

České vysoké učení technické v Praze



Fakulta strojní

Ústav procesní a zpracovatelské techniky

Disertační práce

**Dispergace kapalina - kapalina
v mechanicky míchaných reaktorech**

Doktorský studijní program: Strojní inženýrství

Studijní obor: Konstrukční a procesní technika

Autor: Ing. Roman Formánek

Školitel: doc. Ing. Radek Šulc, Ph.D.

Praha

Únor 2024

Poděkování

Úvodem bych rád poděkoval svému školiteli doc. Ing. Radku Šulcovi, Ph.D. za vedení, pomoc, cenné rady, vstřícnost a trpělivost během celého mého studia, a také za detailní korekturu a věcné připomínky při psaní této práce.

Jsem velmi vděčný za pomoc a cenné rady s experimentálním měřením kolegům z Ústavu pro hydrodynamiku Akademie věd České republiky, zejména Ing. Bohuši Kyselovi, Ph.D., jehož spolupráce měla zásadní vliv na mé znalosti, postupy a výzkum. Dále bych chtěl poděkovat kolegům z Ústavu chemických procesů Akademie věd České republiky, kteří mi umožnili měření fyzikálních vlastností modelového systému, zejména Ing. Márii Zedníkové Ph.D., díky jejíž trpělivosti a zkušenostem jsem významně vylepšil své laboratorní dovednosti.

Dále bych chtěl poděkovat Ing. Martinu Dostálovi, Ph.D. za pomoc při provádění dílčích experimentálních měření. Jsem zavázán prof. Ing. Pavlu Ditlovi, DrSc. za jeho vřelý přístup a rady, které mi pomohly jak v profesním, tak i v osobním životě.

Děkuji také všem svým kolegům a přátelům z Ústavu procesního inženýrství, kteří mi během mého studia poskytovali podporu a pomoc.

Poděkování také patří mým kolegům a přátelům z Lučebních závodů Draslovka a.s. Kolín, kteří mi vyjádřili podporu, a během psaní této práce mi poskytli potřebný prostor.

A co je nejdůležitější, děkuji své rodině a svým nejbližším za podporu a důvěru ve mě.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou disertační práci vypracoval samostatně pod vedením doc. Ing. Radka Šulce, Ph.D. a že jsem uvedl v příloženém seznamu veškeré použité informační zdroje v souladu s metodickým pokynem o dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací, vydaným ČVUT v Praze 29. 1. 2024.

Nemám závažný důvod proti užití tohoto díla ve smyslu § 60 Zákona č.121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

V Praze dne

.....

podpis

Anotační list

Příjmení autora:	Formánek
Jméno autora:	Roman
Práce:	Doktorská práce
Název práce:	Dispergace kapalina - kapalina v mechanicky míchaných reaktorech
Rozsah	
	Počet stran: 144
	Počet obrázků: 95
	Počet tabulek: 29
	Počet příloh: 3
Akademický rok:	2023/2024
Jazyk:	Český
Instituce:	Ústav procesní a zpracovatelské techniky, Fakulta strojní ČVUT v Praze
Studijní program:	Strojní inženýrství
Studijní obor:	Konstrukční a procesní technika
Školitel:	doc. Ing. Radek Šulc, Ph.D.
Školitel specialista:	
Anotace:	<p>Disertační práce je zaměřena na dispergaci nemísitelných kapalin v mechanicky míchaných reaktorech. Teoretická část práce je zaměřena na mechanismus rozpadu kapek vlivem turbulentního proudění, rovnováhu sil vedoucí k rozpadu kapek, a teorie vedoucí k rovnicím velikosti kapek dispergovaného systému. Dále jsou zde také diskutovány vlivy vlastností dispergovaného systému na výsledky experimentálních měření uvedených v literatuře. Experimentální část se věnuje kinetice dispergace a časovému vývoji distribuce velikostí kapek v různých částech mechanicky míchaného reaktoru. Experimenty byly prováděny ve válcové nádobě s narážkami v modelovém systému nemísitelných kapalin destilovaná voda – silikonový olej. Pro výzkum dispergace byly použity dva typy míchadel: Rushtonova turbína a zubové míchadlo. Velikost kapek byla vyhodnocována pomocí obrazové analýzy ze snímků dispergovaného systému, které byly pořizovány vysokorychlostní kamerou přímo v kontrolním objemu. Dále byla provedena analýza vlivů na přesnost zvoleného způsobu neinvazivního experimentálního měření a způsobu vyhodnocení. Časový průběh Sauterova středního průměru kapek byl porovnán s odvozenými modely z literatury, a pro vybraný model byly odvozeny rovnice pro predikci parametrů modelu pro modelový systém nemísitelných kapalin. Významným poznatkem bylo, že rozložení dispergovaná fáze v míchané nádobě není homogenní pro oba typy míchadel a liší se dle zvolené oblasti měření. Dále bylo zjištěno, že k získání relevantních výsledků je potřeba dosáhnout minimálního počtu vyhodnocených kapek a významný vliv na počet vyhodnocených kapek měly parametry systému pro pořizování snímků, a nastavení obrazové analýzy. Dále byl zkoumán vliv vnitřní intermitence na dispergaci.</p>
Klíčová slova:	dispergace, systém kapalina-kapalina, kinetika dispergace, Sauterův střední průměr, obrazová analýza, distribuce velikosti kapek, homogenita dispergovaného systému, intermitence turbulence, Rushtonova turbína, zubové míchadlo

Annotation:

The doctoral thesis focuses on the dispersion of immiscible liquids in mechanically agitated reactors. In the theoretical part, the mechanism of drop break-up due to turbulent flow, forces equilibrium leading to drop break-up, and theory leading to the drop size equations of a dispersed system are described. Furthermore, the effects of the properties of the dispersed system on the results of experimental measurements reported in the literature are also outlined here. The experimental part is focused on the kinetics of dispersion and the time evolution of the drop size distribution in different parts of the mechanically agitated reactor. The experiments were carried out in a cylindrical vessel with baffles, and model system of immiscible liquids distilled water - silicone oil was used. Two types of impellers were used for dispersion investigation: a Rushton turbine and a Sawtooth impeller. Drop size was evaluated from captured images of the dispersed system, which were taken by a high-speed camera directly in the control volume. Furthermore, an analysis of the effects on the accuracy of the chosen method of non-invasive experimental measurement and evaluation method was carried out. The time course of the Sauter mean drop diameter was compared with derived models from the literature, and for the selected model, equations were derived to predict model parameters for a model system of immiscible liquids. An important finding was that the distribution of the dispersed phase in agitated vessel is not homogeneous for both types of impellers and differs according to the chosen measurement area. It was found that to obtain relevant results, it is necessary to achieve a minimum number of evaluated drops, and the parameters of the image acquisition system and image analysis settings had a significant influence on the number of evaluated drops. The effect of internal intermittence on dispersion was investigated also.

Keywords:

dispersion, liquid – liquid system, dispersion kinetics, Sauter mean diameter, image analysis, drop size distribution, dispersion system homogeneity, turbulence intermittency, Rushton turbine, sawtooth impeller

Obsah

Seznam symbolů a zkratk	12
Úvod do problematiky vsádkové dispergace nemísitelných kapalin	15
I - Současný stav řešené problematiky	17
1 Dispergace v mechanicky míchaných nádobách	19
1.1 Nemísitelný systém kapalina - kapalina	19
1.2 Koncentrace dispergované fáze	20
1.2.1 Zředěné systémy $\varphi_d < 0,05$	20
1.2.2 Středně koncentrované systémy $\varphi_d < 0,2$	20
1.2.3 Koncentrovanější systémy $\varphi_d > 0,2$	20
1.2.4 Přítomnost třetí fáze	20
1.2.5 Povrchově aktivní látky	20
2 Teorie rozpadu kapek v mechanicky míchaných nádobách.....	20
2.1 Síly způsobující rozpad kapek při turbulentním proudění.....	21
3 Teorie turbulentního proudění v mechanicky míchaných nádobách.....	22
3.1 Taylorův koncept izotropní turbulence.....	23
3.2 Kolmogorova teorie vyvinuté turbulence – K41	23
3.2.1 Hypotéza lokální izotropie	23
3.2.2 Kolmogorova první podobnostní hypotéza	24
3.2.3 Kolmogorova druhá podobnostní hypotéza.....	25
4 Modely mechanismu rozpadu kapek v míchaných nádobách	26
4.1 Hinze – Kolmogorova teorie	27
4.2 Dispergovaná fáze s nízkou viskozitou	28
4.3 Dispergovaná fáze s vysokou viskozitou.....	29
4.4 Objemový podíl φ_d dispergované fáze.....	30
4.5 Vliv intermitence turbulence	30
4.6 Vliv hydrodynamických podmínek v oblasti míchadla	31
4.7 Přehled korelací d_{32} v míchaných nádobách pro ustálený stav.....	32
5 Časový vývoj Sauterova středního průměru d_{32}.....	39
5.1 Doba dispergace potřebná k dosažení rovnováhy	39
6 Rozdělení velikosti kapek	40
6.1 Distribuce velikosti kapek v různých místech nádoby	41
7 Metody měření velikosti kapek	43
7.1 Neinvazivní pořizování snímků.....	43
8 Shrnutí a zhodnocení kritické rešerše	45
9 Cíle disertační práce.....	47

9.1	Kinetika dispergace nemísitelných kapalin.....	47
9.2	Experimentální procedura	48
II	Experimentální měření dispergace nemísitelných kapalin v mechanicky míchané nádobě.....	49
10	Experimentální procedura – metodika a zařízení pro snímání disperze.....	51
10.1	Použité kombinace kamer a objektivů	51
10.2	Zdroj světla a jeho efekt na vyhodnocení a zpracování dat	52
10.3	Vliv objektivu na vyhodnocení kapek pro použité typy míchadel.....	56
10.3.1	Rushtonova turbína CVS 69 1021 (RT).....	57
10.3.2	Zubové míchadlo CVS 69 1038.1 (ST)	61
10.3.3	Vhodnost objektivů pro testované typy míchadel.....	65
11	Experimentální procedura - metodika zpracování snímků pomocí obrazové analýzy	66
11.1	Stanovení rozlišení obrazu	66
11.2	Kalibrace parametrů obrazové analýzy	68
11.3	Obrazová analýza.....	70
11.3.1	Analýza prostřednictvím programu ImageJ	71
12	Analýza chyb a nepřesností měření.....	74
12.1	Minimální počet kapek.....	74
12.2	Vliv určování rozlišení obrazu.....	76
12.3	Vliv kvality detekce hran	77
12.4	Vliv hloubky ostrosti.....	78
12.5	Vliv teploty	79
12.6	Vliv intenzity proudění kontrolním objemem.....	79
13	Experimentální zařízení a modelový systém nemísitelných kapalin	80
13.1	Typické uspořádání experimentálního měření	81
13.2	Modelový systém kapalina-kapalina.....	83
14	Kinetika dispergace nemísitelných kapalin – Rushtonova turbína.....	86
14.1	Experimentální procedura	86
14.2	Celkový počet zpracovaných kapek.....	87
14.3	Časový vývoj Sauterova středního průměru d_{32}	88
14.3.1	Model Chang [96]	89
14.3.2	Model Hong a Lee [97].....	90
14.4	Doba dispergace potřebná k dosažení rovnováhy	91
14.5	Vliv intenzity míchání.....	92
14.6	Časový vývoj distribuce velikosti kapek (DSD).....	94
14.7	Vliv intermitence turbulence.....	95
14.8	Vztah d_{32} a d_{max}	96
15	Kinetika dispergace nemísitelných kapalin – Zubové míchadlo	98
15.1	Experimentální procedura	98

15.2	Celkový počet zpracovaných kapek	99
15.3	Časový vývoj Sauterova středního průměru d_{32}	100
15.3.1	Model Hong a Lee (1983)	101
15.4	Doba dispergace potřebná k dosažení rovnováhy	102
15.5	Vliv intenzity míchání	103
15.6	Časový vývoj distribuce velikosti kapek (DSD)	104
15.7	Vliv intermitence turbulence	106
15.8	Vztah d_{32} a d_{max}	107
III - Rekapitulace výsledků a dosažených cílů		109
16 Shrnutí a přínos práce		111
16.1	Kinetika dispergace nemísitelných kapalin	111
16.2	Experimentální procedura	114
17 Reference.....		118
18 Publikace autora.....		129
18.1	Publikace citované v této práci	129
18.2	Ostatní publikace	130
18.3	Technické výstupy	130
19 Seznam obrázků		131
20 Seznam tabulek.....		136
IV - Přílohy.....		138
Příloha A - Hustota.....		140
Příloha B – Dynamická viskozita		142
Příloha C – Povrchové a mezifázové napětí		144

Seznam symbolů a zkratek

Latinská písmena

a	vzdálenost regionu A ode dna nádoby	[m]
b	konstanta	[-]
b	šířka narážek	[m]
B_H	konstanta hypotézy	[-]
B_R	konstanta hypotézy	[-]
c	vzdálenost mezi regiony	[m]
C_{1-17}	konstanta úměrnosti	[-]
C_K	Kolmogorova konstanta	[-]
c_v	variační koeficient	[-]
d	průměr kapky	[m]
D	průměr míchadla	[m]
\bar{d}	střední velikost kapky	[m]
d_{32}	Sauterův střední průměr kapky	[m]
d_{32eq}	rovnovážný Sauterův střední průměr kapky	[m]
D_I	průměr disku míchadla	[m]
d_{max}	maximální stabilní průměr kapky	[m]
d_p	průměr kalibračních kuliček	[m]
E	energetické spektrum	[m ³ s ⁻²]
e	vzdálenost regionu od osy nádoby	[m]
Fr	Froudeho číslo ($Fr = \rho_c N^2 D^2 / \Delta \rho Hg$)	[-]
f_v	objemová četnost kapek	[-]
F_v	kumulativní objemová četnost kapek	[-]
G	gravitační zrychlení	[m s ⁻²]
H	výška hladiny v nádobě	[m]
h	hloubka ostroži	[m]
I	délka lopatek míchadla	[m]
k	kinetická energie turbulence	[m ² s ⁻²]
K	maximální smyková konstanta	[-]
K	vzdálenost míchadla ode dna nádoby	[m]
K_S	Otto-Metzler konstanta	[-]
l	délkové měřítko	[m]
L	integrální délkové měřítko	[m]
L_T	turbulentní délkové makro měřítko	[m]
m_i	moment distribuční funkce	[-]
N	otáčky míchadla	[s ⁻¹]
n	počet kapek	[-]
n_I	počet lopatek míchadla	[-]
P	příkon	[W]
p	vzdálenost regionu od vnitřní stěny nádoby	[m]
p_j	funkce relativní četnosti j-tého třídícího intervalu	[-]
Po	příkonové číslo míchadla	[-]
Re	Reynoldsovo číslo míchadla ($Re = \rho_c N D^2 / \mu_c$)	[-]
Re_L	Reynoldsovo číslo turbulence	[-]
s_β	směrodatná odchylka exponentu	[-]
t	čas	[s]
T	průměr nádoby	[m]

t^*	bezrozměrný čas	[-]
u	rychlost	[m s ⁻¹]
V	objem tekutiny v nádobě	[m ³]
Vi	viskózní číslo	[-]
v_K	Kolmogorovo rychlostní měřítko	[m]
W	výška lopatek míchadla	[m]
We	Weberovo číslo ($We = \rho_c N^2 D^3 / \sigma$)	[-]
x	souřadnice	[m]

Řecká písmena

α	parametr modelu	[-]
α_{FT}	multifraktální exponent	[-]
β	parametr modelu	[-]
δ	konstanta	[-]
ε	rychlost disipace turbulentní energie	[W kg ⁻¹]
η_K	Kolmogorovo délkové měřítko	[m]
ϑ	konstanta	[-]
κ	vlnové číslo	[m ⁻¹]
λ	Taylorovo mikro měřítko	[m]
μ	dynamická viskozita	[Pa s]
μ_g	střední hodnota velikosti částic	[m]
ν	kinematická viskozita	[m ² s ⁻¹]
ρ	hustota	[kg m ⁻³]
σ	povrchové napětí	[N m ⁻¹]
σ_g	Gaussova standardní odchylka	[-]
σ_{in}	mezifázové napětí	[N m ⁻¹]
$\sigma_{In d}$	standardní odchylka	[-]
τ_c	turbulentní napětí	[N m ⁻²]
τ_d	vnitřní vazké napětí	[N m ⁻²]
τ_s	napětí způsobené mezifázovým napětím	[N m ⁻²]
τ_K	Kolmogorovo časové měřítko	[s]
φ	Kolmogorova spektrální funkce	[-]
φ_d	objemová frakce dispergované fáze	[-]
θ_j	funkce četnostní hustoty j-tého třídícího intervalu	[-]
ψ	kompensovaná Kolmogorova spektrální funkce	[-]
ω	vířivost	[s ⁻¹]

Dolní index

avg	průměrná hodnota
c	kontinuální fáze
cal	vyhodnocený
d	dispergovaná fáze
eq	rovnovážný stav

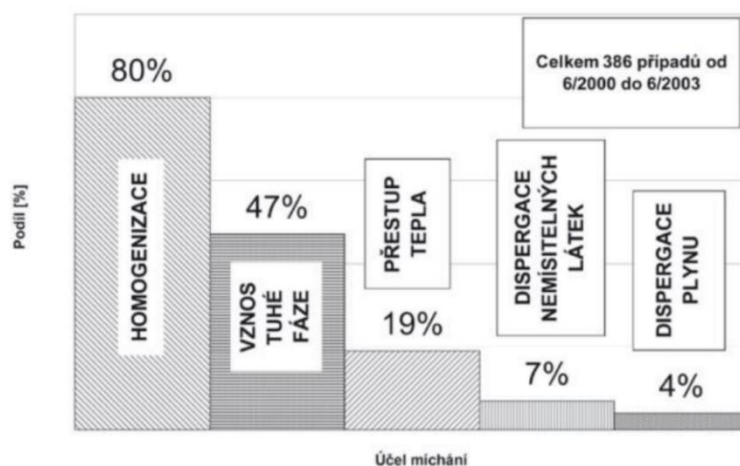
extr	extrapolovaná hodnota
g	Gaussova
i	pořadí
j	třídící interval
max	maximální hodnota
min	minimální hodnota
pred	predikovaný
95; 97; 99; 99,3; 99,5; 99,7; 99,9; 100	hodnota relativní kumulativní četnosti

Zkratky

DSD	drop size distribution (rozdělení velikosti kapek)
FBRM	focus beam refractive measurement
H-K	Hinze – Kolmogorova teorie
IA	image analysis
K41	Kolmogorova teorie vyvinuté turbulence [1]
OA	obrazová analýza
PDPA	phase doppler particle analyzer
PBE	population balance equation
RT	Rushtonova turbína
ST	zubové míchadlo

Úvod do problematiky vsádkové dispergace nemísitelných kapalin

S procesy, ve kterých míchání hraje důležitou roli z hlediska intenzifikace přenosu hmoty, zvýšení mezifázové plochy a homogenizace, se lze velmi často setkat napříč všemi průmyslovými odvětvími. Podíl jednotlivých procesů v realizovaných průmyslových míchaných aparátech uvádí např. Seichter a Pešl [2] – viz Obrázek 0.1. Jedním z těchto procesů je míchání systémů plyn-kapalina nebo nemísitelných systémů kapalina - kapalina, jejichž výzkum je jednou z hlavních výzev v různých oblastech, jako je kosmetický, farmaceutický, chemický a potravinářský průmysl [2, 3]. Mezi nimi představují emulze voda/olej důležitou podskupinu, kde je dispergovaná fáze organická (olej), a kontinuální fáze je vodná [4]. Schopnost ovlivňovat a řídit distribuci velikosti kapek (DSD) je v těchto systémech důležitá, protože může přenos hmoty, potenciální reakce během tvorby, a také kvalitu mnoha emulzních produktů, a to při nižší spotřebě energie [5, 6]. Míchání tedy výrazně ovlivňuje kvalita produktu, výtěžnost a ekonomika procesů.



Obrázek 0.1 Rozložení procesů v průmyslově míchaných aparátech. Převzato z [2].

Velikost kapek dispergovaných v nemísitelném systému kapalina-kapalina v mechanicky míchané nádobě závisí na mnoha faktorech, jako je konfigurace nádoby, typ míchadla, fyzikální vlastnosti obou fází nebo objemová frakce dispergované fáze. Vliv různých faktorů na dispergovaný systém byl zkoumán mnoha autory. Například Chen a Middleman [7] zkoumali dispergaci v nádobách pro široký rozsah fyzikálních vlastností různých systému kapalina-kapalina. Calabrese a kol. [8] zkoumali vliv viskozity dispergované fáze na velikost kapek při dispergaci v míchaných nádobách. Zhou a Kresta [9] a Pacek a kol. [10] zkoumali efekt různých typů míchadel. Giapos a kol. [11] zkoumali vliv počtu lopatek míchadla na velikost kapek při dispergaci v míchaných nádobách. Tang a Wrobel [12] zkoumali vliv smykových sil a turbulence při míchání nemísitelných kapalin.

K zaznamenávání časového vývoje velikosti kapek a distribuce velikosti kapek (DSD) dispergovaných systému nemísitelných kapalin v míchaných nádobách byla, a stále je, používána široká škála experimentálních technik. Techniky měření lze rozdělit do dvou hlavních skupin [13]. Do první skupiny je řazena metoda měření ex-situ, založená na odebrání vzorku emulze z dispergovaného systému [14]. Tato metoda je nejčastěji využívána pro systémy s vyšší koncentrací dispergované fáze, kde nedochází jen k rozpadu kapek, ale také ke koalescenci kapek [15]. Nevýhodou této metody je její časová náročnost pro získání potřebného počtu naměřených kapek pro vyhodnocení.

Do druhé skupiny se řadí metoda in-situ, kterou lze dále rozdělit na invazivní měření a neinvazivní měření. Invazivní metoda měření využívala optickou sondu, umístěnou přímo v dispergovaném systému, umístěnou přímo v dispergovaném systému, která však ovlivňuje rychlostní pole, což je nevýhoda této metody.

Neinvazivní metoda měření obvykle využívá vysokorychlostní záznam snímků ve zkoumané oblasti, z nichž jsou posléze různými metodami určovány velikosti zachycených kapek [16, 17], nebo metodu interferometrické zobrazování částic a jejich stínování [18]. Dále lze do in-situ neinvazivních metod zařadit tomografické techniky založené na elektrické impedanci [19], nebo elektrickém odporu [20], které se používají k měření radiálních a axiálních profilů objemové frakce.

K modelování kinetiky DSD systémů kapalina – kapaliny lze přistupovat několika způsoby. Nejčastěji využívaným přístupem je použití populačního bilancování (Population balance equations - PBE). Potřebné parametry se nejčastěji stanovují z fyzikálních parametrů zkoumaného systému [21] nebo se odhadují z experimentálně naměřených dat. Kvalita predikce silně závisí na kvalitě kernelů pro jednotlivé členy populační bilance [22–24]. Bohužel chybí experimentální data pro ověření simulovaných predikcí časového vývoje DSD v těchto systémech.

ČÁST I

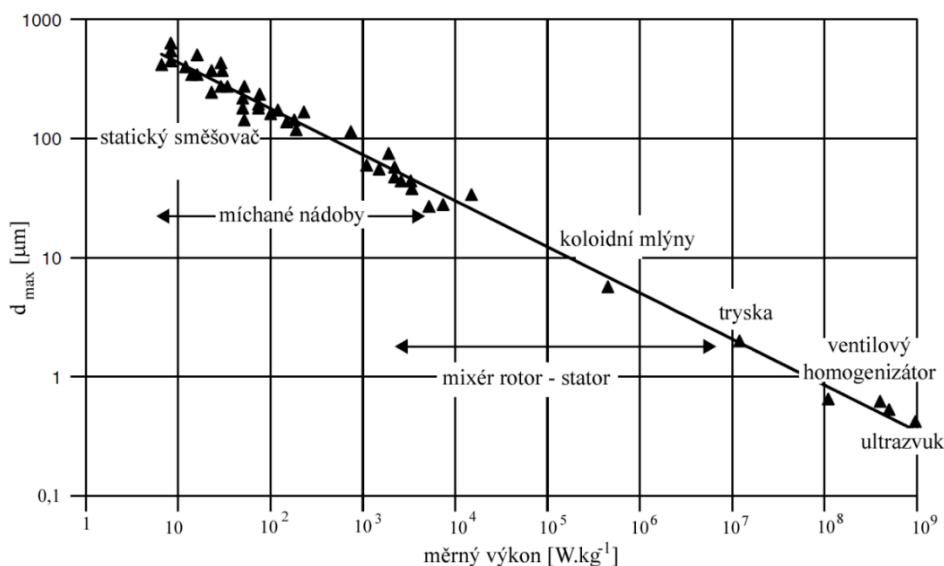
Současný stav řešené problematiky

1 Dispergace v mechanicky míchaných nádobách

Dispergace je proces, při kterém se směšují dvě vzájemně nemísitelné kapalné fáze za účelem zvýšení mezifázové plochy a intenzifikace přenosu hmoty. Fáze, jejíž objemový podíl je v systému větší, se nazývá kontinuální (spojitá) fáze a druhá fáze, která je směšována s kontinuální fází, se nazývá dispergovaná. Existuje mnoho různých druhů způsobů dispergace. Tato studie je zaměřena na nemísitelné systémy kapalina-kapalina ve vsádkových mechanicky míchaných nádobách.

1.1 Nemísitelný systém kapalina - kapalina

Termín nemísitelný systém kapalina-kapalina označuje dvě nebo více vzájemně nerozpustných kapalin přítomných v systému jako oddělené fáze. Nemísitelné systémy kapalina - kapalina mohou také obsahovat další kapalné, pevné nebo plynné fáze. Dispergaci lze provést několika různými způsoby. Tyto způsoby se liší zejména v rozsahu velikosti dispergovaných kapek. Výběr způsobu dispergace tak závisí zejména na tom, jakého rozsahu velikosti kapek chceme dosáhnout. Velikosti kapek závisí zejména na množství do systému dodané energie, a to bez ohledu na typ zařízení, jak dokládá Obrázek 1.1 [25, 26].



Obrázek 1.1 Závislost maximální velikosti kapek d_{\max} na spotřebě energie pro její vytvoření příslušným zařízením. Převzato z [25].

Během dispergace mohou být v systému přítomny koalescenční jevy. V Tabulce 1 je uveden rozsah typických hodnot vybraných parametrů dispergačních zařízení. Dispergaci lze realizovat pomocí mechanických míchadel, vysokotlakých homogenizátorů nebo statických směšovačů. Míchané nádoby jsou stále považovány za referenční pro dispergaci ve většině průmyslových aplikací kvůli jejich flexibilitě, a možnosti míchání viskózních produktů, které se obtížně čerpají. Dispergační účinnost je však omezená, a může prostorově nerovnoměrná (kvůli vyšší smykové rychlosti v oblasti míchadla) [3, 6, 27].

Tabulka 1. Typické vlastnosti dispergačních zařízení. Převzato z [26].

Zařízení	Rychlost disipace energie [W kg^{-1}]	Velikosti kapek [μm]
Statický směšovač	10 - 1000	50 - 1000
Míchaná nádoba	0,1 - 100	20 - 500
Rotor-stator	1000 - 100 000	0,5 - 1
Homogenizátor	10^8	0,5 - 1
Ultrazvuk	10^9	0,2 - 0,5

1.2 Koncentrace dispergované fáze

Koncentrace dispergované fáze může značně ovlivnit dispergaci, usazování a koalescenci. Množství dispergované fáze se běžně vyjadřuje pomocí objemové koncentrace φ_d . S rostoucí koncentrací dispergované fáze φ_d se zvyšuje počet kapek v kontrolním objemu a roste tak pravděpodobnost kolize mezi kapkami a pravděpodobnost koalescence. Vysoká koncentrace dispergované fáze také ovlivňuje turbulentní víry, a snižuje jejich schopnost rozbít kapky. Koalescenci lze potlačit přidáním povrchově aktivních látek [28, 29].

1.2.1 Zředěné systémy $\varphi_d < 0,05$

Existuje mnoho prací zaměřených na měření velikosti kapek ve zředěných systémech. Zředěné systémy jsou pro měření nejjednodušší, protože frekvence kolizí mezi kapkami je malá, takže koalescenci lze zanedbat, a dispergace je ovlivněna pouze hydrodynamikou proudění. Dále lze zjednodušeně předpokládat, že každá kapka se chová jako jediný objekt ovlivněný pouze okolní kontinuální fází. Koalescence může být zanedbatelná až do $\varphi_d < 0,05$ [30, 31].

1.2.2 Středně koncentrované systémy $\varphi_d < 0,2$

Ve středně koncentrovaných systémech dispergovaná fáze významně neovlivňuje proudové pole kontinuální fáze. To umožňuje použít koncepty jednofázového proudění, které popisují mechanické síly způsobující deformaci kapek, kolize a odvodnění filmu [26].

1.2.3 Koncentrovanější systémy $\varphi_d > 0,2$

Takto koncentrované systémy jsou běžné v průmyslové praxi. Pravděpodobnost rychlé koalescence je větší u čistých systémů. Významný vliv na velikost kapek má poloha v míchané nádobě. Velikost kapek není uniformní. To způsobuje velmi obtížné a složité řešení tohoto chování pro různé oblasti míchaných nádob [32, 33].

1.2.4 Přítomnost třetí fáze

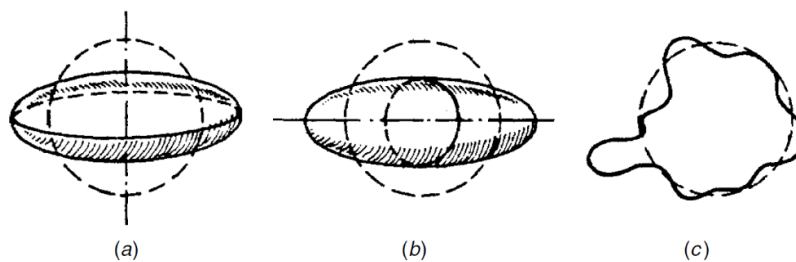
Přítomnost třetí fáze může ovlivnit dispergaci i koalescenci nemísitelných kapalin. Velmi malé částice pevné látky mají malý vliv na dispergaci kapek, ale často ovlivňují i koalescenci. Bubliny plynu ovlivňují dispergaci snížením efektivní viskozity kontinuální fáze, a snižují transport hybnosti, a tedy efektivitu dispergace. Malé bublinky plynu snižují pravděpodobnost koalescence tím, že narušují rychlost odvodňování filmu mezi srážejícími se kapkami. Tato problematika je komplexní, a nejlépe se studuje experimentálně [34].

1.2.5 Povrchově aktivní látky

Distribuce velikosti kapek (DSD) závisí na vlastnostech dispergované a kontinuální fáze, na přítomnosti povrchově aktivních látek, na typu povrchově aktivní látky, na přítomnosti elektrolytů a také na proudovém poli a je výsledkem dvou konkurenčních procesů: rozbíjení kapek a koalescenci. Povrchově aktivní látky, suspenční činidla, a některé další látky se běžně používají pro stabilizaci systémů kapalina-kapalina po dispergaci. Složení povrchově aktivních látek a jejich funkčnost je různorodá. Přidání povrchově aktivních látek má za následek snížení povrchového napětí a velikosti kapek [35].

2 Teorie rozpadu kapek v mechanicky míchaných nádobách

K rozpadu kapky dochází, pokud působící vnější mechanické síly způsobené prouděním kontinuální kapaliny překonají stabilizující vnitřní vazkové síly a povrchové síly. Existují tři základní typy deformace kapek vedoucí k jejich rozpadu: 1) při vzájemném kontaktu mezi kapkami, nebo 2) při kontaktu kapek se stěnami a nárážkami, nebo 3) lopatkami míchadla dochází k čochkovité deformaci kapek. Deformace ve tvaru doutníku je způsobena smykovými silami, a vyboulená deformace je způsobena turbulentním prouděním (Obrázek 2.1) [26].



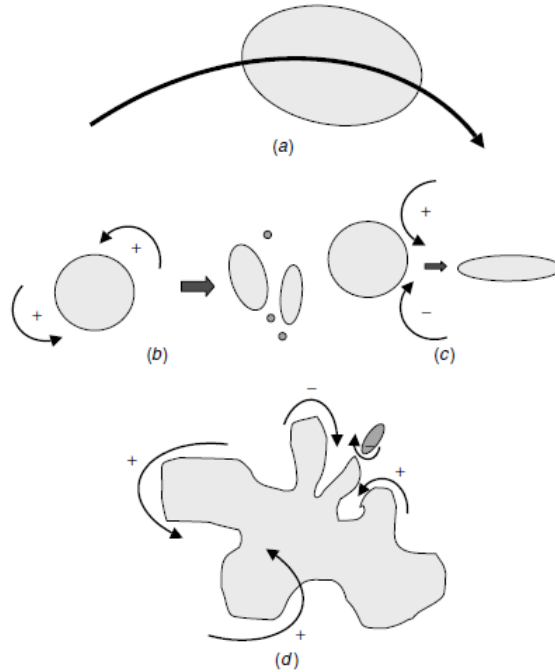
Obrázek 2.1 Základní typy deformace kapek: (a) čočkovitá; b) ve tvaru doutníku; (c) vyboulená. Převzato z [26].

Tyto deformace kapiček nemusí nutně vést k jejich rozpadu, ale může dojít pouze k jejich prodloužení, a vlivem vnitřních a povrchových sil ke zpětné stabilizaci kapek. Stabilizaci kapek vzniká rotace kapky, nebo cirkulace uvnitř kapky. Rotace nebo cirkulace uvnitř kapky je způsobena rozdílem v povrchovém odporu při jednoduchém smykovém toku. Kapky mají tendenci se po deformaci vrátit do kulového tvaru. To je způsobeno snahou povrchových sil minimalizovat povrchovou plochu v důsledku mezifázového napětí. Kulovitý tvar má minimální povrch (s minimální vynaloženou energií). K rozpadu kapky nedochází, pokud při prodloužení není dosaženo kritické deformace [36–38].

2.1 Síly způsobující rozpad kapek při turbulentním proudění

Při plouživém proudění mohou být síly způsobující deformaci kapiček charakterizovány gradienty rychlosti nebo smykovou rychlostí. V turbulentním proudění není řešení pomocí rychlostních gradientů možné, proto jsou působící síly nejlépe charakterizovány z hlediska rychlosti disipace energie, protože obecně je míra disipace energie součinem tenzorů gradientu napětí a rychlosti [26].

V míchaných nádobách jsou síly způsobující rozpad kapek extrémně nerovnoměrné. V oblasti míchadla jsou gradienty rychlosti deformace a smykové rychlosti nejvyšší. S rostoucí vzdáleností od míchadla se gradienty rychlosti deformace a smykové rychlosti rychle zmenšují. Rychlost disipace turbulentní energie v oblasti míchadla může být i 40x větší než průměrná rychlost disipace turbulentní energie v celém objemu nádoby. V některých oblastech nádoby bude turbulentní proudění, zatímco v jiných oblastech může být i plouživé proudění. Turbulentní proud obsahuje spektrum vírů různé velikosti, intenzitě vířivosti a životnosti. Každý vír vytváří síly, které vedou k deformaci kapky. Působící síly jsou v turbulentních míchaných nádobách generovány prostřednictvím prostorových i časových fluktuací rychlosti. Na Obrázku 2.2 je znázorněna deformace kapiček různými druhy vírů a jejich kombinace [26, 37–39].

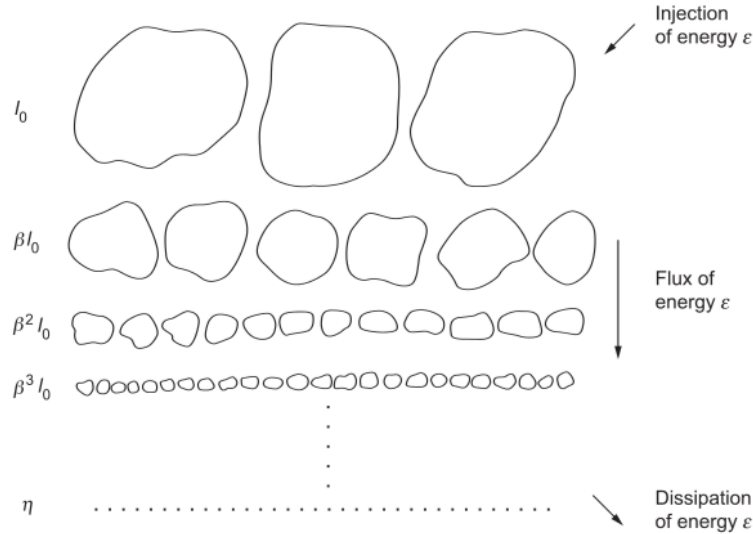


Obrázek 2.2 Deformace kapek vlivem turbulentního proudění: a) účinek velkých vírů; b) eroze způsobená souběžnými rotujícími víry; c) prodloužení protiběžnými víry; d) deformace způsobená více měřítky vírů. Převzato z [26].

3 Teorie turbulentního proudění v mechanicky míchaných nádobách

Turbulentní proudění se vyznačuje nepravidelným kolísáním rychlosti proudění a tlaku. Závislost na čase a prostoru, a velký počet stupňů volnosti, činí tento jev obtížně definovatelným. Turbulentní proudění obsahuje velké množství koexistujících prostorových a časových měřítek (vírů), přičemž ty nejmenší existují uvnitř větších [40]. Z tohoto důvodu mohou mít turbulentní proudění různé vlastnosti, mohou být prostorově rovinné nebo mohou obsahovat výrazně organizované téměř pravidelné struktury [41]. Společnou vlastností je však schopnost mísit tyto struktury, což výrazně zvyšuje přenos hmoty nebo tepla [42]. Tato vlastnost je nejvýznamnější pro praktické aplikace, jako je například dispergace v mechanicky míchaných nádobách, a proto je hlavním cílem tento jev popsat, aby mohl být aplikován ve výpočtech pro inženýrskou praxi. Turbulence je díky svým vlastnostem obtížně popsatelná, lze ji charakterizovat několika následujícími základními vlastnostmi: náhodnost, vířivost, nelinearita, difuzivita a disipace [43].

Turbulence je disipativní proces. To znamená, že kinetická energie pohybující se kapaliny je prostřednictvím nejmenších vírů postupně disipována na teplo. Tento proces je nevratný, a vyžaduje plně rozvinuté turbulentní proudění. Energie musí být do systému vložena vnějším zdrojem (čerpadlo, míchadlo nebo kompresor) vytvářejícím nestabilní velké víry, které jsou závislé na celkové geometrii proudění, a následně se vlivem turbulence rozpadají na malé víry v závislosti na viskozitě. Tento jev byl popsán jako kaskáda vírů [44], jak je znázorněno na Obrázku 3.1. energetická kaskáda vzniká, když enstrofie (veličina charakterizující míru nestacionárního zavření proudění definovaná jako variace vířivosti) přechází do malých měřítek, a dále se disipuje [42].



Obrázek 3.1 Energetická kaskáda, ve které enstrofie proudí do menších měřítek a je disipována. β je faktor měřítka, zde se bere jako $1/2$. Převzato z [45].

3.1 Taylorův koncept izotropní turbulence

Protože turbulentní proudění je charakterizováno chaotickými změnami v hodnotách a směrech rychlosti, představují tyto změny hlavní problém pro statistickou teorii turbulence. Taylor [46] zavedl koncept izotropní turbulence za předpokladů: i) homogenní, statistické vlastnosti jsou invariantní při libovolných převodech souřadnicových os, a ii) izotropní, statistické vlastnosti jsou invariantní v celém spektru rotací. Tento koncept zjednodušil problém analýzy rychlosti disipace energie. V izotropní turbulenci jsou všechny tři složky flukтуаční rychlosti stejné, a rovnice pro rychlost disipace energie se zjednoduší a má následující tvar:

$$\varepsilon = 15\mu \left(\frac{\partial u'^2}{\partial x^2} \right) \quad (3.1)$$

rovnice turbulentní kinetické energie lze také zjednodušit:

$$\frac{\partial k}{\partial t} = \varepsilon \quad (3.2)$$

3.2 Kolmogorova teorie vyvinuté turbulence – K41

Kolmogorov odvodil matematický popis energetické kaskády víru [1, 47]. Tato teorie je v literatuře označena jako K41 a je založena na třech hypotézách.

3.2.1 Hypotéza lokální izotropie

„Při dostatečně vysokých Re jsou pohyby malých měřítek $l \ll l_0$ statisticky izotropní.“

Tato hypotéza se týká víru v malém měřítku. Největší víry mají rozměr odpovídající oblasti smykové rychlosti. Chování těchto vírů je anizotropní, a dané konkrétními okrajovými podmínkami. Střední velikost energetického víru je 10 x menší. Kvůli chaotickému procesu směru přenosu energie do malých měřítek, se izotropie na malých měřítcích zvyšuje [48]. Hranice je charakterizována:

$$l_{EI} \approx \frac{1}{6} l_0 \quad (3.3)$$

3.2.2 Kolmogorova první podobnostní hypotéza

„V turbulentním proudu při dostatečně vysokých Re mají statistiky pohybů malých měřítek $l < l_{EI}$ univerzální tvar, a závisí pouze na měřítku l , vazkosti ν a rychlosti disipace ε .“

Měřítka velikosti víru l_{EI} představuje hranici mezi malými izotropními víry a velkými anizotropními víry. V oblasti malých izotropních vírů $l < l_{EI}$ dominují dva mechanismy přenosu energie: přenos z velkých měřítek do menších měřítek, a viskózní disipace. Parametry, které řídí tyto procesy, jsou rychlost transportu energie z velkých měřítek do menších τ_{EI} a kinematická viskozita ν . V ustáleném stavu je rychlost disipace energie v rovnováze s rychlostí transportu energie ($\varepsilon \approx \tau_{EI}$). To vyplývá ze statistického univerzálního stavu malých vírů vedených viskozitou ν a rychlostí transportu energie z oblasti velkých měřítek τ_{EI} . Energetické spektrum $E(\kappa)$ má univerzální tvar a závisí na viskozitě ν a rychlosti disipace energie ε [49]. Jsou-li tyto veličiny použity pro vyjádření energetického spektra, je dán vztah:

$$E(\kappa) = (\varepsilon \nu^5)^{1/4} \varphi(\kappa \eta), \quad (3.4)$$

kde $\varphi(\kappa \eta)$ je funkce Kolmogorova spektra. Pro účely rozměrové analýzy však můžeme použít také ε a κ , potom dostáváme:

$$E(\kappa) = \varepsilon^{2/3} \kappa^{-5/3} \psi(\kappa \eta), \quad (3.5)$$

kde $\psi(\kappa \eta)$ je kompenzována Kolmogorovova spektrální funkce. Oblast měřítek $l < l_{EI}$ je označována jako univerzální rovnovážná oblast. V této oblasti se malé víry mohou rychle přizpůsobit tak, aby byla zachována dynamická rovnováha s rychlostí přenosu energie [49]. Kaskádový přenos energie postupuje směrem k malým měřítkům, dokud Reynoldsovo číslo není tak malé, že dochází k disipaci energie v teplo prostřednictvím vazkých sil.

Z rozměrové analýzy lze přesně určit hodnoty měřítek nejmenších tzv. Kolmogorovových vírů, v nichž dochází k disipaci energie. Tato měřítka závisí pouze na rychlosti disipace energie ε a kinematické viskozitě ν a jsou definovány následovně:

Kolmogorovo délkové měřítko η_K :

$$\eta_K = \left(\frac{\nu^3}{\varepsilon} \right)^{1/4} \quad (3.6)$$

Kolmogorovo rychlostní měřítko ν_K :

$$\nu_K = (\varepsilon \nu)^{1/4} \quad (3.7)$$

Kolmogorovo časové měřítko τ_K :

$$\tau_K = \left(\frac{\varepsilon}{\nu} \right)^{1/2} \quad (3.8)$$

Z těchto definic měřítek vyplývá následující: i) Reynoldsovo číslo pro Kolmogorovské víry založené na Kolmogorovových měřících je rovno jedné ($\eta_{\nu}/\nu=1$), ii) pomocí vztahů (3.6) a (3.8) lze odvodit rychlost disipace energie jako:

$$\varepsilon = \frac{\nu^3}{\eta_K^4} = \frac{\nu_K^4}{\nu} = \frac{\nu}{\tau_K^2}, \quad (3.9)$$

z čehož vyplývá specifická charakteristika pro gradienty rychlosti disipačních vírů:

$$\frac{v_K}{\eta_K} = \frac{1}{\tau_K} \quad (3.10)$$

V oblasti malých měřítek jsou podle výše uvedené hypotézy všechna turbulentní proudová pole statisticky podobná, po provedení transformace pomocí Kolmogorových měřítek jsou potom ve statistickém smyslu identická. Vezmeme-li vztah $\varepsilon \sim u_0^3/l_0$, pak lze vyjádřit poměr mezi velikostí nejmenšího a největšího měřítka v daném turbulentním proudění následovně:

$$\frac{\eta_K}{l_0} \sim \text{Re}_L^{-3/4}, \quad \frac{v_K}{u_0} \sim \text{Re}_L^{-1/4}, \quad \frac{\tau_K}{\tau_0} \sim \text{Re}_L^{-1/2}, \quad (3.11)$$

kde Re_L je Reynoldsovo číslo turbulence definované:

$$\text{Re}_L = \frac{k^{1/2}L}{\nu} = \frac{k^2}{\varepsilon\nu} \quad (3.12)$$

3.2.3 Kolmogorova druhá podobnostní hypotéza

„V každém turbulentním proudění při velmi vysokém Reynoldsově čísle, blízcím se k nekonečnu, mají pohyby turbulentních měřítek l ($l_0 \gg l \gg \eta$) univerzální tvar a jsou závislé pouze na rychlosti disipace ε a nikoliv na kinematické viskozitě ν .“

Druhá Kolmogorovova podobnostní hypotéza platí pro rozsah velikostí vírů $l_{EI} > l > l_{DI}$. Měřítka velikosti vírů l_{DI} (přibližná velikost $l_{DI} = 60 \eta$), tzv. Taylorovo mikro měřítka, označuje víry, které ještě přispívají k disipaci málo, ale již na sebe vážou také velmi málo z celkové energie. Oblast univerzální rovnováhy lze s využitím tohoto měřítka l_{DI} rozdělit na dvě podoblasti: i) inerciální podoblast (Taylorovo mikro měřítka), kde $l_{EI} > l > l_{DI}$, a ii) podoblast viskozní disipace, kde velikost víru $l < l_{DI}$.

V inerciální podoblasti není patrný vliv jak integrálních měřítek, tak ani molekulární disipace, a tedy hodnota součinu $\kappa\eta \ll 1$ je zanedbatelně malá. Proto v inerciální oblasti je kompenzované Kolmogorovo spektrum definované (3.5) přibližně konstantní $\psi(\kappa\eta) = C$. Pomocí Kolmogorových hypotéz je možné odvodit tvar energetického spektra $E(\kappa)$ turbulentního proudění v této podoblasti ve tvaru:

$$E(\kappa) = C_k \varepsilon^{2/3} \kappa^{-5/3}, \quad (3.13)$$

kde C_k je Kolmogorova konstanta, pro kterou platí $C_k \approx 1,5$ a κ je vlnové číslo, které je možné učít pomocí vztahu $\kappa = \pi/L$, kde L je vlnová délka. Rovnice (3.13) je známá jako Kolmogorův spektrální zákon.

V podoblasti viskozní disipace jsou víry již tak malé, že síly vazkého tření jsou srovnatelné se silami setrvačnými, takže dojde vlivem vazkých sil k utlumení energie víru, k její disipaci, a vír molekulovou difúzí vymizí. V této jediné oblasti tak hraje roli viskozita, a v této oblasti platí pouze první Kolmogorovova podobnostní hypotéza.

Oblast s velikostí vírů $L > l > l_{EI}$ se označuje jako energetická oblast (resp. oblast energetických vírů), neboť tyto víry jsou nositeli převážné části energie turbulentních fluktuací a dokáží nejučinněji odebírat energii základnímu proudu. Charakteristický rozměr těchto vírů odpovídá integrálnímu měřítka L .

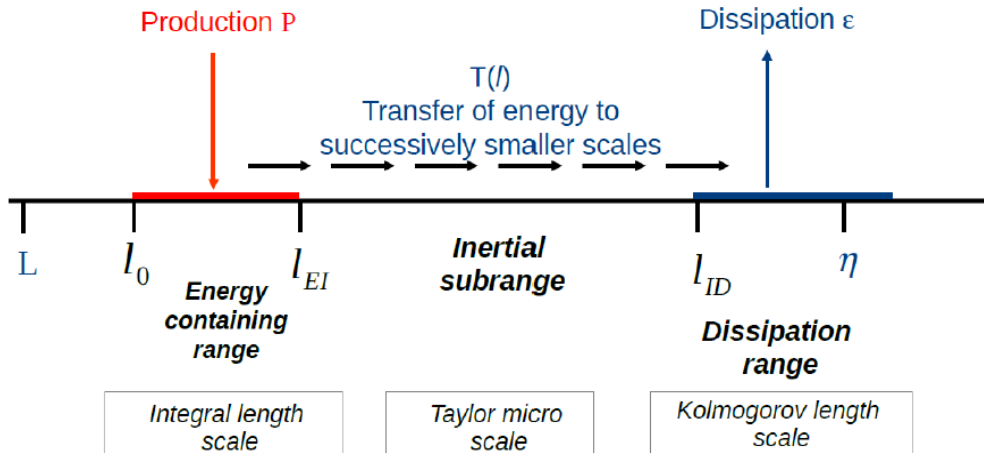
Integrální délkové měřítka:

$$L = \frac{k^{3/2}}{\varepsilon} \quad (3.14)$$

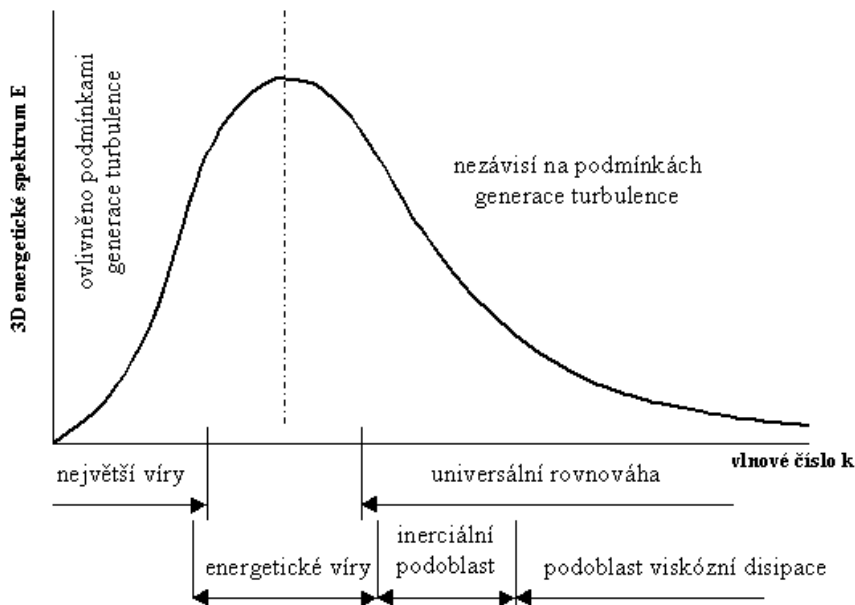
Taylorovo mikro měřítka:

$$\frac{\lambda}{L} \sim \sqrt{\frac{15 \nu}{L u}} \sim \text{Re}_L^{-1/2} \quad (3.15)$$

Všechny tyto oblasti jsou znázorněny na Obrázku 3.2, kde má osa měřítka logaritmické měřítko, a na spektru energie turbulence je znázorněno na Obrázku 3.3.



Obrázek 3.2 Oblasti délkových měřítek při vyvinuté turbulenci podle Kolmogorova. Převzato z [50].



Obrázek 3.3 Spektrum energie turbulence.

4 Modely mechanismu rozpadu kapek v míchaných nádobách

Dispergaci nemísitelných kapalin v mechanicky míchaných nádobách při turbulentním proudění se zabývalo mnoho studií. Tyto studie byly zaměřeny na zředěné systémy, protože experimentální měření velikosti kapek je ve zředěných systémech jednodušší, a lze zanedbat koalescenci. Většina studií byla prováděna zejména v malém měřítku ve vsádkových míchaných nádobách s narážkami, a jako míchadlo byla použita Rushtonova turbína. Konečná velikost kapiček závisela na charakteru turbulence.

4.1 Hinze – Kolmogorova teorie

Jako první, kdo definoval podmínky pro maximální stabilní velikost kapky při turbulentním proudění, byli Hinze a Kolmogorov [51, 52]. Stanovili vztah pro dynamické napětí, které působí na kapku při deformaci:

$$\tau_c = \rho_c \overline{v'(d)^2} = \rho_c \int_{1/d}^{\infty} E(\kappa) d\kappa, \quad (4.1)$$

kde $\overline{v'(d)^2}$ je střední kvadratický rozdíl rychlostí na povrchu kapky o průměru d , $E(\kappa)$ funkce spektrální hustoty energie turbulentních vírů a κ vlnové číslo vírů, resp. inverzní vířivá délka. Uvažuje se pouze energie obsažená ve vírech o měřítku menším, než odpovídá vlnovému číslu $k = 1/d$, protože větší víry dle představy kapku spíše nesou, než deformují. Pro rychlosti disipace energie, které se běžně vyskytují v míchaných nádobách, jsou konečné velikosti kapek malé ve srovnání s integrálním délkovým měřítkem, ale velké ve srovnání s Kolmogorovovým mikroměřtkem. Víry, které interreagují s kapkami, odpovídají inerciální podoblasti turbulence, a jsou lokálně izotropní, tudíž je lze popsat Kolmogorovou teorií lokální izotropie [1, 53]. Při použití rovnice (3.13) v rovnici (4.1) lze tak získat následující vztah popisující dynamické napětí vyvolané turbulentními víry působícími na kapku:

$$\tau_c \approx \rho_c \varepsilon^{2/3} \kappa^{2/3} \quad (L \gg d \gg \eta), \quad (4.2)$$

kde ε je lokální rychlost disipace turbulentní energie. Lokální hodnota rychlosti disipace turbulentní energie se v míchaných nádobách a jiných zařízeních významně liší v jednotlivých oblastech nádoby. Deformaci kapky brání kohezní síly způsobené viskozitou kapky a mezifázovým napětím. Povrchové síly na jednotku plochy jsou podle Hinzeho [52] dány vztahem:

$$\tau_s \approx \frac{\sigma}{d}, \quad (4.3)$$

a viskózní napětí uvnitř kapky je dáno vztahem:

$$\tau_d \approx \mu_d \frac{(\tau_c / \rho_d)^{1/2}}{d}, \quad (4.4)$$

kteří vychází z Newtonova zákona viskozity. Výraz $(\tau_c / \rho_d)^{1/2}$ reprezentuje charakteristickou rychlost uvnitř kapky. Pohyb kapaliny uvnitř kapky o této rychlosti je způsoben turbulentním prouděním působícím na povrch kapky.

Při zkoumání rovnic (4.2) až (4.4) se ukazuje, že existuje maximální stabilní velikost kapky d_{\max} , nad kterou jsou vnější působící síly dostatečně velké na to, aby došlo k rozpadu kapky, a pod kterou je kapka stabilizována povrchovými a vnitřními viskózními silami. Pro d_{\max} jsou vnější působící síly v rovnováze se silami kohezními.

$$\tau_c = \tau_s + \tau_d \quad (4.5)$$

Pokud je kapka nevazká, τ_d je zanedbatelné a ke stabilitě kapky přispívá pouze povrchová síla. Spojením rovnic (4.2), (4.3) a (4.5) lze odvodit vztah pro maximální stabilní velikost kapky d_{\max} nevazké dispergované fáze:

$$d_{\max} = C_1 \left(\frac{\sigma}{\rho_c} \right)^{3/5} \varepsilon_{\max}^{-2/3} \quad (4.6)$$

kde C_1 je konstanta úměrnosti, která musí být stanovena empiricky. V míchaných nádobách není rychlost disipace energie stejnoměrně rozložena a nelze prakticky možné dosáhnout, aby všechny kapky prošly oblastí s maximální rychlostí disipace energie, tedy oblastí míchadla.

V systémech s podobným charakterem turbulentního proudění se předpokládá, že maximální rychlost disipace ε_{\max} je násobkem střední hodnoty rychlosti disipace ε_{avg} odhadnuté z příkonu míchadla a hmotnosti vsádky dle vztahu:

$$\varepsilon_{\text{avg}} = \frac{P}{\rho_c V}, \quad (4.7)$$

kde P je příkon míchadla a V je objem tekutiny v nádobě. Příkon míchadla se se určuje dle vztahu:

$$P = P_o \rho N^3 D^5, \quad (4.8)$$

kde P_o je příkonové číslo míchadla. Za výše uvedeného předpokladu a spojením (4.7) a (4.8) lze odvodit pro dané míchadlo:

$$\varepsilon_{\max} \sim N^3 D^2, \quad (4.9)$$

kde N jsou otáčky míchadla a D je průměr míchadla.

4.2 Dispergovaná fáze s nízkou viskozitou

Chen a Middleman [7] na základě H-K teorie odvodily vztah mezi Sauterovým středním průměrem kapky, průměrem míchadla a Weberovým číslem míchadla:

$$\frac{d_{32}}{D} = C_2 We^{-3/5}, \quad (4.10)$$

kde C_2 je konstanta úměrnosti a d_{32} je Sauterův střední průměr kapky definovaný vztahem:

$$d_{32} = \frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i d_i^2}, \quad (4.11)$$

a We je Weberovo číslo míchadla definované vztahem:

$$We = \frac{\rho_c N^2 D^3}{\sigma} \quad (4.12)$$

Weberovo číslo je poměr mezi vnějšími dynamickými silami a vnitřními kohezními silami. Pokud je Weberovo číslo velké, velikost kapiček je malá a naopak. Chen a Middleman [7] realizovali rozsáhlé experimentální měření velikosti kapek v nádobě míchané Rushtonovou turbínou pro různé nemísitelné systémy kapalina-kapalina, a různé poměry D/T . Na základě výsledků rozsáhlého experimentálního měření uvedli hodnotu konstanty úměrnosti v korelaci (4.10) $C_2 = 0,053$.

Rovnice (4.6) a (4.10) platí pro nekoalescenční systémy, a jsou nezávislé na použitém dispergačním zařízení. Konstanty C_1 , C_2 a poměr $\varepsilon_{\max}/\varepsilon_{\text{avg}}$ v těchto rovnicích závisí na geometrii nádoby a typu míchadla. Pro jiné geometrie, pokud je známa maximální rychlost disipace energie, lze použít naměřená data z jednoho měření a korelovat data velikosti kapky. Zhou a Kresta [9] úspěšně korelovali data velikosti kapky v míchané nádobě pro několik geometrií míchadla.

Jednoduchou koncepcí je použití čerpacích účinků míchadla jako odhadu míry disipace ke korelaci dat pro různé geometrie v případě absence dat pro ε_{\max} . Myšlenkou je předpokládat, že veškerá energie je disipována rovnoměrně v objemovém výtoku míchadla, spíše než v celém objemu nádoby. Potom by dle rovnice (4.6) velikost kapky pro různé geometrie měla mít měřítko přibližně $P_o^{-2/5}$. McManamey [54] koreloval mnoho systémů s jinými typy míchadel dle:

$$\frac{d_{32}}{D} = C_3 Po^{-2/5} We^{-3/5}, \quad (4.13)$$

kde Po je příkonové číslo míchadla.

Brown a Pitt [55] experimentálně potvrdili vztah (4.10) mezi dispergovanou fází s nízkou viskozitou, a potvrdili vztah mezi maximální stabilní velikostí kapky d_{max} a Sauterovým středním průměrem kapky d_{32} :

$$d_{32} = C_4 d_{max} \quad (4.14)$$

4.3 Dispergovaná fáze s vysokou viskozitou

V tomto případě nelze zanedbat vnitřní vazké síly. Jak povrchové, tak vazké síly přispívají ke stabilitě kapek. Spojením rovnic (4.2), (4.4) a (4.5) lze odvodit:

$$\frac{\rho_c \varepsilon_{max}^{2/3} d_{max}^{5/3}}{\sigma} = C_5 \left[1 + C_6 \left(\frac{\rho_c}{\rho_d} \right)^{1/2} \frac{\mu_d \varepsilon_{max}^{1/3} d_{max}^{1/3}}{\sigma} \right] \quad (4.15)$$

Z této rovnice vyplývá, že pokud bude viskozita dispergované fáze μ_d nebo povrchové napětí σ velké, hodnota v hranaté závorce rovnice pravé části bude malá, a rovnici (4.15) lze zredukovat na rovnici (4.6). Pokud bude μ_d nebo σ malé, znamená to, že vnitřní viskózní síly převažují nad povrchovými silami a rovnici (4.15) lze zjednodušit na:

$$d_{max} = C_7 (\rho_c \rho_d)^{-3/8} \mu_d^{3/4} \varepsilon_{max}^{-1/4} \quad (4.16)$$

Pokud jsou systémy geometricky podobné, a příkonové číslo je konstantní, lze rovnici (4.15) upravit do tvaru:

$$\frac{d_{32}}{D} = C_8 We^{-3/5} \left[1 + C_9 Vi \left(\frac{d_{32}}{D} \right)^{1/3} \right]^{3/5}, \quad (4.17)$$

kde Vi je viskozitní číslo a představuje poměr viskózních a povrchových sil a je dán vztahem:

$$Vi = \frac{\mu_d N D}{\sigma} \left(\frac{\rho_c}{\rho_d} \right)^{1/2} \quad (4.18)$$

V limitním stavu, kdy $Vi \rightarrow 0$ rovnice (4.16) přechází na rovnici (4.10). V limitním stavu, kdy $Vi \rightarrow \infty$ rovnice (4.17) a (4.16) přechází na [8] :

$$\frac{d_{32}}{D} = C_{10} \left(\frac{\rho_c}{\rho_d} \right)^{3/8} \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)^{3/4} Re^{-3/4}, \quad (4.19)$$

kde Re je Reynoldsovo číslo míchadla, které představuje poměr mezi setrvačnými silami a viskózními silami, a je dáno vztahem:

$$Re = \frac{\rho_c N D^2}{\mu_c} \quad (4.20)$$

Chen a Middleman [7] publikovali studii zaměřenou na dispergaci zředěných viskózních systémů v nádobě míchané Rushtonovou turbínou (RT), a Calabrese a kol. [8] a Wang a Calabrese [56] tuto práci rozšířili. Našli hranici, pro kterou byly korelace (4.17) až (4.19) platné. Korelace

byly platné pro viskozitu dispergované fáze $\mu_d < 500$ mPa.s. S použitím několika dalších zdrojů dále zjistili hodnoty konstant úměrnosti $C_8 = 0,054$ a $C_9 = 4,42$ a ověřili platnost, že $d_{32} \sim \mu_d^{3/4}$ pro velké hodnoty viskozity dispergované fáze μ_d .

Pro viskozitu dispergované fáze $\mu_d > 500$ mPa.s je dispergace a závislost d_{32} na systémových proměnných poměrně složitá. Podle rovnic (4.6), (4.15) a (4.16) se závislost velikosti kapky na ε_{\max} mění od $-2/5$ do $-1/4$, se zvyšující se viskozitou dispergované fáze μ_d . Rychlost disipace energie v míchané nádobě je tedy závislá na hodnotě viskózní skupiny Vi .

4.4 Objemový podíl φ_d dispergované fáze

Doulah [57] popsal vliv objemového podílu na disipaci turbulentní energie. Rychlost disipace turbulentní energie vztažená k hmotnosti vsádky (ε_φ) s objemovým podílem dispergované fáze φ_d koresponduje s rychlostí disipace energie ε v čisté kapalině následovně:

$$\varepsilon_\varphi = \varepsilon \left(\frac{\rho_d}{\rho_c} \right)^3 (1 + 2,5\varphi_d)^{-3} \quad (4.21)$$

Calabrese a kol. [58] modifikovali rovnici (4.21), a pro malý rozdíl hustot mezi fázemi a zanedbatelné vazké síly ($Vi \rightarrow 0$) odvodili korelaci:

$$\frac{d_{32}}{D} = C_{11}(1 + b\varphi_d) We^{-3/5} \quad (4.22)$$

Korelace (4.22) platí pouze pro zředěné systémy. To znamená, že koalescence je zanedbaná, a kapky neovlivňují strukturu turbulence. Tuto korelaci lze při vhodných úpravách použít, pro zohlednění objemového podílu dispergované fáze na turbulentní proudění. Aby ji v takových případech bylo možné aplikovat, musí být systém dobře stabilizovaný proti koalescenci, a dispergovaný podíl nesmí ovlivňovat turbulentní síly.

Doulah [57] stanovil, že pokud by na velikost kapek měla vliv pouze lokální disipace turbulentní energie, tak konstanta úměrnosti $C_{11} = C_2$ a konstanta $b = 3$. Brown a Pitt [55] porovnáním experimentálních dat zjistili, že pro podíl dispergované fáze $\varphi_d < 0,3$ jsou data dobře aproximována dle korelace (4.10). Pro hodnoty $\varphi_d = 0,4$ nebyla nalezena závislost na Sauterova středního průměru kapek d_{32} na Weberově čísle míchadla.

4.5 Vliv intermitence turbulence

Pojmem intermitence turbulence se označují náhodné změny charakteristik turbulence v daném místě turbulentního proudu v malých měřítcích v procesu rozpadu vírů při natahování vírů [59, 60]. V důsledku intermitence však i při homogenní izotropní turbulenci jsou náhodné okamžiky, kdy je intenzita turbulence náhle vysoká nebo naopak nízká, což bude ovlivňovat rozpad kapek [61].

Jedním z modelů pro popis intermitence je multifraktálový model navržený Baldyga a Bourne [59]. Z experimentů provedených Meneveau a Sreenivasan [62, 63] vyplývá, že hodnoty multifraktálního exponentu se mohou pohybovat v rozmezí $0,12 < \alpha_{FT} < 1,78$ při turbulenci vznikající v mezní vrstvě, nebo turbulenci generovanou mříží. She a Levaque [64] na základě experimentálního měření uvádí minimální hodnotu $\alpha_{FT\min} = 0,33$.

Baldyga a Bourne [59] odvodili vztah pro rozpad kapek ve zředěném systému kapalina-kapalina (kde nejsou přítomny koalescenční jevy) v inerciální oblasti turbulence v intermitentním turbulentním proudění popsaném pomocí multifraktálního modelu ve tvaru:

$$\frac{d_{\max}}{D} \sim We^{-0,6a}, \quad (4.23)$$

resp.

$$\frac{d_{\max}}{D} = C_{11} We^{\frac{-0,6}{1-0,4(1-\alpha_{FT})}} \quad (4.24)$$

kde α_{FT} je multifraktální exponent. Hodnota multifraktálního exponentu $\alpha_{FT} = 1$ odpovídá klasickému Kolmogorovu modelu turbulence, který předpokládá, že střední hodnota rychlosti disipace turbulentní energie je konstantní a nedochází k její fluktuaci, což vede k $-3/5$ zákonu v setrvačné oblasti [61], konstantnímu turbulentnímu napětí [65], a následně vztahu (4.10) pro rozpad kapky.

Baldyga a Bourne [59] uvádí, že nejpravděpodobnější hodnota exponentu $\alpha_{FT} = 0,961$, tj. d_{\max} (nebo d_{32}) $\propto We^{-0,61}$. Nízké hodnoty multifraktálního exponentu $\alpha_{FT} \ll 1$ indikují existenci špiček rychlosti disipace turbulentní energie, avšak pravděpodobnost jejich výskytu je nízká. Víry s takto velkou rychlostí disipace energie jsou „násilnické“, avšak také málo časté. Baldyga a Bourne [59] uvádí, že pro reportované výsledky d_{\max} (nebo d_{32}) $\propto We^{-0,93}$ tak odpovídá hodnotě $\alpha_{FT} = 0,12$. Autoři také zmiňují vliv cirkulace a doby dispergace. V případě hodnoty multifraktálního exponentu $\alpha_{FT} > 1$ jsou turbulentní napětí generovaná působícími víry menší, než předpovídá Kolmogorova teorie [60].

4.6 Vliv hydrodynamických podmínek v oblasti míchadla

Jiní autoři pro vyjádření vlivu hydrodynamických podmínek v blízkosti lopatek míchadla využívají smykovou rychlost. Na lopatce míchadla se vytváří mezní vrstva s maximální smykovou rychlostí na konci lopatek míchadla, která je vyjádřena vztahem:

$$\dot{\gamma} = (KN)^{\beta} D^{\delta} \left(\frac{\rho}{\mu_c} \right)^{1/2} \quad (4.25)$$

Hodnoty exponentů β a δ se mohou lišit v závislosti na experimentech od cca 1,5 [66] do 1. Pokud $\beta = \delta$, pak je maximální smyková rychlost úměrná obvodové rychlosti na konci lopatek míchadla [26].

Rodgers a Cooke [67] odvodily korelaci pro Sauterův střední průměr kapek v závislosti na smykové rychlosti na konci lopatek míchadla. Maximální smyková rychlost je závislá na maximální smykové konstantě K , která je obtížně měřitelná, o čemž svědčí absence hodnot K pro mnoho typů míchadel. Z fyzikálního hlediska dává smysl, že tato maximální smyková rychlostní konstanta je úměrná průměrné smykové konstantě. Metzner–Ottova konstanta, K_S , je sice striktně použitelná pouze v plouživém režimu [68], ale je dobrým měřítkem průměrné smykové rychlosti v blízkosti míchadla. Tvrdilo se, že pro kapaliny mocninového charakteru se K_S mění s indexem mocninné funkce. Proto lze uvažovat konstantní hodnotu K_S pro smykové ztenčení, smykové ztluštění a newtonské tekutiny [69]. Bylo zjištěno, že K_S se mění lineárně s průtokovým číslem míchadla, které je funkcí Reynoldsova čísla [70]. V turbulentním režimu je však průtokové číslo konstantní, takže hodnota K_S je také konstantní.

Na základě těchto předpokladů byla odvozena korelace:

$$d_{32} \approx C_{12} ((K_S N)^{\beta} D^{\delta})^{-\frac{2+\vartheta}{3+2\vartheta}} \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)^{\frac{2+2\vartheta}{3+2\vartheta}} \quad (4.26)$$

Rodgers a Cooke [67] dle (4.25) korelovali data velikosti kapek pro široký rozsah viskozit a různé typy míchadel [8, 9, 71]. Data byla nejlépe aproximována, když hodnoty konstant $\beta = \delta = 1,5$, a pro hodnotu konstanty $\vartheta = -0,5$, a pro hodnotu konstanty úměrnosti $C_{12} = 2,95 \times 10^{-4}$. [67]

U systémů s vyšší viskozitou kapek μ_d jsou kapky spíše v režimu Stokesova zákona než v režimu turbulentního rozpadu. To znamená, že hodnota konstanty $\alpha = -1$, a korelace pro Sauterův střední průměr kapky bude:

$$d_{32} \approx C_{13}(K_S ND)^{-1}, \quad (4.27)$$

kde C_{13} je konstanta úměrnosti, jejíž hodnota je $C_{13} = 1,85 \times 10^{-2}$ [67].

4.7 Přehled korelací d_{32} v míchaných nádobách pro ustálený stav

V této kapitole jsou shrnuty korelace pro predikci Sauterova středního průměru kapek d_{32} z mnoha studií, zabývajících se dispergací systému kapalina-kapalina v míchaných nádobách.

Tabulka 2. Přehled korelací d_{32} v míchaných nádobách pro ustálený stav systémů kapalina-kapalina.

Autor	Sytém/ typ míchadla/	Rozměry/ podmínky měření T [m], D [m], φ [-], N [rpm]	Fyzikální vlastnosti ρ [kg/m ³], μ [mPa.s], σ [mN/m]	Metoda měření	Korelace
[39]	Vsádkový systém Různé systémy olej/voda 4 - lopatkové vrtulové míchadlo	T = 0,254 a 0,508 D = / N = 160 - 400 φ = 0,1 - 0,4	$\rho_d = 693 - 1\ 595$ $\rho_c = 693 - 1\ 595$ $\mu_d = 0,378 - 184$ $\mu_c = 1,81 - 65,4$ $\sigma = 3,1 - 55,1$	Technika přenosu světla	$\frac{d_{32}}{D} = C f_{\varphi} W e^{-0,6}$ $f_{\varphi} = \frac{d}{d_{\varphi=0,1}}$
[72]	Vsádkový systém Různé systémy olej/voda 6 - lopatkové RT	T = 0,155 a 0,457 D = 0,051 - 0,3 N = 60 - 1200 φ = 0,5	$\rho_d = 761 - 1\ 101$ $\rho_c = 1\ 000$ $\mu_d = 0,578 - 3,91$ $\mu_c = 1$ $\sigma = 2,1 - 49$	Technika přenosu světla Pořizování snímků	$\frac{d_{32}}{D} = C(D/T)^{-b} W e^{-0,36}$
[73]	Vsádkový systém Různé systémy olej/voda 4 - lopatkové vrtulové míchadlo 6 - lopatkové RT	T = 0,178 a 0,381 D = 0,058 - 0,245 N = / φ = 0 - 0,2	$\rho_d = /$ $\rho_c = /$ $\mu_d = /$ $\mu_c = /$ $\sigma = 35 - 40$	Technika přenosu světla	$\frac{d_{32}}{D} = 0,06(1 + 3,75\varphi_d) W e^{-0,6}$ (lopatkové míchadlo) $\frac{d_{32}}{D} = 0,06(1 + 9\varphi_d) W e^{-0,6}$ (RT)
[74]	Vsádkový systém Vrtulové míchadlo	T = 0,29 D = 0,127 N = 156 - 630 φ = 0,05	$\rho_d = /$ $\rho_c = /$ $\mu_d = 22,5$ $\mu_c = 0,4$ $\sigma = /$	Odebírání vzorků	$\frac{d_{32}}{D} = C W e^{-0,6}$ (Kontrolované rozbíjení kapek) $\frac{d_{32}}{D} = C(\sigma D)^{-3/8} W e^{-3/8}$ (Kontrolovaná koalescence kapek)
[7]	Vsádkový systém Různé systémy olej/voda 6 - lopatkové RT	T = 0,1 - 0,457 D = 0,051 - 0,152 N = 80 - 1 000 φ = 0,001 - 0,005	$\rho_d = 703 - 1\ 101$ $\rho_c = 997 - 1\ 001$ $\mu_d = 0,52 - 25,8$ $\mu_c = 0,89 - 1,27$ $\sigma = 4,75 - 48,3$	Pořizování snímků	$\frac{d_{32}}{D} = 0,053 W e^{-0,6}$ $d_{32} = 0,64 d_{max}$

[75]	Vsádkový systém 6 - lopatkové RT Modifikovaná turbína	T = 0,222 a 0,305 D = 0,032 – 0,1 N = 252 – 2 000 $\varphi = 0 - 0,015$	$\rho_d = 692$ $\rho_c = 1\ 005$ $\mu_d = 0,51$ $\mu_c = 0,99$ $\sigma = 41,8$	Odebírání vzorků Coulter counter	$\frac{d_{32}}{D} = 0,0524 We^{-0,6}$ $d_{32} = 0,38 d_{max}$
[76]	Vsádkový systém Různé systémy olej/voda 6 - lopatkové RT Modifikovaná turbína	T = 0,3 D = 0,1 N = 252 – 450 $\varphi = 0,05 - 0,3$	$\rho_d = 783 - 838$ $\rho_c = 972 - 998$ $\mu_d = 0,59 - 3,3$ $\mu_c = 1 - 1,28$ $\sigma = 1,9 - 50$	Pořizování snímků (In – situ)	$\frac{d_{32}}{D} = 0,051(1 + 3,14\varphi_d)We^{-0,6}$ $d_{32} = 0,7 d_{max}$
[77]	Vsádkový systém 6 - lopatkové RT	T = 0,125 – 1,2 D = 0,375 – 0,4 N = / $\varphi = 0,04 - 0,35$	$\rho_d = /$ $\rho_c = 998$ $\mu_d = /$ $\mu_c = /$ $\sigma = 8,5 - 49,5$	Odebírání vzorků (Stabilizace vzorků)	$\frac{d_{32}}{D} = 0,047(1 + 2,5\varphi_d)We^{-0,6}$
[78]	Vsádkový systém 6 - lopatkové RT	T = 0,29 D = 0,1 N = 138 - 498 $\varphi = 0,025 - 0,34$	$\rho_d = 1\ 055$ $\rho_c = 1\ 000$ $\mu_d = /$ $\mu_c = 1$ $\sigma = 41$	Pořizování snímků (In – situ) Odebírání vzorků (Stabilizace vzorků)	$\frac{d_{32}}{D} = 0,058(1 + 5,4\varphi_d)We^{-0,6}$
[79]	Vsádkový i kontinuální systém 8 různých systémů olej/voda Nádoba bez narážek 6 - lopatkové RT	T = 0,245 a 0,372 D = 0,0762 a 0,127 N = 150 - 620 $\varphi = 0,079 - 0,593$	$\rho_d = 831 - 997$ $\rho_c = 831 - 997$ $\mu_d = 0,722 - 7,43$ $\mu_c = 0,722 - 7,43$ $\sigma = 3,76 - 36$	Technika přenosu světla (In – situ)	$d_{32} = 10^{(-2,316+0,672\varphi)} v_c^{0,0722} \varepsilon^{-0,194} (\sigma g_c / \rho_c)^{0,196}$ <p style="text-align: center;">(Vsádkový systém)</p> $d_{32} = 10^{(-2,316+0,732\varphi)} v_c^{0,047} \varepsilon^{-0,204} (\sigma g_c / \rho_c)^{0,274}$ <p style="text-align: center;">(Kontinuální systém)</p>
[55]	Vsádkový systém 3 různé systémy kapalina - kapalina 6 - lopatkové RT	T = 0,3 D = 0,1 a 0,15 N = 126 - 450 $\varphi = 0,05$	$\rho_d = 783 - 838$ $\rho_c = 972 - 998$ $\mu_d = 0,59 - 3,3$ $\mu_c = 1 - 1,28$ $\sigma = 1,9 - 50$	Fotoelektrická sonda (In – situ)	$d_{32} = C(\sigma/\rho_c \varepsilon_{avg} t_{circ})^{0,6}$
[80]	Kontinuální systém 6 - lopatkové RT	T = 0,245 D = 0,1 N = 192 - 312 $\varphi = 0,025 - 0,15$	$\rho_d = 972$ $\rho_c = 1\ 000$ $\mu_d = 1,3$ $\mu_c = 1$ $\sigma = 43$	Pořizování snímků (In – situ)	$\frac{d_{32}}{D} = 0,081(1 + 4,47\varphi_d)We^{-0,6}$ $d_{32} = 0,67 d_{max}$

[81]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina Čtvercová nádoba bez narážek 6 - lopatkové RT	T = 0,152 D = 0,051 N = 500 - 900 φ = 0,05 – 0,5	ρ _d = 783 - 829 ρ _c = 986 - 997 μ _d = 2,05 – 8,6 μ _c = 0,89 – 1,19 σ = 1,9 – 34,5	Pořizování snímků (In – situ)	$\frac{d_{32}}{D} = 0,058(1 + 3,6\varphi_d)We^{-0,6}$ $d_{32} = 10^{(-3,18+0,74\varphi)}\varepsilon_{avg}^{-0,2755}(\sigma/\rho_c)^{0,1787}$
[82]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina 6 - lopatkové RT	T = 0,127 D = / N = 150 - 822 φ < 0,003	ρ _d = 879 - 922 ρ _c = 1 000 μ _d = 0,78 – 1 500 μ _c = 0,97 σ = 22	Pořizování snímků (In – situ)	$\frac{d_{max}}{d_{max,0}} = (1 + 9Vi')^{3/5}$ $d_{max,0} \text{ když } Vi' \rightarrow 0$
[54]	Použity experimentální data jiných autorů				$d_{32} = C \left(\frac{\sigma}{\rho}\right)^{0,6} \varepsilon_i^{-0,4}$
[83]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina 6 - lopatkové RT	T = 0,145 D = 0,0725 N = 200 - 600 φ = 0,02	ρ _d = 880- 1 470 ρ _c = 780 a 1 000 μ _d = newtonské μ _c = 1 a 2,1 σ = 20, 45,2 a 50	Odebírání vzorků	$\frac{d_{max}}{D} = 0,125(1 + 4\varphi_d)^{1,2}We^{-0,6}$ (Korelace založené na Voigtově modelu)
[8]	Vsádkový systém Různé systémy olej/voda 6 - lopatkové RT	T = 0,142 – 0,391 D = 0,071 – 0,196 N = 56 – 357 φ < 0,0015	ρ _d = 960 - 970 ρ _c = 997 μ _d = 96 - 486 μ _c = 0,893 σ = 37,8	Pořizování snímků (In – situ)	$\frac{d_{32}}{d_0} = \left[1 + 11,5 \left(\frac{\rho_c}{\rho_d}\right)^{1/2} \frac{\mu_d \varepsilon^{1/3} d_{32}^{1/3}}{\sigma} \right]^{5/3}$ $d_{32} = 0,48 d_{max}$
		T = 0,142 – 0,391 D = 0,071 – 0,196 N = 56 – 357 φ < 0,0015	ρ _d = 971 - 975 ρ _c = 997 μ _d = 971 – 10 510 μ _c = 0,893 σ = 37,8		$\frac{d_{32}}{D} = 2,1 \left(\frac{\mu_d}{\mu_c}\right)^{3/8} \left(\frac{\rho_c ND^2}{\mu_c}\right)^{-3/4}$ $d_{32} = 0,6 d_{max}$
[56]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina 6 - lopatkové RT	T = 0,142 – 0,312 D = 0,071 – 0,156 N = 84 – 282 φ < 0,002	ρ _d = 834 - 986 ρ _c = 792 - 997 μ _d = 0,81 - 459 μ _c = 0,52 – 0,89 σ = 0,21 – 47	Pořizování snímků (In – situ)	$\frac{d_{32}}{D} = 0,066We^{-0,66} \left[1 + 13,8Vi^{0,82} \left(\frac{d_{32}}{D}\right)^{0,33} \right]^{0,59}$ $Vi = \left(\frac{\rho_c}{\rho_d}\right)^{1/2} \frac{\rho ND}{\sigma}$

[58]	Použity experimentální data z předchozích studií a Arai et al. (1977) a Sprow (1967a) 6 - lopatkové RT	T = 0,142 – 0,391 D = 0,071 – 0,196 N = 56 – 2 004 $\varphi < 0,005$	$\rho_d = 692 - 1\ 101$ $\rho_c = 792 - 1\ 005$ $\mu_d = 0,51 - 520$ $\mu_c = 0,52 - 1,27$ $\sigma = 0,21 - 48,3$		$\frac{d_{32}}{D} = 0,054(1 + 3\varphi_d)We^{-0,66}$ $\left[1 + 4,42(1 + 3\varphi_d)Vi \left(\frac{d_{32}}{D} \right)^{1/3} \right]^{3/5}$
[84]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina 6 - lopatkové RT	T = / D = / N = 407,7 – 517,2 $\varphi = 0,1$	$\rho_d = 834 - 986$ $\rho_c = 792 - 997$ $\mu_d = 1 - 1\ 000$ $\mu_c = 0,55 - 0,89$ $\sigma = 0,81 - 1\ 040$	Pořizování snímků systému proudícího kapilárou (Analyzátor částic, In - situ)	$\frac{d_{32}}{D} = 0,118We^{-0,4}\varphi_d^{0,27} \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)^{-0,056}$
[85]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina 6 - lopatkové RT	T = 0,25 D = 0,125 N = 78 – 360 $\varphi = 0,0045 - 0,36$	$\rho_d = 810$ $\rho_c = 972$ $\mu_d = 17$ $\mu_c = 0,356$ $\sigma = 17,9$	Odebírání vzorků Stabilizace disperze nasáváním do chlazené vody s následným snímkováním pod Mikroskopem	$\frac{d_{32}}{D} = 0,095N_p^{-2/5}We^{-0,6}(1 + 2,5\varphi_d^{2/3}) \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)_d^{1/5} \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)_c^{1/8}$ $d_{32} = 0,5 d_{max}$ <p>(region rozpadu kapek)</p>
					$\frac{d_{32}}{D} = 0,035N_p^{-1/4}We^{-3/8}D^{3/8}(1 + 3,5\varphi_d^{3/4}) \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)_d^{1/5} \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)_c^{1/8}$ $d_{32} = 0,45 d_{max}$ <p>(region koalescence kapek)</p>
[86]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina 6 - lopatkové RT	T = 0,25 D = 0,125 N = 78 – 360 $\varphi = 0,0045 - 0,36$	$\rho_d = 810$ $\rho_c = 972$ $\mu_d = 17$ $\mu_c = 0,356$ $\sigma = 17,9$	Odebírání vzorků Stabilizace disperze nasáváním do chlazené vody s následným snímkováním pod Mikroskopem	$\frac{d_{32}}{D} = 0,095N_p^{-2/5}We^{-0,6} \left(\frac{T}{T_0} \right)^{-2/5}$ $\left[1 + 2,5 \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/2} \varphi_d^{2/3} \right] \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)_d^{1/5} \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)_c^{1/8}$ <p>(region rozpadu kapek)</p>
					$\frac{d_{32}}{D} = 0,035N_p^{-1/4}We^{-3/8} \left(\frac{T}{T_0} \right)^{-1/4}$ $\left[1 + 3,5 \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/2} \varphi_d^{3/4} \right] \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)_d^{1/5} \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right)_c^{1/8}$ <p>(region koalescence kapek)</p>

[87]	Vsádkový systém Různé systémy olej/voda Přítomnost suspendačního čínidla 4 - lopatkové RT	T = 0,15 D = 0,075 N = 150 – 300 φ = 0,01 – 0,03	ρ _d = 879,2 a 901,4 ρ _c = 988,1 a 997,1 μ _d = 0,4591 a 0,7303 μ _c = 0,5502 a 0,9147 σ = 7,4 a 11,5	Odebírání vzorků (Analyzátor částic)	$\frac{d_{32}}{D} = 0,056(1 + 10,97\varphi_d)We^{-0,6}$
[88]	Vsádkový systém 6 - lopatkové RT	T = / D = / N = 93 – 798 φ = 0,01	ρ _d = / ρ _c = / μ _d = / μ _c = / σ = /	Odebírání vzorků (pořizování snímků)	$\frac{d_{32}}{D} = 5 \times 10^4 (We^3 Nt)^{-\frac{1}{4}}$
[9]	Vsádkový systém Systémy olej/voda 6 - lopatkové RT, A310, HE3 a PBT	T = 0,24 D = 0,048 - N = 357 -1694 φ = 0,03	ρ _d = 1050 ρ _c = 998 μ _d = / μ _c = / σ = 45	PDPA (phase doppler particle analyzer)	$\frac{d_{32}}{D} = 118,6(\epsilon_{max}ND^2)^{-0,27}$ $d_{32} = 0,42 - 0,69 d_{max}$
[10]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina 6 - lopatkové RT, HE3, CS	T = 0,15 D = 0,075 N = 180 - 480 φ = 0,005 – 0,1	ρ _d = 1 102 -1 106 ρ _c = / μ _d = 1 μ _c = 1 σ = 33,4 – 33,8	Pořizování snímků (In – situ)	$d_{32} \approx \epsilon^b$ $b = -0,47 \text{ až } 0,72$ $\frac{d_{max}}{d_{32}} = 1,61 \text{ až } 2,2$
[89]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina Dvojitě kryté čerpací míchadlo	T = 0,25 D = 0,15 N = 250 - 350 φ = 0,006 – 0,018	ρ _d = 815 – 830 ρ _c = 1 021 – 1 030 μ _d = 1,384 – 3,211 μ _c = 0,855 – 1,054 σ = 13,3 – 23,9	Odebírání vzorků s následným rychlým ochlazením v ledové lázni, aby se kapky zmrazily.	$\frac{d_{32}}{D} = 0,353We^{-0,6}$
[90]	Vsádkový systém 2 různé systémy kapalina – kapalina PBTU	T = / D = 0,045 – 0,144 N = 600 - 900 φ = 0,1 – 0,6	ρ _d = 925 ρ _c = 1 020 a 1 050 μ _d = 1,718 a 2,08 μ _c = 0,947 a 1,068 σ = 10 a 13,4	Laserový granulometr	$\frac{d_{32}}{D} = 0,28We^{-0,6}(1 + 0,92\varphi_d)$ (rychle koaleskující systém) $\frac{d_{32}}{D} = 0,14We^{-0,6}(1 + 0,48\varphi_d)$ (pomalu koaleskující systém)

					$\frac{d_{32}}{D} = f(\varphi_d) W e^{-n(\varphi_d)/2}$
[11]	Vsádkový systém Systém kerosin/voda 2, 4, 6 a 8 lopatkové turbínové míchadlo	T = 0,3 D = 0,1 N = 250 - 560 $\varphi = 0,01 - 0,07$	$\rho_d = 794$ $\rho_c = /$ $\mu_d = 0,93$ $\mu_c = /$ $\sigma = 38,7$	Pořizování snímků kamera - stereoskop (In - situ)	$d_{32} \approx N^{-b}$ (b = 0,62 až 1,23)
[91]	Vsádkový systém Systém kerosin/voda 6 lopatkové RT, otevřené míchadlo	T = / D = / N = / $\varphi = 0,01 - 0,1$	$\rho_d = 794$ $\rho_c = /$ $\mu_d = 0,93$ $\mu_c = /$ $\sigma = 38,7$	Pořizování snímků – kamera - stereoskop (In - situ)	$d_{32} \approx N^{-b}$ (b = 0,61 až 1,03)
[92]	Vsádkový systém Systém olej/voda ST a PBT v kombinaci s kotvovým míchadlem	T = 0,2 D = 0,05 N = 1 100 – 3 000 $\varphi = 1$	$\rho_d = 759 - 967$ $\rho_c = 1 030 - 1 040$ $\mu_d = 0,49 - 350$ $\mu_c = /$ $\sigma = 11,6 - 13,2$	Odebírání vzorků a stabilizace	$\frac{d_{32}}{D} = 0,187 W e^{-0,6}$ (vyšší μ_d) $\frac{d_{32}}{D} = 0,183 W e^{-0,64}$ (nižší μ_d) $d_{32} = 48 (ND)^{-0,73}$
[93]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina 6 lopatkové RT	T = 0,15 D = 0,075 N = 150 – 300 $\varphi = 0,01 - 0,031$	$\rho_d = 999 - 1 001$ $\rho_c = 997 - 998$ $\mu_d = 1,718 - 2,08$ $\mu_c = 0,947 - 1,068$ $\sigma = 7,4 - 11,5$	Pořizování snímků (In - situ)	$\frac{d_{32}}{D} = 0,0165 W e^{-0,4} (1 + 11,94 \varphi_d)$ $\frac{d_{32}}{D} = 0,056 W e^{-0,6} (1 + 10,97 \varphi_d)$
[30]	Vsádkový systém Různé systémy kapalina – kapalina A200	T = 0,2 D = 0,095 N = 175 – 250 $\varphi = 0,026 - 0,11$	$\rho_d = 908 - 929$ $\rho_c = 1 000$ $\mu_d = 45,35 - 58,6$ $\mu_c = 1$ $\sigma = 31,3 - 62,77$	FBRM – metoda lomu paprsku (In - situ)	$d_{32} \approx W e^b$
[14]	Vsádkový systém 3 různé systémy olej/voda 6 lopatkové RT a PBT	T = 0,21 D = 0,07 – 0,055 N = 280 – 1304 $\varphi = 0,02 - 0,091$	$\rho_d = 991 - 1240$ $\rho_c = 750 - 862$ $\mu_d = 1 - 2,2$ $\mu_c = 0,88 - 3,79$ $\sigma = 20,6 - 39,5$	FBRM – metoda lomu paprsku (In - situ)	$\frac{d_{32}}{D} = 8,25 \left(\frac{P^2 \rho_c}{D \sigma^3} \right)^{-0,372} \left(\frac{g \mu_c^4 \Delta \rho}{\sigma^3 \rho_c^2} \right)^{-0,394} \left(1 + \frac{\mu_c}{\mu_d} \right)^{-2,023} \varphi_d^{0,72}$

5 Časový vývoj Sauterova středního průměru d_{32}

Existuje mnoho studií zaměřených na predikci Sauterova středního průměru d_{32} v ustáleném - rovnovážném stavu v systému nemísitelných kapalin v míchaných nádobách [94, 95]. Tyto studie se liší zkoumanými systémy, fyzikálními a procesními parametry a geometriemi, ale jen málo studií se zabývalo časovým vývojem Sauterova středního průměru kapek během dispergace [26].

Chang [96] navrhl empiricky založený model pro časový vývoj d_{32} pro nevázké oleje dispergované ve vodě v následujícím tvaru:

$$\frac{d_{32}}{d_{32eq}} = \left(\frac{C_{14}}{N t} \right)^{1/6}, \quad (5.1)$$

kde d_{32} je hodnota Sauterova středního průměru v čase t , d_{32eq} je hodnota Sauterova středního průměru v ustáleném stavu, a součin $N t = t^*$ je bezrozměrný čas, C_{14} je parametr modelu. Chang [96] uvádí pro jím studovaný systém konstantu modelu (5.1) $C_{14} = 3\,800$ s platností pro rozsah bezrozměrného času $100 < t^* < 3\,800$.

Chang [96] dále použil pro systémy kapalina-kapalina, u nichž dynamická viskozita dispergované fáze byla v rozsahu $0,04 < \mu_d < 0,14$ Pa.s. Model časového vývoje d_{32} byl popsán vztahem:

$$\frac{d_{32}}{d_{32eq}} = \left(\frac{C_{15}}{N t} \right)^{1/6} \quad (5.2)$$

Chang [96] uvádí pro jím studovaný systém konstantu modelu (5.2) $C_{15} = 21\,000$ s platností pro rozsah bezrozměrného času $100 < t^* < 21\,000$. Z matematického hlediska má model (5.1) resp. (5.2) charakter hyperbolické funkce. Pro ustálené podmínky, tj. $t \rightarrow \infty$, model predikuje hodnotu poměru $d_{32}/d_{32eq} \rightarrow 0$, což je fyzikálně nesmyslné. Z tohoto pohledu je tento empirický model pro popis časové závislosti d_{32} nevhodný.

Hong a Lee [97] navrhli empiricky založený model kinetiky d_{32} v následujícím tvaru:

$$\frac{d_{32}}{d_{32eq}} = 1 + \alpha \exp(\beta t), \quad (5.3)$$

kde α a β [-] jsou parametry modelu. Tento model lze považovat za fyzikálně vhodnější, neboť pro ustálené podmínky, tj. $t \rightarrow \infty$, model predikuje hodnotu poměru $d_{32}/d_{32eq} \rightarrow 1$, což je fyzikálně správně. Model byl ověřen pro pět disperzních systémů v nádobě s plochým dnem opatřené nárážkami míchané Rushtonovou turbínou.

5.1 Doba dispergace potřebná k dosažení rovnováhy

Většina průmyslových procesů využívajících nekoalescenční systémy kapalina-kapalina je provozována z hlediska časového vývoje velikosti kapky v přechodovém stavu, kdy je proces často ukončen dříve, než je dosaženo rovnováhy – ustáleného stavu. Podmínky ustáleného stavu (rovnováhy) jsou dosaženy rychleji v koalescenčních systémech. Oblast maximální disipace energie v míchané nádobě je soustředěna pouze v oblasti míchadla, a tak je doba k dosažení rovnováhy poměrně dlouhá [98]. Hong a Lee [97, 99] provedli 181 experimentů zahrnující pět různých systémů kapalina-kapalina a dvě velikosti míchaných nádob. Na základě výsledků experimentálních měření byl Hongem a Lee [97, 99] odvozen vztah pro dobu dosažení rovnováhy, platný pro rozsah objemové frakce dispergované fáze $0,05 < \varphi_d < 0,20$, v následujícím tvaru:

$$Nt_{eq} = C_{16} \left(\frac{D}{T} \right)^a \left(\frac{We}{Re} \right)^b \left(\frac{\mu_d}{\mu_c} \right) Fr^c, \quad (5.4)$$

kde C_{16} , a , b a c jsou konstanty, We je Weberovo číslo míchadla, Re je Reynoldsovo číslo míchadla a Fr je Froudeho číslo míchadla. Hong a Lee [99] uvádí pro jím studované systémy konstanty vztahu (5.4) $C_{16} = 1\,995,3$, $a = -2,37$, $b = 0,97$ a $c = -0,66$.

6 Rozdělení velikosti kapek

Velikosti kapek závisí na mnoha faktorech. Jednak je ovlivněna intenzitou míchání, lokálním stavu turbulentního proudění a jeho intenzitou, které závisí na typu míchadla, geometrii míchaného systému a provozních podmínkách. Závisí také na fyzikálních a mezifázových vlastnostech, které jsou často ovlivněny přítomností povrchově aktivních látek, suspenčních činidel a nečistot. Pro žádný systém nejsou velikosti kapek uniformní, velikost kapek je v určitém rozsahu, který je závislý na způsobu dispergace.

Chen a Middleman. [7] popisovali rozdělení velikosti kapek (dále ve zkratce DSD z anglického překladu *drop size distribution*) pomocí objemové frekvenční funkce $f_v(d_i)$ definované vztahem:

$$f_v(d_i)Dd_i = \frac{n_i d_i^3}{\sum_{i=1}^M n_i d_i^3}, \quad (6.1)$$

kde d_i je průměr kapky a n_i je počet kapek. Nejprve byla zkontrolována objemová frekvenční funkce, aby se zjistilo, zda byly kapky rozděleny podle normálního rozdělení, a poté byla vynesena kumulativní objemová distribuční funkce $F_v(d_i)$:

$$F_v(d_i)Dd_i = \frac{\sum_{j=1}^i n_j d_j^3}{\sum_{i=1}^M n_j d_j^3} \quad (6.2)$$

Výsledky pro jakákoli data byly vyneseny v logaritmických souřadnicích jako přímka, což poukazuje na normálové rozdělení. Mezi výsledky ve zkoumaných geometriích míchaného systému však existoval významný rozdíl. Z tohoto důvodu byla distribuční funkce normalizována k d_{32} průměru:

$$F_v(d_i/d_{32}) = \frac{1}{0,23\sqrt{2\pi}} \exp \left[-9,2 \left(\frac{d_i}{d_{32}} - 1,06 \right)^2 \right] \quad (6.3)$$

Několik autorů zjistilo, že v některých případech jsou DSD bimodální (mají dva vrcholy frekvenční křivky), ale většina DSD je unimodálních (má pouze jeden vrchol frekvenční křivky). Wang a Calabrese [56] jako Chen a Middleman [7] pozorovali ve zředěných systémech normálové rozdělení. Podobné výsledky uvádí Calabrese a kol. [58] pro systémy s nízkou nebo střední viskozitou. Rozdělení velikosti kapek se rozšiřuje se zvyšující se viskozitou kapek, rostoucím mezifázovým napětím a klesajícími otáčkami míchadla [26].

V systémech, které vykazují bimodální DSD, může být distribuce popsána pomocí logaritmicko-normálního rozdělení v následujícím tvaru:

$$f(d) = \frac{1}{d \sigma_{\ln d} \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln d - \overline{\ln d}}{\sigma_{\ln d}} \right)^2 \right], \quad (6.4)$$

kde $\overline{\ln d}$ je střední hodnota logaritmu velikosti kapky ($\ln d$) a $\sigma_{\ln d}$ je standardní odchylka.

Nejjednodušší a nejrychlejší způsob, jak popsat DSD, je metoda využívající momenty, které se aplikují pro uvažované rozdělení, tj. logaritmicko-normálové, Gaussovo nebo exponenciální aj [98]. Rekonstrukce distribuce, která zná pouze konečný počet svých momentů, je nesmírně důležitou, ale v praxi stále nevyřešenou otázkou pro mnoho vědních oborů (chemické a procesní inženýrství, elektronické inženýrství, jaderná fyzika, analýza obrazu, biotechnologie...). V posledních desetiletích bylo navrženo několik metod a do literatury byly zavedeny odpovídající matematické formulace. Nicméně všechny tyto formulace jsou obecně omezeny na konkrétní, často

jednoduché případy a vyžadují specifické předpoklady [100]. Rekonstrukce DSD založená na předpokládaném rozdělení je v tom případě poměrně účinná a rychlá metoda. Jako ilustrativní příklad je uvedeno použití momentů pro logaritmicke-normálové rozdělení:

$$f(d) = \frac{1}{d \sigma_g \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{\ln^2\left(\frac{d}{\bar{d}_g}\right)}{2 \ln^2 \sigma_g}\right), \quad (6.5)$$

kde Gaussova střední velikost kapek je:

$$\bar{d}_g = \frac{\bar{d}}{\exp(0,5 \ln^2 \sigma_g)}, \quad (6.6)$$

kde Gaussova standardní odchylka je:

$$\sigma_g = \exp(\sqrt{\ln(c_v^2 + 1)}) \quad (6.7)$$

Střední velikost kapky:

$$\bar{d} = \frac{m_1}{m_0} \quad (6.8)$$

Variační koeficient:

$$c_v = \sqrt{\frac{m_0 m_2}{m_1^2} - 1} \quad (6.9)$$

těchto několik obecných distribučních vlastností musí být nejprve definováno z hlediska prvních tří momentů m_i ($i = 0, 1, 2$). Při modelování vícefázového systému, kde je klíčovým parametrem velikost kapek dispergovaného systému, může ve většině případů pro popis distribuce velikosti kapek stačit jen několik prvních momentů [101–103]. I-tý moment je definován jako:

$$m_i = \int_0^\infty \theta_j n(\theta) d\theta, \quad (6.10)$$

kde θ_j je funkce četnostní hustoty j -tého třídícího intervalu, která je definována vztahem:

$$\theta_j = \frac{p_j}{d_j}, \quad (6.11)$$

kde p_j je funkce relativní četnosti j -tého třídícího intervalu, a d_j je rozsah j -tého třídícího intervalu.

6.1 Distribuce velikosti kapek v různých místech nádoby

Studie za poslední dvě desetiletí ukázaly, že v různých oblastech míchaných nádob existují velké rozdíly v rychlosti disipace energie [104–106]. Kvůli nerovnoměrnému rozložení rychlosti disipace turbulentní energie objemu míchané nádoby lze očekávat různé střední velikosti kapek a různé rozdělení velikosti kapek v různých místech míchané nádoby. Zhou a Kresta [107] měřily DSD v pěti radiálních rovinách nádoby při podmínkách $Re < 5 \times 10^4$ (dvě z nich byly umístěny nad míchadlem, jedna těsně pod lopatkami míchadla, a jedna v polovině mezi dnem nádrže a lopatkami

míchadla), a pro $Re > 5 \times 10^4$ v jedné radiální rovině těsně pod lopatkami míchadla. Autoři uvádějí, že pro získání relevantní střední velikosti kapky reprezentující dispergovaný systém je třeba vhodně zvolit polohu odběru vzorku nebo snímané oblasti [107]. Většina experimentálních měření velikosti kapek jsou však prováděna pouze v jedné poloze/oblasti dispergovaného systému. Tato oblast bývá umístěna zpravidla ve výstupním proudu míchadla, kde je disipace a rychlost smykové deformace nejvyšší. Je tak otázkou, nakolik jsou zde získané výsledky reprezentativní pro celý disperzní systém. Velikost kapek a jejich rozdělení by kromě podmínek a parametrů systému může také ovlivňovat způsob injektáže dispergované fáze do systému, nebo počet naměřených kapek, z kterých jsou DSD konstruovány. Pro různé techniky měření je uváděný potřebný počet vyhodnocených kapek různý a pozorovaný rozsah velikostí kapek také různý [108, 109]. Někteří autoři uvádějí, že pro relevantní DSD je třeba minimálně 500 kapek [26, 108, 110]. V minulosti byly počty a velikost kapek vyhodnocovány manuálně z fotografických snímků. Počet vyhodnocených kapek by mohl být také ovlivněn polohou/oblastí měření. V Tabulce 3 jsou shrnuty experimentální podmínky měření, při kterých byly DSD vyhodnocovány.

Tabulka 3. Souhrn podmínek experimentálních měření DSD.

Autor	Technika měření	Poloha/Oblast měření	Způsob a poloha injektáže dispergované fáze	Počet naměřených kapek
[89]	Odebírání vzorků s následným rychlým ochlazením v ledové lázni, aby se kapky zmrazily.	Vrchní část výstupního proudu z míchadla	Rychle	min. 400
[14]	FBRM (focus beam refractive measurement)	3 oblasti 5 cm od osy nádoby 6,5, 11,5 a 16,5 cm od dna nádoby	Po ustálení hydrodynamických podmínek do oblasti míchadla	min. 300
[92]	Odebírání vzorků a stabilizace	1 cm od vnější hrany míchadla na výstupním proudu míchadla	Do oblasti míchadla Na hladinu před začátkem procesu	-
[107]	PDPA (phase doppler particle analyzer)	4 axiálně x 5 nebo 6 radiálně umístěných oblastí pro $Re < 5 \times 10^4$ 1 axiálně x 5 nebo 6 radiálně umístěných oblastí pro $Re > 5 \times 10^4$	-	min. 4 000
[111]	Odebírání vzorků a stabilizace	-	Před začátkem procesu na hladinu	min. 3 000
[13]	Video sonda s OA in-situ	5 cm nad míchadlem	-	min. 5 000
[112]	Neinvazivní pořizování snímků – in-situ a OA	-	-	prům. 200
[113]	Odebírání vzorků a stabilizace – Pořizování snímků stabilizované emulze - OA	2 polohy - v rovině míchadla a v rovině uprostřed mezi míchadlem a dnem nádoby	Mixer – settler	min. 300

[114]	Neinvazivní pořizování snímků – in-situ	14 oblastí – různé polohy v souřadnicích x, y a z	-	1 500
[75]	Odebírání vzorků – Coulter counter	Různé polohy v nádobě – nejvíce v blízkosti hrany míchadla	Systém kapalina-kapalina přidán do nádoby před začátkem procesu	-

7 Metody měření velikosti kapek

Techniky měření lze rozdělit do dvou hlavních skupin [13], nepřímé metody měření ex-situ a přímé metody in-situ. Nepřímá metoda měření ex-situ je založena na principu odběru vzorku emulze z dispergovaného systému [14]. Tato metoda je nejčastěji využívána pro systémy s vyšší koncentrací dispergované fáze, kde nedochází jen k rozpadu kapek, ale také ke koalescenci kapek [15]. Odebrané vzorky emulze je obvykle nutné stabilizovat, aby nedocházelo ke koalescenci mimo dispergovaný systém [65, 115]. Nevýhodou této metody je její časová náročnost pro získání potřebného počtu naměřených kapek pro vyhodnocení.

Přímé metody in-situ lze dále rozdělit na invazivní a neinvazivní metody. Invazivní metoda měření využívá optickou sondu, umístěnou přímo v dispergovaném systému, která však ovlivňuje rychlostní pole, což je nevýhoda této metody. Jako optická sonda se využívá endoskop [116, 117], nebo video sonda [13]. Neinvazivní metoda měření využívá buď vysokorychlostní záznam snímků disperze ve zkoumané oblasti, z nichž jsou posléze různými metodami vyhodnocovány velikosti zachycených kapek [16, 17], nebo interferometrické zobrazování částic a jejich stínování [18]. Dále lze mezi in-situ neinvazivních metod zařadit tomografické techniky založené na elektrické impedanci [19], nebo elektrickém odporu [20], které se používají k měření radiálních a axiálních profilů objemové frakce. V rámci této práce bylo záměrem použít neinvazivní metodu měření, z tohoto důvodu je rešerše dále zaměřena pouze na tento typ metody.

7.1 Neinvazivní pořizování snímků

Calabrese a kol. [8] a Wang a Calabrese [56] jako první použili tuto techniku měření pomocí záznamu snímků disperze. Kamera byla zaostřena mírně nad oblastí míchadla, a vysokorychlostní záblesková jednotka byla upevněna přímo na protější straně nádoby (mimo nádobu). Vodou naplněný plexi box, v kterém byla umístěna míchaná nádoba, sloužil jako akumulární vodní lázeň s konstantní teplotou, a zároveň jako prostředek k eliminaci optického zkreslení válcové stěny míchané nádoby. Tato technika je však použitelná v poměrně nízkých objemových frakcích dispergované fáze, $\varphi_d < 0,0015$ dle Calabrese a kol. [8] resp. $\varphi_d < 0,002$ dle Wang a Calabrese [56]. Velikosti kapek v systému během dispergace byly stanoveny z fotografií disperze. Tento způsob pak byl použit dalšími autory, např. [118–120].

Kuriyama a kol. [121] použili dvě fotografická uspořádání k měření velikosti kapek s kolmými osami pozorování pro různé systémy kapalina-kapalina. Při uspořádání, kdy byly fotografie pořizovány z boku nádoby v horizontálním směru, se kapky na snímcích překrývaly, takže bylo obtížné identifikovat každou kapku jednotlivě. Aby se to eliminovalo, byly snímky také pořizovány ve vertikálním směru mezi skleněnými sondami v horní a spodní části nádoby. Srovnání výsledků získaných z fotografií pořízených ve směru z boční stěny ukázalo určité nesrovnalosti. Četnost kapek, které se dostaly do oblasti v nádobě, závisela na velikosti snímané oblasti. Ukázalo se, že záleží také na umístění snímané oblasti v nádobě, především hloubce/vzdálenosti oblasti od stěny míchané nádoby, která by měla být alespoň 3 cm [122], neboť hydrodynamické podmínky v oblasti u stěn nádoby mohou ovlivňovat distribuci velikosti kapek [123].

V posledních dekádách se k vyhodnocování velikosti kapek ze snímků pořízených in-situ metodou měření využívá metoda obrazové analýzy (OA, IA – Image analysis). V literatuře často nejsou popsány jak metodika, tak parametry vyhodnocení OA. Metodika vyhodnocení snímků pomocí obrazové analýzy je část, která je při použití této metody experimentálního měření stále ve vývoji [13, 112, 113, 122]. Přesnost vyhodnocování velikosti kapek silně závisí na kvalitě

pořízených snímků. Kvalita pořízených snímků ovlivňuje detekci hran [112]. Kvalita snímků je přímo ovlivněna parametry systému pořizování snímků. Ukázalo se, že i když je k zaznamenávání snímků k dispozici vysokorychlostní kamera s vysokou rychlostí zaznamenávání snímků, při dobré světelnosti, a minimálních rychlostech závěrky, tak je nebytné, mít světelný zdroj, který bude splňovat přísné požadavky (usměrněné záření, vysoká frekvenci světelného toku, vysoká intenzita světelného toku, nízká intenzita tepelného toku) na kvalitu pořízených snímků [122]. Pro tuto metodu byl testováno mnoho světelných zdrojů.

8 Shrnutí a zhodnocení kritické rešerše

Na základě literárního přehledu uvedeného v této části práce, byly identifikovány následující otevřené otázky a problémy související s experimentálním výzkumem dispergace nemísitelných kapalin v mechanicky míchaných nádobách:

V oblasti kinetiky dispergace:

- **Disperzní systém po dispergaci v mechanicky míchaných nádobách je nejčastěji popisován pomocí Sauterova středního průměru.**
 - V literatuře se vyskytuje mnoho korelací stanovených z experimentálních dat pro výpočet Sauterova středního průměru d_{32} pro různé systémy nemísitelných kapalin v mechanicky míchaných nádobách, v závislosti na fyzikálních vlastnostech systému, charakteru systému, geometrii nebo podmínkách měření.
 - Výsledné rozdělení velikosti kapek je tak vyjádřeno pomocí jednoho parametru, z něhož však nelze zpětně zrekonstruovat rozdělení.
 - V případě nízké viskozity dispergované fáze lze zanedbat vnitřní vazké síly v kapce.
 - V případě plně nevyvinuté turbulence může rozpad kapek probíhat v intermitentním turbulentním proudění.
 - Dispergační experimenty v mechanicky míchaných nádobách probíhají tak, že dispergovaná fáze je vstříknuta do kontinuální fáze a po předpokládaném ustavení rovnováhy je disperze analyzována.
 - Většina korelací byla experimentálně stanovena pro dispergaci pomocí Rushtonovy turbíny, ale existuje jen pár studií zabývajících se dispergací pomocí zubového míchadla.
- **Sauterův střední průměr a jeho korelace na procesních parametrech jsou vyhodnocovány pro ustálený stav dispergovaného systému. Časový vývoj velikosti kapek resp. distribuce velikosti kapek je často opomíjen.**
 - Znalost časového vývoje velikosti kapek je nezbytná pro simulaci procesů emulzifikace, polymerizace nebo krystalizace. Důležitým parametrem je také doba potřebná k dosažení rovnováhy systému.
 - V literatuře je pro popis časového vývoje velikosti kapek při dispergaci v mechanicky míchaných nádobách navrženo pouze několik kinetických modelů.
- **Distribuce velikosti kapek (DSD) a kinetika DSD systémů kapalina-kapalina není dostatečně experimentálně sledována. Distribuce velikosti kapek v různých místech nádoby je rozdílná a získané výsledky se liší v závislosti na snímané oblasti/místu odběru vzorku a v důsledku rozdílných hydrodynamických podmínek.**
 - Pro získání relevantní střední velikosti kapky reprezentující dispergovaný systém je třeba vhodně zvolit polohu odběru vzorku nebo snímané oblasti.
 - Většina experimentálních měření velikosti kapek jsou prováděna pouze v jedné poloze/oblasti dispergovaného systému. Tato oblast bývá umístěna zpravidla ve výstupním proudu míchadla, kde je disipace a rychlost smykové deformace nejvyšší.
 - Předpokládá se, že distribuce velikosti částic je stejná v různých místech nádoby pro plně vyvinuté turbulentní proudění, tj. nad hodnotami $Re > 5 \times 10^4$.

- Velikost kapek a jejich distribuci kromě podmínek a parametrů systému může také ovlivňovat způsob injektáže dispergované fáze do systému.

V oblasti experimentální techniky při výzkumu dispergace:

- **Důležitým parametrem pro získání relevantních výsledků je dosažení minimálního počtu identifikovaných kapek.**
 - Pro různé techniky měření je uváděný potřebný počet vyhodnocených kapek různý.
 - Počet vyhodnocených kapek by mohl být také ovlivněn polohou/oblastí měření.
 - Někteří autoři uvádějí, že pro relevantní DSD je třeba minimálně 500 kapek. Někteří autoři vyhodnocují DSD i z nižšího počtu vyhodnocených kapek.
- **Existují dvě hlavní skupiny měřících metod pro stanovení velikosti kapek, nepřímé metody měření ex-situ a přímé metody in-situ. Přímé metody in-situ lze dále rozdělit na invazivní a neinvazivní metody.**
 - Nepřímá metoda měření ex-situ je založena na principu odběru vzorku emulze z dispergovaného systému. Nevýhodou této metody je její časová náročnost pro získání potřebného počtu naměřených kapek pro vyhodnocení.
 - Invazivní in-situ metoda měření využívá optickou sondu, umístěnou přímo v dispergovaném systému, která však ovlivňuje rychlostní pole, což je nevýhoda této metody.
 - Neinvazivní in-situ metoda měření využívá buď vysokorychlostní záznam snímku disperze ve zkoumané oblasti, z nichž jsou posléze různými metodami vyhodnocovány velikosti zachycených kapek, nebo interferometrické zobrazování částic a jejich stínování.
 - Metody založené na in-situ snímkování disperze vyžadují dostatečně transparentní prostředí, čímž je jejich použití limitováno pouze pro systémy s nízkou koncentrací dispergované fáze. Na druhou stranu, výhodou nízkokoncentrovaných systémů je možnost zanedbat koalescenci a předpokládat, že dispergace je ovlivněna pouze hydrodynamikou proudění.
- **V současné době se preferuje neinvazivní metoda měření využívající vysokorychlostní záznam snímku disperze ve zkoumané oblasti. Pořízené snímky jsou vyhodnocovány prostřednictvím tzv. obrazové analýzy (OA).**
 - Zvolená metodika OA závisí na kvalitě pořízených snímků a charakteru systému. Správně zvolená metodika OA zvyšuje přesnost měření velikosti kapek.
 - Typ světelného zdroje a jeho vlastnosti přímo ovlivňují kvalitu pořízených snímku, a tím i způsob jejich následného vyhodnocení.
 - V literatuře je metodika použité OA pro vyhodnocení získaných snímků málokdy dostatečně popsána.
 - V naprosté většině literatury chybí analýza chyb experimentálního měření, a to pro všechny metody měření velikosti. Analýza chyb měření musí být nedílnou součástí jakéhokoli experimentu. Definice nepřesností zvyšuje pojem o relevantnosti výsledků.

9 Cíle disertační práce

Pro výzkum dispergace v mechanicky míchané nádobě byla zvolena neinvazivní ex-situ metoda měření využívající vysokorychlostní záznam snímků disperze ve zkoumané oblasti. Jako modelový systém byl zvolen systém silikonový olej/destilovaná voda o nízké koncentraci silikonového oleje.

Na základě výsledků rešerše byly formulovány následující cíle disertační práce a pracovní hypotézy.

9.1 Kinetika dispergace nemísitelných kapalin

A. Analyzovat a modelovat časový vývoj Sauterova průměru kapky při dispergaci nemísitelných kapalin v mechanicky míchané nádobě při skokové změně otáček míchadla pro zvolené typy míchadel: Rushtonova turbína (RT) a zubové míchadlo (ST).

- Ověřit vhodnost publikovaných modelů časového vývoje velikosti kapek pro zvolený modelový systém.
- Analyzovat přechodové stavy při skokových změnách otáček míchadel a popsat je vhodným kinetickým modelem.

V rámci tohoto cíle předpokládám následující pracovní hypotézu:

- *Při dispergaci při skokové změně otáček míchadla je jednoznačně definován výchozí stav disperze, a to jak distribucí velikosti kapek, tak Sauterovým průměrem. Změny nejsou zatíženy nedefinovaným počátečním stavem při přidání/vstřiku dispergované fáze.*
- Pro dané podmínky stanovit dobu dispergace potřebnou pro dosažení rovnováhy systému.

V rámci tohoto cíle předpokládám následující pracovní hypotézu:

- *Přechodové stavy při skokových změnách otáček nejsou zatíženy počátečními vlivy homogenizace při přidání dispergované fáze. Doby dispergace potřebné pro dosažení rovnováhy se tak mohou lišit od publikovaných dat.*

B. Analyzovat časový vývoj distribuce velikosti částic ve zvolených různých místech nádoby při skokové změně otáček míchadla pro zvolený modelový systém a zvolené typy míchadel.

C. Analyzovat a ověřit možný vliv intermitence turbulence na dispergaci pro zvolený modelový systém a zvolené typy míchadel.

V rámci tohoto cíle předpokládám následující pracovní hypotézu:

- *V případě Rushtonovy turbíny se udává plně vyvinutá turbulence pro Reynoldsovo číslo $> 50\,000$. Vzhledem k uvažovaným procesním podmínkám a nerovnoměrnému rozdělení disipace turbulentní kinetické energie v mechanicky míchané nádobě mohou být odchylky od relace $d_{max} \propto We^{0,6}$ způsobeny vlivem intermitence turbulence.*
- *Zubové míchadlo má velmi dobré dispergační účinky, avšak horší čerpací účinky a velmi nerovnoměrné rozdělení disipace turbulentní kinetické energie. Vliv intermitence turbulence může být v tomto případě vyšší než v případě Rushtonovy turbíny.*

D. Výsledky zhodnotit a porovnat s výsledky publikovanými v literatuře.

9.2 Experimentální procedura

E. Navrhnout a ověřit metodiku identifikace kapek a vyhodnocení jejich velikosti z pořízených snímků dispergovaného modelového systému pomocí obrazové analýzy a provést analýzu možných chyb měření na přesnost výsledků a zhodnotit jednotlivé faktory.

F. Ověřit vliv různých světelných zdrojů na kvalitu pořízených snímků disperze a analyzovat vliv kombinace kamery a objektivu na kvalitu pořízených snímků disperze a identifikaci kapek pro zvolený modelový systém a typ míchadla.

V rámci tohoto cíle předpokládám následující pracovní hypotézu:

- *Ne každý světelný zdroj je vhodný pro pořizování snímků pro obrazovou analýzu. Kvalitu snímku a vyhodnocené rozměry objektů může ovlivňovat i kombinace světelného zdroje a kamery.*
- *Důležitými parametry pro snímání a vyhodnocení velikosti kapek jsou rychlost závěrky, snímkovací frekvence a hloubka ostrosti. Tyto parametry nelze libovolně volit, ale jsou svázány jak vzájemně, tak s rychlostí proudění.*

G. Navrhnout a ověřit metodiku stanovení minimálního počtu vyhodnocených kapek potřebného pro získání relevantních výsledků.

V rámci tohoto cíle předpokládám následující pracovní hypotézu:

- *Minimální počet vyhodnocených kapek potřebného pro získání relevantních výsledků nemusí být stejný pro různé podmínky a může záviset na typu míchadla a otáčkách míchadla. Často uváděný počet 400-500 kapek je nedostatečný.*

ČÁST II

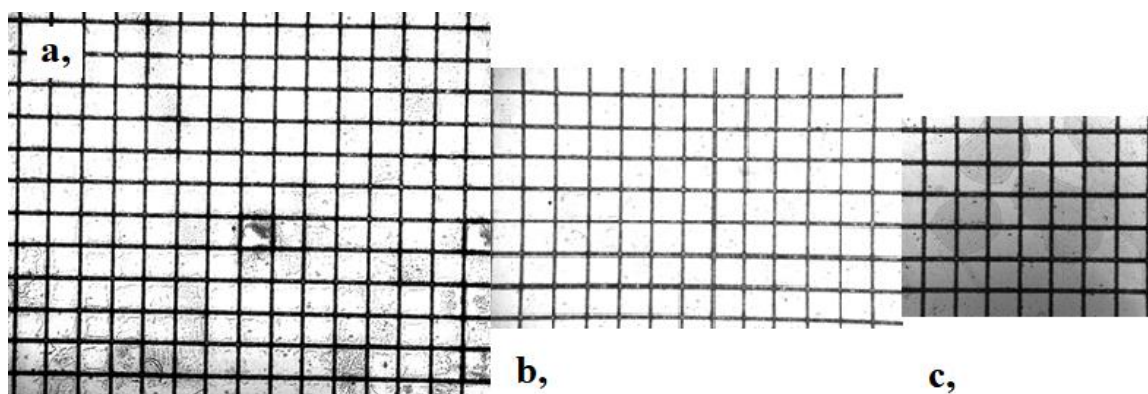
Experimentální měření dispergace nemísitelných kapalin v mechanicky míchané nádobě

10 Experimentální procedura – metodika a zařízení pro snímání disperze

Tato kapitola se zabývá návrhem a analýzou použitého systému pro pořizování snímků dispergace nemísitelných kapalin. Experimentální měření velikosti kapek při dispergaci nemísitelných kapalin v mechanicky míchané nádobě bylo provedeno neinvazivní metodou vysokorychlostního pořizování snímků dispergovaného systému, a následným zpracováním snímků prostřednictvím obrazové analýzy. Typické uspořádání experimentální aparatury pro měření velikosti kapek je popsáno v kapitole 13 Experimentální zařízení a modelový systém nemísitelných kapalin (strana 80). Kvalita zpracování dat obrazovou analýzou silně závisí na kvalitě pořízených snímků. Zpracování snímků metodou obrazové analýzy je popsáno v kapitole 11.3 Obrazová analýza (strana 70). Pro pořizování snímků byly použity kombinace dvou vysokorychlostních kamer, a dvou makro objektivů. V průběhu experimentálních měření se ukázalo, že velký vliv na kvalitu pořízených snímků může mít i zdroj světla, který ovlivňuje kontrast mezi zachycenými kapkami a pozadím. Z toho důvodu tak byly testovány čtyři různé typy světelných zdrojů. Použití jednotlivých kombinací kamera-objektiv bylo dále analyzováno s cílem určit vliv uspořádání záznamového systému na vyhodnocení velikosti a počtu kapek dispergovaného systému pro oba typy použitých míchadel: 1) Rushtonovu turbínu (RT) a 2) Zubové míchadlo (ST).

10.1 Použité kombinace kamer a objektivů

Pro měření byly použity dva typy vysokorychlostních kamer: 1) Speed Sence MKIII kamera, a 2) Phantom VEO-E 310L kamera. Při měření byly u obou kamer nastavovány totožné podmínky. Výhodou kamery Phantom oproti starší kameře MKIII byla vyšší kapacita paměti o velikosti 70 GB, lepší světelnost, a rychlejší snímkovací frekvence. Nevýhodou kamery Phantom byla velikost snímané oblasti, která byla při použití stejného objektivu zhruba 2x větší než u kamery MKIII. Větší snímaná oblast měla za následek menší rozlišení obrazu (mm/pixel), což omezovalo vyhodnocení nejmenších zachycených kapek. S jednotlivými kamerami byly v různé kombinaci použity dva objektivy. Objektiv Sigma 105 mm F2.8 EX DG MACRO je objektiv s delší ohniskovou vzdáleností a nejvyšší hloubkou ostrosti. Poměr zvětšení objektivu Sigma je 1:1. Objektiv Laowa 60 mm f 28 Ultra-Macro 2:1 je objektiv s kratší ohniskovou vzdáleností a nejnižší hloubkou ostrosti. Výhodou objektivu Laowa, je jeho zvětšení 2:1, které umožňuje snímat menší oblast se stejným rozlišením kamery, a tím zvýšit rozlišení obrazu. Na Obrázku 10.1 je znázorněna velikost snímaných oblastí pro jednotlivé kombinace kamer a objektivů.



Obrázek 10.1 Snímky zachycující kalibrační rastr 1x1 mm použitými kombinacemi kamera/objektiv: a) Kamera MKIII + objektiv Sigma; b) Kamera Phantom + objektiv Laowa; c) Kamera MKIII + objektiv Laowa.

Na obrázcích, představující velikost snímané oblasti, jsou zachyceny rastry o velikosti jednoho čtverce 1x1 mm. Kombinace kamery Phantom a objektivu Sigma nebyla při měřeních použita, jelikož velikost snímané oblasti byla až příliš velká na to, aby vzhledem k rozlišení obrazu byly zachycené nejmenší kapky vyhodnoceny. Kamera Phantom v kombinaci s objektivem Laowa

vykazovala určité zkreslení (deformaci) obrazu (Obrázek 10.1 b). Toto zkreslení bylo vzhledem k velikosti a tvaru měřených částic zanedbáváno. Oba objektivy v kombinaci s kamerou MKIII nevykazovaly žádnou deformaci obrazu (Obrázek 10.1 a, c). Rozlišení kamer a obrazů pro použité kombinace kamera-objektiv je uvedeno v Tabulce 4.

Tabulka 4. Porovnání rozlišení obrazu a rozlišení kamer pro použité kombinace kamera-objektiv

Kamera	Objektiv	Velikost snímané oblasti [mm]	Rozlišení kamery [pixel]	Typické hodnoty rozlišení obrazu [mm/pixel]
Speed Sence MKIII	Laowa	cca 7,5 x 6,5	1280 x 1024	0,00605
Speed Sence MKIII	Sigma	cca 15 x 12	1280 x 1024	0,01176
Phantom VEO-E 310L	Laowa	cca 13 x 8	1280 x 800	0,01008

Vzhledem k velikosti měřených kapek (v řádech $10^1 \mu\text{m}$) nejpřesnější měření vykazuje použití kombinace kamery MKIII (menší velikost snímané plochy) a objektivu Laowa (objektiv s kratší ohniskovou vzdáleností a nejnižší hloubkou ostrosti), avšak menší velikost snímané oblasti neumožňuje zachytit takové množství kapek jako u ostatních kombinací.

Dalším faktorem, který byl zkoumán, je hloubka ostrosti jednotlivých kombinací kamer a objektivů. Hloubka ostrosti byla měřena pomocí přípravku, který byl upevněn ke konstrukci míchací stanice. Nad nádobou byl umístěn posuv a kolmo k němu byla upevněna tyč s mřížkou. Ostrost obrazu byla posuzována vizuálně na online přenosu obrazu z kamery. Nejprve byla nalezena přední hranice ostrosti (směrem od kamery), a následně byl rastr pomocí posuvu posunut na úroveň zadní hranice ostrosti, a byla odečtena vzdálenost posuvu rastru. Pro každou kombinaci kamera-objektiv byl zmíněný postup 10 x opakován, a výsledné hloubky ostrosti byly určeny z jako průměr z těchto deseti měření (Tabulka 5).

Tabulka 5. Hloubka ostrosti použitých kombinací kamera-objektiv.

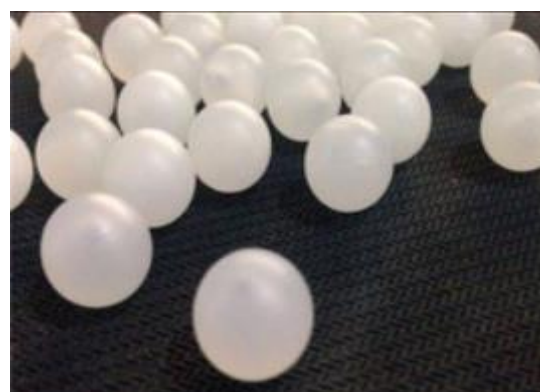
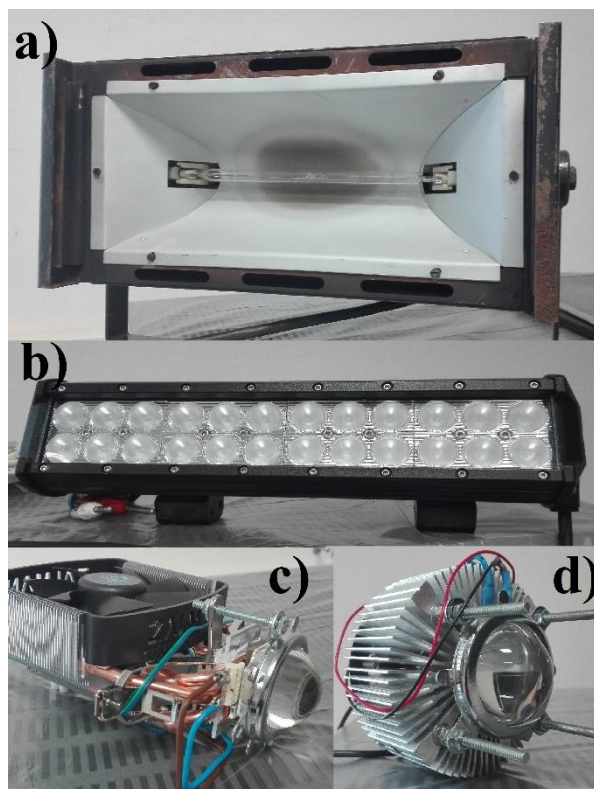
Kamera	Objektiv	Měření [mm]										Výsledná hodnota [mm]
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
MKIII	Laowa	1,5	1,5	0,92	1,14	1,4	0,92	1,3	1,14	1,3	1,26	1,238
MKIII	Sigma	2,3	1,46	1,7	1,18	0,68	1,68	1,7	2,32	2,28	2,2	1,75
Phantom	Laowa	0,8	1,12	0,92	1,04	0,98	0,66	0,88	1,02	0,9	0,92	0,924

10.2 Zdroj světla a jeho efekt na vyhodnocení a zpracování dat

Snímání kapek přímo uvnitř nádoby prostřednictvím vysokorychlostních kamer s následným vyhodnocením velikosti kapek pomocí obrazové analýzy OA (IA - Image Analysis) je široce využívanou metodou pro zkoumání dispergace systémů kapalina-kapalina. Klíčovým faktorem pro tuto metodu je kvalita pořízených snímků. Kysela a kol. [124] pomocí simulací proudění kontrolním objemem zjistili, že důležitými parametry pro snímání a vyhodnocení velikosti kapek jsou rychlost závěrky, snímkovací frekvence a hloubka ostrosti. Rychlost závěrky je zahrnuta do tzv. expozice obrazu, do které je zahrnuto mimo jiné i clonkové číslo, které bylo u obou objektivů nastavováno na minimální možnou hodnotu $f 2.8$. Vzhledem k rychlosti kapek v míchané nádobě, která se pohybuje v řádu jednotek m/s, bylo simulacemi odhadnuto, že maximální rychlost závěrky pro zachycení kapek nesmí překročit hodnotu $16 \mu\text{s}$, aby nebyly na snímku rozmazané. Rychlost závěrky je doba, po kterou je závěrka kamery otevřena, a dochází k osvětlení jednotlivých buněk čipu kamery. Z tohoto důvodu časy závěrky nižší než $16 \mu\text{s}$ vyžadují světelný zdroj s vysokou intenzitou světelného toku.

Při prvních měřeních byla používána 1000 W halogenová lampa (Světlo A), která umožňovala snímání při rychlosti závěrky $10 \mu\text{s}$. Hlavní nevýhodou tohoto světelného zdroje byla vysoká intenzita tepelného záření, což mělo za následek vzrůstající teplotu míchané vsádky. Vzrůstající teplota má za následek změnu fyzikálních vlastností systému kapalina-kapalina. Z tohoto důvodu byl později používán LED panel skládající se z několika LED čipů (Světlo B). LED světla mají obecně menší intenzitu tepelného záření. Nevýhodou LED panelu složeného z několika LED čipů bylo vícenásobné promítání kapek, které se nacházely za snímanou oblastí, na snímanou plochu

oblasti. Na základě těchto poznatků byly navrženy a zkonstruovány jednobodové LED světelné zdroje z vysokovýkonných LED čipů a to 60 W COB GT-FC60X3-0E (Světlo C) a 90W COB GT-FC90X3-0E (Světlo D). Při použití samotných vysokovýkonných čipů se vyzařovací úhel světla blíží ke 180°, a proto byl světelný tok usměrněn čočkami tak, aby co nejvíce světla dopadalo do snímané oblasti. Přehled parametrů jednotlivých světelných zdrojů je uveden v Tabulce 6. Fotografie jednotlivých světelných zdrojů jsou prezentovány na Obrázku 10.2.



Obrázek 10.3 Přesné kalibrační kuličky „Nylon 6/6 Balls“.

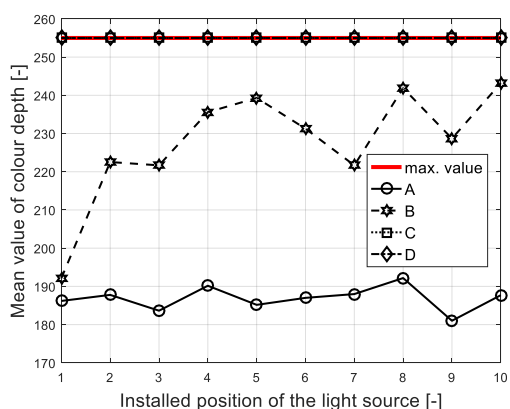
Obrázek 10.2 Světelné zdroje: a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90W LED čip. Publikováno v [125].

Tabulka 6. Parametry použitých světelných zdrojů.

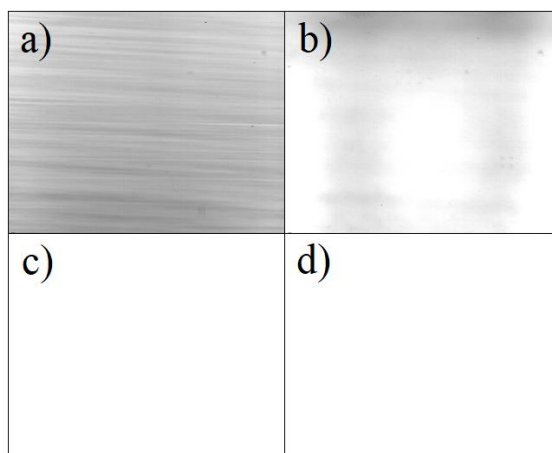
Světelný zdroj	Výkon [W]	Světelný tok [lm]	Vyzařovací úhel [°]	Teplota světla [K]
Halogen (A)	1000	21 000	80	2 900
LED Panel (B)	72 (24 x3 W)	5 040	60	6 500
60W LED čip (C)	60	4 500	20	8 500
90W LED čip (D)	90	6 000	20	8 500

S uvedenými světelnými zdroji byla provedena řada pokusů s cílem posoudit jejich vliv na kvalitu snímků. Prvním z testů byl efekt pozice světla na snímané pozadí. Cílem tohoto testu bylo zjistit opakovatelnost měření při různém umístění zdroje světla. Na konci každého měření je potřeba nádobu vymýt, a aby nedošlo k poškození kamery či zdroje světla, jsou kamera i světlo přemístěna do bezpečné vzdálenosti a na začátku dalšího měření jsou nastavena zpět do původní měřicí polohy. Při tomto testu byl zkoumán vliv přenastavené polohy světla vůči kameře tak, že každé světlo bylo vůči kameře nastaveno 10 x po sobě, pokud možno do stejné měřicí polohy, a byly pořízeno 10 snímků pozadí pro každou polohu. Následně byla vyhodnocena průměrná hodnota odstínu barvy z každého snímku (průměrná hodnota všech pixelů na snímku) a byla vynesena její závislost na pozici. Veškeré pořízené snímky jsou 8 bitového formátu a černobílé, což znamená, že počet barev na jednom snímku se pohybuje v rozmezí od 0 (černá) do 255 (bílá).

Měření probíhalo s kombinací kamery SpeedSense MK III a objektivu Sigma, a s rychlostí závěrky $10 \mu\text{s}$. Experimenty byly prováděny ve válcové nádobě o vnitřním průměru $T = 300 \text{ mm}$ s plochým dnem a 4 narážkami, naplněné destilovanou vodou do výšky hladiny $H = T$. Nádobka byla míchána Rushtonovou turbínou RT o průměru $D = 100 \text{ mm}$, která byla umístěna ve vzdálenosti ode dna nádoby $K/D = 0,85$. Šířka narážky byla $b/T = 0,1$. Při těchto experimentech byla použita míchací stanice IKA EUROSTAR POWER control-visc. Experimenty byly provedeny při stejných otáčkách míchadla 200 ot./min . Míchaná nádoba byla umístěna do obdélníkového optického boxu naplněného destilovanou vodou. Optický box snižuje zkreslení obrazu v důsledku eliminace indexu lomu válcové stěny míchané nádoby. Snímaná oblast byla umístěna excentricky $e = 40 \text{ mm}$ od osy míchadla, vzdálenost ode dna míchané nádoby byla $c = 30 \text{ mm}$, a přibližně $a = 50 \text{ mm}$ od stěny nádoby. Vyhodnocené průměrné hodnoty barev pozadí pro každý zachycený snímek jsou znázorněny na Obrázku 10.4. Pro ilustraci jsou na Obrázku 10.5 znázorněny zachycené snímky pozadí pro každý zdroj světla v pořadí 5. měřené pozice.

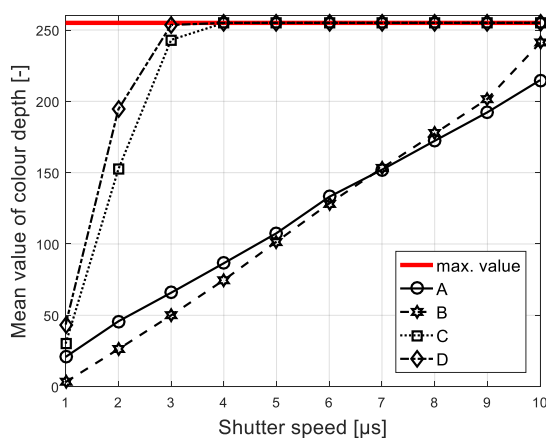


Obrázek 10.4 Střední hodnota barvy pozadí – vliv polohy zdroje světla, rychlost závěrky = $10 \mu\text{s}$ (0 = černá barva, 255 = bílá barva). Publikováno v [125].



Obrázek 10.5 Snímky pozadí: a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90 W LED čip. Publikováno v [125].

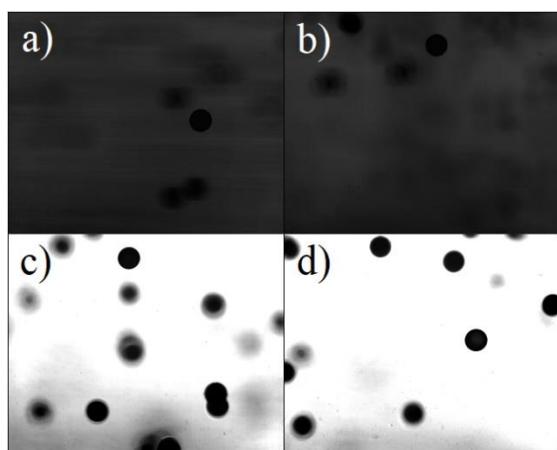
Světelné zdroje C a D (jeden LED čip o rozdílném výkonu) zajišťují prakticky bílé pozadí snímku. Pro světelný zdroj B (LED panel složený z několika LED čipů) je barva pozadí nižší ve srovnání se zdroji C a D, a zároveň je zdroj B nejcitlivější na změnu polohy. Nejnižší barva pozadí byla pozorována u světelného zdroje A (halogenová lampa).



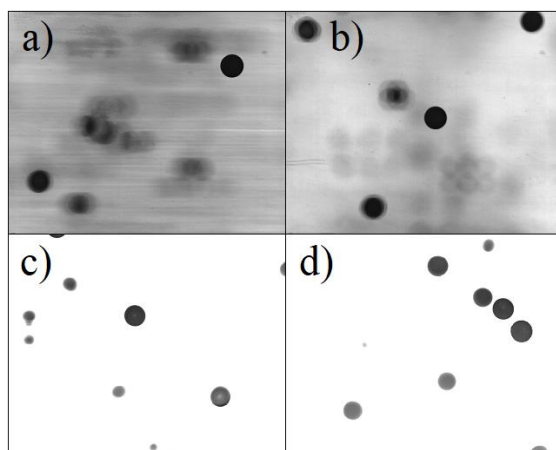
Obrázek 10.6 Střední hodnota barvy pozadí – vliv rychlosti závěrky (0 = černá barva, 255 = bílá barva). Publikováno v [125].

Jedním z dalších vlivů, který byl u jednotlivých světelných zdrojů pozorován, byl efekt rychlosti závěrky na pozadí snímané oblasti. Světla byla po čas experimentu nastavena ve stejné pozici. Podmínky měření byly stejné jako u předešlého experimentu. Rychlost závěrky byla nastavována od hodnoty 1 μs až do 10 μs po kroku 1 μs , a v každém kroku byl pořízen snímek pozadí. Tato procedura byla opakována pro všechny světelné zdroje. Z každého pořízeného snímku byla pro každou rychlost závěrky vyhodnocena průměrná hodnota barvy pozadí. Průměrné hodnoty barvy pozadí získané pro každý světelný zdroj při různých rychlostech závěrky jsou graficky znázorněny na Obrázku 10.6. Světelné zdroje C a D (jeden LED čip o rozdílném výkonu) vykazovaly bílou barvu pozadí již od rychlosti závěrky 3 μs . U LED panelu složeného z více LED čipů (zdroj B) a halogenové lampy (zdroj A) byla barva pozadí nestabilní ve zkoumaném rozsahu rychlosti závěrky.

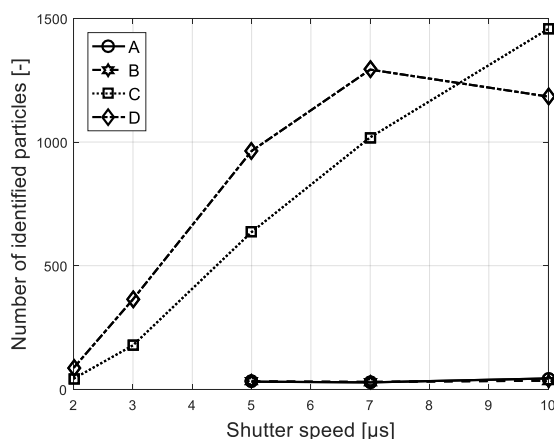
V posledním testu byl zkoumán vliv světelného zdroje na přesnost vyhodnocení naměřených částic v závislosti na rychlosti závěrky. Pro tento test bylo použito 15 000 Nylonových 6/6 kalibračních kuliček (Obrázek 10.3), které byly přidány do míchané nádoby. Průměr kalibračních kuliček byl $3/64'' = 1,19 \text{ mm}$. Nádoba byla naplněna destilovanou vodou do výšky hladiny $H = T$. Nádoba byla míchána Rushtonovou turbínou RT a otáčky míchadla byly nastaveny na 300 ot./min. Umístění snímané oblasti a konfigurace byla stejná jako u předešlých experimentů. Následně byla pro rychlosti závěrky 2; 3; 5; 7; a 10 μs a pro každý světelný zdroj pořízena sekvence 1 000 snímků se snímkovací frekvencí 30 fps (frames per second; snímků za sekundu). Pro ilustraci jsou zachycené snímky pozadí s kalibračními kuličkami uvedeny na Obrázku 10.7 a Obrázku 10.8 pro rychlost závěrky 3 a 10 μs .



Obrázek 10.7 Pořízené snímky pro rychlost závěrky 3 μs : a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90 W LED čip. Publikováno v [125].



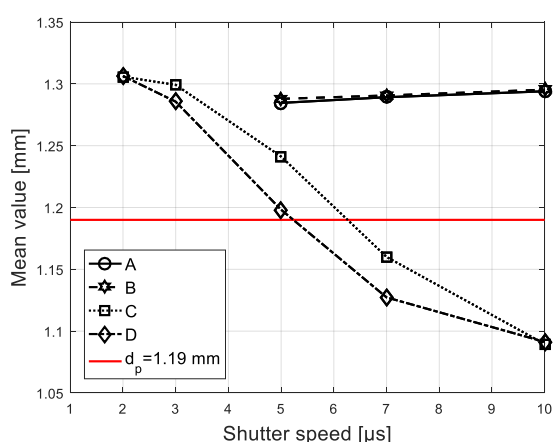
Obrázek 10.8 Pořízené snímky pro rychlost závěrky 10 μs : a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90 W LED čip. Publikováno v [125].



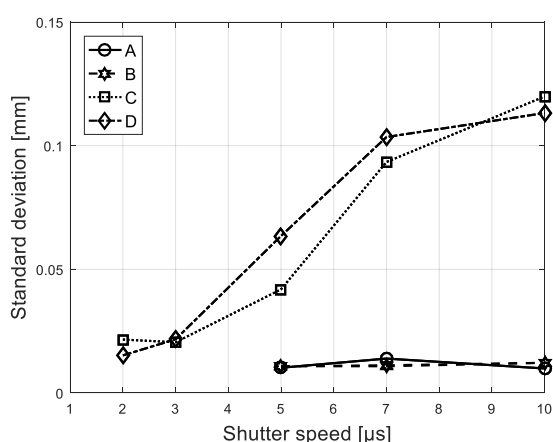
Obrázek 10.9 Počet identifikovaných částic – vliv rychlosti závěrky. Publikováno v [125].

Pomocí obrazové analýzy (OA) byly ze snímků se zachycenými kuličkami vyhodnoceny velikosti naměřených částic. Parametry obrazové analýzy byly pro všechny zdroje světla a rychlosti závěrky nastaveny na stejné hodnoty. Byly vyhodnoceny počty naměřených částic, střední hodnota velikosti částic a odchylka od střední hodnoty částic v závislosti na rychlosti závěrky. Z naměřených velikostí byla vynesena normálová (Gaussova) distribuce, která je vhodná pro monodisperzní částice, což kalibrační kuličky o stejném průměru bezpochyby jsou. Tato střední distribuční funkce je popsána dvěma parametry: 1) střední hodnota velikosti částic, a 2) odchylka od střední velikosti částic. Závislost počtu identifikovaných částic na rychlosti závěrky je graficky znázorněna na Obrázku 10.9. Závislost střední hodnoty částic μ a směrodatné odchylky σ na rychlosti závěrky je graficky znázorněna na Obrázku 10.10 respektive Obrázku 10.11.

V porovnání vlivu na vyhodnocení měřených částic vykazují světelné zdroje D a C v porovnání se zdroji A a B lepší výsledky z hlediska počtu vyhodnocených částic. Z hlediska přesnosti měření jsou výsledky světelných zdrojů C a D, měřené při rychlostech závěrky 3 μs , srovnatelné s výsledky světelných zdrojů A, B měřených při rychlostech závěrky 10 μs .



Obrázek 10.10 Normální rozdělení – střední hodnota částic – vliv rychlosti závěrky (červená čára = průměr kalibrační částice). Publikováno v [125].



Obrázek 10.11 Normální rozdělení – směrodatná odchylka – vliv rychlosti závěrky. Publikováno v [125].

Z provedených testů vyplývá, že jednočipové LED světelné zdroje (C, D) vykazují ve všech testech lepší výsledky než halogenové světlo (A) a LED světlo s více čipy (B). Jejich hlavní výhodou je intenzita světelného toku, která umožňuje snížit rychlost závěrky na 3 μs . Další výhodou je rovnoměrnost barev pozadí. Barva pozadí na snímcích při použití světelných zdrojů C a D je od 3 μs prakticky bílá. Z hlediska přesnosti měření jsou výsledky světelných zdrojů C a D, měřené při rychlostech závěrky 3 μs , srovnatelné s výsledky světelných zdrojů A, B měřených při rychlostech závěrky 10 μs . Další výhodou je zanedbatelný vliv jiného nastavení polohy světla.

10.3 Vliv objektivu na vyhodnocení kapek pro použité typy míchadel

Hlavním cílem experimentálního měření je dosáhnout relevantních výsledků, které umožní jejich následnou interpretaci. Z předchozích analýz vyplývají parametry a podmínky instrumentace experimentálního měření pro dosažení co nejlepší kvality pořízených snímků. Byly shrnuty klady a zápory jednotlivých kombinací kamer a objektivů. Na experimentální měření má vliv řada parametrů snímkovacího systému, ale z hlediska dispergace systému nemísitelných kapalin a velikosti měřených kapek je velmi důležitá velikost snímané oblasti a rozlišení obrazu. Tato kapitola si klade za cíl experimentálně analyzovat vliv optických vlastností systému snímání obrazu na určení velikosti a počtu kapek pro jednotlivé typy míchadel RT a ST.

Experimenty byly prováděny, obdobně jako při předchozích analýzách, v míchané nádobě se standardní válcovou geometrií s plochým dnem a se čtyřmi radiálními narážkami. Systém

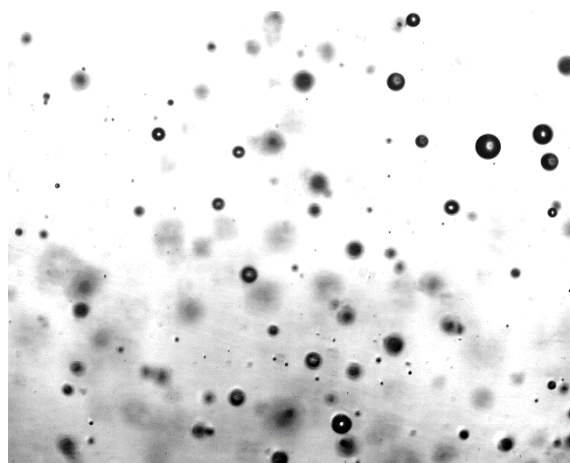
pořizování snímků se skládal z jednobodového světelného zdroje s 90W LED čipem a vysokorychlostní kamery SpeedSence MK III v kombinaci s oběma dostupnými objektivy Sigma a Laowa.

Objektiv Sigma 105 mm F2.8 EX DG MACRO je objektiv s delší ohniskovou vzdáleností a nejvyšší hloubkou ostrosti. V kombinaci s kamerou MK III snímá ve srovnání s ostatními kombinacemi největší oblast cca 15 x 12 mm, což má za následek největší rozlišení obrazu. Objektiv Laowa 60 mm f 28 Ultra-Macro 2:1 je objektiv s kratší ohniskovou vzdáleností a nejnižší hloubkou ostrosti. Velikost snímané oblasti objektivu Laowa je zhruba 7,5 x 6,5 mm. Rozlišení obrazu bylo stanoveno ze snímků zachycujících měřítko vždy před každým měřením. Velikost kapek byla vyhodnocena pomocí obrazové analýzy. Parametry obrazové analýzy byly vždy kalibrovány prostřednictvím kalibračního měření pro oba použité objektivy. Ke kalibraci obrazové analýzy byly použity kalibrační kuličky 3/64“ = 1,19 mm. Metodika určování rozlišení obrazu, kalibrační měření a princip obrazové analýzy jsou podrobněji popsány v kapitole 11 Experimentální procedura - metodika zpracování snímků pomocí obrazové analýzy (strana 66). Obdobně jako při předchozích experimentech byla snímaná oblast umístěna ve spodní cirkulační smyčce pod míchadlem.

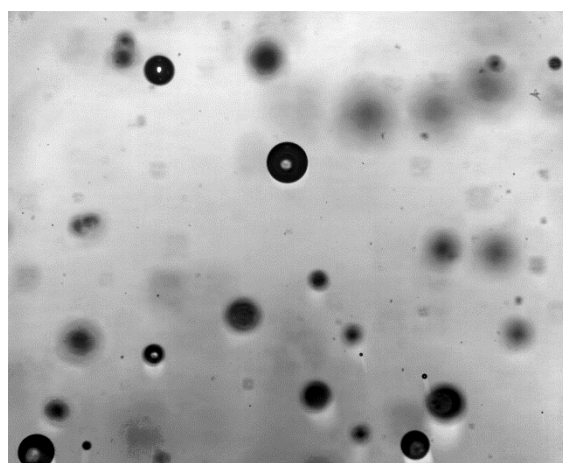
Jako první hodnotící kritérium bylo použito množství vyhodnocených kapek v každém časovém kroku měření pro jednotlivé otáčky míchadel. Druhým hodnotícím kritériem byla časová závislost Sauterova středního průměru kapek v každém časovém kroku měření pro jednotlivé otáčky míchadel. Třetím srovnávacím kritériem byla frekvenční distribuce velikosti kapek mezi prvním a posledním měřením při jednotlivých otáčkách obou míchadel a obou srovnávaných objektivěch. Dle teorie rozpadu kapek nekoaleskujícího dispergovaného systému by měl počet dispergovaných kapek v systému s přibývajícím časem růst, a naopak velikost kapek s přibývajícím časem klesat. Z účinku použitých míchadel lze dále usoudit, že zubové míchadlo bude mít oproti Rushtonově turbíně vyšší dispergační účinky. Nevýhodou zubového míchadla jsou jeho nižší čerpací účinky ve srovnání s Rushtonovou turbínou. Dále lze předpokládat, že pro interpretaci výsledků bude z hlediska statistiky nejdůležitější počet identifikovaných a vyhodnocených kapek.

10.3.1 Rushtonova turbína CVS 69 1021 (RT)

Experimenty byly prováděny při třech různých otáčkách míchadla, 250, 300 a 350 ot./min. Modelovým systémem nemísitelných kapalin byla destilovaná voda a silikonový olej WACKER AP 200 o objemové frakci dispergované olejové fáze $\varphi_d = 0,0047$. Olej byl přidán před měřením injekční stříkačkou.



Obrázek 10.12 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo RT 250 rpm, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Velikost snímané oblasti cca 15 x 12 mm.

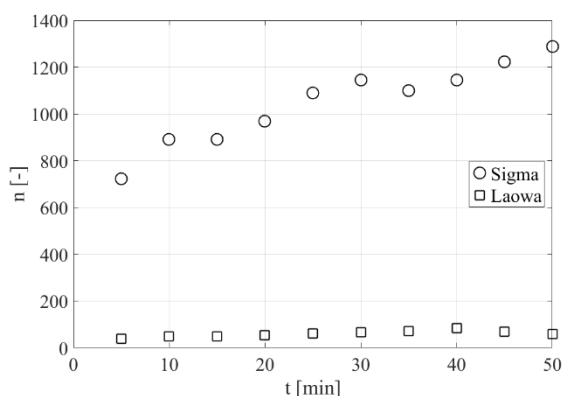


Obrázek 10.13 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo RT 250 rpm, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Laowa, Velikost snímané oblasti cca 7,5 x 6,5 mm.

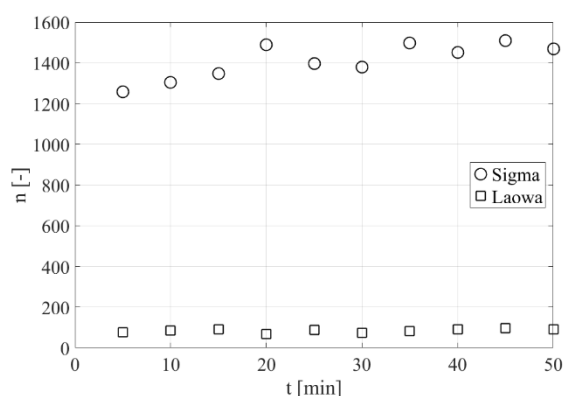
Pro experimentální měření velikosti kapek dispergované fáze byl použit následující postup [126]: i) pro jedny otáčky míchadla byla pořízena sada 1 000 snímků pro každý časový krok (celková doba záznamu byla 33,3 s), ii) první sada snímků byla pořízena 5 minut po přidání silikonového oleje. iii) záznam snímků byl opakován po 5 minutách, dokud nebylo dosaženo času 50 minut. iv) následně byl tento postup opakován pro následující otáčky míchadla. Kapky tak byly identifikovány z 30 000 pořízených snímků (10 sad po 1 000 snímcích pro každé otáčky míchadla). Na Obrázku 10.12 je znázorněn snímek systému nemísitelných kapalin pro kombinaci kamery MK III a objektivu Sigma (delší ohnisková vzdálenost a nejvyšší hloubka ostrosti). Snímek systému nemísitelných kapalin pro kombinaci kamery MK III a objektivu Laowa (kratší ohnisková vzdálenost a nejnižší hloubka ostrosti) je znázorněn na Obrázku 10.13.

Časové průběhy identifikovaných a vyhodnocených kapek jsou znázorněny na Obrázku 10.14 až Obrázku 10.16. Při použití objektivu s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti (objektiv Laowa) byl počet vyhodnocených kapek prakticky stejný ve všech časech měření a pro všechny otáčky míchadla. Střední hodnota počtu vyhodnocených kapek pro jednotlivé sekvence byla 71 kapek na 1 000 snímků.

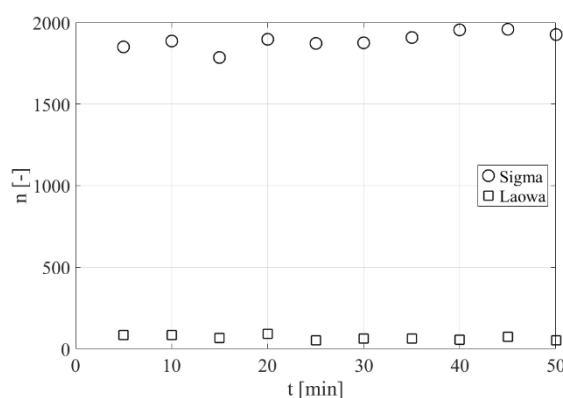
Při použití objektivu s delší ohniskovou vzdáleností a nejvyšší hloubkou ostrosti (objektiv Sigma) byl počet identifikovaných a vyhodnocených kapek řádově vyšší v porovnání s objektivem Laowa. Pro otáčky míchadla 250 ot./min. byl zaznamenán přibývající počet vyhodnocených kapek, kdy na začátku měření (5 min.) bylo vyhodnoceno 723 kapek, a při konečném měření bylo vyhodnoceno 1 288 kapek. Zvyšující se počet vyhodnocených kapek je pozorovatelný i pro otáčky míchadla 300 ot./min. Pro otáčky míchadla 350 ot./min je u objektivu Sigma tendence počtu vyhodnocených kapek růstu výrazně menší ve srovnání s nižšími otáčkami míchadla.



Obrázek 10.14 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo RT 250 ot./min.



Obrázek 10.15 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo RT 300 ot./min.

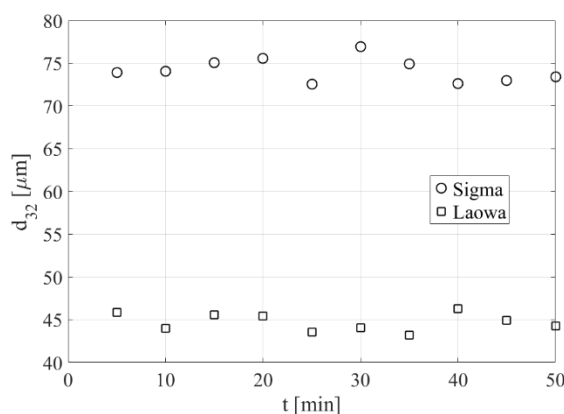


Obrázek 10.16 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo RT 350 ot./min.

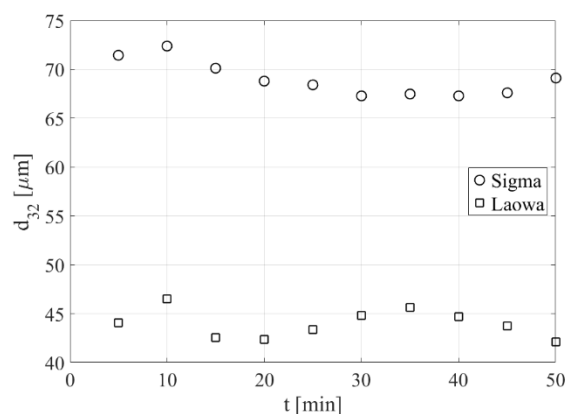
Druhým hodnotícím kritériem byla časová závislost Sauterova středního průměru kapek v každém časovém kroku měření pro jednotlivé otáčky míchadel (Obrázek 10.17 až Obrázek

10.19). Při použití objektivu s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti (objektiv Laowa) byl Sauterův střední průměr kapek prakticky konstantní ve všech časech měření a pro všechny otáčky míchadla. Mezi jednotlivými časovými kroky se Sauterův střední průměr měnil v jednotkách μm .

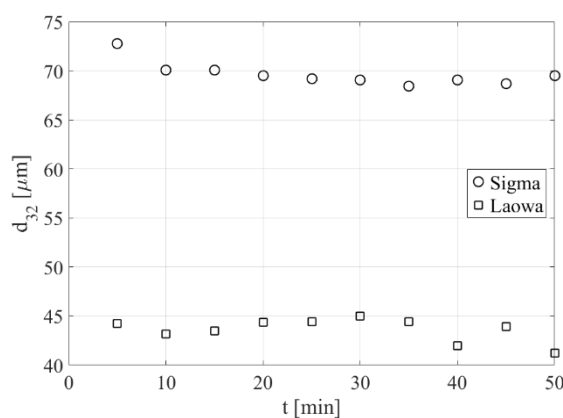
Při použití objektivu s delší ohniskovou vzdáleností a nejvyšší hloubkou ostrosti (objektiv Sigma) byl Sauterův střední průměr zhruba 1,7 x vyšší při otáčkách míchadla 250 ot./min v porovnání s objektivem Laowa. Pro tyto otáčky nebyla zaznamenána klesající tendence velikosti kapek. Klesající tendence Sauterova středního průměru kapek je pozorovatelná pro otáčky míchadla 300 a 350 ot./min.



Obrázek 10.17 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 250 ot./min.



Obrázek 10.18 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 300 ot./min.



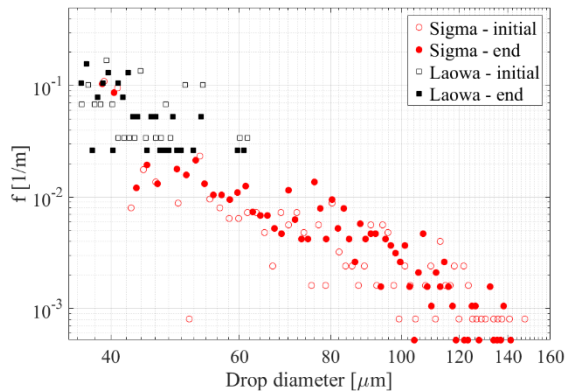
Obrázek 10.19 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 350 ot./min.

Třetím srovnávacím kritériem byla frekvenční distribuce velikosti kapek mezi prvním a posledním měřením obou objektivů při jednotlivých otáčkách. Frekvenční distribuce velikosti kapek vynesena v logaritmickém měřítku je uvedena na Obrázku 10.20 až Obrázku 10.22 pro oba testované objektivy, a také pro jednotlivé otáčky míchadla. Pro názornější viditelnost změn byly vykresleny distribuční křivky získané na začátku (5 min) a na konci měření (50 min).

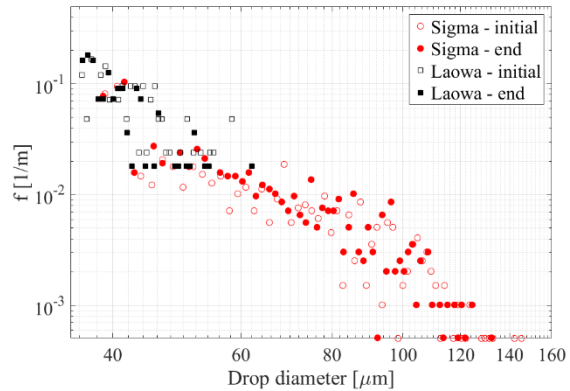
Distribuční křivky DSD (drop size distribution – rozdělení velikosti kapek) získané prostřednictvím objektivu s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti (objektiv Laowa) jsou pro všechny otáčky míchadla nejednoznačné. Tato nejednoznačnost DSD je způsobena malým počtem vyhodnocených kapek, což je s největší pravděpodobností zapříčiněno velikostí snímané oblasti a dispergačními účinky míchadla RT.

Frekvenční distribuční křivky získané za použití objektivu s delší ohniskovou vzdáleností a vyšší hloubkou ostrosti (objektiv Sigma) indikují, v porovnání s DSD získaných za použití objektivu Laowa, širší rozsah rozdělení velikosti a frekvence kapek. Rozdíly mezi počátečními a koncovými

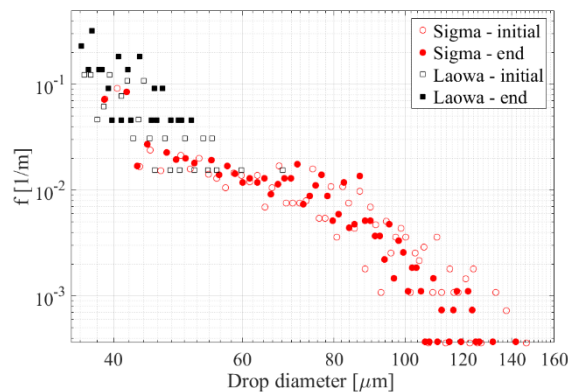
DSD jsou pro všechny otáčky míchadla jen těžce identifikovatelné, což je s největší pravděpodobností způsobeno krátkou dobou měření.



Obrázek 10.20 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo RT 250 ot./min.



Obrázek 10.21 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo RT 300 ot./min.



Obrázek 10.22 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo RT 350 ot./min.

V Tabulce 7 jsou shrnuty vybrané parametry provedených experimentů pro Rushtonovu turbínu. Vybrané parametry představují hodnoty ze všech pořízených snímků provedeného experimentálního měření (celkem 30 000 snímků – 10 000 pro jednu otáčky míchadla).

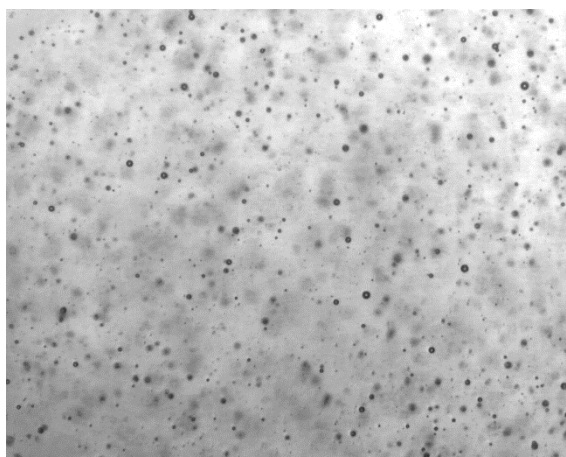
Tabulka 7. Přehled parametrů vyhodnocení dispergace systému voda-silikonový olej míchaného Rushtonovou turbínou pro oba testované typy objektivů.

Objektiv	Rozlišení obrazu [mm/pixel]	Celkový počet vyhodnocených kapek [-]	Nejmenší vyhodnocená kapka [μm]	Největší vyhodnocená kapka [μm]
Laowa	0,0061	2 130	35,76	78,78
Sigma	0,01178	43 472	37,45	182,32

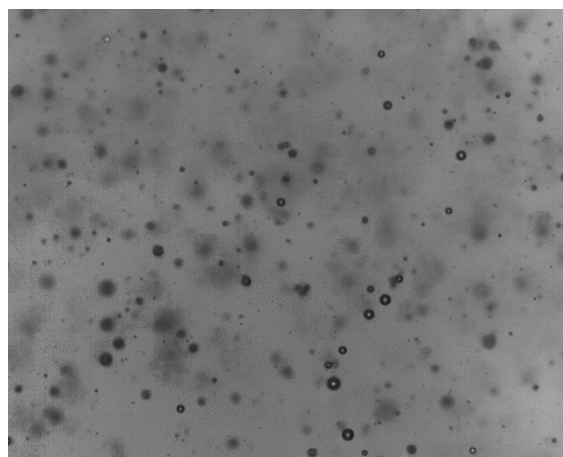
10.3.2 Zubové míchadlo CVS 69 1038.1 (ST)

Experimenty pro zubové míchadlo byly prováděny při třech různých otáčkách míchadla, 750, 850 a 950 ot./min. Počet zpracovaných snímků, podmínky a postup měření byly stejné jako u předchozích experimentů provedených s Rushtonovou turbínou.

Na Obrázku 10.23 je znázorněn snímek systému nemísitelných kapalin pro kombinaci kamery MK III a objektivu Sigma (delší ohnisková vzdálenost a nejvyšší hloubka ostrosti). Snímek systému nemísitelných kapalin pro kombinaci kamery MK III a objektivu Laowa (kratší ohnisková vzdálenost a nejnižší hloubka ostrosti) je znázorněn na Obrázku 10.24.

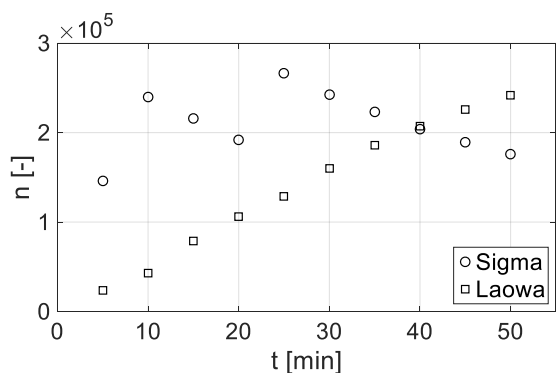


Obrázek 10.23 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo ST 850 ot./min, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Velikost snímané oblasti cca 15 x 12 mm.

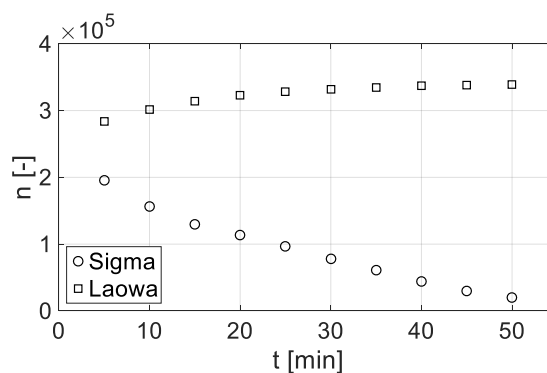


Obrázek 10.24 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo ST 850 ot./min, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Laowa, Velikost snímané oblasti cca 7,5 x 6,5 mm.

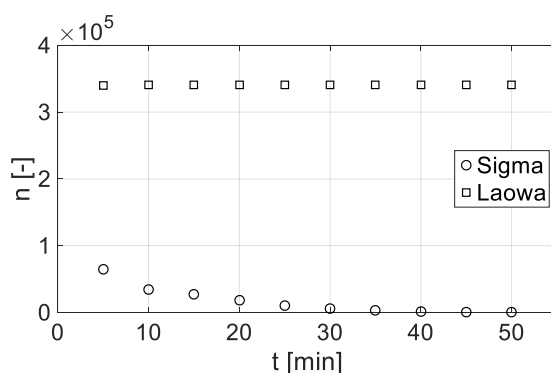
Časové průběhy identifikovaných a vyhodnocených kapek jsou znázorněny na Obrázku 10.25 až Obrázku 10.27. Při použití objektivu Sigma se počet identifikovaných a vyhodnocených kapek pohyboval v průměru kolem 200 000 v každé zaznamenané sadě snímků pro otáčky míchadla 750 ot./min. V čase měření od 5 do 10 minut, a od 20 do 25 minut byly zaznamenány skoky v počtu vyhodnocených kapek. Pro otáčky míchadla 850 ot./min se počet vyhodnocovaných kapek plynule snižoval z 200 000, pro první sadu snímků, na 19 900 pro sadu na konci měření. Pro nejvyšší otáčky míchadla, 950 ot./min, byl počet kapek vyhodnocených ze snímků získaných pomocí tohoto objektivu mnohonásobně nižší. Pro dobu měření delší než 30 min byl počet vyhodnocených kapek nižší než 6200.



Obrázek 10.25 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo ST 750 ot./min. Publikováno v [126].



Obrázek 10.26 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo ST 850 ot./min. Publikováno v [126].

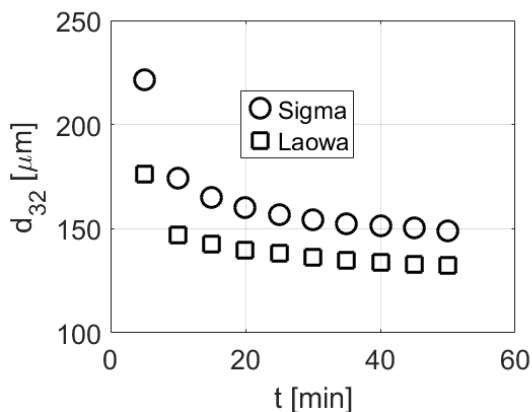


Obrázek 10.27 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo ST 950 ot./min. Publikováno v [126].

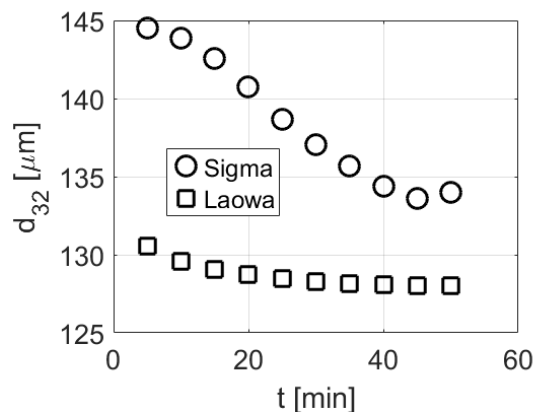
Objektiv s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti (objektiv Laowa) vykazoval nejvyšší počet vyhodnocených kapek pro otáčky míchadla 850 a 950 ot./min. Počet vyhodnocených kapek byl v průměru vyšší než 300 000 v každé sadě snímků jednotlivých časových kroků. Na rozdíl od toho byl počet vyhodnocených kapek pro otáčky míchadla 750 ot./min nižší ve srovnání s objektivem Sigma. Počet vyhodnocených kapek se z 23 500 se v každém časovém kroku měření lineárně navyšoval až na konečnou hodnotu 241 000.

Druhým hodnotícím kritériem byla časová závislost Sauterova středního průměru kapek v každém časovém kroku měření pro jednotlivé otáčky míchadel (Obrázek 10.28 až Obrázek 10.30). Sauterův střední průměr vykazoval klesající tendenci pro otáčky míchadla 750 a 850 ot./min u obou objektivů. Při těchto otáčkách byl Sauterův střední průměr kapek identifikovaných a vyhodnocených objektivem s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti (objektiv Laowa) menší ve srovnání s objektivem s delší ohniskovou vzdáleností a vyšší hloubkou ostrosti (objektiv Sigma).

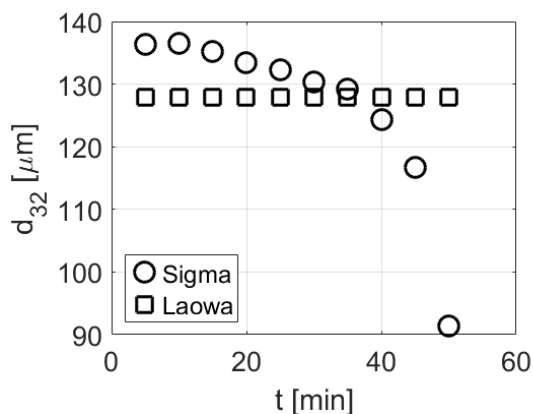
Pro objektiv Laowa byl Sauterův střední průměr kapek prakticky stejný ve všech časových krocích měření pro otáčky míchadla 950 ot./min. Pro objektiv Sigma byl při těchto otáčkách zaznamenán výrazný pokles Sauterova středního průměru kapek v posledních třech časových krocích měření.



Obrázek 10.28 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 750 ot./min.

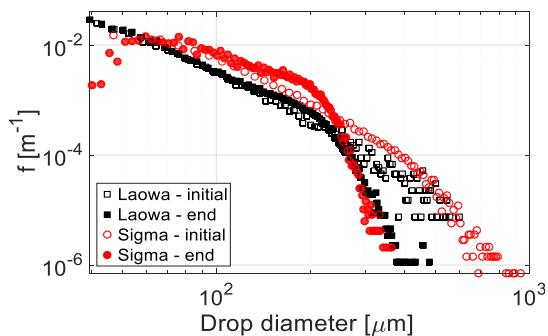


Obrázek 10.29 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 850 ot./min.

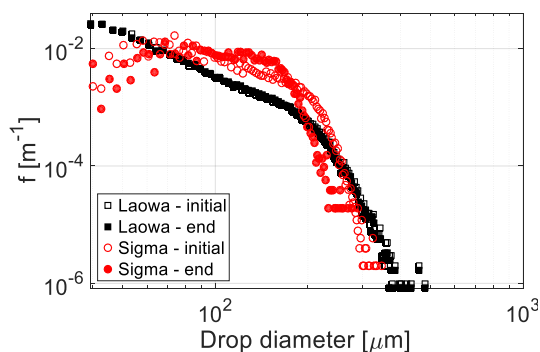


Obrázek 10.30 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 950 ot./min.

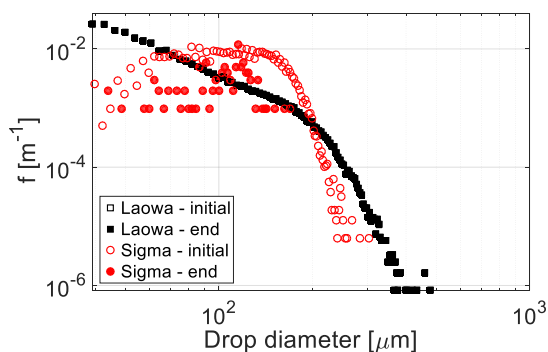
Třetím srovnávacím kritériem byla frekvenční distribuce velikosti kapek mezi prvním a posledním měřením obou objektivů při jednotlivých otáčkách. Frekvenční distribuce velikosti kapek vynesena v logaritmickém měřítku je uvedena na Obrázku 10.31 až Obrázku 10.33 pro oba testované objektivy, a také pro jednotlivé otáčky míchadla. Pro názornější viditelnost změn byly vykresleny distribuční křivky získané na začátku (5 min) a na konci měření (50 min).



Obrázek 10.31 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo ST 750 ot./min. Publikováno v [126].



Obrázek 10.32 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo ST 850 ot./min. Publikováno v [126].



Obrázek 10.33 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo ST 950 ot./min. Publikováno v [126].

Objektiv s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti (objektiv Laowa) vykazoval konzistentnější chování frekvenčního rozdělení u všech otáček míchadla ve srovnání s objektivem s delší ohniskovou vzdáleností a vyšší hloubkou ostrosti (objektiv Sigma). Distribuce velikosti kapek vykazuje dvě různé oblasti. Hranice mezi těmito oblastmi se nachází u velikostí kapek kolem 110 μm . U nižších velikostí kapek se DSD v průběhu času prakticky nemění. U kapek větších než 110 μm je viditelný rozpad při otáčkách míchadla 750 ot./min. Pro vyšší otáčky míchadla jsou změny menší a pro 950 ot./min prakticky zanedbatelné. Distribuce získaná při použití objektivu s delší ohniskovou vzdáleností a vyšší hloubkou ostrosti (objektiv Sigma) je zhruba srovnatelná s DSD získané prostřednictvím objektivu s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti (objektiv Laowa), pouze pro otáčky míchadla 750 ot./min.

Počáteční frekvence kapek zachycených objektivem Sigma je o něco menší než frekvence kapek zachycených objektivem Laowa. Na konci měření (50 min) je frekvence kapek zachycených objektivem Sigma, v rozsahu velikostí od 70 do 125 μm , vyšší než frekvence kapek zachycených objektivem Laowa. DSD získaný objektivem Sigma také vykazuje nižší počet nejmenších kapek. Frekvence nejmenších kapek zachycených objektivem Sigma je řádově menší než u objektivu Laowa. Rozdíly mezi DSD se zvyšují s vyššími testovanými otáčkami míchadla. Pro nejvyšší otáčky míchadla 950 ot./min je DSD získaný objektivem Sigma neúplná, což je s největší pravděpodobností způsobeno nízkým počtem vyhodnocených kapek.

V Tabulce 8 jsou shrnuty vybrané parametry provedených experimentů pro Zubové míchadlo. Vybrané parametry představují hodnoty ze všech pořízených snímků provedeného experimentálního měření (30 000 snímků – 10 000 pro jednu otáčku míchadla).

Tabulka 8. Přehled parametrů vyhodnocení dispergace systému voda-silikonový olej Zubovým míchadlem pro oba testované typy objektivů

Objektiv	Rozlišení obrazu [mm/pixel]	Celkový počet vyhodnocených kapek [-]	Nejmenší vyhodnocená kapka [μm]	Největší vyhodnocená kapka [μm]
Laowa	0,00605	8 039 198	35,72	602,87
Sigma	0,01176	3 186 110	37,42	1165,34

10.3.3 Vhodnost objektivů pro testované typy míchadel

Hlavním cílem provedených experimentálních měření bylo vytipovat vhodnou kombinaci kamera-objektiv pro použité typy míchadel, a dosáhnout tak relevantních výsledků, které umožní jejich následnou interpretaci. Hlavní motivací k tomuto experimentu byly vysoce rozdílné dispergační účinky a čerpací charakteristiky použitých míchadel. Zubové míchadlo vykazuje výrazně vyšší střížné síly na lopatkách v porovnání s Rushtonovou turbínou.

Z toho důvodu bylo, vzhledem k rozdílným dispergačním účinkům obou míchadel a rozdílným optickým vlastnostem jednotlivých kombinací kamer a objektivů, nutné provést srovnávací experimentální měření a získané rozdílné výsledky to potvrdily.

Rozdílné výsledky pravděpodobně nejsou způsobeny pouze optickými vlastnostmi kamerového systému, ale mohou být způsobeny také umístěním snímaných oblastí v proudovém poli (proudové smyčce) míchadla, potažmo rozdílnou rychlostí proudění. U objektivu Laowa (objektiv s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti) je snímaná oblast v porovnání s objektivem Sigma (objektiv s delší ohniskovou vzdáleností a vyšší hloubkou ostrosti) umístěná blíže u stěny nádoby.

Z hlediska interpretovaných výsledků je použití objektivu Laowa nevhodné pro Rushtonovu turbínu, což bylo prokázáno u všech srovnávacích kritérií. Počet vyhodnocených kapek byl z hlediska interpretace výsledků nedostatečný. U objektivu Sigma byl počet vyhodnocených kapek řádově vyšší, a s přibývajícím dobou dispergace systému vykazoval stoupající trend. Stoupající trend počtu vyhodnocených kapek koresponduje s teorií rozpadu kapek při dispergaci systému nemísitelných kapalin. Počet vyhodnocených kapek přímo ovlivnil výsledky následujících dvou srovnávacích kritérií. Rozdílnost v počtu vyhodnocených kapek byla pravděpodobně způsobena velikostí snímané oblasti, kdy se vzhledem k dispergačním účinkům RT míchadla dá předpokládat, že zachycené kapky budou ve srovnání se zubovým míchadlem větší, a tudíž jich bude možno ze snímků identifikovat a zachytit více.

U zubového míchadla (ST) se výše zmíněný předpoklad potvrdil. Celkový počet vyhodnocených kapek byl velmi uspokojivý u obou objektivů, avšak u objektivu Sigma vykazoval počet vyhodnocených kapek s přibývajícím dobou dispergace klesající tendenci. Tato klesající tendence se projevila na výsledcích druhého i třetího srovnávacího kritéria, kdy u vyšších otáček míchadla nebylo identifikováno celé spektrum kapek dispergovaného systému. Kinetika rozpadu dispergovaného systému vyjádřená pomocí Sauterova středního průměru kapek, a distribuční křivka tak nereprezentovala celý systém rozpadu kapek. Na základě těchto výsledků je pro zubové míchadlo s lepšími dispergačními účinky vhodnější použít kombinaci kamery MK III a objektivu Laowa (objektiv s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti).

Na základě interpretovaných výsledků se ukazuje, že hlavním parametrem pro získání relevantních výsledků, je počet zaznamenaných a vyhodnocených kapek, který přímo ovlivňuje i následující srovnávací kritéria. Zvolená metodika měření velikosti kapek dispergovaného systému vyžaduje vhodnou volbu systému pro zachycování snímků v závislosti na dispergačních účincích zvoleného typu míchadla. Výsledky ukazují, že pokud je velikost snímané oblasti v porovnání s velikostí zachytávaných kapek příliš velká, nebo malá, nelze tímto způsobem měření zachytit celou škálu velikostí dispergovaných kapek, a to má posléze zásadní vliv na relevantnost výsledků.

Toto srovnávací experimentální měření mimo jiné ukazuje, že pro interpretaci výsledků bude pravděpodobně nutné navrhnout vhodnou metodiku vyhodnocení pro oba typy použitých míchadel.

11 Experimentální procedura - metodika zpracování snímků pomocí obrazové analýzy

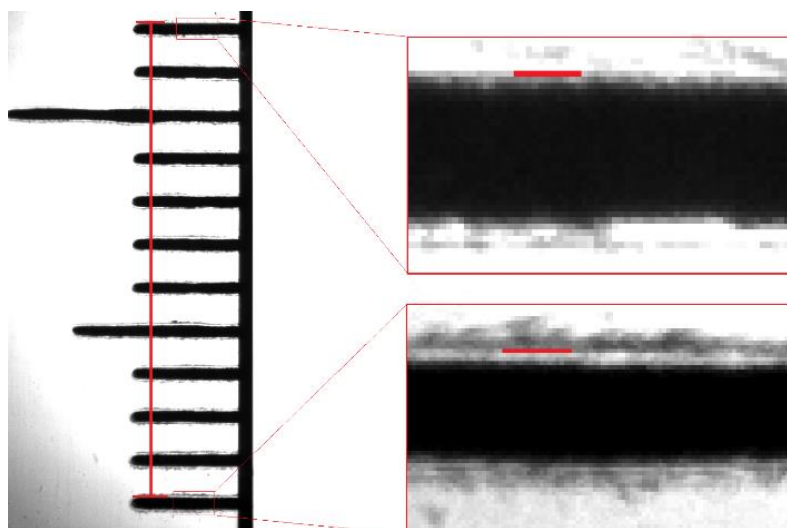
Tato kapitola se zaměřuje na metodiku zpracování pořízených snímků získaných z experimentálních měření dispergace systému nemísitelných kapalin. Cílem zpracování snímků je vyhodnotit identifikované kapky a následně určit jejich velikost. V předchozí kapitole byl zkoumán vliv instrumentace na kvalitu pořízených snímků. Kvalita snímků má zásadní vliv na náročnost jejich zpracování a relevantnost výsledků. Dalším aspektem je množství pořízených snímků, které komplikuje časovou náročnost jejich zpracování. Vzhledem k těmto aspektům byla pro zpracování snímků zvolena metoda obrazové analýzy (OA) pomocí strojového zpracování, která umožňuje zpracování velkého počtu snímků s dostatečnou přesností, a výrazně nižší časovou náročností oproti postupnému manuálnímu vyhodnocení kapek snímek po snímku.

K dosažení co nejpřesnějších výsledků zpracování snímků metodou obrazové analýzy pomocí strojového zpracování je důležitá správná kalibrace parametrů OA a určení rozlišení obrazu. Kalibrace parametrů obrazové analýzy je zásadní pro co nejpřesnější identifikaci zachycených kapek. Rozlišení obrazu je důležité k vyhodnocení velikosti identifikovaných kapek.

11.1 Stanovení rozlišení obrazu

Pro stanovení rozlišení obrazu bylo testováno několik různých metod. Obecně jsou tyto metody stanovení rozlišení obrazu založené na pořízení snímku, který zachycuje nějaký objekt o známé velikosti. Velmi důležitým předpokladem je, aby byl zachycený objekt v příslušné rovině ostrosti, což umožňuje přesnější identifikaci hrany zachyceného objektu. Objekty s měřítky byly do roviny ostrosti nastaveny pomocí stejného přípravku, který byl použit na měření hloubky ostrosti. Výsledné rozlišení obrazu je stanoveno jako podíl mezi počtem pixelů mezi hranicemi zachyceného měřítka a délkou zachyceného měřítka v jednotkách mm. U každého měření je brána nejdelší možná vzdálenost zachyceného měřítka, z důvodu snížení chyby určování rozlišení obrazu.

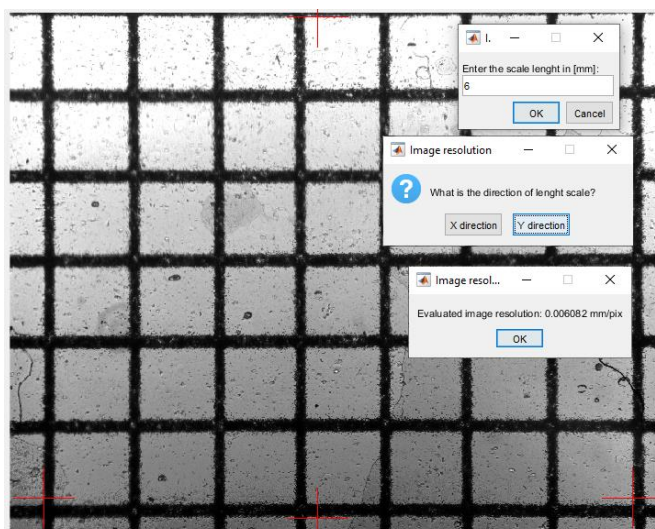
Prvním způsobem stanovení rozlišení obrazu bylo pomocí zachycení plastového pravítka (Obrázek 11.1). Nevýhodou tohoto způsobu je kvalita zpracování plastového pravítka, která komplikuje detekci hran zachyceného měřítka, a tak snižuje přesnost určení rozlišení obrazu. Určování vzdálenosti v pixelech je vždy provedeno od horní nebo spodní hranice příslušných rysek. Důležité je, aby byla délka v pixelech odečítána vždy ze stejné strany hranice rysek.



Obrázek 11.1 Metodika určování rozlišení obrazu – Plastové pravítko, Kamera MK III, Objektiv Sigma.

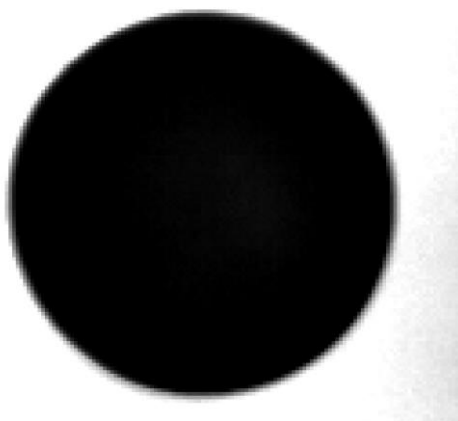
Dále bylo zkoušeno stanovení rozlišení pomocí zachycení rastru o rozměru 1 x 1 mm. Tento rastr byl vytištěn laserovou tiskárnou na průhlednou folii, a přilepena na destičku plexiskla (Obrázek 11.2). Výhodou tohoto způsobu byla možnost určení rozlišení v obou osách. Další výhodou byla optická kvalita rastru. Pro stanovení rozlišení obrazu ze zachyceného rastru byl

vytvořen skript v softwaru MATLAB Image Processing Toolbox, který automaticky průměroval hodnoty mezi osou X a Y.



Obrázek 11.2 Metodika určování rozlišení obrazu – Rastr 1 x 1 mm, Kamera MK III, Objektiv Laowa.

Posledním způsobem stanovení rozlišení obrazu, který byl testován, bylo stanovení rozlišení pomocí kalibračních kuliček. Průměr všech kalibračních kuliček byl $3/64'' = 1,19$ mm. Několik kuliček bylo přilepeno na destičku plexiskla, a nastaveno do příslušné roviny ostrosti pomocí přípravku. Na Obrázku 11.3 je znázorněn detail pořízené kalibrační kuličky. Nevýhodou této metody je poměrně malá vzdálenost mezi hranicemi kuličky v pixelech, což při chybně určené hraně kuličky může způsobovat větší chybu při určování rozlišení obrazu, ve srovnání s předchozími metodami. Mimo jiné jsou kalibrační kuličky použity při následujícím kroku zpracování snímků ke kalibraci parametrů obrazové analýzy.



Obrázek 11.3 Metodika určování rozlišení obrazu – Kalibrační kulička 1,19 mm, Kamera MK III, Objektiv Sigma.

V Tabulce 9 je uvedeno porovnání parametrů a výsledků testovaných metod pro určení rozlišení obrazu, a pro kombinace kamera-objektiv: i) MK III – Sigma a ii) MK III – Laowa. Pro oba použité objektivy se výsledné hodnoty rozlišení obrazu mezi metodami určení pomocí rastru a pravítka lišily v řádech $10 \mu\text{m}$. Hodnoty rozlišení obrazu určené pomocí kalibrační kuličky, se v porovnání s ostatními metodami lišily v řádech 100 nm , a to u obou testovaných kombinací kamera-objektiv.

Z hlediska přesnosti určení rozlišení obrazu je důležité, aby bylo měřítko (objekt o známé velikosti) na snímku zachyceno v co největší velikosti, což určuje vzdálenost na snímku v pixelech. Čím větší je vzdálenost na snímku, tím bude chyba určení velikosti obrazu nižší. Dalším důležitým

aspektem je zachycení měřítka v příslušné rovině ostrosti, což umožňuje přesnější detekci hran příslušného měřítka. Chyba detekce hrany měřítka je posléze kompenzována vzdáleností měřítka na snímku.

Tabulka 9. Porovnání testovaných metod pro určení rozlišení obrazu, a dvě kombinace kamera-objektiv.

Kombinace kamera-objektiv: MK III - Sigma			
Měřítko	Vzdálenost na snímku	Vzdálenost na měřítku	Rozlišení obrazu
	[pixel]	[mm]	[mm/pixel]
Rastr 1x1 mm	1191	14	$11,755 \times 10^{-3}$
Pravítko	932	11	$11,803 \times 10^{-3}$
Kalibrační kulička	105	1,19	$11,333 \times 10^{-3}$
Kombinace kamera-objektiv: MK III – Laowa			
Měřítko	Vzdálenost na snímku	Vzdálenost na měřítku	Rozlišení obrazu
	[pixel]	[mm]	[mm/pixel]
Rastr 1x1 mm	1143	7	$6,124 \times 10^{-3}$
Pravítko	977	6	$6,141 \times 10^{-3}$
Kalibrační kulička	199	1,19	$5,979 \times 10^{-3}$

11.2 Kalibrace parametrů obrazové analýzy

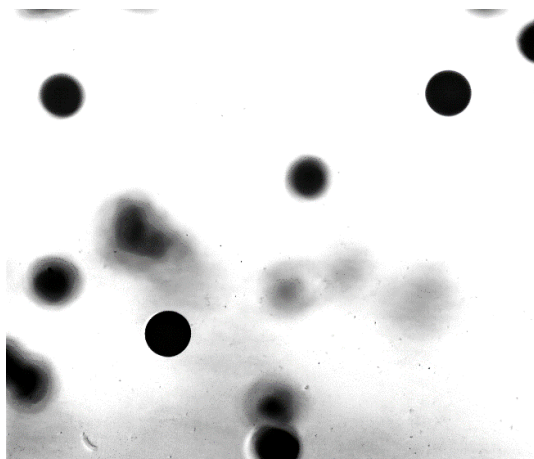
Kalibrační měření bylo prováděno vždy před experimentálním měřením dispergace modelového systému voda-olej. Měření je založeno na principu zachycení částic o známé velikosti za stejných podmínek, při kterých posléze probíhá měření dispergace voda-olej. Pomocí částic o známé velikosti jsou posléze nastaveny parametry zpracování obrazu (obrazové analýzy) tak, aby výsledky korespondovali se skutečnou velikostí kalibračních částic. Jak již bylo v předchozích kapitolách diskutováno, výsledky měření souvisí s kvalitou pořízených snímků. Kvalita pořízených snímků se zachycenými částicemi/kapkami je přímo ovlivněna parametry instrumentace a podmínkami měření, jako jsou např.: rychlost závěrky, intenzita osvětlení pozadí, detekce hran nebo velikost snímané oblasti v porovnání s velikostí měřených částí/kapek.

Ke kalibraci parametrů obrazové analýzy bylo použito 15 000 Nylonových 6/6 kalibračních kuliček o známé velikosti. Průměr všech kalibračních kuliček byl $3/64'' = 1,19$ mm. Měření bylo prováděno obdobně jako u předchozích experimentů ve válcové nádobě s plochým dnem a narážkami o průměru $T = 300$ mm. Nádoba byla před každým měřením řádně umyta a v posledním kroku vypláchnuta destilovanou vodou, aby bylo zamezeno přítomnosti nečistot, které by mohly ovlivnit výsledky měření. Nádoba byla naplněna destilovanou vodou do výšky hladiny $H = T$. K míchání nádoby bylo použito vždy míchadlo, které pak bylo posléze použito při měření dispergovaného systému. Otáčky míchadla byly nastaveny dle plánovaných otáček pro měření dispergace systému voda-olej. Instrumentace pro pořizování snímků zůstala nastavena ve stejné poloze jako při určování rozlišení obrazu. Do systému byly následně přidány kalibrační kuličky o přesně definovaném průměru. Pro dané podmínky byly pořízeny tři sekvence po 1 000 snímcích se snímkovací frekvencí 30 fps (Obrázek 11.4).

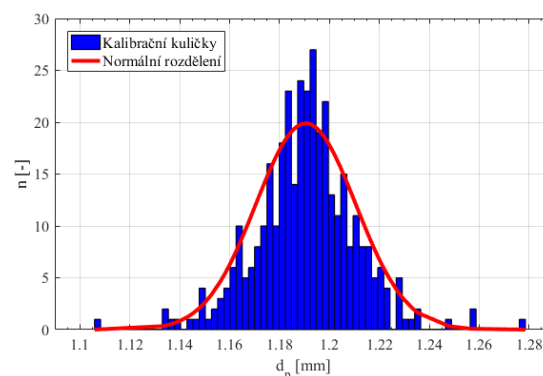
Sekvence snímků se zachycenými kalibračními kuličkami byla zpracována pomocí obrazové analýzy. Parametry obrazové analýzy (OA) byly nastaveny tak, aby výsledky vyhodnocení OA korespondovaly se skutečnou velikostí měřených kalibračních kuliček. Obrazovou analýzou byly vyhodnoceny velikosti identifikovaných kalibračních kuliček. Výsledkem OA byl průměr identifikovaných a vyhodnocených kalibračních kuliček. Výsledné průměry vyhodnocených kapek z OA byly vyneseny prostřednictvím normálního rozdělení (Gaussova křivka), které je popsáno dvěma parametry: střední hodnotou velikosti částic μ a směrodatnou odchylkou σ . Pokud budou hodnoty/intervaly parametrů OA nastaveny přesně, měla by střední hodnota velikosti částic odpovídat skutečné velikosti kalibračních kuliček o známém průměru $d_p = 1,19$ mm. Směrodatná odchylka udává, kolik procent částic spadá do určitého intervalu kolem průměrné velikosti částic.

Jako modelový příklad kalibračního měření jsou prezentovány výsledky z měření pro míchadlo RT a otáčky míchadla 300 ot./min. K pořizování snímků byla použita kombinace kamery MK III a

objektivu Sigma (objektiv s delší ohniskovou vzdáleností a vyšší hloubkou ostrosti). Rychlost závěrky byla nastavena na 3 μ s. Obrazovou analýzou byla vyhodnocena jedna sekvence o 1000 snímcích. Celkový počet identifikovaných a vyhodnocených kalibračních kuliček byl 364. Na Obrázku 11.4 je znázorněn snímek z kalibračního měření. Obrázek 11.5 reprezentuje normální rozdělení výsledků daného kalibračního měření. Střední hodnota velikosti částic byla $\mu_g = 1,1905$ mm (kalibrační kulička: $d_p = 1,19$ mm). Směrodatná odchylka tohoto měření byla $\sigma_g = 0,0201$ mm.



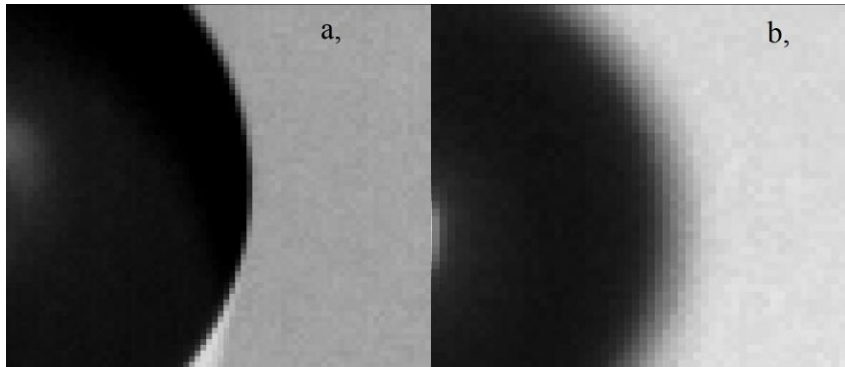
Obrázek 11.4 Snímek kalibračního měření, Míchadlo RT 300 ot./min, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Kalibrační kuličky $d_p = 1,19$ mm.



Obrázek 11.5 Gaussova distribuce identifikovaných a vyhodnocených kuliček o přesném průměru kalibračního měření.

Výsledná střední hodnota velikosti částic μ_g odpovídala skutečné velikosti kalibračních kuliček s velmi dobrou přesností, což poukazuje na správné nastavení parametrů OA. Směrodatná odchylka σ_g udává, kolik procent identifikovaných a vyhodnocených kalibračních kuliček spadá do určitého intervalu velikostí kolem střední hodnoty μ_g . Dle charakteru normálního rozdělení spadá 68,26 % vyhodnocených kalibračních kuliček do intervalu jedné směrodatné odchylky, v našem případě do intervalu $< 1,1705 ; 1,2106 >$. Do intervalu dvou směrodatných odchylek kolem střední hodnoty spadá 95,34 % vyhodnocených kalibračních kuliček, v našem případě je tento interval $< 1,1504 ; 1,2307 >$. Jelikož se jedná o měření monodisperzních částic (15 000 kuliček o stejném průměru), v ideálním případě by měla být směrodatná odchylka σ_g co nejmenší.

Vzhledem k velikosti a charakteru měřených částic se interval směrodatných odchylek od střední hodnoty může zdát poměrně vysoký, avšak je nutné si uvědomit, že dochází k pořizování snímků, na kterých jsou měřené částice v neustálém pohybu. Rychlost částic snímanou oblastí se pohybuje v řádech jednotek m/s. Měřené částice/kapky/kuličky se snímanou oblastí pohybují nepravidelně. Metoda vyhodnocení velikosti zachycených kapek/kuliček je založena na identifikaci hranice kapek na základě rozdílných odstínů barvy pixelů. Metoda obrazové analýzy a nastavení jejich parametrů se snaží vyhodnotit kuličky/kapky, které jsou zachycené ve snímané rovině (a jí příslušející hloubce ostrosti), a tudíž se jeví jako ostré. Ostré hranice kapek vykazují vysoký gradient rozdílu odstínu barvy mezi sousedními pixely na hranici kapky (Obrázek 11.6 a.). Kuličky/kapky zachycené mimo hloubku ostrosti (Obrázek 11.6 b.) vykazují rozmazanou hranici.

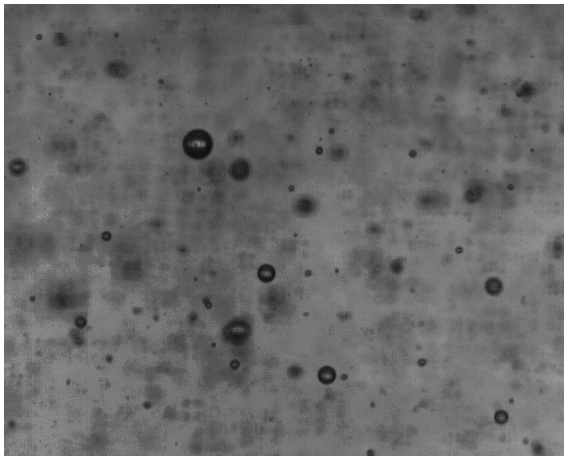


Obrázek 11.6 Záznam kuličky: a, kulička zachycená v příslušné hloubce ostrosti; b, kulička zachycená mimo příslušnou hloubku ostrosti.

Z hlediska vyhodnocení obrazovou analýzou a podmínek měření, nelze tento jev zcela eliminovat, a tak může docházet k identifikaci a vyhodnocení kuliček/kapek, které jsou mimo příslušnou hloubku ostrosti. Vlivy proudění snímanou oblast, a některé další, na přesnost měření, jsou diskutovány v následujících kapitolách.

11.3 Obrazová analýza

V předchozích kapitolách byly popsány nezbytné kroky potřebné k nastavení parametrů obrazové analýzy. Tato kapitola prezentuje proceduru zpracování snímků metodou obrazové analýzy pro vyhodnocení velikosti kapek použitou při dispergaci modelového systému voda-olej. Během experimentálního měření byly pořízeny snímky, na kterých jsou zachyceny kapky dispergované fáze (Obrázek 11.7 a Obrázek 11.8). Cílem procedury zpracování obrazu pomocí OA je tyto kapky identifikovat a vyhodnotit jejich velikost.



Obrázek 11.7 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo RT 250 ot./min, 5. min. měření, 1000 W halogenová lampa, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Velikost snímané oblasti cca 15 x 12 mm.



Obrázek 11.8 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo RT 250 ot./min, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Velikost snímané oblasti cca 15 x 12 mm.

Metoda vyhodnocení velikosti zachycených kapek je založena na identifikaci hranice kapek na základě rozdílných odstínů barvy pixelů. Tuto metodu vyvinul Kysela a kol. [127]. Navržená metoda porovnává gradienty sousedních pixelů, a pokud je gradient vyšší než nastavená mezní hodnota, software tento rozdíl odstínů mezi sousedními pixely vyhodnotí jako hranici kapky. Hodnota tohoto gradientu je nastavována z aplikace této metody na snímcích, kde jsou zachyceny kalibrační částice o přesném průměru. Hodnota je nastavena tak, aby průměrná velikost vyhodnocených kalibračních částic odpovídala jejich reálnému rozměru ($d_p = 1,19 \text{ mm}$). Posléze je takto získaná mezní hodnota gradientu nastavení vyhodnocení přenesena do vyhodnocovacího

procesu snímků systému kapalina-kapalina. Ze snímků zachycujících dispergaci systému kapalina-kapalina jsou velikosti kapek vyhodnocovány jako počet pixelů obsažených uvnitř vyhodnocených kapek. Z počtu pixelů, které zaujímají plochu kapky, a naměřeného rozlišení obrazu (mm/pixel) je následně určena plocha jednotlivých vyhodnocených kapek (mm²), která je přepočtena na průměr kapek. Kapky jsou brány jako částice kulového tvaru.

K analýze zaznamenaných snímků byl primárně používán program ImageJ. Metodika zpracování a analýzy snímků prostřednictvím programu ImageJ je popsána v následující kapitole. Při prvních experimentálních měření byl také používán program MATLAB Image Processing Toolbox, který nabízí širokou škálu nástrojů a funkcí pro zpracování a analýzu obrazu. Vzhledem k prvotním snímkům, na kterých byla detekce kapek obtížnější vlivem nedostatečného osvětlení (Obrázek 11.7), byly v MATLABu testovány funkce pro vylepšení původně pořízených snímků. Jednou z testovaných metod byla korekce nerovnoměrného osvětlení pozadí, která při následné analýze způsobovala problém v detekci hrany kapek, a snižovala tím počet vyhodnocených kapek [128]. Dále bylo testováno např. zvětšení rozlišení původního snímku, za účelem snížení rozlišení obrazu. Tato vylepšení původních snímků byla později na základě odborných konzultací zavržena, protože tím docházelo k transformaci původních snímků, a tím i zkreslování výsledků jejich analýz. Na základě testování těchto funkcí vyplynula otázka, jestli by se dala zlepšit kvalita pořízených snímků pomocí výkonnějšího zdroje světla (Obrázek 11.8). Tato úvaha vedla k testování různých typů zdrojů světla, a ukázalo se, že vzhledem ke zpracování snímků pomocí OA došlo vlivem intenzivnějšího osvětlení ke kvalitativnímu i kvantitativnímu zlepšení zpracování snímků. To umožnilo, že parametry prahování mohly být nastaveny v nižším intervalu, což bylo způsobeno vyšším gradientem barev mezi zachycenými kapkami a pozadím. Vyšší kontrast mezi kapkami a pozadím umožnil pomocí OA mimo jiné částečně eliminovat kapky s „rozmazanými“ hranicemi zachycené mimo hloubku ostrosti snímané oblasti.

Dalším důležitým aspektem, který si bylo nutné uvědomit je, že docházelo k vyhodnocování statisíce snímků, a analýze milionů kapek, což kladlo vysoké nároky na výpočetní kapacitu. Tyto nároky na výpočetní kapacitu pak s každou další přidanou funkcí exponenciálně rostou, a je důležité zvolit správnou rovnováhu mezi počtem kroků/zpracování obrazové analýzy, časovou náročností a dostupnou výpočetní kapacitou. Díky zlepšení kvality pořízených snímků bylo později zpracování a analýza obrazu prostřednictvím ImageJ vyhodnoceno jako dostatečně přesné a časově a výpočetně méně náročné. Přesnost vyhodnocení závisí především na zadaných parametrech, které byly určovány z kalibračních měření. Veškeré snímky byly pořízené v 8-bitovém formátu šedé škály barev (0 = černá barva a 255 = bílá barva).

11.3.1 Analýza prostřednictvím programu ImageJ

Program ImageJ (Image processing and Analysis in Java) je veřejně dostupný program využívaný pro zpracování a analýzu obrazu vyvinutý v National Institutes of Health a Laboratory for Optical and Computational Instrumentation. Hlavními výhodami programu ImageJ jsou jeho uživatelská dostupnost a podpora zpracování série obrázků („stacks“ a „hyperstacks“), včetně jejich analýzy pomocí příkazu „Set scale“, pomocí kterého je možné nastavit prostorovou kalibraci. Jedním z nejúčinnějších prostředků, které ImageJ poskytuje, je doplňkový plugin modul, umožňující naprogramovat makro. Tento příkaz je extrémně flexibilní, ale nejatraktivnější funkcí je, že je snadno dostupný i pro méně zkušené. V Tabulce 10 je příklad makra pro zpracování a analýzu sekvence snímků pořízených při dispergaci prostřednictvím ST míchadla a otáčkách 700 ot./min.

Tabulka 10. Příklad makra pro zpracování a analýzu sekvence snímků pořízených při dispergaci prostřednictvím ST míchadla a otáčkách 700 ot./min.

```
measurements_img = newArray( "700rpm_001", "700rpm_002", "700rpm_003",
"700rpm_004", "700rpm_005", "700rpm_006", "700rpm_007", "700rpm_008",
"700rpm_009", "700rpm_010");
for(i=0; i<10; i++)
{
dic_path_save =
"G:/doctoral/experimental/michani_multiphase/multifaze_2019/16_1_mereni/";
dic_path =
"G:/doctoral/experimental/michani_multiphase/multifaze_2019/16_1_mereni/";
dic_measurement = "measurement/";
dic_images = measurements_img[i];
in_file_name = "/1303070207_000000.tif";

result_file = "res.txt";

path_read = dic_path + dic_measurement + dic_images + in_file_name;
path_save = dic_path_save + "results/" + dic_images + result_file;

run("Image Sequence...", "open=" + path_read + " disable_global number=1000 sort");

run("Find Edges", "stack");

setAutoThreshold("Default");
setThreshold(175, 255);
setAutoThreshold("Default dark");

//setOption("BlackBackground", false);

run("Convert to Mask", "method=Intermodes background=Dark calculate");

run("Fill Holes", "stack");

run("Set Scale...", "distance=1154 known=7 unit=mm global");

run("Set Measurements...", "area center perimeter fit shape feret's decimal=9");

run("Analyze Particles...", "size=0.012-5.00 circularity=0.9175-1.00 show=Outlines
display in_situ stack");

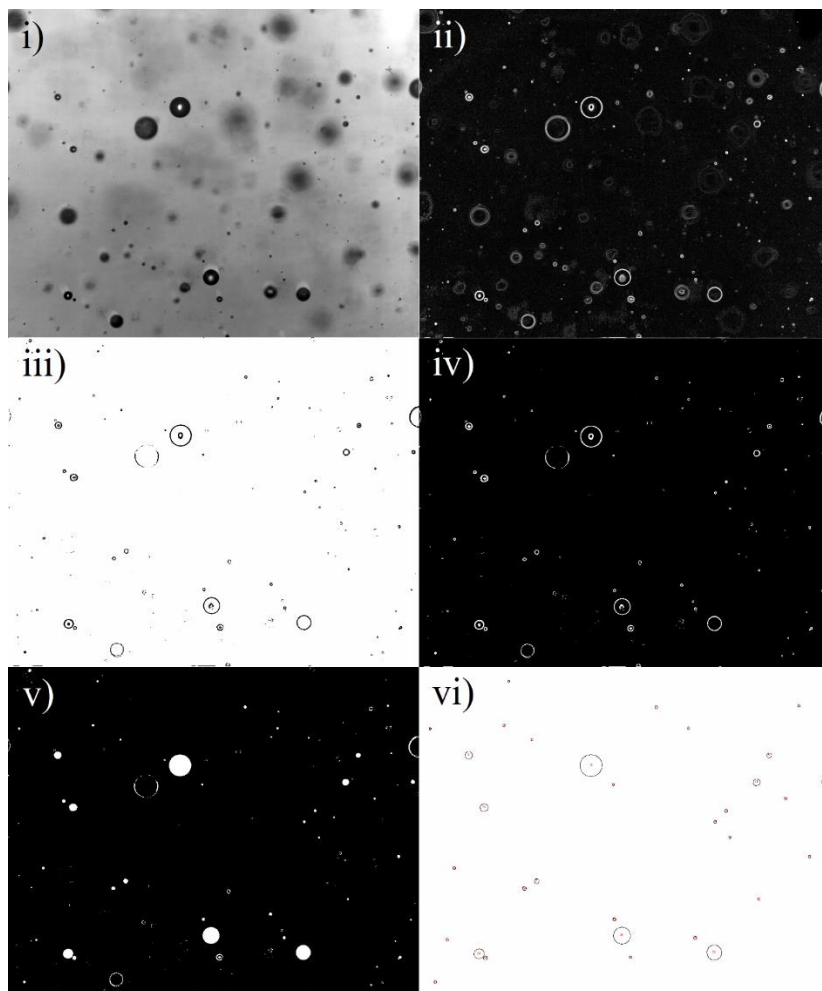
saveAs("Results", path_save);

run("Close");

run("Close All");
}
```


Záhlaví makra obsahuje odkazy na umístění pořízených snímků v adresáři („path_read“). Je zde také obsažen odkaz na složku v adresáři pro umístění souboru výsledků ve formátu .txt („path_save“). Záhlaví makra je vždy nutné upravit dle zpracovávané sekvence snímků.

Následuje řada příkazů, kterými je analyzován každý snímek ze sekvence měření. Každý krok analýzy je vždy spuštěn příkazem „run“. První krok odrazuje na načtení sekvence 1000 snímků („Image Sequence“) z příslušného adresáře, a software tím začne zpracovávat jednu fotografii po druhé. Na Obrázku 11.9 je znázorněn proces obrazové analýzy, pro jeden pořízený snímek disperze voda-olej.



Obrázek 11.9 Proces obrazové analýzy: i) Počáteční snímek disperze voda-olej; ii) Obraz po aplikaci detekce hran („Find edge“); iii) Obraz po aplikaci prahování („Threshold“); iv) Binární obraz po aplikaci převodu („Convert to mask“); v) Binární obraz po aplikaci vyplnění děr („Fill holes“); vi) Obraz detekovaných a vyhodnocených kapek po aplikaci analýzy částic („Analyze particles“).

Následuje krok detekce hran („Find edge“), kterým jsou zvýrazněny ostré změny intenzity barev na snímku. Tento krok najde hrany v těch bodech, kde je gradient obrazu I maximální, pomocí Sobelovy aproximace k derivaci. Sobelova metoda detekce hran používá k vytvoření výsledného snímku (Obrázek 11.9 ii)) dvě 3×3 konvoluční jádra ke generování vertikálních a horizontálních derivací v kombinaci s druhou odmocninou součtu čtverců. Důležitou součástí detekce hran je nastavení funkce prahování („Threshold“), a jejich hodnot. Detekce hran následně ignoruje všechny hrany, které nespádají mezi nastavené prahové hodnoty. Následnou aplikací na pořízený snímek se vytvoří binární obraz (Obrázek 11.9 iii)). Další kroky „Black Background“ a „Convert to mask“ mění barvu pozadí vůči detekovaným kapkám a převod na binární obraz snímku (Obrázek 11.9 iv)).

Vyplnění děr („Fill holes“) je krok analýzy, při kterém dochází k vyplnění všech detekovaných hran, které tvoří uzavřený objekt. V našem případě dojde k vyplnění pixelů všech detekovaných kapek, viz Obrázek 11.9 v).

Z takto připravených obrázků jsou následnou analýzou vygenerována data o identifikovaných kapkách jako jsou: umístění, plocha nebo počet. Nejprve je potřeba nastavit rozlišení obrazu příkazem „Set scale“, kterým jsou zadány hodnoty odečtené ze snímků zachycujících měřítka. V uvedeném příkladu jsou zadány hodnoty vzdálenosti v pixelech, a známá vzdálenost v milimetrech. Výsledné rozlišení obrazu je v tomto případě 164,8571 pixelů/mm (nebo také 0,006066 mm/pixel = 6,066 $\mu\text{m}/\text{pixel}$). Příkazem „Set Measurements“ se volí, jaké parametry chceme vyhodnotit. Následuje příkaz analýza částic („Analyze particles“), který se skenuje binární obraz, detekují se hrany identifikovaných objektů, a následně se tyto objekty skenují a měří. Dále je nutné nastavit podmínky pro vyhodnocení kapek. Jedna z podmínek je rozmezí minimální a maximální velikosti částic. Dolní mez byla nastavena na hodnotu 0,012 mm a horní mez na hodnotu 5 mm. Nastavení dolní meze identifikace velikosti kapky bylo voleno tak, aby nebyly identifikovány případné nečistoty v systému, a také aby bylo možné detekovat objekty pomocí kruhovitosti vzhledem k rozlišení obrazu. Dalším identifikačním parametrem byla sféricita identifikovaných kapek. Pokud vezmeme v potaz podmínky měření a fyzikální vlastnosti míchaného systému, lze předpokládat, že kapky v systému a v dané oblasti měření nebudou nikterak deformovány. Uvažujeme, že vnitřní síly udržující celistvost kapky, jsou v dané oblasti (regionu měření) vyšší, než síly způsobující jejich deformaci. Z toho důvodu bylo předpokládáno, že zachycené kapky budou kulatého charakteru. Horní a dolní mez hodnoty sféricity byla nastavena v mezích 0,9175 – 1, kdy hodnota 1 znamená dokonale sférickou částí a hodnota 0 zcela nesférickou částici. Na Obrázek 11.9 vi) je obraz identifikovaných a vyhodnocených kapek vykreslený příkazem „show = Outlines display“.

12 Analýza chyb a nepřesností měření

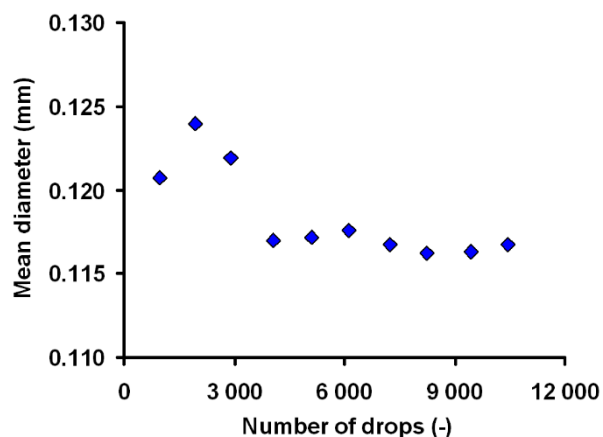
Z výsledků v předchozích kapitolách vyplývá, že některé parametry a podmínky měření, jako jsou např.: počet naměřených kapek, vliv detekce hran, proudění snímanou oblastí nebo vliv hloubky ostrosti, mohou zkreslovat výsledné hodnoty velikosti kapek. V této kapitole jsou tyto vlivy zkoumány podrobněji. Kapitola si klade za cíl numericky vyjádřit nepřesnost, resp. chybu měření způsobenou jednotlivými vlivy.

Součástí každého experimentálního měření by měla být i analýza vlivu instrumentace, parametrů či podmínek na přesnost měření. V poslední době jsou experimentální měření na ústupu a často se namísto experimentů provádí numerické simulace bez experimentálního ověření. Pokud jsou však experimenty prováděny, je analýza možných vlivů a chyb měření často opomíjena. Analýza nejistoty měření by však měla být součástí každého experimentálního měření, jelikož na jejím základě je možno posoudit relevantnost výsledků experimentálně založeného měření.

12.1 Minimální počet kapek

V kapitole 10.3 Vliv objektivu na vyhodnocení kapek pro použité typy míchadel (strana 56) byl zkoumán vliv instrumentace pro pořizování snímků disperze nemísitelných kapalin. Z výsledků uvedených v této kapitole vyplývá, že velmi důležitým parametrem je počet identifikovaných a vyhodnocených kapek. Počet kapek přímo ovlivňuje relevantnost výsledků, a může také určit metodiku jejich vyhodnocení. Na základě těchto zjištění se nabízí se otázka, jaký minimální počet kapek je nutné vyhodnotit pro získání relevantních dat.

Ke stanovení minimálního počtu kapek pro získání relevantních výsledků byla použita statistická analýza. Princip této analýzy byl následující: střední průměr kapek byl vypočítán pro jejich postupně rostoucí počet, tj. 1000, 2000 atd.. Počet kapek, u kterých střední průměr začíná být konstantní, byl považován za minimální počet vyhodnocených kapek, který je nutný k relevantnosti jejich následujícího zpracování. Pro ilustraci je průběh středního průměru v závislosti na počtu kapek použitých pro průměrování uveden na Obrázku 12.1. Minimální počet kapek, které je nutné vyhodnotit, byl stanoven pro každé otáčky a oba typy míchadel. Zjištěné hodnoty jsou uvedeny v Tabulce 11.



Obrázek 12.1 Princip stanovení minimálního počtu kapek, Míchadlo RT 150 ot./min, Kamera MK III, Objektiv Sigma. Publikováno v [129].

Tabulka 11. Minimální počet kapek pro vyhodnocení – vliv otáček míchadla.

Otáčky míchadla [ot./min]	Minimální počet kapek [-]	
	RT	ST
150	4 070	xxx
200	3 415	xxx
250	3 019	xxx
300	4 652	xxx
350	5 019	xxx
400	3 817	1 572
450	xxx	1 911
500	xxx	1 967
550	xxx	1 855
600	xxx	1 830

Vliv otáček míchadla na minimální počet kapek byl testován pomocí statistického testu hypotézy [130] pro oba typy míchadel. Statistická metoda testování hypotéz dokáže odhadnout, zda jsou rozdíly mezi predikovanými hodnotami parametrů (např. podle nějaké navrhované teorie), a hodnoty parametrů vyhodnocené z naměřených dat statisticky zanedbatelné. V tomto případě byla předpokládána závislost minimálního počtu kapek n_{min} na otáčkách míchadla N , popsaná jednoduchou mocninnou korelací:

$$n_{min} = B_R \cdot N^{\beta_{cal}} \quad (12.1)$$

a následně byl hodnocen rozdíl mezi predikovanou hodnotou exponentu β_{pred} a vyhodnocenou hodnotou exponentu β_{calc} z experimentálních dat. Následně je vypočtena charakteristika testu:

$$t = \frac{(\beta_{calc} - \beta_{pred})}{s_{\beta}} \quad (12.2)$$

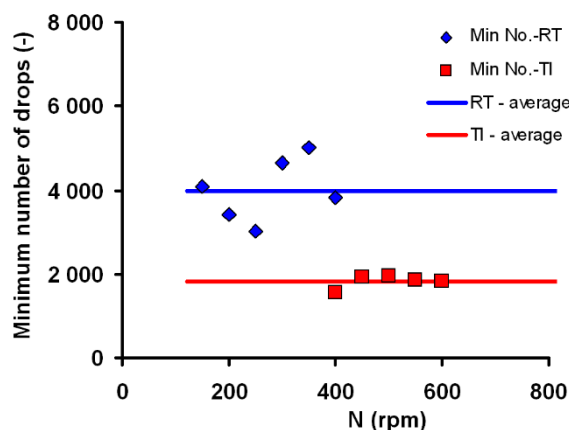
kde s_{β} je směrodatná chyba exponentu β_{calc} . Pokud je vypočtená hodnota t menší než kritická hodnota t -rozdělení pro $(m-2)$ stupně volnosti a hladinu významnosti α , je rozdíl mezi β_{calc} a β_{pred} statisticky zanedbatelný. V našem případě byla jako hypotéza testována nezávislost minimálního počtu kapek na otáčkách míchadla. Potom pro minimální počet kapek n_{min} platí:

$$n_{min} = B_H \cdot N^{\beta_{pred}} ; \text{ kde } \beta_{pred} = 0 \quad (12.3)$$

Výsledky testu hypotézy jsou uvedeny v Tabulce 12. Pro ilustraci jsou zde uvedeny také vypočtené hodnoty t. Kritický t-distribuční koeficient $t_{(m-2)}$, je pro hladinu významnosti $\alpha = 0,05$ a odpovídající počet otáček roven 2,7764 pro míchadlo RT, a 3,1825 pro míchadlo ST. Na základě výsledků tohoto testu hypotézy lze minimální počet kapek určený pro každé otáčky statisticky považovat za konstantní a nezávislý na otáčkách míchadla pro obě testovaná míchadla. Minimální počet kapek je tak možno určit jako průměr ze získaných dat. Minimální počet kapek, které musí být identifikovány a vyhodnoceny pro získání relevantních výsledků, je tak 3 999 pro RT a 1 827 pro ST. Porovnání minimálního počtu kapek pro obě míchadla a všechny otáčky míchadel je znázorněn na Obrázku 12.2.

Tabulka 12. Minimál počet kapek pro vyhodnocení – test hypotézy.

Test hypotézy	RT	ST
Vyhodnocení: β_{calc} (-)	0,168	0,296
Predikce: β_{pred} (-)	0	0
t-charakteristika	0,7	1,1
Kritická t-charakteristika	2,7764	3,1825
Výsledek hypotézy:	přijatelný	přijatelný
<i>Střední hodnota</i>	3 999	1 827



Obrázek 12.2 Minimální počet kapek pro vyhodnocení – vliv otáček míchadla. Publikováno v [129].

12.2 Vliv určování rozlišení obrazu

První z možných chyb, která by mohla mít vliv na velikost vyhodnocených částic, je určování rozlišení obrazu ze zachycených snímků měřítka. Rozlišení obrazu je určováno ze vzdálenosti zachyceného měřítka, a u každého měření je brána nejdelší možná vzdálenost zachyceného měřítka. Posléze je pomocí softwaru ImageJ nebo Matlab určena vzdálenost mezi odečtenými body v pixelech. Rozlišení obrazu je poté dopočteno jako podíl mezi vzdáleností odečtené z měřítka a vzdáleností v pixelech (mm/pixel). Pro určení chyby tohoto vlivu byly vzaty hodnoty rozlišení obrazu z předchozí kapitoly (Tabulka 9).

Pro určení rozlišení obrazu byly testovány tři metody: i) rastr 1x1 mm; ii) pravítko; iii) kalibrační kulička. Určování vzdálenosti v pixelech je vždy provedeno od horní nebo spodní hranice příslušných rysek, nebo z hranice kalibrační kuličky. Pro co nejpřesnější stanovení rozlišení obrazu je důležitá detekce hrany rysek nebo kuliček. Důležité je, aby byla délka v pixelech odečítána vždy ze stejné strany hranice rysek. Správná detekce hrany měřítka je mimo jiné závislá na kvalitě pořízeného snímku a na kvalitě zpracování měřítka.

Lze předpokládat, že chyba v určení rozlišení obrazu bude s klesající velikostí identifikovaných a vyhodnocených kapek narůstat. Průměr nejmenších identifikovaných a vyhodnocených kapek se

pohyboval kolem hodnoty 35 μm . Pro kombinaci kamera MK III – objektiv Sigma zaujímal průměr nejmenší vyhodnocené kapky 3 pixely. Pro kombinaci kamera MK III – objektiv Laowa zaujímal průměr nejmenší vyhodnocené kapky 6 pixelů. Pro jednotlivé metody stanovení rozlišení obrazu byly dopočteny velikosti pixelově nejmenších kapek z hodnot rozlišení obrazu uvedených v původní kapitole (Tabulka 9, strana 68). Dále byly dopočteny průměry pixelově nejmenších kapek pro rozlišení obrazu, kde došlo k chybné detekci hrany o 1 pixel. Chybnou detekcí hrany dojde ke změně pixelové vzdálenosti měřítka na snímku, a tím i změně hodnoty rozlišení obrazu.

Tabulka 13. Porovnání chyby testovaných metod pro určení rozlišení obrazu – vliv detekce hrany měřítka.

Kombinace kamera-objektiv: MK III - Sigma				
Měřítko	Rozlišení obrazu	Průměr nejmenší kapky	Rozlišení obrazu + chyba 1 pixel	Průměr nejmenší kapky
	[mm/pixel]	[μm]	[mm/pixel]	[μm]
Rastr 1x1 mm	$11,755 \times 10^{-3}$	35,265	$11,745 \times 10^{-3}$	35,235
Pravítko	$11,803 \times 10^{-3}$	35,409	$11,790 \times 10^{-3}$	35,37
Kalibrační kulička	$11,333 \times 10^{-3}$	33,999	$11,226 \times 10^{-3}$	33,678
Kombinace kamera-objektiv: MK III – Laowa				
Měřítko	Rozlišení obrazu	Průměr nejmenší kapky	Rozlišení obrazu + chyba 1 pixel	Průměr nejmenší kapky
	[mm/pixel]	[μm]	[mm/pixel]	[μm]
Rastr 1x1 mm	$6,124 \times 10^{-3}$	36,744	$6,119 \times 10^{-3}$	36,714
Pravítko	$6,141 \times 10^{-3}$	36,846	$6,135 \times 10^{-3}$	36,81
Kalibrační kulička	$5,979 \times 10^{-3}$	35,874	$5,95 \times 10^{-3}$	35,7

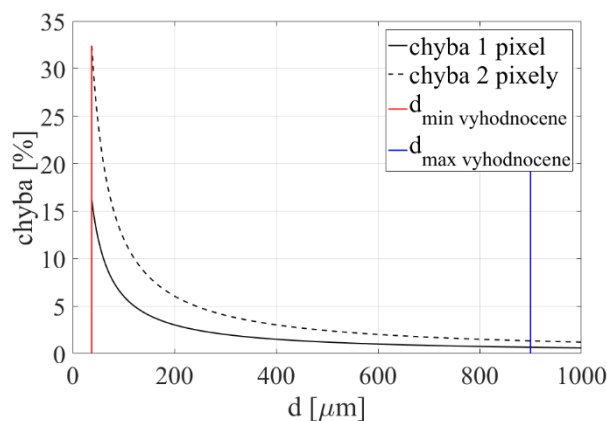
Tabulka 13 shrnuje výsledné velikosti kapek pro původně určené rozlišení obrazu a pro rozlišení obrazu s chybnou detekcí hrany o 1 pixel. Z výsledků je patrné, že největší chyby je dosahováno při určování rozlišení obrazu pomocí kalibrační kuličky, tato metoda nebyla dále používána. Nejmenších chyb bylo dosahováno při určování rozlišení obrazu pomocí rastru a pravítka. Výsledná chyba tohoto určování rozlišení se pohybuje cca 0,01 %. Z hlediska velikosti měřených částic (jednotky μm) je tato chyba zanedbatelná.

12.3 Vliv kvality detekce hran

Z předchozí kapitoly 10.2 Zdroj světla a jeho efekt na vyhodnocení a zpracování dat je patrné, že přílišná intenzita světla v kombinaci s delší rychlostí závěrky má negativní vliv na určení velikosti zachycených částic/kapek. Při příliš velké intenzitě světla dochází k přesvětlení pozadí, které má za následek posouvání pozice obrysu detekované částice na výsledném snímku, a tím je posléze vyhodnocená částice menší než ve skutečnosti.

Pokud nastane případ, kdy je pozadí nedostatečně osvětleno, může při obrazové analýze docházet k opačnému problému. Pixelová pozice hrany částice („Find edge“) bude vlivem menších gradientů mezi pixely vyhodnocovat částice větší, než ve skutečnosti je.

Chybné detekci hran lze předejít kalibrací parametrů snímání v kombinaci se správným nastavením světelných podmínek. Tato chyba je také ovlivněna rozlišením pořízených snímků v závislosti na velikosti analyzovaných částic. Pokud vezmeme v potaz náš případ, lze předpokládat, že tato chyba bude nepřímou úměrnou velikosti analyzovaných kapek. Nejmenší analyzovaná kapka měla výsledný průměr $d = 36,396 \mu\text{m}$, což při nejnižším rozlišení obrazu odpovídá 6 pixelům. Největší analyzované kapky měly průměr okolo $d = 900 \mu\text{m}$, což při nejnižším rozlišení obrazu odpovídá cca 148 pixelům. Budeme-li předpokládat, že dojde k chybnému určení pixelové hrany kapky, dojde tím ke zmenšení nebo zvětšení kapky o dva pixely na jejím výsledném průměru. Na Obrázku 12.3 je vyjádřena procentuální chyba detekce v závislosti na velikosti kapky.

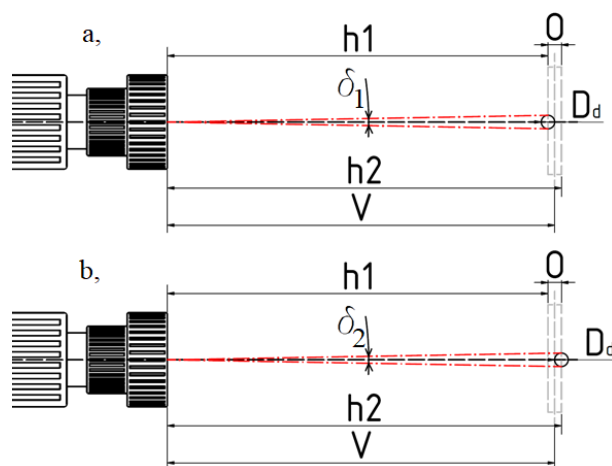


Obrázek 12.3 Chyba detekce pixelové hrany kapky v závislosti na velikosti kapky.

Z grafu je zřejmé, že se jedná o exponenciální závislost, která se zvyšujícím průměrem kapky limitně blíží k nule. U nejmenších kapek se chybná detekce pohybuje v hodnotách desítek procent (maximálně 33 % pro uvedené podmínky). Vliv této chyby lze snížit použitím vysokorychlostní kamery s větším rozlišením, nebo objektivu s větším zvětšením. Další možností by bylo zlepšení metody detekce hran pomocí například metodou subpixelové detekce hrany v obraze, ale tento způsob by značně zkomplikoval obrazovou analýzu včetně její výpočtové náročnost.

12.4 Vliv hloubky ostrosti

Jedním z častých dotazů, které jsou při prezentaci tohoto výzkumu pokládány, je vliv hloubky ostrosti na velikost zachycených částic. Z naměřených dat vyplývá, že hloubka ostrosti se pohybuje v rozmezí 1-2 mm, což u nejmenších kapiček představuje několikanásobně vyšší hodnotu, než je jejich průměr. Avšak vezme-li se v potaz vzdálenost, ze které jsou kapičky snímány, lze očekávat, že tento vliv bude také zanedbatelný. Tato vzdálenost je dána použitým typem objektivu a jeho ohniskovou vzdáleností. Ohnisková vzdálenost je charakterizována jako vzdálenost mezi poslední čočkou objektivu a snímanou rovinou (Obrázek 12.4). Předpokládejme, že ohnisková vzdálenost V je vzdálenost mezi středem snímané oblasti a poslední čočkou objektivu. Poté může dojít k situaci, kdy je částice zachycena v úrovni přední h_1 a zadní h_2 hloubky ostrosti, směrem od objektivu. Pokud budeme uvažovat, že na snímku je zachycena kapka o velikosti 1 mm lze snadno dopočítat velikost úhlu $\delta_{1,2}$, pod kterým je hranice zachycené kapky snímána. Úhel δ_1 přísluší úrovni přední hloubky ostrosti, a úhel δ_2 přísluší zadní hranici hloubky ostrosti.



Obrázek 12.4 Vliv hloubky ostrosti na velikost zachycených částic.

Hloubky ostrosti se pro každou použitou kombinaci kamera-objektiv lišily, proto byl tento vliv hloubky ostrosti určován pro všechny použité kombinace kamera-objektiv zvlášť. Nejprve byly dopočteny rozdíly mezi úhly snímající kapku o velikosti 1 mm v přední i zadní úrovni hloubky ostrosti. Následně byly z tohoto rozdílu dopočteny odchylky Δ od původního průměru 1 mm uvažované částice mezi přední a zadní hranici hloubky ostrosti (Tabulka 14).

Tabulka 14. Vliv hloubky ostrosti na přesnost vyhodnocení zachycených částic.

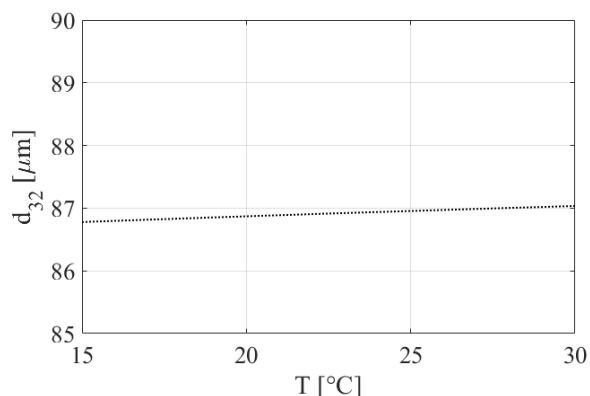
Kamera	Objektiv	V [mm]	h1 [mm]	h2 [mm]	δ_1 [°]	δ_2 [°]	Δ [μm]
Phantom VEO-E 310L	Laowa	60	59,53	60,46	0,0167	0,016	0,237
Speed Sence MKIII	Laowa	105	59,38	60,61	0,0168	0,0164	0,25
Speed Sence MKIII	Sigma	60	104,12	105,87	0,0096	0,0094	0,277

Z výsledku je patrné, že tento vliv bude z hlediska velikosti měřených částic zanedbatelný. Pro uvažovanou částici o průměru 1 mm se tato chyba měření pohybovala v řádu maximálně do 0,03 %.

12.5 Vliv teploty

V průběhu měření docházelo v míchaném objemu k růstu teploty vlivem disipace energie a tepelného záření světelného zdroje. Vlastnosti všech kapalin se však s teplotou mění. Z tohoto důvodu byl zkoumán vliv teploty na velikost vyhodnocených částic. Z toho důvodu byly naměřeny teplotní závislosti fyzikálních vlastností použitých olejů, které jsou potřebné k výpočtu průměru kapiček.

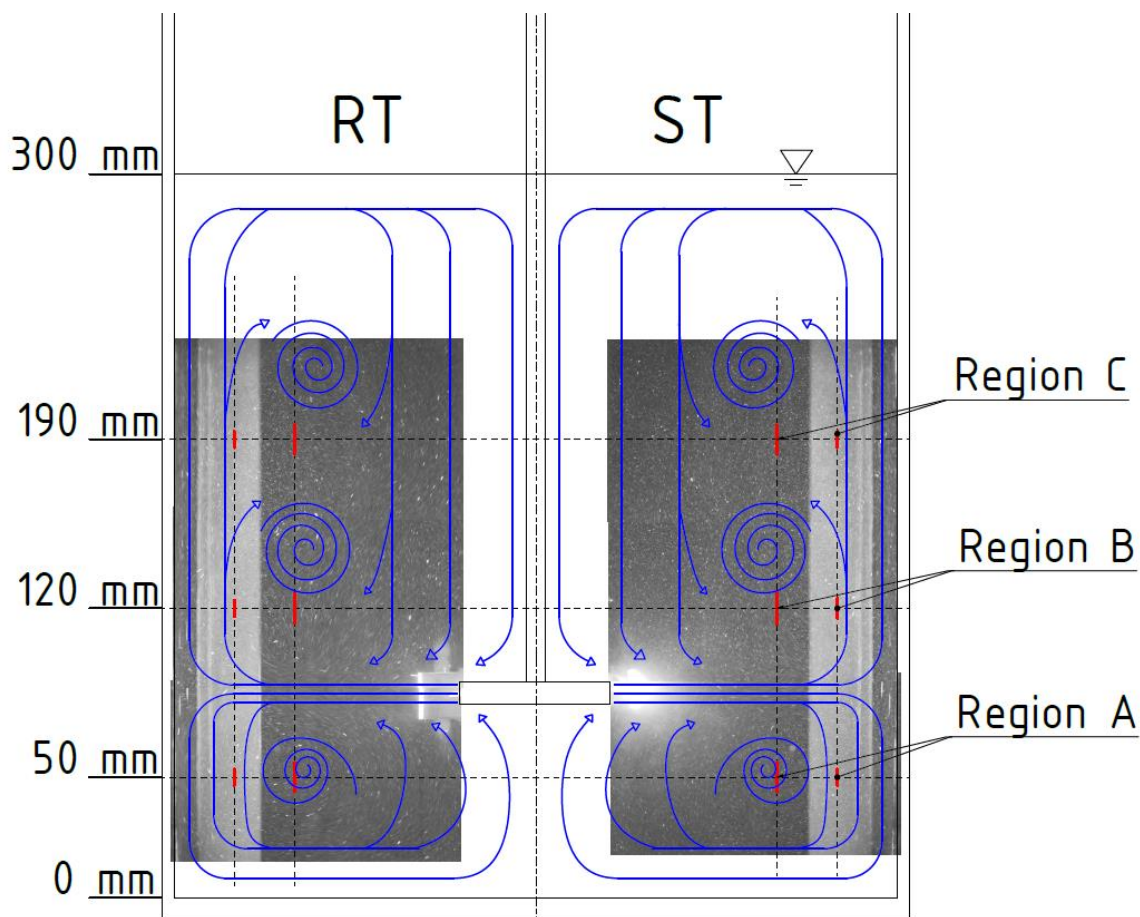
Za předpokladu stejných podmínek jako u provedených měření lze na příkladu dat pro míchadlo RT s otáčkami 300 ot/min a olej WACKER AP200 old dokumentovat, že závislost velikosti průměru kapiček na teplotě je zanedbatelná (Obrázek 12.5)



Obrázek 12.5 Vliv teploty na velikost kapek.

12.6 Vliv intenzity proudění kontrolním objemem

Na základě rozdílných výsledků ze tří snímaných regionů v různých polohách nádoby v systému kapalina-kapalina bylo také zkoumáno proudění přes snímané roviny/regiony. Při porovnání výsledků měření v jednotlivých regionech bylo zjištěno, že velikosti a četnosti vyhodnocených kapek jsou ve snímaných regionech odlišné. Výsledky ze snímaných regionů A a B byly takřka srovnatelné, avšak výsledky z regionu C byly odlišné. Z vizuálního pozorování míchání systému kapalina-kapalina však nebyly mezi jednotlivými úrovněmi výšky měření zpozorovány nikterak prokazatelné odlišnosti. Na základě těchto skutečností bylo provedeno měření proudění snímanými regiony. Proudové pole bylo vizualizováno pomocí fosforeskujících částic a laserového nože. Poté byly pro každou oblast měřených regionů zaznamenány sekvence snímků se snímací frekvencí 100 fps (Obrázek 12.6). Měření bylo provedeno pro oba typy míchadel RT (300 ot/min) a ST (700 ot/min).

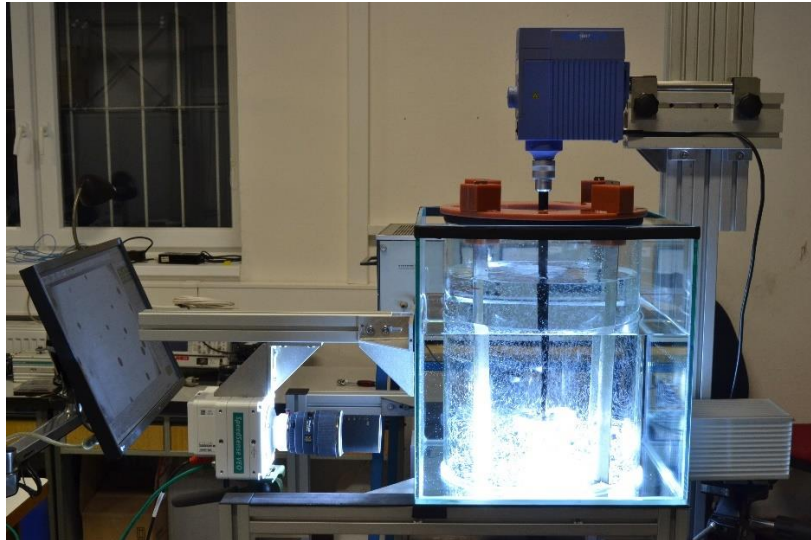


Obrázek 12.6 Vizualizace proudění měřeními regiony.

Z jednotlivých sekvencí snímků byla také vytvořena 4x zpomalená videa. Na těchto videích je velmi přehledně pozorovatelné proudění měřeními regiony. Z těchto videí je také velmi dobře pozorovatelný rozdíl mezi rychlostmi proudění vyvolaného oběma typy míchadel při daných otáčkách, a také rozdíl mezi rychlostmi proudění mezi horní a spodní proudovou smyčkou. Rozdíl mezi rychlostmi proudění v jednotlivých smyčkách může být zapříčiněn jejich délkou. Horní proudová smyčka je zhruba 2x delší než ta spodní, což by mohlo vysvětlovat rozdíl mezi počtem zachycených a vyhodnocených částic v jednotlivých regionech. Víření uvolněné ze smyčky horního proudu opouštějící výstupní zónu míchadla procházelo oblastí B. Schéma proudnic a zkoumaných oblastí je znázorněno na Obrázku 12.6. Rozdíly v průměrech velikosti kapek mezi zkoumanými oblastmi mohou být ovlivněny nízkými čerpacími účinky míchadel. Vzhledem k tomu, že se jedná o radiální typy rychloběžných míchadel, jsou proudová pole u obou míchadel velmi podobná, a hlavní rozdílnosti budou rychlosti v jednotlivých oblastech míchané nádoby.

13 Experimentální zařízení a modelový systém nemísitelných kapalin

Tato část práce je zaměřena na popis uspořádání a použité instrumentace pro experimentální měření. Pro měření velikosti kapek byla použita neinvazivní optická metoda, která je založena na pořizování snímků během dispergace vysokorychlostní kamerou a následném vyhodnocení pořizovaných snímků prostřednictvím obrazové analýzy. Výhodou této metody ve srovnání s ostatními metodami je, že instrumentace pro pořizování snímků je umístěna vně dispergovaného systému, a tak nedochází k narušování proudového pole uvnitř dispergovaného systému (Obrázek 13.1). Jako modelový systém nemísitelných kapalin byl použit systém nemísitelných kapalin destilovaná voda – silikonový olej. Během experimentů bylo použito několik různých typů silikonových olejů.

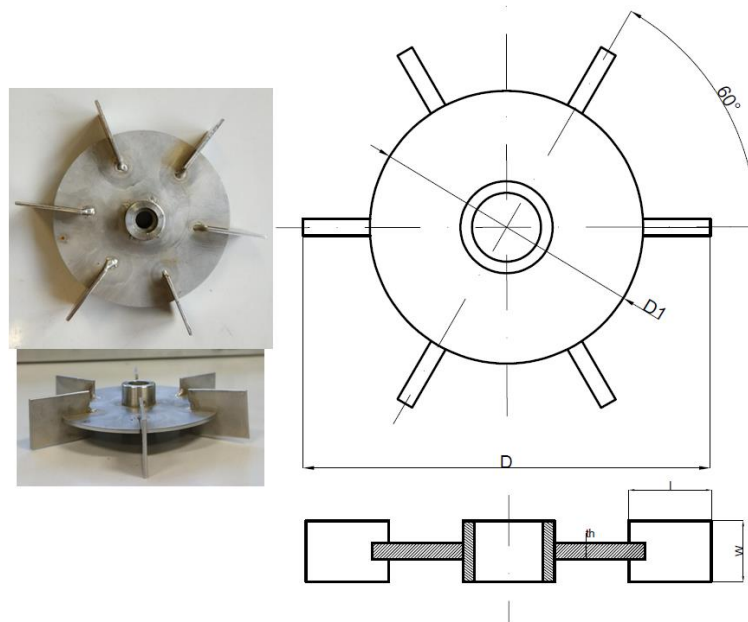


Obrázek 13.1 Experimentální sestava.

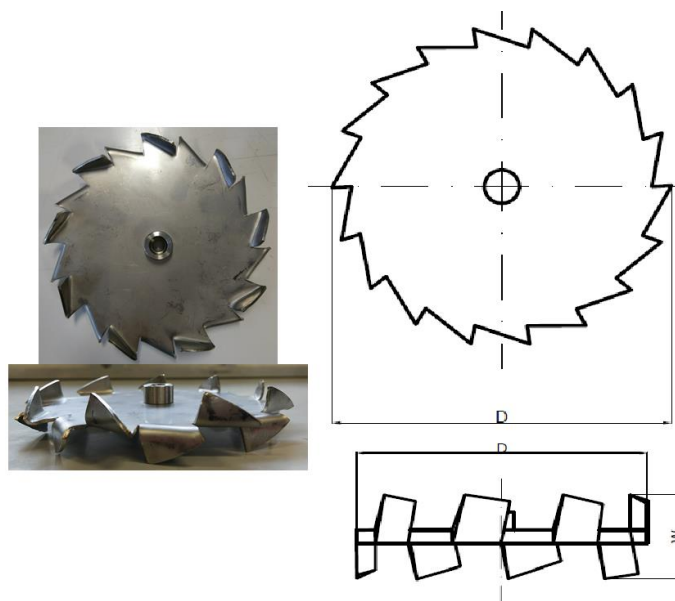
13.1 Typické uspořádání experimentálního měření

Experimentální měření byla prováděna ve válcové skleněné nádobě s plochým dnem o vnitřním průměru $T = 300$ mm (Obrázek 13.4). Nádoba byla opatřena čtyřmi narážkami o šířce narážek $b = 0,1T$, a byla naplněna emulzí voda-olej. Výška hladiny v nádobě byla $H = T$. Objem dispergovaného systému byl 21,21 litrů.

Jako míchací jednotka byla použita pohonná jednotka IKA EUROSTAR POWER. Měření byla prováděna pro dva typy míchadel: Rushtonovu turbínu CVS 69 1021 (Rushton turbine – RT, Obrázek 13.2) a zubové míchadlo CVS 691038.1 (Sawtooth impeller – ST, Obrázek 13.3). Průměr míchadla byl $D = T/3$. Míchadla byla vždy umístěna ve vzdálenosti ode dna nádoby $K = T/4$. V Tabulce 15 jsou uvedeny rozměry použitých typů míchadel.



Obrázek 13.2 Rushtonova turbína CVS 69 1021 – RT.

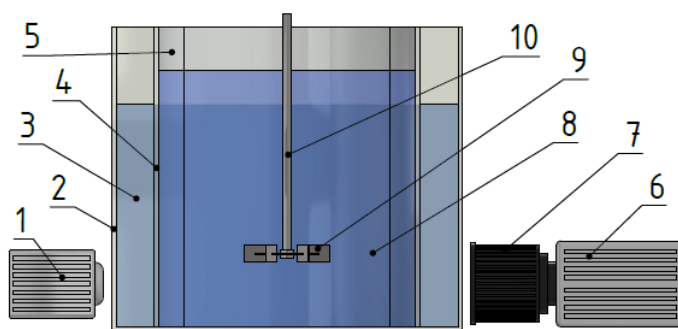


Obrázek 13.3 Zubové míchadlo CVS 69 1038.1 – ST.

Tabulka 15. Rozměry použitých typů míchadel.

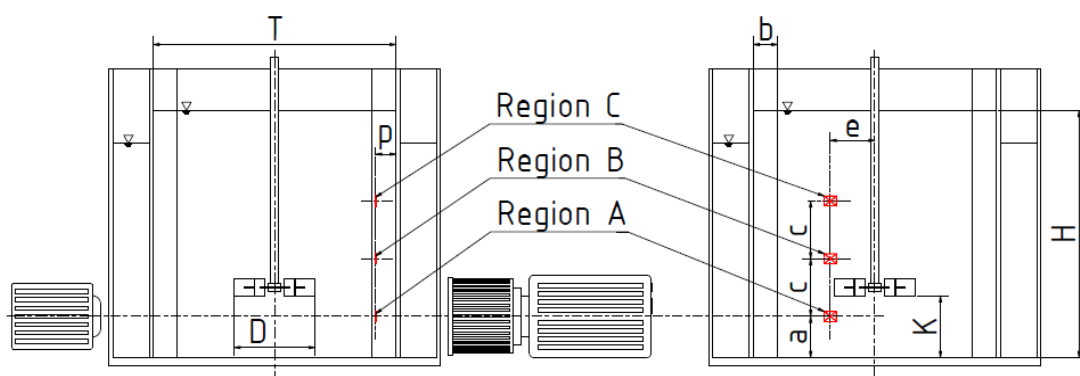
Míchadlo			RT	ST
Počet lopatek	n_l	[-]	6	18
Průměr míchadla	D	[mm]	100	100
Průměr disku	D_l	[mm]	75	-
Délka lopatek	I	[mm]	25	18
Výška lopatek	W	[mm]	20	20

Měření s RT proběhlo v rozmezí otáček míchadla od 150 do 600 ot./min, a s ST v intervalu 400 až 1200 ot./min. Spodní hranice intervalu otáček byla vždy volena s ohledem na to, aby nedocházelo k usazování oleje na dně nádoby vlivem rozdílných hustot oleje a vody. Horní hranice otáček byla při prvních experimentech omezena z důvodů aerace, kdy vlivem přílišné intenzity míchání docházelo ke strhávání vzduchu z hladiny. Přítomnost vzduch v systému měla za následek zkreslování výsledků měření. V systému kapalina-kapalina přibyla plynná fáze, a docházelo tak k dispergaci i plynné fáze. Odlišit bublinky od kapiček při následujícím zpracování pořízených snímků bylo prakticky nemožné. Později bylo do nádoby přidáváno horní víko, které umožnilo horní hranici otáček zvýšit. Uspořádání experimentální aparatury je znázorněno na Obrázku 13.4.



Obrázek 13.4 Uspořádání experimentální aparatury: 1, Jednobodový zdroj světla; 2, Čtvercová nádoba – Optický box (sklo); 3, Destilovaná voda; 4, Válcová nádoba (sklo); 5, Narážky; 6, Vysokorychlostní kamera; 7, Objektiv; 8, Destilovaná voda - Silikonový olej; 9, Míchadlo; 10, Hřídel pohonná míchací jednotkou s řízením otáček IKA EUROSTAR POWER. Publikováno v [131]

Válcová nádoba je umístěna přesně ve středu čtvercové skleněné nádoby neboli ve středu optického boxu (Obrázek 13.4). Prostor mezi vnější stěnou válcové nádoby a vnitřkem optického boxu je naplněn destilovanou vodou. Použití destilované vody je v tomto případě nezbytné, jelikož destilovaná voda v sobě neobsahuje prakticky žádné nečistoty, které by mohly nepříznivě ovlivňovat kvalitu pořízených snímků. Optický box eliminuje index lomu válcové nádoby a výrazně redukuje zkreslení pořízených snímků. Toto zkreslení je vlivem použití optického boxu tak malé, že je zpravidla zanedbáváno. Záznam měření byl realizován vysokorychlostní kamerou s odpovídajícím zdrojem světla. Světelný zdroj je umístěn v ose objektivu vysokorychlostní kamery. Kamera i světelný zdroj byly umístěny kolmo na stěny optického boxu. K zajištění kolmosti objektivu ke stěně optického boxu byl použit přípravek z hliníkových profilů, který mimo jiné zajišťoval pokaždé stejnou vzdálenost a nastavení kamery od stěny optického boxu u všech použitých kombinací kamera-objektiv (Obrázek 13.5).



Obrázek 13.5 Schéma umístění regionů a rozměry zařízení: Vnitřní průměr nádoby $T = 300$ mm, Průměr míchadla $D = T/3$, Šířka narážek $b = 0,1T$, Výška hladiny $H = T$, Vzdálenost míchadla ode dna nádoby $K = T/4$, Oblast A vzdálenost ode dna $a = 50$ mm, vzdálenost mezi oblastmi $c = 70$ mm, vzdálenost oblastí od stěny nádoby $p = 25$ mm (objektiv Laowa) a $p = 50$ mm (objektiv Sigma), vzdálenost oblastí od hřídele $e = 55$ mm. Publikováno v [131].

Pro měření velikosti částic byly zvoleny tři regiony A, B a C (Obrázek 13.5). Většina experimentálních měření probíhala v regionu A. V regionech B a C byly experimenty provedeny za účelem zkoumání homogenity dispergované fáze v míchaném objemu pro oba typy použitých míchadel RT a ST. Region A byl umístěn v oblasti mezi dnem nádoby a míchadlem, ve vzdálenosti $a = 50$ mm ode dna nádoby. Ostatní regiony byly umístěny v prostoru nad míchadlem, a vzdálenost mezi regiony byla $c = 70$ mm. Všechny regiony byly umístěny excentricky ve vzdálenosti od osy nádoby $e = 55$ mm. Toto excentrické umístění bylo zvoleno tak, aby při měření nedocházelo k zachycování hřídele míchadla, a tím znehodnocení pořízených snímků. Vzdálenost jednotlivých regionů od stěny nádoby se lišila na základě použitého typu objektivu. Pro objektiv Sigma (objektiv s delší ohniskovou vzdáleností a vyšší hloubkou ostrosti) byla vzdálenost regionů od stěny nádoby $p = 50$ mm, a při použití objektivu Laowa (objektiv s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti) byla vzdálenost snímané oblasti od stěny nádoby $p = 25$ mm. Tato rozdílná vzdálenost měřených regionů od stěny je způsobena odlišnou ohniskovou vzdáleností použitých typů objektivů.

13.2 Modelový systém kapalina-kapalina

U dispergace se u systému kapalina-kapalina zpravidla rozlišují dvě fáze:

1. kontinuální fáze, které je v míchaném objemu zpravidla vyšší podíl (destilovaná voda)
2. dispergovaná fáze, které je v míchaném objemu zpravidla méně (silikonové oleje).

U počátečních experimentů, kdy bylo zkoušeno vhodné uspořádání experimentální aparatury, byla jako kontinuální fáze použita pitná voda z vodovodu, avšak nečistoty v ní, a později naměřená povrchová a mezifázová napětí ukázala, že tato „kohoutková“ voda nepříznivě ovlivňuje výsledky

měření. Nečistoty obsažené v této vodě byly zachytávány společně s kapkami dispergované fáze, a vzhledem k jejich malému rozměru a zachycenému množství měly vliv na rozložení DSD, a také na výpočet Sauterova středního průměru d_{32} .

Pro dispergovanou fázi byly testovány silikonové oleje WACKER AP200, WACKER AP1000 a Rhodosil. Postupně byly odzkoušeny všechny typy olejů, ale jako nejvhodnější se ukázal WACKER AP200, jehož hustota je vyšší než u kontinuální fáze, a také se jevil jako nejvhodnější pro daný experiment, jelikož i při nízkých otáčkách nevykazoval tendenci usazovat se na dně míchané nádoby. U oleje WACKER AP1000 byla tendence usazování se oleje při nízkých otáčkách na dně nádoby poměrně vysoká, což omezovalo interval rozsahu měření pro různé otáčky. Naopak olej Rhodosil má nižší hustotu než kontinuální fáze (destilovaná voda), a vykazoval tendenci stoupat k hladině.

Jedním z parametrů, který byl během experimentů měřen, byla teplota. Teplota míchané vsádky se v průběhu měření vlivem disipace energie a tepelného záření zdroje světla zvyšovala. U některých experimentů se mezi prvním a posledním měřením teplota zvýšila až o 9 °C. Vzhledem k tomu, že výrobci udávají fyzikální parametry silikonových olejů jen pro jednu teplotu (obvykle 25°C nebo 20°C), byly také naměřeny jejich vlastnosti v závislosti na teplotě (hustota, dynamická viskozita, kinematická viskozita, povrchové napětí a mezifázové napětí mezi kontinuální a dispergovanou fází). V Tabulce 16 jsou jednotlivé hodnoty naměřených vlastností pro teplotu 25 °C, včetně vlastností destilované vody (kontinuální fáze).

Tabulka 16. Přehled naměřených hodnot fyzikálních vlastností použitých typů olejů pro teplotu $T = 25^\circ\text{C}$.

Složka	ρ [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]	μ [$\text{mPa}\cdot\text{s}$]	ν [$\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$]	σ [$\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$]	σ_{in} [$\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$]
Destilovaná voda	997,04	0,89	$8,92 \times 10^{-4}$	71,69	-
WACKER AP200 old	1073,6	209	$1,94 \times 10^{-4}$	26,42	30,84
WACKER AP200 new	1069,7	194	$1,78 \times 10^{-4}$	27,39	30,92
WACKER AP1000	1090,1	1055	$9,68 \times 10^{-4}$	27,7	32,22
Rhodosil	956,8	45	$4,69 \times 10^{-5}$	-	-

Olej WACKER AP200 byl k dispozici ve dvou šaržích, jedna z roku 2016 (dále označen old) a druhá z roku 2019 (dále označen new). Hustota ρ byla měřena prostřednictvím 50 ml pyknometrů a chladicí cirkulační lázně V-Labo F 50. Nejprve byly oleje i pyknometry zchlazeny na teplotu cca 5 °C. Poté byly olejem naplněné pyknometry ponořeny po hrdlo pyknometrů do chladicí cirkulační lázně, která byla vychlazená na teplotu 10 °C. Následně byla teplota lázně nastavena na 14 °C a přebytečný olej, který vytekl z kapiláry, byl otřen. Vzorky byly postupně odebírány z lázně, a po osušení zváženy. Teplota lázně byla po 1 °C postupně až do 30 °C zvyšována, a postup měření byl pro každou teplotu opakován. Tento postup zvyšování teploty byl volen z důvodu toho, že objem oleje se zvyšující teplotou roste. Následně byl od naměřených hmotností pyknometrů s olejem odečteny hmotnosti pyknometrů, a hmotnost samotných olejů byla podělena objemem pyknometrů pro získání hustoty olejů. Naměřené závislosti hustoty na teplotě pro použité oleje jsou uvedeny v Příloha A - Hustota.

Další fyzikální vlastnost olejů, která byla měřena, je dynamická viskozita μ a opět v závislosti na teplotě T . Nejprve byla na rotačním viskozimetru Reotec RC 20 naměřena závislost rychlosti smykové deformace γ na smykovém napětí τ pro jednotlivé oleje v rozmezí teplot 15 - 30°C po 2,5°C. Teplota byla nastavována na termostatu chladicí cirkulační lázně V-Labo F 50, a vlivem setrvačnosti chlazení/ohřevu nastavené teploty vždy neodpovídaly požadované hodnotě. Následně byla ze závislosti γ na τ určena dynamická viskozita μ . Naměřené závislosti dynamické viskozity na teplotě pro použité oleje jsou uvedeny v Příloha B – Dynamická viskozita.

Dále byly měřeny povrchové napětí σ a mezifázové napětí σ_{in} mezi olejem a destilovanou vodou v závislosti na teplotě T . Měření probíhalo na zařízení KRUSS Force Tensiometer – K100 a teplota byla regulována chladicí cirkulační lázní V-Labo F 50. Povrchové napětí bylo měřeno tažnou metodou prstencového tělíska. Mezifázové napětí bylo měřeno tlačnou metodou prstencového tělíska. Obě metody jsou založené na principu natahování hladiny kapaliny (mezifázového rozhraní) až do maximální hodnoty napětí, posléze dojde k poklesu napětí, které by mohlo vést až k přetržení napnuté kapalinové blány. Aby nedošlo k přetržení blány, nastavuje se tzv. relaxace, což je pokles napětí od maximální hodnoty v jednotkách % (pro tyto měření byla relaxace nastavena

na 10%). Natažení blány probíhá opakovaně a výsledné povrchové/mezifázové napětí je určováno z průměrných maximálních naměřených hodnot. Obdobným způsobem se měří mez kluzu pevných materiálů. Naměřené závislosti povrchového a mezifázového napětí na teplotě pro použité oleje jsou uvedeny v Příloha C – Povrchové a mezifázové napětí.

14 Kinetika dispergace nemísitelných kapalin – Rushtonova turbína

V této kapitole jsou prezentovány výsledky dispergačních měření s Rushtonovou turbínou jako míchadlem. Je zde popsána procedura měření, za kterých byly měřeny prezentované výsledky. Jedním z cílů této práce bylo prozkoumat homogenitu dispergovaného systému v různých místech nádoby. Z toho důvodu jsou zde prezentovány výsledky z tří různých regionů (snímaných oblastí), které jsou umístěné v různých vzdálenostech ode dna nádoby, a také v různých místech cirkulačních smyček radiálně míchané válcové nádoby s narážkami.

Dále jsou zde prezentovány základní charakteristiky, které byly podrobněji také prezentovány v předchozích kapitolách. Základními charakteristiky, které popisují dispergaci systému nemísitelných kapalin, a tedy rozpad kapek, jsou počet naměřených kapek, velikost kapek a změny v jejich rozložení (distribuci velikosti kapek). Počet naměřených kapek je prvním a současně velmi důležitým parametrem pro získání relevantní výsledků. Malý počet identifikovaných a vyhodnocených kapek značně snižuje relevantnost následujícího vyhodnocení. Časový průběh Sauterova středního průměru následně demonstruje, že v dispergovaném systému dochází k rozpadu kapek, a d_{32} tak vykazuje klesající tendenci. Přibývající počet vyhodnocených kapek a současně klesající Sauterův střední průměr s časem koresponduje s teorií dispergace.

Mimo jiné byl dále testován vhodný model kinetiky d_{32} , a také byl zkoumán vliv intenzity míchání na dispergovaný modelový systém nemísitelných kapalin. Model časového vývoje Sauterova středního průměru je důležitý pro stanovení rovnovážné velikosti kapek d_{32eq} pro dané otáčky míchadla. Výsledné hodnoty ustáleného stavu dispergovaného systému jsou pak použity pro porovnání s publikovanými korelacemi založenými na Hinze-Kolmogorově [1, 52] teorii rozpadu kapek.

Za určitých podmínek nemusí být ve všech místech míchané nádoby plně vyvinuta turbulence a turbulentní víry nemají isotropní charakter, jak předpokládá Hinze-Kolmogorova [1, 52] teorie. Pro tento charakter turbulentního proudění se používá pojem vnitřní intermitence („internal intermittency“) a dle autorů [59–61] má vliv i na rozpad kapek.

Výsledky byly průběžně publikovány v [131–133].

14.1 Experimentální procedura

Všechny experimenty byly provedeny podle stejné procedury. Nejprve byly po nastavení všech parametrů měření a nastavení kamery a světla do měřicí polohy zachyceny snímky měřítka, z kterých bylo určováno rozlišení obrazu. Nádoba byla od začátku měřicí procedury naplněna destilovanou vodou ($H = T$). Po pořízení snímků měřítka bylo do objemu přidáno 15 000 nylonových 6/6 kuliček o stejném kalibrováném průměru $6/64'' = 1,19$ mm. Po přidání kalibračních kuliček byly otáčky míchadla nastaveny tak, aby odpovídaly spodní hranici otáček pro míchání systému kapalina-kapalina ($RT = 250$ ot./min pro prezentovaná data). Pro takto nastavené podmínky byly zaznamenány tři sekvence po 1 000 snímcích. Tyto snímky, na kterých jsou zachyceny částice o přesném rozměru, slouží ke kalibraci parametrů následného vyhodnocení pomocí obrazové analýzy IA. Kuličky byly z objemu odstraněny přečerpáním přes jemnou síťku, na které byly veškeré kuličky zachyceny.

Nádoba byla poté doplněna o vyčerpanou destilovanou vodu. Následně bylo do objemu přidáno 10 ml dispergované fáze (silikonový olej). Objemová koncentrace dispergované fáze v systému byla $\phi_d = 0,00047$ (zředěný systém). Olej byl přidán v čase $t = 0$ a první sekvence snímků byla zachycena v čase $t = 5$ minut. Prvních 5 minut bylo ponecháno pro stabilizaci systému na počátečních otáčkách 200 ot./min.

Pro každou snímanou oblast (Region A, B a C) a každé otáčky míchadla bylo po 5 minutách opakovaně pořízeno 8 sad snímků (1 sada = 1000 snímků). Celková doba měření byla 40 minut pro každou oblast a každé otáčky míchadla. V momentě, kdy bylo pořízeno 8 sad snímků, otáčky míchadla byly skokově zvýšeny. Tímto způsobem byla v každé oblasti zachycena následující sekvence sad snímků: 1 až 8 sad snímků pro 250 ot./min, 9 až 16 sad snímků pro 300 ot./min a 17 až 24 sad snímků pro 350 ot./min.

Pro pořizování snímků byla použita kombinace kamery MK III a objektivu Sigma. Tato kombinace byla použita na základě výsledků z kapitoly 10.3 Vliv objektivu na vyhodnocení kapek pro použité typy míchadel (strana 56) jako nejvhodnější z hlediska relevantnosti výsledků. Jako světelný zdroj byl použit jednočipový 90 W LED zdroj (zdroj D). Snímkovací frekvence byla u každého měření nastavena na stejnou hodnotu 30 fps. Pořízení sekvence snímků trvalo 33,33 sekund. Rychlost závěrky byla nastavena dle použitého zdroje světla na hodnotu 3 μ s.

Během procesu dispergace dochází k nárůstu teploty vsádky. Tento nárůst teploty je způsoben disipací energie míchadla, a také může být způsoben tepelným zářením zdroje světla. Vzhledem k tomu, že byl jako zdroj světla použit LED zdroj, byl nárůst teploty vlivem tepelného záření světla značně omezen. Bylo pozorováno zvýšení teploty v průměru o 0,5 °C, a to během měření ve všech regionech. Průměrná teplota během procesu dispergace Rushtonovou turbínou byla 21 °C. Jako modelový systém nemísitelných kapalin byl použit systém destilovaná voda – silikonový olej WACKER AP200 old. Tabulka 17 shrnuje měřené fyzikální vlastnosti kontinuální i dispergované fáze.

Tabulka 17. Fyzikální vlastnosti systému nemísitelných kapalin, Míchadlo RT.

Fáze	Hustota ρ [kg m ⁻³]	Dynamická viskozita μ [mPa s]	Povrchové napětí σ [mN m ⁻¹]	Objemová frakce φ [-]
Kontinuální	998	0,98	72,14	0,99953
Dispergovaná	1076,75	232	26,43	0,00047

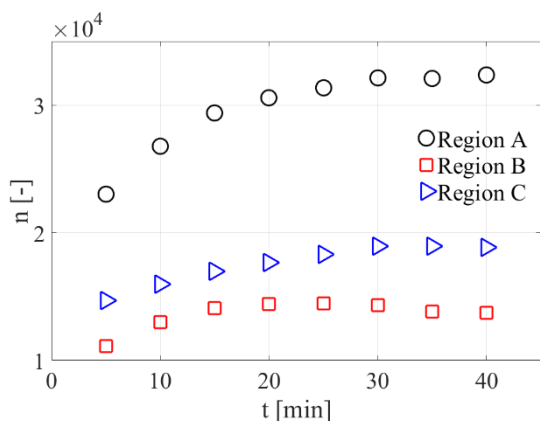
14.2 Celkový počet zpracovaných kapek

V této kapitole je uveden počet identifikovaných a vyhodnocených kapek všech snímaných oblastech (Region A,B a C) pro Rushtonovu turbínu. Celkový počet vyhodnocených kapek v jednotlivých regionech měření (Tabulka 18) představuje součet identifikovaných kapek z 24 000 pořízených snímků (8 sad po 1000 snímcích pro každé otáčky míchadla). Časové průběhy počtu identifikovaných a vyhodnocovaných kapek pro RT byly vyneseny pro otáčky míchadla 250 (Obrázek 14.1), 300 (Obrázek 14.2) a 350 ot./min (Obrázek 14.3), a každý region měření. Pro získání relevantních výsledků je rozhodující minimální počet identifikovaných a vyhodnocených kapek. Dle testované hypotézy byl minimální počet kapek pro získání relevantních výsledků systému míchaného Rushtonovou turbínou stanoven na 3 999 kapek.

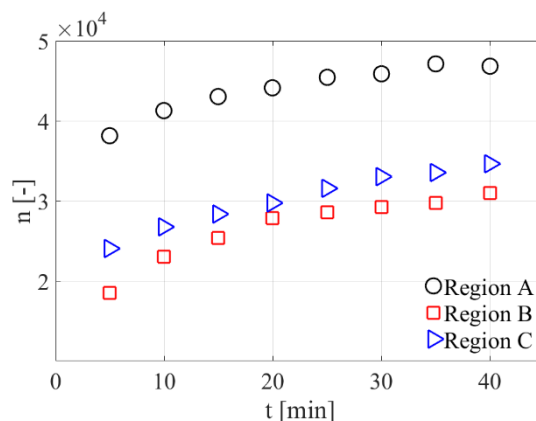
Tabulka 18. Celkový počet vyhodnocených kapek a parametry snímaných oblastí všech regionů měření, Míchadlo RT.

Region	Snímaná oblast [mm × mm]	Rozlišení obrazu [mm pixel ⁻¹]	Celkový počet vyhodnocených kapek ¹ [-]
A	15,043 x 12,034	0,011752	1 090 983
B	15,094 x 12,075	0,011792	687 316
C	15,063 x 12,051	0,011768	722 026

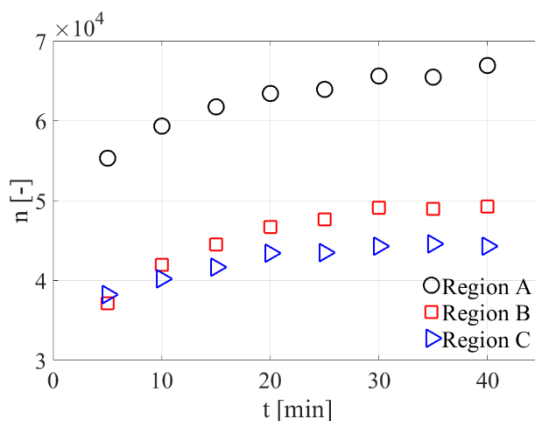
¹Celkový počet identifikovaných a vyhodnocených kapek z 24 000 snímků



Obrázek 14.1 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo RT 250 ot./min. Publikováno v [131].



Obrázek 14.2 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo RT 300 ot./min. Publikováno v [131].



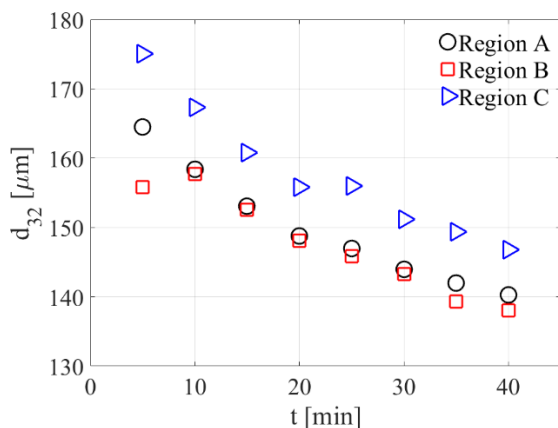
Obrázek 14.3 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo RT 350 ot./min. Publikováno v [131].

Nejvíce kapek bylo identifikováno a vyhodnoceno v regionu A. Region A je umístěn ve spodní cirkulační smyčce pod míchadlem, ve vzdálenosti 50 mm ode dna nádoby. Výrazně nižší počet kapek byl zaznamenán v regionu B a C ve srovnání s regionem A. Regiony B a C byly umístěny v horní cirkulační smyčce nad míchadlem, ve vzdálenosti 70 mm mezi regiony.

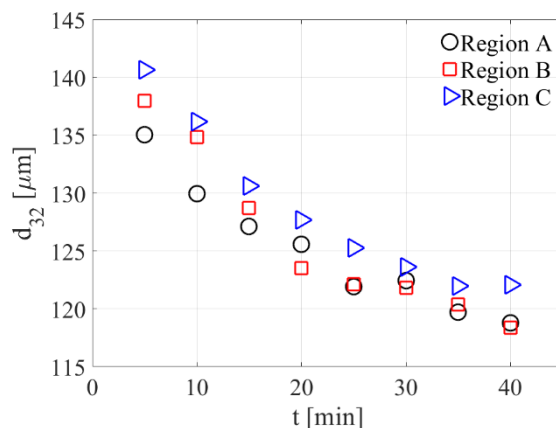
Minimální počet vyhodnocených kapek pro získání relevantních výsledků byl dosažen v každém čase měření ve všech snímaných regionech, a pro všechny otáčky míchadla. Pro každé otáčky míchadla byl ve všech snímaných regionech zaznamenán přibývajícím počet kapek v každém čase měření. Pouze v regionu B byl zaznamenán mírný pokles počtu vyhodnocených kapek pro otáčky míchadla 250 ot./min. mezi časem měření 25 až 40 min.

14.3 Časový vývoj Sauterova středního průměru d_{32}

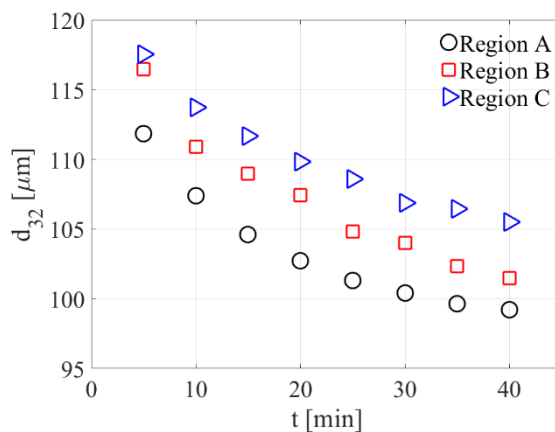
Časový vývoj Sauterova středního průměru d_{32} je znázorněn pro otáčky míchadla 250 (Obrázek 14.4), 300 (Obrázek 14.5) a 350 ot./min (Obrázek 14.6), v každé oblasti měření (Region A, B a C). Pro všechny otáčky míchadla byly nejvyšší hodnoty d_{32} zaznamenány v oblasti C. Časový vývoj d_{32} pro otáčky míchadla 250 ot./min byl prakticky stejný pro regiony A a B, které byly umístěny ve stejné vzdálenosti pod a nad míchadlem. Pro otáčky míchadla 300 ot./min byly rozdíly mezi hodnotami d_{32} cca 5 μm ve všech oblastech mezi jednotlivými časy měření. Pro otáčky míchadla 350 ot./min byly pozorovány vyšší rozdíly mezi hodnotami d_{32} , zhruba 10 μm , ve všech oblastech mezi jednotlivými časy měření.



Obrázek 14.4 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 250 ot./min. Publikováno v [131].



Obrázek 14.5 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 300 ot./min. Publikováno v [131].



Obrázek 14.6 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 350 ot./min. Publikováno v [131].

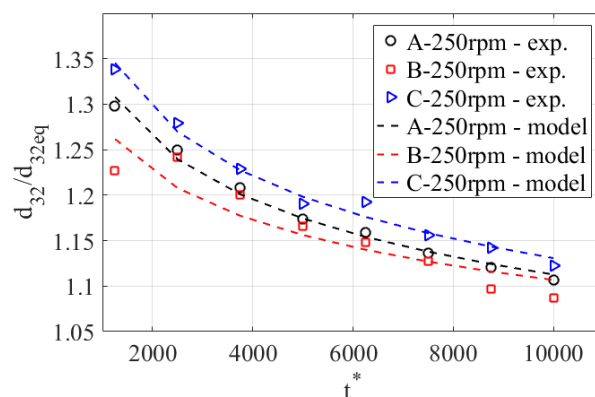
Časový vývoj vykazuje ve všech měřených regionech, a pro všechny otáčky míchadla podobnou klesající tendenci d_{32} s rostoucím časem.

14.3.1 Model Chang [96]

Výsledné hodnoty d_{32} z měření systému nemísitelných kapalin byly otestovány modelem (5.2) navrženým pro popis časového vývoje d_{32} Changem [96]. Tento model byl navržen, a je platný pro systémy, u nichž se dynamická viskozita dispergované fáze pohybuje v rozsahu $40 < \mu_d < 140$ mPa.s. Model byl otestován na naměřených datech (Obrázek 14.7). Vyhodnocené parametry tohoto modelu pro naměřená data jsou uvedeny v Tabulce 19.

Tabulka 19. Parametry modelu Chang [96] časového vývoje d_{32} pro naměřená data, Míchadlo RT 250 ot./min.

Region	d_{32eq} [μm]	C [-]	m [-]	Index korelace [-]
A	126,73	39 464	0,0778	0,9952
B	127,06	49 954	0,0630	0,9861
C	130,84	43 561	0,0836	0,9906



Obrázek 14.7 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 250 ot./min.

Z porovnání naměřeného časového průběhu d_{32} s modelem Chang [96] vyplývá, že tento model z hlediska indexu korelace, který určuje shodu modelu s naměřenými daty (model se s daty shoduje, pokud index korelace = 1), popisuje naměřená data velmi přesně. Hodnoty jednotlivých konstant vyhodnocené z naměřených dat se s hodnotami konstant uvedených v literatuře [96] neshodují. To indikuje, že konstanty modelu jsou specifické pro každý systém.

Z matematického hlediska má model charakter hyperbolické funkce. Pro ustálené podmínky, tj. $t \rightarrow \infty$, model predikuje hodnotu poměru $d_{32}/d_{32eq} \rightarrow 0$, což je z hlediska fyzikální podstaty dispergace nesmyslné. Z tohoto pohledu je tento empirický model pro popis časové závislosti d_{32} nevhodný, a pro další prezentaci výsledků nebyl používán.

14.3.2 Model Hong a Lee [97]

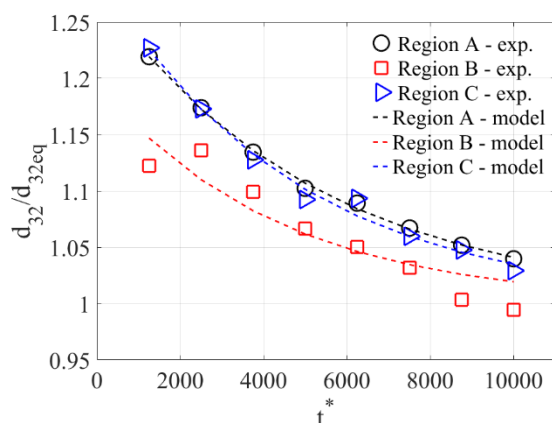
Na základě závěrů z testovaného modelu Chang [96], který se ukázal být jako fyzikálně nesmyslný, byl pro popis časového vývoje d_{32} použit jiný model Hong a Lee [97]. Tento model lze z hlediska fyzikální podstaty dispergace považovat za vhodnější, neboť pro ustálené podmínky, tj. $t \rightarrow \infty$, model predikuje hodnotu poměru $d_{32}/d_{32eq} \rightarrow 1$, což je fyzikálně správné. Model byl ověřen na 181 experimentálně získaných datech pro 5 různých systémů dispergace kapalina-kapalina a dvě různá geometrická uspořádání. Rozsah objemové frakce dispergované fáze se v experimentech byl v rozmezí $0,05 < \varphi_d < 0,20$. Pomocí tohoto modelu byla zpracována data naměřená ve třech regionech pro všechny otáčky míchadla RT (Obrázek 14.8 až Obrázek 14.10). Vyhodnocené parametry tohoto modelu pro naměřená data jsou uvedeny v Tabulce 20.

Tabulka 20. Parametry modelu Hong-Lee [97] časového vývoje d_{32} pro naměřená data, Míchadlo RT. Publikováno v [131].

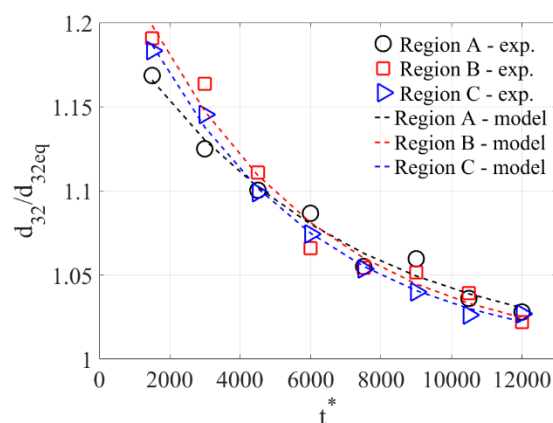
Otáčky míchadla	Region	d_{32eq} [μm]	α	$\beta \times 10^{-4}$
250	A	$134,92 \pm 3,21$	$0,279 \pm 0,022$	$1,917 \pm 0,428$
	B	$138,83 \pm 8,18$	$0,196 \pm 0,082$	$2,316 \pm 1,257$
	C	$142,66 \pm 7,96$	$0,294 \pm 0,051$	$2,129 \pm 1,157$
300	A	$115,54 \pm 6,19$	$0,211 \pm 0,046$	$1,614 \pm 1,081$
	B	$115,85 \pm 6,99$	$0,267 \pm 0,056$	$1,988 \pm 1,428$
	C	$118,87 \pm 2,89$	$0,253 \pm 0,023$	$2,033 \pm 0,634$
350	A	$98,31 \pm 0,33$	$0,199 \pm 0,005$	$2,161 \pm 0,145$
	B	$99,08 \pm 4,41$	$0,221 \pm 0,038$	$1,506 \pm 0,859$
	C	$103,48 \pm 1,83$	$0,175 \pm 0,015$	$1,520 \pm 0,441$

Shoda tohoto modelu s naměřenými daty je velmi dobrá. Tento model je velmi přesný a z hlediska rozsahu platnosti je takřka neomezený. Z fyzikální podstaty testovaného modelu dojde k ustálení systému v čase $t \rightarrow \infty$. Model Hong a Lee [97] umožňuje predikovat ustálený stav a hodnotu rovnovážného Sauterova středního průměru d_{32eq} . Z porovnání vyhodnocených parametrů modelu d_{32eq} (Tabulka 20), a posledních hodnot d_{32} (40 min. měření) pro všechny otáčky míchadla

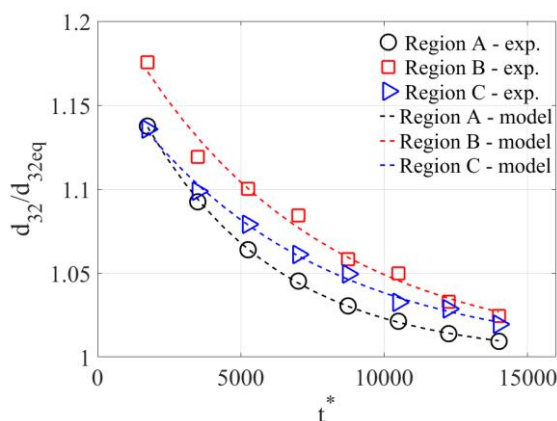
v měřených regionech (Obrázek 14.4 až Obrázek 14.6) vyplývá, že zvolená doba měření byla z hlediska vyhodnocení parametru modelu dostačující.



Obrázek 14.8 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 250 ot./min. Publikováno v [131].



Obrázek 14.9 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 300 ot./min. Publikováno v [131].



Obrázek 14.10 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 350 ot./min. Publikováno v [131].

14.4 Doba dispergace potřebná k dosažení rovnováhy

Porovnání výsledků z naměřených dat a parametru d_{32eq} modelu Hong a Lee [97] ukazuje, že dispergovaný modelový systém nemísitelných kapalin se blížil ke stavu rovnováhy. Nabízí se otázka odhadu doby, za jak dlouho by došlo k ustálení systému. Autoři modelu časového vývoje d_{32} Hong a Lee [97] mimo jiné navrhli empirický vztah (5.4) pro dobu dosažení rovnováhy [97, 99]. Podmínky rovnovážného stavu jsou v nekoalescenčních systémech dosahovány za delší dobu ve srovnání s koalescenčními systémy. Pro určení času potřebného k dosažení ustáleného (rovnovážného) stavu systému byly použity výsledné hodnoty z předchozích měření a fyzikální vlastnosti daného oleje a vody při teplotě experimentálního měření (Tabulka 21).

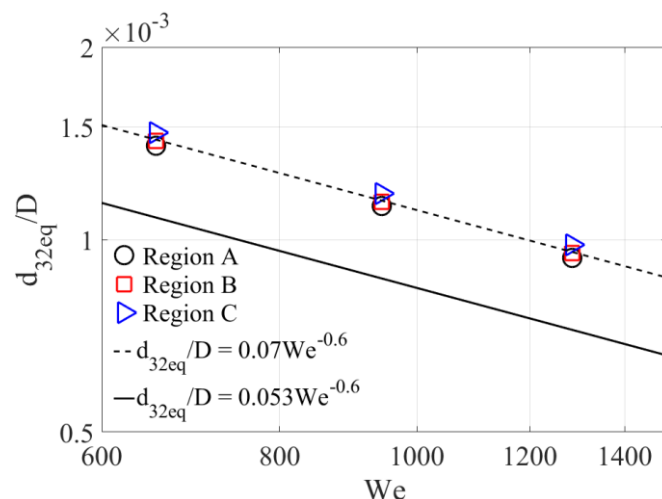
Tabulka 21. Doba potřebná pro dosažení rovnováhy, Míchadlo RT.

Otáčky míchadla [1/min.]	Průměr kapky [μ]	Weberova číslo [-]	Reynoldsovo číslo [-]	Froudeho číslo [-]	Doba pro dosažení rovnováhy dle (5.4) [min.]
250	134	656	42 523	2,94	237
300	114	944	51 028	4,24	185
350	97	1 285	59 532	5,77	150

Jak je vidět z Tabulky 21, výsledné doby pro dosažení rovnováhy dle empiricky založeného vztahu (5.4) pro všechny otáčky míchadla RT se pohybují v řádech hodin.

14.5 Vliv intenzity míchání

Vztah mezi rovnovážným Sauterovým středním průměrem d_{32eq} , který je vztažen k průměru míchadla, a Weberovým číslem míchadla lze odvodit na základě Hinze-Kolmogorovovy teorie [51, 52], kdy k rozpadu kapek dochází v inerciální oblasti Chenem a Middlemanem [7] ve tvaru daným vztahem (4.10).



Obrázek 14.11 Závislost poměru d_{32eq}/D na Weberově čísle míchadla, Míchadlo RT. (-) korelace z naměřených dat (--) korelace Chen a Middlemana [7]. Publikováno v [131].

Na základě experimentálních dat byla vyhodnocena hodnota konstanty úměrnosti $C_2 = 0,07$. Porovnání korelace (4.10) Chen a Middleman [7] a vypočtených hodnot d_{32eq} je znázorněno na Obrázku 14.11. Chen a Middleman [7] realizovali rozsáhlý výzkum velikosti kapek v nádobě míchané Rushtonovou turbínou pro různé nemísitelné systémy kapalina-kapalina a různé poměry D/T . Experimenty byly prováděny v šesti válcových nádobách s narážkami a plochým dnem o průměru 4, 6, 8, 10, 12 a 18 palců, a byly míchaných pěti Rushtonovými turbínami o průměrech 2, 3, 4, 5 a 6 palců. Měření velikosti kapek bylo realizováno pomocí Leedsova a Northupova galvanometru 2430C ve výstupním proudu míchadla. Na základě těchto údajů uvedli hodnotu konstanty úměrnosti $C_2 = 0,053$. Podle analýzy jsou hodnoty d_{32eq} v ustálených stavech v rozmezí dat, ze kterých byla korelace Chen a Middleman [7] odvozena.

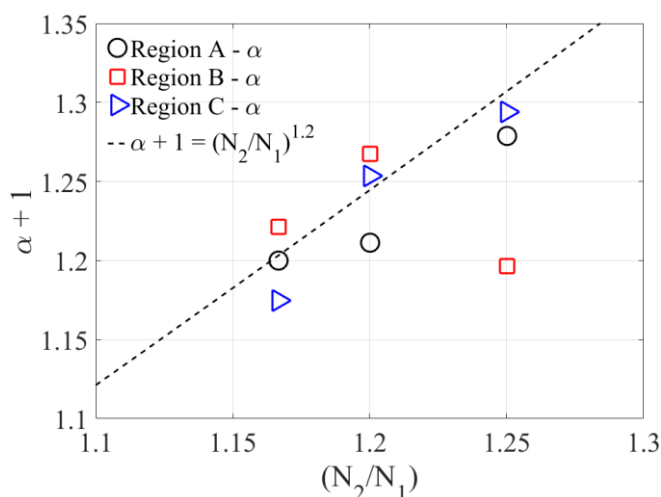
Experimenty byly prováděny postupně se skokovým zvýšením otáček míchadla. Kombinací rovnic (4.10) a (5.3) byl odvozen vztah (14.2) mezi parametrem modelu kinetiky Sauterova středního průměru α a skokovou změnou otáček míchadla z N_1 na N_2 následujícím způsobem: i) za předpokladu, že $d_{32}(t = 0)$ pro otáčky míchadla N_2 jsou rovnovážné velikosti d_{32eq} pro předchozí otáčky míchadla N_1 popsané rovnicí (4.10), ii) pro výchozí bod ($t = 0$) lze parametr modelu α vyjádřit z rovnice (5.3) následujícím způsobem:

$$\alpha = \frac{d_{32eq}(t = 0, N_2) - d_{32eq}(N_1)}{d_{32eq}(N_1)}, \quad (14.1)$$

iii) za předpokladu nezměněných ostatních fyzikálních a geometrických parametrů lze získat následující konečný vztah, který by měl predikovat parametr α při skokovém zvýšení otáček z N_1 na N_2 :

$$\alpha + 1 = \left(\frac{N_2}{N_1}\right)^{1,2}, \quad (14.2)$$

kde N_1 jsou otáčky míchadla z předchozího měření, a N_2 jsou otáčky míchadla následujícího měření, po skokové změně otáček míchadla. Poměr N_2/N_1 pro 250 ot./min byl stanoven za použití předchozích otáček míchadla 200 ot./min. Porovnání experimentálních hodnot s touto predikcí je znázorněno na Obrázku 14.12. Odchýlený bod regionu B pro skokovou změnu otáček míchadla $N_2/N_1 = 250/200$ ot./min = 1,25 (Obrázek 14.12) je pozorovaného odlišného vývoje velikosti kapky d_{32} v regionu B (viz. Obrázek 14.8).

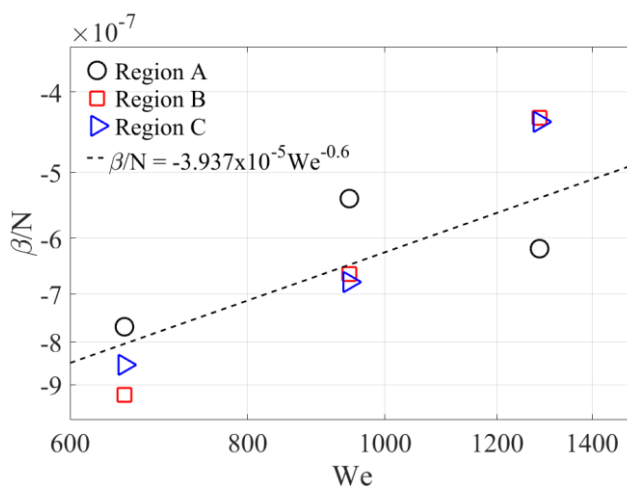


Obrázek 14.12 Závislost parametru kinetického modelu α jako funkce poměru otáček míchadla N_2/N_1 . Míchadlo RT. Publikováno v [131].

Parametr kinetického modelu β byl empiricky proložen mocninou funkcí jako funkce Weberova čísla pro dané míchadlo analogicky vztahu (4.10):

$$\frac{\beta}{N} = C_{17} We^{-0,6}, \quad (14.3)$$

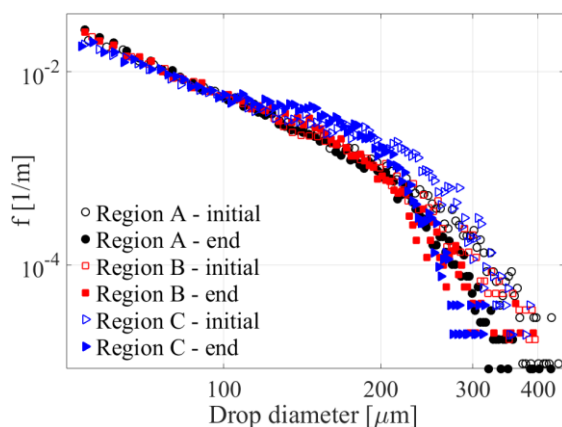
kde C_{17} je konstanta úměrnosti. Pro danou funkci byla z hodnot parametru β kinetického modelu vyhodnocena konstanta úměrnosti $C_{17} = -3,937 \times 10^{-5}$. Porovnání navržené korelace a hodnoceného parametru kinetického modelu β je na Obrázku 14.13.



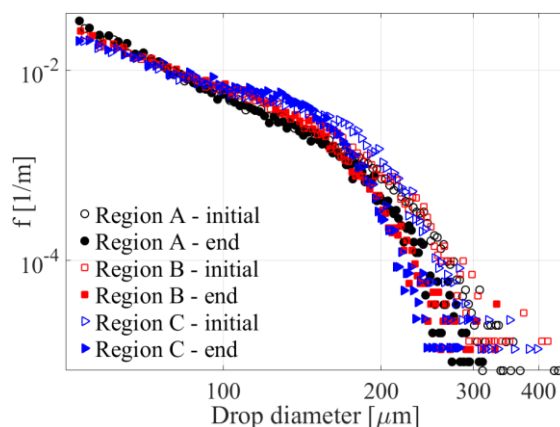
Obrázek 14.13 Závislost parametru kinetického modelu β jako funkce Weberova čísla pro dané míchadlo RT. Publikováno v [131].

14.6 Časový vývoj distribuce velikosti kapek (DSD)

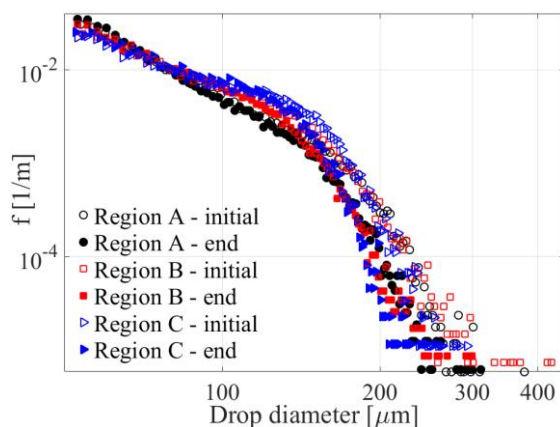
Jako další kritérium pro zkoumání homogenity a kinetiky dispergovaného modelového systému nemísitelných kapalin v různých místech nádoby bylo použito frekvenční rozložení velikosti kapek. Frekvenční DSD jsou prezentovány v logaritmickém měřítku stupnic tak, aby byly vizualizovány rozdíly distribucí, a to a pro každý region měření a použité otáčky míchadla RT (Obrázek 14.14 až Obrázek 14.16). Pro viditelnější rozdílnosti mezi jednotlivými časovými měřeními, byly vykresleny pouze distribuční křivky v počátečních a konečných časových krocích měření (v počátečním časovém kroku $t = 5$ min., a na konci měření v čase $t = 40$ min. pro všechny snímané oblasti – regiony měření).



Obrázek 14.14 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo RT 250 ot./min. Publikováno v [131].



Obrázek 14.15 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo RT 300 ot./min. Publikováno v [131].



Obrázek 14.16 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo RT 350 ot./min. Publikováno v [131].

Pro testované otáčky míchadla se do velikosti kapek přibližně $100 \mu\text{m}$ DSD prakticky neměnily, bez ohledu na zkoumaný region měření. Tvary DSD křivek jsou podobné, pouze se posouvají v hodnotě frekvence. Znamená to, že u nejmenších tříd kapek prakticky nedochází k žádným změnám ve velikosti kapek. Změny velikosti kapek, ke kterým dochází během dispergace, jsou viditelné pouze pro větší velikosti kapek, v rozmezí $160 - 200 \mu\text{m}$. V tomto případě byl zaznamenán rozdíl mezi zkoumanými regiony měření. Ve střední části distribuce velikosti kapek (mezi 100 až $200 \mu\text{m}$) dochází k přechodným změnám mezi jednotlivými regiony měření. Dále je viditelné, že s rostoucími otáčkami míchadla a dobou dispergace dochází k úbytku největších kapek v systému

(v rozmezí 300 – 450 μm). Mezi DSD získanými z regionů A a B jsou pozorovány jen malé změny, ve srovnání s regionem C pro všechny otáčky míchadla.

14.7 Vliv intermitence turbulence

U nádoby opatřené narážkami, a míchané Rushtonovou turbínou, lze očekávat plně turbulentní režim pro Reynoldsovo číslo větší než 50 000 [134, 135]. Experimenty byly prováděny v rozsahu Reynoldsových čísel od 42 523 do 59 532. V nádobě tedy může existovat anizotropní turbulentní proudění, zejména v oblasti míchadla. Proto byl zkoumán vliv vnitřní intermitence turbulence na průběh dispergace.

V případě turbulence bez vnitřní intermitence, tj. pro hodnotu multifraktálního exponentu $\alpha_{FT} = 1$, je exponent Weberova čísla v závislosti maximální stabilní velikosti kapky d_{max} v nekoaleskujícím dispergovaném systému kapalina-kapalina na Weberově čísle podle Hinze-Kolmogorovy teorie [51, 52] za předpokladu lokální izotropie roven hodnotě -0,6, jak je také vidět ze vztahu (4.24). Pokud je hodnota α_{FT} nižší než 1 indikují existenci špiček rychlosti disipace turbulentní energie, avšak pravděpodobnost jejich výskytu je nízká, což se také dle vztahu (4.24) projevuje i v hodnotě exponentu Weberova čísla.

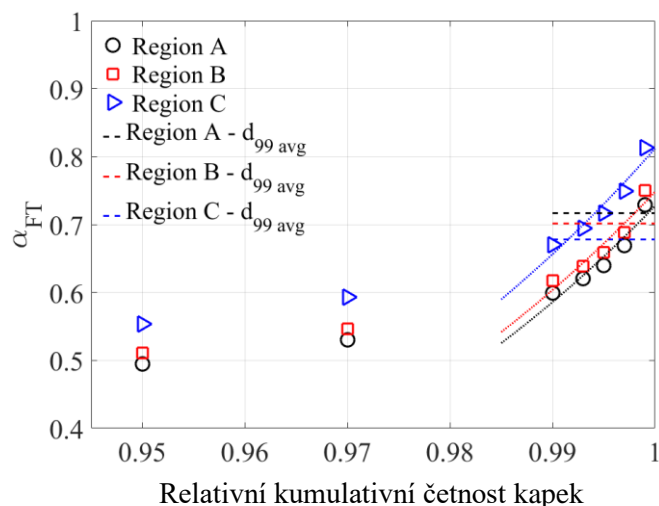
Při aplikaci vztahu (4.24) však vyvstává otázka, jak určit maximální velikost kapky, d_{max} . Jedná se o velikost největší pozorované kapky v systému? Při testech se ukázalo, že tento přístup je nepoužitelný. Dále je třeba poznamenat, že v případě publikovaných výsledků způsob určení d_{max} nebývá detailně popsán. Z toho důvodu byl použit následující postup: maximální velikost kapky byla vyhodnocena z relativních kumulativních křivek DSD získaných na konci měřeného časového kroku pro definovaná kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek a to 95 %; 97 %; 99 %; 99,3 %; 99,5 %; 99,7 % a 99,9 % pro každý region a otáčky míchadla. Pro srovnání byla také maximální velikost kapky odhadnuta jako průměr 1 % z počtu největších kapek (označeno jako $d_{99,9,avg}$). Maximální velikosti kapek odhadnuté tímto postupem byly korelovány s Weberovým číslem míchadla pomocí rovnice (4.24). Vypočtené multifraktální exponenty α_{FT} jsou uvedeny v Tabulce 22 pro každou oblast měření, a grafická závislost na Obrázku 14.17. Bylo zjištěno, že metoda použitá pro odhad d_{max} významně ovlivňuje odhad α_{FT} . Z tohoto zjištění vyplývá, že určení maximální velikosti kapky je zásadním faktorem pro správný odhad multifraktálního exponentu α_{FT} . Vzhledem k závislosti exponentu na kumulativním zastoupení byl multifraktální exponent α_{FT} odhadnut extrapolací dílčích hodnot na kumulativních 100 %.

Tabulka 22. Hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} určené dle definice pro kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek, Míchadlo RT. Publikováno v [131].

Region	d_{95}	d_{97}	d_{99}	$d_{99,3}$	$d_{99,5}$	$d_{99,7}$	$d_{99,9}$	$d_{99,9,avg}^1$	$d_{100,extr}^2$
A	0,49	0,53	0,60	0,62	0,64	0,67	0,73	0,72	0,73
B	0,51	0,55	0,62	0,64	0,66	0,69	0,75	0,7	0,75
C	0,55	0,59	0,67	0,69	0,72	0,75	0,81	0,67	0,81

¹ průměr 1 % z počtu největších kapek

² extrapolovaná hodnota α_{FT} pro 100% kumulativní hodnotu velikosti kapek



Obrázek 14.17 Závislost multifraktálního exponentu α_{FT} na stanovené hodnotě d_{max} z relativní kumulativní četnosti. Míchadlo RT. Publikováno v [131].

Vyšší hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} byly vyhodnoceny mimo oblast míchadla v oblasti C. Hodnoty α_{FT} odhadnuté v blízkosti míchadla, tj. pro oblasti A a B, jsou prakticky stejné. Ve srovnání s oblastí C jsou hodnoty α_{FT} v oblastech A a B přibližně o 14 % a 10 % menší.

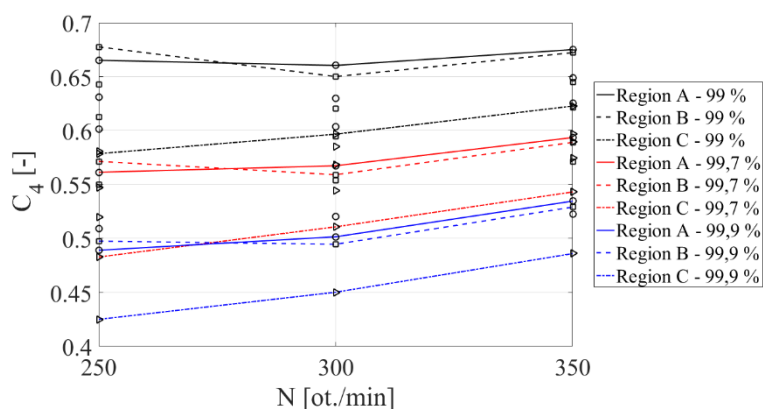
Hodnoty α_{FT} menší než 1 naznačují přítomnost turbulence s vnitřní intermitencí, tj. indikují existenci špiček rychlosti disipace turbulentní energie, které se projeví na d_{max} , avšak vzhledem k jejich nízké pravděpodobnosti, doby dispergace, intenzitě míchání a velikosti nádoby se neprojeví na d_{32} [59].

14.8 Vztah d_{32} a d_{max}

Jak bylo uvedeno v předchozí kapitole, v případě publikovaných výsledků způsob určení maximální stabilní velikosti kapky d_{max} nebývá detailně popsán. Vztah mezi d_{max} a d_{32} je přitom klíčový, neboť předpoklad o jejich proporcionalitě (vztah (4.14)) je základem řady odvození. Jak již bylo uvedeno, v míchaných nádobách existují oblasti s rozdílnými hodnotami disipace turbulentní energie a rychlostmi smykové deformace. Uvádí se, že hodnoty d_{max} je dosaženo pouze tehdy, když poslední kapka velikosti $d > d_{max}$ projde oblastí míchadla, kde je maximální disipace energie ε_{max} [26], a předpokládá se, že k tomu dojde po dostatečně dlouhé době dispergace. Byl vyhodnocen poměr mezi d_{32}/d_{max} dle vztahu (4.14) pro maximální velikosti kapek vyhodnocených z relativních kumulativních křivek DSD získaných na konci měřeného časového kroku pro definovaná kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek. Hodnoty konstant úměrnosti jsou uvedeny v Tabulce 23 pro zvolené otáčky míchadla a graficky vyneseny v závislosti na otáčkách míchadla na Obrázku 14.18. Pro lepší přehlednost jsou graficky prezentovány konstanty pouze pro tři hodnoty kumulativního procentuálního zastoupení a to 99 %, 99,7 % a 99,9 %. Pro srovnání, Calabrese a kol. [8] uvádí pro geometricky a parametrově podobný systém hodnotu konstanty úměrnosti v rovnici (4.14) $C_4 = 0,48$.

Tabulka 23. Hodnoty konstanty úměrnosti C_4 určené dle definice pro kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek, Míchadlo RT.

Region	N [ot./min.]	d_{99}	$d_{99,3}$	$d_{99,5}$	$d_{99,7}$	$d_{99,9}$
A	250	0,67	0,63	0,6	0,56	0,49
	300	0,66	0,63	0,6	0,57	0,5
	350	0,68	0,65	0,63	0,6	0,53
B	250	0,68	0,64	0,61	0,57	0,5
	300	0,65	0,62	0,6	0,56	0,5
	350	0,67	0,65	0,62	0,59	0,53
C	250	0,58	0,55	0,52	0,48	0,43
	300	0,6	0,57	0,54	0,51	0,45
	350	0,62	0,6	0,57	0,54	0,49



Obrázek 14.18 Závislost konstanty úměrnosti C_4 na otáčkách míchadla na základě hodnot d_{max} určených z relativní kumulativní četnosti. Míchadlo RT.

Z vyhodnocených hodnot konstanty úměrnosti C_4 vyplývá, že výsledky silně závisí na způsobu stanovení d_{max} , a způsob stanovení by měl být vždy specifikován.

Hodnotě dle Calabrese a kol. [8] pro geometricky a parametrově podobný systém by tomuto systému odpovídaly nejvíce konstanty C_4 určené podle kumulativního zastoupení 99,9 %, které nabývaly hodnot: i) Oblast A – 0,49 až 0,53 ii) Oblast B – 0,5 až 0,53 a iii) Oblast C – 0,43 až 0,49.

15 Kinetika dispergace nemísitelných kapalin – Zubové míchadlo

V této kapitole jsou prezentovány výsledky dispergačních měření se zubovým míchadlem. Je zde popsána procedura měření a podmínky, za kterých byly měřeny prezentované výsledky. Jedním z cílů této práce bylo prozkoumat homogenitu dispergovaného systému v různých místech nádoby. Z toho důvodu jsou zde prezentovány výsledky z tří různých regionů (snímaných oblastí), které jsou umístěné v různých vzdálenostech ode dna nádoby, a také v různých místech cirkulačních smyček radiálně míchané válcové nádoby s narážkami.

Dále jsou zde prezentovány základní charakteristiky, které byly podrobněji také prezentovány v předchozích kapitolách. Základními charakteristiky, které popisují dispergaci systému nemísitelných kapalin, a tedy rozpad kapek, jsou počet naměřených kapek, velikost kapek a změny v jejich rozložení (distribuci velikosti kapek). Počet naměřených kapek je prvním a současně velmi důležitým parametrem pro získání relevantní výsledků. Malý počet identifikovaných a vyhodnocených kapek značně snižuje relevantnost následujícího vyhodnocení. Časový průběh Sauterova středního průměru následně demonstruje, že v dispergovaném systému dochází k rozpadu kapek, a d_{32} tak vykazuje klesající tendenci. Přibývající počet vyhodnocených kapek a současně klesající Sauterův střední průměr s časem koresponduje s teorií dispergace.

Mimo jiné byl dále testován vhodný model kinetiky d_{32} , a také byl zkoumán vliv intenzity míchání na dispergovaný modelový systém nemísitelných kapalin. Model časového vývoje Sauterova středního průměru je důležitý pro stanovení rovnovážné velikosti kapek d_{32eq} pro dané otáčky míchadla. Výsledné hodnoty ustáleného stavu dispergovaného systému jsou pak použity pro porovnání s publikovanými korelacemi založenými na Hinze-Kolmogorově [51, 52] teorii rozpadu kapek.

Výsledky byly průběžně publikovány v [126, 136–138].

15.1 Experimentální procedura

Všechny experimenty byly provedeny podle stejné procedury. Nejprve byly po nastavení všech parametrů měření, a nastavení kamery a světla do měřicí polohy zachyceny snímky měřítka, z kterých bylo určováno rozlišení obrazu. Nádoba byla od začátku měřicí procedury naplněna destilovanou vodou ($H = T$). Po pořízení snímků měřítka bylo do objemu přidáno 15 000 nylonových 6/6 kuliček o stejném kalibrováném průměru $6/64'' = 1,19$ mm. Po přidání kalibračních kuliček byly otáčky míchadla nastaveny tak, aby odpovídaly spodní hranici otáček pro míchání systému kapalina-kapalina ($ST = 600$ ot./min pro prezentovaná data). Pro takto nastavené podmínky byly zaznamenány tři sekvence po 1 000 snímcích. Tyto snímky, na kterých jsou zachyceny částice o přesném rozměru, slouží ke kalibraci parametrů následného vyhodnocení pomocí obrazové analýzy OA. Kuličky byly z objemu odstraněny přečerpáním přes jemnou síťku, na které byly veškeré kuličky zachyceny.

Nádoba byla poté doplněna o vyčerpanou destilovanou vodu. Následně bylo do objemu přidáno 10 ml dispergované fáze (silikonový olej). Objemová koncentrace dispergované fáze v systému byla $\phi_d = 0,00047$ (zředěný systém). Olej byl přidán v čase $t = 0$ a první sekvence snímků byla zachycena v čase $t = 5$ minut. Prvních 5 minut bylo ponecháno pro stabilizaci systému na počátečních otáčkách 500 ot./min.

Pro každou snímanou oblast (Region A, B a C) a každé otáčky míchadla bylo po 5 minutách opakovaně pořízeno 10 sad snímků (1 sada = 1000 snímků). Celková doba měření byla 50 minut pro každou oblast a každé otáčky míchadla. V momentě, kdy bylo pořízeno 10 sad snímků, otáčky míchadla byly skokově zvýšeny. Tímto způsobem byla v každé oblasti zachycena následující sekvence sad snímků: 1 až 10 sad snímků pro 600 ot./min, 11 až 20 sad snímků pro 700 ot./min a 21 až 30 sad snímků pro 800 ot./min.

Pro pořizování snímků byla použita kombinace kamery MK III a objektivu Laowa (objektiv s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostroty). Tato kombinace byla na základě výsledků z kapitoly 10.3 Vliv objektivu na vyhodnocení kapek pro použité typy míchadel (strana 56) nejvhodnější z hlediska relevantnosti výsledků. Jako světelný zdroj byl použit jednočipový 90 W LED zdroj (zdroj D). Snímkovací frekvence byla u každého měření nastavena na stejnou hodnotu

30 fps. Pořízení sekvence snímků trvalo 33,33 sekund. Rychlost závěrky byla nastavována dle použitého zdroje světla na hodnotu 3 μ s.

Během procesu dispergace dochází k nárůstu teploty vsádky vlivem disipace energie míchadla, a také může být způsoben tepelným zářením zdroje světla. Vzhledem k tomu, že byl jako zdroj světla použit LED zdroj, byl nárůst teploty vlivem tepelného záření světla značně omezen. Bylo pozorováno zvýšení teploty v průměru o 2 °C, a to během měření ve všech regionech. Průměrná teplota během procesu dispergace zubovým míchadlem byla 23,5 °C. Jako modelový systém nemísitelných kapalin byl použit systém destilovaná voda – silikonový olej WACKER AP200 new. Tabulka 24 shrnuje měřené fyzikální vlastnosti kontinuální i dispergované fáze.

Tabulka 24. Fyzikální vlastnosti systému nemísitelných kapalin, Míchadlo ST.

Fáze	Hustota ρ [kg m ⁻³]	Dynamická viskozita μ [mPa s]	Povrchové napětí σ [mN m ⁻¹]	Objemová frakce ϕ [-]
Kontinuální	997,66	0,94	71,97	0,99953
Dispergovaná	1075,58	223	26,42	0,00047

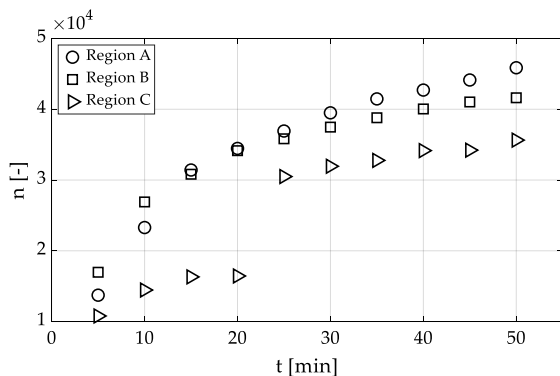
15.2 Celkový počet zpracovaných kapek

V této kapitole je uveden počet identifikovaných a vyhodnocených kapek ve všech snímaných oblastech (Region A,B a C) pro Zubové míchadlo. Grafické zobrazení umístění snímaných oblastí je prezentováno na Obrázku 12.6. Celkový počet vyhodnocených kapek v jednotlivých regionech měření (Tabulka 25) představuje součet identifikovaných kapek z 30 000 pořízených snímků (10 sad po 1000 snímcích pro každé otáčky míchadla). Časové průběhy počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek pro ST byly vyneseny pro otáčky míchadla 600 (Obrázek 15.1), 700 (Obrázek 15.2) a 800 ot./min (Obrázek 15.3), a každý region měření. Pro získání relevantních výsledků je rozhodující minimální počet identifikovaných a vyhodnocených kapek. Dle testované hypotézy byl minimální počet kapek pro získání relevantních výsledků systému míchaného zubovým míchadlem stanoven na 1 827 kapek.

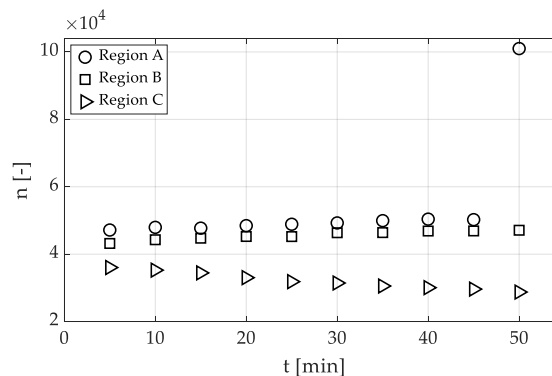
Tabulka 25. Celkový počet vyhodnocených kapek a parametry snímaných oblastí všech regionů měření, Míchadlo ST.

Region	Snímaná oblast [mm × mm]	Rozlišení obrazu [mm pixel ⁻¹]	Celkový počet vyhodnocených kapek ¹ [-]
A	7,827 x 6,262	0,006115	1 292 901
B	7,834 x 6,267	0,00612	1 292 279
C	7,823 x 6,259	0,006259	793 029

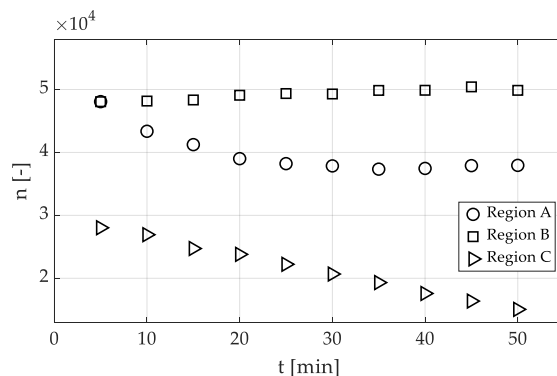
¹celkový počet identifikovaných a vyhodnocených kapek ze 30 000 snímků



Obrázek 15.1 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo ST 600 ot./min. Publikováno v [137].



Obrázek 15.2 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo ST 700 ot./min. Publikováno v [137].



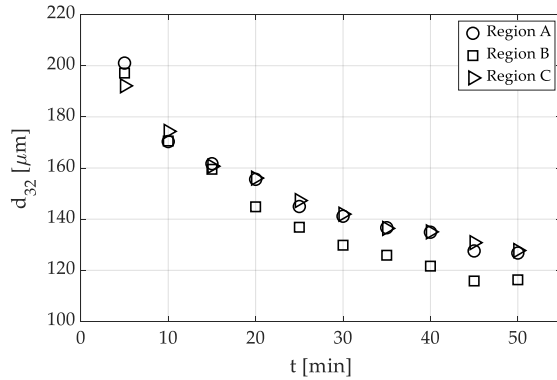
Obrázek 15.3 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo ST 800 ot./min. Publikováno v [137].

V oblastech měření A a B, které byly umístěny ve stejné vzdálenosti pod a nad míchadlem, bylo identifikováno a vyhodnoceno prakticky stejné celkové množství kapek. V těchto oblastech byl počet vyhodnocených kapek skoro stabilní a větší než 35 000 pro každou sadu snímků, až na první dvě sady snímků pro otáčky míchadla 600 ot./min (5. a 10. min. měření). Region B vykazoval přibývající počet vyhodnocených kapek s každým časovým krokem měření pro všechny otáčky míchadla. V oblasti B byla zaznamenána anomálie v počtu vyhodnocených kapek v čase 50 min. pro otáčky míchadla 700 ot./min (poslední sada snímků pro tyto otáčky), kde došlo ke skokovému nárůstu počtu vyhodnocených kapek o více než dvojnásobek. Od této skokové změny byl zaznamenán mírný pokles v počtu vyhodnocených kapek pro otáčky míchadla 800 ot./min.

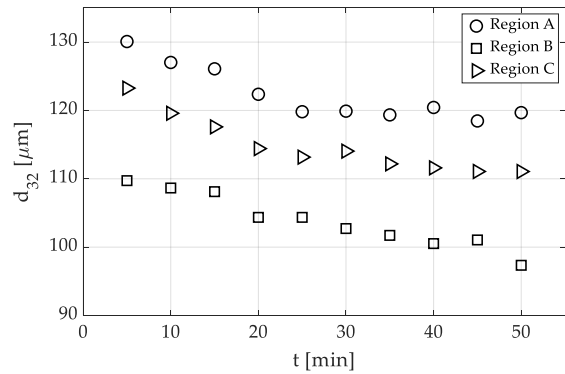
Na rozdíl oblastí A a B byl celkový počet vyhodnocených kapek v regionu C výrazně nižší, a dosáhl cca 61 % počtu vyhodnocených kapek ve srovnání s oběma regiony A i B. V regionu C byla zaznamenána skoková změna v počtu vyhodnocených kapek mezi 20 a 25 min. měření pro otáčky míchadla 600 ot./min. Pro vyšší otáčky byla v tomto regionu zaznamenána klesající tendence počtu vyhodnocených kapek (Obrázek 15.2 a Obrázek 15.3), pravděpodobně v důsledku rozdílných hydrodynamických podmínek.

15.3 Časový vývoj Sauterova středního průměru d_{32}

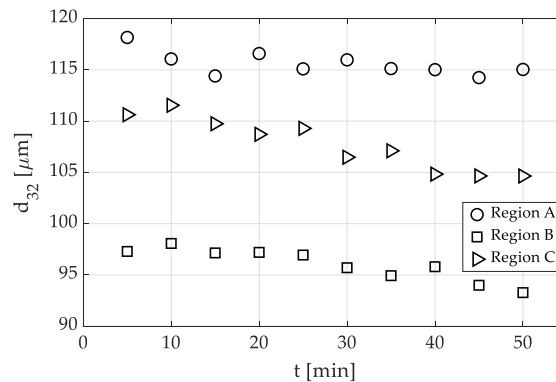
Časový vývoj Sauterova středního průměru d_{32} je znázorněn pro otáčky míchadla 600 (Obrázek 15.4), 700 (Obrázek 15.5) a 800 ot./min (Obrázek 15.6), v každé oblasti měření (Region A, B a C). Rozdíly mezi časovým průběhem d_{32} v jednotlivých snímaných regionech jsou významné. Nejvyšší hodnoty d_{32} byly zaznamenány v oblasti A pro každé otáčky míchadla, a nejmenší hodnoty d_{32} byly zaznamenány v oblasti B. Tyto výsledky byly překvapivé, protože obě oblasti A a B jsou umístěny ve stejné vzdálenosti pod a nad míchadlem. Rozdíly mezi hodnotami d_{32} se navíc v obou regionech v průběhu času zvyšovaly. Rozdíly přibližně cca 10 μm byly zaznamenány v čase měření 50 min. pro otáčky míchadla 700 ot./min. Pro vyšší otáčky míchadla rozdíl mezi oblastmi A a B byl cca 20 μm . Na rozdíl od toho bylo zjištěno, že hodnoty d_{32} získané v oblasti C jsou srovnatelné s hodnotami d_{32} získanými v oblasti A pro otáčky míchadla 600 ot./min. Tyto nesrovnalosti byly způsobeny pravděpodobně odlišnými hydrodynamickými podmínkami ve zkoumaných oblastech.



Obrázek 15.4 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 600 ot./min. Publikováno v [137].



Obrázek 15.5 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 700 ot./min. Publikováno v [137].



Obrázek 15.6 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 800 ot./min. Publikováno v [137].

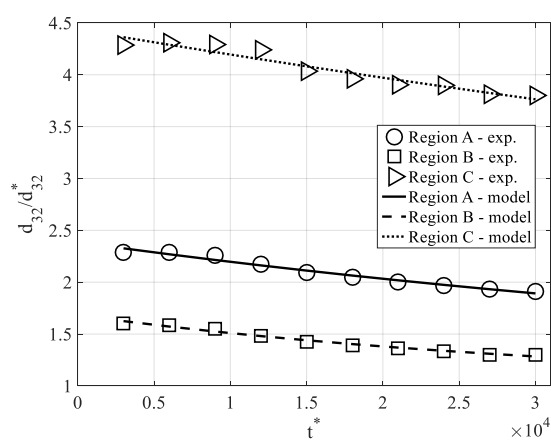
15.3.1 Model Hong a Lee (1983)

Data naměřená ve třech regionech byla zpracována pomocí modelu Hong a Lee [97] pro všechny otáčky míchadla. Vyhodnocené parametry modelu pro naměřená data jsou uvedeny v Tabulce 26. Porovnání modelových a experimentálních dat je uvedeno na Obrázku 15.7 až Obrázku 15.9 pro všechny otáčky míchadla a regiony. Rozdíly mezi časovým vývojem d_{32} a předpokládaným průměrem kapky v ustáleném stavu v každé oblasti jsou významné. Nejmenší průměr kapky v ustáleném stavu d_{32eq} byl vyhodnocen v oblasti B pro všechny otáčky míchadla. Největší průměr kapky v ustáleném stavu d_{32eq} byl vyhodnocen v oblasti A pro všechny otáčky míchadla. Ve srovnání s regionem B jsou hodnoty d_{32eq} v oblastech A přibližně 1,23 x vyšší, a v oblasti C jsou přibližně 1,14 x vyšší.

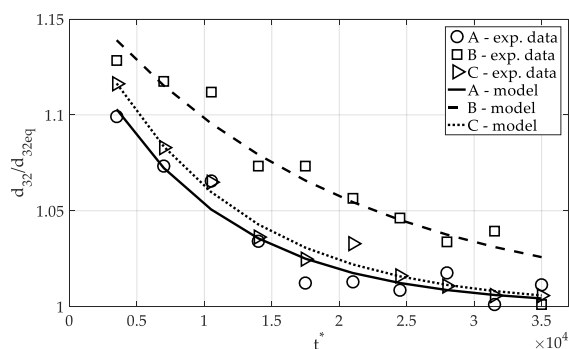
Tabulka 26. Parametry modelu časového vývoje d_{32} pro naměřená data, Míchadlo ST.

Otáčky míchadla	Region	d_{32eq} [μm]	α	$\beta \times 10^{-5}$
600	A	$125,13 \pm 9,46$	$0,799 \pm 0,126$	$10,881 \pm 4,299$
	B	$109,85 \pm 5,59$	$1,048 \pm 0,082$	$9,777 \pm 1,778$
	C	$122,19 \pm 5,99$	$0,727 \pm 0,064$	$8,555 \pm 1,894$
700	A	$118,35 \pm 2,44$	$0,147 \pm 0,039$	$10,114 \pm 6,482$
	B	$97,24 \pm 1,85$	$0,168 \pm 0,032$	$5,346 \pm 1,515$
	C	$110,42 \pm 1,55$	$0,162 \pm 0,023$	$9,517 \pm 3,510$
800	A	$115,19 \pm 0,71$	$0,116 \pm 0,343$	$37,410 \pm 0,716$
	B	$93,17 \pm 1,23$	$0,064 \pm 0,022$	$3,633 \pm 2,041$
	C	$104,62 \pm 1,36$	$0,088 \pm 0,033$	$5,606 \pm 2,841$

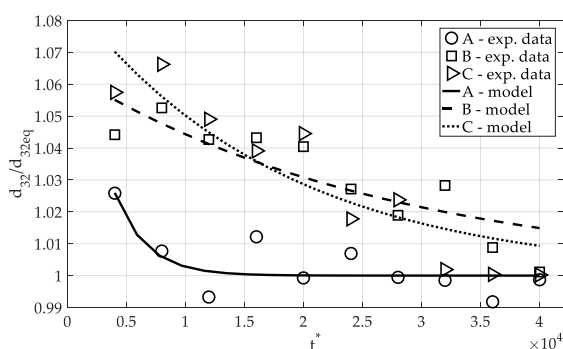
Z porovnání vyhodnoceného parametru modelu – Sauterova průměru kapky v ustáleném stavu d_{32eq} (Tabulka 26), a posledních hodnot d_{32} (50 min. měření) pro všechny otáčky míchadla v měřených regionech (Obrázek 15.4 až Obrázek 15.6) vyplývá, že zvolená doba měření byla dostačující.



Obrázek 15.7 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo ST 600 ot./min. Pozn.: $d_{32}^* = d_{32eq}$. Publikováno v [138].



Obrázek 15.8 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo ST 700 ot./min. Publikováno v [137].



Obrázek 15.9 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo ST 800 ot./min. Publikováno v [137].

15.4 Doba dispergace potřebná k dosažení rovnováhy

Porovnání výsledků z naměřených dat a parametru d_{32eq} modelu Hong a Lee [97] ukazuje, že dispergovaný modelový systém nemísitelných kapalin se blíží ke stavu rovnováhy. Autoři Hong and Lee [97, 99] mimo jiné navrhli empirický vztah (5.4) pro odhad doby potřebné k dosažení rovnováhy. Pro odhad doby potřebné k dosažení ustáleného (rovnovážného) stavu systému míchaném Zubovým míchadlem podle vztahu (5.4) byly použity výsledné hodnoty z provedených měření a fyzikální vlastnosti daného oleje a vody při teplotě experimentálního měření (Tabulka 27).

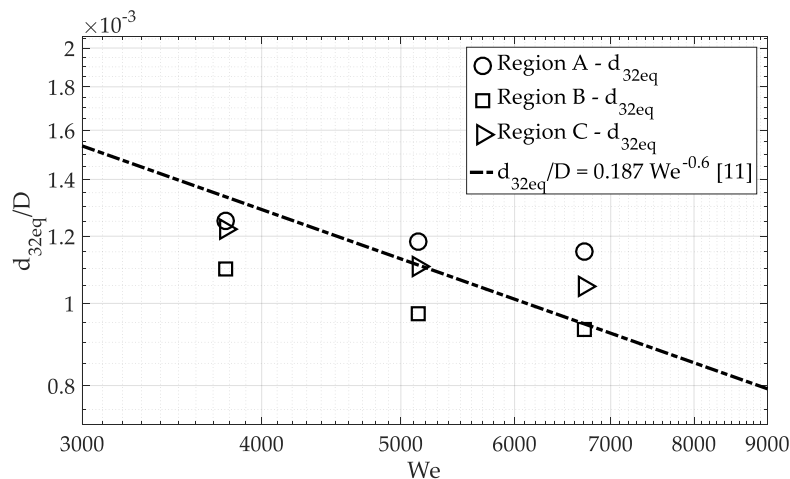
Tabulka 27. Doba potřebná pro dosažení rovnováhy, Míchadlo ST.

Otáčky míchadla	Průměr kapky	Weberovo číslo	Reynoldsovo číslo	Froudeho číslo	Doba pro dosažení rovnováhy
[1/min.]	[μ]	[-]	[-]	[-]	[min.]
600	109	3 776	102 055	16,95	73
700	97	5 140	119 064	23,07	59
800	93	6 713	136 074	30,13	49

Jak je vidět z Tabulce 27, výsledné doby pro dosažení rovnováhy pro všechny otáčky míchadla ST se pohybují v řádech desítek minut a zhruba odpovídají době vlastních experimentů.

15.5 Vliv intenzity míchání

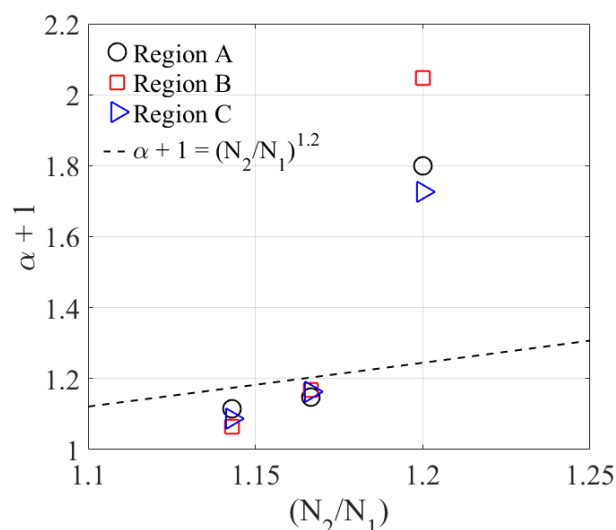
Závislost experimentálních hodnot poměru rovnovážného Sauterova středního průměru d_{32eq} a průměrem míchadla D v závislosti na Weberově čísle je prezentována na Obrázku 15.10. Pro srovnání je uvedena korelace publikovaná El-Hamouz a kol. [92] založená na vztahu (4.10).



Obrázek 15.10 Závislost poměru d_{32eq}/D na Weberově čísle míchadla, Míchadlo ST. (--) korelace El-Hamouz a kol. [92]. Publikováno v [137].

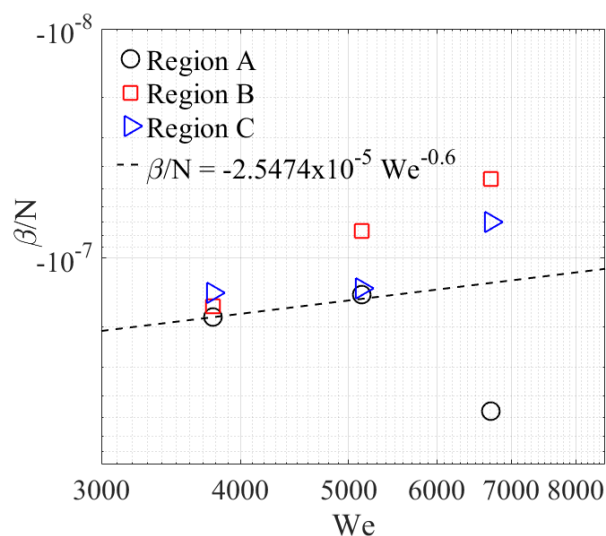
El-Hamouz a kol. [92] zkoumali dispergaci silikonového oleje (1 % silikonového oleje ve vodě) ve vsádkové míchací jednotce ESCO EL6 o pracovním objemu 6 litrů. Stěna nádoby byla stírána kotvovým míchadlem, a k dispergaci systému nemísitelných kapalin byly použity dva typy míchadel, axiální míchadlo s šikmými lopatkami a zubové míchadlo. Místo odběru vzorků se nacházelo v blízkosti míchadla. Autoři uvádějí hodnotu konstantní úměrnosti $C_2 = 0,187$ pro systém dispergovaný Zubovým míchadlem, a pro dynamickou viskozitu dispergované fáze 242 mPa.s. Výsledky jsou překvapivě srovnatelné i přes rozdílnou geometrii dispergačního systému. Vliv polohy zkoumané oblasti lze také demonstrovat výpočtem konstanty úměrnosti C_2 v rovnici (4.10) pro každou oblast zvlášť. Při vyhodnocení pro každý region byly stanoveny následující hodnoty konstanty úměrnosti C_2 : Region A 0,195, Region B 0,164 a Region C 0,184.

Experimenty byly prováděny postupně se skokovým zvýšením otáček míchadla. Kombinací rovnic (4.10) a (5.3) byl odvozen vztah (14.2) mezi parametrem modelu kinetiky Sauterova středního průměru α a skokovou změnou otáček míchadla z N_1 na N_2 . N_1 jsou otáčky míchadla z předchozího měření, a N_2 jsou otáčky míchadla následujícího měření, po skokové změně otáček míchadla. Poměr N_2/N_1 pro 600 otáček za minutu byl stanoven za použití předchozích otáček míchadla 500 ot./min. Porovnání experimentálních hodnot s touto predikcí je znázorněno na Obrázku 15.11. Odchýlené body regionů pro skokovou změnu otáček míchadla $N_2/N_1 = 600/500$ ot./min = 1,2 (Obrázek 15.11) odpovídají velkým změnám d_{32} v čase během dispergace při otáčkách míchadla 600 ot./min (Obrázek 15.4), zatímco při otáčkách míchadla 700 a 800 ot./min se časový průběh d_{32} během dispergace výrazně nemění (Obrázek 15.5 resp. Obrázek 15.6).



Obrázek 15.11 Závislost parametru kinetického modelu α jako funkce poměru otáček míchadla N_2/N_1 . Míchadlo ST.

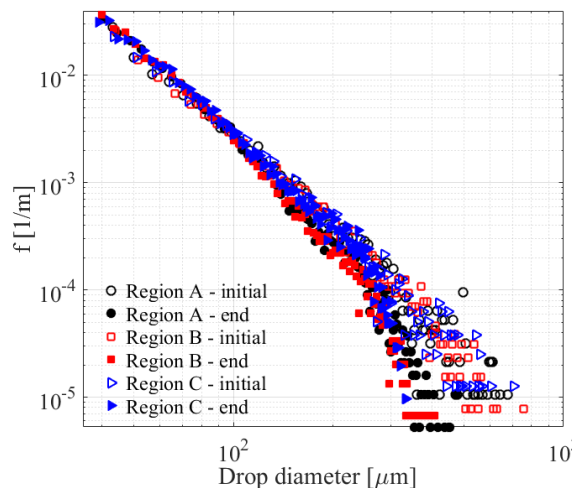
Parametr kinetického modelu β byl empiricky proložen mocninnou funkcí (14.3) jako funkce Weberova čísla pro dané míchadlo analogicky vztahu (4.10). Pro danou funkci byla z hodnot parametru β kinetického modelu vyhodnocena konstanta úměrnosti $C_{17} = -2,5474 \times 10^{-5}$. Porovnání navržené korelace a hodnoceného parametru kinetického modelu β je na Obrázku 15.12.



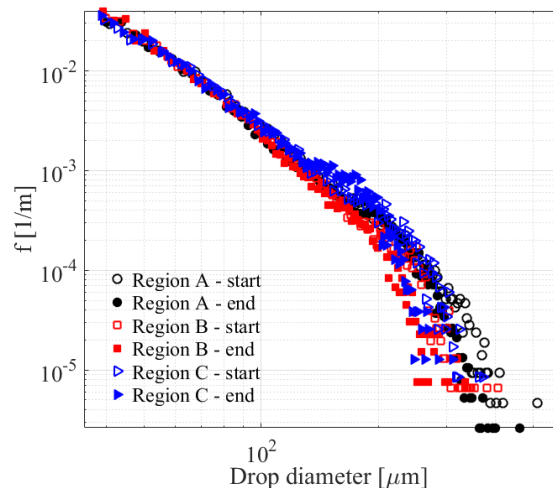
Obrázek 15.12 Závislost parametru kinetického modelu β jako funkce Weberova čísla pro dané míchadlo. Míchadlo ST.

15.6 Časový vývoj distribuce velikosti kapek (DSD)

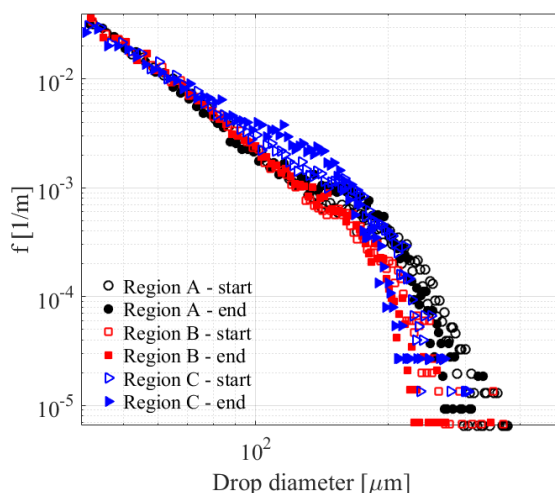
Jako další kritérium pro zkoumání homogenity a kinetiky dispergovaného modelového systému nemísitelných kapalin v různých místech nádoby bylo použito frekvenční rozložení velikosti kapek. Frekvenční DSD jsou prezentovány v logaritmickém měřítku stupnic tak, aby byly vizualizovány rozdíly distribucí, a to a pro každý region měření a použité otáčky míchadla ST (Obrázek 15.13 až Obrázek 15.15). Pro viditelnější rozdílnosti mezi jednotlivými časovými měřeními, byly vykresleny pouze distribuční křivky v počátečních a konečných časových krocích měření (v počátečním časovém kroku $t = 5$ min. a na konci měření v čase $t = 50$ min. pro všechny snímané oblasti – regiony měření).



Obrázek 15.13 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo ST 600 ot./min.



Obrázek 15.14 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo ST 700 ot./min.



Obrázek 15.15 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo ST 800 ot./min.

Pro testované otáčky míchadla se do velikosti kapek přibližně 100 μm DSD prakticky neměnila, bez ohledu na zkoumaný region měření. Tvary křivek podobné, pro jednotlivé otáčky se liší hodnotou, tj. jsou posunuté. Znamená to, že u nejmenších tříd kapek prakticky nedochází k žádným změnám ve velikosti kapek. Změny velikosti kapek, ke kterým dochází během dispergace, jsou viditelné pouze pro větší velikosti kapek, v rozmezí 200 - 800 μm pro otáčky míchadla 600 ot./min, a v rozmezí 200 - 400 μm pro vyšší otáčky míchadla. V tomto případě byl zaznamenán rozdíl mezi zkoumanými regiony měření. Ve střední části distribuce velikosti kapek (velikost mezi 100 až 200 μm) dochází k přechodným změnám mezi jednotlivými regiony měření. S rostoucími otáčkami je také viditelný nárůst frekvence kapek ve střední části distribuční křivky, což naznačuje, že velké kapky jsou postupem času dispergovány na kapky o velikosti mezi 100 - 200 μm . Mezi DSD získanými z regionů A a B jsou pozorovány jen malé změny, ve srovnání s regionem C pro všechny otáčky míchadla. V region C je pozorována vyšší frekvence kapek ve střední části distribuce ve srovnání s regiony A a B.

15.7 Vliv intermitence turbulence

I v tomto případě byl zkoumán vliv vnitřní intermitence turbulence na průběh dispergace a také vliv způsobu určení maximální velikosti kapky d_{\max} . Experimenty pro Zubové míchadlo byly prováděny v rozsahu Reynoldsových čísel od 102 055 do 136 074. Podle hodnoty Reynoldsova čísla a používanému úzu by turbulentní proudění mělo být plně vyvinuté. Na druhou stranu, zubové míchadlo vykazuje malé čerpací účinky a poměrně nerovnoměrné rozložení disipace turbulentní kinetické energie.

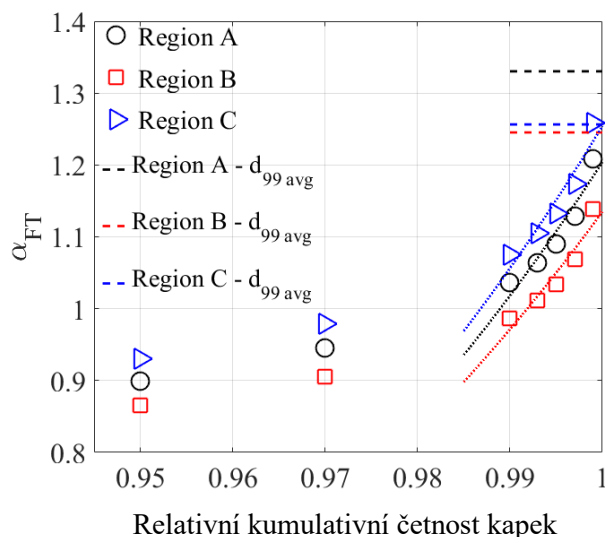
Maximální velikost kapky byla vyhodnocena z relativních kumulativních křivek DSD získaných na konci měřeného časového kroku pro definované kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek a to 95 %; 97 %; 99 %; 99,3 %; 99,5 %; 99,7 % a 99,9 % pro každý region a otáčky míchadla. Pro srovnání byla také maximální velikost kapky odhadnuta jako průměr 1 % z počtu největších kapek (označeno jako $d_{99\text{avg}}$). Maximální velikosti kapek odhadnuté tímto postupem byly korelovány s Weberovým číslem míchadla pomocí rovnice (4.24). Vypočtené multifraktální exponenty α_{FT} jsou uvedeny v Tabulce 28 pro každou oblast měření, graficky v závislosti na kumulativním zastoupení na Obrázku 15.16. Opět bylo zjištěno, že metoda použitá pro odhad d_{\max} významně ovlivňuje odhad α_{FT} . Z tohoto zjištění opět vyplývá, že, určení maximální velikosti kapky je zásadním faktorem pro správný odhad multifraktálního exponentu α_{FT} . Vzhledem k závislosti exponentu na kumulativním zastoupení byl multifraktální exponent α_{FT} odhadnut extrapolací dílčích hodnot na kumulativních 100 %.

Tabulka 28. Hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} určené dle definice pro kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek, Míchadlo ST.

Region	d_{95}	d_{97}	d_{99}	$d_{99,3}$	$d_{99,5}$	$d_{99,7}$	$d_{99,9}$	$d_{99\text{avg}}^1$	$d_{100, \text{extr}}^2$
A	0,899	0,945	1,04	1,06	1,09	1,13	1,21	1,33	1,7
B	0,865	0,906	0,987	1,01	1,03	1,07	1,14	1,25	1,58
C	0,931	0,979	1,08	1,1	1,13	1,17	1,26	1,27	1,46

¹ průměr 1 % z počtu největších kapek

² extrapolovaná hodnota α_{FT} pro 100% kumulativní hodnotu velikosti kapek



Obrázek 15.16 Závislost multifraktálního exponentu α_{FT} na stanovené hodnotě d_{\max} z relativní kumulativní četnosti. Míchadlo ST.

Ve srovnání s RT míchadlem jsou výsledky mnohem překvapivější a rozdílnější. Pro odhady d_{\max} jako 97 – 99,5 % kumulativního zastoupení jsou hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} cca 1, což by indikovalo turbulenci bez vnitřní intermitence a rozpad kapek dle teorie za předpokladu izotropní turbulence. Při odhadu d_{\max} jako hodnoty velikosti kapek pro 99,7 % a výše kumulativního zastoupení jsou hodnoty multifraktálního exponentu $\alpha_{FT} > 1$.

Hodnoty multifraktálního exponentu mohou nabývat $\alpha_{FT} > 1$, jak vyplývá z experimentů provedených Meneveau a Sreenivasan [62, 63] při turbulenci vznikající v mezní vrstvě, nebo turbulenci generovanou mříží. V těchto případech jsou turbulentní napětí generovaná působícími víry menší, než předpovídá Kolmogorova teorie [60]. Tomu by odpovídala i menší směrnice experimentálních dat na Obrázku 15.10.

Zajímavé je regionální vyhodnocení. V regionu C jsou hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} prakticky stejné jako v regionu A (rozdíl přibližně 4 %). Naopak, v regionu B, který je nad míchadlem symetricky k oblasti A (viz. Obrázek 12.6) jsou hodnoty multifraktálního exponentu systematicky nižší vůči A a cca o 8 % menší než v C.

15.8 Vztah d_{32} a d_{max}

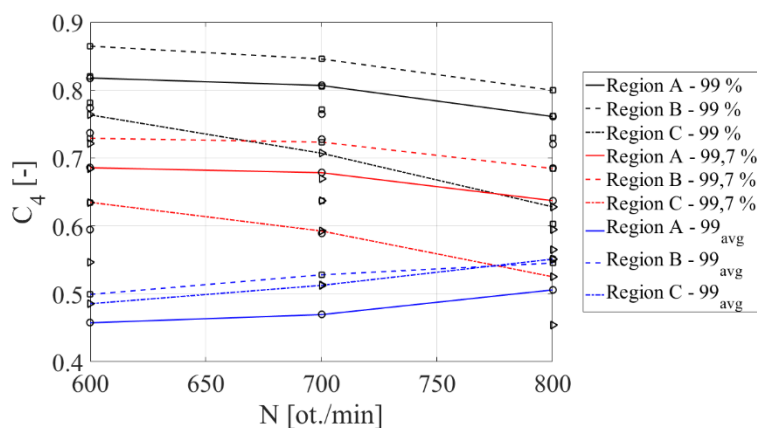
Jak bylo uvedeno výše, předpoklad o proporcionalitě mezi maximální stabilní velikostí kapky d_{max} a Sauterovým středním průměrem kapky d_{32} při dispergaci nemísitelných kapalin v mechanicky míchaných nádobách (vztah (4.14)) je základem řady odvození. Avšak v porovnání s Rushtonovou turbínou, hodnoty konstant vztahu (4.14) nejsou v literatuře pro míchadlo ST uváděny.

Byl vyhodnocen poměr mezi d_{32}/d_{max} dle vztahu (4.14) pro maximální velikosti kapek vyhodnocených z relativních kumulativních křivek DSD získaných na konci měřeného časového kroku pro definovaná kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek. Hodnoty konstant úměrnosti jsou uvedeny v Tabulce 29 pro zvolené otáčky míchadla a graficky vyneseny v závislosti na otáčkách míchadla na Obrázku 15.17. Pro lepší přehlednost jsou graficky prezentovány konstanty pouze pro tři hodnoty kumulativního procentuálního zastoupení a to 99 %, 99,7 % a 99%_{avg}.

Tabulka 29. Hodnoty konstanty úměrnosti C_4 určené dle definice pro kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek, Míchadlo ST.

Region	N [ot./min.]	d_{99}	$d_{99,3}$	$d_{99,5}$	$d_{99,7}$	$d_{99,9}$	$d_{99\text{avg}}^1$
A	600	0,82	0,77	0,74	0,69	0,59	0,46
	700	0,8	0,76	0,73	0,68	0,59	0,47
	800	0,76	0,72	0,69	0,64	0,55	0,5
B	600	0,86	0,82	0,78	0,73	0,63	0,5
	700	0,85	0,8	0,77	0,72	0,64	0,53
	800	0,8	0,76	0,73	0,68	0,6	0,55
C	600	0,76	0,72	0,68	0,63	0,55	0,49
	700	0,7	0,67	0,64	0,6	0,51	0,51
	800	0,63	0,6	0,56	0,53	0,45	0,55

¹ průměr 1 % z počtu největších kapek



Obrázek 15.17 Závislost konstanty úměrnosti C_4 na otáčkách míchadla na základě hodnot d_{max} určených z relativní kumulativní četnosti. Míchadlo ST.

Z vyhodnocených hodnot konstanty úměrnosti C_4 vyplývá, že výsledky silně závisí na způsobu stanovení d_{\max} , a způsob stanovení by měl být vždy specifikován. Konstanta úměrnosti závisí také na oblasti nádoby, v které jsou určovány. Pro d_{\max} určeném jako 99,9 % kumulativního zastoupení poměr nabýval hodnot: i) Oblast A – 0,55 až 0,59 ii) Oblast B – 0,6 až 0,64 a iii) Oblast C – 0,45 až 0,55.

ČÁST III

Rekapitulace výsledků a dosažených cílů

16 Shrnutí a přínos práce

Disertační práce je zaměřena na experimentální výzkum kinetiky a homogenity dispergace systému kapalina – kapalina v mechanicky míchané nádobě při vsádkovém režimu dispergace. Stupeň dispergace systému kapalina-kapalina obecně závisí na geometrii míchadla, disipaci turbulentní energie, vlastnostech kontinuální a dispergované fáze, objemové koncentraci dispergované fáze a na době dispergace.

Rešeršní část práce v úvodu shrnuje a kategorizuje problematiku dispergace nemísitelných kapalin v mechanicky míchaných nádobách. Dále jsou zde popsány síly způsobující rozpad kapek vlivem turbulentního proudění v mechanicky míchaných nádobách. Část kritické rešerše je věnována teorii turbulentního proudění, a mechanismům rozpadu kapek při dispergaci. Mechanizmy rozpadu kapek v míchaných nádobách jsou diskutovány podle vlivu jednotlivých faktorů na jejich rozpad, zejména na vliv fyzikálních vlastností dispergované fáze, vliv hydrodynamických podmínek, nebo vliv turbulence. V další části je rešerše zaměřena na přehled korelací pro stanovení Sauterova středního průměru kapek d_{32} v ustáleném stavu, kinetické modely časového vývoje d_{32} a lokálního charakteru rozdělení velikosti kapek (DSD) při dispergaci nemísitelných kapalin v míchaných nádobách. Poslední část je věnována problematice experimentálního měření velikosti kapek, se zaměřením na neinvazivní pořizování snímků mimo objem nádoby a zpracování pořízených snímků pomocí obrazové analýzy.

Na základě literárního přehledu byly identifikovány otevřené otázky a problémy související s experimentálním výzkumem dispergace nemísitelných kapalin zředěných systémů silikonový olej/voda v mechanicky míchaných nádobách a formulovány cíle práce.

Shrnutí výsledků a zhodnocení dosažení stanovených cílů je rozděleno do dvou oblastí.

16.1 Kinetika dispergace nemísitelných kapalin

- Všechny experimenty byly provedeny v nádobě s plochým dnem opatřené čtyřmi narážkami o průměru $T = 300$ mm. Pro dispergaci byla použita míchadla, která vytvářejí vysoká smyková napětí: Rushtonova turbína CVS 69 1021 v rozsahu otáček 200 – 350 ot./min. a Zubové míchadlo CVS 69 1038.1 v rozsahu otáček 500 - 800. Jako modelový systém nemísitelných kapalin byla použita zředěná emulze destilovaná voda/silikonový olej. Objemová koncentrace dispergované fáze činila $\varphi_d = 0,00047$.
 - Pro experimentální měření velikosti kapek byla použita neinvazivní in-situ metoda měření, která neovlivňuje proudění uvnitř míchané nádoby. Časový vývoj byl sledován pomocí vysokorychlostního zaznamenávání snímků v různých oblastech dispergovaného systému. K zaznamenávání snímků byly použity vysokorychlostní kamery s macro objektivy umístěné mimo míchanou nádobu, a snímaná rovina byla osvětlena intenzivním světelným zdrojem.
- A. Analyzovat a modelovat časový vývoj Sauterova průměru kapky při dispergaci nemísitelných kapalin v mechanicky míchané nádobě při skokové změně otáček míchadla pro zvolené typy míchadel: Rushtonova turbína (RT) a zubové míchadlo (ST).**
- **Ověřit vhodnost publikovaných modelů časového vývoje velikosti kapek pro zvolený modelový systém.**
 - Byly testovány dva modely časového vývoje velikosti kapek, model Chang [96] a model Hong a Lee [97]. Jako vhodnější model byl vyhodnocen model Hong a Lee [97] a tento model byl využit pro zpracování všech dat. Umožňuje predikovat ustálený stav a hodnotu rovnovážného Sauterova středního průměru d_{32eq} . [131, 137, 138]

- **Analyzovat přechodové stavy při skokových změnách otáček míchadel a popsat je vhodným kinetickým modelem.**

- Přechodové stavy při skokových změnách byly úspěšně popsány pomocí modelu Hong a Lee [97] pro oba typy míchadel a zkoumané oblasti. [131, 137, 138]
- Kombinací rovnic (4.10) a (5.3) (14.1) byl odvozen vztah (14.2), který umožňuje odhadnout parametr α modelu kinetiky Sauterova středního průměru při skokovém zvýšení otáček míchadla z N_1 na N_2 , a pro parametr kinetického modelu β byla empiricky předpokládána mocninná závislost na Weberově čísle ve tvaru $\beta \propto We^{-0.6}$. Porovnání parametrů modelu a navržených závislostí je graficky prezentováno na Obrázku 14.12 a Obrázku 14.13 pro Rushtonovu turbínu, a pro zubové míchadlo na Obrázku 15.11 a Obrázku 15.12. [131]

- **Pro dané podmínky stanovit dobu dispergace potřebnou pro dosažení rovnováhy systému.**

- Autoři Hong a Lee [99] kromě kinetického modelu popisujícího časový vývoj d_{32} také odvodili empirický vztah (5.4) pro odhad doby dispergace potřebné k dosažení rovnováhy. Tento vztah byl použit pro odhad doby potřebné k dosažení ustáleného (rovnovážného) stavu systému pro vlastní data u obou typů míchadel. [137]
- *Rushtonova turbína:* Porovnání výsledků z naměřených dat a parametru d_{32eq} modelu Hong a Lee [97] ukazuje, že dispergovaný modelový systém nemísitelných kapalin se blížil ke stavu rovnováhy. Naopak vztah (5.4) predikuje doby potřebné pro dosažení rovnováhy v řádu hodin. V tomto případě se potvrdila odlišnost od publikovaných dat.
- *Zubové míchadlo:* Porovnání výsledků z naměřených dat a parametru d_{32eq} modelu ukazuje, že i v tomto případě se systém blížil ke stavu rovnováhy. Vztah (5.4) v tomto případě predikuje doby potřebné pro dosažení rovnováhy v řádu desítek minut, což zhruba odpovídá době vlastních experimentů. [137]

B. Analyzovat časový vývoj distribuce velikosti částic ve zvolených různých místech nádoby při skokové změně otáček míchadla pro zvolený modelový systém a zvolené typy míchadel.

- Časový vývoj distribuce velikosti částic byl zkoumán ve třech různých oblastech a to: nad a pod míchadlem a v horní části nádoby. Vzhledem k radiálnímu charakteru toku v nádobě byla jedna ze zkoumaných oblastí umístěna ve spodní cirkulační smyčce, a zbylé oblasti byly umístěny v horní cirkulační smyčce míchané nádoby. [131–133, 136–138]
- Frekvenční DSD jsou prezentovány v logaritmickém měřítku stupnic tak, aby byly vizualizovány rozdíly distribucí, a to a pro každý region měření a použité otáčky míchadla. Byly analyzovány jak změny mezi časovým vývojem DSD, tak rozdílnosti ve frekvenčním zastoupení velikosti kapek v jednotlivých oblastech měření pro oba typy míchadel. [131]
- *Rushtonova turbína:* Pro testované otáčky míchadla se do velikosti kapek přibližně 100 μm DSD prakticky neměnily bez ohledu na zkoumaný region měření. Tvary DSD křivek jsou podobné, pouze se posouvají v hodnotě frekvence. Změny velikosti kapek, ke kterým dochází během dispergace, jsou viditelné pouze pro větší velikosti kapek, v rozmezí 160 - 200 μm . V tomto případě byl zaznamenán rozdíl mezi zkoumanými regiony měření. Mezi DSD získanými z regionů A a B jsou pozorovány jen malé změny, ve srovnání s regionem C pro všechny otáčky míchadla. [131–133]

- *Zubové míchadlo*: Pro testované otáčky míchadla se do velikosti kapek přibližně 100 μm DSD prakticky neměnily bez ohledu na zkoumaný region měření. Změny velikosti kapek, ke kterým dochází během dispergace, jsou viditelné pouze pro větší velikosti kapek, v rozmezí 200 - 800 μm pro otáčky míchadla 600 ot./min, a v rozmezí 200 – 400 μm pro vyšší otáčky míchadla. Ve střední části distribuce velikosti kapek (mezi 100 až 200 μm) dochází k přechodným změnám mezi jednotlivými regiony měření. Mezi DSD získanými z regionů A a B jsou pozorovány jen malé změny ve srovnání s regionem C, a to pro všechny otáčky míchadla. V regionu C je pozorována vyšší frekvence kapek ve střední části distribuce ve srovnání s regiony A a B. [136–138]

C. Analyzovat a ověřit možný vliv intermitence turbulence na dispergaci pro zvolený modelový systém a zvolené typy míchadel.

- Při analýze vlivu intermitence turbulence na dispergaci je třeba se vypořádat s tím, jak určit maximální velikost kapky, d_{max} . Způsob určení d_{max} nebývá detailně popsán. Jedná se o velikost největší pozorované kapky v systému? Při testech se ukázalo, že tento přístup je nepoužitelný. Z toho důvodu byl navržen vlastní postup, kdy maximální velikost kapky byla vyhodnocena z relativních kumulativních křivek DSD získaných na konci měřeného časového kroku pro definovaná kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek a to 95 %; 97 %; 99 %; 99,3 %; 99,5 %; 99,7 % a 99,9 % pro každý region a otáčky míchadla. Pro srovnání byla také maximální velikost kapky odhadnuta jako průměr 1 % z počtu největších kapek (označeno jako $d_{99\text{avg}}$). [131]
- Následně byly vyhodnoceny multifraktální exponenty α_{FT} pomocí rovnice (4.24) pro maximální velikosti kapek odhadnuté tímto postupem pro každou oblast měření. Bylo zjištěno, že metoda použitá pro odhad d_{max} významně ovlivňuje odhad α_{FT} . [131]
- *Rushtonova turbína*: Multifraktální exponent α_{FT} byl odhadnut extrapolací dílčích hodnot exponentu na kumulativních 100 % ve výši 0,73 pro oblast A, 0,75 pro oblast B a 0,81 pro oblast C. Hodnoty exponentu menší než 1 naznačují přítomnost turbulence s vnitřní intermitencí, tj. indikují existenci špiček rychlosti disipace turbulentní energie, které se projeví na d_{max} , avšak vzhledem k jejich nízké pravděpodobnosti, doby dispergace, intenzitě míchání a velikosti nádoby se neprojeví na d_{32} . [131]
- *Zubové míchadlo*: Ve srovnání s RT míchadlem jsou výsledky mnohem překvapivější a rozdílnější. Pro odhady d_{max} jako 97 – 99,5 % kumulativního zastoupení jsou hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} cca 1, což by indikovalo turbulenci bez vnitřní intermitence a rozpad kapek dle teorie za předpokladu izotropní turbulence. Při odhadu d_{max} jako hodnoty velikosti kapek pro 99,7 % a výše kumulativního zastoupení jsou hodnoty multifraktálního exponentu $\alpha_{\text{FT}} > 1$. Tomu by odpovídala i menší směrnice experimentálních dat na Obrázku 15.10. Zajímavé je regionální vyhodnocení. V regionu C jsou hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} prakticky stejné jako v regionu A (rozdíl přibližně 4 %). Naopak, v regionu B, který je nad míchadlem symetricky k oblasti A (viz Obrázek 12.6) jsou hodnoty multifraktálního exponentu systematicky nižší vůči A a cca o 8 % menší než v C.

D. Výsledky zhodnotit a porovnat s výsledky publikovanými v literatuře.

- *Rushtonova turbína*: Vliv intenzity míchání byl popsán pomocí závislosti poměru $d_{32\text{eq}}/D$ na Weberově čísle dle vztahu (4.10) odvozeným na základě Hinze-Kolmogorovy teorie [52, 53], tj. $d_{32\text{eq}}/D \propto \text{We}^{-0,6}$ s konstantou úměrnosti $C_2 = 0,07$. Bylo provedeno srovnání se vztahem publikovaným autory Chen a Middleman [7], kteří pro stejný vztah uvádějí konstantu úměrnosti $C_2 = 0,053$. Podle analýzy jsou hodnoty $d_{32\text{eq}}$ v ustálených stavech v rozmezí dat, ze kterých byla korelace Chen a Middleman [7] odvozena. [131, 132]

- Dále byl vyhodnocen poměr mezi d_{32}/d_{\max} dle vztahu (4.14) pro maximální velikosti kapek vyhodnocených z relativních kumulativních křivek DSD získaných na konci měřeného časového kroku pro definovaná kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek a porovnan s Calabrese a kol. [8]. Hodnotě dle Calabrese a kol. [8], tj. $C_4 = 0,48$ pro geometricky a parametrově podobný systém, by tomuto systému odpovídaly nejvíce konstanty C_4 určené podle kumulativního zastoupení 99,9 %, které nabývaly hodnot: i) oblast A = 0,49 až 0,53 ii) oblast B = 0,5 až 0,53 a iii) oblast C = 0,43 až 0,49.
- *Zubové míchadlo*: Vliv intenzity míchání byl popsán stejným způsobem, tj. pomocí závislosti $d_{32eq}/D \propto We^{-0,6}$. Kvalitativně výsledek není tak uspokojivý jako pro Rushtonovu turbínu, avšak vyhodnocené konstanty úměrnosti $C_2 = 0,164$ až $0,195$ ze všech oblastí měření se shodovaly s korelací publikovanou El-Hamouz a kol. [92] pro stejné podmínky a typ míchadla, ale odlišný geometrický systém. [137, 138]
- Dále byl vyhodnocen poměr mezi d_{32}/d_{\max} dle vztahu (4.14). Z vyhodnocených hodnot konstanty úměrnosti C_4 opět vyplynulo, že výsledky silně závisí na způsobu stanovení d_{\max} . Konstanta úměrnosti závisí také na oblasti nádoby, v které jsou určovány. Pro d_{\max} určeném jako 99,9 % kumulativního zastoupení poměr nabýval hodnot: i) oblast A = 0,55 až 0,59 ii) oblast B = 0,6 až 0,64 a iii) oblast C = 0,45 až 0,55.

16.2 Experimentální procedura

E. Navrhnout a ověřit metodiku identifikace kapek a vyhodnocení jejich velikosti z pořízených snímků dispergovaného modelového systému pomocí obrazové analýzy a provést analýzu možných chyb měření na přesnost výsledků a zhodnotit jednotlivé faktory.

- **Navrhnout a ověřit metodiku identifikace kapek a vyhodnocení jejich velikosti z pořízených snímků dispergovaného modelového systému pomocí obrazové analýzy.**
- Počet zachycených snímků v experimentálním setu pro jedny otáčky míchadla, a pro jednu oblast měření, se pohyboval v rozmezí od 40 000 do 50 000 snímků. Celkový počet zpracovaných snímků se pohyboval v řádech 10^5 , a celkový počet identifikovaných a vyhodnocených kapek se pohyboval v řádech 10^6 . Toto množství snímků nelze vyhodnotit ručním způsobem. Snímky je nutno zpracovat automatizovaně pomocí grafického softwaru. [125, 126, 131, 137]
- Kalibrace parametrů obrazové analýzy byla vždy stanovena z kalibračního měření částic o známé velikosti a z určení rozlišení obrazu. Pro určování rozlišení obrazu byly testovány tři metody: 1) použití plastového plochého měřítka, 2) použití rastru 1 x 1 mm, a 3) použití kalibračních částic. Jako nejpřesnější se ukázalo být stanovení pomocí rastru 1 x 1 mm. [131, 138]
- Pro strojové zpracování snímků byl využit program ImageJ s vlastním makrem pro identifikaci hranic kapky a stanovení vlastností identifikované kapky, tj. umístění, plocha nebo počet, které jsou prostřednictvím rozlišení obrazu přepočítány na výsledné velikosti kapek. Pro identifikaci hranic kapky byla využita metoda založená na základě rozdílných gradientů odstínu sousedních pixelů vyvinutá Kysela a kol. [127]. [125, 126, 131, 137]
- **Provést analýzu možných chyb měření na přesnost výsledků a zhodnotit jednotlivé faktory.**
- Bylo zjištěno, že vliv určování rozlišení obrazu, hloubky ostrosti a změny teploty vsádky na výslednou velikost kapek je zanedbatelný.

- Podstatný vliv na výslednou velikost vyhodnocených kapek má kvalita detekce hran. Pokud nastane případ, kdy je pozadí nedostatečně osvětleno, mohou být vlivem menších gradientů mezi pixely vyhodnocovány částice větší než ve skutečnosti. Tato chyba je závislá na pixelové velikosti vyhodnocené kapky, a bylo zjištěno, že se jedná o exponenciální závislost, která se se zvyšujícím průměrem kapky limitně blíží k nule. U nejmenších kapek se chybná detekce může pohybovat v hodnotách desítek procent. [125]

F. Ověřit vliv různých světelných zdrojů na kvalitu pořízených snímků disperze a analyzovat vliv kombinace kamery a objektivu na kvalitu pořízených snímků disperze a identifikaci kapek pro zvolený modelový systém a typ míchadla.

- **Ověřit vliv různých světelných zdrojů na kvalitu pořízených snímků disperze.**
 - V průběhu experimentálních měření se prokázalo, že velký vliv na kvalitu pořízených snímků má i zdroj světla, který ovlivňuje kontrast mezi zachycenými kapkami a pozadím. Z toho důvodu tak byly testovány čtyři různé typy světelných zdrojů. [125]
 - Bylo odhadnuto, že vzhledem k rychlosti kapek v míchané nádobě, která se pohybuje v řádu jednotek m/s, maximální rychlost závěrky pro zachycení kapek nesmí překročit hodnotu 16 μ s, aby nebyly na snímku rozmazané. Vzhledem k potřebné intenzitě osvětlení jednotlivých buněk čipu kamery časy závěrky nižší než 16 μ s vyžadují světelný zdroj s vysokou intenzitou světelného toku. [125]
 - Testovány byly čtyři světelné zdroje: 1) 1000 W halogenová lampa (Světlo A), LED panel skládající se z několika LED čipů (Světlo B), jednobodové LED světelné zdroje vlastní konstrukce z vysokovýkonných LED čipů a to 60 W COB GT-FC60X3-0E (Světlo C) a 90W COB GT-FC90X3-0E (Světlo D). [125]
 - S uvedenými světelnými zdroji byla provedena řada následujících testů: 1) efekt pozice světla na snímání pozadí, 2) efekt rychlosti závěrky na pozadí snímání oblasti, a 3) vliv světelného zdroje na přesnost vyhodnocení naměřených částic v závislosti na rychlosti závěrky. [125]
 - Bylo zjištěno, že jednočipové LED světelné zdroje (C, D) vykazují nejlepší výsledky: 1) umožňují snížit rychlost závěrky na 3 μ s při prakticky bílém pozadí, 2) mají rovnoměrné barvy pozadí, a 3) vykazují zanedbatelný vliv jiného nastavení polohy světla. Pro experimenty tak bylo použito jednočipové 90W LED světlo (zdroj D). [125]
- **Analyzovat vliv kombinace kamery a objektivu na kvalitu pořízených snímků disperze a identifikaci kapek pro zvolený modelový systém a typ míchadla.**
 - Důležitými parametry pro snímání a vyhodnocení velikosti kapek jsou rychlost závěrky, snímkovací frekvence a hloubka ostrosti. Rychlosti kapek v míchané nádobě určuje maximální rychlost závěrky pro zachycení kapek, aby nebyly na snímku rozmazané. [126]
 - Pro pořizování snímků byly použity kombinace dvou vysokorychlostních kamer s rozdílnou světelností a velikostí snímání plochy a dvou makro objektivů, objektivu s delší ohniskovou vzdáleností a nejvyšší hloubkou ostrosti a poměrem zvětšení 1:1 (objektiv Sigma), a objektivu s kratší ohniskovou vzdáleností a nejnižší hloubkou ostrosti a poměrem zvětšení 2:1 (objektiv Laowa). Při měření byly u obou kamer nastavovány totožné podmínky. [126]
 - Nejmenší rozlišení obrazu, které umožní zachytit nejmenší kapky, vykazuje použití kombinace kamery s menší velikostí snímání plochy (kamera MKIII) a objektivu s kratší ohniskovou vzdáleností a nejnižší hloubkou ostrosti (objektiv Laowa), avšak menší velikost snímání oblasti neumožní zachytit takové množství kapek jako u ostatních kombinací. [126]
 - Dále byla provedena analýza vlivu kombinace kamery a objektivu na kvalitu snímků a identifikaci kapek při v míchané nádobě oběma typy míchadel. Pro hodnocení možných

kombinací byla použita tři kritéria: 1) množství vyhodnocených kapek v každém časovém kroku měření pro jednotlivé otáčky míchadel, a 2) kvalita časové závislosti Sauterova středního průměru kapek v každém časovém kroku měření pro jednotlivé otáčky míchadel, 3) kvalita frekvenční distribuce velikosti kapek mezi prvním a posledním měřením obou objektivů při jednotlivých otáčkách. [126]

- Bylo zjištěno, že za daných podmínek (kamera MKIII) pro dispergaci s Rushtonovou turbínou je vhodnější použití objektivu s delší ohniskovou vzdáleností a vyšší hloubkou ostrosti (objektiv Sigma) a naopak pro dispergaci se zubovým míchadlem objektiv s kratší ohniskovou vzdáleností a nižší hloubkou ostrosti (objektiv Laowa).
- Dále výsledky ukazují na vliv velikosti snímané oblasti. Pokud je velikost snímané oblasti v porovnání s velikostí zachytávaných kapek příliš velká, nebo malá, nelze tímto způsobem měření zachytit celou škálu velikostí dispergovaných kapek, a to má posléze zásadní vliv na relevantnost výsledků. [126]

G. Navrhnout a ověřit metodiku stanovení minimálního počtu vyhodnocených kapek potřebného pro získání relevantních výsledků.

- Ke stanovení minimálního počtu kapek pro získání relevantních výsledků byla použita statistická analýza. Princip této analýzy byl následující: střední průměr kapek byl vypočítán pro jejich postupně rostoucí počet, tj. 1000, 2000 atd.. Počet kapek, u kterých střední průměr začíná být konstantní, byl považován za minimální počet vyhodnocených kapek, který je nutný k relevantnosti jejich následujícího zpracování. [129]
- Postup byl uplatněn pro oba typy míchadel a různé otáčky míchadla. Statisticky bylo zjištěno, že lze minimální počet kapek statisticky považovat za konstantní a nezávislý na otáčkách míchadla pro obě testovaná míchadla. Minimální počet kapek, které musí být identifikovány a vyhodnoceny pro získání relevantních výsledků, je 3 999 kapek pro Rushtonovu turbínu a 1 827 kapek pro zubové míchadlo. [129]

17 Reference

- [1] KOLMOGOROV, A. The Local Structure of Turbulence in Incompressible Viscous Fluid for Very Large Reynolds' Numbers. *Akademiia Nauk SSSR Doklady*. 1941, **30**, 301–305. ISSN 0002-3264.
- [2] SEICHTER, P. a L. PEŠL. Navrhování rotačních míchadel – věda nebo rutina? *CHEMagazín*. 2005, (15), 8–11.
- [3] LENG, Douglas a Richard CALABRESE. Immiscible Liquid–Liquid Systems. In: [online]. 2004, s. 639–753. ISBN 978-0-471-45145-7. Dostupné z: doi:10.1002/0471451452.ch12
- [4] CHABANON, Elodie, Nida SHEIBAT-OTHMAN, O. MDERE, Jean-Pierre VALOUR, Sébastien URBANIAK a François PUEL. Drop size distribution monitoring of oil-in-water emulsions in SMX+ static mixers: Effect of operating and geometrical conditions. *International Journal of Multiphase Flow* [online]. 2017, **92**, 61–69. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijmultiphaseflow.2017.03.001
- [5] GHOTLI, Reza Afshar, Abdul Raman ABDUL AZIZ a Shaliza IBRAHIM. Liquid-liquid mass transfer studies in various stirred vessel designs. *Reviews in Chemical Engineering* [online]. 2015, **31**(4) [vid. 2024-02-19]. ISSN 2191-0235, 0167-8299. Dostupné z: doi:10.1515/revce-2014-0049
- [6] BECKER, Per Julian, François PUEL, Yves CHEVALIER a Nida SHEIBAT-OTHMAN. Monitoring silicone oil droplets during emulsification in stirred vessel: Effect of dispersed phase concentration and viscosity. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* [online]. 2014, **92**(2), 296–306. ISSN 0008-4034, 1939-019X. Dostupné z: doi:10.1002/cjce.21885
- [7] CHEN, Hsiao Tsung a Stanley MIDDLEMAN. Drop size distribution in agitated liquid-liquid systems. *AIChE Journal* [online]. 1967, **13**(5), 989–995. ISSN 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690130529
- [8] CALABRESE, R. V., T. P. K. CHANG a P. T. DANG. Drop breakup in turbulent stirred-tank contactors. Part I: Effect of dispersed-phase viscosity. *AIChE Journal* [online]. 1986, **32**(4), 657–666. ISSN 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690320416
- [9] ZHOU, Genwen a Suzanne M. KRESTA. Evolution of drop size distribution in liquid-liquid dispersions for various impellers. *Chemical Engineering Science* [online]. 1998, **53**, 2099–2113. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/S0009-2509(97)00437-5
- [10] PACEK, Andrzej, Saethawat CHAMSART, Alvin NIENOW a Andre BAKKER. The Influence of Impeller Type on Mean Drop Size and Drop Size Distribution in an Agitated Vessel. *Chemical Engineering Science - CHEM ENG SCI* [online]. 1999, **54**, 4211–4222. Dostupné z: doi:10.1016/S0009-2509(99)00156-6
- [11] GIAPOS, A., C. PACHATOURIDIS a M. STAMATOUDIS. Effect of the Number of Impeller Blades on the Drop Sizes in Agitated Dispersions. *Chemical Engineering Research & Design - CHEM ENG RES DES* [online]. 2005, **83**, 1425–1430. Dostupné z: doi:10.1205/cherd.04167
- [12] TANG, H. a L. C. WROBEL. Modelling the Interfacial Flow of Two Immiscible Liquids in Mixing Processes [online]. 2005 [vid. 2024-02-19]. ISSN 0020-7225. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijengsci.2005.03.011

- [13] KHALIL, Abir, François PUEL, Yves CHEVALIER, Jean-Marc GALVAN, Alain RIVOIRE a Jean-Paul KLEIN. Study of droplet size distribution during an emulsification process using *in situ* video probe coupled with an automatic image analysis. *Chemical Engineering Journal* [online]. 2010, **165**(3), 946–957. ISSN 1385-8947. Dostupné z: doi:10.1016/j.cej.2010.10.031
- [14] MAHAKAL, Prafulli A., Hatim T. RANGWALA a Ashwin W. PATWARDHAN. Drop size distribution in batch stirred tank at high organic to aqueous phase ratios. *Chemical Engineering Research and Design* [online]. 2023, **193**, 843–861. ISSN 0263-8762. Dostupné z: doi:10.1016/j.cherd.2023.04.024
- [15] TOBIN, T., R. MURALIDHAR, H. WRIGHT a D. RAMKRISHNA. Determination of coalescence frequencies in liquid–liquid dispersions: effect of drop size dependence. *Chemical Engineering Science* [online]. 1990, **45**(12), 3491–3504. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(90)87154-K
- [16] MAASS, Sebastian a Matthias KRAUME. Determination of breakage rates using single drop experiments. *Chemical Engineering Science* [online]. 2012, **70**, 4th International Conference on Population Balance Modeling, 146–164. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/j.ces.2011.08.027
- [17] HASAN, Basim O. Experimental study on the bubble breakage in a stirred tank. Part 1. Mechanism and effect of operating parameters. *International Journal of Multiphase Flow* [online]. 2017, **97**, 94–108. ISSN 0301-9322. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijmultiphaseflow.2017.08.006
- [18] JASIKOVA, Darina, Michal KOTEK, Bohus KYSELA, Radek SULC a Vaclav KOPECKY. Compiled visualization with IPI method for analysing of liquid liquid mixing process. *EPJ Web of Conferences* [online]. 2018, **180**, 02039. ISSN 2100-014X. Dostupné z: doi:10.1051/epjconf/201818002039
- [19] MALÍK, Michal, Jiří PRIMAS, Michal KOTEK, Darina JAŠÍKOVÁ a Václav KOPECKÝ. Mixing of two immiscible phases measured by industrial electrical impedance tomography system. *Mechanics & Industry* [online]. 2019, **20**(7), 707. ISSN 2257-7777, 2257-7750. Dostupné z: doi:10.1051/meca/2019081
- [20] MALUTA, Francesco, Giuseppina MONTANTE a Alessandro PAGLIANTI. Analysis of immiscible liquid-liquid mixing in stirred tanks by Electrical Resistance Tomography. *Chemical Engineering Science* [online]. 2020, **227**, 115898. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/j.ces.2020.115898
- [21] GONG, Shenggao, Ningning GAO a Luchang HAN. Modelling of droplet multiple breakage accounting for entire energy spectrum bottleneck effect and eddy-droplet discrepancy. *Chemical Engineering Journal* [online]. 2023, **479**, 147798. Dostupné z: doi:10.1016/j.cej.2023.147798
- [22] COULALOGLOU, C.A. a Lawrence TAVLARIDES. Description of Interaction Process in Agitated Liquid–Liquid Dispersions. *Chemical Engineering Science* [online]. 1977, **32**, 1289–1297. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(77)85023-9
- [23] LEHR, F a Dieter MEWES. A Transport Equation for the Interfacial Area Density Applied to Bubble Columns. *Chemical Engineering Science* [online]. 2001, **56**, 1159–1166. Dostupné z: doi:10.1016/S0009-2509(00)00335-3

- [24] ALOPAEUS, Ville, Jukka KOSKINEN, Kari I. KESKINEN a Joakim MAJANDER. Simulation of the population balances for liquid–liquid systems in a nonideal stirred tank. Part 2—parameter fitting and the use of the multiblock model for dense dispersions. *Chemical Engineering Science* [online]. 2002, **57**(10), 1815–1825. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/S0009-2509(02)00067-2
- [25] DAVIES, J. T. A physical interpretation of drop sizes in homogenizers and agitated tanks, including the dispersion of viscous oils. *Chemical Engineering Science* [online]. 1987, **42**, 1671–1676. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(87)80172-0
- [26] PAUL, Edward L., Victor A. ATIEMO-OBENG a Suzanne M. KRESTA. *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*. B.m.: John Wiley & Sons, 2004. ISBN 978-0-471-45144-0.
- [27] GHANEM, Akram, Charbel HABCHI, Thierry LEMENAND, Dominique Della VALLE a Hassan PEERHOSSAINI. Mixing performances of swirl flow and corrugated channel reactors. *Chemical Engineering Research and Design* [online]. 2014, **92**(11), 2213–2222. ISSN 0263-8762. Dostupné z: doi:10.1016/j.cherd.2014.01.014
- [28] ROSS, Seymour L. *Measurements and Models of the Dispersed Phase Mixing Process* [online]. B.m., 1971 [vid. 2024-02-19]. Thesis. b.n. Dostupné z: doi:10.7302/Z2028PQ6
- [29] COULALOGLOU, Constantine Anastasios. *Dispersed Phase Interactions in an Agitated Flow Vessel*. B.m.: University Microfilms, 1979.
- [30] KHAJEH NAEENI, Sepehr a Leila PAKZAD. Experimental and numerical investigation on mixing of dilute oil in water dispersions in a stirred tank. *Chemical Engineering Research and Design* [online]. 2019, **147**, 493–509. ISSN 02638762. Dostupné z: doi:10.1016/j.cherd.2019.05.024
- [31] RUEGER, Paul E. a Richard V. CALABRESE. Dispersion of water into oil in a rotor–stator mixer. Part 1: Drop breakup in dilute systems. *Chemical Engineering Research and Design* [online]. 2013, **91**(11), Mixing, 2122–2133. ISSN 0263-8762. Dostupné z: doi:10.1016/j.cherd.2013.05.018
- [32] KUMAR, Sanjeev, R. KUMAR a K. S. GANDHI. A new model for coalescence efficiency of drops in stirred dispersions. *Chemical Engineering Science* [online]. 1993, **48**(11), 2025–2038. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(93)80079-6
- [33] LEE, Jinkee, Minki LEE, Elejdis KULLA a Anubhav TRIPATHI. The effect of dilution on the dispersion with respect to microfluidic channel geometries. *International Journal of Heat and Mass Transfer* [online]. 2017, **104**, 813–818. ISSN 0017-9310. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.08.084
- [34] BALACHANDAR, Sivaramakrishnan a John EATON. Turbulent Dispersed Multiphase Flow. *Annu.~Rev.~Fluid Mech.* [online]. 2010, **42**, 111–133. Dostupné z: doi:10.1146/annurev.fluid.010908.165243
- [35] PADRON, Gustavo. *Effect of Surfactants on Drop Size Distributions in a Batch, Rotor-Stator Mixer* [online]. Gainesville, Florida, USA, 2005. Dissertation thesis. University of Florida. Dostupné z: doi:10.13140/RG.2.1.4084.6320

- [36] KONNO, Mikio, Kunio ARAI a Shozaburo SAITO. The effects of viscous and inertial forces on drop breakup in an agitated tank. *JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN* [online]. 1977, **10**(6), 474–477. ISSN 0021-9592, 1881-1299. Dostupné z: doi:10.1252/jcej.10.474
- [37] GENNES, Pierre-Gilles de, Françoise BROCHARD-WYART a David QUERE. *Capillarity and Wetting Phenomena: Drops, Bubbles, Pearls, Waves*. B.m.: Springer Science & Business Media, 2003. ISBN 978-0-387-00592-8.
- [38] CLIFT, Roland, John R. GRACE a Martin E. WEBER. *Bubbles, Drops, and Particles*. B.m.: Courier Corporation, 2005. ISBN 978-0-486-44580-9.
- [39] VERMEULEN, T., G. M. WILLIAMS a G. E. LANGLOIS. Interfacial area in liquid–liquid and gas–liquid agitation. *Chemical Engineering Progress*. 1955, **51**(2), 85–94.
- [40] DAVIDSON, P. A. An Introduction to Turbulent Flow. By J. MATHIEU & J. SCOTT. Cambridge University Press, 2000. 374 pp. ISBN 0521 570662. £60 (hardback); ISBN 0521 775388. £24.95 (paperback). *Journal of Fluid Mechanics* [online]. 2001, **429**, 410–412. ISSN 1469-7645, 0022-1120. Dostupné z: doi:10.1017/S0022112000213244
- [41] GEORGE, William K. Lectures in Turbulence for the 21st Century. *Chalmers University of Technology* [online]. 2013, **550** [vid. 2024-02-19]. Dostupné z: <https://citeseerx.ist.psu.edu/document?repid=rep1&type=pdf&doi=8ae0d271fd00bf57291cf9055fe6c24786c27d57>
- [42] URUBA, V. *Turbulence* [online]. B.m.: České vysoké učení technické, 2009 [vid. 2021-10-12]. Dostupné z: http://www2.it.cas.cz/~{ }uruba/docs/Aero/Turbulence_45.pdf
- [43] BLEJCHAŘ, Tomáš. *Turbulence modelování proudění - CFX*. 2010. vyd. 2012. ISBN 978-80-248-2606-6.
- [44] RICHARDSON, Lewis Fry. *Weather Prediction by Numerical Process* [online]. 2. vyd. Cambridge: Cambridge University Press, 2007 [vid. 2024-02-19]. Cambridge Mathematical Library. ISBN 978-0-521-68044-8. Dostupné z: doi:10.1017/CBO9780511618291
- [45] CHEN, Shiyi, Robert ECKE, Gregory EYINK, Michael RIVERA, Minping WAN a Zuoli XIAO. Physical Mechanism of the Two-Dimensional Inverse Energy Cascade. *Physical review letters* [online]. 2006, **96**, 084502. Dostupné z: doi:10.1103/PhysRevLett.96.084502
- [46] TAYLOR, Geoffrey Ingram. Statistical theory of turbulenc. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A - Mathematical and Physical Sciences* [online]. 1935, **151**(873), 421–444. ISSN 0080-4630, 2053-9169. Dostupné z: doi:10.1098/rspa.1935.0158
- [47] JOHNSON, Nelson K. *Weather Prediction by Numerical Process* [online]. B.m.: JSTOR. 1922 [vid. 2024-02-19]. Dostupné z: <https://www.jstor.org/stable/3603284>
- [48] BIDOKHTI, A. A. a D. J. TRITTON. The structure of a turbulent free shear layer in a rotating fluid. *Journal of Fluid Mechanics* [online]. 1992, **241**, 469–502. ISSN 1469-7645, 0022-1120. Dostupné z: doi:10.1017/S002211209200212X
- [49] LESTER, S. U. *Turbulent Free Shear Flows: Jets* [online]. Applied Fluid Imaging Laboratory: Baltimore: Johns Hopkins University, 2005 [vid. 2017-11-03]. Dostupné z: <http://www.imaging.me.jhu.edu/PDF/635lec05-turbshear1.pdf>

- [50] SAEEDIPOUR, Mahdi, Simon SCHNEIDERBAUER, Stefan PIRKER a Salar BOZORGI. Numerical simulation of turbulent liquid jet breakup using a sub-grid criterion with industrial application. In: . 2014.
- [51] KOLMOGOROV, A. N. The Break-up of Droplets in a Turbulent Stream. *Akademiia Nauk SSSR Doklady*. 1949, **66**, 825–828.
- [52] HINZE, J. O. Fundamentals of the hydrodynamic mechanism of splitting in dispersion processes. *AIChE Journal* [online]. 1955, **1**(3), 289–295. ISSN 0001-1541, 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690010303
- [53] KOLMOGOROV, Andrey Nikolaevich. Dissipation of Energy in Locally Isotropic Turbulence. *Akademiia Nauk SSSR Doklady*. 1941, **32**, 16. ISSN 0002-3264.
- [54] MCMANAMEY, W. J. Sauter mean and maximum drop diameters of liquid-liquid dispersions in turbulent agitated vessels at low dispersed phase hold-up. *Chemical Engineering Science* [online]. 1979, **34**(3), 432–434. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(79)85081-2
- [55] BROWN, D. E. a K. PITT. Effect of impeller geometry on drop break-up in a stirred liquid—liquid contactor. *Chemical Engineering Science* [online]. 1974, **29**(2), 345–348. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(74)80042-4
- [56] WANG, C. Y. a R. V. CALABRESE. Drop breakup in turbulent stirred-tank contactors. Part II: Relative influence of viscosity and interfacial tension. *AIChE Journal* [online]. 1986, **32**(4), 667–676. ISSN 0001-1541, 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690320417
- [57] DOULAH, Mohammed S. An Effect of Hold-up on Drop Sizes in Liquid-Liquid Dispersions. *Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals* [online]. 1975, **14**(2), 137–138. ISSN 0196-4313. Dostupné z: doi:10.1021/i160054a015
- [58] CALABRESE, R. V., C. Y. WANG a N. P. BRYNER. Drop breakup in turbulent stirred-tank contactors. Part III: Correlations for mean size and drop size distribution. *AIChE Journal* [online]. 1986, **32**(4), 677–681. ISSN 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690320418
- [59] BALDYGA, Jerzy a John R. BOURNE. Drop Breakup and Intermittent Turbulence. *Journal of Chemical Engineering of Japan* [online]. 1993, **26**(6), 738–741. Dostupné z: doi:10.1252/jcej.26.738
- [60] BALDYGA, J. a J. R. BOURNE. Interpretation of turbulent mixing using fractals and multifractals. *Chemical Engineering Science* [online]. 1995, **50**(3), 381–400. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(94)00217-F
- [61] BALDYGA, Jerzy a Wioletta PODGÓRSKA. Drop break-up in intermittent turbulence: Maximum stable and transient sizes of drops. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* [online]. 1998, **76**(3), 456–470. ISSN 1939-019X. Dostupné z: doi:10.1002/cjce.5450760316
- [62] MENEVEAU, Charles a K. R. SREENIVASAN. Measurement of $f(\alpha)$ from scaling of histograms, and applications to dynamical systems and fully developed turbulence. *Physics Letters A* [online]. 1989, **137**(3), 103–112. ISSN 0375-9601. Dostupné z: doi:10.1016/0375-9601(89)90093-5
- [63] MENEVEAU, Charles a K. R. SREENIVASAN. The multifractal nature of turbulent energy dissipation. *Journal of Fluid Mechanics* [online]. 1991, **224**, 429–484. ISSN 1469-7645, 0022-1120. Dostupné z: doi:10.1017/S0022112091001830

- [64] SHE, Zhen-Su a Emmanuel LEVEQUE. Universal scaling laws in fully developed turbulence. *Physical Review Letters* [online]. 1994, **72**(3), 336–339. Dostupné z: doi:10.1103/PhysRevLett.72.336
- [65] PODGÓRSKA, W. a J. BALDYGA. Scale-up effects on the drop size distribution of liquid–liquid dispersions in agitated vessels. *Chemical Engineering Science* [online]. 2001, **56**(3), 16th International Conference on Chemical Reactor Engineering, 741–746. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/S0009-2509(00)00284-0
- [66] ROBERTSON, B. a J. J. ULBRECHT. Measurement of shear rate on an agitator in a fermentation broth. *Ho, Cd J. Y. Oldshue (ed.). Biotechnology Processes Scale-Up And Mixing; Symposium, Miami, Florida, Usa, November . Vii.* 1986, (ed.), New York, New York, Usa. Illus. 31-35.
- [67] RODGERS, Thomas a Mike COOKE. CORRELATION OF DROP SIZE WITH SHEAR TIP SPEED. In: *14th European Conference on Mixing: Proceedings of 14th European Conference on Mixing.* 2012, s. 407–412. ISBN 978-1-5108-2016-6.
- [68] DORAISWAMY, Deepak, Richard GRENVILLE a Arthur III. Two-Score Years of the Metzner-Otto Correlation. *Industrial & Engineering Chemistry Research - IND ENG CHEM RES* [online]. 1994, **33**. Dostupné z: doi:10.1021/ie00034a001
- [69] TANGUY, P. A., F. THIBAUT a E. Brito DE LA FUENTE. A new investigation of the metzner-otto concept for anchor mixing impellers. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* [online]. 1996, **74**(2), 222–228. ISSN 1939-019X. Dostupné z: doi:10.1002/cjce.5450740207
- [70] WU, Jie, Lachlan J. GRAHAM a Nabil NOUI MEHIDI. Estimation of agitator flow shear rate. *AIChE Journal* [online]. 2006, **52**(7), 2323–2332. ISSN 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.10857
- [71] MUSGROVE, M a S RUSZKOWSKI. Chapter 21 - Influence of impeller type and agitation conditions on the drop size of immiscible liquid dispersions. In: H. E. A. VAN DEN AKKER a J. J. DERKSEN, ed. *10th European Conference on Mixing* [online]. Amsterdam: Elsevier Science, 2000 [vid. 2024-02-19], s. 165–172. ISBN 978-0-444-50476-0. Dostupné z: doi:10.1016/B978-044450476-0/50022-4
- [72] RODGER, W. A., V. G. TRICE a J. H. RUSHTON. Effect of fluid motion on interfacial area of dispersions. *Chemical Engineering Progress.* 1956, **52**, 515–520.
- [73] CALDERBANK, P. H. Physical rate processes in industrial fermentation: part I: the interfacial area in gas-liquid contacting with mechanical agitation. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers.* 1958, **36**, 443–463.
- [74] SHINNAR, Reuel. On the behaviour of liquid dispersions in mixing vessels. *Journal of Fluid Mechanics* [online]. 1961, **10**(02), 259. ISSN 0022-1120, 1469-7645. Dostupné z: doi:10.1017/S0022112061000214
- [75] SPROW, F. B. Distribution of drop sizes produced in turbulent liquid-liquid dispersion. *Chemical Engineering Science* [online]. 1967, **22**, 435–442. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(67)80130-1
- [76] BROWN, D. E. a K. PITT. Drop breakup in a stirred liquid–liquid contactor. In: *Chemeca 70: Proc. Chemeca 70.* 1970.

- [77] VAN HEUVEN, J. W. a W. J. BEEK. Power input, drop size and minimum stirrer speed for liquid-liquid dispersions in stirred vessels. In: *Proc. International Solvent Extraction Conference*. 1971, s. 70–81.
- [78] MLYNEK, Youval a William RESNICK. Drop sizes in an agitated liquid-liquid system. *AIChE Journal* [online]. 1972, **18**(1), 122–127. ISSN 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690180122
- [79] WEINSTEIN, Bruce a Robert E. TREYBAL. Liquid-Liquid contacting in unbaffled, agitated vessels. *AIChE Journal* [online]. 1973, **19**(2), 304–312. ISSN 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690190215
- [80] COULALOGLOU, C. A. a L. L. TAVLARIDES. Drop size distributions and coalescence frequencies of liquid-liquid dispersions in flow vessels. *AIChE Journal* [online]. 1976, **22**(2), 289–297. ISSN 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690220211
- [81] GODFREY, J.C. a V. GRILC. Drop size and drop size distribution for liquid–liquid dispersions in agitated tanks of square cross-section. In: *2nd European Conference on Mixing: Proc. 2nd European Conference on Mixing*. 1977.
- [82] ARAI, Kunio, Mikio KONNO, Yuichi MATUNAGA a Shozaburo SAITO. Effect of Dispersed-Phase Viscosity on the Maximum Stable Drop Size for Breakup in Turbulent Flow. *Journal of Chemical Engineering of Japan* [online]. 1977, **10**(4), 325–330. Dostupné z: doi:10.1252/jcej.10.325
- [83] LAGISETTY, J. S., P. K. DAS, R. KUMAR a K. S. GANDHI. Breakage of viscous and non-Newtonian drops in stirred dispersions. *Chemical Engineering Science* [online]. 1986, **41**(1), 65–72. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(86)85198-3
- [84] LASO, M., L. STEINER a S. HARTLAND. Dynamic simulation of liquid-liquid agitated dispersions—I. Derivation of a simplified model. *Chemical Engineering Science* [online]. 1987, **42**(10), 2429–2436. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(87)80116-1
- [85] NISHIKAWA, Masabumi, Fuyuhiko MORI a Shigeo FUJIEDA. Average drop size in a liquid-liquid phase mixing vessel. *JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN* [online]. 1987, **20**(1), 82–88. ISSN 0021-9592, 1881-1299. Dostupné z: doi:10.1252/jcej.20.82
- [86] NISHIKAWA, Masabumi, Fuyuhiko MORI, Shigeo FUJIEDA a Takashi KAYAMA. Scale-up of Liquid-Liquid Phase Mixing Vessel. *Journal of Chemical Engineering of Japan* [online]. 1987, **20**(5), 454–459. Dostupné z: doi:10.1252/jcej.20.454
- [87] CHATZI, Eleni G., Asterios D. GAVRIELIDES a Costas KIPARISSIDES. Generalized model for prediction of the steady-state drop size distributions in batch stirred vessels. *Industrial & Engineering Chemistry Research* [online]. 1989, **28**(11), 1704–1711. ISSN 0888-5885. Dostupné z: doi:10.1021/ie00095a022
- [88] KONNO, Mikio, Norio KOSAKA a Shozaburo SAITO. Correlation of Transient Drop Sizes in Breakup Process in Liquid-Liquid Agitation. *Journal of Chemical Engineering of Japan* [online]. 1993, **26**(1), 37–40. Dostupné z: doi:10.1252/jcej.26.37
- [89] RUIZ, M. C, P LERMANA a R PADILLA. Drop size distribution in a batch mixer under breakage conditions. *Hydrometallurgy* [online]. 2002, **63**(1), 65–74. ISSN 0304-386X. Dostupné z: doi:10.1016/S0304-386X(01)00223-7

- [90] DESNOYER, C, O MASBERNAT a C GOURDON. Experimental study of drop size distributions at high phase ratio in liquid–liquid dispersions. *Chemical Engineering Science* [online]. 2003, **58**(7), 1353–1363. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/S0009-2509(02)00461-X
- [91] SECHREMELI, D., A. STAMPOULI a M. STAMATOUDIS. Comparison of mean drop sizes and drop size distributions in agitated liquid–liquid dispersions produced by disk and open type impellers. *Chemical Engineering Journal* [online]. 2006, **117**(2), 117–122. ISSN 1385-8947. Dostupné z: doi:10.1016/j.cej.2005.12.015
- [92] EL-HAMOUZ, Amer, Mike COOKE, Adam KOWALSKI a Paul SHARRATT. Dispersion of silicone oil in water surfactant solution: Effect of impeller speed, oil viscosity and addition point on drop size distribution. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* [online]. 2009, **48**(2), 633–642. ISSN 0255-2701. Dostupné z: doi:10.1016/j.cep.2008.07.008
- [93] QI, Lu, Xianghai MENG, Rui ZHANG, Haiyan LIU, Chunming XU, Zhichang LIU a Peter A.A. KLUSENER. Droplet size distribution and droplet size correlation of chloroaluminate ionic liquid–heptane dispersion in a stirred vessel. *Chemical Engineering Journal* [online]. 2015, **268**(Complete), 116–124. ISSN 13858947. Dostupné z: doi:10.1016/j.cej.2015.01.009
- [94] NARSIMHAN, Ganesan, Doraiswami RAMKRISHNA a Jai P. GUPTA. Analysis of drop size distributions in lean liquid-liquid dispersions. *AIChE Journal* [online]. 1980, **26**(6), 991–1000. ISSN 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690260614
- [95] SATHYAGAL, A. N., D. RAMKRISHNA a G. NARSIMHAN. Droplet breakage in stirred dispersions. Breakage functions from experimental drop-size distributions. *Chemical Engineering Science* [online]. 1996, **51**(9), Festschrift for Professor R. Byron Bird, 1377–1391. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(95)00311-8
- [96] CHANG, Kuo-Ching. *Analysis of Transient Drop Size Distributions in Dilute Agitated Liquid-liquid Systems*. B.m.: University of Maryland at College Park, 1990.
- [97] HONG, Paul O. a James M. LEE. Unsteady-state liquid-liquid dispersions in agitated vessels. *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development* [online]. 1983, **22**(1), 130–135. ISSN 0196-4305. Dostupné z: doi:10.1021/i200020a021
- [98] HULBURT, H. M. a S. KATZ. Some problems in particle technology: A statistical mechanical formulation. *Chemical Engineering Science* [online]. 1964, **19**(8), 555–574. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(64)85047-8
- [99] HONG, Paul O. a James M. LEE. Changes of the average drop sizes during the initial period of liquid-liquid dispersions in agitated vessels. *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development* [online]. 1985, **24**(3), 868–872. ISSN 0196-4305. Dostupné z: doi:10.1021/i200030a057
- [100] BHUTANI, Gaurav, Pablo R. BRITO-PARADA a Jan J. CILLIERS. Polydispersed flow modelling using population balances in an adaptive mesh finite element framework. *Computers & Chemical Engineering* [online]. 2016, **87**, 208–225. ISSN 0098-1354. Dostupné z: doi:10.1016/j.compchemeng.2016.01.011
- [101] MARCHISIO, Daniele L. a Rodney O. FOX. Solution of population balance equations using the direct quadrature method of moments. *Journal of Aerosol Science* [online]. 2005, **36**(1), 43–73. ISSN 0021-8502. Dostupné z: doi:10.1016/j.jaerosci.2004.07.009

- [102] BUFFO, Antonio, Marco VANNI, Daniele MARCHISIO a R. FOX. Multivariate Quadrature-Based Moments Methods for turbulent polydisperse gas-liquid systems. *International Journal of Multiphase Flow* [online]. 2013, **50**, 41–57. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijmultiphaseflow.2012.09.005
- [103] JOHN, V., I. ANGELOV, A.A. ÖNCÜL a D. THÉVENIN. Technique for the reconstruction of a distribution from a finite number of its moments. *Chemical Engineering Science* [online]. 2007, **62**, 2890–2904. Dostupné z: doi:10.1016/j.ces.2007.02.041
- [104] ANGLE, Chandra W. a Hassan A. HAMZA. Predicting the sizes of toluene-diluted heavy oil emulsions in turbulent flow Part 2: Hinze-Kolmogorov based model adapted for increased oil fractions and energy dissipation in a stirred tank. *Chemical Engineering Science* [online]. 2006, **61**, 7325–7335. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/j.ces.2006.01.014
- [105] PARVIZI, Soroush, E. ALAMDARI, Seyed HASHEMABADI, Maryam KAVOUSI a Anahita SATTARI. Investigating Factors Affecting on the Efficiency of Dynamic Mixers. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review* [online]. 2016, **37**, 1–27. Dostupné z: doi:10.1080/08827508.2016.1218868
- [106] FOŘT, Ivan, Ahmed OBEID a Vítězslav BŘEZINA. Flow of liquid in a cylindrical vessel with a turbine impeller and radial baffles. *Collection of Czechoslovak Chemical Communications* [online]. 1982, **47**(1), 226–239. ISSN 1212-6950, 0010-0765. Dostupné z: doi:10.1135/cccc19820226
- [107] ZHOU, Genwen a Suzanne M. KRESTA. Correlation of mean drop size and minimum drop size with the turbulence energy dissipation and the flow in an agitated tank. *Chemical Engineering Science* [online]. 1998, **53**(11), 2063–2079. ISSN 00092509. Dostupné z: doi:10.1016/S0009-2509(97)00438-7
- [108] O’ROURKE, Alan M. a P. F. MACLOUGHLIN. A comparison of measurement techniques used in the analysis of evolving liquid–liquid dispersions. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* [online]. 2005, **44**(8), 885–894. ISSN 0255-2701. Dostupné z: doi:10.1016/j.cep.2004.10.001
- [109] MAASS, S., S. WOLLNY, A. VOIGT a M. KRAUME. Experimental comparison of measurement techniques for drop size distributions in liquid/liquid dispersions. *Experiments in Fluids* [online]. 2011, **50**(2), 259–269. ISSN 1432-1114. Dostupné z: doi:10.1007/s00348-010-0918-9
- [110] PACEK, A. W., I. P. T. MOORE, A. W. NIENOW a R. V. CALABRESE. Video technique for measuring dynamics of liquid-liquid dispersion during phase inversion. *AIChE Journal* [online]. 1994, **40**(12), 1940–1949. ISSN 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690401203
- [111] KUMAR, Sanjeev a D. RAMKRISHNA. On the solution of population balance equations by discretization—I. A fixed pivot technique. *Chemical Engineering Science* [online]. 1996, **51**(8), 1311–1332. ISSN 0009-2509. Dostupné z: doi:10.1016/0009-2509(96)88489-2
- [112] BRÁS, Luís, Elsa GOMES, Margarida RIBEIRO a M. GUIMARÃES. Drop Distribution Determination in a Liquid-Liquid Dispersion by Image Processing. *International Journal of Chemical Engineering* [online]. 2009, **2009**. Dostupné z: doi:10.1155/2009/746439

- [113] SINGH, K. K., S. M. MAHAJANI, K. T. SHENOY a S. K. GHOSH. Representative drop sizes and drop size distributions in A/O dispersions in continuous flow stirred tank. *Hydrometallurgy* [online]. 2008, **90**(2), 121–136. ISSN 0304-386X. Dostupné z: doi:10.1016/j.hydromet.2007.10.003
- [114] LUDVÍK, M. a H. STEIDL. Studies on mixing. XXVI. Comparison of empirical and theoretical drop size distributions in turbulent emulsions. *Collection of Czechoslovak Chemical Communications* [online]. 1970, **35**(5), 1480–1495. ISSN 1212-6950, 0010-0765. Dostupné z: doi:10.1135/cccc19701480
- [115] PODGÓRSKA, Wioletta a Jerzy BAŁDYGA. Drop break-up and coalescence in intermittent turbulent flow. In: *Proceedings of the 10th European Conference on Mixing* [online]. 2000, s. 141–148. ISBN 978-0-444-50476-0. Dostupné z: doi:10.1016/B978-044450476-0/50019-4
- [116] KRAUME, M., A. GÄBLER a K. SCHULZE. Influence of Physical Properties on Drop Size Distribution of Stirred Liquid-Liquid Dispersions. *Chemical Engineering & Technology* [online]. 2004, **27**(3), 330–334. ISSN 1521-4125. Dostupné z: doi:10.1002/ceat.200402006
- [117] TANG, Qiao, Jiyizhe ZHANG, Wu YUXIN, Yundong WANG a Zuohua LIU. An experimental study of immiscible liquid–liquid dispersions in a pump-mixer of mixer-settler. *Chinese Journal of Chemical Engineering* [online]. 2019, **28**. Dostupné z: doi:10.1016/j.cjche.2019.07.022
- [118] OHTAKE, Takaaki, Tadashi HANO, Kazumi TAKAGI a Fumiyuki NAKASHIO. Effects of Viscosity on Drop Diameter of W/O Emulsion Dispersed in a Stirred Tank. *Journal of Chemical Engineering of Japan* [online]. 1987, **20**(5), 443–447. Dostupné z: doi:10.1252/jcej.20.443
- [119] SKELLAND, A. H. P. a Jai Moon LEE. Drop size and continuous-phase mass transfer in agitated vessels. *AIChE Journal* [online]. 1981, **27**(1), 99–111. ISSN 1547-5905. Dostupné z: doi:10.1002/aic.690270115
- [120] SKELLAND, A. H. P. a L. T. MOETI. Mechanism of continuous-phase mass transfer in agitated liquid-liquid systems. *Industrial & Engineering Chemistry Research* [online]. 1990, **29**(11), 2258–2267. ISSN 0888-5885. Dostupné z: doi:10.1021/ie00107a010
- [121] KURIYAMA, M., M. ONO, Tokanai HIDEKI a H. KONNO. Correlation of Transient Sizes of Highly Viscous Drops in Dispersion Process in Liquid-Liquid Agitation. *Chemical Engineering Research and Design*. 1996, **74**, 431–437.
- [122] RIBEIRO, M. M. M., M. M. L. GUIMARÃES, C. M. N. MADUREIRA a J. J. C. CRUZ PINTO. Non-invasive system and procedures for the characterization of liquid–liquid dispersions. *Chemical Engineering Journal* [online]. 2004, **97**(2), 173–182. ISSN 1385-8947. Dostupné z: doi:10.1016/S1385-8947(03)00179-7
- [123] GODFREY, J. C. a Michael J. SLATER, ed. *Liquid-liquid extraction equipment* [online]. Chichester: J. Wiley & Sons, 1994 [vid. 2024-02-20]. ISBN 978-0-471-94156-9. Dostupné z: <http://catalogue.bnf.fr/ark:/12148/cb37450781t>
- [124] ŠULC, Radek, Bohuš KYSELA a Pavel DITL. Time evolution of the drop size distribution for liquid–liquid dispersion in an agitated tank. *Chemical Papers* [online]. 2018, **72**(3), 543–553. ISSN 2585-7290, 1336-9075. Dostupné z: doi:10.1007/s11696-017-0327-0

- [125] FORMÁNEK, Roman, Bohuš KYSELA a Radek ŠULC. Image analysis of particle size: effect of light source type. *EPJ Web of Conferences* [online]. 2019, **213**, 02021. ISSN 2100-014X. Dostupné z: doi:10.1051/epjconf/201921302021
- [126] ŠULC, Radek a Roman FORMÁNEK. Investigation of Drop Size in Liquid-Liquid Dispersion Agitated by Sawtooth Impeller: Effect of Optical Measuring Device. *Chemical Engineering Transactions* [online]. 2022, **94**, 607–612. Dostupné z: doi:10.3303/CET2294101
- [127] KYSELA, Bohuš, Jiří KONFRŠT, Zdeněk CHÁRA, Radek ŠULC a Pavel DITL. In-situ measurement of particle size distribution in an agitated vessel. In: *Conference Transport & Sedimentation of solid particles: Proceedings of 18th International Conference Transport & Sedimentation of solid particles*. 2017.
- [128] GONZALEZ, Rafael C., Richard E. WOODS a Steven L. EDDINS. *Digital Image Processing Using MATLAB*. Upper Saddle River, NJ: Pearson Prentice Hall, 2003. ISBN 978-0-13-008519-1.
- [129] BUCCIARELLI, Elia, Roman FORMÁNEK, Bohus KYSELA, Ivan FOŘT a Radek ŠULC. Dispersion kinetics in mechanically agitated vessel. *The European Physical Journal Conferences* [online]. 2019, **213**, 02008. Dostupné z: doi:10.1051/epjconf/201921302008
- [130] BOWERMAN, Bruce L. a Richard T. O'CONNELL. *Applied Statistics: Improving Business Processes*. B.m.: Irwin, 1997. ISBN 978-0-07-114907-5.
- [131] FORMÁNEK, Roman a Radek ŠULC. The homogeneity of immiscible liquid–liquid dispersion in a vessel agitated by Rushton turbine. *Chemical and Process Engineering* [online]. 2021, 209–222. ISSN 2300-1925 (CHEMICAL AND PROCESS ENGINEERING). Dostupné z: doi:10.24425/cpe.2021.138926
- [132] FORMÁNEK, Roman, Bohuš KYSELA, Darina JAŠÍKOVÁ a Radek ŠULC. Temporal evolution of droplet size distribution in 1-1 system in a stirred tank agitated by Rushton turbine impeller. In: *16th MIXING: Proceedings of the 16th MIXING*. Nice: European Federation of Chemical Engineering, 2018.
- [133] FORMANEK ROMAN, KYSELA BOHUS, a SULC RADEK. Drop Size Evolution Kinetics in a Liquid-liquid Dispersions System in a Vessel Agitated by a Rushton Turbine. *Chemical Engineering Transactions* [online]. 2019, **74**, 1039–1044. Dostupné z: doi:10.3303/CET1974174
- [134] DITL, Pavel, Radek ŠULC a Vít PEŠAVA. Local Turbulent Energy Dissipation Rate in a Vessel Agitated by a Rushton Turbine. *Chemical and Process Engineering; 2015; No 2 June; 135-149* [online]. 2015 [vid. 2024-02-20]. ISSN 2300-1925 (CHEMICAL AND PROCESS ENGINEERING). Dostupné z: <https://www.czasopisma.pan.pl/dlibra/publication/98599/edition/85035>
- [135] ŠULC, Radek, Pavel DITL, Ivan FOŘT, Darina JAŠÍKOVÁ, Michal KOTEK, Václav KOPECKÝ a Bohuš KYSELA. Local velocity scaling in T400 vessel agitated by Rushton turbine in a fully turbulent region. *EPJ Web of Conferences* [online]. 2017, **143**, 02120. ISSN 2100-014X. Dostupné z: doi:10.1051/epjconf/201714302120

- [136] FORMÁNEK, Roman, Bohuš KYSELA, Radek ŠULC a Pavel DITL. Time evolution of drop size distribution in a liquid-liquid dispersion in a vessel agitated by a tooth impeller. In: *45th SSCHE: Proceedings of the 45th SSCHE*. Bratislava: Slovak Society of Chemical Engineering, 2018.
- [137] FORMÁNEK, Roman a Radek ŠULC. The Liquid-Liquid Dispersion Homogeneity in a Vessel Agitated by a High-Shear Sawtooth Impeller. *Processes* [online]. 2020, **8**, 1012. Dostupné z: doi:10.3390/pr8091012
- [138] FORMÁNEK, Roman, Radek ŠULC a Zdeněk CHÁRA. Dispersion of immiscible liquid-liquid system in a vessel agitated by a Sawtooth impeller: drop size time evolution. *EPJ Web of Conferences* [online]. 2022, **269**, 01015. ISSN 2100-014X. Dostupné z: doi:10.1051/epjconf/202226901015

18 Publikace autora

18.1 Publikace citované v této práci

- [125] FORMÁNEK, Roman, Bohuš KYSELA a Radek ŠULC. Image analysis of particle size: effect of light source type. *EPJ Web of Conferences* [online]. 2019, **213**, 02021. ISSN 2100-014X. Dostupné z: doi:10.1051/epjconf/201921302021
- [126] ŠULC, Radek a Roman FORMÁNEK. Investigation of Drop Size in Liquid-Liquid Dispersion Agitated by Sawtooth Impeller: Effect of Optical Measuring Device. *Chemical Engineering Transactions* [online]. 2022, **94**, 607–612. Dostupné z: doi:10.3303/CET2294101
- [129] BUCCIARELLI, Elia, Roman FORMÁNEK, Bohus KYSELA, Ivan FOŘT a Radek ŠULC. Dispersion kinetics in mechanically agitated vessel. *The European Physical Journal Conferences* [online]. 2019, **213**, 02008. Dostupné z: doi:10.1051/epjconf/201921302008
- [131] FORMÁNEK, Roman a Radek ŠULC. The homogeneity of immiscible liquid-liquid dispersion in a vessel agitated by Rushton turbine. *Chemical and Process Engineering* [online]. 2021, 209–222. ISSN 2300-1925 (CHEMICAL AND PROCESS ENGINEERING). Dostupné z: doi:10.24425/cpe.2021.138926
- [132] FORMÁNEK, Roman, Bohuš KYSELA, Darina JAŠÍKOVÁ a Radek ŠULC. Temporal evolution of droplet size distribution in 1-1 system in a stirred tank agitated by Rushton turbine impeller. In: *16th MIXING: Proceedings of the 16th MIXING*. Nice: European Federation of Chemical Engineering, 2018.
- [133] FORMANEK ROMAN, KYSELA BOHUS, a SULC RADEK. Drop Size Evolution Kinetics in a Liquid-liquid Dispersions System in a Vessel Agitated by a Rushton Turbine. *Chemical Engineering Transactions* [online]. 2019, **74**, 1039–1044. Dostupné z: doi:10.3303/CET1974174
- [136] FORMÁNEK, Roman, Bohuš KYSELA, Radek ŠULC a Pavel DITL. Time evolution of drop size distribution in a liquid-liquid dispersion in a vessel agitated by a tooth impeller. In: *45th SSCHE: Proceedings of the 45th SSCHE*. Bratislava: Slovak Society of Chemical Engineering, 2018.
- [137] FORMÁNEK, Roman a Radek ŠULC. The Liquid-Liquid Dispersion Homogeneity in a Vessel Agitated by a High-Shear Sawtooth Impeller. *Processes* [online]. 2020, **8**, 1012. Dostupné z: doi:10.3390/pr8091012

- [138] FORMÁNEK, Roman, Radek ŠULC a Zdeněk CHÁRA. Dispersion of immiscible liquid-liquid system in a vessel agitated by a Sawtooth impeller: drop size time evolution. *EPJ Web of Conferences* [online]. 2022, **269**, 01015. ISSN 2100-014X. Dostupné z: doi:10.1051/epjconf/202226901015

18.2 Ostatní publikace

- KRÁTKÝ, L., AZIZOV, S., SEGHRMAN, P., FORMÁNEK, R., JIROUT, T. Economically profitable waste treatment within the concept biorefinery: fiction or reality *WASTE FORUM*. 2018, 383-394. ISSN 1804-0195.
- MORAVEC, J., JIROUT, T., ŠULC, R., FORMÁNEK, R. Axial impeller with large surface blades optimized for wastewater treatment *Chemical Engineering Research and Design*. 2023, 193 231-244. ISSN 0263-8762.

18.3 Technické výstupy

- Funkční vzorek – LED světelný zdroj pro dispergaci

19 Seznam obrázků

Obrázek 0.1 Rozložení procesů v průmyslově míchaných aparátech. Převzato z [2].....	15
Obrázek 1.1 Závislost maximální velikosti kapek d_{max} na spotřebě energie pro její vytvoření příslušným zařízením. Převzato z [25].	19
Obrázek 2.1 Základní typy deformace kapek: (a) čočkovitá; b) ve tvaru doutníku; (c) vyboulená. Převzato z [26].	21
Obrázek 2.2 Deformace kapek vlivem turbulentního proudění: a) účinek velkých vírů; b) eroze způsobená souběžnými rotujícími víry; c) prodloužení protiběžnými víry; d) deformace způsobená více měřítky vírů. Převzato z [26].	22
Obrázek 3.1 Energetická kaskáda, ve které enstrofie proudí do menších měřitek a je disipována. β je faktor měřítka, zde se bere jako 1/2. Převzato z [45].	23
Obrázek 3.2 Oblasti délkových měřitek při vyvinuté turbulenci podle Kolmogorova. Převzato z [50].	26
Obrázek 3.3 Spektrum energie turbulence.	26
Obrázek 10.1 Snímky zachycující kalibrační rastr 1x1 mm použitými kombinacemi kamera/objektiv: a) Kamera MKIII + objektiv Sigma; b) Kamera Phantom + objektiv Laowa; c) Kamera MKIII + objektiv Laowa.	51
Obrázek 10.2 Světelné zdroje: a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90W LED čip. Publikováno v [124].	53
Obrázek 10.3 Přesné kalibrační kuličky „Nylon 6/6 Balls“.....	53
Obrázek 10.4 Střední hodnota barvy pozadí – vliv polohy zdroje světla, rychlost závěrky = 10 μ s (0 = černá barva, 255 = bílá barva). Publikováno v [124].	54
Obrázek 10.5 Snímky pozadí: a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90W LED čip. Publikováno v [124].	54
Obrázek 10.6 Střední hodnota barvy pozadí – vliv rychlosti závěrky (0 = černá barva, 255 = bílá barva). Publikováno v [124].	54
Obrázek 10.7 Pořízené snímky pro rychlost závěrky 3 μ s: a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90 W LED čip. Publikováno v [124].	55
Obrázek 10.8 Pořízené snímky pro rychlost závěrky 10 μ s: a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90 W LED čip. Publikováno v [124].	55
Obrázek 10.9 Počet identifikovaných částic – vliv rychlosti závěrky. Publikováno v [124].	55
Obrázek 10.10 Normální rozdělení – střední hodnota částic – vliv rychlosti závěrky (červená čára = průměr kalibrační částice). Publikováno v [124].	56
Obrázek 10.11 Normální rozdělení – směrodatná odchylka – vliv rychlosti závěrky. Publikováno v [124].	56
Obrázek 10.12 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo RT 250 rpm, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Velikost snímané oblasti cca 15 x 12 mm.	57
Obrázek 10.13 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo RT 250 rpm, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Laowa, Velikost snímané oblasti cca 7,5 x 6,5 mm.	57
Obrázek 10.14 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo RT 250 ot./min.	58
Obrázek 10.15 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo RT 300 ot./min.	58

Obrázek 10.16 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo RT 350 ot./min.....	58
Obrázek 10.17 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 250 ot./min. .	59
Obrázek 10.18 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 300 ot./min. .	59
Obrázek 10.19 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 350 ot./min. .	59
Obrázek 10.20 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo RT 250 ot./min.	60
Obrázek 10.21 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo RT 300 ot./min.	60
Obrázek 10.22 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo RT 350 ot./min.	60
Obrázek 10.23 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo ST 850 ot./min, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Velikost snímané oblasti cca 15 x 12 mm.....	61
Obrázek 10.24 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo ST 850 ot./min, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Laowa, Velikost snímané oblasti cca 7,5 x 6,5 mm.	61
Obrázek 10.25 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo ST 750 ot./min. Publikováno v [125].....	62
Obrázek 10.26 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo ST 850 ot./min. Publikováno v [125].....	62
Obrázek 10.27 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo ST 950 ot./min. Publikováno v [125].....	62
Obrázek 10.28 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 750 ot./min...	63
Obrázek 10.29 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 850 ot./min...	63
Obrázek 10.30 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 950 ot./min...	63
Obrázek 10.31 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo ST 750 ot./min. Publikováno v [125].	64
Obrázek 10.32 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo ST 850 ot./min. Publikováno v [125].	64
Obrázek 10.33 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo ST 950 ot./min. Publikováno v [125].	64
Obrázek 11.1 Metodika určování rozlišení obrazu – Plastové pravítko, Kamera MK III, Objektiv Sigma.	66
Obrázek 11.2 Metodika určování rozlišení obrazu – Rastr 1 x 1 mm, Kamera MK III, Objektiv Laowa.....	67
Obrázek 11.3 Metodika určování rozlišení obrazu – Kalibrační kulička 1,19 mm, Kamera MK III, Objektiv Sigma.	67
Obrázek 11.4 Snímek kalibračního měření, Míchadlo RT 300 ot./min, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Kalibrační kuličky $d_p = 1,19$ mm.	69
Obrázek 11.5 Gaussova distribuce identifikovaných a vyhodnocených kuliček o přesném průměru kalibračního měření.	69
Obrázek 11.6 Záznam kuličky: a, kulička zachycená v příslušné hloubce ostrosti; b, kulička zachycená mimo příslušnou hloubku ostrosti.	70

Obrázek 11.7 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo RT 250 ot./min, 5. min. měření, 1000 W halogenová lampa, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Velikost snímané oblasti cca 15 x 12 mm.. 70	70
Obrázek 11.8 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo RT 250 ot./min, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Velikost snímané oblasti cca 15 x 12 mm. 70	70
Obrázek 11.9 Proces obrazové analýzy: i) Počáteční snímek disperze voda-olej; ii) Obraz po aplikaci detekce hran („Find edge“); iii) Obraz po aplikaci prahování („Treshold“); iv) Binární obraz po aplikaci převedení („Convert to mask“); v) Binární obraz po aplikaci vyplnění děr („Fill holes“); vi) Obraz detekovaných a vyhodnocených kapek po aplikaci analýzy částic („Analyze particles“). 73	73
Obrázek 12.1 Princip stanovení minimálního počtu kapek, Míchadlo RT 150 ot./min, Kamera MK III, Objektiv Sigma. Publikováno v [128]. 75	75
Obrázek 12.2 Minimální počet kapek pro vyhodnocení – vliv otáček míchadla. Publikováno v [128]. 76	76
Obrázek 12.3 Chyba detekce pixelové hrany kapky v závislosti na velikosti kapky. 78	78
Obrázek 12.4 Vliv hloubky ostrosti na velikost zachycených částic. 78	78
Obrázek 12.5 Vliv teploty na velikost kapek. 79	79
Obrázek 12.6 Vizualizace proudění měřenými regiony. 80	80
Obrázek 13.1 Experimentální sestava. 81	81
Obrázek 13.2 Rushtonova turbína CVS 69 1021 – RT. 81	81
Obrázek 13.3 Zubové míchadlo CVS 69 1038.1 – ST. 82	82
Obrázek 13.4 Uspořádání experimentální aparatury: 1, Jednobodový zdroj světla; 2, Čtvercová nádoba – Optický box (sklo); 3, Destilovaná voda; 4, Válcová nádoba (sklo); 5, Narážky; 6, Vysokorychlostní kamera; 7, Objektiv; 8, Destilovaná voda - Silikonový olej; 9, Míchadlo; 10, Hřídel pohonná míchací jednotkou s řízením otáček IKA EUROSTAR POWER. Publikováno v [130] 82	82
Obrázek 13.5 Schéma umístění regionů a rozměry zařízení: Vnitřní průměr nádoby $T = 300$ mm, Průměr míchadla $D = T/3$, Šířka narážek $b = 0,1T$, Výška hladiny $H = T$, Vzdálenost míchadla ode dna nádoby $K = T/4$, Oblast A vzdálenost ode dna $a = 50$ mm, vzdálenost mezi oblastmi $c = 70$ mm, vzdálenost oblastí od stěny nádoby $p = 25$ mm (objektiv Laowa) a $p = 50$ mm (objektiv Sigma), vzdálenost oblastí od hřídele $e = 55$ mm. Publikováno v [130]. 83	83
Obrázek 14.1 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo RT 250 ot./min. Publikováno v [130]. 88	88
Obrázek 14.2 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo RT 300 ot./min. Publikováno v [130]. 88	88
Obrázek 14.3 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo RT 350 ot./min. Publikováno v [130]. 88	88
Obrázek 14.4 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 250 ot./min. Publikováno v [130]. 89	89
Obrázek 14.5 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 300 ot./min. Publikováno v [130]. 89	89
Obrázek 14.6 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 350 ot./min. Publikováno v [130]. 89	89
Obrázek 14.7 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 250 ot./min. 90	90

Obrázek 14.8 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 250 ot./min. Publikováno v [130].	91
Obrázek 14.9 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 300 ot./min. Publikováno v [130].	91
Obrázek 14.10 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 350 ot./min. Publikováno v [130].	91
Obrázek 14.11 Závislost poměru d_{32eq}/D na Weberově čísle míchadla, Míchadlo RT. (-) korelace z naměřených dat (--) korelace Chen a Middlemana [7]. Publikováno v [130].	92
Obrázek 14.12 Závislost parametru kinetického modelu α jako funkce poměru otáček míchadla N_2/N_1 . Míchadlo RT. Publikováno v [130].	93
Obrázek 14.13 Závislost parametru kinetického modelu β jako funkce Weberova čísla pro dané míchadlo RT. Publikováno v [130].	93
Obrázek 14.14 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo RT 250 ot./min. Publikováno v [130].	94
Obrázek 14.15 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo RT 300 ot./min. Publikováno v [130].	94
Obrázek 14.16 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo RT 350 ot./min. Publikováno v [130].	94
Obrázek 14.17 Závislost multifraktálního exponentu α_{FT} na stanovené hodnotě d_{max} z relativní kumulativní četnosti. Publikováno v [130].	96
Obrázek 14.18 Závislost konstanty úměrnosti C_4 na otáčkách míchadla na základě hodnot d_{max} určených z relativní kumulativní četnosti. Míchadlo RT.	97
Obrázek 15.1 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo ST 600 ot./min. Publikováno v [136].	99
Obrázek 15.2 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo ST 700 ot./min. Publikováno v [136].	99
Obrázek 15.3 Časový průběh počtu identifikovaných a vyhodnocených kapek, Míchadlo ST 800 ot./min. Publikováno v [136].	100
Obrázek 15.4 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 600 ot./min. Publikováno v [136].	101
Obrázek 15.5 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 700 ot./min. Publikováno v [136].	101
Obrázek 15.6 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 800 ot./min. Publikováno v [136].	101
Obrázek 15.7 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo ST 600 ot./min. Pozn.: $d_{32}^* = d_{32eq}$. Publikováno v [137].	102
Obrázek 15.8 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo ST 700 ot./min. Publikováno v [136].	102
Obrázek 15.9 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo ST 800 ot./min. Publikováno v [136].	102
Obrázek 15.10 Závislost poměru d_{32eq}/D na Weberově čísle míchadla, Míchadlo ST. (--) korelace El-Hamouz a kol. [91]. Publikováno v [136].	103

Obrázek 15.11 Závislost parametru kinetického modelu α jako funkce poměru otáček míchadla N_2/N_1 . Míchadlo ST.....	104
Obrázek 15.12 Závislost parametru kinetického modelu β jako funkce Weberova čísla pro dané míchadlo. Míchadlo ST.	104
Obrázek 15.13 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo ST 600 ot./min.	105
Obrázek 15.14 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo ST 700 ot./min.	105
Obrázek 15.15 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo ST 800 ot./min.	105
Obrázek 15.16 Závislost multifraktálního exponentu α_{FT} na stanovené hodnotě d_{max} z relativní kumulativní četnosti. Míchadlo ST.	106
Obrázek 15.17 Závislost konstanty úměrnosti C_4 na otáčkách míchadla na základě hodnot d_{max} určených z relativní kumulativní četnosti. Míchadlo ST.....	107

20 Seznam tabulek

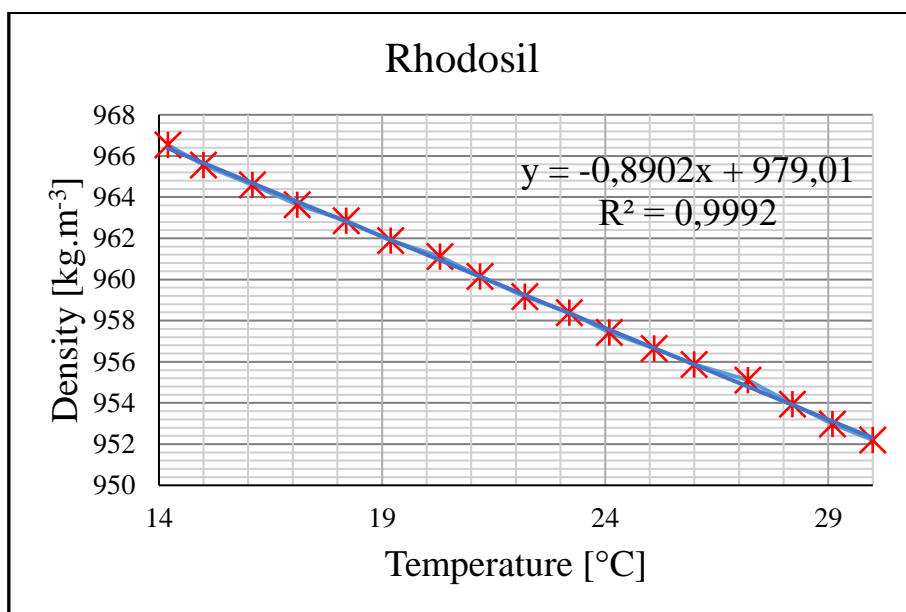
Tabulka 1. Typické vlastnosti dispergačních zařízení. Převzato z [26].....	19
Tabulka 2. Přehled korelací d_{32} v míchaných nádobách pro ustálený stav systému kapalina-kapalina.....	33
Tabulka 3. Souhrn podmínek experimentálních měření DSD.....	42
Tabulka 4. Porovnání rozlišení obrazu a rozlišení kamer pro použité kombinace kamera-objektiv.....	52
Tabulka 5. Hloubka ostrosti použitých kombinací kamera-objektiv.....	52
Tabulka 6. Parametry použitých světelných zdrojů.....	53
Tabulka 7. Přehled parametrů vyhodnocení dispergace systému voda-silikonový olej míchaného Rushtonovou turbínou pro oba testované typy objektivů.....	60
Tabulka 8. Přehled parametrů vyhodnocení dispergace systému voda-silikonový olej Zubovým míchadlem pro oba testované typy objektivů.....	65
Tabulka 9. Porovnání testovaných metod pro určení rozlišení obrazu, a dvě kombinace kamera-objektiv.....	68
Tabulka 10. Příklad makra pro zpracování a analýzu sekvence snímků pořízených při dispergaci prostřednictvím ST míchadla a otáčkách 700 ot./min.....	72
Tabulka 11. Minimální počet kapek pro vyhodnocení – vliv otáček míchadla.....	75
Tabulka 12. Minimál počet kapek pro vyhodnocení – test hypotézy.....	76
Tabulka 13. Porovnání chyby testovaných metod pro určení rozlišení obrazu – vliv detekce hrany měřítka.....	77
Tabulka 14. Vliv hloubky ostrosti na přesnost vyhodnocení zachycených částic.....	79
Tabulka 15. Rozměry použitých typů míchadel.....	82
Tabulka 16. Přehled naměřených hodnot fyzikálních vlastností použitých typů olejů pro teplotu $T = 25^{\circ}\text{C}$	84
Tabulka 17. Fyzikální vlastnosti systému nemísitelných kapalin, Míchadlo RT.....	87
Tabulka 18. Celkový počet vyhodnocených kapek a parametry snímaných oblastí všech regionů měření, Míchadlo RT.....	87
Tabulka 19. Parametry modelu Chang [95] časového vývoje d_{32} pro naměřená data, Míchadlo RT 250 ot./min.....	89
Tabulka 20. Parametry modelu Hong-Lee [96] časového vývoje d_{32} pro naměřená data, Míchadlo RT. Publikováno v [130].....	90
Tabulka 21. Doba potřebná pro dosažení rovnováhy, Míchadlo RT.....	91
Tabulka 22. Hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} určené dle definice pro kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek, Míchadlo RT. Publikováno v [130]......	95
Tabulka 23. Hodnoty konstanty úměrnosti C_4 určené dle definice pro kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek, Míchadlo RT.....	97
Tabulka 24. Fyzikální vlastnosti systému nemísitelných kapalin, Míchadlo ST.....	99
Tabulka 25. Celkový počet vyhodnocených kapek a parametry snímaných oblastí všech regionů měření, Míchadlo ST.....	99
Tabulka 26. Parametry modelu časového vývoje d_{32} pro naměřená data, Míchadlo ST.....	101

Tabulka 27. Doba potřebná pro dosažení rovnováhy, Míchadlo ST.....	102
Tabulka 28. Hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} určené dle definice pro kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek, Míchadlo ST.....	106
Tabulka 29. Hodnoty konstanty úměrnosti C_4 určené dle definice pro kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek, Míchadlo ST.....	107

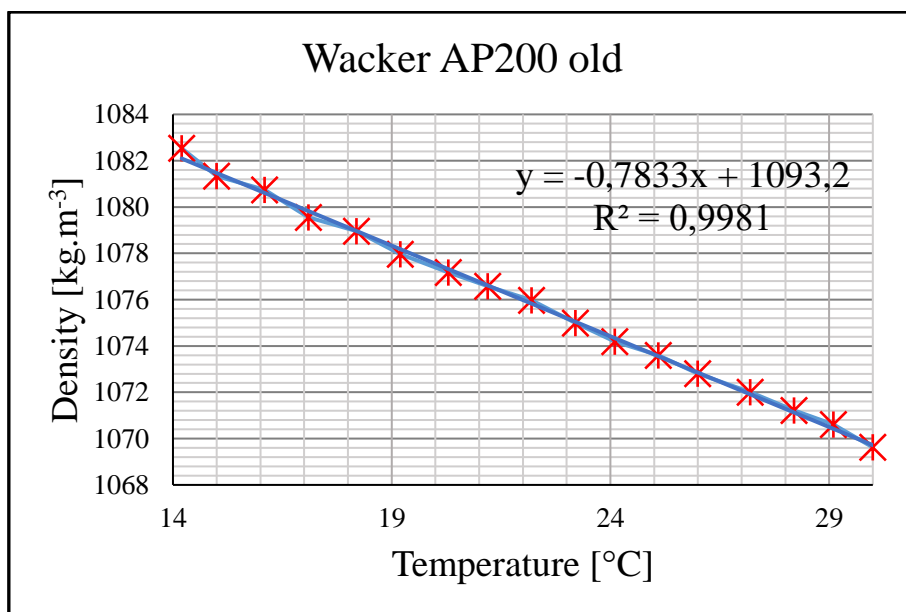
ČÁST IV

Přílohy

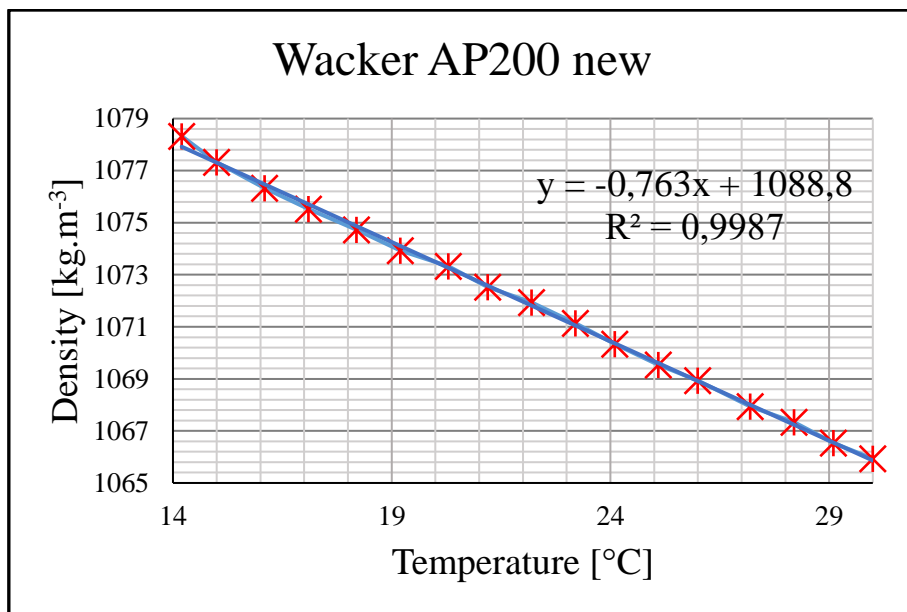
Příloha A - Hustota



Obrázek 1. Závislost hustoty na teplotě silikonového oleje Rhodosil.

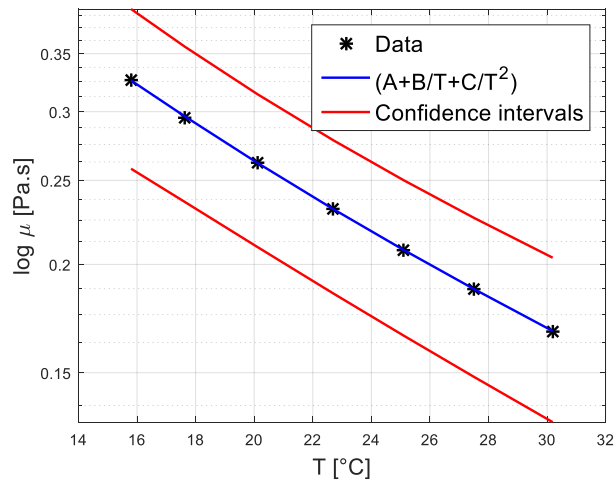


Obrázek 2. Závislost hustoty na teplotě silikonového oleje Wacker AP 200 old.

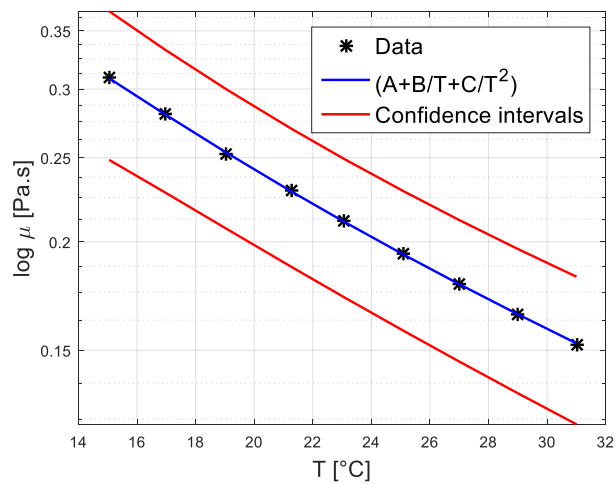


Obrázek 3. Závislost hustoty na teplotě silikonového oleje Wacker AP 200 new.

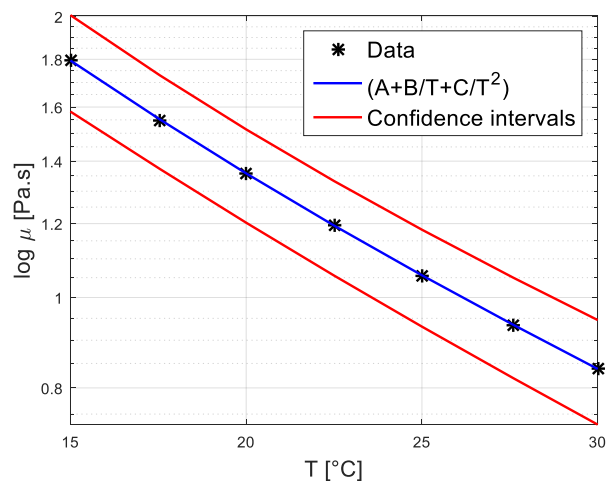
Příloha B – Dynamická viskozita



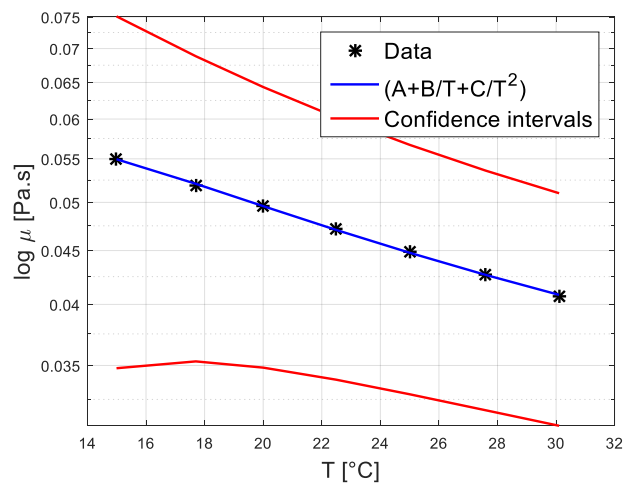
Obrázek 4. Závislost viskozity na teplotě silikonového oleje Wacker AP 200 old, $A = -0,0731$; $B = 8,324$; $C = -31,908$.



Obrázek 5. Závislost viskozity na teplotě silikonového oleje Wacker AP 200 new, $A = -0,0579$; $B = 7,489$; $C = -29,697$.

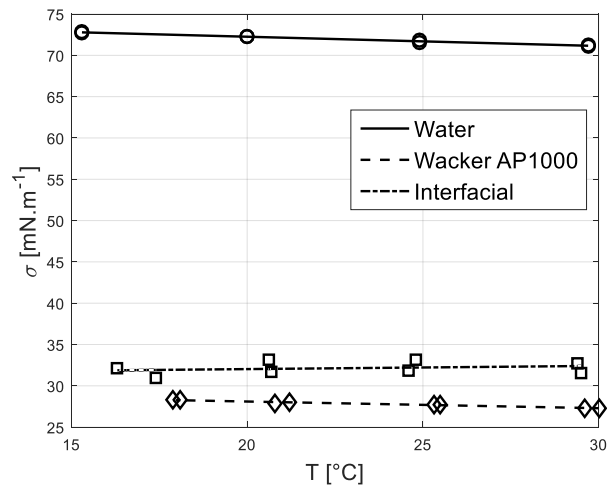


Obrázek 6. Závislost viskozity na teplotě silikonového oleje Wacker AP 1000, $A = -0,453$; $B = 43,751$; $C = -150,623$.

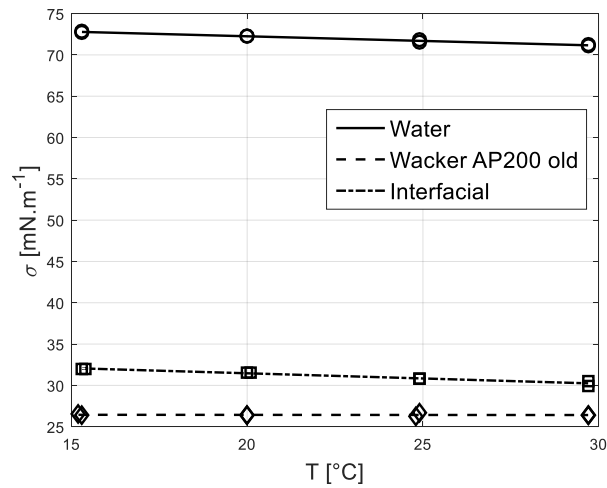


Obrázek 7. Závislost viskozity na teplotě silikonového oleje Rhodosil, $A = 0,0136$; $B = 1,020$; $C = -5,993$.

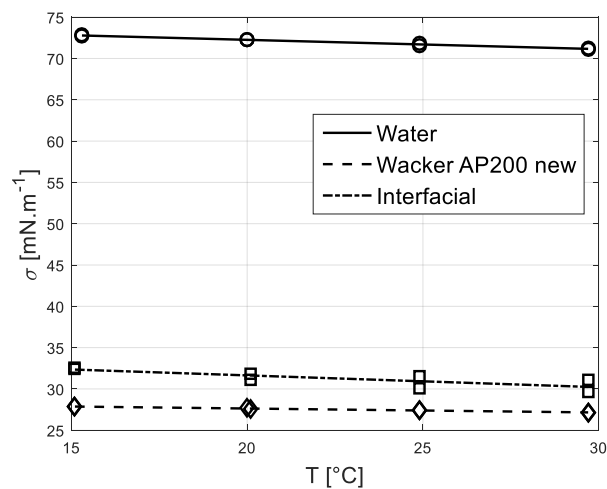
Příloha C – Povrchové a mezifázové napětí



Obrázek 8. Závislost povrchového a mezifázového napětí na teplotě silikonového oleje Wacker AP 1000.



Obrázek 9. Závislost povrchového a mezifázového napětí na teplotě silikonového oleje Wacker AP 200 old.



Obrázek 10. Závislost povrchového a mezifázového napětí na teplotě silikonového oleje Wacker AP 200 new.