

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 PRO KOSMICKÉ APLIKACE

THE STUDY OF SEDIMENTATION OF MR FLUIDS FOR SPACE APPLICATIONS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE AUTHOR Martina Vančurová

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR

Ing. Jakub Roupec, Ph.D.

BRNO 2016



Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav konstruování	
Studentka:	Martina Vančurová	
Studijní program:	Strojírenství	
Studijní obor:	Základy strojního inženýrství	
Vedoucí práce:	Ing. Jakub Roupec, Ph.D.	
Akademický rok:	2015/16	

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 bakalářské práce:

Studium sedimentace MR kapalin pro kosmické aplikace

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Cílem práce je experimentální určení vlivu velikosti železných částic na rychlost sedimentace MR kapalin. Velikost částic bude určena užitím elektronového mikroskopu (SEM mikroskopie) a skriptu v Matlabu nebo ručním odečtením ze SEM snímků.

Cíle bakalářské práce:

Bakalářská práce musí obsahovat: (odpovídá názvům jednotlivých kapitol v práci)

- 1. Úvod
- 2. Přehled současného stavu poznání
- 3. Analýza problému a cíl práce
- 4. Materiál a metody
- 5. Výsledky
- 6. Diskuze
- 7. Závěr
- 8. Seznam použitých zdrojů

Forma práce: průvodní zpráva, fotografická dokumentace, laboratorní protokol, digitální data Typ práce: experimentální Účel práce: výzkum a vývoj

Rozsah práce: cca 27 000 znaků (15 - 20 stran textu bez obrázků). Zásady pro vypracování práce: http://dokumenty.uk.fme.vutbr.cz/BP_DP/Zasady_VSKP_2016.pdf Šablona práce: http://dokumenty.uk.fme.vutbr.cz/UK_sablona_praci.zip

Seznam literatury:

Malkin, A., Y. (1994): Rheology fundamentals. ChemTec Pub, Toronto.

Malkin, A., Y. a Avraam, I. (2012): Rheology: concepts, methods, and applications. ChemTec Pub, Toronto.

Chhabra, R.P. a Richardson, J.F. (2008): Non-Newtonian flow and applied rheology: engineering applications. Butterworth-Heinemann/Elsevier, Amsterdam.

Roupec, J. (2011): Mezní a degradační procesy magnetoreologických tlumičů odpružení. Vysoké učení technické v Brně, Brno. Disertační práce.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2015/16

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Martin Hartl, Ph.D. ředitel ústavu doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D. děkan fakulty

ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se zabývá experimentálním určením vlivu velikosti železných částic na rychlost sedimentace magnetoreologických (MR) kapalin. Jsou zde zkoumány MR kapaliny od tří výrobců: Liquids Research Limited (Velká Británie), HaoHua (Čína) a LORD Corporation (USA). V přehledu současného poznání jsou shrnuty články, které popisují vliv různých vlastností MR kapalin na jejich sedimentaci. V práci je popsán vývoj skriptu v programu Matlab, který detekuje částice na vstupních snímcích pořízených elektronovým mikroskopem a měří jejich velikost. Částice na některých snímcích jsou měřeny také ručně, částečně jako reference pro vyvíjený skript. Výsledky měření velikosti částic jsou pak porovnány se sedimentačními vlastnostmi zkoumaných MR kapalin.

KLÍČOVÁ SLOVA

Magnetoreologická kapalina, MR kapalina, sedimentace, velikost částic, detekce kružnic, Matlab

ABSTRACT

This bachelor thesis deals with experimental determination of the effect of iron particle size on the sedimentation rate of magnetorheological (MR) fluids. MR fluids from three producers are examined here: Liquids Research Limited (Great Britain), HaoHua (China) a LORD Corporation (USA). Particles describing the effect of MR fluids' different attributes on their sedimentation are summarized in an overview of current knowledge. The development of the Matlab script, that detects and measures the size of particles in the input electron microscope images, is presented. The particles are also measured manually in some images, which is partly used as a reference measurement for the developed script. The particle size measurement results are then compared with the sedimentation behavior of examined MR fluids.

KEY WORDS

Magnetorheological fluid, MR fluid, sedimentation, particle size, circle detection, Matlab

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

VANČUROVÁ, M. *Studium sedimentace MR kapalin pro kosmické aplikace*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 92 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Jakub Roupec, Ph.D..

PODĚKOVÁNÍ

Ráda bych zde poděkovala vedoucímu práce Ing. Jakubu Roupcovi, Ph.D. za jeho ochotu, vstřícnost, odborné vedení a věcné rady při vypracování bakalářské práce. Také bych ráda poděkovala svým rodičům za finanční i psychickou podporu při studiu.

PROHLÁŠENÍ AUTORA O PŮVODNOSTI PRÁCE

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci na téma *Studium sedimentace MR kapalin pro kosmické aplikace* zpracovala samostatně pod vedením Ing. Jakuba Roupce Ph.D. a v seznamu zdrojů uvedla všechny zdroje, z nichž jsem čerpala.

V Brně dne 23. 5. 2016

..... Martina Vančurová

OBSAH

1 ÚVOD	13
2 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ	14
2.1 Vliv velikosti částic na sedimentaci a magnetické vlastnosti	14
2.1.1 Influence of particle size on the rheological properties of magnetorheologi	cal
suspensions	14
2.1.2 Magnetic properties of carbonyl iron particles in magnetorheological fluids	15
2.1.3 Enhanced magnetorheological performance of highly uniform magnetic carb	oon
nanoparticles	16
2.1.4 Dynamic yield stress enhancement in bidisperse magnetorheological fluids	19
2.1.5 Bidisperse Magnetorheological Fluids using Fe Particles at Nanometer a	and
Micron Scale	21
2.2 Vliv tvaru částic na sedimentaci	24
2.2.1 The influence of particle size on the rheological properties of plate-like in	ron
particle based magnetorheological fluids	24
2.2.2 Rheological properties of soft magnetic flake shaped iron particle bas	sed
magnetorheological fluid in dynamic mode	25
2.3 Vliv povrchové úpravy na sedimentaci	25
2.3.1 Core-shell structured polystyrene coated carbonyl iron microspheres and th	neir
magnetorheology	26
2.3.2 Magnetorheology and sedimentation behavior of an aqueous suspension	of
surface modified carbonyl iron particles	27
2.3.3 Preparation and magnetorheological characteristics of polymer coated carbo	nyl
iron suspensions	29
2.4 Vliv aditiv na sedimentaci	30
2.4.1 Characterization of sedimentation and high magnetic field flow behavior	of
some magnetorheological fluids	30
2.4.2 Single-walled carbon nanotube added carbonyl iron suspension and	its
magnetorheology	31
2.4.3 Magnetic carbonyl iron suspension with sepiolite additive and	its
magnetorheology	32
2.4.4 Effect of graphene oxide on carbonyl-iron-based magnetorheological fluid	34
2.4.5 MR kapalina bez aditiv	36
3 ANALÝZA PROBLÉMU A CÍL PRÁCE	38
4 MATERIÁL A METODY	39
4.1 Měřené kapaliny	39
4.2 Příprava vzorků	39
4.3 Rastrovací elektronový mikroskop SEM PHILIPS XL30 – EDAX	40
4.4 Postup analýzy dat	40
4.4.1 Ruční měření velikosti částic	40
4.4.2 Měření velikosti částic pomocí programu Matlab	41
5 VÝSLEDKY	49
5.1 Výrobce Liquids Research Limited (Velká Británie)	49
5.1.1 MRHCCS4-A	49
5.1.2 MRHCCS4-B	50
5.1.3 Sedimentace MR kapalin od výrobce Liquids Research Limited	51
5.2 Výrobce HaoHua (Cína)	52

5.2.1 HaoHua 2.55	52
5.2.2 HaoHua 3.05	53
5.2.3 HaoHua 3.55	54
5.2.4 Sedimentace MR kapalin od výrobce HaoHua	55
5.3. Výrobce LORD Corporation (USA)	56
5.3.1 MRF-122FG	56
5.3.2 MRF-132DG	57
5.3.2 MRG 132DG	58
5.3.4 Sedimentace MR kanalin od výrobce I ord Corporation	59
6 DISKUZE	60
	66
/ ZAVER	00
8 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJÚ	67
9 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN	70
10 SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ	71
11 SEZNAM TABULEK	74
12 SEZNAM PŘÍLOH	76
SAMOSTATNÉ PŘÍLOHY	77
Příloha č. 1 - Použitý skript	77
Příloha č. 2 – Postup vývoje skriptu při využití detekce hran	78
Děílaha č 3 Výsladná snímky, donlnění	95 95
Huma C. 5 – Vysicule simility - dopineni	05

1 ÚVOD

Magnetoreologické (MR) kapaliny nacházejí stále větší uplatnění. Jejich hlavní výhodou je možnost měnit své reologické vlastnosti - zejména mez toku. Tato změna probíhá jednoduše a rychle působením magnetického pole, stejně rychle je také možno vrátit kapalinu do původního stavu. Díky tomu jsou MR kapaliny využívány v různých oblastech, jako je automobilový průmysl, stavebnictví, biochemie a lékařství. Konkrétně se uplatňují ve spojkách a tlumičích ve vozidlech [1], při tlumení vibrací mostů nebo budov [2], ale například také ve hmatovém zařízení sestrojeném pro minimálně invazivní chirurgii [3] nebo v moderních protézách [4].

MR kapaliny vynalezl J. Rabinow roku 1948 [5]. Skládají se z magnetizovatelných částic rozptýlených v kapalině. V přítomnosti magnetického pole se částice přeskupí tak, aby jejich póly byly orientovány souhlasně s aplikovaným magnetickým polem. V důsledku vzájemné přitažlivosti částic se tvoří vláknité shluky a změna reologických vlastností je zapříčiněna porušením těchto řetězců.

Problémem, se kterým se při aplikaci MR kapaliny můžeme setkat, je sedimentace. Částice v MR kapalině (nejčastěji železné) mají velkou hustotu, a proto mají sklon se usazovat. Sedimentace je ovlivněna mnoha faktory, např. hustotou nosné kapaliny a částic či jejich tvarem a velikostí. Řešením je zpravidla přidání aditiv, které sedimentaci omezují.

MR kapaliny mohou v budoucnu najít využití také v kosmických aplikacích, konkrétně při tlumení vibrací nákladu v kosmických nosičích (Obr. 1.1). Pro tuto příležitost je třeba zajistit, aby byla kapalina po určitou dobu funkční a co nejméně degradovaná. Nebezpečí sedimentace hrozí zejména při dlouhém skladování, při zvýšeném zrychlení při startu i po něm a při zvýšených teplotách během různých fází letu. Je vhodné, aby použitá MR kapalina měla co nejlepší sedimentační vlastnosti.



Obr. 1.1 Kosmický nosič Vega VV01 společnosti ESA [6]

2 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ

2.1 Vliv velikosti částic na sedimentaci a magnetické vlastnosti

2.1.1 Influence of particle size on the rheological properties of magnetorheological suspensions

Trendler a Böse ve svém článku [7] porovnávají vlastnosti MR kapalin s různě velkými částicemi. Byly připraveny suspenze s 30 obj. % částic karbonylu železa (CI) v silikonovém oleji s viskozitou 10 mPa·s při 25 °C s malým množstvím aditiva (mastnou kyselinou Hypermer LP1 z firmy Uniqema). Použité částice byly z firmy BASF a měly dvě různé velikosti (Obr. 2.1) – 1,8 μ m – jemné částice (obsah železa 98,2 %) a 6,7 μ m – hrubé částice (obsah železa 98,4 %). Z těchto částic byl připraven vzorek s jemnými částicemi, vzorek s hrubými částicemi a také několik vzorků se směsí těchto částic v různých poměrech.



Obr. 2.1 Snímky jemných a hrubých částic z elektronového mikroskopu [7]

Směs 67 dílů velkých částic ku 33 dílům jemných vykazuje větší MR efekt než samotné velké nebo malé částice (Obr. 2.3). Bez magnetického pole klade směs s tímto poměrem (oproti 100 % jemných částic) nízký odpor (Obr. 2.2).



Obr. 2.2 Tokové křivky při smykové rychlosti 100 s⁻¹ bez přítomnosti magnetického pole s různými poměry velkých a jemných částic [7]



Obr. 2.3 Tokové křivky MR suspenzí s různými poměry velkých a jemných částic při magnetickém poli o magnetické indukci a) 200mT, b) 600mT [7]

Výška sedimentace se měřila v odměrných válcích při pokojové teplotě, procentuální výška sedimentace byla vztažena k původní výšce suspenze při čase nula. Obr. 2.4 ukazuje, že rychlost sedimentace se zvyšuje se zvyšujícím se obsahem hrubých částic.



Obr. 2.4 Měření sedimentační stability jako závislost výšky sedimentace po sedmi dnech stání na obsahu hrubých částic v MR kapalině [7]

2.1.2 Magnetic properties of carbonyl iron particles in magnetorheological fluids

V tomto článku [17] je zkoumán vliv velikosti částic na magnetickou susceptibilitu. Čím vyšší susceptibilita, tím vyšší indukce v magnetickém poli. Použité prášky z karbonylu železa (CIP) s různou střední velikostí kulovitých částic byly zakoupeny v BASF (Německo) a ISP (USA). Podle údajů výrobce obsahuje CIP více než 97 hm. % železa a jeho hustota je 7500 kg/m³. Pro experiment byly použity zředěné tekuté vzorky (méně než 2 obj. % CIP v glycerolu o hustotě 1260 kg/m³, tj. asi 11 hm. % CIP). Susceptibilita byla zkoumána pomocí měřícího systému Bartington MS2B.

CI powder ID	Size (D50, μm)	$\chi_{\scriptscriptstyle S}$ (SI unit)	CI powder ID	Size (D50, μm)	χ_s (SI unit)	
BASF HQ ^h	1.1	1.77	BASF CC ^s	5	3.83	
BASF HF ^h	1.7	2.68	ISP S-1281 h	5	3.55	
BASF HS ^h	2	2.53	ISP R-1521 ^s	6	4.38	
BASF EW ^h	3.5	3.58	BASF OR h	6	4.68	
BASF EW *h	4.5	3.63	BASF CL ^s	6.5	4.8	
ISP S-1701 h	4.7	3.77	ISP S-1000 ^h	9	8.03	
BASF OS h	4	3.82				
^h Mechanically hard; ^s mechanically soft; [*] fractionated.						

Tab. 1 Specifická magnetická susceptibilita χ_s různých typů CIP a jejich velikost částic [17]

V grafu na Obr. 2.5 vidíme, že naměřené hodnoty z Tab. 1 mají lineární závislost. Ukázalo se tedy, že magnetická susceptibilita je lineární funkcí střední velikosti částic. Čím větší jsou částice, tím lepší jsou magnetické vlastnosti.



Obr. 2.5 Závislost specifické magnetické susceptibility na střední velikosti částic proložená přímkou [17]

2.1.3 Enhanced magnetorheological performance of highly uniform magnetic carbon nanoparticles

Na magnetické vlastnosti MR kapaliny má vliv také jednotnost použitých částic. V této studii [18] jsou použity velmi uniformní nanočástice z magnetického uhlíku (MC NPs). MC NPs jsou vyrobeny karbonizací železem dopovaných polypyrrolových nanočástic (PPy NPs). MC NPs jsou vytvořeny ve třech různých průměrných velikostech (cca 40, 60 a 90 nm, viz Obr. 2.6) a jsou použity jako disperzní materiály MR kapalin. Použité materiály (pyrrol (98%), polyvinyl alkohol, chlorid železitý a dodecyltrimetylamonium bromidu) byly zakoupeny od firmy Aldrich Chemical Co.

PPy NPs byly vyrobeny disperzní polymerací. Karbonizací těchto částic vznikly MC NPs. MR kapaliny na základě MC NPs byly připraveny disperzí suchých částic (35 obj. %) v silikonovém oleji s viskozitou 100 cSt (100 mm²·s⁻¹) bez přidání aditiv.



Obr. 2.6 Obrázky z elektronového mikroskopu: nanočástice z magnetického uhlíku s průměrnou velikostí a) 90 nm, b) 60 nm a c) 40 nm [18]

MR vlastnosti byly změřeny pomocí magnetoreometru (Obr. 2.7). Sedimentační vlastnosti byly zkoumány měřením sedimentačního poměru v závislosti na čase, viz Obr. 2.8.



Obr. 2.7 Tokové křivky různých MR kapalin s MC NPs v magnetickém poli o magnetické indukci 1 T (prázdné symboly) a bez magnetického pole (plné symboly) [18]



Obr. 2.8 Sedimentační vlastnosti MC NPs MR kapalin s třemi různými průměry [18]

MR kapaliny s MC NPs ukázaly dobré sedimentační vlastnosti. Čím menší částice, tím lepší. MR vlastnosti těchto kapalin se zlepšovaly se snižující se průměrnou velikostí MR částic (kapaliny s menšími částicemi měly vyšší hodnoty meze toku i smykového napětí, Obr. 2.7). To není v souladu s Trendlerem [7], což může být způsobeno tím, že porovnávané částice mají všechny podobnou velikost v řádech desítek nanometrů

a také tím, že kapaliny s menšími částicemi mají vyšší zdánlivou viskozitu v neaktivovaném stavu. MR kapaliny s CI částicemi z Trendlerova článku [7] vykazují výrazně lepší magnetoreologické vlastnosti. Pokud předpokládáme lineární vývoj závislosti smykového napětí na magnetické indukci, můžeme odhadnout smykové napětí při přítomnosti magnetického pole o indukci 1 T (Obr. 2.9). Na Obr. 2.10 je upravený graf (původní graf na Obr. 2.7) s tokovými křivkami různých MR kapalin s MC NPs doplněný o předpokládané hodnoty smykového napětí MR kapalin s CI částicemi [7].





Obr. 2.10 Upravený graf z Obr. 2.7 [18]; tokové křivky různých MR kapalin s MC NPs (o velikosti 40, 60 a 90 nm) a hodnoty smykového napětí při smykové rychlosti 1000 s⁻¹ v magnetickém poli o magnetické indukci 1 T (prázdné symboly) a bez magnetického pole (plné symboly)

MR kapaliny s MC NPs tedy sice zlepšily sedimentaci, ovšem jejich magnetoreologické vlastnosti jsou o mnoho horší než vlastnosti běžných MR kapalin s CI částicemi, které mají v neaktivovaném stavu znatelně nižší a v aktivovaném naopak vyšší smykové napětí.

2.1.4 Dynamic yield stress enhancement in bidisperse magnetorheological fluids

V práci Kittipoomwonga [22] jsou provedeny simulace na úrovni částic pro prošetření reologických vlastností bidisperzních MR kapalin. Bidisperzní kapaliny obsahují směs částic o dvou různých velikostech. Tyto suspenze jsou považovány za nelineárně magnetizovatelné nebrownovské koule ponořené do nemagnetizovatelné newtonovské spojité fáze. Zkoumá se vliv poměru velikostí, složení a intenzity pole na dynamickou mez toku.

Dynamické meze toku určené pomocí simulací pro monodisperzní suspenze, které provedl Kittipoomwong, jsou výrazně menší, než statické meze toku získané modelem řetězce Gindera a Davise [23]. Kvantitativní rozdíly jsou očekávány, protože simulované struktury nejsou perfektní řetězce. Tyto výsledky jsou zobrazeny v grafu na Obr. 2.11, společně s experimentálními výsledky Foistera [24] a Rankina [25]. Výsledky simulací vykazují kvalitativně podobnou závislost meze toku na objemovém podílu částic pro nízké až střední objemové podíly. Objemový podíl částic je definován jako objem částic k celkovému objemu suspenze.



Obr. 2.11 Mez toku v limitu magnetického nasycení jako funkce objemového podílu částic pro monodisperzní suspenze [22] v porovnání

V grafech na Obr. 2.12 a Obr. 2.13 se zkoumají monodisperzní a bidisperzní MR kapaliny. Bidisperzní kapaliny použité pro tato zkoumání mají poměr velikostí velkých a malých částic 2:1 a objemovým podílem velkých částic k objemovému podílu všech částic 0,75. Monodisperzní suspenze, zkoumané v Obr. 2.13 mají, stejně jako bidisperzní, objemový podíl 0,4. Bidisperzní suspenze mají při stejném objemovém podílu částic větší dynamickou mez toku než monodisperzní suspenze. Menší částice způsobují, že větší částice formují řetězcovitější shluky, než jsou v monodisperzních suspenzích.



Obr. 2.12 Dynamická mez toku monodisperzních a bidisperzních suspenzí jako funkce celkového objemového podílu částic (objem všech částic k celkovému objemu) při normalizované magnetické intenzitě 1 T [22]



Obr. 2.13 Dynamická mez toku monodisperzních a bidisperzních suspenzí jako funkce normalizované intenzity pole [22]

Z Obr. 2.14 se jeví, že se monodisperzní struktura skládá z velkých trsů, stejně jako z řetězců, které mají šířku jedné částice. Bidisperzní suspenze se skládá převážně z řetězců velkých částic o šířce jedné částice obklopených menšími částicemi. Proto je zvýšení meze toku v závislosti na celkovém objemovém podílu částic nejspíše spojené s tendencí větších částic formovat řetězcovitější shluky.



Obr. 2.14 Snímky jednovrstvé monodisperzní a jednovrstvé bidisperzní suspenze s různými poměry velikostí částic [22]

Závislost meze toku na intenzitě pole, kterou vykazují simulace monodisperzních suspenzí, je kvalitativně konzistentní s experimentálními výsledky. Simulace bidisperzních suspenzí předpovídají, že mez toku těchto suspenzí je větší, než mez toku monodisperzních suspenzí se stejným objemovým podílem částic. Toto souhlasí s experimentálními výsledky popsanými Foisterem [24].

Mikrostruktura ukazuje výkyvy v koncentraci. Zvýšená schopnost přenosu smykového napětí v bidisperzních suspenzích není spojená se zvýšeným pěchováním částic, ale spíše s tím, že menší částice způsobují formování velkých částic do více řetězcovitých shluků.

2.1.5 Bidisperse Magnetorheological Fluids using Fe Particles at Nanometer and Micron Scale

MR kapaliny popisované v této práci [26] používají směs konvenčních částic o velikosti v řádech mikrometrů a částic o velikosti v řádech nanometrů (Obr. 2.15). Rychlost usazování těchto bidisperzních kapalin je snížena díky tomu, že nanočástice zaplňují póry vytvořené mezi většími částicemi a takto snižují transport tekutiny při creepu. Toto snížení usazovací rychlosti nastává za cenu snížení maximální meze toku, která může u této MR kapaliny nastat při dosažení limitu magnetického nasycení.



Obr. 2.15 Formování řetězců v MR kapalinách [26]

Všechny bidisperzní kapaliny testované v této studii mají stejný obsah pevných železných částic a to 60 hm. %. Každý vzorek byl připraven se 77,25 g částic, 1,5 g lecitinu (použitého jako povrchově aktivní látky) a 50 g hydraulického oleje jako nosné kapaliny. Byly připraveny také dva další vzorky, jeden jen s velkými částicemi se 60 hm. % pevných látek a druhý jen s nanočásticemi se 40 hm. % pevných látek. V tabulce Tab. 2 je uvedeno všech jedenáct bidisperzních vzorků.

Tab. 2 Tabulka s obsahy mikroprášků a nanoprášků v jednotlivých vzorcích [26]

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

Měření sedimentace bylo prováděno pomocí přístroje ZATLLS (*z-axis translating laser light scattering device*), které se skládá z laseru a fotodiody, pohybujících se podél osy *z* a ze skleněného sloupce obsahujícího usazující se tekutinu (viz Obr. 2.16). Reologické testy byly prováděny pomocí reometru Paar Physica MCR 300.



Obr. 2.16 Zjednodušené schéma přístroje ZATLLS pro měření sedimentace [26]

Graf na Obr. 2.17 ukazuje, že zvýšení hm. % nanočástic vede ke zvýšení času formování rozhraní, tím pádem je zřejmé, že bidisperzní kapaliny jsou schopné zachovat stabilitu suspenze po delší čas. Pro MR kapaliny složené výhradně z nanočástic se navíc nedala rychlost formování rozhraní sedimentu změřit.



Obr. 2.17 Závislost času pro vytvoření rozhraní mezi čistou kapalinou a sedimentovanými částicemi na hmotnostních procentech nanočástic při absenci magnetického pole [26]

Na Obr. 2.18 můžeme vidět tokové křivky pro bidisperzní MR kapaliny s různými obsahy nanočástic. V grafech je pro porovnání zobrazen také Binghamův model.



Obr. 2.18 Tokové křivky pro bidisperzní MR kapaliny s různými obsahy nanočástic se zobrazeným Binghamovým modelem [26]

Přidání nanočástic podstatně snížilo míru sedimentace MR kapaliny. Nahrazení mikročástic nanočásticemi v malých koncentracích (< 15 hm. %, viz Obr. 2.19) mělo tendenci zvýšit mez toku. Při přidání více než 15 hm. % nanočástic tento trend přestává, při dalším přidávání dochází ke snížení meze toku.



Obr. 2.19 Závislosti meze toku a času zformování rozhraní na obsahu nanočástic [26]

Nejlepších výsledků je tedy možno dosáhnout při nahrazení 20 % mikročástic nanočásticemi, dojde tak k výraznému snížení míry usazování při stejné (nebo dokonce vyšší) mezi toku.

2.2 Vliv tvaru částic na sedimentaci

Naprostá většina MR kapalin obsahuje kulovité částice. Zkoumají se však i vlastnosti MR kapalin s částicemi jiného tvaru, například vločkovitého (*flake-shaped*) [9], deskovitého (*plate-like*) [8] či drátovitého (*wires*) [10].

2.2.1 The influence of particle size on the rheological properties of plate-like iron particle based magnetorheological fluids

Tato práce napsaná Shahem [8] se zabývá závislostí velikosti pouze plate-like (deskových) částic na vlastnosti MR kapalin, neporovnává výsledky s běžnými kulovými částicemi. Tyto částice vyrábí firma Industrial Metal Powder, Pune, Indie. Jako nosná kapalina je použit parafínový olej s viskozitou 64 cSt (64 mm²·s⁻¹) při 37,8 °C. Je přidáno malé množství stabilizátoru. Průměrná velikost malých částic je 2 µm, průměrná velikost velkých je 19 µm.

Bylo vytvořeno několik vzorků MR kapalin: S-MRF (kapalina s malými částicemi), L-MRF (kapalina s velkými částicemi) a tři vzorky bidisperzních MR kapalin, které jsou označeny MRF206, MRF315 a MRF 140. Jejich hmotnostní poměry (hmotnost malých částic/hmotnost velkých částic) jsou popořadě 0,67; 1,5 a 4,5. Obsah částic je ve všech vzorcích 16 obj. %. Sedimentace byla měřena v odměrných válcích. Sedimentační poměr je definován jako:

sedimentační poměr [%] =	objem supernatantu	100%	(2.1)
1 1 1	objem celé suspenze		

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

Tab 3 Rychlost usazování [8]

Údaje v Tab. 3 ukazují, že vzorek s malými částicemi vykazuje jen o málo nižší rychlost usazování než vzorek s velkými částicemi. Všechny bidisperzní vzorky sedimentují pomaleji než vzorky s jedním typem částic. Vzorek MRF206 se usazuje pomaleji než vzorek MRF315 s nižším obsahem velkých částic. Vzorek MRF140, který má z bidisperzních vzorků nejvyšší obsah velkých částic, má paradoxně nejnižší rychlost usazování ze všech vzorků. Popsané sedimentační chování plate-like částic je velmi odlišné od toho, které ve svém článku zveřejnil pro kulovité částice Trendler [7].

2.2.2 Rheological properties of soft magnetic flake shaped iron particle based and magnetorheological fluid in dynamic mode

Upadhyay [9] zpracovává téma vlivu tvaru částic (vločka) na magnetoreologické vlastnosti MR kapalin. Je testována MR kapalina s vločkovitými (*flake*) železnými částicemi (MRF-F) (Industrial Metal Powder, Pune, Indie), viz Obr. 2.20. Pro porovnání je testována MR kapalina s kulovitými CI částicemi (MRF-S) (CM grade, BASF, Německo). Průměrná velikost částic (d_{50}) je 7–8 µm a množství α -železa je větší než 97 %. Hustota částic je kolem 7,86 g/cm³. Jako nosná kapalina byl použit komerčně dostupný tekutý parafín s viskozitou 132 mPa·s a hustotou 0,89 g/cm³ při 25 °C. Bylo přidáno malé množství stabilizačního aditiva. Sedimentace byla testována s obsahem železa 10 % celkového objemu.

Vzorky byly vloženy do odměrných válců a staticky skladovány. Sledoval se objem supernatantu v čase, výsledný graf (Obr. 2.20) je závislostí sedimentačního poměru (2.1) na čase.



Obr. 2.20 a) SEM (*scanning electron microscopy*) snímek vločkových částic, b) Sedimentace v čase [9]

MRF-F má lepší sedimentační vlastnosti. Rychlost sedimentace u MRF-S je téměř dvakrát vyšší než u MRF-F, protože anizotropní tvar brání usazování. Použitá nosná kapalina má velmi vysokou viskozitu 132 mPa·s při 20 °C a hustotu 0,89 g/cm³. Pro porovnání: viskozita nosné kapaliny běžné komerčně dostupné MR kapaliny MRF 140CG od firmy LORD je asi 14,9 mPa·s při 20 °C [15] a její hustota je 0,8 g/cm³. Použitím nosné kapaliny s vysokou viskozitou a hustotou se zlepšuje sedimentační stabilita, ale zhoršují se magnetoreologické vlastnosti. Ukazuje se, že MR kapalina s vločkovitými částicemi má lepší sedimentační stabilitu než MR kapalina s kulovými částicemi, avšak má špatné magnetické vlastnosti.

2.3 Vliv povrchové úpravy na sedimentaci

Částice používané do MR kapalin mohou procházet povrchovou úpravou, například potahováním.

2.3

2.3.1 Core-shell structured polystyrene coated carbonyl iron microspheres and their magnetorheology

Suspenze z čistého CI je známá slabou disperzní stabilitou, proto byly vyvinuty CI částice potažené polystyrenem (PS/CI) [11]. Potažení bylo provedeno jednoduchou metodou disperzní polymerace [12]. Použitý styren měl 99% čistotu (Samchun Chemical, Korea). Magneticky měkké CI částice (třída CC, 99,5% železa, BASF, Německo) měly průměrnou velikost 4,5-5,2 µm a hustotu 8,0 g/cm³. Použitý silikonový olej (nosná kapalina) měl dynamickou viskozitu 100 cSt (100 mm²·s⁻¹) (KF-96, Shin-Etsu Silicone, Japonsko). Změřená hustota PS/CI částic byla 7,41 g/cm³. Byly připraveny dva vzorky, jeden s čistými CI a druhý s PS/CI částicemi. Oba s objemovým zlomkem 20 v/v%. Pro pozorování částic byl použit elektronový mikroskop (viz Obr. 2.21).



Obr. 2.21 Snímky a) CI, b)PS/CI částic z elektronového mikroskopu [11]

Sedimentace byla vyšetřována testem pomocí přístroje Turbiscan [13]. Toto měření naznačuje, že PS/CI částice jsou stabilnější než samotné CI, viz Obr. 2.22.



Obr. 2.22 Závislost prostupu světla na čase [11]

Potažené částice mají lepší sedimentační vlastnosti, ale jsou oproti běžným CI částicím drahé a při teplotním zatěžování nad cca 150 °C degradují (snížení molární hmotnosti až o 13 %, viz Obr. 2.23). Toto snížení hmotnosti naznačuje, že dochází k chemickým změnám; polystyren se vypařuje. [16].



Obr. 2.23 Křivka teplotní degradace CI částic potažených polystyrenem [16]

Zlepšení není tak výrazné, aby se pro běžné použití vyplatilo investovat do PS/CI částic.

2.3.2 Magnetorheology and sedimentation behavior of an aqueous suspension of 2.3.2 surface modified carbonyl iron particles

Povrchově modifikované částice z karbonylu železa (SMCIPs) byly syntetizovány potažením CI částic organickým reaktantem (Obr. 2.24). Z těchto částic se pak připravila suspenze se 30 obj. % SMCIPs. Vzorky této suspenze byly porovnávány se vzorky MR kapaliny se 30 obj. % čistých CI částic. Jako nosná kapalina byla v obou případech použita voda. Sedimentace byla měřena v odměrných válcích a magnetoreologické vlastnosti byly měřeny pomocí reometru ARES [20].



Obr. 2.24 Obrázky a) čistých CI částic a b) SMCIPs z elektronového mikroskopu. [20]

Na Obr. 2.25 vidíme, že míra sedimentace MR kapaliny s SMCIPs byla menší než míra sedimentace MR kapaliny s CI částicemi v celém průběhu testu. Sedimentační poměr je definován jako objem čisté tekutiny (supernatantu) nad sedimentem

ku celkovému objemu MR kapaliny. Po osmi hodinách, kdy se sedimentace obou MR kapalin ustálila, dosáhly sedimentační poměry obou kapalin maximum: 41,5 % pro MR kapalinu s čistým CIP a 28,0 % pro MR kapalinu s SMCIPs.

Snížení míry sedimentace MRF s SMCIPs je přisuzováno organickému molekulovému řetězci. Polyetherová skupina v organické molekule tvoří síťovou strukturu s molekulami vody a brzdí tím sedimentaci částic.



Obr. 2.25 Sedimentační poměr MR kapaliny s a) čistými CI částicemi a b) s SMCIPs [20]

Na Obr. 2.26 je vidět snížení meze toku při aplikovaném magnetickém poli. Toto snížení je zapříčiněno redukcí nasycení magnetizace SMCIPs. Může být také přisuzováno organickému potažení, které brání blízkému kontaktu mezi částicemi a oslabuje tím přitažlivost mezi částicemi, což vyúsťuje ve snížení meze toku.



Obr. 2.26 Mez toku jako funkce magnetické indukce pro MR kapalinu s a) CI částicemi, b) s SMCIPs [20]

Potažení organickou vrstvou velmi zlepšilo sedimentační stabilitu vodních MR kapalin za mírného snížení meze toku. Voda však pro většinu MR aplikací není vhodnou nosnou kapalinou kvůli své malé viskozitě.

2.3.3 Preparation and magnetorheological characteristics of polymer coated 2.3.3 carbonyl iron suspensions

MR kapalina byla připravena disperzí 30 obj. % CI-PMMA core-shell částic v minerálním oleji [21]. CI částice byly zapouzdřeny polymetylmetakrylátem (CI-PMMA částice). Povrch CI částic byl modifikován methakrylovou kyselinou pro vyvolání polymerizace. Tyto částice pak byly dispergovány v metanolu obsahujícím stabilizátor. Po polymerizaci a umytí metanolem byl produkt sušen při 60 °C. Vytvořila se tím core-shell struktura částic, která byla vytvořena za účelem zlepšení disperzní stability MR kapalin (Obr. 2.27). CI částice měly hustotu 7,86 g/cm³ a průměrnou velikost 2,57 µm, velikost CI-PMMA byla 2,81 µm a jejich hustota byla 1,83 g/cm³. Reologické vlastnosti byly změřeny použitím rotačního reometru.



Obr. 2.27 Obrázky a) čistého CI a b) CI-PMMA core-shell částic z elektronového mikroskopu [21]

Obr. 2.28 reprezentuje sweep magnetického pole MR kapalin s CI-PMMA a s CI částicemi. MR kapalina s CI-PMMA má nižší smykové napětí, než MR kapalina s CI částicemi, magnetické vlastnosti tak výrazně poklesly.



Obr. 2.28 Skluz magnetického pole CI a CI-PMMA částic [21]

Zkoumány byly také tokové křivky MR kapaliny s CI-PMMA částicemi (Obr. 2.29). Došlo ke zvýšení smykového napětí se zvyšující se intenzitou magnetického pole. Tokové vlastnosti (konstantní smykové napětí se zvyšující se smykovou rychlostí) byly zachovány pro všechny hodnoty intenzity magnetického pole, které byly testovány.



Obr. 2.29 Toková křivka MR kapaliny s CI-PMMA core-shell částicemi [21]

Core-shell částice nejenže snižují hustotu částic, ale také vykazují tokové chování s konstantním průběhem smykového napětí v nízkých smykových rychlostech. Magnetické vlastnosti se však použitím těchto částic zhoršily.

2.4 Vliv aditiv na sedimentaci

Přidávání aditiv je nejběžnější způsob potlačování sedimentace. Nejčastěji se jako aditivum používají disperzanty. Molekula disperzantů má jeden konec polární a jeden konec nepolární – dobře rozpustný v oleji. Konec s polární vazbou se snadno přichytí k částici. Částice obalená disperzanty se potom nemůže shlukovat a její sedimentace je výrazně omezena.

2.4.1 Characterization of sedimentation and high magnetic field flow behavior of some magnetorheological fluids

Článek Marin Lity [14] porovnává vliv přidání tří aditiv na sedimentaci výsledné MR kapaliny. Nově namíchaná MR kapalina (MRF-LM5) je porovnávána s komerčně dostupnou MR kapalinou (MRF-132DG, Lord Co., USA).

Nová kapalina MRF-LM5 obsahuje mikroprášek železa (99,5% Fe, 80 g) s velikostí částic mezi 4-6 µm a také tři komerční aditiva Thix (1,5 g), HT (1 g) a Pur 8050 (3 g) (firma Q Speciality). Hustota vybraného vzorku je 2,75 g/cm³, zastoupení železných částic je 80 hm. %. Komerční kapalina MRF-132DG obsahuje částice o velikosti 8,87 µm. Hustota je 2,98-3,18 g/cm³, obsah pevných látek je 80,98 hm. %. Oba vzorky

mají podobné strukturální chování, což ukázala rentgenová difrakce. K určení míry sedimentace byla použita analýza rentgenovým zářením.

Na Obr. 2.30 jsou grafy intenzity záření u dna vzorku. U vrcholů jsou zaznamenány odpovídající hustoty (čím nižší hustota, tím vyšší intenzita záření). MRF-LM5 má lepší sedimentační chování než MRF-132DG. Sedimentace je u něho dvakrát pomalejší.



Obr. 2.30 Sedimentace a) MRF-LM5 a b) MRF-132DG [14]

Magnetoreologický efekt je však větší u MRF-132DG, viz Obr. 2.31. Použitím MRF-LM5 tedy došlo ke zlepšení sedimentační stability, avšak magnetoreologické vlastnosti se zhoršily.



Obr. 2.31 Viskózní křivky při T=20 °C: a) MRF-LM5; b) MRF-132DG [14]

2.4.2 Single-walled carbon nanotube added carbonyl iron suspension and its <u>2.4.2</u> magnetorheology

Jednostěnné uhlíkové nanotrubice (SWNT) byly přidány do MR kapaliny s CI částicemi pro zlepšení její sedimentační stability [19]. Byla připravena typická MR kapalina s CI částicemi (BASF, Německo) o průměrné velikosti 7 µm. Jako nosná kapalina byl použit minerální olej (Aldrich, Milwaukee, USA). Do připravené MR kapaliny bylo přidáno mezery vyplňující aditivum SWNT (čistota kolem 50 %, Iljin Nanotech, Korea) o submikronové velikosti.



Obr. 2.32 Obrázek z elektronového mikroskopu a) CI částic a b) CI suspenze se směsí SWNT/CI

Obrázky z elektronového mikroskopu (Obr. 2.32) ukazují, že SWNT zaplnily meziprostory mezi CI částicemi, a tím se zlepšila sedimentační stabilita MR kapaliny. Zkoumal se sedimentační poměr (2.1) jako funkce času (Obr. 2.33).



Obr. 2.33 Závislost sedimentačního poměru na čase pro CI a CI/SWNT částice v minerálním oleji

Oproti MR kapalině s CI částicemi bez aditiva byl průběh sedimentace této kapaliny s SWNT aditivem výrazně zpomalen.

2.4.3 Magnetic carbonyl iron suspension with sepiolite additive and its magnetorheology

Sepiolit (tj. vláknitý jílový minerál) byl přidán do MR kapaliny s CI částicemi pro zlepšení sedimentace. V tomto článku [27] proběhlo zhodnocení dvou MR kapalin - se sepiolitovým aditivem a bez něj. Obě kapaliny mají stejnou koncentraci CI částic (70 hm. %), kapalina s aditivem obsahuje 0,1 hm. % sepiolitu. CI částice (BASF,

Německo) měly hustotu 7,86 g/cm³. Jako nosná kapalina byl použit minerální olej. Byly porovnávány pomocí rotačního reometru.



Obr. 2.34 Obrázky a) CI částic, b) CI/sepiolit směsi z elektronového mikroskopu [27]

Obrázky z elektronového mikroskopu (Obr. 2.34) naznačují, že sepiolit zaplnil prostory mezi CI částicemi a tím zmírnil sedimentaci, což potvrzuje graf na Obr. 2.35.



Obr. 2.35 Závislost sedimentačního profilu na čase pro CI (prázdné symboly) i CI/sepiolit (plné symboly) částice v suspenzích [27]



Obr. 2.36 Tokové křivky MR kapalin s CI částicemi (plné symboly) a CI/sepiolit směsí (prázdné symboly) [27]

Jak vidíme na Obr. 2.36, tokové křivky byly pro obě testované kapaliny různé. MR kapalina s aditivem měla lehce vyšší mez toku než kapalina bez aditiva při absenci magnetického pole. Při přítomnosti externího magnetického pole předvedly obě MR kapaliny binghamovské chování s nemizející mezí toku, dokazujíce tak zformování stabilních řetězcových struktur magnetizovaných částic.

2.4.4 Effect of graphene oxide on carbonyl-iron-based magnetorheological fluid

V této studii [28] byly použity deskové částice oxidu grafenu (GO) jako aditivum do MR kapaliny s CI částicemi pro zlepšení problému jejich sedimentace (Obr. 2.37). MR vlastnosti byly zkoumány pomocí rotačního reometru, disperzní vlastnosti pomocí přístroje Turbiscan. Pro důkladnější prošetření efektivity GO aditiva byly porovnávány různé hmotnostní zlomky GO v MR kapalině se směsí CI/GO.

GO aditivum bylo připraveno modifikovanou Hummersovou metodou [29]. MR kapaliny byly připraveny rozptýlením CI částic (BASF, Německo) v minerálním oleji (MO) (Aldrich). Zkoumány byly vzorky s různými hmotnostními zlomky GO. Koncentrace CI byla ve všech vzorcích stejná, a to 65 hm. %. Obsah GO aditiva byl testován ve třech různých koncentracích: 0,1; 0,5 a 1 hm. %.



Obr. 2.37 Obrázky z elektronového mikroskopu: a) čisté CI částice a b) směs CI/GO (0,1 hm. % GO) [28]

MR efekt u MR kapalin s CI částicemi je větší, než u MR kapalin se směsí CI/GO s 0,5 a 1,0 hm. % GO (viz Obr. 2.38). MR kapaliny se směsí CI/GO s obsahem GO 0,1 hm. % vykázaly ve stejném magnetickém poli dokonce o něco málo vyšší smykové napětí než MR kapalina s čistě CI částicemi (Obr. 2.39). Tento jev může být vysvětlen tím, že směs CI/GO částic formuje robustnější řetězce. Tyto řetězce jsou větší kvůli tomu, že GO částice vyplní mezery mezi většími CI částicemi (Obr. 2.37) [30].



Obr. 2.38 Tokové křivky MR kapalin s CI částicemi (plné symboly) a se směsí CI/GO (prázdné symboly) při různých intenzitách magnetického pole s obsahem GO a) 0,5 hm. % a b) 1,0 hm. % [28]



Obr. 2.39 Tokové křivky MR kapalin s čistými CI částicemi a se směsí CI/GO s různými hmotnostními zlomky GO při intenzitě magnetického pole 171 kA/m [28]

Na Obr. 2.40 vidíme, že prostup světla se snižoval se zvyšujícím se obsahem GO. Nejnižší/nejmenší prostup světla byl dosažen při 1 hm. % GO, což znamená, že před detektorem transmise byla větší hustota MR kapaliny, tedy pomalejší sedimentace.



Obr. 2.40 Prostup světla jako funkce času pro MR kapaliny obsahující čisté CI částice a směsi CI/GO s různými obsahy GO [28]

MR kapaliny obsahující směs CI/GO předvedly podobný MR efekt jako MR kapaliny obsahující pouze CI částice. Lehce zvýšený MR efekt byl pozorován ve směsi CI/GO s 0,1 hm. %. Disperzní stabilita byla přítomností GO aditiva zlepšena. Vysoké obsahy GO v MR kapalinách se směsí CI/GO (0,5 a 1,0 hm. %) vyřešily problém sedimentace, ale vykazovaly snížená smyková napětí.

2.4.5 MR kapalina bez aditiv

V disertační práci [15] je pro ukázku namíchána nová MR kapalina se stejným hmotnostním procentem stejně velkých železných částic jako má komerční kapalina od firmy LORD Corporation MRF-140CG (tj. 86 hm. % mikročástic železa o průměrné velikosti 1,89 µm). Na Obr. 2.41 a) vidíme MR kapalinu LORD 140CG po sedimentaci za čas 2 355 hodin a na Obr. 2.41 b) novou MR kapalinu bez aditiv po čase pouze 2 hodin. Z výsledků je patrné, že bez aditiva MR kapalina s takovýmto množstvím železa velmi rychle sedimentuje.



Obr. 2.41 Sediment a separovaná nosná kapalina a) MRF 140CG; b) MR kapalina bez aditiv za 2 hod [15]


Výsledky sedimentace kapaliny LORD 140CG jsou v grafu na Obr. 2.42.

Obr. 2.42 Výsledky sedimentace nové kapaliny MRF 140CG (růžové body – % podíl sedimentu) [15]

3 ANALÝZA PROBLÉMU A CÍL PRÁCE

Tato práce se zabývá problémem vlivu velikosti částic na rychlost sedimentace. Velikost částic je pro vlastnosti MR kapalin důležitá hlavně ze dvou důvodů. Od MR kapalin očekáváme dobré magnetoreologické vlastnosti, tj. dostatečný rozdíl smykových napětí v neaktivovaném stavu a v přítomnosti magnetického pole. Z kap. 2 vyplývá, že čím jsou částice větší, tím jsou obecně magnetoreologické vlastnosti lepší. Dále má velikost částic velký vliv na sedimentaci – s velikostí částic rychlost sedimentace roste. Proto je třeba nalézt optimální velikost částic, kdy bude MR kapalina vykazovat dobré magnetoreologické vlastnosti při přijatelné rychlosti sedimentace.

Hlavním cílem této práce je:

• experimentální určení velikosti částic různých komerčně dostupných MR kapalin a zhodnocení jejího vlivu na rychlost sedimentace

Pro splnění hlavních cílů je třeba provést tyto dílčí cíle:

- příprava vzorků a získání snímků částic testovaných MR kapalin z elektronového mikroskopu
- navržení metody měření velikosti částic
- změření velikosti dostatečného počtu částic pro získání statisticky významného vzorku a určení průměrné velikosti částic
- porovnání velikosti částic testovaných MR kapalin s rychlostí jejich sedimentace

4 MATERIÁL A METODY

4.1 Měřené kapaliny

Testované byly tyto MR kapaliny:

- výrobce Liquids Research Limited (Velká Británie)
 - MRHCCS4-A
 - MRHCCS4-B
- výrobce HaoHua (Čína)
 - o HaoHua 2.55
 - o HaoHua 3.05
 - HaoHua 3.55
- výrobce LORD Corporation (USA)
 - MRF-122EG
 - o MRF-132DG
 - o MRF-140CG

4.2 Příprava vzorků

MR kapaliny obsahovaly po delším uskladnění sediment. Je pravděpodobné, že v sedimentu jsou větší částice, proto bylo třeba po dobu 5 minut kapalinu rozmíchávat pomocí vrtačky, aby byl vzorek dostatečně reprezentativní. Kapka rozmíchané kapaliny byla vkápnuta do kádinky s hexanem p. a. a obsažené Fe částice byly několik minut v hexanu p. a. proplachovány. Omyté částice byly odebrány pomocí magnetu a vysušeny horkovzdušnou pistolí. Část těchto částic byla přenesena na grafitové nosiče vzorku pro elektronový mikroskop (Obr. 4.1). Použité laboratorní sklo bylo mezi použitími vymýváno acetonem. Z každé z 8 MR kapalin byl takto připraven 1 vzorek.

Obr. 4.1 Vzorky částic testovaných MR kapalin na grafitových nosičích



4.2

4.1

4.3 Rastrovací elektronový mikroskop SEM PHILIPS XL30 – EDAX

Vzorky byly vloženy do rastrovacího elektronového mikroskopu SEM PHILIPS XL30 – EDAX (Obr. 4.2) a pozorovány. Z různých míst vzorku byly následně pořízeny 3 snímky od každého z 8 vzorků, celkem bylo tedy pořízeno 24 snímků se zvětšením 2000x nebo 4000x dle velikosti částic. Všechny snímky měly velikost 712 x 484 pixelů. U každého ze vzorků byla také provedena chemická mikroanalýza.



Obr. 4.2 Rastrovací elektronový mikroskop SEM PHILIPS XL30 – EDAX

4.4 Postup analýzy dat

Pro určení průměrné velikosti částic bylo třeba změření velikosti dostatečného počtu částic u každé testované MR kapaliny. Bylo zkontrolováno, že naměřené hodnoty zhruba odpovídají normálnímu rozdělení a tím se zmenšila pravděpodobnost chybného měření.

4.4.1 Ruční měření velikosti částic

Pomocí pravítka byly změřeny velikosti všech rozlišitelných částic vzorku 1 a 2 (MR kapaliny MRHCCS4-A a MRHCCS4-B od výrobce Liquids Research Limited), tedy na 6 snímcích. Celkem bylo ručně změřeno 2502 hodnot. Tyto hodnoty byly zapsány do programu Microsoft Excel a v něm také byly dále zpracovávány – pomocí měřítka byly spočteny skutečné velikosti částic, byl sestrojen histogram znázorňující distribuci dat a také se spočetla průměrná velikost částic dané MR kapaliny.

4.4.2 Měření velikosti částic pomocí programu Matlab

V programu Matlab byl sepsán skript, který generuje počet a velikost částic. Byl vyvinut tak, aby odpovídal ručně naměřeným výsledkům ze vzorku 1. Následně byl použit také na vzorek 2 a díky hodnotám z ručního měření mohlo dojít k porovnání obou metod a zhodnocení správnosti skriptu.

Postup vzniku skriptu je znázorněn pomocí schématu na Obr. 4.3. Použita byla funkce Matlabu *imfindcircles*, která je určena pro identifikování kružnic. Do této funkce vstupuje mnoho faktorů, které ovlivňují výsledek, konkrétně obrázek (*image*), který je pro funkci použit a také samotné nastavení *imfindcircles* – zejména rozsah poloměrů vyhledávaných kružnic, citlivost funkce a nastavení *EdgeThreshold* (ET). Možnosti vyvolání této funkce vypadají následovně:

[c, r] = imfindcircles(image, radiusRange, 'Sensitivity', 'EdgeThreshold', 'ObjectPolarity', 'Method')

Výstupní hodnoty *c* (*centers*) a *r* (*radii*) značí polohy středů a poloměry nalezených kružnic. O významu a nastavení vstupních hodnot je pojednáno dále.

4.4.2



Obr. 4.3 Schéma postupu při vývoji skriptu na měření velikosti částic v programu Matlab

Nejprve bylo třeba vhodně upravit obrázky, tj. snímky vzorku 1. Bylo odstraněno písmo z dolní informační lišty, které by mohlo představovat falešné kružnice. Vyzkoušeny byly dále různé hodnoty kontrastu, jasu a filtru *Sharpen*. Obrázky byly upravovány v grafickém editoru GIMP. Kontrast, jas i *Sharpen* byly jednotlivě nastavovány na tři až čtyři různé hodnoty a takto upravené snímky byly použity pro funkci *imfindcircles* s konstantním nastavením citlivosti 0,85 a s výchozí hodnotou ET. Vhodnost těchto nastavení byla hodnocena subjektivně, podle počtu "falešných" kružnic, tj. kružnic, které funkce *imfindcircles* nalezla nesprávně. Na Obr. 4.4 vidíme například výsledek s kontrastem 0 a na Obr. 4.5 výsledek s kontrastem 45. Na základě tohoto hodnocení byly vybrány tyto hodnoty: kontrast 45, jas 0 a filtr *Sharpen* 0.



Obr. 4.4 Funkcí imfindcircles nalezené kružnice při použití snímku s kontrastem 0



Obr. 4.5 Funkcí imfindcircles nalezené kružnice při použití snímku s kontrastem 45

Pomocí funkce *imdistline*, která do obrázku vloží nástroj pro změření určité vzdálenosti v pixelech, bylo zjištěno, že u snímků se zvětšením 2000x odpovídá 10 μ m 156 pixelům (u snímků se zvětšením 4000x odpovídá 156 pixelům 5 μ m). Rozsah vyhledávaných poloměrů byl stanoven z nejmenšího a největšího ručně naměřeného poloměru částice – rozsah byl zvolen (2;100) tak, aby obsahoval obě tyto hodnoty a dával případně prostor i pro menší, či větší částice na ostatních snímcích (zvláště horní hodnota intervalu byla stanovena na hodnotu téměř dvakrát vyšší, než byl nejvyšší ručně změřený poloměr). Tento rozsah bylo podle nápovědy programu Matlab nutné vhodně rozdělit a použít více funkcí *imfindcircles* za sebou. Rozsah měl být rozdělen tak, aby pro jednotlivé intervaly platilo: $R_{max} < 3*R_{min}$ a také ($R_{max} - R_{min}$) < 100, kde R_{max} je horní a R_{min} dolní hranice intervalu. Proto byly zvoleny 4 intervaly vyhledávaných poloměrů: (2;5), (6;10), (11;33), (34;100). V programu Microsoft Excel byly vypočítány četnosti ručně naměřených částic vzorku 1 (Tab. 4) v jednotlivých intervalech.

Název	Interval	Četnosti ručn	čně naměřených částic vzorku 1			
intervalu	[pixel]	Snímek 11801	Snímek 11802	Snímek 11803		
-	0 - 2	0	0	0		
pocet1	2 - 5	27	39	32		
pocet2	6 - 10	60	89	83		
pocet3	11 - 33	196	204	168		
pocet4	34 - 100	13	11	2		
-	více než 100	0	0	0		

 Tab. 4 Četnosti ručně naměřených částic vzorku 1

Funkce *imfindcircles* má kromě nastavení citlivosti a *EdgeThreshold* také možnost nastavení *ObjectPolarity* a *Method*. *ObjectPolarity* určuje polaritu objektů, kolem kterých má tato funkce kružnice nacházet. Toto nastavení nebylo upravováno, neboť při jeho výchozí hodnotě jsou hledány světlé předměty na tmavém pozadí, jako tomu je u snímků všech vzorků. *Method* je nastavení metody hledání, které bylo nastaveno na metodu *TwoStage*, která, podle nápovědy programu Matlab, nachází více kružnice.

Dále bylo třeba nastavit citlivost funkce *imfindcircles*, což je jedna z nejdůležitějších hodnot, které velmi ovlivňují výsledek. Může být nastavena jako číselná hodnota mezi 0 a 1, čím větší, tím více kruhových objektů *imfindcircles* detekuje, zvětšuje se s ní však také riziko falešných nálezů. Citlivost se nastavovala s obrázkem s kontrastem 45 (k45) a s výchozí hodnotou ET. Nejprve byla nastavena zvlášť u každého snímku ve všech intervalech tak, aby nalezené počty částic přesně odpovídaly počtům ručně naměřených částic. Tyto citlivosti byly poté zprůměrovány (průměrná citlivost cp, Tab. 5). Při použití výsledné průměrné citlivosti sice počty nesedí přesně, ale přibližně odpovídají u všech třech snímků, viz Tab. 6.

Ostatní nastavení:	Interval							
k45, ET = default	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100				
Citlivost – snímek	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4				
citlivost 1 – 11801	0,83280	0,88250	0,94520	0,95045				
citlivost 2 – 11802	0,83700	0,89300	0,94735	0,94400				
citlivost 3 – 11803	0,81600	0,88800	0,93300	0,93500				
průměrná citlivost = cp	0,82860	0,88783	0,94185	0,94315				

Tab. 5 Výběr průměrné citlivosti (cp)

Tab. 6 Odchylky počtů a průměrných velikostí částic jednotlivých snímků měřených ručně a pomocí programu Matlab s nastavením průměrné citlivosti (cp)

Ostatní nastavení: k45, ET = default		Interval, p		Celkem	Průměrná	
Snímek, nastavení	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	částic	venkost
	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		[μIII]
Citlivost cp	0,82860	0,88783	0,94185	0,94315		
11801 ručně	27	60	196	13	296	2,12
11801 cp	24	74	183	5	286	1,77
11802 ručně	39	89	204	11	343	1,80
11802 ср	28	77	182	10	297	1,81
11803 ručně	32	83	168	2	285	1,76
11803 ср	47	83	182	4	316	1,63
	Odch	nylka cp a	ručního m	ěření		
11801	-3	14	-13	-8	-10	-0,35
11802	-11	-12	-22	-1	-46	0,01
11803	15	0	14	2	31	-0,13
Průměrná odchylka	9,67	8,67	16,33	3,67	29,00	0,17

ET určuje úroveň gradientu pro určení okrajových pixelů kružnice. Zvyšováním této hodnoty jsou zvyšovány nároky na definovanost okraje. *EdgeThreshold* bylo nastavováno (s obrázkem s kontrastem 45 a citlivostí cp) nejprve u snímku 11801 – bylo zde postupně nastaveno 9 různých hodnot (Tab. 7) s cílem najít takovou hodnotu, u které bude celkový počet částic zhruba podobný s ručně změřeným a zároveň bude průměrná velikost blízká změřené průměrné velikosti. Podle těchto hledisek byly ze zkoušených hodnot vybrány 3, které byly vyzkoušeny také na snímky 11802 a 11803 (Tab. 8).

Ostatní nastavení: k45, cp		Interval, p	Celkem	Průměrná valikost		
Snímelz nastavení	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	částic	venkost
Similer, nastavem	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		[μm]
11801 ručně	27	60	196	13	296	2,12
11801 cp, ET = default	24	74	183	5	286	1,77
11801 cp, ET = 0,5	0	0	60	0	60	2,14
11801 cp, ET = 0,4	1	12	108	0	121	2,02
11801 cp, ET = 0,25	25	77	187	6	295	1,78
11801 cp, ET = 0,2	64	116	219	12	411	1,68
11801 cp, ET = 0,225	39	98	201	10	348	1,73
11801 cp, ET = 0,24	28	87	193	8	316	1,76
11801 cp, ET = 0,245	25	81	190	8	304	1,80
11801 cp, ET = 0,248	25	78	190	7	300	1,79
11801 cp, $ET = 0,249$	25	78	189	7	299	1,79

Tab. 7 Výběr hodnoty ET u snímku 11801

 Tab. 8 Výběr hodnoty ET u snímků 11802 a 11803

Ostatní nastavení: k45, cp	Ir	nterval, p	Celkem	Průměrná		
Snímal nastavaní	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	částic	[um]
Sinner, nastaveni	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		[μm]
11802 ručně	39	89	204	11	343	1,80
11802 cp, ET = default	28	77	182	10	297	1,81
11802 cp, ET = 0,25	23	71	175	7	276	1,80
11802 cp, ET = 0,245	27	75	179	9	290	1,79
11802 cp, ET = 0,249	25	72	175	9	281	1,80
11803 ručně	32	83	168	2	285	1,76
11803 cp, $ET = default$	47	83	182	4	316	1,63
11803 cp, ET = 0,25	17	38	147	1	203	1,79
11803 cp, ET = 0,245	17	41	150	1	209	1,79
11803 cp, ET = 0,249	17	38	149	1	205	1,80

Pro tři vybrané hodnoty ET a výchozí ET byly spočteny průměrné odchylky programu Matlab s nastaveným daným ET a ručního měření všech snímků (Tab. 9).

Ostatní nastavení:	Průměrná odchylka daného nastavení a ručního měření						
к45, ср	I	nterval, po	Callrom	Průměrná			
ET	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Celkelli částic	velikost	
	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4	castic	[µm]	
ET = default	9,67	8,67	16,33	3,67	29,00	0,166	
ET = 0,25	11,00	26,67	19,67	4,00	50,00	0,124	
ET = 0,245	9,67	25,67	16,33	2,67	45,67	0,117	
ET = 0,249	10,33	26,67	18,33	3,00	48,33	0,123	

Tab. 9 Průměrné odchylky programu Matlab s nastavením ET a ručního měření všech snímků pro různá ET

V Tab. 9 vidíme, že nejmenší rozdíl mezi spočtenou a ručně změřenou průměrnou velikostí měla hodnota ET = 0,245, proto byla vybrána.

Nastavení obrázku a funkce *imfindcircles* (kontrast u obrázku k45, průměrná citlivost cp a nastavené ET) bylo nazváno cpET. Bylo také uvažováno o použití funkce *edge*, která na obrázku nalezne a zobrazí pouze okraje. Toto se však neosvědčilo (viz Příloha č. 2 – Postup vývoje skriptu při využití detekce hran). Na konci zkoumání optimálního nastavení bylo těchto 5 nastavení:

- cp úprava obrázku k45, citlivost cp, výchozí hodnota ET
- cpET nastavení cp s optimální hodnotou ET
- cpS úprava obrázku k45, průměrná citlivost funkce *imfindcircles* s *Edge Detection* – optimální metoda *Sobel*, nastavení *Threshold* funkce *edge* výchozí
- cpST nastavení cpS s optimální konstantní hodnotou Threshold
- cpSTET nastavení cpST s optimální hodnotou ET

Tato nastavení byla použita na všechny snímky vzorků 1 a 2. V tabulce Tab. 10 vidíme porovnání průměrných odchylek vypočtených hodnot s těmito nastaveními a ručně naměřených hodnot. V této tabulce jsou zvýrazněna minima. Nejvhodnějším nastavením bylo seznáno nastavení cpET.

Nastavení	Průn	něrná odch	ylka dané	ho nastaven	í a ručníh	o měření
obrázku: k45		Interval,	počet část	ic	Caller	Průměrná
Daná nastavaní	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Celkem částic	velikost
Dane nastaveni	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4	castic	[µm]
		V	zorek 1			
ср	9,67	8,67	16,33	3,67	29,00	0,17
cpET	9,67	25,67	16,33	2,67	45,67	0,12
cpS	11,33	4,67	12,33	5,33	13,67	0,17
cpST	1,67	16,67	6,33	3,67	21,00	0,16
cpSTET	15,00	22,33	22,33	4,33	62,67	0,14
		V	zorek 2			
ср	12,67	13,00	8,67	1,33	5,67	0,05
cpET	28,33	11,67	20,33	2,33	52,67	0,03
cpS	12,33	16,33	21,00	2,00	48,33	0,05
cpST	13,67	16,33	27,33	2,33	47,67	0,07
cpSTET	44,67	60,33	75,00	6,33	185,00	0,13

Tab. 10 Přehled průměrných odchylek daného nastavení a ručního měření pro vzorky 1 a 2

5 VÝSLEDKY

Jako nejlepší postup při detekování kružnic pomocí programu Matlab bylo zvoleno nastavení cpET. To bylo použito na všech osm vzorků. Kapaliny od výrobce HaoHua byly na pohled menší, proto byly jejich snímky pořízeny se zvětšením 4000x (ostatní měly zvětšení 2000x). Z tohoto důvodu musel být pro tyto snímky skript upraven (viz. Příloha č. 1 - Použitý skript). Tato kapitola obsahuje vždy vybraný výsledný snímek daného vzorku, zbylé snímky viz Příloha č. 3 – Výsledné snímky. Výsledky měření sedimentace byly převzaty z [31].

5.1 Výrobce Liquids Research Limited (Velká Británie)

5.1.1 MRHCCS4-A

MRHCCS4-A		Interval,	počet částio	0	Callson	Průměrná
(přiblížení 2000x)	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Celkem částic	velikost
Snímek	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		[µm]
Citlivost cpET (cp)	0,82860	0,88783	0,94185	0,94315		
11801	25	81	190	8	304	1,80
11802	27	75	179	9	290	1,79
11803	17	41	150	1	209	1,79
Průměrná hodnota	23,00	65,67	173,00	6,00	267,67	1,80
Maximální rozdíl prů	měrných	velikostí				0,01

Tab. 11 Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny MRHCCS4-A



Obr. 5.1 Nalezené kružnice na snímku 11801 (zvětšení 2000x)

5.1

5.1.2 MRHCCS4-B

MRHCCS4-B		Interval,	počet částio	c	Callton	Průměrná
(přiblížení 2000x)	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Celkelli částic	velikost
Snímek	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4	- castic	[µm]
Citlivost cpET (cp)	0,82860	0,88783	0,94185	0,94315		
11805	23	89	211	7	330	1,74
11806	26	80	199	1	306	1,69
11807	22	83	218	8	331	1,81
Průměrná hodnota	23,67	84,00	209,33	5,33	322,33	1,75
Maximální rozdíl prů	iměrných	velikostí				0,12

Tab. 12 Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny MRHCCS4-B



Obr. 5.2 Nalezené kružnice na snímku 11806 (zvětšení 2000x)



5.1.3 Sedimentace MR kapalin od výrobce Liquids Research Limited

Obr. 5.3 Graf závislosti podílu sedimentu na čase MR kapalin od firmy Liquids Research Limited

5.2 Výrobce HaoHua (Čína)

5.2.1 HaoHua 2.55

HaoHua 2.55		Interval,	počet částio	0	Collian	Průměrná
(přiblížení 4000x)	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	částic	velikost
Snímek	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		[µm]
Citlivost cpET (cp)	0,82860	0,88783	0,94185	0,94315		
11840	1	10	73	6	90	1,19
11841	6	22	80	2	110	0,97
11842	8	37	94	2	141	0,90
Průměrná hodnota	5,00	23,00	82,33	3,33	113,67	1,00
Maximální rozdíl prů	iměrných	velikostí				0,29

Tab. 13 Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny HaoHua 2.55



Obr. 5.4 Nalezené kružnice na snímku 11841 (zvětšení 4000x)

5.2.2 HaoHua 3.05

HaoHua 3.05		Interval,	počet částio	c	Callrom	Průměrná
(přiblížení 4000x)	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Celkelli částic	velikost
Snímek	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4	castic	[µm]
Citlivost cpET (cp)	0,82860	0,88783	0,94185	0,94315		
11843	3	36	120	4	163	0,96
11844	8	21	137	2	168	0,97
11845	0	21	87	2	110	0,99
Průměrná hodnota	3,67	26,00	114,67	2,67	147,00	0,97
Maximální rozdíl prů	ìměrných	velikostí				0,03

Tab. 14 Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny HaoHua 3.05



Obr. 5.5 Nalezené kružnice na snímku 11844 (zvětšení 4000x)

5.2.3 HaoHua 3.55

HaoHua 3.55		Interval,	počet části	0	Callcom	Průměrná
(přiblížení 4000x)	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Čéstic	velikost
Snímek	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4	castic	[µm]
Citlivost cpET (cp)	0,82860	0,88783	0,94185	0,94315		
11846	4	16	132	1	153	1,00
11847	5	21	119	3	148	1,01
11848	6	23	95	5	129	0,99
Průměrná hodnota	5,00	20,00	115,33	3,00	143,33	1,00
Maximální rozdíl prů	ùměrných	velikostí				0,02

Tab. 15 Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny HaoHua 3.55



Obr. 5.6 Nalezené kružnice na snímku 11846 (zvětšení 4000x)



5.2.4 Sedimentace MR kapalin od výrobce HaoHua

Obr. 5.7 Graf závislosti podílu sedimentu na čase MR kapalin od firmy HaoHua

5.2.4

5.3 Výrobce LORD Corporation (USA)

5.3.1 MRF-122EG

 Tab. 16 Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny MRF-122EG

MRF-122EG	Interval, počet částic				Callson	Průměrná
(přiblížení 2000x)	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Celkem částic	velikost
Snímek	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4	Castic	[µm]
Citlivost cpET (cp)	0,82860	0,88783	0,94185	0,94315		
11850	8	24	89	7	128	2,07
11851	8	30	104	2	144	1,84
11852	9	33	126	5	173	1,96
Průměrná hodnota	8,33	29,00	106,33	4,67	148,33	1,95
Maximální rozdíl prů	iměrných	velikostí				0,23



Obr. 5.8 Detekované kružnice na snímku 11852 (zvětšení 2000x)

5.3.2 MRF-132DG

MRF-132DG	Interval, počet částic				Průměrná	
(přiblížení 2000x)	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Celkem částic	velikost
Snímek	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4	Castic	[µm]
Citlivost cpET (cp)	0,82860	0,88783	0,94185	0,94315		
11853	4	24	117	0	145	1,93
11854	10	31	147	4	192	1,89
11855	6	42	141	0	189	1,82
Průměrná hodnota	6,67	32,33	135,00	1,33	175,33	1,88
Maximální rozdíl prů	ůměrných	velikostí				0,11

Tab. 17 Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny MRF-132DG



Obr. 5.9 Nalezené kružnice na snímku 11854 (zvětšení 2000x)

5.3.3 MRF-140CG

MRF-140CG		Interval,	Callcom	Průměrná		
(přiblížení 2000x)	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Celkelli částic	velikost
Snímek	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4	Castic	[µm]
Citlivost cpET (cp)	0,82860	0,88783	0,94185	0,94315		
11856	8	34	144	4	190	1,89
11857	11	31	139	2	183	1,93
11858	10	51	143	9	213	1,95
Průměrná hodnota	9,67	38,67	142,00	5,00	195,33	1,93
Maximální rozdíl prů	ìměrných	velikostí				0,06

Tab. 18 Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny MRF-140CG



Obr. 5.10 Nalezené kružnice na snímku 11858 (zvětšení 2000x)



5.3.4 Sedimentace MR kapalin od výrobce Lord Corporation

Obr. 5.11 Graf závislosti podílu sedimentu na čase MR kapalin od firmy LORD Corporation

59

6 DISKUZE

Ručně naměřené hodnoty vzorku 1 (MR kapalina MRHCCS4-A) byly použity pro vývoj a odladění skriptu. Hodnoty z ručního měření vzorku 2 (MR kapalina MRHCC4-B) byly využity k porovnání s výsledky měření programu Matlab. Rozdíl mezi těmito dvěma byl dostatečně malý, proto byl skript zhodnocen jako vyhovující. V Tab. 19 a Tab. 20 vidíme srovnání ručně naměřených hodnot s hodnotami vypočtenými programem Matlab při použití výsledného skriptu. Z této je jasné, že skript pro vzorek 2 vykazuje výsledky průměrných velikostí ještě přesnější, než pro vzorek 1. Průměrná odchylka průměrné velikosti nastavení cpET a ručního měření je u prvního vzorku 0,12 μm; zatímco u vzorku 2 je to jen 0,03 μm. Maximální odchylka průměrné velikosti u vzorku 1 (snímek 11801) má hodnotu 0,32 μm a u vzorku 2 (snímek 11807) je to 0,07 μm. Odchylky v celkovém počtu změřených částic se u obou vzorků pohybují kolem 50 částic a u všech snímků kromě 11801 detekovala funkce *imfindcircles* kružnic méně, než jich bylo naměřeno ručně.

Nastavení cpET: k45, citlivost cp, ET = 0,245	Interval, počet částic				Celkem	Průměrná velikost
Snímek nastavení	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	castic	[µm]
Sinner, nastaveni	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		
	Vz	zorek 1 - N	IRHCCS4	-A		
11801 ručně	27	60	196	13	296	2,12
11801 cpET	25	81	190	8	304	1,80
11802 ručně	39	89	204	11	343	1,80
11802 cpET	27	75	179	9	290	1,79
11803 ručně	32	83	168	2	285	1,76
11803 cpET	17	41	150	1	209	1,79
Odchy	lka nastav	ení cpET a	ručního n	něření u vz	zorku 1	
11801	-2	21	-6	-5	8	-0,32
11802	-12	-14	-25	-2	-53	-0,01
11803	-15	-42	-18	-1	-76	0,03
Průměrná odchylka	9,67	25,67	16,33	2,67	45,67	0,12

 Tab. 19 Srovnání ručně naměřených a programem Matlab vypočtených hodnot u vzorku 1

Nastavení cpET: k45, citlivost cp, ET = 0,245	Interval, počet částic			Celkem	Průměrná velikost	
Snímek nastavení	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	castic	[µm]
Sinner, nastaveni	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		
	Vz	zorek 2 - N	IRHCCS4	-B		
11805 ručně	54	98	245	11	408	1,76
11805 cpET	23	89	211	7	330	1,74
11806 ručně	51	95	212	3	361	1,68
11806 cpET	26	80	199	1	306	1,69
11807 ručně	51	94	204	7	356	1,74
11807 cpET	22	83	218	8	331	1,81
Odchy	lka nastav	ení cpET a	ručního n	něření u vz	zorku 2	
11805	-31	-9	-34	-4	-78	-0,02
11806	-25	-15	-13	-2	-55	0,01
11807	-29	-11	14	1	-25	0,07
Průměrná odchylka	28,33	11,67	20,33	2,33	52,67	0,03

Tab. 20 Srovnání ručně naměřených a programem Matlab vypočtených hodnot u vzorku 2

To, že při měření kružnic programem Matlab bylo povětšinou detekováno méně kružnic než při ručním měření, je pravděpodobně tím, že při vývoji funkce *imfindcircles* byla postupně snižována citlivost tak, aby se omezily "falešné" kružnice na minimum a aby byly nacházeny téměř výhradně kružnice, které opravdu odpovídají jednotlivým částicím. Při ručním měření byly vyhodnoceny i některé méně zřetelné částice, proto jich bylo naměřeno více.

Důvodem relativně velké odchylky průměrné velikosti snímku 11801 je nejspíše to, že pro jeho pořízení bylo vybráno místo s velkou hustotou částic (ze všech snímků má 11801 hustotu částic největší, viz Obr. 6.1 vlevo – což je patrně i důvodem, proč zde bylo detekováno více částic, než při ručním měření). Na tomto snímku jsou částice přes sebe a správnost detekce je tímto pravděpodobně omezena.



Obr. 6.1 Snímek 11801 s velkou hustotou částic (MR kapalina MRHCCS4-A) a snímek 11806 s běžnou hustotou částic (MR kapalina MRHCCS4-B)

Výrobce velikost částic většinou neudává, je to patrné např. v katalogových listech firmy LORD Corporation pro MR kapalinu MRF-122EG [32]. Přesto byly před samotným měřením určité odhady – ještě před vložením vzorků do mikroskopu bylo

předpokládáno, že částice v kapalinách od výrobce HaoHua budou menší, než částice v ostatních kapalinách. To kvůli tomu, že právě vzorky kapalin od firmy HaoHua špinily nejvíce (menší částice lépe ulpívají na kůži či látce). Po zhlédnutí snímků se tento předpoklad ještě upevnil, jelikož na pohled byly částice v kapalinách od HaoHua menší, než větší částice od firem Liquids Research Limited a LORD Corporation.

Z kap. 2 Přehled současného stavu poznání vyplývá, že sedimentační vlastnosti se se snižující se velikostí částic zlepšují, zatímco magnetoreologické naopak. V tabulce Tab. 21 můžeme vidět hodnoty počtů částic (vždy na všech třech snímcích jedné MR kapaliny) a hodnoty průměrných velikostí jednotlivých MR kapalin seřazených vzestupně podle průměrné velikosti částic. Kapalina HaoHua 3.05 měla nejnižší hodnotu průměrné velikosti, od kapalin HaoHua 2.55 a HaoHua 3.55 se však tato hodnota lišila jen přibližně o tři setiny mikrometru. Největší částice vyšly u kapaliny MRF-122EG. Druhé největší částice byly nalezeny u kapaliny MRF-140CG, jejíž hodnota průměrné velikosti vyšla také jen o asi tři setiny mikrometru méně, než u MRF-122EG. Z těchto výsledků můžeme předpokládat, že MR kapaliny od jednoho výrobce mají stejnou velikost částic. Naměřené rozdíly mohou vznikat chybou při detekování kružnic či rozdílnou výrobní šarží MR kapalin.

Nastavení cpET:		Interval, p	očet částic	2		Průměrná
k45, citlivost cp, ET = 0,245	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Celkem částic	velikost
MR kapalina	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		[μm]
HaoHua 3.05	11	78	344	8	441	0,97
HaoHua 2.55	15	69	247	10	341	1,00
HaoHua 3.55	15	60	346	9	430	1,00
MRHCCS4-B	71	252	628	16	967	1,75
MRHCCS4-A	69	197	519	18	803	1,80
MRF-132DG	20	97	405	4	526	1,88
MRF-140CG	29	116	426	15	586	1,93
MRF-122EG	25	87	319	14	445	1,95

Tab. 21 Hodnoty počtů částic (vždy na všech třech snímcích) a průměrné velikosti částic jednotlivých MR kapalin seřazených vzestupně podle průměrné velikosti částic





Na Obr. 6.2 můžeme vidět porovnání sedimentačních vlastností všech zkoumaných MR kapalin. V legendě jsou v závorce uvedena čísla, která značí pořadí v řazení kapalin od kapaliny s nejmenší hodnotou průměrné velikosti (HaoHua 3.05) až po kapalinu s největší hodnotou průměrné velikosti (MRF-122EG). Nejlepší sedimentační vlastnosti vykazuje kapalina HaoHua 2.55, jejíž průměrná velikost částic vyšla těsně jako druhá nejmenší. Nejvíce sedimentuje kapalina MRF-122EG, která má podle výsledků největší částice.

Sedimentaci však ovlivňuje mnoho dalších faktorů. Je známé [33], že řidší kapaliny sedimentují rychleji než hustší, proto by se měly porovnávat kapaliny se stejnou (nebo alespoň velmi podobnou) koncentrací železných částic, tj. MRHCCS4-A, HaoHua 2.55 a MRF-122EG (skupina I), dále MRHCCS4-B, HaoHua 3.05 a MRF-132DG (skupina II) a nakonec HaoHua 3.55 a MRF-140CG (skupina III). Údaje o koncentracích či hustotách MR kapalin od firem Liquids Research Limited

a LORD Corporation byly převzaty z [34] a [35], MR kapaliny od firmy HaoHua mají hodnotu hustoty v g/cm³ v názvu.



Obr. 6.3 Porovnání sedimentačních vlastností MR kapalin skupiny I (MRHCCS4-A, HaoHua 2.55 a MRF-122EG)



Obr. 6.4 Porovnání sedimentačních vlastností MR kapalin skupiny II (MRHCCS4-B, HaoHua 3.05 a MRF-132DG)



Obr. 6.5 Porovnání sedimentačních vlastností MR kapalin skupiny III (HaoHua 3.55 a MRF-140CG)

Za předpokladu, že jeden výrobce používá pro všechny MR kapaliny jednu velikost částic, může být konstatováno, že výrobce HaoHua používá částice nejmenší, větší částice používá Liquids Research Limited a největší částice obsahují MR kapaliny od firmy LORD Corporation. Na Obr. 6.3, Obr. 6.4 a Obr. 6.5 vidíme, že MR kapaliny s většími částicemi opravdu sedimentují rychleji.

Jak již bylo řečeno, řidší kapaliny obecně sedimentují rychleji než hustší. Toto však neplatí u kapalin od firmy HaoHua (viz Obr. 5.7 a Obr. 6.2). Může to být způsobeno tím, že u těchto kapalin je část železných kulovitých částic nahrazena částicemi ve tvaru mikrovláken (Obr. 6.6), což ovlivňuje výsledné vlastnosti těchto MR kapalin.

Jedním z nejvýznamnějších faktorů, které ovlivňují sedimentaci MR kapalin, jsou přidaná aditiva, která jistě obsahují všechny zkoumané kapaliny. Jak je zřejmé z podkap. 2.4.5, MR kapalina bez aditiv má sedimentační vlastnosti velmi špatné a není v praxi použitelná.



Obr. 6.6 Trubicovité útvary na snímku 11840 vzorku HaoHua 2.55

7 ZÁVĚR

Hlavním cílem této práce bylo experimentální určení velikosti částic osmi MR kapalin od tří různých výrobců (Tab. 22). Tento cíl byl splněn skrze několik dílčích úkolů – nejprve byly připraveny vzorky daných MR kapalin, které umožnily pořízení tří snímků od každého ze vzorků. Částice na snímcích dvou vzorků byly poté přeměřeny ručně – ruční měření jednoho vzorku bylo použito při vývoji a odlaďování skriptu v programu Matlab, zatímco ruční měření druhého vzorku bylo využito jako reference výsledků skriptu. Výsledné hodnoty velikostí částic byly poté porovnány se sedimentačními vlastnostmi jednotlivých MR kapalin.

Výrobce	MR kapalina	Průměrná velikost částic [µm]
	HaoHua 3.05	0,97
HaoHua	HaoHua 2.55	1,00
	HaoHua 3.55	1,00
Liquids Research Limited	MRHCCS4-B	1,75
	MRHCCS4-A	1,80
	MRF-132DG	1,88
LORD Corporation	MRF-140CG	1,93
	MRF-122EG	1,95

 Tab. 22 Průměrné velikosti částic zkoumaných MR kapalin spočtené programem Matlab

Použitý skript přinesl uspokojující výsledky a je vhodný pro další použití. Bylo v něm optimalizováno mnoho různých vstupů – kromě nastavení hlavní funkce *imfindcircles* (tj. detekce kružnic) bylo testováno i použití snímku upraveného pomocí detekce hran (*Edge Detection*) – tedy snímku, na kterém byly zobrazeny jen hrany částic (viz Příloha č. 2 – Postup vývoje skriptu při využití detekce hran).

Možnost zpřesnění výsledků skriptu by mohla spočívat v rozdělení posledního intervalu poloměrů hledaných kružnic, který byl použit při zadávání funkce *imfindcircles*. Tento interval, (34;100), je poměrně rozsáhlý, přesto, že splňuje podmínky dané v nápovědě programu Matlab. Jeho rozdělení by mohlo zmenšit chybu výsledků. Lepších výsledků bylo dosaženo při použití snímků s menší hustotou částic, těch, na kterých bylo zřetelné černé pozadí grafitového nosiče. Dále hraje roli také rozlišení obrázku – snímky zde použité měly velikost 712 x 484 pixelů, což není mnoho. Použití snímků s větším rozlišením by vedlo ke zpřesnění výsledků (nejmenší použitý interval hledaných kružnic vyvolával v Matlabu varovné hlášení, že jsou hledány velmi malé hodnoty). Větší rozlišení by také mohlo způsobit lepší výsledky při použití *Edge Detection* – při ostřejším obrazu by detekované hrany byly přesnější.

8 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] BURSON, K., LORD MR Damping Solutions for Automotive Applications, Vehicle Dynamic Expo Presentation, May 2006.
- [2] Yang, G., Spencer, B., F., Carlson, J., D., Sain, M., K., Large-scale MR fluid dampers: modeling and dynamic performance considerations, Engineering Structures, March 2002, vol. 24, no. 3, s. 309-323
- [3] OH, J S, J K KIM, S R LEE, S B CHOI a B K SONG. Design of tactile device for medical application using magnetorheological fluid. *Journal of Physics: Conference Series*. 2013, **412**(1): 012047. DOI: 10.1088/1742-6596/412/1/012047. ISSN 1742-6588.
- [4] OSSUR HF; Patent Issued for Prosthetic and Orthotic Devices Having Magnetorheological Elastomer Spring with Controllable Stiffness. *Journal of Engineering*. Atlanta: NewsRx, 2015, : 9046. ISSN 1945-8711.
- [5] RABINOW, J. The magnetic fluid clutch. AIEE Trans., 1948, vol. 67, s. 1308.
- [6] Nový nosič ESA Vega zaznamenal při prvním startu úspěch [online]. 2012, 1s [cit.2016-01-11]. Dostupné z: http://www.esa.int/ESA
- [7] TRENDLER, A.M. a H. BÖSE. Influence of particle size on the rheological properties of magnetorheological suspensions. *International Journal of Modern Physics B*. 2005, **19**(07n09), 1416-1422. DOI: 10.1142/S0217979205030384. ISSN 0217-9792.
- [8] SHAH, Kruti a Seung-Bok CHOI. The influence of particle size on the rheological properties of plate-like iron particle based magnetorheological fluids. *Smart Materials and Structures*. 2015, 24(1), 015004. DOI: 10.1088/0964-1726/24/1/015004. ISSN 0964-1726.
- [9] UPADHYAY, R V, Zarana LAHERISHETH a Kruti SHAH. Rheological properties of soft magnetic flake shaped iron particle based magnetorheological fluid in dynamic mode. *Smart Materials and Structures*. 2014, 23(1), 015002. DOI: 10.1088/0964-1726/23/1/015002. ISSN 0964-1726.
- [10] BELL, R. C., E. D. MILLER, J. O. KARLI, A. N. VAVRECK a D. T. ZIMMERMAN. Influence of particle shape on the properties of magnetorheological fluids. *International Journal of Modern Physics B*. 2007, **21**(28n29): 5018-5025. DOI: 10.1142/S0217979207045979. ISSN 0217-9792.
- [11] XUEMEI QUAN, WEIHUAN CHUAH, YONGSOK SEO a HYOUNG JIN CHOI. Core-Shell Structured Polystyrene Coated Carbonyl Iron Microspheres and their Magnetorheology. *Magnetics, IEEE Transactions on*. USA: IEEE, 0140n. 1., 50(1), 1-4. DOI: 10.1109/TMAG.2013.2278291. ISSN 0018-9464.
- [12] GUO, Liang, Guang-Ling PEI, Ting-Jie WANG, Zhan-Wen WANG a Yong JIN. Polystyrene coating of Fe 3O 4 particles using dispersion polymerization. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2007, **293**(1): 58-62. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2006.07.008. ISSN 0927-7757.
- [13] BURON, H, O MENGUAL, G MEUNIER, I CAYRÉ a P SNABRE. Optical characterization of concentrated dispersions: applications to laboratory analyses and on - line process monitoring and control. *Polymer International*. Chichester, UK: John Wiley, 0040n. 1., 53(9): 1205-1209. DOI: 10.1002/pi.1231. ISSN 0959-8103.

- [14] MARIN LITA. Characterization of sedimentation and high magnetic field flow behavior of some magnetorheological fluids. *Journal of Physics: Conference Series.* 2009, **149**(1), 012071. DOI: 10.1088/1742-6596/149/1/012071. ISSN 1742-6588.
- [15] ROUPEC, J. Mezní a degradační procesy magnetoreologických tlumičů odpružení. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 140 s. Vedoucí disertační práce Doc. Ing. Ivan Mazůrek, CSc
- B J PARK. Core-shell typed polymer coated-carbonyl iron suspensions and their magnetorheology. *Journal of Physics: Conference Series*. 2009, **149**(1), 012078. DOI: 10.1088/1742-6596/149/1/012078. ISSN 1742-6588.
- [17] S R GORODKIN. Magnetic properties of carbonyl iron particles in magnetorheological fluids. *Journal of Physics: Conference Series*. 2009, **149**(1), 012051. DOI: 10.1088/1742-6596/149/1/012051. ISSN 1742-6588.
- [18] LEE, Seungae, Keun-Young SHIN a Jyongsik JANG. Enhanced magnetorheological performance of highly uniform magnetic carbon nanoparticles. *Nanoscale*. 2015, 7(21), 9646-9654. DOI: 10.1039/C4NR07168A. ISSN 2040-3364.
- [19] FANG, F.F., I.B. JANG a H.J. CHOI. Single-walled carbon nanotube added carbonyl iron suspension and its magnetorheology. *Diamond & Related Materials*. 2007, 16(4), 1167-1169. DOI: 10.1016/j.diamond.2006.11.069. ISSN 0925-9635.
- [20] CHENG, H. B., L. ZUO, J. H. SONG, Q. J. ZHANG a N. M. WERELEY. Magnetorheology and sedimentation behavior of an aqueous suspension of surface modified carbonyl iron particles. *Journal of Applied Physics*. 2010, 107(9), 09B507. DOI: 10.1063/1.3358613. ISSN 00218979.
- [21] CHOI, J.S., B.J. PARK, M.S. CHO, H.J. CHOI a N. M. WERELEY. Preparation and magnetorheological characteristics of polymer coated carbonyl iron suspensions. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2006, **304**(1), e374e376. DOI: 10.1016/j.jmmm.2006.02.055. ISSN 03048853.
- [22] KITTIPOOMWONG, David, Daniel J. KLINGENBERG, John C. ULICNY, H.J. CHOI a N. M. WERELEY. Dynamic yield stress enhancement in bidisperse magnetorheological fluids. *Journal of Rheology*. 2005, **49**(6), 1521-1538. DOI: 10.1122/1.2085175. ISSN 0148-6055.
- [23] GINDER, J. M., L. C. DAVIS, John C. ULICNY, H.J. CHOI a N. M. WERELEY. Shear stresses in magnetorheological fluids: Role of magnetic saturation. *Applied Physics Letters*. 1994, 65(26), 3410. DOI: 10.1063/1.112408. ISSN 00036951.
- [24] FOISTER, Robert Thomas. Magnetorheological fluids. Spojené státy americké. US5667715 A. Přihlášeno 8. duben 1996. Uděleno 16. září 1997.
- [25] RANKIN, Peter J., Andrew T. HORVATH, Daniel J. KLINGENBERG, H.J. CHOI a N. M. WERELEY. Magnetorheology in viscoplastic media: Role of magnetic saturation. *Rheologica Acta*. 1999-11-5, **38**(5), 471-477. DOI: 10.1007/s003970050198. ISSN 0035-4511.
- [26] WERELEY, N. M. Bidisperse Magnetorheological Fluids using Fe Particles at Nanometer and Micron Scale. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2006, **17**(5), 393-401. DOI: 10.1177/1045389X06056953. ISSN 1045-389x.
- [27] SHANG HAO PIAO, WEN LING ZHANG a HYOUNG JIN CHOI. Magnetic Carbonyl Iron Suspension with Sepiolite Additive and Its Magnetorheological

Property. *Magnetics, IEEE Transactions on*. USA: IEEE, 0140n. 1., **50**(1), 1-4. DOI: 10.1109/TMAG.2013.2278694. ISSN 0018-9464.

- [28] ZHANG, Wen Ling, Sang Deuk KIM a Hyoung Jin CHOI. Effect of Graphene Oxide on Carbonyl-Iron-Based Magnetorheological Fluid. *IEEE Transactions on Magnetics*. 2014, **50**(1), 1-4. DOI: 10.1109/TMAG.2013.2275736. ISSN 0018-9464.
- [29] ZHANG, Wen Ling, Bong Jun PARK a Hyoung Jin CHOI. Colloidal graphene oxide/polyaniline nanocomposite and its electrorheology. *Chemical Communications*. 2010, 46(30), 5596-. DOI: 10.1039/c0cc00557f. ISSN 1359-7345.
- [30] FANG, Fei Fei, Hyoung Jin CHOI a Myung S. JHON. Magnetorheology of soft magnetic carbonyl iron suspension with single-walled carbon nanotube additive and its yield stress scaling function. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2009, **351**(1-3), 46-51. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2009.09.032. ISSN 09277757.
- [31] ROUPEC, J. Sedimentation of MR fluid. Brno: VUT v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav konstruování, 2015. Project: Semi-Active Damping System – FLPP 3, EXPRO+ 4000110502, Honeywell.
- [32] LORD TECHNICAL DATA: MRF-122EG Magneto-Rheological Fluid. In: LORD AskUsHow [online]. Cary, NC, USA: LORD Corporatio, 2008 [cit. 2016-05-17]. Dostupné z: http://ww2.lord.com/emea/Documents/Technical%20Data%20Sheets/DS7027_ MRF122EG.pdf
- [33] CONCHA, Fernando a Raimund BÜRGER. A Century of Research in Sedimentation and Thickening. KONA Powder and Particle Journal. Hosokawa Powder Technology Foundation, 2002, 20, 38-70. DOI: 10.14356/kona.2002009. ISSN 0288-4534.
- [34] Magnetorheological Fluids. Liquids Research Limited [online]. Bangor, UK: Liquids Research Limited, 2011 [cit. 2016-05-17]. Dostupné z: http://liquidsresearch.co.uk/en-GB/magnetorheological_fluids-51.aspx
- [35] LORD MR Products. LORD Magneto-Rheological (MR) Store [online]. Baltimore, USA: Mid Atlantic Rubber, 2015 [cit. 2016-05-17]. Dostupné z: http://www.lordmrstore.com/lord-mr-products

9 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN ⁹

MR	- magnetoreologický
CI	- karbonyl železa
PS/CI	 karbonyl železa potažený polystyrenem
MC NPs	 nanočástice z magnetického uhlíku
PPY NPs	- polypyrrolové nanočástice
SMCIPs	 povrchově modifikované částice z karbonylu železa
CI-PMMA	- karbonyl železa obalený polymetylmetakrylátem
k45	- kontrast 45 (grafický editor GIMP)
ET	- EdgeThreshold, nastavení funkce imfindcircles
ED	- Edge Detection – detekce hran
ср	- určité hodnoty průměrné citlivosti, ale také nastavení funkce
	imfindcircles (úprava obrázku k45, citlivost cp, výchozí
	hodnota ET)
cpET	- nastavení funkce imfindcircles (nastavení cp s optimální
	hodnotou ET)
cpS	- nastavení funkcí imfindcircles a edge (úprava obrázku k45,
	průměrná citlivost s Edge Detection – optimální metoda
	Sobel, nastavení threshold funkce edge výchozí)
cpST	- nastavení funkcí imfindcircles a edge (nastavení cpS
	s optimální konstantní hodnotou threshold)
cpSTET	- nastavení funkcí imfindcircles a edge (nastavení cpST
	s optimální hodnotou ET)

10 SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ

Obr. 1.1	Kosmický nosič Vega VV01 společnosti ESA [6]	13
Obr. 2.1	Snímky jemných a hrubých částic z elektronového mikroskopu [7]	14
Obr. 2.2	Tokové křivky při smykové rychl. 100 s ⁻¹ bez přítomnosti magn. pole	
	s různými poměry velkých a jemných částic [7]	14
Obr. 2.3	Tokové křivky MR suspenzí s různými poměry velkých a jemných	
	částic při magnetickém poli o magnetické indukci a) 200mT,	
	b) 600mT [7]	15
Obr. 2.4	Měření sedimentační stability jako závislost výšky sedimentace po	
	sedmi dnech stání na obsahu hrubých částic v MRF [7]	15
Obr. 2.5	Závislost specifické magnetické susceptibility na střední velikosti	
	částic proložená přímkou [17]	16
Obr. 2.6	Obrázky z elektronového mikroskopu: nanočástice z magnetického	
	uhlíku s průměrnou velikostí a) 90 nm b) 60 nm a c) 40 nm [18]	17
Obr. 2.7	Tokové křivky různých MR kapalin s MC NPs v magnetickém poli o	- /
0.011 207	magnetické indukci 1 T (prázdné symboly) a bez magnetického pole	
	(nlné symboly) [18]	17
Ohr 28	Sedimentační vlastnosti MC NPs MR kanalin s třemi různými	17
0.011 2.0	nrůměry [18]	17
Ohr 29	Odhad závislosti smykového nanětí n ř i smykové rychlosti 1000 s ⁻¹	18
Obr 2.10	Upravený graf z Obr. 2.7 [18]: tokové křivky různých MR kapalin s	10
001. 2.10	MC NPs (o velikosti 40, 60 a 90 nm) a hodnoty smykového nanětí	
	ně sm. rychlosti 1000 s ⁻¹ v magnetickém poli o magn, indukci 1 T	
	(prázdné symboly) a bez magnetického pole (nlné symboly)	18
Ohr 2 11	Mez toku v limitu magnetického nasvcení jako funkce objemového	10
001. 2.11	nodílu částic pro monodisperzní suspenze [22] v porovnání	10
Ohr 212	Dynamická mez toku monodisperzních a bidisperzních suspenzí	1)
001.2.12	jako funkce celkováho objemováho podílu částic (objem všech	
	částie k celkovému objemoveno podnu částie (objem všech	
	intenzitě 1 T [22]	20
Ohr 213	Intenzite 1 1 [22] Dynamická mez toku monodisperzních a bidisperzních suspenzí	20
001. 2.13	jako funkce normalizované intenzity pole [22]	20
Ohr 214	Snímky jadnovrstvá monodisnorzní a jadnovrstvá hidisnorzní	20
001.2.14	suspenza s různými poměry valikostí částia [22]	20
Ohr 215	Suspenze s ruzhymi pomery venkosti častic [22]	20
Obr. 2.13	Ziadnodušaná saháma přístroja ZATLIS pro měření sad [26]	$\frac{21}{22}$
Obr. 2.10	Zjednodušene senema pristroje ZATELS pro merem sed. [20]	
001. 2.17	zavisiost casu pio vytvoreni rozinani niezi cistou kapannou a	
	seumentovanymi casticemi na innotnostinen procentech	$\gamma\gamma$
Ohn 2 10	Taková liživly pro hidioportní MD konsliny a různími skashy	LL
ODF. 2.18	lokove krivky pro blaisperzni Nik kapaliny s ruznymi obsany	22
Ohr 2 10	nanocastic se zoorazenym Bingnamovým modelem [20]	23
Obr. 2.19	Zavisiosti meze toku a casu ziormovani roznrani na obsanu	22
Oh., 2.20	$\begin{array}{c} \text{nanocastic } [20] \\ \text{SEM} \left(\begin{array}{c} 1 \\ 1 \end{array}\right) \\ \text{SEM} \left(\begin{array}{c} 1 \\ 1 \\ 1 \end{array}\right) \\ \text{SEM} \left(\begin{array}{c} 1 \\ 1 \\ 1 \end{array}\right) \\ \text{SEM} \left(\begin{array}{c} 1 \\ 1 \end{array}\right) \\ \text{SEM} \left(\begin{array}{c} 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \end{array}\right) \\ \text{SEM} \left(\begin{array}{c} 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \end{array}\right) \\ \text{SEM} \left(\begin{array}{c} 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \end{array}\right) \\ \text{SEM} \left(\begin{array}{c} 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 $	23
Obr. 2.20	a) SEIVI (<i>scanning electron microscopy</i>) snimek vlockových castic,	25
Ob.: 2.21	U) Sequimentace V case [9] Spiniture (CL b) $DS/CL \times (-1)^{-1}$ (1.1)	23
Obr. 2.21	Snimky a) CI, DJPS/CI castic z elektronoveno mikroskopu [11]	26
Obr. 2.22	Zavisiost prostupu svetia na case [11]	26

Obr. 2.23	Křivka teplotní degradace CIPMMA kompozitových částic [16]	27
Obr. 2.24	Obrázky a) čistých CI částic a b) SMCIPs z el. mikroskopu. [20]	27
Obr. 2.25	Sed. poměr s a) čistými CI částicemi a b) s SMCIPs [20]	28
Obr. 2.26	Mez toku jako funkce magnetické indukce pro MR kapalinu	
	s a) CI částicemi, b) s SMCIPs [20]	28
Obr. 2.27	Obrázky a) čistého CI a b) CI-PMMA core-shell částic z SEM [21]	29
Obr. 2.28	Skluz magnetického pole CI a CI-PMMA částic [21]	29
Obr. 2.29	Toková křivka MR kapaliny s CI-PMMA core–shell částicemi [21]	30
Obr. 2.30	Sedimentace a) MRF-LM5 a b) MRF-132DG [14]	31
Obr. 2.31	Viskózní křivky při T=20 °C: a) MRF-LM5; b) MRF-132DG [14]	31
Obr. 2.32	Obrázek z elektronového mikroskopu a) CI částic a	
	b) CI suspenze se směsí SWNT/CI	32
Obr. 2.33	Závislost sedimentačního poměru na čase pro CI a CI/SWNT	
	částice v minerálním oleji	32
Obr. 2.34	Obrázky a) CI částic, b) CI/sepiolit směsi z el. mikroskopu [27]	33
Obr. 2.35	Závislost sedimentačního profilu na čase pro CI (prázdné symboly)	
	i CI/sepiolit (plné symboly) částice v suspenzích [27]	33
Obr. 2.36	Tokové křivky MR kapalin s CI částicemi (plné symboly)	
	a CI/sepiolit směsí (prázdné symboly) [27]	34
Obr. 2.37	Obrázky z elektronového mikroskopu: a) čisté CI částice	
	a b) směs CI/GO (0,1 hm. % GO) [28]	34
Obr. 2.38	Tokové křivky MR kapalin s CI částicemi (plné symboly) a se	
	směsí CI/GO (prázdné symboly) při různých intenzitách magn.	
	pole s obsahem GO a) 0,5 hm. % a b) 1,0 hm. % [28]	35
Obr. 2.39	Tokové křivky MR kapalin s čistými CI částicemi a se směsí	
	CI/GO s různými hmotnostními zlomky GO při intenzitě	
	magnetického pole 171 kA/m [28]	35
Obr. 2.40	Prostup světla jako funkce času pro MR kapaliny obsahující	
	čisté CI částice a směsi CI/GO s různými obsahy GO [28]	36
Obr. 2.41	Sediment a separovaná nosná kapalina a) MRF 140CG;	
	b) MR kapalina bez aditiv za 2 hod [15]	36
Obr. 2.42	Výsledky sedimentace nové kapaliny MRF 140CG	
	(růžové body – % podíl sedimentu) [15]	37
Obr. 4.1	Vzorky částic testovaných MR kapalin na grafitových nosičích	39
Obr. 4.2	Rastrovací elektronový mikroskop SEM PHILIPS XL30 – EDAX	40
Obr. 4.3	Schéma postupu při vývoji skriptu na měření vel. částic v Matlabu	42
Obr. 4.4	Funkcí <i>imfindcircles</i> nalezené kružnice při použití snímku s kont. 0	43
Obr. 4.5	Funkcí <i>imfindcircles</i> nalezené kružnice při použití snímku s kont. 45	43
Obr. 5.1	Nalezené kružnice na snímku 11801 (zvětšení 2000x)	49
Obr. 5.2	Nalezené kružnice na snímku 11806 (zvětšení 2000x)	50
Obr. 5.3	Graf závislosti podílu sed. na čase MR kapalin od firmy	
	Liquids Research Limited	51
Obr. 5.4	Nalezené kružnice na snímku 11841 (zvětšení 4000x)	52
Obr. 5.5	Nalezené kružnice na snímku 11844 (zvětšení 4000x)	53
Obr. 5.6	Nalezené kružnice na snímku 11846 (zvětšení 4000x)	54
Obr. 5.7	Grat zavislosti podilu sed. na čase MR kapalin od firmy HaoHua	55
Obr. 5.8	Detekované kružnice na snímku 11852 (zvětšení 2000x)	56
Obr. 5.9	Nalezené kružnice na snímku 11854 (zvětšení 2000x)	57
Obr. 5.10	Nalezené kružnice na snímku 11858 (zvětšení 2000x)	58
------------------	--	----
Obr. 5.11	Graf závislosti podílu sed. na čase MR kapalin od firmy LORD Corp.	59
Obr. 6.1	Snímek 11801 s velkou hustotou částic (MR kap. MRHCCS4-A)	
	a snímek 11806 s běžnou hustotou částic (MR kap. MRHCCS4-B)	61
Obr. 6.2	Graf závislosti podílu sedimentu na čase MR kapalin od firem:	
	Liquids Research Limited, HaoHua a LORD Corporation,	
	číslo v závorce určuje pořadí ve vzestupném řazení podle velikosti	
	průměrné hodnoty průměrné velikosti	63
Obr. 6.3	Porovnání sedimentačních vlastností MR kapalin skupiny I	
	(MRHCCS4-A, HaoHua 2.55 a MRF-122EG)	64
Obr. 6.4	Porovnání sedimentačních vlastností MR kapalin skupiny II	
	(MRHCCS4-B, HaoHua 3.05 a MRF-132DG)	64
Obr. 6.5	Porovnání sedimentačních vlastností MR kapalin skupiny III	
	(HaoHua 3.55 a MRF-140CG)	65
Obr. 6.6	Trubicovité útvary na snímku 11840 vzorku HaoHua 2.55	65
Obr. 0.1	Schéma vývoje skriptu při použití detekce hran	79
Obr. 0.2	Výstupní obrázek funkce egde při použití metody Sobel	80
Obr. 0.3	MRHCCS4-A - nalezené kružnice na snímku 11802 (2000x)	85
Obr. 0.4	MRHCCS4-A - nalezené kružnice na snímku 11803 (2000x)	85
Obr. 0.5	MRHCCS4-B - nalezené kružnice na snímku 11805 (2000x)	86
Obr. 0.6	MRHCCS4-B - nalezené kružnice na snímku 11807 (2000x)	86
Obr. 0.7	HaoHua 2.55 - nalezené kružnice na snímku 11840 (4000x)	87
Obr. 0.8	HaoHua 2.55 - nalezené kružnice na snímku 11842 (4000x)	87
Obr. 0.9	HaoHua 3.05 - nalezené kružnice na snímku 11843 (4000x)	88
Obr. 0.10	HaoHua 3.05 - nalezené kružnice na snímku 11845 (4000x)	88
Obr. 0.11	HaoHua 3.55 - nalezené kružnice na snímku 11847 (4000x)	89
Obr. 0.12	HaoHua 3.55 - nalezené kružnice na snímku 11848 (4000x)	89
Obr. 0.13	MRF-122EG - nalezené kružnice na snímku 11850 (2000x)	90
Obr. 0.14	MRF-122EG - nalezené kružnice na snímku 11851 (2000x)	90
Obr. 0.15	MRF-132DG - nalezené kružnice na snímku 11853 (2000x)	91
Obr. 0.16	MRF-132DG - nalezené kružnice na snímku 11855 (2000x)	91
Obr. 0.17	MRF-140CG - nalezené kružnice na snímku 11856 (2000x)	92
Obr. 0.18	MRF-140CG - nalezené kružnice na snímku 11857 (2000x)	92

11 SEZNAM TABULEK

Tab. 1	Specifická magnetická susceptibilita χ_s různých typů CIP a jejich velikost částic [17]	16
Tah 2	Tabulka s obsahy mikroprášků a nanoprášků v jedn vzorcích [26]	21
Tab. 2 Tab. 3	Rychlost usazování [8]	$\frac{21}{24}$
Tab. 4	Četnosti ručně naměřených částic vzorku 1	44
Tab. 5	Výběr průměrné citlivosti (cn)	45
Tab. 6	Odchylky počtů a průměrných velikostí částic jednotlivých snímků	10
	měřených ručně a pomocí programu Matlab s nastavením průměrné	
	citlivosti (cp)	45
Tab. 7	Výběr hodnoty ET u snímku 11801	46
Tab. 8	Výběr hodnoty ET u snímků 11802 a 11803	46
Tab. 9	Průměrné odchylky programu Matlab s nastavením ET a ručního	
	měření všech snímků pro různá ET	47
Tab. 10	Přehled průměrných odchylek daného nastavení a ručního měření	
	pro vzorky 1 a 2	48
Tab. 11	Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny	
	MRHCCS4-A	49
Tab. 12	Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny	
	MRHCCS4-B	50
Tab. 13	Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny	
	HaoHua 2.55	52
Tab. 14	Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny	
	HaoHua 3.05	53
Tab. 15	Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny	
	HaoHua 3.55	54
Tab. 16	Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny	
	MRF-122EG	56
Tab. 17	Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny	
	MRF-132DG	57
Tab. 18	Tabulka nalezených počtů a průměrné velikosti částic kapaliny	
	MRF-140CG	58
Tab. 19	Srovnání ručně naměřených a programem Matlab vypočtených hodnot	
-	u vzorku 1	60
Tab. 20	Srovnání ručně naměřených a programem Matlab vypočtených hodnot	- 1
T 1 01	u vzorku 2	61
Tab. 21	Hodnoty počtů částic (vždy na všech třech snímcích) a průměrně	
	velikosti castic jednotlivych MR kapalin serazenych vzestupne	<i>(</i>)
T-1 22	podle prumerne velikosti castic	62
1ab. 22	Prumerne velikosti castic zkoumanych MR kapalin spoctene	~
Tab 22	programem Matian Odahulluu noštů o průměrných valikostí částia jednotlivých snímleů	60
1 au. 23	ouchyiky pociu a pruniernych venkosti castic jednourvych snimku měřených ručně a nomocí programu Matlah a nastavaním anS	Q 1
Tab 24	Odebylky počtů a průměrných valikostí částia jednotlivých spímleů	01
1 av. 24	mětaných ručně a nomocí programu Matlah a nastavaním apST	on
Tab 25	Výběr hodnoty ET pro postovoní apST u snímlau 11901	02 92
1 av. 25	v your nounory E1 pro nastaveni cp51 u snimku 11801	03

Tab. 26	Výběr hodnoty ET pro nastavení cpST u snímků 11802 a 11803	83
Tab. 27	Průměrné odchylky programu Matlab s nastavením cpST s ET	
	a ručního měření všech snímků pro různá ET	84
Tab. 28	Odchylky počtů a průměrných velikostí částic jednotlivých snímků	
	měřených ručně a pomocí programu Matlab s nastavením cpSTET	84

12 SEZNAM PŘÍLOH

Příloha č. 1 - Použitý skript
Příloha č. 2 – Postup vývoje skriptu při využití detekce hran
Příloha č. 3 – Výsledné snímky - doplnění

SAMOSTATNÉ PŘÍLOHY

Příloha č. 1 - Použitý skript

rgb = imread('nazevobrazku.png'); figure	% Nacteni obrazku					
imshow(rgb)	% Zobrazeni obrazku					
d = imdistline;	% Nastroj na zjisteni velikosti meritka					
delete(d);	% Smazani nastroje imdistline					
ET=0.245	% Vstupni hodnota ET					
[c1, r1] = imfindcircles(rgb, [2 5], Sensitiv[c2, r2] = imfindcircles(rgb, [6 10], Sensit[c3, r3] = imfindcircles(rgb, [11 33], Sensi[c4, r4] = imfindcircles(rgb, [34 100], Sen	vity',0.82860,'Method','TwoStage','EdgeThreshold',ET); ivity',0.88783,'Method','TwoStage','EdgeThreshold',ET); itivity',0.94185,'Method','TwoStage','EdgeThreshold',ET); sitivity',0.94315,'Method','TwoStage','EdgeThreshold',ET);					
	% Detekce kruznic, cstredy, rpolomery kruznic					
pocet1 = length(r1) pocet2 = length(r2) pocet3 = length(r3)						
pocet4 = length(r4)	% Zjisteni poctu prvku ve vektoru r (tj. pocet kruznic)					
polomery = [r1; r2; r3; r4]; centers = [c1; c2; c3; c4];	% Slozeni polomeru r do vektoru polomery% Slozeni stredu c do matice centers					
pocet = length(polomery)	% Zjisteni delky matice polomery (tj. pocet kruznic celkem)					
prumery = polomery*2;	% Prevedeni polomeru na prumery					
prumvelpixely = mean(prumery);	% Zjisteni prumerne hodnoty prumeru kruznic v pixelech					
% Pro zvetseni 2000x prumvelum = (10*prumvelpixely)/156	% Prevedeni prumerne hodnoty prumeru kruznic do µm					
% Pro zvetseni 4000x % prumvelum = (5*prumvelpixely)/156	% Prevedeni prumerne hodnoty prumeru kruznic do µm					
h = viscircles(centers,polomery);	% Zobrazeni nalezenych kruznic do obrazku					

Příloha č. 2 – Postup vývoje skriptu při využití detekce hran

Jako vhodné se jevilo také použití detekce hran – ED (*Edge Detection*) na snímek, na kterém následně probíhá hledání kružnic pomocí funkce *imfindcircles*. Detekce hran se vyvolává funkcí *edge*. Složení této funkce může vypadat takto:

[BW, threshOut] = edge(I, method, threshold, direction, 'nothinning', sigma)

Výstup *BW* je binární obrázek složený z jedniček, kde funkce najde hrany, a z nul, kde hrany nejsou. Pokud použijeme výstup *threshOut*, zjistíme defaultní (nebo nastavenou) hodnotu *threshold*. *I* je vstupní snímek, na kterém jsou hrany hledány. Pomocí *method* může být nastavena požadovaná metoda detekce hran a *threshold* představuje citlivost funkce *edge*. Použitím *direction* se nastavuje směr detekce, *'nothinning'* přeskočí fázi zeštíhlování hran a *sigma* představuje směrodatnou odchylku filtru (pouze u metod *log* a *Canny*).

Hodnoty *method* a *threshold* (T) byly optimalizovány. Vstup *direction* byl ponechán na své defaultní hodnotě, tedy hledání hran oběma směry. Vyzkoušena byla možnost *'nothinning'*, ta se však neosvědčila (hodnocení probíhalo na základě subjektivního porovnávání počtu falešných kružnic na výsledných obrázcích z funkce *imfindcircles* s konstantním nastavením). O odchylce *sigma* bude zmínka dále. Schéma vývoje skriptu při použití detekce hran je na Obr. 0.1, postup je popsán níže.



Obr. 0.1 Schéma vývoje skriptu při použití detekce hran

1. Výběr method

Nejprve byla volena metoda detekce hran. Vyzkoušeny byly tyto metody: *Canny*, *Sobel*, *Prewitt*, *log*, *Roberts* a *zerocross*. Vhodnost těchto metod byla posuzována také subjektivně, nejprve z výstupních obrázků funkce *edge* podle věrnosti zobrazených hran a poté z výstupních obrázků funkce *imfindcircles* podle počtů falešných kružnic. Jako nastavení funkce *imfindcircles* pro účely hodnocení vhodnosti metody bylo použito: úprava obrázku na kontrast 45 (v grafickém editoru GIMP), citlivost (cp-0,12) (viz kap. 4 Materiál a metody, hodnota cp byla snížena kvůli nepřehlednosti při vyšší citlivosti) a ET defaultní. Při hodnocení podle výstupního obrázku funkce *edge* se jevily dobře metody *Prewitt* a *Sobel*, při použití funkce *imfindcircles* poté metody *zerocross* a *Sobel*. Po dalším porovnávání byla pro další pokračování zvolena metoda *Sobel* (výstupní obrázek funkce *edge* na Obr. 0.2). Při nastavování této metody byla hodnota *threshold* defaultní, jako vstupní obrázek pro funkci *edge* byl použit snímek 11801. Hodnotu *sigma* je možno vynechat kvůli výběru metody.



Obr. 0.2 Výstupní obrázek funkce egde při použití metody Sobel

S metodou *Sobel* a defaultním nastavením threshold (defaultní threshold se pro každý snímek mění) byly nastaveny pro tři snímky vzorku 1 citlivosti funkce imfindcircles tak, aby pokud možno přesně seděly počty částic. Z těchto citlivostí pak byla vytvořena průměrná citlivost pro snímky vzorku 1. Toto nastavení bylo nazváno cpS (tj. úprava obrázku k45, průměrná citlivost funkce imfindcircles s Edge Detection – optimální metoda Sobel, nastavení *Threshold* funkce *edge* výchozí; viz Tab. 23).

Ostatní nastavení: ED – metoda Sobel, T = default; k45, ET = default Snímek nastavení	2 - 5	Interval, p 6 - 10	Celkem částic	Průměrná velikost [µm]		
	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		
Citlivost cpS	0,67997	0,85067	0,89020	0,88800		
11801 ručně	27	60	196	13	296	2,12
11801 cpS	39	65	186	4	294	1,70
11802 ručně	39	89	204	11	343	1,80
11802 cpS	29	81	193	7	310	1,74
11803 ručně	32	83	168	2	285	1,76
11803 cpS	20	82	184	5	291	1,73
	Odch	ylka cpS a	ručního m	něření		
11801	12	5	-10	-9	-2	-0,42
11802	-10	-8	-11	-4	-33	-0,06
11803	-12	-1	16	3	6	-0,03
Průměrná odchylka	11,33	4,67	12,33	5,33	13,67	0,17

Tab. 23 Odchylky počtů a průměrných velikostí částic jednotlivých snímků měřených ručně a pomocí programu Matlab s nastavením cpS

2. Výběr threshold

Další možnost optimalizace funkce edge je nastavení hodnoty threshold. Tato hodnota určuje jakousi obrácenou citlivost funkce edge – čím vyšší threshold, tím náročnější požadavky na definovanost hrany. Vhodnost použité hodnoty byla znovu hodnocena subjektivně, z výstupních obrázků funkce *imfindcircles* podle počtů falešných kružnic. Funkce imfindcircles byla pro účely hledání optimální hodnoty threshold nastavena takto: úprava obrázku na kontrast 45 (v grafickém editoru GIMP), citlivost (cp-0,15) (viz kap. 4 Materiál a metody, hodnota cp byla snížena kvůli nepřehlednosti při vyšší citlivosti) a ET defaultní. Jako metoda funkce edge byla ponechána vybraná metoda Sobel. Nejprve bylo vyzkoušeno více různých hodnot threshold na snímku 11801, konkrétně tyto: 0,1; 0,125; 0,15; 0,17; 0,1862 (defaultní hodnota pro 11801); 0,19; 0,2; 0,25 a 0,3. Z těchto byly vybrány tyto tři: 0,15; 0,17 a 0,19; které byly vyzkoušeny i na snímcích 11802 a 11803. Nakonec byla vybrána hodnota threshold 0,17. Pro výše popsané nastavení byla opět nalezena průměrná citlivost stejně, jako při hledání vhodné metody. Toto nastavení bylo pojmenováno jako cpST (tj. úprava obrázku k45, průměrná citlivost funkce imfindcircles s Edge Detection – optimální metoda Sobel, nastavení Threshold funkce edge 0,17; viz Tab. 24).

Ostatní nastavení: ED – metoda Sobel, T = 0,17; k45, ET = default		Interval, p	Celkem částic	Průměrná velikost [um]		
Snímek, nastavení	2 - 5	6 - 10 pocet2	11 - 33 pocet3	34 - 100 pocet4		L, J
Citlivost cpST	0,67817	0,85388	0,89313	0,89017		
11801 ručně	27	60	196	13	296	2,12
11801 cpST	28	79	211	7	325	1,78
11802 ručně	39	89	204	11	343	1,80
11802 cpST	40	95	204	9	348	1,68
11803 ručně	32	83	168	2	285	1,76
11803 cpST	29	58	164	5	256	1,73
	Odchy	/lka cpST a	a ručního r	něření		
11801	1	19	15	-6	29	-0,34
11802	1	6	0	-2	5	-0,12
11803	-3	-25	-4	3	-29	-0,03
Průměrná odchylka	1,67	16,67	6,33	3,67	21,00	0,16

Tab. 24 Odchylky počtů a průměrných velikostí částic jednotlivých snímků měřených ručně a pomocí programu Matlab s nastavením cpST

3. Výběr ET

Dále bylo optimalizováno nastavení ET funkce *imfindcircles*. Byly porovnány průměrné odchylky nastavení cpS a cpST s ručním měřením a lépe vyšlo cpST, proto bylo ET vybíráno pro toto nastavení. Nejdříve byla porovnávána různá nastavení ET pro snímek 11801, z těchto byla dále vybrána tři nejlepší (Tab. 25) a ta byla aplikována i na 11802 a 11803 (Tab. 26). Z těchto třech hodnot bylo zvoleno konečné ET. Cíl byl najít takové nastavení ET, pro které budou hodnoty celkového počtu a (hlavně) průměrné velikosti částic podobné s ručně změřenými.

Ostatní nastavení: ED – metoda Sobel, T = 0,17; k45, ET = default	I	nterval, j	Celkem částic	Průměrná velikost		
Snímel nestavení	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100		[μm]
Shinek, hastaveni	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		
11801 ručně	27	60	196	13	296	2,12
11801 cpST, $ET = default$	28	79	211	7	325	1,78
11801 cpST, ET = 0.5	0	0	0	0	0	-
11801 cpST, ET = 0.4	1	5	71	0	77	1,97
11801 cpST, ET = 0,25	11	48	173	4	236	1,87
11801 cpST, ET = 0,2	28	79	211	7	325	1,78
11801 cpST, ET = 0,225	21	64	186	4	275	1,77
11801 cpST, ET = 0,24	13	57	174	4	248	1,82
11801 cpST, ET = 0,21	27	70	199	5	301	1,75
11801 cpST, $ET = 0,205$	27	74	208	7	316	1,80
11801 cpST, ET = 0,2125	25	67	197	6	295	1,79

Tab. 25 Výběr hodnoty ET pro nastavení cpST u snímku 11801

Tab. 26 Výběr hodnoty ET pro nastavení cpST u snímků 11802 a 11803

Ostatní nastavení: ED – metoda Sobel, T = 0,17; k45, ET = default	I	nterval, p	Celkem částic	Průměrná velikost [um]		
Snímek nastavení	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100		[[[]]]]]
	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		
11802 ručně	39	89	204	11	343	1,8
11802 cpST, ET default	40	95	204	9	348	1,68
11802 cpST, ET = 0,25	40	96	205	9	350	1,68
11802 cpST, ET = 0,205	82	116	227	11	436	1,53
11802 cpST, ET = 0,2125	69	113	228	11	421	1,57
11803 ručně	32	83	168	2	285	1,76
11803 cpST, ET default	29	58	164	5	256	1,73
11803 cpST, ET = 0,25	4	35	125	0	164	1,83
11803 cpST, ET = 0,205	20	48	150	3	221	1,75
11803 cpST, ET = 0,2125	17	46	146	3	212	1,77

Pro tyto vybrané hodnoty ET (0,25; 0,205; 0,2125 a ET = defaultn) byly pro všechny tři snímky spočteny průměrné odchylky ručního měření a programu Matlab s nastavením cpST s nastaveným daným ET (Tab. 27).

Ostatní nastavení:	Průměrná odchylka daného nastavení a ručního měření						
к45, ср	I	nterval, po	Callton	Průměrná			
an QT	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100	Celkelli částic	velikost	
cps I	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4	castic	[µm]	
ET = default	1,67	16,67	6,33	3,67	21,00	0,16	
ET = 0,25	15,00	22,33	22,33	4,33	62,67	0,14	
ET = 0,205	18,33	25,33	17,67	2,33	59,00	0,20	
ET = 0,2125	15,67	22,67	15,67	2,67	50,67	0,19	

Tab. 27 Průměrné odchylky programu Matlab s nastavením cpST s ET a ručního měření všech snímků pro různá ET

Na základě nejmenší odchylky průměrných velikostí bylo vybráno ET = 0,25. Toto nastavení bylo nazváno **cpSTET** (nastavení cpST s optimální hodnotou ET; viz Tab. 28).

Tab. 28 Odchylky počtů a průměrných velikostí částic jednotlivých snímků měřených ručně a pomocí programu Matlab s nastavením cpSTET

Ostatní nastavení: ED – metoda Sobel, T = 0,17; k45, ET = 0,25		Interval, p	Celkem částic	Průměrná velikost		
Snímek nastavení	2 - 5	6 - 10	11 - 33	34 - 100		[μm]
Sinner, nastaveni	pocet1	pocet2	pocet3	pocet4		
Citlivost cpSTET	0,67817	0,85388	0,89313	0,89017		
11801 ručně	27	60	196	13	296	2,12
11801 cpSTET	11	48	173	4	236	1,87
11802 ručně	39	89	204	11	343	1,80
11802 cpSTET	40	96	205	9	350	1,68
11803 ručně	32	83	168	2	285	1,76
11803 cpSTET	4	35	125	0	164	1,83
	Odchyll	ka cpSTET	a ručního	měření		
11801	-16	-12	-23	-9	-60	-0,25
11802	1	7	1	-2	7	-0,12
11803	-28	-48	-43	-2	-121	0,07
Průměrná odchylka	15,00	22,33	22,33	4,33	62,67	0,14

Všech pět nalezených nastavení (cp, cpET, cpS, cpST a cpSTET) bylo použito i na vzorek 2 a porovnáno (viz Tab. 10 v kap. 4). Jako nejlepší bylo vyhodnoceno nastavení cpET. Možným důvodem, proč mělo použití detekce hran nepřesné výsledky, je poměrně velké množství faktorů hodnocených subjektivně. Na vině může být také malé rozlišení vstupních snímků z rastrovacího elektronového mikroskopu SEM PHILIPS XL30 – EDAX.

Příloha č. 3 – Výsledné snímky - doplnění

Výsledné snímky, které nebyly uvedeny v kap. 5.

1. Výrobce Liquids Research Limited (Velká Británie)

• <u>MRHCCS4-A</u>



Obr. 0.3 MRHCCS4-A - nalezené kružnice na snímku 11802 (zvětšení 2000x)



Obr. 0.4 MRHCCS4-A - nalezené kružnice na snímku 11803 (zvětšení 2000x)

• <u>MRHCCS4-B</u>



Obr. 0.5 MRHCCS4-B - nalezené kružnice na snímku 11805 (zvětšení 2000x)



Obr. 0.6 MRHCCS4-B - nalezené kružnice na snímku 11807 (zvětšení 2000x)

2. Výrobce HaoHua (Čína)

• <u>HaoHua 2.55</u>



Obr. 0.7 HaoHua 2.55 - nalezené kružnice na snímku 11840 (zvětšení 4000x)



Obr. 0.8 HaoHua 2.55 - nalezené kružnice na snímku 11842 (zvětšení 4000x)

• <u>HaoHua 3.05</u>



Obr. 0.9 HaoHua 3.05 - nalezené kružnice na snímku 11843 (zvětšení 4000x)



Obr. 0.10 HaoHua 3.05 - nalezené kružnice na snímku 11845 (zvětšení 4000x)

• <u>HaoHua 3.55</u>



Obr. 0.11 HaoHua 3.55 - nalezené kružnice na snímku 11847 (zvětšení 4000x)



Obr. 0.12 HaoHua 3.55 - nalezené kružnice na snímku 11848 (zvětšení 4000x)

3. Výrobce LORD Corporation (USA)

• <u>MRF-122EG</u>



Obr. 0.13 MRF-122EG - nalezené kružnice na snímku 11850 (zvětšení 2000x)



Obr. 0.14 MRF-122EG - nalezené kružnice na snímku 11851 (zvětšení 2000x)

• <u>MRF-132DG</u>



Obr. 0.15 MRF-132DG - nalezené kružnice na snímku 11853 (zvětšení 2000x)



Obr. 0.16 MRF-132DG - nalezené kružnice na snímku 11855 (zvětšení 2000x)

• <u>MRF-140CG</u>



Obr. 0.17 MRF-140CG - nalezené kružnice na snímku 11856 (zvětšení 2000x)



Obr. 0.18 MRF-140CG - nalezené kružnice na snímku 11857 (zvětšení 2000x)