyay R V, Laherisheth Z and Shah K 2014 Rheological properties of soft magnetic flake shaped iron particle based magnetorheological fluid in

- dynamic mode *Smart Mater. Struct.* **23** 015002
- [17] Cvek M, Mrlik M, Ilcikova M, Plachy T, Sedlacik M, Mosnacek J and Pavlinek V 2015 A facile controllable coating of carbonyl iron particles with poly(glycidyl methacrylate): a tool for adjusting MR response and stability properties *J. Mater. Chem. C* **3** 4646–56
- [18] Sedlacik M and Pavlinek V 2014 A tensiometric study of magnetorheological suspensions' stability *RSC Adv.* **4** 58377–85
- [19] Gorodkin S R, Kordonski W I, Medvedeva E V., Novikova Z a., Shorey a. B and Jacobs S D 2000 A method and device for measurement of a sedimentation constant of magnetorheological fluids *Rev. Sci. Instrum.* **71** 2476
- [20] Chen L S and Chen D Y 2003 Permalloy inductor based instrument that measures the sedimentation constant of magnetorheological fluids *Rev. Sci. Instrum.* **74** 3566–8
- [21] Bürger R and Tory E M 2000 On upper rarefaction waves in batch settling *Powder Technol.* **108** 74–87
- [22] Iglesias G R, López-López M T, Delgado A V. and Durán J D G 2011 Description and performance of a fully automatic device for the study of the sedimentation of magnetic suspensions *Rev. Sci. Instrum.* **82** 2–8
- [23] Iglesias G R, Ruiz-Morón L F, Monesma J I, Durán J D G and Delgado a. V. 2007 An experimental method for the measurement of the stability of concentrated magnetic fluids *J. Colloid Interface Sci.* **311** 475–80
- [24] Kordonski W, Gorodkin S and Behlok R 2015 In-line monitoring of (MR) fluid properties *J. Magn. Magn. Mater.* **382** 328–34
- [25] Ngatu G T and Wereley N M 2007 Viscometric and sedimentation characterization of bidisperse magnetorheological fluids *IEEE Trans. Magn.* **43** 2474–6
- [26] López-López M T, Zugaldía A, González-Caballero F and Durán J D G 2006 Sedimentation and redispersion phenomena in iron-based magnetorheological fluids *J. Rheol. (N. Y. N. Y).* **50** 543
- [27] López-López M T, de Vicente J, Bossis G, González-Caballero F and Durán J D G 2005 Preparation of stable magnetorheological fluids based on extremely bimodal iron–magnetite suspensions *J. Mater. Res.* **20** 874–81
- [28] Choi Y, Xie L and Wereley N M Testing and analysis of magnetorheological fluid sedimentation in a column using a vertical axis inductance monitoring system
- [29] Lita M, Han A and Susan-Resiga D 2009 Characterization of sedimentation and high magnetic field flow behavior of some magnetorheological fluids *J. Phys. Conf. Ser.* **149** 012071
- [30] Piao S H, Bhaumik M, Maity A and Choi H J 2015 Polyaniline/Fe composite nanofiber added softmagnetic carbonyl iron microsphere suspension and its

- magnetorheology *J. Mater. Chem. C* **3** 1861–8
- [31] Bombard A J F, Gonçalves F R, Morillas J R and de Vicente J 2014 Magnetorheology of dimorphic magnetorheological fluids based on nanofibers *Smart Mater. Struct.* **23** 125013–25
- [32] Hong C H and Choi H J 2014 Effect of Halloysite Clay on Magnetic Carbonyl Iron-Based Magnetorheological Fluid *IEEE Trans. Magn.* **50**
- [33] Chae H S, Piao S H, Maity A and Choi H J 2014 Additive role of attapulgite nanoclay on carbonyl iron-based magnetorheological suspension *Colloid Polym. Sci.* **293** 89–95
- [34] Kim S Y, Kwon S H, Liu Y D, Lee J S, You C Y and Choi H J 2014 Core-shell-structured cross-linked poly(glycidyl methacrylate)-coated carbonyl iron microspheres and their magnetorheology *J. Mater. Sci.* **49** 1345–52
- [35] Kwon S H, Hong C H, Do P X, Choi S-B and Choi H J 2015 Magnetorheology of a Carbonyliron Microsphere Suspension with a Halloysite Additive and Its Damping Force Characteristics *Ind. Eng. Chem. Res.* **54** 4655–63
- [36] Piao S H, Zhang W L and Choi H J 2014 Magnetic Carbonyl Iron Suspension with Sepiolite Additive and Its Magnetorheological Property *IEEE Trans. Magn.* **50** 1–4
- [37] Quan X, Chuah W, Seo Y and Choi H J 2014 Core-Shell Structured Polystyrene Coated Carbonyl Iron Microspheres and their Magnetorheology *IEEE Trans. Magn.* **50** 1–4
- [38] Shahrivar K and de Vicente J 2014 Thermogelling magnetorheological fluids *Smart Mater. Struct.* **23** 025012
- [39] Song K H, Park B J and Choi H J 2009 Effect of magnetic nanoparticle additive on characteristics of magnetorheological fluid *IEEE Trans. Magn.* **45** 4045–8
- [40] Zhang W L, Kim S D and Choi H J 2014 Effect of Graphene Oxide on Carbonyl-Iron-Based Magnetorheological Fluid *IEEE Trans. Magn.* **50** 1–4