

**ČESKÉ VYSOKÉ
UČENÍ TECHNICKÉ
V PRAZE**

**FAKULTA
STROJNÍ**



**TEZE
DISERTAČNÍ
PRÁCE**

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV PROCESNÍ A ZPRACOVATELSKÉ TECHNIKY

TEZE DISERTAČNÍ PRÁCE

Dispergace kapalina – kapalina
v mechanicky míchaných reaktorech

Roman Formánek

Doktorský studijní program: Strojní inženýrství

Studijní obor: Konstrukční a procesní technika

Školitel: doc. Ing. Radek Šulc, Ph.D.

Teze disertace k získání akademického titulu "doktor", ve zkratce "Ph.D."

Název anglicky: Liquid – liquid dispersion in mechanically agitated reactors

Disertační práce byla vypracována v prezenční formě doktorského studia na Ústavu procesní a zpracovatelské techniky Fakulty strojní ČVUT v Praze.

Disertant: Roman Formánek

Ústav procesní a zpracovatelské techniky, Fakulta strojní ČVUT
v Praze

Technická 4, Praha 6, 160 00

Školitel: doc. Ing. Radek Šulc, Ph.D.

Ústav procesní a zpracovatelské techniky, Fakulta strojní ČVUT v
Praze

Technická 4, Praha 6, 160 00

Oponenti:

Teze byly rozeslány dne:

Obhajoba disertace se koná dne v hod.

v zasedací místnosti č. 17 (v přízemí) Fakulty strojní ČVUT v Praze,
Technická 4, Praha 6

před komisí pro obhajobu disertační práce ve studijním oboru *Konstrukční a
procesní technika*.

S disertací je možno se seznámit na oddělení vědy a výzkumu Fakulty strojní
ČVUT v Praze, Technická 4, Praha 6.

prof. Ing. Tomáš Jirout, Ph.D.

předseda oborové rady oboru *Konstrukční a procesní technika*

Fakulta strojní ČVUT v Praze

Anotace

Disertační práce je zaměřena na dispergaci nemísitelných kapalin v mechanicky míchaných reaktorech. V teoretické části práce je prezentován mechanismus rozpadu kapek vlivem turbulentního proudění, rovnováha 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 zaměřuje na výzkum kinetiky dispergace a časového vývoje 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 publikovanými modely z literatury, a pro vybraný model byly odvozeny vztahy pro predikci parametrů modelu pro modelový systém nemísitelných kapalin. Významným zjištěným poznatkem bylo, že rozložení dispergované 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.

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

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 směřována 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 [1, 2].

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 směřovačů. 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 [3–5].

Tabulka 1. Typické vlastnosti dispergačních zařízení. Převzato z [2].

Zařízení	Rychlost disipace energie [W kg^{-1}]	Velikosti kapek [μm]
Statický směřovač	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

1.2 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 [2].

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 [2, 6–8].

1.3 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.

Hinze – Kolmogorova teorie

Jako první, kdo definoval podmínky pro maximální stabilní velikost kapky při turbulentním proudění, byli Hinze a Kolmogorov [9, 10]. Stanovili vztah pro dynamické napětí, které působí na kapku při deformaci:

$$\tau_c = \rho_c \overline{v'(d)^2} = \rho_c \int_{1/d}^{\infty} E(\kappa) d\kappa, \quad (1.1)$$

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 $\kappa = 1/d$, protože větší víry dle představy kapku spíše nesou, než deformují.

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 [10] dány vztahem:

$$\tau_s \approx \frac{\sigma}{d}, \quad (1.2)$$

a viskózní napětí uvnitř kapky je dáno vztahem:

$$\tau_d \approx \mu_d \frac{(\tau_c / \rho_d)^{1/2}}{d}, \quad (1.3)$$

který 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.

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

$$d_{\max} = C_1 \left(\frac{\sigma}{\rho_c} \right)^{3/5} \varepsilon_{\max}^{-2/3} \quad (1.4)$$

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.

Dispergovaná fáze s nízkou viskozitou

Chen a Middleman [11] na základě H-K teorie odvodily vztah mezi Sauterovým středním průměrem kapky, průměrem míchadla a Weberovým číslem míchadla:

$$\frac{d_{32}}{D} = C_2 We^{-3/5}, \quad (1.5)$$

Brown a Pitt [12] experimentálně potvrdili vztah (1.5) mezi dispergovanou fází s nízkou viskozitou, a potvrdili vztah mezi maximální stabilní velikostí kapky d_{\max} a Sauterovým středním průměrem kapky d_{32} :

$$d_{32} = C_4 d_{\max} \quad (1.6)$$

Vliv intermitence turbulence

Pojmem intermitence turbulence se označují náhodné změny charakteristik turbulence v daném místě turbulentního proudu v malých měřících v procesu rozpadu vírů při natahování vírů [13, 14]. 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 [15].

Jedním z modelů pro popis intermitence je multifraktálový model navržený Baldyga a Bourne [13]. Z experimentů provedených Meneveau a Sreenivasan [16, 17] vyplývá, že hodnoty multifraktálního exponentu se mohou pohybovat v rozmezí $0,12 < \alpha_{FT} < 1,78$ při turbulenci vznikající v mezí vrstvě, nebo turbulenci generovanou mříží. She a Levaque [18] na základě experimentálního měření uvádí minimální hodnotu $\alpha_{FTmin} = 0,33$.

Baldyga a Bourne [13] 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:

$$\frac{d_{max}}{D} \sim We^{-0,6a}, \quad (1.7)$$

resp.

$$\frac{d_{max}}{D} = C_{11} We^{\frac{-0,6}{1-0,4(1-\alpha_{FT})}} \quad (1.8)$$

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 [15], konstantnímu turbulentnímu napětí [19], a následně vztahu (1.5) pro rozpad kapky.

Baldyga a Bourne [13] 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 označovány za tzv. „násilnické“, avšak také málo časté. Baldyga a Bourne [13] 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 [14].

2 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, kdy se neuplatňuje koalescence. Na základě výsledků rešerše byly formulovány následující cíle disertační práce v těchto oblastech:

2.1 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).
- 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.

2.2 Experimentální procedura

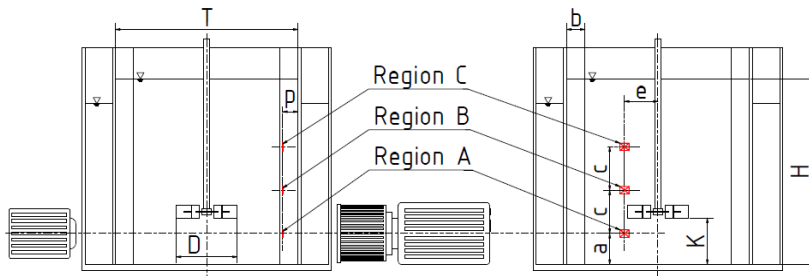
- D. Navrhnout a ověřit metodiku identifikace kapek a vyhodnocení jejich velikosti z pořízených snímků dispergovaného modelového systému pomocí obrazové analýzy a provést analýzu možných chyb měření na přesnost výsledků a zhodnotit jednotlivé faktory.
- E. Ověřit vliv různých světelných zdrojů na kvalitu 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.
- F. Navrhnout a ověřit metodiku stanovení minimálního počtu vyhodnocených kapek potřebného pro získání relevantních výsledků.

3 Experimentální měření – metodika a zařízení pro snímání disperze

Experimentální měření byla prováděna ve válcové skleněné nádobě s plochým dnem o vnitřním průměru $T = 300$ mm (Obrázek 3.1). 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 $21,21 \text{ dm}^3$.

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) a zubové míchadlo CVS 691038.1 (Sawtooth impeller – ST). Průměr míchadla byl $D = T/3$. Míchadla byla vždy umístěna ve vzdálenosti ode dna nádoby $K = T/4$.



Obrázek 3.1 Schéma umístění regionů a rozměry zařízení: Vnitřní průměr nádoby $T = 300 \text{ mm}$, 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 $a = 50 \text{ mm}$, vzdálenost mezi oblastmi $c = 70 \text{ mm}$, vzdálenost oblastí od stěny nádoby $p = 25 \text{ mm}$ (objektiv Laowa) a $p = 50 \text{ mm}$ (objektiv Sigma), vzdálenost oblastí od hřídele $e = 55 \text{ mm}$. Publikováno v [20].

Pro měření velikosti částic byly zvoleny tři regiony A, B a C (Obrázek 3.1). 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 $a = 50 \text{ mm}$ ode dna nádoby. Ostatní regiony byly umístěny v prostoru nad míchadlem, a vzdálenost mezi regiony byla $c = 70 \text{ mm}$. Všechny regiony byly umístěny excentricky ve vzdálenosti od osy nádoby $e = 55 \text{ mm}$.

3.1 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 kalibrovaném průměru $6/64'' = 1,19 \text{ mm}$. Po přidání kalibračních kuliček byly otáčky míchadla nastaveny tak, aby odpovídaly spodní hranici otáček pro míchání systému kapalina-kapalina. 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 sítku, na které byly veškeré kuličky zachyceny.

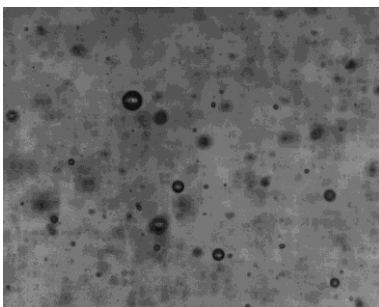
Nádoba byla poté doplněna o vyčerpanou destilovanou vodu. Následně bylo do objemu přidáno 10 ml dispergované fáze (silikonový olej). Objemová koncentrace dispergované fáze v systému byla $\phi_d = 0,00047$ (zředěný systém). Olej byl přidán v čase $t = 0$ a první sekvence snímků byla zachycena v čase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

Pro každou snímanou oblast (Region A, B a C) a každé otáčky míchadla bylo po 5 minutách opakovaně pořízeno 8 až 10 sad snímků (1 sada = 1000 snímků). V momentě, kdy bylo pořízeno 8 až 10 sad snímků, otáčky míchadla byly skokově zvýšeny.

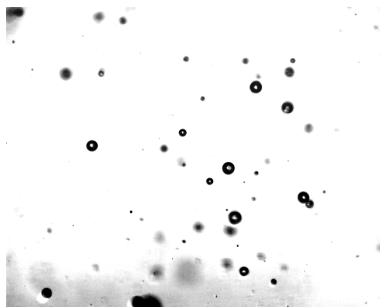
3.2 Obrazová analýza prostřednictvím programu ImageJ

V předchozích kapitolách byly popsány nezbytné kroky potřebné k nastavení parametrů pro nastavení 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 3.2 a Obrázek 3.3). Cílem procedury zpracování obrazu pomocí OA je tyto kapky identifikovat a vyhodnotit jejich velikost.

Metoda vyhodnocení velikosti zachycených kapek je založena na identifikaci hranice kapek na základě rozdílných odstínů barvy pixelů. Tuto metodu vyvinul Kysela a kol. [21]. 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 ($d_p = 1,19$ 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 předpokládány jako částice kulového tvaru.



Obrázek 3.2 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.



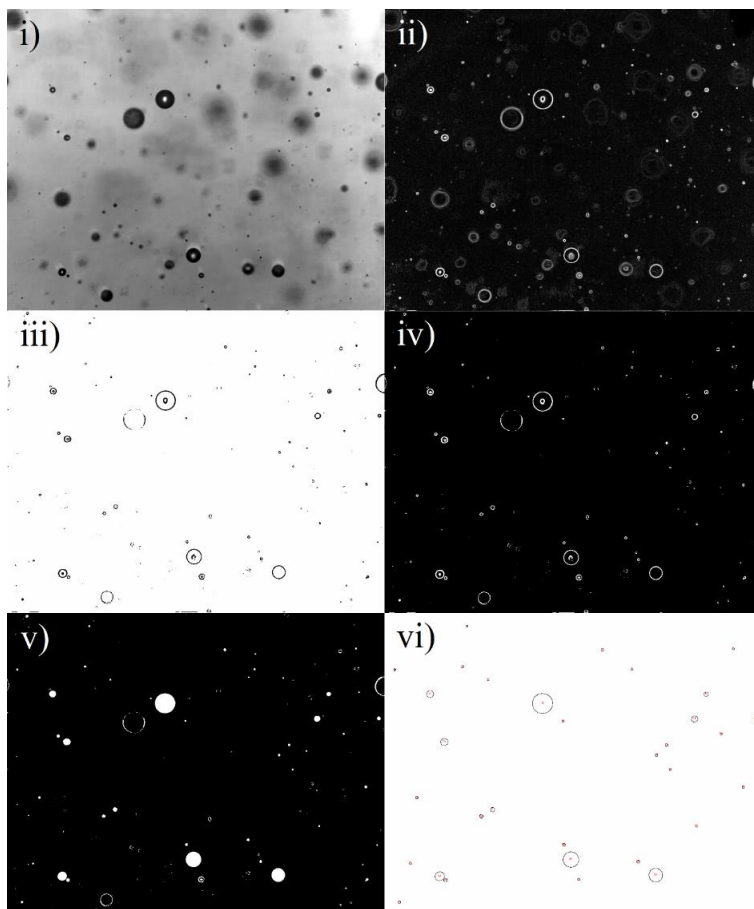
Obrázek 3.3 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo RT 250 ot./min, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Velikost snímané oblasti cca 15 x 12 mm.

K analýze zaznamenaných snímků byl primárně používán program ImageJ. Vzhledem k prvotním snímkům, na kterých byla detekce kapek obtížnější vlivem nedostatečného osvětlení (Obrázek 3.2), vyplynula otázka, jestli by se dala zlepšit kvalita pořízených snímků pomocí výkonnějšího zdroje světla (Obrázek 3.3). Tato hypotéza vedla k testování různých typů zdrojů světla, a ukázalo se, že intenzivnější osvětlení vedlo ke kvalitativnímu i kvantitativnímu zlepšení zpracování snímků. Dosahovaný vyšší gradient barev mezi zachycenými kapkami a pozadím umožňoval nastavit parametry prahování v nižším intervalu. 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 je nutné uvědomit je, že při zpracování dochází k vyhodnocování statisíce snímků, a analýze milionů kapek, což klade 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.

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 nejučinnějších 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. Na Obrázku 3.4 je znázorněn proces obrazové analýzy, pro jeden pořízený snímek disperze voda-olej.



Obrázek 3.4 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 převodění („Convert to mask“); v) Binární obraz po aplikaci vyplnění děr („Fill holes“); vi) Obraz detekovaných a vyhodnocených kapek po aplikaci analýzy částic („Analyze particles“).

3.3 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. [22] 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 $f2.8$. 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.

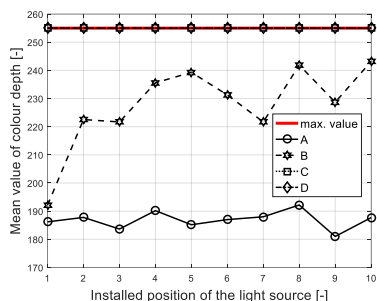
Při prvních měřeních byla používána 1000 W halogenová lampa (Světlo A), která umožňovala snímání při rychlosti závěrky $10 \mu\text{s}$. Hlavní nevýhodou tohoto světelného zdroje byla vysoká intenzita tepelného záření, což mělo za následek vzrůstající teplotu míchané vsádky. Vzrůstající teplota má za 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). Přehled parametrů jednotlivých světelných zdrojů je uveden v Tabulce 2.

Tabulka 2. Parametry použitých světelných zdrojů.

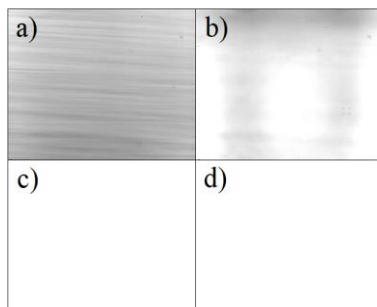
Světelný zdroj	Výkon [W]	Světelný tok [lm]	Vyzařovací úhel [°]	Teplota světla [K]
Halogen (A)	1000	21 000	80	2 900
LED Panel (B)	72 (24 x3 W)	5 040	60	6 500
60W LED čip (C)	60	4 500	20	8 500
90W LED čip (D)	90	6 000	20	8 500

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. 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). Vyhodnocené průměrné hodnoty barev pozadí pro každý zachycený snímek jsou znázorněny na Obrázku 3.5. Pro ilustraci jsou na Obrázku 3.6 znázorněny zachycené snímky pozadí pro každý zdroj světla v pořadí 5. měřené pozice.

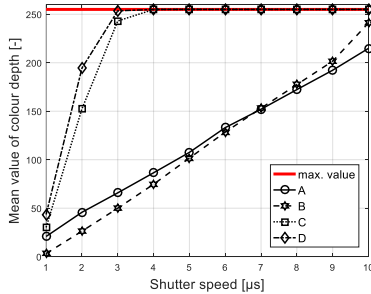


Obrázek 3.5 Střední hodnota barvy pozadí – vliv polohy zdroje světla, rychlost závěrky = 10 μ s (0 = černá barva, 255 = bílá barva). Publikováno v [23].



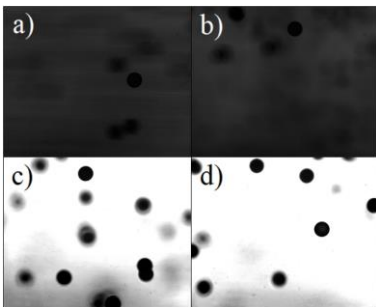
Obrázek 3.6 Snímky pozadí: a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90W LED čip. Publikováno v [23].

Dalším z 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 μ s až do 10 μ s po kroku 1 μ s, 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 3.7. Světelné zdroje C a D (jeden LED čip o rozdílném výkonu) vykazovaly bílou barvu pozadí již od rychlosti závěrky 3 μ s. U LED panelu složeného z více LED čipů (zdroj B) a halogenové lampy (zdroj A) byla barva pozadí nestabilní ve zkoumaném rozsahu rychlosti závěrky.

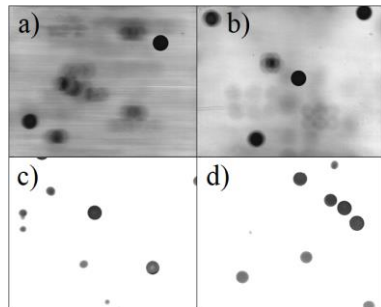


Obrázek 3.7 Střední hodnota barvy pozadí – vliv rychlosti závěrky (0 = černá barva, 255 = bílá barva). Publikováno v [23].

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 mm. 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 3.8 a Obrázku 3.9 pro rychlost závěrky 3 a 10 μs.



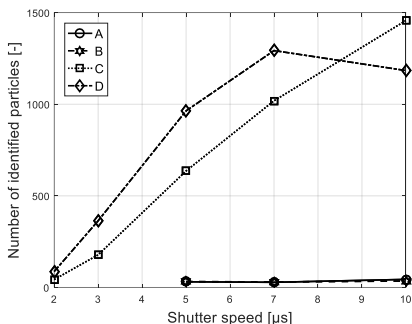
Obrázek 3.8 Pořízené snímky pro rychlost závěrky 3 μs: a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90 W LED čip. Publikováno v [23].



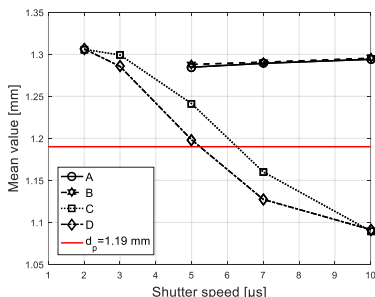
Obrázek 3.9 Pořízené snímky pro rychlost závěrky 10 μs: a) 1000 W halogenová lampa; b) 72 W LED panel; c) 60 W LED čip; d) 90 W LED čip. Publikováno v [23].

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

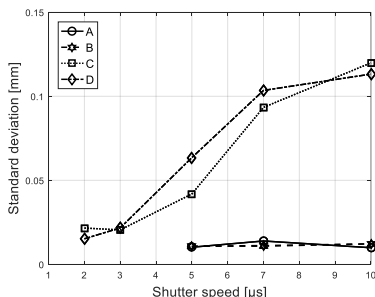
je vhodná pro monodisperzní částice. Tato střední distribuční funkce je popsána dvěma parametry: 1) střední hodnota velikosti částic, a 2) odchylka od střední velikosti částic. Závislost počtu identifikovaných částic na rychlosti závěrky je graficky znázorněna na Obrázku 3.10. Závislost střední hodnoty částic μ a směrodatné odchylky σ na rychlosti závěrky je graficky znázorněna na Obrázku 3.11 respektive Obrázku 3.12.



Obrázek 3.10 Počet identifikovaných částic – vliv rychlosti závěrky. Publikováno v [23].



Obrázek 3.11 Normální rozdělení – střední hodnota částic – vliv rychlosti závěrky (červená čára = průměr kalibrační částice). Publikováno v [23].

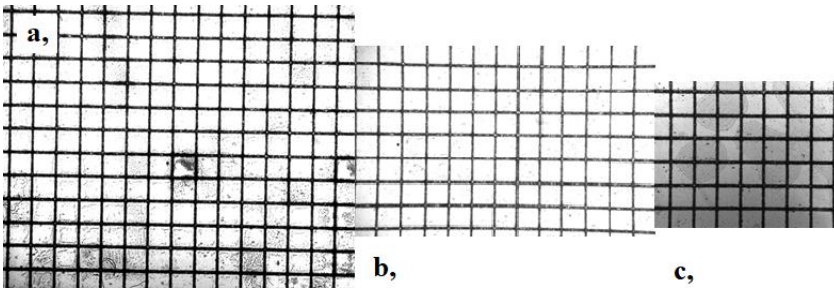


Obrázek 3.12 Normální rozdělení – směrodatná odchylka – vliv rychlosti závěrky. Publikováno v [23].

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 μ s. Další výhodou je rovnoměrnost barev pozadí. Barva pozadí na snímcích při použití světelných zdrojů C a D je od 3 μ s prakticky bílá. Další výhodou je zanedbatelný vliv jiného nastavení polohy světla.

3.4 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. Na Obrázku 3.13 je znázorněna velikost snímaných oblastí pro jednotlivé kombinace kamer a objektivů. Rozlišení kamer a obrazů pro použité kombinace kamera-objektiv je uvedeno v Tabulce 3.



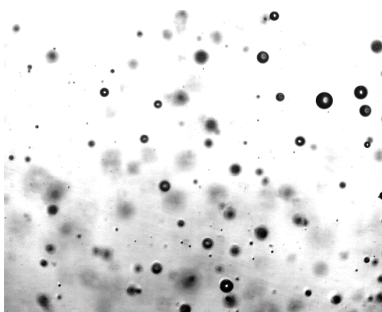
Obrázek 3.13 Snímky zachycující kalibrační rastr 1x1 mm použitými kombinacemi kamera/objektiv: a) Kamera MKIII + objektiv Sigma; b) Kamera Phantom + objektiv Laowa; c) Kamera MKIII + objektiv Laowa.

Tabulka 3. Porovnání rozlišení obrazu a rozlišení kamer pro použité kombinace kamera-objektiv

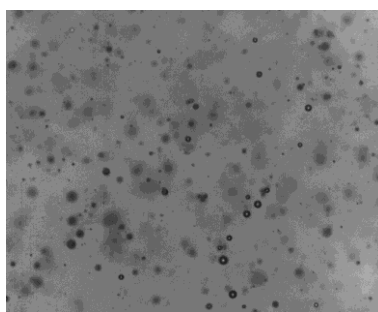
Kamera	Objektiv	Velikost snímané oblasti [mm]	Rozlišení kamery [pixel]	Typické hodnoty rozlišení obrazu [mm/pixel]
Speed Sence MKIII	Laowa	cca 7,5 x 6,5	1280 x 1024	0,00605
Speed Sence MKIII	Sigma	cca 15 x 12	1280 x 1024	0,01176
Phantom VEO-E 310L	Laowa	cca 13 x 8	1280 x 800	0,01008

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. 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

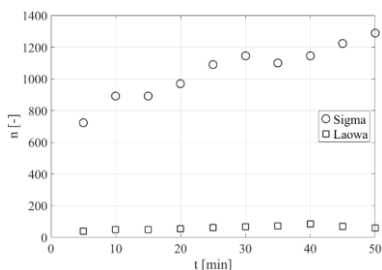
otáčkách obou míchadel a obou srovnávaných objektivů. Dle teorie rozpadu kapek nekoaleskujícího dispergovaného systému by měl počet dispergovaných kapek v systému s přibývajícím časem růst, a naopak velikost kapek s přibývajícím časem klesat. Z účinku použitých míchadel lze dále usoudit, že zubové míchadlo bude mít oproti Rushtonově turbíně vyšší dispergační účinky. Dále lze předpokládat, že pro interpretaci výsledků bude z hlediska statistiky nejdůležitější počet identifikovaných a vyhodnocených kapek. Na obrázcích níže jsou uvedeny rozdíly mezi jednotlivými srovnávacími kritérii pro obě použité kombinace kamery a objektivů a pro oba typy míchadel.



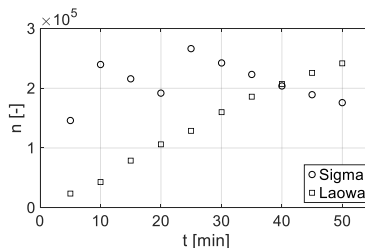
Obrázek 3.14 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo RT 250 rpm, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Sigma, Velikost snímané oblasti cca 15 x 12 mm.



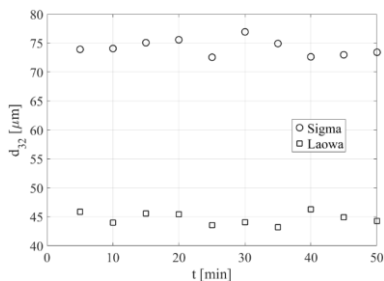
Obrázek 3.15 Snímek disperze voda-olej, Míchadlo ST 850 ot./min, 5. min. měření, 90 W LED čip, Kamera MKIII, Objektiv Laowa, Velikost snímané oblasti cca 7,5 x 6,5 mm.



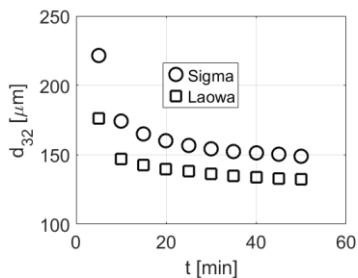
Obrázek 3.16 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo RT 250 ot./min.



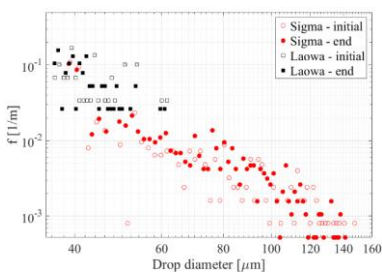
Obrázek 3.17 Časový průběh počtu identifikovaných kapek, Míchadlo ST 750 ot./min. Publikováno v [24].



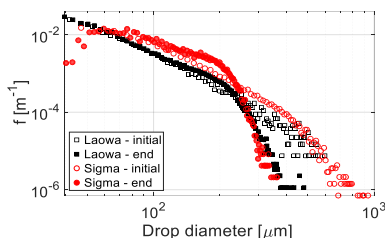
Obrázek 3.18 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo RT 250



Obrázek 3.19 Časový průběh Sauterova středního průměru kapek, Míchadlo ST 750 ot./min.



Obrázek 3.20 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo RT 250 ot./min.



Obrázek 3.21 Frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření, Míchadlo ST 750 ot./min. Publikováno v [24].

Tabulka 4. 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

Tabulka 5. 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

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.

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.

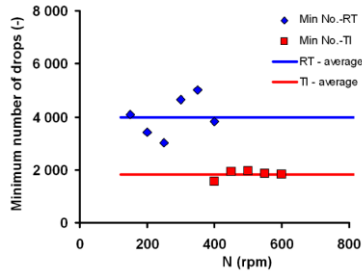
U zubového míchadla (ST) se výše zmíněný předpoklad potvrdil. Celkový počet vyhodnocených kapek byl velmi uspokojivý u obou objektivů, avšak u objektivu Sigma vykazoval počet vyhodnocených kapek s přibývajícím dobou dispergace klesající tendenci. Tato klesající tendence se projevila na výsledcích druhého 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).

3.5 Minimální počet 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 vyhodnocený střední průměr začíná být konstantní, byl považován za minimální počet vyhodnocených kapek, který je nutný k relevantnosti jejich následujícího zpracování.

Statistickou analýzou byl určen minimální počet kapek, které musí být identifikovány a vyhodnoceny pro získání relevantních výsledků (3 999 pro RT a 1 827 pro ST). Porovnání minimálního počtu kapek pro obě míchadla a všechny otáčky míchadel je znázorněn na Obrázku 3.22.

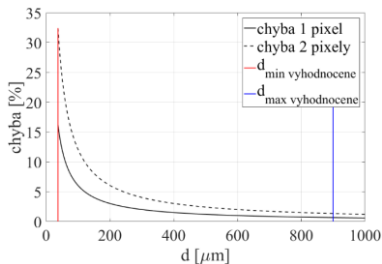


Obrázek 3.22 Minimální počet kapek pro vyhodnocení – vliv otáček míchadla. Publikováno v [25].

3.6 Vliv kvality detekce hran

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

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.



Obrázek 3.23 Chyba detekce pixelové hrany kapky v závislosti na velikosti kapky.

Z grafu na Obrázku 3.23 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).

4 Kinetika dispergace nemísitelných kapalin

V této kapitole jsou prezentovány výsledky dispergačních měření pro oba typy míchadel. 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.

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). 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. Přibývajícím počtem vyhodnocených kapek a současně klesajícím Sauterův střední průměr s časem koresponduje s teorií dispergace.

4.1 Časový vývoj Sauterova středního průměru kapky

Data naměřená ve třech regionech byla zpracována pomocí modelu Hong a Lee [26] pro oba typy míchadel. Hong a Lee [26] navrhli empiricky založený model kinetiky d_{32} v následujícím tvaru:

$$\frac{d_{32}}{d_{32eq}} = 1 + \alpha \exp(\beta t), \quad (4.1)$$

Vyhodnocené parametry modelu pro naměřená data jsou uvedeny v Tabulce 6 pro míchadlo RT a v Tabulce 7 pro míchadlo ST.

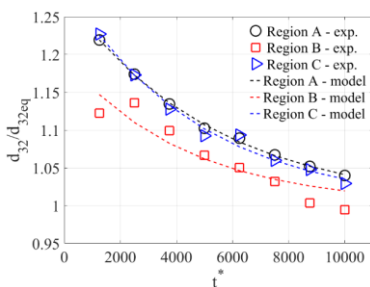
Tabulka 6. Parametry modelu Hong-Lee [26] časového vývoje d_{32} pro naměřená data, Míchadlo RT. Publikováno v [20].

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	$103,48 \pm 1,83$	$0,175 \pm 0,015$	$1,520 \pm 0,441$

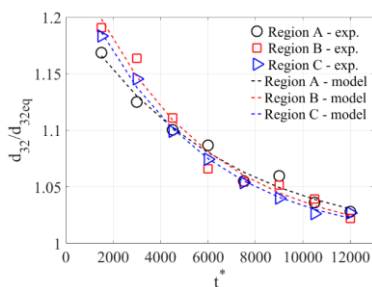
Tabulka 7. Parametry modelu časového vývoje d_{32} pro naměřená data, Míchadlo ST.

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	$104,62 \pm 1,36$	$0,088 \pm 0,033$	$5,606 \pm 2,841$

Shoda tohoto modelu s naměřenými daty je pro míchadlo RT 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 [26] umožňuje predikovat ustálený stav a hodnotu rovnovážného Sauterova středního průměru d_{32eq} . Z porovnání vyhodnocených parametrů modelu d_{32eq} (Tabulka 6), a posledních hodnot d_{32} (40 min. měření) pro všechny otáčky míchadla v měřených regionech (Obrázek 4.1 až Obrázek 4.3) vyplývá, že zvolená doba měření byla z hlediska vyhodnocení parametru modelu dostačující.



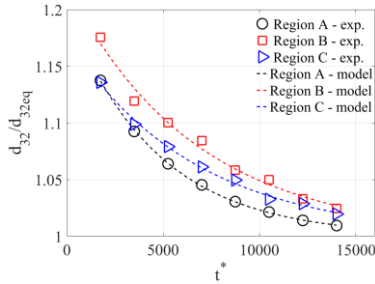
Obrázek 4.1 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 250 ot./min. Publikováno v [20].



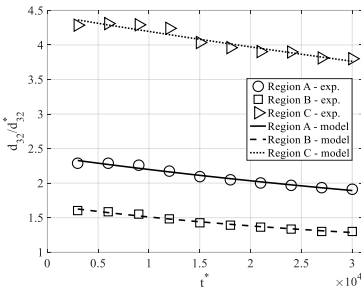
Obrázek 4.2 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 300 ot./min. Publikováno v [20].

Porovnání modelových a experimentálních dat pro míchadlo ST je uvedeno na Obrázku 4.4 až Obrázku 4.6 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

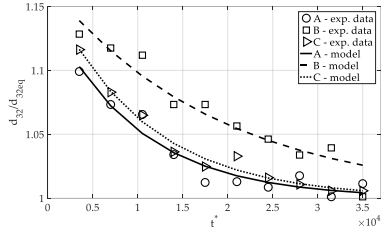
všechny otáčky míchadla. Ve srovnání s regionem B jsou hodnoty d_{32eq} v oblastech A přibližně 1,23 x vyšší, a v oblasti C jsou přibližně 1,14 x vyšší.



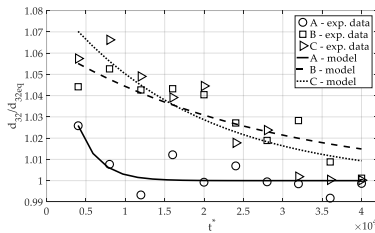
Obrázek 4.3 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo RT 350 ot./min. Publikováno v [20].



Obrázek 4.4 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo ST 600 ot./min. Pozn.: $d_{32}^* = d_{32eq}$. Publikováno v [27].



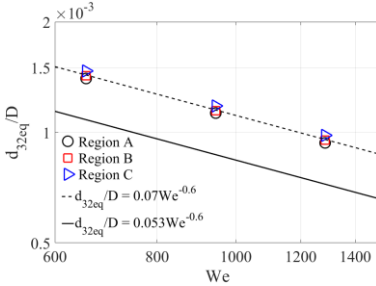
Obrázek 4.5 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo ST 700 ot./min. Publikováno v [28].



Obrázek 4.6 Porovnání modelu časového vývoje d_{32} s naměřenými hodnotami d_{32} , Míchadlo ST 800 ot./min. Publikováno v [28].

4.2 Vliv intenzity míchání

Vztah mezi rovnovážným Sauterovým středním průměrem d_{32eq} , který je vztažen k průměru míchadla, a Weberovým číslem míchadla lze odvodit (Chen a Middleman [11]) na základě Hinze-Kolmogorovy teorie [9, 10], kdy k rozpadu kapek dochází v inerciální oblasti, ve tvaru daným vztahem (1.5).

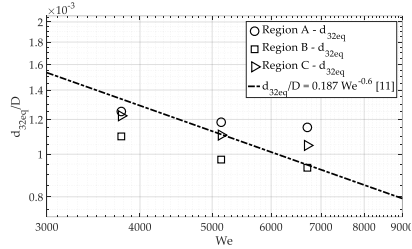


Obrázek 4.7 Závislost poměru d_{32eq}/D na Weberově čísle míchadla, Míchadlo RT. (-) korelace z naměřených dat (--) korelace Chen a Middlemana [11]. Publikováno v [20].

Na základě experimentálních dat byla pro míchadlo RT vyhodnocena hodnota konstanty úměrnosti $C_2 = 0,07$. Porovnání korelace (1.5) dle Chen a Middleman [11] a vypočtených hodnot d_{32eq} je pro míchadlo RT znázorněno na Obrázku 4.7. Chen a Middleman [11] realizovali rozsáhlý výzkum velikosti kapek v nádobě míchané Rushtonovou turbínou pro různé nemísitelné systémy kapalina-kapalina a různé poměry D/T . Na základě těchto údajů publikovali hodnotu konstanty úměrnosti $C_2 = 0,053$.

Na Obr. 4.8 jsou uvedeny výsledky pro zubové míchadlo a srovnání s daty El-Hamouz a kol. [29]. El-Hamouz a kol. [29] zkoumali dispergaci silikonového oleje (1 % silikonového oleje ve vodě) ve vsádkové míchací jednotce ESCO EL6 o pracovním objemu 6 dm^3 . 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. Pro systém dispergovaný Zubovým míchadlem autoři uvádějí hodnotu konstantní úměrnosti $C_2 = 0,187$. Vliv polohy zkoumané oblasti lze také demonstrovat vyhodnocením konstanty úměrnosti C_2 v rovnici (1.5) 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 (1.5) a (4.1) byl odvozen vztah (4.2) mezi

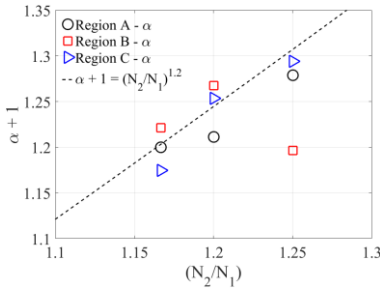


Obrázek 4.8 Závislost poměru d_{32eq}/D na Weberově čísle míchadla, Míchadlo ST. (--) korelace El-Hamouz a kol. [29]. Publikováno v [28].

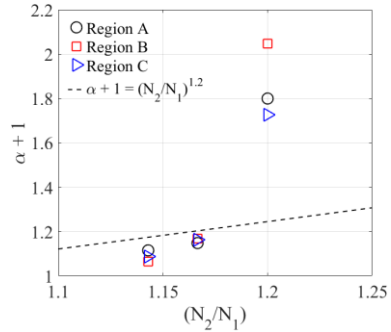
parametrem modelu kinetiky Sauterova středního průměru α a skokovou změnou otáček míchadla z N_1 na N_2 :

$$\alpha + 1 = \left(\frac{N_2}{N_1} \right)^{1,2}, \quad (4.2)$$

kde N_1 jsou otáčky míchadla z předchozího měření, a N_2 jsou otáčky míchadla následujícího měření, po skokové změně otáček míchadla. Porovnání experimentálních hodnot s touto predikcí je znázorněno na Obrázku 4.9 pro míchadlo RT a na Obrázku 4.10 pro míchadlo ST.



Obrázek 4.9 Závislost parametru kinetického modelu α jako funkce poměru otáček míchadla N_2/N_1 . Míchadlo RT. Publikováno v [20].

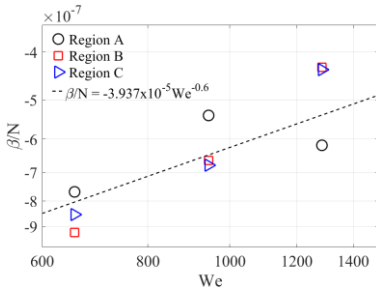


Obrázek 4.10 Závislost parametru kinetického modelu α jako funkce poměru otáček míchadla N_2/N_1 . Míchadlo ST.

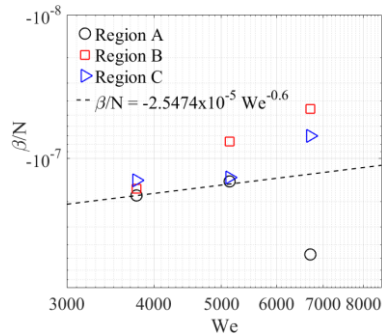
Parametr kinetického modelu β byl empiricky proložen mocninou funkcí jako funkce Weberova čísla pro dané míchadlo analogicky vztahu (1.5):

$$\frac{\beta}{N} = C_{17} We^{-0,6}, \quad (4.3)$$

kde C_{17} je konstanta úměrnosti. Pro danou funkci byla z hodnot parametru β kinetického modelu vyhodnocena konstanta úměrnosti $C_{17} = -3,937 \times 10^{-5}$ pro míchadlo RT a $C_{17} = -2,5474 \times 10^{-5}$ pro míchadlo ST. Porovnání navržené korelace a hodnoceného parametru kinetického modelu β je znázorněno na Obrázku 4.11 pro míchadlo RT a na Obrázku 4.12 pro míchadlo ST.



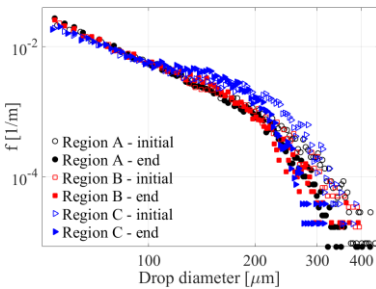
Obrázek 4.11 Závislost parametru kinetického modelu β jako funkce Weberova čísla pro dané míchadlo RT. Publikováno v [20].



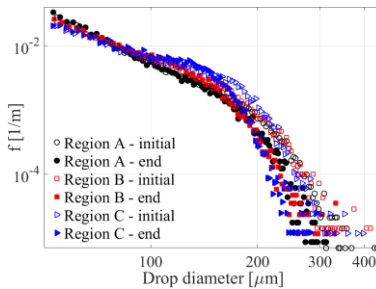
Obrázek 4.12 Závislost parametru kinetického modelu β jako funkce Weberova čísla pro dané míchadlo. Míchadlo ST.

4.3 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 4.13 až Obrázek 4.15) a míchadla ST (Obrázek 4.16 až Obrázek 4.18).



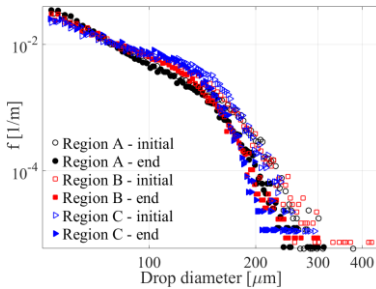
Obrázek 4.13 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechna regiony měření, Míchadlo RT 250 ot./min. Publikováno v [20].



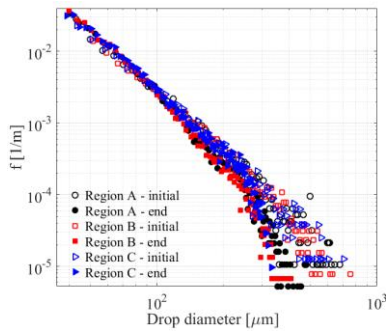
Obrázek 4.14 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechna regiony měření, Míchadlo RT 300 ot./min. Publikováno v [20].

Pro testované otáčky míchadla RT se do velikosti kapek přibližně 100 μm DSD prakticky neměnila, bez ohledu na zkoumaný region měření. Tvary DSD křivek jsou podobné, pouze se posouvají v hodnotě frekvence. Znamená to, že

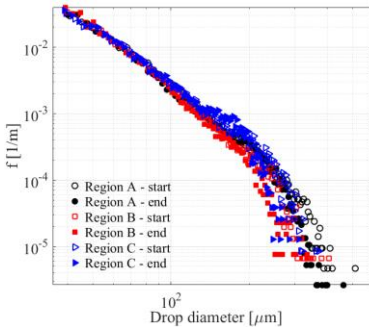
u nejmenších tříd kapek prakticky nedochází k žádným změnám ve velikosti kapek. Změny velikosti kapek, ke kterým dochází během dispergace, jsou viditelné pouze pro větší velikosti kapek.



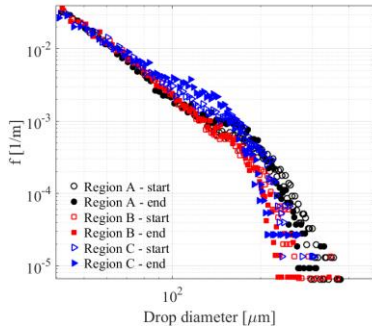
Obrázek 4.15 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo RT 350 ot./min. Publikováno v [20].



Obrázek 4.16 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo ST 600 ot./min.



Obrázek 4.17 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo ST 700 ot./min.



Obrázek 4.18 Vývoj frekvenční distribuce velikosti kapek na začátku a na konci měření pro všechny regiony měření, Míchadlo ST 800 ot./min.

Pro míchadlo ST jsou změny velikosti kapek, ke kterým dochází během dispergace, 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 .

4.4 Vliv intermitence turbulence

U nádoby opatřené narážkami, a míchané Rushtonovou turbínou, lze očekávat plně turbulentní režim pro Reynoldsovo číslo větší než 50 000 [30, 31]. Experimenty byly pro míchadlo RT 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. Experimenty pro Zubové míchadlo byly prováděny v rozsahu Reynoldsových čísel od 102 055 do 136 074.

V případě turbulence bez vnitřní intermitence, tj. pro hodnotu multifraktálního exponentu $\alpha_{\text{FT}} = 1$, je exponent Weberova čísla v závislosti maximální stabilní velikostí kapky d_{max} v nekoaleskujícím dispergovaném systému kapalina-kapalina na Weberově čísle podle Hinze-Kolmogorovy teorie [9, 10] za předpokladu lokální izotropie roven hodnotě -0,6, jak je také vidět ze vztahu (1.8). 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 (1.8) projeví i v hodnotě exponentu Weberova čísla.

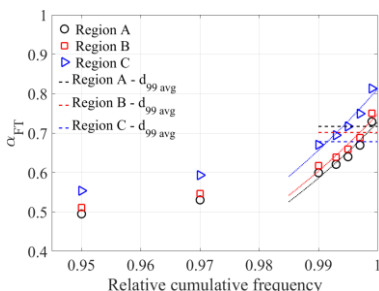
Při aplikaci vztahu (1.8) však vyvstává otázka, jak určit maximální velikost kapky, d_{max} . Jedná se o velikost největší pozorované kapky v systému? Při testech se ukázalo, že tento přístup je nepoužitelný. Dále je třeba poznamenat, že v případě publikovaných výsledků způsob určení d_{max} nebývá detailně 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 $d_{99\text{avg}}$). Maximální velikosti kapek odhadnuté tímto postupem byly korelovány s Weberovým číslem míchadla pomocí rovnice (1.8). Vypočtené multifraktální exponenty α_{FT} jsou uvedeny v Tabulce 22 pro každou oblast měření, a grafická závislost na Obrázku 14.17 pro míchadlo RT a na Obrázku pro míchadlo ST. 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 8. Hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} určené dle definice pro kumulativní procentuální zastoupení velikostí kapek.

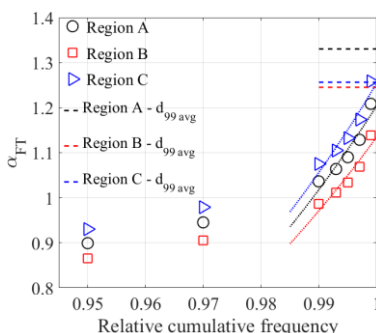
Region		d_{95}	d_{97}	d_{99}	$d_{99,3}$	$d_{99,5}$	$d_{99,7}$	$d_{99,9}$	$d_{99,avg}^1$	$d_{100,extr}^2$
RT	A	0,49	0,53	0,60	0,62	0,64	0,67	0,73	0,72	0,73
	B	0,51	0,55	0,62	0,64	0,66	0,69	0,75	0,7	0,75
	C	0,55	0,59	0,67	0,69	0,72	0,75	0,81	0,67	0,81
ST	A	0,899	0,945	1,04	1,06	1,09	1,13	1,21	1,33	1,7
	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 4.19 Závislost multifraktálního exponentu α_{FT} na stanovené hodnotě d_{max} z relativní kumulativní četnosti. Míchadlo RT. Publikováno v [20].



Obrázek 4.20 Závislost multifraktálního exponentu α_{FT} na stanovené hodnotě d_{max} z relativní kumulativní četnosti. Míchadlo ST.

Pro míchadlo RT byly vyšší hodnoty multifraktálního exponentu α_{FT} 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} [13].

Ve srovnání s RT míchadlem jsou výsledky pro míchadlo ST 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 Menevau a Sreenivasan [16, 17] při turbulenci vznikající v mezní vrstvě, nebo turbulenci generovanou mříží. V těchto případech jsou turbulentní napětí generovaná působícími víry menší, než předpovídá Kolmogorova teorie [14].

4.5 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 (1.6)) je základem řady odvození. Avšak v porovnání s Rushtonovou turbínou, hodnoty konstant vztahu (1.6) nejsou v literatuře pro míchadlo ST uváděny. Byl vyhodnocen poměr mezi d_{32}/d_{max} dle vztahu (1.6) 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 9 pro míchadlo RT a v Tabulce 10 pro 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.

Tabulka 9. 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

Tabulka 10. Hodnoty konstanty úměrnosti C_4 určené dle definice pro kumulativní procentuální zastoupení velikosti kapek, Míchadlo ST.

Region	N [ot./min.]	d_{99}	$d_{99,3}$	$d_{99,5}$	$d_{99,7}$	$d_{99,9}$	$d_{99,avg}^1$
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

5 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. 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 v těchto oblastech:

5.1 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).**

Byly testovány dva modely časového vývoje velikosti kapek, model Chang [32] a model Hong a Lee [26]. Jako vhodnější model byl vyhodnocen model Hong a Lee [26] a tento model byl využit pro zpracování všech dat. Umožňuje predikovat ustálený stav a hodnotu rovnovážného Sauterova středního průměru d_{32eq} . [20, 27, 28]

Byl odvozen vztah (4.2), 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 mocnná závislost na Weberově čísle ve tvaru $\beta \propto We^{-0.6}$. [20]

- 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.**

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. [20, 33, 34]

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. [27, 28, 35]

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

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} . [20]

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 4.8. 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 jsou hodnoty multifraktálního exponentu systematicky nižší vůči A a cca o 8 % menší než v C.

5.2 Experimentální procedura

D. 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.

Celkový počet zpracovaných snímků se pohyboval v řádech 10^5 , a celkový počet identifikovaných a vyhodnocených kapek se pohyboval v řádech 10^6 .

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. [21]. Kalibrace parametrů obrazové analýzy byla vždy stanovena z kalibračního měření částic o známé velikosti a z určení rozlišení obrazu [20, 23, 24, 28]

Bylo zjištěno, že vliv určování rozlišení obrazu, hloubky ostroty a změny teploty vsádky na výslednou velikost kapek je zanedbatelný. Podstatný vliv na výslednou velikost vyhodnocených kapek má kvalita detekce hran. [23]

E. 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 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. [23]

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 $16 \mu\text{s}$, aby nebyly na snímku rozmazané. Vzhledem k potřebné intenzitě osvětlení jednotlivých buněk čipu kamery časy závěrky nižší než $16 \mu\text{s}$ vyžadují světelný zdroj s vysokou intenzitou světelného toku. [23]

Bylo zjištěno, že jednočipové LED světelné zdroje (C, D) vykazují nejlepší výsledky: 1) umožňují snížit rychlost závěrky na $3 \mu\text{s}$ 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). [23]

Pro pořizování snímků byly použity kombinace dvou vysokorychlostních kamer s rozdílnou světelností a velikostí snímané plochy a dvou makro objektivů, objektivu s delší ohniskovou vzdáleností a nejvyšší hloubkou ostroty a poměrem zvětšení 1:1 (objektiv Sigma), a objektivu s kratší ohniskovou vzdáleností a nejnižší hloubkou ostroty a poměrem zvětšení 2:1 (objektiv Laowa).

Pro hodnocení možných kombinací byla navržena a 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. [24]

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. [24]

F. 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 vyhodnocený střední průměr začíná být konstantní, byl považován za minimální počet vyhodnocených kapek, který je nutný k relevantnosti jejich následujícího zpracování. [25]

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. [25]

Použitá literatura

- [1] 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
- [2] 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.

- [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] 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
- [5] 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
- [6] GENNES, Pierre-Gilles de, Francoise 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.
- [7] CLIFT, Roland, John R. GRACE a Martin E. WEBER. *Bubbles, Drops, and Particles*. B.m.: Courier Corporation, 2005. ISBN 978-0-486-44580-9.
- [8] 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.
- [9] KOLMOGOROV, A. N. The Break-up of Droplets in a Turbulent Stream. *Akademiia Nauk SSSR Doklady*. 1949, **66**, 825–828.
- [10] 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
- [11] 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
- [12] 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

- [13] 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
- [14] 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
- [15] 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
- [16] 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
- [17] 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
- [18] 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
- [19] 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
- [20] 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

- [21] 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.
- [22] 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
- [23] 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
- [24] 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
- [25] 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
- [26] 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
- [27] 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
- [28] 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

- [29] 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
- [30] 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>
- [31] 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
- [32] CHANG, Kuo-Ching. *Analysis of Transient Drop Size Distributions in Dilute Agitated Liquid-liquid Systems*. B.m.: University of Maryland at College Park, 1990.
- [33] 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.
- [34] 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
- [35] 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.