

# Priprava i karakterizacija nanofluida na osnovi transformatorskog ulja i čestica magnetita

---

Putnik, Aleksandra

Master's thesis / Diplomski rad

2018

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Chemical Engineering and Technology / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:149:259027>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2025-03-31**



Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Chemical Engineering and Technology University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE  
SVEUČILIŠNI DIPLOMSKI STUDIJ

Aleksandra Putnik

DIPLOMSKI RAD

Zagreb, rujan 2018.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE  
SVEUČILIŠNI DIPLOMSKI STUDIJ

Aleksandra Putnik

PRIPRAVA I KARAKTERIZACIJA NANOFLUIDA NA OSNOVI  
TRANSFORMATORSKOG ULJA I ČESTICA MAGNETITA

DIPLOMSKI RAD

Voditelj rada: prof. dr. sc. Ante Jukić

Članovi ispitnog povjerenstva:

prof. dr. sc. Ante Jukić

doc. dr. sc. Fabio Faraguna

prof. dr. sc. Mirela Leskovic

Zagreb, rujan 2018.

*Zahvaljujem se prvenstveno mojim roditeljima i bratu koji su mi omogućili studiranje, koji su bili uz mene i podržavali me u svemu.*

*Hvala prof. dr. sc. Anti Jukiću na strpljenju, ukazanom trudu i izvrsnom mentorstvu prilikom pisanja ovog rada.*

*Veliko hvala doc. dr. sc. Fabiu Faraguni na uloženom trudu, strpljenju i pomoći oko diplomskog rada. Hvala mu što me uz brojna pitanja potaknuo da razmišljam na inženjerski način.*

*Hvala svim mojim prijateljima koji su bili uz mene tijekom cijelog studiranja.*

## Sadržaj:

1. UVOD .....	1
2. OPĆI DIO.....	2
2.1. Nanofluidi.....	2
2.2. Stabilnost nanofluida.....	4
2.3. Viskoznost nanofluida.....	5
2.4. Toplinska vodljivost nanofluida.....	5
2.5. Polimerizacija površinski aktivnih tvari.....	6
2.6. Površinski aktivne tvari (PAT).....	7
2.7. Magnetit .....	9
2.8. Transformatori i transformatorska ulja.....	10
2.9. Nanofluidi na osnovi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	11
3. EKSPERIMENTALNI DIO.....	15
3.1. Materijali .....	15
3.1.1. Magnetit.....	15
3.1.2. Transformatorsko ulje .....	15
3.1.3. Inicijator za polimerizaciju.....	16
3.1.4. Monomeri .....	17
3.2. Metode.....	18
3.2.1. Polimerizacija.....	18
3.2.2. Kromatografija isključenja po veličini, GPC/SEC analiza.....	19
3.2.3. Homogenizacija ultrazvukom.....	20
3.2.4. Praćenje stabilnosti.....	21
3.2.5. Mjerenje kinematičke viskoznosti.....	23
3.2.6. Mjerenje dinamičke viskoznosti.....	23
3.2.7. Mjerenje toplinske vodljivosti.....	25
4. REZULTATI I RASPRAVA .....	26
4.1. Sinteza PAT-a i priprema nanofluida.....	26
4.2.2. Kromatografija isključenja po veličini, GPC/SEC analiza.....	26
4.2. Priprava nanofluida .....	28
4.2.1. Homogenizacija ultrazvukom.....	28
4.3. Određivanje stabilnosti nanofluida u prvoj fazi eksperimenta .....	29
4.3.1. Praćenje stabilnosti.....	29
4.4. Određivanje stabilnosti nanofluida u drugoj fazi ekpserimenta .....	36

4.4.1. Homogenizacija ultrazvukom.....	36
4.4.2. Praćenje stabilnosti.....	37
4.4.3. Određivanje kinematičke viskoznosti.....	38
4.4.4. Određivanje dinamičke viskoznosti .....	40
4.4.5. Mjerenje toplinske vodljivosti.....	45
5. ZAKLJUČAK .....	49
6. POPIS SIMBOLA .....	51
7. LITERATURA.....	51
8. ŽIVOTOPIS .....	54

## SAŽETAK

### **PRIPRAVA I KARAKTERIZACIJA NANOFLUIDA NA BAZI TRANSFORMATORSKOG ULJA I ČESTICA MAGNETITA**

Cilj ovog rada je priprava i karakterizacija nanofluida od kojeg se očekuje dugotrajna stabilnost i visoka toplinska vodljivost. U odnosu na mineralno transformatorsko ulje koje se upotrebljava kao izolacijski materijal u transformatorima, nanofluid se pokazao kao puno bolji izolacijski materijal.

U istraživanju koje se provodilo, nanofluid je smjesa transformatorskog ulja u kojemu se nalaze različiti molarni omjeri površinski aktivnih tvari te nanočesice magnetita. Eksperimentalni dio se može podijeliti u dva dijela. U prvom dijelu su se sintetizirale površinski aktivne tvari različitog sastava, pripremali su se nanofluidi iste koncentracije nanočestica i ispitivalo se koji maseni udio površinski aktivnih tvari rezultira najboljom stabilnosti nanofluida. U drugom dijelu se provodilo ispitivanje utjecaja koncentracije, odnosno masenog udjela nanočestica na stabilnost nanofluida za prethodno odabranu najbolju površinski aktivnu tvar.

U ovom radu kao površinski aktivna tvar koristio se polimer koji je dobiven od dva različita monomera: dodecil-metakrilata i *N,N*-dimetilaminoetil-metakrilata. Ispitivanje se provodilo s uzorcima koji imaju različit međusobni molarni udio ova dva monomera te kao najstabilniji i najekonomičniji uzorak se pokazao DD97,5 s 0,1 mas. % PAT i 0,01 mas. % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

**Ključne riječi:** nanofluidi, magnetit, stabilnost, površinski aktivne tvari, toplinska vodljivost

## SUMMARY

### PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF NANOFLUIDS OF TRANSFORMER OIL AND MAGNETITE PARTICLES

The aim of this work is preparation and characterisation of nanofluids from which is expected long lasting stability and high thermal conductivity. In comparison with mineral transformator oil, nanofluids resulted as a much better isolation material.

In the experimet nanofluid is mixture of transformator oil consisted of different mass fractions of surfactants and magnetite nanoparticles. Experimental part is divided into two parts. The first part is about synthesis of surfactants, preparation of nanofluids and testing mass fractions that has the best effect on nanofluid's stability. In the second part the focus is on testing of mass fraction that has the best effect on stability of nanofluid for previously selected fraction of sufractants.

In this work as sufractant is used polymer made of two different monomers: Dodecyl methacrylate and 2-(Dimethylamino)ethyl methacrylate. The experiment was performed with samples that have different mass fraction of this two monomers. Sample DD97,5 with 0,1 mas. % PAT and 0,01 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  has shown as the most stable and most economic.

**Key words:** nanofluids, magnetit, stability, surfactants, thermal conductivity



## 1. UVOD

U posljednje vrijeme sve je veći trend primjene nanotehnologije u industriji. Nanotehnologija je znanost koja se bavi istraživanjima interakcija atoma, molekula te makromolekula na nano razini. Kako nanotehnologija, tako i nanofluidi plijene sve veću pozornost i pronalaze sve veću primjenu u posljednjih desetak godina.

Nanofluid je fluid koji sadrži nanočestice u malim masenim udjelima, koje su homogeno suspendirane unutar fluida.<sup>[1]</sup> To je dvofazni sustav gdje se jedna faza nalazi u drugoj fazi, u ovom slučaju kruta faza u kapljevitoj fazi.<sup>[2]</sup> U dvofaznim sustavima često se javlja problem sa stabilnošću sustava. Može doći do stvaranja aglomerata nanočestica i sedimentacije što utječe na stabilnost nanofluida. Posljedica sedimentacije je nestabilan nanofluid, a samo stabilan nanofluid pokazuje poboljšanje u svojstvima s obzirom na konvencionalne fluide.<sup>[3]</sup> U ovom radu će se istraživati stabilnost nanofluida uz ispitivanje viskoznost, reologije, toplinske vodljivost itd.

Mnogi istraživački radovi zasnivaju se na istraživanjima toplinskih i dielektričnih svojstava nanofluida. Nanofluidi posjeduju poboljšana termofizička svojstva poput toplinske vodljivosti, toplinske difuzivnosti, viskoznosti te konvekcijskog prijenosa topline.<sup>[2]</sup> Iz tog razloga transformatorska ulja na osnovi nanofluida koja imaju poboljšana dielektrična i toplinska svojstva mogu zamijeniti mineralna ulja koja su trenutno na tržištu, jer su nanofluidi na osnovi transformatorskog ulja superiornijih svojstava od mineralnog ulja.<sup>[1]</sup>

U ovom radu će biti prikazana primjena nanofluida na osnovi transformatorskog ulja i čestica magnetita te će se prikazati način pripreme takvog nanofluida i sve njegove karakteristike. Prilikom pripreme samog nanofluida koristile su se površinske aktivne tvari (PAT) kojima je u cilju sterički stabilizirati nanočestice koje se nalaze u nanofluidu. Cilj cijelog rada je dobiti stabilan nanofluid koji će imati veću toplinsku vodljivost i probojni napon u usporedbi s čistim uljem.

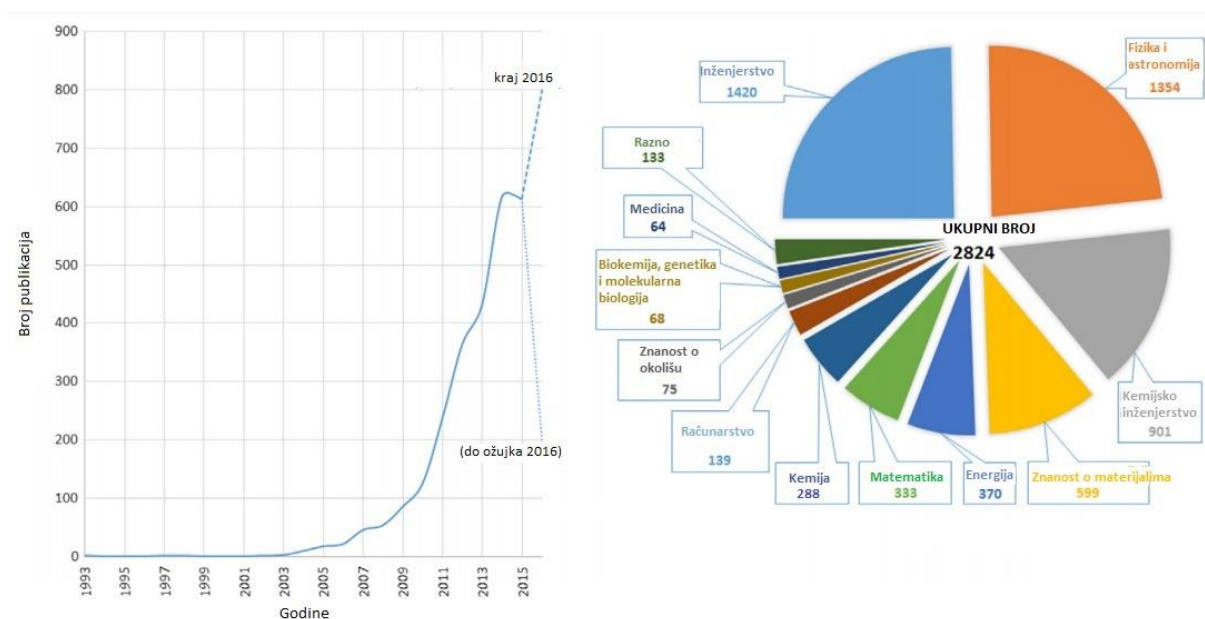
## 2. OPĆI DIO

### 2.1. Nanofluidi

Nanofluidi se mogu definirati kao dvofazni sustav koji se sastoji od fluida koji može biti kapljevina ili plin te od nanočestica čija je veličina manja od 100 nm. Nanofluidi su koloidne suspenzije nanočestica u baznom fluidu. Kao bazni fluid najčešće se koriste voda, ulje, aceton ili etilen glikol, dok se kao nanočestice koriste metalne čestice (Au, Ag, Al, Cu), nemetalne čestice (tu spadaju metalni oksidi -  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  i keramičke čestice) i ugljikove nanocijevi.<sup>[4]</sup>

Provodi se veliki broj istraživanja nanofluida s ciljem dobivanja novih svojstava, odnosno poboljšanja toplinske vodljivosti i koeficijenta prijenosa topline.

U posljednjih nekoliko godina javlja se sve veći broj publikacija o nanofluidima i njihovom području primjene kao što možemo vidjeti na slici 2.1.1.



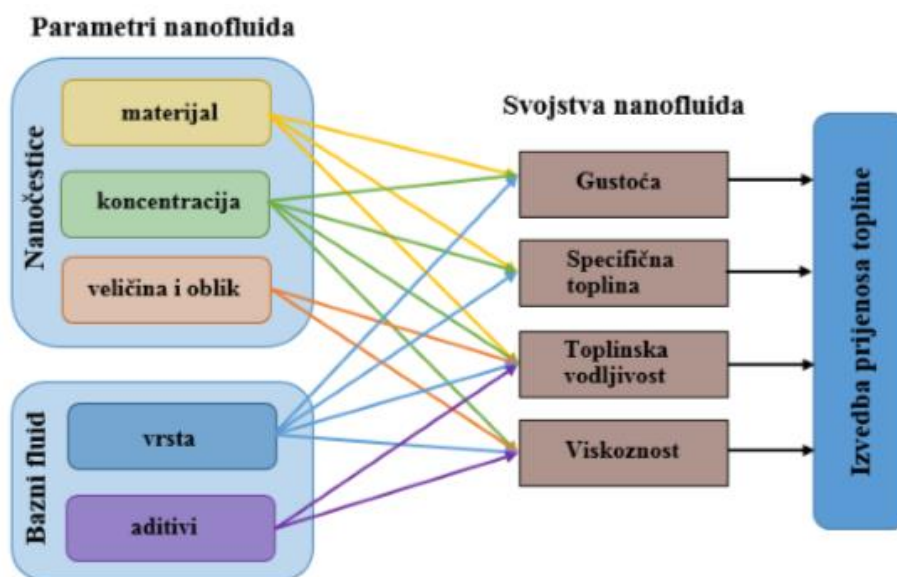
**Slika 2.1.1.** Broj objavljenih publikacija s naslovom „nanofluidi“ raste svake godine. Najveći broj publikacija pripada inženjerskom sektoru.<sup>5</sup>

Zbog velikog broja istraživanja teško je točno definirati što znači stabilan nanofluid. Zato što istraživači u svojim istraživanjima nisu koristili iste tehnike pripreme nanofluida, koristili su različite bazne fluide, različite nanočestice i njihove veličine, površinski aktivne tvari itd.. Općenito se može zaključiti da nanofluidi s nemetalnim nanočesticama, nanofluidi s metalnim nanočesticama te nanofluidi koji sadrže nanočestice na osnovi ugljika imaju poboljšana

svojstva toplinske vodljivosti u odnosu na konvencionalne fluide. Nanofluidi s keramičkim nanočesticama se najviše istražuju radi njihove niske cijene, dostupnosti i kemijske stabilnosti nanočestica, ali oni ne povećavaju znatno toplinsku vodljivost. Nanofluidi s metalnim česticama se manje istražuju u odnosu na nanofluide s keramičkim česticama radi ograničene oksidacijske stabilnosti, ali i visoke cijene, no prema istraživanjima oni daju znatno veću toplinsku vodljivost. Pretpostavlja se da metalne nanočestice posjeduju geometrijski ovisne lokalizirane plazmonske rezonancije (kvant pobuđenja kolektivnoga titranja elektrona u metalu), te upravo oni doprinose povećanju toplinske vodljivosti. Nanofluidi koji sadrže nanočestice na osnovi ugljika pokazuju širok raspon povećanja toplinske vodljivosti, od neznatnog povećanja toplinske vodljivosti kod amorfne čađe, do značajnog povećanja toplinske vodljivosti kod ugljikovih nanocjevčica i grafen oksida. Upravo taj široki raspon povećanja toplinske vodljivosti može se pripisati jedinstvenoj prirodi ugljika koji je anizotropan, što znači da ima različita fizikalna svojstva uzduž različitih molekulskih osi. <sup>[6]</sup>

Nanofluidi mogu imati utjecaj na ljudsko zdravlje i okoliš te prilikom rada s nanofluidima treba biti oprezan. Nanočestice mogu biti opasne po ljudsko zdravlje zato što ih ljudi mogu udahnuti zbog njihove iznimno male veličine. Izlaganje čak i malim količinama nanočestica može uzrokovati zdravstvene probleme. Na primjer, nanočestice na osnovi željezovih oksida mogu uzrokovati probleme s plućima, dok nanočestice na osnovi kroma i cinka mogu uzrokovati čak i rak pluća. Postoji visoki rizik da nanočestice iz dišnih puteva mogu dospjeti u druge organe, uključujući i središnji živčani sustav. Osim kroz nosnu šupljinu, nanočestice mogu prodrijeti i kroz kožu, stoga se mora voditi računa o adekvatnoj zaštiti prilikom rukovanja s nanočesticama. Također mogu utjecati na okoliš tako što ako dođe do izlivanja i nepravilnog skladištenja mogu se akumulirati u vodi, tlu i biljkama. <sup>[1]</sup>

Sama priprema nanofluida za prijenos topline je vrlo kompleksan proces. Potrebno je dobro razumijevanje svih parametara i njihovog utjecaja na bazni fluid i nanočestice kako bi se dobio nanofluid sa svojstvima koja se žele postići, što se može vidjeti na slici 2.1.2. <sup>[7]</sup>



Slika 2.1.2. Utjecaj parametara na željena svojstva nanofluida<sup>[7]</sup>

## 2.2. Stabilnost nanofluida

Jedan od glavnih ciljeva prilikom sinteze nanofluida je želja za postizanjem što bolje stabilnosti, jer stabilnost pokazuje poboljšanje u svojstvima s obzirom na konvencionalne fluide. Postizanje stabilnosti nanofluida je zahtjevan posao jer se javljaju mnogi problemi, prvenstveno problemi s aglomeriranjem. Nanočestice posjeduju veliku površinu te zbog međusobnih sudara i Wan der Waalsovih sila među nanočesticama dolazi do njihovog povezivanja u veće čestice te stvaraju aglomerate koji osim što mogu dovesti do začepjenja pora u sustavu, mogu smanjiti i toplinsku vodljivost. Prilikom aglomeracije mogu nastati meki i tvrdi aglomerati. Mekci aglomerati se mogu razbiti ultrazvukom. Tvrdi aglomerati imaju jake kemijske veze i ne mogu se razbiti jednostavnim postupcima. Jedini način razbijanja tvrdih aglomerata je intenzivnim kugličnim mljevenjem.<sup>[2][8]</sup>

Stabilan nanofluid definira se Stokesovim zakonom, prema navedenoj formuli.

$$V_s = \frac{2}{9} \frac{(\rho_p - \rho_f) g R^2}{\mu}$$

Stokesov zakon opisuje brzinu sedimentacije čestica ( $V_s$ ) koja se smanjuje sa smanjenjem radijusa čestica ( $R$ ) i utjecajem gravitacije ( $g$ ), razlikama gustoće između čestice i tekućine ( $\rho_p - \rho_f$ ) i povećanjem viskoznosti baznog fluida ( $\mu$ ).<sup>[3]</sup>

Postoji nekoliko metoda praćenja stabilnosti:

- 1) Metoda taloženja i centrifugiranja
- 2) Analiza zeta potencijala

### 3) Analiza apsorbancije pomoću spektrofotometra<sup>[2]</sup>

Osim metoda praćenja stabilnosti, također postoje i drugi načini kako se može postići stabilnost nanofluida, a to je dodavanjem površinski aktivnih tvari (PAT) ili modifikacijom površine nanočestica. Mora se pažljivo odabrati ona površinski aktivna tvar koja će osigurati dobru topljivost PAT-a u baznom fluidu, a samim time i povećati stabilnost nanofluida. Svaka od navedenih metoda temelji se na tome da među česticama moraju postojati odbojne sile jer će na taj način suspenzija dulje biti stabilna. Odnosno zbog postojanja van der Waalsovih ili električnih sila neće doći do aglomeriranja.<sup>[9]</sup>

### 2.3. Viskoznost nanofluida

Viskoznost je mjera unutarnjeg otpora gibanju kapljevine koje uzrokuju kohezivne sile među molekulama. Postoje dvije vrste viskoznosti, kinematička ( $\nu$ ) i dinamička ( $\eta$ ).

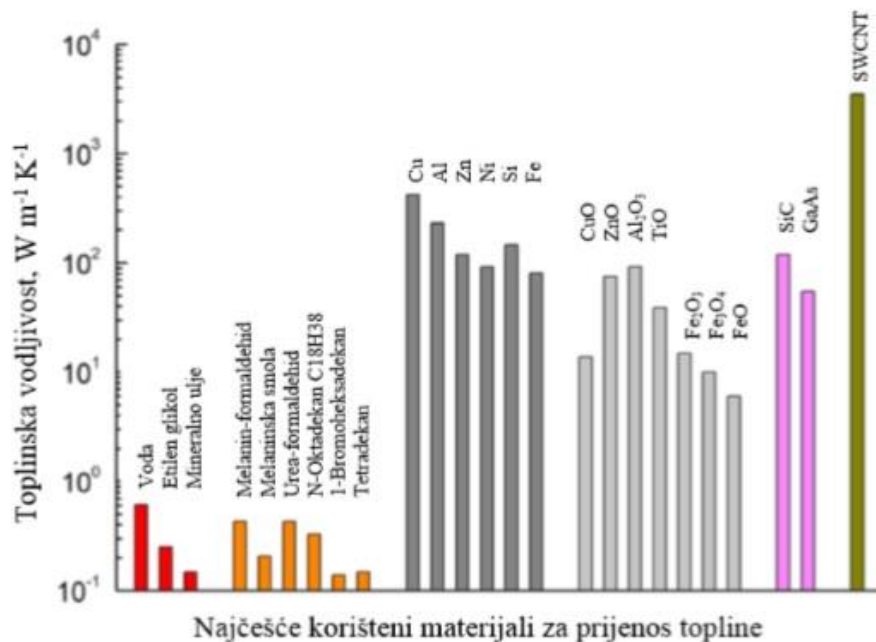
Dinamička viskoznost ili apsolutna viskoznost može se definirati kao omjer primijenjenog smičnog naprezanja i gradijenta brzine smicanja, dok se kinematička viskoznost definira kao mjera za otpor tečenju pod utjecajem gravitacije. Kinematička viskoznost se određuje mjerenjem vremena protoka tekućine kroz kapilaru poznatih dimenzija, a predstavlja omjer dinamičke viskoznosti i gustoće.<sup>[10]</sup>

Što je više tekućina viskozna to znači da ima veći otpor protjecanju, a dok mala viskoznost tekućine znači da ima manji otpor protjecanju. Viskoznost nanofluida, koji služi kao izolator, utječe na prijenos topline u transformatoru.<sup>[1,8]</sup>

### 2.4. Toplinska vodljivost nanofluida

Toplinska vodljivost može se definirati kao sposobnost materijala da prenosi toplinu. Očekuje se da bazni fluid koji se nalazi unutar transformatora djeluje kao električni izolator, ali i medij za prijenos topline. Poželjno je da bazni fluid ima veliku toplinsku vodljivost, jer je tako osiguran i veći prijenos topline. Suspenzije različitih vrsta nanočestica u transformatorskom ulju utječu na toplinsku vodljivost, to jest povećavaju toplinsku vodljivost a samim time povećavaju i prijenos topline. Upravo iz tog razloga se u transformatorska ulja dodaju različite vrste nanočestica.<sup>[1]</sup>

Voda ima toplinsku vodljivost od 0,6 W/ m K pri sobnoj temperaturi. Veću toplinsku vodljivost od vode posjeduju metali i metalni oksidi, što se može vidjeti na slici 2.4.1.. Zbog njihove veće toplinske vodljivosti dodaju se kao nanočestice u bazni fluid.<sup>[12]</sup>



Slika 2.4.1. Usporedba toplinskih vodljivosti materijala<sup>[7]</sup>

Ako se dodaju velike količine nanočestica u bazni fluid doći će do povećanja viskoznosti baznog fluida. Zato se treba voditi računa o optimalnoj koncentraciji nanočestica u baznom fluidu. Također oblik nanočestica ima utjecaj na termofizikalna svojstva nanofluida.<sup>[11]</sup>

## 2.5. Polimerizacija površinski aktivnih tvari

Polimerne tvari se sintetiziraju polimerizacijom. Polimerizacija je kemijska reakcija u kojoj se monomeri povezuju međusobno te tvore makromolekule, odnosno molekule polimera. Ako međusobno reagiraju isti monomeri nastat će homopolimer, dok reakcijom različitih monomera nastaju kopolimeri.

Lančane reakcije polimerizacije sastoje se od tri stupnja elementarnih reakcija: početak reakcije ili inicijacija, rast lanca ili propagacija i prekid rasta lanca ili terminacija. Zbog prirode reakcije, u svim procesima polimerizacije jako je važno koristiti čiste monomere i druge pomoćne materijale jer inače ne bi došlo do stvaranja polimera ili se ne bi postigle dovoljno velike molekulske mase.

Radikalne polimerizacije imaju prednost u odnosu na druge polimerizacije zbog toga što je kinetika procesa dobro definirana te se temelji na pretpostavkama kinetike lančanih reakcija. Proces radikalne polimerizacije mogu se provoditi u vodenom mediju, jer slobodni radikali ne reagiraju s molekulama vode. Osim provođenja radikalnih polimerizacija u masi i otopini, moguće ih je provoditi u suspenziji i emulziji.

Inicijacija reakcije polimerizacije sastoji se od dva stupnja:

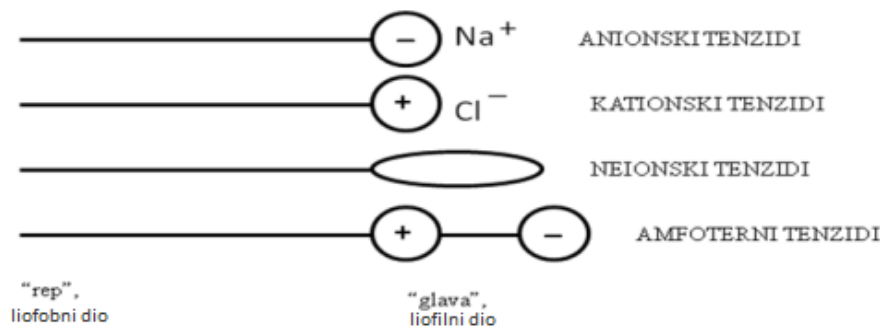
1. Homolitičko cijepanje ili dekompozicija inicijatora njegovim zagrijavanjem uz nastajanje dva slobodna radikala koji imaju odgovarajuću konstantu brzine
2. Reakcija adicije primarnog radikala na monomer gdje nastaje novi radikal.

Propagaciju čini uzastopna adicija velikog broja molekula monomera.

Terminacija se može odviti na dva načina: povezivanjem odnosno kombinacijom makro radikala ili prijenosom vodika odnosno disproporcioniranjem makromolekula.<sup>[13]</sup>

## **2.6. Površinski aktivne tvari (PAT)**

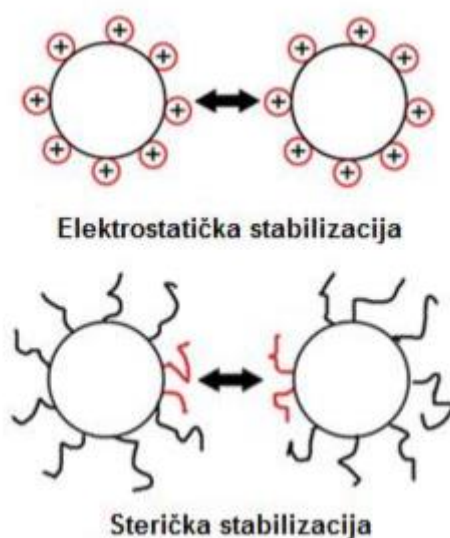
Glavna karakteristika površinski aktivnih tvari ili tenzida je smanjenje površinske napetosti tvari koja se otapa u određenom otapalu. PAT se dodaje kako bi se omogućio bolji kontakt između dvije faze u dvofaznim sustava ali i stabilnost sustava, odnosno da bi se spriječila koagulacija i aglomeracija dispergiranih čestica u koloidnim sustavima. Sastoje se od dva dijela: liofobnog repa koji je nepolarni dio molekule i liofilne glave koji predstavlja polarni dio molekule. Liofobni dio predstavlja dugački alkalni lanac koji je vezan za liofilni dio. Glavu mogu činiti neionske grupe (etilenska, esterska, hidroksilna, amidna, itd.), neutralizirane kisele grupe (karboksilna, sulfatna, sulfonska, fosforna), te neutralizirane baze grupe (primarna, sekundarna, tercijarna, piridinska). Duljina repa utječe na topljivost sustava. Duži repovi osiguravaju bolje interakcije s uljnim sustavima, dok su kraći repovi za vodene sustave. Prema električnom naboju površinski aktivnog iona koji se nalazi u otopini razlikujemo: anionske tenzide, kationske tenzide, neionske tenzide te amfoterne tenzide, što možemo vidjeti na slici 2.6.1.<sup>[9,14]</sup>



**Slika 2.6.1.** Shematski prikaz molekula tenzida iliti površinski aktivnih tvari <sup>[14]</sup>

Molekulska struktura PAT-a utječe na njihove karakteristike a to su: adsorpcija i molekulska samoudruživanje. Adsorpcija je sakupljanje molekula PAT-a na granici dvaju faza te rezultira sa svojstvima pjenjenja, kvašenja i emulgiranja. Molekulska samoudruživanje je organiziranje molekula PAT-a u organizirane strukture odnosno dolazi do formiranja micela, dvosloja i tekućih kristala. <sup>[15]</sup>

U nanofluidima stabilnost čestica određena je djelovanjem Van der Waalsovih privlačnih i elektrostatskih odbojnih sila. Da bi se dobio stabilan nanofluid kod njega moraju dominirati elektrostatske odbojne sile između čestica. Nanofluidi se mogu stabilizirati elektrostatskom i steričkom stabilizacijom ovisno o tipu PAT-a koji se koristi, što možemo vidjeti na slici 2.6.2.



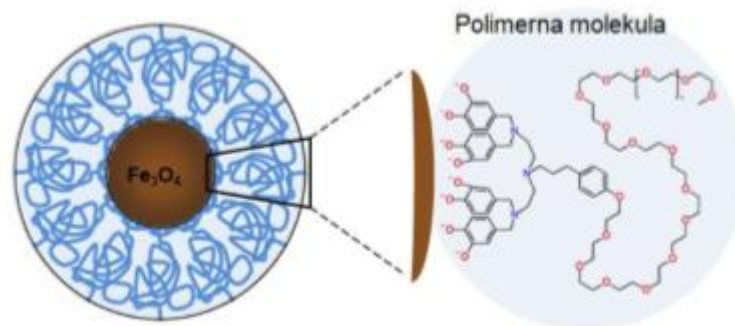
**Slika 2.6.2.** Ilustracijski prikaz elektrostatske i steričke stabilizacije <sup>[9]</sup>

Kod elektrostatske stabilizacije ioni oko čestica stvaraju električni dvosloj koji se sastoji od laminarnog i difuznog sloja. Upravo kod elektrostatskog dvosloja čestice posjeduju odbojne



elektrostatske sile, a difuzni sloj izaziva odbijanje između čestica kada se približe jedna drugoj.

Za steričku stabilizaciju je karakteristično da se PAT adsorbiraju na površinu čestica te oko čestice stvaraju monomolekulski sloj. Što je veća debljina monomolekularnog sloja oko čestice time su jače i odbojne sile, odnosno bolje je djelovanje PAT-a. Sterička stabilizacija je moguća ako se koriste dugolančane zasićene i nezasićene masne kiseline, ali i (ko)polimerne molekule što je vidljivo na slici 2.6.3.



**Slika 2.6.3.** Postizanje steričke stabilnosti uz primjenu polimerne molekule kao površinski aktivne tvari <sup>[9]</sup>

Na primjeru slike 2.6.3. jako je važno da polimerna molekula koja čini monomolekularni sloj oko čestice ima dobru interakciju i s česticom, ali i s baznim fluidom. Važno je da se PAT dobro otapa u baznom fluidu. <sup>[9]</sup>

## 2.7. Magnetit

Magnetit je česti mineral željezovog oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) koji se nalazi u ignejskim, metamorfnim i sedimentnim stijenama. Magnetit je mineral s najvećom količinom željeza (72,4 mas. %). Crn je, neproziran, submetalni ili metalni mineral koji ima čvrstoću 5 i 6,5 stupnjeva po Mohru. Često se nalazi u obliku izometrijskih kristala. <sup>[15]</sup> Magnetit je prijelazni oblik željeza gdje su  $\text{Fe}^{2+}$  i  $\text{Fe}^{3+}$  ioni raspoređeni oko atoma kisika u pravilan kubični kristalni sustav. Magnetit ima nisku električnu vodljivost i visoku feromagnetičnost. Iz tog razloga se primjenjuje u različitim područjima od medicine do tehničkih znanosti. <sup>[9]</sup>



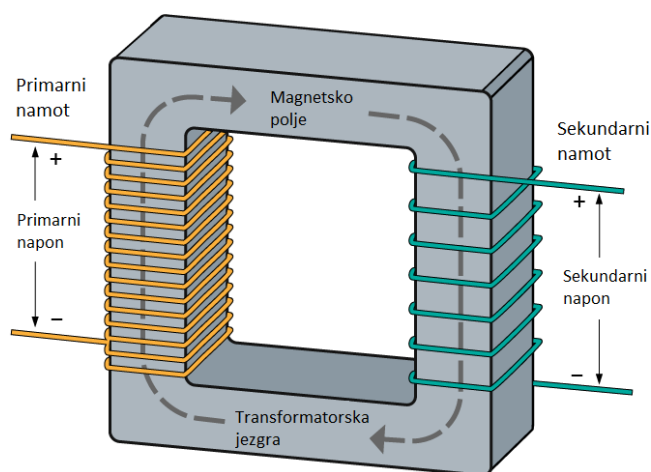
**Slika 2.7.1.** Mineral Magnetita

## 2.8. Transformatori i transformatorska ulja

Transformator je statički uređaj. U njemu se prenosi električna energija iz jednog ili više izmjeničnih krugova koji napajaju primarni namot transformatora u jedan ili više izmjeničnih krugova koji su napajani iz sekundarnog namota transformatora s izmijenjenim iznosima napona, jakosti struje i nepromijenjenom frekvencijom. Kod transformatora se javlja efekt induktivne sprege – promjenjiva struja u primarnom namotu uzrokuje promjenjivi magnetski tok u jezgri transformatora te upravo taj magnetski tok inducira promjenjivu elektromotornu silu ili „napon“ u sekundarnom namotu.<sup>[16]</sup> Induciranoj struji sekundarnog namota opire se induktivni otpor namota radi pojave samoindukcije.<sup>[9]</sup>

Postoje dva temeljna načela rada transformatora <sup>[16]</sup>:

- Elektromagnetizam – električna struja može proizvesti magnetsko polje
- Elektromagnetska indukcija – magnetsko polje unutar zavojnice koja je od žice inducira napon na krajevima žice



**Slika 2.8.1.** Pojednostavljeni prikaz transformatora <sup>[17]</sup>

Transformatorsko ulje je izolacijsko ulje koje se nalazi u električnim transformatorima. Mineralna transformatorska ulja se dobivaju obradom i frakcijskom destilacijom sirove nafte, dok se sintetska ulja dobivaju određenim sintetskim metodama. Transformatorsko ulje ima nekoliko svrha. Služi kao tekuća izolacija u transformatoru, kao rashladni medij, štiti jezgru i namote koji su potpuno uronjeni u ulje te sprječava izravni kontakt namota s atmosferskim zrakom kako ne bi došlo do oksidacije namota.

Jako je važno uzeti u obzir parametre transformatorskog ulja koji omogućuju uporabu tog ulja u transformatorima. Ti parametri su karakterizirani kao:

Električni parametri: Dielektrična čvrstoća, specifična otpornost, faktor dielektričnih gubitaka.

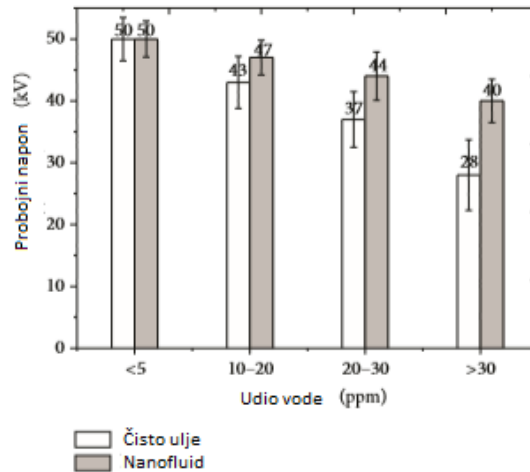
Kemijski parametri: Sadržaj vode, kiselost, sadržaj mulja.

Fizikalni parametri: napetost graničnog sloja, viskoznost, točka paljenja, točka tečenja. <sup>[18]</sup>

## **2.9. Nanofluidi na osnovi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>**

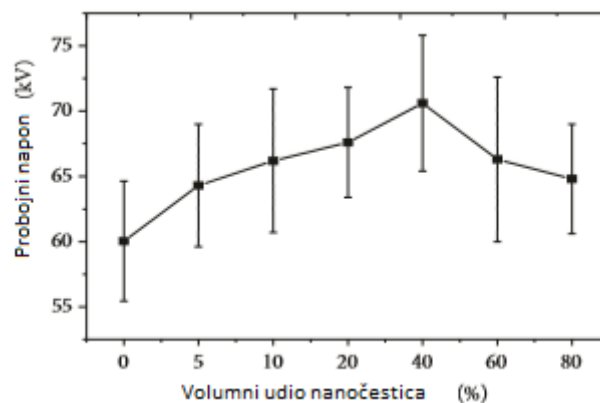
Odabir nanočestica za poboljšanje dielektričnih svojstava transformatorskog ulja je vrlo zahtjevan. Nanočestice se odabiru s obzirom na njihova osnovna svojstva, a to su električna provodnost i permitivnost. Veliki broj nanočestica je istražen s ciljem poboljšanja dielektričnih svojstava nanofluida. Nanočestice koje su se istraživale mogu se podijeliti na vodljive nanočestice (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, ZnO i SiC), izolacijske nanočestice (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) i poluvodičke nanočestice (TiO<sub>2</sub>, CuO i Cu<sub>2</sub>O).

Neki istraživači su ispitali utjecaj vlage na probojni napon zato što voda u nanofluidima znatno utječe na probojni napon. Segal i sur. <sup>[1]</sup> su pripremili nanofluide na osnovi mineralnog ulja s nanočesticama Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Proučavali su utjecaj vlage na probojni napon nanofluida i čistog ulja. Zaključili su da se probojni napon smanjuje i kod čistog ulja i kod Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanofluida s povećanjem udjela vode, iako i dalje nanofluid ima manju ovisnost probojnog napona u odnosu na čisto ulje, što se može vidjeti iz slike 2.9.1.. Autori su zaključili da bi to moglo biti zbog otopljene vode koja se vezuje na površinu Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanočestica.



**Slika 2.9.1.** Ovisnos probojnog napona o udjelu vode za čisto ulje i  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanofluid<sup>[1]</sup>

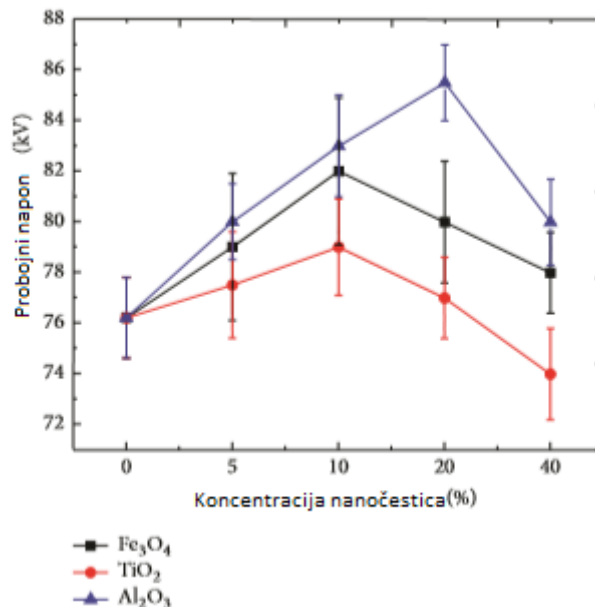
Rafiq i sur.<sup>[1]</sup> su provodili neke eksperimente i mjerili su probojni napon mineralnog ulja i nanofluida na osnovi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  s različitim volumnim udjelima nanočestica (5~80 %). Maksimum probojnog napona postignut je kada se koristio nanofluid s 40 % volumnog udjela  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , što se može vidjeti na slici 2.9.2.. Pri većim koncentracijama nanočestica dolazi do pada probojnog napona što su pripisali aglomeraciji nanočestica.



**Slika 2.9.2.** Ovisnost probojnog napona za različite volumne udjele  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestica

Također je i Du sa sur.<sup>[1]</sup> proučavao probojni napon mineralnog ulja i nanofluida na osnovi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  s različitim koncentracijama nanočestica od 0 do 300 ppm. Zaključio je da porastom koncentracije nanočestica raste i probojni napon sve dok se ne postigne maksimalna vrijednost probojnog napona pri čemu dolazi do pada probojnog napona. Autor je zaključio da je aglomeracija nanočestica odgovorna za smanjene probojnog napona pri visokim koncentracijama nanočestica.<sup>[1]</sup>

Wang i sur. <sup>[19]</sup> su istraživali *Positive Impulse Breakdown Strength* i *Negative Impulse Breakdown Strength* (dielektrična čvrstoća prilikom primjene pozitivnog i negativnog impulsa) uspoređujući različite vrste nanočestica. Istraživanje se zasnivalo na dodavanju različitih koncentracija (5 % w/v, 10 % w/v, 20 % w/v i 40 % w/v) Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, TiO<sub>2</sub> i Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanočestica u bazni fluid. Kod *Positive Impulse Breakdown Strength* testa pokazalo se da Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> i TiO<sub>2</sub> imaju najveći prosječni pozitivni impuls na 10 % w/v koncentracije, što znači da je to optimalna koncentracija ta dva nanofluida. Za čestice Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> najveći prosječni pozitivni impuls je na 20 % w/v, što znači da je za taj nanofluid to optimalna koncentracija. (Slika 2.9.3.)



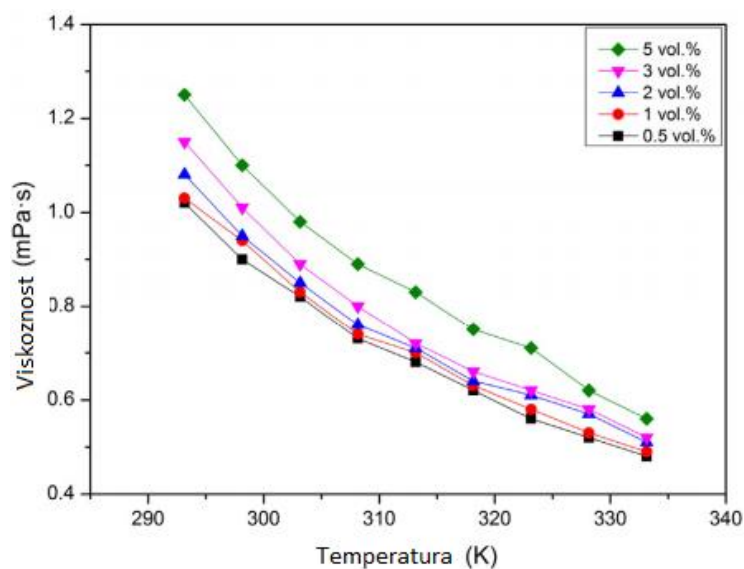
**Slika 2.9.3.** Ovisnost Positive Impulse Breakdown Strength o koncentraciji nanočestica za Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, TiO<sub>2</sub> i Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>[19]</sup>

Na temelju tog istraživanja zaključili su da su nanofluidi na bazi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, TiO<sub>2</sub> i Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pokazali poboljšanje u odnosu na bazno transformatorsko ulje, te zbog prisustva ovih nanočestica potrebno je dulje vrijeme postizanja probojnog napona.<sup>[19]</sup>

Lovreškov i Mršić <sup>[9]</sup> su provodile rad optimiranje procesa priprave nanofluida na osnovi transformatorskog ulja gdje su koristile Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanočestice za pripravu nanofluida. Ispitali su stabilnost nanofluida, a za optimiranje procesa dobivanja stabilnog nanofluida koristile su Box- Behnkenov plan pokusa. Zaključile su da će povećanjem vremena miješanja i volumnog udjela nanočestica rasti i toplinska vodljivost nanofluida. Dobile su da se za optimalne

procesne uvjete ostvarene za volumni udio nanočestica magnetita od 0,01 % pri vremenu ultrazvučnog miješanja od 10 minuta i 0,08 mas.% polimernog PAT, očekuje povećanje toplinske vodljivosti od 17,4 % u odnosu na čisto mineralno transformatorsko ulje. Također je ostvareno povećanje probojnog napona za 6,37 %.<sup>[9]</sup>

Wang i sur.<sup>[20]</sup> su istraživali viskoznost  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanofluida unutar magnetskog polja. Dobili su rezultate koji ukazuju da se viskoznost nanofluida smanjuje povećanjem temperature. Upravo to smanjenje viskoznosti nanofluida je uzrokovano slabljenjem intermolekularnih i interčestičnih adhezijskih sila. Povećanjem volumnog udjela nanočestica povećavat će se i viskoznost nanofluida što se može vidjeti na slici 2.9.4.



**Slika 2.9.4.** Ovisnost viskoznosti  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanofluida o temperaturi<sup>[20]</sup>

Na temelju dobivenih rezultata, zaključili su da viskoznost nanofluida ovisi i o temperaturi ali i o udjelu nanočestica.

Viskoznost nanofluida raste s porastom magnetske indukcije. Suspendirane  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestice slijedit će silnice magnetskog polja te će formirati lančane strukture unutar nanofluida pod djelovanjem magnetskog polja i smanjit će tecivost nanofluida. Što znači da je viskoznost nanofluida povećana pod djelovanjem magnetskog polja.

Oni su uvidjeli da klasični model viskoznosti ne može predvidjeti utjecaj temperature, koncentraciju nanočestica i magnetske indukcije. Stoga su razvili empirijsku korelaciju za predviđanje viskoznosti nanofluida s obzirom na temperaturu, koncentraciju nanočestica i magnetsku indukciju na temelju eksperimentalnih podataka.

$$\mu_{nf} = (0.035H^2 + 3.1H - 27886.4807\varphi^2 + 4263.02\varphi + 316.0629)e^{-0.02T}$$

Dobivena korelacija pokazuje dobro podudaranje s eksperimentalnim rezultatima koje su Wang i suradnici studirali. [20]

### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

U eksperimentalnom dijelu su prikazani materijali i metode koje su se primjenjivale za pripravu i karakterizaciju nanofluida na osnovi transformatorskog ulja i čestica magnetita.

Eksperimentalni dio se sastoji od dva dijela. U prvom dijelu određen je molarni udio i koncentracija površinski aktivne tvari koja osigurava najveću stabilnost nanofluida. U drugom dijelu se ispitivala stabilnost nanofluida s različitim masenim udjelima magnetita i različitim masenim udjelima odabranog PAT-a.

#### 3.1. Materijali

##### 3.1.1. Magnetit

Kako je već navedeno u teorijskom dijelu, magnetit je mineral željezovog oksida koji ima tvrdoću po Mohru 5,0 i 6,5. Njegove karakteristike prikazane su u tablici 3.1.1.1. Molekularna masa mu iznosi 231,531 g/mol. [21]

**Tablica 3.1.1.1.** Glavne karakteristike magnetita [1]

Gustoća (g/cm <sup>3</sup> )	5,17
Električna vodljivost (S/m)	$1 \times 10^4 - 1 \times 10^5$
Relativna dielektričnost	80
Konstantno vrijeme opuštanja (s)	$7,47 \times 10^{-14}$
Toplinska vodljivost (W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	4 - 8
Koeficijent termičke ekspanzije pri 20°C (μm m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	9,2

U ovom radu su se koristile nanočestice 99 mas. % čistoće, srednjeg promjera 25 nm, proizvođača MKnano. [22]

##### 3.1.2. Transformatorsko ulje

U ovom radu se koristilo mineralno transformatorsko ulje HyVolt III dobiveno od tvrtke KONČAR - Distributivni i specijalni transformatori d.d.. Mineralna bazna ulja su smjesa

ugljikovodika koji su dobiveni preradbom nafte. Sastoje se pretežito od alkiliranih naftena i alkiliranih hibridnih aromatsko – naftenskih ugljikovodika koji imaju oko 25 do 40 ugljikovih atoma i vrlo su visokog vrelišta (260 – 365 °C pri 0,1 bar). Poželjno je da mineralna ulja imaju upravo ovakav sastav da bi se postigla zadovoljavajuća primjenska svojstva. Kako bi se zadovoljila odgovarajuća svojstva, pogotovo viskoznost, indeks viskoznosti, tečište te oksidacijska i toplinska postojanost potrebno je odabrati odgovarajuću naftu i procese prerade.<sup>[23]</sup> U tablici 3.1.2.1. se nalaze osnovna svojstva transformatorskog ulja.

**Tablica 3.1.2.1.** Osnovna svojstva mineralnog transformatorskog ulja HyVolt III <sup>[24]</sup>

SVOJSTVA	MAKSIMALNA VRIJEDNOST	MINIMALNA VRIJEDNOST	TIPIČNA VRIJEDNOST
Kinematička viskoznost (40°C), mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup>	12,0		9,7
Kinematička viskoznost (-30 °C), mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup>	1800		1092
Točka tečenja, °C	-40		-55
Sadržaj vode, mg kg <sup>-1</sup>	30		5
BDV**, kV, prije obrade, 2,5 mm		30	57
BDV, kV, nakon obrade, 2,5 mm		70	75
Gustoća (20 °C), g mL <sup>-1</sup>	0,895		0,875
DDF* (90 °C)	0,005		0,001

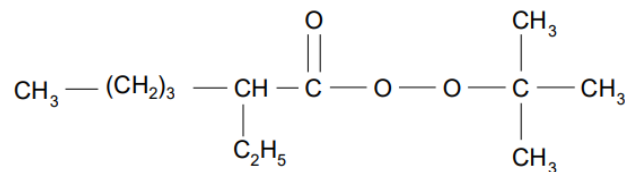
\*DDF (Dielectric Dissipation Factor) – faktor dielektričnih gubitaka

\*\*BDV (Breakdown voltage) – probojni napon

### 3.1.3. Inicijator za polimerizaciju

Kao inicijator za polimerizaciju monomera koristio se tert-butil peroksi-2-etilheksanoat. Komercijalni naziv mu je Trigonox 21<sup>®</sup> (Akzo Chemie, Nizozemska), a njegova molarna masa iznosi 216,3 gmol<sup>-1</sup>. Koristi se za procese kopolimerizacije etilena, stirena, akrilonitrila, akrila i metakrilata. Gustoća pri 20 °C mu iznosi 0,900 g cm<sup>-3</sup>. Strukturna formula prikazana je na slici 3.1.3.1.





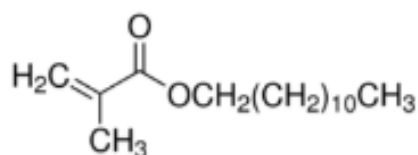
**Slika 3.1.3.1.** Strukturna formula tert-butil peroksi-2-etilheksanoata <sup>[25]</sup>

Pomoću Arrheniusove jednačbe može se izračunati kinematika raspada ( $E_a = 124,90 \text{ kJmol}^{-1}$ ,  $A = 1,54 \cdot 10^{14} \text{ s}^{-1}$ ) <sup>[9,25]</sup>

### 3.1.4. Monomeri

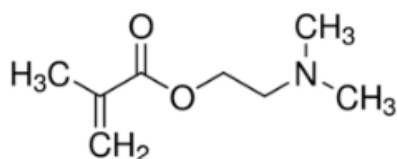
U ovome radu u procesu polimerizacije su se koristila dva monomera, a to su: dodecil-metakrilat i *N,N*-dimetilaminoetil-metakrilat.

Glavne karakteristike monomera dodecil-metakrilata (DDMA, RohMax, Njemačka) su:  $T_v > 300 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $T_t = -22 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $M = 254,41 \text{ g mol}^{-1}$ . Njegova strukturna formula je prikazana na slici 3.1.4.1. <sup>[9,26]</sup>



**Slika 3.1.4.1.** Strukturna formula dodecil-metakrilata (DDMA) <sup>[26]</sup>

*N,N*-dimetilaminoetil-metakrilat (DMAEM, Sigma Aldrich, SAD) karakterizira  $T_v = 186 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $T_t = -30 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $M = 157,21 \text{ g mol}^{-1}$ . Strukturna formula prikazana je na slici 3.1.4.2..



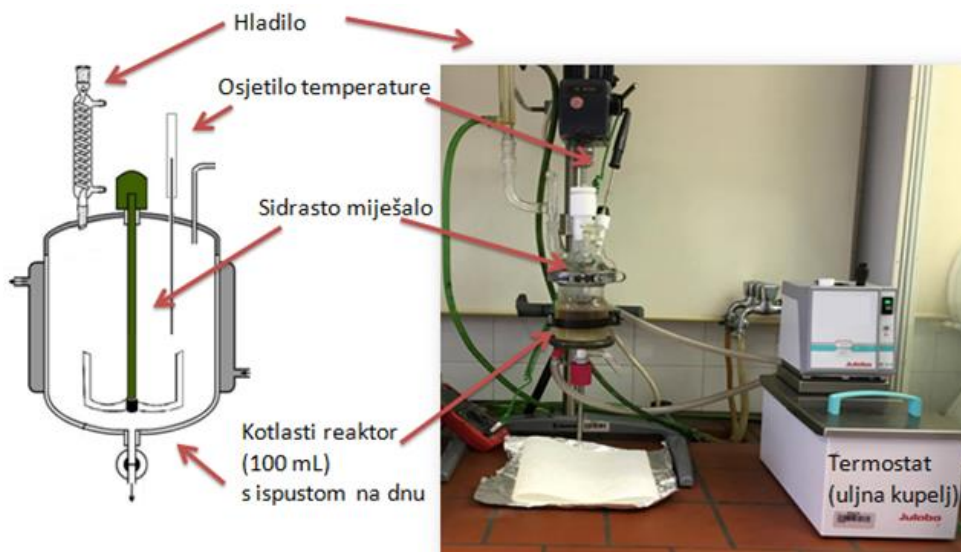
**Slika 3.1.4.2.** Strukturna formula *N,N*-dimetilaminoetil-metakrilata (DMAEM) <sup>[27]</sup>

Ova dva monomera su se koristila za sintezu površinski aktivnih tvari koja će poboljšati stabilnost nanofluida. DDMA je nepolarna molekula i pretpostavlja se da povećava topljivost površinski aktivne tvari u transformatorskom ulju, dok je DMAEM polarna molekula i radi toga povećava interakciju između čestica magnetita i PAT-a.

## 3.2. Metode

### 3.2.1. Polimerizacija

Kako bi sintetizirali površinski aktivnu tvar provedla se kopolimerizacija dvaju monomera, dodecil-metakrilata i *N,N*-dimetilaminoetil-metakrilata. PAT se sintetizirao s različitim molarnim udjelima monomera. Četiri polimerizacije su se provele, radi četiri različita molarna omjera monomera DDMA/DMAEM (100/0, 97,5/2,5, 95/5 i 90/10). Radikalna reakcija polimerizacije se provodila u kotlastom reaktoru od 100 mL s ispustom na dnu u inertnoj atmosferi dušika. Reakcijska smjesa se miješala pomoću sidrastog miješala sa 150 okretaja u minuti. Uljna kupelj je zagrijavala reakcijsku smjesu, a temperatura se pratila preko osjetila temperature. Inicijator Trigonox 21 uvijek se dodavao 1 mas. % u odnosu na masu monomera. Dodavao se u 4 obroka, svakih pola sata otkako je uspostavljena temperatura od 96 °C. Ukupno trajanje reakcije bilo je 4 h. Aparatura za polimerizaciju je prikazana na slici 3.2.1.1.



Slika 3.2.1.1. Prikaz aparature za polimerizaciju

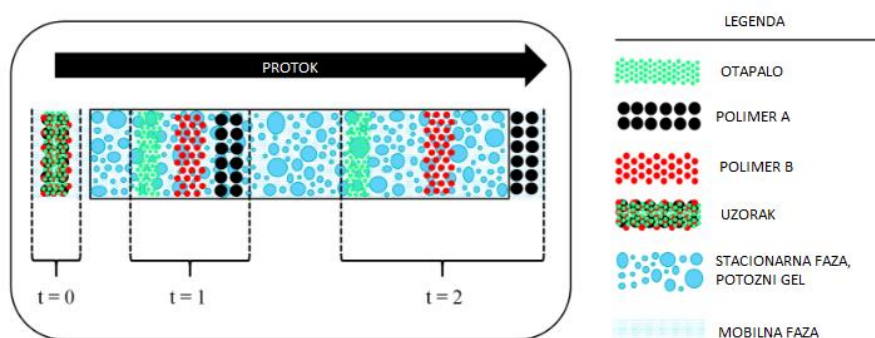
U tablici 3.2.1.1. su dani sastavi smjese monomera za provedene polimerizacije. Dobiveni sintetizirani kopolimeri, odnosno PAT su DD100, DD97,5, DD95 i DD90.

**Tablica 3.2.1.1.** Prikaz sastava smjese monomera za provedene polimerizacije

SASTAV	DD100	DD97,5	DD95	DD90
DDMA, % mol.	100	97,5	95	90
DMAEM, % mol.	/	2,5	5	10
DDMA, g	24,00	19,696	19,37	18,76
DMAEM, g	/	0,313	0,63	1,29
INICIJATOR, % mol.	1	1	1	2
INICIJATOR, g	0,343	0,287	0,286	0,575

### 3.2.2. Kromatografija isključenja po veličini, GPC/SEC analiza

Za određivanje glavne strukturne značajke sintetiziranih kopolimernih PAT-a koristila se kromatografija isključenja po veličini, odnosno GPC/SEC analiza. To je tehnika koja se koristi za odvajanje kompleksnih smjesa makromolekula u skladu s hidrodinamičkim uvjetima. Ova tehnika uključuje pokretnu fazu i stacionarnu fazu koja je od poroznog gela. Kada dolazi do razdvajanja, molekule velikog hidrodinamičkog volumena isključuju se na početku, dok se molekule koje imaju manji hidrodinamički volumen zadržavaju u poroznom gelu te se elutiraju kasnije. Nakon odjeljivanja molekula na poroznom gelu svaka odvojena frakcija polimera se detektira na detektoru.<sup>[28]</sup> Postupak razdvajanja uzorka možemo vidjeti na slici 3.2.2.1.



**Slika 3.2.2.1.** Postupak odvajanja dva različita uzorka<sup>[28]</sup>

Za analizu uzorka, potrebne su vrlo male količine uzorka. Smjesa reakcijske šarže se izvaže od 50 do 70 mg u bočicu, a THF-a se doda oko 5 g. Uzorak se otapa u THF-u kroz 24 sata. Otprilike se injektira 150  $\mu$ L uzorka. Na kromatografskom uređaju PL-GPC 20 Polymer Laboratories (slika 3.2.2.2.) su provedena mjerenja. Opremljen je refraktrometrijskim osjetilom, a razdjelnu jedinicu čine dvije serijski povezane PLgelMixed-B kolone ispunjene

poli(stiren/divinilbenzen) kopolimernim gelom veličine čestica 3-100  $\mu\text{m}$ . Uređaj je povezan s računalom te se koriste tri programa za obradu podataka (PL GPC20 Control, GPC Online i GPC Offline).



**Slika 3.2.2.2.** Uređaj PL-GPC 20 Polymer Laboratories <sup>[9]</sup>

### **3.2.3. Homogenizacija ultrazvukom**

Za pripravu nanofluida koristila se metoda homogenizacije ultrazvukom. Ultrazvučni pretvarač pretvara električnu energiju u energiju zvuka. Sastoji se od dva diska piezoelektrične keramike koja su složena između dva električna metalna bloka. Da bi se osigurala dodatna mehanička gibanja piezoelektrična keramika se upotrebljava u paru. Dva diska se polariziraju u suprotnim smjerovima, a elektroda koja je spojena na izvor ih razdvaja.<sup>[9]</sup>

Prije nego što su se dodale nanočestice u smjesu, pomiješalo se ulje i PAT te se miješalo na magnetskoj miješalici 24 sata. Nakon što se PAT otopio u ulju i dobila se homogena otopina dodale su se nanočestice magnetita te kako bi se one raspršile u smjesi koristila se upravo ova metoda. Uzorci nanofluida su homogenizirani na uređaju Sonopuls HD 3400 što se može vidjeti na slici 3.2.2.1. Ultrazvučni pretvarač je pomoću električne energije stvorio ultrazvuk koji je raspršio čestice magnetita u čaši u kojoj se nalazilo homogenizirano ulje i PAT kao medij. Disperzija i deaglomeracija ultrazvukom rezultat je ultrazvučne kavitacije, odnosno stvaraju se mjehurići zraka u smjesi. Ultrazvučna kavitacija u smjesi stvara mlazove koji imaju velike brzine, te upravo oni djeluju između čestica i razdvajaju ih. Zbog mlazova čestice se ubrzavaju i sudaraju se pri velikim brzinama. Upravo na taj se način raspršuju sve čestice u čaši.



**Slika 3.2.2.1.** Prikaz aparature za homogenizaciju nanofluida pomoću ultrazvuka

Prilikom homogenizacije ultrazvukom pratila se temperatura i porast energije. Uređaj radi u rasponu snage 60-300 W pri frekvenciji od 20 kHz, a može se koristiti za volumene od 100 mL do 2500 mL. Za pripravu nanofluida koristila se snaga od 200 W i vrijeme mješanja od 5 minuta.

### 3.2.4. Praćenje stabilnosti

Za praćenje stabilnosti pripremljenih nanofluida koristile su se dvije metode, UV/ Vis spektrofotometrija i vizualno praćenje stabilnosti.

UV/Vis spektrofotometrija temelji se na Lambert – Beerovom zakonu koji po jednadžbi glasi ovako :

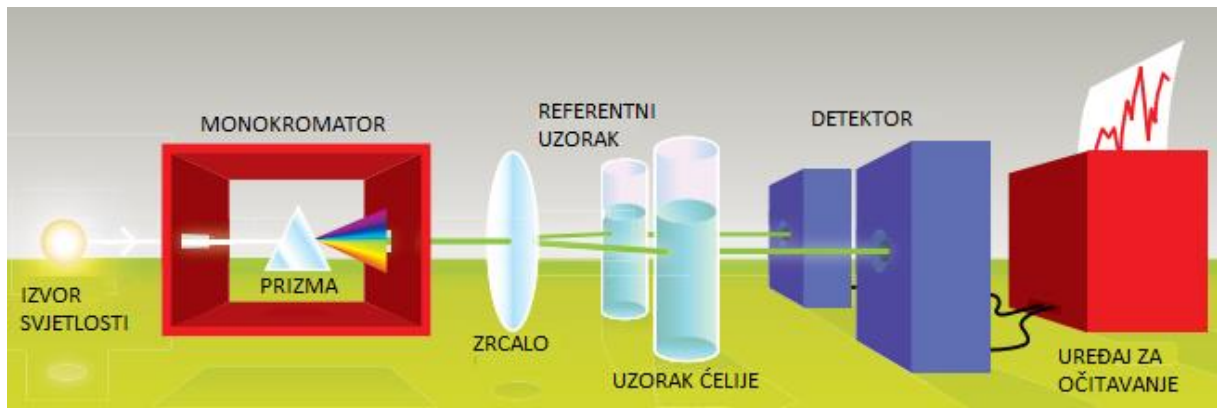
$$A = \log_{10} \frac{I_0}{I} = \varepsilon \times c \times l$$

Prema ovom zakonu apsorbancija ( $A$ ) je rezultat molarnog ekstincijskog koeficijenta koji je konstanta za svaki uzorak pri određenoj valnoj duljini ( $\varepsilon$ ,  $\text{cm}^2 \text{mg}^{-1}$ ), koncentracije otopine ( $c$ ,  $\text{mg cm}^{-3}$ ) i prijednog puta svjetlosti ( $l$ , cm).<sup>[9,29]</sup>

Za svaku mjernu duljinu mjeri se intenzitet svjetlosti koja prolazi kroz referentni uzorak ( $I_0$ ) i ćelije s uzorkom ( $I$ ). Ukoliko je  $I$  manji od  $I_0$  tada je uzorak apsorbirao dio svjetlosti.

UV/Vis spektrofotometri mogu se koristiti za mjerenje uzorka u UV spektru (190-400 nm) i vidljivom djelu spektra (400 - 800 nm). Tehnika se može koristiti i kvalitativno i kvantitativno,

a glavni dijelovi spektrofotometra su: izvor svjetlosti, držač uzorka, monokromator i detektor, što se može vidjeti na slici 3.2.4.1. [29]



**Slika 3.2.4.1.** Shema aparature za UV/Vis spektrofotometriju [29]

Prilikom mjerenja UV/Vis koristio se spektrofotometar Shimadzu UV-1800 koji je prikazan na slici 3.2.4.2. Apsorbancija uzoraka se mjerila 0., 1., 4. i 7. dan te su se uspoređivali rezultati mjerenja.



**Slika 3.2.4.2.** Spektorfotometar Shimadzu UV-1800

Vizualna stabilnost se pratila tako što se provodio sedimentacijski test. Sedimentacija je separacijski proces krutine i kapljevine, a temelji se na Stokesovom zakonu koji je objašnjen u poglavlju 2.2. Uzorci su se fotografirali 0., 1., 4. i 7. dan te su se uspoređivale fotografije.

### 3.2.5. Mjerenje kinematičke viskoznosti

Kinematička viskoznost mjerena je pomoću kapilarnog viskozimetra (slika 3.2.5.1.). U viskozimetar se ulije 10 ml uzorka, viskozimetar se uroni u vodenu kupelj i namjesti se temperatura grijača koji grije kupelj na 40 °C. Kada se uzorak termostatirao na željenu temperaturu, mjerilo se vrijeme koje je potrebno da meniskus kapljevine uzorka prijeđe od početne oznake do krajnje oznake. Viskozimetar koji se koristio u mjerenju je Cannon-Fenske Routine Viscometer CV004-202, s oznakom veličine kapilare 50.



Slika 3.2.5.1. Prikaz Canon-Fenske viskozimetra

### 3.2.6. Mjerenje dinamičke viskoznosti

Reologija se bavi proučavanjem deformacije materijala i karakteristikama tečenja materijala pod djelovanjem vanjske sile. Reometar je uređaj pomoću kojeg se može ispitivati brzina smicanja materijala i torzijsko naprezanje. Viskoznost se može odrediti preko rotacijskih testova ili nekih drugih metoda ispitivanja, a rezultati su prikazani u obliku krivulja protoka ili krivulja viskoznosti.<sup>[30]</sup> Kod reometra motor pokreće klip unutar čaše koja je fiksirana. Brzina rotacije klipa je unaprijed postavljena te proizvodi okretni moment motora koji je potreban za zakretanje klipa. Okretni moment mora prevladati viskozne sile ispitivanog uzorka i stoga je mjera njegove viskoznosti. Ukoliko se ispituju uzorci s niskom viskoznosti, prekomjerna brzina okretaja može uzrokovati turbulenti protok uslijed centrifugalnih sila i inercije.<sup>[31]</sup> U



ovom radu pomoću reometra, Anton-Paar Rheolab QC, određivala se dinamička viskoznost, što možemo vidjeti na slici 3.2.6.1..

Neke od specifikacija ovog reometra su: brzina od 0,01 1/min do 1200 1/min, moment sile od 0, 20 mNm do 75 mNm, tlak od 0,5 Pa do  $3 \times 10^4$  Pa, smična brzina od  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  do  $6500 \text{ s}^{-1}$ , smično naprezanje od 0,5 Pa do  $3 \times 10^4$  Pa i temperaturno područje od  $-20 \text{ °C}$  do  $180 \text{ °C}$ .<sup>[31]</sup>



**Slika 3.2.6.1.** Reometar Anton-Paar, Rheolab QC<sup>[32]</sup>

U čašu se ulijevala uvijek ista količina uzorka, 58,1 g. Provodila su se mjerenja tako da se ispitala ovisnost dinamičke viskoznosti o okretajima (*Rotation Flow Curve*) te se ispitala ovisnost dinamičke viskoznosti o temperaturi (*Rotation Temperature*). Kod *Rotation Flow Curve* postavila se temperatura od  $25 \text{ °C}$ , okretaji u sekundi su se podesili od 1 do 100, te se podesilo da se u svakoj sekundi snimi po jedna točka. Nakon tog mjerenja odmah se prelazilo na *Rotation Temperature* gdje se određivala viskoznost s porastom temperature od  $25 \text{ °C}$  do  $100 \text{ °C}$ .

Uzorak se stavlja u posebnu čašu proizvođača Anton Paar- Measuring Cup C-CC39/QC-LTD, a klip koji se stavlja u čašu isto je proizvođača Anton Paar, a imao je duljinu 59,993 mm i promjer klipa 38,718 mm.

Mjerali su se svi uzorci nanofluida 0. i 1.dan, te su se rezultati uspoređivali.



### 3.2.7. Mjerenje toplinske vodljivosti

Toplinska vodljivost se može definirati kao količina topline u jedinici vremena, odnosno prolazak toplinskog toka kroz medij po presjeku. <sup>[7]</sup>

Mjerena je uređajem Linseis - THB (Transient Hot Bridge) kojem je područje mjerenja između 0,01 i 1 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup> s točnošću većom od 2 % te pri temperaturama od -150 °C do 200 °C, a uređaj možemo vidjeti na slici 3.2.7.1.



**Slika 3.2.7.1.** Aparatura za mjerenje toplinske vodljivosti

Moraju se postaviti zadani parametri, a to su jakost struje (0,048 A) i vrijeme mjerenja (33 s). Senzor (THB6K98) se uroni u uzorak kada se podese parametri i mjerenje može krenuti. Prati se porast temperature koji je uzrokovan otporom unutar sklopa, vrijeme te provođenje topline. Uređaj pomoću posebnih algoritama analizira mjerenja koja su napravljena tijekom grijanja i hlađenja. Koristi se i algoritam koji izolira vanjske utjecaje koji mogu utjecati na rezultate mjerenja. Algoritam koji se upotrebljava za sondu s jednom iglom ima sljedeću jednadžbu:

$$T = m_0 + m_2 t + m_a \ln t$$

$m_0$  predstavlja vanjsku temperaturu tijekom zagrijavanja,  $m_2$  predstavlja stopu promjene pozadinske temperature, dok je  $m_a$  nagib pravca koji se odnosi na temperaturni porast prema logaritmu temperature. Prilikom hlađenja koristi se algoritam:

$$T = m_0 + m_2 t + m_a \ln \left[ \frac{t}{t < t_h} \right]$$

Na temelju tih algoritama, toplinska vodljivost se računa prema sljedećoj jednadžbi <sup>[9]</sup>:

$$k = \frac{q}{4\pi m_a}$$

## 4. REZULTATI I RASPRAVA

### 4.1. Sinteza PAT-a i priprema nanofluida

Kako je objašnjeno u poglavlju 3.2.1. za sintezu polimernih PAT su se koristila dva monomera s različitim svojstvima, dodecilmetil-metakrilat i *N,N*-dimetilaminoetil-metakrilat. Dobivene su 4 vrste PAT-a različitih molarnih udjela DDMA/DMAEM što se može vidjeti u tablici 3.2.1.1.. Prilikom sinteze PAT-a dodavao se 1,0 mas. % inicijatora, jedino prilikom sinteze PAT-a DD90 koristio se 2,0 mas. % inicijatora, jer prilikom sinteze s 1,0 mas. % inicijatora u preliminarnim pokusima nismo dobili zadovoljavajuće rezultate.

Prilikom pripreme nanofluida koristio se uvijek isti maseni udio nanočestica od 0,01 mas. %, a dodavalo se 0,1 mas. % i 1,0 mas. % PAT-a. Sastav nanofluida nalazi se u tablici 4.1.1.

**Tablica 4.1.1.** Sastav nanofluida

UZORAK	ULJE	NANOČESTICE	<i>m</i> (nanočestica)/g	PAT/ mas.%	<i>m</i> (PAT)/ g
DD100	HTO*	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,0126	1,0 %	2,52
DD100	HTO*	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,0127	0,1 %	0,252
DD97,5	HTO*	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,0127	1,0%	2,52
DD97,5	HTO*	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,0127	0,1 %	0,253
DD95	HTO*	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,0124	1,0 %	2,52
DD95	HTO*	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,0129	0,1 %	0,252
DD90	HTO*	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,0126	1,0 %	2,52
DD90	HTO*	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,0124	0,1 %	0,254

HTO\* = Hyvolt Transformer Oil

### 4.2.2. Kromatografija isključenja po veličini, GPC/SEC analiza

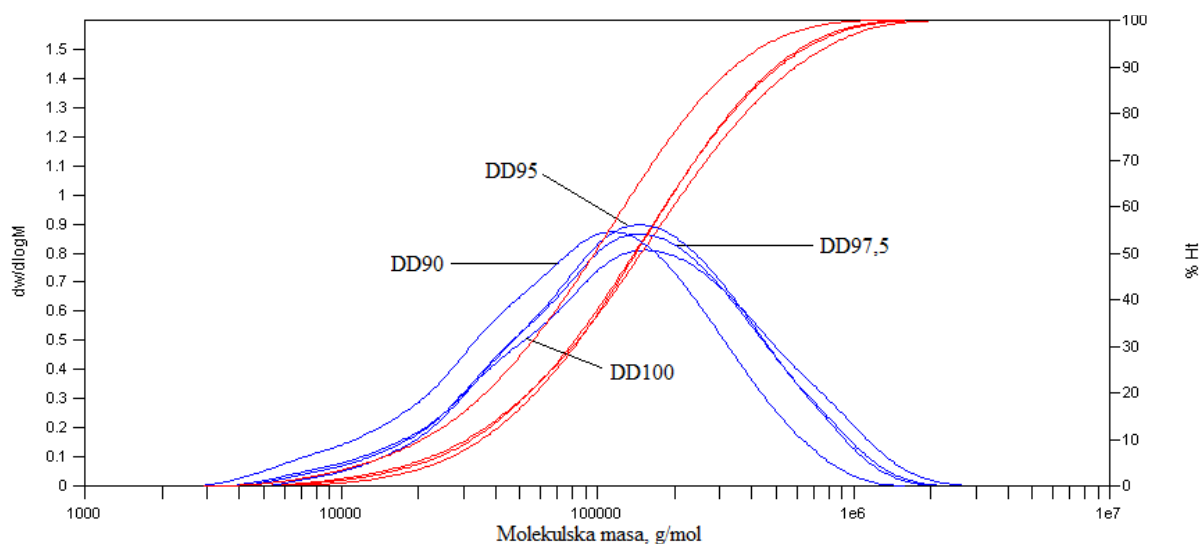
Pomoću GPC/SEC analize odredile su se prosječne molekulske mase sintetiziranih PAT ( $M_n$  – brojčani prosjek molekulskih masa,  $M_w$  – maseni prosjek molekulskih masa i  $M_z$  – Z-prosijek molekulskih masa). Također se odredio stupanj disperznosti  $D$ . Rezultati se mogu vidjeti u tablici 4.2.2.1. i na slici 4.2.2.1.

**Tablica 4.2.2.1.** Glavna strukturalna svojstva polimeriziranih površinski aktivnih tvari

UZORAK	$M_n$	$M_w$	$M_z$	$\bar{D}$
DD100	70800	245400	567000	3,47
DD97,5	72500	217000	466000	2,99
DD95	79400	214100	441200	2,70
DD90	47500	147100	310100	3,10

Na temelju dobivenih rezultata koji su prikazani u tablici iznad može se vidjeti da uzorak DD90 ima najmanji maseni prosjek molekularskih masa, a uzorak DD100 najveći maseni prosjek. Dodatkom većeg udjela monomera DMAEM dolazi do blagog smanjenja molekularske mase uzorka. Također se potvrđuje i utjecaj inicijatora na molekularsku masu, jer se u uzorku DD90 dodalo 2 % inicijatora, te se dosta smanjila molekularska masa u odnosu na prva tri uzorka (DD100, DD97,5 i DD95). Što znači ako se dodaje više inicijatora bit će manja molekularska masa.

Iz tablice se može vidjeti da je najveći stupanj disperznosti dobiven za uzorak DD100 dok najmanji stupanj disperznosti ima uzorak DD95, iako su rezultati disperznosti kod sva četiri uzorka slična i ne razlikuju se značajno.

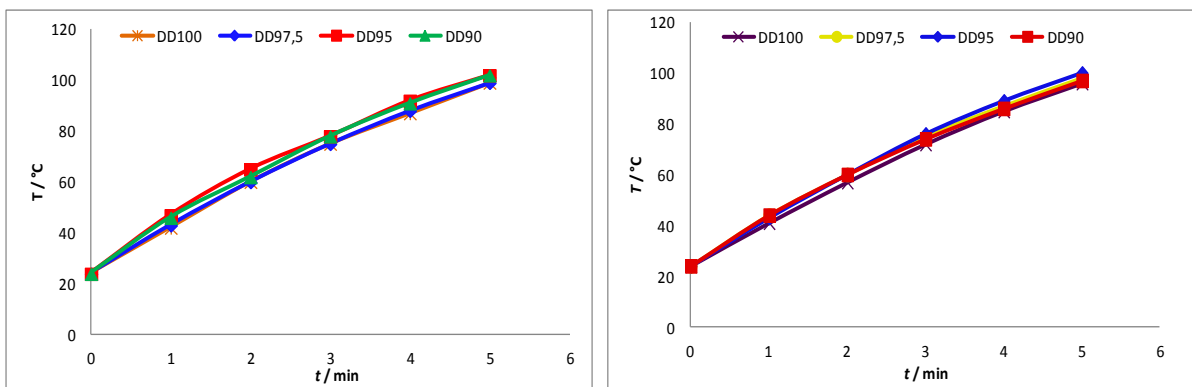


**Slika 4.2.2.1.** Integralne i diferencijalne krivulje raspodjele molekularskih masa za uzorke DD100, DD97,5, DD95 i DD90

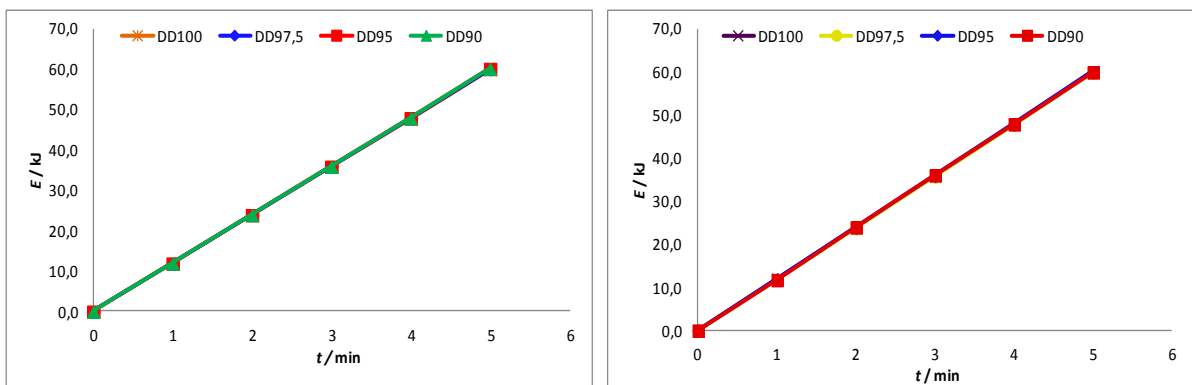
## 4.2. Priprava nanofluida

### 4.2.1. Homogenizacija ultrazvukom

Za pripravu nanofluida koristila se homogenizacija ultrazvukom kako bi se čestice magnetita homogenizirale u nanofluidu. Pratio se porast temperature s vremenom i porast energije s vremenom. Izmjerene temperature prilikom namješavanja nanofluida s 0,1 mas. % PAT i 1,0 mas. % PAT mogu se vidjeti na slici 4.2.1.1. Isto tako predane energije prilikom namješavanja nanofluida s 0,1 mas. % PAT i 1,0 mas. % PAT mogu se vidjeti na slici 4.2.1.2..



**Slika 4.2.1.1.** Ovisnost temperature o vremenu homogenizacije za nanofluide s 0,1 mas. % PAT (lijevo) i ovisnost temperature o vremenu homogenizacije za nanofluide s 1,0 mas. % PAT (desno)



**Slika 4.2.1.2.** Ovisnost predane energije o vremenu homogenizacije za nanofluide s 0,1 mas. % PAT (lijevo) i ovisnost predane energije o vremenu homogenizacije za nanofluide s 1,0 mas. % PAT (desno)

Na temelju dobivenih grafova promjene temperature namješavanja nanofluida, vidi se da temperatura raste i za 0,1 mas. % PAT i za 1,0 mas. % PAT. Porast temperature nije linearan, a to je zbog razlike temperature u smjesi nanofluida i okoline. Kako raste temperatura u uzorku, sve se više rasipa topline u okolinu, a tako raste i razlika u temperaturi okoline i smjese te se s toga javlja blagi nagib. Postoje male razlike u temperaturi nanofluida, ali one nisu značajne. Za razliku od temperature, energija raste linearno kod svakog uzorka nanofluida i za 0,1 mas. % i za 1,0 mas. % PAT, što znači da se energija podjednako predaje u svakoj minuti mjerenja i u svakom uzorku. Ukupna prenesena energija za volumen od 150 ml nanofluida je 60 kJ, tj 0,4 kJ mL<sup>-1</sup>.

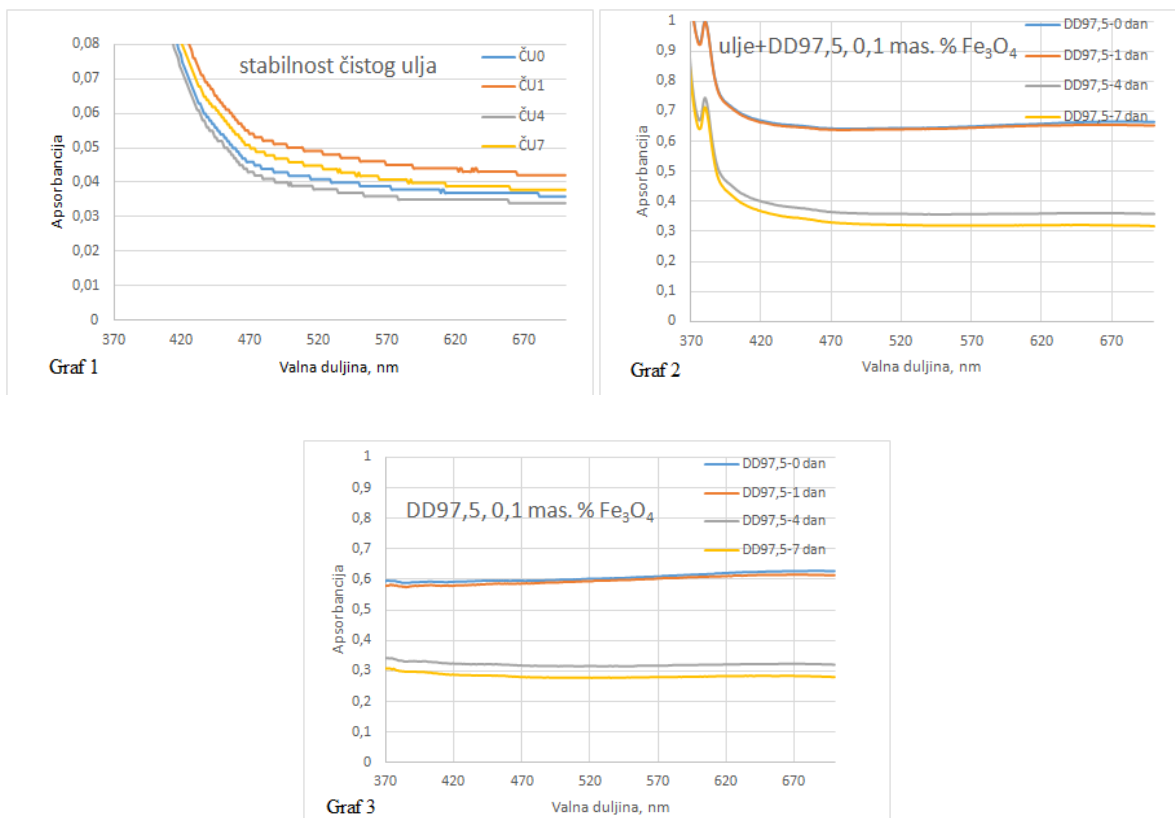
### **4.3. Određivanje stabilnosti nanofluida u prvoj fazi eksperimenta**

U prvoj fazi eksperimenta određivala se stabilnost nanofluida DD100, DD97,5, DD95 i DD90 za različiti maseni udio PAT-a (0,1 mas. % i 1,0 mas. %). Provodile su se dolje nabrojane metode za praćenje stabilnosti, a s najstabilnijim nanofluidom išlo se u drugu fazu eksperimenta.

#### **4.3.1. Praćenje stabilnosti**

Stabilnost pripremljenih nanofluida se pratila preko UV/Vis spektrofotometrije i vizualno 0. dan, 1. dan, 4. dan i 7. dan. U prvoj fazi eksperimentalnog dijela potrebno je bilo odrediti koji nanofluid je najstabilniji te se s tim najstabilnijim nanofluidom ide u drugi dio eksperimenta.

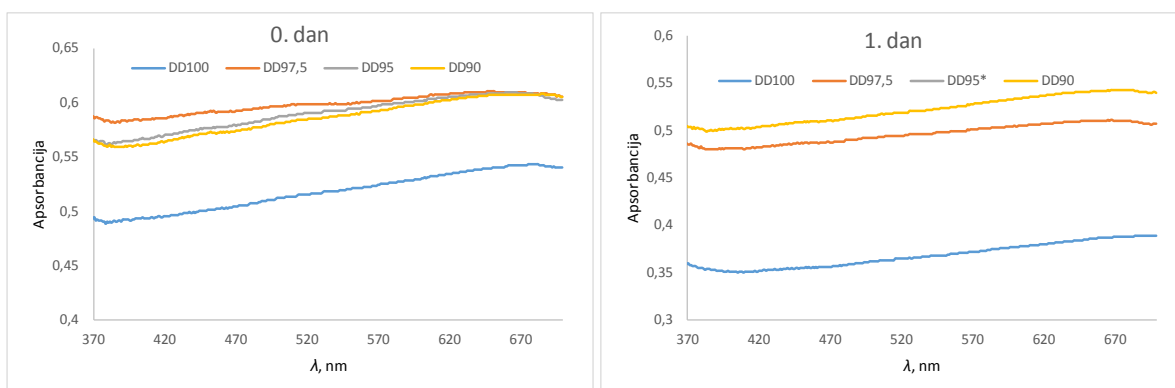
Svaki dan kada se mjerila apsorbancija uzoraka preko UV/Vis spektrofotometra za nanofluide koji imaju 0,1 mas. % PAT-a i 1,0 mas. % PAT-a, također se mjerila se i apsorbancija ulja. Iz razloga što su se analizirali korigirani rezultati, odnosno kod svake apsorbancije uzorka oduzimala se apsorbancija ulja kako se bi se dobila apsorbancija nanočestica. Na slici 4.3.1.1. nalaze se tri grafa pomoću kojih se može objasniti što znače korigirani rezultati. Na grafu 1 je prikazana snimljena apsorbancija čistog ulja, na grafu 2 je prikazana snimljena apsorbancija nanofluida koji u sebi sadrži ulje, PAT i Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanočestice, a na grafu 3 se nalaze korigirane vrijednosti apsorbancije nanočestica kako bi se lakše odredilo koji PAT bolje utječe na stabilnost. Na grafu 2 su se oduzele vrijednosti ulja koje su snimljene na grafu 1, a rezultat te razlike pokazan je na grafu 3. U svim rezultatima u diplomskom bit će prikazani korigirani rezultati apsorbancije.

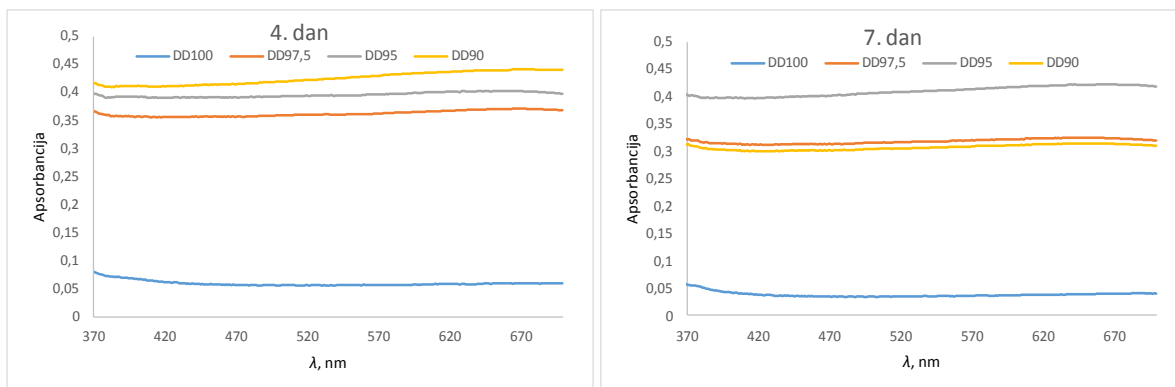


**Slika 4.3.1.1.** Grafovi koji prikazuju na koji su se način dobili korigirani rezultati apsorbancije nanočestica

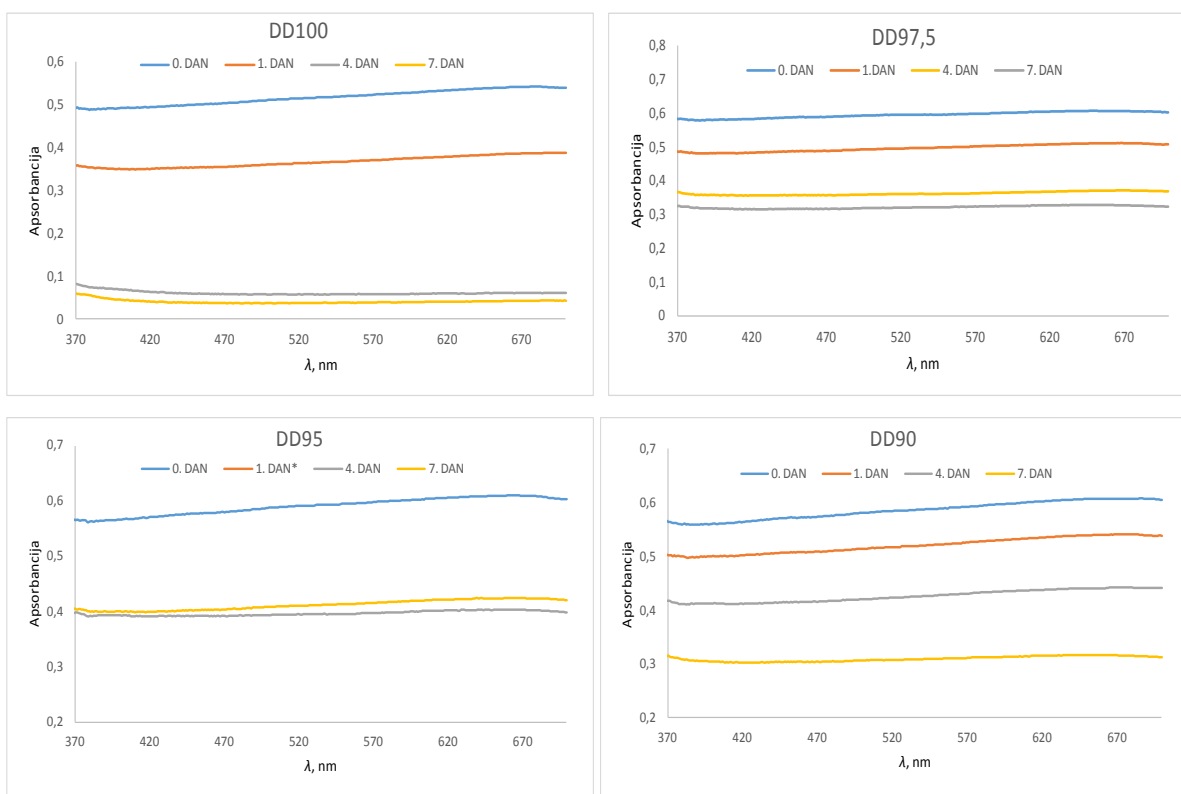
Na slici 4.3.1.2. su prikazani rezultati apsorbancije nanofluida po danima s 0,1 mas. % PAT i 0,01 mas. % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dok na slici 4.3.1.3. su prikazani isti rezultati nanofluida samo što je svaki nanofluid prikazan na po jednom zasebnom grafu.

Na slici 4.3.1.4. su prikazani rezultati apsorbancije nanofluida po danima s 1,0 mas. % PAT i 0,01 mas. % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

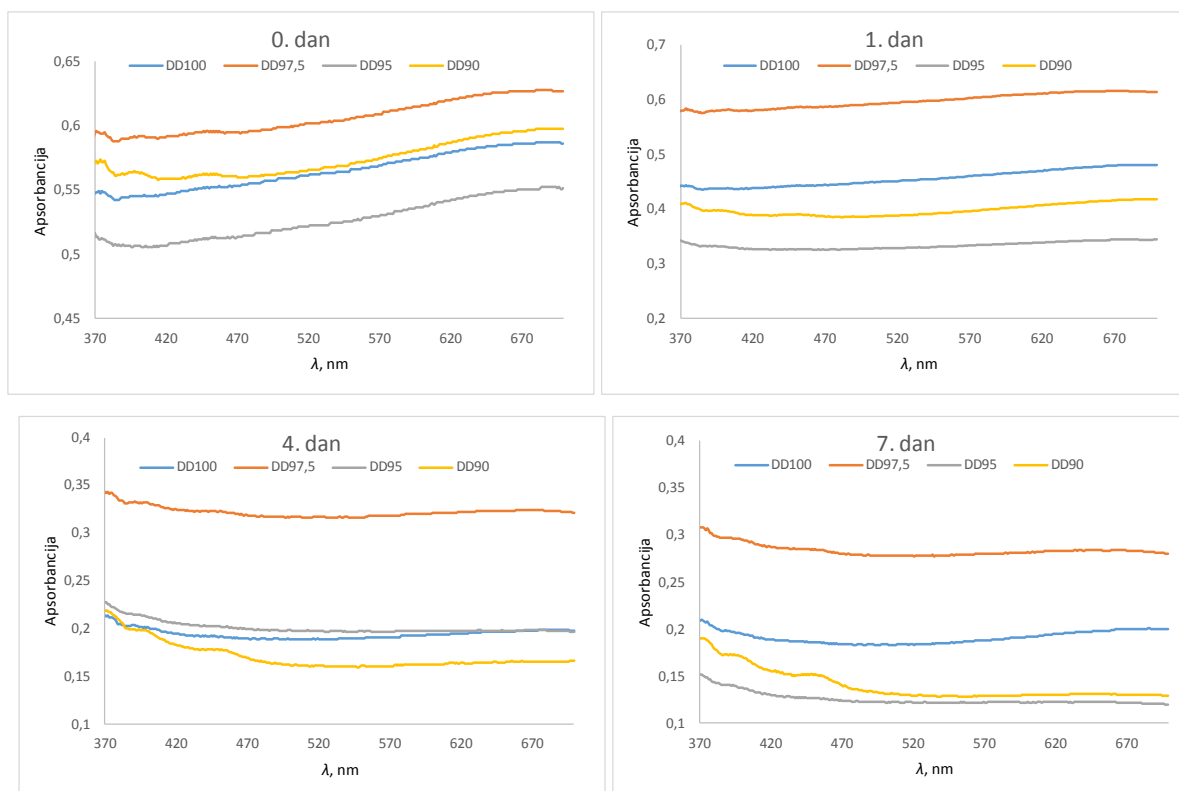




**Slika 4.3.1.2.** Rezultati apsorbancije pripravljenih nanofluida po danima s 0,1 mas. % PAT i 0,01 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$



**Slika 4.3.1.3.** Rezultati apsorbancije zasebnih uzoraka pripremljenih nanofluida za sve dane



**Slika 4.3.1.4.** Rezultati apsorbancije pripremljenih nanofluida po danima s 1,0 mas. % PAT i 0,01 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Na slici 4.3.1.2. i 4.2.3.3. je označen DD95 sa zvjezdicom, zbog nepažnje prilikom mjerenja UV/Vis na 1.dan taj uzorak se nije mjerio te s toga nisu prikazani ni njegovi rezultati.

Na temelju dobivenih rezultata najstabilniji nanofluidi s 0,1 mas. % PAT su se pokazali DD95 i DD97,5. Za 1,0 mas. % PAT se pokazao najstabilniji DD97,5. Najnestabilniji nanofluid se pokazao DD100 za 0,1 mas. % PAT-a, a za 1,0 mas.% PAT se pokazao DD95. Kao nastabilniji nanofluid se odabrao DD97,5 koji će se ispitivati u drugoj fazi eksperimenta. Odabrano je da se ispituje s 0,1 mas. % PAT iz razloga što je isplativije raditi s manjom količinom PAT zato što je uzorak gotovo podjednako 7. dan stabilan i s 0,1 mas. % PAT i s 1,0 mas. % PAT. Također, jedan od razloga zašto je odabran upravo uzorak DD97,5 a ne DD95 koji ispada najstabilniji od svih uzoraka za 0,1 mas. % PAT je taj što se uzimala u obzir i ekonomičnost procesa (manji udjel skupog funkcionalnog metakrilata u kopolimeru).

U tablici 4.3.1.1. nalaze se očitane apsorbancije uzoraka s 0,1 mas. % PAT i s 1,0 mas. % PAT na 380 nm. Uz očitane apsorbancije, trebali su se nalaziti rezultati koncentracija uzoraka i raspršenosti. Rezultati nisu predloženi jer se nisu mogli izračunati iz razloga jer se nije našao

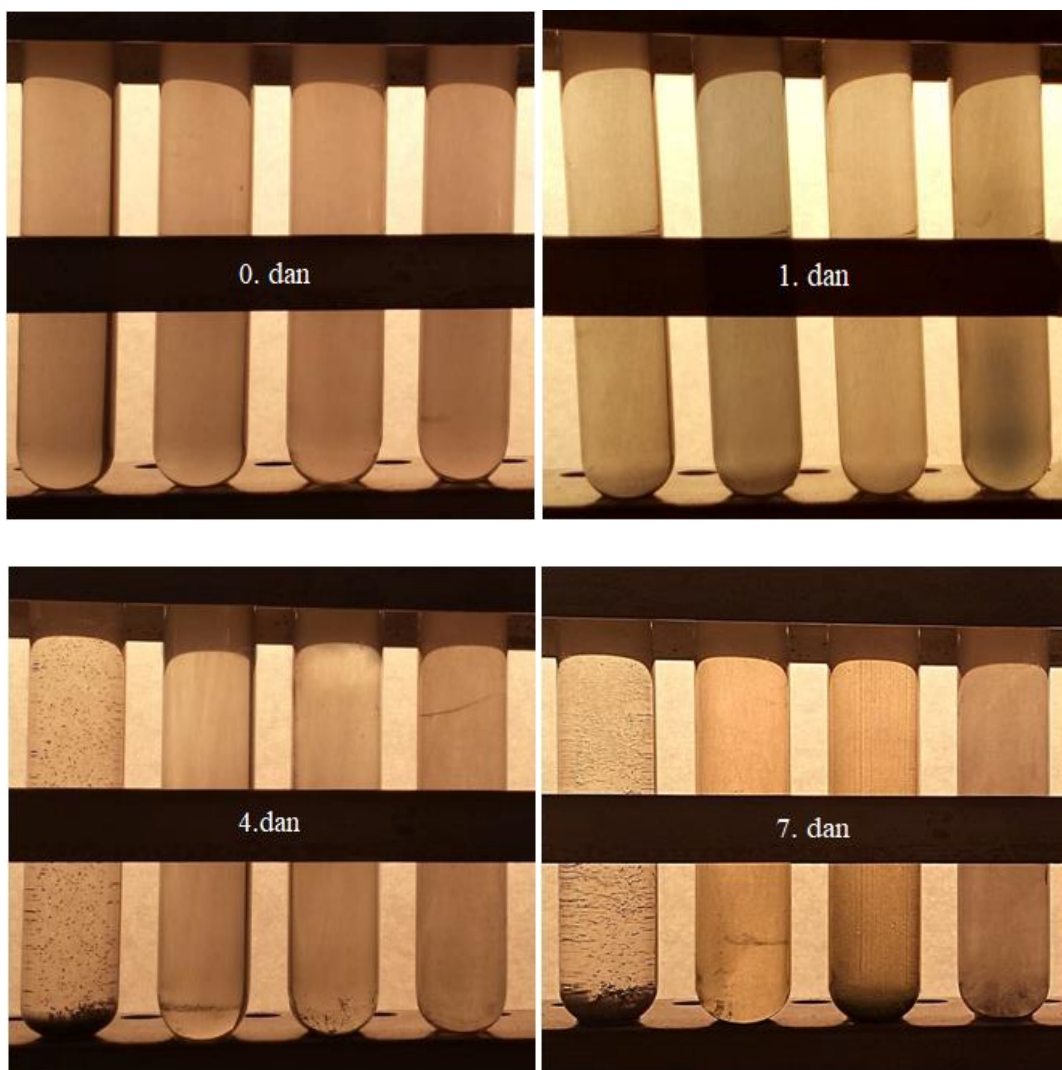


podatak ekstincijskog koeficijenta na valnoj duljini od 380 nm za Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> čestice veličine 25 nm.

**Tablica 4.3.1.1.** Očitane apsorbancije uzoraka na 380 nm

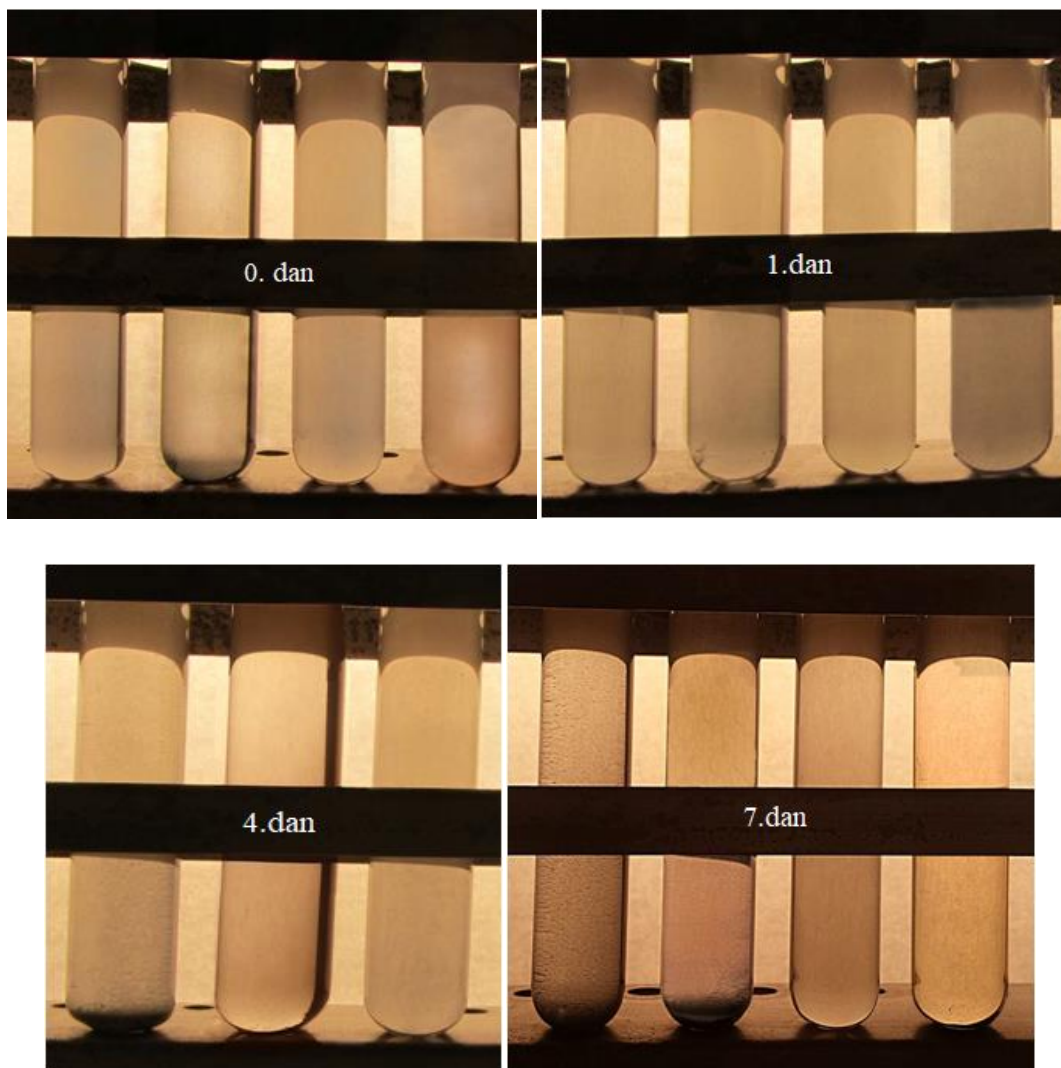
<b>UZORAK</b>	<b>0. dan</b>	<b>1. dan</b>	<b>4. dan</b>	<b>7. dan</b>
<b>0,1 mas. % PAT</b>				
DD100	0,490	0,354	0,073	0,053
DD97,5	0,584	0,482	0,360	0,319
DD95	0,590	0,446	0,410	0,337
DD90	0,561	0,501	0,411	0,308
<b>1,0 mas. % PAT</b>				
DD100	0,652	0,416	0,333	0,189
DD97,5	0,591	0,577	0,335	0,300
DD95	0,509	0,334	0,218	0,145
DD90	0,566	0,401	0,208	0,180

Drugi način praćenja stabilnosti nanofluida je bilo provođenje sedimentacijskog testa, tako što su se uzorci fotografirali 0., 1., 4. i 7. dan te. Na slici 4.3.1.5. su prikazani uzorci nanofluida po danima za 0,1 mas. % PAT, a na slici 4.3.1.6. su prikazani uzorci nanofluida po danima za 1,0 mas. % PAT.



**Slika 4.3.1.5.** Prikaz rezultata sedimentacijskog testa nanofluida s 0,1 mas.% PAT  
(1.epruveta-DD100, 2.epruveta-DD97,5, 3.epruveta-DD90, 4.epruveta-DD95)

Uzorak DD95 je na slici 4.3.1.5. najstabilniji s 0,1 mas.% jer je najviše siv, a drugi najstabilniji uzorak je DD97,5. Kod uzoraka DD95 i DD97,5 nije se pojavio talog 7. dan, dok se kod uzoraka DD100 i DD90 pojavio talog nanočestica na dnu epruvete. Najnestabilniji nanofluid je prema tome DD100 jer 7. dan ima najviše taloga. Također se rezultati sedimentacijskog testa poklapaju s rezultatima izmjerenih apsorbancija.



**Slika 4.3.1.6.** Prikaz rezultata sedimentacijskog testa nanofluida s 1,0 mas.% PAT  
(1.epruveta-DD100, 2.epruveta-DD90, 3.epruveta-DD97,5, 4.epruveta-DD95)

Najstabilniji uzorak je onaj koji je najviše sivo obojen, što znači da kod njega ima najmanje taloga. Kako se može vidjeti na slici 4.3.1.6. najstabilniji nanofluid 7. dan je DD97,5. To znači da se rezultati sedimentacijskog testa poklapaju s dobivenim rezultatima apsorbancije. Uzorak DD90 nije se slikao 4. dan jer se prilikom provođenja eksperimenta on slikao 2. dan i s toga nije snimljen 4. dan.

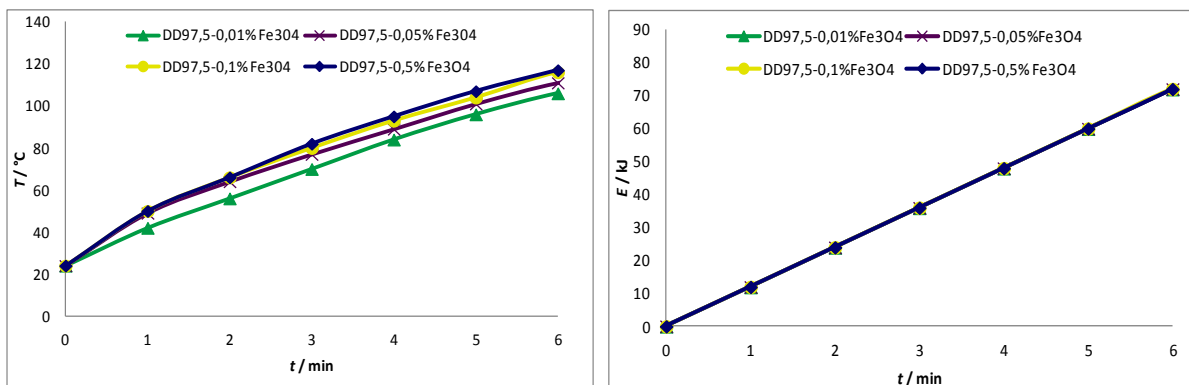
## 4.4. Određivanje stabilnosti nanofluida u drugoj fazi eksperimenata

Ispitivanjem stabilnosti uzoraka nanofluida u prvoj fazi eksperimenata ustanovljeno je da je uzorak DD97,5 najstabilniji jer ima veliku apsorbanciju 7. dan i najveću zamućenost koja se ispitala sedimentacijskim testom. U drugoj fazi eksperimenata ispitivat će se stabilnost uzorka DD97,5 s različitim masenim udjelima PAT i različitim masenim udjelima  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestica.

### 4.4.1. Homogenizacija ultrazvukom

Za pripremu nanofluida odabrana su četiri uzorka DD97,5 s 0,1 mas.% PAT. Oni su se nanovo pripremali tako što su se PAT i transformatorsko ulje miješali na magnetskoj miješalici 24 sata kako bi se smjesa što bolje otopila. Zatim su se u svaku čašu dodale različite mase nanočestica. Nakon toga su se uzorci homogenizirali ultrazvukom te se pratila ovisnost temperature o vremenu i ovisnost predane energije o vremenu za uzorke DD97,5 s 0,01 mas.%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 0,05 mas.%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 0,1 mas.%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  i 0,5 mas.%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Na slici 4.4.1.1. je prikazana temperatura i predana energija uzoraka koji imaju uzorci s 0,1 mas.% PAT.

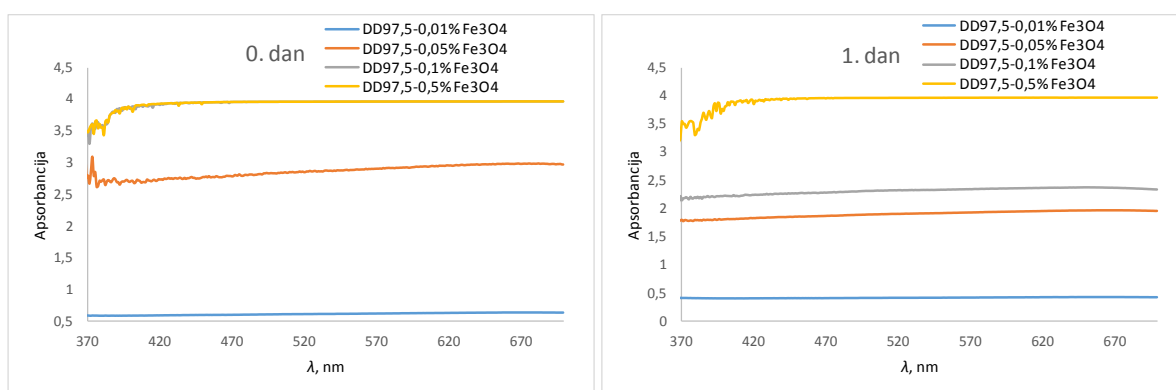


**Slika 4.4.1.1.** Ovisnost temperature o vremenu homogenizacije za nanofluide (lijevo) i ovisnost predane energije o vremenu homogenizacije za nanofluide (desno)

U ovome mjerenju rezultati su slični rezultatima u prvoj fazi eksperimenata. Temperatura također raste uz blagi nagib te malo oscilira za svaki uzorak, ali ne značajno. Razlog zašto temperatura ne raste linearno je objašnjen u poglavlju 4.2.1. Energija raste linearno, što znači da je svakom uzorku u svakoj minuti predana jednaka količina energije. Ukupna predana energija je 80 kJ u volumenu od 200 mL nanofluida, tj.  $0,4 \text{ kJ mL}^{-1}$ .

#### 4.4.2. Praćenje stabilnosti

Stabilnost uzorka DD97,5 pratila se 0. i 1. dan tako što se mjerila apsorbancija UV/Vis spektrofotometrijom te se provodio sedimentacijski test. Ispitivala se stabilnost uzoraka s različitim masenim udjelima nanočestica. Na slici 4.4.2.1. je prikazana apsorbancija DD97,5 uzoraka za 0. i 1. dan.



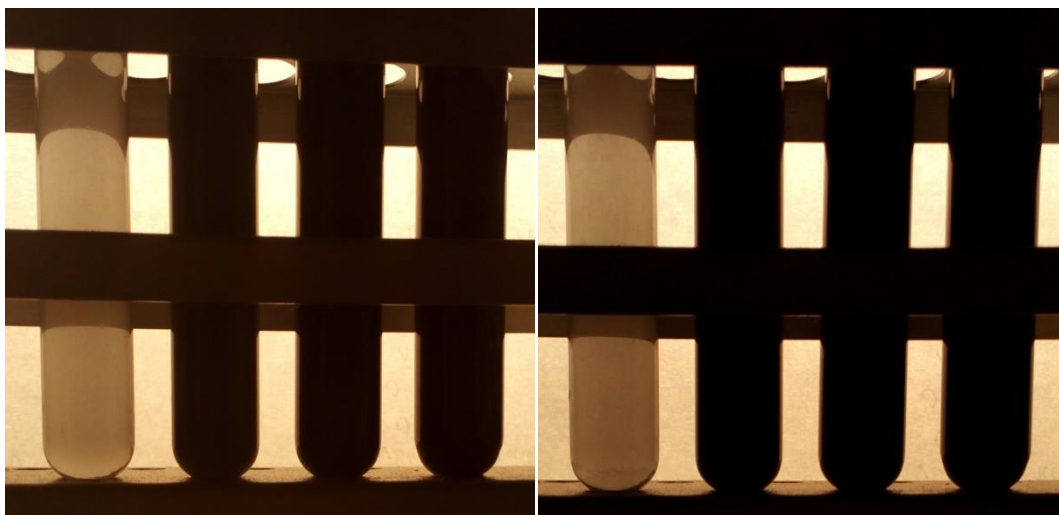
**Slika 4.4.2.1.** Rezultati apsorbancija pripremljenih nanofluida po danima s različitim masenim udjelima nanočestica  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Iz grafova se vidi da što je veća koncentracija nanočestica veća je i apsorbancija. 0. dan uzorci s 0,1 mas. % i 0,5 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  se preklapaju i oni su na granici mjernog područja apsorbancije zbog velike količine nanočestica. U 1. danu dolazi do opadanja apsorbancije za uzorak DD97,5 s 0,1 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Uzorak s 0,01 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ima jako malu razliku u apsorbanciji nulti i prvi dan, prvi dan mu je vrlo malo pala apsorbancija u odnosu na nulti dan. U tablici 4.4.2.1. su prikazane vrijednosti očitanih apsorbancija na 380 nm za navedene uzorke.

**Tablica 4.4.2.1.** Očitane apsorbancije uzoraka na 380 nm

UZORAK	0. DAN	1. DAN
DD97,5-0,01 mas.% $\text{Fe}_3\text{O}_4$	0,581	0,395
DD97,5-0,05 mas.% $\text{Fe}_3\text{O}_4$	2,724	1,748
DD97,5-0,1 mas.% $\text{Fe}_3\text{O}_4$	3,596	2,186
DD97,5-0,5 mas.% $\text{Fe}_3\text{O}_4$	3,560	3,326

Sedimentacijski test je potvrdio rezultate apsorbancija. Na slici 4.4.2.2. su prikazani rezultati sedimentacijskog testa za 0. i 1. dan.



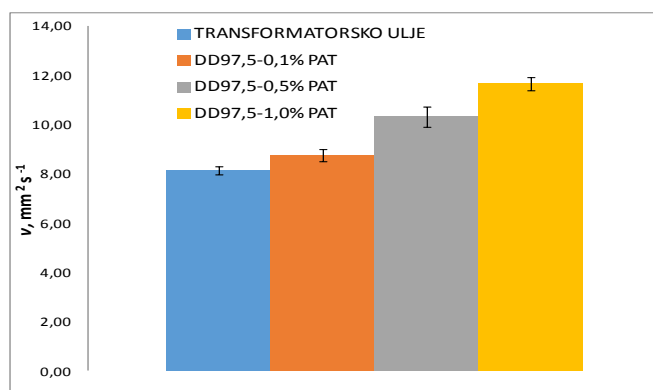
**Slika 4.4.2.2.** Sedimentacijski test uzoraka za 0. (lijevo) i 1.dan (desno)

(1. epruveta- DD97,5-0,01 mas.%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 2. epruveta- DD97,5-0,05 mas.%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 3.epruveta- DD97,5-0,1 mas.%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 4.epruveta-DD97,5-0,5 mas.%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

Uzorci su 0. i 1 dan vrlo stabilni, nisu se znatno promijenili u boji i nema vidljivih tragova da je došlo do sedimentacije. Što znači da su nanočestice dobro raspršene i nakon 24 sata.

#### 4.4.3. Određivanje kinematičke viskoznosti

Kinematička viskoznost se ispitivala za uzorak DD97,5 s tri različita masena udjela PAT-a (0,1 mas. %, 0,5 mas. % i 1,0 mas. %). Na slici 4.4.3.1. je grafički prikaz rezultata viskoznosti sva tri uzorka i transformatorskog ulje, a na slici 4.4.3.2. je prikazana porast viskoznosti uzoraka u odnosu na transformatorsko ulje.



**Slika 4.4.3.1.** Grafički prikaz rezultata kinematičke viskoznosti

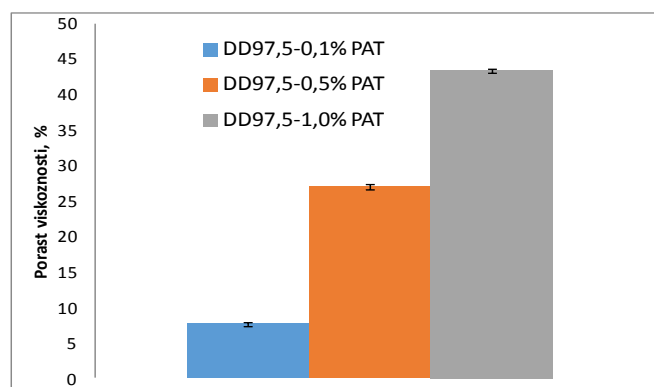
Na slici 4.4.3.1. može se vidjeti da povećanjem masenog udjela PAT-a raste i kinematička viskoznost. Svaki uzorak je mjereno više puta te izračunata standardna devijacija. Iz dobivenih

rezultata može se zaključiti da viskoznosti međusobno razlikuju i to je pokazatelj da PAT utječe na viskoznost. Vrijednosti viskoznosti kreću se od  $8,12 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$  do  $11,66 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ . Na temelju ovog grafa može se zaključiti da dodatkom veće koncentracije PAT povećava se i viskoznost. Ako je veća viskoznost površinski aktivne tvari koja se dodaje u fluid to znači da će brzina sedimentacije čestica biti manja prema Stokesovom zakonu, jer su brzina sedimentacije čestica i viskoznost obrnuto proporcionalne. U tablici 4.4.3.1. mogu se vidjeti rezultati viskoznosti za sve uzorke.

**Tablica 4.4.3.1.** Rezultati viskoznosti uzoraka DD97,5 s različitim mas. % PAT

UZORAK	$t/s$	$\nu/ \text{mm}^2 \text{ s}^{-1}$
HTO*	$100,01 \pm 0,18$	$8,13 \pm 0,01$
DD97,5-0,1% PAT	$107,62 \pm 0,25$	$8,75 \pm 0,02$
DD97,5-0,5% PAT	$126,93 \pm 0,51$	$10,30 \pm 0,04$
DD97,5-1,0% PAT	$143,34 \pm 0,37$	$11,66 \pm 0,03$

HTO\* - Hyvolt Transformer Oil

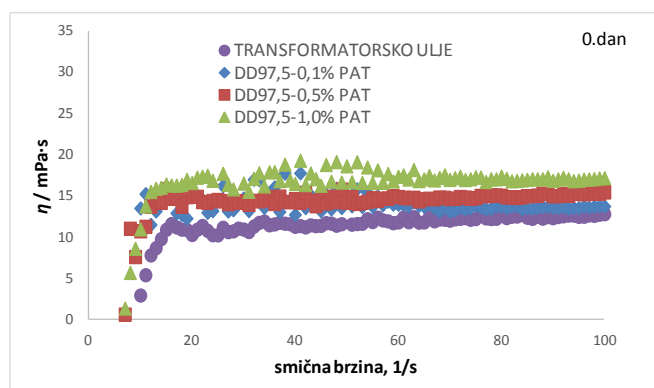


**Slika 4.4.3.2.** Grafički prikaz porasta kinematičke viskoznosti u %

Na slici 4.4.3.2. vidi se da se viskoznost uzoraka u odnosu na transformatorsko ulje povećava. A to je također dokaz da veća koncentracija PAT-a povećava viskoznost. Uzorak DD97,5 s 0,1 mas. % PAT ima najmanji porast viskoznosti (7,61 %) u odnosu na transformatorsko ulje jer ima i najmanju koncentraciju PAT, dok uzorak DD97,5 s 1,0 mas. % PAT ima najveći porast viskoznosti u odnosu na transformatorsko ulje (43,33%) zbog najveće koncentracije PAT.

#### 4.4.4. Određivanje dinamičke viskoznosti

Dinamička viskoznost se određivala 0. i 1. dan za uzorke DD97,5 koji imaju različite masene udjele PAT-a i imaju različite masene udjele Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanočestica. Prvo se određivala dinamička viskoznost u ovisnosti o smičnoj brzini i temperaturi za uzorke s različitim masenim udjelima PAT-a, a rezultati su prikazani na slici 4.4.4.1. i 4.4.4.2..



**Slika 4.4.4.1.** Ovisnost dinamičke viskoznosti o smičnoj brzini za transformatorsko ulje i uzorke s različitim masenim udjelima PAT

U tablici 4.4.4.1. su dani rezultati dinamičke ovisnosti o smičnoj brzini, a u tablici 4.4.4.2. su dani rezultati povećanja dinamičke viskoznosti uzoraka u % u odnosu na transformatorsko ulje

**Tablica 4.4.4.1.** Rezultati ovisnosti dinamičke viskoznosti o smičnoj brzini za transformatorsko ulje i uzorke s različitim masenim udjelima PAT

	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$
smična brzina, $\text{s}^{-1}$	HTO*	DD97,5-0,1 % PAT	DD97,5-0,5 % PAT	DD97,5-1,0 % PAT
20	10,28	15,71	14,95	16,59
50	11,5	15,19	14,22	18,16
80	12,65	13,72	15,04	17,36

HTO\* - Hyvolt Transformer Oil

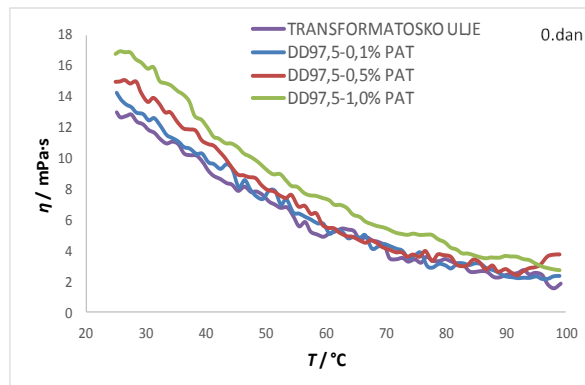
Na temelju dobivenih rezultata vidljivo je da PAT povećava dinamičku viskoznost uzoraka u odnosu na čisto transformatorsko ulje. Također, kada se uspoređuju rezultati uzoraka na istoj vrijednosti smične brzine, povećavanjem koncentracije PAT u pravilu raste i dinamička viskoznost prilikom čega nema značajne razlike u vrijednostima pri smičnoj brzini  $20 \text{ s}^{-1}$ .



**Tablica 4.4.4.2.** Rezultati povećanja dinamičke viskoznosti u odnosu na transformatorsko ulje u postotcima

	%	%	%
smična brzina, s <sup>-1</sup>	DD97,5-0,1 % PAT	DD97,5-0,5 % PAT	DD97,5-1,0 % PAT
20	52,82	45,43	61,38
50	32,09	23,65	57,91
80	8,46	18,89	37,23

Prema tablici 4.4.4.2. vidi se da kod svih uzoraka dolazi do porasta dinamičke viskoznosti u odnosu na transformatorsko ulje. To znači da povećanjem masenog udjela PAT-a, PAT djeluje na molekule ulja i dolazi do većeg otpora gibanja molekula ulja te je iz tog razloga veća i dinamička viskoznost. Pri smičnoj brzini od 20 s<sup>-1</sup> kod uzorka DD97,5-0,1 mas. % PAT dinamička viskoznost se povećala na 52,82 %, kod uzorka DD97,5-0,5 mas. % PAT na 45,43 %, a kod uzorka DD97,5- 1,0 mas. % PAT se povećala na 61,38 %. Pri povećanju smične brzine dolazi do smanjenja dinamičke viskoznosti, pa je tako zabilježen porast dinamičke viskoznosti pri smičnoj brzini od 80 s<sup>-1</sup> na svega samo 8,46 % za uzorak DD97,5-0,1 mas. % PAT, za uzorak DD97,5-0,5 mas. % PAT na 18,89 % i za uzorak DD97,5- 1,0 mas. % PAT na 37,23 %.



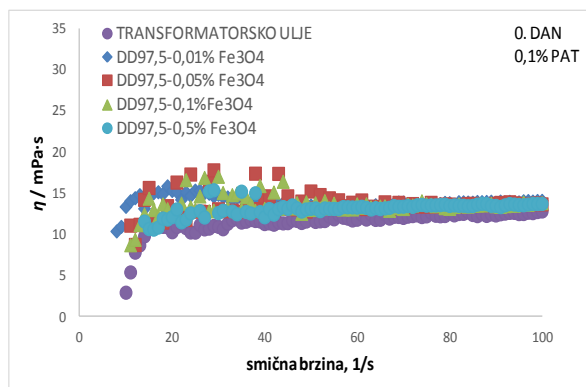
**Slika 4.4.4.2.** Ovisnost dinamičke viskoznosti o temperaturi za transformatorsko ulje i uzorke s različitim masenim udjelima PAT

Dinamička viskoznost se smanjuje povećanjem temperature. Čisto transformatorsko ulje ima najmanju dinamičku viskoznost u odnosu na druge uzorke. Svi uzorci imaju sličnu dinamičku viskoznost, ali najveću dinamičku viskoznost ima uzorak DD97,5 – 1,0 % PAT.

Udio PAT-a nema značajnog utjecaja na dinamičku viskoznost. Kao najbolji uzorak odabrao se DD97,5 s 0,1 % PAT te se on koristio u daljnim ispitivanjima dinamičke viskoznosti.

Ispitivala su se 4 uzorka s različitim masenim udjelima  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestica (0,01 mas.%, 0,05 mas. %, 0,1 mas.% i 0,5 mas.%).

Na slici 4.4.4.3. je prikazana ovisnost dinamičke viskoznosti o smičnoj brzini za 0. dan za uzorak DD97,5 koji ima 0,1 mas.% PAT ali ima različite masene udjele  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestica, a u tablici 4.4.4.3. su brojčano prikazani rezultati.



**Slika 4.4.4.3.** Ovisnost dinamičke viskoznosti o smičnoj brzini za transformatorsko ulje i uzorke s 0,1 mas. % PAT i različitim masenim udjelima  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestica (0. dan)

**Tablica 4.4.4.3.** Rezultati ovisnosti dinamičke viskoznosti o smičnoj brzini za transformatorsko ulje i uzorke s 0,1 mas. % PAT te različitim masenim udjelima  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestica (0. dan)

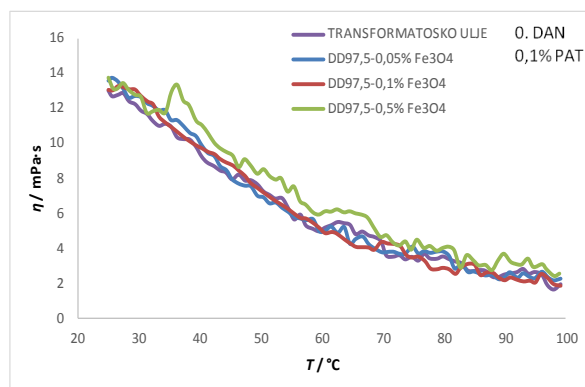
	$\eta$ / mPa·s	$\eta$ / mPa·s	$\eta$ / mPa·s	$\eta$ / mPa·s	$\eta$ / mPa·s
smična brzina, 1/s	HTO*	DD97,5-0,01 % $\text{Fe}_3\text{O}_4$	DD97,5-0,05 % $\text{Fe}_3\text{O}_4$	DD97,5-0,1 % $\text{Fe}_3\text{O}_4$	DD97,5-0,5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$
20	10,28	15,29	16,11	12,59	12,14
50	11,5	13,53	15,23	12,99	13,12
80	12,65	13,81	13,64	13,12	13,48

Iz dobivenih rezultata u tablici može se zaključiti da udio nanočestica također ne utječe znatno na dinamičku viskoznost. Povećanjem masenog udjela nanočestica dolazi do smanjenja dinamičke viskoznosti. Rezultati se bolje mogu opisati preko tablice 4.4.4.4. koja prikazuje rezultate porasta dinamičke viskoznosti uzoraka u postocima u odnosu na transformatorsko ulje.

**Tablica 4.4.4.4.** Rezultati porasta dinamičke viskoznosti uzoraka u odnosu na transformatorsko ulje u postotcima za 0. dan

	%	%	%	%
smična brzina, $s^{-1}$	DD97,5-0,01 % $Fe_3O_4$	DD97,5-0,05 % $Fe_3O_4$	DD97,5-0,1 % $Fe_3O_4$	DD97,5-0,5% $Fe_3O_4$
20	48,74	56,71	22,47	18,09
50	17,65	32,43	12,96	14,09
80	9,17	7,83	3,72	6,56

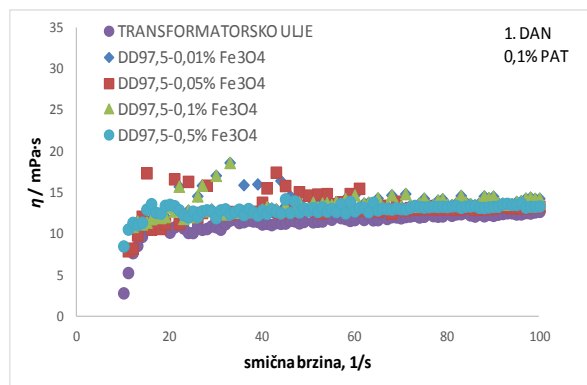
Kada se ispitivao utjecaj PAT-a zaključeno je da povećanjem njegove koncentracije raste i dinamička viskoznost. Sada kada su ispitani uzorci s istom količinom PAT (0,1 mas. %) i različitim masenim udjelima nanočestica, može se pretpostaviti da porastom udjela čestica dolazi do smanjenja dinamičke viskoznosti, što se može vidjeti u tablici 4.4.4.4.. Pretpostavlja se da je to zato što PAT-a djeluje na nanočestice i ne pruža toliki otpor gibanju nanofluida kao u slučaju kada se ispitivao samo PAT (tablica 4.4.4.3.). Pri smičnoj brzini od  $20 s^{-1}$  kod uzorka DD97,5-0,01 mas. %  $Fe_3O_4$  dinamička viskoznost se povećala na 48,74 %, kod uzorka DD97,5-0,05 mas. %  $Fe_3O_4$  na 56,71 %, a kod uzorka DD97,5-0,1 mas. %  $Fe_3O_4$  se povećala na 22,47 %, dok se kod uzorka DD97,5-0,5 mas. %  $Fe_3O_4$  povećala na 18,09 %. Također se može zaključiti da povećanjem smične brzine dolazi do smanjenja dinamičke viskoznosti uzoraka.



**Slika 4.4.4.4.** Ovisnost dinamičke viskoznosti o temperaturi za transformatorsko ulje i uzorke s 0,1 mas. % PAT i različitim masenim udjelima  $Fe_3O_4$  nanočestica (0. dan)

Povećavanjem temperature dolazi do smanjivanja dinamičke viskoznosti čistog ulja i nanofluida. Različiti maseni udjeli nanočestica u nanofluidu nemaju značajnog utjecaja na dinamičku viskoznost. Pri većim temperaturama (60 – 100 °C) vidljivo je da najveću viskoznost ima uzorak DD97,5-0,5 %  $Fe_3O_4$ .

Slike 4.4.4.5., 4.4.4.6. i tablice 4.4.4.5. i 4.4.4.6. prkazuju rezultate mjerenja dinamičke viskoznosti uzoraka prvi dan.



**Slika 4.4.4.5.** Ovisnost dinamičke viskoznosti o smičnoj brzini za transformatorsko ulje i uzorke s 0,1 mas. % PAT i različitim masenim udjelima  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestica (1. dan)

**Tablica 4.4.4.5.** Rezultati ovisnosti dinamičke viskoznosti o smičnoj brzini za transformatorsko ulje i uzorke s 0,1 mas. % PAT i različitim masenim udjelima  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestica (1. dan)

	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$	$\eta / \text{mPa}\cdot\text{s}$
smična brzina, $\text{s}^{-1}$	HTO*	DD97,5-0,01 % $\text{Fe}_3\text{O}_4$	DD97,5-0,05 % $\text{Fe}_3\text{O}_4$	DD97,5-0,1 % $\text{Fe}_3\text{O}_4$	DD97,5-0,5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$
20	10,28	17,17	12,34	12,17	12,04
50	11,5	13,15	14,78	15,09	14,07
80	12,65	13,64	13,08	13,71	13,44

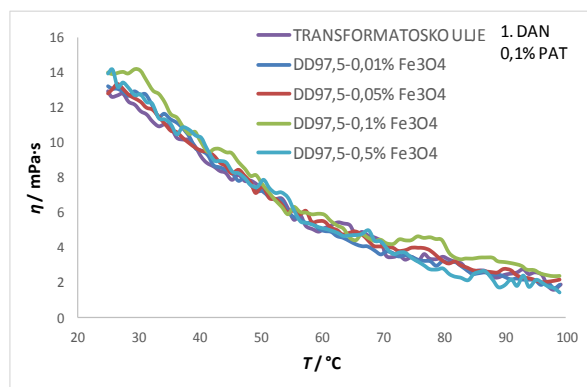
Također se rezultati dinamičke viskoznosti uzoraka mogu prikazati tablicom 4.4.4.6. koja pokazuje povećanje dinamičke viskoznosti u odnosu na transformatorsko ulje u postotcima.

**Tablica 4.4.4.6.** Rezultati porasta dinamičke viskoznosti uzoraka u odnosu na transformatorsko ulje u postotcima za 0. dan

	%	%	%	%
smična brzina, $\text{s}^{-1}$	DD97,5-0,01 % $\text{Fe}_3\text{O}_4$	DD97,5-0,05 % $\text{Fe}_3\text{O}_4$	DD97,5-0,1 % $\text{Fe}_3\text{O}_4$	DD97,5-0,5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$
20	67,02	20,04	18,39	17,12
50	14,35	28,52	31,22	22,35
80	7,83	3,40	8,38	6,25

Nakon 1. dana dolazi do većeg smanjenja dinamičke viskoznosti u odnosu na 0. dan što se može pretpostaviti da se dio nanočestica sedimentiralo te je sa sobom povuklo i dio PAT-a.

Drugi dio PAT koji se nije sedimentirao je djelovao na nanočestice te je i stoga manja dinamička viskoznost uzoraka. Pri smičnoj brzini od  $20 \text{ s}^{-1}$  kod uzorka DD97,5-0,01 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dinamička viskoznost se povećala na 67,02 %, kod uzorka DD97,5-0,05 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  se povećala na 20,04 %, kod uzorka DD97,5-0,1 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  se povećala na 18,29 %, dok se kod uzorka DD97,5-0,5 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  povećala na 17,12 %. Također s povećanjem smične brzine dolazi do smanjenja dinamičke viskoznosti uzoraka.

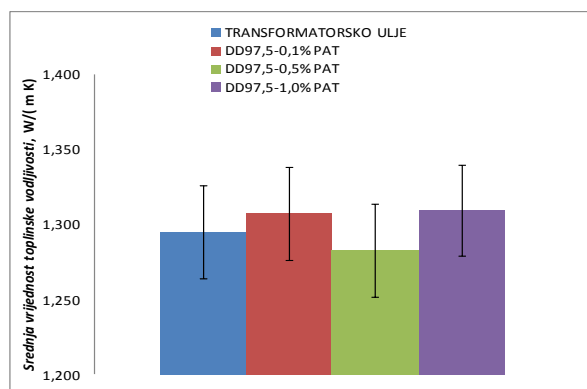


**Slika 4.4.4.5.** Ovisnost dinamičke viskoznosti o temperaturi za transformatorsko ulje i uzorke s 0,1 mas. % PAT i različitim masenim udjelima  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestica

Dinamička viskoznost se prvi dan također smanjuje s povećanjem temperature. Uzorak DD97,5-0,5%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  i prvi dan ima najveću viskoznost od svih uzoraka, dok pri nižim temperaturama ( $20 - 30 \text{ }^\circ\text{C}$ ) najmanju viskoznost ima čisto transformatorsko ulje, a pri većim temperaturama ( $75 - 100 \text{ }^\circ\text{C}$ ) najmanju dinamičku viskoznost ima uzorak DD97,5-0,01%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

#### 4.4.5. Mjerenje toplinske vodljivosti

Prvo se ispitivala toplinska vodljivost za uzorke koji nemaju nanočestice, a imaju različite masene udjele PAT. Nakon tog ispitivanja ispitivali su se nanofluidi s 0,1 mas. % PAT a različitim masenim udjelima nanočestica. Na slici 4.4.5.1. su prikazani rezultati srednje vrijednosti toplinske vodljivosti za uzorke bez nanočestica, na slici 4.4.5.2. su prikazani rezultati srednje vrijednosti toplinske vodljivosti za 0. i 1. dan nanofluida s različitim masenim udjelima nanočestica  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , a na slici 4.4.5.3. su prikazani rezultati promjene toplinske vodljivosti u % za 0. i 1. dan nanofluida s različitim masenim udjelima nanočestica  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .



**Slika 4.4.5.1.** Srednja vrijednost toplinske vodljivosti uzoraka bez nanočestica

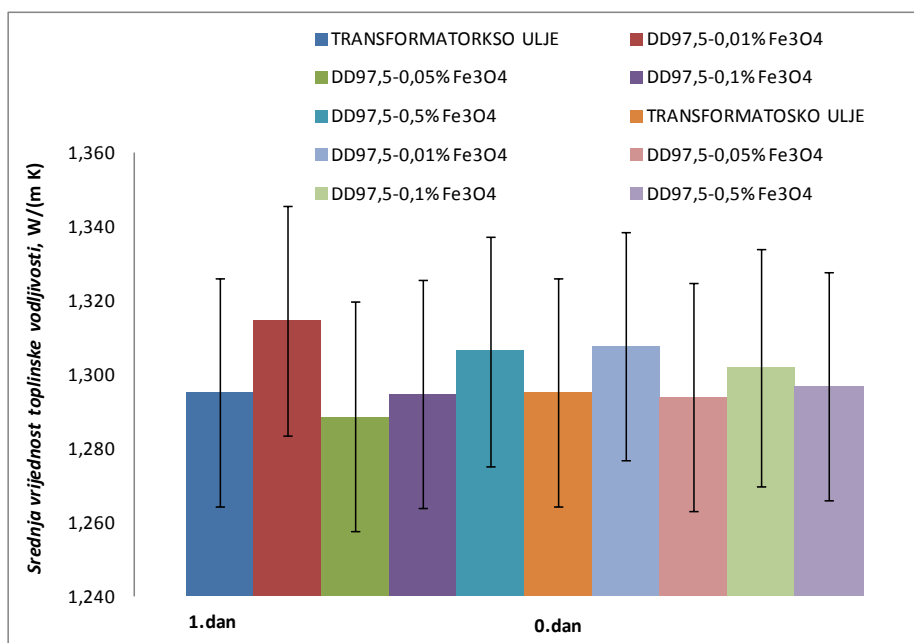
Izmjerene srednje vrijednosti toplinske vodljivosti uzoraka s različitim masenim udjelima površinski aktivne tvari su u granicama od 1,28 do 1,30 W/(m K). Može se zaključiti da su sve toplinske vodljivosti u granicama standardnog odstupanja pojedinog uzorka te da sami uzorci nisu značajno različiti. Možemo zaključiti da maseni udio PAT ne utječe na toplinsku vodljivost uzorka ako se dodaje u količinama do 1 mas. %.. U tablici 4.4.5.1. su prikazane srednje vrijednosti toplinske vodljivosti uzoraka bez nanočestica.

**Tablica 4.4.5.1.** Srednje vrijednosti toplinske vodljivosti uzoraka bez nanočestica

UZORAK	Toplinska vodljivost, W/(m K)	Toplinska vodljivost, W/(m K)	Temperatura, °C
HTO*	1,295 ± 0,010	1,295 ± 0,031	24,69 ± 1,07
DD97,5-0,1% PAT	1,307 ± 0,003	1,307 ± 0,031	24,60 ± 0,18
DD97,5-0,5 % PAT	1,283 ± 0,032	1,283 ± 0,031	24,05 ± 0,10
DD97,5-1,0 % PAT	1,309 ± 0,003	1,309 ± 0,031	24,07 ± 0,07

HTO\*- Hyvolt Transformer Oil

U tablici iznad su prikazani rezultati dobivenih toplinskih vodljivosti i izmjerene temperature. U tablici postoje dvije toplinske vodljivosti s istim rezultatima ali drugačijim odstupanjima. Za prvu toplinsku vodljivost je prikazano standardno odstupanje kao rezultat dobiven mjerenjem te toplinske vodljivosti. Za drugu toplinsku vodljivost je prikazano ukupno standardno odstupanje koje uključuje rezultat mjerenja toplinske vodljivosti i izračun uređaja.



**Slika 4.4.5.2.** Srednja vrijednost toplinske vodljivosti za 1. i 0. dan nanofluida s različitim masenim udjelima nanočestica Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Na grafu iznad su prikazane srednje vrijednosti toplinske vodljivosti nanofluida s različitim masenim udjelima nanočestica Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> za 1. i 0. dan. Vrijednosti su u granicama od 1,28 do 1,31 W/(m K). Svi dobiveni rezultati su u unutar standardnog odstupanja i nema značajne razlike u toplinskoj vodljivosti. To znači da ni nanočestice, dodane u količini od 0,01 mas. % do 0,5 mas. %, ne utječu značajno na toplinsku vodljivost, dok je prema Lovreškov i Mršić dokazano da povećanjem volumnog udjela Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanočestica raste i toplinska vodljivost.

U tablicama 4.4.5.2. i 4.4.5.3. su prikazani rezultati srednjih vrijednosti toplinskih vodljivosti za 0. i 1. dan. Također postoje dvije toplinske vodljivosti, a objašnjenje zašto su stavljene te vrijednosti se nalazi kod tablice 4.4.5.1.

**Tablica 4.4.5.2.** Srednje vrijednosti toplinske vodljivosti za 0. dan nanofluida s različitim masenim udjelima nanočestica Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

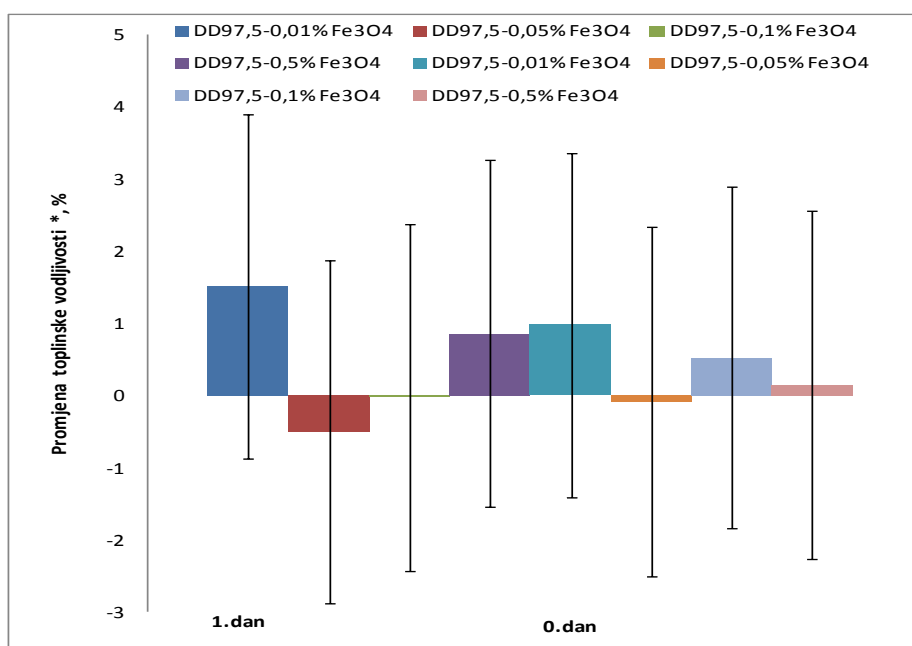
UZORAK	Toplinska vodljivost, W/(m K)	Toplinska vodljivost, W/(m K)	Temperatura, °C
HTO*	1,295 ± 0,010	1,295 ± 0,031	24,69 ± 1,07
DD97,5-0,01% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1,308 ± 0,004	1,308 ± 0,031	24,38 ± 0,09
DD97,5-0,05% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1,294 ± 0,012	1,294 ± 0,031	25,38 ± 0,13
DD97,5-0,1% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1,302 ± 0,009	1,302 ± 0,031	25,39 ± 0,20
DD97,5-0,5% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1,297 ± 0,004	1,297 ± 0,031	24,86 ± 0,09

HTO\*- Hyvolt Transformer Oil

**Tablica 4.4.5.3.** Srednje vrijednosti toplinske vodljivosti za 1. dan nanofluida s različitim masenim udjelima nanočestica Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

uzorak	Toplinska vodljivost, W/(m K)	Toplinska vodljivost, W/(m K)	Temperatura, °C
HTO*	1,295 ± 0,010	1,295 ± 0,031	24,69 ± 1,07
DD97,5-0,01% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1,315 ± 0,004	1,315 ± 0,031	25,95 ± 0,08
DD97,5-0,05% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1,289 ± 0,009	1,289 ± 0,031	25,38 ± 0,13
DD97,5-0,1% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1,295 ± 0,012	1,295 ± 0,032	25,39 ± 0,20
DD97,5-0,5% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1,306 ± 0,004	1,306 ± 0,031	24,86 ± 0,09

HTO\*- Hyvolt Transformer Oil



**Slika 4.4.5.3.** Promjena toplinske vodljivosti u % za 1. i 0. dan nanofluida s različitim masenim udjelima nanočestica Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

U grafu iznad su prikazane promjene toplinske vodljivosti nanofluida u postotcima u odnosu na transformatorsko ulje. Najveću pozitivnu promjenu toplinske vodljivosti 0. i 1. dan ima uzorak DD97,5 – 0,01 mas. % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Također uzorci DD97,5-0,1 mas. % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, DD97,5-0,5 mas. % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> imaju pozitivnu promjenu toplinske vodljivosti. Jedino uzorak DD97,5- 0,05 mas. % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ima vrlo malu negativnu promjenu toplinske vodljivosti. Može se vidjeti da su svi rezultati unutar granica standardnog odstupanja.



## 5. ZAKLJUČAK

U ovome radu je provedena priprava i karakterizacija nanofluida na osnovi transformatorskog ulja i čestica magnetita. Cilj je bio dobiti stabilan nanofluid koji ima bolja svojstva u odnosu na konvencionalne fluide. Prvo je bilo potrebno sintetizirati PAT, koji se namiješavao s uljem i nanočesticama za pripremu nanofluida, te su se ispitivala svojstva takvih pripremljenih nanofluida.

Na temelju provedenih ispitivanja i dobivenih rezultata može se zaključiti sljedeće:

Prilikom homogenizacije nanofluida ultrazvukom, predana energija u svim ispitivanjima je podjednaka i rasla je linearno, dok je temperatura rasla uz blagi nagib zbog razlike temperature u smjesi i okolini. U prvom dijelu eksperimenta, izmjerena predana toplina za 150 mL nanofluida iznosila je 60 kJ, odnosno  $0,4 \text{ kJ mL}^{-1}$ , dok u drugom dijelu eksperimenta predana energija je bila ista ( $0,4 \text{ kJ mL}^{-1}$ ) samo se koristio drugi volumen od 200 mL pa je energija iznosila 80 kJ.

UV/ Vis spektrofotometrijom i sedimentacijskim testom pratila se stabilnost nanofluida. U prvoj fazi eksperimenta je utvrđeno da su uzorci DD97,5 i DD95 najstabilniji. Za daljnja ispitivanja odabrao se uzorak DD97,5. Jedan od razloga zašto se upravo ovaj uzorak odabrao je taj što mu je 7. dan apsorbancija visoka i gotovo jednaka i za 0,1 mas. % PAT i za 1,0 mas. % PAT. Drugi od razloga je ekonomičnost proizvoda, jer monomer *N,N*-dimetilaminoetilmetakrilat je skup, a gotovo ista svojstva pokazuje ako ga ima 2,5 mol. % ili 5 mol. %. Zato je bolje i ekonomičnije se okrenuti prema manjim udjelima. Također je i sedimentacijski test potvrdio da su DD95 i DD97,5 najstabilniji uzorci. U drugoj fazi eksperimenta vidljivo je da povećanjem masenog udjela nanočestica raste i apsorbancija. Ako su veliki maseni udjeli nanočestica rezultati će biti na granici mjernog područja apsorbancije. Uzorak DD97,5 – 0,01 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ima vrlo mali pad apsorbancije prvi dan u odnosu na nulti dan, dok drugi uzorci imaju značajniju razliku u apsorbanciji.

Povećanjem PAT povećava se i kinematička viskoznost. Kod uzorka DD97,5 koji ima 0,1 mas. % PAT viskoznost se povećala za 7,6 %, kod uzorka s 0,5 mas. % PAT viskoznost se povećala za 26,9%, a kod uzorka koji ima 1,0 mas. % PAT viskoznost se povećala za 43,3% . Brzina sedimentacije čestica i viskoznost su obrnuto proporcionalne, što znači da ako je veća viskoznost tada će biti sporija sedimentacija nanočestica. Najveću viskoznost ima DD97,5 s 1,0 mas. % PAT, a najmanju kinematičku viskoznost ima DD97,5 s 0,1 mas. % PAT.

Kod ispitivanja dinamičke viskoznosti zaključeno je da ni maseni udio nanočestica ( od 0,01 mas. % do 0,5 mas. %) kao ni maseni udio PAT ( od 0,1 mas. % do 1,0 mas %) ne utječu znatno na dinamičku viskoznost. Povećanjem PAT rasla je i dinamička viskoznost uzoraka, jer djelovanjem PAT na molekule ulja uzrokovalo je veći otpor gibanja molekula ulja. Pri smičnoj brzini od  $20 \text{ s}^{-1}$  kod uzorka DD97,5-0,1 mas. % PAT dinamička viskoznost se povećala na 52,8 %, kod uzorka DD97,5-0,5 mas. % PAT na 45,4 %, a kod uzorka DD97,5-1,0 mas. % PAT se povećala na 61,4 %. Prilikom ispitivanja uzoraka s istim udjelom PAT, a različitim masenim udjelima nanočestica došlo je do smanjenja dinamičke viskoznosti nulti dan. Prepostavlja se da PAT djeluje na nanočestice i radi toga nema velikog otpora gibanja kod nanofluida. Prvog dana je došlo do još većeg smanjenja dinamičke viskoznosti, pa se pretpostavlja da se dio nanočestica sedimentiralo te je sa sobom povuklo i dio PAT-a, a ostatak PAT je djelovao na raspršene nanočestice. Pri smičnoj brzini od  $20 \text{ s}^{-1}$  kod uzorka DD97,5-0,01 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dinamička viskoznost prvi dan se povećala na 67,02 %, kod uzorka DD97,5-0,05 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  se povećala na 20,04 %, kod uzorka DD97,5-0,1 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  se povećala na 18,29 %, dok se kod uzorka DD97,5-0,5 mas. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  povećala na 17,12 %.

Pri ispitivanju toplinske vodljivosti također je zaključeno da se dodavanjem do 1,0 mas. % PAT neće značajno utjecati na toplinsku vodljivost. Na toplinsku vodljivost neće utjecati ni dodane nanočestice u rasponu od 0,01 mas. % do 0,5 mas. % jer također nema značajne razlike u toplinskoj vodljivosti i svi dobiveni rezultati su u unutar standardnog odstupanja.

Osim svih provedenih mjerenja, trebalo se provesti i mjerenje probojnog napona. Na žalost se probojni napon nije stigao ispitati tijekom izrade ovog diplomskog te će se ispitati naknadno.

Na temelju svih dobivenih rezultata, može se reći da je najstabilniji nanofluid onaj koji ima molarni omjer monomera 97,5 : 2,5 s 0,1 masenim udjelom površinski aktivne tvari te s 0,01 masenim udjelom  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanočestica. S obzirom da se nije ispitao probojni napon za ovaj nanofluid, prvenstveno bi se to prvo trebalo ispitati.

## 6. POPIS SIMBOLA

$A$  apsorbanacija, -

$b$  duljina puta svjetlosti kroz uzorak, cm

$C$  baždarna konstanta viskozimetra,  $\text{mm}^2 \text{s}^{-2}$

$c$  koncentracija tvari u otopini,  $\text{mg cm}^{-3}$

$\varphi$  volumni udio

$g$  gravitacijska akceleracija,  $\text{m s}^{-2}$

$H$  magnetska indukcija, T

$I$  izlazni intenzitet zračenja,  $\text{W m}^{-2}$

$I_0$  ulazni intenzitet zračenja,  $\text{W m}^{-2}$

$l$  prijeđeni put svjetlosti, cm

$m$  masa, mg

$\varepsilon$  molarni apsorpcijski (ekstinkcijski) koeficijent,  $\text{cm}^2 \text{mg}^{-1}$

$R$  polumjer nanočestice, m

$T$  temperatura

$t$  vrijeme protoka kapljevine kroz kapilaru, s

$v_s$  brzina taloženja,  $\text{m s}^{-1}$

$\eta$  dinamička viskoznost, Pa s

$\nu$  kinematička viskoznost,  $\text{mm}^2 \text{s}^{-1}$

$\rho$  gustoća,  $\text{kg m}^{-3}$

$\rho_f$  gustoća fluida,  $\text{kg m}^{-3}$

$\rho_p$  gustoća čestica,  $\text{kg m}^{-3}$

## 7. LITERATURA

1. Rafiq, M., Lv, Y., Li, C., A Review on Properties, Opportunities, and Challenges of Transformer Oil-Based Nanofluids, Hindawi Publishing Corporation Journal of Nanomaterials, vol. 2016, str. 1-19
2. Yu, W., Xie, H., A Review on Nanofluids: Preparation, Stability Mechanisms and Applications, School of Urban Development and Environmental Engineering, Shanga, China, str. 1-48

3. Palabiyik, I., Witharana, S., Musina, Z., Ding, Y., Stability of glycol nanofluids – the consensus between theory and measurement, Institute of Particle science and Engineering, UK, str.1-17
4. Li, Y., Zhou, J., Tung, S., Schneider, E., Xi, S., A review on development of nanofluid preparation and characterization, Powder Technology, 196 (2009.), str. 89-101
5. Eggers, J. R., Kabelac, S., Nanofluids revisited, Applied Thermal Engineering 106 (2016), str. 1114–1126
6. Timofeeva, E. V., Nanofluids for Heat Transfer – Potential and Engineering Strategies, Energy Systems Division, Argonne National Laboratory, Argonne, IL USA str. 436-438
7. Milanović Litre, L., Priprava i karakterizacija uljnih nanofluida s ugljikovim nanocijevima, Diplomski rad, Zagreb, srpanj 2015., str. 1-56
8. Taylor, R., Coulombe, S., Otanicar, T., Phelan, P., Gunawan, A., Lv, W., Rosengarten, G., Prasher, R., Tyagi, H., Small particles, big impacts: A review of the diverse applications of nanofluids, Journal Of Applied Physics 113, (2013), str. 1-20
9. Lovreškov, L., Mršić, I., Optimiranje procesa priprave nanofluida na osnovi transformatorskog ulja, Zagreb, 2015., str. 3
10. Sertić-Bionda, K., Procesi prerade nafte, Interna skripta za vježbe, Zagreb, 2006., str.27
11. Alawi, O. A., Sidik, N. A. C., Xian, H. W., Kean, T. H., Kazi, S.N., Thermal conductivity and viscosity models of metallic oxides nanofluids, International Journal of Heat and Mass Transfer 116, (2018), str. 1314–1325
12. Wen, D., Lin, G., Vafaei, S., Zhang, K., Review of nanofluids for heat transfer applications, Particuology 7, 2009., str. 141–150
13. Janković, Z., Polimerizacije i polimeri, HDKI – Kemija u industriji, Zagreb, 1997., str. 71-233
14. Papić, S., Deterdženti, Interna skripta, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Zagreb, 2015., str. 3-6
15. <https://geology.com/minerals/magnetite.shtml> (Pristup: 5. lipnja 2018.)
16. Pučar, Z., Vrtarić, D., Izvori napajanja električnih uređaja, Seminar, Transformatori, Zagreb, 2013., str 3-5
17. <http://wiki.diyrecordingequipment.com/wp-content/uploads/2012/07/transformer.png> (Pristup: 6. lipnja 2018.)
18. <https://www.electrical4u.com/transformer-insulating-oil-and-types-of-transformer-oil/> (Pristup: 6. Linja 2018.)

19. Wang, Q., Rafiq, M., Lv, Y., Li, C., Yi, K., Preparation of Three Types of Transformer Oil-Based Nanofluids and Comparative Study on the Effect of Nanoparticle Concentrations on Insulating Property of Transformer Oil, Hindawi Publishing Corporation, Journal of Nanotechnology, 2016., str. 1-6
20. L. Wang, et al., Investigation on viscosity of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanofluid under magnetic field, Int. Commun. Heat Mass Transf. (2016), str. 1-6  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.icheatmasstransfer.2016.01.013>
21. <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/16211978#section=Top> (Pristup: 7. lipnja 2018.)
22. [https://www.mknano.com/Nanoparticles/Single-Element-Oxides/Iron-Oxide-Nanopowder/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-25-nm](https://www.mknano.com/Nanoparticles/Single-Element-Oxides/Iron-Oxide-Nanopowder/Fe3O4-25-nm) (Pristup: 7. lipnja 2018.)
23. Janković, Z., Naftni i petrokemijski procesi i proizvodi, Hrvatsko društvo za goriva i maziva, Zagreb, 2011., str. 165-166
24. [https://ergoneurope.com/files/naphthenic/hyvolt\\_iii-10-30-15.pdf](https://ergoneurope.com/files/naphthenic/hyvolt_iii-10-30-15.pdf) (Pristup 9. lipnja 2018.)
25. [http://www.polymerpds.akzonobel.com/polymerchemicalspds/showpdf.aspx?pds\\_id=120](http://www.polymerpds.akzonobel.com/polymerchemicalspds/showpdf.aspx?pds_id=120) (Pristup 9. lipnja 2018.)
26. <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/substance/laurylmethacrylate2544114290511?lang=en&region=HR> (Pristup 9. lipnja 2018.)
27. [https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/234907?lang=en&region=HR&gclid=Cj0KCQjwm6HaBRCbARIsAFDNK-i6jprOntHuFG1j23kuJ3vS0V2iL70JDozQyDtV1Odvo9152QhTMvAaAvexEALw\\_wcB](https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/234907?lang=en&region=HR&gclid=Cj0KCQjwm6HaBRCbARIsAFDNK-i6jprOntHuFG1j23kuJ3vS0V2iL70JDozQyDtV1Odvo9152QhTMvAaAvexEALw_wcB) (Pristup 9. lipnja 2018.)
28. <https://polyanalytik.com/resource-centre/theory/what-is-size-exclusion-gel-permeation-chromatography> (Pristup 13. lipnja 2018)
29. [http://www.rsc.org/learn-chemistry/content/filerepository/CMP/00/001/304/UV-Vis\\_Student%20resource%20pack\\_ENGLISH.pdf](http://www.rsc.org/learn-chemistry/content/filerepository/CMP/00/001/304/UV-Vis_Student%20resource%20pack_ENGLISH.pdf) (Pristup 12. lipnja 2018.)
30. <https://wiki.anton-paar.com/en/basics-of-rheology/> (Pristup 13. lipnja 2018.)
31. <https://wiki.anton-paar.com/en/how-to-measure-viscosity/> (Pristup 13. lipnja 2018.)
32. <https://www.anton-paar.com/corp-en/products/details/rotational-rheometer-rheolabqc/> (Pristup 13. lipnja 2018.)

## 8. ŽIVOTOPIS

Aleksandra Putnik [REDACTED] Odrasla je u Belom Manastiru gdje je završila Gimnaziju Beli Manastir. Nakon završene gimnazije upisala je Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije u Zagrebu, smjer kemijsko inženjerstvo. Sudjelovala je u brojnim radionicama i predavanjima. 2016. godine je obranila završni rad „Uloga skladišta prirodnog plina u plinskom sustavu“ pod mentorstvom prof. dr. sc. Igora Sutlovića te stekla titulu prvostupnice inženjerke kemijskog inženjerstva. Iste godine upisuje diplomski studij na Fakultetu kemijskog inženjerstva i tehnologije, smjer kemijsko inženjerstvo. 2018. godine sudjeluje s radom „Optimiranje i modeliranje procesa proizvodnje biodizela iz otpadnog ulja uz gvanidinski katalizator“ na XII. susretu mladih kemijskih inženjera.