RAPORT DE CERCETARE

Contract nr. 97/2014

Titlul proiectului: Sistem de etansare cu nanofluid magnetic pentru viteze periferice mari

Acronim: HiSpeedNanoMagSeal

Coordonator: S.C. ROSEAL S.A

Director proiect: Dr.Ing. Tünde Borbath

Etapa 1 - Elaborarea metodelor de sinteza si de caracterizare ale nanofluidelor magnetice cu stabilizanti carboxilici cu valori de magnetizatie cuprinse intre 400-1000 G la nivel laborator

Activitate 1.1: Elaborarea metodelor de sinteza ale nanofluidelor magnetice cu stabilizanti carboxilici cu valori de magnetizatie cuprinse între 400-1000 G la nivel laborator

Activitate CO ROSEAL si Partener P1-ARFT

Conditiile specifice de operare a etansarilor magnetofluidice rotitoare la viteze periferice mari, peste 20 m/s, impun si unele cerinte suplimentare asupra nanofluidului utilizat, pe langa cele uzuale. In cazul acestor etansari speciale trebuie sa avem in vedere urmatoarele:

- (1) Lichid de baza organic slab volatil si rezistent la solicitari termice si mecanice;
- (2) Surfactant(i) rezistenti la solicitari termice;
- (3) Fractia volumica a nanoparticulelor magnetice in intervalul 10-20 %;
- (4) Magnetizatia de saturatie in intervalul 400-1000 G;
- (5) Prezenta aglomeratelor de nanoparticule cat mai redusa (max.1-2% fractie vol);
- (6) Comportare newtoniana la curgere, cu exceptia vitezelor de forfecare reduse (sub0.01 s⁻¹);
- (7) Efect magnetovascos cat mai redus (sub 50%).

Producatorii principali *Ferrotec Co.*(Japonia) si *Liquids Research Co.* (UK), nu comercializeaza fluide magnetice pentru etansari care sa satisfaca aceste conditii; Ferrotec nu comercializeaza deloc fluide magnetice destinate tehnologiei de etansare mobila.

In Fig. 1 se prezinta procedeul de baza dezvoltat in cadrul Lab.Lichide Magnetice-CCTFA (ARFT) **Partener 1-ARTF** si apoi la **CO- ROSEAL** pentru sinteza nanofluidelor magnetice pe baza de lichid organic nepolar. In cazul etansarilor MF cu turatie ridicata sunt indicate uleiurile de transformator si de motor, in principiu uleiuri minerale slab volatile.

In cadrul proiectului se va perfectiona procedeul pentru atingerea cerintelor (1-7); printre altele, se vor experimenta pe langa acidul oleic si alti surfactanti, de ex. acizi carboxilici saturati, cum sunt acidul lauric sau acidul miristic. Alegerea lor se va baza in special pe rezultatele analizelor de termogravimetrie (v. mai jos).





Fig. 1 Fazele principale ale procedeului de sinteza a nanofluidelor magnetice pe baza de lichide organice nepolare [1, 2, 3]

FM/DIESTERI

Fig. 2 Fazele principale ale procedeului de sinteza a nanofluidelor magnetice pe baza de lichide organice polare [1, 2, 4, 5]

Sinteza nanofluidelor magnetice polare implica un procedeu mult mai complex si in principal, vizeaza adaptarea proprietatilor de suprafata ale nanoparticulelor de magnetite la cele ale lichidului de baza polar in care urmeaza sa fie dispersate. Se aplica inca un strat de stabilizare cu un surfactant secundar ales in asa fel incat sa se realizeze adsorbtia fizica a acestuia si totodata, sa asigure dispersia stabila a nanoparticulelor magnetice. P1-ARFT si CO-Roseal, in baza acestui procedeu, vor extinde si adapta fazele de preparare si la alte lichide de baza, ale caror proprietati fizico-chimice sunt potrivite conditiilor preconizate de utilizare a nanofluidelor magnetice, in particular in etansari rotitoare cu viteze periferice ridicate (peste 20 m/s).

Calitatea nanofluidelor magnetice pentru etansari rotitoare cu viteza periferica mare este legata de mai multe detalii ale procesului de sinteza a NPM si de stabilizarea/dispersarea lor in diferite lichide de baza – expertiza specifica procedeelor de preparare. Un aspect esential este acoperirea completa a NPM cu stabilizant si eliminarea surfactantului primar (AO) ramas neadsorbit chimic. Din datele referitoare la procedeele prezentate mai sus rezulta ca prin floculare/redispersare repetata NPM raman acoperite cu cantitatea optima de surfactant primar (AO), care in cazul NPM de magnetita de cca 8 nm înseamna un raport masic NPM/AO de ~ 5 [1].

Dispersarea NPM acoperite cu AO chemisorbit in lichide organice polare, cum sunt diesterii sau uleiul de vid HVO, se va realiza prin utilizarea unui surfactant secundar convenabil ales, adsorbit fizic pe stratul primar AO [1, 4, 5] cu scopul de a ecrana actiunea combinata a interactiunilor atractive datorate fortelor van der Waals si liofobe. Acestea devin din ce in ce mai semnificative in medii de dispersie polare si sunt dominante in solventi puternic polari. Combinatii ale stratului primar chemisorbit AO (sau LA sau MA) cu DBS, PIBSA sau PIBSI pot asigura stabilitatea îndelungata a unor nanofluide magnetice polare.

<u>Activitate Partener P2 – INCDTIM Cluj-Napoca:</u> Studiu privind comportarea in functie de temperatura a surfactantilor carboxilici (nesaturat si saturat)

Nanofluidele magnetice sunt sisteme coloidale care se compun din particule izolate de dimensiuni nanometrice, acoperite cu stabilizant si dispersate in lichidul de baza. O etapa importanta in obtinerea nanofluidelor magnetice o constituie stabilizarea nanoparticulelor magnetice in scopul evitarii agregarii nanoparticulelor si reducerii interactiunii dipol-dipol [6]. Compatibilitatea stabilizantului (surfactantului) cu lichidul de baza este esentiala si trebuie ca moleculele surfactantului sa interactioneze mai puternic cu moleculele de solvent decat între ele. Lichidele de baza pot fi nepolare sau polare.

Pentru fluidele magnetice cu particule de magnetita si solventi nepolari se folosesc ca stabilizanti acizi monocarboxilici saturati cu diferite lungimi ale lantului molecular, cum sunt: acid lauric (AL; C12), fig. 3, acid miristic (AM; C14), acid palmitic (AP; C16) sau acid stearic (AS; C18). Cel mai eficient stabilizant pentru nanofluide magnetice in solventi nepolari s-a dovedit a fi acidul oleic (AO, $C_{18}H_{34}O_2$), fig.4 [6]. Acidul oleic, un acid nesaturat, cu catena C18 este izomerul cis cu o dubla legatura între atomii 9 si 10, care determina îndoirea catenei. Solventii nepolari au un spectru larg, fie cu vascozitate redusa si volatili (toluen, benzen), fie cu vascozitate medie si rata de evaporare scazuta (uleiuri minerale).



Fig. 3 Structura chimica a acidului lauric

Pentru ferofluidele cu solventi polari, mai este necesar înca un strat de stabilizant, adsorbit fizic la suprafata primului (de obicei tot acidul oleic), care poate fi un polimer sau un acid. Solventii polari utilizati ca lichid de baza sunt diesteri, alcooli, uleiuri vegetale sau apa.



Fig. 4 Structura chimica a acidului oleic

Utilizarea fluidelor magnetice in diferite aplicatii necesita o stabilitate chimica si termica foarte buna, aceaste caracteristici fiind puternic determinate de natura surfactantilor folositi pentru acoperirea nanoparticulelor magnetice. Una dintre metodele de analiza intens utilizate pentru studiul comportarii in functie de temperatura a surfactantilor ce acopera nanoparticulele magnetice este termogravimetria (TGA), metoda prezentata in subcapitolul Activitate 1.2. Analiza termogravimetrica consta in masurarea variatiei masei probei prin modificarea controlata a temperaturii. in cazul in care nu apare o variatie a masei probei într-un anumit interval de temperatura, atunci înseamna ca proba prezinta stabilitate termica in acel interval de temperatura. Variatia masei probei cu cresterea temperaturii apare datorita anumitor procese, de exemplu: pierderea apei existente in proba, desorbtie sau adsorbtie de gaze, descompunere termica, etc.



Fig. 5 Curbele termogravimetrice pentru fluide magnetice stabilizate cu un singur strat de surfactant, respectiv cu doua straturi de surfactant [7]

Un exemplu tipic de analiza termogravimetrica a fluidelor magnetice stabilizate cu surfactanti de tip acizi grasi saturati cu diferite lungimi ale lantului molecular (C9-C13) este prezentata in fig. 5 [7].

Din fig. 5 se observa ca in cazul ferofluidelor stabilizate cu un singur strat de surfactant apare o scadere semnificativa a masei probei cu cresterea temperaturii in intervalul 200-400°C datorata desorbtiei si ulterior evaporarii surfactantului de la suprafata nanoparticulelor. Pentru ferofluidele stabilizate cu dublu strat de surfactant curba termogravimetrica prezinta doua trepte distincte de descrestere a masei probei, prima datorata desorbtiei si evaporarii stratului exterior de surfactant (al doilea strat de surfactant) si cea de a doua datorata stratului interior de surfactant (primul strat de surfactant) de pe suprafata nanoparticulelor. Domeniul de temperatura in care apare scaderea masei probei datorita stratului primar de surfactant depinde de lungimea lantului molecular si de temperatura de fierbere caracteristice surfactantului. Temperatura la care apare scaderea masei probei este influentata si de natura interactiilor dintre moleculele de surfactant [7].

Activitate 1.2: Elaborarea metodelor de caracterizare ale nanofluidelor magnetice cu stabilizanti carboxilici cu valori de magnetizatie cuprinse între 400-1000 G la nivel laborator

<u>Activitate Partener P2 – INCDTIM Cluj-Napoca:</u>

Metoda de determinare a comportarii in functie de temperatura a stratului de stabilizare sterica cu surfactanti carboxilici (nesaturat si saturat) prin:

- termogravimetrie (TGA)

- spectroscopie de fotoelectroni cu raze X (XPS)
- spectroscopie in infrarosu (FTIR)

In scopul determinarii comportarii in functie de temperatura a stratului de stabilizare sterica, cu diferiti surfactanti carboxilici, se vor efectua masuratori de termogravimetrie, spectroscopie de fotoelectroni cu raze X si spectroscopie in infrarosu pentru nanofluidele magnetice dupa preparare si respectiv dupa ce au fost supuse încalzirii la temperaturi controlate din domeniul 140 - 180°C pentru anumite intervale de timp. Analiza comparativa a caracteristicilor nanofluidelor magnetice înainte si dupa tratament termic ne va oferi informatii privind eventualele modificari ale caracteristicilor fizico-chimice ale surfactantilor ca urmare a incalzirii la temperaturi in domeniul 140 - 180°C. Aceasta analiza va permite selectatarea surfactantilor si solventilor pentru nanofluide magnetice cu stabilitate la temperaturi ridicate (140 - 180°C).

In continuare vom descrie pe scurt metodele de caracterizare a nanofluidelor magnetice.

Analiza termogravimetrica (TGA)

Analiza termogravimetrica (TGA) este o tehnica de analiza utilizata pentru determinarea stabilitatii termice a unui material, a fractiunii de componente volatile din compozitia materialului prin monitorizarea variatiei masei probei cu modificarea controlata a temperaturii [8]. Masuratoarea se efectueaza in mod normal in aer sau într-o atmosfera inerta, cum ar fi heliu sau argon, iar variatia masei probei este înregistrata in functie de temperatura. Proba este introdusa intr-un creuzet inert care este atasat la o microbalanta cu sensibilitate foarte mare si un cuptor este pozitionat in jurul probei, fig. 6. Uneori, masuratoarea este efectuata într-o atmosfera de oxigen slaba (1 la 5% O2 in N2 sau He) pentru a încetini procesul de oxidare.



Fig. 6 Reprezentarea schematica a instrumentului pentru analiza termogravimetrica



Fig. 7 Reprezentarea curbelor termogravimetrice

In cazul în care nu apare o variatie a masei probei pentru un interval de temperatura se poate spune ca proba prezinta o stabilitate termica în intervalul respectiv de temperatura. Scaderea masei unui material prin incalzire este datorata fie unor reactii chimice, fie desorbtiei unor componente, fie descompunerii termice. Existenta unor astfel de procese indica instabilitatea termica a materialului in intervalul de temperatura investigat. Figura 7 prezinta un exemplu de curba termogravimetrica.

O crestere a masei probei se explica printr-un proces de absorbtie, de catre proba, a unor componente din atmosfera [9].

Principalele caracteristici ale analizei TGA:

- probele pot fi analizate într-un interval larg de temperaturi, folosind diverse programe de temperatura, in conditii dinamice sau izoterme;
- probele pot sa fie sub orice forma fizica (solid, lichid, gel), in diferite forme;
- este necesara o cantitate mica de proba $(0,1 \mu g-10 mg)$;
- timpul necesar pentru analiza variaza de la cateva minute la cateva ore;
- atmosfera in care este proba poate fi definita (aer /gaz inert);
- tehnicile de masurare si de manipulare a probelor nu sunt dificile.

In cele mai multe cazuri, analiza TGA este realizata într-o atmosfera oxidativa (aer sau oxigen si gaz inert amestecuri) cu o viteza constanta de crestere a temperaturii. Temperatura maxima se alege astfel încat sa se obtina o masa reziduala constanta la sfarsitul experimentului, ceea ce înseamna ca toate reactiile chimice sunt complete (de exemplu, tot carbonul este ars lasand in urma oxizi metalici).

Forma curbei termogravimetrice este influentata de o serie de factori dependenti atat de proba cat si de instrument. Factorii principali sunt viteza de încalzire a probei si dimensiunile probei. Cresterea vitezei de incalzire si a dimensiunilor probei determina cresterea temperaturii la care are loc descompunerea probei si poate reduce rezolutia masuratorii pierderilor de masa succesive, fig. 8.



Fig. 8 Efectul vitezei de incalzire a probei asupra curbei termogravimetrice

O atenție deosebita la detaliile experimentale este necesara pentru o buna reproductibilitate a masuratorilor. Pe de alta parte, studierea efectului modificarii deliberate a unor factori cum este de exemplu viteza de încalzire poate da informatii utile privind comportarea materialului investigat in funcție de temperatura.

Spectroscopia de fotoelectroni cu raze X (XPS)

Spectroscopia de fotoelectroni cu raze X reprezinta o tehnica avansata de analiza a compozitiei chimice a suprafetelor. Acest tip de spectroscopie poate fi utilizat pentru caracterizarea oricarui tip de suprafata, fie ea organica sau inorganica. In incinta in care este plasata proba de analizat este vid ultrainalt, $p < 10^{-9}$ Torr, deoarece analiza XPS este puternic influentata de contaminarea suprafetei probei. Analiza are la baza efectul fotoelectric si se realizeaza prin iradierea probelor cu un fascicol monoenergetic de raze X pentru ionizarea atomilor si eliberarea de fotoelectroni de pe nivelele interne, fig. 9.



Fig. 9 Reprezentare schematică a procesului

Cele mai des utilizate radiatii X sunt cele provenite de la aluminiu (Al K-alpha E = 1.487 keV) si magneziu (Mg Kalpha E = 1.254 keV) a caror adancime de patrundere in interiorul probei este de $1-10\mu m$, corespunzatoare pentru 4-20straturi atomice sau moleculare. Desi radiatiile X patrund adanc in interiorul probei, doar electronii de la suprafata sunt importanti pentru analiza, deoarece sunt singurii care reusesc sa paraseasca proba fara a pierde energie in urma ciocnirilor inelastice si sa aduca informatie corecta referitoare la structura electronica. Pentru un atom sau o molecula libera, legea de conservare a energiei înainte si dupa fotoemisie este data de relatia:

$$E_i + hv = E_c + E_f \tag{1}$$

unde E_i si E_f sunt energiile initiale si finale ale atomului sau moleculei înainte si dupa fotoemisie, hv este energia fotonului de raze X, iar E_c este energia cinetica a electronului fotoemis si care este masurata in procesul *XPS*. Energia de legatura E_B (*binding energy*) pentru un electron dat se defineste ca si energia necesara trecerii electronului de pe nivelul de energie corespunzator pe nivel de energie zero (cu energia cinetica zero). Prin urmare :

$$hv = E_c + E_B \tag{2}$$

In ecuatia (2), nivelul vacuum (nivelul zero) este considerat ca si nivel de referinta deoarece el corespunde la un atom sau o molecula libera. In cazul solidelor, spectrometrul si proba de studiat sunt conectate electric pentru a mentine sistemul la un potential comun in timpul procesului de fotoemisie [10]. Nivelele Fermi E_F ale spectrometrului si ale probei metalice sunt la acelasi nivel energetic, asa cum este aratat in fig. 10, unde E_V este nivelul de vacuum, iar $\Phi_S si \Phi_{SP}$ sunt lucrurile de extractie ale probei si respectiv spectrometrului.



Fig. 10 Diagrama nivelelor de energie pentru o probă metalică conectată electric la spectometru

In acest caz, energia cinetica a fotoelectronului care paraseste suprafata probei va fi modificata cu valoarea (Φ_s), iar spectrometrul masoara energia cinetica $E'_c = E_c + (\Phi - \Phi_s)$. Energia de legatura pentru o proba metalica, relativ la nivelul Fermi, este data de relatia:

$$E_B^F = h\nu - E_c' - \Phi_S \tag{3}$$

Energiile de legatura ale nivelelor energetice interne sunt diferite pentru fiecare element chimic in parte. Prin analiza XPS se pot detecta toate elementele cu exceptia *H* si *He*, datorita absentei orbitalilor interni. Fiecare element chimic va genera un set specific de linii in spectrul XPS. Intensitatea acestor linii este corelata cu concentratia elementului respectiv, aceasta permite analiza cantitativa a compozitiei, cu determinarea concentratiilor atomice pentru fiecare element in proba de analizat. Usoarele variații înregistrate in energiile de legatura ale diferitelor elemente, cunoscute sub denumirea generica de **deplasari chimice**, ofera informatii referitoare la: vecinatatile chimice a atomilor emitatori, stari de valenta, grad de oxidare, natura liganzilor chimici [11-19].

Orice instrumentatie pentru masuratori XPS contine cateva elemente esentiale: sursa de raze X (de obicei se foloseste un anod dublu Al/Mg cu sau fara monocromatizare), camera principala, tun de ioni, neutralizator si analizor semisferic – figura 11.



Fig. 11 Reprezentare schematică a unei instalații utilizată pentru măsurători XPS

In cadrul INCDTIM, masuratorile XPS se vor efectua cu un echipament SPECS, fig. 12, dotat cu dublu anod Al/Mg, Pmax=300W pentru sursa de raze X. Pentru efectuarea masuratorilor este necesara uscarea probelor de fluid magnetic pe un suport de indiu. In scopul determinarii efectului incalzirii fluidelor magnetice la temperaturi in domeniul 140-180 °C asupra compozitiei chimice, vom efectua inregistrarea spectrelor XPS inainte si dupa incalzire.



Fig. 12 Echipament XPS- SPECS

Spectroscopie in Infrarosu cu Reflectanta Totala Atenuata (ATR/FT-IR)

Spectroscopia *IR* este o metoda de amprentare larg utilizata, extrem de fiabila si recunoscuta care permite caracterizarea, identificarea si de asemenea cuantificarea multor tipuri de substante. Analiza FT-IR se poate obtine in modul de transmisie, reflexie sau reflexie totala atenuata (ATR). In mod de transmisie, lumina infrarosie trece prin proba, in timp ce in modul de reflectie, este reflectata de pe suprafata probei. in modul ATR, un material cu indice mare de refractie (cristalul ATR) este folosit si lumina infrarosie este total reflectata intern la interfata dintre o proba si cristal. Unul

dintre punctele forte ale acestui tip de spectroscopie este capacitatea sa ca tehnica analitica de a obtine spectre dintr-o gama foarte larga de materiale solide, lichide si gaze. Cu toate acestea, in multe cazuri, este necesara o anumita forma de preparare a probei, in vederea obtinerii unui spectru de buna calitate. Spectrometrele traditionale IR au fost utilizate pentru analiza substantelor solide, lichide si gazoase, prin mijloace de transmitere a radiatiei infrarosii direct prin proba. in cazul in care esantionul este într-o forma lichida sau solida intensitatea caracteristicilor spectrale este determinata de grosimea probei si de obicei, aceasta grosime a esantionului nu poate fi mai mare de cateva zeci de microni.

Reflexia totala atenuata (ATR) este o tehnica de spectroscopie in infrarosu, care permite examinarea probelor direct in stare solida sau lichida fara procesare suplimentara. Principiul tehnicii ATR consta in masurarea schimbarilor care au loc intr-un fascicul infrarosu total reflectat intern, in cazul in care fasciculul vine in contact cu o proba (fig. 13).



Fig. 13 Reprezentare schematică a unei măsurători ATR

Radiatia este îndreptata dintr-un mediu dens catre unul mai putin dens. In acest caz intensitatea undei reflectate creste cand unghiul de incidenta creste. S-a demonstrat teoretic si s-a dovedit experimental ca radiatia patrunde usor in mediul mai putin dens înainte ca reflexia sa se produca. Adancimea penetrarii poate varia între o fractiune de lungime de unda si mai multe lungimi de unda depinzand de indicele de refractie a celor doua materiale, de unghiul de incidenta si de lungimea de unda. Aceasta radiatie se numeste unda evanescenta. Daca mediul mai putin dens absoarbe aceasta unda se observa atenuarea fascicolului la picurile de absorbtie.

Exista o serie de cristale disponibile pentru utilizarea in spectroscopia ATR. Seleniura de zinc (ZnSe) si cristalele de germaniu sunt de departe cele mai utilizate. Seleniura de zinc este un material cu cost relativ redus folosit pentru producerea de cristale ATR si este ideal pentru analiza lichidelor, a pastelor non-abrazive si a gelurilor; dar nu este deosebit de robust in intervalul de pH 5-9. Tinand cont de faptul ca se zgarie destul de usor masuri de îngrijire speciale trebuie luate la curatarea cristalului. Cristalele de germaniu au un interval de lucru al pH-ului mult mai bun si pot fi folosite pentru a analiza acizi si baze slabe. Germaniul are de departe cel mai mare indice de refractie dintre materialele ATR disponibile, ceea ce înseamna ca adancimea efectiva de penetrare este de aproximativ 1 micron. Pentru cele mai multe probe acest lucru va duce la obtinerea unui spectru slab; acest lucru fiind un avantaj atunci cand se analizeaza materiale extrem de absorbante. Diamantul este de departe cel mai bun material folosit in productia de cristale ATR datorita robustetii si durabilitatii sale. Costul initial de achizitie este in mod evident mai mare decat al celorlalte materiale de cristal disponibile, dar pe parcursul vietii instrumentului costurile de înlocuire sunt minime.

Spectroscopia de reflexie totala atenuata (ATR) a devenit o tehnica de rutina pentru studiul de straturi subtiri, pulberi, straturi de suprafata ale materialelor solide, dar si cele ale solutiilor puternic absorbante [20-22]. Spectroscopia FT-IR poate distinge cu usurinta între diferite specii moleculare prin concentrarea pe benzi specifice si poate fi utilizata pentru cuantificarea cantitati relative a diferitelor specii in diferite faze. Cele mai multe dintre aplicatii utilizeaza metoda de analiza calitativa si semicantitativa a modificarilor de compozitie, conformatie, orientare, si interactiuni moleculare in straturi subtiri atasate la un cristal ATR, cu un indice mare de refractie. O problema in ATR-FTIR este incapacitatea de a obtine o presiune si o arie de contact reproductibila între proba si cristal. in metoda reflexiilor multiple, proba - sub forma unui film subtire- este aplicata pe o suprafata puternic reflectanta. Spectrul obtinut in acest mod se aseamana cu cel obtinut prin transmisie, pentru ca radiatia trece prin proba, este reflectata de suprafata reflectanta, trece din nou prin proba si intra in monocromator. in *ATR*, forma benzilor de absorbtie depinde de o serie de parametrii, precum: lungimea de unda a radiatiei incidente, indicii de refractie, eficienta contactului dintre proba si suprafata. Alegerea neadecvata a unghiului de incidenta, a naturii elementului reflectant intern si a grosimii probei conduce la obtinerea de spectre puternic distorsionate. in scopul definirii conditiilor experimentale potrivite, trebuie luate in considerare combinarea lor si natura probei.

Activitate P3 -UPT

Determinarea curbei de magnetizare statica

Magnetometrul cu proba vibrata ("Vibrating Sample Magnetometer" - VSM) permite masuratori de moment magnetic. in cazul lichidelor magnetice, se utilizeaza o proba de forma cilindrica cu volumul de ordinul 0,1 cm³ si raportul dintre înaltimea cilindrului si diametrul bazei supraunitar, dispusa in campul magnetic uniform creat între polii electromagnetului din componenta aparatului. Inductia magnetica, perpendicular pe generatoarea cilindrului, poate fi de ordinul a catorva Tesla in functie de tipul de magnetometru. Se induce un moment magnetic dipolar proportional cu produsul dintre susceptibilitatea probei si campul aplicat. Un traductor converteste un semnal sinusoidal in vibratia verticala (cu frecventa de \sim 100 Hz) a barei de sustinere a probei. Datorita vibratiei probei magnetizate, se induce un semnal electric in doua bobine de detectie stationare, plasate pe suprafata pieselor polare ale electromagnetului. Semnalul are frecventa vibratiei si este proportional cu momentul magnetic al probei dar si cu amplitudinea si frecventa vibratiei. Un circuit electronic special (care contine un amplificator Lock-in) extrage din acest semnal unul continuu corespunzator valorii momentului magnetic, neinfluentat de amplitudine sau frecventa care sunt fixate pentru acest tip de aparat.

In cadrul proiectului se va utiliza un magnetometru cu proba vibrata tip VSM 880 (ADE Technologies, SUA), fig.14, pentru determinarea curbei de magnetizare, respectiv a proprietatilor magnetostatice ale nanofluidelor magnetice la temperature camerei. Incalzirea nanofluidelor magnetice prin disipatie vascoasa in etansarile rotitoare cu viteza periferica ridicata, nu poate depasi 130-140 grade Celsius din motive de stabilitate coloidala. Aceasta crestere de temperatura nu va influenta semnificativ proprietatile magnetice ale nanofluidului de etansare.



a) Prezentare generala



Fig. 14 Magnetometrul cu proba vibrata tip VSM880

Determinarea proprietatilor de curgere

Proprietatile de curgere ale fluidelor magnetice sunt determinate in primul rand de fractia volumica a nanoparticulelor magnetice dispersate, iar apoi de interactiunile dintre particule si procesele de structurare si deci de existenta formatiunilor (aglomeratelor) de particule in mediul de dispersie [6, 23].

Masuratorile experimentale se vor realiza cu reometrul Physica MCR 300, produs de Anton Paar, Germania, prezentat in fig. 15. El dispune de o varietate mare de sisteme de masurare ce sunt usor adaptabile, in functie de caracteristicile mediului fluid supus investigatiilor. Componentele sale permit realizarea unor masuratori de inalta acuratete si sunt realizate in conformitate cu standardul ISO 9001.



a) Prezentare generala b) Schema de principiu Fig. 15 Reometrul Physica MCR 300, cu sistemul de masurare placa-placa

Caracteristicile generale ale reometrului Physica MCR 300:

- ⇒ *Motorul de antrenare* este un motor cu magneti permanenti. Caracteristicile sale liniare, impreuna cu timpul de raspuns foarte mic, asigura un control excelent asupra tensiunii si a vitezei de forfecare in functie de modul de operare, precum si un domeniu extins de masurare. Momentul de rotatie variaza intr-un interval cuprins intre 0.25 µm si 150 mNm, iar precizia sa este de ±0,2 µNm, pentru momente de rotatie mici si de ±0,5%, pentru restul valorilor. De asemenea, viteza minima de masurare este egala cu 10⁻⁷ 1/min, iar cea maxima de 3000 1/min.
- ⇒ Lagarul pe perna de aer este o componenta de inalta precizie, care include senzorul de forta normala, patentat de producator.
- ⇒ Stabilirea interstitiului celulei de masurare (pentru geometriile placa-placa si con-placa) atat marimea interstitiului, cat si viteza, respectiv forta cu care piesa superioara (con ori placa) este deplasata pentru atingerea distantei fata de piesa pereche (placa inferioara) se face sub control automat si dupa legi de miscare ce pot fi prestabilite, in functie de tipul probei si geometria aleasa.
- ⇒ Controlul temperaturii se realizeaza fie cu ajutorul unei bai de termostatare cu apa distilata, pentru geometriile cilindrice, respectiv pentru celula magnetoreologica, intr-un interval de temperaturi cuprins intre 40° si 180°C; fie prin efect Peltier, pentru geometriile con-placa si placa-placa, intr-un interval de temperaturi cuprins intre 30° si 150°C.
- ⇒ Curentul din bobina ce este plasata sub placa inferioara, respectiv inductia campului magnetic aplicat, pot fi variate controlat utilizand o unitate de control separata si software-ul reometrului, intre valorile -5 A 5 A (cu pasul 0.1 A), ceea ce corespunde unei inductii magnetice cuprinse intre -990 mT.

In functie de geometria celulei de masurare (cilindri concentrici, con – placa, placa - placa), reometrul permite masurarea vascozitatilor de la valori mai mici decat cea a apei (1 mPa·s), pana la valori apropiate de cele ale materialelor solide (10^5 Pa·s). Principalele marimi reologice ce pot fi masurate/evaluate cu reometrul Physica MCR 300 sunt: vascozitatea dinamica, vascozitatea complexa, tensiunea de forfecare, temperatura, moment, viteza si deformatia unghiulara, timpul, module de relaxare, timp de relaxare etc.

Reometrul Physica MCR 300 poate fi controlat manual sau prin intermediul unui soft special, Physica US 200, ce permite si prelucrarea datelor experimentale. Aparatul nu masoara direct vascozitatea, viteza de deformare sau tensiunea de deformare, dar are posibilitatea de a masura momente si de a regla viteze. Conversia momentului M si a vitezei de rotatie ω in marimi reologice se face prin intermediul sistemului de masurare, tinand cont de geometria de masurare folosita (cilindri concentrici, con-placa, placa-placa). De exemplu, pentru geometria placa-placa, prezentata in fig. 15 b, modeleaza curgerea Couette, adica un proces dinamic cu forfecare simpla. Fluidul este antrenat, datorita proprietatii de aderenta la suprafata solida, de placa superioara (sustinuta de un lagar aerodinamic) care se roteste in raport cu cea inferioara, mentinuta fixa. Placa superioara este cea care transmite deformatia sau efortul in proba supusa testarii si tot placa superioara este cea care masoara parametrii cinematici si dinamici. In miscarile vascometrice rotationale tensiunea de forfecare din material τ este proportionala cu momentul de frecare masurat *M*.

Determinarea proprietatilor reo-si magneto-reologice ale nanofluidelor magnetice pentru etansari rotitoare cu viteza periferica ridicata va oferi date pentru evaluarea conditiilor de operare si a duratei de utilizare a nanofluidelor in astfel de etansari.

Activitate P1 - ARFT

Analiza magneto-granulometrica

Analiza magneto-granulometrica presupune determinarea parametrilor distributiei dimensionale, a diametrului magnetic mediu si abaterii standard. In cazul **suspensiilor concentrate** de particulelor magnetice cu o distributie dimensionala log-normala:

$$f(x) = \frac{l}{xS\sqrt{2\pi}} exp\left(-\frac{\ln^2 \frac{x}{D_0}}{2S^2}\right)$$
(4)

modelul Ivanov pentru dependenta magnetizarii de camp este [25]:

$$M(H) = M_{L}(H_{e}(H)) = n_{MNP} \int_{D_{m}=0}^{\infty} m(D_{m}) \cdot f(D_{m}) \cdot L\left(\frac{\mu_{0}m(D_{m})H_{e}(H)}{k_{B}T}\right) \cdot dD_{m}$$

$$H_{e}(H) = H + \frac{M_{L}(H)}{3} \cdot \left(1 + \frac{1}{48} \cdot \frac{dM_{L}(H)}{dH}\right)$$
(5)

unde: D_m este diametrul magnetic al nanoparticulelor, n_{MNP} concentratia nanoparticulelor, $m(D_m)=M_d\pi(D_m)^3/6$ este momentul magnetic al particulelor. *L* este functia Langevin L(x)=coth(x)-1/x, μ_0 este permeabilitatea magnetica a vidului, M_d este magnetizarea domeniala a magnetitei, k_B este constanta lui Boltzmann uar T este temperatura.

Relatia (5) sta la baza metodei magnetogranulometrice pentru lichide magnetice concentrate. Magnetogranulometria este metoda prin care se determina parametrii D_{0m} si S_m a distributiei diametrelor magnetice, precum si concentratia *n* a particulelor, prin regresie neliniara sau prin metoda de tip Chantrell aplicata curbelor de magnetizare statica. In cazul lichidelor magnetice diluate, ec.(5) se reduce la modelul Langevin iar metoda magnetogranulometrica devine metoda clasica Chantrell [24,25].

Cunoscand D_{0m} , si S_m , media $\langle D_m \rangle$ si deviatia standard σ_m a diametrului magnetic al particulelor sunt:

$$\langle \mathbf{D}_{\mathrm{m}} \rangle = \mathbf{D}_{0\mathrm{m}} \exp\left(\frac{\mathbf{S}_{\mathrm{m}}^{2}}{2}\right); \quad \langle \mathbf{D}_{\mathrm{f}} \rangle \cong \langle \mathbf{D}_{\mathrm{m}} \rangle + 2, \langle \mathbf{D}_{\mathrm{c}} \rangle = \langle \mathbf{D}_{\mathrm{f}} \rangle + 2\delta_{\mathrm{surf}},$$

$$\sigma_{\mathrm{m}} = \mathbf{D}_{0\mathrm{m}} \mathrm{e}^{\mathbf{S}_{\mathrm{m}}^{2}/2} \sqrt{\mathrm{e}^{\mathbf{S}_{\mathrm{m}}^{2}/2} - 1}$$

$$(6)$$

Pentru estimarea diametrului fizic mediu ($\langle D_{j} \rangle$) al particulelor magnetice, la valoarea medie a diametrului magnetic se aduga 1.9 nm, dublul grosimii stratului nemagnetic (Ec.(6)).

Determinarea distributiei diametrului hidrodinamic al particulelor magnetice prin imprastiere dinamica a luminii

Imprastierea dinamica a luminii ("Dynamic Light Scattering" - DLS) sau Spectroscopia de corelatie fotonica ("Photon Correlation Spectroscopy" - PCS) este o tehnica granulometrica bazata pe fenomenul de imprastiere a luminii. Lumina unui fascicul laser este imprastiata de catre particulele dispersate într-o matrice lichida transparenta. Imprastierea pe particule mult mai mici decît lungimea de unda a luminii este izotropa. Evolutia in timp a fluxului de lumina imprastiata pe o anumita directie este influentata de miscarea Browniana a particulelor din suspensia coloidala.



Fig. 16 Dispozitiv experimental pentru studiul imprastierii dinamice a luminii

In figura fig. 16 a este prezentata schema unui dispozitiv experimental pentru studiul imprastierii dinamice a luminii pe particulele din suspensie. In orice punct din spatiu, cimpul electromagnetic al luminii imprastiate este rezultatul interferentei undelor secundare formate prin imprastierea pe fiecare particula din suspensie. Deoarece laserul emite lumina coerenta, interferenta undelor secundare va fi determinata de o diferenta de faza la randul ei dependenta de miscarea relativa a particulelor din suspensie. Ca urmare, fluctuatiile intensitatii luminii imprastiate sunt determinate de miscarea Browniana in care sunt antrenate particulele din suspensie (fig. 16 b). Tinand cont de faptul ca dinamica miscarii Browniene este determinata de diametrul particulelor, rezulta ca fluctuatiile luminii imprastiate poarta informatii legate de dimensiunea particulelor din suspensie. Extragerea acestor informatii face uz de functia de autocorelatie temporala a intensitatii luminii [27].

In figura fig. 16 c sunt prezentate schematic rezultatele a trei experimente DLS pe suspensii cu particule de diverse dimensiuni. Diametrul particulelor obtinut prin studiul DLS al dispersiilor coloidale magnetice are semnificatia diametrului hidrodinamic al particulei de magnetita acoperita cu unul sau mai multe straturi de surfactant.

DLS este o metoda granulometrica, care va fi utilizata pentru studiul si caracterizarea ferofluidelor, ce vizeaza pe de o parte determinarea parametrilor distributiei dimensionale a diametrelor hidrodinamice ale particulelor magnetice coloidale, iar pe de alta parte pentru punerea in evidenta si caracterizarea agregatelor. Metoda va oferi informatii despre structurarea spontana, in absenta campului magnetic, adica despre eventuala formare a aglomerarilor datorate interactiunilor van der Waals dintre moleculele de surfactant de pe particulele magnetice sau a interactiunilor magnetice dipol-dipol.

Activitate 1.3: Vizite de lucru /schimburi de buna practica Activitate CO, Partener P1, Partener P2, Partener P3, Partener P4:

Partenerii s-au vizitat reciproc stabilind activitatile necesare pentru realizarea proiectului de cercetare. Totodata au vizitat firme care au in exploatare turbocompresor pentru care sunt destinate in viitor etansarile cu nanofluide magnetice cu viteze periferice mari (30-70 m/s).

Activitate 1.4: Diseminarea pe scara larga prin comunicarea si publicarea nationmala sau internetionala a rezultatelor Activitate CO,

Sa realizat pagina web (Fig17) : http://www roseal.eu/HiSpeedNanoMagSeal/

	11 B to 1 P 0 B 4
S.C. ROSEAL'S.	
Carl Charles I	Product PR 10 P5 PELS 2013 4 0010
1100000000	Exertises Re. 92/2019
	"Masses de etamate ca saméfició magnétic protes etcor prefecto map?", Accorr, 105procificaciótaglecal
1001240, 2403 2414	Autoritates Contractanta Malates (ancialhes proting Pinantiana
21mm	International Superior, a Concession, December 1 Internal 187110
REMOVE :	Concession of the Property of
	the contraction of
	And there is a second second second interest in the second s
	We provide the first of the second second by heater the part of the law begins and the second s
	Avoid description (Specification)
	take to contract and the fit of the
	time includes a consider the last time.
	The designed of the of
	The amount of a strate of the strate of
	Investment of the second of th

Fig. 17 Vizualizarea paginii web al proiectului HiSpeedNanoMagSeal

Activitatea 1.5. Analiza critica a tipurile de etansari utilizate in domeniu de viteze periferice ridicate (30 – 70 m/s).

Responsabil CO, P4:

Principalele condiții pe care trebuie să le îndeplinească un sistem de etanșare sunt: realizarea etanșeității; să fie fiabil; să aibă durabilitate ridicată; montarea și demontarea să se facă ușor; întreținerea să fie simplă; pierderile prin frecare să fie reduse; să aibă rezistență mecanică și chimică; să prezinte conductibilitate termică bună, pentru evacuarea căldurii degajate; să fie compatibil cu mediul etanșat.

Principalele tipuri de etanşări sunt:

- <u>Etanşări cu contact direct</u> între suprafeţele pieselor; în acest caz etanşarea se realizează prin contactul direct al pieselor după o suprafaţă plană, conică sau prin contact liniar; contactul direct şi, deci, lipsa unei garnituri deformabile între suprafeţe este impusă de condițiile funcţionale. Etanşarea directă este utilizată la organele de închidere cu ventil ca robinete, supape, la fitingurile pentru asamblarea conductelor etc.
- <u>Etanşările fără contact</u> se utilizează în cazul unor viteze periferice foarte ridicate, de exemplu la lagărele motoarelor electrice de mare putere și turație, la lagarele turbinelor etc. Prezintă avantajul că nu produc în mod practic nici uzură și nici frecare, durabilitatea lor putând fi considerată nelimitată.

Etanșarea fără contact se obține prin realizarea unui interstițiu, de dimensiuni mici, între piesele în mișcare relativă (care să împiedice scurgerea lubrifiantului) sau a unui sistem de canale (care să micșoreze energia cinetica a lubrifiantului, care tinde să se scurgă din lagar). Interstițiile și canalele se umplu, la montaj, cu unsoare consistentă, indiferent de natura lubrifiantului folosit pentru ungere.

Din categoria etanșărilor fără contact fac parte: etanșările cu labirinti,(Fig.18a) cu fante, cu canale circulare,(Fig.18b) cu inele de centrifugare etc.





a.) Etanșare cu labirinți

b.) Etanșare cu canale circulare

c) detaliu

Fig.18 Etanșări mecanice fără contact

Turbocompresoarele fac parte din utilajele care necesită utilizarea unor etanșări mecanice fără contact datorită vitezelor mari ce se dezvoltă între cele două părți componente: turbina și compresorul.

Turbocompresoarele au o largă utilizare în industria prelucrătoare de țiței de exemplu la comprimarea gazului metan în cadrul schelelor de extracție gaze natural, la comprimarea gazelor de însoțire a țițeiului în sondele de extracție petrolieră, la ridicarea presiunii gazelor pe conductele de presiune medie sau înaltă în cadrul stațiilor de transport sau distribuție gaze, precum și în industria fabicarii îngrășămintelor chimice. În componența acestor turbocompresoare un reper important cu influență deosebită asupra parametrilor de funcționare – atât parametrii tehnici,cât și cei legați de mediuîl reprezintă etanșările, utilizate fie pentru a separa medii diferite de lucru-gaz/aer, fie a asigura scăpări cât mai reduse de gaze în atmosferă. Turbocompresoarele sunt construcții complexe de mari dimensiuni. Fig.19.



a) ansamblu

b) etansare mecanica Fig.19 Turbocompresor pentru industria ingrasaminte chimica

Soluția utilizată pentru etanșarea unor asemenea sisteme complexe cu viteza mare de rotatie a ansamblelor de etansat sunt etanșări mecanice cu fluide de blocare sau etanșări mecanice fara contact cu gaz inert. [28 -29]

Totuși utilizarea acestora este limitată ne garantând etanșare perfectă, existând pericolul scăpărilor de gaze, ceea ce limitează utilizarea acestora în cazul gazelor periculoase. În plus, în cazul etanșării cu ulei acestea pot impurifica produsul, catalizatorul, etc. Pe de altă parte etanșarea cu gaz inert (Fig. 20 a, b) [44], necesită o sursă specială de alimentare cu gaz inert curat precum și control riguros al diferenței de presiune. Mentenanța acestor tipuri de etanșări presupune schimbarea periodică (~1-2 ani) cel puțin a elementelor active de rotație, o operație foarte costisitoare datorită faptului că prelucrarea acestor piese trebuie efectuată cu precizie submicronică.



a)vedere sectionata

b) sectiune transversala

Fig. 20 Etansare compresor Type 28

In prezent pe plan mondial problema etanșărilor fără scăpări, pentru medii gazoase a fost rezolvată cu sisteme de etanșare ce utilizează NFM, dar numai pentru etanșări rotitoare cu viteze periferice de până la 20 m/s.

Etanșarea cu nanofluid magnetic prezintă avantaje importante față de etanșările mecanice clasice, prezentate, și anume: o închidere ermetică, durată de funcționare excepțional de lungă fără intervenție, uzură minimă (doar frecare vâscoasă), contaminare practic nulă, transmiterea optimă a momentului, domeniul larg de funcționare – de la vid înalt (10^{-8} mbar) la aproximativ 10 bar (sau mai mult, de concepție specială), construcție relativ simplă și cost de execuție redus.



Fig. 21. Etanșare rotitoare cu nanofluid magnetic: 1 –Magnet permanent; 2 –Piese polare (materiale magnetice moi); 3 – Nanofluid magnetic (ținut într-o formă de inel între piesele polare și axa magnetic permeabilă); 4 – Arbore (materiale magnetice moi); 5 – Carcasă (material nemagnetic); 6 – Lagăre; 7 – Inele "O"; 8 – Flux magnetic [32, 33, 34].

Proiectarea circuitului magnetic pentru etanșările cu NFM joacă un rol critic în obținerea soluțiilor optime costeficiență și este condiționtă de o mulțime de factori, cum ar fi materialele selectate, geometriile și diferența de presiune.

Datorită faptului că intensitatea câmpului magnetic este mare în zona de etanșare, magnetizația fluidului tinde spre valoarea de saturație iar diferența de presiune maximă a unei treapta de etanșare poate fi determinată utilizând formula (7)[35-37]:

$$2p \oplus_{i} p_{i} \int_{0}^{R_{i} \to \infty} M B H = g_{i} \int_{0}^{R_{i} \to \infty} M B H = g_{i} \int_{0}^{R_{i} \to \infty} M H_{i} (B_{i} \oplus M + B_{i} \oplus M + B_{i}$$

Asadar, capacitatea de etanșare Δp a unei trepte de etanșare este direct proporțională cu magnetizația de saturație M_s . Totodata această ecuație subliniază faptul că la proiectarea circuitului magnetic trebuie ținut cont de obținerea diferențelor cât mai mari între inducția magnetică maximă (B_{max}) dintre dinții pieselor polare și arbore și inducția magnetică minimă (B_{min}) măsurată în dreptul suprafeței lichidelor magnetice.

Etanșările fără contact rotitoare cu NFM sunt compuse în general din multiple trepte, ce conțin câte un inel de NFM menținut între axa și dinții pieselor polare [38]. Diferența de presiune maximă pe întreagă etanșare de *n* trepte poate fi calculată prin însumarea capacității de etanșare a tuturor treptelor [31] (8):

$$\Delta p = \sum_{i=1}^{N_{ex}} \Delta p = c_{i+1} \Delta p_{max}$$
(8)

În practică, au fost folosite cu succes etanșările rotitoare cu NFM cu mai mult de 30 de trepte [32], dar numai pentru viteze periferice de până la 20 m/s.

O componentă importantă al etanșărilor rotitoare fără scapri îl constituie NFM, iar caracteristicile sale condiționează parametrii funcționali și implicit performanțele etanșărilor. În aceste condiții este deosebit de importantă evaluarea acestora din punct de vedere structural, magnetic, reologic și magnetoreologic.

În etanșările rotitoare fără scăpări pot fi utilizate atât NFM cât și fluide compozite magnetizabile (FCM) cu lichide de bază de tip hidrocarbon ușor, ulei mineral, ulei sintetic sau ulei de vid. Utilizarea de NFM în etanșările rotitoare prezintă însă câteva constrângeri datorită încălzirii vâscoase și forței centrifuge ce devine semnificativă la viteze periferice mai mari decât 10 m/s și pot reduce capacitatea etanșării. Forțele centrifuge ce acționează asupra inelelor de etanșare de NFM cresc proporțional cu pătratul vitezei de rotație. Peste o anumită limită, presiunea centrifugă egalează presiunea magnetică diferențială care reține fluidul în zona de etanșare. Odată ce se depășește această limită, NFM va fi expulzat din întrefier și astfel etanșarea nu se mai realizează. Această relație poate fi exprimată prin compararea presiunii centrifugale cu presiunea diferențială magnetică (9) [43]:

 $\mathcal{O}_{\mathcal{D}_{\mathcal{D}}} \otimes^{\mathcal{O}} \gg \mu_{0} \mathcal{M}^{\mathcal{O}}$

unde,		
ρ[kg·m ⁻¹]	-	densitatea nanofluidului magnetic;
<i>r</i> [m]	-	raza etanșării;
<i>L_G</i> [m]	-	grosimea întrefierului;
ω [s ⁻¹]	-	viteza de rotație;
μ₀ [H⋅m ⁻¹]	-	permeabilitatea magneticăabsolută;
<i>M</i> [A·m ⁻¹]	-	magnetizația nanofluidului magnetic în întrefier;
<i>H</i> [A⋅m ⁻¹]	_	intensitatea câmpului magnetic în întrefier.

Acest lucru reprezintă un blocaj în înlocuirea etanșărilor mecanice din turbocompresoare de gaz cu etanșări rotitoare fără scăpări dotate cu NFM disponibile în prezent și explică utilizarea timidă a acestor tipuri de etanșări.

Fluidele cu magnetizație de saturație extrem de ridicată au o concentrație volumică a nanoparticulelor magnetice surfactate ridicată și astfel o vâscozitate relativ mare. În plus vâscozitatea NFM se schimbă odată cu temperatura etanșării crescând la începutul mișcării de rotație până ce se ajunge la o stare de echilibru. Căldura excesivă datorată încălzirii vâscoase accelerează evaporarea NFM, destabilizează stratul de surfactant și reduce durata de funcționare a etanșării.

Pentru înlocuirea etanșărilor mecanice fără contact cu etanșări rotitoare fără scăpări cu NFM în turbocompresoare de gaz aceste constrângeri trebuie reduse, extinzând astfel domeniul de utilizarea la viteze periferice mari de până la 30 – 60 m/s.

Un blocaj al utilizarii NFM în sistemul de etanșare cu viteze mari îl reprezintă rezistența scazută a acestora la temperaturi înalte ($140 - 180^{\circ}$ C) rezistență necesară pentru a menține stabilitatea coloidală la viteze periferice de până la 30 - 60 m/s

Este evident faptul că dezvoltarea tehnologiei de etanșare cu NFM este puternic legată de proprietățile magnetice, termo-fizice și de hidrodinamica NFM[11],iar proiectarea acestor etanșări presupune o modelare adecvată a câmpului magnetic și cel hidrodinamic.

Activitatea 1.6. Desen de executie adaptare stand pentru testarea sisteme de etansare cu nanofluid magnetic:

Activitatea 1.6 CO ROSEAL

Pe standul de testare existent la S.C. Roseal S.A. (Fig.22.) se poate face incercari cu turatia arborelui pana la 3000 rot/min. Noi vrem sa ajungem in cadrul proiectului la incercari efectuate la viteze periferice mari in domeniul 30-70 m/s. Roseal a luat in calcul atingerea vitezei periferice moderate, adica la viteze periferice pana la 30 m/s la dimensiuni de Ø150 mm.

In acest sens Modulul de testare existent in standul de testare trebuie modificat prin schimbarea motorului electric existent cu antrenare indirecta cu un motor electric cu turatii ridicate cu antrenare directa a arborelor etansarii.

Motorul electric marca Electroputere Craiova, tip MIB, 250Hz, 14984 rot/min. permite obtinerea vitezei periferice la diametrul Ø150 mm pana la 40 m/s fara sa atingem turatia maxima a motorului, dar a necesitat modificarea stand de testare pentru a asigura antrenare directa a etansarilor cu nanofluide magnetice pentru viteze periferice mari.

Datorita faptului ca standul de testare existent nu permite montarea motorului electric direct pe suportul de testare este necesar modificarea acestuia. Aceasta modificare a fost realizata conform desen 410-1537-00 (Fig.23).



Fig.22 Stand de testare existent la S.C. Roseal S.A.

Standul de proba a fost proiectat in asa fel incat sa se poate face incercari pentru etansari rotitoare cu MF, avand diametrul interior al intrefierului de la Ø60 mm la Ø150 mm. Cu ajutorul convertizorului de frecventa Mitsubishi FR – AF 740 – 00770 – EC, facand parte din Modulului de achiziie, transmitere si prelucrare date, motorul se poate comanda variand frecventa de 0 la 250 Hz.



Fig.23 Adaptare stand

Activitatea 1.7. Executie adaptare stand pentru testarea etansarilor cu nanofluide magnetice la viteze de rotatie moderate. Instructini de montare si punere in functiune.

Activitatea 1.7. CO ROSEAL:

S-a executat adapare stand vezi Fig.24 a,b,c,d







a)

b)





d)

Fig. 24 a,b,c,d - Adaptarea standului existent la cererile actuale

S-a montat adapare stand in complexul standului de testere si motrul electric s-a legat la modului de achizitie, transmitere si prelucrare date in care exista convertizorul de frecventa Mitsubishi FR – AF 740 – 00770 – EC, cu care a fost rotit motorul electric crescand frecventa de la 0 pana 100 Hz atingand turatia de 6000 rot/min. Aceasta rotatie a arborelui la nivelul pieselor polare (\emptyset 60- \emptyset 150 mm) a determinat o viteza periferica de la 19 m/s pana la circa 40 m/s, care corespunde vetezei periferice moderate

In concluzie adaptarea stand conform desen nr. 410-1537-00 asigura atingerea vitezei periferice moderate de 40 m/s care permite testarea etansarilor cu nanofluide magnetice pentru viteze periferice mari.

S-a elaborat instructiuni de punere in functiune a motorului electric trifazat de tip MIB, Electroputere Craiova, 25 KW, 250 Hz, 14984 rot /min cu ajutorul unui convertizor de frecventa de tip Mitsubishi FR –AF 740 –00770- EC ce consta in urmatoarele operatii:

Inainte de inceperea lucrului se verifica starea intrerupatorulul principal pe dulapul de comanda. Intrerupatorul principal trebuie sa fie in starea inchisa O.

Se demonteaza capacul frontal al convertizorului de frecventa.

Se conecteaza legaturile electrice al motorului electric la iesirea convertizorul de frecventa, la terminalele U, V, W.

Se verifica impamantarea corecta a convertizorului de frecventa, si a motorului electric.

Se monteaza capacul frontal al convertizorului de frecventa.

Se pune sub tensiune dulapul de comanda cu manevrarea intrerupatorului principal in starea I.

Se aprinde buton afisaj verde ce indica existenta tensiunii in dulapul de comanda.

Se apasa partea verde al butonul MP. (Motor Principal), converizorul de frecventa va fi sub tensiune.

Pe unitatea de control al convertizorului trebuie efectuat urmatoarele setari:

- Se apasa butonul PU/EXT (mod de operare PU, mod de operare Extern)
- Se aprinde led rosu deasupra MON (Modul de monitorizare) si PU (Mod de operare al unitatii de control)
- Se apasa butonul MODE
- se invarte cursor rotativ la P 18
- se apasa butonul SET
- se modifica valoarea 50.0 Hz la 250.0 Hz cu ajutorul cursor rotativ

- se apasa butonul SET (se clipeste valoarea setat)
- se apasa butonul SET (se memoreaza valoarea setat)
- se apasa butonul SET (se iese din programul P 18)
- se invarte cursor rotativ la P 2
- se apasa butonul SET
- se modifica valoarea 00.0 Hz la 30.0 Hz cu ajutorul cursor rotativ
- se apasa butonul SET (se clipeste valoarea setat)
- se apasa butonul SET (se memoreaza valoarea setat)
- se apasa butonul SET (se iese din programul P 2)
- se invarte cursor rotativ la P 3
- se apasa butonul SET
- se modifica valoarea 50.0 Hz la 250.0 Hz cu ajutorul cursor rotativ
- se apasa butonul SET (se clipeste valoarea setat)
- se apasa butonul SET (se memoreaza valoarea setat)
- se apasa butonul SET (se iese din programul P 3)
- se invarte cursor rotativ la P 1
- se apasa butonul SET
- se verifica daca se afiseaza valoarea 250.0 Hz
- se apasa butonul SET (se iese din programul P 1)
- se apasa butonul MODE de doua ori

Se apasa butonul PU/EXT (mod de operare PU, mod de operare Extern)

Se aprinde led rosu deasupra MON (Modul de monitorizare) si PU (Mod de operare al unitatii de control)

Se apasa butonul REV (Inapoi) sau FWD (Inainte)

Ledul FWD/REV sta aprins continuu cand motorul functioneaza.

Se invarta cursor rotativ pana frecventa dorita, pe afisare LED apare valoarea frecventei in Hz

Se afiseaza valoarea curentului sau tensiunea daca se apasa butonul SET.

Pentru oprirea motorului electric se invarta in sens invers cursor rotativ pana valoarea frecventei pe afisaj led este 0.0. Hz, sau se apasa butonul STOP/RESET.

Dupa oprirea motorului electric se apasa partea rosu al butonului PU.

Se manevreaza intrerupatorul principal in starea O.

Bibliografie

- [1] Doina Bica, Preparation of magnetic fluids for various applications, Romanian Reports in Physics, 47(3-5) 265-672 (1995)
- [2] Doina Bica, I. Potencz, L. Vékás, G. Giula, Florica Potra, *Procedeu de obtinere a unor fluide magnetice pentru etansari*, Brevet RO 115533 B1 (2000)
- [3] L. Vékás, Doina Bica, M.V. Avdeev, Magnetic nanoparticles and concentrated magnetic nanofluids: Synthesis, properties and some applications (review), China Particuology, 5, 43-49 (2007)
- [4] Bica D., Vékás L., *Preparations and properties of a series of alcohol based magnetic fluids*, Magnitnaia Gidrodinamika (Magnetohydrodynamics), Riga, 30(3) 194-196 (1994)
- [5] Bica D., Vékás L., Rasa M., Preparation and magnetic properties of concentrated magnetic fluids on alcohol and water carrier liquids, J.Magn.Magn.Mater., 252, 10-12 (2002)
- [6] L. Vekas, Nanofluide Magnetice, Ed. Academiei Romane 28-58 (2013)
- [7] L. Shen, P. Laibinis, T.A. Hatton, Bilayer surfactant stabilized magnetic fluids: Synthesis and interactions at interfaces, Langmuir 15, 447 (1999)
- [8] G. R. Heal, "Thermogravimetry & Derivative Thermogravimetry", in P.J. Haines (ed.) Principles of Thermal Analysis & Calorimetry, ch. 4, Royal Society of Chemistry, Cambridge (2002)
- [9] Haines P.J., Thermal Methods of Analysis, Principles, Applications and Problems, Glasgow: Blackie (1995)
- [10] S. Hüfner, Photoelectron Spectroscopy Principles and Applications, Springer-Verlang, Berlin (1995)
- [11] W.E. Spicer, Phys. Rev. 112, 114 (1958)
- [12] N. Berglund and W. E. Spicer, Phys. Rev. 136, A1044 (1964)
- [13] J. Pendry, Surface science 57:679–705 (1976)
- [14] D. J. Spanjaard, D. W. Jepsen, and P. M. Marcus, Phys. Rev. B, 15:1728–1737 (1977)
- [15] D. A. Shirley, Physical Review B, 5:4709–4714 (1972)
- [16] S. Tougaard and P. Sigmund, Physical Review B25:4452–4466 (1982)
- [17] S. Tougaard and B. Jørgensen, Surface Science, 143:482–494 (1984)

- [18] S. Tougaard, Surface and Interface Analysis, 11:453–472 (1988)
- [19] S. Hüfner, G. K. Wertheim, D. N. E. Buchanan, and K. W. West, Physical Letters, 46A:420 (1974)
- [20] N. J. Harrick, Internal Reflection Spectroscopy; Interscience Publishers: New York (1967)
- [21] F. M. Mirabella, in Internal Reflection Spectroscopy Theory and Applications, Ed. Marcel Dekker: New York (1993)
- [22] M. W. Urban, Attenuated Total Reflectance Spectroscopy of Polymers: Theory and Practice; American Chemical Society: Washington, DC (1996)
- [23] L. Vékás, M.V. Avdeev, Doina Bica, Magnetic nanofluids: synthesis and structure, Chapter 25, în: Donglu Shi (Editor): NanoScience in Biomedicine, Springer (USA) 645-704 (2009)
- [24] Rasa M., Magnetic properties and magneto-birefringence of magnetic fluids, Eur. Phys. J.E, 2, 265-275 (2000)
- [25] Rasa M., Bica D., Philipse A., Vékás L., Dilution series approach for investigation of microstructural properties and particle interactions in high-quality magnetic fluids, Eur.Phys.J.E, 7, 209-220 (2002)
- [26] A. O. Ivanov, S. S. Kantorovich, E. N. Reznikov, C. Holm, A. F. Pshenichnikov, A. V. Lebedev, A. Chremos, P. J. Camp, Phys.Rev.E, 2007, 75, 061405
- [27] R. Pecora, Dynamic Light Scattering: Applications of Photon Correlation Spectroscopy, Springer Science & Business Media - Science, 420 p. (1985)
- [28] Hendricks, R. C.; Steinetz, B. M.; Braun, M. J, Turbomachine Sealing and Secondary Flows, NASA/TM—2004-211991/PART1, 2004
- [29] Chupp, Raymond E.; Hendricks, Robert C.; Lattime, Scott B.; Steinetz, Bruce M., Sealing in Turbomachinery, NASA/TM—2006-214341, 2006
- [30] Flowserve Co Catalog 2012, Turbomachinery Sealing Solutions, 2012
- [31] Vékás L., Nanofluide magnetice: sinteză, structură, proprietăți, aplicații, 2012, Editura Academiei Română
- [32] Flitney De R. K., Brown M. W., Seals And Sealing Handbook, 2007, Elsevier, p. 268-271
- [33] Borbáth T., Bica D. †, Potencz I., Vékás L., Borbáth I., Boros T., Magnetic nanofluids and magnetic composite fluids in rotating seal systems, 2010, Proc. 25th IAHR Symposium on Hydraulic Machinery and Systems, Timisoara, Romania, IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science 12 (2010) 012105
- [34] Borbáth T., Bica D., Potencz I., Borbáth I., Boros T., Vékás L., Leakage-free Rotating Seal Systems with Magnetic Nanofluids and Magnetic Composite Fluids Designed for Various Applicationsm, 2011, International Journal of Fluid Machinery and Systems 4 1, p. 67-75
- [35] I. De Sabata, Questions concernant les dimensions principales des poles d'un scellement magneto-fluide, Rev.Roum.Sci. Techn.-Mec. Appl., Tome 30, Nr.2-3, 1985, p.237-244.
- [36] B. M. Berkovsky, V.F. Medvedev, M.S. Krakov, Magnetic Fluids (in Russian), Moskva "Himia", 1989, Chap. 4, p.132-171
- [37] Borbath I., Kacso Z., David L., Potencz I., Bica D., Marinică O., Vekás L., Applications of magnetic nanofluids in rotating seals, 2006, Convergence of micro- and nanoengineering, Bucharest; Romanian Academy Publ. House, p. 200-210
- [38] Rosensweig R. E., Magnetic fluid seals, 1971, US Patent 3,260,584
- [39] Bica D., Minea R., Procedeu de obținere a lichidelor magnetice pe bază de petrol, 1989, Brevet RO 97
- [40] Bica D., Potencz I., Vékás L., Giula G., Potra F., Procedeu de obținere a unor fluide magnetice pentru etanşări, 2000, Brevet RO 115533 B1
- [41] Bica D., Vékás L., Bălănean F., Borbáth I., Boros T., Gálffy D., Procedeu de obținere a fluidelor magnetice compozite pentru etanşări magnetofluidice rotitoare, pentru presiuni ridicate, 2009, Brevet RO 122725
- [42] Borbáth T., Studii teoretice si aplicative ale fluidelor si elastomerilor controlabili magnetic, Teza de doctorat, 2012
- [43] Z. Li, Magnetic fluid seals for DWDM filter manufacturing, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 252, 2002, pp. 327-329.
- [44] Fisa tehnica John Crane TYPE 28 Compressor Seals -<u>https://www.johncrane.com/~/media/J/Johncrane_com/Files/Products/Specification%20Sheets/S_28AT_XP_EXP_Eng.pdf</u>