



**Univerza v Mariboru**

*Fakulteta za elektrotehniko,  
računalništvo in informatiko*

Miloš Bekovič

**RAZVOJ MERILNIH POSTOPKOV ZA DOLOČITEV  
MAGNETNIH IZGUB MAGNETNIH TEKOČIN**

Doktorska disertacija

Maribor, april 2011

*Avtor:* Miloš Beković, univ. dipl. inž. el.  
*Mentor:* red. prof. dr. Anton Hamler  
*Somentor:* red. prof. dr. Miha Drofenik  
*Naslov:* Razvoj merilnih postopkov za določitev magnetnih izgub magnetnih tekočin  
*Naslov v angleščini:* Development of measurement procedures for determining the magnetic losses of magnetic fluids  
*UDK:* 537.8:621.318.3(043.2)  
*Ključne besede:* Magnetne tekočine, magnetni nanodelci, magnetne izgube, merilni postopki, specifična stopnja absorpcije.  
*Število strani:* 123  
*Lektoriranje:* Marko Špindler, univ. dipl. prevajalec  
*Razmnoževanje:* FERi Maribor  
*Število izvodov:* 8  
*Kraj in datum:* Maribor, april 2011



Univerza v Mariboru

Maribor, 30. 3. 2010  
Številka: DR 24/2010/425-MGM

Na osnovi 287., 140., 142. in 144. člena Statuta Univerze v Mariboru (Statut UM-UPB7, Ur. l. RS, št. 36/2009) ter sklepa 30. redne seje Senata Univerze v Mariboru z dne 30. 3. 2010 v zvezi z vlogo doktorskega kandidata Miloša Bekovića za sprejem odločitve o predlagani temi doktorske disertacije in mentorja,

izdajam naslednji

#### SKLEP

Odobri se tema doktorske disertacije Miloša Bekovića s Fakultete za elektrotehniko, računalništvo in informatiko z naslovom »Razvoj merilnih postopkov za določitev magnetnih izgub magnetnih tekočin«. Kandidatu se za mentorja imenuje red. prof. dr. Anton Hamler, za somentorja pa red. prof. dr. Miha Drofenik. Kandidat mora članici predložiti izdelano doktorsko disertacijo v zadostnih izvodih najpozneje do 29. 3. 2014.

#### Obrazložitev:

Kandidat Miloš Beković je dne 23. 11. 2009 na Fakulteti za elektrotehniko, računalništvo in informatiko vložil vlogo za potrditev teme doktorske disertacije z naslovom »Razvoj merilnih postopkov za določitev magnetnih izgub magnetnih tekočin«. Za mentorja je bil predlagan red. prof. dr. Anton Hamler, za somentorja pa red. prof. dr. Miha Drofenik.

Senat Fakultete za elektrotehniko, računalništvo in informatiko je na osnovi pozitivnega mnenja komisije za oceno teme doktorske disertacije, ki je ugotovila, da kandidat izpolnjuje pogoje za pridobitev doktorata znanosti, in ocenila, da je predlagana tema ustrezna, sprejel pozitivno mnenje in poslal predlog teme doktorske disertacije s predlogom mentorja in somentorja v odobritev Senatu univerze.

Senat Univerze v Mariboru je po proučitvi vloge in na osnovi določil Statuta Univerze v Mariboru sprejel svojo odločitev o predlagani temi doktorske disertacije in imenoval mentorja in somentorja, kot izhaja iz izreka.

V skladu s 144. členom Statuta Univerze v Mariboru mora kandidat za pridobitev doktorata znanosti najpozneje v štirih letih od dneva izdaje tega sklepa, članici predložiti izdelano doktorsko disertacijo v zadostnih izvodih. Kandidatu je bil določen rok glede na datum sprejetja teme na pristojnem organu.

#### Pouk o pravnem sredstvu:

Zoper ta sklep je možna pritožba na Senat Univerze v Mariboru v roku 8 dni od prejema tega sklepa.

#### Obvestiti:

1. Kandidata.
2. Fakulteto.
3. Arhiv.



Rektor:  
Prof. dr. Ivan Rozman



Univerza v Mariboru

Fakulteta za elektrotehniko,  
računalništvo in informatiko

Številka: 95025543  
Datum: 14. 04. 2011

Na osnovi 330. člena Statuta Univerze v Mariboru (UPB 4) izdajam

### POTRDILO O DOKTORIRANJU

Fakulteta za elektrotehniko, računalništvo in informatiko Univerze v Mariboru potrjuje, da je **g. Miloš Bekovič, univ. dipl. inž .el.**, rojen 05. 07. 1980 v kraju Celje, opravil vse obveznosti po doktorskem študiju Elektrotehnika in dne **14. 04. 2011** javno in uspešno zagovarjal doktorsko disertacijo z naslovom

### RAZVOJ MERILNIH POSTOPKOV ZA DOLOČITEV MAGNETNIH IZGUB MAGNETNIH TEKOČIN

in s tem ob izpolnjevanju pogoja iz 157. člena Statuta Univerze v Mariboru pridobil pravico do podelitve znanstvenega naslova **doktor znanosti s področja elektrotehnike**.

Potrdilo je izdano, ker promocija doktorjev še ni bila opravljena. Kandidat lahko začne uporabljati znanstveni naslov po opravljeni promociji v doktorja znanosti. Skladno z 21. točko 28. člena Zakona o upravnih taksah (Ur. l. RS št. 42/07 - ZUT UPB3, 126/07) je to potrdilo takse prosto.



prof. dr. Igor Tičar

## *Zahvala*

*Iskreno se zahvaljujem mentorju red. prof. dr. Antonu Hamlerju za nesebično pomoč in koristne nasvete v času podiplomskega študija ter za strokovno vodenje in usmerjanje pri pisanju doktorske disertacije. Zahvaljujem se tudi somentorju red. prof. dr. Mihi Drogeniku za vso pomoč pri izvedbi tega dela.*

*Zahvala je namenjena tudi vsem sodelavcem Laboratorija za aplikativno elektromagnetiko, Laboratoriju za anorgansko kemijo ter vsem mojim prijateljem, sošolcem in kolegom, ki so kakorkoli pripomogli pri ustvarjanju tega dela.*

*Prav tako se zahvaljujem svoji puncici Anji za njeno ljubezen in razumevanje, iskrena hvala pa tudi moji družini, ki mi je omogočila študij in me v življenju usmerila na pravo pot.*



## RAZVOJ MERILNIH POSTOPKOV ZA DOLOČITEV MAGNETNIH IZGUB MAGNETNIH TEKOČIN

**Ključne besede:** Magnetne tekočine, magnetni nanodelci, magnetne izgube, merilni postopki, specifična stopnja absorpcije.

**UDK:** 537.8:621.318.3(043.2)

**Povzetek:** Magnetne tekočine sodijo v kategorijo nano-materialov in so po definiciji stabilne koloidne disperzije magnetnih nanodelcev, trajno suspendiranih v nosilni tekočini. Kot takšne imajo določene specifične lastnosti, ki jih s pridom izkoriščajo na različnih področjih, kot na primer v mehaniki za rotacijsko tesnjenje, mehansko blaženje, odvajanje toplote in tudi v biomedicini za ciljno doziranje zdravilnih učinkovin, kontrastni agenti pri slikanju z magnetno resonanco, hipertermiji, itd. Ne glede na aplikacijo pa je za varno in učinkovito rabo potrebno dobro poznavanje fizikalnih lastnosti materiala. V doktorski disertaciji smo obravnavali nekatere lastnosti magnetnih tekočin s poudarkom na obnašanju v izmeničnem magnetnem polju. V tem primeru se magnetni delci oziroma vektor magnetizacije delcev poravnajo s smerjo magnetnega polja, kar opisujeta pojava Brownove in Néelove relaksacije. Obračanje magnetnih domen znotraj materiala opisujemo kot magnetne izgube, katerih posledica je povišanje temperature tekočine. Z višanjem amplitude in frekvence magnetnega polja so izgube intenzivnejše. Ravno ta pojav, ki ga imenujemo hipertermija, se izkorišča v medicini in predstavlja alternativno metodo zdravljenja rakavih tkiv, kjer z vbizganjem magnetne tekočine v tkivo in njeni izpostavitvi visokofrekvenčnemu magnetnemu polju dosežemo njihovo termično uničenje. Za uspešno izvajanje takšnega zdravljenja pa je bistvenega pomena karakterizacija magnetnih izgub magnetne tekočine. Glavni namen doktorske disertacije je izgradnja merilnega sistema, ki omogoča merjenje parametrov za določitev magnetnih izgub magnetnih tekočin. Merilni sistem je zasnovan tako, da z uporabo kalorimetrične metode na osnovi povišane temperature tekočine določi parameter izgub SAR (*specific absorption rate*). V tem primeru gre za izboljšanje uveljavljene metode, kjer je poudarek na homogenosti magnetnega polja ter na boljši toplotni izolaciji vzorca in okolice. Druga metoda za določitev magnetnih izgub pa je metoda magnetnega merjenja, kjer lahko na osnovi površine histerezne zanke določimo specifične moči izgub SPL (*specific power loss*). Bistvo metode sta dve merilni tuljavici okoli merjenega vzorca, ki sta bili predhodno umerjeni v magnetni normalni in merita inducirani napetosti, na osnovi katerih lahko izračunamo

magnetno poljsko jakost v sistemu ter gostoto magnetnega pretoka vzorca. Ta dva signala definirata histerezo zanko, katere površina je proporcionalna magnetnim izgubam. Za komercialno dostopen vzorec magnetne tekočine je izvedena karakterizacija izgub po obeh metodah, kjer so izgube podane v odvisnosti od amplitude in frekvence magnetne poljske jakosti, določena pa je tudi njihova temperaturna odvisnost. V disertaciji je predstavljena tudi analiza magnetnega polja merilnega sistema s pomočjo metode končnih elementov (MKE), v istem sistemu pa je izvedena še termična analiza, kjer temperaturno odvisne izgube povzročijo časovno spremembo temperature vzorca, rezultati obeh analiz pa so skladni z meritvami.



## **DEVELOPMENT OF MEASUREMENT PROCEDURES FOR DETERMINING THE MAGNETIC LOSSES OF MAGNETIC FLUIDS**

**Key words:** magnetic fluids, magnetic nanoparticles, magnetic losses, measurement procedures, specific absorption rate.

**UDC:** 537.8:621.318.3(043.2)

**Abstract:** Magnetic fluids fall into the category of nano-materials and are, by definition, a stable colloidal dispersion of magnetic nanoparticles permanently suspended in a carrier liquid. As such, they are distinguished by certain specific characteristics which are effectively utilized in various fields such as mechanics as rotary seals, mechanical dampers, heat conductors and in biomedicine to target the dosage of medicinal substances, contrast agents for magnetic resonance imaging, magnetic fluid hyperthermia, etc. For safe and effective use of the material a good knowledge of its physical properties is required, regardless of the applications. In this thesis, some properties of magnetic fluids with an emphasis on its behavior in the alternating magnetic field are discussed. In this case, the magnetic particles or its magnetization vector align with the direction of magnetic field, which describes the Brownian and Neel's relaxation. Rotating magnetic domains, within the material, are recognized as magnetic losses that among others result in an increase of fluids' temperature that intensify with increasing amplitude and frequency of magnetic field. This exact property is used in the application of medical hyperthermia, which represents an alternative method for cancer treatment, where the magnetic fluid is injected into the tumor tissue and heated by means of magnetic field to achieve thermal destruction of tumor. For successful implementation of such treatment the characterization of magnetic losses of magnetic fluids represents the essential role. The main purpose of this dissertation is to build a measurement system that enables the measurement of crucial parameters for determining the losses of magnetic fluid. The measurement system is designed in a way that allows the determination of loss parameter SAR (Specific Absorption Rate) using a calorimetric method. In this case, we deal with the improvement of established method, where the emphasis is on the homogeneity of the magnetic field and a better thermal insulation of the sample and its surroundings. Second method for determining the magnetic losses that is tackled in this dissertation is method of magnetic measurement. It is based on determination of the hysteresis loops area for determination of the parameter of SPL (specific power loss). The essential parts of this

method are two pickup coils wound around the measured sample. They are calibrated in the magnetic normal and therefore enable the calculation of magnetic field strength in the system and the magnetic flux density of the measured sample out of measured induced voltages. These two variables define the hysteresis loop whose area is proportional to magnetic losses. Characterization of magnetic losses is carried out by both methods for commercially available sample of magnetic fluid, where the results are given as a function of amplitude and frequency magnetic field. This thesis also presents a magnetic field analysis of the measurement system using the finite element method (FEM) and thermal field analysis; results of both analyses are consistent with measurements.

## ***Kazalo vsebine:***

<b>1.</b>	<b>UVOD.....</b>	<b>1</b>
<b>2.</b>	<b>MAGNETIZEM IN MAGNETNE TEKOČINE .....</b>	<b>7</b>
2.1	Snov v magnetnem polju .....	9
2.2	Magnetne tekočine.....	15
2.2.1	Priprava magnetnih tekočin z metodo reduciranja velikosti .....	18
2.2.2	Priprava magnetnih tekočin z metodo kemijske precipitacije .....	19
2.3	Stabilnost magnetnih tekočin .....	21
2.3.1	Stabilnost glede na gradient jakosti magnetnega polja.....	21
2.3.2	Stabilnost glede na posedanje zaradi vpliva gravitacijskega polja.....	23
2.3.3	Stabilnost glede na magnetno aglomeracijo .....	23
2.3.4	Stabilizacija magnetnih tekočin.....	25
2.4	Aplikacije magnetnih tekočin.....	26
2.4.1	Aplikacije v mehaniki.....	26
2.4.2	Aplikacije v termiji.....	28
2.4.3	Aplikacije v medicini .....	29
<b>3.</b>	<b>KARAKTERIZACIJA MAGNETNIH TEKOČIN.....</b>	<b>33</b>
3.1	Ravnovesna magnetizacija - superparamagnetizem .....	33
3.2	Magnetna relaksacija .....	34
3.3	Izgube magnetnih tekočin.....	37
<b>4.</b>	<b>EKSPERIMENTALNO DOLOČANJE MAGNETNIH IZGUB .....</b>	<b>41</b>
4.1	Kalorimetrična metoda merjenja magnetnih izgub .....	41
4.2	Metoda magnetnega merjenja magnetnih izgub .....	47
4.3	Merilni sistem.....	52
4.4	Merilno mesto.....	55
4.5	Izvedba meritev .....	59
<b>5.</b>	<b>RAČUNSKÉ SIMULACIJE TEKOČINE IN SISTEMA .....</b>	<b>65</b>
5.1	Analiza magnetnih tekočin na osnovi Langevinove formule .....	65
5.2	Izračun magnetnega polja v merilnem sistemu z MKE.....	72
5.3	Izračun toplotnega polja v merilnem sistemu z MKE .....	76
5.3.1	Statični izračun toplotnega polja .....	80
5.3.2	Tranzientni izračun toplotnega polja .....	83

---

<b>6. PRIKAZ REZULTATOV.....</b>	<b>91</b>
6.1 Analiza testnega vzorca magnetne tekočine .....	91
6.2 Določitev izgub vzorca po kalorimetrični metodi .....	94
6.3 Določitev izgub vzorca po metodi magnetnega merjenja.....	105
<b>7. KONČNE UGOTOVITVE IN SKLEP .....</b>	<b>111</b>
<b>LITERARURA.....</b>	<b>116</b>
<b>ŽIVLJENJEPIS .....</b>	<b>120</b>

## ***Kazalo slik:***

<b>Slika 2.1:</b> Magnetilna krivulja. ....	12
<b>Slika 2.2:</b> Točke povratka $B_r$ , odvisno od trenutka izkopa magnetilnega toka. ....	13
<b>Slika 2.3:</b> Simetrična histerezna zanka. ....	13
<b>Slika 2.4:</b> Magnetna tekočina in vpliv magnetnega polja trajnega magneta. ....	16
<b>Slika 2.5:</b> Shematski in grafični prikaz velikostne porazdelitve delcev. ....	17
<b>Slika 2.6:</b> Diagram poteka priprave koloidnih ferofluidov z metodo reduciranja velikosti. ...	18
<b>Slika 2.7:</b> Diagram poteka priprave koloidnih ferofluidov z metodo kemijske precipitacije. .	20
<b>Slika 2.8:</b> Shematski prikaz koncentracije magnetnih delcev v magnetni tekočini pod vplivom gradienta magnetnega polja, ki je omejena z razpršenostjo zaradi termičnega gibanja delcev in steričnega zadrževanja kot posledica končne velikosti delca. ....	22
<b>Slika 2.9:</b> Shematski prikaz koncentracije magnetnih delcev v magnetni tekočini pod vplivom gravitacijskega polja. ....	23
<b>Slika 2.10:</b> Shematski prikaz aglomeracije magnetnih delcev v magnetni tekočini zaradi magnetnih lastnosti delcev. ....	24
<b>Slika 2.11:</b> Shematski prikaz a) elektrostatični odboj; b) sterična stabilizacija; in c) elektrosterična stabilizacija koloidnih nanodelcev. ....	25
<b>Slika 2.12:</b> Shematski prikaz elastičnega trka med dvema delcema, pri čemer delci in surfaktant niso risani v razmerju z namenom jasnejšega prikaza. ....	26
<b>Slika 2.13:</b> Shematski prikaz tristopenjskega rotacijskega tesnjenja z magnetno tekočino med trajnim magnetom in osjo [9]. ....	27
<b>Slika 2.14:</b> Shematski prikaz zvočnika, kjer je tuljava obdana z magnetno tekočino z namenom boljšega odvajanja toplote, trajni magnet pa drži tekočino na istem mestu [9]. ....	28
<b>Slika 2.15:</b> Osnovna oblika in potrebna tveganja pri uporabi biomedicinskih magnetnih nanodelcev [70]. ....	29
<b>Slika 3.1:</b> Relaksacijski časi Brownove in Néelove relaksacije [29]. ....	36
<b>Slika 4.1:</b> Razdelitev kalorimetrov glede na tlak in temperaturo. ....	44
<b>Slika 4.2:</b> Definiranje temperaturnih področij merilnega sistema. ....	45
<b>Slika 4.3:</b> Potek magnetne poljske jakosti $H$ in temperature $T$ za primere a, b in c. ....	46
<b>Slika 4.4:</b> Primer nehomogenega in homogenega magnetnega polja. ....	48
<b>Slika 4.5:</b> Princip merjenja $B$ in $H$ z dvema merilnima tuljavicama. ....	49
<b>Slika 4.6:</b> Poenostavljena shema merilnega sistema. ....	50
<b>Slika 4.7:</b> Vezava merilnih tuljavic. ....	51
<b>Slika 4.8:</b> Fotografija merilnega sistema 1 ter merilnega sistema 2 desno. ....	53
<b>Slika 4.9:</b> Fotografija ter shema merilnega sistema 3. ....	55
<b>Slika 4.10:</b> Vezalna shema merilnega sistema. ....	56
<b>Slika 4.11:</b> Fotografija merilnega mesta za karakterizacijo magnetnih tekočin. ....	57
<b>Slika 4.12:</b> Vezalna shema za preizkus točnosti merjenja temperaturnih senzorjev v magnetnem polju ter v temperaturnem kalibratorju. ....	58
<b>Slika 4.13:</b> Vezava kondenzatorjev za ustvarjanje resonance pri 100 kHz. ....	60
<b>Slika 4.14:</b> Simulacijska shema LC nihajnega kroga. ....	61
<b>Slika 4.15:</b> Rezultat simulacije, prikaz tokov v vezju na levem grafu; desno frekvenčna odvisnost toka v nihajnem krogu. ....	62
<b>Slika 4.16:</b> Vmesnik programa LabView za izvajanje meritev. ....	63

<b>Slika 5.1:</b> Simulacija Langevinove funkcije, prikaz vpliva velikosti delca na magnetizacijske krivulje – primer A.....	66
<b>Slika 5.2:</b> Simulacija Langevinove funkcije; vpliv koncentracije na magnetizacijske krivulje – primer B ter vpliv temperature na magnetizacijske krivulje – primer C. ....	66
<b>Slika 5.3:</b> Dejanski posnetek TEM analize elektronskega mikroskopa [87] magnetne tekočine ter shematski prikaz. ....	67
<b>Slika 5.4:</b> Simulacija gama porazdelitvene funkcije, sprememba parametra $\alpha$ levo ter sprememba parametra $d_0$ desno.....	68
<b>Slika 5.5:</b> Primer štetja delcev analize TEM ter simulacija gama porazdelitvene funkcije pri spremembi parametra $d_0$ .....	69
<b>Slika 5.6:</b> Volumen magnetnih delcev ter pripadajoči magnetni moment. ....	69
<b>Slika 5.7:</b> Dejanski volumen, ki ga zavzame posamezna velikostna skupina delcev. ....	70
<b>Slika 5.8:</b> Porazdelitev $p(d)$ glede na število delcev in porazdelitev $p(d)'$ glede na volumen, ki ga delci zavzamejo, desno graf števila delcev posamezne velikostne skupine v 10 ml vzorca s koncentracijo $\varphi_{\text{vol}} = 10\%$ .....	70
<b>Slika 5.9:</b> Skupna magnetizacijska krivulja ter magnetizacijske krivulje posameznih velikostnih skupin, desna slika ima zaradi preglednosti spremenjeno merilo. ....	71
<b>Slika 5.10:</b> 3D-model dveh ovojev ter rezultat izračuna z MKE, normirana magnetna poljska jakost v primeru tuljave z dvema ovojema. ....	72
<b>Slika 5.11:</b> Prikaz normirane magnetne poljske jakosti vzdolž osi $z$ ter shematski prikaz položaja vzorca v smeri $z$ ; desno pa potek vzdolž osi $x$ ter shematski prikaz položaja vzorca v smeri $x$ . ....	73
<b>Slika 5.12:</b> 3D-modeli za izračun magnetnega polja dvoplastne tuljave z različnim številom ovojev.....	73
<b>Slika 5.13:</b> Prikaz dodajanja ovojev tuljave za izgradnjo modela različnega števila ovojev tuljave. Desno rezultat MKE analize, potek normirane magnetne poljske jakosti vzdolž osi $z$ za različne primere števila ovojev tuljave.....	74
<b>Slika 5.14:</b> Prikaz magnetne poljske jakosti na preseku $zx$ merilnega sistema, barvna lestvica prikazuje normirano vrednost magnetne poljske jakosti $H$ , vektorji kažejo smer $H$ za primer tuljave $z$ ; a) 8 ovoji, b) 24 ovoji in c) 70 ovoji.....	75
<b>Slika 5.15:</b> Tokovna odvisnost magnetne poljske jakosti v sistemu, meritev in izračun; desna slika prikazuje isto odvisnost, izračunano z MKE za različne frekvence napajanja.....	76
<b>Slika 5.16:</b> 3D-model merilnega sistema, uporabljen za termično analizo: izrezani del zgolj za predstavitev. ....	79
<b>Slika 5.17:</b> Delni presek $zx$ merilnega sistema, ki prikazuje uporabljene materiale. ....	81
<b>Slika 5.18:</b> Rezultat analize MKE za primer A na preseku $zx$ merilnega sistema, a) porazdelitev temperature, b) odvod temperature in c) toplotni tok.....	82
<b>Slika 5.19:</b> Rezultat analize z MKE, temperatura vzdolž osi $x$ ter toplotni tok vzdolž osi $x$ za vse štiri primere.....	83
<b>Slika 5.20:</b> Rezultat statične in tranzientne analize sistema enakih izgub z MKE za dva primera, desno linearna odvisnost končne temperature od moči gretja vzorca. ....	85
<b>Slika 5.21:</b> Moč gretja vzorca magnetne tekočine; linearno padajoča odvisnost ter konstante vrednosti, desno rezultat analize z MKE, časovni potek temperature vzorca za primere $P_3$ in $P_4$ .....	88
<b>Slika 5.22:</b> Eksperimentalno dobljena krivulja SPL za dve različni vrednosti polja ter aproksimacijski funkciji; desno primerjava tranzientne analize MKE in meritev.....	89
<b>Slika 6.1:</b> Komercialni vzorec magnetne tekočine. ....	91
<b>Slika 6.2:</b> Merjena magnetizacijska krivulja vzorca magnetne tekočine, logaritemsko in linearno merilo magnetne poljske jakosti. ....	93

<b>Slika 6.3:</b> Eksperimentalna določitev masnega razmerja, postopek segrevanja za določitev $m_{Fe}$ .....	94
<b>Slika 6.4:</b> Časovna odvisnost temperature vzorca: v prvem delu poteka izenačevanje temperature vzorca s temperaturo hladilne vode brez prisotnosti polja, v drugem poteka segrevanje vzorca zaradi magnetnega polja do stacionarnega stanja. ....	95
<b>Slika 6.5:</b> Časovni potek različnih amplitud magnetne poljske jakosti pri konstantni frekvenci $f = 106$ kHz, desno sprememba temperature vzorca za iste primere. Čas od 0 do 10 minut polje ni prisotno, od 10. minute dalje je polje prisotno. ....	96
<b>Slika 6.6:</b> Časovni potek amplitud magnetne poljske jakosti $H = 1,5$ kA/m pri različnih frekvencah magnetnega polja, desno sprememba temperature vzorca za iste primere. Čas od 0 do 10 minute: polje ni prisotno, od 10. minute dalje je polje prisotno. ....	98
<b>Slika 6.7:</b> Rezultat kalorimetričnih meritev, magnetne tekočine SAR, levi graf: odvisnost od amplitude polja pri konstantni frekvenci $f = 106$ kHz, desni graf: odvisnost od frekvence polja pri konstantni amplitudi $H = 1,5$ kA/m. ....	99
<b>Slika 6.8:</b> Časovni potek normirane vrednosti temperature ter odvoda temperature za določitev začetnega odvoda, desna slika prikazuje isto v časovnem intervalu med 500 in 1000 s.....	99
<b>Slika 6.9:</b> Časovni potek amplitude magnetne poljske jakosti, merjenje pri konstantni frekvenci $f = 106$ kHz ter konstantni amplitudi $H = 3,0$ kA/m polja za štiri primere nastavljenega polja, desno: potek temperature za iste primere. ....	100
<b>Slika 6.10:</b> Časovni potek amplitude magnetne poljske jakosti, merjene pri konstantni frekvenci $f = 106$ kHz ter konstantni amplitudi $H = 2,0$ kA/m polja za tri primere nastavljenega polja, desno: potek temperature za iste primere. ....	101
<b>Slika 6.11:</b> Absolutna vrednost standardnega odklona za primere $a$ , $b$ in $c$ , v odstotkih izražen standardni odklon za iste tri primere. ....	102
<b>Slika 6.12:</b> Časovni potek amplitude $H$ ; levo za primer $a$ ter desno za primer $b$ . ....	103
<b>Slika 6.13:</b> Časovni potek temperature $T$ ; levo za primer $a$ ter desno za primer $b$ . ....	103
<b>Slika 6.14:</b> Odvod temperature $T$ ; levo za primer $a$ ter desno za primer $b$ . ....	104
<b>Slika 6.15:</b> Analiza maksimalnega odvoda, razlika med srednjo vrednostjo maksimalnega odvoda ter maksimalnimi odvodi levo, desno odstotna vrednost odstopanja maksimalnega odvoda od srednje vrednosti za primera $a$ in $b$ . ....	104
<b>Slika 6.16:</b> Časovni potek toka v tuljavi za štirinajst različnih amplitud, desno potek induciranih napetosti merilnih tuljavic za iste vrednosti tokov. ....	105
<b>Slika 6.17:</b> Merjene vrednosti $B(t)$ ter izračunane vrednosti $H(t)$ (desno). ....	106
<b>Slika 6.18:</b> Izris histerezne zanke zadnje merilne točke (levo) ter površine histereznih zank v odvisnosti od amplitude polja za vseh štirinajst primerov (desno). ....	106
<b>Slika 6.19:</b> Potek magnetne poljske jakosti pri spremembi toka za različne frekvence napajanja (50, 70, 106, 145 in 185 kHz) (levo), gostote magnetnega pretoka za iste primere (desno). ....	107
<b>Slika 6.20:</b> Histerezne izgube v odvisnosti od amplitude magnetne poljske jakosti za različne frekvence magnetnega polja ter izgube SPL za iste primere. ....	107
<b>Slika 6.21:</b> Primerjava izgub magnetne tekočine, dobljene s kalorimetrično metodo in metodo magnetnega merjenja. ....	108
<b>Slika 6.22:</b> Časovni potek temperature v primeru segrevanja tekočine s konstantnim poljem (levo), izgube histereze za isti primer (desno). ....	109
<b>Slika 6.23:</b> Merjena temperaturna odvisnost SPL v W/g, za amplitudo polja 3,6 kA/m in frekvenco 100 kHz (levo), moč gretja vzorca v $mW/mm^3$ za isti primer (desno). ....	110

***Kazalo tabel:***

Tabela 2.1: Tipične vrednosti nekaterih dia- in paramagnetikov.....	11
Tabela 3.1: Časovne konstante relaksacije $\tau_N$ in $\tau_B$ za ferrofluid, sestavljen iz magnetnih delcev in nosilne tekočine kerozin. ....	36
Tabela 4.1: Popis merilne opreme in elementov.....	57
Tabela 4.2: Parametri simulacije nihajnega kroga. ....	61
Tabela 5.1: Parametri simulacij Langevinove enačbe. ....	65
Tabela 5.2: Parametri materialov za termično analizo z MKE. ....	80
Tabela 5.3: Primeri pri statični termični analizi MKE.....	81
Tabela 6.1: Uporabljene vrednosti za izračun SAR. ....	98



***Seznam uporabljenih simbolov:***

Oznaka	Pomen
$A$	površina ( $m^2$ )
$b(t)$	gostota magnetnega pretoka - trenutna vrednost (T)
$B, \mathbf{B}$	gostota magnetnega pretoka - amplituda (T)
$C$	Curiejeva konstanta materiala
$C$	toplotna kapaciteta (J /kg K) (samo v poglavju 5.3)
$d$	premer magnetnega delca (nm)
$D$	absolutni odklon
$\mathbf{E}$	električna poljska jakost (V/m)
$f$	frekvenca (Hz)
$F, \mathbf{F}$	sila (N)
$g$	gravitacijski pospešek ( $9,8 \text{ m/s}^2$ )
$h(t)$	magnetna poljska jakost – trenutna vrednost (A/m)
$h$	koeficient toplotne prevodnosti (samo v poglavju 5.3)
$H, \mathbf{H}$	magnetna poljska jakost – amplituda (A/m)
$i$	trenutna vrednost toka (A)
$I$	tok (A)
$\mathbf{J}$	tokovna gostota ( $A/m^2$ )
$k_B$	Boltzmannova konstanta
$l, L$	dolžina (m)
$\mathbf{m}$	dipolni moment
$m, \mathbf{M}$	magnetni moment delca (As m)
$M_d$	magnetizacija domene ( magnetizacija grobozrnatega materiala) (A/m)
$M_s$	magnetizacija nasičenja (A/m)
$n$	število delcev v tekočini
$\mathbf{n}$	enotin vektor normale
$N$	število ovojev tuljave
$p$	tlak (Pa)
$P$	izgube (W)

---

$r, \mathbf{r}$	razdalja med dvema magnetnima delcema (mm)
$t$	čas (s)
$T$	temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ ) (včasih tudi perioda signala pri integriranju)
$u$	trenutna vrednost napetosti (V)
$u_i$	trenutna vrednost inducirane napetosti (V)
$U$	energija sistema (J)
$v$	hitrost (m/s)
$V$	volumen ( $\text{m}^3$ )
$W$	magnetna energija delo (J)
$q$	električni naboj ( $\text{C} = \text{As}$ )
$\mathbf{q}$	gostoto toplotnega toka ( $\text{W}/\text{m}^2$ )
$Q$	toplota (J)
$\rho$	gostota tekočine ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )
$\varphi$	koncentracija magnetnih delcev (%)
$\phi$	magnetni pretok (Vs)
$\lambda$	toplotna prevodnost ( $\text{W}/\text{m K}$ ), v tuji literaturi se uporablja $\kappa$
$\mu_0$	permeabilnost praznega prostora ( $\text{Vs}/\text{Am}$ )
$\mu_r$	relativna permeabilnost
$\sigma$	standardni odklon
$\Psi$	magnetni sklep (Vs)
$\chi$	magnetna susceptibilnost
$\tau$	časovna konstanta (s) (v izpeljavi poglavja 3.1 tudi navor) (Nm)
$\theta$	kot zasuka ( $^{\circ}$ )
$\xi$	Langevinova konstanta
$\Gamma$	porazdelitvena funkcija

---

# 1. UVOD

Magnetna polja in magnetni materiali se pogostokrat pojavljajo okoli nas in so tako pomemben del kompleksne sestavljanke današnje družbe. Predstavljajo temeljni material pri zadovoljevanju osnovnih potreb družbe, kot so na primer proizvodnja, razdeljevanje in pretvarjanje energije, shranjevanje in iskanje informacij ter mnoge druge. Ker se ti materiali uporabljajo v toliko strateških aplikacijah, igrajo ključno vlogo v našem vsakodnevem življenju. Letno je njihova vrednost na globalnem tržišču ocenjena na približno  $10^{10}$  €, kar potrjuje ekonomsko pomembnost magnetnih materialov. Tako kot so pomembni materiali, so pomembne tudi točne meritve, ki predstavljajo nepogrešljiv segment za znanost, industrijo in trgovino in so prvi pogoj za želeni razvoj in proizvodnjo ekonomskih dobrin.

Materiali se med seboj ločijo po karakteristikah in kakovosti, ki se ugotavljajo s karakterizacijo. Kadar se uporablja termin karakterizacije v kontekstu z materiali, imamo običajno v mislih tehnike raziskovanja bodisi notranje strukture materiala bodisi katere izmed lastnosti materiala. Karakterizacija tako dobi obliko dejanskega izvajanja preizkusov na vzorcu materiala. Preizkusi se delijo na preizkuse po standardih, preizkuse materialov v gotovem izdelku in posebne preizkuse. Za nas so najpomembnejši standardni preizkusi, pri katerih se karakterizacija materiala izvaja po natančno predpisanem postopku, zapisanem v standardu, in le tako lahko dobimo splošno podobo materiala, kar omogoča tudi primerjavo med materiali [1] in [2].

V svetu, ki ga poznamo, so vsi materiali sestavljeni iz atomov, katerih medsebojna razporeditev narekuje njihove lastnosti. Od davnih časov, ko so naredili prva kamnita orodja, ljudje premeščamo atome z ulivanjem, mletjem, stiskanjem, rezanjem, ... v izjemno velikih statističnih gručah. Ker nam je šlo to vedno bolje od rok, lahko danes naredimo več stvari kot kadarkoli prej in to z večjo natančnostjo ter hkrati za manjšo ceno. Če pogledamo na raven molekul, še vedno delamo velike nerodne kopice in neurejene grmade atomov. Toda to se spreminja. V nekaterih primerih lahko že danes premikamo atome in molekule natančno tako, kot želimo. Za manipulacijo, sintezo in kontrolo snovi na ravni posameznih molekul oz. nanometrskih dimenzij se je zaradi velikostnega razreda prijelo ime nanotehnologija [5]. Ta nam omogoča izdelavo materialov ali naprav, ki so lažje, hitrejše, močnejše in imajo popolnoma nove ali pa dodatne, specifične lastnosti. Koncept nanotehnologije pripisujemo Nobelovemu nagrajencu Richardu Feynmanu, ki ga je podal v svojem predavanju (Na dnu oz. spodaj je še veliko prostora) leta 1959, v katerem je nakazal možnosti za operiranje s posameznimi atomi.

Primer takšnega materiala so tudi magnetne tekočine oziroma ferrofluidi, ki so bili razviti leta 1969 z izdatno finančno podporo ameriške vesoljske agencije NASA s ciljem usmerjanja tekočega goriva v breztežnostnem prostoru. Kmalu zatem so prepoznali še druge možnosti aplikacij magnetnih tekočin zaradi njihovih edinstvenih lastnosti. Magnetne tekočine so posebna kategorija nanomaterialov, ki imajo hkrati superparamagnetne lastnosti in tekoče agregatno stanje. Koloidni ferrofluidi so suspenzije drobnih delcev, ki so ločeni med seboj v zvezno porazdeljenem mediju, ki vsebuje tudi tiste delce suspenzije, ki se hitro sedimentirajo, čeprav se po definiciji magnetna tekočina ne posede, tudi če nanjo vpliva sila zunanega polja, bodisi magnetnega bodisi gravitacijskega. Takšni ferrofluidi so sestavljeni iz majhnih nanodelcev velikosti 3-15 nm, ki so magnetni in vsebujejo le eno magnetno domeno. Delci so prevlečeni z molekularno tanko plastjo površinsko aktivne snovi ali surfaktanta in so suspendirani v nosilni tekočini. Termično nihanje ohranja delce trajno suspendirane zaradi Brownovega gibanja, adsorbirani surfaktant pa preprečuje njihovo aglomeracijo [7]-[9].

Če magnetne tekočine opazujemo makroskopsko, ugotovimo, da so to dvosistemske disperzije, pri katerih enako pomembno vlogo igrata nosilna tekočina in magnetni nanodelci. Nosilna tekočina določa kemijske in mehanske lastnosti sistema, medtem ko magnetne lastnosti določajo dispergirani magnetni nanodelci. Pri tem je pomembna velikost delcev, ki pa morajo imeti tudi ozko velikostno porazdelitev in velik magnetni moment. Zaradi tega se za pripravo magnetnih tekočin navadno uporabljajo kovinski delci ali delci feritov, med katerimi sta najbolj znana dva železova oksida, magnetit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  in maghemit  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Uporabnost magnetne tekočine določata predvsem njena stabilnost in specifična magnetizacija, ki je odvisna od množine stabilno dispergiranih magnetnih delcev.

Pri konkretnih aplikacijah magnetnih tekočin je običajno potrebno dobro poznavanje njihovih lastnosti. Poleg strukturnih lastnosti je za nas še posebej zanimivo obnašanje magnetnih tekočin, ko so le te izpostavljene magnetnemu polju. Omenimo samo najpomembnejše in sicer merjenje magnetne permeabilnosti oziroma susceptibilnosti tekočin, raziskovanje pojava tvorbe verižnih formacij magnetnih delcev, ovrednotenje velikostne porazdelitvene funkcije na osnovi Langevinove simulacijske enačbe ter meritev magnetizacijske krivulje.

Kadar pa je magnetno polje izmenično, lahko opazujemo zanimiv pojav relaksacije magnetnih delcev. Pri tem mislimo na poravnavo magnetizacije delca s smerjo magnetnega polja. Glede na vrsto in velikost delcev, viskoznost in temperaturo nosilne tekočine pa v splošnem ločimo dva tipa relaksacij. Prvi tip je takoimenovana Brownova relaksacija, kjer rotira celotno zrno magnetnega delca, da se vektor magnetizacije zrna poravna z magnetnim

poljem. Drugi tip pa je takoimenovana Néelova relaksacija, kjer namesto celotnega delca rotira samo vektor magnetizacije zrna. Natančneje sta omenjena pojava opisana v delih [7] in [15], običajno pa prevlada tisti mehanizem, ki je hitrejši. Pri tem se postavi vprašanje, zakaj bi sploh želeli določiti relaksacijske čase. Odgovor najdemo v zanimivi lastnosti magnetnih tekočin, in sicer, da se grejejo, kadar so izpostavljene izmeničnemu magnetnemu polju. Intenzivnost segrevanja pa je v veliki meri odvisna od relaksacijskih časov magnetnih delcev. Tako kot sta poznana dva mehanizma relaksacij, tudi pri izgubah poznamo dva mehanizma segrevanja. Prvi je posledica viskoznega trenja med delcem in nosilno tekočino v primeru Brownovega gibanja, medtem ko je drugi mehanizem segrevanja povezan z rotacijo magnetnih domen v delcu ob poravnavi s smerjo polja. V obeh primerih govorimo o izgubah zaradi magnetnega polja, ki pa jih lahko določimo po različnih metodah. Prva metoda je določitev izgub z merjenjem relaksacijskih časov. Druga možnost je s pomočjo meritve kompleksne susceptibilnosti magnetne tekočine. Tretja možnost je posredno določanje preko merjenja segrevanja tekočine. Četrta možnost pa je določanje izgub iz merjenja magnetnih veličin magnetne poljske jakosti in gostote magnetnega pretoka.

Direktno merjenje relaksacijskih časov je pravzaprav nemogoče in predstavlja velik tehnični izziv zaradi majhnih dimenzij problema in hkrati zelo kratkih relaksacijskih časov (med  $10^{-8}$  in  $10^{-3}$  s). Pri drugi metodi določanja izgub je bistveno merjenje realne in imaginarne komponente susceptibilnosti magnetne tekočine. Raziskovalci so v delih [16]-[28] pokazali metodo merjenja kompleksne susceptibilnosti in tudi povezavo med relaksacijskim časom delcev, imaginarnim delom kompleksne susceptibilnosti in izgubami magnetnih tekočin. Tretja metoda za določanje izgub je kalorimetrična metoda, kjer izgube magnetne tekočine določimo posredno preko merjenja povišanja temperature tekočine. Velja za najenostavnejšo metodo, hkrati pa je tudi najbolj občutljiva na motnje. Teorija kalorimetrije ter termične analize je podana v delih, dejansko pa metodo za določanje izgub najdemo v literaturah [25]-[30]. Četrta metoda merjenja magnetnih lastnosti materialov pa temelji na določitvi veličin magnetnega polja v materialu, pri kateri lahko izmerimo histerezno zanko materiala in tako ovrednotimo izgube.

Edinstvene lastnosti omogočajo magnetnim tekočinam široko področje uporabe za razne tehnološke aplikacije. Nekatere med njimi so tesnjenje, dušenje, prenos toplote, separiranje, za senzorje, za ležaje in mnoge druge. Pomembno vlogo imajo tudi v biomedicini za diagnostične in terapevtske aplikacije, kot so npr. ciljno doziranje zdravilnih učinkovin, povečevanje kontrastnosti pri magnetnoresonančnem slikanju, radioterapija, hipertermija in druge. Slednja je za nas še posebej pomembna, saj izkorišča pojav segrevanja magnetne

tekočine v izmeničnem polju z namenom termičnega onesposabljanja bolne celice pri zdravljenju tumorjev. Za dejansko aplikacijo pa sta potrebna dobro poznavanje mehanizmov nastajanja izgub kakor tudi sama karakterizacija izgub magnetne tekočine.

Cilj doktorske disertacije je določitev kakovosti magnetne tekočine, uporabljene v aplikacijah, kjer izkoriščamo pojav segrevanja v izmeničnem magnetnem polju. V tem kontekstu je kakovostnejša tista tekočina, ki proizvede več toplote, ki jo povzročajo različni izgubni mehanizmi, ki jim skupno pravimo magnetne izgube.

Če na primer želimo ugotoviti, pri kateri temperaturi ima neka tekoča snov vrelišče, izvedemo poskus. Tekočino tako dolgo segrevamo, da se zgodi sprememba agregatnega stanja iz tekočega v plinasto. Pri tem izvajamo še meritev temperature, tako da lahko natančno povemo, pri kateri temperaturi se to zgodi. Določili smo vrelišče ali, povedno drugače, z znanim postopkom smo izvedli karakterizacijo materiala za eno fizikalno lastnost.

Torej za ugotavljanje poljubne lastnosti materiala izvedemo ustrezen standardni preizkus, zapisan v enem izmed za to priporočljivih standardov. Kadar pa želimo ugotoviti bolj specifične lastnosti, pa ugotovimo, da za to ni vedno posebnih priporočil in standardov. Ena izmed takšnih lastnosti so gotovo specifične izgube magnetne tekočine. Zapisali smo, kaj povzroča izgube ter katere parametre je potrebno meriti, če jih želimo določiti.

V doktorski disertaciji smo tako obravnavali problematiko določevanja izgub v izmeničnem magnetnem polju. Pri tem smo skušali na osnovi znane teorije in znanih metod iz literature določiti postopek, kako po eksperimentalni poti določiti izgube magnetnih tekočin. Te se običajno podajo v obliki karakteristike izgub  $p$  (W/g) v odvisnosti od amplitude magnetne poljske jakosti  $H$  pri izbrani frekvenci.

Cilj disertacije je bil razvoj postopka za dve merilni metodi. Pri prvi smo z izboljšano kalorimetrično metodo določili karakteristiko izgub magnetnih tekočin. Pri drugi metodi pa smo s pomočjo merjenja magnetnih veličin določili isto karakteristiko in dokazali, da sta metodi enakovredni. Metodi smo ovrednotili na večjem številu raznovrstnih vzorcev tekočin, kjer so izgube bodisi znane bodisi neznane. Vzorci so imeli različne nosilne tekočine, različne magnetne delce, različne velikostne porazdelitve itd.

Cilj doktorske disertacije smo realizirali tako, da smo zgradili merilni sistem, v katerem smo izvajali karakterizacijo izgub po obeh metodah. Pri kalorimetrični metodi je instrument kalorimeter, ki je po definiciji instrument za določanje toplote na podlagi povišanja temperature sistema. Torej smo za izvajanje kalorimetričnih meritev zgradili merilni sistem, ki predstavlja kalorimeter, in s pomočjo meritev temperature določili izgube. Pri metodi magnetnega mejenja pa smo s pomočjo izvajanja meritev časovnih potekov gostote

magnetnega pretoka  $B$  in magnetne poljske jakosti  $H$  določali specifične izgube magnetnih tekočin. Rezultate obeh metod smo preverili tudi z izračunom magnetnih razmer merilnega sistema ob uporabi metode končnih elementov.

Za uvodno predstavitev omenjene problematike, ki smo jo obravnavali, je v nadaljevanju kratka predstavitev preostalih šestih poglavij doktorske disertacije.

V **drugem poglavju** je na začetku predstavljena teorija magnetizma, kjer je v osnovnih enačbah opisana relacija med veličinami magnetnega polja. Namen tega je lažje razumevanje fizikalnega ozadja dogajanja poljubne snovi v magnetnem polju, saj je cilj naloge ravno analiza obnašanja magnetnih tekočin v izmeničnem magnetnem polju. Podane so tudi osnove magnetnih tekočin in njihove priprave, podrobneje pa so opisani tudi stabilnostni kriteriji za njihov obstoj oziroma preprečitev razpada na osnovni komponenti. Na koncu poglavja je opisanih nekaj aplikacij magnetnih tekočin in sicer po različnih področjih njihove uporabe, nakazana pa je tudi medicinska aplikacija za zdravljenje rakavih celic s pomočjo t.i. hipertermije. Takšen poseg zahteva podrobno poznavanje delovanja mehanizmov segrevanja in je povod za celotno raziskavo.

V **tretjem poglavju** opisujemo karakterizacijo magnetnih tekočin. Izpeljana je Langevinova teorija superparamagnetnih delcev, katere analiza je predstavljena v nadaljevanju, v poglavju 5.1. Poleg tega je predstavljen pomen magnetne relaksacije magnetnih delcev pod vplivom zunanjega magnetnega polja. Predstavljena sta oba relaksacijska mehanizma (Brownov in Néelov), ki služita kot osnova za razumevanje delovanja izgub magnetnih tekočin. Tudi te so opisane v tem poglavju, kjer so predstavljeni trije pristopi k njihovem ovrednotenju. Enačbe služijo kot osnova, okoli katerih smo razvili oziroma posodobili dve merilni metodi za določevanje izgub; to sta metoda magnetnega merjenja in kalorimetrična metoda.

V **četrtem poglavju** je povzet del eksperimentalnega dela doktorske disertacije. Tu sta podrobneje opisani obe metodi za določevanje izgub. Za njihovo določanje smo zgradili eksperimentalni sistem, ki predstavlja bistvo naloge. Podrobneje je predstavljeno tudi merilno mesto, s pomočjo katerega krmilimo merilni sistem ter izvajamo karakterizacijo izgub magnetnih tekočin po obeh metodah. V tem delu je predstavljen tehnični del izvajanja meritev, medtem ko so rezultati prikazani v nadaljevanju, v poglavju 6.

V **petem poglavju** je poudarek na računskem delu disertacije. Tu je izvedena analiza magnetnih tekočin na osnovi Langevinove funkcije, kjer upoštevamo velikostno porazdelitev delcev. S tem smo pokazali, kako lahko velikost delcev ter njihova porazdelitev direktno vplivata na moč izgub tekočine v izmeničnem magnetnem polju. Predstavljen je primer za eno

velikostno porazdelitev. Drugi del poglavja pa je posvečen izračunu z metodo končnih elementov (MKE). Najprej smo z analizo magnetnih razmer v sistemu ugotavljali homogenost polja v merilnem sistemu, saj je to eden izmed pomembnejših parametrov pri karakterizaciji tekočin. Rezultate analize smo preverili z meritvijo polja v sistemu. Drugi sklop pa je posvečen termični analizi. S statično termično analizo smo ugotavljali pomen izolacijskih materialov ter hladilne vode v merilnem sistemu. S časovno odvisno termično analizo pa smo skušali določiti krivuljo segrevanja vzorca magnetne tekočine, ko je izpostavljen znani vrednosti magnetnega polja. Pri tem so znane izgube, ki so v analizi služile kot toplotni izvor. Preverjali smo tudi vpliv načina upoštevanja izgub (izgube so konstantne ali temperaturno odvisne) ter ugotovili ustreznost izračuna, kjer podamo temperaturno odvisne izgube. Na koncu smo rezultat časovno odvisne analize segrevanja primerjali z meritvijo.

V **šestem poglavju** so zbrani rezultati disertacije. Najprej je predstavljen testni vzorec magnetne tekočine, na katerem smo izvedli meritve, objavljene v tej disertaciji. Analizirali smo strukturne lastnosti tekočine, ki nam zagotovijo konstantne parametre, potrebne pri izračunu izgub magnetne tekočine. Najprej je predstavljena kalorimetrična merilna metoda za določanje izgub magnetne tekočine. V prvem sklopu meritev so predstavljeni rezultati meritev izgub pri konstantni frekvenci, v drugem sklopu pa rezultati meritev pri konstantni amplitudi polja. Za oba sklopa sta izračunani krivulji izgub. V tem delu sta predstavljeni še ponovljivost meritve temperature ter ponovljivost meritev za določitev začetnega odvoda krivulje segrevanja. V zadnjem delu je predstavljena druga merilna metoda za določitev izgub magnetne tekočine, in sicer metoda magnetnega merjenja. Predstavljeni so rezultati meritev za različne frekvence in amplitude magnetnega polja, predstavljene pa so tudi izgube histereze ter specifične izgube. V tem razdelku je narejena tudi primerjava rezultatov obeh merilnih metod, navedene pa so tudi njune prednosti in slabosti. Na koncu poglavja je predstavljena še meritev za določitev temperaturne odvisnosti izgub.

V **sedmem poglavju** in hkrati zadnjem poglavju smo povzeli celotno delo in predstavili zaključke ter sklepe disertacije. Na tem mestu so združeni tudi izvirni znanstveni prispevki, ugotovitve ter predlogi za nadaljnje delo na tem področju.



## 2. MAGNETIZEM IN MAGNETNE TEKOČINE

V disertaciji poglobljeno obravnavamo problem, ki je tesno povezan z magnetizmom in obnašanjem materialov v magnetnem polju. Uvodni del tega poglavja je posvečen ravno temu. Preden zapišemo nekaj osnovnih definicij magnetizma, pogledimo v zgodovino k danskemu fiziku Hansu Christianu Oerstedu (1777 - 1851), ki je leta 1820 opazil svojevrstno odklanjanje magnetne igle v bližini žice, po kateri teče električni tok. S tem je opozoril na interakcijo med električnim tokom in magnetnimi pojavi. Oerstedovemu odkritju je sledilo intenzivno obdobje dveh let, ko je francoski fizik André Marie Ampère (1775 - 1836) Oerstedove eksperimente razširil in odkril, da so magnetni pojavi prisotni tudi med dvema električnima tokokrogoma. Tako kot je Coulomb (1736 - 1806) podal matematični izraz za silo med dvema elektrinama, je Ampère leta 1820 podal ustrezen matematični izraz za magnetno silo med dvema odsekoma žice, ki vodita električni tok. Ampère je drzno postavil tudi tezo, da je mogoče snovi, ki imajo magnetne lastnosti, obravnavati z notranjimi električnimi tokovi. Njegova trditev se je kasneje tudi potrdila, zato so ti tokovi danes poimenovani *Ampérovimi tokovi*. Tako so bili v nekaj tednih postavljeni temelji za elektromagnetizem, ki so veljali naslednjih petdeset let, [77] in [86].

Michael Faraday (1791 - 1867) je Oerstedovo odkritje magnetnih učinkov električnega toka razširil in po šestih letih odkril indukcijo električnega toka v sklenjeni prevodni zanki, če se ta nahaja v časovno spremenljivem magnetnem polju. Odkritje danes poznamo kot Faradayev zakon elektromagnetne indukcije, ki ga je v dokončno obliko uredil tri desetletja kasneje James Clerk Maxwell (1831 - 1897). Vpeljal je t.i. premikalni tok<sup>1</sup>, ki ga je postavil ob bok konduktivnemu toku in tako odpravil neskladje med Ampérovim zakonom toka in kontinuitetno enačbo. Svoje delo je leta 1864 objavil v članku »A dynamic theory of the electromagnetic field«, podal pa je osnovne enačbe elektromagnetnega polja, ki jih danes po njem tudi imenujemo.

Ko danes zapisujemo klasične enačbe elektromagnetizma in pripisujemo pomen vrednosti fizikalnih veličin, opazujemo material kot celoto. To pomeni, da so vse atomske prepletенosti nepomembne, še posebej pa to velja za notranje tokove, ki izvirajo v kvantni mehaniki. Običajno jih obravnavamo kot povprečne tokove v elementarnem volumnu  $\Delta V$ , ki je dovolj majhen, da je definiran kot lokalni, toda dovolj velik glede na atomske dimenzije.

---

<sup>1</sup> Tudi tok odmika, kar izhaja iz angleškega izraza »displacement current«.

Ti Ampérovski tokovi so posledica trajektorij elektronov na nivoju atoma in ne prenašajo naboja vzdolž volumna telesa. Poimenujmo  $\mathbf{j}_M(\mathbf{r})$  pripadajočo tokovno gostoto, ki jo lahko zaradi solenoidnega značaja izrazimo s pomočjo rotorja druge vektorske funkcije  $\mathbf{M}(\mathbf{r})$

$$\mathbf{j}_M(\mathbf{r}) = \nabla \times \mathbf{M}(\mathbf{r}). \quad (2.1)$$

Zanimivo je, da vektorska funkcija  $\mathbf{M}(\mathbf{r})$  predstavlja magnetni moment na enoto volumna. To količino imenujemo magnetizacija. Če velja, da elementarni volumen vsebuje določeno število nosilcev momenta, potem je  $\mathbf{M}(\mathbf{r}) = \sum_i \mathbf{m}_i / \Delta V$  vsota momentov v takšnem volumnu. S pomočjo enačbe (2.1) lahko opišemo magnetne učinke zunanjih tokov ob prisotnosti drugega medija. Če ti tokovi tečejo tudi ob odsotnosti medija, je vektor indukcije  $\mathbf{B}$  podan z Biot-Savartovim zakonom, ki je v diferencialni obliki zapisan kot

$$\nabla \times \mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{j}_e, \quad (2.2)$$

kjer je  $\mathbf{j}_e$  tokovna gostota in  $\mu_0 = 4\pi 10^{-7}$  Vs/Am permeabilnost praznega prostora. Analiza Biot-Savartovega zakona dodatno nakazuje, da je vektor  $\mathbf{B}$  solenoiden, kar pomeni, da zadosti enačbi  $\nabla \cdot \mathbf{B} = 0$ . Dokažemo lahko, da ta enačba in enačba (2.2) edinstveno definirata vektor  $\mathbf{B}$  za dano tokovno gostoto  $\mathbf{j}_e$ . V tem trenutku lahko priključimo operativno definicijo vektorja  $\mathbf{B}$ , ki ga ponudi Lorentzov zakon, ki opisuje sklopljenje električnega in magnetnega polja z električnim nabojem  $q$ , na katerega deluje sila  $\mathbf{F}$  in se giblje s hitrostjo  $\mathbf{v}$ , kjer je  $\mathbf{E}$  električna poljska jakost

$$\mathbf{F} = q(\mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B}). \quad (2.3)$$

V prisotnosti magnetnega materiala torej obstajata dva tokova, zunanji oziroma gonilni tok ter notranji mikroskopski tok, ki skupaj oblikujeta vektor  $\mathbf{B}$  ob upoštevanju naslednjih dveh enačb

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0, \nabla \times \mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{j}_e + \mathbf{j}_M). \quad (2.4)$$

Ko imamo opravka z magnetnimi materiali, si prizadevamo, da bi izrazili magnetno stanje materiala s pomočjo spremenljivke tokovne gostote vzbujačnega toka  $\mathbf{j}_e$ . Tako lahko iz enačbe

(2.4) izrazimo tokovno gostoto  $\mathbf{j}_e$ , iz enačbe (2.1) vpeljemo magnetizacijo  $\mathbf{M}$  in nadomestimo tokovno gostoto  $\mathbf{j}_M$ . Tako smo definirali polje  $\mathbf{H}$

$$\nabla \times \left( \frac{\mathbf{B}}{\mu_0} - \mathbf{M} \right) = \nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{j}_e. \quad (2.5)$$

$\mathbf{H}$  je vektor magnetne poljske jakosti in je spremenljivka, ki je direktno odvisna od velikosti toka, ki jo povzroča. Na drugi strani pa imamo temeljni vektor  $\mathbf{B}$ , ki ga imenujemo gostota magnetnega pretoka in je definiran s pogojem  $\nabla \cdot \mathbf{B} = 0$  vsepovsod, tako v praznem prostoru kot znotraj snovi, in tako Lorentzova enačba povsod velja. Glede na enačbo (2.5) je splošno razmerje, ki povezuje vektorje  $\mathbf{B}$ ,  $\mathbf{H}$  in  $\mathbf{M}$ , zapisano kot

$$\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H} + \mu_0 \mathbf{M}. \quad (2.6)$$

V SI sistemu enot je magnetizacija  $\mathbf{M}$  izražena v enotah A/m, kar nakazuje na »amperski« izvor magnetnih momentov. V praznem prostoru velja  $\mathbf{M} = 0$  in  $\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H}$ , magnetna poljska jakost in gostota magnetnega pretoka sta ekvivalentni količini, povezani s konstanto  $\mu_0$ .

## 2.1 Snov v magnetnem polju

Pogosto nas zanima obnašanje snovi v magnetnem polju, kar pa v širšem smislu pomeni korelacije med vektorji  $\mathbf{B}$ ,  $\mathbf{M}$  in  $\mathbf{H}$  za posamezne sklope tipičnih snovi. V zvezi s tem lahko opišemo tri načine odziva na magnetno polje, in sicer diamagnetni, paramagnetni in feromagnetni način [1]-[4]. Če vpeljemo pojem magnetne susceptibilnosti kot zvezo med vektorjema  $\mathbf{H}$  in  $\mathbf{M}$ , lahko zapišemo

$$\mathbf{M} = \chi_m \mathbf{H}, \quad (2.7)$$

in ta formalno enostaven zapis razumemo v širšem smislu kot: če je snov magnetno linearna, bo  $\chi_m$  zgolj sorazmernostni faktor; če je snov magnetno nelinearna, je susceptibilnost funkcijsko odvisna od jakosti  $\mathbf{H}$  ali gostote polja  $\mathbf{B}$ ; če pa je snov magnetno anizotropna, pa ima susceptibilnost tenzorski značaj. Vstavimo (2.7) v (2.6) in dobimo zapis

$$\mathbf{B} = \mu_0 (\mathbf{H} + \mathbf{M}) = \mu_0 (1 + \chi_m) \mathbf{H} = \mu_0 \mu_r \mathbf{H} = \mu \mathbf{H} \quad (2.8)$$

ali tudi

$$\mathbf{M} = \frac{\chi_m}{\mu_0(1 + \chi_m)} \mathbf{B} \quad (2.9)$$

kjer je  $\mu_r$  relativna permeabilnost ( $\mu_r = 1 + \chi_m$ ),  $\mu$  pa je absolutna permeabilnost snovi ( $\mu = \mu_r \mu_0$ ). Enačbo včasih zapisujemo tudi v drugi obliki in sicer :

$$\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H} + \mu_0 \mathbf{M} = \mu_0 \mathbf{H} + \mathbf{J} \quad (2.10)$$

kjer je  $\mathbf{J}$  vektor magnetne polarizacije z enoto T. Tu velja poudariti, da je  $\mu$  snovna lastnost in je empiričen podatek, ki ga običajno dobimo z meritvijo. V tem kontekstu lahko sedaj opazujemo obnašanje snovi v magnetnem polju.

**Diamagnetizem:** diamagnetne snovi so tiste, katerih atomi ne izkazujejo rezultančnega magnetnega dipolskega momenta; magnetni momenti, ki so posledica vrtilnih količin elektronov in spinov, se v atomu medsebojno kompenzirajo. Če takšno snov izpostavimo zunanjemu magnetnemu polju, v njej ne pride do reakcije (navora), gostota magnetnega pretoka v snovi pa je malo manjša od gostote magnetnega pretoka izven snovi. Upoštevajoč gostoto atomov v snovi in število elektronov v atomu znaša okvirna vrednost za susceptibilnost  $-10^{-5}$  in ne kaže temperaturne odvisnosti. Susceptibilnost je negativna,  $\mu_r$  pa je za spoznanje manjše od ena in inducirani dipolski momenti so usmerjeni v nasprotni smeri polja. Snovi, ki izkazujejo diamagnetne lastnosti so precej pogoste v naravi, primer so Cu, Hg, Au, Ag, H<sub>2</sub>O in še nekatere druge.

**Paramagnetizem:** paramagnetne snovi so po definiciji tiste, katerih atomi, ioni ali molekule že po naravi izkazujejo določeno neuravnoteženost magnetnih momentov. V makroskopskem smislu ti elementarni dipoli nimajo rezultirajočega vektorja magnetizacije, kar pomeni, da se med seboj kompenzirajo oziroma so znotraj snovi kaotično orientirani. Če takšno paramagnetno snov izpostavimo zunanjemu magnetnemu polju  $\mathbf{B}$ , potem pride do njihove delne orientacije v smeri polja. Stopnja orientacije se z višanjem gostote B povečuje, z višanjem temperature pa pada. V tem primeru je okvirna vrednost za susceptibilnosti  $+10^{-5}$ . Predstavniki paramagnetnih snovi so Al, Mn, Pt, O, Cr, U, W, zrak in druge. Pri paramagnetizmu sta zanimivi še dve stvari; prvo je odkril P. Curie še pred samo teorijo paramagnetizma, in sicer, da susceptibilnost z višanjem temperature pada, druga stvar pa je

pojav nasičenja, ki pomeni usmeritev vseh magnetnih momentov v snovi pri zelo močnem magnetnem polju. Tabela 2.1 prikazuje vrednosti susceptibilnosti za nekatere materiale, velja pa si zapomniti dejstvo, da je v obeh primerih susceptibilnost praktično zanemarljiva in je zato zveza med  $\mathbf{B}$  in  $\mathbf{H}$  enostavno kar  $\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H}$ .

**Tabela 2.1:** Tipične vrednosti nekaterih dia- in paramagnetikov.

Magnetne susceptibilnost $\chi_m = \mu_r - 1$			
Diamagnetiki		Paramagnetiki	
Bizmut	$-1,6 \cdot 10^{-4}$	aluminij	$+2,2 \cdot 10^{-5}$
svinec	$-1,8 \cdot 10^{-5}$	volfram	$+6,8 \cdot 10^{-5}$
ogljik	$-2,1 \cdot 10^{-5}$	litij	$+1,4 \cdot 10^{-5}$
srebro	$-2,5 \cdot 10^{-5}$	platina	$+27 \cdot 10^{-5}$
živo srebro	$-3,2 \cdot 10^{-5}$	mangan	$+98 \cdot 10^{-5}$
zlato	$-3,6 \cdot 10^{-5}$	natrij	$+7,2 \cdot 10^{-6}$
voda	$-8,8 \cdot 10^{-5}$	kisik	$+1,8 \cdot 10^{-6}$
baker	$-9,4 \cdot 10^{-6}$	zrak	$+3,6 \cdot 10^{-7}$

**Feromagnetizem:** je pojav, kjer je potencirano izražen paramagnetizem. Pri feromagnetnih snoveh, kot so železo (Fe, ferrum – od tu pripona »fer«), nikelj, kobalt in njihove legure, je magnetna susceptibilnost izredno visoka, od nekaj sto do nekaj tisoč. Vzrok za tako visoke vrednosti pa je v močno izraženih magnetnih momentih atomov, ki pa so povzročeni zaradi neuravnoveženih magnetnih momentov spinov elektronov na nezapolnjeni predzadnji lupini omenjenih elementov. Za njih velja tudi, da so sosedni atomi v kristalni strukturi grupirani v t.i. magnetne domene<sup>1</sup>, znotraj katerih so momenti čvrsto istosmerno orientirani. Velikosti magnetnih domen segajo od nekaj deset do nekaj sto mikronov, izjemoma dosegajo tudi centimetrski razred.

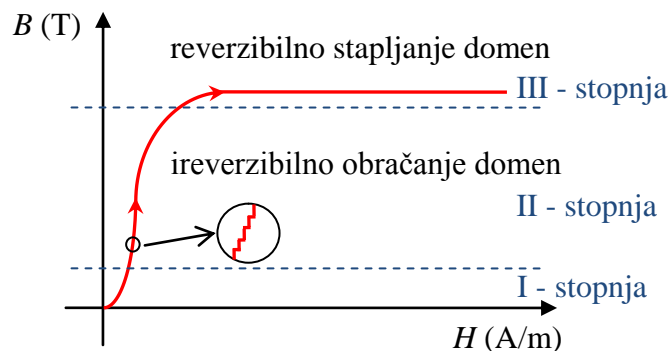
Če so magnetne domene v makroskopskem ravnotežju, potem kos feromagnetnega materiala navzven ne izkazuje rezultančnega magnetnega momenta in zato tudi nima rezultančnega magnetnega polja. Če tak kos materiala izpostavimo zunanemu magnetnemu polju, pa se v materialu začne proces magnetenja, ki ga lahko opišemo v treh stopnjah.

1. Pri majhnih gostotah polja pride do premikov med tistimi domenami, ki s smerjo zunanjega polja oklepajo majhne kote. V tem delu je proces reverzibilen, če magnetno polje »popusti«, se meje domen vrnejo v prvotno stanje.
2. Pri nadaljnjem povečanju polja prihaja do obračanja celih domen, pri čemer usmerjanje ni zvezno, temveč sunkovito. Proces je tipično ireverzibilen, če polje v tej točki »popusti«, se kos materiala ne razmagneti, temveč ohrani del magnetizacije.

<sup>1</sup> Hipotezo o obstoju magnetnih domen je leta 1907 postavil P. Weiss in se po njem tudi imenujejo *Weissove domene* oziroma *Weissova območja*.

3. Nadaljnjo povečanje magnetnega polja pa izzove proces izginjanja magnetnih domen in njihovih mej, momenti pa so dokončno usmerjeni. Ko feromagnetni material doseže to točko, govorimo o nasičenju, pri tem pa magnetizacija doseže svoj maksimum. Če se zunanje polje še vedno povečuje, to nima več nikakršnega vpliva na stanje magnetnih domen. V tej fazi je proces ponovno reverzibilen, če magnetno polje »popusti«, se stanje povrne do magnetizacije, ki ustreza prehodu med drugo in tretjo fazo.

Začetna krivulja magnetenja je pogosto imenovana tudi deviška krivulja, opisuje pa nam posamezne faze magnetenja, kot so bile opisane. Krivulja nam opisuje odnos med  $\mathbf{B}$  in  $\mathbf{H}$ , ki je predstavljen tudi na spodnji sliki. Očitno je, da je odnos med njima nelinearen, opisuje pa nam obnašanje magnetnih domen ob povečanju gostote magnetnega polja. V drugi fazi poteka sunkovito obračanje magnetnih domen, kar se odraža tudi v nazobčanosti krivulje (v krogu). V zadnji fazi so domene v celoti orientirane, magnetizacija pa doseže maksimum.



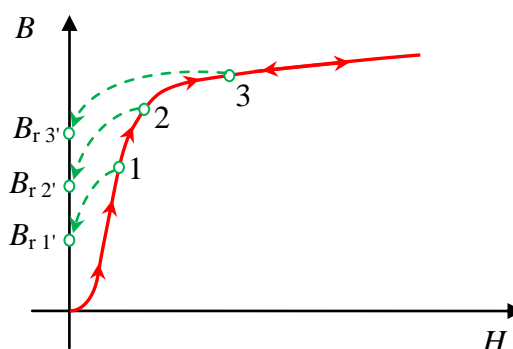
**Slika 2.1:** Magnetilna krivulja.

V tej točki bomo omenili še nekatere pojme, ki jih pogosto srečujemo tudi pri obravnavi magnetnih materialov.

*Relativna permeabilnost* je pojem, ki ga moramo vpeljati glede na teorijo enačbe (2.8), čeravno magnetenje ni linearno kot kvocient  $B/\mu_0 H$ . To je t.i. statična relativna permeabilnost, ( $\mu_{rs}$ ) medtem ko z uporabo enačbe  $dB/\mu_0 dH$  dobimo dinamično relativno permeabilnost ( $\mu_{rd}$ ).

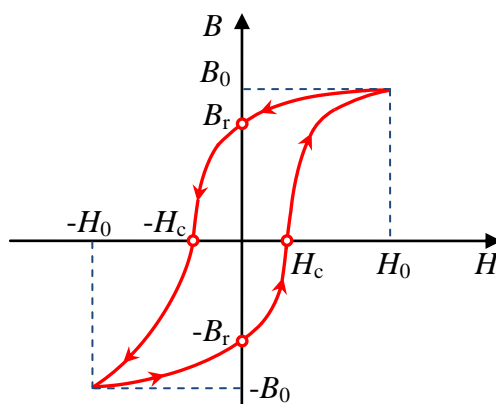
Naslednji pojem je *Curiejeva temperatura*. Nad določeno temperaturo, ki je pri vsakem materialu svojska, postanejo termične vibracije tako močne, da onemogočajo paralelno orientacijo magnetnih momentov sosednjih atomov, torej material izgubi magnetne lastnosti in se obnaša, kot da je paramagneten. To temperaturo imenujemo Curiejeva temperatura, ki ima pri železu vrednost  $T_C = 770 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Naslednji pojem, ki ga pogosto srečamo pri obravnavi feromagnetnih materialov, je *remanentna gostota* ( $B_r$ ). To je gostota magnetnega pretoka, ki jo material zadrži, ko se magnetilni tok prekine, oziroma ko se magnetna poljska jakost zmanjša na vrednost nič. Dinamična odvisnost remanantne gostote je odvisna od vrednosti magnetilnega toka v trenutku njegove prekinitve. Najvišja je takrat, ko je material v trenutku prekinitve magnetilnega toka v nasičenju. Remanentne gostote so običajno okrog 50 % vrednosti magnetne polarizacije v nasičenju, točke »povratka« pa so prikazane tudi na spodnji sliki za različne trenutke izklopa magnetilnega toka (Slika 2.2).



**Slika 2.2:** Točke povratka  $B_r$ , odvisno od trenutka izklopa magnetilnega toka.

*Histerezna zanka:* magnetenje feromagnetnih materialov je v splošnem ireverzibilen proces, katerega obnašanje lahko opišemo s histerežno zanko. Omenili smo že, da se zavrtene domene po prenehanju delovanja polja ne vrnejo v prvotni položaj, za njihovo preusmeritev pa je potrebno obrniti smer magnetilnega toka (smer polja). Ta proces si najlažje razložimo s pomočjo slike 2.3, kjer si zamislimo spreminjanje magnetne poljske jakosti od  $H_0$  do  $-H_0$  ter od  $-H_0$  do  $H_0$  in vidimo, da usmerjenost domen vseskozi fazno zaostaja. Zaostajanje je v tem primeru simetrično, proces magnetenja pa opiše histerežno zanko.



**Slika 2.3:** Simetrična histerezna zanka.

Označena točka  $H_c$  se imenuje koercitivna poljska jakost, pomeni pa potrebno poljsko jakost magnetnega polja v nasprotni smeri, da izniči učinek magnetizacije tako, da je rezultančni  $B = 0$ . Glede na širino zanke (po abscisi) ločimo trdo in mehko magnetne materiale, pri čemer imajo trdo magnetni vrednosti  $H_c$  tudi do nekaj deset tisoč A/m, medtem ko imajo mehko magnetni celo manj kot deset A/m. Širina histerezne zanke je tesno povezana z izgubami, tako da lahko grobo rečemo, da trdo magnetne materiale uporabljamo predvsem za trajne magnetne, mehko magnetne pa v izmeničnih poljih, saj zaradi ozke histerezne zanke niso preveč energijsko potratni.

**Antiferomagnetizem:** posebno skupino med paramagnetnimi snovmi tvorijo antiferomagnetiki. V takšnih snoveh je usmerjenost magnetnih spinov antiparalelna in celotna magnetizacija nič. Susceptibilnost je nizka in temperaturno odvisna. Néel (1932) je ugotovil, da antiferomagnetne snovi ne sledijo Curiejevemu zakonu pri nizkih temperaturah, pri visokih pa se obnašajo skladno s Curie-Weissovim zakonom, ki pravi da je magnetna susceptibilnost feromagneta v paramagnetnem področju nad Curiejevo temperaturo opisana kot

$$\chi = \frac{C}{T - T_c}, \quad (2.11)$$

pri čemer je  $C$  Curiejeva konstanta materiala,  $T$  absolutna temperatura in  $T_c$  merjena Curiejeva temperatura. Susceptibilnost ima singularnost pri  $T = T_c$ , pri tej temperaturi kakor tudi vseh nižjih imamo pojav spontane magnetizacije. Antiferomagnetne snovi niso široko komercialno uporabne, so pa bistvene za razumevanje magnetnih lastnosti feritov. Predstavniki antiferomagnetikov so MnO, FeO, NiO, ZnO, ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

**Ferimagnetizem:** ferimagnetiki (feriti) imajo prev tako antiparalelno orientirane magnetne momente atomov, vendar zaradi nesimetrije med posameznimi skupami atomov še vedno formirajo magnetne domene. Polarizacija zasičenja je nekako petina tiste pri pravih feromagnetikih. Kljub temu so ti materiali v tehniki visokih frekvenc praktično nepogrešljivi, saj jih odlikuje visoka specifična električna upornost, ki je zaradi vrtničnih izgub včasih dobrodošla lastnost; primer takšnih ferimagnetikov je magnetit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

**Superparamagnetizem** je pojav, podoben paramagnetizmu magnetnih materialov nad kritično temperaturo. Pri feromagnetizmu povzročijo interakcijske sile med posameznimi magnetnimi momenti usmeritev vseh momentov v domeni v eno smer in s tem povečajo



skupno magnetizacijo. Če je temperatura nad kritično (Curiejevo oz. Néelovo<sup>1</sup>) temperaturo, imajo posamezni magnetni momenti dovolj visoko termično energijo, da lahko premagajo interakcijske sile in se usmerijo v poljubno smer. Magnetni momenti se tako usmerijo v različne smeri in skupna magnetizacija je v povprečju nič. Šele v prisotnosti zunanjega magnetnega polja se magnetni momenti usmerijo pretežno v smeri magnetnega polja; material je paramagneten.

Superparamagnetizem se pojavi pri zelo majhnih kristalih, reda velikosti nekaj nanometrov. Čeprav je temperatura pod kritično vrednostjo in termična energija med sosednjimi magnetnimi momenti ne presega energije magnetne interakcije, pa lahko termične fluktuacije povzročijo zasuk skupne magnetizacije celega kristala. Zaradi teh sprememb smeri je časovno povprečje magnetizacije enako nič in material se navzven obnaša kot paramagneten. V prisotnosti zunanjega magnetnega polja se te fluktuacije zmanjšajo tako, da je inducirana magnetizacija zaradi enotne usmeritve magnetnih momentov v kristalu precej višja, kot pri paramagnetikih. Pri superparamagnetizmu delcev je termična energija primerljiva z energijo kristalne anizotropije, ki je potrebna za zasuk magnetizacije kristala. Ta energija je odvisna tako od strukture materiala kot tudi od dimenzije delca. Z manjšanjem dimenzij kristala se manjša tudi energija kristalne anizotropije in s tem tudi temperatura, pri kateri delec postane superparamagneten. Manjšanje velikosti delca pa povzroči tudi precejšnje zmanjšanje nasičene magnetizacije  $M_s$ , kar je posledica večanja razmerja površine proti prostornini delca. Pri tem velja omeniti, da je površina delca lahko prekrita z nemagnetno oksidno plastjo ali pa so magnetni momenti v površinski plasti nesklopljeni in neurejeni.

## 2.2 Magnetne tekočine

Teorija dopušča možnost izraženih feromagnetnih lastnosti materiala tudi v tekočem agregatnem stanju, toda realno takšna snov, pri kateri bi točka Curiejeve temperature presegla točko tališča snovi, ne obstaja. Kadar govorimo o tekočih magnetih, imamo zato v mislih magnetne tekočine, pogosto imenovane tudi koloidni<sup>2</sup> ferrofluid ("colloidal ferrofluid"). Koloid je suspenzija<sup>3</sup> drobnih delcev, ki so med seboj ločeni v zvezno porazdeljenem mediju, in vsebuje tudi tiste delce suspenzije, ki se hitro sedimentirajo, čeprav se po definiciji magnetna tekočina ne posede, tudi če nanjo vpliva sila zunanjega polja, bodisi magnetnega

---

<sup>1</sup> Néelova temperatura ali temperatura magnetne preureditve je temperatura, nad katero antiferomagnetne snovi postanejo paramagnetne, se pravi, da postane njihova notranja energija dovolj velika, da poruši makroskopsko magnetno ureditev snovi [77].

<sup>2</sup> Koloid - Stanje snovi, pri katerem so v trdnem, tekočem ali plinastem disperznem mediju razporejeni delci snovi iz posameznih velikih molekul ali skupkov (agregatov) manjših molekul.

<sup>3</sup> Suspenzija - zmes tekočine in trdnih delcev kake v njej netopne snovi.

bodisi gravitacijskega, kar je predstavljeno v nadaljevanju, v poglavju 2.3. Takšni ferrofluidi so sestavljeni iz majhnih nanodelcev (3 - 15 nm), ki so trajno namagneteni in praviloma vsebujejo le eno magnetno domeno. Delci so prevlečeni z molekularno tanko plastjo surfaktanta<sup>1</sup> in so suspendirani v nosilni tekočini. Termično nihanje ohranja delce trajno suspendirane zaradi Brownovega gibanja, medtem ko adsorbirani<sup>2</sup> surfaktant preprečuje njihovo aglomeracijo, kar je podrobno predstavljeno v poglavju 2.3. Omeniti je treba, da je Brownovo gibanje poimenovano po škotskem botaniku Robertu Brownu, ki je leta 1827 odkril zvezno gibanje delcev, suspendiranih v vodi. Zatem je leta 1905 Albert Einstein razvil teorijo Brownovega gibanja, ki temelji na predpostavki, da je prenosna kinetična energija enako razdeljena med delce in molekule okoliške tekočine. Primer odziva magnetne tekočine na magnetno polje je prikazan na spodnji sliki 2.4. V nadaljevanju poglavja bo predstavljen postopek izdelave magnetnih tekočin, njihove fizikalne lastnosti ter nekaj aplikacij na različnih področjih znanosti, industrije in medicine.



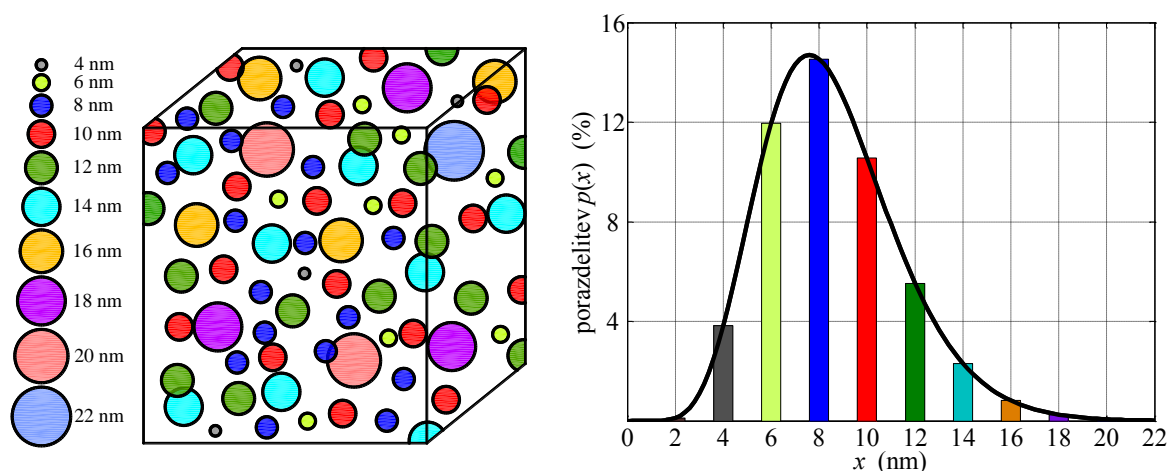
**Slika 2.4:** Magnetna tekočina in vpliv magnetnega polja trajnega magneta.

Če magnetne tekočine opazujemo makroskopsko, lahko posplošimo, da so to dvosistemske disperzije, v katerih enako pomembno vlogo igrata nosilna tekočina in magnetni nanodelci. Nosilna tekočina določa kemijske in mehanske lastnosti sistema, medtem ko magnetne lastnosti določajo dispergirani<sup>3</sup> nanodelci. Pri tem je pomembna velikost delcev, imeti pa morajo tudi ozko porazdelitev velikosti in velik magnetni moment. Porazdelitev delcev je simbolično predstavljena na sliki 2.5 levo, medtem ko je na desni sliki predstavljena porazdelitvena funkcija v odstotkih zasedenega skupnega volumna posamezne velikosti magnetnih delcev.

<sup>1</sup> Surfaktant - Površinsko aktivne snovi so spojine, ki zmanjšujejo površinsko napetost tekočine, medfazno napetost med dvema tekočinama ali med tekočino in trdnino.

<sup>2</sup> Adsorpcija - zgoščevanje plinastih ali raztopljenih snovi na površini trdnih snovi.

<sup>3</sup> Dispergirati - razpršiti snov v drugi snovi.



**Slika 2.5:** Shematski in grafični prikaz velikostne porazdelitve delcev.

Za pripravo magnetnih tekočin se navadno uporabljajo železni delci ali delci feritov, med katerimi sta najbolj znana dva železova oksida – magnetit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  in maghemit  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Uporabnost magnetne tekočine določata predvsem njena stabilnost in specifična magnetizacija, ki je odvisna od množine stabilno dispergiranih magnetnih delcev.

Za magnetne tekočine velja, da imajo kljub izpostavljenosti gravitacijskemu in magnetnemu polju dobre magnetne lastnosti in ustrezno stabilnost. To jim omogoča široko področje uporabe za razne tehnološke aplikacije, nekatere med njimi so predstavljene v poglavju 2.4, pomembno vloga pa imajo tudi v biomedicini za diagnostične in terapevtske aplikacije, kot so npr. ciljno doziranje zdravilnih učinkovin, magnetnoresonančno slikanje, magnetorelaksometrija, radioterapija, hipertermija, itd.

Priprava magnetnih tekočin je sestavljena iz treh faz, in sicer:

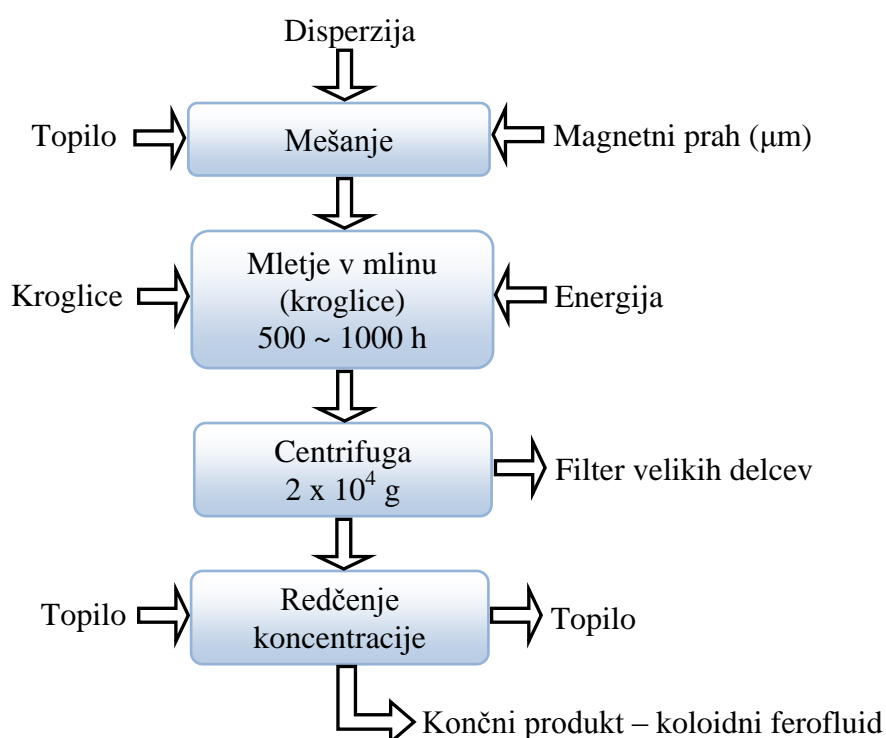
- sinteze magnetnih nanodelcev,
- adsorpcije surfaktanta na njihovi površini in
- suspendiranja prevlečenih nanodelcev v nosilni tekočini.

Vsebnost magnetnih nanodelcev, stabilno suspendiranih v nosilni tekočini, in s tem njena magnetizacija sta pretežno odvisni od učinkovitosti adsorpcije molekul surfaktanta na površini delcev. Za pripravo stabilne magnetne tekočine visoke magnetizacije sta predvsem pomembna izbira primerne surfaktanta in optimalna količina molekul surfaktanta, adsorbiranih na površini magnetnih delcev. V postopkih, ki so sedaj v uporabi za pripravo magnetnih tekočin, se ustrezna količina surfaktanta uravnava preprosto s spreminjanjem njenega razmerja do magnetnih delcev. V nadaljevanju sta predstavljeni dve metodi, ki sta najpogosteje uporabljene za pripravo magnetnih tekočin, in sicer metoda reduciranja velikosti

in metoda kemijske precipitacije<sup>1</sup>. Pri prvi je bistven postopek izdelovanja nanodelcev iz večjih zrn, pri drugi pa nanodelce z določenim postopkom dobimo že v začetku.

### 2.2.1 Priprava magnetnih tekočin z metodo reduciranja velikosti

Dejstvo je, da je reduciranje velikosti, doseženo z mletjem, uspešno in da dosega reduciranje velikosti delcev iz mikronskega področja v nano področje. Metodo je leta 1965 odkril S. Papell, čeprav so osnovni materiali in oprema na voljo že iz antičnih časov. "Skrivnost" postopka je mokro mletje ob prisotnosti surfaktanta, pri čemer mletje traja zelo dolgo časa (~1000 h). Potek procesa pridobivanja koloidnih magnetih tekočin je predstavljen na diagramu poteka (Slika 2.6).



**Slika 2.6:** Diagram poteka priprave koloidnih ferofluidov z metodo reduciranja velikosti.

Magnetni prah (najpogosteje je to magnetit) velikosti nekaj mikronov pomešamo z nosilnim toplom in snovjo, ki služi kot surfaktant. Uporabimo približno 10 - 20 % surfaktanta v osnovnem volumnu topila in 0,2 kg/l magnetita (v kolikor uporabljamo magnetit). Rezultat takšnega razmerja med surfaktantom in trdimi delci magnetita je enoplastna prevleka delcev v magnetni tekočini, kot so to odkrili leta 1965 Rosensweig, Nestor in Timmins [7]. Razvili so tudi koncept enoplastne prevleke, principe izbire surfaktanta, ustaljen merilni postopek

<sup>1</sup> Precipitacija - to je netopna trda snov, ki je nastala z mešanjem raztopine. Ko se zgodi kemijska reakcija, se trdna oblika imenuje precipitacija. To se zgodi v primeru, ko se kot produkt kemijske reakcije tvori netopna spojina (precipitat).

merjenja velikosti delcev v koloidih, modele za koeficient viskoznosti in faktorje, ki vplivajo na maksimalno koncentracijo trdih delcev. Rosensweig in Kaiser sta še nadalje razvila proces in uspešno dispergirala magnetne delce v drugih tekočinah, vodi, hidrokarbonatih, aromatih in estrih.

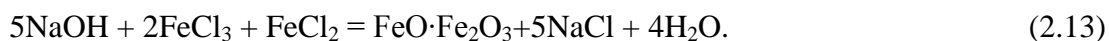
Število delcev v koncentraciji  $n$  je lahko zelo veliko, izračunamo pa ga kot  $n = 6\varphi / \pi d^3$ , če je  $\varphi$  delež volumna, ki vsebuje trde delce in  $d$  premer delca. Magnetizacija nasičenja  $M_s$  dispergenta je proporcionalna magnetizaciji domene  $M_d$  trdih delcev kot  $M_s = \varphi M_d$ . Če izločimo  $\varphi$  med tema izrazoma, dobimo enačbo za število delcev v koncentraciji

$$n = \frac{6 M_s}{\pi M_d} \frac{1}{d^3}. \quad (2.12)$$

Za primer tekočine, ki ima magnetno nasičenje  $\mu_0 M_s = 0,02$  T in vsebuje magnetne delce premera  $d = 10$  nm in  $\mu_0 M_d = 0,56$  T, je izračunana vrednost  $6,8 \cdot 10^{22}$  delcev v kubičnem metru tekočine.

### 2.2.2 Priprava magnetnih tekočin z metodo kemijske precipitacije

Obstaja več kemijskih metod za pridobivanje ferrofluidov. Če omenimo najpogosteje uporabljene, so to: precipitacija magnetita s sterično stabilizacijo, priprava s kemično precipitacijo, metoda kobaltovih delcev v organskem topilu in metoda stabilizacije naboja magnetita. V nadaljevanju je na kratko predstavljena samo prva metoda povzeta po [7], ki vsebuje tudi opis preostalih treh. Precipitacija magnetita s sterično stabilizacijo je proces, ki sta ga leta 1974 razvila Khalafalla in Reimers in temelji na stehiometričnem<sup>1</sup> zapisu:



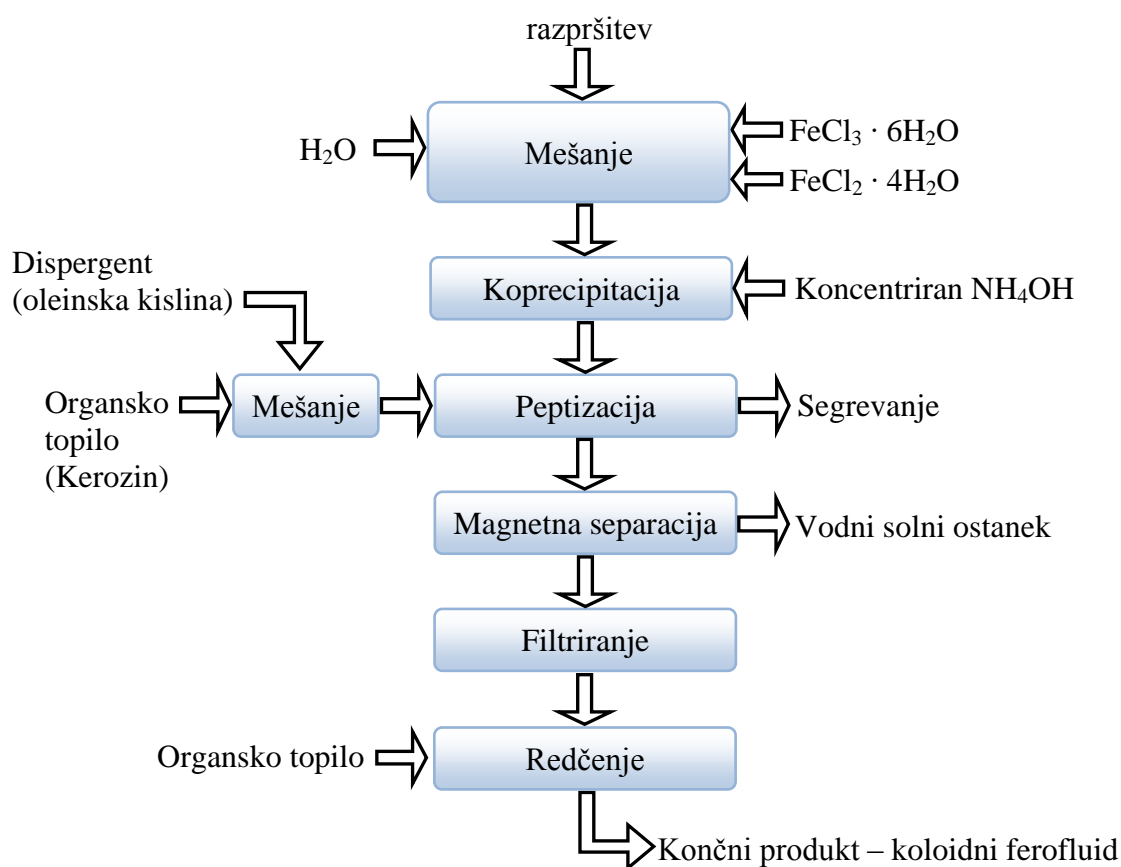
Del enačbe  $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  je magnetit zapisan v obliki, da poudari navzočnost dvovalentnih in trivalentnih železovih atomov. Med njima je razmerje

$$\text{Fe(III)/Fe(II)} = 2 \quad (2.14)$$

<sup>1</sup> Stehiometrija - je panoga kemije, ki preučuje kombinacije elementov v kemijskih reakcijah

v magnetitu in to je tudi razmerje topljive železove soli, ki je dodana v procesu, kot je prikazano na diagramu poteka (Slika 2.7). Za koprecipitacijo<sup>1</sup> uporabimo amonijev hidroksid.

Precipitacija železovega oksida je pogost postopek pri mokri kemijski analizi. Običajni cilj je ustvarjanje pogojev, pod katerimi se precipitirani delci aglomerirajo tako, da dopuščajo še filtracijo za gravimetrično<sup>2</sup> analizo. V tem procesu je cilj ravno nasproten prejšnjemu procesu, ohraniti želimo velikost delcev na majhnem koloidnem področju. Za doseg tega cilja je uveden korak peptizacije<sup>3</sup>, v katerem so delci transformirani iz vodnega stanja v organsko stanje, ki vsebuje še osnovni dispergent. V industriji barv se ta proces imenuje izplakovanje. Posledično so sedaj delci na organski osnovi dispergirani in magnetno ločeni od preostanka vodne solne raztopine.



**Slika 2.7:** Diagram poteka priprave koloidnih ferrofluidov z metodo kemijske precipitacije.

<sup>1</sup> Koprecipitacija - takrat, ko precipitat vsebuje nečistoče znotraj svojega obsega.

<sup>2</sup> Gravimetija - merjenje gravitacijskega polja.

<sup>3</sup> Peptizacija - je združitev, pri kateri je hidrofobična koloidna sol stabilizirana z dodajanjem dodatnih elektrolitov, ki se adsorbirajo na površini delcev.

## 2.3 Stabilnost magnetnih tekočin

V tem odstavku so predstavljeni fizikalno ozadje in mehanizmi, ki so odgovorni za obstojnost magnetnih tekočin. Za doseganje fizikalno-kemijske stabilnosti tekočin lahko uporabimo dimenzionalne pogoje kot kriterij stabilnosti. Za začetek je smiselno zapisati enačbe za različne energijske izraze, in sicer:

- termična energija  $= k_B T$
- magnetna energija  $= \mu_0 M H V$
- gravitacijska energija  $= \Delta \rho V g L$

kjer je  $k_B$  Boltzmannova konstanta ( $1,38 \cdot 10^{-23} \text{ N} \cdot \text{m} \cdot \text{K}^{-1}$ ),  $T$  absolutna temperatura (K), volumen  $V = \pi d^3 / 6 \text{ (m}^3\text{)}$  za delce sferične oblike premera  $d$ ,  $L$  pa je dvigovanje v gravitacijskem polju s pospeškom  $g$  in gostoto tekočine  $\rho$ . Razmerja med energijskimi termini nam določijo brezdimenzijsko razmerje, ki lahko vpliva na stabilnost magnetnih tekočin, kot je predstavljeno v nadaljevanju.

### 2.3.1 Stabilnost glede na gradient jakosti magnetnega polja

Opazujmo stabilnost tekočine glede na posedanje delcev v gradientu magnetnega polja. Delce privlačijo področja, ki imajo višjo intenzivnost magnetnega polja, medtem ko termalno gibanje nasprotuje sili polja in zagotavlja, da so delci prisotni v celotnem volumnu magnetne tekočine. Magnetna energija  $\mu_0 M H V$  predstavlja reverzibilno delo (2.15), ki odmika magnetizirane delce s področja tekočine, kjer je polje  $H$  večje, na področje tekočine, kjer je polje manjše

$$W = - \int_H^0 \left( \mu_0 M \frac{dH}{ds} V \right) ds \approx \mu_0 M H V . \quad (2.15)$$

Če zagotovimo, da je del tekočine lociran na območju, kjer ni polja (oziroma je bistveno manjše), potem je stabilnost glede na segregacijo tekočine dosežena z visokim razmerjem termične in magnetne energije:

$$\frac{\text{term. energija}}{\text{magn. energija}} = \frac{k_B T}{\mu_0 M H V} \geq 1 \quad (2.16)$$

Če enačbo preuredimo in za volumen sferičnega delca vstavimo enačbo, s katero dobimo izraz za maksimalno velikost delca

$$d \leq \left( \frac{72 k_B T}{\pi \mu_0 M^2 V} \right)^{\frac{1}{3}}. \quad (2.17)$$

Za primer vzemimo magnetno tekočino, ki vsebuje delce magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), ki so izpostavljeni gradientu magnetnega polja običajnega magneta:

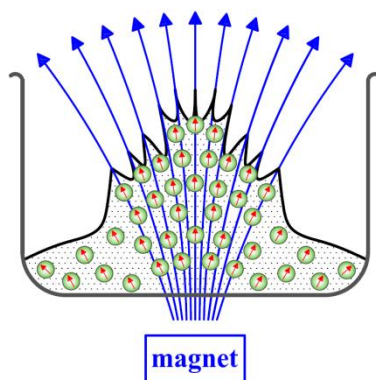
$$H = 8 \cdot 10^4 \text{ A/m},$$

$$M = 4,46 \cdot 10^5 \text{ A/m},$$

$$T = 298 \text{ K}.$$

Če izračunamo velikost delca po zgornji enačbi, je  $d \leq 8,1 \cdot 10^{-9} \text{ m}$  oziroma 8,1 nm. Dejanske velikosti delcev stabilnih koloidov so nekje do velikosti 10 nm. Iz tega izračuna vidimo, da velikost delcev ne sme presegati omenjene vrednosti, če želimo ohraniti stabilnost glede na sedimentiranje ob prisotnosti polja.

Koncentracijo delcev v suspenziji dodatno omejuje še ena fizikalna lastnost na področjih bolj intenzivnega magnetnega polja. Kot vidimo na spodnji sliki (Slika 2.8), sterično zadrževanje<sup>1</sup> določa zgornjo mejo števila delcev v koncentraciji, čeprav lahko tudi določimo koncentracijo delcev tako, da se delci dobro stabilizirane magnetne tekočine spontano porazdelijo po celotnem volumnu tekočine v nekem določenem času, ko ni več prisotno magnetno polje.



**Slika 2.8:** Shematski prikaz koncentracije magnetnih delcev v magnetni tekočini pod vplivom gradienta magnetnega polja, ki je omejena z razpršenostjo zaradi termičnega gibanja delcev in steričnega zadrževanja kot posledica končne velikosti delca.

<sup>1</sup> Sterični efekt izvira iz dejstva, da vsak atom znotraj molekule zavzame določen volumen. Če atome približamo med seboj, to povzroči dodatno izgubo energije zaradi prekrivanja elektronskih oblakov, kar pa lahko vpliva na želeno naravno molekularno obliko.

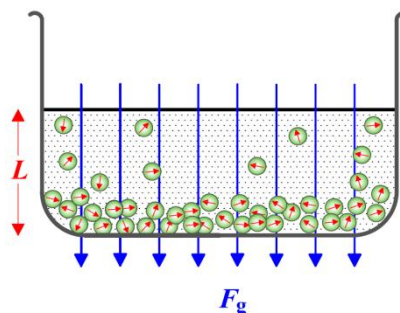


### 2.3.2 Stabilnost glede na posedanje zaradi vpliva gravitacijskega polja

Gravitacijska sila je tista, ki konstantno vleče delce navzdol v magnetni tekočini, medtem ko termično nihanje stremi k temu, da bi bili delci dispergirani po celotnem volumnu tekočine. To je podobno prejšnjemu primeru, kjer se magnetna sila pojavlja v poljubni smeri. Relativni vpliv gravitacije na magnetizem lahko zajamemo z razmerjem:

$$\frac{\text{grav. energija}}{\text{magn. energija}} = \frac{\Delta\rho VgL}{\mu_0 MHV}. \quad (2.18)$$

Ponovno lahko za tekočino, za katero veljajo parametri  $L = 0,05$  m,  $g = 9,8$  m/s<sup>2</sup> in  $\Delta\rho = \rho_{\text{trden}} - \rho_{\text{tekoč}} = 4300$  kg/m<sup>3</sup>, določimo gornje razmerje in sicer 0,047. Iz tega sledi, da je gravitacijska sila mnogo manjša težava kot magnetno polje v smislu sedimentacije delcev. Omenjeno velja ob predpostavki, da se delci ne aglomerirajo in ne tvorijo večjih skupkov delcev. Predpostavi se, da so delci monodispergirani, kar pa še zdaleč ni trivialna naloga. Shematski prikaz sedimentiranja delcev zaradi vpliva gravitacijskega polja vidimo na sliki 2.9.



**Slika 2.9:** Shematski prikaz koncentracije magnetnih delcev v magnetni tekočini pod vplivom gravitacijskega polja.

### 2.3.3 Stabilnost glede na magnetno aglomeracijo

Tipična koloidna magnetna tekočina vsebuje približno  $10^{23}$  delcev v kubičnem metru tekočine, kar pomeni da so trki med delci pogosti. Iz tega je očitno, da sledi hitra aglomeracija tekočine, če se delci zlepijo skupaj, kar pa je shematsko prikazano na sliki 2.10. Vsak delec je trajno namagnetnen, tako da je potreben maksimum energije, da trajno loči dva delca premera  $d$ , ko sta delca poravnana. Energija se izračuna s produktom dveh dipolnih momentov in je produkt  $\mathbf{m}_1 \cdot \mathbf{m}_2 = m^2$ ,  $(\mathbf{m}_1 \cdot \mathbf{r})(\mathbf{m}_2 \cdot \mathbf{r}) = m^2 r^2$  in  $m = \mu_0 M \pi d^3 / 6$ , kjer je  $\mathbf{m}$  magnetni moment delca,  $\mathbf{r}$  pa razdalja med njima. Energija dveh dipolov  $E_{dd}$  je

$$E_{\text{dd}} = \frac{\pi}{9} \frac{\mu_0 M^2 d^2}{(l+2)^3}, \quad (2.19)$$

kjer je  $M$  vektor magnetizacije,  $l = 2s / d$  in  $s$  pa ločitvena razdalja med dvema površinama. V primeru, ko sta dva delca v stiku, se gornja enačba za energijo dipolov reducira in dobimo dipol - dipol kontaktno energijo:

$$E_{\text{dd}} = \frac{1}{12} \mu_0 M^2 V, (l = 0). \quad (2.20)$$

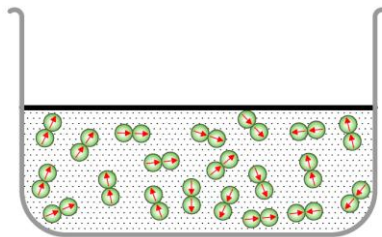
Ponovno lahko rečemo, da je termično nihanje tisto, ki lahko prekine aglomeracijo. Učinkovitost preprečevanja je določena z razmerjem:

$$\frac{\text{term. energija}}{\text{dipol - dipol kontaktna energija}} = \frac{k_B T}{\mu_0 M^2 V}. \quad (2.21)$$

Glede na to razmerje lahko trdimo, da mora biti tudi to razmerje večje od ena, da se delci izognejo aglomeraciji, velikost delcev pa je podana kot

$$d \leq \left( \frac{72 k_B T}{\pi \mu_0 M^2 V} \right)^{\frac{1}{3}}. \quad (2.22)$$

Za magnetne delce pri sobni temperaturi lahko po zgornji enačbi določimo velikost delca glede stabilnosti za magnetno aglomeracijo:  $d \leq 7,8$  nm. Ta ocena kaže, da so normalni ferofluidi z velikostjo delcev do 10 nm ravno na meji aglomeracije.

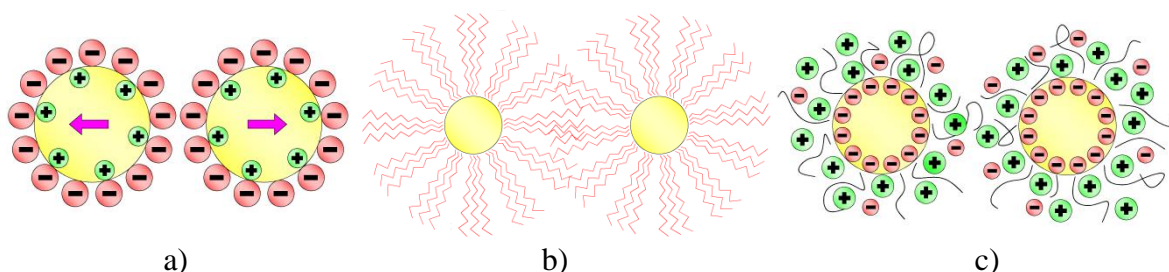


**Slika 2.10:** Shematski prikaz aglomeracije magnetnih delcev v magnetni tekočini zaradi magnetnih lastnosti delcev.

### 2.3.4 Stabilizacija magnetnih tekočin

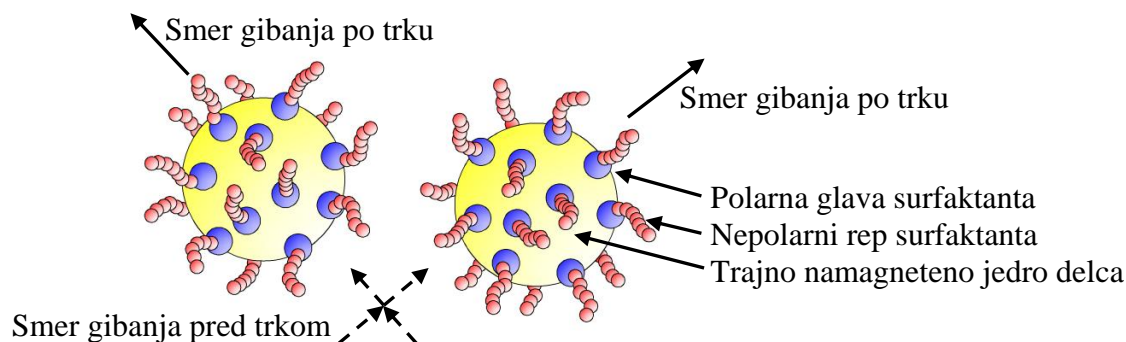
Nanodelci lahko imajo nekatere želene lastnosti predvsem zaradi velikega razmerja med površino in volumnom. Po drugi strani pa lahko ravno te lastnosti privedejo do določenih neželenih tendenc delcev do aglomeracije, ki pa bi povzročila spremembo nekaterih lastnosti. Zato je ključno dobro poznavanje stabilizacijskih mehanizmov, ki preprečujejo aglomeracije. Izkazalo se je, da je ohranjanje dolgoročne stabilnosti magnetnih tekočin brez združevanja delcev primarni predpogoj za vse aplikacije, povezane z magnetnimi tekočinami.

Derjaguin, Landau, Verwey in Overbeek (iz [70] poglavje 16) so leta 1940 razvili DLVO teorijo stabilnostnih mehanizmov kolloidov v suspenziji. Njihov predlog temelji na ravnotežju med nasprotnima silama, in sicer med elektrostatično odbojno silo ter van der Waalsovo privlačno silo.



**Slika 2.11:** Shematski prikaz a) elektrostatični odboj; b) sterična stabilizacija; in c) elektrosterična stabilizacija koloidnih nanodelcev.

Torej razmerje med njima določa, ali se bodo delci "zlepili" ali ne. Ta teorija je razširjena za interpretacijo nanodelcev. V splošnem so v uporabi trije stabilizacijski mehanizmi in sicer: a) elektrostatični odboj; b) sterična stabilizacija; in c) elektrosterična stabilizacija, ki so simbolno prikazani zgoraj (Slika 2.11). V vodi dispergirani nanodelci so sposobni ustvariti elektrostatični odboj zaradi pozitivno in negativno nabitih površin, medtem ko so delci brez naboja prosti in tvorijo nakopičene koloide. V tej rešitvi prisotnost mrežnih nabojev delca vpliva na porazdelitev ionov okoli delca, kar povzroči električno plast in difuzno dvojno plast okoli delca. Ko se zaradi gravitacije ali pa prisotnosti magnetnega polja delec premika, se hkrati z njim premikajo ioni znotraj plasti. Na meji delca obstaja potencial, znan tudi kot "zeta potencial", in velja za kritični parameter, ki določa stabilnost magnetne tekočine. Kadar imajo vsi delci visok negativen ali pozitiven potencial, bodo trki med delci elastični (simbolično prikazano na sliki 2.12), kar pa bo ohranjalo tekočino stabilno.



**Slika 2.12:** Shematski prikaz elastičnega trka med dvema delcema, pri čemer delci in surfaktant niso risani v razmerju z namenom jasnejšega prikaza.

V primeru sterične stabilizacije se na površino delca nanesejo-adsorbirajo organske molekule ali pa polimeri. Tako imenovani surfaktant tvori okoli delca zaščitno plast in preprečuje neposreden stik površin dveh ali več medsebojnih delcev. Debelina sloja je tolikšna, da drži delce narazen s pomočjo steričnega odboja med organskimi molekulami oziroma polimernimi plastmi in zmanjša vpliv van der Waalsovih privlačnih sil.

Pri elektrosterični stabilizaciji (kombinacija elektrostatične in sterične stabilizacije) pa je bilo največ pozornosti posvečeno ionskim surfaktantom, kot so na primer polikarboksilne kisline ali pa kisline z ionskimi dvojčki (zwitterion). Ti dispergenti so se zmožni adsorbirati na površino nanodelca z nasprotnim nabojem tako, da ustvarjajo elektrostatični odboj in hkrati sterično plast.

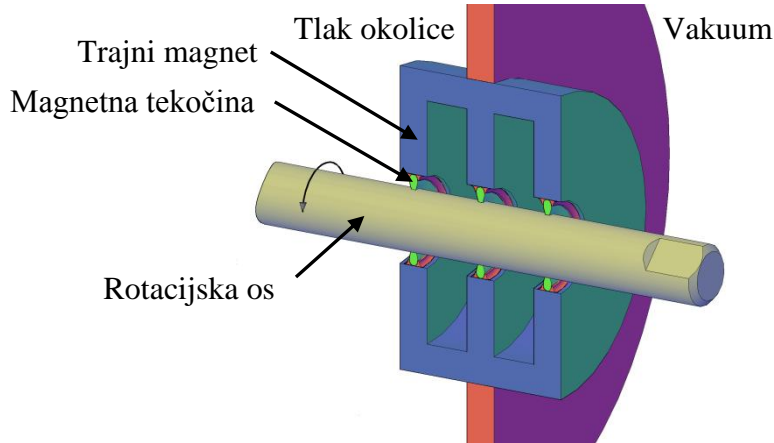
## 2.4 Aplikacije magnetnih tekočin

Razvoj magnetnih tekočin in poglobljeno spoznavanje njihovih lastnosti je povzročilo uporabo teh materialov v številnih aplikacijah, ki pokrivajo področja od strojništva in elektrotehnike do biomedicine. Namen tega poglavja ni podroben prikaz delovanja nekaterih aplikacij, temveč zgolj prikaz nekaterih principov, pri katerih magnetne tekočine zaradi svoji edinstvenih lastnosti rešujejo konkretne probleme.

### 2.4.1 Aplikacije v mehaniki

Najbolj prepoznavna uporabnost magnetnih tekočin je tesnjenje z rotirajočimi telesi, kar je shematsko prikazano na sliki 2.13. V tem primeru je rotirajoča os narejena iz materiala z visoko permeabilnostjo in rotira v trajnem magnetu. V primeru majhne zračne reže med magnetom in osjo (do enega milimetra) lahko magnetno polje v reži doseže vrednosti tudi do

1 T. Polje zunaj reže je zanemarljivo majhno in tako dobimo relativno velik gradient polja v reži. Če vanjo namestimo magnetno tekočino, so delujoče magnetne sile tako velike, da ohranjajo tekočino na istem mestu tudi v primeru tlačne razlike z obeh strani takšnega tekočega tesnila.



**Slika 2.13:** Shematski prikaz tristopenjskega rotacijskega tesnjenja z magnetno tekočino med trajnim magnetom in osjo [9].

Maksimalno razliko, ki jo še lahko tesnimo s takšnim enostopenjskim tesnilom, lahko izračunamo z uporabo ferohidrodinamične Bernoullijeve enačbe [7]

$$\rho gh + p + \frac{\rho}{2} v^2 - \mu_0 \overline{M} H = konst. , \quad (2.23)$$

kjer je  $v$  hitrost pretoka magnetne tekočine,  $p$  je tlak in  $\overline{M}$  povprečna magnetizacija, ki je definirana kot

$$\overline{M} = \frac{1}{H} \int_0^H M dH. \quad (2.24)$$

Če predpostavimo, da je os in s tem tudi tekočina v mirovanju in da je hitrost  $v = 0$ , lahko za opazovano področje ene stopnje tesnjenja zapišemo tlačno razliko kot

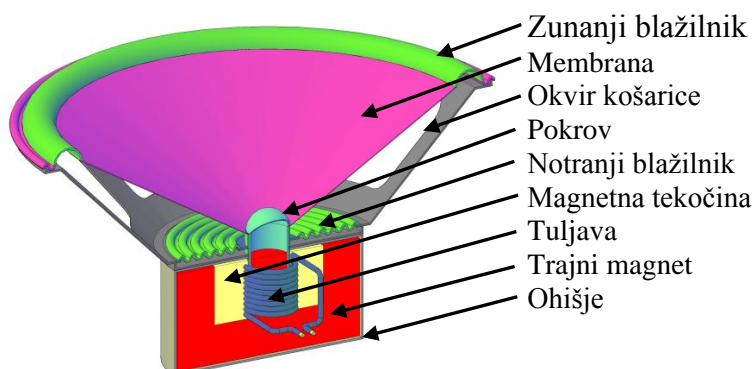
$$\Delta p = p_1 - p_2 = \mu_0 \overline{M} H, \quad (2.25)$$

kjer smo z oznakama 1 in 2 označili tlaka pred in za tesnilom. Za primer iz literature lahko izračunamo stopnjo tlačnega tesnila  $p = 1$  bar ob uporabi magnetne tekočine z magnetizacijo

nasičenja  $M_s = 56 \text{ kA/m}$  in poljem v zračni reži  $H = 1,5 \cdot 10^4 \text{ kA/m}$ . Ker tekočina ohranja svoje tekoče lastnosti kljub izpostavljenosti visokim vrednostim magnetnega polja, je trenje med osjo in tekočino zanemarljivo majhno v primerjavi z običajnimi tehnikami tesnjenja, kot je na primer uporaba oljnih tesnil. Prednost takšnega tesnila izkoriščajo aplikacije, kjer potrebujemo zanesljivo tesnjenje pri majhnem trenju. Primer so tesnjenje pogona trdih diskov, rotirajoče rentgenske cevi, itd. Njihova značilnost je tudi, da delujejo praktično brez vzdrževanja, kljub temu da delujejo na področjih z visokimi temperaturami in večkratno atmosfersko tlačno razliko in vrtljaji, ki pogosto presegajo  $10\,000 \text{ min}^{-1}$  [9],[7],[64],[77] in [78].

### 2.4.2 Aplikacije v termiji

Drugo večje področje uporabe magnetnih tekočin pa je izkoriščanje tekočine kot medij, ki prevaja toploto in je hkrati zaradi magnetnih lastnosti trajno lociran na istem mestu. Ta segment uporabe je danes najbolj komercialno zanimiv, predstavljen pa je na principu hlajenja zvočnikov.



**Slika 2.14:** Shematski prikaz zvočnika, kjer je tuljava obdana z magnetno tekočino z namenom boljšega odvajanja toplote, trajni magnet pa drži tekočino na istem mestu [9].

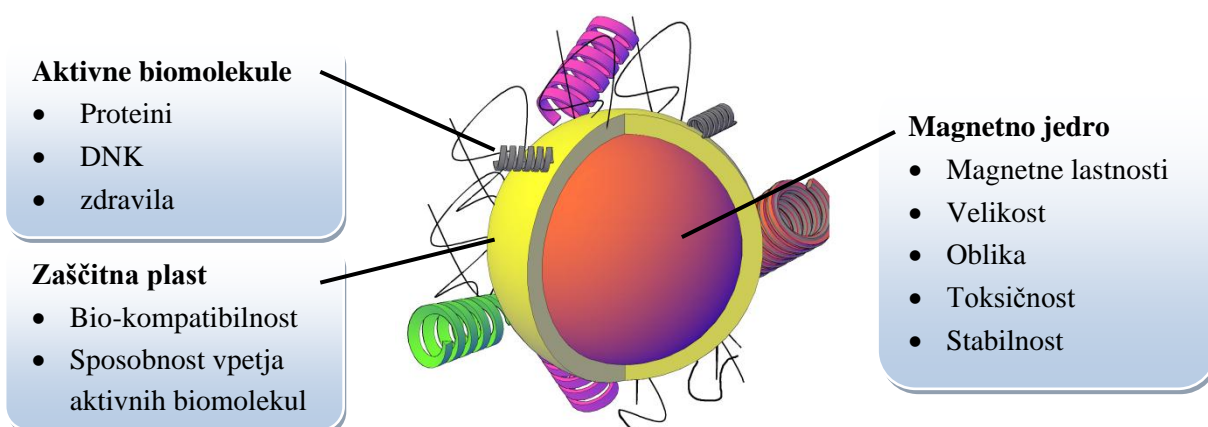
Cilj te aplikacije je znatno zvišanje akustične moči brez geometrijskih sprememb sistema. Vsaka tehnologija, ki vključuje električno energijo, vključuje tudi toploto, to pa lahko povzroči ogroženo delovanje, če toplota ni učinkovito nadzorovana. Zvočniška tuljava ("voice coil") je eden izmed osnovnih elementov vsakega zvočnika, saj njeno prosto nihanje ustvarja zvok. Ko po tuljavi teče tok se ustvarjajo ohmske izgube, ki segrevajo tuljavo, toplota pa se prenaša tudi na ohišje (Slika 2.14), v skrajnem primeru se lahko zvočnik pregreje. Ker se mora tuljava prosto gibati v sistemu, niso dovoljene nikakršne toge povezave, ki bi omogočale boljši odvod toplote. Tako so običajni zvočniki omejeni s toplotno prevodnostjo zraka med tuljavo in okolico. Rešitev tega problema je v uporabi medija z boljšo toplotno prevodnostjo glede na zrak. Običajne nemagnetne tekočine v tem primeru ne pridejo v poštev,

saj jih je nemogoče ohraniti na istem mestu v reži med tuljavo in okolico. Če pa je uporabljena magnetna tekočina, pa je zaradi prisotnosti polja trajnega magneta ter posledično sile med magnetom in tekočino, ta tekočina zadržana v istem prostoru, hkrati pa je njena toplotna prevodnost grobo rečeno osemkrat boljša od zraka: to omogoča bistveno povečanje maksimalne akustične moči zvočnika.

### 2.4.3 Aplikacije v medicini

Uporaba nanotehnologije in nano-materialov v medicini je odprlo nove možnosti v medicinski diagnostiki kot tudi pri terapevtskih metodah. Znano je, da so njihove lastnosti drugačne od lastnosti grobozrnatih materialov in jih lahko tudi prirejamo s spreminjanjem velikosti in strukture delcev. V nadaljevanju so predstavljene tri aplikacije magnetnih tekočin v medicini, in sicer ciljno doziranje zdravilnih učinkovin, alternativna metoda zdravljenja rakastih tkiv s pomočjo hipertermije ter povečanje kontrasta pri slikanju z magnetno resonanco. Poleg omenjenih aplikacij naštejmo še aplikacije, kot so znatno olajšanje separacije celic oziroma molekul, kot so beljakovine in DNK, diagnosticiranje tumorskih celic itd.

**Ciljno doziranje zdravilnih učinkovin** je postopek v medicini, pri katerem zdravilo dostavimo v točno določen del telesa in zagotovimo, da se zdravilo tam tudi sprosti. Namen usmerjenega doziranja je povečanje učinkovitost dobave zdravil in hkrati zmanjšanje toksičnosti in neželenih učinkov. Transport zdravil s pomočjo magnetnih delcev temelji na dejstvu, da je lahko zdravilo vloženo v magnetno mikrosfero ali pa je vezano na površini nanodelca.



**Slika 2.15:** Osnovna oblika in potrebna tveganja pri uporabi biomedicinskih magnetnih nanodelcev [70].

Magnetne nosilce zdravila, ki jih vstavimo v telo intravenozno, lahko s pomočjo zunanjega magnetnega polja kopičimo na želenem mestu v telesu. Kopičenje na ciljnim mestu tako

omogoča, da se učinkovine sprostijo in delujejo na lokalnem območju. Učinkovitost kopičenja magnetnih nosilcev zdravil je odvisna od fizioloških parametrov, npr. velikosti delcev, površinskih značilnosti, magnetne poljske jakosti in pretoka krvi itd. Ta tehnika, ki zahteva le enostavno injekcijo, je veliko manj invazivna, kot pa kirurška metoda za selektiven vnos zdravil. Še ena prednost je, da delci v magnetni tekočini močno vplivajo drug na drugega, kar omogoča dostavo visoko koncentriranih zdravil na ciljna območja. Pri tem postopku je zagotovo treba nameniti posebno pozornost varnosti. To pomeni, da je izbira magnetnih materialov omejena na netoksične sestavine oziroma takšne, ki so v telesu že prisotne. Poleg tega je potrebno zagotoviti ustrezno velikost delcev in ustrezno prevleko za stabilizacijo (Slika 2.15), saj nepravilna izbira močno vpliva na učinkovitost metode.

**Medicinska hipertermija**<sup>1</sup> sega v leto 1950, toda študije so bile na žalost izvedene z neprimernimi živalmi, nepravilnimi metodami in nezanesljivimi parametri magnetnega polja. Več kot tri desetletja pozneje so odkrili, da koloidne disperzije superparamagnetnih enodomenskih nanodelcev izražajo znatno večje moči pod vplivom magnetnega polja v primerjavi s histereznim segrevanjem večjih večdomenskih delcev, to pa je pomenilo preporod metod zdravljenja raka [42]. Mehanizmom segrevanja magnetnih tekočin je posvečeno celotno naslednje poglavje, tukaj pa omenimo le dejstvo, da se v izmeničnem magnetnem polju grejejo.

Segrevanje nanodelcev se uporablja za uničevanje rakastih tkiv, pojavi pa se vprašanje, kakšna naj bo temperatura za terapijo. Glede na poškodbe, ki jih povzroča povišana temperatura v celicah tkiva, ločimo dva pristopa, in sicer hipertermijo in termično ablacijo<sup>2</sup>. Hipertermija je postopek, pri katerem uporabimo zmerno povišano temperaturo med 42 in 43 °C približno 60 minut. Takšno zdravljenje se vedno uporablja v kombinaciji z drugimi metodami (obsevanje ali pa kemoterapija) za doseganje zanesljivega uničenja tumorskih celic. Nasprotno pa je termična ablacija zasnovana kot modalna metoda, ki cilja na termično uničenje tumorskih celic. Terapevtske metode s hipertermijo so bile dodobra raziskane, medtem ko za termično ablacijo ni sistematičnih rezultatov. Raziskave so pokazale, da grelni čas 4 min s kritično temperaturo med 51 in 55 °C povzroči celično smrt že po treh dneh [62].

---

<sup>1</sup> Hipertermija ali pireksija je stanje, pri katerem se telesna temperatura zviša nad normalno.

<sup>2</sup> Ablacija pomeni odstranitev materiala s površine z izhlapevanjem, sekanjem ali drugimi erozijskimi procesi. V medicini je ablacija isto kot odstranitev dela biološkega tkiva.



Eden izmed pomembnejših parametrov pri izvajanju hipertermije je gotovo regulacija temperature magnetne tekočine med izvajanjem *in vivo*<sup>1</sup> terapije tako, da se izognemo poškodovanju okoliškega tkiva zaradi previsoke temperature. Ena izmed rešitev tega problema je načrtovanje takšnih materialov, ki imajo temperaturno občutljive magnetne lastnosti. Najboljša rešitev se ponuja z uporabo materialov, ki majo Curiejevo temperaturo med 42 - 56 °C. Kadar je temperatura pod Curiejevo, bo material proizvajal toploto, ko pa je temperatura presežena, se proces segrevanja ustavi [41]. Raziskave so prav tako pokazale, da je dvig temperature znotraj tumorja določen z razmerjem med proizvedeno toploto in odvedeno toploto v okoliško zdravo tkivo, pri čem je vodilni mehanizem odvajanja toplote prevodnost. Tako lahko tudi določimo potrebno koncentracijo delcev v tumorju za željen dvig temperature, ob predpostavki, da poznamo vrednost specifičnih izgub.

**Kontrastni agenti pri slikanju z magnetno resonanco (MR)** pa je še zadnja aplikacija, ki jo omenjamo v sklopu medicinske uporabe magnetnih nanodelcev. Primarna prednost slikanja z MR pred ostalimi instrumentalnimi diagnostičnimi metodami je v tem, da nam prikaže podrobno sliko mehkega tkiva v notranjosti telesa. Večina tehnik slikanja ponuja enojni mehanizem kontrasta, na primer razliko med gostoto tkiva in atomskim številom ali pa akustično impedanco (ultrazvok). V primeru MR-slikanja pa je izvor kontrasta fizikalno kemijsko okolje vode v tkivu, kar pomeni, da postopek ni občutljiv samo na vezavo vode na koncentracijo makromolekul v tkivu in koncentracijo vsebnosti železa oziroma drugih paramagnetnih snovi v tkivu ampak tudi na številne druge parametre med katerimi jih večina ponuja možnost za ustvarjanje uporabnega kontrasta slike. Druga prednost MR-slikanja je izvajanje funkcionalnega načina slikanja, s katerim je lahko kontrast slike v določenih okoliščinah neposredno povezan z lokalnimi biokemijskimi procesi, na primer merjenjem pretoka krvi v žilah.

Posledica velike vsestranskosti in fleksibilnosti MR-metode, skupaj z relativno varnostjo in hkrati nevsiljivostjo posega, je vsakodnevno povečevanje števila kliničnih študij z MR. Hkrati se z večanjem uporabe pojavlja vedno več raziskav, usmerjenih tudi v kontrast za izboljšanje slik. Kontrast deluje tako, da spreminja relaksacijske čase magnetne resonance vode v tkivu, ki je obdano s kontrastom, in s tem povzroči spremembo intenzivnosti signala tako v vodi kot v tkivu. Največkrat uporabljen element za kontrast je gadolinij, v prihodnje pa želijo uporabiti magnetne nanomateriale zaradi nekaterih boljših lastnosti. Ta tehnologija zaenkrat še ni

---

<sup>1</sup> *In vivo* (latinsko v živem) je izraz, ki se zlasti v naravoslovnem izrazoslovju uporablja za procese, ki potekajo v živem organizmu. V nasprotju z *in vivo*, se izraz *in vitro* uporablja za procese, ki potekajo v umetnem okolju izven živega bitja (na primer v epruveti).

povsem razvita, velja pa kot perspektivna alternativa konvencionalnim metodam, kot je to opisano v poglavju 4 [70].

### 3. KARAKTERIZACIJA MAGNETNIH TEKOČIN

V poglavju 2.4 smo predstavili aplikacije magnetnih tekočin, kjer smo izpostavili določeno lastnost magnetne tekočine in njeno praktično uporabnost. V tem poglavju pa so podrobneje predstavljene nekatere lastnosti, ki močno vplivajo na izgube magnetnih tekočin.

#### 3.1 Ravnovesna magnetizacija - superparamagnetizem

Delci v koloidnih ferrofluidih, kjer vsak izmed njih vsebuje magnetni moment  $\mathbf{m}$ , so po analogiji primerljivi molekulam paramagnetnih plinov. V odsotnosti zunanega polja so delci naključno orientirani, tekočina pa nima mrežne magnetizacije. V primeru prisotnosti zunanega polja pa je tendenca magnetnih momentov takšna, da se poravnajo v smeri zunanega polja. Ko povečamo amplitudo polja, delci postanejo vedno bolj poravnani s smerjo polja. Pri zelo velikih jakostih polja pa so delci popolnoma poravnani in magnetizacija doseže vrednost nasičenja  $M_s$ . V nadaljevanju je Langevinova klasična teorija prirejena tako, da so izpeljane superparamagnetne lastnosti ob predpostavki, da zanemarimo interakcijo med delci. Podrobna izpeljava teorije je podana v delu [7], poglavju 2.7, v tem delu pa bomo predstavili samo končne ugotovitve.

Iz enačbe za gostoto navora  $\mu_0 \mathbf{M} \times \mathbf{H}_0$  vidimo, da je velikost gostote navora na snov, katere magnetizacijski vektor smo označili z  $\mathbf{M}$  in kotom  $\theta$  in zunanjim poljem  $\mathbf{H}$ , enaka  $\mu_0 M H \sin\theta$ . Če ima delec snovi volumen  $V$ , je amplituda  $m$  magnetnega momenta enaka  $\mu_0 M V$  in navor  $\tau$  je podan z enačbo:

$$\tau = mH \sin \theta. \quad (3.1)$$

Porabljena energija pri rotiranju delca v položaj paralelne poravnave je podana z integralom momenta po kotu

$$W = \int_0^{\theta} \tau d\theta = mH \int_0^{\theta} \sin \theta d\theta = mH(1 - \cos \theta). \quad (3.2)$$

Omenimo, da je energija enaka  $mH$ , ko je delec pravokoten na polje oz  $\theta = \pi/2$ , in da doseže svoj maksimum  $2mH$ , ko je smer magnetizacije delca antiparalelna s smerjo polja, ko je kot

med njima  $\theta = \pi$ . Končna izpeljava nas pripelje do Langevinove funkcije  $L(\xi)$ , ki jo imenujemo tudi superparamagnetni zakon magnetizacije za monodispergirane koloidne ferofluide in je zapisana kot (3.3), kjer je  $M_d$  magnetizacija grobo zrnatega materiala in velja  $M_s = \varphi M_d$  in  $\varphi$  koncentracija magnetnih delcev v tekočini. Podrobneje so povezave enačbe raziskane v poglavju 5.1 na strani 65.

$$\frac{M}{\varphi M_d} = \operatorname{ctgh} \xi - \frac{1}{\xi} \equiv L(\xi), \quad \xi = \frac{\pi \mu_0 M_d H d^3}{6 k_B T} = \frac{mH}{k_B T} \quad (3.3)$$

### 3.2 Magnetna relaksacija

Zaradi majhnosti delcev magnetni koloidi vsebujejo samo eno magnetno domeno, torej imajo permanentni magnetni moment proporcionalen njihovem volumnu. Čeprav velja, da so magnetni koloidi feromagnetni na molekularnem nivoju, so v bistvu podobni paramagnetim na koloidnem nivoju z eno pomembno razliko, in sicer, da so magnetni momenti v magnetnih koloidih mnogo večji kot momenti pri paramagnetih. Tipične vrednosti so okrog  $10^{-19} \text{ Am}^2$  za magnetne koloide in  $10^{-23} \text{ Am}^2$  za paramagnete. Iz tega razloga magnetne tekočine včasih pojmujejo tudi kot superparamagnetni materiali. Da material zadostuje pogoju superparamagnetnosti, mora biti magnetni moment vsakega delca prost tako, da lahko rotira.

Magnetna relaksacija: relaksacija magnetnega sistema je pot za doseganje ravnovesnega stanja v primeru spremembe magnetnega polja. Relaksacija ni trenutni pojav, temveč zahteva svoj čas. Karakteristični čas se tako imenuje relaksacijski čas. V kontekstu magnetnih tekočin obstajata dva različna mehanizma, s katerima se v primeru spremembe zunanega polja zgodi magnetna relaksacija. V prvem mehanizmu se relaksacija zgodi, ko lahko delec prosto rotira v tekočini. V drugem mehanizmu pa je relaksacija posledica rotacije vektorja magnetnega momenta znotraj delca. Če na primer ferofluid zamrznemo, potem je operativni le drugi mehanizem. Prvi mehanizem, ki je karakteriziran z rotacijo delca, se imenuje Brownova relaksacija, pri čemer je  $\tau_B$  rotacijski čas, podan z enačbo

$$\tau_B = \frac{3V\eta_0}{kT}, \quad (3.4)$$

pri čemer je  $\eta_0$  viskoznost topila. Za primer koloida dimenzije 10 nm z viskoznostjo  $\eta_0 = 10^{-3}$  Pa s<sup>1</sup> je relaksacijski čas Brownove relaksacije  $\tau_B = 4 \cdot 10^{-7}$  s. Ocena Brownove rotacijske relaksacije v prisotnosti zunanega polja je določena z rešitvijo Fokker-Planckove enačbe.

Za enodomenske enoosne feromagnetne delce v primeru odsotnosti zunanega polja ima magnetizacija dve možnosti, nasprotni smeri vzdolž naravne smeri magnetizacije. Premagati mora energijsko oviro za doseganje spremembe orientacije. Velikost energijske ovire je podana s  $KV$ , pri čemer je  $K$  anizotropna konstanta materiala. Ko je izpolnjen pogoj  $KV \ll k_B T$ , je termična energija dovolj velika, da inducira spremembo magnetizacije znotraj zrna. To se zgodi po karakterističnem času  $\tau_N$ , kar je prvi predstavil Néel (l. 1949), in se izračuna kot

$$\tau_N = \frac{1}{f_0} e^{\left(\frac{KV}{kT}\right)}, \quad (3.5)$$

pri čemer je  $f_0$  Larmorjeva frekvenca, ki znaša okrog  $10^9$  Hz. Očitno je Néelov relaksacijski čas močno odvisen od volumna delca. Na primer, pri povečanju premera delca koloida z 10 nm na 20 nm pri  $K = 1,1 \cdot 10^4$  Jm<sup>-3</sup> se poveča čas s  $\tau_N = 4 \cdot 10^{-9}$  s na  $\tau_N = 7 \cdot 10^{-5}$  s. Enačbo (3.5) za ferrofluid iz magnetita in kerozina so leta 1968 potrdili avtorji McNab, Fox in Boyle [80].

Ko je  $\tau_N \ll \tau_B$ , se relaksacija izvrši po Néelovem mehanizmu in pravimo, da material kaže *notranji superparamagnetizem*. Ko pa je  $\tau_N \gg \tau_B$ , pa je ravno obratno, relaksacija se izvrši po Brownovem mehanizmu in material kaže *zunanji superparamagnetizem*. Kakorkoli, če je manjša časovna konstanta mnogo večja kot pa časovna skala eksperimenta, potem vzorec označimo kot feromagnetni.

V ferrofluidu sta oba načina relaksacije vodila k očitnemu superparamagnetnemu obnašanju, enako kot to opisuje Langevinov zakon in Langevinov odnos, ki opisuje ravnovesni odziv ter obe vrsti relaksacije. Če preučujemo dinamični aspekt magnetnih pretokov, pa postane časovni razred relaksacije pomembna spremenljivka.

Na splošno je konstanta kristalne anizotropije  $K$  določena eksperimentalno, kjer določamo magnetilno krivuljo enojnega kristala za polje, ki je usmerjeno vzdolž različnih smeri kristalografskih osi [7]. Tabela 3.1 podaja relaksacijske čase za različne velikosti delcev.

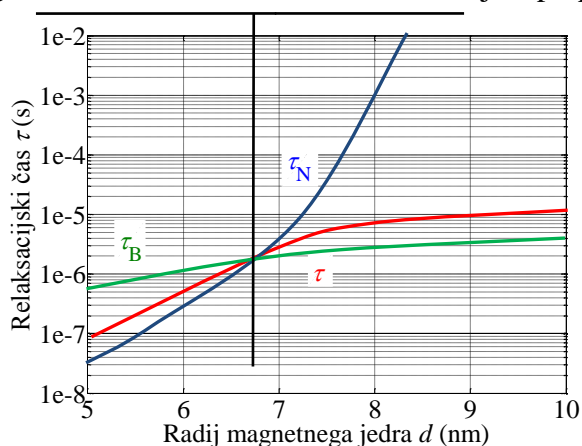
<sup>1</sup> enota viskoznosti kg/ms = 1 Pa·s

Tabela 3.1: Časovne konstante relaksacije  $\tau_N$  in  $\tau_B$  za ferrofluid, sestavljen iz magnetnih delcev in nosilne tekočine kerozin.

Velikost delca (nm)	$\tau_N$ (s)	$\tau_B$ (s)
8	$1 \cdot 10^{-8}$	$3,8 \cdot 10^{-7}$
10	$1 \cdot 10^{-7}$	$7,6 \cdot 10^{-7}$
16,5	1	$3,4 \cdot 10^{-6}$

Slika 3.1 prikazuje odvisnost  $\tau_B$  in  $\tau_N$  od velikosti delcev in vidimo, da je superparamagnetizem ferrofluidov z velikostjo delcev levo od meje presečišča krivulj  $\tau_B$  in  $\tau_N$  označen kot *notranji superparamagnetizem*, medtem ko je desno od meje *zunanj* *superparamagnetizem*. Zaradi eksponentne odvisnosti na  $V$  je vrednost  $\tau_N$  močno odvisna od velikosti delcev. Prehod med Néelovo in Brownovo relaksacijo lahko obravnavamo z izenačevanjem  $\tau_N = \tau_B$ , kar nam da razmerje  $\kappa^{-1} e^{\kappa} = 3\eta f_0 / K$  in  $\kappa = KV / k_B T$ . Primer, ki ga je izračunal Shilomis (povzeto po [7]), je  $D_s = 8,5$  nm za železo in  $D_s = 4$  nm za kobalt.

Notranji superparamagnetizem  $\tau_N \ll \tau_B$   $\tau_N \gg \tau_B$  Zunanji superparamagnetizem



**Slika 3.1:** Relaksacijski časi Brownove in Néelove relaksacije [29].

Tipična magnetna tekočina ima široko velikostno porazdelitev delcev s srednjo velikostjo delca  $\sim 10$  nm. Ker Brownova in Néelova relaksacija delujeta paralelno, je efektivni relaksacijski čas podan z enačbo

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_B} + \frac{1}{\tau_N}. \quad (3.6)$$

### 3.3 Izgube magnetnih tekočin

V tem odseku predstavljamo teoretični pristop k določitvi izgub magnetnih tekočin v izmeničnem magnetnem polju. V prejšnjem poglavju smo spoznali obnašanje snovi, tukaj pa predstavljamo različne pristope za ovrednotenje izgub. Predstavili bomo tri metode, od katerih smo v nalogi dve dejansko izvedli ter določili izgube.

Teoretična obravnava izgub je povzeta po [29], kjer so izgube za sistem konstantne gostote na enoto volumna enake  $dU = dQ + dW$ , pri tem je  $U$  začetna energija sistema,  $Q$  je toplota in  $W$  magnetno delo, ki se v sistemu opravi. V adiabatnih procesih je  $dQ = 0$ , diferencial magnetnega dela pa je podan z  $dW = \mathbf{H}d\mathbf{B}$  in izgube na enoto volumna so

$$dU = \mathbf{H}d\mathbf{B}. \quad (3.7)$$

Ker sta obe veličini polja kolinearni, se enačba (3.7) spremeni v  $dU = H dB$ , kjer sta  $B$  in  $H$  amplitudni vrednosti. Ob upoštevanju enačbe (2.6), kjer je  $B = \mu_0 (H + M)$  lahko, gornjo enačbo zapišemo kot

$$\Delta U = \mu_0 \oint M dH. \quad (3.8)$$

V primeru, ko magnetizacija zaostaja za poljem, je rezultat integrala pozitiven iznos, ki nakazuje pretvorbo magnetnega dela v notranjo energijo. Priročno je, če izrazimo magnetizacijo s kompleksno susceptibilnostjo  $\chi = \chi' + i\chi''$ . Če magnetno poljsko jakost izrazimo kot

$$H(t) = H_0 \cos \omega t = \operatorname{Re} [H_0 e^{i\omega t}] \quad (3.9)$$

je rezultirajoča magnetizacija

$$M(t) = \operatorname{Re} [\chi H_0 e^{i\omega t}] = H_0 (\chi' \cos \omega t + \chi'' \sin \omega t), \quad (3.10)$$

kjer je razvidno, da je  $\chi'$  komponenta v fazi in  $\chi''$  komponenta, ki za  $90^\circ$  zaostaja za poljem. Kompleksno susceptibilnost magnetnih tekočin je uporabljal P.C. Fannin v delih [33]-[36]. Enačbi (3.9) in (3.10) vstavimo v osnovno enačbo (3.8) in dobimo

$$\Delta U = 2\mu_0 H_0^2 \chi'' \int_0^{2\pi/\omega} \sin^2 \omega t \, dt. \quad (3.11)$$

kjer se  $\chi''$  ohrani v enačbi in ima od tod ime »komponenta izgub«. Ko rešimo enačbo (3.11) in rezultat množimo s frekvenco  $f = \omega / 2\pi$ , dobimo izraz za moč izgub na enoto volumna

$$P = f \Delta U = \mu_0 \pi \chi'' f H_0^2, \quad (3.12)$$

kar je tudi cilj te analize, pri čemer je potrebno  $\chi''$  predstaviti kot lastnost tekočine.

Relaksacijska enačba iz literature [29], povzeta po delu M. I. Shilomis, se za mirujočo magnetno tekočino v spreminjajočem se magnetnem polju zapiše

$$\frac{\partial M(t)}{\partial t} = \frac{1}{\tau} (M_0(t) - M(t)), \quad (3.13)$$

kjer je  $\tau$  relaksacijska konstanta (3.6),  $M_0$  je ravnovesna magnetizacija polja, katerega vrednost je  $M_0 = \chi_0 H_0 \cos \omega t = \text{Re}(\chi_0 H_0 e^{i\omega t})$ ,  $\chi_0$  pa je ravnovesna susceptibilnost. Če zamenjamo kompleksno predstavitev  $M_0$  in  $M(t)$  v enačbi (3.13), dobimo izraz

$$\chi = \frac{\chi_0}{1 + i\omega\tau}, \quad (3.14)$$

ki nam da frekvenčno odvisnost kompleksne susceptibilnosti, iz katere izhajajo, da sta komponenti susceptibilnosti

$$\chi' = \frac{\chi_0}{1 + (\omega\tau)^2}, \quad (3.15)$$

$$\chi'' = \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \chi_0. \quad (3.16)$$

Če sedaj združimo enačbe za moč izgub na enoto volumna (3.12) ter kompleksno susceptibilnost (3.16) ter enačbo za efektivni relaksacijski čas (3.6), lahko izgube izračunamo kot



$$P = \mu_0 \pi \chi_0 H_0^2 f \frac{2\pi f \tau}{1 + (2\pi f \tau)^2}. \quad (3.17)$$

Rezultat (3.17) izraža gostoto potrošene energije za monodispergirane magnetne tekočine, kjer predpostavimo konstantno vrednost susceptibilnosti  $\chi_0$ , ki pa je dejansko odvisna od magnetnega polja. Delci v magnetnih tekočina niso dejansko monodispergirani, toda skladno s predpostavko gama porazdelitve<sup>1</sup> (Slika 2.5) uporabimo Langevinovo enačbo (3.3) tako, da izrazimo začetno susceptibilnost  $\chi_0$  kot

$$\chi_0 = \chi_z \frac{3}{\xi} \left( \coth \xi - \frac{1}{\xi} \right), \quad (3.18)$$

kjer je  $\chi_z = (\partial M / \partial H)_z = \mu_0 \phi M_d^2 V_m / 3k_B T$  začetna susceptibilnost.

Gornja analiza izgub magnetnih tekočin v magnetnem polju je pokazala teoretični pristop, na katerem temeljijo eksperimentalne metode za njihovo določanje.

Prvi pristop k ovrednotenju izgub je že zapisan z enačbo (3.17), kjer poleg konstant nastopata parametra magnetnega polja  $H$  in  $f$ , ki ju načeloma pri takšni karakterizaciji izgub moramo poznati. Edina spremenljivka je tako efektivna časovna konstanta relaksacij  $\tau$ , ki pa je parameter, ki ga je težko meriti. Ta metoda postane uporabna s pretvorbo vrednotenja časovne konstante  $\tau$  na merjenje kompleksne susceptibilnosti  $\chi''$ , kjer enačba (3.12) že predstavlja končno enačbo za vrednotenje izgub. Pri tej metodi je potrebno meriti kompleksno susceptibilnost in primer takšnega vrednotenja izgub je predstavljen v delih [25],[26] in [71] ter [27], kjer so pojem izgub  $P$  spremenili tako, da so vpeljali pojem  $SPL^2$ , ki v izvornem jeziku pomeni »*Specific Power Loss*« oziroma v prevodu specifično moč izgub, ki je definirana kot

$$SPL(H, f) = \frac{\mu_0 \pi \chi''(f) H_0^2}{\rho}. \quad (3.19)$$

Drugi pristop k ovrednotenju izgub izhaja iz enačbe (3.8). Z merjenjem časovnih potekov  $H(t)$  in  $J(t)$  lahko izgube materiala določimo tudi po enačbi, ki je povzeta iz [3] in velja

<sup>1</sup> Porazdelitev gama je družina zveznih verjetnostnih porazdelitev. Določena je z dvema parametroma, od katerih je prvi parameter merila, drugi pa parameter oblike [77].

<sup>2</sup> V nalogi ohranjamo zapis  $SPL$  v izvorni obliki, saj je splošno uveljavljen izraz pri karakterizaciji materialov, enako velja za kratico SAR.

$$W = \oint H dJ = \int_0^T H(t) \frac{dJ(t)}{dt} dt. \quad (3.20)$$

kar je izguba energije v enem krožnem ciklu. Specifično srednjo vrednost izgub dobimo tako, da enačbo uredimo tako, da je

$$SPL = \frac{f}{\rho_{\text{tek}}} \int_0^T H(t) \frac{dB(t)}{dt} dt, \quad (3.21)$$

kar predstavlja temeljno enačbo za drugi pristop. Vidimo, da je za to potrebno meriti časovne poteke magnetne poljske jakosti  $H(t)$  ter odvod gostote magnetnega pretoka  $dB(t) / dt$ . V tem primeru moramo za določitev izgub poznati še frekvenco polja (določena iz  $H(t)$ ) ter gostoto materiala  $\rho_{\text{tek}}$ .

Tretji pristop za določitev izgub magnetnih tekočin pa je določitev parametra SAR, »*Specific Absorption Rate*« oziroma specifična stopnja absorpcije. S tem pristopom določimo količino energije, ki se pretvori v toploto v določenem času. Glede na to, da je v literaturi za določitev izgub uveljavljen izraz SAR, ne bomo uporabljali slovenskega prevoda, temveč bomo uporabljali to kratico. SAR magnetnih tekočin izračunamo z enačbo

$$SAR = \frac{C_{\text{tek}} m_{\text{tek}}}{m_{\text{Fe}}} \left( \frac{\Delta T}{\Delta t} \right)_{t=0} = \frac{C_{\text{tek}} m_{\text{tek}}}{m_{\text{tek}} \varphi_{\text{mas}}} \left( \frac{\Delta T}{\Delta t} \right)_{t=0} = \frac{C_{\text{tek}}}{\varphi_{\text{mas}}} \left( \frac{\Delta T}{\Delta t} \right)_{t=0}. \quad (3.22)$$

Vidimo, da je poleg specifične toplote tekočine ( $C_{\text{tek}}$ ), mase tekočine ( $m_{\text{tek}}$ ) in mase železnih delcev v tekočini ( $m_{\text{Fe}}$ ) treba poznati še začetni naklon krivulje oziroma odvod temperature ( $\Delta T / \Delta t$ ) pri času  $t = 0$ . Ta pristop je v literaturi zapisan kot kalorimetrična metoda določevanja izgub, ki je podrobneje opisana v poglavju 4.1.

V disertaciji sta obravnavani druga in tretja metoda za določevanje izgub, kjer enačbi (3.21) in (3.22) služita kot osnovno vodilo pri realizaciji karakterizacije izgub. Omenimo še, da se v literaturi poleg pojmov SAR in SPL pojavlja še pojem SHP, ki pomeni »*Specific Heating Power*« oziroma specifično moč gretja, pomen pa je enak kot pri prejšnjih dveh.

## 4. EKSPERIMENTALNO DOLOČANJE MAGNETNIH IZGUB

Na koncu prejšnjega poglavja smo predstavili pojem izgub magnetnih tekočin v izmeničnem magnetnem polju, v tem poglavju pa je predstavljeno njihovo ovrednotenje s pomočjo dveh eksperimentalnih metod. Ključni sta enačbi (3.21) in (3.22), iz katerih je razvidno, da je za določitev parametrov izgub SPL in SAR magnetne tekočine poleg parametrov, ki se s poljem spreminjajo, treba poznati še nekatere konstante tekočine. V tem poglavju sta tako predstavljeni eksperimentalni merilni metodi za določitev izgub magnetnih tekočin. Karakterizacijo izgub smo izvajali v merilnem sistemu, ki je bil zgrajen v ta namen in je predstavljen v nadaljevanju. Temu sledita še dve podpoglavji, in sicer opis merilnega mesta ter izvajanje meritev s pomočjo programa LabView.

### 4.1 Kalorimetrična metoda merjenja magnetnih izgub

Kalorimetrična metoda merjenja magnetnih izgub je ena izmed dveh, obravnavanih v okviru doktorske disertacije. Gre za metodo, kjer s kalorimetrom določamo magnetne izgube magnetnih tekočin. Kalorimeter je naprava, ki se uporablja pri merjenju toplote kemijskih reakcij, fizikalnih sprememb in tudi toplotne kapacitete. Preden povemo več o konkretni metodi, pa podrobneje spoznajmo kalorimetrijo.

Kalorimetrija je ena izmed najstarejših ved fizikalne kemije. Začetek nastanka vede sega v leto 1783, na dan, ko sta Lavoiser in Laplace predstavila prispevek z naslovom “*Memoire de la Chaleur*“. Ves čas obstoja kalorimetrije so nastajale nove metode kakor tudi merilne tehnike. Trenutno se številni laboratoriji in številna podjetja po svetu še vedno osredotočajo na razvoj kalorimetrije in kalorimetričnih postopkov ter njihove uporabnosti.

Kalorimeter je splošni izraz za instrument, ki omogoča določitev toplotnih pojavov neposredno z merjenjem temperature. Da določimo toplotni pojav, je potrebno vzpostaviti povezavo med proizvedeno toploto in količino toplote, ki jo izmerimo. Odvisno od uporabljenega tipa kalorimetra, zahtevane natančnosti ter pogojev toplotne in masne prevodnosti, ki prevladuje v napravi, lahko vzpostavimo razmerje med merjenimi in generiranimi količinami, ki pa lahko zavzamejo različne matematične oblike. Teorija in matematično ozadje o kalorimetrih sta dobro poznana in predstavljena v literaturi [38] in [39], medtem ko bodo nekateri praktični vidiki kalorimetrov predstavljeni v tem poglavju.

Da bi razumeli kalorimetrijo je najprej treba povedati nekaj o prenosu toplote. Kadar govorimo o prenosu, imamo v mislih bodisi eno telo bodisi več teles z različnimi temperaturami. Prenos toplote poteka zmeraj iz toplejšega telesa na hladnejše telo ali pa iz toplejšega dela telesa na hladnejši del. Prenos toplote se lahko vrši po treh značilnih mehanizmih prenosa, in sicer: s prevajanjem toplote, kjer se toplota prenaša po sami snovi telesa, s konvekcijo, kjer se toplota prenaša zaradi relativnega gibanja dela segretega telesa, in s sevanjem, kjer je toplota prenesena neposredno med dvema oddaljenima telesoma s pomočjo elektromagnetnega valovanja.

**Prevajanje toplote** je vrsta prenosa toplote, ki se pojavi pri trdninah in tekočinah, interpretiramo pa jo kot prenašanje kinetične energije, ki je rezultat trkov med naključno gibajočimi se molekulami. Proces se odvija brez kakršnihkoli makroskopskih gibanj v telesu. Največjo prevodnost ima diamant brez sledi izotopa  $C^{13}$ , veliko prevodnost imajo tudi kovine, medtem ko imajo plini najnižjo.

**Konvekcija toplote** je mehanizem prenosa, ki se vrši v primeru tekočih in plinastih snovi in to takrat, ko je usmerjeno hitrostno polje povzročeno zaradi gibanja tekočine ali pa naravnega gibanja zaradi spremembe gostote. Govorimo o prisilni in o naravni konvekciji, obstaja pa tudi združena konvekcija, kjer sta prisotna oba mehanizma. V kalorimetriji pogosto skušamo minimizirati ali pa popolnoma odpraviti odvod toplote zaradi konvekcije. Pri tem je zelo učinkovit način ustvarjanje vakuuma.

**Sevanje toplote** pa je zadnji izmed mehanizmov prenosa toplote, kjer se prenos izvaja v obliki elektromagnetnega valovanja, pojavi pa se pri procesu žarjenja, odseva in absorpcije.

V literaturi obstaja veliko različnih tipov kalorimetrov, ki se osredotočajo na določitev toplotnih efektov fizikalnih in kemijskih procesov. Tem napravam so podelili raznorazna imena, enkrat glede na snovalca naprave, drugič pa glede na različne kriterije, ki so lastnost specifičnega kalorimetra. Imena, kot so na primer *nizko-temperaturni kalorimeter*, *visoko-temperaturni kalorimeter*, *visoko-tlačni kalorimeter*, izhajajo iz pogojev temperature in tlaka, pod katerimi se izvajajo meritve. V nekaterih primerih je prevladujoč proces, ki ga raziskujemo, kot na primer *kalorimeter za toploto mešanja*, *toploto izhlapevanja*, *meritev specifične toplote snovi* in mnogi drugi. Imena kalorimetrov pogosto vsebujejo tudi informacijo glede konstrukcijskih lastnosti, kot na primer *kalorimeter labirintnega pretoka*, *bombni kalorimeter*, *kapljični kalorimeter*, *kalorimeter končnega pretoka* in mnogi drugi. Za ime naprave pa se mnogokrat uporabi tudi ime njenega ustvarjalca, kot na primer *Lavoiser*, *Laplace*, *Bunsen*, *Calvet*, *Svijetoslawski* in mnogi drugi.

Najprej je treba definirati pojem kalorimetra. To je instrument, ki je namenjen določanju toplote. Pri vsakem kalorimetru lahko ločimo dvoje, in sicer:

1. posodo kalorimetra in
2. okolico kalorimetra.

Posoda kalorimetra (celica) pri temperaturi  $T_c(t)$  je običajno v tesnem stiku z vsebino, ki je predmet raziskave, oziroma s snovjo, v kateri se dogaja transformacija. Vsebina vključuje reakcijski vzorec in pomožne naprave, ki so potrebne za doseg transformacije ali pa za umerjanje instrumenta.

Okolica ima temperaturo  $T_0(t)$ , pogosto pa jo pojmuje tudi kot oklep ali termostat. Tvori del kalorimetra, ki je funkcijsko različen od merilnega sistema in ima dobro definirano časovno odvisnost.

V našem primeru bo predstavljena klasifikacija kalorimetrov glede na kriterij temperaturnih sprememb, pod katerimi se izvrši meritev. Že pri zasnovi kalorimetra je možno zagotoviti pogoje, ki omogočajo izvajanje meritev pod točno določenimi temperaturnimi pogoji, kot so:

- Posoda kalorimetra ( $T_c(t) = \text{konst.}$  ali pa  $T_c(t) \neq \text{konst.}$ )
- Okolica kalorimetra ( $T_0(t) = \text{konst.}$  ali pa  $T_0(t) \neq \text{konst.}$ )
- Razlika med njima ( $T_c(t) - T_0(t) = \text{konst.}$  ali pa  $T_c(t) - T_0(t) \neq \text{konst.}$ )

Na osnovi te razvrstitve kalorimetrov jih lahko razdelimo na dve skupini, in sicer:

- I* Adiatbatni kalorimetri: pri njih je temperaturni gradient med posodo kalorimetra in okolico enak nič ( $\Delta T = 0$ ) v času meritve, med merjenjem ne prihaja do izmenjave toplote med posodo in okolico.
- II* Neadiabatni kalorimetri: pri njih je temperaturni gradient med posodo kalorimetra in okolico različen od nič ( $\Delta T \neq 0$ ) v času meritve, med merjenjem prihaja do izmenjave toplote med posodo in okolico.

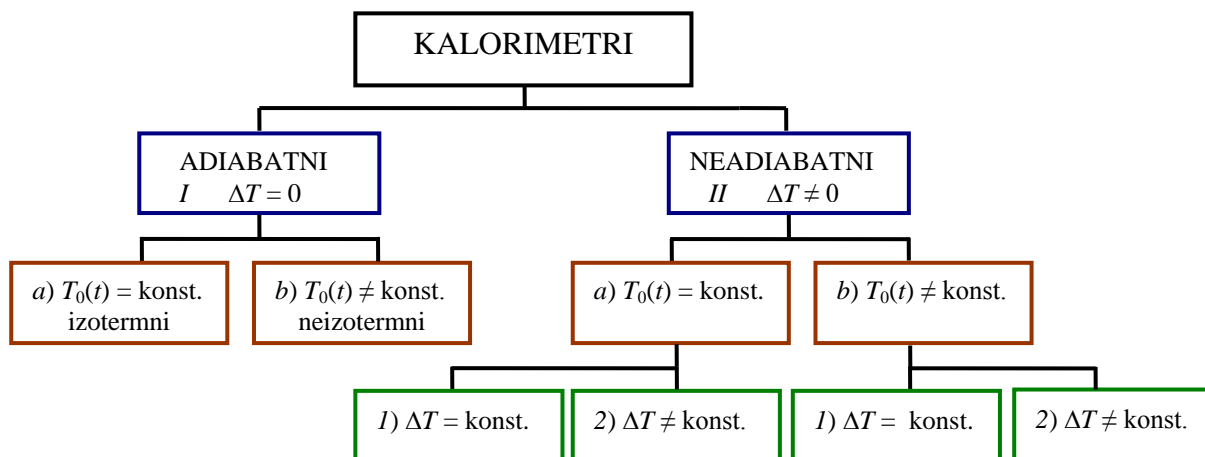
Pri adiatbatnih kalorimetrih sta značilni dve podskupini, in sicer

- Ia*: Kalorimetri s konstantno temperaturo  $T_0(t)$ . Imenujemo jih adiatbatni-izotermni.
- Ib*: Kalorimetri, kjer se temperatura okolice  $T_0(t)$  spreminja s časom. Imenujemo jih adiatbatni neizotermni ali pa kar adiatbatni.

Neadiabatni kalorimetri pa se delijo na naslednji podskupini, in sicer:

- IIa*: kalorimetri s konstantno temperaturo  $T_0(t) = \text{konst.}$  (izotermna okolica), ki jim pravimo »isoperibol«
- IIb* kalorimetri, kjer se temperatura okolice spreminja s časom  $T_0(t) \neq \text{konst.}$

Razdelitev kalorimetrov je shematsko prikazana s spodnjim diagramom na sliki 4.1.

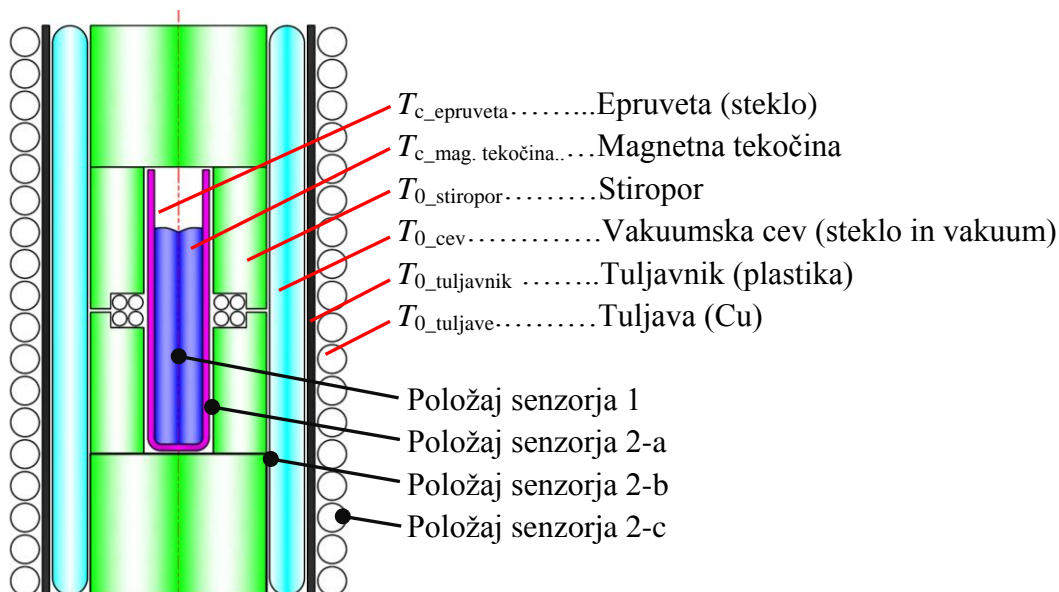


**Slika 4.1:** Razdelitev kalorimetrov glede na tlak in temperaturo.

Če se vrnemo na obravnavani problem določevanja magnetnih izgub magnetnih tekočin po kalorimetrični metodi, je očitno, da za to potrebujemo kalorimeter. To je dejansko merilni sistem, ki je podrobno opisan v nadaljevanju tega poglavja, v podpoglavju 4.3, v kontekstu kalorimetrije pa ga smemo obravnavati zgolj kot posodo in okolico kalorimetra. Če poskušamo identificirati omenjena dela v merilnem sistemu (Slika 4.9 na strani 55), lahko rečemo, da je posoda kalorimetra v našem primeru epruveta, saj je to po definiciji prostor, ki vsebuje merjeno snov (magnetno tekočino). Posoda kalorimetra ima temperaturo  $T_c(t)$ . Drugi del kalorimetra pa je po definiciji okolica kalorimetra. Kaj vse sodi v okolico merilnega sistema, si lahko ogledamo na sliki 4.2, ker je narisana poenostavljena shema merilnega sistema. V to skupino materialov sodijo temperaturna izolacija okoli epruvete (stiropor), steklena vakuumaska cev okoli stiropora, plastični tuljavnik ter vodno hlajena vzbujalna tuljava okoli tuljavnika, ki so na skupni temperaturi  $T_0(t)$ . Če si pogledamo, kako se spreminja temperatura okolice kalorimetra, ugotovimo:

- segret vzorec magnetne tekočine je na temperaturi  $T_{\text{mag.tek}}(t)$ , ki se spreminja, in zato se spreminja tudi temperatura posode kalorimetra  $T_{\text{mag.tek}}(t) = T_c(t)$ , ( $T_c(t) \neq \text{konst.}$ ).
- okolica se greje zaradi segretega vzorca in tudi segrevanja tuljave zaradi električnega toka, kar pomeni, da se spreminja tudi skupna temperatura okolice.

Glede na povedano je merilni sistem gotovo neadiabatni sistem, velja  $T_c(t) \neq \text{konst.}$ ,  $T_0(t) \neq \text{konst.}$  razlika  $\Delta T = T_c(t) - T_0(t) \neq \text{konst.}$



**Slika 4.2:** Definiciranje temperaturnih področij merilnega sistema.

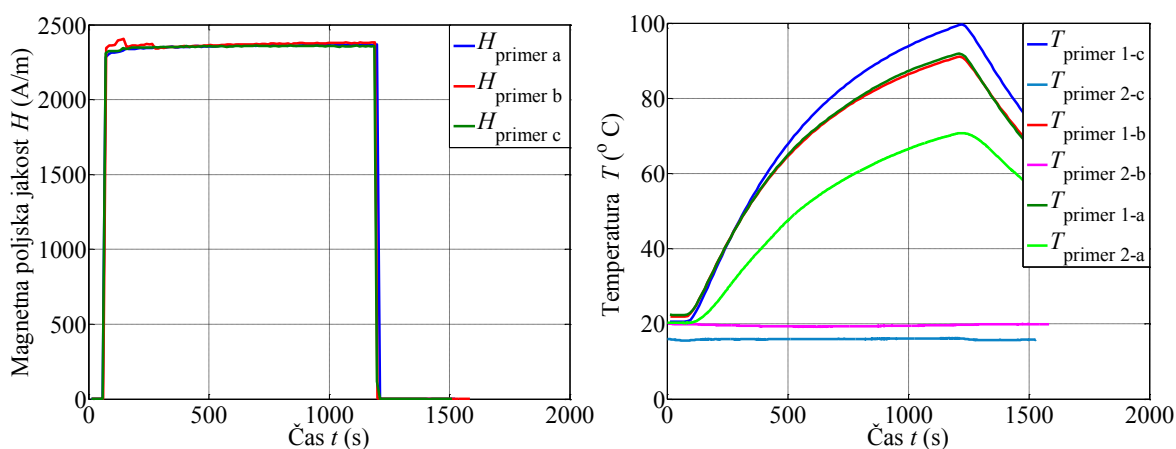
V merilnem sistemu uporabljamo dva senzorja temperature, in sicer prvega za merjenje temperature magnetne tekočine in drugega za meritev temperature okolice. Temperaturo okolice lahko merimo na več mestih, dejstvo pa je, da okolica ni en homogen material, temveč je, kot vidimo na zgornji sliki 4.2, skupek štirih materialov. Ostaja problem, kako ovrednotiti meritve temperature okolice in kaj povzroča segrevanje okolice.

Iz izkušenj vemo, da se v primeru napajanja vzbujalne tuljave ta segreva. Ker je to segrevanje povzročalo probleme, smo poskušali ta vpliv eliminirati z vpeljavo vodnega hlajenja. To je stabiliziralo zunanjo temperaturo okolice na temperaturo hladilne vode. Pri tem se je potrebno zavedati, da vsiljena zunanja temperatura pomeni tudi odvod toplote zaradi segrevanja tekočine ter zaradi segrevanja tuljave.

Če so meritve kratkotrajne, je okolica dober toplotni izolator in sistem lahko opazujemo kot adiabatni sistem. Ravno to dejstvo nam omogoča boljšo karakterizacijo po kalorimetrični metodi, kjer izgube določamo po enačbi (3.22). V njej nastopata konstanti  $C$  ter  $m_{Fe}$  ter sprememba temperature po času  $\Delta T/\Delta t$  oziroma začetni naklon krivulje segrevanja. Torej tu predpostavimo, da je odvod toplote v okolico nič, vsa toplota pa se porabi za dvig temperature merjenega vzorca. Ker nobena toplotna izolacija ni idealna, se pri dolgotrajnejših meritvah začne okolica segrevati zaradi vzorca merjene tekočine, kar je razlog, da je krivulja segrevanja eksponentna funkcija. To smo preverili tako, da smo pri meritvi segrevanja merili temperaturo z dvema temperaturnima senzorjema. Prvi je bil ves čas v epruveti (Slika 4.2 položaj 1) in je meril temperaturo vzorca, medtem ko smo položaj drugega spreminjali, in sicer:

- zunanja stran epruvete; med epruveto in stiroporom (Slika 4.2 položaj 2-a),
- zunanja stran stiropora; med stiroporom in stekleno vakuumsko cevjo (položaj 2-b),
- zunanja stran vzbujalne tuljave (položaj 2-c).

Meritev smo izvedli tako, da smo v epruveto vstavili vzorec magnetnega materiala, ki se je zaradi delovanja polja začel segrevati. Mehanizem segrevanja v tem kontekstu ni pomemben, saj nas je zanimalo razmerje med segretim vzorcem in okolico. Meritev smo trikrat ponovili ob čim bolj podobnih magnetnih pogojih, drugi senzor pa se je vsakokrat nahajal na različnem mestu (a, b in c).



**Slika 4.3:** Potek magnetne poljske jakosti  $H$  in temperature  $T$  za primere a, b in c.

Slika 4.3 prikazuje amplitude magnetne poljske jakosti za primere a, b in c. Vidimo, da je v vseh treh primerih amplituda približno enaka in sicer  $H \approx 2370$  A/m z odstopanjem od srednje vrednosti za manj od 10 A/m kar znaša manj kot 1 %. Vidimo tudi, da je bilo polje pri meritvi prisotno le od časa  $t_1 = 60$  s do  $t_2 = 1200$  s.

Desna slika 4.3 pa prikazuje potek temperature, ki jo merimo z dvema senzorjema. V primeru a se je vzorec zaradi magnetnega polja začel segrevati, njegova temperatura pa je dosegla vrednost  $T_{\text{maks-a}} = 92$  °C. Drugi senzor, ki je meril zunanjo temperaturo epruvete je sledil segrevanju vzorca z določeno zakasnitvijo. V primeru meritve b se je drugi senzor nahajal na zunanji strani stiropora. Ta meritev nam s stališča segrevanja vzorca ne pove nič novega, saj je temperatura skoraj enaka prejšnjemu primeru. Zanimiv pa je potek temperature senzorja 2-b, ki je v celotnem času meritve skoraj konstantna. Če bi zmanjšali merilo temperature na gornji sliki, bi ugotovili, da se zaradi prevajanja toplote iz segretega vzorca na okolico prenese nekaj toplote, ki povzroči porast temperature okolice za »samo« +0,5 °C pri segretim vzorcem na 92 °C. To je zanimiva potrditev teze, da je kalorimeter adiabatno v začetnem stanju oziroma da se vsa proizvedena toplota porabi za segrevanje vzorca, kasneje



pa tudi za segrevanje okolice kalorimetra. Zadnji primer pa je primer c, kjer je položaj senzorja na zunanji strani vodno hlajene tuljave. V tem primeru je temperatura vzorca višja kot v prejšnjih dveh primerih, kar je po vsej verjetnosti posledica nekoliko drugačnega položaja prvega senzorja glede na prejšnja primera. Vzorec se je segrel na  $T_{\text{maks-c}} = 100,0 \text{ }^\circ\text{C}$ . Kot je razvidno, se tuljava zaradi polja in tudi toka ne segreva veliko, saj je povišanje temperature v času med  $t_1$  in  $t_2$  samo  $+0,8 \text{ }^\circ\text{C}$ , kar dokazuje, da hladilna voda vzdržuje konstantno temperaturo vzbujalne tuljave in s tem ostaja zunanja temperatura okolice konstantna.

S temi ugotovitvami lahko zapišemo postopek izvajanja meritve za določitev vrednosti SAR v naslednjih točkah, rezultati pa so predstavljeni v poglavju 6:

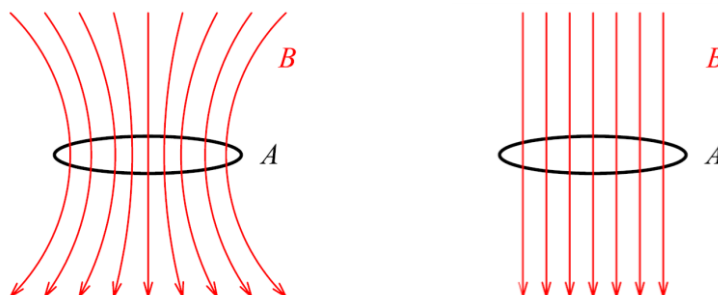
1. Vzorec vstavimo v merilni sistem.
2. Vzpostavimo pretok hladilne vode in počakamo, da se temperatura merilnega sistema in vzorca ustali (pri temperaturi hladilne vode).
3. Nastavimo želeno vrednost magnetne poljske jakosti (amplitudo in frekvenco) ter vklopimo napajalni tok vzbujalne tuljave in merimo temperaturo vzorca.
4. Temperaturo vzorca ter njen odvod merimo tako dolgo, da lahko enoumno določimo maksimalno vrednost odvoda.
5. Izračunamo vrednost SAR po enačbi (3.22).
6. Za določanje odvisnosti  $\text{SAR} = f(H)$  meritev ponovimo pri različnih vrednostih magnetnih poljskih jakostih, pri čemer smo pozorni, da je začetna temperatura merjenja približno enaka ( $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

## 4.2 Metoda magnetnega merjenja magnetnih izgub

Druga obravnavana metoda za določanje magnetnih izgub magnetnih tekočin je metoda magnetnega merjenja. Tudi v tem primeru želimo enako kot pri kalorimetrični metodi določiti odvisnost izgub od amplitude in frekvence magnetne poljske jakosti. Metoda je povzeta po [3] in je ustrezno modificirana tako, da lahko določimo parametra magnetnega polja  $b(t)$  in  $h(t)$ , ki ju potrebujemo za določitev izgub SPL zapisanih z enačbo (3.21) na stani 40.

V nadaljevanju tega poglavja je detajlno obravnavan merilni sistem, merilno mesto in postopek merjenja (poglavja 4.3, 4.4 in 4.5), v tem kontekstu pa nas bo zanimalo predvsem obnašanje vzorca magnetne tekočine v magnetnem polju.

Metoda temelji na meritvi magnetnega pretoka  $\phi$ , kar je simbolno prikazano na naslednji sliki 4.4. Če opazujemo gostoto magnetnega pretoka  $B$  na površini  $A$ , potem je magnetni fluks definiran kot celokupna vsota vseh gostotnic, ki pravokotno vstopajo na ploskev površine  $A$ .



**Slika 4.4:** Primer nehomogenega in homogenega magnetnega polja.

Za primer nehomogenega in homogenega polja, kot sta predstavljena na sliki, lahko magnetni pretok izračunamo z enačbo (4.1) in (4.2) kot

$$\phi = \iint B dA \quad (4.1)$$

$$\phi = BA. \quad (4.2)$$

Magnetnega pretoka ne merimo neposredno, temveč posredno preko inducirane napetosti  $u_i$ , ki je z magnetnim pretokom povezana preko zakona o elektromagnetni indukciji, ki ga je leta 1831 zapisal Michael Faraday. Ugotovil je, da je inducirana napetost  $u_i$  v zaključeni zanki premo sorazmerna hitrosti spreminjanja magnetnega pretoka  $\phi$  skozi površino te zanke. To spoznanje je danes znano kot indukcijski zakon ali Faradayev zakon:

$$u_i = -\frac{d\phi}{dt}. \quad (4.3)$$

Negativni predznak inducirane napetosti razlaga Lenzovo pravilo, po katerem v zanki inducirani tok skuša zaradi lastne indukcije s svojim magnetnim poljem nasprotovati spremembi, ki ga je povzročila [77]. Če se v magnetnem polju nahaja tuljava, se enačba (4.3) ustrezno spremeni za število ovojev  $N$  in dobi obliko

$$u_i = -N \frac{d\phi}{dt}. \quad (4.4)$$

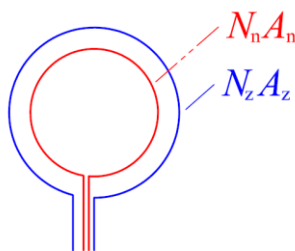
Če pri meritvi izmerimo časovni potek inducirane napetosti  $u_i$ , lahko z njeno integracijo določimo časovni potek magnetnega pretoka  $\phi$

$$\phi = -\frac{1}{N} \int u_i dt. \quad (4.5)$$

Iz magnetnega pretoka pa lahko ob poznani površini tuljave  $A$ , v kateri se je inducirala napetost, izračunamo gostoto magnetnega pretoka  $B$  oziroma njeno trenutno vrednost

$$b = \frac{\phi}{A}. \quad (4.6)$$

Tako določena gostota magnetnega pretoka, v primeru da je tuljava tesno navita okrog merjenega vzorca, predstavlja povprečno vrednost gostote magnetnega pretoka v vzorcu.



**Slika 4.5:** Princip merjenja  $B$  in  $H$  z dvema merilnima tuljavicama.

Magnetno poljsko jakost  $H$  pa določimo tako, da določimo magnetni pretok skozi ovoje dveh tuljav, ki imata različni površini  $A$  (različna premera) in sta koncentrično nameščeni (Slika 4.5). V tem primeru je notranja tuljava s številom ovojev  $N_1$  in površino  $A_1$  tesno navita okoli vzorca, druga tuljava s številom ovojev  $N_2$  in površino  $A_2$  pa je prav tako navita, vendar čez notranjo tuljavo, kar pomeni, da so ovoji te tuljave nekoliko bolj odstranjeni od vzorca.

Z notranjo tuljavo tako določimo magnetni pretok  $\phi_1$ , ki je tudi pretok skozi vzorec. Z zunanjo tuljavo pa določimo pretok  $\phi_2$ , ki predstavlja vsoto pretoka  $\phi_1$  in pretoka med zunanjo in notranjo tuljavo  $\phi_{12}$ . Pretok med zunanjo in notranjo tuljavo je torej

$$\phi_{12} = \phi_2 - \phi_1. \quad (4.7)$$

Iz magnetnega pretoka  $\phi_{12}$  lahko določimo gostoto magnetnega pretoka na področju med obema tuljavama  $b_{12}$

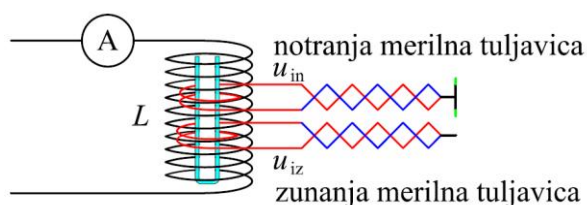
$$b_{12} = \frac{\phi_{12}}{N_2 A_2 - N_1 A_1}. \quad (4.8)$$

Ker je na področju med tuljavama zrak, lahko določimo magnetno poljsko jakost  $h_{12}$

$$h_{12} = \frac{b_{12}}{\mu_0}. \quad (4.9)$$

Če je magnetno polje na področju, kjer se nahajata tuljavi, homogeno, je magnetna poljska jakost zunaj vzorca  $h_{12}$  zaradi zveznosti tangencialnega prehoda na meji materialov enaka magnetni poljski jakosti v vzorcu  $h$ .

Sedaj pa si pogledjmo, kako smo na podlagi opisane metode izvedli meritvi magnetnih veličin  $B$  in  $H$  v našem primeru. Za razlago te metode služi poenostavljen merilni sistem na spodnji sliki 4.6. Za ustvarjanje magnetnega polja skrbi vzbujalna tuljava, znotraj katere se nahaja epruveta z vzorcem magnetne tekočine. Okoli vzorca sta nameščeni dve koncentrično naviti merilni tuljavici merilnega sistema katerih število ovojev mora biti prilagojeno merilnemu območju instrumenta, s katerim merimo inducirano napetost.



**Slika 4.6:** Poenostavljena shema merilnega sistema.

Geometrijska konstanta merilnih tuljavic je produkt števila ovojev in površine tuljavice  $1/(A_{m.t.} N_{m.t.})$ . Njeno vrednost je možno določiti na dva načina, in sicer preko umerjanja v magnetnem polju s poznano gostoto magnetnega pretoka  $B$  ali pa preko geometrijskih podatkov tuljave  $A$  in  $N$ .

Če uporabimo prvi pristop, potem je potrebno izvesti meritev magnetnega sklepa tuljave v znanem magnetnem polju. V našem primeru je bila ta meritev izvedena v polju magnetne normale, ki ima gostoto magnetnega pretoka  $B_n = 0,1917$  T. Za notranjo merilno tuljavo je magnetni sklep  $\Psi_n = 553,9444 \cdot 10^{-6}$  Vs in za zunanjo tuljavo pa  $\Psi_z = 773,7059 \cdot 10^{-6}$  Vs. Konstanti tuljave sta določeni po naslednjih enačbah

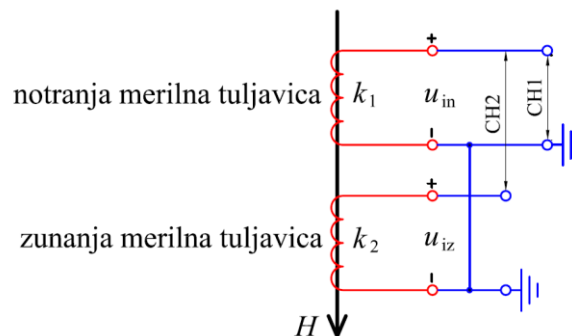
$$k_n = \frac{B_n}{\Psi_n} = \frac{0,1917}{553,9444 \cdot 10^{-6}} = 346,0636 \text{ m}^{-2}, \quad (4.10)$$

$$k_z = \frac{B_z}{\Psi_z} = \frac{0,1917}{773,7059 \cdot 10^{-6}} = 247,7686 \text{ m}^{-2}. \quad (4.11)$$

Konstanto tuljave je možno določiti tudi na osnovi geometrijskih parametrov, vendar pa tu nastopi problem z natančno določitvijo preseka tuljave  $A$ . Če ta ni natančno poznan, se s številom ovojev tuljave  $N$  napaka povečuje, določimo pa jih po spodnji enačbi

$$k_n = \frac{1}{N_n A_n}, \quad k_z = \frac{1}{N_z A_z}. \quad (4.12)$$

Namen tuljavic je posredno merjenje magnetnih veličin  $b(t)$  in  $h(t)$ . Če v magnetno polje vstavimo merilno tuljavo, se na sponkah inducira napetost. Najprej si pogledjmo pristop k izračunu časovnega poteka magnetne poljske jakosti  $h(t)$ . To je izpeljano z enačbo (4.9) in za naš primer je potrebno v enačbi upoštevati vezavo obeh merilnih tuljavic, ki je predstavljena spodaj (Slika 4.7). Tuljavi sta povezani tako, da na kanalu osciloskopa CH1 merimo inducirano napetost notranje merilne tuljavice, na kanalu CH2 pa razliko zunanje in notranje inducirane napetosti. Če je število ovojev obeh tuljavic enako, je napetost na kanalu CH2 proporcionalna samo razliki magnetnega pretoka med zunanjo in notranjo tuljavo.



**Slika 4.7:** Vezava merilnih tuljavic.

Za gostoto magnetnega pretoka okolice vzorca, kjer je okolica definirana kot razlika med zunanjim in notranjim presekom tuljavic, lahko zapišemo enačbo,

$$B_{ok} = \frac{\Psi_{ok}}{S_{ok}} = \frac{\Psi_z - \Psi_n}{N_z A_z - N_n A_n} = \frac{\Psi_z - \Psi_n}{\frac{1}{k_z} - \frac{1}{k_n}} = \frac{(\Psi_z - \Psi_n) k_n k_z}{(k_n - k_z)} = \frac{\left( \int_0^{T_i} (u_{iz} - u_{in}) dt \right) k_n k_z}{(k_n - k_z)} = \frac{k_n k_z}{(k_n - k_z)} \left( \int_0^T (u_{iz} - u_{in}) dt \right) = \frac{k_n k_z}{(k_n - k_z)} \left( \int_0^T (u_{CH2}) dt \right) \quad (4.13)$$

Iz tega lahko izračunamo magnetno poljsko jakost v sistemu, kot

$$H = \frac{B_{ok}}{\mu_0} = \frac{1}{\mu_0} \frac{k_n k_z}{(k_n - k_z)} \left( \int_0^T (u_{iz} - u_{in}) dt \right). \quad (4.14)$$

Za določitev gostote magnetnega pretoka vzorca  $B$  uporabimo notranjo merilno tuljavico, ki se tesno prilega epruveti; torej je površina tuljavice enaka površini vzorca

$$B = \frac{\Psi_n}{S_n} = \frac{\Psi_n}{A_n} = \frac{\Psi_n}{\frac{1}{k_n}} = k_n \int_0^T u_{in} dt = k_n \int_0^T u_{CHI} dt. \quad (4.15)$$

Časovni potek obeh iskanih signalov za opis histerezne zanke dobimo tako, da v enačbah (4.14) in (4.15) uporabimo integracijske meje od 0 do  $T$ , kjer je  $T$  perioda signala .

### 4.3 Merilni sistem

Osrednji del merilnega mesta in celotne doktorske disertacije pa predstavlja merilni sistem, ki je na sliki 4.6 simbolno predstavljen kot tuljava  $L$ , vzorec v epruveti z meritvijo temperature ter dve merilni tuljavici. Od začetne ideje o karakterizaciji izgub magnetnih tekočin pa do končne verzije sistema smo izvedli vrsto preizkusov, ki so nam vsak zase priskrbeli povratne informacije glede kakovosti merilnega sistema in merilne metode.

Začetno idejo karakterizacije vzorcev magnetne tekočine v magnetnem polju smo realizirali s prvim, relativno enostavnim merilnim sistemom, katerega fotografijo vidimo na levi sliki 4.8. V osnovi gre za tuljavo, ki je navita okoli plastičnega tuljavnika, v sredino tuljave pa je postavljen vzorec magnetne tekočine, ki je obdan s stiroporom za boljšo toplotno izolacijo. V osrednjem delu, kjer se nahaja epruveta z vzorcem, sta nameščeni merilni tuljavici, opisani v prejšnjem poglavju 4.2. Prednost tega sistema je vsekakor enostavnost zasnove, s težavo pa se zagotovi dovolj velika magnetna poljska jakost, saj ta jakost pri tej konfiguraciji tuljave zahteva relativno velike amplitude tokov. Zaradi tega se tuljava in s tem celotna okolica močno segrevata, tako da sistem ni primeren za resnejše delo. Iz tega smo ohranili idejo merilnih tuljavic, medtem ko smo drugi merilni sistem načrtovali z večjim poudarkom na odvodu toplote vzbujalne tuljave.

Slika 4.8 desno predstavlja drugo izvedbo merilnega sistema, ki pa je že bila mnogo boljše od predhodnega. S stališča magnetnega polja je ta sistem omogočal večje amplitude tokov, problem pa je ostal v segrevanju vzbujalne tuljave. Problem smo najprej reševali v prisilnim kroženju zraka med tuljavo in tulcem iz stiropora, ki se je nahajal med tuljavo in vzorcem. Ta

način hlajenja ni zadostoval, zato smo poskusili še z vodnim hlajenjem. Na sliki je razvidna plastična cev, ki je navita pod vzbujačo tuljavo in omogoča prisilno kroženje hladilne vode, s tem pa sistemu vsiljuje temperaturo hladilne vode. V enačbah za magnetne relaksacije delcev (3.4) ter (3.5) nastopa temperatura, kar pomeni, da so izgube temperaturno močno odvisne in je zato potrebno izvajati karakterizacijo tekočin pri konstantni temperaturi. Torej drugi merilni sistem, ki smo ga uporabljali, je že boljši od predhodnika, a se je zaradi neprimerne izbire žice pri višjih tokovih tako intenzivno segreval, da vpliv segrevanja zaradi prenosa toplote iz tuljave na vzorec ni bil zanemarljiv. Tako smo tudi drugi sistem opustili in uporabili nekatere rešitve pri izgradnji tretjega merilnega sistema.



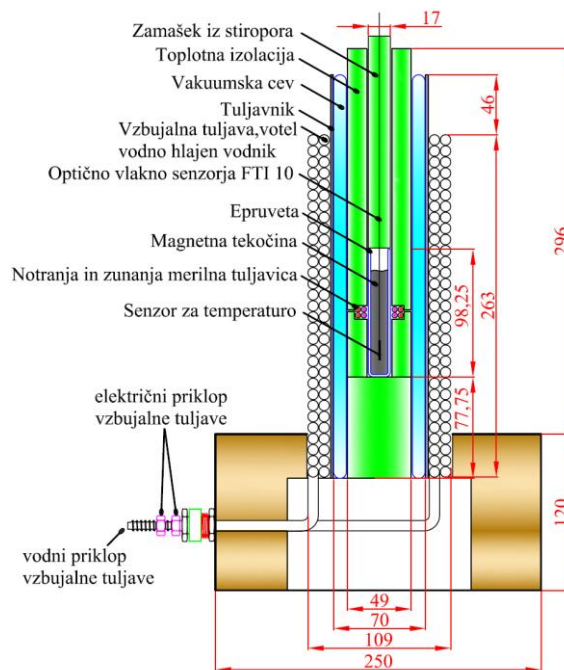
**Slika 4.8:** Fotografija merilnega sistema 1 ter merilnega sistema 2 desno.

Slika 4.9 predstavlja fotografijo tretjega in hkrati zadnjega merilnega sistema, s katerim smo izvedli karakterizacijo izgub magnetnih tekočin, kar je bil cilj doktorske disertacije. Na sliki vidimo tudi dvodimenzionalno shemo merilnega sistema, kjer lahko opazimo naslednje elemente iz zunanosti proti notranosti:

- Vzbujača tuljava je izvedena dvoplastno, ima 70 električno izoliranih ovojev (število 70 smo izbrali zaradi oblike polja, glej poglavje 5.2 na strani 72), narejena pa je iz bakrene cevi. Višina tuljave znaša 263 mm, medtem ko je zunanji premer 109 mm. Debelina cevi z izolacijo je 8 mm, zunanji premer bakrene cevi 6,35 mm, notranji pa 4 mm; iz tega sledi, da je presek sten cevi  $19,1 \text{ mm}^2$ .
- Tuljava je ovita okoli plastičnega tuljavnika – cevi, ki ima aksialno dolžino 309 mm in zunanji premer 70 mm. Namen tuljavnika je mehanska opora vzbujačnemu navitju ter dodatna toplotna izolacija.

- Znotraj tuljavnika je nameščena vakuumska cev enake aksialne dolžine kot tuljavnik ter enakega zunanjšega premera, medtem ko notranji premer znaša 49 mm. Dejanska debelina steklene cevi je tako 10,5 mm, njena funkcija pa je zmanjšanje prenosa toplote iz vzbujalne tuljave na vzorec magnetne tekočine.
- Stiropor v notranjosti vakuumske cevi ima dvojni pomen. Prvi je zagotavljanje mehanske opore epruveti, drugi pa je dodatna toplotna izolacija merjenega vzorca pred zunanjimi temperaturnimi vplivi. Na sliki je predstavljen z zeleno barvo, dejansko pa je sestavljen iz treh sklopov. Spodnji del je valjne oblike, osrednji del je votel valj ter vrhnji del – čep.
- Epruveta je nameščena v centru vzbujalne tuljave, saj je tam polje najbolj homogeno. Podrobneje je analiza polja v merilnem sistemu predstavljena v poglavju 5.2. Funkcija epruvete je držanje magnetne tekočine na določenem mestu, poleg tega pa mora biti enostavno izvlekljiva za zamenjavo vzorca.
- Merilni tuljavici sta naviti ena preko druge in tesno objemata epruveto, v kateri je vzorec. Njun cilj je merjenje inducirane napetosti za računanje parametrov polja, kar je predstavljeno v poglavju 4.2.
- V epruveto lahko nalijemo do 10 ml vzorca merjene tekočine, minimalna vrednost pa je 5 ml.
- V vzorec magnetne tekočine je potopljen senzor temperature, ki ga nastavimo tako, da se ne dotika stene epruvete. V uporabi imamo dva merilnika, ki delujeta na dveh različnih principih merjenja temperature; optično in uporovno merjenje, kar je predstavljeno v nadaljevanju.
- Na shemi merilnega sistema je prikazan še električni priklop za tuljavo ter priključek za hladilno vodo, saj je tuljava vodno hlajena. To zagotovimo z vodo iz vodovodnega omrežja s pretokom med 35 - 45 l/h.
- Ohišje merilnega sistema sestavlja lesen okvir dimenzij 250 x 250 x 120 mm.





Slika 4.9: Fotografija ter shema merilnega sistema 3.

#### 4.4 Merilno mesto

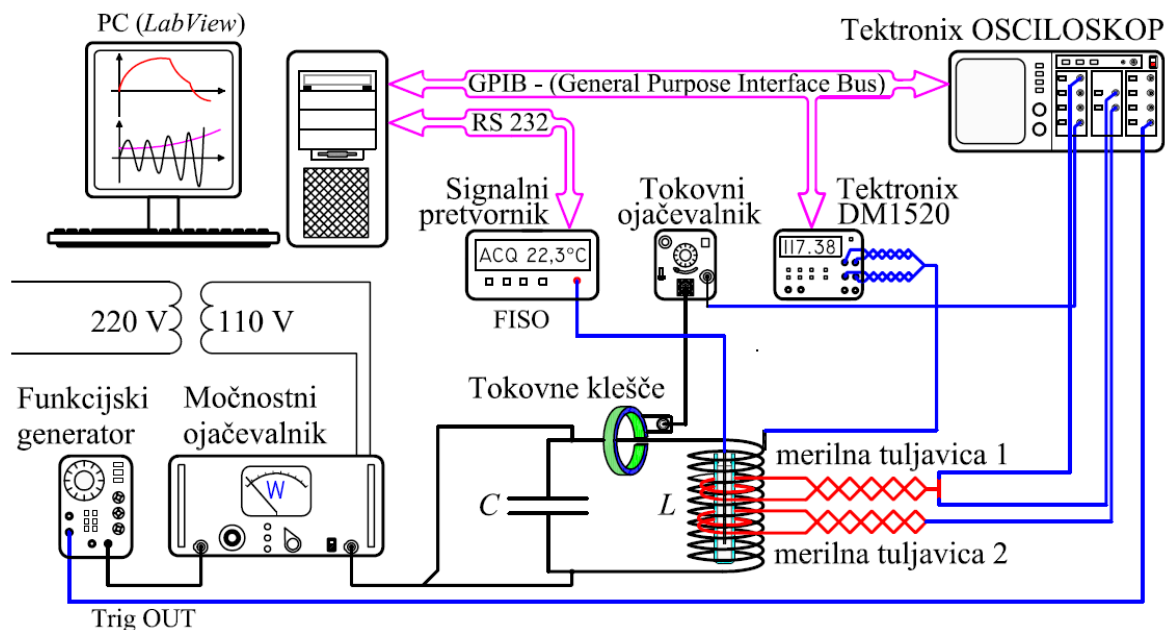
Karakterizacijo izgub magnetnih tekočin smo v grobem povzeli po literaturi [24]-[32], in na tej osnovi sestavili seznam zahtev merilnega mesta, ki so predstavljene v naslednjih točkah:

1. Merilno mesto naj zagotavlja napajanje merilnega sistema, pri čemer mora zagotoviti možnost spreminjanja amplitude magnetne poljske jakosti (sprememba toka) v območju med 0,5 in 4 kA/m.
2. Merilno mesto mora imeti možnost spreminjanja frekvence magnetnega polja v območju med 50 in 500 kHz.
3. Merilno mesto mora biti krmiljeno s pomočjo osebnega računalnika. Izdelana naj bo programska rešitev, ki poleg krmiljenja omogoča tudi zajemanje in analizo merilnih rezultatov.
4. Merilni program na osebnem računalniku naj omogoča avtomatizirano ali pa ročno izvajanje meritev.
5. Merilno mesto mora imeti izvedeno merjenje toka, osnovnih veličin magnetnega polja in temperature.

Na osnovi zahtev smo zgradili merilno mesto, katerega vezalno shemo vidimo na sliki 4.10. Na shemi so s črtami črne barve označene povezave močnostnega tokokroga, s črtami modre barve so označene povezave za prenos merilnih signalov in s črtami roza barve so označene

povezave za komunikacijo med instrumenti in računalnikom. V nadaljevanju je podrobneje predstavljena realizacija zahtev, opisanih pod točkami od 1 do 5.

Možnost, da merilni sistem napajamo z različnimi tokovi smo rešili tako, da smo merilni sistem napajali preko močnostnega ojačevalnika *Amplifier Research*, ki je na omrežje priključen preko enofaznega transformatorja, razvidno s slike 4.10. Ojačevalnik ima možnost spremenljive izhodne napetosti in s tem direktno izpolnimo pogoj po spreminjanju amplitude magnetnega polja, kot je zapisano pod prvo točko.



**Slika 4.10:** Vežalna shema merilnega sistema.

Zahtevo po spreminjanju frekvence napajalnega toka (tudi magnetnega polja) smo realizirali na način, da smo močnostni ojačevalnik *Amplifier Research* prožili s signalom iz funkcijskega generatorja *Tektronix FG 501A*, s katerim lahko generiramo signale poljubne oblike (sinus, pravokotni in žaga) različnih amplitud in frekvenc v frekvenčnem območju med 2 mHz do 2 MHz. Z uporabo tega funkcijskega generatorja smo izpolnili drugi pogoj po spremenljivi frekvenci magnetnega polja.

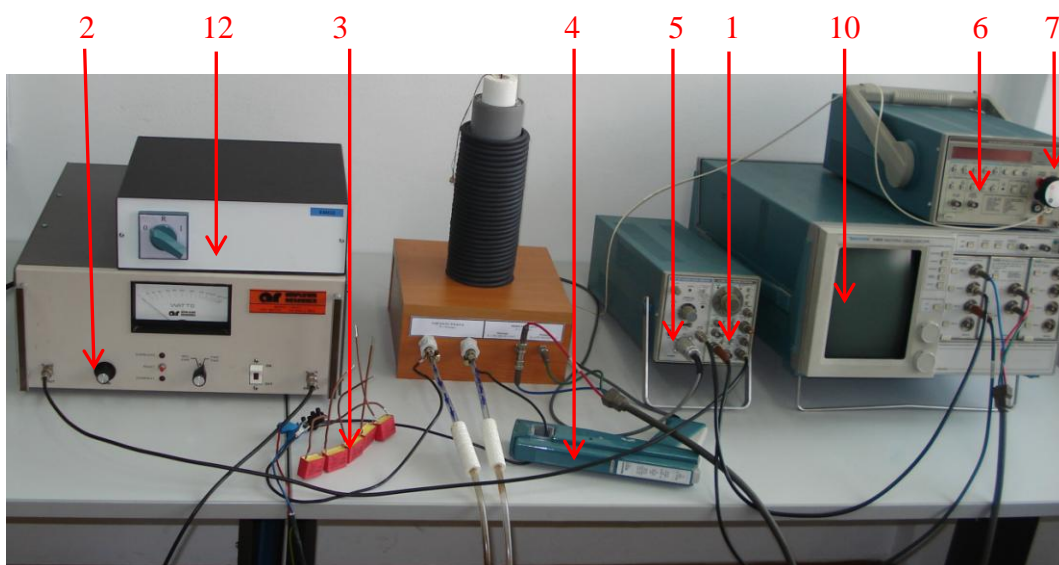
Zahtevo po krmiljenju merilnega mesta z osebnim računalnikom smo rešili tako, da smo povezali digitalni osciloskop *Tektronix 11401* preko dvosmerne GPIB vmesniške kartice. Ta nam omogoča prenos podatkov z računalnika na osciloskop, pri tem mislimo predvsem na nastavitve merilnih kanalov, hkrati pa tudi prenaša podatke o merjenih signalih na računalnik. Programska oprema, ki služi kot vmesnik je okolje LabView 8.2.1, v katerem smo sestavili merilni program. Več o njem je napisano v poglavju 4.5, na tem mestu pa zgolj omenimo, da smo s tem popolnoma zadostili tretji zahtevi glede krmiljenja merilnega mesta in zajemanja podatkov. Po tem ko so rezultati v digitalni obliki v znanem formatu, jih je enostavno

analizirati v kateremkoli za to primernem okolju. Lahko bi uporabili kar LabView, toda odločili smo se za okolje Matlab. Tudi to je podrobneje opisano v poglavju 6.

Izvedbi avtomatiziranega ali ročnega izvajanja meritev smo zadostili pri načrtovanju merilnega programa v okolju LabView. S slike 4.10, ki prikazuje tudi povezave za prenos signalov, je razvidno, da s tokovnimi kleščami merimo tok, ki napaja merilni sistem. Z merilnima tuljavicama v središču merilnega sistema merimo vrednosti veličin magnetnega polja, kot je to opisano v 4.2. Poleg tega pa izvajamo še meritev temperature vzorca magnetne tekočine po dveh različnih principih merjenja; z uporovnim senzorjem temperature ali pa z optičnim senzorjem temperature. Celoten popis uporabljenih merilnih instrumentov in opreme je zbran v tabeli 4.1, na sliki 4.11 pa je predstavljena fotografija merilnega mesta.

Tabela 4.1: Popis merilne opreme in elementov.

Št.	Ime	Oznaka
1	Funkcijski generator	TEKTRONIX FG 501A 2MHz FUNCTION GENERATOR
2	Močnostni ojačevalnik	AMPLIFIER RESEARCH MODEL 700 A1, 700 W, 10Khz~1MHz
3	Kondenzatorji	WIMA FKP1 0.01~0.022 $\mu$ F
4	Tokovne klešče	TEKTRONIX A6603 CURRENT PROBE B020562
5	Tokovni ojačevalnik	TEKTRONIX AM 503 CURRENT PROBE AMPLIFIER
6	Digitalni multimeter	TEKTRONIX DM 5120 PROGRAMABLE DIGITAL MULTIMETER
7	Termistor	Upor PT 100 na principu merjenja upornosti
8	Signalni optični pretvornik	FISO - FTI10 FIBER OPTIC CONDITIONER
9	Optični temperaturni senzor	Merilna sonda FTI10, optični senzor za temperaturo
10	Digitalni osciloskop	TEKTRONIX 11401 DIGITIZING OSCILSCOPE B010761
11	GPIB merilna kartica	NATIONAL INSTRUMENTS GPIB-USB-B
12	Transformator	Enofazni transformator 220/110 V, 1500VA



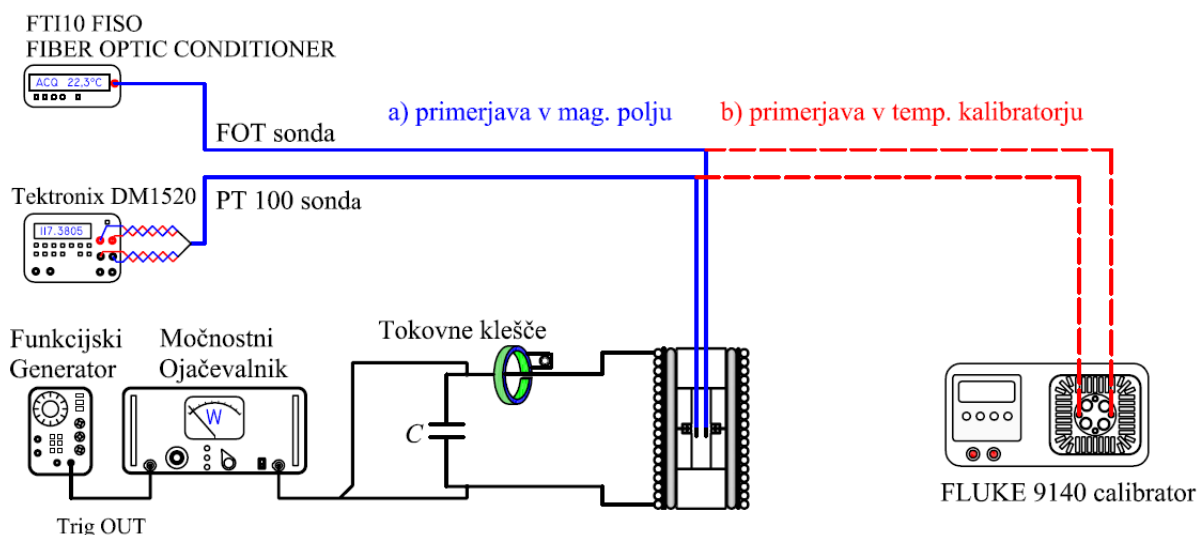
Slika 4.11: Fotografija merilnega mesta za karakterizacijo magnetnih tekočin.

Na tem mestu povejmo, da smo imeli za merjenje temperature na voljo dva temperaturna senzorja, ki merita temperaturo na osnovi različnih principov in sicer:

- optično temperaturni senzor (FOT) in
- uporovni temperaturni senzor (PT100).

Temperaturni senzor FOT je povezan na instrument FTI10 FISO, ki optični signal pretvori v digitalnega, senzor PT100 pa je povezan na instrument Tektronix DM1520, ki preko merjene upornosti določi temperaturo senzorja.

Namen uporabe dveh temperaturnih sond izhaja iz občasne potrebe po merjenju temperature na dveh mestih hkrati ter tudi iz dvoma o točnosti meritve uporovne sonde v visokofrekvenčnem magnetnem polju. Za primerjavo obeh sond smo izvedli dva preizkusa in sicer preizkus v temperaturnem kalibratorju »FLUKE 9140 calibrator« (Slika 4.12 desno primer b) ) ter preizkus merjenja temperature v magnetnem polju (Slika 4.12 levo primer a) ).



**Slika 4.12:** Vezalna shema za preizkus točnosti merjenja temperaturnih senzorjev v magnetnem polju ter v temperaturnem kalibratorju.

Če povzamemo rezultat analize primerjave senzorjev, lahko potrdimo naslednje sklepe:

- Stacionarna točnost v temperaturni normali je za senzor PT100  $\pm 0.3 \text{ }^\circ\text{C}$ , odstopanje senzorja FOT je konstantno, in sicer  $-1,3 \text{ }^\circ\text{C}$ .
- Odzivnost na spremembo temperature je skoraj enaka med obema.
- Preizkusi segrevanja v magnetnem polju ne kažejo vpliva polja na merilne rezultate, temperaturna odstopanja med senzorjema podobna kot v primeru temperaturnega kalibratorja.

Glede na te ugotovitve je očitno, da ni posebej pomembno, katerega izmed senzorjev uporabimo za merjenje temperature vzorca, pomembno je le, da celotno karakteristiko

$SAR = f(H)$  merimo z istim senzorjem. Drugi temperaturni senzor je bil običajno uporabljen za spremljanje temperature izstopne vode iz vzbujalne tuljave.

## 4.5 Izvedba meritev

Ne glede na izbiro merilne metode za karakterizacijo magnetnih tekočin (kalorimetrična metoda ali metoda magnetnega merjenja) je treba pred dejanskim izvajanjem meritve pripraviti sistem. Treba je izbrati frekvenco in amplitudo magnetnega polja, saj sta za raziskavo obnašanja materiala ta dva parametra precej pomembna, saj lahko izgube določamo v širokem amplitudnem in frekvenčnem spektru. Vendar pa je ciljna aplikacija segrevanja magnetnih tekočin v izmeničnem magnetnem polju vendarle namenjena hipertermiji (poglavje 2.4.3 na strani 29), kjer sta ta dva parametra omejena. Torej, v medicini je cilj uporabe takšne tekočine, ki ima največje specifične izgube, kar pomeni več pozitivnih lastnosti za izvajanje zdravljenja. Večje izgube bi pomenile manjšo potrebno količino tekočine v tkivu, saj bi s tem dosegli enak učinek segrevanja. Vendar pa, kot kažejo enačbe za izgube, enostavno povečanje amplitude  $H$  in frekvence  $f$  fizikalno drži, pa kljub vsemu ni povsem poljubno. Znatno povišanje teh parametrov polja lahko v telesu povzroči dodatno segrevanje zaradi pojava vrtinčnih tokov, kar pa bi pomenilo neselektivno segrevanje tumorja in s tem bi bilo ogroženo celotno zdravljenje. Glede na zakon indukcije je moč gretja proporcionalna kvadratu produkta  $H \cdot f \cdot D$ , kjer je  $D$  premer zanke induciranege toka. Produkt  $H \cdot f$  so določili eksperimentalno, kar je povzeto v delu [27]. Izsledki kažejo, da je v primeru 30 cm zanke *testna oseba imela občutek toplote, ampak je brez večjih težav lahko prenesla zdravljenje več kot eno uro*, če je bil produkt  $H \cdot f$  pod mejo  $4,85 \cdot 10^8$  A/ms. Torej za primer zanke z istim premerom bi lahko bila amplituda polja maksimalno 4,85 kA/m pri frekvenci 100 kHz.

Ko se odločimo za frekvenco in amplitudo magnetnega polja, je potrebno za merjenje pripraviti merilni sistem. S slike 4.10 je razvidno, da močnostni napajalnik napaja paralelni LC nihajni krog. Z uporabo paralelnega nihajnega kroga zagotovimo, da 700 W napajalnik pokriva smo izgube nihajnega kroga, medtem ko se jalova energija pretaka med kondenzatorjem in tuljavo. Glede na konfiguracijo tuljave in izbrano frekvenco lahko izračunamo potrebno kapacitivnost za ustvarjanje resonančnih razmer. Na osnovi poznane induktivnosti ( $L = 0,1297$  mH) in željene frekvence (na primer  $f = 100$  kHz) smo lahko izračunali ustrezno kapacitivnost  $C$ .

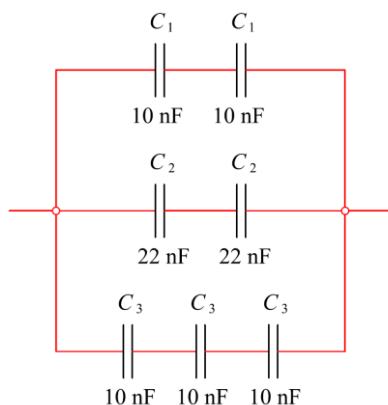
Za LC nihajni krog velja, da je resonančna frekvenca določena z izrazom:

$$LC = \frac{1}{\omega^2}. \quad (4.16)$$

Za izbrano frekvenco in poznano induktivnost tuljave lahko izračunamo vrednosti kapacitivnosti kondenzatorjev  $C$ , ki jih potrebujemo za ustvarjanje resonance iz enačbe (4.16)

$$C = \frac{1}{L\omega^2} = \frac{1}{0,1297 \cdot 10^{-3} (2\pi \cdot 100\,000)^2} = 19,55 \text{ nF}. \quad (4.17)$$

To kapacitivnost smo zagotovili z vezavo kondenzatorjev, kot je prikazano na spodnji sliki (Slika 4.13), obstajajo pa tudi drugačne vezave za zagotavljanje iste kapacitivnosti.



**Slika 4.13:** Vezava kondenzatorjev za ustvarjanje resonance pri 100 kHz.

Nadomestno kapacitivnost vezave kondenzatorjev lahko izračunamo z naslednjim izrazom:

$$C_n = C_{n1} + C_{n2} + C_{n3} = \frac{C_1 C_1}{C_1 + C_1} + \frac{C_2 C_2}{C_2 + C_2} + \frac{C_3 C_3 C_3}{C_3 C_3 + C_3 C_3 + C_3 C_3} = 19,33 \text{ nF}. \quad (4.18)$$

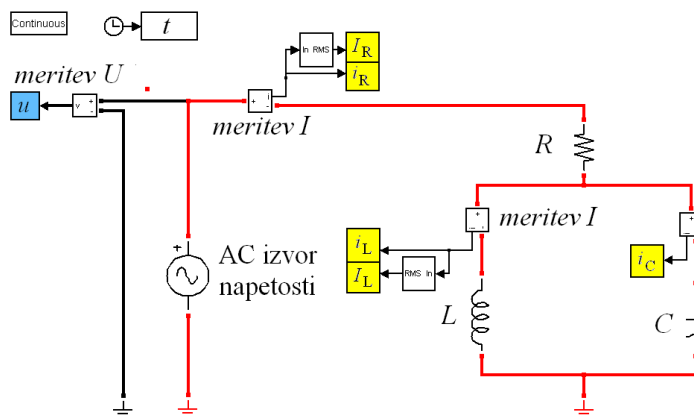
Od tod sledi, da se je spremenila resonančna frekvenca na:

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} = \frac{1}{2\pi\sqrt{0,12974 \cdot 10^{-3} \cdot 19,33 \cdot 10^{-9}}} = 100,5 \text{ kHz}. \quad (4.19)$$

Za boljše razumevanje nihajnega kroga smo v simulacijskem programu *Matlab-Simulink* izdelali simulacijsko shemo nihajnega kroga (Slika 4.14) in uporabili podatke simulacije, ki so zbrani v tabeli 4.2.

Tabela 4.2: Parametri simulacije nihajnega kroga.

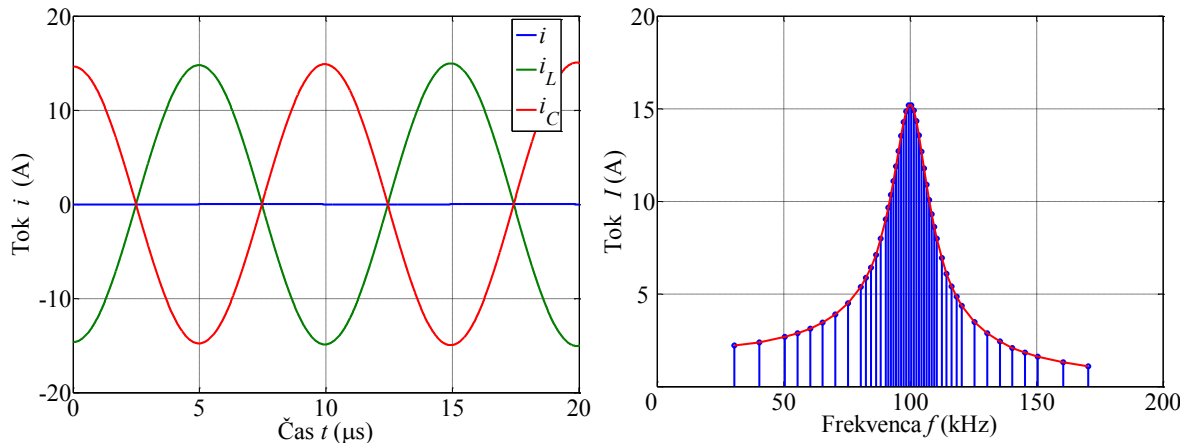
Napetostni izvor	$U = 1200 \text{ V}$ (sinusno napajanje)
Frekvenca	$f = 100,5 \text{ kHz}$
Upornost	$R = 600 \Omega$
Induktivnost	$L = 0,1297 \text{ mH}$
Kapacitivnost	$C = 19,33 \text{ nF}$
Korak simulacije	$\Delta t = 1e^{-8} \text{ s}$



Slika 4.14: Simulacijska shema LC nihajnega kroga.

Simulacija nihajnega kroga nam razkrije, kakšne vrednosti tokov tečejo iz izvora preko ohmskega upora do nihajnega kroga. Glede na merjene vrednosti smo ugotovili, da je maksimalni tok v nihajnem krogu, ki ga merijo tokovne kleščice, tik preden deluje preobremenitvena zaščita močnega ojačevalnika 19 A. Pri tem je tok iz ojačevalnika le 0,1 A, kar pomeni, da ojačevalnik pokriva le nastale izgube v nihajnem krogu. V nihajnem krogu pa se energija pretaka med kondenzatorjem in tuljavo, saj sta tokova skozi njiju v protifazi in enakih amplitud, kar lahko vidimo na sliki 4.15, levi graf.

Desna slika 4.15 prikazuje rezultat simulacije, če pri istih pogojih v vezju spreminjamo frekvenco napajanja. Iz dobljenega grafa je razvidno, da je področje maksimalnega toka zelo ozko in je za doseganje optimalne resonance treba natančno določiti vrednosti kapacitivnosti za zeleno frekvenco. Torej, če bi merilni sistem napajali neposredno, bi bili maksimalni tokovi v tuljavi merilnega sistema 0,1 A, to pa bi pomenilo maksimalno amplitudo magnetne poljske jakosti  $H_{\text{maks}} \approx 30 \text{ A/m}$ . S tem smo pokazali, da uporaba resonančnega kroga tudi do stopetdesetkrat poveča polje v merilnem sistemu ob ustrezni izbiri kapacitivnosti. Dejansko smo izvajali meritve pri celoštevilčnih faktorjih frekvence 10 kHz v območju med 50 in 250 kHz.



**Slika 4.15:** Rezultat simulacije, prikaz tokov v vezju na levem grafu; desno frekvenčna odvisnost toka v nihajnem krogu.

Ko torej nastavimo želeno frekvenco in prilagodimo kapacitivnosti kondenzatorjev, je izvajanje meritve izvedeno avtomatsko, postopek pa je opisan v nadaljevanju.

Krmiljenje merilnega sistema torej izvajamo z osebnim računalnikom s pomočjo programske opreme LabView [81], ki komunicira z izbranimi merilniki preko dveh različnih vodil. Prvo je vodilo GPIB (*General Purpose Interface Bus*) oziroma merilna kartica (*National Instruments NI-GPIB-USB-HS*). Preko nje je osciloskop povezan tako, da lahko merimo vse merilne signale, ki jih imamo na osciloskopu. Preko istega vodila je povezan tudi multimeter, ki meri upornost termistorja PT100. Kot druga komunikacija pa je uporabljeno standardno vodilo RS-232, preko katerega je povezan signalni pretvornik FISO, ki meri temperaturo FTI-10 z optičnim senzorjem.

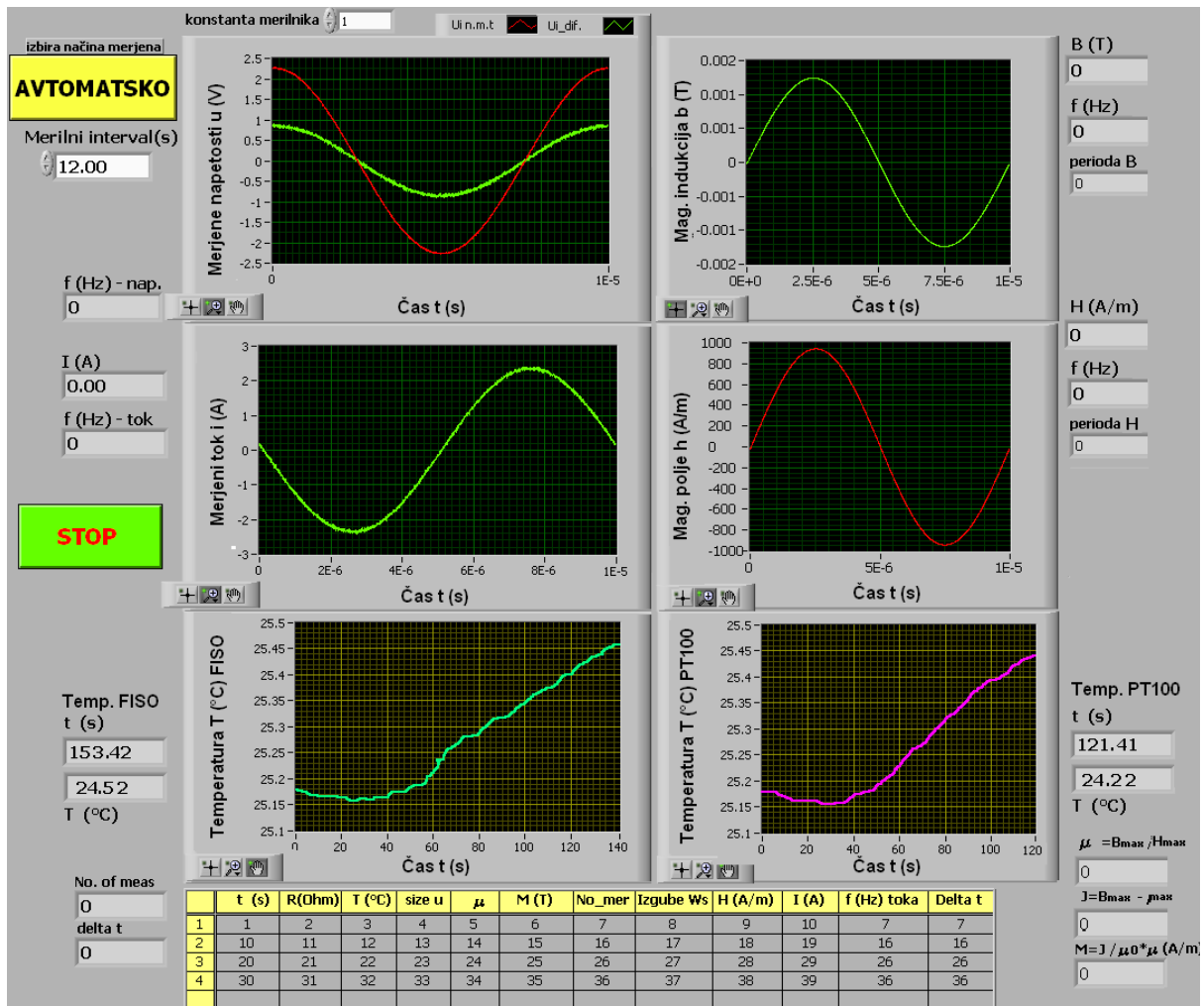
Slika 4.16 prikazuje okno programa, ki smo ga sestavili za krmiljenje meritve in zajemanje merilnih signalov, pri čemer pa notranje povezave niso predstavljene.

V programskem oknu levo zgoraj opazimo možnost izbire načina merjenja. Pri izbiri »ročno« pomeni, da v poljubnem časovnem trenutku izberemo meritev s pritiskom na tipko. Ta način merjenja izvajamo predvsem takrat, kadar želimo izvesti samo nekaj merilnih točk in pri tem potrebujemo točno nastavitve toka, temperature, itd ... Druga možnost pa je »avtomatski« način, ki omogoča avtomatsko merjenje, ki se izvede po preteku časovnega intervala, ki ga nastavimo; trenutno je 12 s, najmanjši je 9 s. Ta način uporabljamo predvsem pri dolgotrajnih meritvah segrevanja, kjer dobimo merjene vrednosti v odvisnosti od časa z določenim časovnim korakom.

Levo zgoraj sta prikazani obe inducirani napetosti merilnih tuljavic, medtem ko graf pod njim prikazuje tok v nihajnem krogu. Na desnih dveh grafih sta časovna poteka magnetne poljske jakosti  $h(t)$  in gostote magnetnega pretoka  $b(t)$ . Spodnja dva grafa predstavljata



merjeni temperaturi senzorjev PT100 in FTI-10, pri čemer enega uporabimo za merjenje temperature vzorca, drugega pa za kontrolo temperature izstopne hladilne vode; krivulji na sliki sta simbolični.



Slika 4.16: Vmesnik programa LabView za izvajanje meritev.

V programskem oknu so še nekatere izračunane vrednosti, ki služijo zgolj za kontrolo nekaterih parametrov. Pomembnejše merilne vrednosti za vsako meritev zapisujemo v tabelo, ki je prikazana na dnu programskega okna. Program je zasnovan tako, da za vsako merjeno točko ustvari dve datoteki podatkov. Prva datoteka vsebuje časovne poteke vseh merjenih signalov, ki so prikazani na sliki 4.16 v grafih. Druga datoteka pa je dejansko identična tabeli iz slike 4.16. Analiza rezultatov poteka v programu Matlab, del tega pa je predstavljen v zadnjem poglavju.



## 5. RAČUNSKÉ SIMULACIJE TEKOČINE IN SISTEMA

V tem poglavju predstavljamo računski del doktorske disertacije, ki je sestavljen iz treh sklopov. Prvi predstavlja analitični pristop k analizi magnetne tekočine. Predstavlja analizo Langevinove enačbe, ki v celoti opisuje strukturne lastnosti magnetne tekočine, ki so bistvenega pomena za velikost izgub<sup>1</sup> v magnetnem polju.

Drugi sklop je analiza magnetnih razmer merilnega sistema, opisanega v poglavju 4.3. Na tem mestu smo uporabili znan pristop k numeričnemu reševanju problemov magnetnega polja, in sicer metodo končnih elementov (MKE). Ta pristop smo uporabili že v fazi načrtovanja merilnega sistema predvsem za ugotavljanje oblike polja v notranjosti sistema.

V tretjem sklopu pa smo poskušali določiti segrevanja magnetne tekočine v magnetnem polju z znano frekvenco in amplitudo. Tudi v tem primeru smo uporabili pristop z MKE tako, da smo poskušali določiti segrevanje znanega vzorca v merilnem sistemu.

### 5.1 Analiza magnetnih tekočin na osnovi Langevinove formule

V poglavju 3.1 smo povzeli izpeljavo Langevinove enačbe, kjer je z enačbo (3.3) na strani 34 zapisan rezultat analize. V tem poglavju pa je predstavljena analiza nekaterih lastnosti magnetnih tekočin v smislu, kako njihovo spreminjanje vpliva na izgube magnetnih tekočin. Za to smo izračunali magnetizacijske krivulje pri spremembi nekaterih parametrov, kot je zapisano v tabeli 5.1.

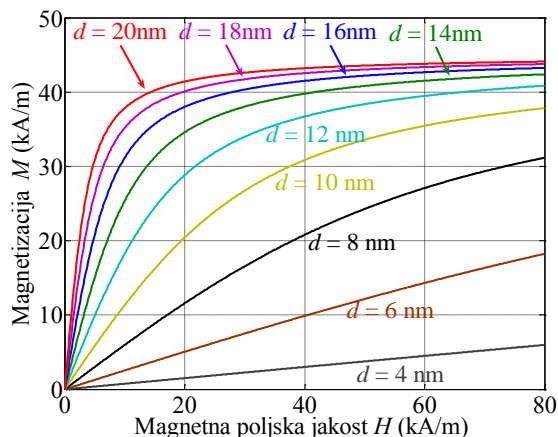
Tabela 5.1: Parametri simulacij Langevinove enačbe.

Parametri	Oznaka	Enota	Primer A	Primer B	Primer C
Magnetna poljska jakost	$H$	(kA/m)	od 0 do 80	od 0 do 80	od 0 do 80
Premer delca	$d$	(nm)	od 4 do 20	15	15
Koncentracija mag. delcev	$\varphi$	(%)	10	od 4 do 20	10
Temperatura	$T$	(°C)	273	273	od 273 do 573
Magnetizacija trdnega materiala	$M_d$	(kA/m)	450	450	450

Prvi vpliv, ki smo ga raziskovali, je **vpliv velikosti delca** na magnetizacijo magnetne tekočine. Splošno velja, da večja kot je magnetizacija, večje so izgube. To trditev smo dokazali v poglavju 3.3, v tem delu pa smo s pomočjo Langevinove enačbe pokazali vpliv velikosti magnetnih delcev na magnetizacijsko krivuljo. Parametri simulacije Langevinove enačbe so zbrani v tabeli 5.1 za primer A. Slika 5.1 prikazuje rezultat simulacije za različne

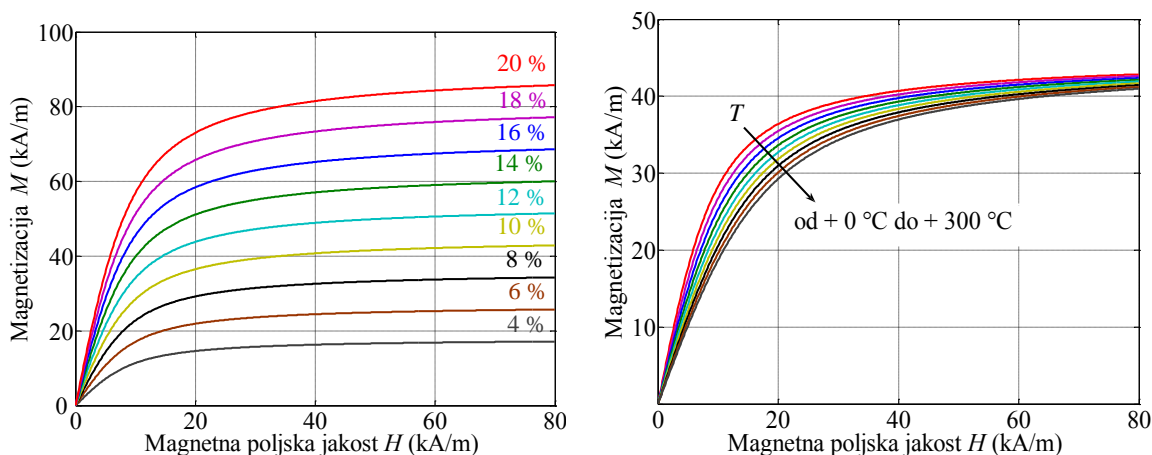
<sup>1</sup> Izraz izgube se v celoti nanaša na magnetne izgube v izmeničnem magnetnem polju.

premere monodispergiranih magnetnih delcev, kjer vidimo, da večji ko je premer delca, pri manjši vrednosti poljske jakosti doseže material nasičenje. Torej bi lahko sklepali, da si za večje izgube želimo večje magnetne delce, kar pa je povezano s stabilnostjo tekočine, kar smo obravnavali v poglavju 2.3.



**Slika 5.1:** Simulacija Langevinove funkcije, prikaz vpliva velikosti delca na magnetizacijske krivulje – primer A.

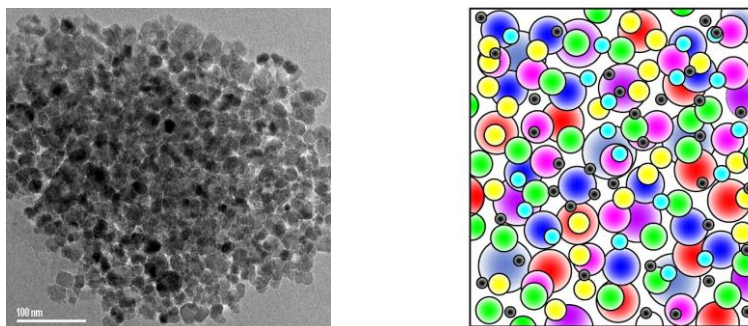
Drugi vpliv, ki smo ga raziskovali je **vpliv koncentracije magnetnih delcev** na magnetizacijo magnetne tekočine. Ta vpliv smo raziskali podobno kot v primeru A s to razliko, da smo tokrat namesto premera spreminjali koncentracijo, kot je zabeleženo v tabeli 5.1 primer B. Slika 5.2 levo prikazuje rezultat te simulacije, kjer je razvidno, da večja ko je koncentracija, višja je magnetizacija pri isti vrednosti magnetne poljske jakosti.



**Slika 5.2:** Simulacija Langevinove funkcije; vpliv koncentracije na magnetizacijske krivulje – primer B ter vpliv temperature na magnetizacijske krivulje – primer C.

Podobno kot prejšnja dva vpliva lahko preverimo, kaj se dogaja za magnetizacijsko krivuljo v primeru **spremenbe temperature**. Tudi v tem primeru smo izvedli simulacijo (parametri v tabeli 5.1 primer C) in s slike zgoraj (Slika 5.2 desno) je razvidno, da vrednosti magnetizacije z višanjem temperature padajo.

Opisane tri primere smo opazovali za monodispergirane delce v magnetni tekočini, kar pa je praktično nemogoče izvesti zaradi postopkov pridobivanja nanodelcev, opisanih v 2.2.1 in 2.2.2. V uvodu smo zapisali, da so delci velikostno različni, kar je bilo predstavljeno tudi na sliki 2.5. Da tekočine res niso sestavljene iz delcev različnega premera, dokazuje slika analize z elektronskim mikroskopom (*TEM-transmission electron microscopy* Slika 5.3 levo ).



**Slika 5.3:** Dejanski posnetek TEM analize elektronskega mikroskopa [87] magnetne tekočine ter shematski prikaz.

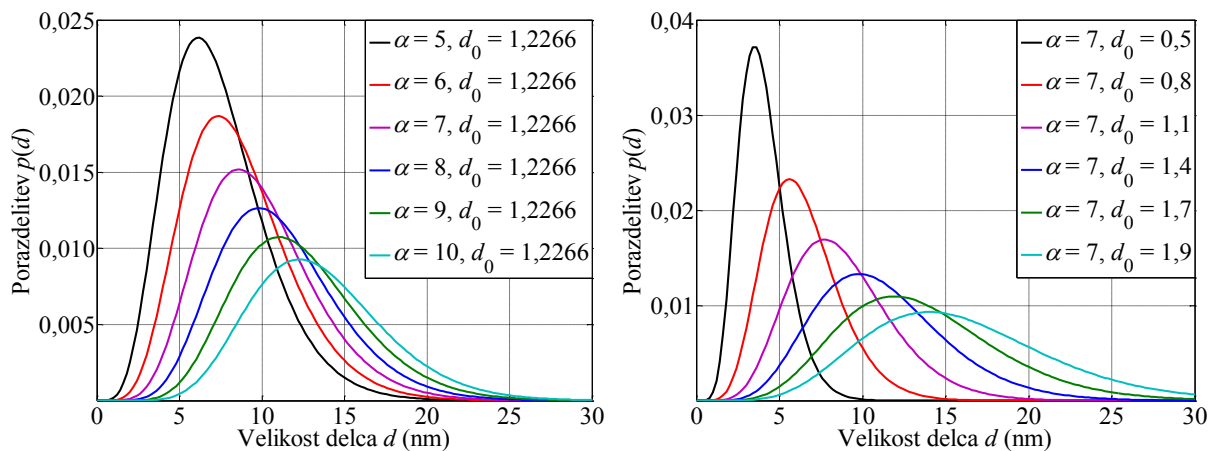
Desna slika prikazuje shematski prikaz analize TEM, kjer so različno veliki delci različno pobarvani za boljšo predstavbo. Torej pri takšnem rezultatu analize TEM nas zanima, kakšna je velikostna porazdelitev delcev v magnetni tekočini. Rezultat tega je »ročno« določena funkcija, kjer preštejejo vse delce v posnetem vzorcu ter določijo, koliko število delcev ima premer 2 nm, 3 nm, 4 nm, ... in tako dalje do največjega delca.

Eksperimentalne študije so pokazale, da je primerna funkcija za opis razpršenosti velikosti delcev znotraj volumna magnetne tekočine lahko opisana s porazdelitveno funkcijo  $\Gamma$  oziroma Gaussovo normalno porazdelitvijo [18]-[23] (tudi gama porazdelitev)

$$p(d) = \frac{d^\alpha e^{-\left(\frac{d}{d_0}\right)}}{d_0^{\alpha+1} \Gamma(\alpha+1)}. \quad (5.1)$$

Pojem eksperimentalno se nanaša na to, na kakšen način določimo velikostno porazdelitev delcev v magnetni tekočini. V verjetnostni teoriji in statistiki je gama porazdelitev dvoparametrična družina zveznih verjetnostnih porazdelitev. Ima takoimenovani velikostni parameter  $d_0$  in oblikovni parameter  $\alpha$ . Če je  $d_0$  številčni parameter, potem porazdelitev predstavlja vsoto  $d_0$  eksponentno porazdeljenih naključnih spremenljivk, med katerimi ima vsaka srednjo vrednost pri  $\alpha$  (kar je ekvivalentno razmerju  $\alpha^{-1}$ ). Primer simulacije

porazdelitvene funkcije (5.1) pokaže, kako vpliva sprememba parametrov  $d_0$  in  $\alpha$  na obliko funkcije.



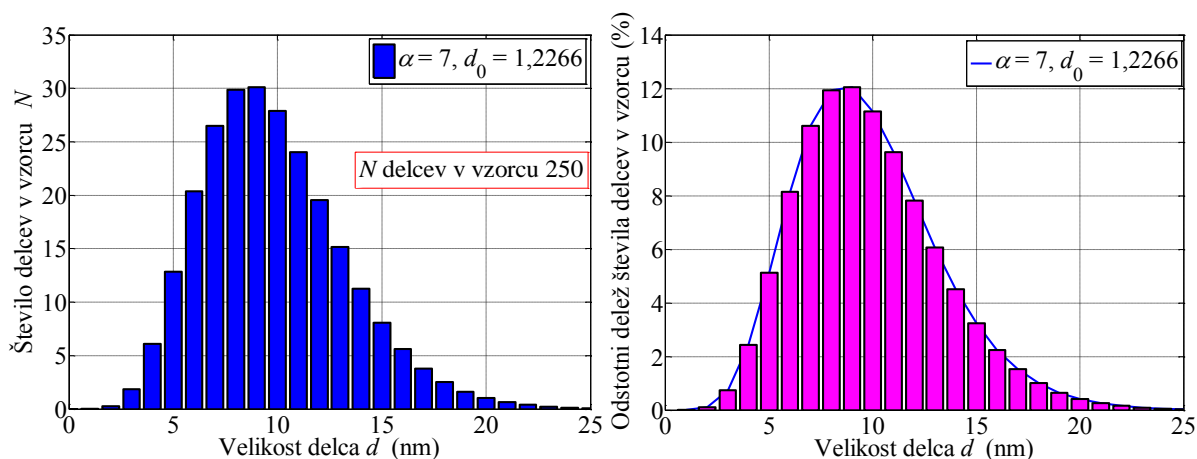
**Slika 5.4:** Simulacija gama porazdelitvene funkcije, sprememba parametra  $\alpha$  levo ter sprememba parametra  $d_0$  desno.

Slika 5.4 Tako prikazuje izračun enačbe (5.1), kjer pri fiksni vrednosti  $d_0$  spreminjamo parameter  $\alpha$ ; razvidno je, da večji ko je  $\alpha$ , bolj ozka je porazdelitev delcev. Desna slika pa prikazuje ravno obratno, in sicer spremembo  $d_0$  pri konstantnem  $\alpha$ .

Običajna pot pri definiranju velikostne porazdelitve pa poteka obratno, in sicer preko preštevanja delcev v vzorcu in izrisa velikostnega histograma, kot je prikazan na sliki 5.5. Ta graf nam omogoča, da matematično določimo parametra gama porazdelitve  $d_0$  in  $\alpha$  tako, da porazdelitveno funkcijo zapišemo v obliki (5.1). Iz dobljene funkcije lahko preračunamo odstotni delež porazdelitve, oziroma kolikšen odstotek števila vseh delcev volumna zavzame posamezna velikostna skupina delcev (Slika 5.5 desno) po enačbi

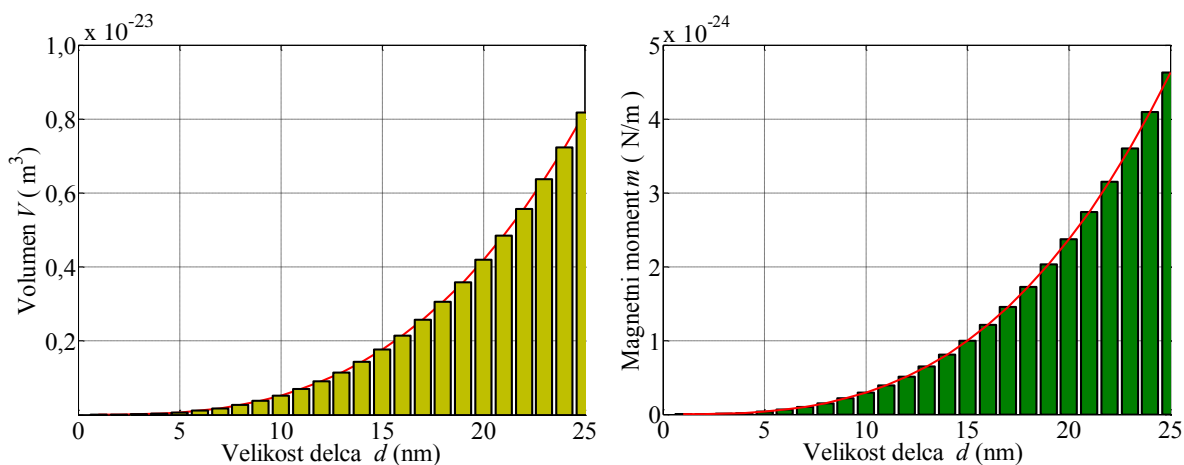
$$p(d)' = \frac{p(d)}{\int_{d_0}^{d_{\max}} p(d) dd} \Delta d \cdot 100\% . \quad (5.2)$$

Rezultat preračuna je graf na sliki 5.5, kjer lahko odčitamo, da na primer številčni delež delcev z velikostjo  $d = 5$  nm znaša 5,1%, delež delcev z velikostjo  $d = 10$  nm pa 12,2 % in tako dalje.



**Slika 5.5:** Primer štetja delcev analize TEM ter simulacija gama porazdelitvene funkcije pri spremembi parametra  $d_0$ .

Preden določimo, kolikšen del skupnega volumna zavzame posamezna velikostna skupina delcev, pa si pogledjmo še volumen ter magnetni moment delcev. Če predpostavimo sferično obliko delcev, je njihov volumen  $V = \pi d^3 / 6$  in se z večanjem premera povečuje, kot je prikazano na spodnji sliki 5.6. Enako pa velja za magnetni moment delcev, ki je definiran kot  $m_{\text{delca}} = \mu_0 M_s (\pi d^3 / 6)$  in je predstavljen na desni sliki.

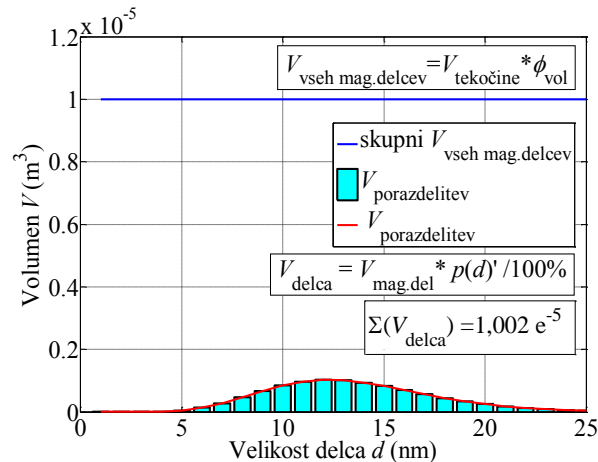


**Slika 5.6:** Volumen magnetnih delcev ter pripadajoči magnetni moment.

Sedaj je potrebno s pomočjo slike 5.5 določiti, kolikšen del skupnega volumna zavzame posamezna velikostna skupina delcev. Iz masne koncentracije mase  $\varphi_{\text{mas}}$  (razmerje med maso nosilne tekočine in magnetnih delcev) lahko preračunamo volumensko koncentracijo  $\varphi_{\text{vol}}$  (razmerje med volumnom nosilne tekočine in magnetnih delcev) in za primer:

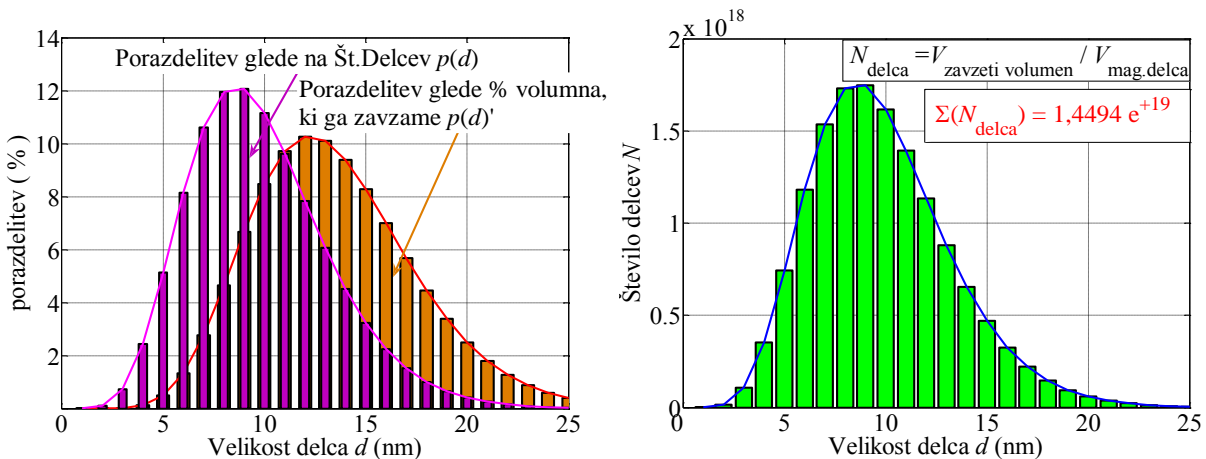
$$\begin{aligned}
 V_{\text{tekočine}} & 10 \text{ ml ali } 10 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3 \\
 \varphi_{\text{vol}} & 10 \% \\
 V_{\text{mag. delcev}} & 1 \text{ ml ali } 1 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3 \\
 V_{\text{delca}} & = p(d)' \cdot V_{\text{mag. delca}} \cdot 100\% .
 \end{aligned} \tag{5.3}$$

Ko izračunamo (5.3), dobimo dejanski volumen, ki ga zavzemajo delci posamezne velikostne skupine in je prikazan na sliki 5.7, kjer je graf namenoma risan v takšnem merilu, da je na isti ordinatni osi narisani še skupni volumen magnetnih delcev, kjer nam njihova vsota da skupni volumen magnetnih delcev. Na ta način dobimo volumsko porazdelitev delcev znotraj tekočine iz podatka koncentracije analize TEM. Ti dve meritvi poleg osnovne meritve magnetizacijske krivulje predstavljata osnovne lastnosti materiala in sta opisani v poglavju 6.1.



**Slika 5.7:** Dejanski volumen, ki ga zavzame posamezna velikostna skupina delcev.

Sedaj lahko v istem grafu narišemo še obe porazdelitveni funkciji in sicer glede na število delcev  $p(d)$  ter glede na odstotek volumna, ki ga zavzamejo delci  $p(d)'$  (Slika 5.8 desno).

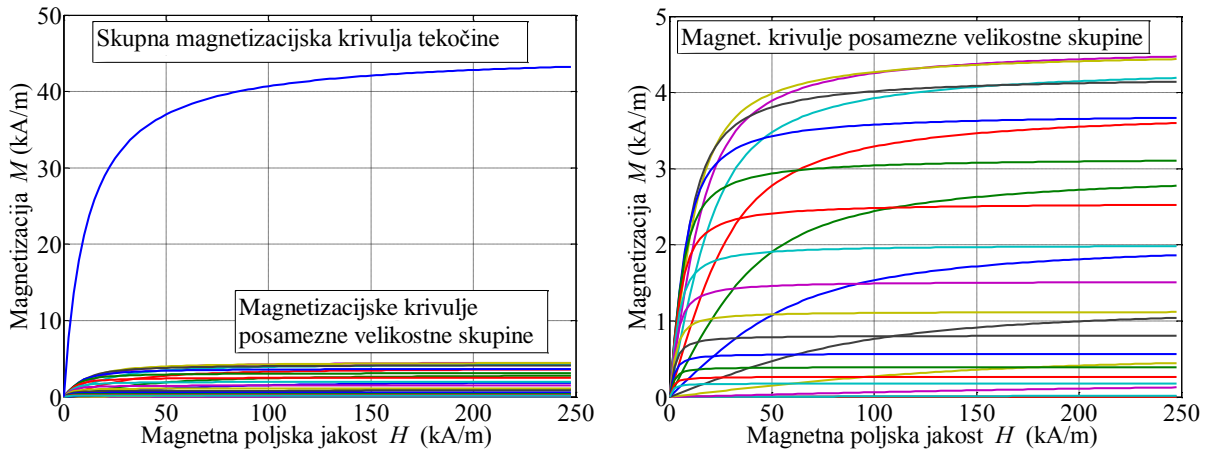


**Slika 5.8:** Porazdelitev  $p(d)$  glede na število delcev in porazdelitev  $p(d)'$  glede na volumen, ki ga delci zavzamejo, desno graf števila delcev posamezne velikostne skupine v 10 ml vzorca s koncentracijo  $\phi_{vol} = 10\%$ .

Rezultat tega je skupni volumen magnetnih delcev in v primeru poznane magnetizacije nasičenja materiala lahko določimo posamezne krivulje magnetizacije za posamezne velikostne skupine. Skupna magnetizacijska krivulja je tako vsota prispevkov posameznih



velikostnih skupin, ustrezno pomnoženih z utežjo, ki predstavlja volumensko koncentracijo posamezne velikostne skupine.



**Slika 5.9:** Skupna magnetizacijska krivulja ter magnetizacijske krivulje posameznih velikostnih skupin, desna slika ima zaradi preglednosti spremenjeno merilo.

Če Langevinovo funkcijo za monodispergirane delce (3.3) premera  $d$  zapišemo še enkrat v spremenjeni obliki, dobimo izraz

$$M = M_s \left( \operatorname{ctgh} \xi - \frac{1}{\xi} \right); \quad \xi = \frac{mH}{k_B T}; \quad m = \mu_0 M_s V_d = \mu_0 M_s \frac{\pi d^3}{6}; \quad M_s = M_d \varphi_v, \quad (5.4)$$

za magnetno tekočino, ki vsebuje delce različnih velikosti se enačba spremeni

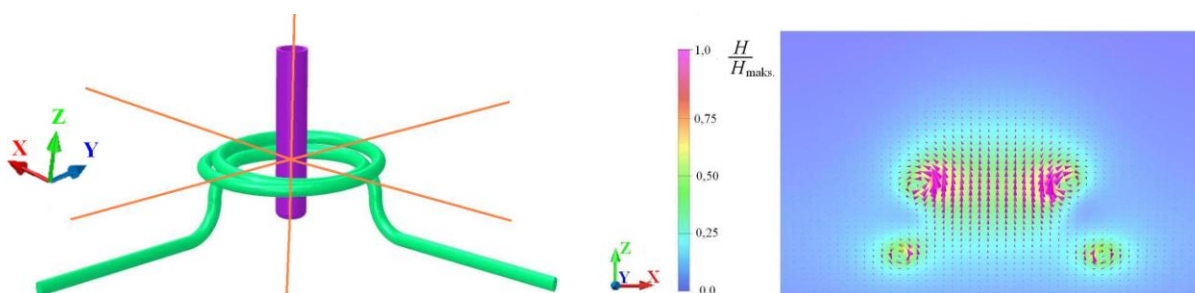
$$\begin{aligned} M &= M_d \varphi_v \varphi_d \left( \operatorname{ctgh} \left( \frac{mH}{k_B T} \right) - \frac{k_B T}{mH} \right) = \\ &= M_d \varphi_v \varphi_d \left( \operatorname{ctgh} \left( \frac{\mu_0 H M_d V_d}{k_B T} \right) - \frac{k_B T}{\mu_0 H M_d V_d} \right) = \\ &= M_d \varphi_v \frac{p(d)'}{100} \left( \operatorname{ctgh} \left( \frac{\mu_0 H M_d \pi d^3}{6 k_B T} \right) - \frac{6 k_B T}{\mu_0 H M_d \pi d^3} \right) \end{aligned} \quad (5.5)$$

To smo uporabili pri izračunu primera, kjer je  $M_d$  magnetizacija grobozrnatega materiala. S tem smo dobili orodje, kjer z enostavno spremembo parametra ugotovimo, kakšna bo magnetizacija tekočine. Celotna analiza je bila narejena za primer  $\Delta d = 1$  nm, lahko pa se odločimo za bolj »redko« štete delcev in je potem  $\Delta d = 2$  nm ali več.

## 5.2 Izračun magnetnega polja v merilnem sistemu z MKE

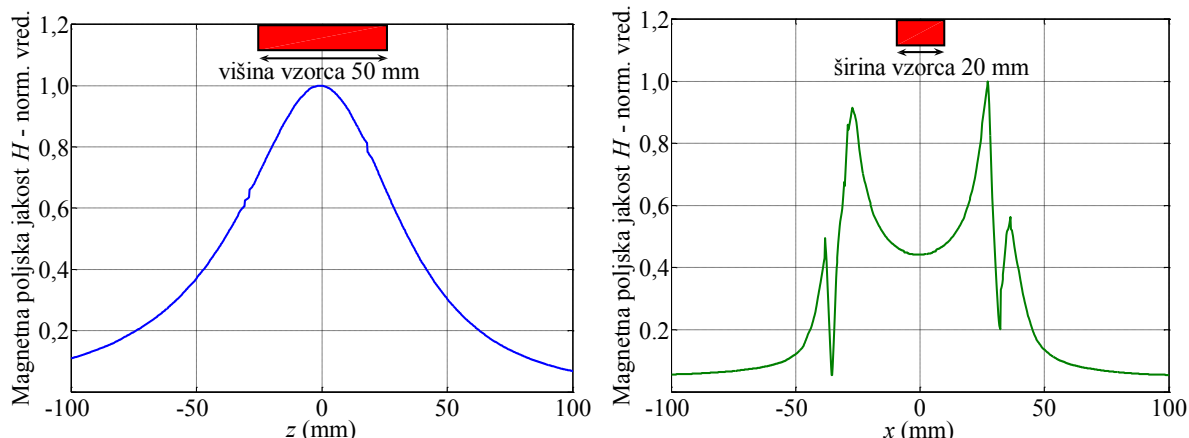
Pri opisu merilnega sistema v poglavju 4.3 na strani 52 smo večkrat poudarili porazdelitev magnetnega polja. V tem poglavju je tako najprej predstavljen pomen homogenosti magnetnega polja za karakterizacijo izgub magnetnih tekočin, nato pa še primer izračuna polja merilnega sistema za potrditev teze o homogenem polju.

V literaturi, kjer se ukvarjajo z določanjem izgub magnetnih tekočin, avtorji niso vselej pozorni na porazdelitev magnetnega polja, v katerem izvajajo meritve. Najlažje razložimo pomen porazdelitve polja na primeru tuljave z dvema ovojemama, znotraj katere se nahaja epruveta z vzorcem merjenega materiala. Običajno merimo vzorec med 5 in 10 ml vzorca, kar znaša v  $z$  smeri približno med 4 in 8 cm glede na premer epruvete. Slika 5.10 tako predstavlja 3D model dveh ovojev tuljave, ki smo ga uporabili za analizo porazdelitve polja. V tem kontekstu nas je zanimala porazdelitev polja na mestu, kjer se nahaja merjeni vzorec. Rezultat analize z MKE (*OPERA Vector Fields*) je predstavljen na desni sliki 5.10, ki predstavlja normirane vrednosti magnetne poljske jakosti  $H$  na plošči, ki vzdolž osi  $z$  »seka« ovoja.



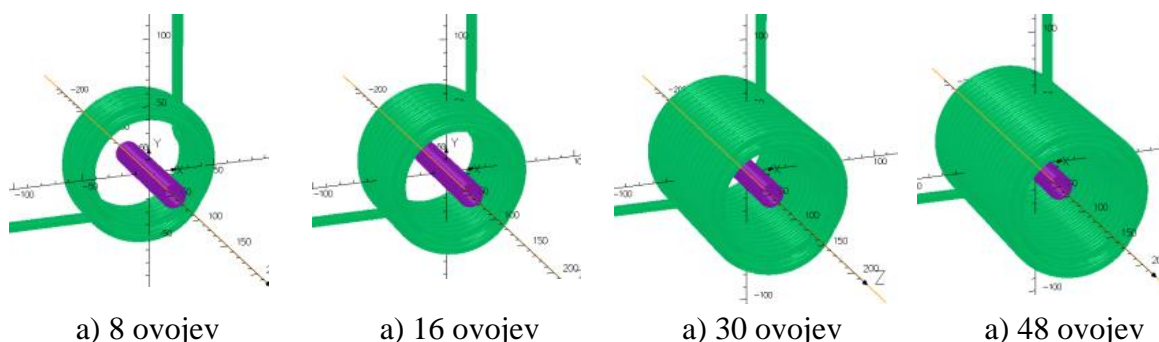
**Slika 5.10:** 3D-model dveh ovojev ter rezultat izračuna z MKE, normirana magnetna poljska jakost v primeru tuljave z dvema ovojemama.

Boljšo predstavo o poteku magnetnega polja dobimo, če polje opazujemo na 2D-grafu po izbranih linijah  $x$  in  $z$ , kot ju lahko vidimo na gornji sliki 5.10. Slika 5.11 tako prikazuje potek normirane vrednosti  $H$  na liniji  $z$  in položaj vzorca, ki je na višini med  $-25$  in  $+25$  mm. Vidimo, da vzorec ni izpostavljen enaki magnetni poljski jakosti, temveč se ta spreminja od  $0,71H_{\text{maks}}$  do  $H_{\text{maks}}$ . Desni graf prikazuje podobno, le da je magnetna poljska jakost risana vzdolž osi  $x$ . Sprememba  $H$  na področju vzorca je v tem primeru med  $0,44 H_{\text{maks}}$  in  $0,47 H_{\text{maks}}$ . Iz tega enostavnega izračuna je razvidno, da tudi minimalna količina vzorca 5 ml (višine vzorca 4 cm v  $z$  smeri) nikakor ni izpostavljen enaki magnetni poljski jakosti. Ker karakterizacija izgub magnetnih tekočin določa izgube materiala pri polju določene amplitude, v tem primeru vzorec temu ni izpostavljen in je potrebno zagotoviti bolj enakomerno porazdelitev polja. Z večanjem števila ovojev tuljave dosežemo, da je polje v središču vedno bolj homogeno, kot je to predstavljeno v nadaljevanju.



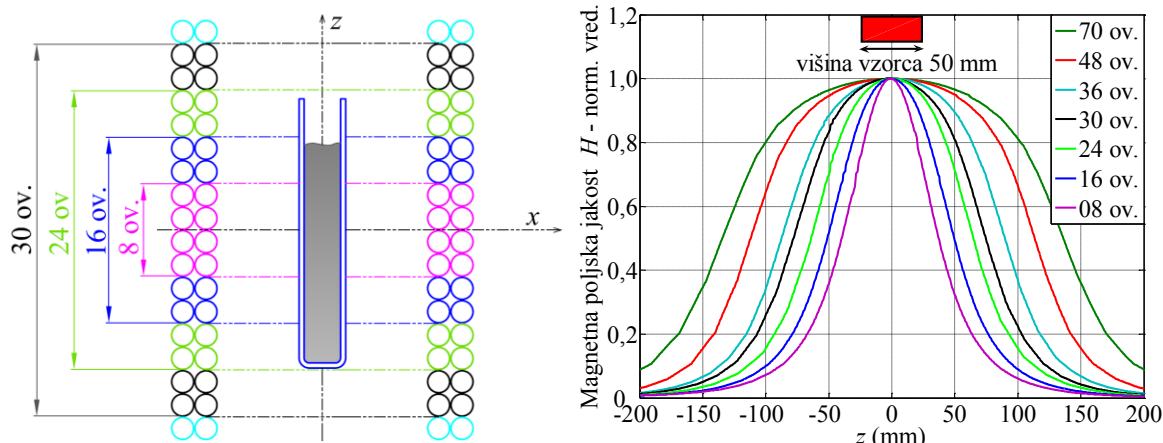
**Slika 5.11:** Prikaz normirane magnetne poljske jakosti vzdolž osi  $z$  ter shematski prikaz položaja vzorca v smeri  $z$ ; desno pa potek vzdolž osi  $x$  ter shematski prikaz položaja vzorca v smeri  $x$ .

Za to smo že v fazi načrtovanja merilnega sistema preverili obliko polja za različna števila ovojev tuljave, pri čemer smo opazovali dvoplastno tuljavo konstantnega notranjega premera. Za izračun smo izbrali 2, 8, 16, 24, 30, 36, 48 in 70 ovojev, sestavili 3D-modele tuljav, kjer so nekateri izmed njih predstavljeni na spodnji sliki 5.12. Tuljavi smo nastavili potencialno razliko na začetku in koncu, tako da je po tuljavi stekel želeni tok, ki je ustvaril magnetno polje.



**Slika 5.12:** 3D-modeli za izračun magnetnega polja dvoplastne tuljave z različnim številom ovojev.

Potek modeliranja je razviden tudi iz slike 5.13, kjer vidimo pomen 8 ovojev ter na kakšen način smo dodajali ovoje pri posameznem izračunu. Narisanih je tudi nekaj začetnih primerov, bistveno pa je, da se vzorec ves čas nahaja v sredini tuljave glede na smer  $x$  in  $z$ .

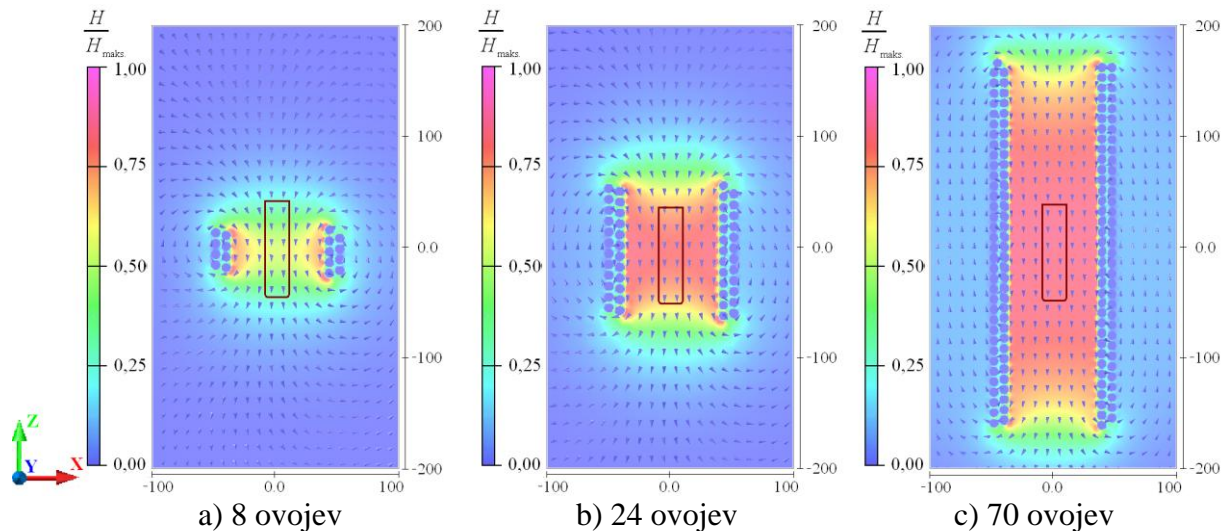


**Slika 5.13:** Prikaz dodajanja ovojev tuljave za izgradnjo modela različnega števila ovojev tuljave. Desno rezultat MKE analize, potek normirane magnetne poljske jakosti vzdolž osi  $z$  za različne primere števila ovojev tuljave.

Rezultat analize z MKE za omenjene primere je porazdelitev polja v merilnem sistemu. V tem kontekstu nas je zanimala porazdelitev na mestu, kjer se nahaja vzorec merjene tekočine in zato smo polje opazovali ravno tam. S slike 5.11 je bilo razvidno, da polje v smeri  $x$  že pri dveh ovojih ne povzroča velikih odstopanj vrednosti  $H$ , zato v tem delu takšna predstavitev ni prikazana. Bolj zanimiva pa je porazdelitev polja vzdolž osi  $z$ , kot je to prikazano na desni sliki 5.13. Predstavljen je potek  $H$  za spreminjanje števila ovojev tuljave in po pričakovanju je porazdelitev z večanjem števila ovojev na mestu, kjer se nahaja vzorec vedno bolj homogena. Seveda je popolno homogenost možno doseči le pri neskončno dolgi tuljavi. tako da je treba pri uporabi homogenosti določiti mejo odstopanja od maksimalne vrednosti. V našem primeru dosežemo s 70 ovoji odstopanje manj kot 0,5 %.

Magnetno poljsko jakost  $H$  lahko prikažemo tudi z barvno lestvico, kot je to razvidno iz slike 5.14. Predstavljena je magnetna poljska jakost  $H$  za tri različne primere števila ovojev in tudi položaj vzorca. Takšna predstavitev je primerna za primerjavo med različnimi opcijami, za to pa je potrebno izrisati polje v enotnem merilu. Torej tudi na podlagi teh rezultatov smo se odločili za izdelavo tuljave s 70 ovoji.

Na tem mestu lahko povemo še, da smo na tri načine preverili povezavo med tokom tuljave ter magnetno poljsko jakostjo. Prvi način je preko enačbe tuljave, kjer je  $H = IN / l$ , in je  $l$  aksialna dolžina tuljave (280 mm),  $N$  število ovojev (70) in  $I$  vrednost toka v tuljavi. V tem primeru smo spreminjali vrednost toka ter izračunali  $H$ . Drugi način je preko meritve toka s tokovnimi kleščami in magnetne poljske jakosti  $H$  z merilnimi tuljavnicami ter izračuna z enačbo (4.14). V tem primeru smo meritev izvedli pri frekvenci 100 kHz. Tretji način pa je preko izračuna z MKE, kjer nastavljen potencialna razlika na začetku in koncu tuljave požene tok  $I$ , ki ustvari magnetno polje  $H$  v tuljavi.



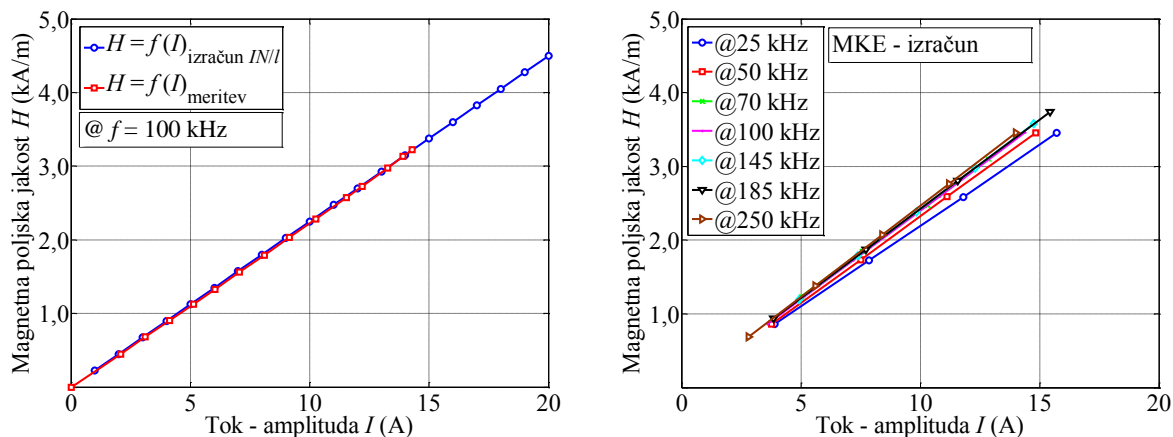
**Slika 5.14:** Prikaz magnetne poljske jakosti na preseku  $zx$  merilnega sistema, barvna lestvica prikazuje normirano vrednost magnetne poljske jakosti  $H$ , vektorji kažejo smer  $H$  za primer tuljave  $z$ ; a) 8 ovojev, b) 24 ovojev in c) 70 ovojev.

Za vsako izbrano frekvenco smo izvedli izračune pri štirih različnih nastavljenih napetostih na tuljavi, dovolj pa bi bili že dve točki, saj je sistem popolnoma linearen. Tako smo za različne primere napajalnih frekvenc dobili odvisnosti med vzbujalnim tokom ter magnetnim poljem. Na tem mestu povejmo, da smo magnetno poljsko jakost  $H$  izračunali s pomočjo ploskovnega integrala spremenljivke  $B$  na površini  $A$ , ki je enaka površini tuljavice.

$$\phi = \iint_A B dA \rightarrow B = \frac{\phi}{A} ; H = \frac{B}{\mu_0} = \frac{1}{\mu_0 A} \iint_A B dA , \quad (5.6)$$

Položaj integracijske ploskve  $A$  v enačbi (5.6) je v smeri  $z$  enak dejanskemu položaju  $z$  merilne tuljavice, tako da so rezultati medsebojno primerljivi.

V vseh treh primerih dobimo pričakovano linearno odvisnost, ki nam služi za nastavljanje toka za doseganje zelene magnetne poljske jakosti. Slika 5.15 na levem grafu prikazuje primer odvisnosti  $H = f(I)$  za primer enačbe tuljave ter meritev toka in polja pri frekvenci 100 kHz, medtem ko desni graf prikazuje isto odvisnost, dobljeno z MKE. V tem primeru smo izračune izvedli za različne frekvence napajanja, krivulje pa so med sabo malo različne, kar je posledica izrazitejšega pojava izriva toka pri višjih frekvencah. Vidimo, da so odstopanja med meritvijo ter izračunom zelo majhna kar pomeni, da je model primeren za analizo magnetnega polja merilnega sistema.



**Slika 5.15:** Tokovna odvisnost magnetne poljske jakosti v sistemu, meritev in izračun; desna slika prikazuje isto odvisnost, izračunano z MKE za različne frekvence napajanja.

### 5.3 Izračun toplotnega polja v merilnem sistemu z MKE

V prejšnji poglavjih smo na več mestih izpostavili pojem toplote, in sicer tako v kontekstu proizvedene toplote magnetne tekočine kakor tudi odvajanja toplote merilnega sistema. Problematiko obeh področij lahko obravnavamo skupaj z uporabo MKE.

Namen tega podpoglavja je določitev krivulje segrevanja materiala, če je ta izpostavljen magnetnemu polju, torej so aktivni mehanizmi izgub opisani v prejšnjih poglavjih. Želeli smo analizirati vpliv podajanja magnetnih izgub magnetne tekočine kot izvor segrevanja pri izračunu tako, da lahko na koncu podamo splošno oceno kako pravilno upoštevati izgube, če bi segrevanje tekočine računali v drugem okolju. V primeru aplikacije medicinske hipertermije na strani 29 smo opisali postopek termičnega uničenja tumorskih celic zaradi segrete magnetne tekočine. Preden bi dejansko izvedli takšno zdravljenje, je treba dobro poznati mehanizme segrevanja tekočine, določiti izgube tekočine v znanem polju, izbrati ustrezno amplitudo in frekvenco polja za doseganje želene temperature. Torej zadnji korak bi bil termični izračun, ki bi prikazal, kako bi se segrevalo zdravo in kako rakasto tkivo v primeru takšnega zdravljenja. Za izračun segrevanja smo prav tako kot pri izračunu magnetnih razmer uporabili program *OPERA Vector Fields*, ki problem toplotnih polj obravnava po algoritmih, opisanih v nadaljevanju.

Algoritem reševanja statičnega (časovno neodvisnega) in dinamičnega (časovno odvisnega) toplotnega polja je povzet po [82]. Tridimenzionalno toplotno polje lahko predstavimo s pomočjo skalarnega potenciala  $T$ , če govorimo o časovno neodvisnem oziroma statičnem toplotnem polju; fizikalno pa je  $T$  temperatura. Gostoto toplotnega toka  $\mathbf{q}$  lahko zapišemo

$$\mathbf{q} = -\lambda \nabla T, \quad (5.7)$$

kjer je  $\lambda$  tenzor toplotne prevodnosti. Divergenca gostote toplotnega toka je povezana z izvorom gostote toplotnega toka  $Q$

$$\nabla \mathbf{q} = Q. \quad (5.8)$$

Če sedaj združimo obe enačbi (5.7) in (5.8), dobimo Poissonovo enačbo za toplotna polja

$$\nabla \lambda \nabla T = -Q, \quad (5.9)$$

kjer lahko toplotno prevodnost in gostoto toplotnega izvora zapišemo v odvisnosti  $x, y, z$  in  $T$ , tako da dobimo nelinearne razmere. V tej analizi srečamo systemske parametre temperature  $T$ , temperaturnega gradienta  $dT_x$ ,  $dT_y$ , in  $dT_z$

$$dT_x = \frac{dT}{dx}, \quad dT_y = \frac{dT}{dy}, \quad dT_z = \frac{dT}{dz}, \quad (5.10)$$

in ekvivalentno komponente toplotnega toka

$$q_x = -\frac{\lambda dT}{dx}, \quad q_y = -\frac{\lambda dT}{dy}, \quad q_z = -\frac{\lambda dT}{dz}. \quad (5.11)$$

Na tem mestu pa lahko zapišemo še postopek časovno odvisnega toplotnega polja. Tridimenzionalno toplotno polje lahko ponovno zapišemo z uporabo skalarnega potenciala  $T$ , kjer je fizikalno  $T$  ponovno temperatura. Odvod temperature  $dT$  je podan kot

$$dT = -\nabla T \quad (5.12)$$

ter gostota toplotnega toka

$$\mathbf{q} = \lambda dT. \quad (5.13)$$

Zakon o ohranitvi energije zahteva, da je časovna sprememba začetne toplotne energije znotraj danega volumna enaka proizvedeni toploti v volumnu minus stopnja toplotnega toka, ki prehaja skozi površino volumna; če uporabimo izrek za poljubno majhen volumen, velja

$$\rho C \frac{\partial}{\partial t} T = \mathbf{Q} - \nabla q, \quad (5.14)$$

kjer je  $Q$  izvor gostote toplotnega toka,  $\rho$  je gostota materiala in  $C$  toplotna kapaciteta<sup>1</sup>. Sedaj lahko zapišemo znano difuzijsko enačbo za porazdelitev temperature

$$\rho C \frac{\partial}{\partial t} T - \nabla \lambda \nabla T = \mathbf{Q}. \quad (5.15)$$

Pri časovnem integriranju ob reševanju enačbe (5.15) lahko uporabimo v programu OPERA bodisi fiksni ali pa adaptivni časovni korak. V primeru adaptivnega časovnega koraka je rezultat polnega koraka primerjan z rezultatom, ko uporabimo dvakrat polovični korak; če se rezultata ujemata znotraj predpisane tolerance, se časovni korak ohranja, v nasprotnem primeru pa se podvoji. Veličine  $\lambda$ ,  $\rho$ ,  $C$  in  $Q$  so lahko odvisne od  $x, y, z$  in  $T$ , tako da dobimo nelinearne razmere.

Za oba primera reševanja pa so pomembni tudi robni pogoji, ki so primarno namenjeni definiranju sklopljenosti med dvema ali več sistemi, običajno različnih materialov. Sekundarni pomen pa je zmanjšanje števila končnih elementov, kjer to ni potrebno ter obratno. Nekaj najosnovnejših pogojev je:

izolator  $\lambda \frac{\partial T}{\partial \mathbf{n}} = \mathbf{q} \mathbf{n} = 0,$

določena temperatura  $T = \alpha,$

določen toplotni tok  $\mathbf{q} \mathbf{n} = \beta,$

določena toplotna prevodnost  $\mathbf{q} \mathbf{n} = \lambda(T - \gamma).$

Konstante  $\alpha$ ,  $\beta$  in  $\gamma$  predstavljajo temperature na meji,  $h$  je koeficient toplotne prevodnosti in  $\mathbf{n}$  enotni vektor normale na površino. V primeru, da je sistem nelinearen sta lahko tudi  $\beta$  in  $h$  temperaturno odvisna.

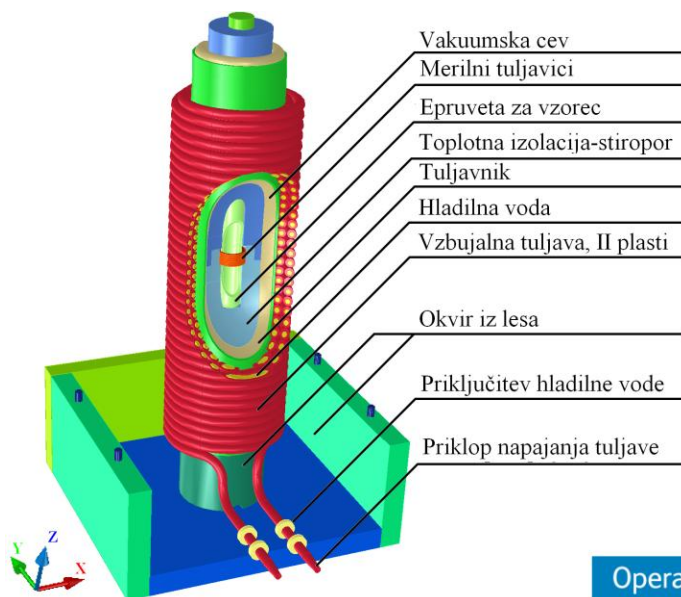
Obe zapisani formulaciji sta povzeti po [82] programa OPERA, kjer je časovno neodvisen primer izveden v programu TEMPO, Static Thermal Analysis, časovno odvisen primer pa

<sup>1</sup> Pri homogenih telesih lahko kot toplotno kapaciteto na enoto mase telesa vpeljemo specifično toploto [77].



izračunan s programom TEMPO, Transient Thermal Analysis.

V nadaljevanju je predstavljena statična in tranzientna analiza segrevanja vzorca magnetne tekočine. Za to bi načeloma lahko uporabili katerokoli okolje izračuna, a smo zaradi primerljivosti rezultatov izračuna in meritev izbrali enako okolje, kot pri meritvah. To je merilni sistem (Slika 4.9), katerega izrisani tridimenzionalni model vidimo na sliki 5.16. Dejansko je modeliran »polni« sistem, na sliki pa je izrezan del za boljše predstavitev uporabljenih materialov. Modela lesenega okvirja na sliki pri izračunu nismo upoštevali, saj ni bistvenega pomena za izračun, temveč zgolj poveča število elementov. Poleg teh elementov na sliki pa smo modelu dodali še okolico problema in s tem povečali področje obravnave, ki pa zaradi preglednosti ni prikazano. Običajno je, da pri reševanju problemov z MKE problem omejimo tako, da zajamemo še del okolice. Velikost okolice je odvisna od obravnavanega problema, običajno je mnogokratnik med (med 1 in 5) maksimalne dimenzije problema, pripišemo pa ji lastnosti zraka. Običajno je zrak okolice tudi diskretiziran drugače in ima praviloma večje končne elemente kot v področju materialov, kjer nas veličine polja bolj zanimajo. Okolici pripišemo tudi robne pogoje problema in sicer  $T_{\text{okolice}} = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  in določeno toplotno prevodnost, kot je zapisano v definiciji robnih pogojev.



**Slika 5.16:** 3D-model merilnega sistema, uporabljen za termično analizo: izrezani del zgolj za predstavitev.

Vsem uporabljenim materialom v modelu je bilo potrebno nastaviti parametre termične analize, pri čemer smo za časovno neodvisni izračun potrebovali zgolj toplotno prevodnost, za časovno odvisni izračun pa še specifično toploto ter gostoto materiala. Vsi omenjeni podatki za vse uporabljene materiale so zbrani v tabeli 5.2.

Tabela 5.2: Parametri materialov za termično analizo z MKE.

Material	Toplotna prevodnost $\lambda$ (W/mK)	Specifična toplota $c$ (J/gK)	Gostota $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )
Zrak	0,025	1,003	1,2
Vakuum	0,015	0,750	0,001
Magnetna tekočina	0,138	1,670	800
Stiropor	0,036	1,300	150
Plastika	0,5	1,670	1200
Steklo	1,1	0,840	1200
Baker	401	0,385	8940
Voda	0,6	4,181	998

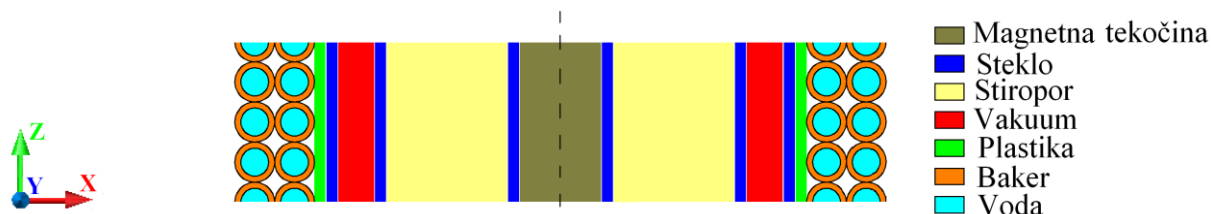
### 5.3.1 Statični izračun toplotnega polja

Pristop z MKE za izračun magnetnih tekočin ni najbolj idealna izbira, če upoštevamo dejstvo, da so tekočine disperzije magnetnih nanodelcev in nosilne tekočine. Torej velikostni razred končnih elementov obravnavanega sistema (dimenzije tuljave do 30 cm) in velikostni razred gradnikov tekočine (do 30 nm) nista v istem velikostnem območju in pristop diskretizacije tekočine na končne elemente ni smiseln. Če pa tekočino opazujemo kot homogen material (pod vplivom visokofrekvenčnega polja se ne deformira), pa lahko materialu (volumnu) kot celoti pripišemo specifično vrednost izgub. Recimo, da ima tekočina v znanem magnetnem polju izgube  $0,2 \text{ W/g}_{\text{Fe}}$ . V tem primeru je treba te izgube ustrezno preračunati tako, da dobimo specifično vrednost izgub  $\text{W/mm}^3$  in izračunano moč segrevanja  $P$  pripišemo temu materialu. Torej material opazujemo kot celoto in v nadaljevanju poglavja izgube pojmujejo kot moč segrevanja. V tem primeru smo ločili obravnavo magnetnega in toplotnega polja tako, da smo v magnetnem polju določili izgube materiala, nato pa z izračunom toplotnega polja opazovali segrevanje v merilnem sistemu.

Statični toplotni izračun je dejansko toplotni posnetek ustaljenega stanja nekega sistema. V tem primeru delu sistema (vzorcu tekočine) pripišemo vrednost toplotnega izvora in ugotovimo, kako se bodo segreli vzorec tekočine ter ostali materiali v sistemu. Takšen izračun nam ne pove ničesar o dinamiki segrevanja oziroma ohlajevanja, temveč prikazuje le končno (ravnovesno) stanje; to je takrat, ko je proizvedena toplota enaka odvedeni. Če v takem sistemu nimamo toplotnega izvora, temveč le materiale z različnimi temperaturami, je rezultat takšne analize ravnovesna temperatura celotnega sistema.

Torej za določitev poteka segrevanja magnetne tekočine v izmeničnem magnetnem polju takšen pristop ni primeren, lahko pa iz takšnega izračuna ugotovimo druge stvari. Tu mislimo predvsem na spremembo lastnosti uporabljenih materialov, vpliv različnih robnih pogojev, vpliv različnih začetnih temperatur, ...

Za lažje razumevanje si na tem mestu še enkrat pogledjmo dvodimenzionalen del preseka  $xz$  merilnega sistema, ki ga obravnavamo. Materiali si iz sredine proti zunanosti sledijo, kot so navedeni na desni strani slike 5.17. Tudi dimenzije na sliki so v razmerju, natančno pa so razvidne iz sheme iz poglavja 4 (Slika 4.9).



**Slika 5.17:** Delni presek  $zx$  merilnega sistema, ki prikazuje uporabljene materiale.

Pri statični termični analizi smo opazovali več vplivov. Prvi vpliv je vpliv prisotnosti izolacijskih materialov v merilnem sistemu. V vseh primerih smo tuljavi pripisali konstantno moč segrevanja (toplotni izvor) in sicer  $1 \cdot 10^{-7} \text{ W/mm}^3$  ter konstantno moč segrevanja magnetne tekočine  $1 \cdot 10^{-4} \text{ W/mm}^3$  (ta vrednost je natančneje opisana v poglavju 6). Izvedli smo izračun za primer, ko je merilni sistem brez izolacije (primer A v tabeli 5.3), ko sistemu dodamo vakuumsko cev (primer B), ko sistemu dodamo stiropor (primer C) ter primer, ko sistemu dodamo še hladilno vodo (primer D). To pomeni, da definiranemu področju hladilne vode pripišemo robni pogoj, in sicer konstantno temperaturo  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ . V fazi načrtovanja merilnega sistema smo preizkusili še druge materiale z različnimi toplotnimi prevodnostmi, a so rezultati predstavljeni le za primere dejansko uporabljenih materialov, zanimalo pa nas je, kako vpliva njihova prisotnost oziroma odsotnost. Pri vseh izračunih smo vedno opazovali maksimalno ter srednjo temperaturo vzorca, potek toplotnega toka  $q$  ter temperature  $T$  na  $x$ -osi

Tabela 5.3: Primeri pri statični termični analizi MKE.

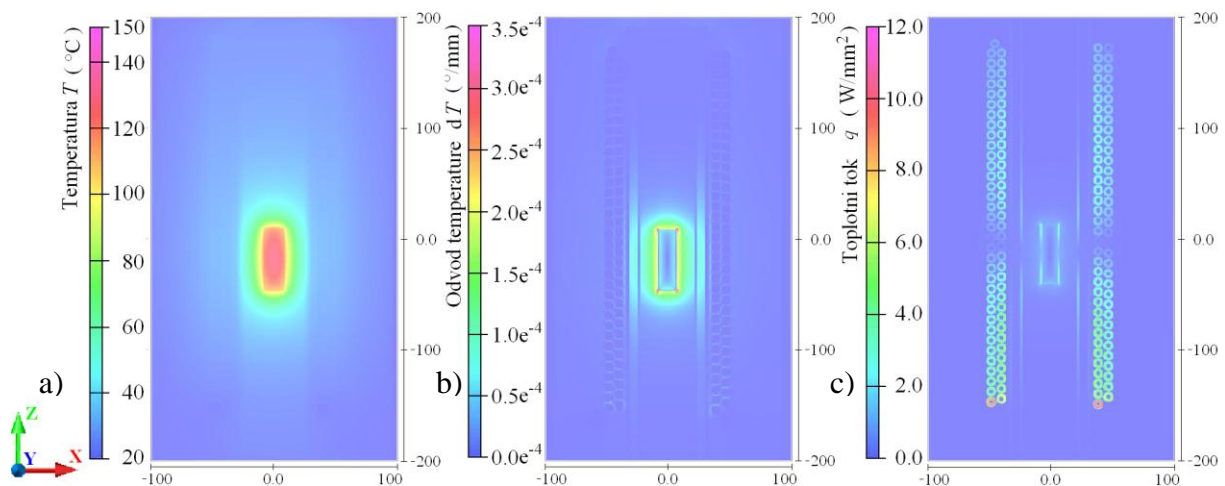
Primer	Toplotni izvor:	Toplotni izvor:	Hladilna	Stiropor	Vakuum.	Rezultati	
	mag. tekočina ( $\text{W/mm}^3$ )	tuljava ( $\text{W/mm}^3$ )	voda $T$ ( $^\circ\text{C}$ )			cevi	$T_{\text{maks}}$ ( $^\circ\text{C}$ )
A	$1e^{-4}$	$1e^{-7}$	ne	ne	ne	152	147
B	$1e^{-4}$	$1e^{-7}$	ne	ne	da	148	139
C	$1e^{-4}$	$1e^{-7}$	ne	da	da	129	121
D	$1e^{-4}$	$1e^{-7}$	da	da	da	110	108

Rezultat statičnega izračuna toplotnega polja (tudi dinamičnega v poljubnem časovnem trenutku) lahko prikažemo v poljubnem preseku, a zaradi osne simetrije okrog smeri  $z$  največ pojasni presek  $zx$ . Slika 5.18 prikazuje rezultat porazdelitve treh parametrov polja na plošči  $200 \times 100 \text{ mm}$ , kjer je z barvno lestvico predstavljen parameter a) porazdelitev temperature, b) odvod temperature in c) toplotni tok. S slike a) je razvidno, da ima vzorec tekočine (hkrati

tudi toplotni izvor) najvišjo temperaturo, ostali elementi sistema pa mnogo nižjo. V primeru, ko želimo določiti temperaturo vzorca, smo določili srednjo vrednost temperature, ki se je običajno razlikovala od maksimalne tudi do 5 % (Tabela 5.3). Očitno je, da je temperatura na robovih vzorca, ki se stikajo z epruveto, zaradi boljšega odvajanja toplote na tem mestu nižja, kot v sredini vzorca. Če bi imel vzorec bistveno višjo toplotno prevodnost (na primer kovinski materiali), bi bila temperatura znotraj vzorca bolj enakomerno porazdeljena.

Če opazujemo odvod temperature, pa lahko natančno vidimo meje med materiali zaradi različnih toplotnih prevodnosti, a je za to analizo bolj primerna dvodimenzionalna predstavitev v nadaljevanju.

V primeru na spodnji sliki izgube magnetne tekočine niso edini toplotni izvor, saj smo upoštevali še tok vzbujaalne tuljave. To smo storili tako, da smo izračunali izgube tuljave ( $P = I^2 R$ ) in ovrednotili specifično moč segrevanja tuljave v modelu MKE. V tem izračunu imamo dva toplotna izvora, kar je razvidno s slike c. Ta prikazuje toplotni tok  $q$  in vidimo, da dejanski toplotni tok ustvarjata votla tuljava ter vzorec materiala v sredini.

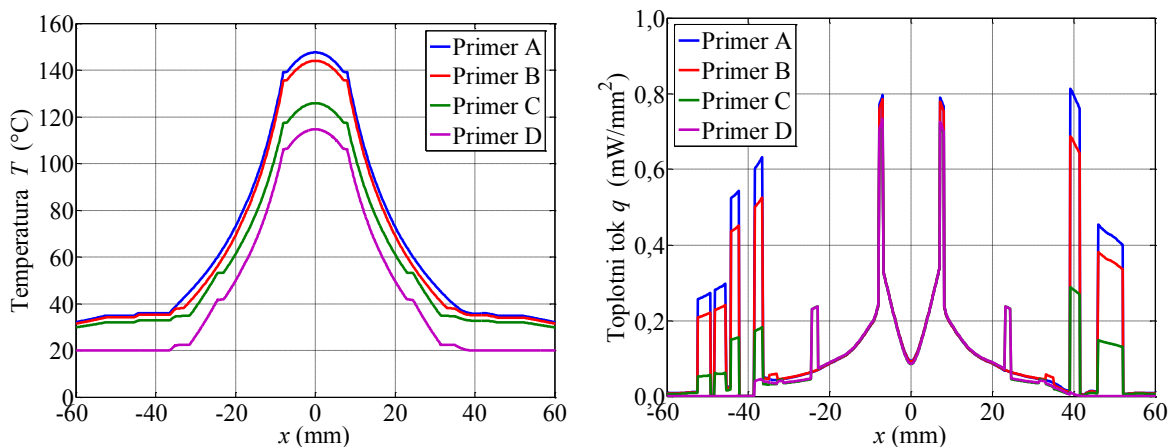


**Slika 5.18:** Rezultat analize MKE za primer A na preseku  $zx$  merilnega sistema, a) porazdelitev temperature, b) odvod temperature in c) toplotni tok.

Za jasnejšo predstavbo rezultata analize je primernejši dvodimenzionalni pogled parametrov polja. V ta namen smo izrisali temperaturo in toplotni tok (Slika 5.19) za vse štiri primere iz tabele na liniji vzdolž osi  $x$  na višini  $z = 0$  (razvidno iz slike 5.18).

Vzbujalna tuljava je imela v vseh štirih primerih vlogo aktivnega toplotnega izvora. Predvsem nas je zanimalo, ali je toplotni tok, ki ga ustvari tuljava, vplival na segrevanje vzorca v notranjosti. Dejansko je izolacija med vzorcem in tuljavo povzročila, da je smer toplotnega toka usmerjena navzven, torej toplota, ki jo ustvarja tuljava, ne segreva vzorca, kar smo preverili tudi z izrisom vektorjev toplotnega toka. Ko pa je tuljava vodno hlajena (primer D), ji je vsiljena temperatura hladilne vode in se njen vpliv segrevanja popolnoma izniči, kar

je razvidno s slike toplotnega toka. Na področju tuljave ( $-55 < x < -35$  in  $+55 < x < +35$ ) je ta enak nič, medtem ko je za ostale primere različen od nič.



**Slika 5.19:** Rezultat analize z MKE, temperatura vzdolž osi  $x$  ter toplotni tok vzdolž osi  $x$  za vse štiri primere.

Če opazujemo temperaturo, je očitno, da je najvišja na mestu vzorca na sredini pri  $x = 0$ . Tudi tu je razvidno, da temperatura v vzorcu ni konstantna, bolj ko se približuje steni epruvete, manjša je. V primeru A, kjer ni vmesne izolacije, temperatura pada po eksponentni funkciji do tuljave, tam je zaradi relativno visoke toplotne prevodnosti bakra konstantna in nato spet pada. V ostalih treh primerih pa so razvidne meje materialov, ki so dodani pri posameznem izračunu; v primeru B je dodana steklena vakuumaska cev ter v primeru C je dodan še stiropor. V primeru D se temperatura ustali na vrednost  $T = 20$  °C, ki je nastavljena vrednost hladilne vode, hkrati pa je v tem primeru tudi temperatura vzorca najmanjša, saj znaša maksimalna  $T_{\text{maks.}} = 110$  °C in srednja  $T_{\text{sr}} = 108$  °C.

### 5.3.2 Tranzientni izračun toplotnega polja

Na začetku poglavja 5.3 smo postavili tezo, da želimo določiti krivuljo segrevanja magnetne tekočine, kadar je izpostavljena izmeničnemu magnetnemu polju in izgube segrevajo vzorec. Za določitev časovnega poteka segrevanja je potreben časovno odvisen izračun. V tem primeru v programu OPERA določimo časovni korak izračuna ter število časovnih korakov. To smo izbrali na podlagi izkušenj merjenja tekočin tako, da smo za vse izračune nastavljali čas izračuna 120 minut z enominutnim korakom. Običajno so temperature merjenih tekočin dosegle stacionarno stanje po največ 90 minutah, manjše ko je polje, prej ga dosežejo, kar je razvidno tudi iz rezultatov meritev v poglavju 6.

V primeru tranzientnega izračuna smo nastavili parametre sistema, kot v prejšnjem poglavju 5.3.1 za primer D (Tabela 5.3). Sedaj lahko najprej potrdimo tezo, da je statični

izračun »zadnja« točka tranzientnega izračuna, torej ustaljeno stanje, kjer je proizvedena toplota enaka odvedeni. Načeloma je to nedoločen trenutek  $t_x$ , ki ga ne poznamo. Določen je s časom trajanja izračuna, to pa je potrebno podati že v začetku simulacije, kjer predvidevamo, da bo sistem v toplotnem ravnovesju.

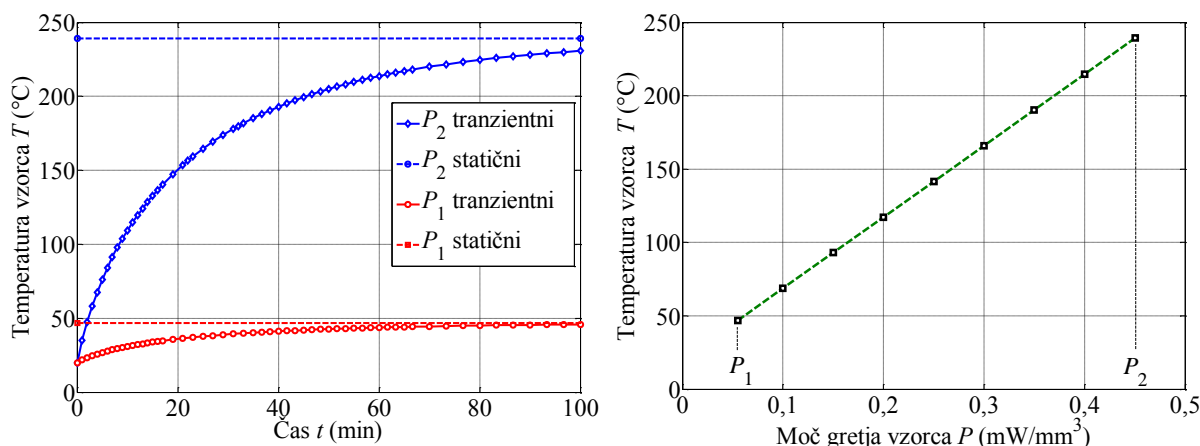
Če vzorcu magnetne tekočine pripišemo enako moč segrevanja, je rezultat statične analize končna temperatura vzorca, medtem ko lahko pri tranzientnem izračunu izračunamo temperaturo vzorca v vsaki izračunani točki (izbrali smo enominutni korak). Dokaz, da sta končni temperaturi v obeh primeri enaki, smo potrdili na dveh primerih, kjer smo za dve različni moči  $P_1$  in  $P_2$  izvedli statično in tranzientno analizo.

Slika 5.20 prikazuje rezultat analize, in sicer temperaturo vzorca za vse štiri primere. Pri tranzientnem izračunu sta temperaturi vzorca časovno odvisni krivulji, medtem ko sta pri stacionarnem izračunu krivulji časovno neodvisni in risani kot konstantni za lažje razumevanje. Če opazujemo najprej krivuljo segrevanja za manjšo moč  $P_1$ , dobimo v primeru statičnega izračuna končno temperaturo  $46,9\text{ }^{\circ}\text{C}$ , medtem ko v primeru tranzientnega izračuna temperatura konvergira k tej vrednosti; v zadnji še izračunani točki ima vrednost  $46,02\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

V primeru večje moči  $P_2$  je dogajanje podobno, le da je v tem primeru končna temperatura višja, in sicer pri statičnem izračunu doseže vrednost  $239,27\text{ }^{\circ}\text{C}$ , pri tranzientnem pa se ponovno približujemo tej vrednosti, v zadnji točki je temperatura  $230,7\text{ }^{\circ}\text{C}$  in še raste. Za dosego ravnovesja bi v tem primeru morali podaljšati čas izračuna (običajno petkratnik časovne konstante segrevanja za doseganje maksimuma).

S tem smo to tezo potrdili in lahko zaključimo, da je za hitro oceno končne temperature sistema primernejši stacionarni izračun, saj je potrebno izračunati le en časovni trenutek, medtem ko je v primeru tranzientnega to potrebno ponoviti večkrat (odvisno od želene natančnosti ter časa izračuna), kar traja bistveno dlje. Za to smo za sistem izračunali še preostale vrednosti izgub med  $P_1$  in  $P_2$ , rezultat pa je linearna odvisnost končne temperature od izgub vzorca, kar vidimo na desni sliki 5.20.

Namen tega poglavja je bil poiskati povezavo med močjo segrevanja vzorca magnetne tekočine ter krivuljo segrevanja. Z opisanim postopkom tranzientne analize smo dobili potrditev, da je možno izračunati časovni potek segrevanja krivulje, če poznamo specifične izgube magnetne tekočine. V zadnjem poglavju je bil cilj eksperimentalno določiti izgube magnetnih tekočin po obeh opisanih metodah (opis v poglavjih 4.1 in 4.2), v tem poglavju pa uporabiti rezultat določitve izgub v tranzientnem izračunu z MKE.



**Slika 5.20:** Rezultat statične in tranzientne analize sistema enakih izgub z MKE za dva primera, desno linearna odvisnost končne temperature od moči gretja vzorca.

Za vrednotenje izgub smo določili maksimalno vrednost polja v primeru kalorimetrične merilne metode ter metode magnetnega merjenja. Najprej si pogledjmo, kako bi določili izgube za izračun z MKE, dobljene iz kalorimetrične meritve.

Pri polju 3,5 kA/m in frekvenci 100 kHz smo z uporabo kalorimetrične metode določili začetni odvod krivulje segrevanja, iz tega pa smo izračunali vrednost izgub  $SAR = 0,4945 \text{ W/g}_{\text{Fe}}$  (detajlno prikazano v poglavju 6). To izgubno moč smo pretvorili na enoto  $\text{W/g}_{\text{tekočine}}$  tako, da jih ustrezno množimo z masno koncentracijo in dobimo moč segrevanja, kot je to prikazano v enačbi (5.16) pri začetni temperaturi meritve  $17 \text{ }^\circ\text{C}$

$$P = SAR \varphi_{\text{mas}} = 0,4945 \cdot 0,439 = 0,2171 \left( \frac{\text{W}}{\text{g}_{\text{Fe}}} \frac{\text{g}_{\text{Fe}}}{\text{g}_{\text{tekočine}}} = \frac{\text{W}}{\text{g}_{\text{tekočine}}} \right). \quad (5.16)$$

Sedaj je potrebno izračunano moč segrevanja  $P$  urediti tako, da dobimo ekvivalentni izraz, ki ga potrebujemo pri toplotnem izračunu z MKE. V programu OPERA potrebujemo moč segrevanja, podano v enotah  $\text{W/mm}^3$ , tako da je potrebno najprej vrednost  $P$  preračunati na celotno maso

$$P' = P m_{\text{tek}} = 0,2171 \cdot 9,2 \left( \frac{\text{W}}{\text{g}_{\text{tekočine}}} \text{g}_{\text{tekočine}} \right) = 1,997 \text{ (W)}, \quad (5.17)$$

in nato še  $P'$  deliti z volumnom tekočine

$$P'' = \frac{P'}{V_{\text{tekočine}}} = \frac{1,997}{7,0 \cdot 10^3} = 0,0002853 = 2,853 \cdot 10^{-4} \left( \frac{\text{W}}{\text{mm}^3} \right). \quad (5.18)$$

Sedaj pa si pogledajmo še drugi pristop, kjer smo z metodo magnetnega merjenja (opis metode v poglavju 4.2 in uporaba enačbe (3.21)) določili izgube pri temperaturi 20 °C  $SPL = 0,222 \text{ W/g}_{\text{tekočine}}$ . Tudi tu smo podobno kot v prejšnjem primeru izgube množili z maso tekočine in delili z volumnom, tako da dobimo vrednost moči segrevanja  $P'' = 2,9177 \cdot 10^{-4} \text{ W/mm}^3$ . Vidimo, da se izgube, preračunane na enoto volumna, med metodama razlikujejo, kar lahko delno pripišemo različni začetni temperaturi, delno pa je razlika posledica merilnega pogoška. Podrobno je primerjava med metodama izvedena v zadnjem poglavju, na tem mestu pa nas zanima predvsem uporaba realnih izgub pri izračunu z MKE. V tem primeru se odločimo uporabiti izgube, dobljene z metodo magnetnega merjenja, saj se izkaže, da pri izračunu ne smemo uporabiti konstantnih vrednosti, kot nam jih zagotavlja kalorimetrična metoda.

Če torej poskušamo ovrednotiti segrevaje vzorca z realnimi izgubami, lahko izvedemo stacionarni izračun pri moči segrevanja, kot smo to izmerili pri polju 3,5 kA/m in frekvenci 100 kHz. Iz dobljene linearne odvisnosti temperature od pripisane moči gretja (Slika 5.20) lahko brez tranzientnega izračuna ugotovimo, da dobimo

$$P'' = 2,8535 \cdot 10^{-4} \text{ W/mm}^3 \quad \rightarrow \quad T_{\text{maks}} = 159^\circ\text{C},$$

če vzorcu pripišemo konstantno moč segrevanja, kot smo jo izračunali predhodno, kar pa je preveč glede na merjene rezultate, kjer pri konstantam polju 3,5 kA/m in frekvenci 100 kHz izmerimo krivuljo segrevanja, ki doseže  $T_{\text{maks.}} = 95^\circ\text{C}$  (rezultat v nadaljevanju Slika 5.22). Očitno bi za doseganje takšne temperature glede na linearno odvisnost potrebovali drugačne, mnogo manjše izgube, odčitano iz slike 5.20, in sicer

$$P''_{\text{ocenjena}} = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ W/mm}^3 \quad \rightarrow \quad T_{\text{maks}} = 95^\circ\text{C}.$$

Iz teh rezultatov ugotovimo, da so izgube magnetne tekočine bodisi nepravilno izračunane bodisi nepravilno podane kot moč segrevanja v izračunu z MKE. Z nadaljnjo raziskavo smo ugotovili, da nepravilno podajamo moč segrevanja, ker smo v izračunu uporabljali konstantno vrednost, dejansko pa se s temperaturo spreminja. To tezo bomo na koncu potrdili tudi z meritvijo, a za sedaj si pogledajmo rezultat treh simulacij, kjer smo vzorcu podali temperaturno



odvisno moč segrevanja  $P$ . V ta namen bomo ločeno predstavili primer, kjer pri izračunu uporabimo temperaturno odvisno moč segrevanja vzorca, in sicer linearno padajočo krivuljo.

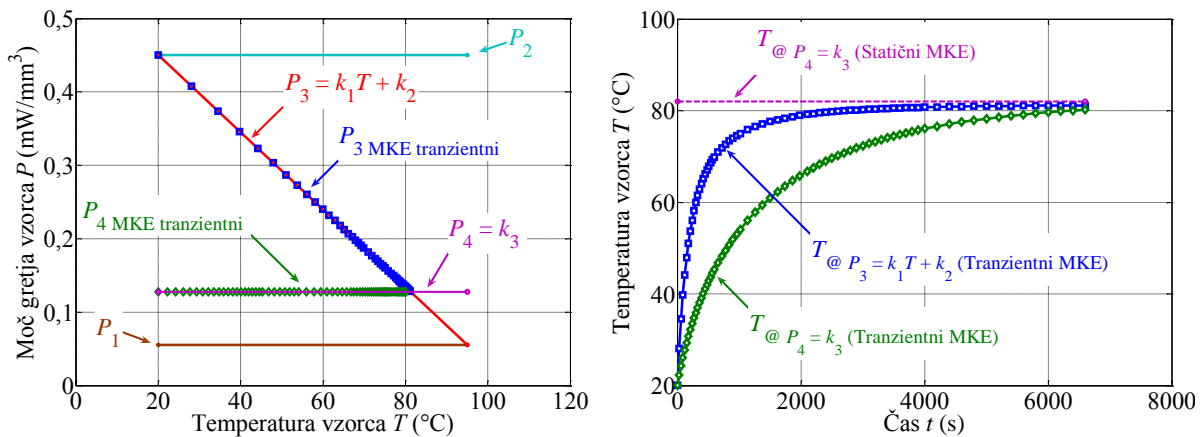
Primer linearno padajoče krivulje moči segrevanja vzorca pomeni, da v celotnem časovnem intervalu izračuna moč segrevanja vzorca ni konstantna, temveč se spreminja za vsak časovni korak izračuna (v primeru, da se spreminja tudi temperatura). Običajno jih podamo v obliki  $P = k_1 T + k_2$ , kjer sta koeficienta premice  $k_1$  in  $k_2$  določena ( $k_1 = -5,2707 \cdot 10^{-6}$  in  $k_2 = 5,5599 \cdot 10^{-3}$ ),  $T$  pa je temperatura, ki se spreminja. Pri premici je  $k_1$  smerni koeficient,  $k_2$  pa presečišče z ordinatno osjo; razlog, zakaj sta izbrani ti dve vrednosti za obe konstanti, je predstavljen v nadaljevanju.

V prvem časovnem trenutku program pri izračunu uporabi moč segrevanja  $P_{t=0}$ , ki jo izračuna pri temperaturi  $T_{t=0}$  (to je začetna temperatura, ki jo pripišemo in sicer  $17^\circ\text{C}$ ). Nato izračuna temperaturo celotnega modela, posebej zanimiva pa je temperatura vzorca (za vsak končni element posebej), saj je od nje odvisna moč segrevanja v naslednjem časovnem trenutku  $P_{t=t_1}$ . Če se je temperatura vzorca povišala, potem je nova moč segrevanja glede na podano premico manjša od predhodne moči  $P_{t=0}$ . Tako program nadaljuje izračun do zadnjega koraka, oziroma gledano časovno je to predhodno predpisan čas izračuna. Tega smo določili pri vrednosti  $t = 6600$  s, izračun pa izvedemo vsakih 30 s. tako da v celotni tranzientni analizi dobimo 220 izračunanih časovnih trenutkov.

Slika 5.21 na levem grafu prikazuje različne moči gretja vzorca, ki smo jih primerjali med sabo. Premici  $P_1$  in  $P_2$  predstavljata temperaturno neodvisno moč, ki smo ju uporabili v prejšnjih primerih in služita zgolj kot meji, znotraj katerih smo spreminjali moč gretja. Na grafu pa sta podani še dve odvisnosti, in sicer linearno padajoča premica  $P_3 = k_1 T + k_2$  ter premica  $P_4 = k_3$ . Sedaj je razvidno, da smo premico  $P_3$  izrisali med dvema mejama, in sicer med močjo  $P_2 = 4,5 \cdot 10^{-3} \text{ W/mm}^3$  in  $P_1 = 0,5 \cdot 10^{-3} \text{ W/mm}^3$  ter med dvema temperaturama  $T_1 = 20^\circ\text{C}$  in  $T_2 = 95^\circ\text{C}$ . Premica  $P_3$  med tema mejama ima tako prej omenjena koeficienta  $k_1$  in  $k_2$ .

Premico  $P_3$ , ki jo predpišemo, v izračunu zapišemo kot parameter #P, ki ga lahko na koncu tranzientnega izračuna tudi izrišemo za vsak časovni trenutek. Ker imamo na voljo tudi temperaturo, lahko izrišemo še odvisnost dejanske moči segrevanja od temperature vzorca in ugotovimo, da program dejansko »uporabi« to moč segrevanja izgube pri izračunu. Ta odvisnost je označena z modrimi kvadratici in oznako  $P_{3 \text{ MKE tranzientni}}$  in je zgolj potrditev trditve, da program za vsak časovni trenutek na novo ovrednoti moč gretja vzorca, skladno z zapisano odvisnostjo  $P_3$ . Podobno smo izvedli vrednotenje moči pri konstantni moči  $P_4$ , ki je na grafu podana kot zvezna funkcija. Ko smo jo izrisali kot spremenljivko tranzientne analize

(zeleni kvadrтки)  $P_4$  MKE tranzični, vidimo, da se spreminja s časovnim trenutkom, izrisana pa je kot temperaturno neodvisna. Ta rezultata ne povesta ničesar novega, temveč le potrđita pravilno uporabo omenjenih funkcij za moči segrevanja.



**Slika 5.21:** Moč gretja vzorca magnetne tekočine; linearno padajoča odvisnost ter konstantne vrednosti, desno rezultat analize z MKE, časovni potek temperature vzorca za primere  $P_3$  in  $P_4$ .

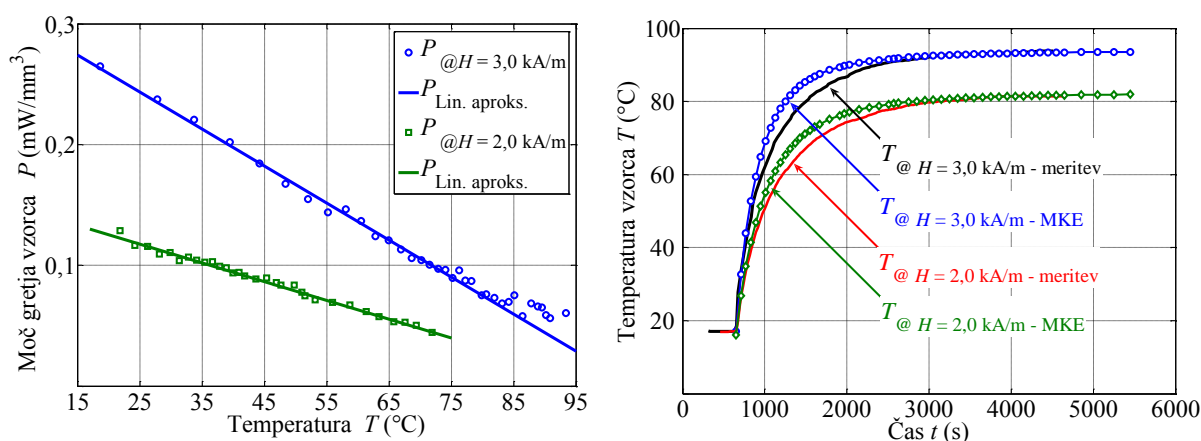
Vpliv temperaturno spremenljivih izgub pa prikazuje časovni potek temperature (Slika 5.21 desno). Na sliki sta poleg statičnega izračuna pri uporabi konstantnih izgub  $P_4$  narisni še dve krivulji. Z zeleno bavo je narisna krivulja tranzičnega izračuna pri upoštevanju enakih izgub  $P_4$ , kjer so na krivulji označene točke izračunov (69 točk, ki si na začetku sledijo vsako minuto, kasneje je časovni korak povečan na 2 min). Bolj zanimiv je potek temperature ob upoštevanju izgub  $P_3$ , ki je izrisan z modro linijo, točke izračuna pa so označene s kvadrтки. Tu vidimo, da je na začetku temperaturni gradient največji, saj se v sistemu sprošča največja moč segrevanja, z rastjo temperature pa se skladno z enačbo za  $P_3$  zmanjšuje moč segrevanja, kar pa povzroča vse počasnejše naraščanje temperature.

Z izračunom teh primerov smo pokazali, da lahko v programu OPERA Transient Thermal Analysis upoštevamo temperaturno odvisno moč segrevanja poljubnega volumna, ki nastopa v izračunu, kar smo lahko uporabili za izračun segrevanja magnetne tekočine.

V tem razdelku ostane še izračun segrevanja magnetne tekočine v dejanskem merilnem sistemu, ki ga uporabljamo za merjenje izgub. Za to imamo zgrajen geometrijski model z vsemi materiali, upoštevane magnetne izgube pa so pridobljene z eksperimentalnimi metodami.

Na začetku tega poglavja smo ugotovili, da se v vzorcu magnetne izgube s temperaturo spreminjajo, zato za izračun z MKE tudi potrebujemo temperaturno odvisnost izgub oziroma moči segrevanja. Za določitev tega je kalorimetrična metoda neuporabna, saj izgube določa zgolj v eni temperaturni točki in to pri začetni temperaturi v temperaturnem ravnovesju. Če bi

želeli dobiti temperaturno odvisnost izgub SAR, bi morali meritev ponoviti pri različnih začetnih temperaturah, pri čemer mora biti sistem v termičnem ravnovesju. To je praktično težje izvesti, saj je termično ravnovesje pogojeno s temperaturo hladilne vode in tako lahko dobimo samo eno merilno točko (temp. hladilne vode med 15 in 22 °C, odvisno od letnega časa), potrebujemo pa odvisnost v razponu med 15 in 95 °C. Z zaprtim sistemom kroženja hladilne vode pa bi bila ta metoda tudi primerna, s tem da bi morali imeti možnost nastavljanja temperature hladilne vode. Torej ta pristop ni primeren, je pa po drugi strani veliko bolj primerna druga metoda preko meritve histereznih zank materiala. V tem primeru je tekočina izpostavljena konstantnemu magnetnemu polju ( $f$  in  $H$  sta konstantna) in se zaradi delovanja izgub greje. Sedaj je enostavno določiti temperaturno odvisnost, saj lahko pri npr. vsaki spremembi temperature za 1 °C izvedemo meritev histerezne zanke in določimo SPL in tako dobimo odvisnost po celotnem temperaturnem območju. Rezultat takšne odvisnosti ( $P = f(T)$ ) prikazuje levi graf na sliki 5.22, kjer sta narisani dve družini točk za različno vrednost polja  $H$  in ustrezno preračunani ((5.17) in (5.18)). Točke smo za potrebe izračuna z MKE aproksimirali z dvema premicama, ki sta na istem grafu označeni z  $P_{\text{Lin. aproks.}}$ .



**Slika 5.22:** Eksperimentalno dobljena krivulja SPL za dve različni vrednosti polja ter aproksimacijski funkciji; desno primerjava tranzientne analize MKE in meritev.

Rezultat izračunov segrevanja vzorca z MKE je prikazan na desni sliki, kjer sta izrisana tudi oba merjena poteka temperature vzorca pri istih vrednostih polja. Vidimo, da je ujemanje precej dobro v stacionarnem stanju, manjša odstopanja v kolenu izračunanih krivulj pa so lahko posledica neustrezne aproksimacijske funkcije in tudi morebiti neustreznih parametrov izračunov MKE, predvsem parametra specifične toplote materialov (Tabela 5.2).



## 6. PRIKAZ REZULTATOV

V tem poglavju predstavljamo rezultate eksperimentalnega določanja magnetnih izgub magnetnih tekočin. Predstavljeni so rezultati obeh metod (opisane v poglavjih 4.1 in 4.2) za testni vzorec magnetne tekočine, ki smo ga natančneje analizirali. V času nastajanja tega dela je bilo okarakteriziranih preko trideset različnih vzorcev magnetnih tekočin Laboratorija za anorgansko kemijo (LAK), Fakultete za kemijo in kemijsko tehnologijo.

### 6.1 Analiza testnega vzorca magnetne tekočine

Za testiranje obeh eksperimentalnih metod za določevanje izgub smo zgradili merilni sistem, potrebovali pa smo še merjeni vzorec magnetne tekočine. Pri tem načeloma nismo omejeni, saj je sistem univerzalen in lahko meri tekočine s poljubno odzivnostjo na magnetno polje; izbrali smo takšno, ki ima izrazitejšo odzivnost na magnetno polje. Povedano drugače, to pomeni, da se tekočina v primeru izmeničnega magnetnega polja bolj greje oziroma je njena histerezna zanka izrazitejša. Za to smo v začetni fazi preizkušali segrevanje veliko vzorcev tekočine pod enakimi pogoji (frekvenca in amplituda polja) in izbrali tekočino, ki se je najbolj segrevala.

Za testni vzorec magnetne tekočine smo izbrali komercialno dostopno magnetno tekočino (slika 6.1).



**Slika 6.1:** Komercialni vzorec magnetne tekočine.

Glede na to, da je vzorec komercialen, o njem nimamo veliko podatkov za razliko od vzorcev, ki so jih zagotovili iz LAK. Ker so v LAK vzorce tekočin pripravljali sami, smo lahko za vsak vzorec dobili vse potrebne podatke za izračun izgub. V primeru komercialnega vzorca pa teh podatkov nismo imeli. Za ovrednotenje izgub smo tako morali najprej izvesti nekatere preizkuse, da smo ugotovili določene strukturne lastnosti vzorca.

V enačbah (3.22) in (3.21) na strani 40 nastopajo konstante, ki so svojske vsakemu vzorcu in so potrebne za določitev izgub. To so gostota tekočine  $\rho_{\text{tek}}$ , masni delež magnetnega materiala v tekočini  $\varphi_{\text{mas}}$  in specifična toplota tekočine  $C_{\text{tek}}$ .

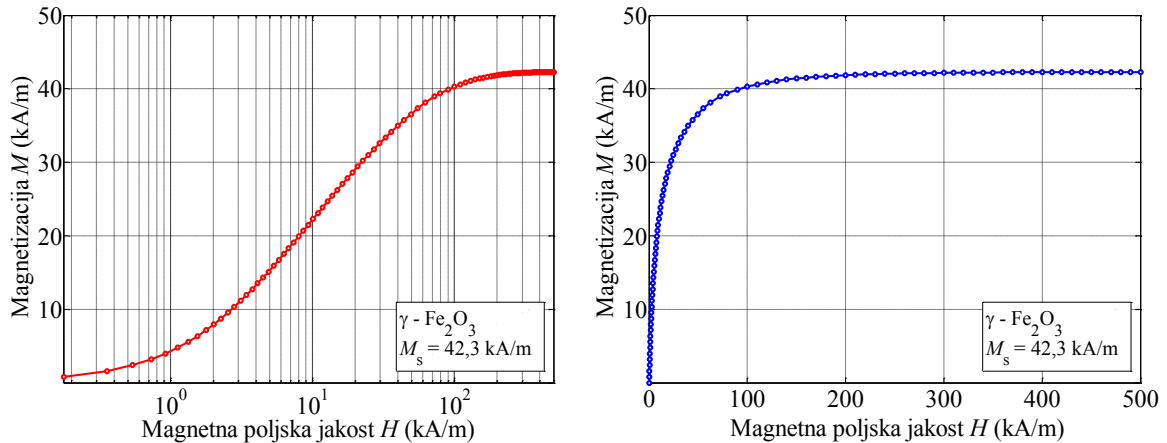
Najprej si pogledjmo parameter, ki ga je najenostavneje določiti; to je gostota tekočine. Za določitev parametra potrebujemo natančno tehtnico in znani volumen tekočine. Gostota je definirana kot kvocient mase in volumna; v našem primeru smo za  $7 \text{ cm}^3$  vzorca določili maso 9,2 g tako, da je gostota

$$\rho_{\text{tek}} = \frac{m_{\text{tek}}}{V_{\text{tek}}} = \frac{9,2}{7} = 1,3143 \left( \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right). \quad (6.1)$$

Druga konstanta je delež magnetnega materiala v magnetni tekočini. Govorimo o koncentraciji dispergiranega magnetnega materiala, pri tem pa razlikujemo dve konstanti in sicer masno koncentracijo ter volumensko koncentracijo. Volumenska koncentracija pomeni delež volumna, ki ga zavzamejo magnetni delci, medtem ko masna koncentracija pomeni delež mase magnetnega materiala v magnetni tekočini.

Volumenska koncentracija pri določanju izgub ni pomembna, je pa ključen parameter pri analizi tekočine s pomočjo Langevinove enačbe (3.3). V poglavju 3 smo zapisali, da velja enačba za magnetizacijo nasičenja magnetne tekočine  $M_s = \varphi M_d$ , kjer je  $M_d$  magnetizacija grobozrnatega materiala in  $\varphi$  koncentracija magnetnih delcev v tekočini oziroma konstanta  $\varphi_{\text{vol}}$ . Torej, če poznamo vrsto materiala in njegovo magnetizacijo nasičenja trdnega materiala, lahko iz merjene magnetizacije določimo volumensko koncentracijo. Analiza vzorca je pokazala, da tekočina vsebuje magnetne delce t.i. maghemit  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , nosilna tekočina pa je mineralno olje. Za maghemit literatura [25] navaja podatek  $M_d = 417 \text{ kA/m}$ , literatura [26] se sklicuje na podatek  $M_d = 400 \text{ kA/m}$ . Torej zasledimo lahko različne podatke, ki pa običajno niso podani pri isti temperaturi vzorca. Za naš izračun bomo uporabili vrednost magnetizacije nasičenja grobozrnatega materiala  $M_d = 400 \text{ kA/m}$ . Omenimo, da v tuji literaturi za magnetizacijo nasičenja uporabljajo oznako  $M_{s\text{Bulk}}$ , kjer oznaka »s« pomeni *saturation* oziroma nasičenje, oznaka »Bulk« pa pomeni da gre za grobozrnat material. Vrednost magnetizacije nasičene magnetne tekočine pa določimo z meritvijo magnetizacije. Vzorec smo izpostavili magnetnemu polju, ki smo ga postopoma večali. Pri tem smo merili magnetizacijo do nasičenja, da smo lahko izrisali odvisnost  $M = f(H)$ , kot je to predstavljeno na sliki 6.2. Oba grafa na tej sliki podajata isto funkcijsko odvisnost, razlika je samo v merilu magnetne poljske jakosti. Pri levem grafu je v logaritemskem merilu z namenom, da lažje

odčitamo začetno vrednost, ki je potrebna za določitev začetne susceptibilnosti. Na desnem grafu pa je funkcijska odvisnost izrisana v linearnem merilu magnetne poljske jakosti, kjer vidimo običajno obliko krivulje magnetizacije, ki pri manjših vrednostih polja strmo narašča do kolena (približno 50 kA/m) in nato prehaja v nasičenje.



**Slika 6.2:** Merjena magnetizacijska krivulja vzorca magnetne tekočine, logaritemsko in linearno merilo magnetne poljske jakosti.

Iz grafa je razvidno, da se vrednost magnetizacije od magnetne poljske jakosti 200 kA/m ne spreminja več, kljub temu da  $H$  še vedno narašča. Torej magnetizacija doseže svoj maksimum oziroma nasičenje pri vrednosti  $M_s = 42,3$  kA/m. Iz tega lahko izračunamo volumensko koncentracijo kot razmerje

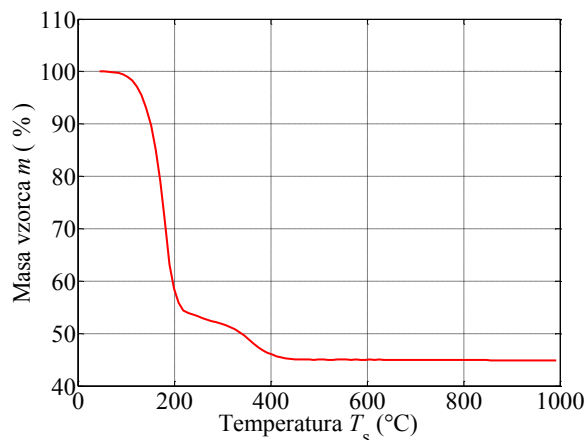
$$\varphi_{\text{vol}} = \frac{M_s}{M_d} = \frac{42,3}{400} = 0,1057, \quad (6.2)$$

oziroma delež volumna magnetnih delcev v tekočini znaša 10,57 %.

Naslednja konstanta, ki jo potrebujemo pri določanju izgub, pa je masni delež železnih delcev v tekočini  $\varphi_{\text{mas}}$ , iz katerega lahko izračunamo še maso železnih delcev ter maso nosilne tekočine. Za določitev razmerja  $\varphi_{\text{mas}} = m_{\text{Fe}} / m_{\text{tek}}$  lahko izvedemo poizkus, kjer segrevamo določeno maso (100 %) magnetne tekočine. Zaradi povišane temperature začne nosilna tekočina izhlapevati, tako da na koncu izhlapevanja pri višjih temperaturah ostanejo samo še železni delci. Končna masa (izražena v %) pomeni masno koncentracijo magnetnih delcev. Primer takšnega preizkusa<sup>1</sup> vidimo na grafu (Slika 6.3), kjer iz začetne mase 100 % izpari vsa nosilna tekočina pri temperaturi nad 430 °C in ostane samo železni prah, katerega masa znaša

<sup>1</sup> Preizkus segrevanja so opravili v Laboratoriju za anorgansko kemijo Univerze v Mariboru.

43,9 % začetne mase. Torej je masni delež  $\varphi_{\text{mas}} = 43,9 \%$ . Parametri preizkusa so: segrevanje  $\Delta T = 10^\circ\text{C}/\text{min}$ , začetna masa 100 mg in končna masa 43,89 mg.



**Slika 6.3:** Eksperimentalna določitev masnega razmerja, postopek segrevanja za določitev  $m_{\text{Fe}}$ .

Specifično toploto tekočine  $C_{\text{tek}}$  lahko dobimo iz meritve, a je za to potreben kalorimetričen poskus. Drugi pristop pa je, da iz razmerja magnetnih delcev in nosilne tekočine izračunamo specifično toploto. To lahko storimo le ob predpostavki, da poznamo specifični toploti obeh materialov v tekočini in njuno masno razmerje. V našem primeru imamo 43,2 % masni delež magnetita, dispergirane v mineralnem olju, kar pomeni, da je specifična toplota magnetne tekočine ( $C_{\text{tek}}$ ) določena kot

$$C_{\text{tek.}} = C_{\text{Fe}} \cdot m_{\text{Fe}} + C_{\text{min. olje}} \cdot m_{\text{min. olje}} = 0,633 \cdot 0,439 + 1,67 \cdot 0,561 = 1,2149 \left( \frac{\text{J}}{\text{gK}} \right), \quad (6.3)$$

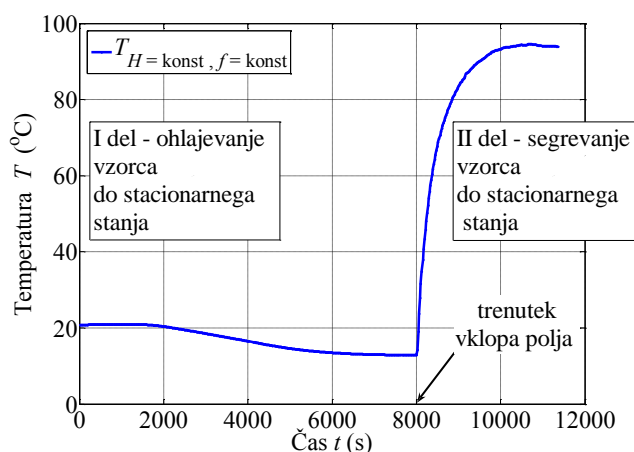
kjer je specifična toplota nosilne tekočine  $C_{\text{min. olje}} = 1,67 \text{ J/gK}$  vzeta iz literature [83], specifična toplota magnetita  $C_{\text{Fe}} = 0,663 \text{ J/gK}$  pa iz literatur [84] in [85].

## 6.2 Določitev izgub vzorca po kalorimetrični metodi

Izgube magnetne tekočine, določene po kalorimetrični metodi označujemo s kratico SAR, za njihovo določitev pa poleg konstant, omenjenih v prejšnjem razdelku, potrebujemo tudi merjeno temperaturo segrevanja. Bolj natančno enačba (3.22) na strani 40 zahteva, da potrebujemo začetni naklon krivulje segrevanja oziroma  $(\Delta T/\Delta t)_{t=0}$ . Meritev segrevanja vzorca magnetne tekočine, izpostavljene znani amplitudi in frekvenci magnetnega polja, smo izvajali tako, da smo temperaturni senzor potopili v vzorec v epruveti in merili temperaturo ter čas. Preden izvedemo kalorimetrično meritev, pa je pomembno, da je merjeni vzorec ter merilni sistem v temperaturnem ravnovesju. To pomeni, da v času pred izvedbo meritve ni



prenosa toplote iz vzorca na merilni sistem ali obratno. Dejansko temperaturo merilnemu sistemu ter vzorcu vsilimo s tem, ko ga priklopimo na vodno hlajenje (opisano v poglavju 4.3) in se temperatura sistema ustali na vrednost temperature hladilne vode. Torej vse kalorimetrične meritve, ki so predstavljene v nalogi, so sestavljene iz dveh delov. V prvem delu meritve, ko je skozi merilni sistem vzpostavljen pretok hladilne vode s konstantno temperaturo, vzbujalna tuljava pa ni napajana, poteka temperaturna stabilizacija merilnega sistema in vzorca. V tem delu meritve se temperatura merilnega sistema in merjenega vzorca izenači s temperaturo hladilne vode. Slika 6.4 prikazuje časovni potek temperature vzorca za primer prvega ter drugega dela meritve. Vidimo, da je od trenutka  $t = 0$  s do trenutka  $t = 8000$  s potekalo ohlajevanje vzorca do nastopa termičnega ravnovesja. S tem je izpolnjen pogoj za začetek meritve oziroma za pričetek drugega dela.



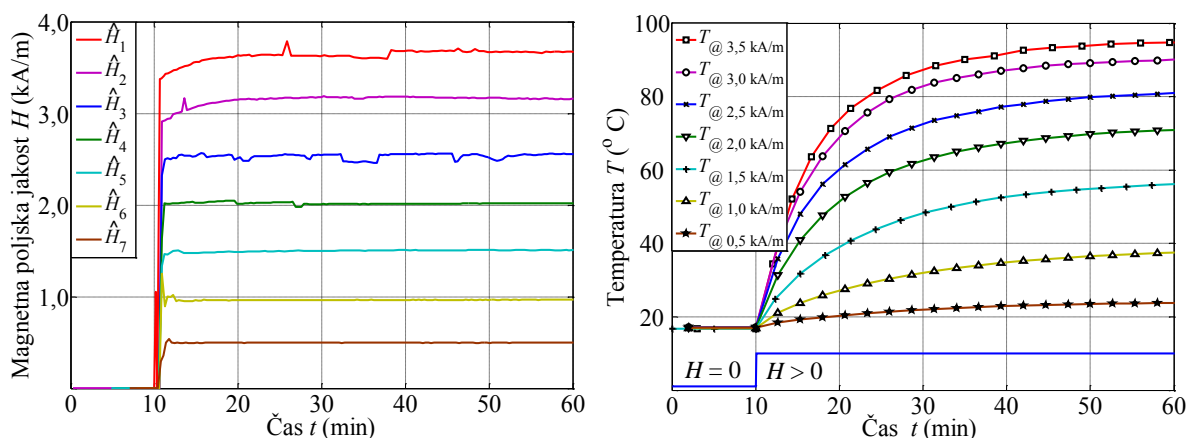
**Slika 6.4:** Časovna odvisnost temperature vzorca: v prvem delu poteka izenačevanje temperature vzorca s temperaturo hladilne vode brez prisotnosti polja, v drugem poteka segrevanje vzorca zaradi magnetnega polja do stacionarnega stanja.

V drugem delu pa v trenutku  $t = 8000$  s vklopimo magnetno polje konstantne amplitude ter frekvence, vzorec magnetne tekočine pa se začne segreti. Meritev drugega dela traja do nastopa stacionarnega stanja temperature vzorca, to pa je takrat, ko je proizvedena toplota enaka odvedeni. Dejansko nas segrevanje do stacionarnega stanja ne zanima, saj potrebujemo zgolj prvih nekaj merilnih točk segrevanja, kar zadostuje za določitev začetnega naklona krivulje segrevanja potrebnih za izračun SAR.

Cilj disertacije je bil določitev funkcijske odvisnosti SAR od magnetne poljske jakosti za izbrane frekvence polja. Za določitev teh odvisnosti je potrebno za vsako izbrano frekvenco ponoviti meritev. V nadaljevanju je najprej predstavljen primer merjenja izgub pri spremenljivi amplitudi in konstantni frekvenci magnetnega polja, nato pa še obratno, in sicer pri konstantni amplitudi in spremenljivi frekvenci polja.

### Meritev pri konstantni frekvenci magnetnega polja

V tem razdelku so predstavljeni rezultati, kjer smo snemali odziv segrevanja magnetne tekočine, ko je izpostavljena magnetnemu polju s konstantno frekvenco in različnimi amplitudami. Tudi v tem primeru je izvedba meritve potekala v dveh delih, kjer smo v prvem delu dosegli temperaturno stabilnost sistema po vzpostavitvi pretoka hladilne vode s konstantno temperaturo. Ko smo dosegli ustaljeno stanje (sprememba manj kot  $\pm 0,1$  °C/min), smo začeli z drugim delom meritve, pri katerem smo vzorec izpostavili magnetnemu polju želene amplitude. Vseskozi smo opazovali spreminjanje temperature magnetne tekočine, meritev pa je trajala tako dolgo, dokler nismo dosegli novega temperaturnega stacionarnega stanja. Slika 6.5 tako prikazuje časovne poteke amplitud izbranih magnetnih poljskih jakosti  $H$  pri frekvenci  $f = 106$  kHz. Meritve smo izvedli pri sedmih izbranih vrednostih magnetnih poljskih jakostih. Vrednosti so se nahajale v območju od  $H = 0,5$  kA/m do  $H = 3,5$  kA/m.



**Slika 6.5:** Časovni potek različnih amplitud magnetne poljske jakosti pri konstantni frekvenci  $f = 106$  kHz, desno sprememba temperature vzorca za iste primere. Čas od 0 do 10 minut polje ni prisotno, od 10. minute dalje je polje prisotno.

Iz časovnega poteka magnetne poljske jakosti  $H$  opazimo, da amplituda ni konstantna v celotnem delu meritve, ampak se s časom spreminja. To je posledica segrevanja elementov v nihajnem krogu, zaradi česa se spreminja amplituda toka in s tem posledično tudi magnetna poljska jakost. Pri nižjih tokovih je spreminjanje amplitude od želene vrednosti manjše, pri večjih tokovih pa so spremembe večje. Rešitev je zaprtozračna regulacija, ki pa ni bila izvedena, smo pa med meritvijo ročno korigirali amplitudo polja, če se je ta spremenila za več kot npr. 3 % od želene vrednosti. Analiza spremembe amplitude je predstavljena v nadaljevanju tega poglavja, kjer je predstavljena ponovljivost meritev, na tem mestu pa predpostavimo, da je polje skozi celotno meritev konstantno.

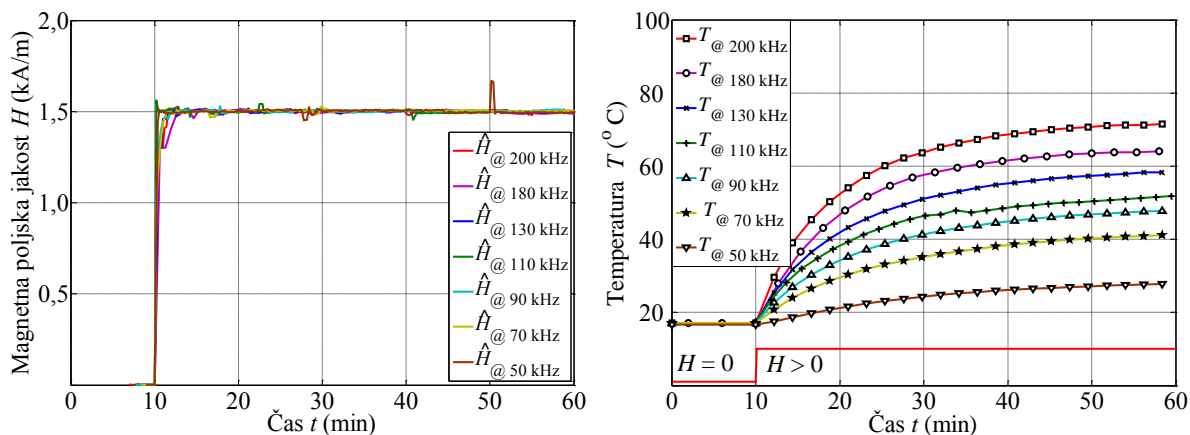
Slika 6.5 desno prikazuje spremembo temperature vzorca magnetne tekočine, kjer se je po pričakovanju najbolj segrela tekočina, ko je bila izpostavljena magnetnemu polju z največjo

amplitudo. V grafu so zaradi preglednosti izrisane točke z razmikom med 3 in 4 minutami, dejansko pa smo izvajali meritev vsakih 12 s. Končna temperatura segrevanja pri teh meritvah nima bistvene vloge, saj je odvisna predvsem od temperaturne razlike med segreto tekočino in okolico, ki pa je enaka vsiljeni temperaturi hladilne vode. Omeniti velja, da se je temperatura hladilne vode tekom leta spreminjala skladno z letnimi časi, pozimi hladnejša med 15 in 18 °C ter poleti toplejša med 22 in 25 °C.

Pomemben parameter pri izvajanju takšnih meritev je tudi položaj temperaturnega senzorja znotraj epruvete. Tu imamo v mislih predvsem globino potopa senzorja v tekočino ter morebitno dotikanje sten epruvete. Če želimo zagotoviti enake pogoje merjenja, je potrebno paziti tudi na ta dva vplivna parametra, saj bi v nasprotnem primeru lahko izmerili napačne temperature. V primeru, da se senzor dotika sten epruvete, je na tistem mestu nižja temperatura in meritev ni pravilna, enako pa velja, če je senzor povsem na dnu epruvete. Enak položaj senzorja smo zagotovili tako, da smo ustvarili mehansko oviro, ki senzorju onemogoča potop do dna. Obenem pa je temperaturna sonda s senzorjem na konici vstavljena v epruveto preko relativno dolgega votlega zamaška, ki mu onemogoča prestavljanje s svoje osi (razvidno s Slika 4.9 na strani 55), s tem pa preprečimo dotikanje sten epruvete.

### **Meritev pri konstantni amplitudi magnetnega polja**

Po istem principu, kot smo izvedli meritve pri konstantni frekvenci, lahko preverimo segrevanje magnetne tekočine pri konstantni amplitudi magnetnega polja. V predstavljenem primeru je izbrana amplituda  $H = 1,5 \text{ kA/m}$ , lahko pa bi izbrali poljubno amplitudo znotraj omejitev merilnega sistema. Za ta primer smo izbrali sedem različnih frekvenc napajanja in posneli temperaturne odzive segrevanja magnetne tekočine. Tudi tu ne preseneča, da je tekočina najbolj segreta v primeru najvišje frekvence (Slika 6.6 desno). Levi graf prikazuje časovno odvisnost amplitude polja, kjer vidimo relativno majhna odstopanja od zelene vrednosti. Opazimo tudi, da je za izvedbo takšne meritve potrebno precej časa za doseganje stacionarnega stanja, še posebej če upoštevamo tudi prvi del oziroma ohlajevanje sistema.



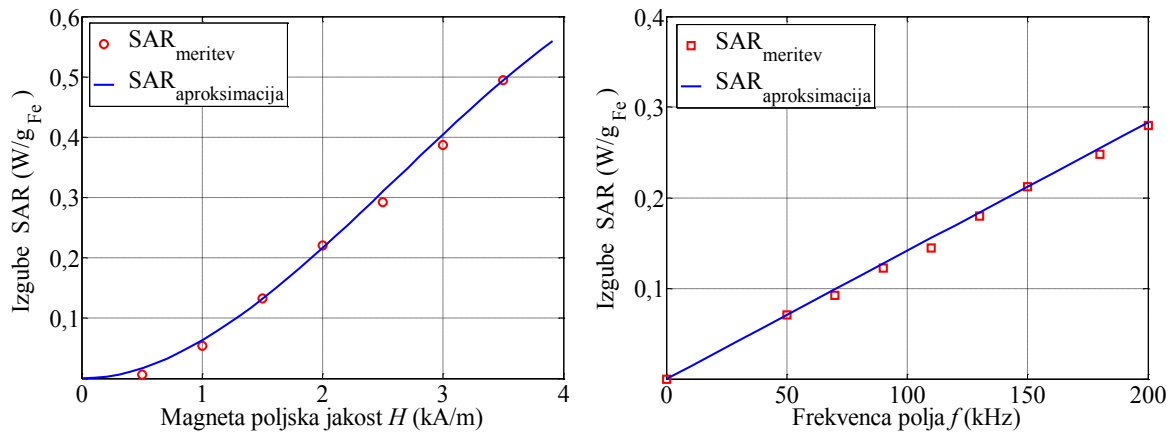
**Slika 6.6:** Časovni potek amplitud magnetne poljske jakosti  $H = 1,5$  kA/m pri različnih frekvencah magnetnega polja, desno sprememba temperature vzorca za iste primere. Čas od 0 do 10 minute: polje ni prisotno, od 10. minute dalje je polje prisotno.

Iz dobljenih časovnih potekov temperature lahko sedaj določimo maksimalne odvode in z uporabo podatkov tekočine iz spodnje tabele določimo krivulji SAR.

Tabela 6.1: Uporabljene vrednosti za izračun SAR.

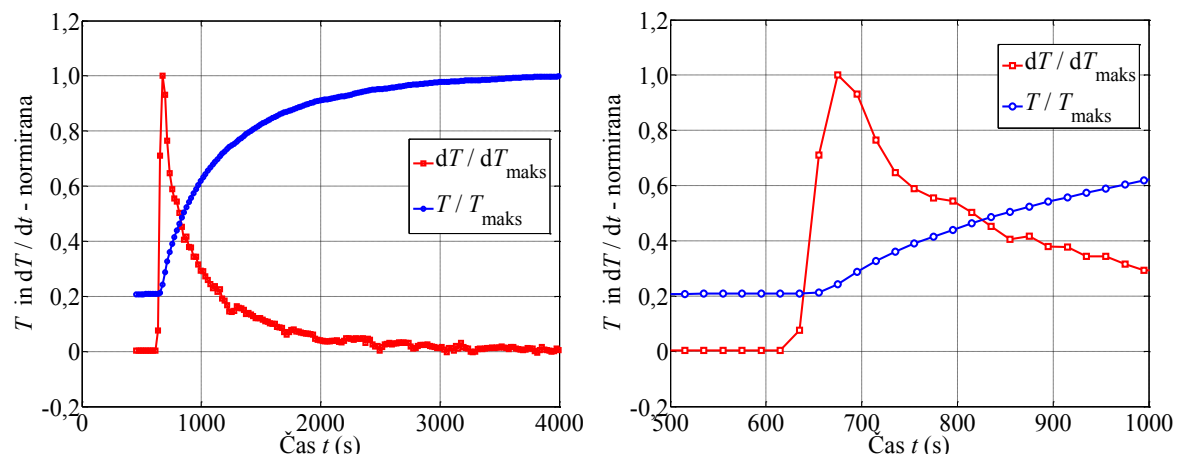
volumen tekočine	$V_{\text{tek}} = 7 \text{ cm}^3$
masa tekočine	$m_{\text{tek}} = 9,2 \text{ g}$
gostota tekočine	$\rho_{\text{tek}} = 1,3143 \text{ g/cm}^3$
relativni masni delež magnetnih delcev v tekočini	$\varphi_{\text{mas}} = 0,439$
skupna masa železnih delcev v celotnem volumnu	$m_{\text{Fe}} = \varphi_{\text{mas}} m_{\text{tek}} = 4,0388 \text{ g}_{\text{Fe}}$
specifična toplota tekočine	$C_{\text{tek}} = 1,1249 \text{ J/gK}$

Za konstantno vrednost frekvence in spremenljive amplitude magnetne poljske jakosti smo izračunali pričakovano kvadratno odvisnost izgub, ki je predstavljena na levem grafu (Slika 6.7), kjer so s točkami označene računane vrednosti, s polno črto pa aproksimacijska funkcija. Podobno lahko izrišemo odvisnost izgub od frekvence magnetnega polja, kjer smo pri konstantni amplitudi  $H$  določili segrevanje pri različnih frekvencah. Slika 6.7 desno prikazuje linearno odvisnost izgub od frekvence, kjer so ponovno s točkami risane merjene vrednosti, s polno črto pa aproksimirana krivulja, ki je v tem primeru premica. Na ta način bi lahko poiskali odvisnost SAR od katerekoli frekvence ali pa katerekoli amplitude polja znotraj omejitve našega merilnega sistema. Ta dva grafa potrjujeta začetno predpostavko, ki je zapisana z enačbo (3.17) in pravi, da so izgube (v tem primeru SAR) linearno odvisne od frekvence ter kvadratno od amplitude magnetne poljske jakosti.



**Slika 6.7:** Rezultat kalorimetričnih meritev, magnetne tekočine SAR, levi graf: odvisnost od amplitude polja pri konstantni frekvenci  $f = 106$  kHz, desni graf: odvisnost od frekvence polja pri konstantni amplitudi  $H = 1,5$  kA/m.

V primeru merjenih vrednosti temperature lahko izpostavimo problem določitve začetne vrednosti odvoda. Pričakovali bi, da je največja sprememba takoj po vklopu polja, a dejansko nastopi po približno eni minuti. To lahko razložimo s tem, da je potreben določen čas, da se masa magnetne tekočine segreje. Ta pojav je viden iz rezultata na grafu (Slika 6.8), ki prikazuje normirano temperaturo ter v istem grafu še diferenčne kvociente ( $\Delta T/\Delta t$ ), deljene z maksimalnim kvocientom. Levi graf prikazuje celotno meritev, iz katere je razvidno, da se maksimalni odvod res nahaja približno v trenutku vklopa polja. Če opazujemo odvod na manjši časovni osi, kot je to prikazano na desnem grafu, ugotovimo, da maksimalni kvocient ( $\Delta T/\Delta t$ ) ne nastopi v trenutku vklopa polja.

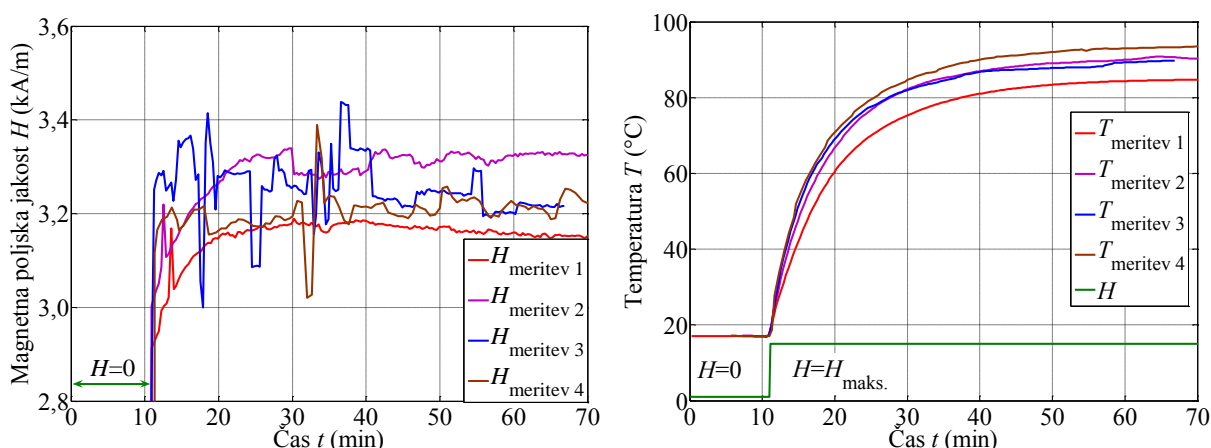


**Slika 6.8:** Časovni potek normirane vrednosti temperature ter odvoda temperature za določitev začetnega odvoda, desna slika prikazuje isto v časovnem intervalu med 500 in 1000 s.

### Ponovljivost meritev pri konstantni amplitudi magnetnega polja

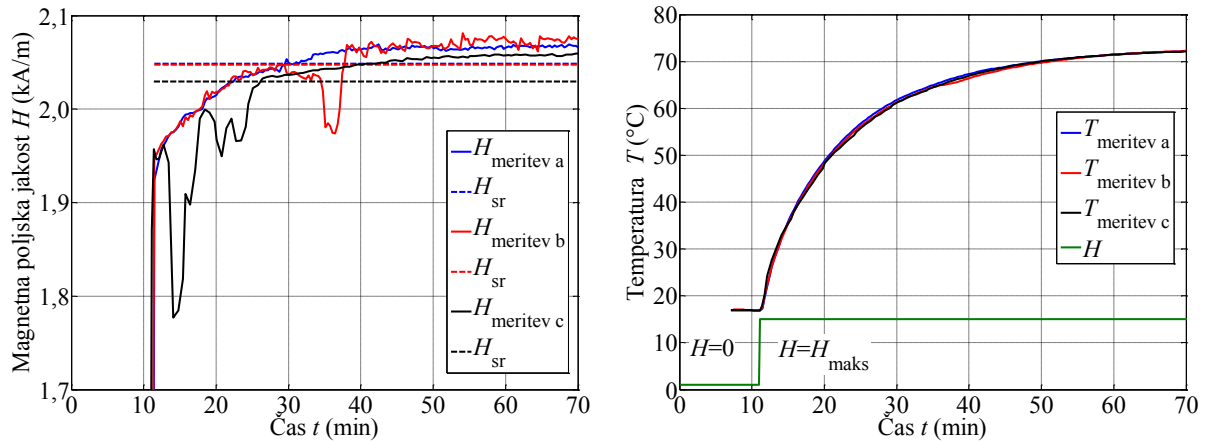
Na slikah, kjer so izrisani časovni poteki amplitude magnetne poljske jakosti smo omenili problem spreminjanja amplitude. Podrobneje si lahko ta problem predstavimo na primeru

štirih meritev temperature, kjer smo poizkušali na začetku meritve nastaviti amplitudo polja  $H$  ter meriti temperaturo vzorca. Na spremembo polja vpliva vrednost toka, ki pa je brez regulacijske zanke prepuščena samovoljnemu spreminjanju kot posledica spremembe temperature vezja kot tudi temperature okolice. Slika 6.9 levo prikazuje, da se magnetna poljska jakost v sistemu spreminja in to relativno veliko, glede na želeno vrednost  $H = 3,0$  kA/m. Ta vrednost polja nastopa le na začetku meritve, nato pa naraste, kot je razvidno iz krivulj. V primerih 2, 3 in 4 je razvidno tudi relativno veliko nihanje med merilnimi točkami, ki pa ni posledica segrevanja elementov vezja, temveč gre za poseganje merilca. Desni graf prikazuje poteke temperature vzorca, ki zdaleč niso enaki. Njihova odstopanja so tako v naklonu krivulje segrevanja kot v končni temperaturi. Ta primer prikazuje možne napake pri nepravilnem izvajanju meritev.



**Slika 6.9:** Časovni potek amplitude magnetne poljske jakosti, merjenje pri konstantni frekvenci  $f = 106$  kHz ter konstantni amplitudi  $H = 3,0$  kA/m polja za štiri primere nastavljenega polja, desno: potek temperature za iste primere.

Naslednji primer prikazuje rešitev odstopanja amplitude polja, kjer kot merilec posegamo v nastavljanje amplitude magnetne poljske jakosti tekom meritve. Podobno kot v prejšnjem primeru smo želeli preveriti ponovljivost meritev ob enaki nastavljeni vrednosti polja, kar vidimo na sliki 6.10. Poleg časovnega poteka so vrisane tudi srednje vrednosti, ki so označene z  $H_{sr}$  in izračunane z (6.4). Slika 6.10 na desnem grafu prikazuje potek temperature vzorca za primere  $a$ ,  $b$  in  $c$ . V tem primeru pa lahko govorimo o dobri ponovljivosti meritev, saj končna temperatura odstopa za manj kot  $0,2$  °C, hkrati pa je dinamika segrevanja podobna, kljub odstopanju amplitude v primeru  $c$  v začetnem delu.



**Slika 6.10:** Časovni potek amplitude magnetne poljske jakosti, merjene pri konstantni frekvenci  $f = 106$  kHz ter konstantni amplitudi  $H = 2,0$  kA/m polja za tri primere nastavljenega polja, desno: potek temperature za iste primere.

Da smo lahko podali oceno, kakšna odstopanja polja so še spremenljiva, smo signal  $H$  statistično obdelali. Če želimo oceniti srednjo vrednost magnetne poljske jakosti  $\overline{H}$ , potem moramo uporabiti spodnjo enačbo (6.4), pri tem pa smo vrednosti na začetku (čas med  $t = 0$  min in  $t = 11$  min) izvzeli, ker polje še nima želene nastavljene vrednosti, temveč je enako nič

$$\overline{H} = \frac{\sum_{i=1}^N H_i}{N}. \quad (6.4)$$

Ko smo določili srednjo vrednost, lahko izračunamo absolutni odklon<sup>1</sup> od srednje vrednosti. Označimo ga s parametrom  $D$ , računamo pa ga po spodnji enačbi.

$$D = |H - \overline{H}|. \quad (6.5)$$

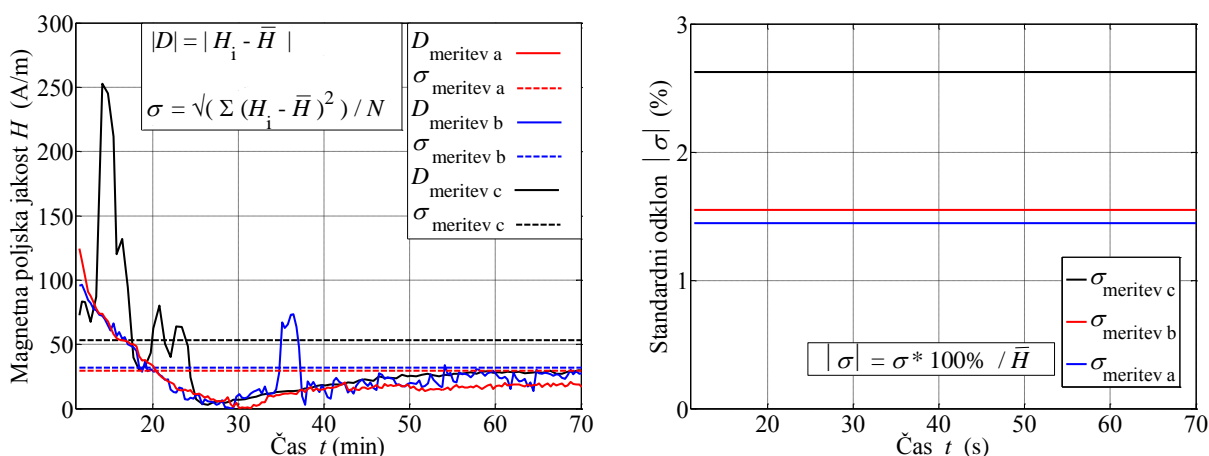
Da bi lahko podali oceno, koliko se spreminja amplituda polja pri posamezni meritvi, smo za vsako izmed njih izračunali povprečno vrednost in tudi standardni odklon<sup>2</sup>  $\sigma$ , ki smo ga izračunali po enačbi (6.6)

<sup>1</sup> Absolutni odklon je v statistiki absolutna razlika med izbrano spremenljivko in drugo izbrano točko. Praviloma to pomeni absolutno razliko med spremenljivko in aritmetično sredino ali mediano njene statistične populacije.

<sup>2</sup> Standardni odklon (tudi standardna deviacija) je statistični kazalec, največkrat uporabljen za merjenje statistične razpršenosti enot. Z njim je moč izmeriti, kako razpršene so vrednosti, vsebovane v populaciji.

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (H_i - \bar{H})^2}{N}} \quad (6.6)$$

Slika 6.11 prikazuje analizo magnetne poljske jakosti za vse tri primere. Levi graf prikazuje absolutne vrednosti  $D$ . Vidimo, da vrednosti ne odstopajo za več kot je  $\sigma$ , meritev pa ocenjujemo kot dobro, ko je parameter  $\sigma$  pod določeno mejo. Tako smo na desnem grafu izrisali še vrednost  $\sigma$ , kjer vidimo, da je v primeru  $a$  in  $b$  odstopanje manj kot 1,6 % od srednje vrednosti, v primeru  $c$  pa je odstopanje  $\sigma = 2,6\%$  in kljub temu dobimo relativno dobro ujemanje temperatur.



**Slika 6.11:** Absolutna vrednost standardnega odklona za primere  $a$ ,  $b$  in  $c$ , v odstotkih izražen standardni odklon za iste tri primere.

### Ponovljivost meritev za določitev začetnega odvoda krivulje segrevanja

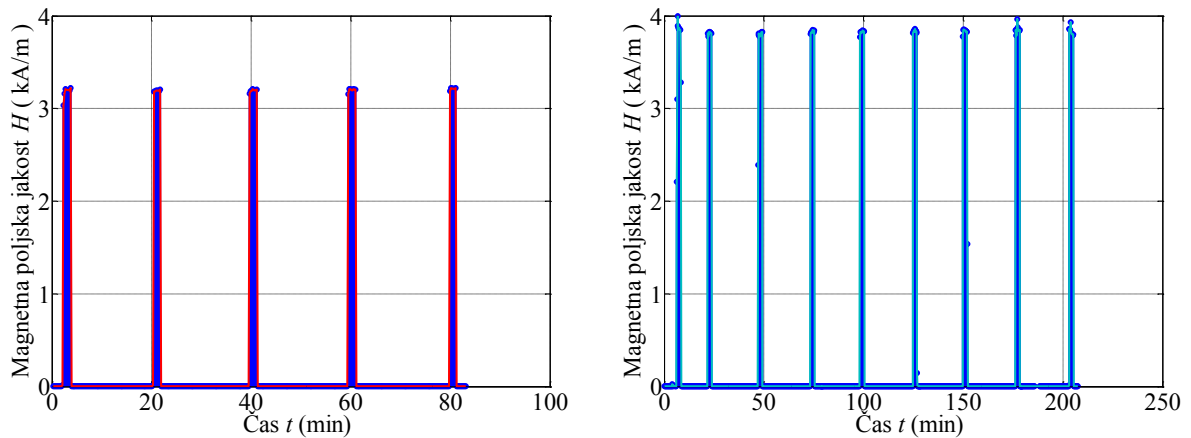
Pri kalorimetričnih meritvah, ki so predstavljene, smo venomer poiskali začetni odvod iz krivulje segrevanja. V tem razdelku pa je cilj ugotoviti, kakšna je ponovljivost meritev za določitev začetnega naklona krivulje segrevanja. V ta namen smo izvedli dve meritvi, kjer smo vzorec magnetne tekočine<sup>1</sup> večkrat zaporedoma izpostavili enakemu magnetnemu polju ter opazovali temperaturni diferenčni kvocient ( $\Delta T/\Delta t$ ).

V nadaljevanju so paralelno predstavljeni rezultati obeh meritev, kjer smo v prvem primeru  $a$  nastavili amplitudo  $H = 3,2$  kA/m, v drugem primeru  $b$  pa amplitudo  $H = 3,8$  kA/m. Prikaz časovnega poteka amplitud  $H$  za oba primera je predstavljen na sliki 6.12. Vidimo, da je meritev potekala časovno zvezno, kjer smo za kratek čas izpostavili vzorec magnetnemu polju, medtem se je tekočina segrela toliko, da smo lahko enoumno določili maksimalni

<sup>1</sup> tokrat vzorec laboratorija za anorgansko kemijo, zato prikazujemo samo začetne odvode in ne izračunanih izgub SAR.

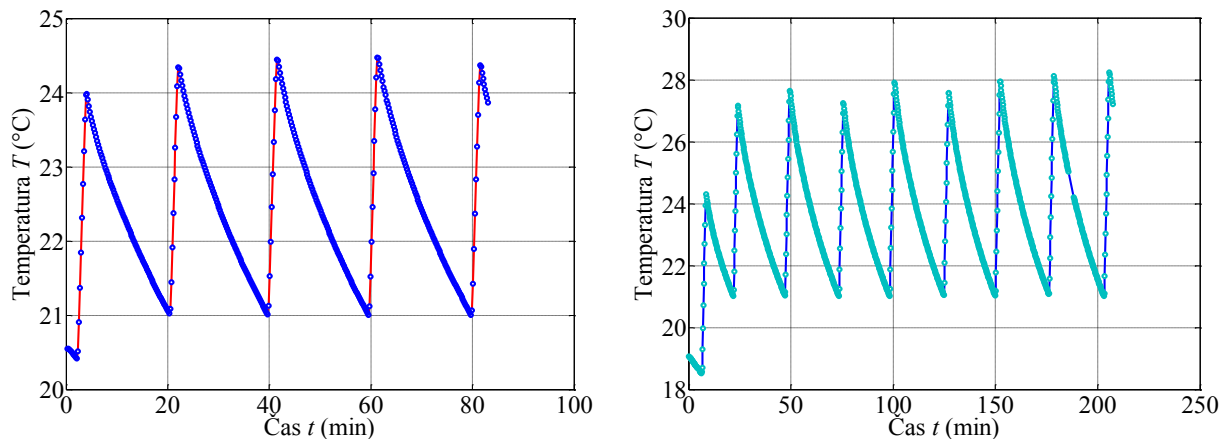


odvod temperature. Nato smo polje izklopili in počakali, da se tekočina ohladi na enako začetno temperaturo kot v prejšnjem primeru. Meritev smo ponovili v primeru *a* petkrat, v primeru *b* pa devetkrat.



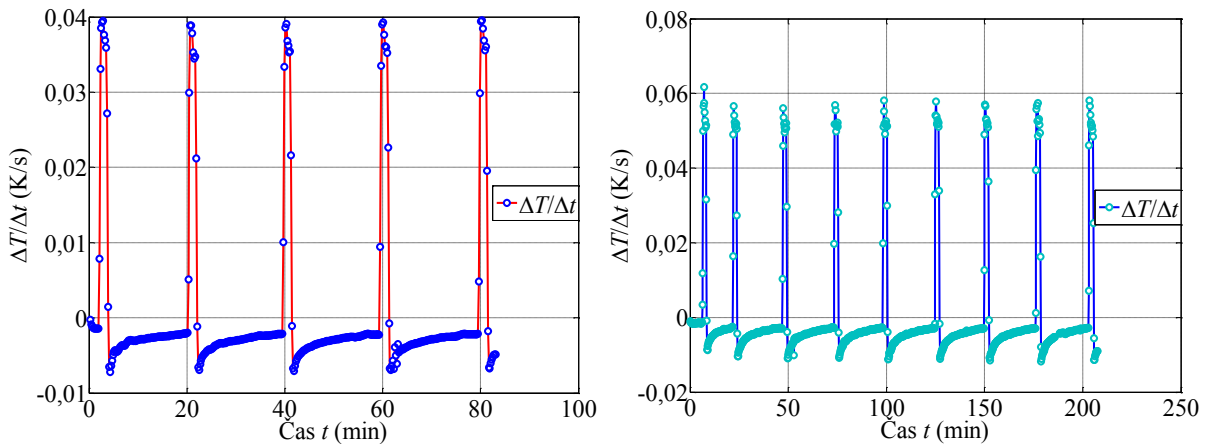
**Slika 6.12:** Časovni potek amplitude  $H$ ; levo za primer *a* ter desno za primer *b*.

Potek temperature za oba primera prikazujeta grafa na spodnji sliki 6.13. Razvidno je, da smo ponovno meritev začeli vedno pri isti temperaturi, za oba primera je bilo to pri 21 °C.



**Slika 6.13:** Časovni potek temperature  $T$ ; levo za primer *a* ter desno za primer *b*.

Če iz merjenih rezultatov izračunamo odvode temperature ( $\Delta T/\Delta t$ ), dobimo grafa, ki sta prikazana na sliki 6.14. V času, ko je polje prisotno, je segrevanje največje, takrat nastopi tudi maksimalni odvod ( $\Delta T/\Delta t$ ). Ko polje izklopimo, se prične vzorec ohlajati zaradi hladnejše okolice. Takrat je odvod negativen, kar je razvidno iz obeh grafov.

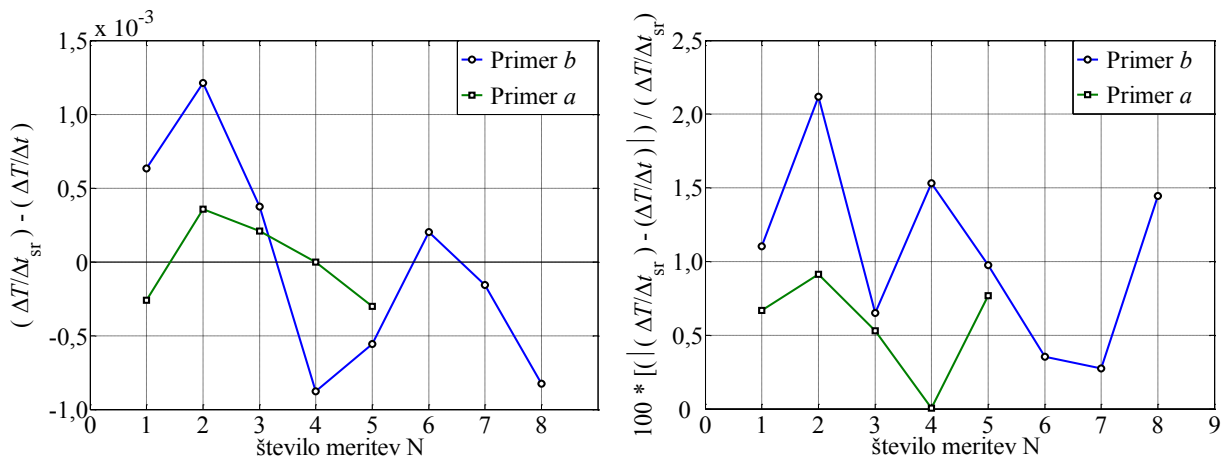


**Slika 6.14:** Odvod temperature  $T$ ; levo za primer  $a$  ter desno za primer  $b$ .

Za primer  $b$  smo analizirali začetne odvode tako, da smo najprej poiskali aritmetično srednjo vrednost odvoda (6.7), ki je znašala za osem meritev (izvzeli smo prvo meritev, ki začne pri  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$  nižji vrednosti)  $(\Delta T / \Delta t)_{\text{sr}} = 0,0572$

$$\left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_{\text{sr}} = \frac{\sum_{i=1}^8 \left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_i}{N}. \quad (6.7)$$

Nato smo od izračunane srednje vrednosti odšteli posamezne odvode in dobili krivuljo absolutnega odstopanja, ki je prikazana na grafu (Slika 6.15) levo. Če želimo oceniti odstopanje, je bilo treba te vrednosti deliti s srednjo vrednostjo ter pomnožiti s 100 %, tako da dobimo odstotno odstopanje, kot je to prikazano na grafu (Slika 6.15) desno. Vidimo, da je ponovljivost meritev relativno dobra, saj smo uspeli doseči odstopanje v območju  $\pm 2\%$  okrog srednje vrednosti v primeru  $b$ , ter  $\pm 1\%$  odstopanje v primeru  $a$ .

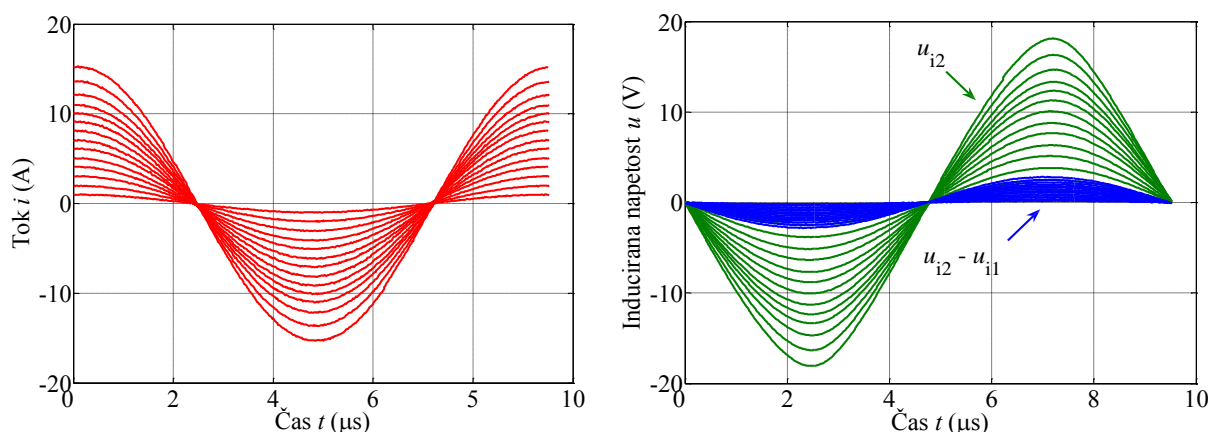


**Slika 6.15:** Analiza maksimalnega odvoda, razlika med srednjo vrednostjo maksimalnega odvoda ter maksimalnimi odvodi levo, desno odstotna vrednost odstopanja maksimalnega odvoda od srednje vrednosti za primer  $a$  in  $b$ .

### 6.3 Določitev izgub vzorca po metodi magnetnega merjenja

V poglavju 3.3 so na strani 40 predstavljene enačbe za določitev izgub, kjer je kot druga metoda v tem razdelku predstavljena metoda magnetnega merjenja. Izgube SPL so zapisane z izrazom (3.21), kjer poleg konstantnih vrednosti frekvence polja ter gostote tekočine za njihovo določitev potrebujemo še časovni potek magnetne poljske jakosti  $H(t)$  ter odvod gostote magnetnega pretoka v vzorcu magnetne tekočine  $dB(t)/dt$ . Ko imamo ta dva podatka, ju pomnožimo ter rešimo integral za dano periodo. Metoda je področno razložena v poglavju 4.2 na strani 47, na tem mestu pa predstavljamo rezultate določevanja izgub istega vzorca magnetne tekočine, za katerega smo okarakterizirali izgube po kalorimetrični metodi. Primer določevanja izgub po tej metodi je predstavljen za frekvenco polja 106 kHz, v nadaljevanju po so izgube predstavljene tudi za ostale frekvence.

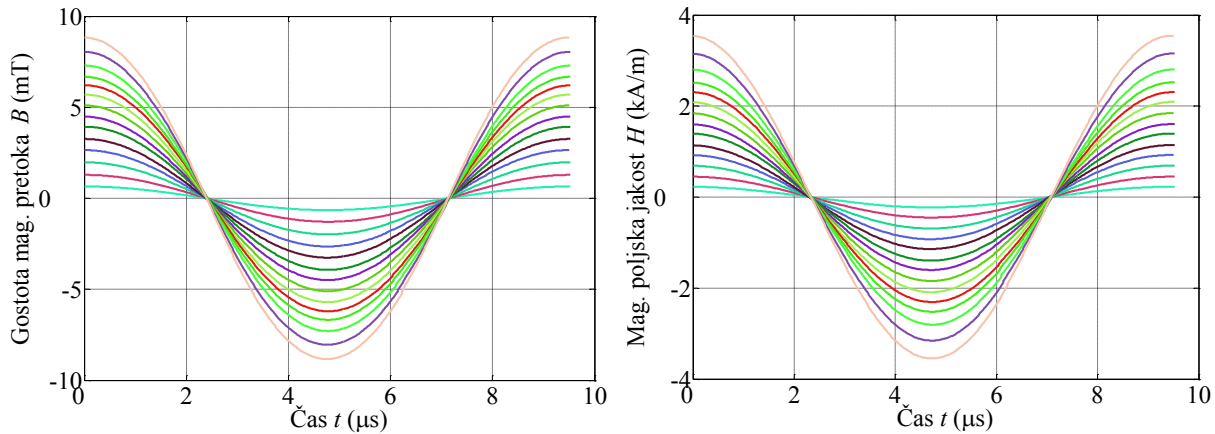
Meritev se tudi tukaj izvaja v dveh delih, kjer je prvi del meritve identičen prvemu delu kalorimetrične metode. Vzorec magnetne tekočine skupaj s temperaturnim senzorjem vstavimo v sistem, vzpostavimo pretok hladilne vode ter počakamo, da se temperatura ustali. Nato začnemo z meritvijo, kjer pri nastavljenem toku merimo obe inducirani napetosti, kot je predstavljeno z vezavo merilnih tuljavic (Slika 4.7). Tu lahko v relativno kratkem času izmerimo celotno karakteristiko izgub v odvisnosti od polja, za kar smo pri kalorimetrični metodi potrebovali več meritev. Slika 6.16 prikazuje spreminjanje toka v merilnem sistemu od 2 A do 15 A, ki povzroči polje v notranjosti merilnega sistema, ki je prikazano v nadaljevanju. Desna slika prikazuje obe inducirani napetosti merilnih tuljavic za iste primere; risani sta napetosti  $u_{i1}$  ter  $u_{i2} - u_{i1}$ , kot je predstavljeno na sliki 4.7 na strani 51.



**Slika 6.16:** Časovni potek toka v tuljavi za štirinajst različnih amplitud, desno potek induciranih napetosti merilnih tuljavic za iste vrednosti tokov.

Iz merjenih induciranih napetosti  $u_{i1}$  ter  $u_{i2} - u_{i1}$  lahko s pomočjo enačb (4.14) in (4.15) izračunamo časovna poteka magnetne poljske jakosti  $H(t)$  ter gostote magnetnega pretoka

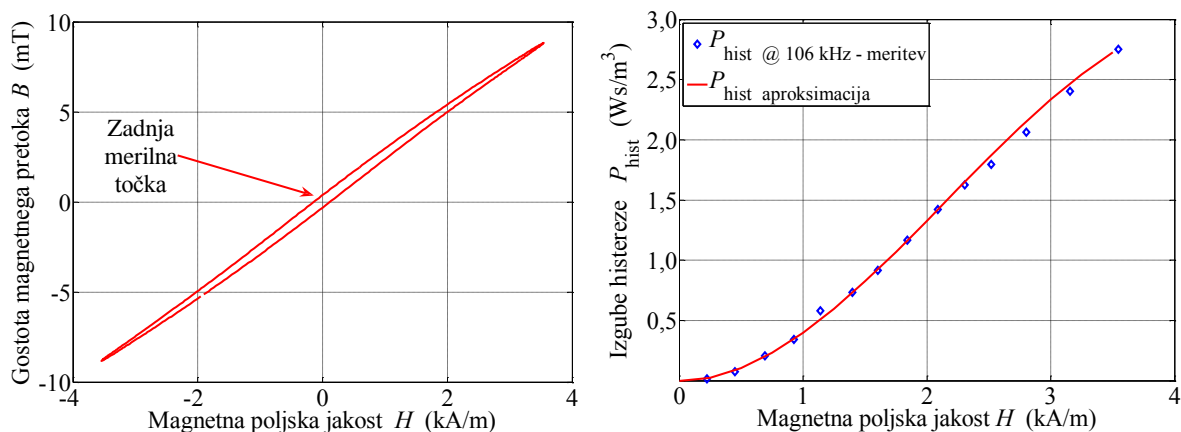
$B(t)$ . Rezultat meritev za iste primere vidimo na spodnjih grafih (Slika 6.17), kjer opazimo, da je maksimalna amplituda gostote magnetnega pretoka  $B = 8$  mT in maksimalna amplituda magnetne poljske jakosti  $H = 3,4$  kA/m.



**Slika 6.17:** Merjene vrednosti  $B(t)$  ter izračunane vrednosti  $H(t)$  (desno).

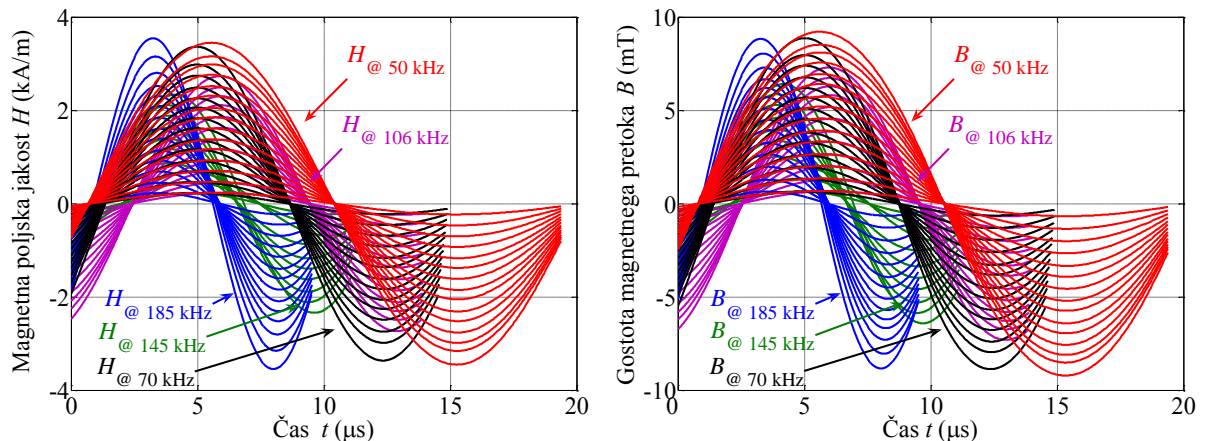
Za merjene signale  $B(t)$  in  $H(t)$  lahko izrišemo odvisnost  $B = f(H)$  tako in dobimo histerezne zanke. Če bi želeli izrisati zanke za vseh štirinajst primerov spremembe toka, bi bil graf precej nepregleden, zato je predstavljena samo zadnja zanka, ki je izrisana na levem grafu (Slika 6.18). Reševanje integrala produkta  $HdB$  dejansko pomeni določanje površine histerezne zanke, ki predstavlja izgube ene histereze materiala  $P_{\text{hist}}$ , določene s (6.8). Dejansko se izgube histereze z višanjem amplitude polja povečujejo, kar pa je predstavljeno na desnem grafu (Slika 6.18), kjer je poleg merjenih vrednosti  $P_{\text{hist}}$  risana še aproksimacijska funkcija.

$$P_{\text{hist}} = \int_0^T H(t) \frac{dB(t)}{dt} dt \quad \left( \frac{\text{A Vs}}{\text{m m}^2} = \frac{\text{Ws}}{\text{m}^3} \right), \quad (6.8)$$



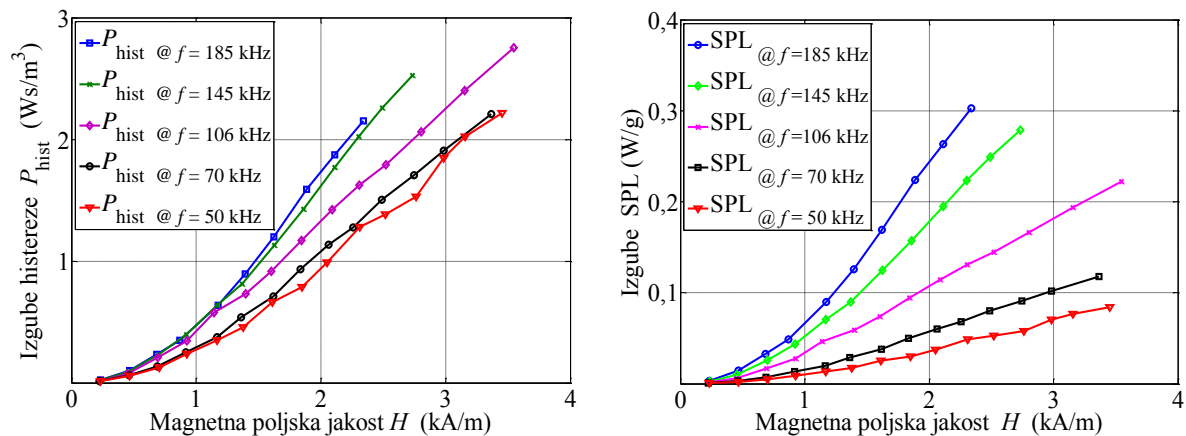
**Slika 6.18:** Izris histerezne zanke zadnje merilne točke (levo) ter površine histereznih zank v odvisnosti od amplitude polja za vseh štirinajst primerov (desno).

Izgube magnetne tekočine dobimo tako, da dejansko izračunamo enačbo (3.21). Rezultat je krivulja izgub »*specific power loss*« SPL oziroma specifična moč izgub, kjer smo izgube histereze (Slika 6.18 desno) pomnožili s frekvenco polja in delili z gostoto tekočine. Rezultat analize izgub magnetne tekočine s pomočjo metode magnetnega merjenja so krivulje SPL, ki smo jih za različne frekvence magnetnega polja dobili tako, da smo postopek določitev histereznih zank ponovili za druge frekvence. Spodnja slika prikazuje časovne poteke  $B(t)$  in  $H(t)$  za vseh pet izbranih frekvenc.



**Slika 6.19:** Potek magnetne poljske jakosti pri spremembi toka za različne frekvence napajanja (50, 70, 106, 145 in 185 kHz) (levo), gostote magnetnega pretoka za iste primere (desno).

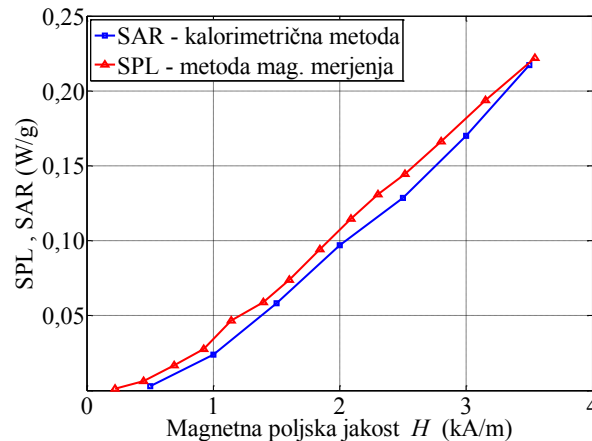
Rezultat izgub, določenih z metodo magnetnega merjenja, je predstavljen na spodnjem grafu (Slika 6.20). Kot vidimo, so izgube za večje frekvence polja višje, kar je skladno s pričakovanji.



**Slika 6.20:** Histerezne izgube v odvisnosti od amplitude magnetne poljske jakosti za različne frekvence magnetnega polja ter izgube SPL za iste primere.

Če primerjamo obe metodi za določanje izgub, je treba najprej uskladiti enote, saj se izgube SAR iz prejšnjega razdelka podajajo v  $W/g_{Fe}$ , medtem ko se izgube SPL podajajo v  $W/g$  tekočine oziroma kar  $W/g$ . Torej je izbira poljubna. V našem primeru se odločimo, da bomo

oboje podali v W/g. To pomeni, da smo morali izgube SAR (Slika 6.7 na strani 99) pomnožiti z masno koncentracijo, tako da smo dobili namesto izgube na gram magnetnega materiala rezultat izgube na gram tekočine. Slika 6.23 tako v istem grafu prikazuje oboje, kjer lahko trdimo, da sta metodi enakovredni.



**Slika 6.21:** Primerjava izgub magnetne tekočine, dobljene s kalorimetrično metodo in metodo magnetnega merjenja.

Kljub temu, da je med krivuljama manjše odstopanje, lahko to pripišemo vzrokom, ki so zbrani v nadaljevanju v obliki pozitivnih in negativnih lastnosti posamezne metode, najprej za kalorimetrično metodo:

- Je nedefinirana glede določitve maksimalnega odvoda, kar vnaša določene nepravilnosti.
- Je občutljiva na začetno temperaturo, pomembno je začetno temperaturno ravnovesje pred vsako meritvijo.
- Za določitev krivulje izgub pri različnih amplitudah polja ter konstantni frekvenci je potrebno relativno veliko časa.
- Je relativno enostavna saj za določitev izgub potrebujemo samo merilnik temperature ter specifično toploto tekočine.

Sedaj pa si pogledajmo še prednosti in slabosti metode magnetnega merjenja.

- Omogoča določitev temperaturne odvisnosti izgub (v nadaljevanju).
- Je relativno hitra, saj z enim nizom npr. 10 merilnih točk dobimo celotno krivuljo izgub pri spremenljivi amplitudi polja in konstantni frekvenci.
- Problem metode je točnost merjenih signalov, saj je material superparamagneten in kot tak ima neizrazito histerezno zanko.
- Zahteva numerični izračun površine histerezne zanke ter potrebujemo instrumente za merjenje  $B(t)$  in  $H(t)$ , metoda je v celoti bolj zahtevna.

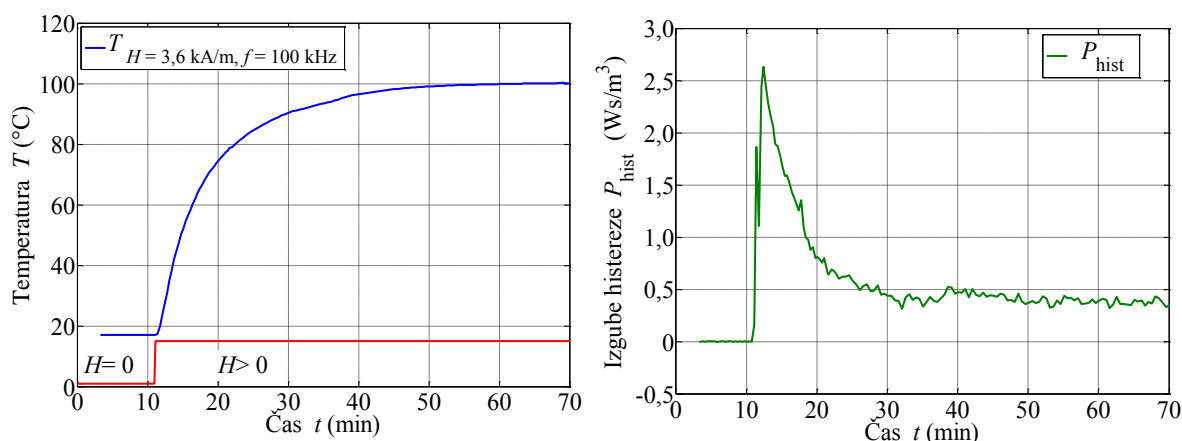
- Merilni tuljavici je potrebno natančno umeriti, preden ju uporabljamo za meritev  $B(t)$  in  $H(t)$ .

Metoda magnetnega merjenja je poleg omenjenih prednosti primerna še za določitev temperaturne odvisnosti izgub SPL. Do sedaj smo izgube tekočine ne glede na metodo vedno določali pri konstantnem polju in spremenljivi frekvenci oziroma obratno, pri spremenljivem polju in konstantni frekvenci. Pri obeh metodah pa je ključnega pomembna tudi temperatura vzorca, saj se izkaže, da so izgube močno temperaturno odvisne.

Če bi želeli to trditev dokazati s pomočjo kalorimetrične metode, bi za to potrebovali serijo meritev pri konstantnih  $f$  ali  $H$ , kjer bi spreminjali začetno temperaturo. Za doseganje tega bi potrebovali zaprtozančni sistem temperaturno nastavljive hladilne vode. Na primer, če je temperatura hladilne vode  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ , bi se sistem ustalil pri tej temperaturi in ko bi vklopili polje bi določili maksimalni odvod. Za drugo merilno točko bi spremenili temperaturo hladilne vode na npr.  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$  in ponovili meritev. Za izris celotne odvisnosti  $\text{SAR} = f(H)$  bi potrebovali vsaj 5 merilnih točk.

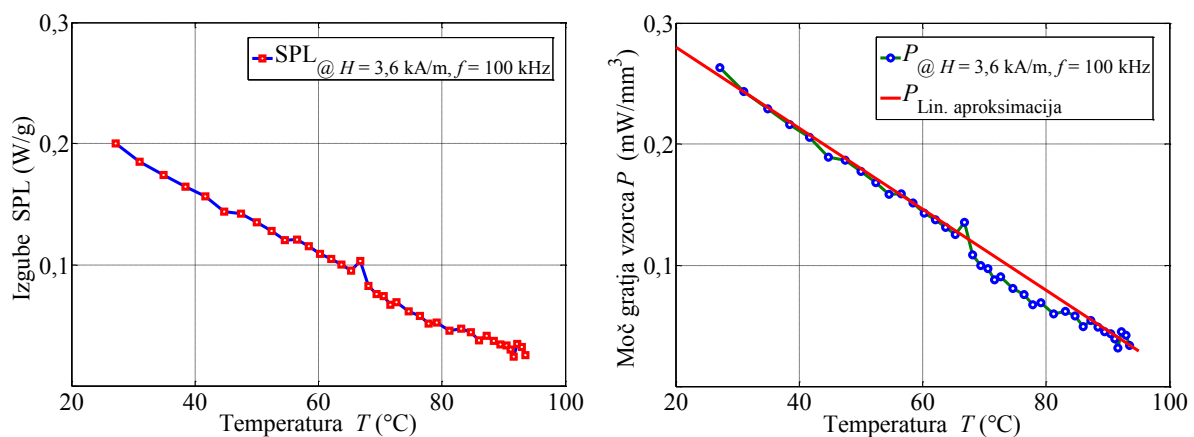
Drugi pristop pa je, da z metodo magnetnega merjenja določimo temperaturno odvisno krivuljo izgub. V tem primeru nastavimo želeno vrednost polja ( $f$  in  $H$  konstantni) in merimo izgube posredno preko merjenja  $B(t)$  in  $H(t)$ . Pri tem se tekočina zaradi delovanja izgub s časom segreje. Meritev izvajamo v določenih časovnih intervalih, kjer poznamo izgube, čas in temperaturo. Tako lahko sedaj enostavno izrišemo odvisnost izgub od temperature.

Da razložimo to trditev, je najbolje, da si ogledamo primer, ko smo izvajali segrevanje magnetne tekočine pri konstantnem polju frekvence  $100\text{ kHz}$  in amplitude  $3,6\text{ kA/m}$ . Pri tem se je tekočina segrevala od začetnih  $17\text{ }^{\circ}\text{C}$  do končnih  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Slika 6.22 levo).



**Slika 6.22:** Časovni potek temperature v primeru segrevanja tekočine s konstantnim poljem (levo), izgube histereze za isti primer (desno).

Slika 6.22 na desnem grafu prikazuje časovno odvisnost izgub histereze, kjer vidimo, da so ob vklopu polja na začetku največje, nato pa eksponentno padajo. Glede na to, da se amplituda in frekvenca polja s časom ne spreminjata, je edina spremenljivka temperatura, ki pa se spreminja (Slika 6.22). Če iz  $P_{\text{hist}}$  izračunamo izgube SAR za uporabo (3.21) in jih izrišemo v odvisnosti od temperature, dobimo spodnji graf (Slika 6.23). S tem smo pokazali, da so izgube temperaturno odvisne, pokazali pa smo tudi metodo, kako določiti takšno krivuljo  $SPL = f(T)$ . Desni graf prikazuje moč gretja vzorca  $P$  ( $\text{mW}/\text{mm}^3$ ), saj smo moč gretja v tej obliki potrebovali pri izračunu z MKE, kot je to predstavljeno v poglavju 5.3.2 na strani 83. Izračunali smo jo tako, da smo izgube SPL množili z gostoto tekočine.



**Slika 6.23:** Merjena temperaturna odvisnost SPL v W/g, za amplitudo polja 3,6 kA/m in frekvenco 100 kHz (levo), moč gretja vzorca v  $\text{mW}/\text{mm}^3$  za isti primer (desno).



## 7. KONČNE UGOTOVITVE IN SKLEP

V doktorski disertaciji je opisan pojav izgub magnetnih tekočin v izmeničnem magnetnem polju ter posledice delovanja polja na material. Iz predstavljenega lahko za zaključek povzamemo končne ugotovitve, zapišemo izvirne znanstvene prispevke disertacije ter predstavimo smernice za nadaljnje delo na tem področju.

Ena izmed posledic delovanja izgub magnetne tekočine, ko so izpostavljene izmeničnemu magnetnemu polju, je segrevanje tekočine. Kot je predstavljeno v poglavju 4.1 na strani 41, obstaja metoda, ki ravno na osnovi povišanja temperature določi specifične izgube magnetne tekočine. Metoda se imenuje kalorimetrična, saj temelji na kalorimetru, merimo pa specifično stopnjo absorpcije SAR. Posledica enostavnosti metode je njena razširjenost pri karakterizaciji izgub magnetnih tekočin, a lahkomiselnost uporaba lahko privede do napačnih rezultatov. V delih [41], [44]-[47], [49], [51], [54] in [55] so opisani kalorimetri in kalorimetrične metode, za katere lahko izpostavimo kar nekaj skupnih pomanjkljivosti. V doktorski disertaciji smo izvajali kalorimetrične meritve magnetnih tekočin tako, da smo zgradili kalorimeter in skušali odpraviti pomanjkljivosti merilnih sistemov v omenjenih literaturah. Osrednji element takšnega kalorimetra je vsekakor solenoidna tuljava, ki ustvarja magnetno polje. Tuljava mora imeti zadostno aksialno dolžino, da zagotovimo homogenost polja v centru tuljave, kjer je v epruveto vstavljen vzorec merjene tekočine. V literaturi opazimo tudi takšne tuljave, ki imajo samo nekaj ovojjev, kar pomeni, da ustvarjeno magnetno polje vsekakor ni homogeno. Dokaz homogenosti polja v centru smo potrdili z izračunom sistema z metodo končnih elementov v poglavju 5.2 na strani 72. Naslednja izboljšava glede na ostale sisteme je izničenje vpliva segrevanja vzbujaalne tuljave. Ponudili smo rešitev vodno hlajene tuljave, kjer se s pretakanjem vode po ceveh lahko vpliv segrevanja tuljave zanemari. S tem smo sistemu vsilili zunanjo temperaturo tako, da je tudi vpliv temperature okolice na izvajanje meritev ničen. Termično izolacijo med merjenim vzorcem in okolico pa smo izboljšali tudi z uporabo vakuumske cevi in stiroporne izolacije. Naslednja prednost pred ostalimi kalorimetričnimi sistemi pa bo izvajanje merjenja temperature. Predstavljena je rešitev v obliki izvajanja merjenja temperature z optičnim termometrom, ki ni občutljiv na prisotnost magnetnega polja. Primer določevanja izgub po kalorimetrični metodi je za vzorec magnetne tekočine predstavljen v poglavju 6 na strani 91.

**Izgradnja izboljšane, termično izoliranega kalorimetra s homogenim magnetnim poljem za določitev magnetnih izgub magnetnih tekočin predstavlja prvi izvirni znanstveni prispevek.**

Vzbujalno tuljavo kalorimetra smo vključili v nihajni krog, ki smo mu prilagajali resonančno frekvenco s spreminjanjem kapacitivnosti paralelno vezanih kondenzatorjev. S tem načinom napajanja je potrebna bistveno manjša moč napajalnika, saj napajalnik pokriva le nastale izgube. Napajalnik, ki je v bistvu močnostni ojačevalnik, smo krmilili s signalom iz funkcijskega generatorja, ki je omogočal generacijo sinusnega signala na dovolj širokem frekvenčnem območju. Eksperimentalni sistem poleg napajalnega dela vsebuje tudi merilni del za zajemanje podatkov. Pri tem mislimo predvsem na merjenje električnih veličin v vezju in magnetnih veličin ter temperature v merjenem vzorcu. Merilne naprave smo preko vodila povezali z osebnim računalnikom in v programskem okolju LabView razvili program za izvajanje meritev. Program omogoča avtomatizirano zajemanje in shranjevanje podatkov meritev, kakor tudi njihovo obdelavo in analizo rezultatov. Poleg omenjenega je bil cilj razviti merilni postopek po kalorimetrični metodi kakor tudi ovrednotiti izgube na osnovi enačbe (1) iz literature [31].

**Izgradnja merilnega vezja in razvoj programa za zajemanje merilnih podatkov, analize rezultatov ter izračuna izgub predstavljajo drugi znanstveni prispevek.**

Zaradi dolgotrajnih meritev in nejasnosti pri določevanju začetnega naklona krivulje segrevanja (enačba (1) iz [31]) smo želeli ovrednotiti izgube še po drugi metodi. V tem primeru govorimo o določanju izgub iz površine dinamične histerezne zanke, kot je to predlagano za feromagnetno pločevino v [3] in [4], kakor tudi magnetne tekočine v literaturah [17], [27] - [29] in [45]. Za nas je pomembno takšno merjenje histerezne zanke materiala, da smo lahko s pomočjo enačbe 7.25 v literaturi [3] na strani 368 določili specifične izgube ob poznavanju gostote materiala.

Takšno meritev najdemo v literaturi [27] in [28], kjer so merili histerezne izgube magnetnih prahov z uporabo instrumenta, imenovanega "*Vibrating Sample Magnetometer*". Drugih merilnih metod za merjenje magnetnega polja ter odziva materiala na magnetno polje v literaturi nismo našli. Pri tem mislimo predvsem na merilne metode, ki so za pogosteje rabljene materiale dobro opisane v literaturi [3]. Zato smo princip merjenja magnetne poljske jakosti  $H$  in gostote magnetnega pretoka  $B$  povzeli po [3] in ustrezno spremenili tako, da je metoda primerna za merjenje magnetnih tekočin.

Merilni instrument, čigar osnovna funkcija je merjenje veličin polja  $H$  in  $B$ , nismo na novo zasnovali ampak smo v fazi načrtovanja kalorimetra dodali dva elementa. To sta merilni tuljavici za merjenje  $H(t)$  in  $B(t)$ . Koncentrično naviti tuljavici sta nameščeni tako, da sta zaobjeli epruveto z vzorcem magnetne tekočine nameščene v centru vzbujalne tuljave, kot je razvidno v poglavju 4.2 na strani 47. Konstanti tuljavici smo pred vgraditvijo določili z

umerjanjem v znanem magnetnem polju tako, da smo poznali njune geometrijske lastnosti. S poznavanjem konstant tuljave in merjenjem induciranih napetosti smo lahko določili iskani veličini  $H(t)$  in  $B(t)$ .

**Nadgradnja kalorimetra z merilnima tuljavicama, njuno umerjanje in uporaba za merjenje  $B(t)$  in  $H(t)$  pri meritvi odziva magnetne tekočine na magnetno polje predstavlja tretji izvirni znanstveni prispevek.**

Z natančnim merjenjem  $B$  in  $H$  smo lahko metodo uporabili za določitev specifičnih izgub magnetnih tekočin. Pri tem smo na osnovi površine histereznih zank določili karakteristiko specifičnih izgub, kot je predstavljeno v poglavju 6.3 na strani 105. Predstavljene so izgube za primere enakih amplitud magnetnega polja in frekvence kot pri kalorimetričnih meritvah, s čimer smo pokazali, da sta metodi enakovredni.

**Izvajanje meritev magnetnega merjenja magnetnih tekočin za določitev specifičnih izgub magnetnih tekočin pa predstavlja četrti izvirni znanstveni prispevek.**

Metoda magnetnega merjenja omogoča določitev histerezne znake pri poljubni temperaturi vzorca. Če smo vzorec izpostavili konstantnemu polju, se je zaradi nastalih izgub začel segrevati. Ko smo tekom segrevanja merili še histerezne zanke, smo lahko ovrednotili temperaturno odvisnost izgub magnetne tekočine. Rezultati so pokazali linearno padajočo odvisnost, kjer se izgube pri segrevanju od 20 °C na 90 °C zmanjšajo tudi do desetkrat. Če bi imeli na voljo močnejši napajalnik, bi lahko dosegli večje magnetno polje in magnetna tekočina bi se še bolj segrela, kar bi pripeljalo do izginotja izgub, saj bi presegli Curiejevo temperaturo vzorca.

Naš namen je bil določiti temperaturno odvisnost izgub in to krivuljo uporabiti pri izračunu segrevanja magnetne tekočine. Za to smo zgradili 3D-model merilnega sistema in s pomočjo MKE izračunali toplotno polje v sistemu, kadar v njem delujejo magnetne izgube kot izvor toplote. Izkazalo se je, da je zelo pomembno pravilno podajanje izgub (temperaturno odvisnih) ter tudi pravilno definiranje konstant materialov, uporabljenih pri izračunu.

Rezultat segrevanja, izračunanega z MKE, za kar smo uporabili tranzientni izračun, je časovni potek temperature v sistemu, kot je prikazan v poglavju 5.3.2 na strani 83. Predvsem nas je zanimal časovni potek temperature v vzorcu magnetne tekočine, saj smo te rezultate lahko primerjali z meritvami. Ujemanje med krivuljama je relativno dobro, s tem pa smo pokazali pravilno upoštevanje izgub pri izračunu z MKE.

**Določitev temperaturne odvisnosti izgub magnetnih tekočin ter njihova uporaba v izračunu segrevanja z uporabo metode končnih elementov pa predstavlja peti izvirni znanstveni prispevek.**

Nadaljevanje dela na področju izboljšanja merilnega mesta so usmerjena k hitrejšemu izvajanju meritev. Do sedaj smo bili omejeni s hitrostjo procesiranja podatkov osciloskopa, v prihodnje pa nameravamo sistem izboljšati tako, da namesto osciloskopa uporabimo merilno kartico. S tem bi sistem potreboval bistveno manj časa za eno meritev in celotno karakteristiko bi lahko izmerili hitreje.

Naslednja izboljšava se nanaša na kalorimetrično metodo, kjer bi z novim materialom v vmesnem delu (med vzorcem in tuljavo) še izboljšali toplotno izoliranost sistema.

V primeru metode magnetnega merjenja pa je naslednja stopnja izvedba dveh v nasprotni smeri navitih merilnih tuljavic, ki bi omogočala direktno meritev magnetne poljske jakosti. V kolikor bi bila razlika površin obeh tuljavic še enaka površini tuljavice za merjenje  $B$ , bi lahko neposredno merili že magnetno polarizacijo  $J$ .

S stališča izračuna segrevanja tekočine z MKE, kadar nanjo deluje magnetno polje, je smiselna obravnava sklopljenega magnetno-toplotnega izračuna, pri katerem nanodelec ni diskretno obravnavan. Takšnega delca namreč ni mogoče geometrijsko opisati s končnim elementom. Prva ovira je vsekakor velikostni razred delcev, ki je na nanometrskem področju, medtem ko je merilni sistem v centimetrskem velikostnem razredu. Drugi problem pa je gibanje delcev (magnetna relaksacija), ki ga ne moremo zajeti s klasično obravnavo z MKE. Primernejši je pristop, kjer material opazujemo kot celoto s predpisano močjo gretja  $P$ , kot smo to storili mi. Če smo pri izdelavi naloge vseskozi imeli v mislih aplikacijo magnetne tekočine za medicinsko hipertermijo, opisano v poglavju 2.4.3, je prvi cilj analize izpolnjen. Do sedaj smo analizirali segrevanje tekočine v nadzorovanem okolju merilnega sistema in dobili zadovoljive rezultate. V nadaljevanju bi sledil korak, kjer bi izračunali segrevanje tekočine v človeškem telesu, a bi za to potrebovali parameter človeškega tkiva, kot so podani v Tabela 5.2 na strani 80, ki pa je zelo nehomogeno in anizotropno.



## LITERARURA

- [1] B. Hribernik, "Uvod v magnetne materiale", 1. izd. Tehniška fakulteta VTO-ERI, Maribor 1991
- [2] A. Hamler, B. Hribernik, "Elektrotehnični materiali", Založniška dejavnost FERI, Tiskarna tehniških fakultet, 2005.
- [3] F. Fiorillo, "Measurement and characterization of magnetic materials", ELSEVIER ACADEMIC PRESS 2004.
- [4] G. Bertotti, Hysteresis in magnetism for physicist, material scientists, and engineers, San Diego; Academic Press, cop.1998.
- [5] R.C. Merkle, "It's a Small, Small, Small, Small World", *Technology Review MIT* Feb/Mar 1997.
- [6] M. J. Bonder et al., "Advance Magnetic Nanostructures", Springer Science + Business Media, Inc, 2006.
- [7] R.E. Rosensweig, "Ferrohydrodynamics", Dover publications, inc, Mineola New York 1997.
- [8] D. Makovec, "Magnetne tekočine in njihova uporaba v tehniki", *Življenje in tehnika*, December 2007.
- [9] S. Odenbach, "Magnetoviscous Effects in Ferrofluids", Springer Verlag Berlin Heidelberg New York, 2002.
- [10] M. Zahn, "Magnetic fluid and nanoparticle applications to nanotechnology", *Journal of Nanoparticle Research* 3: 73–78, 2001.
- [11] A. Košak, "Sinteza in karakterizacija feritnih nanodelcev in priprava magnetnih tekočin", Doktorska disertacija, Maribor 2006
- [12] S. Campelj, D. Makovec, and M. Drofenik, "Preparation and properties of water-based magnetic fluids", *Journal of Physics: Condensed Matter* 20 204101 (5pp), 2008.
- [13] A. Košak, D. Makovec, A. Žnidaršič, M. Drofenik, "Priprava magnetnih tekočin" *Materiali in tehnologije* 39, 2005.
- [14] R. Müller, R. Hergt, M. Zeisberger, W. Gawalek, "Preparation of magnetic nanoparticles with large specific loss power for heating applications", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 289 pp. 13 - 16, (2005).
- [15] P.C. Fannin, C.N. Marin, I. Malaescu, and N. Stefu, "An investigation of the microscopic and macroscopic properties of magnetic fluids", *Physica B* 388 pp. 87 - 92, (2007).
- [16] A.O. Ivanov and O.B. Kuznetsova, "Magnetic properties of dense ferrofluids", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 252 pp. 135–137, (2002).
- [17] S. Dutz, W. Andrä, R. Hergt, R. Müller, C. Oestreich, C. Schmidt, J. Töpfer, M. Zeisberger, and M.E. Bellemann, "Influence of dextran coating on the magnetic behaviour of iron oxide nanoparticles", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 311, pp. 51 – 54, (2007).
- [18] A.F. Pshenichnikov and A.A. Fedorenko, "Chain-like aggregates in magnetic fluids", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 292 pp. 332 - 334, (2005).
- [19] A. O. Ivanov, "Magnetic properties of polydisperse ferrofluids: A critical comparison between experiment, theory, and computer simulation", *Physical Review* E75 pp. 061405-1-12, (2007).
- [20] A.F. Pshenichnikov, V.V. Mekhonoshin, and A.V. Lebedev, "Magneto-granulometric analysis of concentrated ferrocolloids", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 161 pp. 94 - 102, (1996).
- [21] V Nica, H.M. Sauer, J. Embs and R. Hempleman, "Calorimetric method for the determination of Curie temperature of magnetic nanoparticles in dispersion", *Journal of Physics: Condensed Matter* 20 204115 (5pp.), (2008).
- [22] A.F. Pshenichnikov and V.V. Mekhonoshin, "Equilibrium magnetization and microstructure of the system of superparamagnetic interacting particles: numerical simulation", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 213, pp. 357 - 369, (2000).
- [23] A.F. Pshenichnikov, "Equilibrium magnetization of concentrated ferrocolloids", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 145 pp. 319 - 326, (1995).

- [24] M. Zeisberger, S. Dutz, R. Müller, R. Hergt, N. Matoussevitch, and H. Bönemann, "Metallic cobalt nanoparticles for heating applications", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 311, pp. 224 - 227, (2007).
- [25] R. Hergt, R. Hiergeist, I. Hilger, W.A. Kaiser, Y. Lapatnikov, S. Margel, and U. Richter, "Maghemite nanoparticles with very high AC-losses for application in RF-magnetic hyperthermia", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 270, pp. 345 - 357, (2004).
- [26] R. Hergt, R. Hiergeist, M. Zeisberger, G. Glöckl, W. Weitschies, L.P. Ramirez, I. Hilger, and W.A. Kaiser "Enhancement of AC-losses of magnetic nanoparticles for heating applications", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 280, pp. 358 - 368, (2004).
- [27] R. Hergt, S. Dutz, and M. Röder, "Effects of size distribution on hysteresis losses of magnetic nanoparticles for hyperthermia", *Journal of Physics: Condensed Matter* 20, pp. 1 - 12, (2008).
- [28] S. Dutz, R. Hergt, J. Mürbe, R. Müller, M. Zeisberger, W. Andreä, J. Töpfer, and M.E. Bellemann, "Hysteresis losses of magnetic nanoparticle powders in the single domain range", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 308, pp. 305 - 312, (2007).
- [29] R.E. Rosensweig, "Heating magnetic fluid with alternating magnetic field", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 225, pp. 370 - 374, (2002).
- [30] V. Socoliuc and D. Bica, "The influence of the Néel rotation on the magnetic induced dichroism in magnetic fluids", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 289, pp. 177 - 180, (2005).
- [31] M. Ma, Y. Wu, J. Zhou, Y. Sun, Y. Zhang, and N. Gu, "Size dependence of specific power absorption of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> particles in AC magnetic field", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 268, pp. 33 - 39, (2004).
- [32] X. Wang, H. Gu, and Z. Yang, "The heating effect of magnetic fluids in an alternating magnetic field", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 293, pp. 334 - 340, (2005).
- [33] P.C. Fannin, "Investigating magnetic fluids by means of complex susceptibility measurements", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 258-259, pp. 446 - 451, (2003).
- [34] P.C. Fannin, "Characterization of magnetic fluids", *Journal of Alloys and Compounds* 396 pp. 43 - 51, (2004).
- [35] P.C. Fannin, S.W. Charles, C.M. Oireachtaigh, and S. Odenbach, "Investigation of possible hysteresis affect arising from frequency- and field-dependent complex susceptibility measurements of magnetic fluids", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 302, pp. 1 - 6, (2006).
- [36] P C Fannin, P A Perov, and S W Charles, "Complex susceptibility measurements of magnetic fluids over the frequency range 50 MHz to 18 GHz", *Journal of Physics: D: Applied Physics* 32, pp. 1583 - 1586, (1999).
- [37] E.V. Lakhtina and A.F. Pshenichnikov, "Dispersion of magnetic susceptibility and the microstructure of magnetic fluid", *Colloid Journal*, vol. 68, No. 3, pp. 294 - 303, 2006.
- [38] W. Zielenkiewicz, E. Margas, "Theory of Calorimetry", Kluwer Academic Publisher, Dordrecht 2004.
- [39] P. Gabbot "Principles and Applications of Thermal Analysis", Backwell Publishing, Oxford
- [40] M. Higano, A. Miyagawa, K. Saigou, H. Masuda, and H. Miyashita, "Measuring the specific heat capacity of magnetic fluids using a differential scanning calorimeter", *International Journal of Thermophysics*, Vol. 20, No. 1, pp. 207 - 215, (1999).
- [41] P. Pradhan, J. Giri, R. Banerjee, J. Bellare, and D. Bahadur, "Preparation and characterization of manganese ferrite-based magnetic liposomes for hyperthermia treatment of cancer", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 311, pp 208 - 215, (2007).
- [42] A. Jordan, R. Scholz, P. Wust, H. Fähling and R. Felix, "Magnetic fluid hyperthermia (MFH): Cancer treatment with AC magnetic field induced excitation of biocompatible superparamagnetic nanoparticles", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 201, pp. 413 - 419, (1999).
- [43] R. Hergt, S. Dutz, R. Müller, and M. Zeisberger, "Magnetic particle hyperthermia: nanoparticle magnetism and materials development for cancer therapy", *Journal of Physics: Condensed Matter* 18, pp. S2919-S2934, (2006).
- [44] G. Glöckl, R. Hergt, M. Zeisberger S. Dutz, S. Nagel, and W. Weitschies, "The effect of field parameters, nanoparticle properties and immobilization on the specific heating power in magnetic particle hyperthermia", *Journal of Physics: Condensed Mat.* 18, pp. S2935-49, (2006).

- [45] R. Hergt, W. Andreä, C.G. d'Ambly, I. Hilger, W.A. Kaiser, U. Richter, and H.G. Schmidt, "Physical limits of hyperthermia using magnetite fine particles", *IEEE Transaction on Magnetics* vol. 34, No.5, pp. 3745 - 3754, (1998).
- [46] R. Hiergeist, W. Andreä, N. Buske, R. Hergt, I. Hilger, U. Richter, and W.A. Kaiser, "Application of magnetite ferrofluids for hyperthermia", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 201, pp. 420 - 422, (1999).
- [47] A. Skumiel, A. Jozefczak, and T. Hornowski, "Investigation of magnetic and hyperthermic effects in ferrofluids with PEG biocompatible surfactant", *Journal of Physics: Conference Series* 149 012111, (2009).
- [48] A. Skumiel and M. Labowski, "The heating effect of the biocompatible ferrofluid in alternating magnetic field", *Molecular and Quantum Acoustic* Vol 27 pp. 233 - 238, (2006).
- [49] A. Skumiel, M. Labowski, and H. Gojezewski, "The heating effect of the magnetic fluid APG-832 in an alternating magnetic field", *Molecular and Quantum Acoustic* Vol 28 pp. 229 - 239, (2007).
- [50] A. Jordan, R. Scholz, K. Maier-Hauff, M. Johannsen, P. Wust, J. Nadobny, H. Schirra, H. Schmidt, S. Deger, S. Loening, W. Lanksch, and R. Felix, "Presentation of a new magnetic field therapy system for the treatment of human solid tumors with magnetic fluid hyperthermia", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 225 pp. 118 - 126, (2001).
- [51] L.Y. Zhang, H. Gu, and X.M. Wang, "Magnetite ferrofluid with high specific absorption rate for application in hyperthermia", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 311 pp. 228 - 233, (2007).
- [52] D.H. Kim, S.H. Lee, K.N. Kim, K.M. Kim, I.B. Shim, and Y.K. Lee, "Temperature change of various ferrite particles with alternating magnetic field for hypothermic application", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 293, pp. 320-327, (2005).
- [53] M. Levy, C. Wilhelm, J.M. Siaugue, O. Horner, J.C. Bacri, and F. Gazeau, "Magnetically induced hyperthermia: size-dependent heating power of  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles", *Journal of Physics: Condensed Matter* **20**, pp. S2935-S2949, (2008).
- [54] S. Bae, S.W. Lee, Y. Takemura, E. Yamashita, J. Kunisaki, S. Zurn, and C.S. Kim, "Dependence of frequency and magnetic field on self-heating characteristics of NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles for hyperthermia", *IEEE Transaction on Magnetics*, vol. 42, No.10, pp. 3566-68, 2006.
- [55] D.L. Zhao, H.L. Zhang, X.W. Zeng, Q.S. Xia, and J.T. Tang, "Inductive heat property of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/polymer composite nanoparticles in an ac magnetic field for localized hyperthermia", *Biomedical Materials*.1, pp. 198 - 201, (2006).
- [56] K.C. Liu and H.T. Chen, "Analysis for the dual-phase-lag bio-heat transfer during magnetic hyperthermia treatment", *International Journal of Heat and Mass Transfer* 2008.
- [57] A.R. Simioni, F.L. Primo, M.M.A. Rodrigues, Z.G.M. Lacava, P.C. Morais, and A.C. Tedesco, "Preparation, characterization and in vitro toxicity test of magnetic nanoparticle-based drug delivery system to hyperthermia of biological tissues", *IEEE Transaction on Magnetics* vol. 43, No.6, pp. 2459 - 2461, (2007).
- [58] P.H. Linh, P.V. Thach, N.A. Tuan, N.C. Thuan, D.H. Manh, N.X. Phuc, and L.V. Hong, "Magnetic fluid based on Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles: Preparation and hyperthermia application", *Journal of Physics: Conference Series* **187** 012069, (2009).
- [59] A. Skumiel, "Suitability of water based magnetic fluid with CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> particles in hyperthermia", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 307, pp. 85 - 90, (2006).
- [60] A. Józefczak, A Skumiel, "Study of heating effect and acoustic properties of dextran stabilized magnetic fluid", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 311, pp. 193 - 196, (2007).
- [61] A. Skumiel, A. Jozefczak, M. Timko, P. Kopčansky, F. Herchl, M. Koneracka, and N. Tomašovičová, "Heating effect in biocompatible magnetic fluids", *International Journal of Thermophysics* Vol 28, No 5, pp. 1461 - 1468, (2007).
- [62] I. Hilger, R. Hergt and W.A. Kaiser, "Use of magnetic nanoparticle heating in the treatment of breast cancer", *IEE Proc.-Nanobiotechnology*, Vol. 152, No. 1, February 2005.
- [63] L.J. Love, J.F. Jansen, T.E. McKnight, Y. Roh, and T.J. Phelps, "Magnetocaloric pump for microfluidic applications", *IEEE Transaction on Nanobioscience*, vol. 3, No. 2, , pp. 101-110, June 2004.



- [64] Z. Jibin, and L. Yongping, "Numerical calculations for ferrofluid seals", *IEEE Transaction on Magnetics* vol. 28, No.6, pp. 3367 - 3371, (1992).
- [65] C. Yamahata, M. Chastellain, V. K. Parashar, A. Petri, H. Hofmann, and M.A.M. Gijs, "Plastic micropump with ferrofluidic actuation", *Journal of Microelectromechanical systems*, vol. 14, No. 1, pp. 96 – 102, (2005).
- [66] R. Kaiser and G. Miskolczy, "Some Applications of Ferrofluid Magnetic Colloids", *IEEE Transaction on Magnetics*, vol. 6, No.3, pp. 694-698, 1970.
- [67] S. Baglio, P. Barrera, and N. Savalli, "Novel ferrofluidic inertial sensors", *IMTC 2006 – Instrumentation and Measurement Technology Conference Sorrento, Italy*, pp. 24 - 27 April 2006.
- [68] B. Andò, A. Ascia, S. Baglio, and N. Savalli, "A novel ferrofluidic inclinometer", *IEEE Transaction on Instrumentation and Measurement*, vol. 56, No. 4, pp. 1114-1123, August 2007.
- [69] L.J. Love, J.F. Jansen, T.E. McKnight, Y. Roh, T.J. Phelps, L.W. Yearly, and G.T. Cunningham, "Ferrofluid field induced flow for microfluidic applications", *IEEE/ASME Transaction on Mechatronics*, vol. 10, No. 1, pp. 68 - 76, February 2005.
- [70] Challa Kumar (Ed), "Magnetic Nanoparticles" *nanomaterials for life science* Volume 4, Wiley-vch Verlag GmbH&Co. 2009.
- [71] A. Candeo, and F. Dughiero, "Numerical FEM Models for the Planning of Magnetic Induction Hyperthermia Treatments With Nanoparticles", *IEEE Transaction on Magnetics* vol. 45, No.3, pp. 1658 - 1661, March (2009).
- [72] M. Pavel and A. Stancu, "Ferromagnetic Nanoparticles Dose Based on Tumor Size in Magnetic Fluid Hyperthermia Cancer Therapy", *IEEE Transaction on Magnetics* vol. 45, No.11, pp. 5251 - 5254, November (2009).
- [73] K.T. Karathanasis, I.S. Karanasiou, and N.K. Uzunoglu, "Enhancing the Focusing Properties of a Prototype Non-Invasive Brain Hyperthermia System: a Simulation Study", *Proceedings of the 29th Annual International Conference of the IEEE EMBS Cité Internationale, Lyon, France* August 23-26, 2007.
- [74] F. Dughiero, and I S. Corazza, "Numerical simulation of thermal disposition with induction heating used for oncological hyperthermic treatment", *Medical & Biological Engineering & Computing* 2005, Vol. 43, pp. 40 - 46, 2005.
- [75] R.W. Chantrell, J. Popplewell, and S.W. Charles, "Measurements of particle size distribution parameters in ferrofluids", *IEEE Transaction on Magnetics* Vol. Mag-14, No.5, pp. 975 - 977, September (1978).
- [76] M. Beković, and A. Hamler, "Determination of the heating effect of magnetic fluid in alternating magnetic field", *IEEE Transaction on Magnetics* Vol. 46, No.2, February (2010).
- [77] Wikipedia [http://en.wikipedia.org/wiki/Main\\_Page](http://en.wikipedia.org/wiki/Main_Page)
- [78] Ferrotec <http://www.ferrotec.com/>
- [79] M. Babincová, V. Altanerová, C. Altaner, C. Bergemann, and Peter Babinec, "In Vitro Analysis of Cisplatin Functionalized Magnetic Nanoparticles in Combined Cancer Chemotherapy and Electromagnetic Hyperthermia", *IEEE Transaction on Nanbioscience* Vol. 7, No.1, March 2008.
- [80] T.K. McNab, R.A. Fox, and J.F. Boyle, "Some magnetic properties of magnetite ( $Fe_3O_4$ ) microcrystals", *Journal of Applied Physics* 39(12), pp. 5703 - 5711, 1968.
- [81] <http://www.ni.com/labview/>
- [82] Opera-3d Reference Manual Version 13.0 , Cobham Technical Services ,Vector Fields Software, 24 Bankside, Kidlington, Oxford OX5 1JE, England, July 2009.
- [83] [http://www.engineeringtoolbox.com/specific-heat-fluids-d\\_151.html](http://www.engineeringtoolbox.com/specific-heat-fluids-d_151.html)
- [84] [http://www.engineeringtoolbox.com/specific-heat-solids-d\\_154.html](http://www.engineeringtoolbox.com/specific-heat-solids-d_154.html)
- [85] M. Y. Razzaq, M. Anhalt, L. Frommann, and B. Weidenfeller, "Thermal, electrical and magnetic studies of magnetite filled polyurethane shape memory polymers", *Materials Science and Engineering A* 444 pp. 227 - 235, (2007).
- [86] Anton R. Sinigoj, "Osnove elektromagnetike", Fakulteta za elektrotehniko, Univerza v Ljubljani, založba FE in FRI, 4. Izdaja, 2002.
- [87] <http://www.liv.ac.uk/chemistry/Events/SchoolsEvents/Ferrofluids/Ferrofluids.html>

## ŽIVLJENJEPIS

Miloš Beković

Drapšinova 9  
3000 Celje

Telefon 041 325 111  
E-pošta milos.bekovic@uni-mb.si

### Osebnostne informacije

- Zakonski stan: Zunajzakonska zveza
- Državljanstvo: Slovensko
- Datum rojstva: 05.07.1980
- Kraj rojstva: Celje

### Izobraževanje

- |             |  |
|-------------|--|
| 1987 – 1995 | Osnovna šola Ivan Kovačič Efenka (IV osnovna šola) Celje   |
| 1996 – 2000 | Poklicna in tehniška elektro in kemijska šola Celje. Vpis na štiri letni program elektrotehnika, smer energetika. V študijskem letu 1998/1999 uspešno zaključeno šolanje s pridobljenim nazivom Elektrotehnik energetik.   |
| 1999 – 2004 | Univerza v Mariboru, Fakulteta za elektrotehniko računalništvo in informatiko. Vpis na visokošolski strokovni študijski program Elektrotehnika – smer močnostna elektrotehnika. Izdelava diplomske naloge z naslovom "Sekundarno preizkušanje zaščitnih relejev, podprto s simulacijo EES-a", mentor red. prof. dr. Bojan Grčar, diplomiral v študijskem letu 2003/2004. |
| 2004 – 2006 | Univerza v Mariboru, FERI. Vpisan v univerzitetni študijski program Elektrotehnika – smer močnostna elektrotehnika. Izdelava diplomske naloge z naslovom "Numerični izračun polja pri določanju elektromehanskih karakteristik univerzalnemu motorju", mentor red. prof. dr. Anton Hamler, diplomiral v študijskem letu 2005/2006.                                       |
| 2006        | Univerza v Mariboru, FERI. Vpisan v podiplomski študijski program Elektrotehnika, enovit doktorski študij, mentor red. prof. dr. Anton Hamler.   |

### Praktično izobraževanje

- |      |  |
|------|--|
| 2004 | Obvezna strokovna praksa v okviru študija v podjetju Cinkarna d.d. V podjetju opravljal različna dela na področju vzdrževanja elektro opreme.                |
| 2004 | Sodelovanje pri raziskovalnem delu pri Laboratoriju za vodenje elektromehanskih sistemov na FERI, na področju zaščite sinhronskih generatorjev.              |
| 2005 | Obvezna strokovna praksa v okviru študija v podjetju Elektro Celje d.d. V podjetju opravljal različna dela na področju vzdrževanja distribucijskega omrežja. |

### Zaposlitev

- |      |  |
|------|--|
| 2006 | Mladi raziskovalec na Fakulteti za elektrotehniko, računalništvo in informatiko. |
|------|--|



Univerza v Mariboru

Fakulteta za elektrotehniko,  
računalništvo in informatiko**IZJAVA DOKTORSKEGA KANDIDATA**Podpisani-a       Miloš Beković      ,  
vpisna številka       95025543      **izjavljam,**da je doktorska disertacija z naslovom \_\_\_\_\_  
      Razvoj merilnih postopkov za določitev magnetih izgub magnetnih tekočin      

- rezultat lastnega raziskovalnega dela,
- da predložena disertacija v celoti ali v delih ni bila predložena za pridobitev kakršnekoli izobrazbe po študijskem programu druge fakultete ali univerze,
- da so rezultati korektno navedeni in
- da nisem kršil-a avtorskih pravic in intelektualne lastnine drugih.

Podpis doktorskega-e kandidata-ke:

      Miloš Beković



Univerza v Mariboru

Fakulteta za elektrotehniko,  
računalništvo in informatiko

## IZJAVA O OBJAVI ELEKTRONSKE VERZIJE DOKTORSKE DISERTACIJE IN OSEBNIH PODATKOV, VEZANIH NA ZAKLJUČEK ŠTUDIJA

Ime in priimek doktoranda-ke: \_\_\_\_\_ Miloš Beković \_\_\_\_\_

Vpisna številka: \_\_\_\_\_ 95025543 \_\_\_\_\_

Študijski program: \_\_\_\_\_ Elektrotehnika \_\_\_\_\_

Naslov doktorskega dela:

\_\_\_\_\_ Razvoj merilnih postopkov za določitev magnetih izgub magnetnih tekočin \_\_\_\_\_

Mentor-ica: \_\_\_\_\_ red. prof. dr. Anton Hamler \_\_\_\_\_,

Somentor-ica: \_\_\_\_\_ red. prof. dr. Miha Drofenik \_\_\_\_\_.

Podpisani soglašam z objavo doktorske disertacije v Digitalni knjižnici Univerze v Mariboru.

Tiskana verzija doktorske disertacije je istovetna elektronski verziji, ki sem jo oddal-a v Digitalno knjižnico Univerze v Mariboru.

Podpisani-a hkrati izjavljam, da dovlujem objavo osebnih podatkov, vezanih na zaključek študija (ime, priimek, leto in kraj rojstva, datum diplomiranja, naslov diplomskega dela) na spletnih straneh in v publikacijah Univerze v Mariboru.

Datum in kraj:

\_\_\_\_\_ 14.04.2011 Maribor \_\_\_\_\_

Podpis doktoranda-ke:

\_\_\_\_\_ *Miloš Beković* \_\_\_\_\_



Univerza v Mariboru

Fakulteta za elektrotehniko,  
računalništvo in informatiko**IZJAVA KANDIDATOVEGA MENTORJA O USTREZNOSTI DOKTORSKE DISERTACIJE**

Podpisani-a \_\_\_\_\_ red. prof. dr. Anton Hamler \_\_\_\_\_ mentor doktorskemu-i kandidatu-ki, izjavljam, da je doktorska disertacija z naslovom

Razvoj merilnih postopkov za določitev magnetih izgub magnetnih tekočin

ki jo je izdelal-a doktorski-a kandidat \_\_\_\_\_ Miloš Beković \_\_\_\_\_, v skladu z odobreno temo, Pravilnikom o pripravi in zagovoru doktorske disertacije ter mojimi navodili in predstavlja izviren prispevek k razvoju znanstvene discipline.

Datum in kraj:

14.04.2011 Maribor

Podpis mentorja-ice: