# SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE Fakulta elektrotechniky a informatiky

Ing. Daniel Vašut

Autoreferát dizertačnej práce

# Pokročilé metódy skúmania elektromagnetických parametrov feromagnetických materiálov so zameraním na nedeštruktívnu defektoskopiu konštrukčných materiálov

na získanie akademického titulu "doktor" ("philosophiae doctor", v skratke "PhD.")

v doktorandskom študijnom programe: Teoretická elektrotechnika

v študijnom odbore: Elektrotechnika

Forma štúdia: denná

Miesto a dátum: Bratislava, máj 2022

**Dizertačná práca bola vypracovaná** v dennej forme doktorandského štúdia na Ústave elektrotechniky Fakulty elektrotechniky a informatiky Slovenskej technickej univerzity v Bratislave

- Predkladateľ: Ing. Daniel Vašut Ústav elektrotechniky Fakulta elektrotechniky a informatiky, STU Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava
- Školiteľ: doc. Ing. Elemír Ušák, PhD. Ústav elektrotechniky Fakulta elektrotechniky a informatiky, STU Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava

Oponenti: prof. Ing. Ivan Kneppo, DrSc. Nové Sady 240, 951 24 dôchodca

> doc. Ing. Milan Smetana, PhD. Katedra teoretickej elektrotechniky a biomedicínskeho inžinierstva Fakulta elektrotechniky a informačných technológií, UNIZA Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina

Autoreferát bol rozoslaný: .....

**na** Fakulte elektrotechniky a informatiky Slovenskej technickej univerzity, Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava, miestnosť.....

prof. Dr. Ing. Miloš Oravec dekan fakulty

# Obsah

Zoznam použitých skratiek5
Zoznam použitých symbolov6
1 Úvod8
2 Tézy dizertačnej práce8
3 Defektoskopia9
3.1 Nedeštruktívna defektoskopia9
3.2 Rozdelenie metód nedeštruktívnej defektoskopie9
3.2.1 Kapilárna metóda10
3.2.2 Ultrazvuková metóda10
3.2.3 Prežarovacia metóda11
3.2.4 Magnetické metódy11
3.2.4.1 Metóda rozptylových tokov11
3.2.4.2 Metóda vírivých prúdov12
3.2.4.2.1 Metóda priechodnej cievky12
3.2.4.2.2 Metóda príložnej cievky13
3.2.5 Moderné magnetické metódy13
3.2.5.1 Barkhausenov šum14
3.2.5.1.1 Analýza Barkhausenovho šumu14
3.2.5.2 Metóda vírivých prúdov s frekvenčným rozmietaním
4 Základné magnetické vlastnosti látok a magnetizačné procesy feromagnetík16
5 Vybraná moderná magnetická metóda - Magnetické adaptívne testovanie MAT21
5.1 Opis metódy MAT22
6 Výkonový zosilňovač na meranie magnetických vlastností materiálov25
6.1 Jednosmerné zosilňovače25
6.2 Základné požiadavky pre návrh zosilňovača25
6.3 Návrh zosilňovača26
6.4 Zhrnutie riešenia realizácie zosilňovača28
7 Metodika merania magnetických vlastností materiálov pri definovaných časových
priebehoch magnetických veličín
7.1 Definovaný priebeh intenzity magnetického poľa <i>H</i> ( <i>t</i> )
7.2 Definovaný priebeh magnetickej indukcie <i>B</i> ( <i>t</i> )
7.3 Kvázistatické merania
7.4 Dynamické merania31

8 Experimentálne vyšetrovanie magnetických vlastností materiálov pomocou MA	T.32
8.1 Vplyv tepelného namáhania na toroidné vzorky vyhotovené z konštrukčnéh	10
oceľového plechu	32
8.1.1 Experimentálne vybavenie	32
8.1.2 Úprava experimentálneho postupu metódy MAT	33
8.1.3 Vzorky a experimentálne detaily	35
8.1.4 Experimentálne postupy a výsledky	36
8.2 Aplikovateľnosť meracej aparatúry v iných oblastiach	39
8.2.1 Vzorky a experimentálne detaily	39
8.2.2 Experimentálne postupy a výsledky	39
9 Zhodnotenie dizertačnej práce	43
10 Naplnenie úloh sformulovaných v tézach dizertačnej práce	44
11 Očakávané prínosy dizertačnej práce	45
12 Zoznam použitej literatúry	46
13 Publikácie autora	49
14 Vedecko-výskumné projekty	49

# Zoznam použitých skratiek

analógovo/digitálny
zosilňovač (Amplifier)
typ konektora pre vysoko-frekvenčné použitie (Bayonet Neill-
Concelmann)
dióda
jednosmerný prúd (Direct Current)
doska plošných spojov
univerzálne riadiace rozhranie pre meraciu techniku (General Purpose Interface Bus)
integrovaný obvod (Integrated circuit)
južný pól permanentného magnetu
prepojovací konektor (Jumper)
lokálna počítačová sieť (Local Area Network)
luminiscenčná dióda (Light Emitting Diode)
magnetické adaptívne testovanie (Magnetic Adaptive Testing)
nízkofrekvenčný
operačný zosilňovač
osobný počítač (Personal Computer)
nastaviteľný rezistor
röntgen
severný pól permanentného magnetu
technológia osádzania plošných spojov (Surface Mount Devices)
tranzistor
komunikačné rozhranie (Universal Asynchronous Receiver/Transmitter)
napätie prechodu báza-emitor
univerzálna sériová zbernica (Universal Serial Bus)
prúdový zosilňovač
napäťový zosilňovač

# Zoznam použitých symbolov

As	(m²)	plocha prierezu vzorky
A <sub>l</sub>	(m²)	plocha hysteréznej slučky
В	(T)	vektor magnetickej indukcie
$B_0$	(T)	magnetická indukcia vo vákuu
Bi	(T)	prírastok magnetickej indukcie
Br	(T)	remanentná magnetická indukcia
Bs	(T)	saturačná magnetická indukcia
<b>B</b> <sub>max</sub>	(T)	amplitúda magnetickej indukcie
B( <i>t</i> )	(T)	magnetická indukcia ako funkcia času
С	(F)	kapacita
$C_k$	(-)	Curieho konštanta
C <sub>H</sub>	(A/ms)	konštanta pre rýchlosť zmeny intenzity budiaceho poľa
D	(m)	vonkajší priemer prstencovej vzorky
d	(m)	vnútorný priemer prstencovej vzorky
f	(Hz)	frekvencia
Н	(A/m)	vektor intenzity magnetického poľa
H <sub>c</sub>	(A/m)	koercitívna intenzita magnetického poľa
H <sub>max</sub>	(A/m)	amplitúda intenzity magnetického poľa
Hs	(A/m)	stredná hodnota intenzity magnetického poľa
H( <i>t</i> )	(A/m)	intenzita magnetická poľa ako funkcia času
h	(m)	výška prstencovej vzorky
h <sub>A</sub>	(A/m)	okamžitá hodnota intenzity magnetického poľa
h <sub>Ai</sub>	(A/m)	diskrétna hodnota intenzity magnetického poľa
h <sub>B</sub>	(A/m)	amplitúda intenzity magnetického poľa
h <sub>Bj</sub>	(A/m)	amplitúda intenzity magnetického poľa pre konkrétnu (j-tu)
		minoritnú hysteréznu slučku
Ι	(T)	vektor magnetickej polarizácie
1	(A)	elektrický prúd
I <sub>b</sub>	(A)	budiaci prúd
l <sub>s</sub>	(T)	saturačná magnetická polarizácia
J	(A/m²)	vektor prúdovej hustoty
ls	(m)	stredná dĺžka siločiar
М	(A/m)	vektor magnetizácie
mi	(Am <sup>2</sup> )	magnetický moment
Ν	(-)	počet závitov cievky
R	(Ω)	elektrický odpor
R <sub>n</sub>	(Ω)	odpor odporového normálu
rs	(m)	polomer toroidného prstenca
S	(m²)	prierez vodiča
Т	(°C)	teplota
Ta	(°C)	teplota žíhania
T <sub>C</sub>	(°C)	Curieho teplota

t	(s)	čas
U	(V)	elektrické napätie
$U_{2m}$	(V)	amplitúda napätia na snímacej cievke
U <sub>ind</sub>	(V)	indukované napätie
$u_2(t)$	(V)	napätie na snímacej cievke ako funkcia času
U <sub>ind</sub> (t)	(V)	indukované napätie v snímacej cievke ako funkcia času
X	(i./v.j.)	množstvo substitúcie (počet iónov na vzorcovú jednotku)
$\Delta H_{max}$	(A/m)	krok intenzity magnetického poľa
$\Delta h_B$	(A/m)	krok intenzity magnetického poľa
$\Delta I_b$	(A)	krok budiaceho prúdu magnetizačnej cievky
δ	(m)	hĺbka vniku
μ	(H/m)	(absolútna) magnetická permeabilita
$\mu_0$	(H/m)	permeabilita vákua
$\mu_a$	(-)	(relatívna) amplitúdová permeabilita
$\mu_{diff}$	(H/m)	diferenciálna permeabilita
$\mu_i$	(-)	(relatívna) počiatočná permeabilita
$\mu_{ij,0}$	(H/m)	referenčná hodnota permeability v danom pracovnom
		bode pred aplikovaním záťaže
$\mu_{\it ij,load}$	(H/m)	permeabilita materiálu v danom pracovnom bode po
		aplikovaní definovanej záťaže
$\mu_r$	(-)	relatívna permeabilita
σ	(S/m)	konduktivita
Χ	(-)	magnetická susceptibilita
Xr	(-)	relatívna susceptibilita
ω	(rad/s)	uhlová rýchlosť (frekvencia)

# 1 Úvod

V dnešnej dobe je kontrola kvality výrobkov neoddeliteľnou súčasťou akejkoľvek priemyselnej výroby, vďaka čomu sa zaručuje bezpečnosť a bezproblémové používanie výrobkov. Kontrolujú sa nielen novo vyrobené časti, ale aj časti ktoré sú už dlhšiu dobu v prevádzke a hrozia u nich defekty spôsobené okrem iného únavou materiálu, prípadne dlhodobým preťažovaním, súvisiace s vplyvom náročných podmienok v priemyselnom prostredí, ako napr. zvýšené teploty, mechanické namáhanie (tlak, ťah, ohyb), radiácia a pod. Vhodným testovaním je teda možné predísť rôznym haváriám na strojoch, stavbách, dopravných prostriedkoch atď., pri ktorých môže dôjsť k rôznym tragédiám spojeným so stratami ľudských životov. Jeden z najdôležitejších dôvodov je teda prevádzková bezpečnosť. Ďalším z dôležitých dôvodov je ekonomika prevádzky, pretože efektívna údržba a bezpečné predlžovanie životnosti veľmi nákladných zariadení, ako sú napr. jadrové reaktory, tlakové nádoby, potrubia, ale aj iné dôležité technologické celky výrazne zníži ich prevádzkové náklady.

Hlavným cieľom mojej práce je prispieť ku zdokonaleniu existujúcich nedeštruktívnych metód defektoskopie rozvíjaných na Ústave elektrotechniky FEI STU, založených na precíznom meraní a vyhodnocovaní vhodne zvolených magnetických parametrov feromagnetických materiálov.

# 2 Tézy dizertačnej práce

Dizertačná práca sa zaoberá riešením téz, ktoré možno sformulovať nasledovne:

- Získať prehľad a dostatočné poznatky o štandardne uplatňovaných metódach nedeštruktívnej defektoskopie v rôznych odvetviach priemyslu s hlavným zameraním na moderné magnetické defektoskopické metódy, určené na testovanie štrukturálnych porúch vo feromagnetických konštrukčných materiáloch.
- 2. Navrhnúť technické riešenie, zamerané na zdokonalenie existujúcich meracích aparatúr pre meranie magnetizačných charakteristík s cieľom zaistiť možnosť využitia takmer ľubovoľne definovaného časového priebehu budiaceho signálu k vytvoreniu magnetického poľa s dostatočnou výkonovou rezervou pre budenie vyšetrovaných vzoriek testovaných materiálov.
- 3. Vybranú techniku nedeštruktívnej defektoskopie, v kombinácii so zdokonaleným meracím pracoviskom a s adekvátne zvolenými vyšetrovanými magnetickými parametrami uplatniť na kvantifikáciu štrukturálnej degradácie feromagnetických vzoriek vyrobených napr. z nízkouhlíkových konštrukčných ocelí, vystavených umelému starnutiu s cieľom simulovať dlhodobé a/alebo opakované pôsobenie tepelného, resp. mechanického namáhania, prípadne vplyv radiácie (napr. neutrónové žiarenie).

# 3 Defektoskopia

V praxi nie je možné vytvoriť ideálne dokonalý materiál a z neho dokonalý výrobok. V materiáloch sa môžu vyskytovať defekty a poruchy, ktoré vznikajú počas procesu výroby alebo v čase používania produktu. Pod pojmom defekt rozumieme akékoľvek porušenie materiálu alebo výrobku, ktorého rozmery, tvar, povaha a priestorová orientácia môžu nepriaznivo pôsobiť pri jeho prevádzke. Skúmaním takýchto nehomogenít s využitím deštruktívnych alebo nedeštruktívnych metód v materiáloch sa zaoberá vedný odbor defektoskopia,[1, 2].

Nevýhodou deštruktívnych defektoskopických metód oproti metódam nedeštruktívnym je v tom, že testovaný objekt zostáva po kontrole v zmenenom, niekedy až nepoužiteľnom stave. Z viacerých, ale hlavne z ekonomických dôvodov je preto výhodnejšie využívať metódy nedeštruktívne, pri ktorých zostáva kontrolovaná časť v nezmenenom nepoškodenom stave.

Defektoskopické metódy zisťujú chyby väčšinou nepriamo. Základom je fyzikálna veličina, ktorá v interakcii s vyšetrovaným prostredím mení svoje parametre. Zmena parametrov tejto veličiny zvyčajne závisí po kvalitatívnej a kvantitatívnej stránke od homogenity prostredia testovaného materiálu. Anomálie v testovaných materiáloch spôsobujú lokálne zmeny v priebehu sledovanej veličiny. Meranie a rozbor týchto zmien je ekvivalentné zisťovaniu defektov, prípadne určeniu ich polohy, veľkosti, tvaru a je základom metód nedeštruktívnych skúšok, [3].

## 3.1 Nedeštruktívna defektoskopia

Spoločným znakom všetkých metód nedeštruktívnej defektoskopie je aplikácia takých fyzikálnych princípov, ktoré skúšaný objekt mechanicky, tepelne ani inak nepoškodia. Z toho vyplýva, že testovaný objekt zostáva aj po skúške v nezmenenom stave, a ktorý je možné po úspešne vykonanej skúške (takej pri ktorej sa neprejavili závažné chyby, ktoré by mohli ovplyvniť prevádzku), znovu použiť, [2].

Tieto metódy sa dajú použiť na všetky typy materiálov, avšak nie je možné aplikovať ľubovoľnú metódu na každý typ materiálu, pretože niektoré metódy vyžadujú určité vlastnosti materiálu. Preto je dôležitým prvkom v nedeštruktívnej kontrole výrobkov výber tej správnej metódy. Niektoré typy defektov nie je možné zistiť ultrazvukom, iné nemožno určiť pomocou žiarenia atď. Pre správnu kontrolu skúšanej vzorky je preto potrebné brať do úvahy možné miesto výskytu a charakter chýb. Aby bola kontrola daného výrobku úplná, je niekedy vhodné a potrebné vykonať súbor defektoskopických skúšok, [2, 3, 4].

## 3.2 Rozdelenie metód nedeštruktívnej defektoskopie

Nedeštruktívne defektoskopické skúšky možno rozdeliť napr. podľa druhu fyzikálnej veličiny použitej k testovaniu. Skúšky môžu byť vykonané za pomoci:

a) hmoty:

- **aktívna –** používa sa na zisťovanie povrchových trhlín a studených spojov, ako skúšobné médium môže byť použitá napr. kyselina (kapilárna metóda),
- pasívna využite nachádza pri zisťovaní povrchových trhlín, pri tejto metóde sa ako médium používa fluorescenčná alebo farebná kvapalina, ktorá je pri určitom druhu osvetlenia viditeľná (kapilárna metóda), [16].

#### b) energie:

- mechanická používa sa na identifikáciu trhlín, pórov, bublín, studených spojov atď., využíva princíp elastických vĺn a momentálne patrí medzi metódy s najširším komerčným využitím (ultrazvuková metóda),
- elektrická:
  - <u>elektrický prúd</u> používa sa na zisťovanie povrchových aj vnútorných defektov, studených spojov atď., využíva sa jednosmerný alebo striedavý elektrický prúd,
  - <u>elektromagnetické vlny</u> využitie nachádza pri zisťovaní pórov, bublín, dutín a vmiešanín, táto metóda využíva ionizujúce žiarenie (prežarovacia metóda),
  - <u>elektromagnetické pole</u> využitie nachádza v oblasti zisťovania povrchových aj vnútorných defektov a studených spojov, pri tejto metóde sa využívajú vírivé prúdy, magnetický tok, magnetická sila, Barkhausenov šum (magnetická metóda), [16].

## 3.2.1 Kapilárna metóda

Kapilárne metódy sú samostatným odborom nedeštruktívneho skúšania materiálu. Princíp kapilárnych metód spočíva vo využití vzlínavosti a zmáčavosti penetrantov, ktorými sa pokryje povrch skúšaných materiálov. Ako penetranty sa používajú kvapaliny s nízkym povrchovým napätím. Kapilárnymi metódami možno skúšať kovové aj nekovové materiály, [5, 9].

## 3.2.2 Ultrazvuková metóda

Skúšanie ultrazvukom (**Obr. 3.01**) patrí medzi základné metódy nedeštruktívnej kontroly materiálov. Vzniklo z potreby zisťovať skryté vnútorné chyby rozmerných výkovkov a polotovarov, ktoré nebolo možné spoľahlivo vyšetrovať pomocou metód využívajúcich žiarenie. Oblasť skúšania ultrazvukom v súčasnosti zahŕňa skúšky na kovových, nekovových aj kompozitných materiáloch, [6, 7].



**Obr. 3.01** Prechod ultrazvukového vlnenia pružným homogénnym prostredím (odrazová metóda), [16].

## 3.2.3 Prežarovacia metóda

Prežarovacia metóda (**Obr. 3.02**) patrí medzi objemové nedeštruktívne testovanie. Využíva sa najmä na kontrolu vnútorných chýb odliatkov a zvarov. Pri tejto metóde je využité žiarenie, ktoré ma ionizačný charakter. Výhodou metódy je použiteľnosť pre väčšinu materiálov nezávisle od ich tvaru a povrchu. Nevýhodou tejto metódy je obmedzenie hrúbky závislej od hustoty kontrolovaného materiálu a nebezpečné radiačné prostredie, [2, 5, 7, 8, 9, 10, 11].



Obr. 3.02 Základná schéma prežarovacej metódy, [1, 7, 9].

## 3.2.4 Magnetické metódy

Magnetická metóda patrí medzi najpoužívanejšie nedeštruktívne metódy k detekcii povrchových a podpovrchových defektov do 5 mm vo feromagnetických materiáloch. Touto metódou sa v materiáloch zisťujú trhliny, praskliny a niektoré podpovrchové objemové defekty. Princíp magnetoinduktívnych metód vo všeobecnosti spočíva v zisťovaní rozptylu magnetického poľa, ktorý vzniká v mieste výskytu chyby a jeho blízkosti, [5, 7].

Podľa základného skúšobného princípu ich môžeme rozdeliť na:

- metódu rozptylových tokov,
- metódu vírivých prúdov.

## 3.2.4.1 Metóda rozptylových tokov

Táto metóda je často označovaná aj ako magnetická prášková metóda. Princípom metódy je zviditeľnenie magnetického toku nad defektom. Pri zmagnetizovaní testovaného objektu magnetickým poľom nad defektom narastie magnetický odpor materiálu, čo spôsobí zakrivenie a zhustenie siločiar. Časť týchto siločiar vystupuje z objektu nad jeho povrch a vytvorí rozptylový tok chyby. Vzniknutý rozptylový tok sa indikuje pomocou suchého feromagnetického prášku alebo detekčnou suspenziou. Feromagnetický prášok môže byť farebný alebo fluorescenčný. Detekčnú suspenziu tvorí feromagnetický prášok vmiešaný vo vhodnej kvapaline. V mieste, kde rozptylový tok vystupuje nad povrch materiálu, dochádza k hromadeniu prášku, čo vytvára vykreslenie obrysu defektu. Výsledok skúšky sa vyhodnotí vizuálne, [9, 10, 11].

#### 3.2.4.2 Metóda vírivých prúdov

Princíp metódy vírivých prúdov spočíva v interakcii medzi vírivými prúdmi a štruktúrou skúmaného telesa. Ak prechádza striedavý magnetický tok telesom, indukuje sa v ňom elektromagnetické pole a vznikajú prúdy, ktoré nazývame vírivými prúdmi. Tieto vírivé prúdy pôsobia spätne svojim magnetickým účinkom na pôvodné budiace magnetické pole. Budiace magnetické pole je pôsobením vírivých prúdov zoslabované a tým vzniká výsledné pole, ktoré je dané vektorovým zložením oboch polí (budiaceho poľa a poľa vírivých prúdov). Výsledné pole sa odvíja od magnetických a elektrických parametrov skúšaného materiálu ovplyvňované jeho štrukturálnym stavom. Hustota a rozloženie vírivých prúdov je závislé od elektrickej vodivosti, permeability, rozmerov materiálu a od frekvencie budiaceho prúdu. Kontrola materiálu sa vyhodnocuje pomocou napätia, ktoré je indukované výsledným magnetickým polom. Harmonické magnetické pole generované cievkou prenikne povrchovou vrstvou objektu do efektívnej hĺbky (tzv. hĺbka vniku) danej vzťahom:

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\mu\omega\sigma}} \tag{3.1}$$

kde  $\omega$  je uhlová rýchlosť,  $\mu$  je permeabilita a  $\sigma$  je konduktivita testovaného materiálu.

Pomocou magnetoinduktívnej metódy môžeme nedeštruktívne a veľmi rýchlo kontrolovať napr. tvrdosť, pevnosť, štruktúru, elektrickú vodivosť, chemické zloženie a permeabilitu materiálu. Nevýhodou tejto metódy je použiteľnosť len na elektricky vodivé, resp. magnetické materiály, [9, 10, 11, 12, 13].

#### 3.2.4.2.1 Metóda priechodnej cievky

Pri tejto metóde prechádza testovaný objekt snímačom, ktorý obsahuje dve vinutia. Jedno vinutie je magnetizačné, napájané striedavým prúdom pre vytvorenie striedavého magnetického poľa. S druhým vinutím sa meria výsledné indukované magnetické pole. Vinutia môžu mať spoločné alebo oddelené (**Obr. 3.03**,  $I_b$  – budiaci prúd,  $U_{ind}$  – indukované napätie) usporiadanie. Rozdielne fyzikálne vlastnosti dvoch pozorovaných oblasti, alebo dvoch objektov zapríčinia vo vinutiach indukciu rozdielnych napätí. Z amplitúdy a fázy vzniknutého rozdielu napätia možno určiť veľkosť a druh odchýlky, ktorá ho vyvolala, [9, 10, 12].



**Obr. 3.03** Usporiadanie cievok snímača, a) spoločné b) oddelené, [9].

#### 3.2.4.2.2 Metóda príložnej cievky

Metóda využíva iba jednu cievku napájanú striedavým prúdom, ktorá sa prikladá radiálne k povrchu testovaného objektu (**Obr. 3.04**). V povrchových vrstvách vznikajú vírivé prúdy, ktorých magnetické pole ovplyvňuje impedanciu priloženej cievky. Spätné pôsobenie vírivých prúdov sa mení v závislosti od magnetických a elektrických vlastností testovaného materiálu. Metóda príložnej cievky sa používa aj na meranie hrúbky nevodivých vrstiev na vodivých materiáloch napr. na meranie hrúbky lakov, [9, 10, 12].



**Obr. 3.04** Princíp metódy príložnej cievky, [16].

## 3.2.5 Moderné magnetické metódy

Výhodou moderných metód oproti klasickým je nielen vyhodnotenie defektov, ktoré sa už v skúšanom objekte nachádzajú, ale aj defektov, ktoré ešte len môžu v budúcnosti vzniknúť napríklad v dôsledku únavy materiálov spôsobenej napr. dlhodobým mechanickým, tepelným, prípadne radiačným zaťažením a ich rôznymi kombináciami. Ďalšou veľkou výhodou je plne automatizované riadenie priebehu kontroly počítačom a s tým spojené okamžité vyhodnotenie výsledkov skúšky. Úplná automatizácia kontroly (**Obr. 3.05**) sa týka hlavne polotovarov s jednoduchými a ľahkoupínateľnými tvarmi (plechy, rúrky, ...). Testovanie materiálov modernými metódami sa kvôli vyššej presnosti a dosiahnutiu lepších výsledkov kontroly neustále vyvíja.



**Obr. 3.05** Automatizovaná kontrola vačkového hriadeľa spaľovacieho motora, [22].

#### 3.2.5.1 Barkhausenov šum

Barkhausenov šum objavil v roku 1919 profesor Heinrich Georg Barkhausen, [15]. Tento šum spozoroval na elektrickom obvode, ktorý bol tvorený z cievky so železným jadrom, ktorá bola pripojená na vstup zosilňovača s reproduktorom, **Obr. 3.06**. Zistil, že pri približovaní a odďaľovaní permanentného magnetu od jadra cievky je počuť z reproduktoru chrčanie a praskanie. Vývoj časom ukázal, že praskanie a chrčanie súvisia s nevratnými zmenami v procese magnetizácie feromagnetického materiálu.



Obr. 3.06 Pôvodné Barkhausenovo zapojenie, [15].

#### 3.2.5.1.1 Analýza Barkhausenovho šumu

Barkhausenov efekt vzniká v relatívne silnom magnetickom poli, kedy sa magnetizácia vzorky mení po malých skokoch a nie spojite, teda keď sa v procese premagnetovania začínajú výraznejšie uplatňovať nevratné deje - posuvy doménových stien. V dôsledku toho sa v cievke obklopujúcej magnetizovaný kov indukujú napäťové špičky, ktoré po prevedení na zvukový signál predstavujú Barkhausenov šum, znázornený na **Obr. 3.07**.



Obr. 3.07 Barkhausenove skoky, [14].

Pre väčšinu feromagnetických materiálov má Barkhausenov šum frekvenčné spektrum začínajúce na magnetizačnej frekvencii a končí niekde okolo 250 kHz. Signál je tlmený exponenciálne v závislosti od vzdialenosti, ktorú prejde materiálom. Hlavnou príčinou útlmu sú vírivé prúdy, ktoré sú indukované pri šírení signálu vznikajúceho pohybom doménových stien. Z útlmu sa vyhodnotí hĺbka, ktorú ovplyvňuje frekvencia generovaného signálu, vodivosť a permeabilita testovaného materiálu, [15].

Na **Obr. 3.08** je vidieť blokovú schému typickej meracej aparatúry pre analýzu Barkhausenovho šumu. Cievka  $L_1$  je navinutá na feritovom jadre a je napájaná signálom z generátora priebehov, ktorý je zosilnený výkonovým zosilňovačom na potrebnú budiacu úroveň. Takto vytvorený elektromagnet zmagnetizuje feromagnetickú vzorku magnetickým poľom. Signál snímaný cievkou  $L_2$  je upravovaný obvodmi pre spracovanie signálu.



**Obr. 3.08** Typická meracia aparatúra pre automatizované meranie Barkhausenovho šumu, [22].

## 3.2.5.2 Metóda vírivých prúdov s frekvenčným rozmietaním

Metóda vírivých prúdov s frekvenčným rozmietaním (**Obr. 3.09**) je kombináciou metódy vírivých prúdov a techniky frekvenčného rozmietania. Metóda sa vyznačuje vysokou presnosťou a rozsiahlou šírkou pásma pri detekcii testovaných materiálov. V porovnaní zo štandardnou metódou vírivých prúdov sú z výsledkov poskytované presnejšie výstupy, pretože dochádza k menšiemu vplyvu z okolia, akým je napr. teplota prostredia alebo prachové čiastočky. Na rozdiel od metódy vírivých prúdov, kde sa sonda pohybuje nad vyšetrovaným materiálom, je pri tejto technike sonda uložená vo fixnej polohe nad povrchom materiálu. Technika vírivých prúdov s frekvenčným rozmietaním nachádza uplatnenie napríklad pri určovaní vrstvy, v ktorej sa defekt nachádza. Hlavnou nevýhodou opisovanej metódy je nutnosť poznať lokalizáciu defektu v objekte, z čoho vyplýva, že pri komplexnom vyšetrovaní skúmaného materiálu je vhodné použiť klasickú metódu vírivých prúdov spolu s jej inovovanou modifikáciou, [25].



Obr. 3.09 Príklad frekvenčného rozmietania s lineárnou zmenou frekvencie, [26].

# 4 Základné magnetické vlastnosti látok a magnetizačné procesy feromagnetík

Magnetické vlastnosti materiálov sú dané výsledným magnetickým momentom atómov, ktorý možno považovať za tzv. magnetický dipól. Súčasťou celkového magnetického momentu sú zvyčajne tri zložky:

- orbitálne (dráhové) momenty elektrónov možno si ich predstaviť ako magnetické pole vznikajúce v dôsledku pohybu nosičov náboja (elektrónov) okolo jadra po dráhach v tvare kružníc (Bohrov planetárny model atómu),
- spinové momenty elektrónov nie sú vysvetlené pomocou klasickej fyziky, ale iba na základe kvantovej mechaniky, v niektorých materiáloch tvoria významnú časť celkového magnetického momentu atómu, resp. iónu,
- moment atómového jadra (jadrový) vzhľadom k momentom elektrónov je veľmi malý, zvyčajne sa zanedbáva, [19].

Vektorovým súčtom magnetických momentov jednotlivých elektrónov dostávame výsledný magnetický moment, pričom jednotlivé zložky momentov elektrónov môžu byť čiastočne kompenzované. Podľa toho a tiež podľa magnetickej susceptibility  $\chi$  delíme látky na:

- diamagnetické (χ < 0) orbitálne aj spinové momenty sú vykompenzované, výsledný magnetický moment atómu je nulový, magnetická susceptibilita χ je záporná a veľmi malá (-10<sup>-5</sup>), patria sem inertné plyny a väčšina organických látok (Ag, Au, B, Be, C, Cu, Ge, H, Hg, Pb, Si, AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>),
- paramagnetické (χ > 0) spinové momenty sú vykompenzované, výsledný magnetický moment je daný nevykompenzovanými dráhovými momentmi elektrónov, χ je vždy kladná a veľmi malá (10<sup>-5</sup> 10<sup>-2</sup>), relatívna permeabilita μ<sub>r</sub> > 1, patrí sem kyslík a niektoré oxidy (Al, Cu, Mg, Na, Pt, Ta, W),
- **feromagnetické** ( $\chi >> 0$ ) takmer všetky orbitálne momenty sú vykompenzované, výsledný magnetický moment je daný spinovými momentmi elektrónov,  $\chi$  aj  $\mu_r$  sú vysoké (10<sup>6</sup>) a vyznačujú sa výraznými nelinearitami a tzv. hysterézou, patria sem napr. Co, Fe, Ni a ich zliatiny,
- antiferomagnetické (χ > 0) vplyvom výmenných síl sú spinové momenty antiparalelne orientované, χ je rádovo ako u paramagnetík, patria sem oxidy, sulfidy, chloridy (kobaltu, chrómu, železa, mangánu a niklu),
- ferimagnetické (χ >> 0) sú zvláštnym prípadom antiferomagnetík, avšak susedné magnetické momenty nie sú rovnaké, nevykompenzujú sa (prejavujú rozdielový magnetický moment), patria sem napr. ferity keramické materiály, zlúčeniny Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (oxidu železitého) s oxidmi niektorých dvojvalentných kovov (Ba, Cu, Fe, Li, Mg, Mn, Ni, Sr, Zn), [19].

V technickej praxi nachádzajú uplatnenie najmä feromagnetické materiály v tuhom stave, ktoré môžu byť polykryštalické, monokryštalické, amorfné látky a tiež magnetické kompozity vyrobené z magnetických práškov a plastov, prípadne kaučuku (prírodného aj syntetického).

Medzi hlavné materiálové charakteristiky magnetických materiálov patrí:

- relatívna magnetická permeabilita μ<sub>r</sub>, definovaná vzťahom μ<sub>r</sub> = B/μ<sub>0</sub>H, je parameterom, ktorý charakterizuje schopnosť látky zmeniť svoju magnetickú indukciu vplyvom intenzity magnetického poľa, vo feromagnetikách je zložitou funkciou H, okrem intenzity magnetického poľa H je závislá od teploty T, chemického zloženia a fyzikálnych vlastností materiálu,
- magnetická susceptibilita  $\chi$ , súvisiaca s relatívnou permeabilitou a definovaná vzťahom  $\chi = \mu_r 1$ ,
- Curieho teplota *T<sub>C</sub>*, pri ktorej zaniká feromagnetický (ferimagnetický) stav a magnetické materiály prechádzajú do paramagnetického stavu. Vplyv teploty na magnetizáciu paramagnetík vyjadruje Curieho zákon, pre ktorý platí χ<sub>r</sub> = *C<sub>k</sub>*/*T*, teplotnú závislosť u feromagnetík vyjadruje Curieho–Weissov zákon χ<sub>r</sub> = *C<sub>k</sub>*/(*T*-*T<sub>C</sub>*), kde *C<sub>k</sub>* je Curieho konštanta,
- saturačná magnetická indukcia B<sub>s</sub>, charakterizujúca stav magnetického nasýtenia, kedy sa predpokladá, že vplyvom pôsobenia extrémne silných magnetických polí s intenzitou H >> H<sub>c</sub> (koercivita, pozri ďalej) sú prakticky všetky magnetické dipólové momenty jednotlivých atómov (iónov) natočené do smeru vektora H a teda ich vektorový súčet je maximálny možný, predpokladá sa všeobecný vzťah medzi vektormi magnetickej indukcie B a intenzity magnetického poľa H v tvare B = µH, pričom magnetickú permeabilitu µ nie je vo všeobecnosti možné u takýchto materiálov považovať za konštantnú, na jej hodnotu majú vplyv nielen aktuálne hodnoty B a H, ale aj napr. história procesu magnetizovania látky,
- **remanentná magnetická indukcia** *B*<sub>*r*</sub>, charakterizovaná nulovou intenzitou magnetického poľa *H*,
- koercitívna intenzita magnetického poľa H<sub>c</sub>, hodnota aplikovaného magnetického poľa v opačnom smere, potrebná k poklesu magnetickej indukcie B na nulovú hodnotu po predchádzajúcom stave nasýtenia B<sub>s</sub>, [19].

Podľa hodnoty koercivity  $H_c$  sa magnetické materiály delia na:

- magneticky mäkké (*H<sub>c</sub>* nižšia ako približne 800 A/m) možno ich ľahko zmagnetizovať aj odmagnetizovať, sú charakterizované úzkou hysteréznou slučkou, nízkou koercivitou, vysokou permeabilitou, vysokou saturačnou indukciou a vykazujú nízke hysterézne straty, patria sem technicky čisté železo, elektrotechnické ocele, zliatiny, magneticky mäkké ferity,
- magneticky tvrdé (*H<sub>c</sub>* vyššia ako približne 1500 A/m) zmagnetizovať ich nie je ľahké, charakterizované sú širokou hysteréznou slučkou, vysokou koercivitou, remanenciou a vysokými hysteréznymi stratami spôsobenými premagnetizovaním, dlho zachovávajú zostatkový magnetizmus, patria sem tvárne ocele a zliatiny, liate magnety, práškové kovové materiály, oxidové materiály (ferity), [17, 19].

Pre konkrétne aplikácie feromagnetík je nesmierne dôležité poznať ich magnetické vlastnosti v rôznych podmienkach prevádzky. Vo feromagnetických materiáloch nie je lineárna závislosť magnetickej indukcie **B** (alebo magnetickej polarizácie **I**) od

magnetického poľa *H* a ich vlastnosti sa vyjadrujú hlavne tzv. magnetizačnými krivkami. **Magnetizačné krivky** sa získavajú meraním za definovaných podmienok a najčastejšie sa vyjadrujú v podobe grafického znázornenia krivky prvotnej magnetizácie, resp. komutačnej krivky a tzv. hysteréznej slučky. Javom **magnetická hysteréza** sa označuje zaostávanie zmien magnetizácie alebo magnetickej indukcie *B* za zmenami intenzity magnetického poľa *H*. **Krivka prvotnej magnetizácie** charakterizuje feromagnetikum pri magnetizácii z odmagnetizovaného stavu (H = |H| = 0, B = |B| = 0) až do jeho nasýtenia. Prakticky všetky magnetické materiály vykazujú hysterézu, ktorá ich charakterizuje a je prejavom nevratných zmien v dôsledku magnetizačných procesov v látke (posuv doménových stien, rotácia vektora magnetizácie). Pod pojmom **hysterézna slučka** možno rozumieť závislosť *B*(*H*) resp. *I*(*H*) u feromagnetika pri cyklickom premagnetizovaní, [19].

Na Obr. 4.01 je principiálne znázornená hysterézna slučka magnetizovaného materiálu, vyjadrujúca závislosť medzi magnetickou indukciou B a intenzitou magnetického poľa H. Ak sa magnetizuje materiál z demagnetizovaného stavu, tak sa magnetizácia pohybuje po krivke prvotnej magnetizácie z bodu 1 (vektorový súčet jednotlivých smerov vektorov magnetizácie v jednotlivých magnetických doménach je rovný nule) cez bod 2 (nastáva rast domén výhodne orientovaných vzhľadom na smer vektora budiaceho magnetického poľa, t.j. vzájomný uhol vektora magnetizácie **M** v doméne a vektora budiaceho poľa je  $H > 90^{\circ}$  na úkor zmenšovania objemu domén orientovaných nevýhodne) do bodu 3, v ktorom už magnetická indukcia B, resp. polarizácia I nenarastá a materiál je v stave saturácie charakterizovanej hodnotou tzv. saturačnej magnetickej indukcie B<sub>s</sub>, resp. polarizácie I<sub>s</sub>. V tomto bode sú prakticky všetky vektory magnetizácie (magnetickej polarizácie) všetkých domén, resp. magnetické dipólové momenty atómov/iónov v materiáli natočené do smeru vonkajšieho magnetického poľa (vznikne tzv. jednodoménový útvar, kedy je celý objem vzorky tvorený jedinou magnetickou doménou). Ak sa teraz začne intenzita vonkajšieho magnetického poľa znižovať, magnetizácia sa už nebude meniť podľa krivky prvotnej magnetizácie, ale prejde do bodu 4, pri ktorom si materiál zanechá zostatkovú remanentnú magnetickú indukciu Br. Aby sa materiál demagnetizoval, musí na materiál začať pôsobiť magnetické pole opačného smeru, ktoré spôsobí pri tzv. koercitívnej intenzite poľa  $-H_c$  v bode 5 úplné odmagnetizovanie materiálu (domény budú inak orientované ako pri pôvodne odmagnetizovanom materiáli), [17].

Pri zvyšovaní úrovne magnetického poľa opačného smeru sa magnetizácia dostane do bodu 6, kde je materiál opäť v stave **saturácie** ale opačného smeru  $-B_s$ . Následným znižovaním intenzity magnetického poľa prejde magnetizácia po krivke do bodu 7, v ktorom sa bude materiál nachádzať v stave so zostatkovou **remanentnou magnetickou indukciou**  $-B_r$  ale opačného smeru v porovnaní s bodom 4. Ďalšou zmenou smeru magnetického poľa sa magnetizácia dostáva do bodu 8, pri ktorom nastáva pôsobením **koercitívnej intenzity poľa**  $H_c$  opäť úplné odmagnetizovanie. Pri zopakovaní niekoľkých cyklov aplikovaného budiaceho poľa sa tak budeme pohybovať po zvyčajne uzavretej krivke, tzv. hysteréznej slučke.



**Obr. 4.01** Hysterézna slučka a principiálne znázornenie usporiadania magnetických momentov v danom pracovnom bode *HB* súradnicovej sústavy.

Magnetické pole môže byť vytvorené napr. prúdom tečúcim vo vinutí toroidu. Ak vinutím vo vákuu bez jadra, s počtom závitov N so strednou dĺžkou siločiar  $I_s$  tečie prúd I potom vo vnútri toroidu (prstenca) vzniká magnetické pole o intenzite H:

$$\boldsymbol{H} = \frac{NI}{l_s} \tag{4.1}$$

s magnetickou indukciou B<sub>0</sub>:

$$B_0 = \mu_0 H = \frac{\mu_0 N I}{l_s}$$
(4.2)

kde  $\mu_0 = 4\pi .10^{-7}$  H/m je permeabilita vákua,  $B_0$  magnetická indukcia voľného priestoru a **H** intenzita magnetického poľa. Ak sa do vnútorného priestoru toroidu umiestni magnetická látka, potom magnetická indukcia v jadre vzrastie na hodnotu **B**:

$$\boldsymbol{B} = B_0 + B_i = \frac{\mu_0 NI}{l_s} + \frac{\mu_0 NI'}{l_s}$$
(4.3)

kde *B<sub>i</sub>* je prírastok magnetickej indukcie spôsobený fiktívnou veličinou, povrchovým prúdom *I*', vyvolaným mikroprúdmi, ktoré obiehajú v atómoch a molekulách látky. Pokiaľ je látka mimo magnetického poľa mikroprúdy sú orientované chaoticky. Pri vložení látky do magnetického poľa sa mikroprúdy snažia natočiť do smeru zhodného s prúdom v závitoch. Tieto mikroprúdy možno nahradiť jedným prúdom *I*' tečúcim po obvode magnetika. Povrchový prúd *I*' sa sčítava s prúdom *I*, budiacim magnetické pole, v ktorom sa nachádza magnetikum, [19, 27].

Vzrast magnetickej indukcie v jadre cievky možno vyjadriť povrchovým prúdom *I* alebo magnetickou polarizáciou *I* (kde  $B_i = I$ ), ktorá je definovaná ako objemová hustota magnetických momentov  $m_i$  v jednotke objemu. Zadefinovaním parametra, ktorý sa v teórii elektromagnetického poľa nazýva absolútna magnetická susceptibilita  $\chi$ , možno vyjadriť vplyv magnetickej látky na magnetickú indukciu *B*. Magnetická indukcia vzrastá po vložení magnetickej látky do toroidu o prírastok  $B_i$ :

$$\chi = \frac{I}{\mu_0 H} \Longrightarrow I = B_i = \mu_0 \chi H \tag{4.4}$$

potom:

$$\boldsymbol{B} = B_0 + B_i = \mu_0 \boldsymbol{H} + \mu_0 \chi \boldsymbol{H} = \mu_0 (1 + \chi) \boldsymbol{H}$$
(4.5)

pričom:

$$\boldsymbol{B} = B_0 + B_i = \mu_0 \boldsymbol{H} + \boldsymbol{I} = \mu_0 \boldsymbol{H} + \mu_0 \boldsymbol{M} = \mu_0 (\boldsymbol{H} + \boldsymbol{M})$$
(4.6)

kde *I* je vektor magnetickej polarizácie ( $I = \mu_0 M$ ). Okrem magnetickej polarizácie je používaný aj pojem magnetizácia *M*, úmerná intenzite magnetického poľa *H* ( $M = \chi H$ ). Po dosadení dostávame vzťah:

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M}) = \mu_0(\mathbf{H} + \chi \mathbf{H}) = \mu_0(\mathbf{1} + \chi)\mathbf{H} = \mu_0\mu_r\mathbf{H} = \mu\mathbf{H} \quad (4.7)$$

kde faktor  $\mu_r = 1 + \chi$  je relatívna permeabilita prostredia a  $\mu = \mu_0 \mu_r$  absolútna permeabilita prostredia. V izotropných prostrediach sú vektorové veličiny **B**, **H**, **I** a **M** vždy vzájomne rovnobežné Magnetická susceptibilita  $\chi$  je v anizotropných prostrediach tenzorom druhého rádu, [19, 27, 28, 29].

V praxi je najčastejšie používaná relatívna susceptibilita  $\chi_r$  (bezrozmerná veličina, záporná pre diamagnetické, kladná pre paramagnetické a zvlášť vysoká pre feromagnetické látky), ktorá je daná podielom absolútnej magnetickej susceptibility a permeability vákua, [19, 29]:

$$\chi_r = \frac{\chi}{\mu_0} \tag{4.8}$$

# 5 Vybraná moderná magnetická metóda -Magnetické adaptívne testovanie MAT

Magnetické adaptívne testovanie je nedeštruktívna magnetická hysterézna testovacia metóda využívajúca rozsiahly dátový súbor, ktorý vznikne detekciou napäťového signálu indukovaného v snímacej cievke, navinutej priamo na testovanú vzorku, a to v závislosti na okamžitej hodnote magnetického poľa vo vzorke. Testovaná vzorka je magnetizovaná postupnosťou minoritných magnetizačných slučiek (**Obr. 5.01**) premenného magnetizačného poľa od minimálnej možnej amplitúdy až po saturačnú. Úlohou MAT je v dátovom súbore testovaných vzoriek nájsť tzv. deskriptory sledovaných zmien, ktoré sú optimálne práve pre sledované zmeny použitého materiálu (napr. diferenciálna permeabilita). Funkčná závislosť práve týchto deskriptorov na sledovaných zmenách materiálu (pre účely kalibrácie zistených inými štandardizovanými, aj deštruktívnymi metódami) je označovaná ako degradačná funkcia. Výsledky MAT sú typicky citlivejšie ako testy zamerané na vyhodnocovanie tradičných magnetických hysteréznych parametrov, [20].



**.01** Porovnanie klasickej magnetickej hysteréznej metódy testovania s metódou MAT, [23].

Klasické magnetické hysterézne metódy spomenuté v predchádzajúcich častiach patria vďaka relatívnej jednoduchosti medzi jeden z komerčne najúspešnejších spôsobov pre štrukturálne skúmanie feromagnetických konštrukčných materiálov, ale ich nevýhodou je, že pre opis materiálu používajú iba zopár parametrov z majoritnej magnetizačnej krivky, napr. koercivitu, remanenciu, počiatočnú a amplitúdovú permeabilitu, plochu hysteréznej slučky, resp. straty pri premagnetizovaní. Okrem toho, citlivosť štandardných parametrov magnetizačných kriviek na mikroštrukturálne zmeny je zvyčajne rádovo iba jednotky %.

Metóda magnetického adaptívneho testovania využíva systematické meranie veľkého množstva minoritných hysteréznych slučiek pri definovanom (štandardne trojuholníkovom) časovom priebehu budiaceho magnetického poľa. Z toho vyplýva, že na vyhodnotenie degradácie materiálu sa využíva obrovské množstvo zaznamenaných dát, ktoré odzrkadľujú jeho stav najvhodnejším možným spôsobom, [23]. Na rozdiel od štandardných magnetických parametrov býva často citlivosť vhodne zvolených parametrov v konkrétnej pracovnej oblasti dvojrozmerného *HB* priestoru na štrukturálne zmeny o 2-3 rády vyššia (často stovky až tisíce %).

# 5.1 Opis metódy MAT

Základné vlastnosti a spôsoby použitia magnetického adaptívneho testovania sú veľmi zaujímavé a ľahko pochopiteľné, ak sú demonštrované na konkrétny prípad aplikácie MAT. Výhodou metódy je využitie veľmi dávno známych princípov merania magnetizačných charakteristík v spojení s moderným dostupným hardvérom a programovým vybavením, umožňujúcim získať a spracovať veľké množstvo údajov, ktoré s vysokou pravdepodobnosťou odrážajú relevantné informácie o štrukturálnych nehomogenitách materiálu, dokonca na mikroskopickej úrovni. Príkladom je aparatúra znázornená na **Obr. 5.02**, kde je bloková schéma s typickým zapojením meracej aparatúry pre metódu MAT. Cievky L<sub>1</sub> a L<sub>2</sub> (budiaca a snímacia) sú navinuté priamo na testovanú vzorku v tvare prstenca, ktorá je magneticky uzavretá, [23].



Obr. 5.02 Typická meracia aparatúra pre magnetické adaptívne testovanie, [23].

Autorom metódy magnetického adaptívneho testovania MAT (RNDr. Ivanom Tomášom, PhD) bol stanovený postup, v ktorom je z generátora priebehov cievka L<sub>1</sub> budená zosilneným trojuholníkovým signálom (**Obr. 5.03a**). Amplitúda tohto signálu je postupne, pri každej perióde zväčšovaná s pevnou výškou skoku  $\Delta I_b$ , čo vytvára variáciu trojuholníkového magnetického poľa. Pri použití budiaceho signálu s postupne zvyšovanou amplitúdou, je pre získanie výsledku bez akéhokoľvek vplyvu predchádzajúceho zmagnetizovania, nutnosť dôkladného odmagnetizovania každej

vzorky pred samotným meraním. Z dôvodu, že precízne odmagnetizovanie je zdĺhavý a náročný proces, nám sa v praxi osvedčil postup, pri ktorom sú minoritné hysterézne slučky merané od najväčšej zvolenej amplitúdy po najmenšiu (**Obr. 5.03b**), čím potreba odmagnetizovania vzorky pred každým experimentom zaniká. Pred meraním jednotlivých slučiek je ale potrebné "predmagnetizovať" vzorku niekoľkými cyklami s rovnakými parametrami (amplitúda, frekvencia, tvar signálu), čím sa "prepíše" história magnetovania vzorky a táto sa uvedie pred "ostrým" meraním do definovaného magnetického stavu daného zápornou hodnotou remanentnej indukcie (*-B<sub>r</sub>*, bod 7 na **Obr. 4.01**). Týmto spôsobom sa významne redukuje čas potrebný na meranie.



**Obr. 5.03** Meniaca sa amplitúda budiaceho trojuholníkového signálu a) postupne zväčšovaná b) postupne zmenšovaná.

Pre získanie dostatočne veľkého súboru vhodných magnetických parametrov, je potrebné zmerať sériu minoritných hysteréznych slučiek. Relatívna diferenciálna permeabilita sa osvedčila ako jedna z veličín, ktorá je vysoko citlivá na mikroštrukturálne zmeny. Je definovaná ako:

$$\mu_{diff}(t) = \frac{1}{\mu_0} \frac{dB(t)}{dH(t)} = \frac{1}{\mu_0} \frac{\frac{dB(t)}{dt}}{\frac{dH(t)}{dt}}$$
(5.1)

kde  $\mu_0$  je permeabilita vákua a v súlade s Faradayovým indukčným zákonom  $dB(t)/dt \approx u_{ind}(t)$ . Podmienka  $|dH(t)/dt| = c_H =$  konšt. zaručuje, že magnetizačné procesy vo vzorkách prebiehajú vždy pri konštantnej rýchlosti zmeny intenzity budiaceho poľa pre každú minoritnú slučku (teda H(t) má trojuholníkový priebeh), čo je dôležité z hľadiska homogénnosti magnetizovania vzorky. Diferenciálna permeabilita  $\mu_{diff}$  je potom priamo úmerná napätiu  $u_{ind}(t) = N_2A_s(dB(t)/dt)$ , ktoré je indukované v snímacej cievke L<sub>2</sub> s počtom závitov  $N_2$ , navinutej na testovanej vzorke s plochou prierezu  $A_s$ ,

$$\mu_{diff}(t) = \pm \frac{1}{\mu_0 N_2 A_s c_H} u_{ind}(t)$$
(5.2)

znamienko "+" sa vzťahuje na rastúce pole H(t) (dolná vetva hysteréznej slučky) a znamienko "-" na klesajúce pole (horná vetva). Keďže budiace pole je po častiach

lineárna funkcia času  $H(t) \approx \pm ct$ , časový okamih chápaný ako premenná môže byť nahradený hodnotou poľa v danom okamihu  $h_A$  a teda diferenciálna permeabilita môže byť vyjadrená ako funkcia použitého poľa  $h_A$ . Permeabilita, ktorá prislúcha ku konkrétnej minoritnej hysteréznej slučke môže byť charakterizovaná pomocou druhej premennej - amplitúdy budiaceho poľa  $h_B$ . Slučky sú teda merané ako funkcia poľa  $h_A$ , ktoré sa mení v rámci amplitúdy  $\pm h_B$  s krokom  $\Delta h_B$ . Namerané magnetické parametre tak môžu byť usporiadané do matice, ktorej prvky sú určené dvoma hodnotami (diskrétnou hodnotou poľa  $h_{Ai}$  a amplitúdou minoritnej slučky  $h_{Bj}$ ). Po vhodnej diskretizácii použitého poľa, možno maticu permeability zodpovedajúcu nameranej množine minoritných hysteréznych slučiek, vyjadriť ako súbor prvkov, [24, 31],

$$\mu_{ij} = \mu_{diff} \left( h_{Ai}, h_{Bj} \right) \tag{5.3}$$

Porovnanie magnetických parametrov matíc, získaných pred a po rôzne definovaných typoch záťaže, je základnou myšlienkou metódy MAT. Porovnaním získaných prvkov matice s referenčnými štartovacími hodnotami dostávame podmnožinu prvkov matice najcitlivejších na štrukturálne zmeny spôsobené v dôsledku dlhodobého pôsobenia rôznych faktorov, ktoré môžu byť použité ako pracovné, detailnejšie sledované hodnoty  $h_A$  a  $h_B$ . To znamená, že získané dáta sú vyhodnotené ako relatívna zmena vo vzťahu k niektorému počiatočne definovanému stavu materiálu, určenému z prvkov matice (buď ako pomer alebo ako rozdiel aktuálnych a referenčných parametrov po tom, ako je materiál vystavený nejakej definovanej záťaži  $\mu_{ij,load}$ , a počiatočnej hodnoty  $\mu_{ij,0}$ , pred použitím nejakej záťaže). V dôsledku toho nemusia byť experimentálne prístroje kalibrované absolútne presne s metrologickou presnosťou, pretože niektoré systematické chyby sa navzájom kompenzujú. Na druhej strane je nutné aby, získané hodnoty boli uvedené do korelácie s údajmi niektorých štandardných deštruktívnych metód kvôli nájdeniu potrebných kalibračných kriviek, [24].

Veľmi dôležitým benefitom metódy MAT je to, že nevyžaduje magnetické nasýtenie vzoriek. Najvhodnejšie kľúčové parametre sú vyberané z veľkého dátového súboru multiparametricky, a to často umožňuje presnejšie charakterizovať degradáciu v materiáli, ako pri iných metódach, [23].

Podstatná nevýhoda tejto metódy je zatiaľ skutočnosť, že v prevažnej väčšine jej praktických aplikácií mimo laboratórneho prostredia napr. na reálnych objektoch v priemyselnom odvetví, môže napr. tvar a stav povrchov kontrolovaných častí spôsobiť nepresnosť merania. Tento nedostatok treba eliminovať optimalizáciou budiacich a snímacích systémov pre použitie aj na magneticky otvorených vzorkách komplikovaných tvarov. Nerovnomernosť a drsnosť povrchov testovaných objektov spôsobuje nežiaduce kolísanie kvality magnetického kontaktu, [23].

# 6 Výkonový zosilňovač na meranie magnetických vlastností materiálov

Zosilňovač pre meranie magnetických vlastností je v podstate jednosmerný zosilňovač zapojený ako výkonový operačný zosilňovač, vďaka čomu je možné s využitím vhodne zapojených spätnoväzbových obvodov dosiahnuť definované časové priebehy magnetických veličín v meranej vzorke - intenzity magnetického poľa, indukovaného napätia v sekundárnom vinutí, resp. magnetickej indukcie. Toto je dôležité z hľadiska merania magnetických parametrov v definovaných podmienkach.

Zosilňovače tohto typu sú na trhu bežné dostupné, ale ich cena je pomerne vysoká a v dôsledku použitia SMD technológie sú v prípade zničenia výkonových koncových tranzistorov prakticky neopraviteľné (namiesto relatívne lacných jednotlivo vymeniteľných tranzistorov je potrebné vymeniť celý modul). Z tohto dôvodu je z ekonomických dôvodov výhodné pri meraniach využívať zosilňovač zostavený z diskrétnych a bežne dostupných súčiastok.

Zosilňovač riešený ako súčasť tejto práce bude použitý v aplikácií pre pokročilé nedeštruktívne defektoskopické metódy, ale môže byť štandardne využitý na meranie magnetizačných kriviek pri rôzne definovaných časových priebehoch magnetických veličín.

# 6.1 Jednosmerné zosilňovače

Jednosmerné zosilňovače sa bežne používajú v meracej a automatizačnej technike pri zosilňovaní rôznych fyzikálnych veličín (vonkajšia teplota, vlhkosť vzduchu, atmosférický tlak, atď.) prevedených na napätie alebo prúd, ktoré sa vyznačujú veľmi pomalými zmenami svojej veľkosti. Frekvencia zmien týchto veličín sa pohybuje zvyčajne v rozsahu 0,01 Hz až 1 Hz, [18]. Jedná sa teda o kvázistatické signály, ktoré môžu byť zosilňovačom zosilnené iba ak nebudú v signálovej ceste použité žiadne väzobné kondenzátory. S priamou jednosmernou väzbou však vznikajú aj prevádzkové komplikácie ako je napríklad výskyt jednosmernej zložky na vstupe zosilňovača, ktorá sa prenesie zosilnená na výstup zosilňovača.

# 6.2 Základné požiadavky pre návrh zosilňovača

Hlavnou požiadavkou pre návrh zosilňovača na magnetické merania je, aby s ním bolo možné vykonávať meranie magnetických vlastností materiálov pri kvázistatickom (frekvencie blížiace sa k nule) ale aj dynamickom (frekvencie do niekoľko kHz) budení širokého rozsahu cievok vzoriek najčastejšie s nízkou impedanciou, ktorej minimálna hodnota sa môže pohybovať aj okolo 1  $\Omega$  a menej. Zosilňovač musí byť schopný dodať do záťaže (budiacej cievky) pre nasýtenie vzorky dostatočný prúd, ktorého veľkosť závisí od rozmeru a typu magnetického materiálu, z ktorého je zhotovená vzorka. Keďže sa jedná o jednosmerný zosilňovač, je potrebné na výstupe zosilňovača dosiahnuť čo najmenšiu pokojovú hodnotu jednosmernej zložky kvôli minimalizácii deformácie (nesymetrie) meraných hysteréznych slučiek. Keďže merania magnetických vlastností materiálov prebiehajú pri rôzne definovaných časových priebehoch magnetizačného poľa, bolo by z hľadiska univerzálnosti najvhodnejšie návrh realizovať ako výkonový operačný zosilňovač, ktorý bude možné využiť podľa potreby buď ako riadený zdroj napätia alebo prúdu.

Požadované parametre koncového stupňa:

- napájacie napätie:±50 V
- prúdová zaťažiteľnosť: 15 A
- frekvenčný rozsah: 0 100 kHz
- impedancia záťaže: 1 100 Ω
- zosilnenie: externe nastaviteľné spätnou väzbou
- výstupné ofsetové napätie (prúd): do 100 μV (10 μA)

# 6.3 Návrh zosilňovača

Návrh zosilňovača vychádza z požiadaviek na budenie vzoriek pre merania magnetických vlastností materiálov. Zosilňovač je riešený ako výkonový operačný zosilňovač, z čoho vyplýva že má dva vstupy IN- a IN+ (invertujúci a neinvertujúci) pre privedenie spätnej väzby a signálu. Obvod celého bloku zosilňovača (**Obr. 6.01**) je tvorený zo vstupného napäťového zosilňovača V<sub>u</sub> (vstupný stupeň, rozkmitový stupeň s U<sub>BE</sub> násobičom), ktorý má za úlohu vybudiť výstupný prúdový zosilňovač V<sub>i</sub> (výstupný stupeň s prúdovou ochranou výstupných tranzistorov), ktorý musí byť schopný odovzdať do pripojenej záťaže požadovaný výkon.



Obr. 6.01 Bloková schéma zosilňovača.

Pri návrhu zosilňovača sa dbalo aj na implementáciu ochranných obvodov pre vstup, výstup a napájanie zosilňovača. Pri vstupe bolo potrebne zamerať sa na ochranu diferenciálneho vstupu v oblasti saturácie, do obvodu výstupu bola zaradená ochrana pred napäťovými špičkami, ktoré môžu byť vytvorené indukčnou záťažou. V obvode napájania sú to ochrana prekročenia limitného prúdu, ochrana pred prepólovaním a ochrana pred prepätím. Schému zapojenia zosilňovača možno vidieť na **Obr. 6.02**.



Obr. 6.02

# 6.4 Zhrnutie riešenia realizácie zosilňovača

Celý zosilňovač (Obr. 6.03) je navrhnutý na jednej doske plošných spojov a skladá sa kompletne (okrem IC1) z diskrétnych súčiastok z dôvodu vymeniteľnosti pri ich prípadnom poškodení. Najkritickejším miestom prípadného poškodenia zosilňovača sú koncové a budiace tranzistory, ktoré sú z dôvodu operatívnej výmeny umiestnené na jednej strane DPS. Koncové, budiace tranzistory a tranzistor UBE násobiča využívajú spoločný hliníkový rebrovaný chladič. Pre napájacie napätie a výstupný signál sú použité rozoberateľné svorkovnice do DPS. Pre vstupné signály sú použité pravouhlé BNC konektory v prevedení do DPS. Všetky konektory sú kvôli jednoduchej manipulácii s vodičmi a prepojovacími káblami umiestnené na jednej strane DPS. Všetky keramické axiálne výkonové rezistory sú umiestnené od elektrolytických kondenzátorov v dostatočnej vzdialenosti tak, aby teplo z nich vyžarované nespôsobovalo degradáciu ich kapacity. Doska plošných spojov je vyhotovená ako jednovrstvová s niekoľkými drôtovými prepojkami, ale navrhnutá je ako dvojvrstvová. Napájacie úseky dosky plošných spojov boli kvôli odolnosti pre vyššie prúdové zaťaženie posilnené prispájkovaním medeného vodiča s prierezom 0,75 mm<sup>2</sup> ku konkrétnemu spoju. Vyhotovená DPS a chladič tranzistorov sú z dôvodu vylúčenia mechanického namáhania vývodov tranzistorov samostatne upevnené pomocou pripravených montážnych otvorov k základni. Konštrukcia základne, ktorá je vyhotovená z textitovej dosky a hliníkových profilov slúži zároveň aj ako podstava a izolácia spodnej vrstvy DPS.



**Obr. 6.03** Kompletne zostavený výkonový OZ pre magnetické merania.

# 7 Metodika merania magnetických vlastností materiálov pri definovaných časových priebehoch magnetických veličín

Merania na vzorkách môžu byť v zásade realizované dvoma spôsobmi:

- s definovaným časovým priebehom intenzity magnetického poľa H(t),
- s definovaným časovým priebehom magnetickej indukcie B(t), [18].



**Obr. 7.01** Principiálna schéma ozrejmujúca metodiku merania.

# 7.1 Definovaný priebeh intenzity magnetického poľa H(t)

Meranie magnetických vlastností s definovaným priebehom intenzity magnetického pola H(t) vychádza z nasledujúceho vzťahu:

$$\oint_{r} \vec{H}(t)d\vec{r} = \int \vec{J}d\vec{S}$$
(7.1)

v ktorom *r* predstavuje element integračnej dráhy, *J* prúdovú hustotu a *S* prierez vodiča. Zintegrovaním, vyjadrením stredného polomeru toroidného prstenca  $r_s$ , dosadením počtu závitov budiacej cievky  $N_1$  a úprave vznikne výsledný tvar pre strednú hodnotu intenzity magnetického poľa  $H_s$ :

$$H_{s} = N_{1} \frac{I_{b}}{2\pi r_{s}} = \frac{N_{1}}{2\pi r_{s} R_{n}} U_{R_{n}}$$
(7.2)

 $I_b$  je prúd prechádzajúci magnetizačnou cievkou. Z dôvodu že, polomer  $r_s$  a počet závitov  $N_1$  vzorky sú konštantné, je intenzita magnetického poľa závislá len od prúdu prechádzajúceho budiacou cievkou. Vidieť, že budiace magnetické pole je priamo úmerné napätiu na normálovom rezistore  $R_n$ , pričom na výpočet budiaceho prúdu bol aplikovaný Ohmov zákon:

$$I_b = \frac{U_{R_n}}{R_n} \tag{7.3}$$

Prúdová spätná väzba (**Obr. 7.01**, prepínač v polohe 1) je realizovaná zapojením výkonového rezistora  $R_n$  s nízkou hodnotou odporu do série s magnetizačným

vinutím L<sub>1</sub> testovanej vzorky. Hodnota rezistora  $R_n$  je volená v závislosti od veľkosti potrebného budiaceho prúdu  $I_b$  prechádzajúceho budiacou cievkou, [18].

Pokiaľ je ako budiaci signál z generátora použitý trojuholníkový priebeh, toto zapojenie sa dá využiť pre účely merania minoritných hysteréznych slučiek pomocou MAT.

## 7.2 Definovaný priebeh magnetickej indukcie B(t)

Spôsob merania magnetických vlastností s definovaným priebehom magnetickej indukcie *B*(*t*) vychádza zo vzťahu:

$$u_2(t) = N_2 S \frac{dB(t)}{dt}$$
(7.4)

kde B(t) a  $u_2(t)$  môžu mať napr. harmonický sínusový tvar:

$$B(t) = B_{max} \cos(\omega t + \varphi_B)$$
(7.5)

resp.:

$$u_2(t) = U_{2m}\sin(\omega t + \varphi_B) \tag{7.6}$$

kde  $u_2(t)$  predstavuje napätie na snímacej cievke,  $N_2$  počet závitov snímacej cievky a S je priečny prierez jadra testovanej vzorky. Dosadením, deriváciou a úpravou vznikne výsledný vzťah pre amplitúdu indukovaného napätia  $U_{2m}$ :

$$U_{2m} = N_2 S B_{max} \,\omega \tag{7.7}$$

ktorá je priamo úmerná amplitúde magnetickej indukcie  $B_{max}$ , keďže parametre počet závitov  $N_2$ , prierez jadra *S* a  $\omega$  sú konštantné.

K dosiahnutiu definovaného priebehu magnetickej indukcie resp. indukovaného napätia, je v tomto prípade potrebné ako spätnú väzbu privedenú na invertujúci vstup zosilňovača použiť napätie  $u_2(t)$  (**Obr. 7.01** – prepínač v polohe 2) zo snímacej cievky L<sub>2</sub>, ktoré zodpovedá priebehu napätia na vstupe zosilňovača. Prúd dodávaný zosilňovačom do budiacej cievky potom zabezpečí definovaný priebeh indukovaného napätia.

Toto zapojenie sa v praxi využíva najmä v prípade merania magnetických vlastností elektrotechnických ocelí, kedy je podľa štandardov požadovaný harmonický časový priebeh magnetickej indukcie.

## 7.3 Kvázistatické merania

Kvázistatické merania (**Obr. 7.02**) magnetických vzoriek prebiehajú pri veľmi nízkych frekvenciách, blížiacich sa k nule. Rozsah meracích frekvencií sa pohybuje v intervale 5 mHz až 5 Hz. Pretože frekvencie, pri ktorých prebiehajú kvázistatické merania sú veľmi nízke, tak na meranie signálov (najmä indukovaného napätia) nie je vhodné používať osciloskop alebo meraciu kartu, ale používajú sa moderné voltmetre, pracujúce na princípe viacnásobnej integrácie. Takéto voltmetre sa vyznačujú veľkou presnosťou a okrem toho vďaka integrácii fungujú zároveň ako dolnopriepustné filtre prirodzene potláčajúce nežiaduci šum, [18].

Na testovanej vzorke sú navinuté dve cievky  $L_1$  a  $L_2$ . Cievka  $L_1$  je magnetizačná (budiaca) a je budená zosilneným signálom z generátora priebehov. Napätie na snímacej cievke, ktorá je na obrázku označená ako  $L_2$ , meria Voltmeter 1. Voltmeter 2 meria úbytok napätia na rezistore  $R_n$  zapojeného sériovo s cievkou  $L_2$ .



Obr. 7.02 Principiálna schéma pre automatizované kvázistatické merania, [21].

## 7.4 Dynamické merania

Dynamická metóda umožňuje merania pri vyšších frekvenciách, ako pri metóde kvázistatickej. Merania prebiehajú pri frekvenciách v rozsahu 5 Hz až niekoľko kHz. Jedná sa o merania s definovaným časovým priebehom magnetických veličín. Signály zo snímacej cievky L<sub>2</sub> a rezistora R<sub>n</sub>, pozri **Obr. 7.03**, sú privedené na dvojkanálový osciloskop, ktorý umožňuje merať pri vyšších frekvenciách a s vyššou rýchlosťou. Namiesto osciloskopu môže byť použitá (s rozlíšením vyšším, ako 8 bitov) aj vhodná meracia karta, najlepšie so synchrónnym vzorkovaním viacerých meracích kanálov. Ako bolo spomenuté, meranie hysteréznych slučiek pri definovanom priebehu každej veličiny sa realizuje pri inej topológii zapojenia spätnoväzbových obvodov zosilňovača. Prepínač zaradený v obvode umožňuje voľbu jedného z vyššie uvedených spôsobov pre meranie vzorky.



Obr. 7.03 Principiálna schéma pre automatizované dynamické merania, [18].

# 8 Experimentálne vyšetrovanie magnetických vlastností materiálov pomocou MAT

Kapitola je venovaná experimentálnemu vyšetrovaniu elektromagnetických parametrov feromagnetických materiálov pomocou metódy magnetického adaptívneho testovania MAT. Aby sme sa vyhli vplyvu vírivých prúdov, ktorý je úmerný frekvencii zmien signálov, bola pri experimentoch aplikovaná kvázistatická metóda s použitím nízkych frekvencií a s definovaným priebehom intenzity magnetického poľa H(t) opísaná v predchádzajúcej kapitole.

# 8.1 Vplyv tepelného namáhania na toroidné vzorky vyhotovené z konštrukčného oceľového plechu

Keďže železné a oceľové konštrukčné materiály sú z dôvodu ich mechanických vlastností veľmi často volené pri výrobe rôznych strojných zariadení takmer vo všetkých odvetviach priemyslu, bolo vyšetrovanie vplyvu tepelného pôsobenia zamerané práve na štandardný bežne používaný (magneticky mäkký) konštrukčný plech. Hlavným cieľom tohto pozorovania bolo rozšírenie poznatkov o správaní sa týchto materiálov v závislosti od teploty a času ich žíhania. Vzhľadom na vybavenie laboratórií na Ústave elektrotechniky FEI STU vhodnými pecami je toto najdostupnejší spôsob, ako simulovať umelé starnutie týchto materiálov. Vyšetrované boli magneticky uzavreté prstencové vzorky vyrobené z oceľového plechu so zámerom zhromaždiť informácie o vplyve tepelného pôsobenia na zmeny magnetických vlastností materiálu. Pri meraniach realizovaných na magneticky uzavretých vzorkách je možné minimalizovať vplyv vonkajších rozptylových polí a demagnetizačný efekt.

Skúmaný bol vplyv žíhania spojený s odstránením zvyškových napätí a rekryštalizáciou materiálu na základné magnetické parametre ako je remanencia  $B_r$ , koercivita  $H_c$ , plocha hysteréznej slučky  $A_l$  (úmerná celkovým stratám pri premagnetizovaní), relatívna amplitúdová a počiatočná permeabilita ( $\mu_a \ a \ \mu_i$ ), [30].

## 8.1.1 Experimentálne vybavenie

Základné magnetické parametre spolu s magnetizačnými charakteristikami boli merané pomocou pokročilého meracieho systému zostaveného z komerčne dostupných laboratórnych meracích prístrojov (výkonový napájací zdroj, generátor priebehov, dvojica identických digitálnych voltmetrov) a zosilňovača pre meranie magnetických vlastnosti materiálov (ďalej už len výkonový operačný zosilňovač). Zber, spracovanie (filtrovanie, vyhladzovanie) a vyhodnotenie údajov je v plnom rozsahu zabezpečené počítačovým softvérom, ktorý je prispôsobený konkrétnym špecializovaným potrebám. Komunikácia medzi osobným počítačom a meracími prístrojmi je zabezpečená pomocou spoločnej zbernice LAN. Využitie počítačovej techniky v kombinácii s pokročilými meracími prístrojmi umožňuje zvýšiť presnosť a urýchliť experimentálnu činnosť. Zapojenie meracej aparatúry na meranie magnetizačných kriviek je zhodné s principiálnou schémou pre automatizované kvázistatické merania z **Obr. 7.02**. Primárne vinutie L<sub>1</sub> testovanej vzorky je budené trojuholníkovým signálom z generátora priebehov cez výkonový operačný zosilňovač, zapojený ako prevodník napätia na prúd so zavedenou negatívnou prúdovou spätnou väzbou zo snímacieho rezistora R<sub>n</sub> (napätie z funkčného generátora sa mení na prúd budiaci primárne vinutie L<sub>1</sub>). Napätie (priamo úmerné prúdu pretekajúcemu vinutím L1) na odporovom normále Rn a indukované napätie v sekundárnom vinutí L2 sú súčasne vzorkované dvojicou digitálnych voltmetrov pomocou viacsklonnej (multi-slope) integračnej metódy na digitalizáciu analógových napätí. Výhodou voltmetra s funkciou multi-slope integrácie (ktorý sa v princípe chová ako dolnopriepustný filter) v porovnaní s digitálnym osciloskopom alebo inými zariadeniami na zber údajov, je výrazne väčší pomer signálu k šumu, [30].

Počítačovým softvérom vytvoreným v komerčne dostupnom prostredí (LabVIEW) na vývoj grafického programového softvéru je kompletne riadená činnosť všetkých hardvérových komponentov. Vo vytvorenom grafickom užívateľskom prostredí (**Obr. 8.01**) je veľmi jednoduchá obsluha meracích prístrojov ako aj priebežné zobrazovanie meraných veličín a ich časových závislostí. Z nameraných magnetizačných kriviek je možné okrem základných parametrov (koercivita, remanencia, plochu hysteréznej slučky atď.), zistiť aj ďalšie dôležité parametre, akými sú napr. magnetizačné straty, komplexná alebo amplitúdová permeabilita.

Magnetická indukcia *B* sa získa z indukovaného napätia *u*<sub>ind</sub> pomocou numerickej integrácie. Pred integráciou je potrebné najskôr vždy odstrániť akýkoľvek DC ofset všetkých komponentov zapojených v signálovej ceste, aby sa predišlo nežiaducemu lineárnemu driftu integrovaného signálu spôsobenému integráciou ofsetov. Odstránenie ofsetov je možné buď pomocou hardvéru alebo oveľa jednoduchšie softvérom, [30].

## 8.1.2 Úprava experimentálneho postupu metódy MAT

V kapitole opisujúcej magnetické adaptívne testovanie MAT bolo uvedené, že metóda využíva systematické meranie skupiny hysterénych slučiek s premennou zvyšujúcou sa amplitúdou magnetizačného poľa od minimálnej možnej hodnoty až po hodnotu saturácie. Pri konvenčnom prístupe (najmä v slabých budiacich poliach) je neoddeliteľnou súčasťou merania demagnetizácia vzorky, pretože v prípade nedostatočnej demagnetizácie sa malé hysterézne slučky stávajú nesymetrické. Počiatočná amplitúda demagnetizačného poľa by mala byť dostatočná nato, aby prevládla nad predchádzajúcim remanentným stavom vzorky. Aby sa minimalizovali účinky dynamiky magnetizačných procesov, rýchlosť zmeny poľa by mala byť čo najnižšia a pokles amplitúdy poľa by mal byť hladký. Tieto faktory majú za následok veľmi dlhé časy potrebné na dostatočnú demagnetizáciu, [32].



**Obr. 8.01** Pohľad na grafické užívateľské rozhranie riadiaceho softvéru s reálne nameranými a vypočítaným závislosťami rôznych magnetických veličín, [30].

Problém s demagnetizáciou je možne obísť s použitím opačného postupu magnetizácie vzorky. Merania začali s maximálnou hodnotou magnetizačného poľa  $(H_{max})_i$ , v blízkosti stavu saturácie vzorky. Kvôli symetrii magnetizačnej krivky bolo pred každým meraním použitých niekoľko predmagnetizačných cyklov. Amplitúda budiaceho magnetického poľa bola postupne znižovaná o požadovanú skokovú hodnotu  $\Delta H_{max}$  na  $(H_{max})_{i+1} = (H_{max})_i - \Delta H_{max}$ . Pretože sklon budiaceho magnetického poľa musí byť v súlade so vzťahom (5.3), potom konštantné znižovanie amplitúdy je spojené so zvyšovaním frekvencie. Nemožno teda hovoriť o meraniach pri konkrétnej frekvencii. Principiálny tvar magnetického poľa je možno vidieť na **Obr. 8.02**, [30].





#### 8.1.3 Vzorky a experimentálne detaily

Magneticky uzatvorené vzorky prstencového tvaru boli vyrezané z pozinkovaného plechu hrúbky 1,5 mm pomocou rezacieho stroja s vodným lúčom. Metóda rezania vzoriek vodným lúčom bola zvolená z dôvodu, aby vzorky neboli vystavené tepelnému namáhaniu už pri ich samotnom zhotovení. Na štatistické vyhodnotenie boli odmerané magnetické vlastnosti na piatich vzorkách, ktorých rozmery boli na niekoľkých miestach jednotlivo zmerané pomocou skrutkového mikrometra a digitálneho posuvného meradla, [30].

Priemerné hodnoty rozmerov všetkých piatich vzoriek boli nasledovné:

- vonkajší priemer *D* = 28,07 mm
- vnútorný priemer *d* = 25,8 mm
- výška *h* = 1,55 mm



**Obr. 8.03** Nákres prstencovej magneticky uzavretej vzorky, [30].

Nákres magneticky uzatvorených vzoriek prstencového tvaru je na **Obr. 8.03**. Pri pohľade na rez vzorky je vidieť jeho lichobežníkový tvar, ktorý je pravdepodobne spôsobený rezaním za pomoci vodného lúča, disperziou prúdu vody v kontakte s

rezaným materiálom. Kvôli dostatočnej homogenite magnetického poľa vo vzorke boli rozmery volené na základe pomeru  $d/D \ge 0.9$ . V opačnom prípade by mohla nastať situácia kedy by mohol byť materiál vzorky v blízkosti vnútorného valcového povrchu v stave nasýtenia, na rozdiel od oblasti v blízkosti vonkajšieho povrchu, kde je pole v princípe slabšie, [32].

## 8.1.4 Experimentálne postupy a výsledky

Pri všetkých vzorkách prebiehali merania za rovnakých podmienok, čo sa týka trojuholníkového priebehu intenzity budiaceho magnetického poľa H(t). Amplitúda intenzity magnetického poľa Hmax sa postupne zmenšovala z 1000 na 10 A/m s krokom -10 A/m, bez akejkoľvek demagnetizácie (ale vždy s niekoľkými predmagnetizačnými cyklami). Keďže vzorky boli vyhotovené rezaním pomocou metódy vodného lúča, prvé merania prebiehali na vzorkách bez akéhokoľvek tepelného namáhania. Merania magnetických vlastností pred prvým žíhaním ukázali značné rozdiely medzi nameranými hodnotami všetkých vzoriek. Na Obr. 8.04 si možno všimnúť disperziu maximálnych hodnôt magnetickej indukcie B<sub>max</sub> pri rovnakom H<sub>max</sub>. Rozptyl môže byť spôsobený pravdepodobne rozdielnou distribúciou kryštalických zŕn (veľkosť, tvar, atď.). Ďalším ovplyvňujúcim faktorom môže byť lokálne mechanické napätie v jednotlivých vzorkách spôsobené mechanickým spracovaním oceľového plechu počas výroby, ako aj počas rezania pravdepodobne zostali vo vzorkách určité zvyškové mechanické napätia. K odstráneniu zvyškových napätí boli vzorky tepelne spracované a následne zmerané ich magnetické vlastnosti. Tepelná úprava žíhaním prebiehala pri teplote  $T_a = 550$  °C počas 8 hodín, čo je viac ako teplota topenia Zn (419,58 °C) použitého ako antikorózna úprava povrchu oceľového plechu, v dôsledku čoho došlo k vyhoreniu zinkového povlaku. Namerané hodnoty z merania po prvom žíhaní ukázali len nepatrnú zmenu magnetických vlastností skúmaného materiálu. Ďalšie tepelné spracovanie pri  $T_a = 650$  °C počas 8 hodín malo za následok výraznejšie zmeny (**Obr. 8.05**), napr. slučky sa stávajú pravouhlejšie s väčším  $B_{max}$  a menším koercitívnym poľom  $H_c$ , [30].



**Obr. 8.04** Namerané hysterézne slučky toroidných vzoriek pred žíhaním, [30].



**Obr. 8.05** Namerané hysterézne slučky toroidnej vzorky 1 pred a po dvoch krokoch tepelného spracovania, [30].

Do určitej miery to možno považovať ako dôkaz nehomogenity materiálu vzorky (veľkosť a tvar kryštalických zŕn, rozmiestnenie iných defektov v objeme materiálu a pod.) spojenej napr. s nehomogénnym rozložením lokálnych vnútorných napätí. V prípade tepelne neupravených vzoriek je možno vidieť, že vnútorné napätia výrazne ovplyvňujú všetky magnetické vlastnosti aj napriek očakávaniam, že priemerné napätia a celkové vlastnosti budú viac-menej porovnateľné, [21]. Rozdiely medzi vzorkami po tepelnom spracovaní sú menšie, ale relatívny vplyv štrukturálnych nehomogenít po odstránení vnútorných napätí tepelným spracovaním vzrastá.

Podrobným klasických magnetických štúdiom parametrov získaných Ζ magnetizačných kriviek možno poukázať nato, že relatívne zmeny ich hodnôt sú v porovnaní so stavom po vyrezaní (pred žíhaním) menšie, ako zhruba 25 %. Z tohto dôvodu boli skúmané aj variácie diferenciálnej permeability získané pomocou analýzy dát s využitím metódy MAT. Diferenciálna permeabilita bola vyhodnotená ako funkcia dvoch premenných  $\mu_{diff}(h_{Ai}, h_{Bi})$  z množiny nameraných minoritných hysteréznych slučiek v rôznych pracovných bodoch daných 2D súradnicami diskretizovanými vhodnou interpoláciou vstupných údajov. Matice hodnôt vzorky 1 diferenciálnej permeability  $\mu_{ij} = \mu_{diff}(h_{Ai}, h_{Bj})$  na zodpovedajúcich súradniciach  $[h_{Ai}, h_{Bj}]$ , kde i = -100, -99, ..., -1, 0, 1, ..., 99, 100 a j = 0, 1, ..., 99, 100 sú znázornené na **Obr. 8.06**, ľavý stĺpec, spolu s pomerovo normalizovanými hodnotami  $\mu_{ii,norm}$  tepelne neupravenej (po vyrezaní) a upravenej (po žíhaní) vzorky. Pomerovo normalizované matice v pravom stĺpci obrázku obsahujú prvky nájdené ako pomery diferenciálnej permeability po žíhaní a zodpovedajúce hodnoty vzoriek pred žíhaním (po vyrezaní)  $\mu_{ii,norm} = (\mu_{ii})_{550}/(\mu_{ii})_0$  (pravý stredný obrázok na **Obr. 8.06**) a  $\mu_{ii,norm} = (\mu_{ii})_{650}/(\mu_{ii})_0$ , (pravý spodný obrázok). Všimnite si, že prvá matica normalizovaná na pomery (pravý vrchný obrázok) obsahuje iba jednotky, pretože v skutočnosti predstavuje pomery tých istých prvkov matice zodpovedajúcich vyrezanej vzorke (ľavý horný obrázok),  $\mu_{ii,norm} = (\mu_{ii})_0 / (\mu_{ii})_0 = 1, [30].$ 



**Obr. 8.06** Matice hodnôt vzorky 1 diferenciálnej permeability  $\mu_{ij} = \mu_{diff}(h_{Ai}, h_{Bj}) v$ zodpovedajúcich súradniciach  $[h_{Ai}, h_{Bj}]$ , [30].

			- 5 5 - 1	
T <sub>a</sub>	$(H_c)_{Ta}/(H_c)_0$	$(B_r)_{Ta}/(B_r)_0$	$(\mu_{ij})_{Ta}/(\mu_{ij})_0$	$(\mu_{ij})_{Ta}/(\mu_{ij})_0$
(°C)	(-)	(-)	(-) <sup>a</sup>	(-) <sup>b</sup>
-	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
550	0,9170	1,0093	1,6472	1,7951
650	0,7668	1,2344	7,1842	7,0633

**Tabuľka 8.01** Relatívne zmeny vybraných magnetických parametrov, [30].

Údaje v **Tab. 8.01** znázorňujú zmeny klasických hysteréznych parametrov (koercitívne pole  $H_c$ , remanentnú indukciu  $B_r$ ), ako aj vybrané hodnoty diferenciálnej permeability  $\mu_{ij,norm}$  normalizované na počiatočný stav vzorky pred žíhaním. Podľa údajov je vidieť, že zmeny pomeru normalizovanej diferenciálnej permeability je rádovo okolo 7 (relatívna zmena viac, ako 700 %). V prípade klasických hysteréznych parametrov sú zmeny menšie, ako 25 % vzhľadom na referenčné hodnoty vzorky po vyrezaní, [30].

# 8.2 Aplikovateľnosť meracej aparatúry v iných oblastiach

Ako súčasť tejto práce bol riešený návrh výkonového operačného zosilňovača umožňujúci merania pri takmer ľubovoľne definovanom časovom priebehu magnetických veličín, vďaka čomu je možné ho využiť aj pri meraní rôznych magnetických parametrov v súlade so zavedenými štandardami (napr. orientované elektrotechnické ocele, ferity a pod.). S cieľom overiť univerzálnosť meracej aparatúry s implementovaným prototypom výkonového operačného zosilňovača aj v iných oblastiach ako nedeštruktívna defektoskopia, bola aparatúra pre magnetické merania uplatnená pri vyšetrovaní magnetických vlastností magneticky mäkkých látok, u ktorých boli výsledné magnetické vlastnosti riadené zmenou ich chemického zloženia presne kontrolovaným spôsobom kombináciou niekoľkých faktorov (napr. výber počiatočného chemického zloženia, výber substituovaného a substitučného prvku, variácie konečného chemického zloženia), čo poukazuje na možnosť využitia tejto aparatúry napr. v oblasti materiálového výskumu.

Vyšetrované boli základné magnetické vlastnosti ako napr. koercivita  $H_c$ , remanencia  $B_r$ , amplitúdová a počiatočná permeabilita ( $\mu_a$  a  $\mu_i$ ), plocha hysteréznej slučky  $A_i$  úmerná celkovej strate magnetizácie a Curieho teplota  $T_c$ , [33].

## 8.2.1 Vzorky a experimentálne detaily

Vzorky boli pripravené s magneticky mäkkého feritu so spinelovou štruktúrou s chemickým zložením Ni<sub>0.3</sub>Zn<sub>0.7</sub>Eu<sub>x</sub>Fe<sub>2-x</sub>O<sub>4</sub>, kde *x* predstavuje množstvo substitúcie (0,00; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10 iónov na vzorcovú jednotku) železa Fe európiom Eu. Pri výrobe vzoriek bola použitá klasická keramická metóda pri teplote spekania 1200 °C/6 hodín. Základné zloženie nesubstituovaného Ni<sub>0.3</sub>Zn<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> feritu bolo zvolené z dôvodu, že tento ferit sa vyznačuje najväčšou hodnotou počiatočnej permeability  $\mu_i$  a najmenšou koercivitou spomedzi NiZn feritov s väčším množstvom Ni. Z dôvodu nízkej Curieho teploty  $T_C$  tohto materiálu bol ako substitučný prvok zvolený Eu, keďže niektoré ďalšie štúdie preukázali Eu spolu s Gd a La ako vhodné činidlá pre zvýšenie Curieho teploty, v prípade Eu dokonca lineárne s nárastom substitučného množstva *x*, [34, 35, 36, 37].

## 8.2.2 Experimentálne postupy a výsledky

Magnetizačné charakteristiky spolu so základnými magnetickými parametrami boli merané na magneticky uzatvorených vzorkách prstencového tvaru pomocou pokročilého meracieho systému opísaného v podkapitole **8.1.1**. Curieho teploty boli určené z teplotných závislostí magnetickej susceptibility  $\chi(T)$  meranej pomocou metódy vyrovnávacieho mostíka na experimentálnom zariadení zostavenom z komerčne dostupného meracieho prístroja (susceptometra) s využitím na mieru vyrobeného systému ohrevu/chladenia a získavania údajov, [38].



**Obr. 8.07** Hysterézne slučky Ni<sub>0.3</sub>Zn<sub>0.7</sub>Eu<sub>x</sub>Fe<sub>2-x</sub>O<sub>4</sub> feritu pre rôzne obsahy Eu merané pri  $H_{max} = 1500$  A/m, [33].

Série kvázistatických hysteréznych slučiek zobrazených na **Obr. 8.07** boli namerané pri sínusovom priebehu intenzity budiaceho magnetického poľa H(t) s konštantnou frekvenciou f = 50 Hz a maximálnou hodnotou  $H_{max} = 1500$  A/m. Vrcholové hodnoty všetkých hysteréznych slučiek boli použité pre výpočet relatívnej amplitúdovej permeability  $\mu_a$  danej ako pomer vrcholových hodnôt magnetickej indukcie  $B_{max}$  a aplikovaného magnetického poľa  $H_{max}$ , delených permeabilitou vákua  $\mu_0$ . Závislosti relatívnej amplitúdovej permeability  $\mu_a$  (33].



**Obr. 8.08** Amplitúdová permeabilita  $\mu_a \operatorname{Ni}_{0.3} \operatorname{Zn}_{0.7} \operatorname{Eu}_x \operatorname{Fe}_{2-x} O_4$  feritu pre rôzne obsahy Eu ako funkcia  $H_{max}$ , [33].

Ako sa aj predpokladalo, nesubstituovaný Ni<sub>0.3</sub>Zn<sub>0.7</sub>Eu<sub>x</sub>Fe<sub>2-x</sub>O<sub>4</sub> ferit x = 0,00 vykazuje veľmi nízku koercivitu 8,5 A/m a vysokú relatívnu amplitúdovú permeabilitu s maximálnou hodnotou približne 2380 pri  $H_{max} = 11$  A/m. Je vidieť že, prídavok európia na úkor železa spôsobuje výrazné zmeny magnetických vlastností, takmer nezávislé od obsahu európia. Jedinou výnimkou je prípad pre množstvo substitúcie x = 0,08, pri ktorom sú hysterézne slučky a závislosti mierne odlišné od všeobecnej tendencie. Pri substitučných množstvách x = 0,06 (tmavomodrá čiara) a x = 0,10 (fialová čiara) je možné vidieť, že sú takmer totožné (prekrývajú sa), [33].



**Obr. 8.09** Závislosť koercitívnej intenzity magnetického poľa *H<sub>c</sub>* (plná čiara) a pomer remanentnej a maximálnej magnetickej indukcie *B<sub>r</sub>/B<sub>max</sub>* (prerušovaná čiara) od množstva Eu *x* vo Ni<sub>0.3</sub>Zn<sub>0.7</sub>Eu<sub>x</sub>Fe<sub>2-x</sub>O<sub>4</sub> ferite, [33].

Všeobecným pozorovaním možno konštatovať, že európium spôsobuje zvýšenie maximálnej magnetickej indukcie  $B_{max}$  pri  $H_{max} = 1500$  A/m, čo možno dať do korelácie so saturačnou magnetickou polarizáciou  $I_s$ , pretože takéto pole je dostatočne veľké na nasýtenie vzoriek (vo všetkých prípadoch je  $H_{max} >> H_c$ ). Opačným vplyvom pôsobí európium na amplitúdovú permeabilitu, ktorá výrazne klesá a závislosti sa stávajú plochými. Toto zistenie je zrejmé zo závislostí koercitívnej intenzity magnetického poľa  $H_c$  a pomeru remanentnej a maximálnej magnetickej indukcie  $B_r/B_{max}$  od množstva Eu *x* vo ferite na **Obr. 8.09**, [33].

Je možné všimnúť si že, pridaním určitého množstva Eu koercitívne pole  $H_c$  vzrastie z hodnoty 8,5 A/m až po takmer 60 A/m a svojho maxima dosahuje okolo 83 A/m pri substitučnom množstve x = 0,06. Hodnoty intenzity koercitívneho magnetického poľa majú tendenciu bez ohľadu na substitučné množstvá x rásť zhruba lineárne. Normalizovaná remanentná indukcia je takmer konštantná s výnimkou pri nesubstituovanom ferite (x = 0,00).



**Obr. 8.10** Závislosť Curieho teploty  $T_C$  (plná čiara) a počiatočnej permeability  $\mu_i$  (prerušovaná čiara) od množstva Eu *x* vo Ni<sub>0.3</sub>Zn<sub>0.7</sub>Eu<sub>x</sub>Fe<sub>2-x</sub>O<sub>4</sub> ferite, [33].

Na **Obr. 8.10** sú znázornené závislosti Curieho teploty  $T_C$  a počiatočnej permeability  $\mu_i$  od množstva Eu x vo ferite. Pridanie európia malo vo všetkých prípadoch za následok zvýšenie Curieho teploty  $T_C$  z 36 °C na 57.5 °C (okrem x = 0,08, kde bol pozorovaný mierny pokles) s relatívne veľkým sklonom pre hodnoty substitučného množstva x < 0,04. Počiatočná hodnota  $T_C$  je pre praktické aplikácie pri izbových teplotách príliš nízka, ale nárast teploty o 21,5 °C sa už javí perspektívne. Počiatočná permeabilita  $\mu_i$  bola zistená ako lineárna extrapolácia závislostí na **Obr. 8.08** k nulovému budiacemu magnetickému poľu.

# 9 Zhodnotenie dizertačnej práce

Klasická defektoskopia je v dnešnej dobe už dostatočne preskúmaná a jej metódy náležite opísané, naproti tomu väčšina moderných defektoskopických metód sa stále vyvíja a zdokonaľuje pre dosiahnutie stále lepších výsledkov skúšok.

Práca obsahuje dôležité časti, ktoré boli zamerané na ozrejmenie problematiky v konkrétnej oblasti. Prvá časť opisuje všeobecné základné princípy niektorých vybraných metód nedeštruktívnej defektoskopie, ktoré sú v súčasnosti už bežne používané v rôznych odvetviach priemyslu.

Ďalšia časť práce je zameraná na ozrejmenie poznatkov o niektorých moderných nedeštruktívnych metódach defektoskopie so zameraním skúšok na feromagnetické konštrukčné materiály. Konkrétne sme sa sústredili na metódu magnetického adaptívneho testovania MAT, ktorá je zatiaľ napriek sľubným výsledkom ešte menej rozšírená ako napr. metóda analýzy Barkhausenovho šumu a je potrebné uskutočniť rozsiahly výskum zameraný jednak na verifikáciu základných fyzikálnych princípov, jednak na prenesenie metodiky merania z výskumných laboratórií do širokej technickej a priemyselnej praxe.

V tretej časti je opísaný návrh, simulácia a realizácia jednosmerného zosilňovača na meranie magnetických vlastností materiálov, ktorý je neoddeliteľnou súčasťou pri budení magnetizačných cievok snímačov. Zosilňovač bol navrhnutý ako výkonový OZ so zahrnutými obvodmi pre ochranu vstupnej, výstupnej a napájacej časti ale aj obvodom pre ochranu pred prúdovým preťažením. Pred realizáciou zosilňovača bol celý obvod najskôr odsimulovaný v simulačnom softvéri a následne reálne odskúšaný na kontaktnom poli. Po úspešnom overení funkcie zosilňovača bola navrhnutá doska plošných spojov a k nej podstava na jej upevnenie k chladiču. Po kompletnej realizácii zosilňovača bola jeho funkcia overená základnými meraniami, ktoré boli spätne porovnané so simuláciou. Po tomto kroku nasledovalo úspešné overenie funkčnosti pri meraní elektromagnetických parametrov feromagnetických materiálov.

V nasledujúcej časti sú zhrnuté dve metódy pre merania magnetických vlastností testovaných vzoriek. Prvá metóda zabezpečuje merania pri definovanom priebehu intenzity magnetického poľa H(t). a druhá definovaný priebeh indukcie magnetického poľa B(t). Ďalej sú v tejto časti znázornené konkrétne principiálne blokové schémy využívané pre kvázistatické (prebiehajú pri frekvenciách 5 mHz - 5 Hz) a dynamické (prebiehajú pri frekvenciách 5 Hz až niekoľko kHz) merania feromagnetických vzoriek.

Záverečná časť dizertačnej práce sa zaoberá konkrétnymi meraniami parametrov feromagnetických vlastností materiálov aplikáciou metódy magnetického adaptívneho testovania MAT. Využitím kvázistatickej metódy boli na vybraných magneticky mäkkých materiáloch skúmané základné magnetické vlastnosti akými sú napr. koercitívna intenzita magnetického poľa  $H_c$ , remanentná magnetická indukcia  $B_r$ , relatívna amplitúdová permeabilita  $\mu_a$ , počiatočná permeabilita  $\mu_i$ , plocha hysteréznej slučky  $A_l$  úmerná celkovým stratám magnetizácie a Curieho teplota  $T_c$ . Magnetizačné charakteristiky a základné magnetické parametre boli merané prostredníctvom pokročilého meracieho systému zostaveného z laboratórnych meracích prístrojov, zosilňovača pre meranie magnetických vlastnosti materiálov a počítača, ktorý zabezpečuje zber, spracovanie a vyhodnotenie všetkých údajov Merania prebiehali na magneticky uzatvorených toroidných vzorkách vyrobených z vybraných magnetických materiálov. Ako jeden z vyšetrovaných materiálov pre vyhotovenie vzoriek bol z dôvodu jeho širokého záberu použitia v priemyselnom odvetví zvolený štandardný konštrukčný plech, pri ktorom bol postupne pozorovaný vplyv tepelného pôsobenia na zmeny magnetických vlastností materiálu. Experimentálna aparatúra bola tiež využitá v materiálovom výskume na analýzu magnetických parametrov magneticky mäkkého feritu s chemickým zložením Ni<sub>0.3</sub>Zn<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, u ktorého boli pozorované magnetické vlastnosti vzhľadom na postupnú náhradu železa Fe európiom Eu, zvoleného za substitučný prvok z dôvodu preukázania sa ako vhodného činidla pre zvýšenie Curieho teploty.

# 10 Naplnenie úloh sformulovaných v tézach dizertačnej práce

- K dosiahnutiu všeobecného rozhľadu o danej problematike bolo v práci opísaných niekoľko pokročilých metód nedeštruktívnej defektoskopie a jej využitia v rôznych odvetviach priemyslu, pričom hlavný dôraz bol kladený na vybranú modernú techniku magnetického adaptívneho testovania MAT, schopnú detegovať relevantné informácie o štrukturálnych nehomogenitách materiálu na mikroskopickej úrovni.
- 2. Zdokonalenie existujúcich meracích aparatúr spočívalo hlavne v návrhu a realizácii výkonového jednosmerného zosilňovača na meranie magnetických vlastností materiálov zostaveného z diskrétnych a bežne dostupných súčiastok. Pri návrhu zosilňovača sa vychádzalo z dopredu stanovených požiadaviek, ktoré možno po porovnaní s nameranými hodnotami získanými po realizácii považovať za splnené.
- 3. S využitím zdokonaleného meracieho pracoviska pre metódu MAT boli na pripravených feromagnetických vzorkách z nízkouhlíkovej konštrukčnej ocele experimentálne overované opakované štrukturálne degradácie, umelo vytvorené v laboratórnych podmienkach pri postupnom tepelnom pôsobení v závislosti od teploty a času.

# 11 Očakávané prínosy dizertačnej práce

Za hlavné prínosy dizertačnej práce považujeme:

- analýzu a vyhodnotenie súčasného stavu pokročilých metód nedeštruktívnej defektoskopie,
- návrh výkonového operačného zosilňovača so zanedbateľnou jednosmernou výstupnou zložkou, ktorá bola dosiahnutá bez použitia akéhokoľvek spätnoväzbového obvodu, ale iba precíznym návrhom jednotlivých obvodových častí samotného zosilňovača. Meracia aparatúra využívajúca takto navrhnutý zosilňovač umožňuje realizovať merania pre širokú škálu budiacich signálov, ktoré jednosmernú zložku obsahujú zámerne,
- experimentálne overenie úpravy pôvodne stanoveného postupu pre metódu magnetického adaptívneho testovania MAT, ktorá spočíva v modifikácií budiaceho trojuholníkového signálu, ktorého amplitúda je s pevnou hodnotou kroku pri každej perióde postupne zmenšovaná na rozdiel od pôvodného zväčšovania. S takto upraveným postupom odpadá potreba zdĺhavého odmagnetizovania vzoriek pred každým meraním čím sa zreteľne skracuje čas potrebný na meranie,
- zistenie, ktorým možno na základe experimentov uvedených v tejto práci skonštatovať, že využitie pokročilej techniky nedeštruktívnej defektoskopie MAT, pri skúmaní vplyvu tepelného namáhania na mikroskopické štrukturálne zmeny prejavujúce sa na zmenách magnetických parametrov prináša pozoruhodné výhody, najmä extrémnu citlivosť diferenciálnej permeability na žíhanie v porovnaní s klasickými magnetickými parametrami,
- experimentálne vyšetrovanie, ktorým boli po naplnení téz dizertačnej práce overované možnosti aparatúry využívajúcej ako jeden z kľúčových prvkov vyvinutý prototyp výkonového operačného zosilňovača aj v inej oblasti ako pri nedeštruktívnom testovaní, konkrétne pre oblasť materiálového výskumu, pri ktorom bol skúmaný vplyv zmeny chemického zloženia magneticky mäkkého materiálu na výsledné magnetické vlastnosti. Podľa dosiahnutých výstupov z výskumu je možné dať do povedomia využiteľnosť tejto techniky aj v tomto smere.

# 12 Zoznam použitej literatúry

- [1] VÍTÁMVÁS, Z. Moderní diagnostické metody používané v defektoskopii.
   Brno: FSI VUTBR, 2009. 42s. Bakalárska práca. Dostupné na internete: <a href="https://www.vutbr.cz/www\_base/zav\_prace\_soubor\_verejne.php?fle\_id=15173">https://www.vutbr.cz/www\_base/zav\_prace\_soubor\_verejne.php?fle\_id=15173</a>
- [2] GLITTOVÁ, D. Analýza pórovitosti materiálov pomocou metrotomografie. Košice: SF TUKE, 2014. 68s. Diplomová práca. Dostupné na internete: <a href="http://diplomovka.sme.sk/zdroj/3814.pdf">http://diplomovka.sme.sk/zdroj/3814.pdf</a>>
- [3] PTÁČEK, L. *Náuka o materiálu I..* Brno: CERM, s.r.o., **2001**. 505 s. **ISBN 80-**7204-193-2
- [4] MARTINKOVIČ, M., ŽÚBOR, P. *Mechanické Skúšky a defektoskopia materiálov*. Bratislava: STU, **2005**.
- [5] LIČKOVÁ, M., BARÉNYI, I. *Náuka o materiáloch I..* Trenčín, 2009.
- [6] LEITNER, B. Nedeštruktívne skúšanie materiálov Kontrola Ultrazvukom. In Techniky a technológie, 2006, č.1. Dostupné na internete: <a href="http://www.szn.sk/slovgas/Casopis/2006/1/2006\_1\_07.pdf">http://www.szn.sk/slovgas/Casopis/2006/1/2006\_1\_07.pdf</a>>
- [7] PANCA, L. Kriminalistické zkoumání vad kovových materiálů. Zlín: FAI UTB, 2008. 58s. Bakalárska práca. Dostupné na internete: <http://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/5083/panca\_2008\_bp.pdf?sequ ence=1>
- ULLMAN, J. Nedestruktivní zkoušení veličin Všeobecné znalosti. 1.vyd.
   Ostrava: PTS Josef Solnař, 1995. 43s.
- [9] Forman, M. Využití ultrazvukové defektoskopie v materiálovém inženýrství. Pardubice: DFJP UPCE, 2012. 77s. Bakalárska práca.
   Dostupné na internete: <a href="http://dspace.upce.cz/bitstream/handle/10195/46541/FormanM\_VyuzitiUltraz">http://dspace.upce.cz/bitstream/handle/10195/46541/FormanM\_VyuzitiUltraz</a> vukove\_PS\_2012.pdf?sequence=2>
   [10] KOPEC B. Nedestruktivní zkoušení materiálů a konstrukcí. Brno: CERM
- [10] KOPEC, B. Nedestruktivní zkoušení materiálů a konstrukcí. Brno: CERM, 2008. 571s. ISBN 978-80-7204-591
- [11] KREDL, M., ŠMÍD, R. Technická diagnostika. 1.vyd. Praha 10: BEN technická literatura, 2006. 408s. ISBN 80-7300-158-6
- [12] SLOBODNÍK, K. Nedestruktivní defektoskopie elektricky vodivých materiálu s vyžitím vířivých proud. Plzeň: FE ZCU, 2013. 47s. Diplomová práca. Dostupné na internete: <http://otik.uk.zcu.cz/bitstream/handle/11025/10058/DP\_Karel\_Slobodnik.pdf? sequence=1>
- [13] MAYER, D. *Teorie elektromagnetického pole.* Plzeň: Západočeská univerzita, **2004.**

- [14] VRKOSLAVOVÁ, L. Metoda analýzy Barkhausenova šumu [online].
  [2013]. Dostupné na internete:
  <www.opi.zcu.cz/download/8\_Vrkoslavova.pptx>
- [15] **KŘÍSTEK, J. Zbytková napětí po broušení strojních součástí.** Liberec: FS TUL, **2009**. 38s. Bakalářská práce.
- [16] Neznámy autor, Defektoskopia skúšky bez porušenia materiálu [online]. Dostupné na internete: <http://www.stuba.sk/expertizy/?action=show\_project&id=81>
- [17] TUČEK, J. Úvod do magnetismu, magnetické vlastnosti materiálů a magnetické jevy v nanosvětě [online]. [2010]. Dostupné na internete: <http://nanosystemy.upol.cz/upload/10/tucek-uvod.pdf>
- [18] BOBEK, P. Optimalizácia zapojenia univerzálneho výkonového zosilňovača na meranie magnetických vlastností materiálov. Bratislava: FEI STU, 2011. 52s. Diplomová práca.
- [19] Neznámy autor, 13 Magnetické materiály [online]. Dostupné na internete: < http://web.tuke.sk/fei-kte/slovak/subjects/ZIM/Kapitola%2013%20-%20Magneticke%20materialy.pdf>
- [20] Tomáš, I. et al. Application of magnetic adaptive testing to cast iron. ISSN-1335-1532, vol. 13, no. 1/2007, pp. 129-132. Dostupné na internete: <http://www.isvav.cz/index.html?rowId=RIV%252F68378271%253A\_\_\_\_%2 52F07%253A00322042!RIV12-AV0-68378271>
- [21] Ušák, E. Influence of Thermal Treatment on Magnetic Properties of Steel Sheet Material Utilised in Cable Routing System. In *Electrical materials* and equipment, 2013, vol. 11, no. 2. Dostupné na internete: <a href="http://advances.utc.sk/index.php/AEEE/article/view/758">http://advances.utc.sk/index.php/AEEE/article/view/758</a>>
- [22] Ping, W. et al. Stress Measurement Using Magnetic Barkhausen Noise and Metal Magnetic Memory Testing [online]. [2008]. Dostupné na internete: <a href="http://www.ndt.net/article/wcndt2008/papers/494.pdf">http://www.ndt.net/article/wcndt2008/papers/494.pdf</a>>
- [23] Tomáš, I., Gábor, V. Magnetic Adaptive Testing [online]. [2012]. Dostupné na internete: <a href="http://cdn.intechopen.com/pdfs/30285.pdf">http://cdn.intechopen.com/pdfs/30285.pdf</a>>
- Ušák, E. Comparison of selected methods for non-destructive evaluation of structural degradation of constructional ferromagnetic. In *Journal of ELECTRICAL ENGINEERING,* ISSN 1335-3632, 2015, vol. 66, no. 7/s, pp. 168-173. Dostupné na internete: <a href="http://iris.elf.stuba.sk/JEEEC/data/pdf/7s\_115-43.pdf">http://iris.elf.stuba.sk/JEEEC/data/pdf/7s\_115-43.pdf</a>
- [25] ŠTUBEKOVÁ, A. Nedeštruktívne vyšetrovanie materiálov metódou frekvenčného rozmietania. Žilina: KTEBI UNIZA, 2016. 82s. Dizertačná práca.
- [26] Neznámy autor. Frequency Sweep [online]. [2013]. Dostupné na internete: <https://zone.ni.com/reference/en-XX/help/372416L-01/svtconcepts/lvac\_frequency\_sweep/>

- [27] Neznámy autor. Magnetické látky [online]. Dostupné na internete: < https://fyzika.uniza.sk/praktika/Ucebnica/HTML/4\_Merania/4\_6/Vlastnosti\_fero magnetika.pdf>
- [28] Neznámy autor. 10.4.2 Magnetické látky a intenzita magnetického poľa [online]. Dostupné na internete: < http://kflin.elf.stuba.sk/~ballo/STU\_online/Fyzika%20II/10%20kapitola/magStat4-2.htm>
- [29] Neznámy autor. 4.6. Intenzita v magnetickom poli [online]. Dostupné na internete: < http://www.kf.elf.stuba.sk/~bokes/DI\_web/DI-II/DI-II-4-6.pdf>
- [30] Vašut, D., Ušák, E., Ušáková, M. Magnetic properties of thermally treated ring-shaped steel samples. In *ELITECH'17* [elektronický zdroj]: 19th Conference of doctoral students. Bratislava, Slovakia. May 24, 2017. 1. ed. Bratislava: Spektrum STU, 2017, CD-ROM, [6] p. ISBN 978-80-227-4686-1.
- [31] Tomáš, I. Non-destructive Magnetic Adaptive Testing of Ferromagnetic Materials. In *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1/2004, vol. 268, no. 7/s, pp. 178-185.
- [32] Ušák, E., Bydžovský, J., Višňovec. T. Adaptive testing of materials using Preisach model parameters variations – introductory tests. In *Advances in Electrical and Electronic Engineering*, 2004, vol. 3, no. 2, pp. 135-138.
- [33] Ušák, E., Ušáková, M., Šoka, M., Vašut, D. Magnetic properties of Ni<sub>0.3</sub>Zn<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ferrites with Fe ions partly substituted by Eu. In CSMAG'16: Book of abstracts: 16th Czech and Slovak conference on magnetism. Košice, Slovakia. June 13-17, 2016. Bratislava: Slovak Physical Society, 2016, S. 111. ISBN 978-80-971450-9-5.
- [34] Šoka, M., Ušáková, M., Ušák, E., Dosoudil, R., Lokaj. J. Magnetic Properties Analysis of Rare-Earth Substituted Nickel Zinc Ferrites. In IEEE Transactions on Magnetics, 4/2014, vol. 50, no. 4, pp. 1-4.
- [35] Rekošová, J., Dosoudil, R., Ušáková, M., Ušák, E., Hudec. I. Magnetopolymer Composites With Soft Magnetic Ferrite Filler. In IEEE Transactions on Magnetics, 1/2013, vol. 49, no. 1, pp. 38-41.
- [36] Ušák, E., Ušáková, M. Influence of Ni/Zn Ratio Variation on Structural and Magnetic Properties of NiZn Ferrites. In *Journal of Electrical Engineering*, 2012, vol. 63, no. 7s, pp. 141-143.
- [37] Jančárik, V., Šoka, M., Ušák, E., Ušáková, M. Magnetic Properties of Eu-Substituted NiZn Ferrites. In *Journal of Electrical Engineering*, 2012, vol. 63, no. 7s, pp. 130-132.
- [38] Jančárik, V., Ušák, E. Measurement of Temperature Dependence of Magnetic Susceptibility. In *Journal of Electrical Engineering*, 1999, vol. 50, no. 8s, pp. 63-65.

# 13 Publikácie autora

#### ADC Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch

 ADC01 UŠÁK, Elemír - UŠÁKOVÁ, Mariana - ŠOKA, Martin - VAŠUT, Daniel. Magnetic properties of Ni<sub>0.3</sub>Zn<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ferrites with iron ions partly substituted by europium. In *Acta Physica Polonica A*. Vol. 131, No. 4 (2017), s. 717-719. ISSN 0587-4246 (2017: 0.857 - IF, Q3 - JCR Best Q, 0.335 -SJR, Q3 - SJR Best Q). V databáze: CC: 000400907900036; SCOPUS: 2s2.0-85019611606.

## AFD Publikované príspevky na domácich vedeckých konferenciách

AFD01 VAŠUT, Daniel - UŠÁK, Elemír - UŠÁKOVÁ, Mariana. Magnetic properties of thermally treated ring-shaped steel samples. In *ELITECH*'17 [elektronický zdroj]: 19th Conference of doctoral students. Bratislava, Slovakia. May 24, 2017. 1. ed. Bratislava: Spektrum STU, 2017, CD-ROM, [6] p. ISBN 978-80-227-4686-1.

#### AFH Abstrakty príspevkov z domácich konferencií

 AFH01 UŠÁK, Elemír - UŠÁKOVÁ, Mariana - ŠOKA, Martin - VAŠUT, Daniel. Magnetic properties of Ni<sub>0.3</sub>Zn<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ferrites with Fe ions partly substituted by Eu. In CSMAG'16: Book of abstracts: 16th Czech and Slovak conference on magnetism. Košice, Slovakia. June 13-17, 2016. Bratislava: Slovak Physical Society, 2016, S. 111. ISBN 978-80-971450-9-5.

# 14 Vedecko-výskumné projekty

- VEGA, ev. číslo projektu: 1/0571/15, názov projektu: Vývoj nových metód merania magnetických vlastností feromagnetických materiálov so zameraním na nedeštruktívne testovanie konštrukčných materiálov a diagnostiku elektrotechnických ocelí, doba riešenia: 01.01.2015 - 31.12.2017, zodpovedný riešiteľ: prof. Ing. Vladimír Jančárik, PhD.
- APVV, ev. číslo projektu: APVV-15-0257, názov projektu: Pokročilé materiály a štruktúry pre perspektívne aplikácie v elektrotechnike, elektronike a iných oblastiach na báze feritov s rozmermi častíc v oblasti mikrometrov a nanometrov, doba riešenia: 01.07.2016 - 31.12.2020, zodpovedný riešiteľ: doc. Ing. Elemír Ušák, PhD.
- APVV, ev. číslo projektu: APVV-16-0059, názov projektu: Výskum nových magnetodielektrických keramických a kompozitných materiálových štruktúr, doba riešenia: 01.07.2017 - 30.12.2021, zodpovedný riešiteľ: doc. Ing. Rastislav Dosoudil, PhD.