

# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ  
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY  
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

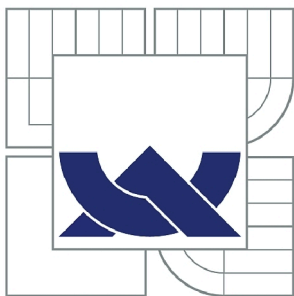
SYPNÉ VLASTNOSTI JEMNÝCH PRÁŠKOVITÝCH MATERIÁLŮ.

DIPLOMOVÁ PRÁCE  
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE  
AUTHOR

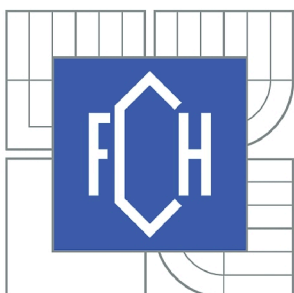
Bc. PIOTR ZUBEK

BRNO 2012



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ  
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY  
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

## SYPNÉ VLASTNOSTI JEMNÝCH PRÁŠKOVITÝCH MATERIÁLŮ.

BULK PROPERTIES OF FINE POWDERS.

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. PIOTR ZUBEK

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. TOMÁŠ SVĚRÁK, CSc.

BRNO 2012



Vysoké učení technické v Brně  
**Fakulta chemická**  
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

## Zadání diplomové práce

Číslo diplomové práce: **FCH-DIP0646/2011** Akademický rok: **2011/2012**  
Ústav: Ústav chemie materiálů  
Student(ka): **Bc. Piotr Zubek**  
Studijní program: Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (N2820)  
Studijní obor: Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808T016)  
Vedoucí práce **doc. Ing. Tomáš Svěrák, CSc.**  
Konzultanti:

### Název diplomové práce:

Sypné vlastnosti jemných práškovitých materiálů.

### Zadání diplomové práce:

1. Seznámení se s literaturou reologie práškovitých materiálů
2. Experimentální práce měření tokových funkcí vybraných velmi jemných materiálů na nové aparatuře Laboratoře chemického inženýrství

### Termín odevzdání diplomové práce: 11.5.2012

Diplomová práce se odevzdává ve třech exemplářích na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu diplomové práce. Toto zadání je přílohou diplomové práce.

-----  
Bc. Piotr Zubek  
Student(ka)

-----  
doc. Ing. Tomáš Svěrák, CSc.  
Vedoucí práce

-----  
prof. RNDr. Josef Jančář, CSc.  
Ředitel ústavu

V Brně, dne 15.1.2012

-----  
prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.  
Děkan fakulty

## **ABSTRAKT**

Předmětem této diplomové práce je měření tokových vlastností práškových materiálů. V teoretické části je pojednáno o partikulárních látkách obecně a dále jsou popsány základní principy tokového chování práškových materiálů. Obsahem teoretické části je také popis Jenikeho smykového stroje a z něj odvozeného rotačního smykového stroje. V následující části je shrnut Standardní postup smykové zkoušky. Měření probíhalo na nové aparatuře Laboratoře chemického inženýrství, která je na Fakultě chemické VUT v Brně realizována v rámci řešení projektu Fondu rozvoje vysokých škol (FRVŠ) 1735/2012 „Aparatura měření sypných vlastností práškových materiálů“, kterého jsem spoluřešitel. K měření bylo zvoleno 5 vzorků vápence Omyacarb® společnosti Omya CZ s.r.o. Jednotlivé vzorky se lišily čtyřmi odlišnými distribucemi velikosti částic a jeden vzorek byl povrchově hydrofobně upraven kyselinou stearovou. Byly provedeny zkoušky na 3 hodnotách předsmykového napětí – 2,5 kPa, 5 kPa a 7,5 kPa. U vzorku s povrchovou úpravou nebylo měření provedeno v plném rozsahu, jelikož nebylo možno aplikovat pro konsolidaci dostatečné normálové napětí. Distribuční funkce velikosti částic uvedené v materiálových listech dodaných výrobcem byly ověřeny pomocí laserového analyzátoru velikosti částic Sympatec Helos KR zakoupeného v rámci Centra materiálového výzkumu na Fakultě chemické VUT v Brně.

## **ABSTRACT**

The subject of this thesis is the measurement of flow properties of powder materials. The theoretical part deals with particulate substances in general and describes the basic principles of flow behavior of powder materials. In the theoretical part is a description of the Jenike Shear Tester and Ring Shear Tester. The following section summarizes the Standard Shear Testing Technique. Measurements were carried out on the new apparatus Laboratory of Chemical Engineering. The measurement was selected 5 samples of limestone Omyacarb ® from Omya CZ s.r.o. Individual samples varied in four different particle size distributions and one sample was surface-modified hydrophobic stearic acid. Tests were conducted at 3 levels of the preshear normal stress - 2.5 kPa, 5 kPa and 7.5 kPa. Distribution function of particle size in the material data sheets supplied by the manufacturer were verified using a laser particle size analyzer Sympatec Helos KR purchased in the Materials Research Centre at the Faculty of Chemistry at Brno University of Technology.

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

toková funkce, práškovité materiály, Jenike box

## **KEY WORDS**

flow function, powder materials, Jenike box

ZUBEK, P. *Sypné vlastnosti jemných práškovitých materiálů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2012. 88 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Tomáš Svěrák, CSc.

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

.....  
podpis studenta

### *Poděkování*

*Děkuji vedoucímu této práce doc. Ing. Tomáši Svěrákovi CSc. za jeho odborné vedení a umožnění spolupráce na projektu. Dále děkuji panu Lubomíru Mikšíkovi za jeho ochotný přístup k řešení konstrukčních nedostatků smykového stroje. V neposlední řadě děkuji svým rodičům za jejich dlouhodobou podporu.*

## OBSAH

<b>1</b>	<b>Úvod.....</b>	<b>8</b>
<b>2</b>	<b>Teoretická část.....</b>	<b>10</b>
2.1	Partikulární látky.....	10
2.1.1	Definice partikulární látky .....	10
2.1.2	Velikosti částic partikulární látky .....	10
2.1.3	Tvar a složení částic partikulární látky .....	11
2.1.4	Frakční složení partikulárních látek .....	13
2.1.5	Vazby mezi pevnými částicemi .....	17
2.2	Mechanika práškovitých materiálů .....	18
2.2.1	Vlivy na mechanické vlastnosti práškovitých materiálů.....	18
2.2.2	Rozložení napětí v práškovitých materiálech .....	20
2.2.3	Mezní stav napjatosti a toková funkce .....	24
2.2.4	Stěnové (vnější) tření .....	28
2.2.5	Sypný úhel.....	29
2.3	Jenikeho smykový přístroj a jeho modifikace .....	31
2.3.1	Jenikeho smykový přístroj .....	31
	2.3.1.1 Základní popis Jenikeho smykového stroje.....	31
	2.4.1.1 Princip smykové zkoušky partikulárních hmot na JSC.....	33
2.4.2	Rotační smykový stroj.....	38
	2.4.2.1 Základní popis rotačního smykového stroje .....	38
	2.4.2.2 Rotační smykový stroj v praxi .....	40
2.5	Standardní postup smykové zkoušky – SSTT .....	43
2.5.1	Motivace vytvoření standardu.....	43
2.5.2	Postup při smykové zkoušce pro okamžitý tok.....	44
	2.5.2.1 Výběr vzorků .....	44

2.5.2.2	<i>Volba smykové cely</i> .....	45
2.5.2.3	<i>Určení normálového a smykového napětí</i> .....	45
2.5.2.4	<i>Výběr normálového napětí pro předsmyk</i> .....	46
2.5.2.5	<i>Příprava vzorku</i> .....	46
2.5.2.6	<i>Optimalizace</i> .....	48
2.5.2.7	<i>Smyková zkouška</i> .....	49
2.5.2.8	<i>Poměrné rozdělení</i> .....	50
2.5.2.9	<i>Vymezení platných smykových bodů</i> .....	50
2.5.2.10	<i>Zpracování dat</i> .....	52
<b>3</b>	<b>Praktická část</b> .....	<b>54</b>
3.1	Experimentální Jenikeho smykový přístroj .....	54
3.1.1	Dosažení potřebných normálových napětí .....	54
3.1.2	Vnitřní uspořádání smykového přístroje .....	57
3.1.3	Příslušenství používané během měření .....	60
3.1.4	Osazení smykové cely ve smykovém přístroji.....	61
3.1.5	Napájení smykového přístroje.....	62
3.1.6	Ovládání smykového přístroje .....	63
3.1.7	Měření a zápis výstupního signálu snímače síly .....	64
3.1.8	Dodatečné úpravy na smykovém přístroji.....	65
3.2	Materiál použitý k měření .....	66
3.2.1	Měření povrchově upraveného materiálu.....	67
3.3	Analýza velikostí částic vzorku .....	68
<b>4</b>	<b>Vyhodnocení a diskuze</b> .....	<b>69</b>
4.1	Postup vyhodnocení všech měření.....	69
4.1.1	Konsolidace.....	69
4.1.2	Smyková zkouška.....	70

4.1.3	Úprava výstupních dat ze smykové zkoušky .....	71
4.2	Prezentace a diskuse získaných výsledků .....	75
4.2.1	Měření tokových vlastností .....	75
4.3.1	Analýza velikosti částic .....	82
<b>5</b>	<b>Závěr .....</b>	<b>85</b>
<b>6</b>	<b>Seznam použitých zdrojů .....</b>	<b>86</b>



# 1 ÚVOD

Přestože se popis chování práškovitých materiálů může jevit jako poměrně snadná záležitost, opak je pravdou a jejich chování se vyznačuje velkým množstvím složitých jevů, z nichž část není stále uspokojivě vysvětlena. Velmi intenzivní výzkum partikulárních látek probíhající od 60. let minulého století umožnil jak lepší pochopení mechanických vlastností partikulární hmoty na teoretické úrovni, tak zavedení mnoha nových technologií. Těžištěm výzkumu v této oblasti je vývoj a zdokonalování zařízení umožňujících stanovení fyzikálních vlastností práškovitých materiálů, jejichž znalost je klíčová pro správnou funkci zařízení pracujících s těmito látkami. Přestože je vývoj měřicích metod dosti intenzivní, výsledky výzkumů vedených v různých laboratořích se často významně liší, což je způsobeno zejména velkým množstvím rozšířených metodik měření a chybějící jednotnou procedurou měření. Navíc je častým zdrojem rozptylu výsledků neúplně kontrolovatelný vliv vnějších činitelů, nejen jako jsou vlhkost a specifická hmotnost, ale také historie daného vzorku.

Idea práškovitého materiálu jako hmoty tvořené pevnými částicemi malých rozměrů není zcela korektní. Ve skutečnosti jsou tyto částice obklopeny vzduchem (nebo jinou kapalinou) a teprve kombinace vlivů pevné a kapalně složky dává práškovitému materiálu jeho charakteristické mechanické vlastnosti. Jelikož poměr mezi obsahem pevné a kapalně fáze může být velmi proměnný a to i časově, je charakteristika práškovitého materiálu složitá. Na rozdíl od kapalin je pro práškovité materiály charakteristické, že pouhá gravitační síla často není dostatečná pro to, aby uvedla materiál k toku, a hromada práškovitého materiálu se tedy nerozteče jako kapalina. Důvodem tohoto chování je tzv. vnitřní tření, neboli skutečnost, že práškovité materiály jsou schopny přenášet smykové napětí i v klidovém stavu. Kapaliny přenášejí smykové napětí pouze za existence gradientu rychlostí a se zvětšujícím se rozdílem rychlostí roste v závislosti na viskozitě také hodnota smykového napětí mezi dvěma vrstvami kapaliny. Ani v okamžiku toku však nelze chování kapalin a práškovitých materiálů ztotožňovat, jelikož závislost vnitřního tření na gradientu rychlostí mezi dvěma vrstvami práškovitého materiálu je zanedbatelná a hodnota smykového napětí závisí v podstatě pouze na působícím normálovém napětí. V neposlední řadě je potřeba zmínit schopnost zachování získaného tvaru práškovitých materiálů umožňující například tvarování keramických materiálů. Toto chování je efektem kohéznicích sil, jejichž vliv roste spolu s rostoucí kontaktní plochou částic práškovitého materiálu a často komplikuje manipulaci s těmito látkami.

Vzhledem k velkému množství faktorů, které mohou ovlivnit tokové chování práškovitých materiálů je jeho predikce poměrně obtížná. Fyzikální vlastnosti částic, jako je jejich velikost, tvar, hranatost, povrchová struktura, porozita a tvrdost, mají všechny do určité míry vliv na tokové chování. Ani vnější faktory jako vlhkost, vibrace a stupeň provzdušnění nelze během odhadování mechanických vlastností práškovitých materiálů zanedbávat.

Dalším rysem práškovitých materiálů, způsobujícím nemalé potíže prakticky téměř ve všech průmyslových odvětvích, je určitá nestabilita v jejich toku. Tuto nestabilitu lze nejlépe pozorovat, když volně tekoucí materiál najednou přestává téct, což může být způsobeno například vznikem klenby nebo oblouku v zásobníku, adhezí materiálu ke stěně zásobníku nebo jakýmkoliv jiným vlivem způsobujícím zhutnění materiálu a tudíž i změnu jeho tokových vlastností. Do určité míry je možné rozlišovat lépe a hůře tekoucí práškovité

materiály, avšak nelze takto činit pouze na základě jejich chemického složení, ale je potřeba brát v potaz i ostatní již výše zmíněné faktory. Jedním z nejvýznamnějších faktorů je velikost částic, kdy se zmenšujícími se rozměry částic roste vliv kohezních sil mezi částicemi.

Vzhledem ke komplexní povaze práškových materiálů není překvapivé, že tzv. problémy toku jsou běžnou záležitostí více či méně komplikující jejich zpracování. Problémy toku práškových materiálů se objevují v řadě společností, které mají ve svých technologických vybaveních různá skladovací zařízení sypkých materiálů, jako jsou násypky, sila, zásobníky, bunkry. Manipulace s práškovými materiály je nevyhnutelná v mnoha odvětvích průmyslu a to zejména v průmyslu chemickém, kosmetickém, farmaceutickém, biotechnologickém, keramickém, spotřebním, metalurgickém, plastovém a cementárenském. Nejdůležitějšími technologiemi procesního inženýrství pracujícími s práškovými materiály, které jsou zmíněny na webovém portálu „Powder, bulk solids“ [1] jsou: pneumatický transport, redukce velikosti, sferoidizace, prosívání, povrchová úprava, míchání, segregace, vážení, dávkování, balení, skladování, odprašování a kontrola kvality. Každá ze zmíněných operací vyžaduje navržení odpovídajícího vybavení, které bude vycházet z poznatků mechaniky práškových materiálů. Tato skutečnost vedla v posledních desetiletích ke vzrůstu vědeckého zájmu o tuto oblast materiálů.

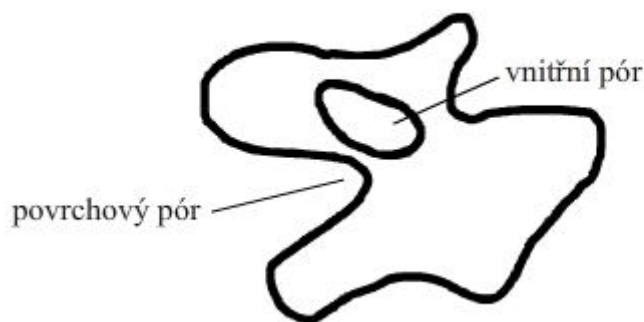
V současné době je provoz a používání zásobníků sypkých hmot předpisově upraven zejména nařízením vlády č. 378/2001 Sb., které nabylo účinnosti k 1.1.2003. Při projektování zásobníků je záhodno, aby projektanti a konstruktéři vycházeli z dokonalé znalosti jak praktické, tak teoretické mechaniky práškových materiálů. Je však smutnou skutečností, že tento obor mechaniky není v naší oblasti rozšířen natolik, aby jej využívaly všechny projekční kanceláře. A tak se stává, že v mnoha případech právě špatně navržené zásobníky, svody, násypky a výsypky představují zdroj problémů, které vznikají v daném technologickém zařízení. Dochází zde především k vytváření tzv. mrtvé zóny, klenby či tunelu ve skladovaném sypkém materiálu.[2] Schopnost předvídání tokových vlastností je proto velmi žádoucí, jelikož umožňuje zamezit zbytečným prostojům ve výrobě a zvýšit její kvalitu.

## 2 TEORETICKÁ ČÁST

### 2.1 Partikulární látky

#### 2.1.1 Definice partikulární látky

Partikulární látky jsou složeny ze vzájemně se dotýkajících částic pevné fáze tvořící skelet a z fáze tekuté (plynné, kapalné), zaplňující mezery mezi jednotlivými částicemi – póry. Kromě póru vznikajících mezi částicemi (vnější póry) lze také pozorovat póry v rámci jednotlivých částic. Pokud jsou tyto póry uvnitř částic a nesouvisí tedy s povrchem částice, jsou označovány jako póry uzavřené (vnitřní). Póry spojené s povrchem jsou nazývány jako póry otevřené (povrchové). Otevřené póry zvětšují povrch částice, zatímco uzavřené póry ovlivňují některé fyzikální vlastnosti jako je hustota, pevnost částic, vodivost apod.



*Obrázek 1 Průřez částicí partikulární látky*

Vzájemný kontakt částic omezuje volnost pohybu jednotlivých pevných částic, jehož následkem je specifické chování partikulárních látek. Mechanické chování partikulární látky je složitým odrazem její struktury dané charakterem pohybové autonomie pevných částic. Tato skutečnost je hlavní odlišností od mechanického chování materiálu (kontinua), tvořícího pevné částice. Pod pojem pohybové autonomie spadá i strukturní účinek pootáčení pevných částic. Ten roste v míře, s jakou se tvar pevných částic odchyluje od ideálně kulového, pro který je otáčení bezvýznamné.[3]

Ke správnému pochopení mechaniky partikulárních látek je nutno uvědomit si příčinu jejich odlišného chování a vnímat je jako množinu vzájemně se dotýkajících pevných částic tvořících heterogenní systém.

#### 2.1.2 Velikosti částic partikulární látky

Velikost částic je jedním z klíčových parametrů ovlivňujícím mechanické chování partikulární látky. Dva vzorky partikulární látky tvořené identickým materiálem, odlišné pouze velikostí částic, vykazují vždy jinou mechanickou odezvu.

Rozmezí velikostí pevných částic partikulární látky je velmi široké a zahrnuje rozměry od submikroskopických přes mikroskopické až po makroskopické. Jako makroskopické částice jsou označovány částice, jejichž hranice jsou rozlišitelné pouhým okem. Toto kritérium splňují částice s poloměrem větším než 0,1 mm. Pro rozlišení mikroskopických částic je zapotřebí odpovídající mikroskopické vybavení. Příkladem lze uvést jemné prachové nebo jílovité částice. Částice pevné látky bývají označovány jako zrna. Často lze zrna bez obtíží rozeznat pouhým okem a partikulární látky tvořené takovými částicemi jsou označovány jako zrnitý materiál. Vzhledem k tomu, že spolu s rostoucí velikostí částic klesají jejich relativní soudržné síly, je pro tyto materiály používán termín sypký materiál či sypké hmoty.

Submikroskopické částice, jejichž velikosti se pohybují na úrovni jednotek nanometru, již vyžadují studium jejich krystalické mřížky. Vliv částic menších než 1 nm (tzv. anmikroskopických), odpovídajících svou velikostí jednotlivým molekulám nebo atomům, není v mechanických pochodech sledován. [3]

### 2.1.3 Tvar a složení částic partikulární látky

Vedle velikosti jednotlivých částic partikulární látky má na její mechanické vlastnosti vliv také jejich tvar. Obvykle nepravidelný tvar pevné částice partikulární látky závisí jak na jejím složení, tak na genezi a historii.

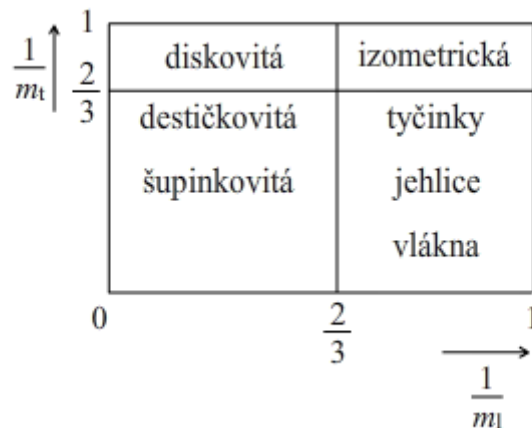
Pokud na částici působí pouze gravitace, pak při jejím dopadu na vodorovnou rovinu (tzv. rovinu největší stability), lze statisticky odhadnout, že s největší pravděpodobností dopadne tak, že její nejmenší rozměr bude na tuto rovinu kolmý. Z této výchozí polohy jsou odvozeny tři vzájemně kolmé rozměry částice: tloušťka  $T$  (vzdálenost roviny, rovnoběžné s rovinou největší stability a dotýkající se částice), šířka  $B$  (minimální vzdálenost dvou rovnoběžných rovin, dotýkajících se částice a kolmých k rovině největší stability) a délka  $L$  (vzdálenost dvou rovin, dotýkajících se částice a kolmých k rovinám, definujícím šířku). Na základě těchto tří rozměrů lze definovat dva tvarové faktory – podlouhlost  $m_l$  a plochost  $m_t$ , dle vztahů:

$$m_l = \frac{L}{B} \quad (2.1)$$

a

$$m_t = \frac{B}{T} \quad (2.2)$$

Tyto tvarové faktory umožňují klasifikaci částic dle tvaru způsobem naznačeným na Obrázku 2 [3].



**Obrázek 2** Klasifikace tvarů částic podle jejich podlouhlosti a plochosti

Z praktického hlediska je výhodné k vyjádření velikosti částice použít jediný rozměr, proto byl zaveden ekvivalentní průměr odpovídající průměru koule, která má s popisovanou částicí určitou společnou vlastnost. Touto společnou vlastností může být například objem a pak pro ekvivalentní průměr platí následující vztah:

$$d_E = \sqrt[3]{\frac{6M}{\pi\rho_P}}, \quad (2.3)$$

kde  $M$  je hmotnost uvažované částice shodná s hmotností koule o průměru  $d_E$ ,  
 $\rho_P$  je hustota částice.

Pokud je danou společnou vlastností částice a koule plocha jejich průmětu, lze ekvivalentní průměr částice vyjádřit vztahem:

$$d_P = \sqrt{\frac{4A_P}{\pi}}, \quad (2.4)$$

kde  $A_P$  je plocha průmětu částice shodná s plochou průmětu koule o průměru  $d_P$ .

Složení pevných částic tvořících kostru partikulárních látek může být velmi variabilní. Částice mohou být jak anorganického, tak organického původu, kovové i nekovové. Vliv složení částic na mechanické vlastnosti partikulární látky je dán zejména jejich křehkostí (křemenný prášek) nebo tvárností (kovový prášek). Křehkost a tvárnost nicméně nejsou materiálové vlastnosti, ale jedná se o stavy materiálu, jelikož jsou závislé nejen na složení, ale také na dalších faktorech jako například teplota a velikost napětí. Existuje také určitá závislost mezi složením a tvarem částic, kdy například složení partikulární látky z jílových minerálů předurčuje šupinkovitý tvar částic.

Chemické složení částic se navíc může během času měnit. Důvodem časové změny částic může být vedle oxidace a jiných pochodů větrání také vliv technologických postupů, kdy jsou částice partikulární látky vystavovány vysokým teplotám a tlakům. V některých případech může kontakt s kapalnou fází umožnit rekrystalizaci pevné fáze. Všechny výše uvedené změny částic pevné fáze lze sledovat na základě odlišné mechanické odezvy partikulární látky. [3,28]

#### 2.1.4 Frakční složení partikulárních látek

Většina reálných partikulárních látek není tvořena částicemi stejné velikosti, ale obsahuje poměrně široký rozsah velikostí. Takovéto systémy jsou označovány jako polydisperzní. Často proto vzniká potřeba popsání rozložení jednotlivých velikostí – frakcí – částic v rámci dané partikulární látky. Velikost částice může být definována podle hmotnosti, objemu, plochy nebo ekvivalentního poloměru. Jednoznačnost jediného údaje je omezena na monodisperzní soustavy, tedy soustavy se stejně velkými izometrickými částicemi. Systémy s částicemi různých velikostí je možno charakterizovat vhodnou střední hodnotou, nejlépe však rozdělovací funkcí velikosti částic.

Distribuce velikostí částic může být popsána číselně (v tabulce) nebo graficky. Pro grafický popis distribuce velikosti částic jsou používány dva typy grafů: diferenciální a integrální. Oba tyto typy spolu souvisí – diferenciální integrální křivky lze získat diferenciální distribuci a integrace diferenciální křivky vede k získání distribuce integrální.

Diferenciální distribuční křivka popisuje relativní hmotnost částic jednotlivých velikostí, přičemž místo hmotnosti lze znázornit i jiné parametry částic jako například jejich počet, povrchovou plochu, objem nebo intenzitu rozptýleného světla. Distribuční křivka je grafickým zobrazením rozdělovací funkce  $F(r)$ . Nejčastěji používanými parametry diferenciální rozdělovací funkce jsou hmotnost částic – hmotnostní diferenciální rozdělovací funkce  $F_w(r)$  a počet částic – početní diferenciální rozdělovací funkce  $F_N(r)$ . Tyto dva příklady diferenciální distribuční funkce lze zapsat následujícím rovnicemi:

$$F_w(r) = \frac{dm_r}{m \cdot dr} \quad (2.5)$$

a

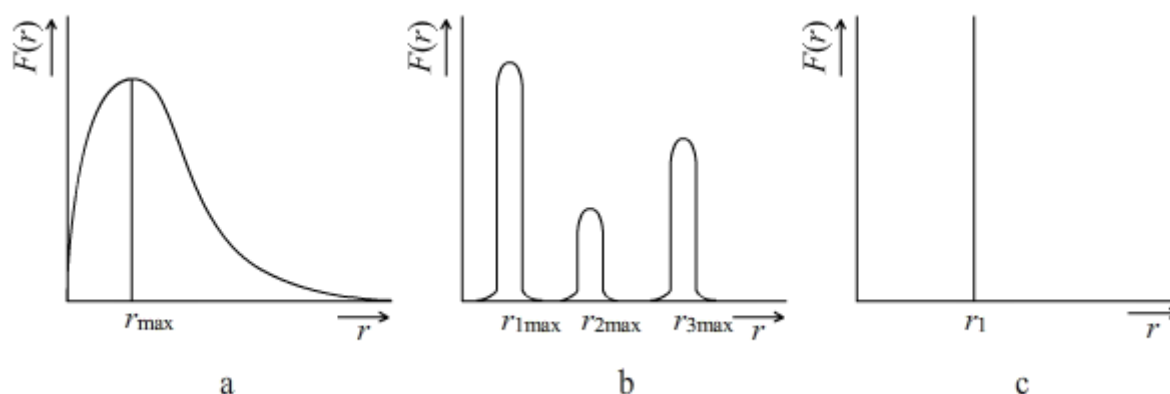
$$F_N(r) = \frac{dN_r}{N \cdot dr} \quad (2.6)$$

kde  $m_r$  je celková hmotnost všech částic o rozměru  $r$ ,  
 $N_r$  je počet částic o rozměru  $r$ ,  
 $m$  je celková hmotnost disperzního podílu,  
 $N$  je celkový počet částic disperzního podílu.

Diferenciální rozdělovací funkci  $F(r)$  lze definovat jako funkci udávající podíl částic, které mají poloměr větší nebo rovný  $r + dr$  a platí tedy

$$\int_0^{\infty} F(r)dr = 1. \quad (2.7)$$

Průběh distribuční křivky umožňuje již na první pohled získat základní představu o distribuci částic v disperzním systému. Pokud je polydisperzní systém tvořen velkým množstvím frakcí, je rozdělovací funkce spojitá s jediným maximem (viz graf *a* na Obrázku 3), odpovídajícím nejvíce zastoupené (vzhledem k pozorovanému parametru) velikosti částic. V případech, kdy je v systému zastoupeno pouze několik separátních frakcí, projeví se tato skutečnost nespojitostí distribuční křivky tvořící tolik maxim, kolik je v systému obsaženo frakcí, přičemž poměr jejich hodnot je ekvivalentní poměru jejich zastoupení v systému (viz graf *b* na Obrázku 3). Distribuční křivka charakterizující monodisperzní systém má tvar kolmé přímky vyznačující jedinou velikost částic v systému (viz graf *c* na Obrázku 3).[3]



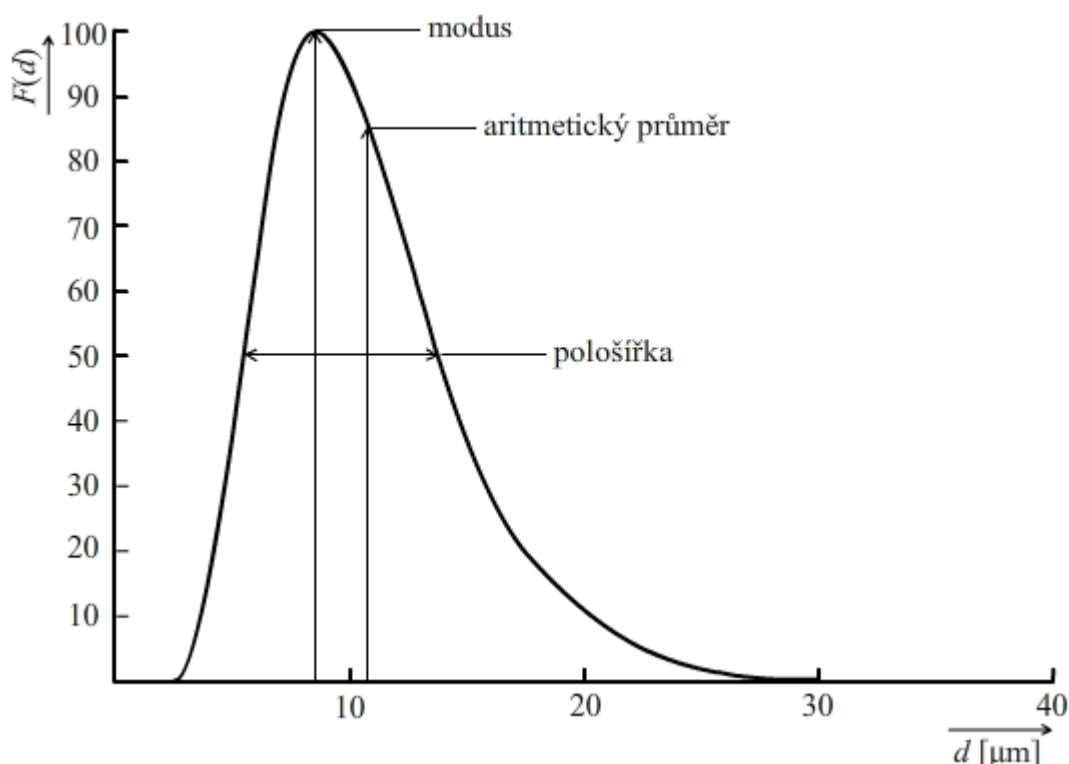
**Obrázek 3** Charakteristické distribuční křivky

Pomocí Obrázku 4 lze snadno znázornit jednotlivé informace obsažené ve tvaru průběhu distribuční křivky. Základní informaci lze získat odečtením zastoupení částic o daném poloměru. Pokud by byla odečtena zastoupení částic o poloměrech 14,5  $\mu\text{m}$  a 18  $\mu\text{m}$ , byly by zjištěny výsledky 40 % a 20 %, z čehož plyne, že v polydisperzním systému je frakce částic s poloměry 14,5  $\mu\text{m}$  zastoupena 2 krát více, než frakce s 18  $\mu\text{m}$  částicemi. Navíc plocha pod křivkou mezi těmito dvěma průměry dělená plochou pod celou distribuční křivkou udává zastoupení frakce ohraničené uvažovanými poloměry v rámci celého polydisperzního systému.

Dále jsou na Obrázku 4 znázorněny statistické hodnoty takzvané míry centrální tendence, konkrétně modus a aritmetický průměr velikostí částic. Modus reprezentuje nejvíce zastoupenou velikost částic, a pokud je průběh distribuční křivky unimodální a symetrický, hodnota modu je shodná s hodnotou aritmetického průměru velikosti částic. Důvodem použití modu k charakterizaci vzorku je skutečnost, že není ovlivněn případným obsahem malého

počtu částic, jejichž velikost se výrazně odchyľuje od velikostí ostatních částic a i přes své nízké zastoupení by mohly hodnotu aritmetického průměru významně ovlivnit. Další výhodou použití módu oproti aritmetickému průměru je možnost použití nečíslných dat, například určení nejčastěji vyskytujícího se tvaru částic.

Druhou vyznačenou veličinou je již zmíněný aritmetický průměr, který udává průměrnou velikost částic ve vzorku a vzhledem k tomu, že průběh distribuční křivky na Obrázku 4 není symetrický, jeho hodnota se od módu liší. Protože diferenciální křivka na Obrázku 4 popisuje polydisperzní systém, je možno sledovat šířku rozsahu velikostí částic. Existuje více veličin určujících šířku distribuce, nejčastěji je však používána takzvaná pološířka. Hodnota pološířky je dána délkou úsečky vymezené z obou stran distribuční křivkou v polovině její výšky (viz Obrázek 4).[5]



**Obrázek 4** Diferenciální rozdělovací křivka

Druhou distribuční funkcí umožňující popis rozložení velikosti částic v partikulární látce je integrální (neboli kumulativní) distribuční funkce velikosti částic  $I(r)$ . Integrální distribuční funkce může opět popisovat rozdělení různých vlastností částic, nejčastěji však popisuje rozdělení hmotností nebo počtu částic. V případě hmotnosti pak tato funkce udává, jaký podíl hmotnosti z celkové hmotnosti disperzního podílu tvoří frakce, jejichž částice mají poloměr menší nebo stejný než zvolená hodnota  $r_1$ .

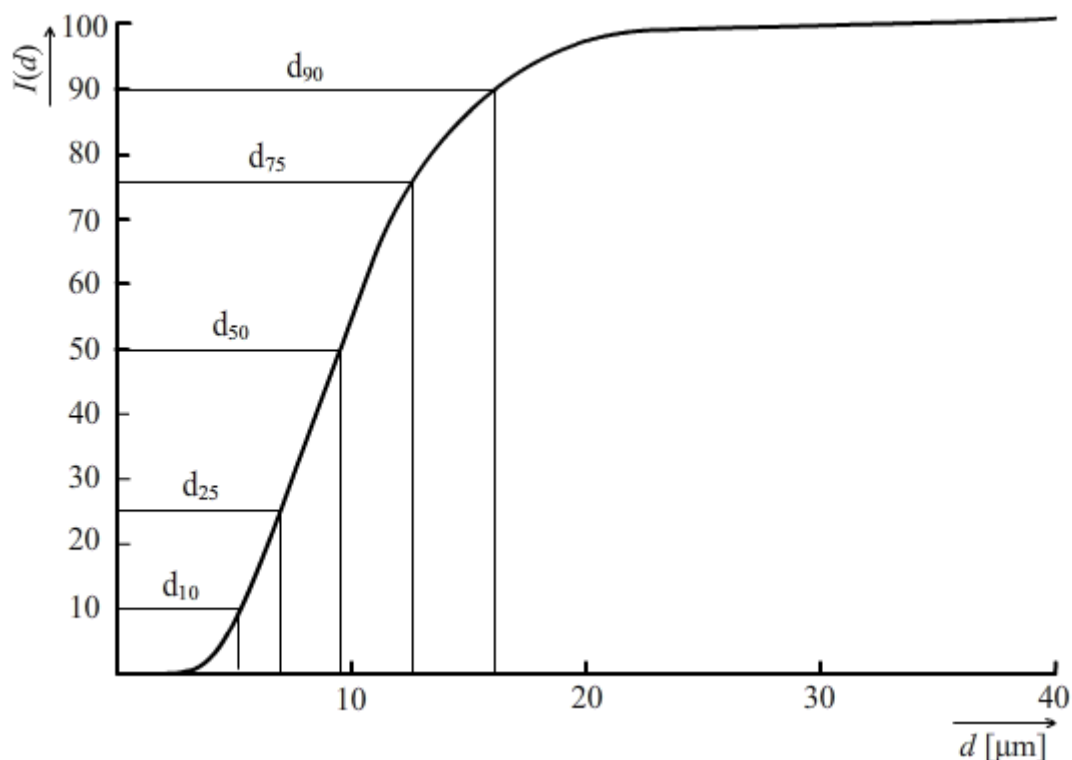
$$I(r) = \int_0^{r_1} F(r)dr. \quad (2.8)$$



Integrální rozdělovací funkci velikosti částic lze interpretovat také jako podíl frakcí, jejichž částice mají poloměr větší nebo stejný než zvolená hodnota  $r$ . Takto definována distribuční funkce je označována jako doplňková integrální rozdělovací funkce  $Q(r)$  a matematicky ji je možno zapsat následovně:

$$Q(r) = \int_{r_1}^0 F(r) dr. \quad (2.9)$$

Jak již bylo zmíněno výše, integrální a diferenciální distribuční funkce navzájem souvisí. Pro znázornění závislosti mezi těmito dvěma způsoby vyjadřování distribuce velikosti částic, popisuje integrální rozdělovací funkce, jejíž průběh je vykreslen na Obrázku 5, identický polydisperzní systém jako diferenciální rozdělovací funkce na Obrázku 4.



**Obrázek 5** Integrální distribuční křivka

Z hodnot os na grafu (Obrázek 5), jejichž odečtení usnadňují pomocné čáry, lze konstatovat, že 50 % částic disperzního podílu je tvořena částicemi velikosti 9,5  $\mu\text{m}$  a menšími. Tato hodnota průměru částic se označuje  $d_{50}$  a ve statistice představuje jednu z mír centrální tendence – medián. Vedle mediánu jsou ve statistice používány také kvartily  $d_{25}$  a  $d_{75}$ . Dále lze z grafu kupříkladu vyčíst, že částice velikosti 16,2  $\mu\text{m}$  a menší jsou v disperzním podílu zastoupeny až z 90 %. Tohoto typu popisu distribuce je také možno využít k určení zastoupení velikostí částic v rozmezí dvou různých poloměrů – pokud je v disperzním podílu například 90 % částic o poloměru 16,2 a menším a 75 % částic o poloměru 12,6 a menším, logicky vyplývá, že 15 % částic disperzního podílu se nalézá v rozmezí poloměrů 12,6 a 16,2  $\mu\text{m}$ . [29, 5]

### 2.1.5 Vazby mezi pevnými částicemi

Mezi jednotlivými částicemi partikulární látky působí vazebné mechanismy, jejichž silové působení je příčinou omezené pohybové autonomie. Tyto vazební mechanismy zapříčiňují vznik určitého stavu napjatosti v partikulární látce. Pro porušení stavu napjatosti je potřeba na partikulární látku působit vnějšími silami nebo změnit její vnitřní podmínky. Tímto dojde k uvolnění pohybové autonomie částic a to až do doby, kdy dojde k ustavení nové silové rovnováhy. Pokud budou vnější síly působit trvale, dojde k hromadnému pohybu sledovaného objemu označovaného jako tok partikulární látky.

Vazební mechanismy lze rozdělit do dvou základních skupin a to na vazby poddajné a na vazby pevné (neboli křehké). Poddajné vazby mezi částicemi umožňují relativně snadné vzájemné přesuny částic, kdy po přesunu je vazba opět obnovena a nedochází tak během přesunu k úbytku vazeb. Pevné vazby představují mechanický styk mezi částicemi, po jehož porušení dochází také k porušení částic.[3]

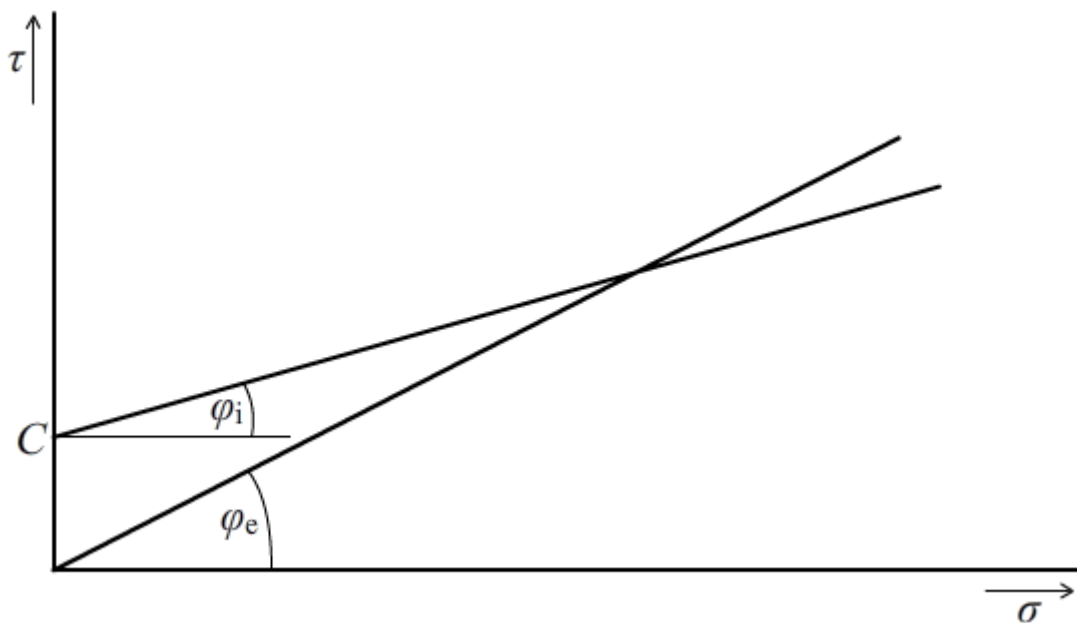
Kontakt částic, umožňující jejich přímý mechanický styk, je spojen s určitým vzájemným silovým působením mezi částicemi. Toto silové působení je označováno jako vnitřní tření a lze jej vnímat jako jeden typ vazby – tzv. *třecí vazby*. Pro partikulární látky je charakteristické, že na rozdíl od kapalin, jsou schopny přenášet třecí síly i v klidovém stavu. Proto se například hromada sypkého (nekohezního) materiálu nerozteče pouhým působením gravitace.

Obecně lze rozlišit dva typy dějů probíhajících během vzájemného pohybu dvou stýkajících se těles – tělesa se po sobě mohou smýkat a tření je označováno jako smykové nebo může docházet k odvalování těles během tzv. valivého tření. Ve skutečnosti vždy probíhají oba děje současně s tím, že jeden z nich, v závislosti na struktuře a tvaru částic materiálu, převažuje. V případě partikulárních látek, jejichž částice jsou často neizometrického tvaru, je tedy sledováno zejména smykové tření.

Tření v partikulárních látkách je záležitostí vzájemného kontaktu velkého množství částic, které navíc mají velmi rozdílné tvary, velikosti i orientaci a budou se tedy stýkat různě velkými kontaktními plochami s různými úhly sklonu. Prakticky je proto nemožné vyhodnocovat smykové tření partikulární látky na úrovni třecích vazeb mezi jednotlivými částicemi, ale je potřeba sledovat tření v určitém objemu označovaném jako smyková zóna. Vzhledem k tomu, že se tření v partikulárních látkách orientuje uvnitř vymezeného prostoru, byl pro partikulární látky zaveden pojem *vnitřní tření*, jehož hodnota je vždy větší než hodnota tření mezi dvěma rovinnými plochami z téhož materiálu. Vnitřní tření je významně závislé na objemové hmotnosti materiálu a není tedy materiálovou vlastností. Se zvyšující se objemovou hmotností (zhuťněním) materiálu dochází ke zvyšování hodnoty vnitřního tření. Navíc během smyku může docházet ke změně objemové hmotnosti partikulární látky a hodnota vnitřního tření se pak po určitou dobu mění s časem.

Poměr mezi normálovými a třecími silami lze vyjádřit pomocí dvou látkových parametrů – *úhlu vnitřního tření*  $\varphi_i$  a *efektivního úhlu tření*  $\varphi_e$ . Tyto parametry se stanovují pomocí smykové zkoušky na Jenikeho smykovém stroji, jejíž postup, včetně kompletního

vyhodnocení, je popsán v kapitole 2.4. Pokud jsou částice partikulární látky spojovány pomocí adhezních sil, je tato jejich vlastnost označována jako soudržnost neboli kohezivita. Pro soudržné materiály je charakteristické, že přímka svírající s horizontální osou úhel vnitřního tření neprochází počátkem souřadnic, ale je pro nulová normálová napětí posunuta směrem ke kladným hodnotám smykového tření označovaným písmenem  $C$  (viz Obrázek 6). V případě soudržných materiálů tedy lze i při nulovém normálovém napětí změřit určitou hodnotu smykového napětí. Rozdílné průběhy přímek vyznačujících úhel vnitřního tření a efektivní úhel tření jsou zobrazeny na Obrázku 6. Nesoudržné (sypké) materiály při nulovém normálovém napětí vykazují nulovou hodnotu smykového napětí a jejich mezní přímka proto prochází počátkem. Vzhledem k tomu, že přímka vymežující efektivní úhel tření prochází počátkem vždy, pro nesoudržné materiály mají efektivní úhel tření a vnitřní úhel tření stejné hodnoty (totožný průběh přímek vymežujících úhly tření). Obecně lze poznamenat, že se zmenšující se velikostí částic (zvětšující se kontaktní plochou) rostou adhezní síly a partikulární látka se začíná chovat soudržně. Tato skutečnost je také důvodem soudržnosti práškovitých materiálů.[6]



**Obrázek 6** Úhel vnitřního tření a efektivní úhel tření soudržné partikulární látky

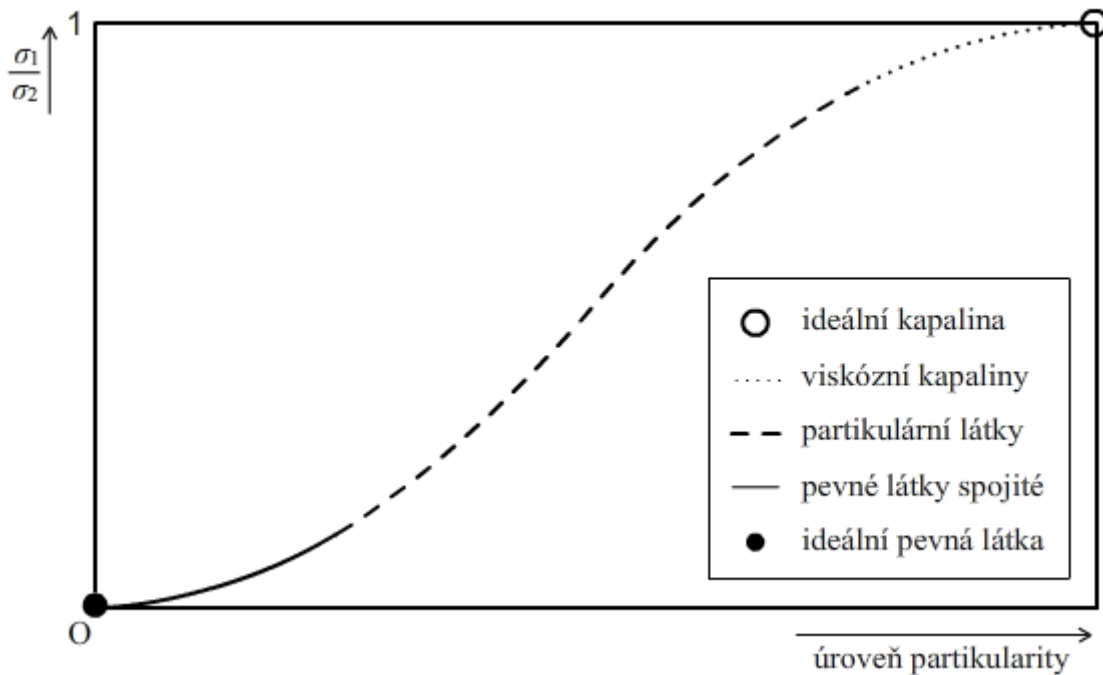
## 2.2 Mechanika práškovitých materiálů

### 2.2.1 Vlivy na mechanické vlastnosti práškovitých materiálů

Na rozdíl od kapalin, nelze tokové vlastnosti práškovitých materiálů popsat pouze na základě chemického složení a struktury dané látky. Tato skutečnost je způsobena velkým množstvím dalších parametrů, které je potřeba zohlednit k prognóze tokového chování práškovitého materiálu. Jedná se zejména o tvar a velikost částic, jejich povrch (hladký, drsný) a vlhkost prášku. Určitý vliv lze připočítat také teplotě. Není možné teoreticky popsat vlastnosti prášku na základě znalosti jeho parametrů. Ani v případě možnosti realizace teoretického popisu mechanických vlastností prášku, určení všech potřebných parametrů,

kteřé mají vliv na mechanické vlastnosti prášku, by bylo značně nákladné a zdlouhavé. Proto je nezbytné a taky mnohem snazší, určovat mechanické vlastnosti prášků experimentálně pomocí měřících zařízení popsanych v kapitole 2.3.

K popisu vlivu velikosti částic na mechanické chování partikulárních látek je často používán termín úroveň partikularity. Se zmenšující se velikostí částic roste úroveň partikularity a mechanické chování partikulární látky se přibližuje chování kapaliny a naopak s klesající úrovní partikularity (zvětšující se velikostí částic) se stává chování partikulární látky podobné chování pevných látek. Nejlépe lze tyto podobnosti k jednotlivým skupenským stavům (kapalnému a pevnému) v závislosti na velikosti částic partikulární látky popsat pomocí rozdílných poměrů navzájem kolmých normálových napětí působících na vymezený objem látky. Ideální pevná látka se působením vnějších sil nedeformuje a proto pokud je na stěnu vymezeného krychlového objemu působeno normálovým napětím  $\sigma_1$ , na kolmo orientovanou stěnu nebude tímto vyvinuto žádné normálové napětí  $\sigma_2$  a tedy poměr  $\sigma_2/\sigma_1$  bude roven nule. Pro ideální kapaliny platí Pascalův zákon popisující rovnoměrné rozložení tlaku v kapalinách, z čehož plyne poměr  $\sigma_2/\sigma_1$  roven jedné. Reálné kapaliny a pevné látky nelze popsat takto jednoznačně – v případě kapalin snižuje uvažovaný poměr tlaků viskozita, u reálných pevných látek dochází k deformaci a vzniku nenulového napětí  $\sigma_2$  s hodnotou určitelnou pomocí Hookova zákona. Vždy se ale jedná pouze o nepatrné zvýšení (resp. snížení) hodnoty poměru tlaků a existuje proto stále široké rozmezí hodnot poměrů  $\sigma_2/\sigma_1$ , se kterým se nelze setkat ani u kapalin ani u pevných látek. Tato oblast poměrů je reprezentována partikulárními látkami, přičemž právě úroveň partikularity předurčuje, zda se bude poměr  $\sigma_2/\sigma_1$  blížit jedné nebo nule. Výše popsané názorně shrnuje na Obrázku 7 tzv. Kézdiho diagram[30].



**Obrázek 7** Kézdiho diagram

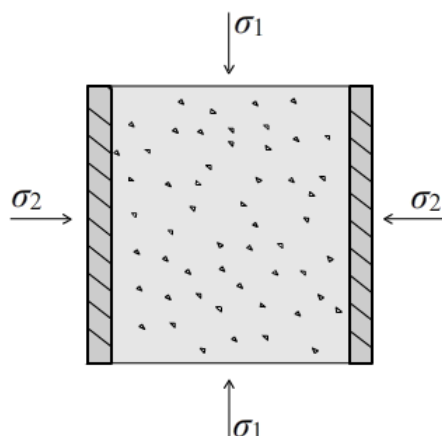
Také aktuální stav konsolidace (zhutnění) významně ovlivňuje mechanické vlastnosti práškových materiálů. Ve fluidním stavu se mohou prášky chovat jako kapaliny (například ve fluidní lóži) a naopak kompaktací prášku (například při výrobě tablet nebo briket) se mechanické chování prášků přibližuje chování pevných látek. Mechanické vlastnosti reálných práškových materiálů, které jsou v praxi skladovány a transportovány se pohybují mezi těmito výše zmíněnými extrémy: Pro konkrétnější představu lze uvést, že v zásobnících s jemně stlačenými partikulárními látkami se hodnoty poměru  $\sigma_2/\sigma_1$  běžně pohybují mezi 0,3 a 0,6 [7].

Tokové chování práškových materiálů je přímo ovlivňováno počtem a pevností kontaktů. Zatímco počet kontaktů je na velikosti částic nepřímo úměrný k zabrané ploše (druhou mocninou), pevnost kontaktu závisí na velikosti částice přímou úměrou. Uvážením obou vlivů lze konstatovat, že pevnost lože prášku roste nepřímo úměrně velikosti částic. Obecně tedy platí, že s klesající velikostí částic klesá také jejich ochota k toku. Výše uvedená fakta byla odvozena pro kulovité částice. Jelikož je nejméně styčných ploch dosaženo naplněním prostoru koulemi, práškovité materiály tvořené kulovitými částicemi nejlépe tečou. Se snižující se sféricitou částic obecně dochází ke zhoršování tokových vlastností práškovitého materiálu. [6]

## 2.2.2 Rozložení napětí v práškových materiálech

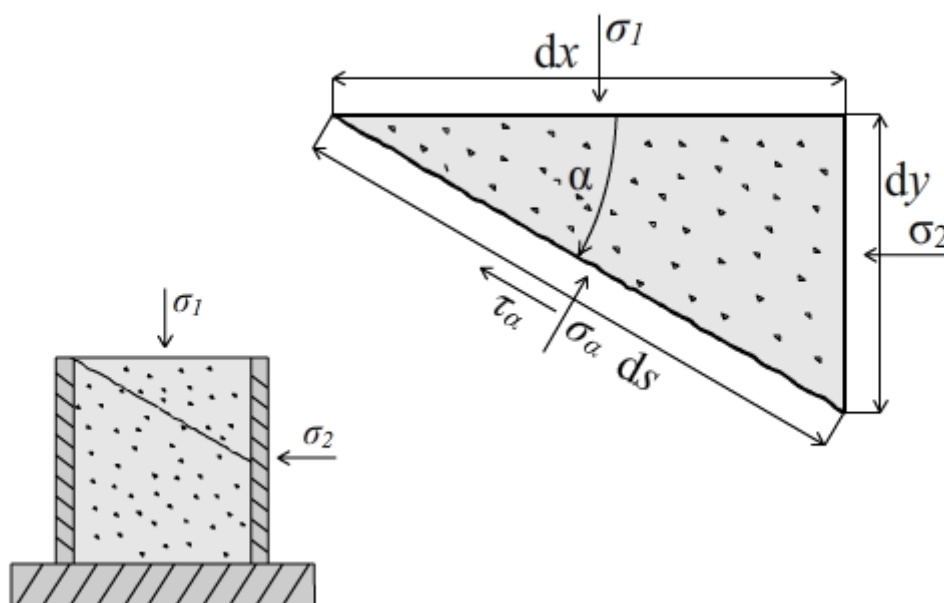
Vzhledem k tomu, že v technologiích, jejichž součástí tvoří práškovité materiály, jsou informace o mechanickém chování různých práškových materiálů nezbytně potřebné k návrhům zásobníků a zpracovatelských strojů, vyvstává potřeba určení rozložení napětí v rámci objemu partikulární látky. Na tomto místě je nutno poznamenat, že popis rozložení napětí v této kapitole zanedbává nejmenší rozměr napětí  $\sigma_3$ , což značně usnadňuje popis této problematiky.

Obrázek 8 znázorňuje elementární krychli práškovitého materiálu v zásobníku. Pro vyloučení nežádoucích vlivů je nutno zavést dva předpoklady – mezi stěnami zásobníku a práškovitým materiálem nevzniká žádné tření a plnicí výška zásobníku je nekonečná. Ve vertikálním směru působí na práškovitý materiál kladné normálové napětí  $\sigma_1$ . Horizontální napětí, působící na materiál prostřednictvím stěny zásobníku, je reakcí na horizontální tlak práškovitého materiálu působícího proti stěně. Hodnota horizontálního napětí je menší než napětí vertikálního. Pokud by se práškovitý materiál choval jako Newtonská kapalina, napětí v horizontálním (i každém jiném) směru by bylo shodné, jak je známo z Pascalova zákona. Ve skutečnosti je ovšem chování práškových materiálů poněkud odlišné a jeho aproximace k chování kapalin vede ve většině případů ke značným nepřesnostem.



**Obrázek 8** Elementární krychle práškovitého materiálu v zásobníku

K popisu rozložení napětí v objemu krychle práškovitého materiálu je výhodné použít pomyslné měřicí zařízení ve tvaru listu papíru zanedbatelné tloušťky. Na rozdíl od Newtonských kapalin, kde jakákoliv změna orientace a polohy měřicího zařízení v objemu kapaliny nebude způsobovat změnu naměřené hodnoty tlaku, hodnoty naměřené v objemu partikulární látky se budou neustále měnit v závislosti na orientaci a poloze měřicí plochy. Měřením v partikulární látce by také bylo možno zjistit, že zatímco se v plochách rovnoběžných nebo kolmých ke stěnám zásobníku vyskytují pouze hlavní normálová napětí  $\sigma_1$  a  $\sigma_2$ , plochy vedené pod ostatními úhly  $\alpha$  vzhledem ke stěně zásobníku jsou charakterizovány vedle normálového napětí  $\sigma_\alpha$  také smykovým napětím  $\tau_\alpha$  (viz Obrázek 9). Pokud bude krychle partikulární látky z Obrázku 8 seříznuta obecnou rovinou, vznikne elementární trojboký hranol o stranách  $dx$ ,  $dy$  a  $ds$  označených na Obrázku 9. Vzhledem k tomu, že platí podmínky rovnováhy sil, lze na základě znalosti hodnot hlavních normálových napětí  $\sigma_1$  a  $\sigma_2$ , určit hodnoty  $\sigma_\alpha$  a  $\tau_\alpha$  pro libovolný úhel  $\alpha$ .



**Obrázek 9** Elementární trojboký hranol

Pro normálové napětí platí:

$$ds \cdot \sigma_\alpha - dx \cdot \sigma_2 \cdot \sin \alpha - dy \cdot \sigma_1 \cdot \sin \alpha = 0, \quad (2.10)$$

zavedením substitucí:

$$dx = ds \cdot \sin \alpha \quad (2.11)$$

a

$$dy = ds \cdot \cos \alpha \quad (2.12)$$

je dosazením a úpravou získána rovnice:

$$\sigma_\alpha = \sigma_2 \cdot \sin^2 \alpha + \sigma_1 \cdot \sin^2 \alpha. \quad (2.13)$$

Obdobně pro smykové napětí platí:

$$ds \cdot \tau_\alpha + \sigma_2 \cdot \cos \alpha \cdot dx \cdot \sigma_1 \cdot \sin \alpha \cdot \cos \alpha \quad (2.14)$$

a opětovným dosazením rovnic (2.11), (2.12) a úpravou je získána rovnice:

$$\tau_\alpha = (\sigma_1 - \sigma_2) \cdot \sin \alpha \cdot \cos \alpha. \quad (2.15)$$

Další úprava je provedena pomocí následujících substitucí pro dvojnásobné úhly  $2\alpha$ :

$$\cos^2 \alpha = \frac{1}{2}(1 + \cos 2\alpha), \quad (2.16)$$

$$\sin^2 \alpha = \frac{1}{2}(1 - \cos 2\alpha) \quad (2.17)$$

a

$$\sin 2\alpha = 2\sin \alpha \cdot \cos \alpha. \quad (2.18)$$

Po dosazení a úpravě jsou získány rovnice pro výpočet normálového a smykového napětí v rovině řezu vedeného pod jakýmkoliv úhlem  $\alpha$ . Pro normálové napětí pak platí:

$$\sigma_{\alpha} = \frac{\sigma_1 + \sigma_2}{2} + \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} \cdot \cos 2\alpha \quad (2.19)$$

a pro smykové napětí platí:

$$\tau_{\alpha} = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} \cdot \sin 2\alpha. \quad (2.20)$$

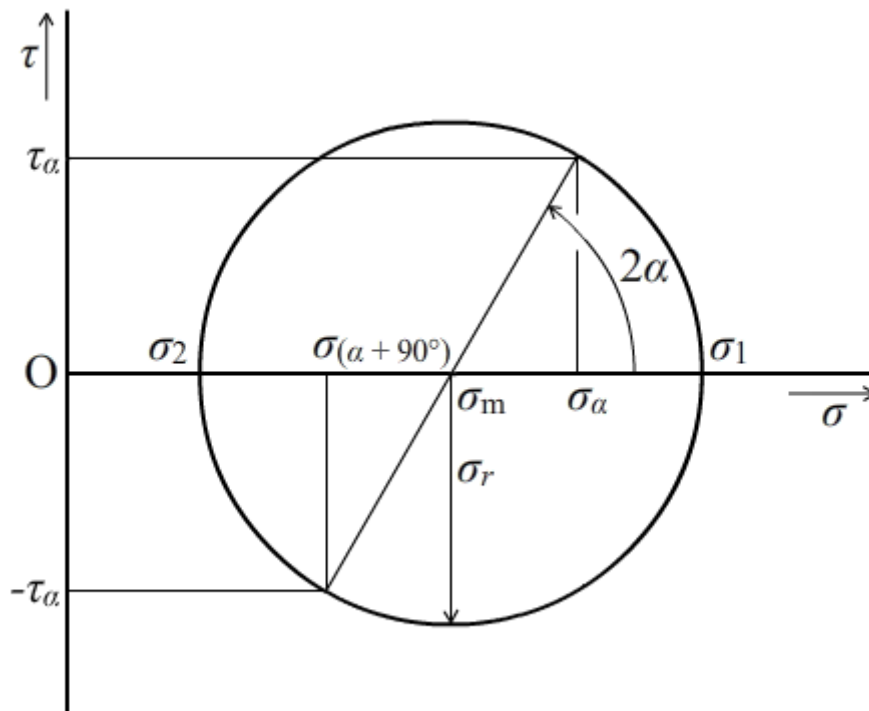
Dvojice hodnot  $(\tau_{\alpha}, \sigma_{\alpha})$ , která byla získána pomocí výše odvozených rovnic (2.19) a (2.20) může být vynesena do grafu závislosti smykového a normalového napětí. Pokud by byly vypočteny hodnoty smykových a normalových napětí pro všechny hodnoty úhlů  $\alpha$  a jednotlivé dvojice korespondujících hodnot  $\tau_{\alpha}$  a  $\sigma_{\alpha}$  by byly vyneseny do téhož grafu, spojením takto získaných bodů by vznikla kružnice (viz Obrázek 10). Tato kružnice byla pojmenována po jejím objeviteli, Christianu Otto Mohrovi, jako Mohrova kružnice [16].

Střed Mohrovy kružnice leží na ose  $\sigma$  ( $\tau_m = 0$ ) v bodě  $\sigma_m$ , který lze určit pomocí rovnice:

$$\sigma_m = \frac{\sigma_1 + \sigma_2}{2} \quad (2.21)$$

a její poloměr lze zjistit z rovnice:

$$\sigma_r = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} \quad (2.22)$$



**Obrázek 10** Mohrova kružnice



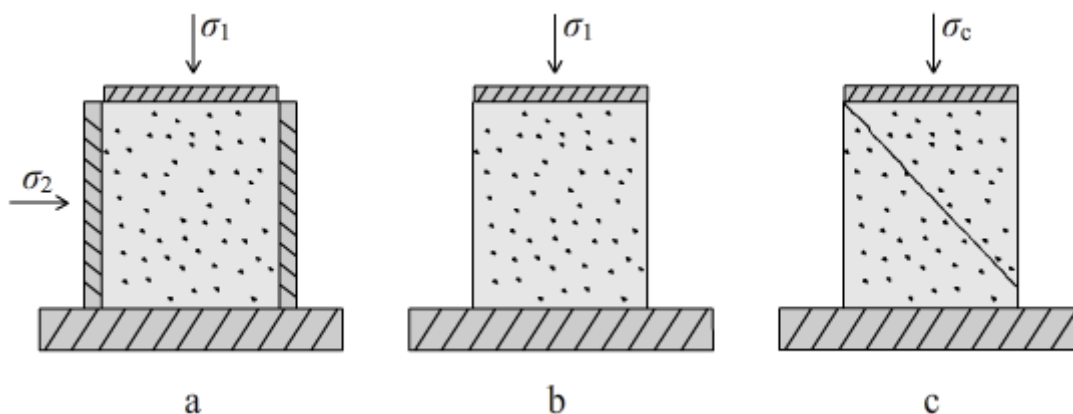
Z výše uvedeného je zřejmé, že Mohrova kružnice reprezentuje napětí na všech rovinách vedených pod libovolným úhlem objemem partikulární látky. Jelikož se střed Mohrovy kružnice nachází vždy na ose  $\sigma$ , má Mohrova kružnice s osou  $\sigma$  dva společné body. Normálová napětí definována těmito dvěma body jsou označována jako hlavní napětí. Větší z těchto napětí je značeno jako  $\sigma_1$ , menší je označováno jako  $\sigma_2$ . Znalost těchto dvou napětí postačuje k nakreslení Mohrovy kružnice a tedy i k určení rozložení napětí v práškovitém materiálu.[30,31]

Důležitou kvalitativní informací vyplývající z Mohrovy kružnice je skutečnost, že se v práškových materiálech vyskytuje smykové napětí i v případě, kdy není materiál v pohybu. Tento fenomén je základním rozdílem mezi partikulárními látkami a kapalinami, které vykazují smykové napětí pouze během vzájemného pohybu dvou kontaktních ploch (tj. vlivem určitého gradientu rychlosti). Uvedené chování, charakteristické v různé míře pro všechny partikulární látky, je běžně pozorovatelné například v podobě šikmo orientovaného povrchu hromady písku, který zachovává svou orientaci v důsledku třecích sil uvnitř materiálu (mezi částicemi) a třecích sil mezi materiálem a základnou. Kapaliny, pokud nejsou v pohybu (a je zanedbáno zakřivení Země), vykazují vždy – příznačně pojmenovanou – vodorovnou orientaci. Pokud by tedy bylo za účelem konstrukce Mohrovy kružnice pro kapalinu provedeno měření napětí v různých orientacích řezu objemem této kapaliny, dle Pascalova zákona by byly změřeny vždy shodné hodnoty napětí (tlaku) a na základě rovnice (2.22) by byl poloměr této kružnice roven nule. K popisu rozložení tlaku v kapalinách je proto Mohrova kružnice plně nahrazena bodem ležícím na ose  $\sigma$  a tedy pouze jedinou proměnnou číselnou hodnotou  $\sigma$ . V případě partikulárních látek je situace rozložení napětí mnohem složitější a Mohrova kružnice reprezentuje všechny hodnoty měřitelných tlaků v rámci určitého objemu partikulární látky. V závislosti na aktuálním zatížení působícím na práškový materiál bude odpovídající Mohrova kružnice měnit svůj poloměr  $\sigma_r$  a polohu svého středu  $\sigma_m$  na ose  $\sigma$ , což se pochopitelně projeví také změnou hodnot hlavních napětí  $\sigma_1$  a  $\sigma_2$ , které lze vnímat jak hodnoty plně definující Mohrovu kružnici.

### 2.2.3 Mezní stav napjatosti a toková funkce

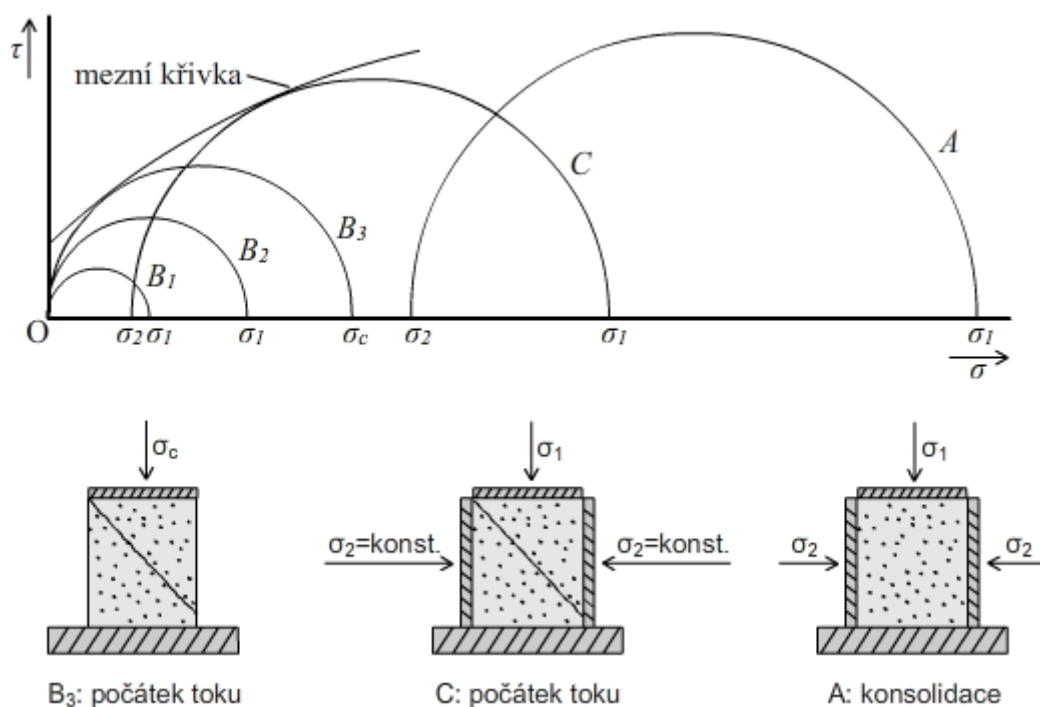
V mnoha technických aplikacích je potřeba zajistit, aby byl práškový materiál převeden z klidového konsolidovaného stavu do stavu toku (například ze zásobníku). Z výše uvedeného lze očekávat, že na rozdíl od kapalin, pro něž je tok charakteristickým jevem, je tok práškových materiálů iniciován až překročením určitého mezního stavu napětí, kdy dojde k překonání mezičásticových sil. Po případném poklesu napětí pod tento mezní stav bude obnoven klidový stav materiálu až do jeho opětovného překročení.

Jako názorný příklad může posloužit popis průběhu jednoosé zkoušky tlakem (viz Obrázek 11). Dutý válec, u kterého je opět předpokládáno nulové tření mezi materiálem a jeho vnitřní stěnou, je naplněn kohézním práškovitým materiálem. Tento materiál je vertikálně zatížen napětím  $\sigma_1$ , které způsobí jeho stlačení a konsolidaci (případ *a* na Obrázku 11). Následně je konsolidační napětí odstraněno a válec je opatrně sejmut z materiálu, který nadále drží v předchozím kroku získaný válcovitý tvar (případ *b* na Obrázku 11). Pokud bude na takto připravený materiál opět aplikováno plynule rostoucí vertikální napětí  $\sigma_1$ , při určité hodnotě dojde k jeho narušení (případ *c* na Obrázku 11). Toto narušení materiálu lze pokládat za jeho tok a napětí, při kterém k němu došlo je označováno jako *prostá mez kluzu*  $\sigma_c$  [6].



**Obrázek 11** Jednoosá zkouška tlakem

Výsledky jednoosé zkoušky tlakem lze vykreslit do grafu závislosti normálového a smykového napětí, který je obsahem Obrázku 12. Horizontální a vertikální napětí je možno považovat za hlavní normálová napětí, protože tření mezi horní i spodní stranou včetně vnitřního pláště válce a materiálem bylo zanedbáno a nevzniklo proto na těchto plochách žádné smykové napětí. Vertikální napětí, působící na materiál shora, může být označeno jako *větší hlavní normálové napětí*  $\sigma_1$  a posléze horizontální napětí, vznikající v materiálu účinkem  $\sigma_1$  a působící na materiál prostřednictvím stěn válce, lze označit jako *menší hlavní normálové napětí*  $\sigma_2$ . Na základě znalosti hodnot hlavních normálových napětí během konsolidace práškovitého materiálu je možno do grafu vykreslit Mohrovu kružnici charakterizující rozložení napětí v konsolidovaném vzorku (Mohrova kružnice označená na Obrázku 12 písmenem *A*). Vzhledem k tomu, že je Mohrova kružnice symetrická vůči ose  $\sigma$ , běžně se vykresluje pouze část odpovídající kladným  $\tau$ .

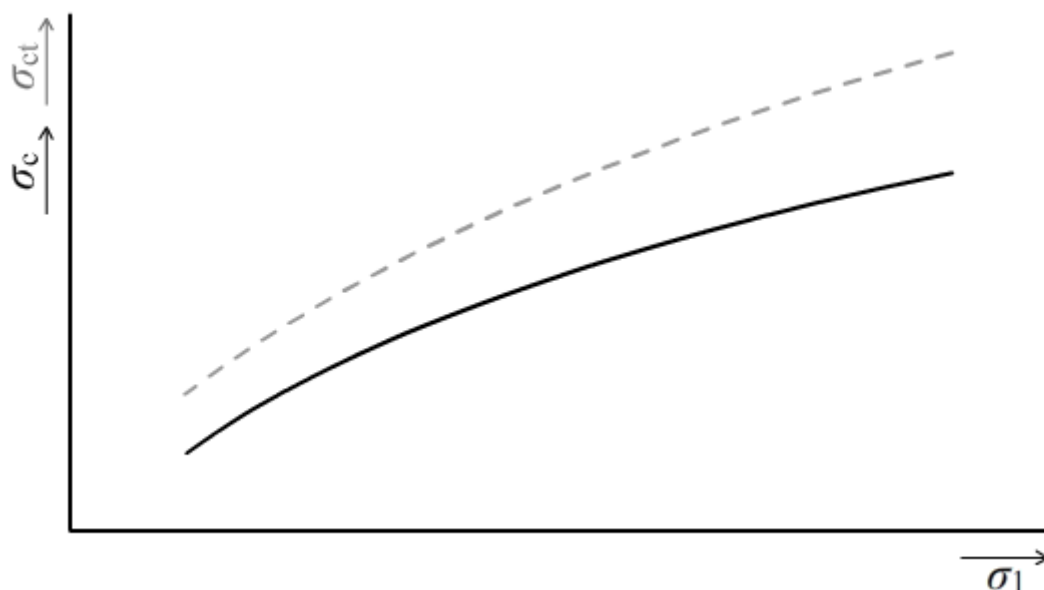


**Obrázek 12** Mohrovy kružnice určující průběh mezní křivky

V druhé části jednoosé tlakové zkoušky, kdy je konsolidovaný vzorek práškovitého materiálu zatěžován postupně narůstajícím tlakem, je opět možno vertikální i horizontální napětí označit jako hlavní normálová napětí. Jelikož je v této části zkoušky z materiálu sejmут válec, prostřednictvím kterého na vzorek působilo vertikální napětí, je hodnota menšího hlavního normálového napětí rovna nule. Mohrovy kružnice popisující tři stavy napjatosti materiálu ve válci během zvyšování jsou na Obrázku 12 označeny jako  $B_1$ ,  $B_2$  a  $B_3$ . Vzhledem k nulovému horizontálnímu napětí procházejí všechny tři kružnice počátkem grafu a vlivem zvyšujícího se vertikálního zatížení roste poloměr Mohrovy kružnice. Během experimentu je při hodnotě zatížení odpovídající kružnici  $B_3$  pozorován počátek toku materiálu – je dosaženo *mezního stavu napjatosti*. Tímto je získána hodnota vertikálního zatížení, potřebná k uvedení daným napětím konsolidovaného materiálu k toku. Tato hodnota odpovídá situaci, kde na vzorek nepůsobí žádné horizontální napětí. Obdobným způsobem lze stanovit hodnoty prosté meze kluzu během působení nenulových horizontálních napětí  $\sigma_2$ . Na Obrázku 12 znázorňuje Mohrova kružnice označena písmenem  $C$  výsledek stanovení meze napjatosti pro dané horizontální napětí  $\sigma_2$ . K Mohrovým kružnicím označeným jako  $A$  a  $C$ , lze nakreslit tečnou křivku (viz Obrázek 12). Tato obalová křivka Mohrových kružnic reprezentuje všechny mezní stavy napjatosti pro daným napětím konsolidovaný materiál a je označována jako *mezní křivka*. Všechny Mohrovy kružnice tečné k této křivce tedy reprezentují stav napjatosti, kdy práškovitý materiál začíná téct. Mohrovy kružnice, jako například na Obrázku 12 označené  $B_1$  a  $B_2$ , nacházející se pod mezní křivkou, reprezentují klidový stav materiálu, kdy nebyly překonány vazby mezi částicemi a vlivem daného tlaku dochází pouze k jeho elastické deformaci. [31]

Průběh mezní křivky je závislý na předchozí konsolidaci práškovitého materiálu. Se zvyšující se mírou konsolidace je dosahováno větší objemové hmotnosti prášku, což se projeví zvyšováním tlaku potřebného k dosažení mezního stavu napjatosti. Vynesením vyšších hodnot  $\sigma_c$  do grafu závislosti proto dojde ke zvětšení poloměru Mohrových kružnic a posunu mezní křivky ve směru rostoucích hodnot smykového a normálového napětí.

Pro každé konsolidační napětí lze pro daný materiál získat pouze jednu hodnotu objemové hmotnosti a charakteristickou mezní křivku. Vynesením závislosti hodnot mezního stavu napjatosti  $\sigma_c$  na konsolidačním napětí  $\sigma_1$  do grafu lze získat tzv. *tokovou funkci* (viz Obrázek 13), která plně charakterizuje tokové chování práškovitého materiálu a je využívána během návrhu zásobníku k prevenci tzv. problémů toku. Toková funkce může být získána experimentálně například pomocí výše popsané jednoosé tlakové zkoušky provedené s různě konsolidovanými vzorky práškovitého materiálu.



**Obrázek 13** Vliv časové konsolidace na průběh tokové křivky

Konsolidace vzorku není dána pouze hodnotou aplikovaného konsolidačního napětí, ale také časem jeho působení, kdy dochází k tzv. *časové konsolidaci*. Tento účinek má významný vliv na průběh tokové křivky (viz Obrázek 13) a nelze jej proto zanedbávat zejména během výpočtů potřebných k návrhu zásobníků práškovitých materiálů. Efekt časové konsolidace je také možno prokázat pomocí jednoosé zkoušky tlakem. Provedením více měření s identickým konsolidačním napětím, ale zvyšující se délkou jeho působení, se budou zjištěné hodnoty *prosté meze kluzu po časové konsolidaci*  $\sigma_{ct}$  posouvat směrem k vyšším hodnotám normálového napětí. Vynesením hodnot *prosté meze kluzu po časové konsolidaci*  $\sigma_{ct}$  pro více konsolidačních napětí  $\sigma_1$ , lze získat tokovou funkci pro určitý čas konsolidace (viz Obrázek 13). [28]

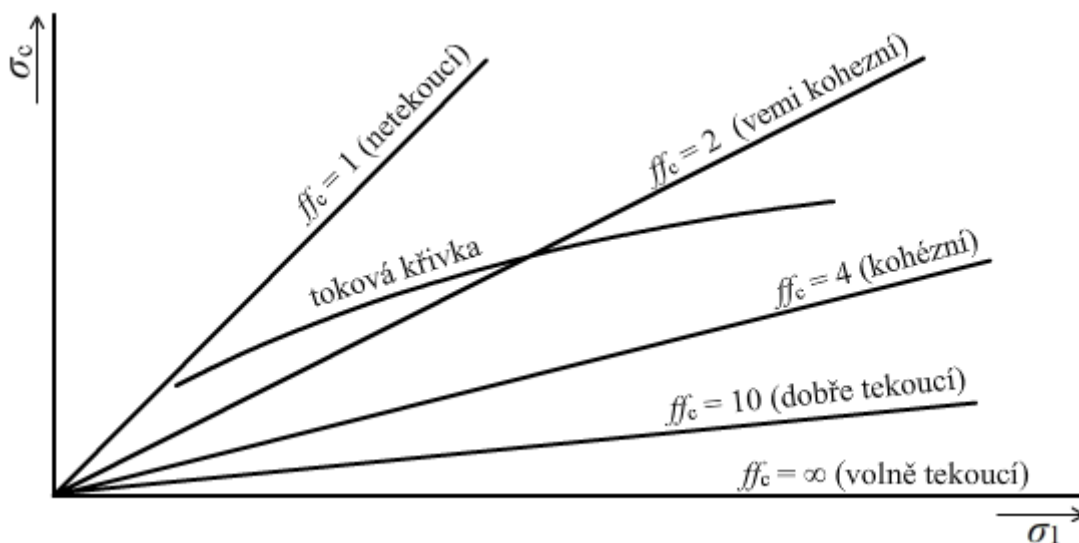
Vzhledem k tomu, že je pro rychlou orientaci výhodné charakterizovat tokové vlastnosti materiálu při určitém stupni konsolidace jedinou hodnotou, byl zaveden tzv. index toku  $ff_c$ :

$$ff_c = \frac{\sigma_1}{\sigma_c} \quad (2.23)$$

kde  $\sigma_1$  je napětí působící během konsolidace [kPa],  
 $\sigma_c$  je mezní stav napjatosti vzorku konsolidovaného napětím  $\sigma_1$  [kPa].

Z definice indexu toku je zřejmé, že její hodnota charakterizuje pouze jeden bod z průběhu tokové křivky a vzhledem k nelineárnímu průběhu tokové křivky ji nelze pokládat za úplnou charakteristiku materiálu. Pokud by tedy měly být pomocí tokovosti srovnány tokové vlastnosti více různých materiálů, je potřeba provést všechna měření po konsolidaci totožným napětím. Číselnou hodnotu tokovosti je možno převést na informaci o ochotnosti látky k toku, přičemž se zvyšující se hodnotou tokovosti je uvedení látky k toku snazší. Klasifikace indexu toku, včetně odpovídajících přímk, jsou obsahem Obrázku 14. Sledováním průběhu tokové

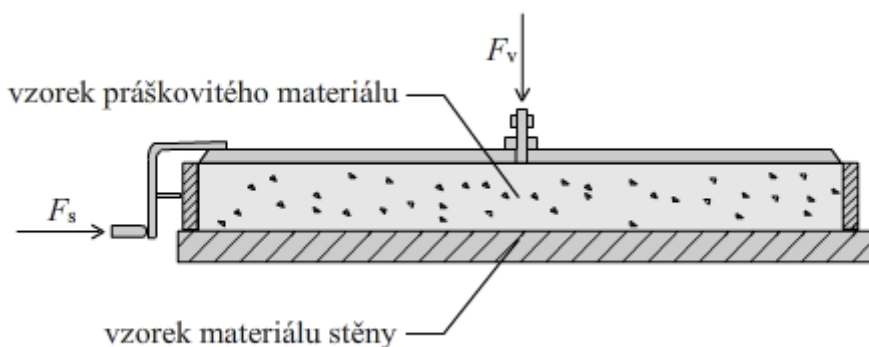
křivky v zónách ohraničených přímkami charakterizujícími jednotlivé indexy toku lze dojít k závěru, že se index toku s rostoucí konsolidací zvyšuje. Tento jev je sledován u většiny práškových materiálů [6]. [9, 10]



**Obrázek 14** Klasifikace tokovosti práškových materiálů

#### 2.2.4 Stěnové (vnější) tření

Stěnové tření, neboli tření mezi práškovitým materiálem a materiálem použitým například pro zásobník, je jevem, který nelze zanedbat v technických aplikacích tokových vlastností práškových materiálů. Měření stěnového tření je nejčastěji prováděno pomocí Jenikeho smykového stroje, kdy je smyková mísa nahrazena plochou deskou tvořenou materiálem, na kterém je stěnové měření prováděno (viz Obrázek 15). Popis Jenikeho smykového stroje je obsahem následující kapitoly.

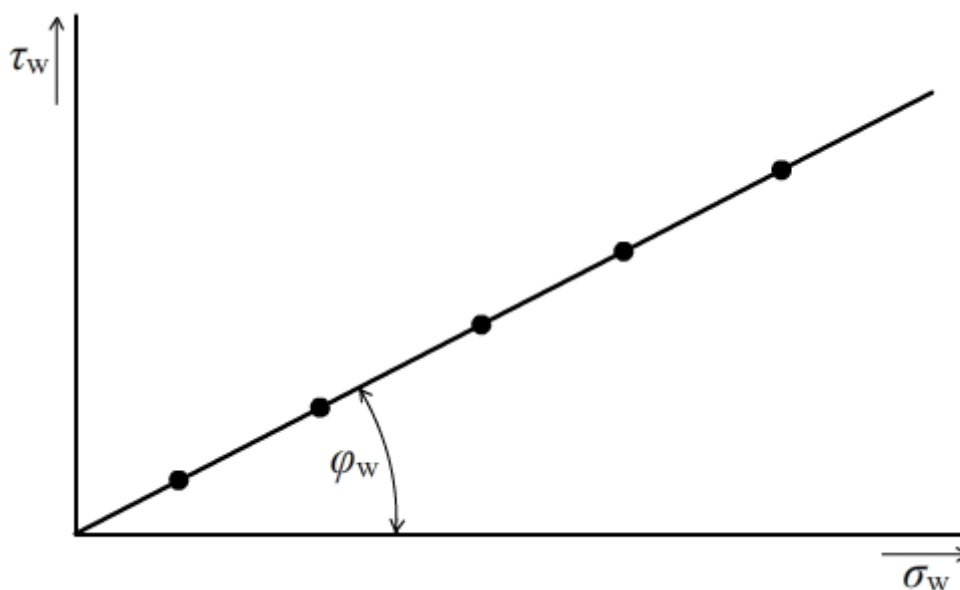


**Obrázek 15** Jenikeho smykový stroj v uspořádání pro měření stěnového tření

Během měření stěnového tření jsou postupně zvyšovány hodnoty vertikální síly  $F_v$  působící na smykové víčko a je sledována suvná síla  $F_s$  potřebná k pohybu smykového

kroužku s materiálem po desce při jednotlivých hodnotách  $F_v$ . Vydělením hodnot  $F_v$  a  $F_s$  smykovou plochou  $A$  lze získat hodnoty normálových napětí  $\sigma_w$  a smykových napětí  $\tau_w$ . Pokud jsou odpovídající hodnoty smykových napětí pro jednotlivá normálová napětí vynesena do grafu závislosti  $\tau/\sigma$ , spojením takto vzniklých smykových lze získat stěnovou mezní křivku (viz Obrázek 16). V případě stěnového tření se jedná spíše o mezní *přímku* často procházející počátkem. Tato přímka svírá s osou  $\sigma$  úhel stěnového tření  $\varphi_w$ , který je možno, vzhledem k linearitě získané závislosti, považovat za výsledek měření. Někdy se také používá jeho tangenta jako faktor stěnového tření [6]:

$$\tan \varphi_w = \frac{\tau_w}{\sigma_w}. \quad (2.24)$$



Obrázek 16 Výsledek měření stěnového tření

### 2.2.5 Sypný úhel

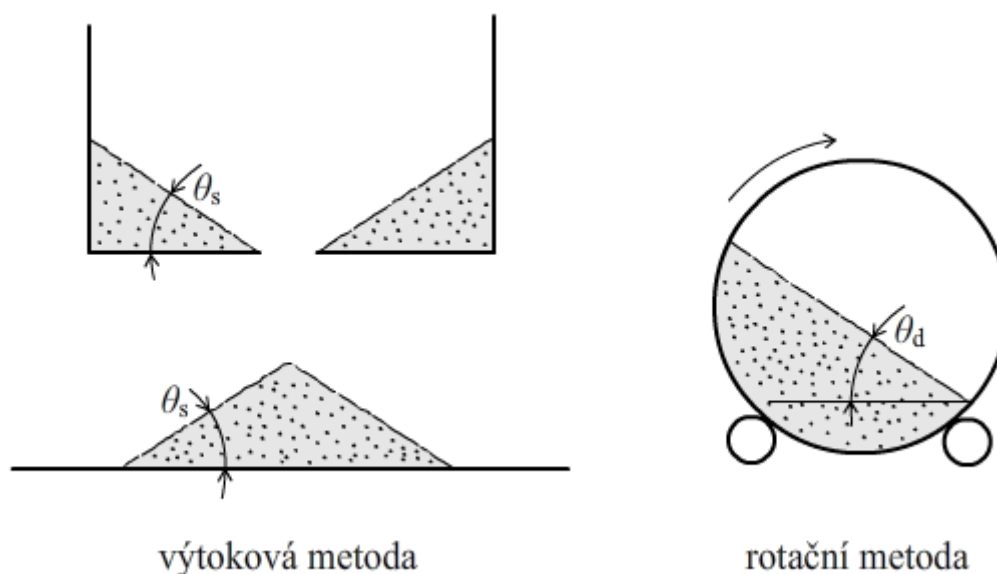
K dalším charakteristikám popisujícím tokové chování partikulární látky patří *statický sypný úhel*  $\theta_s$ , definovaný jako úhel odklonu povrchu volně sypaného materiálu od vodorovné roviny. Rozmezí jeho hodnot se teoreticky může pohybovat od  $0^\circ$  do  $90^\circ$  s tím, že s rostoucí hodnotou sypného úhlu roste také kohezivita partikulární látky a dochází proto ke zhoršování jejich tokových vlastností. Rozdělení sypkých hmot podle hodnoty sypného úhlu uvádí Tabulka 1 [27].

Tabulka 1 Rozdělení sypkých hmot podle velikosti sypného úhlu

Třída	Charakteristika materiálu	Statický sypný úhel
1	tekoucí (chovající se jako kapalina)	blíží se 0
2	lehce tekoucí	$\leq 30^\circ$
3	normálně tekoucí	$30^\circ < \theta_s < 45^\circ$
4	obtížně tekoucí	$45^\circ < \theta_s < 60^\circ$
5	soudržný	$\theta_s > 60^\circ$

V některých případech je potřeba znát sypný úhel materiálu dopravovaného na pásovém dopravníku nebo na vibrující podložce. Vibrace usnadňující tok partikulární látky způsobují větší roztečení materiálu spojené se zmenšením sypného úhlu, pro který byl zaveden pojem *dynamický sypný úhel*  $\theta_d$ .

Za jistých podmínek lze sypný úhel ztotožnit s úhlem vnitřního tření. Toto tvrzení však nelze zobecňovat, protože bez výhrad platí pouze v případech nekohezivních a nezkonsolidovaných materiálů, které navíc musí obsahovat pouze částice kulovitého tvaru s ideálně hladkým povrchem.



**Obrázek 17** Metody pro měření statického a dynamického sypného úhlu

K určování sypného úhlu slouží mnoho empirických způsobů. Přestože se měření sypného úhlu může jevit jako banální záležitost, opak je pravdou a výsledky měřené různými metodami se často liší (viz Obrázek 17). Například při měření sypného úhlu výtokovou metodou lze změřit dva různé sypné úhly – jeden ve válcovité nádobě, z níž vytéká otvorem měřený materiál a jeden na kuželovité hromadě pod touto nádobou. Tento jev je způsoben kinetickou energií částic opouštějící válcovitou nádobu. Tato energie se navíc během procesu měření mění, mezi jinými z důvodu přibližování se vrcholu kužele k výtokovému otvoru.

Tyto vlivy lze eliminovat použitím skluzové metody, během které je nádoba s pravoúhle orientovanými bočními stěnami naplněna sypkým materiálem a následně je plynule otáčena o  $90^\circ$ , načež je změřen sypný úhel vzhledem k boční stěně pravoúhlé nádoby. Také sedimentační metoda umožňuje z měření odstranit nežádoucí vliv kinetické energie částic. Během této metody je sypký materiál umístěn do duté ho válce na vodorovné podložce. Postupným nadzvedáváním válce až do jeho odstranění dojde k vytvoření kuželovité hromady, jejíž sypný úhel je změřen. Modifikace této metody umožňující měření sypného úhlu spočívá v tom, že je dutý válec nahrazen nádobou čtvercového tvaru, u níž se v rámci měření zvedá pouze jedna její stěna.

K měření dynamického úhlu tření lze použít například rotační metodu. Její princip je zřejmý z Obrázku 17, je však třeba poznamenat, že zvolená rychlost otáčení může mít významný vliv na změřenou hodnotu dynamického sypného úhlu. S rostoucí úhlovou rychlostí roste také odstředivá síla působící na měřenou sypkou látku, což se projeví zvýšením hodnoty dynamického sypného úhlu a to často až nad hodnoty sypného úhlu statického. Nadměrná úhlová rychlost navíc může způsobit přechod do kataraktního pohybu částic, což znemožní měření sypného úhlu.

Vzhledem k výše uvedenému lze měření sypného úhlu vnímat spíše jako zdroj kvalitativních informací o toku partikulární látky. Měření sypného úhlu nedává žádné informace o chování partikulární látky za působení tlaků, ke kterému běžně dochází například v zásobnících. Také skutečnost, že tento úhel je rozdílný v závislosti na způsobu jeho měření vylučuje jeho chápání jako fyzikální funkce a bez upřesnění způsobu jeho měření je i jeho označení jako charakteristika materiálu diskutabilní. Dalším z řady omezení měření sypného úhlu je jeho nepoužitelnost pro kohézní špatně tekoucí materiály.

Z důvodu nevýhod těchto jednoduchých metod jsou preferovány složitější měření vycházející z možnosti přípravy definovatelného stavu vzorku (například dosažením ustáleného stavu toku pomocí předsmyku). Pouze touto cestou je možno dopracovat se k relevantním tokovým vlastnostem látky jako jsou prostá mez kluzu, úhel vnitřního tření, úhel stěnového tření, úroveň konsolidace v závislosti na hodnotě a čase působícího napětí a další. [9,10,26]

## **2.3 Jenikeho smykový přístroj a jeho modifikace**

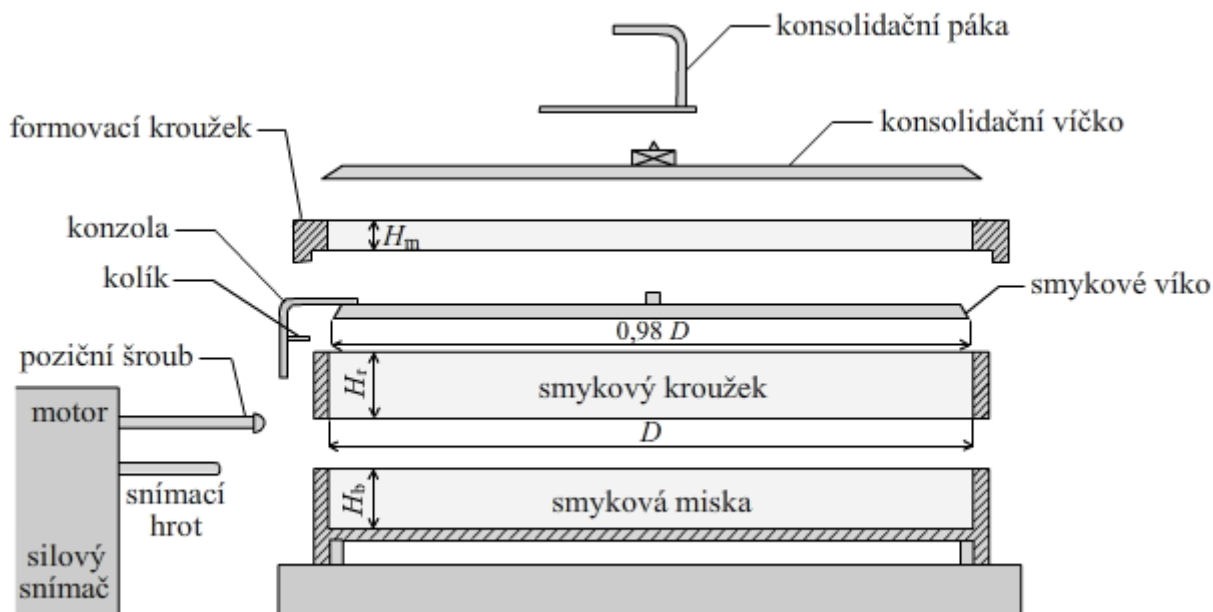
### **2.3.1 Jenikeho smykový přístroj**

#### **2.3.1.1 Základní popis Jenikeho smykového stroje**

Jenikeho smykový stroj sestává ze smykové cely, silového snímače, zesilovače, zapisovače, motoru pohánějícího snímací hrot, konsolidační páky a konsolidační lavice. Silový snímač by měl být kalibrován k měření sil do hodnoty 500 N. Signál ze snímače je zesílen zesilovačem a následně zpracován a zapsán zapisovačem. Motor pohání snímací hrot konstantní rychlostí v rozsahu 1–3 mm/min. Konsolidační páka může být u některých smykových strojů nahrazena konsolidačním zařízením twistujícím automaticky pomocí hřídele uložené v ložiskách. Toto řešení eliminuje výskyt mimoosových nebo přídatných sil během twistování, čímž zvyšuje přesnost měření a zároveň snižuje náročnost na obsluhu Jenikeho smykového stroje.

Smyková cela, která je základní částí Jenikeho smykového stroje, je tvořena k podkladu upevněnou miskou, na ní položeným smykovým kroužkem a shora přiloženým smykovým víkem s drsným povrchem, na kterém je připevněna konzola s kolíkem. Pro přípravu vzorku je potřeba smykovou celu doplnit formovacím kroužkem a smykové víko nahradit konsolidačním víčkem s hladkým povrchem. [16]





**Obrázek 18** Smyková cela Jenikeho smykového stroje

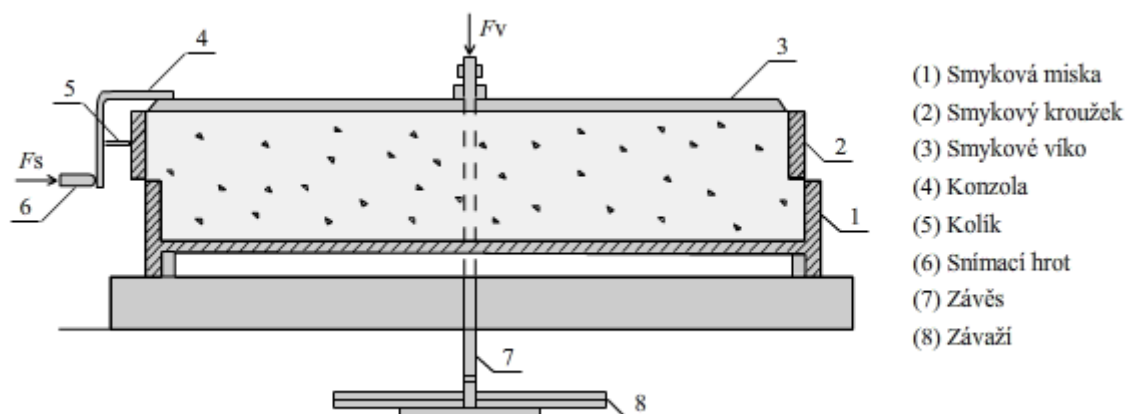
Rozměry smykové cely jsou uvedeny v Tabulce 1. V prvních dvou sloupcích tabulky jsou vypsány rozměry cely dodávané společností Jenike & Johanson. Třetí sloupec obsahuje další běžně používané rozměry smykové cely. Obecně lze tvrdit, že rozměry smykové cely nemají na získané výsledky vliv, důležité ale je přibližně dodržet poměry jednotlivých velikostí. Zdánlivě přesně určené rozměry smykové cely původního Jenikeho smykového stroje uvedené v tabulce jsou dány přepočtem z anglických jednotek. Kromě rozdílných rozměrů se cely mohou lišit také materiálem, ze kterého byly zhotoveny. Většinou je využita ocel nebo hliník. [16]

**Tabulka 2** Standardní rozměry smykové cely

	JENIKE Standard [mm]	JENIKE Malá velikost [mm]	Standardní velikost [mm]
D	95,250	63,500	95
H <sub>b</sub>	12,700	9,525	13
H <sub>r</sub>	15,875	11,113	16
H <sub>m</sub>	9,525	7,938	10
materiál	ocel nebo hliník	hliník	ocel nebo hliník

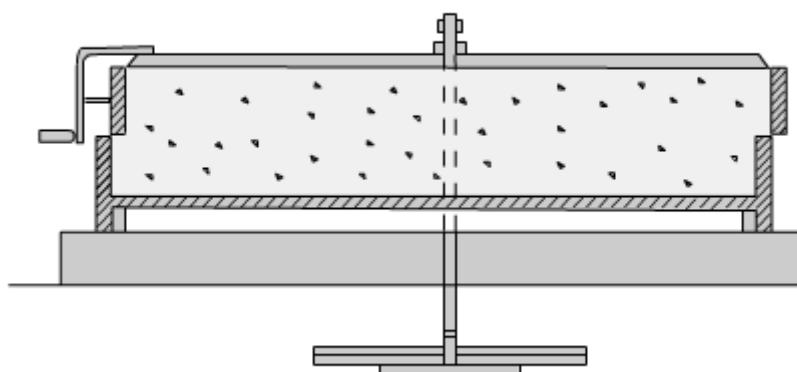
### 2.4.1.1 Princip smykové zkoušky partikulárních hmot na JSC

Excentrická poloha smykového kroužku vůči smykové misce na Obrázku 19 znázorňuje uspořádání měřící cely na začátku měření.



**Obrázek 19** Jenikeho smykový stroj ve výchozí pozici

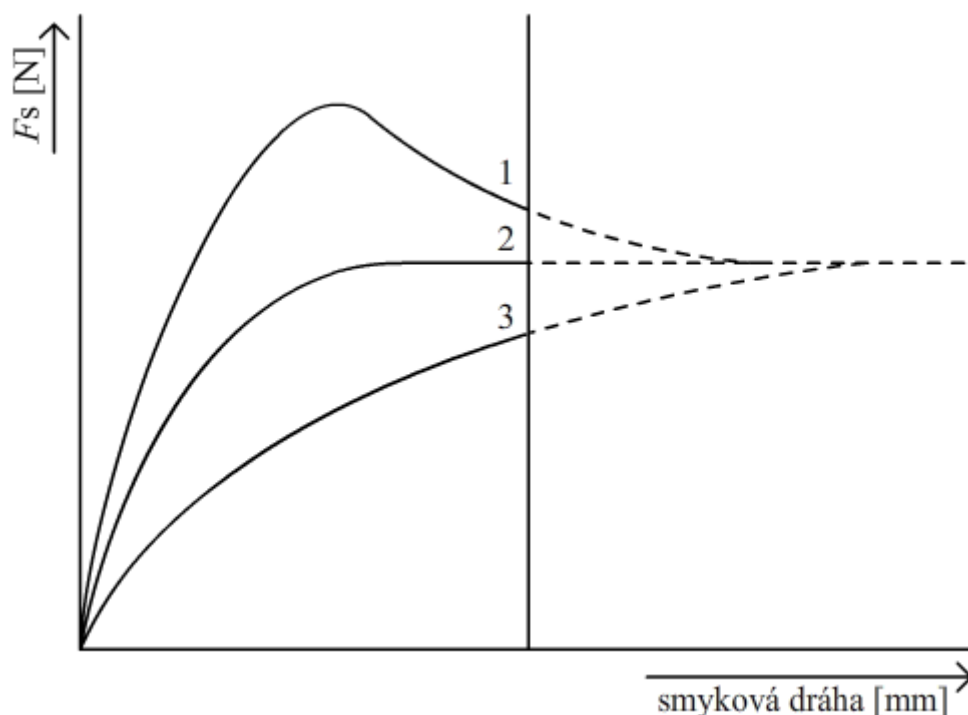
Prostřednictvím závěsu se závažím působí na smykové víko vertikální síla  $F_v$ . Snímací hrot pohybující se konstantní rychlostí v rozmezí 1–3 mm/min působí na konzolu horizontální smykovou silou  $F_s$ . Snímací hrot je napojen na silový snímač (dynamometr) umožňující měřit smykovou sílu v průběhu měření, kdy se smykový kroužek pohybuje z původní excentrické polohy do protilehlé excentrické polohy znázorněné na obrázku níže. Z uvedeného je zřejmé, že dráha měření je limitována tloušťkou stěn smykové misky a smykového kroužku – standardní tloušťka stěny je 3 mm, proto maximální dráha měření na Jenikeho stroji je 6 mm.



**Obrázek 20** Jenikeho smykový stroj v koncové pozici

Konstrukci a uspořádání jednotlivých prvků smykového stroje odpovídající schématu na Obrázku 19 je nezbytné dodržet. Zvláště důležité je, aby smyková síla snímacího hrotu působila na konzolu ve smykové rovině.

Postup přípravy vzorku je popsán v kapitole 2.5.2.5 Na připravený vzorek působí horizontální smyková síla vyvíjená konstantním dopředným posuvem snímacího hrotu. Hodnoty smykové síly, které jsou snímány po celou dobu měření, jsou zapisovány v krátkých časových intervalech, což umožňuje sestavit graf závislosti smykové síly na čase. V závislosti na stupni konsolidace hmoty během přípravy vzorku lze sledovat tři odlišné průběhy závislosti síly na čase. Vzhledem ke konstantní rychlosti posuvu lze časovou závislost smykové síly snadno přepočítat na smykovou dráhu zkoušky, čehož bylo pro lepší názornost využito.



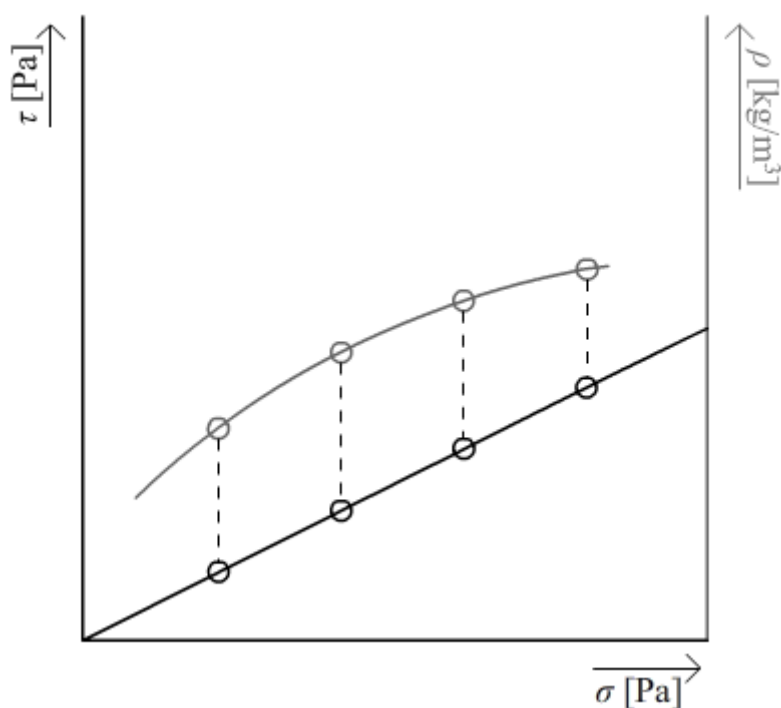
**Obrázek 21** Průběh smykové síly v závislosti na stupni konsolidace

Na výše uvedeném obrázku jsou znázorněny tři různé průběhy smykové síly závislé na konsolidaci během přípravy vzorku. Křivka 1 ukazuje případ, kdy smyková síla zpočátku rychle stoupá, prochází maximem a následně klesá. Takovýto tvar křivky je charakteristický pro překonsolidovaný vzorek, tzn. vzorek připravený tak, že jeho objemová hmotnost je vyšší než objemová hmotnost během ustáleného toku partikulární látky při daném normálovém napětí. Naopak křivka 3, kdy smyková síla roste po celou dobu trvání zkoušky, reprezentuje případ podkonsolidovaného vzorku. Podkonsolidovaný vzorek je vzorek, jehož stupeň konsolidace je nedostatečný, neboli jeho objemová hmotnost je podstatně nižší než pro tento vzorek a normálové napětí specifická objemová hmotnost ve stavu ustáleného toku. Získání křivky s podobným průběhem jako má křivka 2 na Obrázku 21 indikuje přípravu kriticky konsolidovaného vzorku. Pokud se měřená smyková síla po krátkém růstu ustálí a nelze již pozorovat její významný růst až do konce testu, lze konstatovat, že bylo dosaženo ustáleného stavu toku, což je stav, ze kterého se vychází v dalších fázích měření. [11]

Vertikální čára ve středu diagramu na Obrázku 21 znázorňuje hranici 6 mm, kterou nelze na Jenikeho smykovém stroji s měřící celou standardních rozměrů překročit. Z obrázku je

tedy zřejmý důvod optimalizace přípravy vzorku – na dráze 6 mm byl získán ustálený stav toku pouze u kriticky konsolidovaného vzorku reprezentovaného křivkou 2. K ustálení toku by došlo po dostatečně dlouhém průběhu zkoušky (přerušovaná čára) také v ostatních dvou limitních případech, optimalizace se tedy provádí z důvodu omezené délky smykové dráhy Jenikeho smykového stroje.

Význam ustáleného stavu toku je dán skutečností, že během něj je ve smykové zóně dosaženo pro dané normálové napětí působící ve smykové rovině charakteristické objemové hmotnosti  $\rho$ . Jinými slovy lze takto získat pro dané normálové napětí odpovídající, předem danou, objemovou hmotnost ve smykové zóně. Toto je klíčové pro další měření, jelikož smyková pevnost je závislá nejen na aplikovaném normálovém napětí, ale také na objemové hmotnosti (zhutnění) materiálu a dosažením konstantní objemové hmotnosti při daném normálovém napětí během ustáleného stavu toku lze vliv rozdílné objemové hmotnosti redukovat. Jak již bylo zřejmé z Obrázku 21, kromě pro dané normálové napětí  $\sigma$  specifické hodnoty objemové hmotnosti ve stavu ustáleného toku, je dána také specifická hodnota tečného napětí  $\tau$  (viz Obrázek 22).

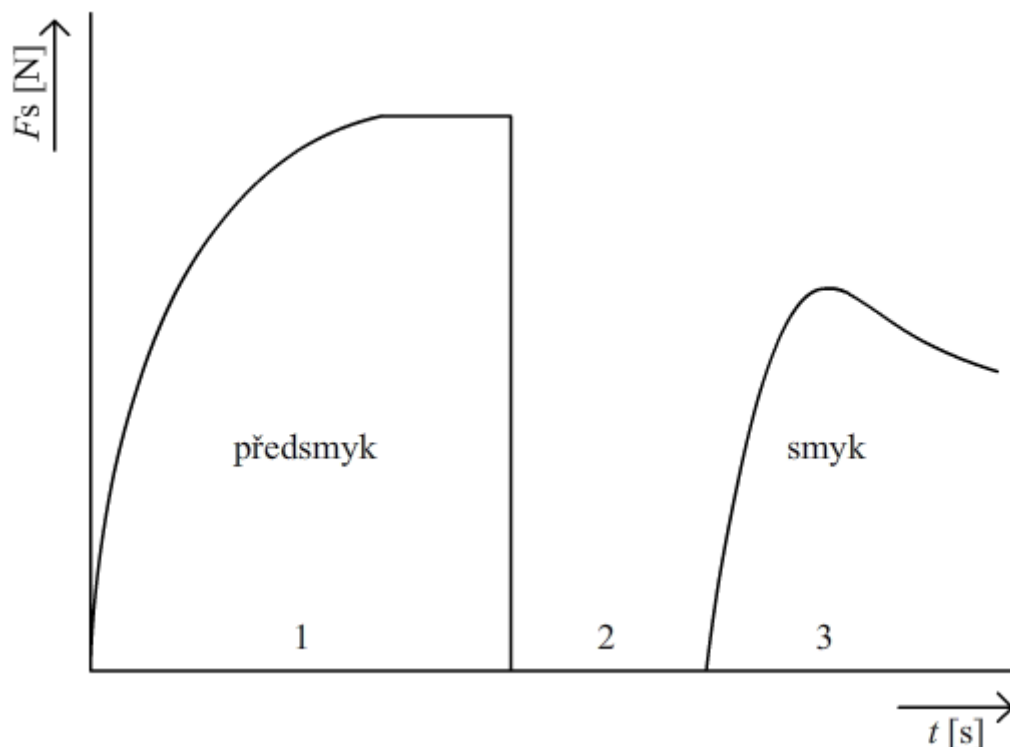


**Obrázek 22** Vztah mezi  $\sigma$ ,  $\tau$  a  $\rho$  za ustáleného stavu toku

Na základě výše zmíněných poznatků vypracoval Jenike postup měření tokových vlastností sypkých materiálů [11]. Smyková zkouška se skládá ze dvou částí. V první části, označované jako předsmyk, je na kriticky konsolidovaném vzorku dosaženo ustáleného stavu toku s ustálenou hodnotou objemové hustoty materiálu ve smykové zóně určené hodnotami normálového a smykového napětí. Druhá část zkoušky, vlastní smyk, probíhá na předsmyknutém vzorku za sníženého normálového napětí, pro které je změřena aktuální hodnota smykového napětí. Hodnota na rovinu smyku aplikovaného normálového napětí je regulována pomocí různé hmotnosti závaží na závěsu. Zatímco během předsmyku jsou na

závěsu závaží o celkové hmotnosti  $m_{wp}$ , k provedení vlastního smyku je potřeba hmotnost závaží snížit na hodnotu  $m_{ws}$ . Zde je nutno zdůraznit, že k výpočtu normálového napětí je ke hmotnosti závaží potřeba připočítat také hmotnost závěsu, smykového víka, smykového kroužku a materiálu ve smykovém kroužku. Hmotnost smykového kroužku se započítává do celkové hmotnosti působící na rovinu smyku, protože během smyku dochází ve smykové zóně k dilataci materiálu, což způsobuje sevření materiálu ve smykovém kroužku a jeho mírnému nadnášení, což způsobuje, že je podstatná část hmotnosti kroužku přenášena měřeným materiálem. Tento jev se při předsmyku projevuje v menší míře a část hmotnosti kroužku je přenášena smykovou miskou, jelikož ale míra rozložení hmotnosti mezi materiál a smykovou miskou není známa, započítává se hmotnost smykového kroužku k celkové hmotnosti působící na smykovou rovinu také při předsmyku. Pro úplnou eliminaci vlivu normálové síly a smykového kroužku na smykovou miskou lze před samotným smykem opatrně nadzvednout smykový kroužek a pootočit jej o několik stupňů, čímž se jeho poloha nad smykovou miskou stabilizuje. Zamezení kontaktu smykové misky a smykového kroužku také eliminuje vliv tření mezi miskou a kroužkem na smykovou sílu během smykové zkoušky. [16]

Časový průběh smykové síly (resp. smykového napětí) během smykové zkoušky je zobrazen na Obrázku 23. Oblast 1 obsahuje část křivky příslušející předsmyku. V čase odpovídající oblasti 2 není zaznamenána žádná síla, jelikož v této době byl dopředný pohyb snímacího hrotu pozastaven a zreversován tak, aby na konzolu nepůsobil žádnou silou. Zároveň byla odejmuta část závaží, aby bylo dosaženo normálového napětí určeného pro smyk. Průběh smykové síly během vlastního smyku je obsažen ve třetí časové oblasti grafu.

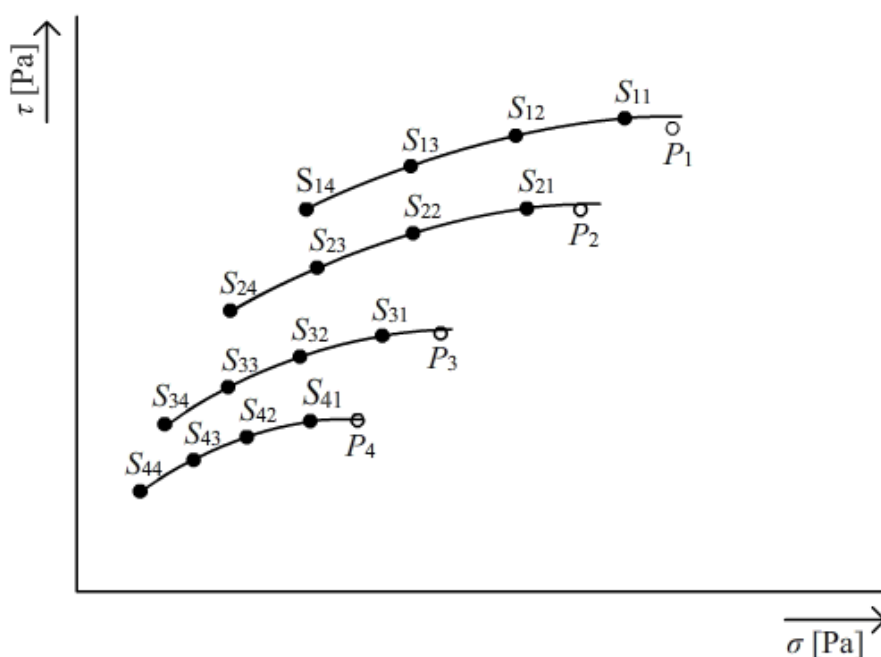


**Obrázek 23** Časový průběh smykové síly během předsmyku a smyku

Z uvedeného vyplývá, že maximální dráha zkoušky na Jenikeho smykovém stroji musí být dostatečná pro provedení předsmyku i smyku během jednoho přesunu smykového kroužku. Vzorek je proto potřeba během přípravy konsolidovat tak, aby byl jeho stav velmi blízký stavu kritické konsolidace a k dosažení ustáleného stavu toku došlo na dráze maximálně 4–5 mm. Zbývající vzdálenost 1–2 mm je pak využita k provedení vlastního smyku. Přesný postup dosažení ustáleného stavu toku na krátké vzdálenosti včetně dalšího detailního popisu smykové zkoušky je obsahem kapitoly 2.4.

S hodnotami získanými během smykové zkoušky je dále pracováno jako s napětími. Konkrétně smyková síla  $F_s$  je přepočtena na smykové napětí  $\tau$  vydělením její hodnoty plochou příčného řezu smykové cely a normálová síla  $F_v$  je přepočtena stejným způsobem na normálové napětí  $\sigma$ . Tímto je eliminován vliv průměru smykové cely, který může být na některých Jenikeho smykových strojích odlišný. Také v případě potřeby použití vysokých normálových napětí lze omezit nutnost manipulace s těžkými závažími použitím cely o menším průměru. Větší průměr smykové cely pak umožní jemnější regulaci aplikovaného normálového napětí.

Přepočtená maxima smykové síly pro předsmyk  $\tau_p$  a smyk  $\tau_s$ , získána během smykové zkoušky, mohou být vynesena do grafu závislosti smykového napětí na normálovém napětí, kde příslušné hodnoty normálových napětí odpovídají normálovým napětím použitým během předsmyku  $\sigma_p$  a smyku  $\sigma_s$ . Takto lze tedy do grafu vykreslit dva body –  $P_1$  a  $S_{11}$ . Vzhledem k tomu, že dle standardního postupu smykové zkoušky je pro každou hladinu předsmykového napětí  $\sigma_p$  nutno provést minimálně 3 smykové zkoušky s různými normálovými napětími  $\sigma_{s11}$ – $\sigma_{s13}$  při vlastním smyku. Měřením na jedné hladině předsmykového napětí jsou získány minimálně 3 smykové body  $S$  a jeden předsmykový bod  $P$ . Smykové body náležící jednomu předsmykovému bodu jsou spojeny plynulou křivkou (případně přímkou) nazývanou *mezní křivka toku*. Extrapolací mezní křivky toku lze dojít závěru, že předsmykový bod leží na nebo pod touto křivkou (viz Obrázek 24). Obrázek 24 znázorňuje mezní tokové křivky, které byly získány pomocí měření na čtyřech hladinách předsmykového normálového napětí  $P_1$ – $P_4$ , přičemž pro každé předsmykové napětí byly provedeny čtyři smykové zkoušky. [16]

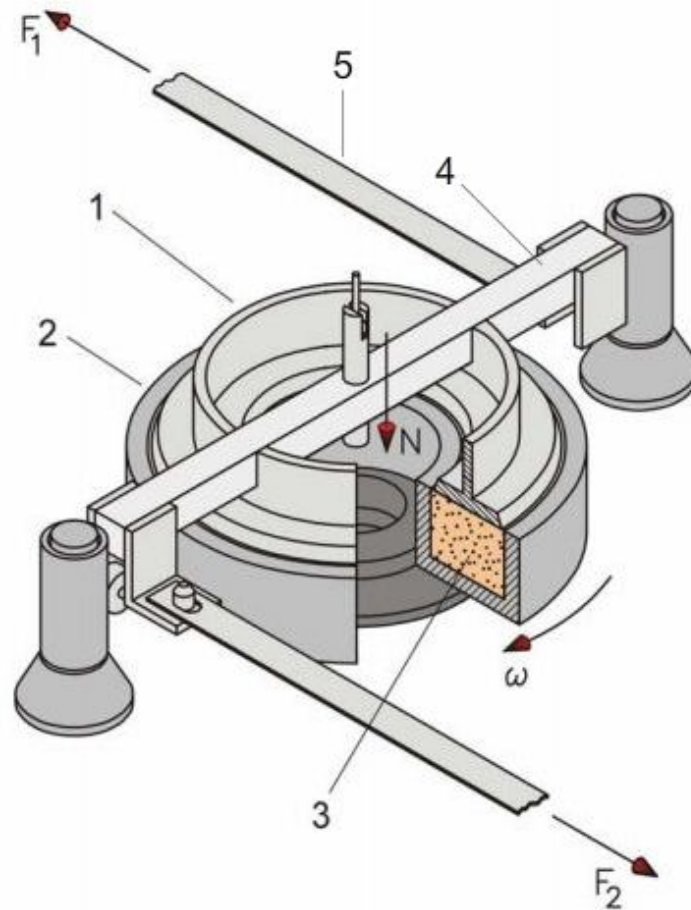


**Obrázek 24** Mezní tokové křivky změřené na čtyřech hladinách předsmykového napětí

## 2.4.2 Rotační smykový stroj

### 2.4.2.1 Základní popis rotačního smykového stroje

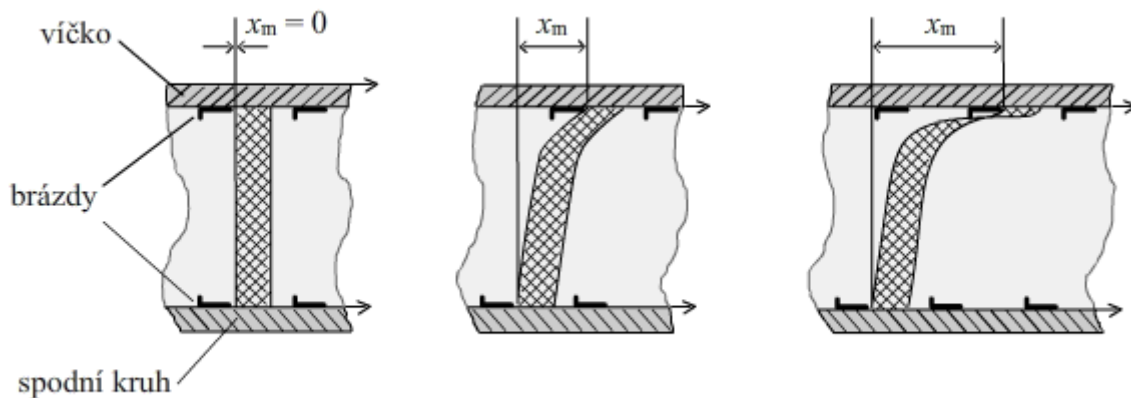
Rotační smykový stroj je zařízení pro měření tokových vlastností sypkých materiálů, jehož hlavní předností je neomezená délka smykové dráhy. Tato skutečnost do jisté míry eliminuje problémy s konsolidací vzorku.



**Obrázek 25** Základní princip rotačního smykového stroje

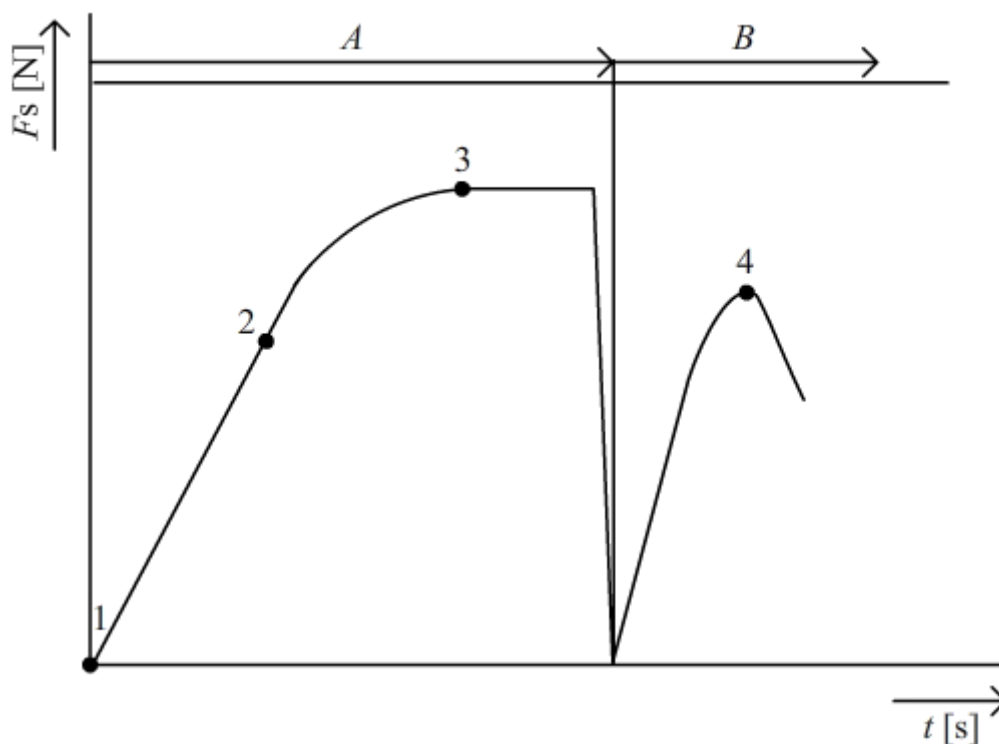
Obrázek 25 ilustruje princip rotačního smykového stroje. Vzorek partikulární látky (3) je umístěn ve smykové cele prstencovitého tvaru, tvořené spodním kruhem (2) a přítlačným víčkem (1). Závěs, na kterém je umístěno závaží, umožňuje vytvářet volitelnou normálovou sílu  $N$  působící na vzorek prostřednictvím přítlačného víčka. Motor zajišťuje rotační pohyb smykové cely se vzorkem ve směru naznačeném na Obrázku 25. Přítlačné víčko je udržováno ve své pozici pomocí spojovacích tyčí (5), čímž se mezi vzorkem a přítlačným víčkem vytváří smyková síla, která je prostřednictvím příčnicku (4) a na něj upevněných spojovacích tyčí (5) přenášena jako síla  $F_1$  a  $F_2$  k siloměrům. Smykové napětí je následně možno určit z hodnoty krouticího momentu. Úhlová rychlost rotace smykové cely  $\omega$  je po celou dobu měření konstantní. [12,13]

Vnitřní stěna víčka i vnitřní stěna spodní části spodního kruhu je zbrzděna (viz Obrázek 29), aby nedocházelo ke klouzání prášku na těchto stěnách a byl umožněn vznik smykové zóny (viz Obrázek 26).



**Obrázek 26** Ilustrace zkosení deformace v rotačním smykovém stroji

Pro zhuštění vzorku (předsmyk) je aplikováno vysoké normálové napětí. Siloměry měří po celou dobu testu smykovou sílu a jejich signál je po zesílení zesilovačem v určitém časovém intervalu zaznamenáván softwarem pro sběr dat. Po předsmyku je proveden vlastní smyk se sníženým normálovým napětím (měření smykové pevnosti). Smyk se provádí do doby, než dojde k náhlému snížení smykového napětí (viz Obrázek 27).[12]



**Obrázek 27** Časový průběh měření smykové síly na rotačním smykovém stroji



Na Obrázku 27 je zobrazena charakteristika smykové síly získána z měření vzorku sypkého materiálu na rotačním smykovém stroji. Část křivky nacházející se v oblasti *A* přísluší předsmyku, část křivky v oblasti *B* znázorňuje průběh závislosti smykové síly na čase během vlastního smyku. Mezi body 1 a 2 dochází k elastické deformaci, následované zhutněním materiálu mezi body 2 až 3. V čase odpovídajícím bodu 3 bylo ve vzorku dosaženo stavu ustáleného toku, který byl nadále po krátkou dobu udržován pro zajištění jeho stabilizace, načež bylo silové působení na smykovou celu přerušeno. Po poklesu měřené smykové síly na nulu bylo normálové napětí působící na smykovou rovinu vzorku a rotační pohyb měřící cely byl obnoven. Rychlý nárůst smykové síly nabývá svého maxima v bodě 4 a následuje rychlý pokles měřené smykové síly spojený s plastickou deformací částic materiálu. Hodnota smykové síly odpovídající maximu smyku (bod 4) je po přepočtu na smykové napětí spolu s hodnotou použitého normálového napětí vynesena jako smykový bod mezní tokové křivky.

#### **2.4.2.2 Rotační smykový stroj v praxi**

V 60. letech 20. století, tedy v době, kdy byly představeny první testovací stroje pro partikulární látky, byly tyto využívány pro navrhování tvarů zásobníků. Pro návrhy tvarů zásobníků bylo potřeba znát mechanické vlastnosti materiálů charakterizující dostatečně přesně jejich tokové vlastnosti. Pouze na základě spolehlivých údajů bylo možno předvídat, jak se bude daná látka v navrženém zásobníku chovat a předejít tak některým nežádoucím jevům, jako je například tvorba můstků (*arching*).

Nejčastěji používaným zařízením ke zjištění tokových vlastností sypkého materiálu byl Jenikeho smykový stroj. Měření na tomto stroji je ovšem spojeno s vysokými nároky na praxi operátora, jelikož je důležité precizně dodržet postup měření a vyhodnocení naměřených dat také vyžaduje určité zkušenosti. Navíc doba zkoušky se běžně pohybuje v rozmezí 1–2 hodin. Naproti tomu *Schulzův rotační smykový stroj RST-XS* je řízený počítačem nabízejícím automatické vyhodnocení měření, které trvá pouze několik minut a jedinými úlohami operátora je naplnění smykové cely, nastavení žádaného testu a vyprázdnění smykové cely po testu.

Na Obrázku 28 je zobrazen Schulzův rotační smykový stroj RST-XS, jehož základní součástí tvoří standardní smyková cela (1) obsahující 30 ml práškovitého vzorku, počítačem řízený konstrukční zátěžový systém (2) a dva siloměry pro určení smykového napětí ve vzorku (viz předchozí kapitola). Vytvoření smykové zóny uvnitř cely umožňuje její zbrázděný povrch (viz Obrázek 12).[14]



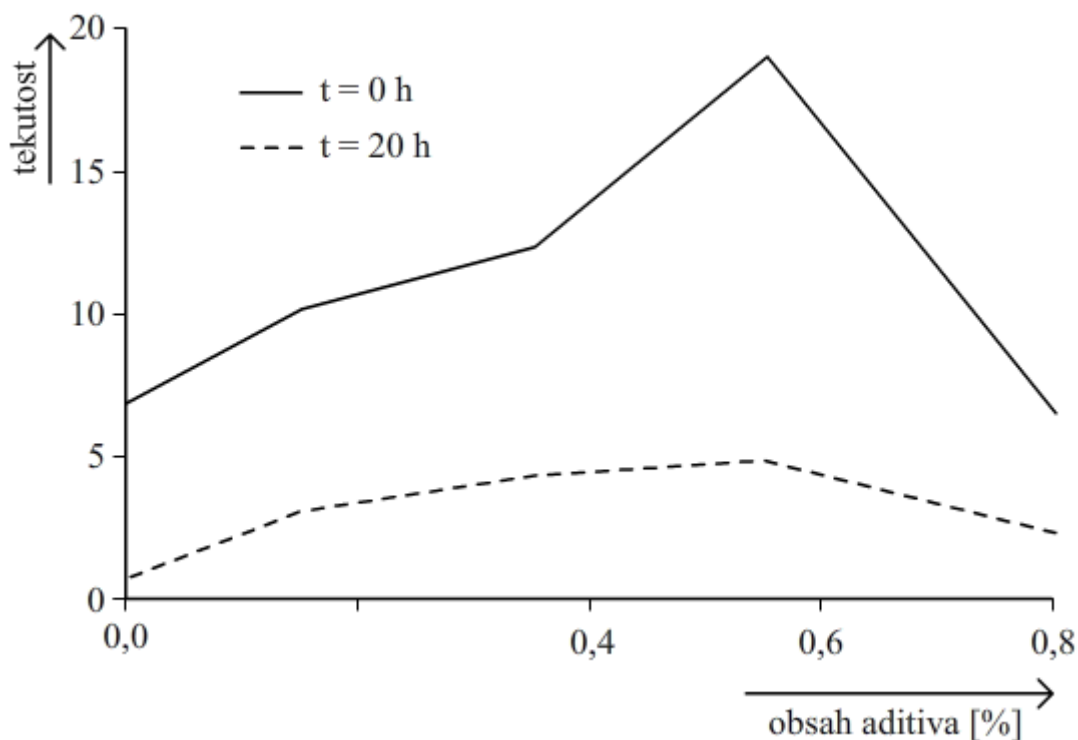
**Obrázek 28** Schulzův rotační smykový stroj

Schulzův rotační smykový stroj je produktem, který je díky své přesnosti a snadnosti obsluhy v dnešní době často využíván k měření tokových vlastností zejména práškovitých materiálů. Nejčastěji je používán ke srovnávání prášků, optimalizaci produktů nebo ke kvalitativní kontrole surovin. Přístroj měří nejen *tekutost*, ale také další fyzikální veličiny jako *vnitřní úhel tření vzorku*, *objemovou hmotnost*, *čas konsolidace* nebo *tření mezi materiálem a stěnou*. Je vhodný pro požadavky vztahující se k produktové charakterizaci, kontrole jakosti, porovnávacím zkouškám a dalším. Pro mnoho provozů jsou nezanedbatelnou výhodou tohoto zařízení relativně malé rozměry a hmotnost.[14]



**Obrázek 29** Zbrázděný vnitřní povrch smykové cely Schulzova smykového stroje

Důležitou veličinou měřitelnou na Schulzově smykovém stroji je tekutost  $f_{fc}$ , charakterizující úsilí nutné k zahájení toku materiálu (viz kapitola 2.2.3). Se zvyšující se tekutostí klesá odpor prášku k toku. Na Schulzově smykovém stroji lze snadno provést test vlivu aditiv na tokové vlastnosti upravovaného práškovitého materiálu tak, že budou provedeny smykové zkoušky na vzorcích s různým podílem aditiv.

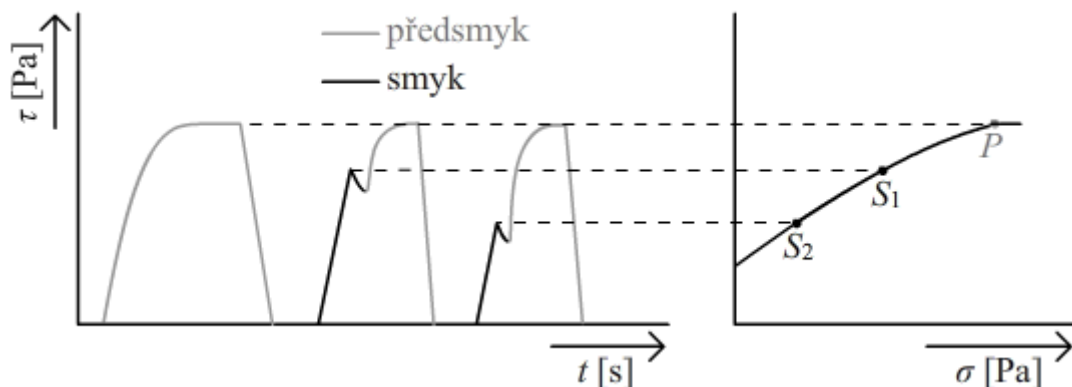


**Obrázek 30** Měření tekutosti na Schulzově smykovém stroji

Do grafu na Obrázku 30 je vynesena závislost tekutosti vzorku na obsahu aditiv usnadňujících tok. Zatímco křivka kreslená plnou čarou představuje okamžité vlastnosti materiálu, čárkovaná křivka znázorňuje výsledky měření na vzorku skladovaném v klidu po dobu 22 hodin (např. v zásobníku). Je zřejmé, že tekutost během skladování klesá, což indikuje náchylnost vzorku k časové konsolidaci. Dalším poznatkem z měření je skutečnost, že nejlepší tekutosti dosahoval vzorek při asi 0,55% obsahu aditiva a jeho větší obsah měl již na tekutost negativní vliv. [25]

V neposlední řadě je vhodné zmínit, že rotační smykové stroje jsou jedinými mezinárodně uznávanými zařízeními k měření tokových vlastností práškových a sypkých materiálů. Kromě toho, že je měření na těchto strojích snadné a rychlé, jsou tato zařízení velmi univerzální a lze pomocí nich měřit mechanické vlastnosti materiálů dobře i špatně tekoucích a dále také materiálů, během jejichž testování dochází k velké smykové deformaci. Možnost plynulé regulace normálového napětí v širokém rozmezí hodnot je pouze dalším faktorem poukazujícím na univerzálnost tohoto zařízení. [15]

Rotační smykové stroje jsou často využívány tam, kde není možné použít pro testování větší množství vzorku. Důvodem není pouze malý objem cely, ale také skutečnost, že lze na jedno naplnění cely provést více měření na jedné předsmykové hladině napětí – na rozdíl od limitovaného posuvného pohybu Jenikeho smykového stroje dovoluje rotační pohyb nekonečnou dráhu zkoušky a díky tomu lze z jediného vzorku (naplnění cely) získat dostatek dat pro sestavení mezní tokové křivky materiálu (viz Obrázek 31).[13]



**Obrázek 31** Získání více smykových bodů během měření na jednom vzorku

Výše uvedený obrázek znázorňuje průběh měření smykového napětí na jednom vzorku, během kterého byly získány 2 smykové body. Na rozdíl od měření na Jenikeho smykovém stroji bylo v tomto případě normálové napětí po prvním smyku opět zvýšeno na hodnotu předsmykového napětí, načež došlo k opětovnému dosažení stavu ustáleného toku umožňujícího provedení druhého smyku při níže zvoleném normálovém napětí. Tímto postupem lze pokračovat až k dosažení potřebného počtu smykových bodů.

K nevýhodám Schulzeho rotačního smykového stroje patří jeho příliš mohutná konstrukce nevhodná pro měření za nízkých napětí. Také tvrdé ložisko víčka smykové cely může způsobit nerovnoměrné rozložení napětí ve smykové cele, pokud tato není naplněna zcela homogenně. Další nevýhodou je nemožnost odejmutí smykové cely se vzorkem ze stroje za účelem provedení časové konsolidace mimo zařízení. Nelze také provádět zkoušku vnějšího tření, pro určení tření mezi materiálem a například stěnou nádoby. [15]

## 2.5 Standardní postup smykové zkoušky – SSTT

### 2.5.1 Motivace vytvoření standardu

Nejvíce používaným a všestranným zařízením pro měření tokových vlastností partikulárních hmot byl a také v současnosti stále je Jenikeho smykový stroj (*Jenike Shear Cell – JSC*). V roce 1979 k tomuto závěru došel také J. Schwedes a na tomto základě se Pracovní skupina pro mechaniku partikulárních hmot (*Working Party on the Mechanics of Particulate Solids – WPMPS*) rozhodla tuto měřicí techniku prozkoumat podrobněji. [11]

Pro ověření opakovatelnosti metody byly do více než dvaceti laboratoří na celém světě rozeslány vzorky jemného vápenného prášku a v každé z nich byly provedeny měření jeho tokových vlastností podle postupu dané laboratoře. Analýzou získaných výsledků, které byly

často významně rozdílné, došla *WPMPS* k závěru, že pro měření tokových vlastností partikulárních látek na *JSC* je nutno specifikovat standardní postup smykové zkoušky tak, aby byly vyloučeny odchylky způsobené, konstrukcí zařízení a metodikou vyhodnocování naměřených hodnot. *WPMPS* proto ustanovila skupinu, jejímž cílem bylo vypracování Standardního postupu smykové zkoušky (*Standard Shear Testing Technique – SSTT*). Řešitelem a koordinátorem tohoto úkolu bylo pověřeno Československo se skupinou ÚTZCHT ČSAV pod vedením dr. Jana Novosada, ve které figurovat mimo jiné též Ing. Tomáš Svěrák, CSc. Dr. A. W. Jenike poskytl této skupině potřebné podrobné informace pro obsluhu *JSC*, které nebyly uvedeny v manuálu „*Provozní předpis zkušebního zařízení parametrů toku a konsolidační lavice (1979)*“, který připravila společnost Jenike & Johanson ke svému zařízení. Standardní postup smykové zkoušky vytvořený na základě podpory Dr. Jenike a zkušeností členů *WPMPS* byl v některých detailech pozměněn a dále rozpracován.

Současný postup je založen na aktuálním stavu znalostí a dovedností, ale očekává se, že *SSTT* bude po dalším výzkumu revidována. Jelikož terminologie užívaná v oblasti mechaniky partikulárních hmot není kompletně standardizována, sestavila *WPMPS* *Slovník termínů*. [16]

## **2.5.2 Postup při smykové zkoušce pro okamžitý tok**

### **2.5.2.1 Výběr vzorků**

Výběr reprezentativního vzorku je základním předpokladem pro získání důvěryhodných výsledků. Kromě vlivu takových faktorů, jako je vlhkost, zrnitost, teplota nebo složení směsi má na získané výsledky vliv také nakypření materiálu. Proto je nutné na každý test použít nový vzorek materiálu a doporučené minimální množství materiálu na zkoušku je 10 litrů. Pokud není možné takovéto množství materiálu zajistit, je potřeba použitý vzorek před opětovným měřením nakypřit.

Vliv vlhkosti na tekutost partikulárních hmot nelze zanedbávat. Jelikož vlhkost materiálu je v rovnováze s okolní vlhkostí, je pro zabránění vypařování nebo absorbování vody ve vzorku nutné skladovat vzorky po dobu zkoušek v hermeticky uzavřených obalech a tyto otevírat pouze při zkouškách. Také je důležité, aby byl vzorek reprezentativním obrazem proměřované partikulární hmoty. Aby se předešlo nehomogenitě vlhkosti ve vzorku, musí se tento pečlivě promíchávat a doba manipulace se vzorkem během testu musí být co nejkratší.

Méně důležitý je vliv zrnitosti vzorku. Během toku dochází k promíchávání různě velkých zrn, velké částice jsou při smyku v těsném kontaktu prostřednictvím částic menších. Větší zrna jen nepatrně přispívají k soudržnosti sypkého tělesa, proto jsou tokové vlastnosti sypké hmoty závislé především na vlastnostech jemné frakce. Smyková cela standardních rozměrů je vhodná pro zkoušky sypkých hmot s velikostí zrna do 5 % průměru smykové cely a větší zrna je nutné ze vzorku odstranit. Opakují-li se zkoušky na tomtéž vzorku, je potřeba kromě nakypření vzorku zamezit ztrátě jemných částic např. ventilací.

Naopak teplota může mít pozoruhodně velký vliv na tokové vlastnosti sypké hmoty. Měření tokových vlastností takovýchto vzorků vyžaduje stroj a konsolidační lavici s možností regulace teploty nebo alespoň tepelně stabilní místnost.

Vliv vibrací na smykovou pevnost sypkého tělesa je nezanedbatelný – účinkem vibrací se smyková pevnost značně zvětšuje. Smyková cela nesmí být po dobu zkoušky vystavena působení ani vibračním od pohonu snímacího hrotu ani žádným otřesům z okolí. [16]

### 2.5.2.2 Volba smykové cely

Standardní velikost smykové cely (viz Tabulka 2) by měla být používána při měření látek s měrnou hmotností v rozmezí od 300 do 2400 kg · m<sup>-3</sup>. Pro materiály s hustotou menší než 300 kg · m<sup>-3</sup> nebo pro test prováděný s nízkým normálovým napětím je vhodné použít smykovou celu vyrobenou z lehkých kovů. Pro velká normálová napětí a partikulární hmoty s hustotou větší než 2400 kg · m<sup>-3</sup> může být v případě nedostatečného rozsahu snímače použita smyková cela s menším průměrem.

### 2.5.2.3 Určení normálového a smykového napětí

Normálové napětí na smykovou rovinu je přímo úměrné hmotnosti zátěže a lze jej určit následujícím vztahem:

$$\sigma = \frac{F_V}{A} = \frac{(m_B + m_L + m_H + m_W + m_R) \cdot g}{A}, \quad (2.25)$$

kde  $\sigma$  je normálové napětí [Pa],  
 $A$  je plocha příčného řezu smykové cely [m<sup>2</sup>],  
 $F_V$  je vertikálně působící síla [N],  
 $m_B$  je hmotnost sypného tělesa [kg],  
 $m_L$  je hmotnost smykového víčka [kg],  
 $m_R$  je hmotnost smykového kroužku [kg],  
 $m_H$  je hmotnost závěsu [kg],  
 $m_W$  je hmotnost závaží [kg],  
 $g$  je gravitační zrychlení (9,81 m · s<sup>-2</sup>).

Smykové napětí je vyjádřeno následujícím vztahem:

$$\tau = \frac{F_s}{A} \quad (2.26)$$

kde  $\tau$  je smykové napětí [Pa]  
 $F_s$  je smyková síla odečtená z kalibrovaného snímače [N].

Z rovnice (2.25) je zřejmé, že k určení normálového napětí působícího na smykovou rovinu je nutné sečíst hmotnosti všech složek působících na smykovou rovinu, včetně hmotnosti samotného měřeného sypného tělesa. Hodnotu působícího normálového napětí lze tedy regulovat pomocí sady závaží o různé hmotnosti  $m_W$ . Hmotnost závaží vyvozující předsmykové normálové napětí se může zaokrouhlit nahoru k celému kg, jestliže hmotnost závaží je větší než 4 kg a nahoru k 0,5 kg, pokud je menší než 4 kg. Hmotnost závaží při vyvození normálového napětí při vlastním smyku lze zaokrouhlit na celý kilogram, je-li hmotnost větší než 6 kg, na 0,5 kg, je-li celková hmotnost 2–6 kg a na 0,1 kg, je-li menší než

2 kg. Toto zaokrouhlení je ovšem přípustné pouze pro volbu závaží, celkové normálové napětí je nutno vypočítat podle rovnice (2.25) s přesností na 10 Pa.

Zatímco určování normálového napětí dle rovnice (2.25) obsahuje člen  $m_B$ , popisující hmotnost celého objemu sypného tělesa v cele, pro vykreslení grafu závislosti  $\sigma$  na  $\tau$  je nutno počítat pouze s hmotností sypného tělesa v objemu nad rovinou smyku, protože pouze tato část materiálu přispívá k normálovému napětí na smykovou rovinu. Tuto korigovanou hodnotu  $m_B$  lze určit z hodnot hmotnosti sypného tělesa v cele po smykovém testování a objemu smykové misky a smykového kroužku. Tento postup předpokládá konstantní sypnou hmotnost ve smykové cele a jeho přesnost nabývá význam zejména pro zkoušky za aplikace velice nízkého normálového napětí.

#### 2.5.2.4 Výběr normálového napětí pro předsmyk

Pro určení vhodného normálového napětí pro předsmyk je nutno znát alespoň přibližnou hustotu měřené partikulární hmoty. Tuto lze odhadnout zvážením smykového kroužku s upěchovaným a zarovnaným materiálem a následným vydělením jeho objemem. Pro další předsmyková napětí se doporučuje použití postupně dvojnásobku, čtyřnásobku a osminásobku hodnoty prvního předsmykového napětí  $\sigma_{p1}$ , jehož hodnoty v závislosti na hustotě sypného materiálu jsou uvedeny v následující tabulce.

*Tabulka 3 Výběr normálového napětí dle hustoty*

$\rho_b$ (kg · m <sup>-3</sup> )	$\sigma_{p1}$ (kPa)
<300	≈ 1,5
300–800	≈ 2,0
800–1600	≈ 2,5
1 600–2 400	≈ 3,0
2 400>	≈ 4,0

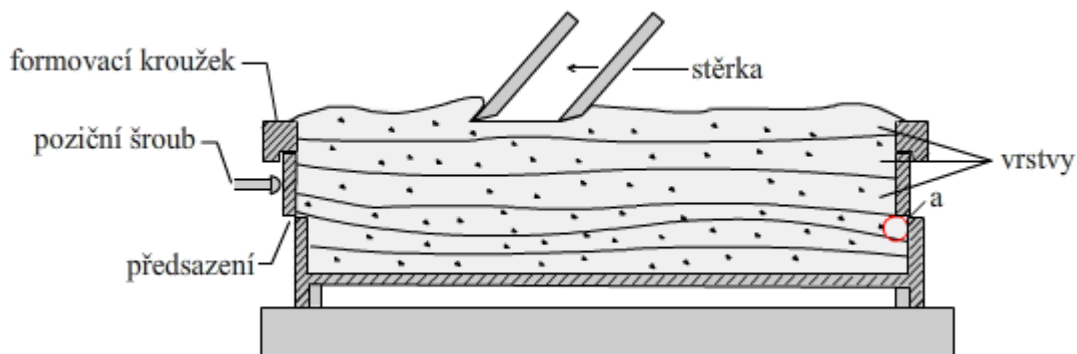
Z výše uvedeného vyplývá, že měření by mělo probíhat až na 4 hladinách předsmykového normálového napětí, přičemž pro každé předsmykové napětí je doporučeno provést 3–5 smykových zkoušek s hodnotami napětí z rozmezí 25–80 % předsmykového normálového napětí. Pro zajištění spolehlivosti měření by měla být každá smyková zkouška provedena nejméně dvakrát.

#### 2.5.2.5 Příprava vzorku

Po umístění smykového kroužku do předsazené polohy na smykovou misku tak, aby byl přesah roven tloušťce stěny misky, což je zajištěno pozičními šrouby (viz Obrázek 32) a přiložení formovacího kroužku lze přistoupit k plnění měřicí cely.

Plnění měřicí cely by mělo probíhat v malých horizontálních vrstvách pomocí lžice nebo lopatky tak, aby nebyl na předchozí vrstvu vyvíjen tlak. Během plnění je nutno zamezit vzniku dutiny v místě, kde jsou smykový kroužek a smyková miska přesazeny (viz místo *a* na

Obrázku 32). Plnění cely je ukončeno přesažením horního okraje formovacího kroužku materiálem a přebytek materiálu je nutno opatrně odstranit v malých množstvích náhodným příčným pohybem stěrky naznačeným na Obrázku 32.



**Obrázek 32** Způsob plnění měřicí cely a odstraňování přebytku vzorku

Po zarovnání povrchu materiálu lze přistoupit k dalšímu kroku přípravy vzorku – předkonsolidaci. Tato se provádí umístěním twistovacího víčka (viz Obrázek 18) na zarovnaný materiál a jeho následným zatížením pomocí závěsu se závažími hmotnosti  $m_{Wtw}$ . Je nutno postupovat opatrně, aby nedocházelo k vytlačování a kypření materiálu v měřicí cele. V této fázi dochází ke stlačování materiálu a zejména u vzorků tvořených jemnými prášky je potřeba určitou dobu vyčkat, než z materiálu unikne vzduch. Následně jsou závěs i konsolidační víčko postupně odstraněny. V závislosti na míře stlačitelnosti materiálu je nutno opakovat kroky plnění a předkonsolidace až do doby, kdy bude úroveň konsolidačním tlakem stlačeného materiálu dostatečně vysoko nad úroveň smykového kroužku. Dostatečná výška je též závislá na počtu twistů, které budou na vzorek aplikovány v následujícím kroku a je potřeba využít zkušeností k jejímu odhadu. Nedosažení potřebné výšky stlačeného materiálu po předkonsolidaci způsobí znehodnocení vzorku pro měření v následujícím kroku s nutností opakování celé zkoušky.

Třetím krokem v přípravě vzorku ke smykové zkoušce je twistování. Na předkonsolidovaný materiál se položí twistovací víčko, které má na rozdíl od smykového víčka hladký povrch a na něj se zavěsí závaží o hmotnosti  $m_{Wtw}$ , které již bylo použito během předkonsolidace. Ještě před položením twistovacího víčka je nutné zkontrolovat, zda je povrch stlačeného materiálu v měřicí cele vodorovný a pokud tomu tak není, neproběhlo plnění a předkonsolidace správně a celý postup je potřeba opakovat. Samotné twistování se zakládá na cyklickém pootáčení twistovacího víčka o  $90^\circ$  a zpět, kdežto jeden cyklus představuje právě pootáčení o  $90^\circ$  včetně návratu do původní polohy. Pohyb twistovacího víčka je vyvozován pomocí twistovací páky (viz Obrázek 18). Smykový a formovací kroužek musí být v navzájem nezávisle otočné poloze, jelikož rotace smykového kroužku, přestože je velmi malá, má velký vliv na správnou konsolidaci materiálu.

Technika twistování je poměrně náročná na obsluhu. Jednou rukou je pohybováno pomocí twistovací páky twistovacím víčkem, zatímco druhá ruka fixuje polohu smykového kroužku



ve výchozí poloze. Pohyb twistovacího víčka musí být plynulý a doba jednoho cyklu by měla být asi jednu sekundu. Velmi důležité je postupovat tak, aby během twistování nevznikaly síly působící kolmo na víčko – v opačném případě nedojde k rovnoměrnému rozložení normálového napětí na povrch vzorku, stlačení materiálu bude nerovnoměrné, což se projeví viditelným sklonem povrchu materiálu po sejmutí twistovacího víčka a na takto připraveném vzorku nelze provést smykovou zkoušku. Optimální výška stlačeného materiálu nad okrajem smykového kroužku po twistování se pohybuje v rozmezí 1–3 mm. Pokud dojde po twistování ke stlačení materiálu pod úroveň horní hrany smykového kroužku, je nutno přípravu vzorku opakovat. Nadbytečný materiál je nutno odstranit pomocí stěrky způsobem naznačeným na Obrázku 32.

### 2.5.2.6 *Optimalizace*

Cílem této fáze je potřeba nalezení optimálního počtu twistů a normálového napětí  $\sigma_{tw}$  pro přípravu kriticky konsolidovaného vzorku (viz kapitola č. 2.3.1.2). Optimalizaci je nutno provést pro každou hladinu předsmykového napětí.

Na rovinu připraveného vzorku se umístí smykové víčko tak, aby se kolík konzoly opíral o smykový kroužek a konzola byla v ose pohybu snímacího hrotu. Následně je na smykové víčko pomocí závěsu se závažím aplikováno normálové napětí  $\sigma_p$ . Provede se měření na celé využitelné dráze odpovídající součtu tloušťek stěn, přičemž je nutno zamezit houpání a točení závěsu se závažím. Z výsledku měření lze posoudit, zda je vzorek podkonsolidován, kriticky konsolidován nebo překonsolidován (viz Obrázek 21) a případně upravit počet twistů nebo hodnotu normálového napětí působícího na vzorek během twistování. V případě zjištění podkonsolidovaného vzorku je nutno postupně zvyšovat počet twistů, dokud nebude získán kriticky konsolidovaný vzorek, přičemž zvyšování počtu twistů se provádí do maximálního počtu 50 twistů. Pokud ani tento počet twistů neumožní získání kriticky konsolidovaného vzorku, je nutno přistoupit ke zvýšení normálového tlaku působícího na vzorek během twistování a to o hodnotu asi  $0,5 \sigma_p$  a opět hledat optimální počet twistů pro dosažení kriticky konsolidovaného vzorku při zvýšeném normálovém napětí. Naopak pokud je po první zkoušce vzorek vyhodnocen jako překonsolidovaný, je potřeba počet twistů snižovat až na hodnotu 5, případně snížit normálové zatížení.

K vyhodnocení závislostí získaných během optimalizace a určení stavu konsolidace vzorku je potřebná určitá zkušenost – získané křivky závislosti síly na čase totiž nejsou vždy hladké jako na Obrázku 21, ale mohou vykazovat určité odchylky. Pro určení kriticky konsolidovaného vzorku je vhodné znát vzhled závislosti síly na čase u překonsolidovaného i podkonsolidovaného vzorku a mezi těmito stavy hledat stav kriticky konsolidovaný, přičemž se vždy postupuje od překonsolidovaného vzorku, tzn. snižováním počtu twistů (případně normálového napětí). [16]

Vzhledem k potřebě provedení vlastního smyku na vzorku s ustálenou hodnotou smykového napětí, je nutné tohoto napětí dosáhnout v průběhu 75 % délky dráhy limitované dvojnásobkem tloušťky stěny smykového kroužku. Tuto skutečnost je potřeba zohlednit během optimalizace a pokusit se najít přesně takový počet twistů, aby k ustálenému stavu toku došlo co nejdříve.

### 2.5.2.7 Smyková zkouška

Smykové zkoušky probíhají postupně pro každou hladinu předsmykového napětí. Pomocí optimalizace, popsané v předchozí kapitole, bylo pro každé předsmykové napětí nalezeno optimální normálové napětí aplikované na povrch vzorku a počet twistů umožňující přípravu kriticky konsolidovaného vzorku. Tyto poznatky jsou využity ve smykové zkoušce, na základě které je získán jeden bod tokové čáry. Pro vykreslení tokové čáry charakterizující jedno předsmykové napětí je tedy nutné provést minimálně tři smykové zkoušky.

První fáze smykové zkoušky, na konci které dochází k ustálenému toku sypké hmoty, je označována jako předsmyk. Jedná se prakticky o totožný postup jako během optimalizace s tím rozdílem, že je již známo normálové napětí a počet twistů, které mají být použity pro získání kriticky konsolidovaného vzorku. Po dosažení hodnoty smykového napětí  $\tau_p$  indikující ustálený tok materiálu (viz Obrázek 21) je ve zkoušce pokračováno ještě na dráze asi 0,5 mm, což umožní případnou stabilizaci a ověření ustáleného toku. Stálost hodnoty  $\tau_p$  smykového napětí při ustáleném toku po předsmyku je mírou reprodukovatelnosti konsolidace, přičemž správně konsolidovaný vzorek by neměl vykazovat odchylku hodnoty  $\tau_p$  větší než  $\pm 5\%$  od průměrné hodnoty pro dané normálové napětí při předsmyku. Po ověření stavu ustáleného toku je dopředný pohyb snímacího hrotu zastaven a reverzací vrácen zpět do polohy, kde nepůsobí na konsolu žádnou silou – smykové napětí vykreslené v grafu závislosti na čase je nulové. Jak již bylo zmíněno v předchozí kapitole, k tomuto stavu by mělo dojít nejpozději do 75 % dráhy, která je k dispozici a nejlépe ještě před překrytím smykové misky se smykovým kroužkem.

Obnovením dopředného pohybu snímacího hrotu přechází smyková zkouška z fáze předsmyku do fáze vlastního smyku. Dříve je ale nutno na vzorek aplikovat zvolené normálové napětí pro vlastní smyk. Hodnoty minimálně tří normálových napětí pro vlastní smyk jsou voleny z rozmezí 25–80 % daného předsmykového normálového napětí. Snižování aplikovaného normálového napětí se doporučuje provádět odnímáním závaží ze závěsu. V případech, kdy je potřeba dosáhnout normálového napětí nižšího než vyvozuje samotný závěs, je nutné závěs odstranit a závaží opatrně umístit na smykové víčko.

Interakce snímacího hrotu pohybujícího se proti konzole vyvolá růst měřeného smykového napětí až do maxima  $\tau_s$  a jeho následný pokles (viz Obrázek 23). Hodnota  $\tau_s$  je smykové napětí při zborcení smykové roviny pro zvolené normálové napětí na vybrané hladině předsmyku. Přestože je již získána potřebná hodnota  $\tau_s$ , dopředný pohyb snímacího hrotu by měl pokračovat až do konečné pozice smykového kroužku, aby vznikla jasná smyková rovina, jejíž polohu je nutno na konci smykové zkoušky zkontrolovat. Kontrola se provádí opatrným nadzvednutím smykového kroužku i s materiálem a zhodnocením polohy smykové roviny. Pokud není smyková rovina shodná s rovinou dělicí smykovou miskou a smykový kroužek (smyková rovina stoupá nebo klesá), je smyková zkouška neplatná a je nutno ji opakovat. Kontrola smykové roviny je neproveditelná pro vzorky tvořené volně tekoucím sypkým materiálem a v těchto případech je od ní upuštěno.

Vzhledem k tomu, že k vykreslení závislosti normálového a smykového napětí je potřeba k hodnotě normálového napětí zahrnout také normálové napětí způsobené tíhou materiálu nad

rovinou smyku, po každé smykové zkoušce by mělo proběhnout stanovení objemové hmotnosti materiálu v měřicí cele  $\rho_b$ . Hodnoty  $\rho_b$  pro jednotlivé smykové zkoušky na dané předsmykové hladině by měly být identické (resp. velmi blízké) – tato skutečnost umožňuje detekci nekorektně připraveného vzorku a vyřazení dané smykové zkoušky z výsledků měření.

### 2.5.2.8 Poměrné rozdělení

Během reálných zkoušek nelze opakovaně dosáhnout stejné hodnoty předsmykového napětí pro danou hladinu předsmyku, protože nikdy není k dispozici dokonale homogenní materiál a ani přípravu vzorku nelze dokonale opakovat. Rozptyl hodnot  $\tau_p$  ovlivňuje změřené velikosti smykového napětí a proto je nutno takto způsobené nepřesnosti měření minimalizovat pomocí korigování naměřených hodnot  $\tau_s$  vůči rozptylu hodnot předsmykového napětí  $\tau_p$ . Tento empirický postup je označován jako poměrné rozdělení a přepočtené hodnoty  $\tau'_s$  získáme z naměřených hodnot  $\tau_s$  pomocí následujícího vztahu:

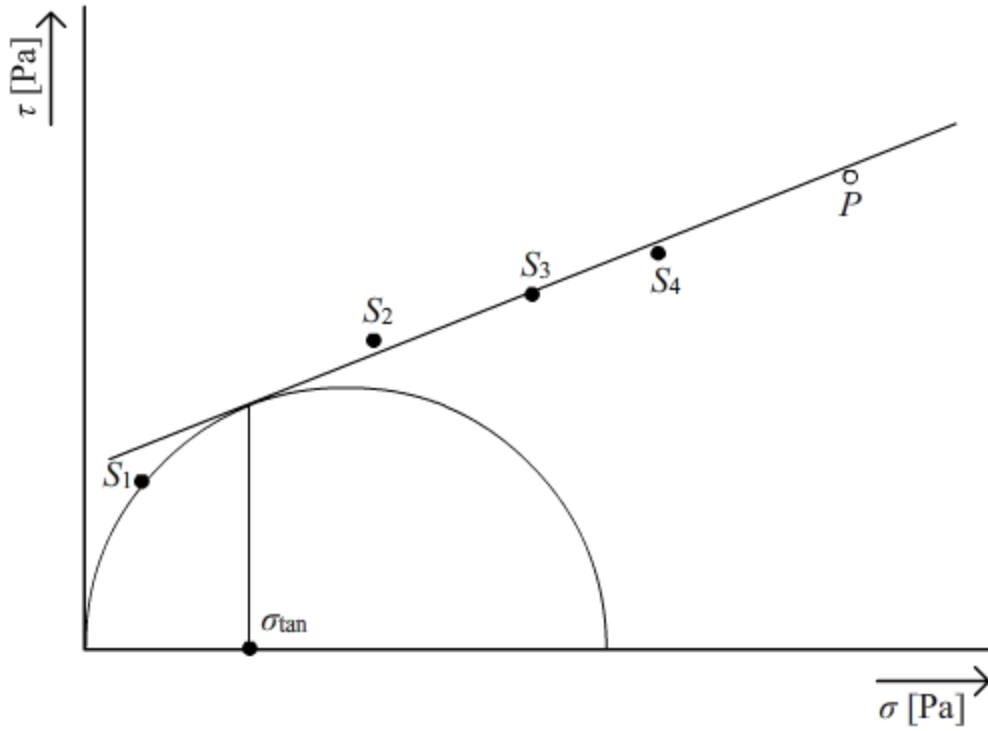
$$\tau'_s = \frac{\tau_s \bar{\tau}_p}{\tau_p}, \quad (2.27)$$

kde  $\bar{\tau}_p$  je průměrná hodnota předsmykových napětí  $\tau_p$  na dané hladině předsmyku [Pa],  
 $\tau_s$  je změřené smykové napětí [Pa],  
 $\tau'_s$  je korigované smykové napětí [Pa].

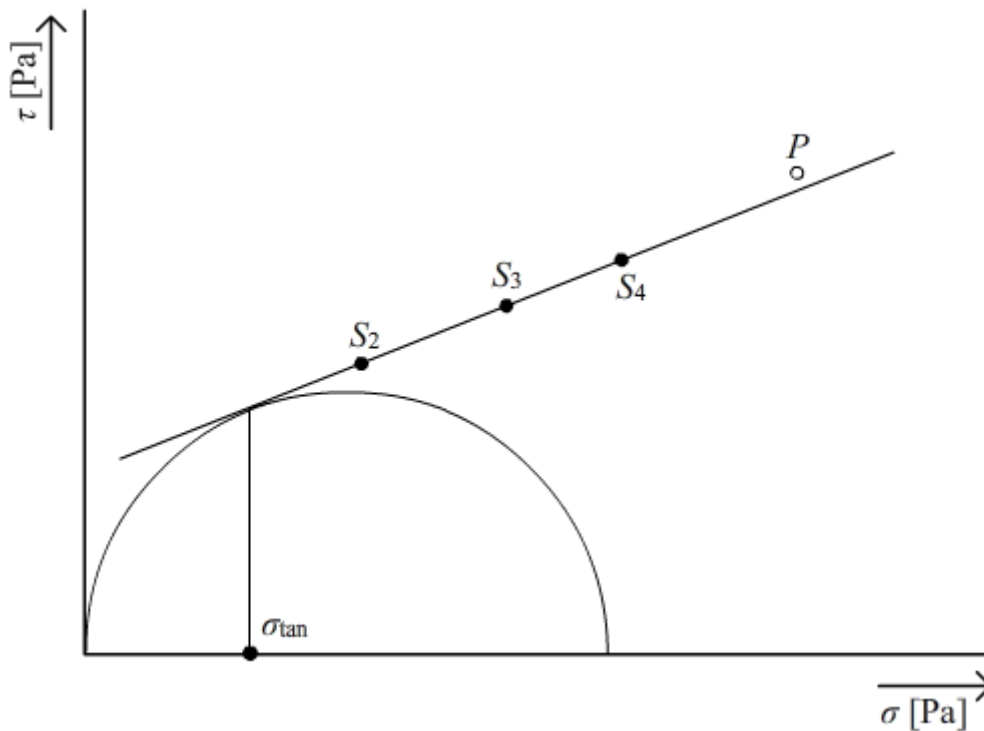
### 2.5.2.9 Vymezení platných smykových bodů

K určení platných smykových bodů je potřeba sestavit diagram závislosti tečného napětí k normálovému napětí (viz Obrázek 33). Do tohoto diagramu jsou vyneseny smykové body  $S_{1i}$  získané z přepočtených a průměrných naměřených hodnot smykových napětí a z bodu předsmyku  $P_i$  ( $\sigma_p$ ,  $\tau_{pi}$ ). Třemi nejvýše položenými body  $S_2$ ,  $S_3$ ,  $S_4$  se proloží přímka (Obrázek 33). Pokud tato přímka protne bod předsmyku  $P$  nebo probíhá nad ním, lze ji použít pro výpočet. V případě, kdy přímka leží pod bodem  $P$  (Obrázek 34), je nutno ji překreslit tak, aby procházela bodem  $P$  a zároveň byla proložena body  $S_2$ ,  $S_3$ ,  $S_4$ , které musí být opraveny (Obrázek 35) a takto překreslená křivka může být použita pro výpočet.

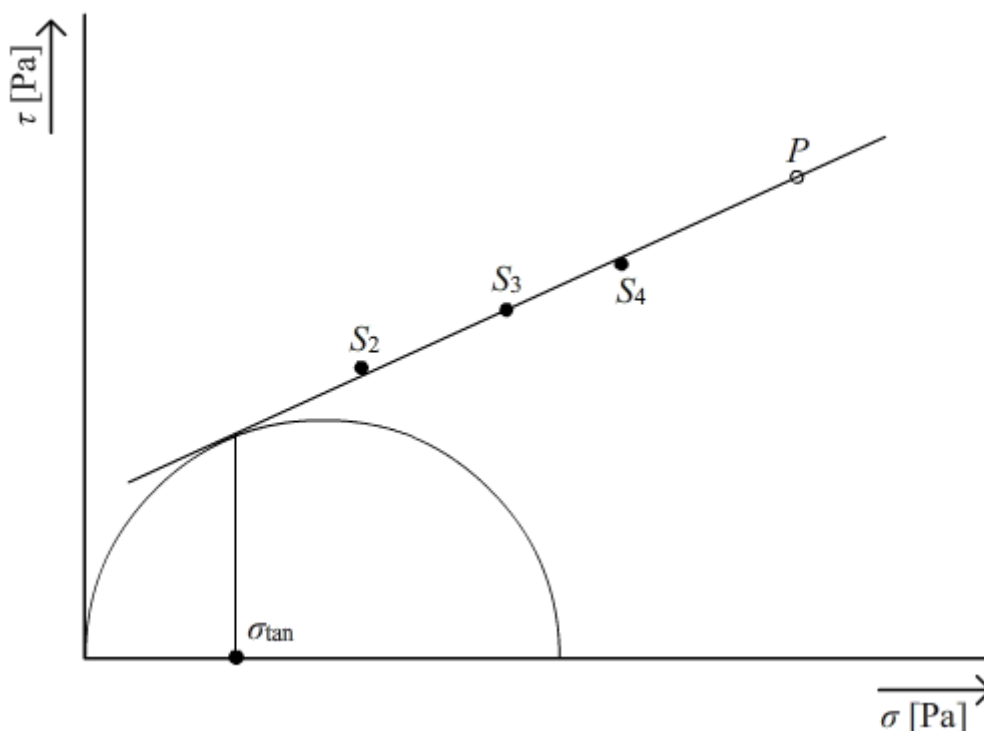
Po proložení přímky třemi nejvýše položenými body  $S_i$  výše uvedeným postupem je potřeba sestavit Mohrovu kružnici tak, aby procházela počátkem diagramu a byla tečná k této přímce (viz Obrázek 33 nebo 35). Bod dotyku Mohrové kružnice a přímky určuje tečné napětí  $\sigma_{tan}$ . Pouze body  $S_i$ , které leží v oblasti odpovídající tečnému napětí vyššímu než  $\sigma_{tan}$  (napravo od místa dotyku přímky a Mohrové kružnice) jsou platné. Neplatné body je vhodné nahradit novými smykovými body  $S_i$  pro napětí  $\sigma_{S1} = \sigma_{tan}$ .



**Obrázek 33** Přímka procházející nad bodem předsmyku – platné smykové body



**Obrázek 34** Přímka procházející pod bodem předsmyku – neplatné smykové body



**Obrázek 35** Překreslená křivka procházející bodem  $P$  a proložená smykovými body

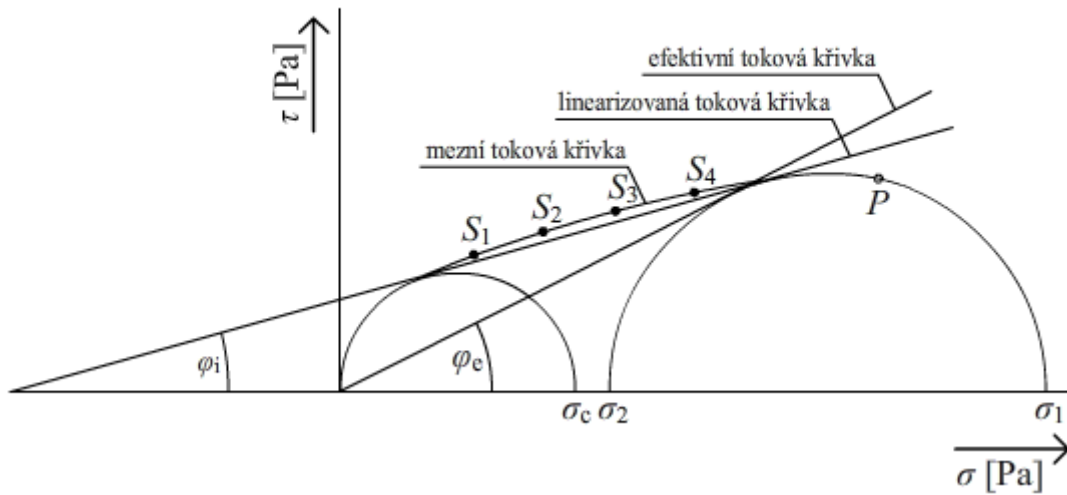
#### 2.5.2.10 Zpracování dat

Vyhodnocování během měření získaných dat probíhá odděleně pro každou hladinu předsmykového normálového napětí. Následně ale mohou být všechny body vykresleny v rámci jednoho diagramu charakterizujícího tokové vlastnosti sypného materiálu – tzv. *pevnostního diagramu*.

Všechny smykové body pro jednu hladinu předsmykového napětí vyhodnocené jako platné, včetně předsmykového bodu, jsou vykresleny v souřadnicích  $\sigma$ ,  $\tau$ . Pokud extrapolovaná přímka proložená platnými smykovými body prochází pod předsmykovým bodem  $P$ , je nutno ji překreslit v předchozí kapitole popsaným způsobem. Dále je sestrojena Mohrova kružnice tak, aby procházela počátkem diagramu a zároveň byla tečná k mezní tokové křivce (viz Obrázek 36). *Mezní toková křivka* je obvykle hladká křivka s malou křivostí konkávního typu pro mnoho sypkých těles uspokojivě nahraditelná přímkou. Průsečík Mohrovy kružnice s osou  $\sigma$  vyznačuje *tlakovou pevnost*  $\sigma_c$ . V dalším kroku je vytvořena druhá Mohrova kružnice procházející bodem  $P$  tečná k mezní tokové křivce. Průsečík druhé kružnice s osou  $\sigma$  určuje hlavní napětí při konsolidaci  $\sigma_1$ .

Konstrukcí *linearizované tokové mezní křivky*, která je tečnou k oběma Mohrovým kružnicím, lze mezi linearizovanou tokovou mezní křivkou a osou  $\sigma$  určit *úhel vnitřního tření*  $\varphi_i$  zkoumané sypké hmoty pro dané  $\sigma_1$  (viz Obrázek 36). Přímka procházející počátkem diagramu tečná k Mohrově kružnici procházející bodem  $P$  je označována jako *efektivní toková křivka* a úhel, který svírá s osou  $\sigma$  jako *efektivní úhel vnitřního tření*  $\varphi_e$ .

Postupem popsaným v této kapitole lze stanovit hodnoty  $\sigma_c$ ,  $\varphi_i$  a  $\varphi_e$  pro danou hodnotu  $\sigma_1$ . Vyhodnocením těchto parametrů také pro ostatní zvolená předsmyková napětí, lze stanovit závislost  $\sigma_c$  na  $\sigma_1$  označovanou jako toková funkce pro okamžitý tok charakterizující tokové vlastnosti zkoumané sypké hmoty.



**Obrázek 36** Mohrovy kružnice, úhly vnitřního tření a mezní toková křivka

## 3 PRAKTICKÁ ČÁST

### 3.1 Experimentální Jenikeho smykový přístroj

Měření sypných vlastností jemných práškovitých materiálů bylo provedeno na experimentálním Jenikeho smykovém přístroji, který je na Fakultě chemické VUT v Brně realizován v rámci řešení projektu Fondu rozvoje vysokých škol (FRVŠ) 1735/2012 „Aparatura měření sypných vlastností práškovitých materiálů“, kterého jsem spoluřešitel (dále jen „smykový přístroj“).



*Obrázek 37 Experimentální Jenikeho smykový přístroj*

Smykový přístroj je umístěn na betonovém podkladu, jehož horní plocha bezprostředně přicházející do kontaktu se smykovým přístrojem je za účelem tlumení vibrací z okolí tvořena asi 3cm vrstvou písku. Pro zamezení úrazu nebo poškození stroje, je část přesahující betonový podklad chráněná sklopitelnou obvodovou tyčí. Vzhledem k tomu, že smykový přístroj sestává z mnoha snadno poškoditelných a nákladných součástí, je k dispozici plechový kryt s možností uzamknutí přístroje klíčem.

#### 3.1.1 Dosažení potřebných normálových napětí

Aplikace normálového napětí pro konsolidaci a následnou smykovou zkoušku vzorku je na tomto přístroji řešena pomocí závěsu a sady pěti závaží. Tato závaží byla přímo zhotovena dle hmotností potřebných k dosažení zvolených normálových napětí. Byla zvolena následující napětí: 2,5 kPa, 5 kPa, 7,5 kPa, 10 kPa a 12,5 kPa. Vedle hmotnosti závaží  $m_w$  je potřeba

k hmotnosti potřebné k dosažení daného normálového napětí připočítat také hmotnost závěsu  $m_H$ , hmotnost smykového kroužku  $m_R$  a hmotnost smykového víčka  $m_L$ . Na smykovou rovinu působí také hmotnost samotného vzorku nacházejícího se nad touto rovinou. Vzhledem k tomu, že tento údaj je pro každé měření proměnný, nemohl být do tohoto výpočtu zahrnut a je nutno jej připočítat k celkové hmotnosti vyvíjející napětí po každém měření zvlášť.

V době, kdy byly počítány potřebné hmotnosti závaží, nebylo známo, že k celkovému normálovému napětí je potřeba přičíst také příspěvek hmotnosti smykového kroužku, proto byla navržena závaží o hodnotu hmotnosti smykového kroužku těžší. Níže uvedený výpočet potřebné hmotnosti hmotnost smykového kroužku zahrnuje a v Tabulce 5 tedy nejsou uvedeny skutečné hmotnosti závaží. Se skutečnými hmotnostmi závaží je pak počítáno ve vyhodnocení měření.

**Tabulka 4** Hmotnosti složek vyvozujičích napětí na vzorek

Složka	Označení	Hmotnost [g]
závěs	$m_H$	850
smykový kroužek	$m_R$	114
smykové víčko	$m_L$	98

K určení normálového napětí vytvářeného působením vertikální síly  $F_v$  je potřeba znát plochu  $A$ , prostřednictvím které tato síla působí na smykovou rovinu. Tato plocha je rovna ploše smykového víčka, na jehož středu je umístěn hrot závěsu se závažím a lze ji spočítat na základě znalosti poloměru víčka  $d_L = 9,9$  cm dle známého vzorce:

$$A = \frac{\pi d^2}{4} = \frac{3,14 \cdot 0,099^2}{4} = 7,69768 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2. \quad (3.1)$$

Z hodnot hmotností jednotlivých součástí smykového zařízení uvedených v Tabulce 4, plochy  $A$  smykové roviny a obecně známé hodnoty gravitačního zrychlení  $g$  lze s využitím následující rovnice:

$$\sigma = \frac{F_v}{A} = \frac{(m_H + m_R + m_L + m_W) \cdot g}{A}, \quad (3.2)$$

vypočíst hmotnosti potřebné pro zhotovení závaží zajišťujícího získání zvolených normálových napětí pro měření. Pro příklad je uveden výpočet pro získání napětí 2,5 kPa:

$$m_W = \frac{\sigma \cdot A - (m_H + m_R + m_L) \cdot g}{g} \quad (3.3)$$

$$m_W = \frac{2500 \cdot 7,69768 \cdot 10^{-3} - (0,850 + 0,114 + 0,098) \cdot 9,81}{9,81} \quad (3.4)$$

$$m_W = 0,8997 \text{ kg}. \quad (3.5)$$



Tímto způsobem byly vypočteny hmotnosti pro ostatní čtyři závaží a jejich hodnoty uvádí Tabulka 5.

*Tabulka 5 Hmotnosti jednotlivých závaží*

Označení závaží	Vyvolané normálové napětí [kPa]	Hmotnost $m_w$ [kg]
<i>A</i>	2,5	0,899 7
<i>B</i>	5	2,861 4
<i>C</i>	7,5	4,823 1
<i>D</i>	10	6,784 8
<i>E</i>	12,5	8,746 5

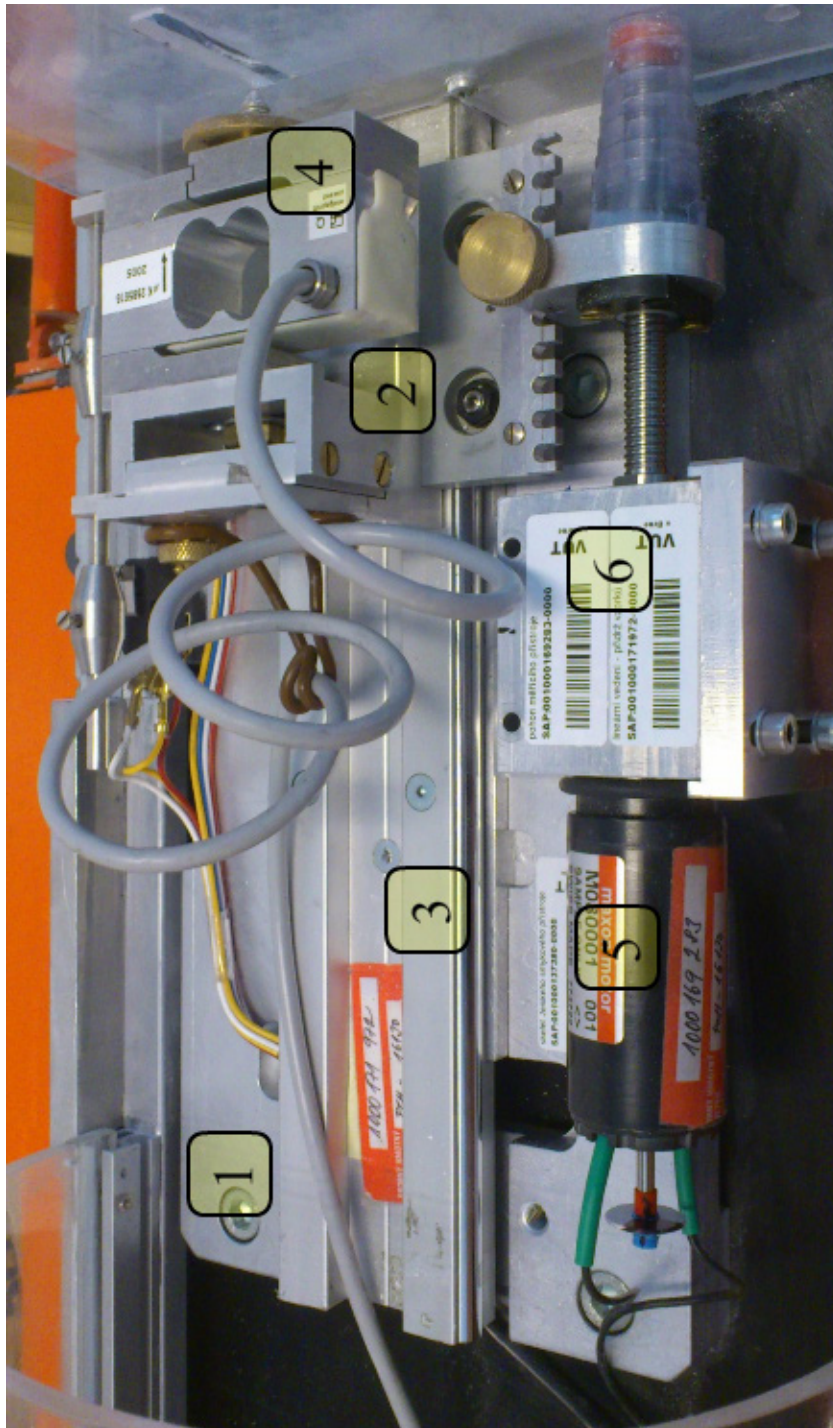
Závaží byla navržena jako kovová nádoba uzavřená plastovým víkem. V horní části je umístěn šroub s okem umožňující snadné uchycení závaží na závěs pomocí karabiny. Požadované hmotnosti závaží bylo dosaženo olověnou výplní nádoby. Následným odvrtáním přebytečného olova byla hmotnost závaží upravena na požadovanou hodnotu s přesností na 1 g.



*Obrázek 38 Sada pěti závaží*

### 3.1.2 Vnitřní uspořádání smykového přístroje

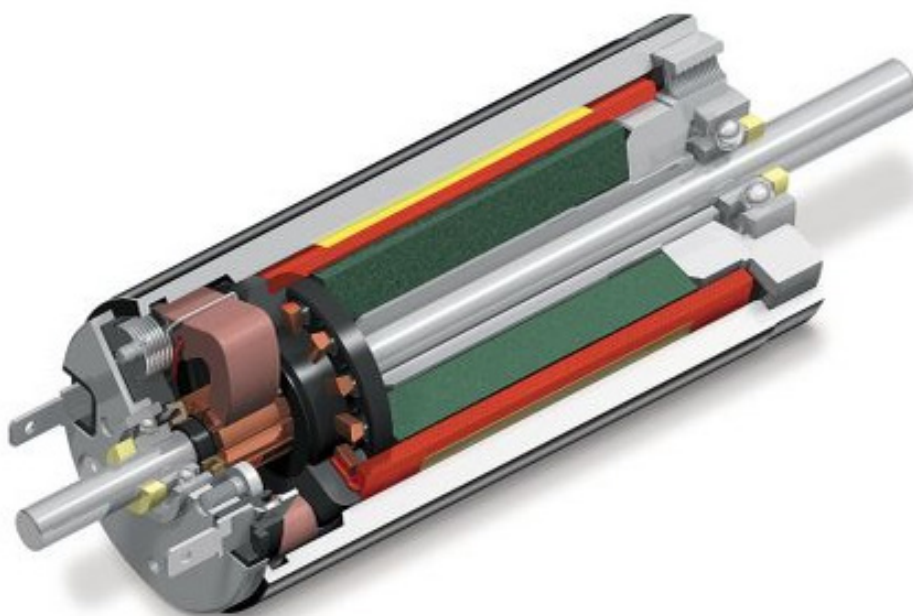
Na Obrázku 39 je zobrazeno vnitřní uspořádání smykového stroje včetně číselného označení jednotlivých součástí. Na tato označení bude v následujícím textu odkazováno. Na kovové šasi (1), upevněné k podkladu pomocí čtyř šroubů, je upevněno lineární vedení sestávající z hliníkové nosné desky (2), hliníkové oboustranné vodící kolejničky (3) o délce  $L = 320$  mm, dvou centrických a dvou excentrických vodících rolen s plechovým těsněním o průměru 22 mm. Excentricita rolen umožňuje eliminaci vůle a předepínání systému [17].



Obrázek 39 Vnitřní uspořádání smykového přístroje

K nosné desce je pomocí dvou šroubů upevněn snímač síly typu S (4) se jmenovitou silou 50 N a relativní chybou linearity 0,05 %. Výhodou tohoto typu snímače síly je (vzhledem k jeho standardním rozměrům) možnost snadné náhrady jiným snímačem určeným pro měření v jiném rozsahu. K dalším výhodám tohoto snímače patří jeho nízká hmotnost, výborné hysterezní a termální chování a odolnost proti přetížení, kdy je uváděno, že snímač odolá napětí i tlaku odpovídajícím 10násobku jeho jmenovité síly.

K pohonu měřicí soustavy byl zvolen komutátorový motor Maxon Motor RE-36 (5) s účinností až 82 % [18]. Tento motor je osazen magnety typu FeNdB, což jej řadí mezi motory s nejvyšší koncentrací výkonu na 1 cm<sup>3</sup>. Miniaturizace bylo dosaženo díky použití hřídele z keramiky, která je izolant.



**Obrázek 40** Motor Maxon řady RE

Průměr motoru v milimetrech udává označení motorů řady RE výrobcem. Další parametry motoru jsou obsaženy v Tabulce 6.

**Tabulka 6** Parametry motoru RE-36

parametr	jednotka	hodnota
délka motoru	mm	71,2
jmenovitý výkon	W	70
maximální otáčky	min <sup>-1</sup>	12 000
rozsah jmenovitých napětí	V	18–48
maximální dlouhodobý moment	mNm	70,2–84,1

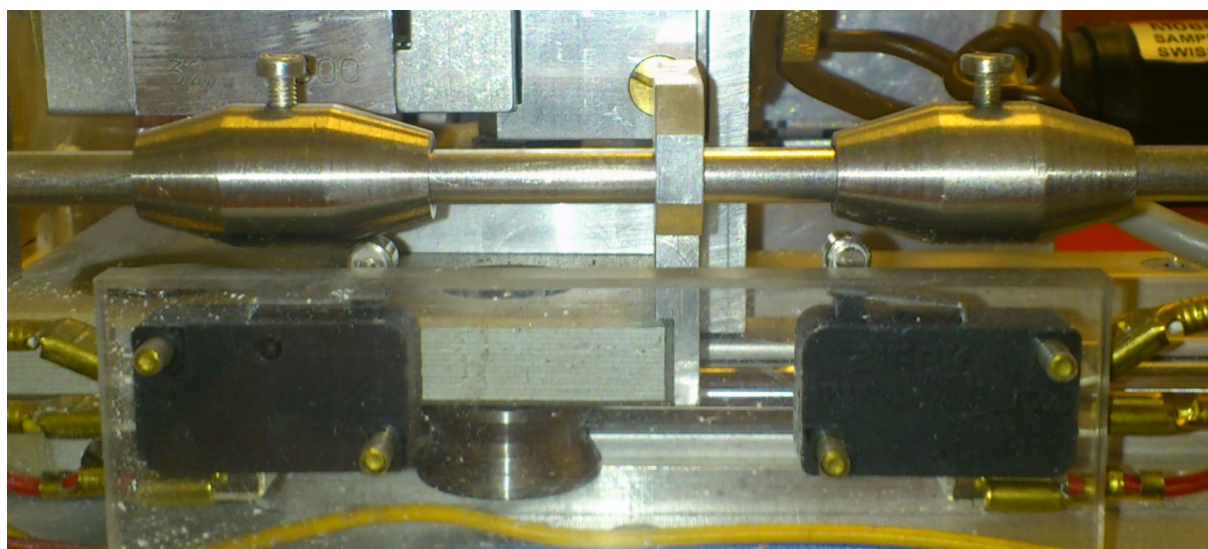


K převedení rotačního pohybu hřídele motoru na požadovaný pohyb posuvný byla použita lineární čtyřstupňová převodovka GP32S (6) kompatibilní s motory Maxon. Na výstupu převodovky je pohybový kuličkový šroub, jehož standardní délka 200 mm byla upravena na 100 mm. Výstupní část převodovky je upravena pro zachycení sil přenášených šroubem podepřeným axiálním ložiskem. Tabulka 7 shrnuje ostatní parametry převodovky. [19]

**Tabulka 7** Parametry převodovky GP32S

parametr	jednotka	hodnota
maximální axiální síla (statická)	N	2700
standardní/maximální délka šroubu	mm	200/600
rozsah převodových poměrů		1:1–1093:1
maximální vstupní rychlost	min <sup>-1</sup>	8000
délka matice	mm	70,2–84,1

Pro vymezení počáteční a koncové polohy hrotu silového snímače byly použity dva k základně připevněné koncové spínače a dva válečky se skosenými konci (viz Obrázek 41). Válečky jsou provrtány a umístěny na ose pohybující se společně se snímačem síly. Posunem válečku po ose a jeho následným zaaretováním šroubkem lze určit místo na dráze, kde dojde k sepnutí spínače a zastavení pohonu. Nízký úhel zkosení umožňuje velmi přesné nastavení hraničních poloh měření. Toto nastavení nejen usnadňuje měření, ale také eliminuje nebezpečí poškození součástí přístroje způsobené nezastavením motoru.



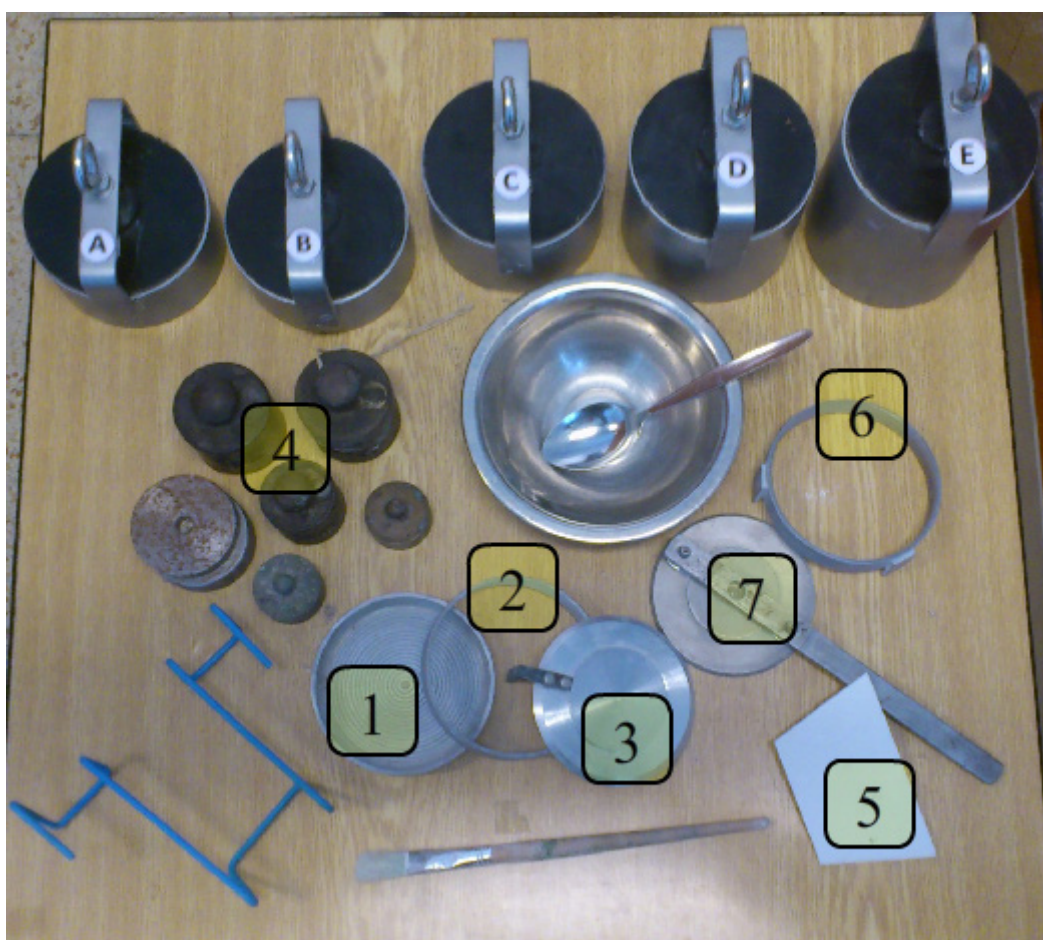
**Obrázek 41** Použití dvou koncových spínačů

Vzhledem k zaměření experimentálního smykového přístroje na měření tokových vlastností práškových materiálů hrozí ulpívání jemných částic, které jsou unášeny do okolí během manipulace se vzorkem, na povrchu kuličkového šroubu. Tato skutečnost stanoví nebezpečí narušení plynulého chodu posunu, což je pro měření nepřijatelné. Pro zachování

dlouhodobé funkčnosti jsou proto součásti smykového stroje zmíněné v této kapitole chráněny polymethylmethakrylátovým krytem (viz Obrázek 37). Díky průhlednosti takto řešeného krytu splňuje experimentální smykový přístroj také svou didaktickou funkci, kdy umožňuje studentovi nahlížet na celý měřicí systém za pohybu, což u standardně vyráběných smykových strojů není možné.

### 3.1.3 Příslušenství používané během měření

Kompletní přehled příslušenství používaného během měření je obsahem Obrázku 42. Smyková cela byla sestavena ze součástí staršího a již nepoužívaného Jenikeho smykového stroje. Dno smykové misky (1) je opatřeno koncentrickými kruhovými drážkami, smykový kroužek (2) ohraničuje objem vzorku nad smykovou rovinou a shora je smyková cela uzavřena smykovým víčkem (3), jehož vnitřní plocha má zdrsňený povrch.



**Obrázek 42** Příslušenství používané během měření

Rozměry používaných součástí tvořících smykovou celu jsou uvedeny v Tabulce 8. Ve sloupci *výška* je uvedena výška měřena zevnitř – dno smykové misky není na úrovni jejího spodního okraje. Tloušťka stěny smykové misky i smykového kroužku je 3 mm, což umožňuje provedení předsmyku i vlastního smyku na standardní délce dráhy do 6 mm.

**Tabulka 8** Rozměry součástí smykové cely

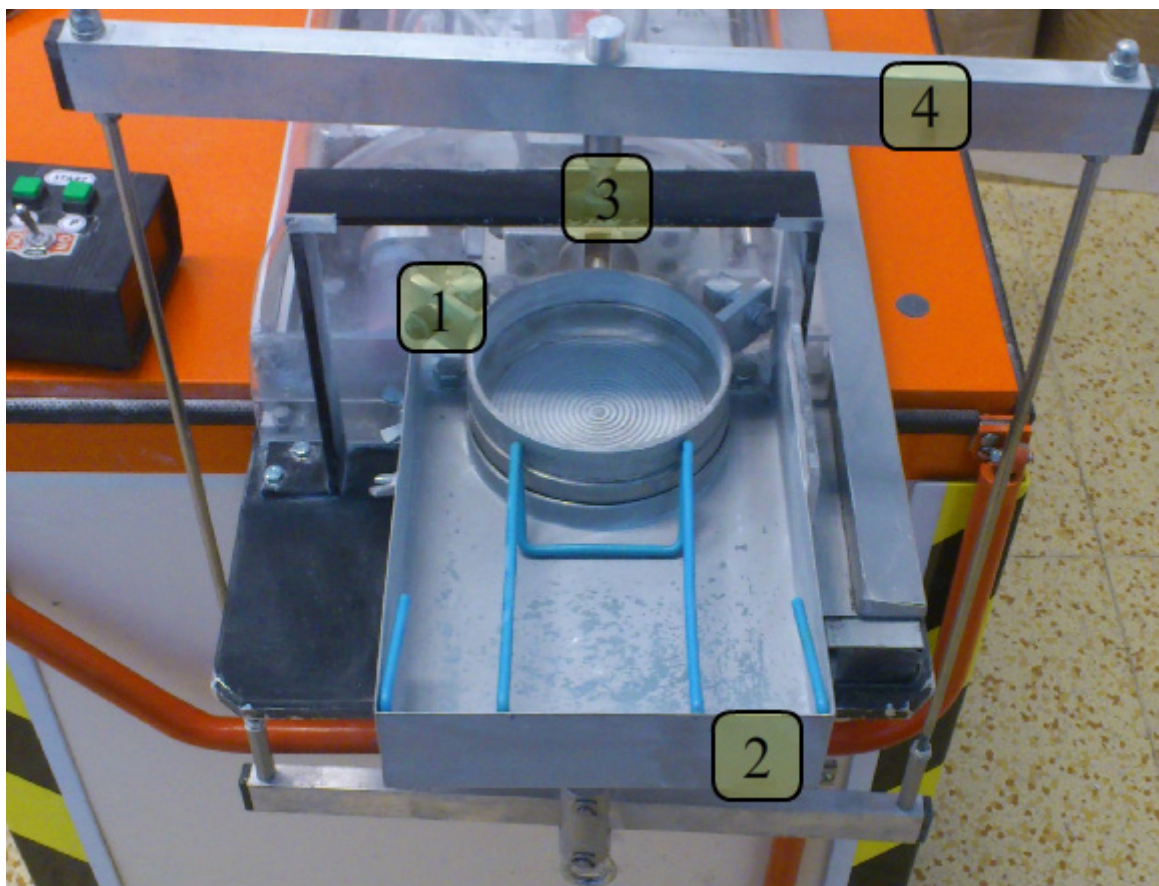
součást	vnitřní průměr [mm]	výška [mm]
smyková miska	100	19
smykový kroužek	100	16
smykové víčko	99	2

Vedle již zmíněných závaží, která byla zhotovena přímo pro potřeby měření na smykovém přístroji, bylo k měření nutno využít také dalších závaží nacházejících se v laboratoři (4). Práškovitý materiál byl dávkován z nerezové misky pomocí lžice, kterou bylo také prováděno vrstevnaté rozmístění materiálu ve smykové cele. Plastové stěrky (5) bylo použito k následnému důkladnému zarovnání materiálu s horní hranou smykového (případně konsolidačního) kroužku způsobem doporučeným ve Standardním postupu smykové zkoušky (viz Obrázek 32). V pravé části obrázku jsou zobrazeny pomůcky používané ke konsolidaci. Jedná se o konsolidační kroužek (6) a konsolidační víčko s konsolidační pákou (7). Konsolidační kroužek je řešen poněkud nestandardně, jelikož pro dosažení souosé polohy se smykovým kroužkem je potřeba jej tlačit proti dvěma navařeným zarážkám a dostatečný tlak udržovat po celou dobu konsolidace. Standardní konsolidační kroužek obepíná svou spodní částí smykový kroužek a jeho vnitřní stěna navazuje na vnitřní stěnu smykového kroužku. Toto řešení se zdá být vhodnější, jelikož je menší nebezpečí horizontálního posunu konsolidačního kroužku během konsolidace (zejména za použití vysokých normálových napětí, kdy je pro operátora obtížnější koordinovat rovnoměrný pohyb). Navíc by dle standardního postupu měl být umožněn jemný vzájemný rotační pohyb mezi smykovým kroužkem a konsolidačním kroužkem – lze se domnívat, že jednostranný tlak dvou zarážek proti smykovému kroužku vzájemnému rotačnímu pohybu příliš nenapomáhá.

### 3.1.4 Osazení smykové cely ve smykovém přístroji

Spodní část smykové misky je tvořena okrajem přesahujícím její dno, což umožňuje přesné osazení misky do drážky základny. Na spodním okraji smykové misky se nachází vrub, do kterého se při správném natočení misky zasune výstupek základny pod miskou. Toto řešení zabraňuje rotačnímu pohybu smykové misky během konsolidace a měření. Smykový kroužek, jehož poloměr i tloušťka stěny jsou identické s parametry smykové misky, je položen na misce a předsunut o hodnotu tloušťky stěny dopředu (viz Obrázek 43). Tato výchozí pozice, umožňující provedení smykové zkoušky na maximální délce dráhy, je vymezena pomocí kruhových zarážek (1) umístěných na šroubu. Pootáčením šroubů směrem dovnitř dochází ke zmenšování prostoru pro smykový kroužek a snižování míry předsunutí (a vice versa). Vzhledem k potřebě dobrého přístupu během stírání nadbytečného materiálu po konsolidaci byly horní části kruhových zarážek seříznuty v rovině horního okraje smykového kroužku. Na standardním Jenikeho smykovém stroji je výchozí umístění smykového kroužku řešeno pomocí pozičních šroubů (viz obrázek 18), u kterých je možno očekávat lepší odolnost proti změně pozice během působení vyššího protějšího tlaku. V případě experimentálního smykového přístroje však tato možnost (vzhledem ke konstrukci) nepřicházela v úvahu a zvolené řešení se projevilo jako plně vyhovující.





*Obrázek 43 Osazení smykové cely ve smykovém přístroji*

K dalším úpravám smykového přístroje, které významně usnadnily měření, patří demontovatelná nadstavba základny (2) zhotovená z plechu se zinkovou povrchovou úpravou. Účelem nadstavby je zachycení přebytečného materiálu, který je stírán z cely během přípravy vzorku a následně jeho snadné odstranění. Díky tomuto řešení je možno provést kompletní měření – od přípravy vzorku až po vlastní smyk – bez nutnosti přemísťování cely spojené s nebezpečím porušení vzorku. Pro fixaci smykového kroužku ve výchozí poloze během přípravy vzorku byla z drátu vytvarována pomůcka označená na Obrázku 43 číslem 3. Nad smykovou celou je pomocí ocelového rámu vytvořeno odkládací místo (3) pro závěs (4). Tímto je podstatně zjednodušena manipulace s mnohdy značně zatíženým závěsem. Konstrukce závěsu je patrná z Obrázku 43.

### 3.1.5 Napájení smykového přístroje

Smykový přístroj je napájen pomocí dvou zdrojů napětí (viz Obrázek 44). K vlastnímu měření je používán regulovatelný stabilizovaný zdroj napětí. Regulací napětí lze řídit rychlost motoru a tedy i posuvného pohybu hrotu snímače síly. Rozsah regulace napětí činí 0,9–24 V a dále zdroj umožňuje nastavení omezení proudu v rozmezí 0–2 A. Pro jemné doladění požadovaného napětí nebo omezení proudu je zdroj vybaven citlivým potenciometrem.[27] Pro měření bylo zvoleno napětí 5,5 V, což odpovídá rychlosti posuvu  $2,5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ . Tato rychlost byla zvolena na základě rozmezí uvedeného ve Standardním postupu smykové zkoušky ( $1\text{--}3 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ ). Rychlost posuvu originálního Jenikeho smykového stroje je  $2,7 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$  [20] – této rychlosti by bylo dosaženo při aplikaci napětí o hodnotě 5,9 V.

Nižší rychlost posuvu byla zvolena vzhledem ke konfiguraci záznamového softwaru (viz kapitola 3.1.6) na dobu měření 140 s.



**Obrázek 44** Neregulovatelný (1) a regulovatelný (2) stabilizovaný zdroj napětí

Druhý zdroj, bez možnosti regulace napětí, je používán k urychlení posunu snímacího hrotu například při jeho návratu do výchozí polohy po provedení měření. Tento stabilizovaný zdroj je charakterizován pevným napětím 24 V a trvalým výstupním proudem 1 A. Pro indikaci provozních stavů je zdroj vybaven dvěma diodovými kontrolkami. [21]

### 3.1.6 Ovládání smykového přístroje

K ovládání posuvu bylo navrženo jednoduché ovládací zařízení (viz Obrázek 45). Všechny potřebné funkce přístroje je možno ovládat pomocí dvou páčkových přepínačů a dvou tlačítkových spínačů. Jak je již patrné ze štítků na ovládači, horní poloha levého páčkového přepínače je určena pro přepnutí do měřicího režimu, kdy je motor napájen z regulovatelného zdroje napětí. Naopak dolní poloha přepínače přepne napájení motoru na zdroj pevného napětí 24 V a umožní tak mnohonásobně rychlejší návrat snímače síly do výchozí polohy.

Druhý páčkový přepínač, přepínatelný do stran, slouží ke změně směru proudu napájecího motor, což se projeví změnou směru otáčení rotoru a tedy i směru posuvného pohybu. Jako *P* je označen pohyb proti smykové cele a jako *L* pohyb opačný. Nad odpovídajícími štítky označujícími směr jsou umístěny dva tlačítkové spínače. Tyto jsou používány k uvedení motoru do pohybu v oblasti mimo rozsah samovolného pohybu vymezeného koncovými spínači (viz kapitola 3.1.1.2).





*Obrázek 45 Ovládání posuvu*

### 3.1.7 Měření a zápis výstupního signálu snímače síly

K měření výstupního signálu snímače síly byl použit přenosný univerzální jednokanálový měřicí zesilovač *SCOUT 55* (viz Obrázek 46). Tento výrobek firmy *HBM* je určen pro zpracování a záznam hodnot měřených pasivními snímači síly. Ke klíčovým funkcím měřiče patří:

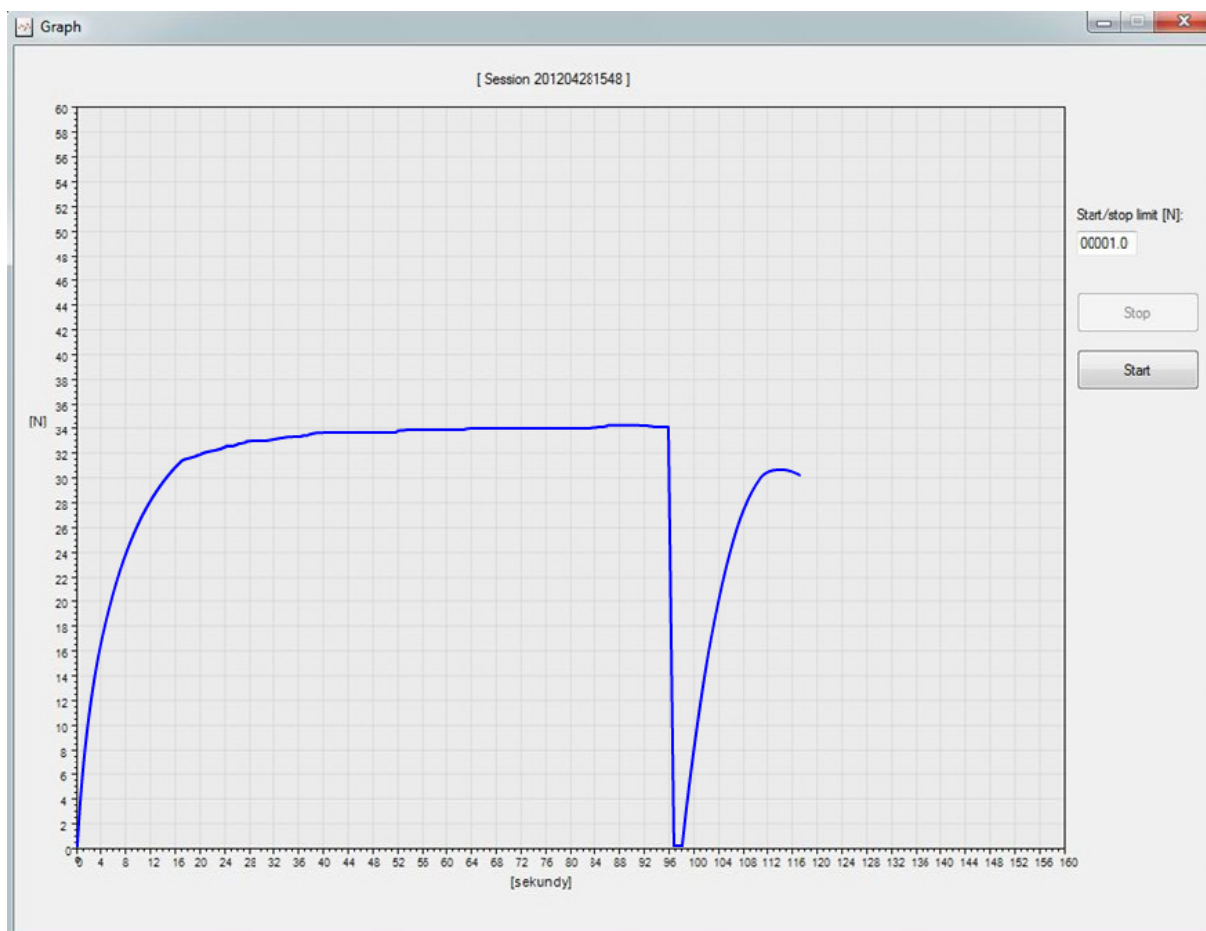
- snadné ovládání všech funkcí pomocí LED displeje a tlačítek na předním panelu,
- analogový výstup (proud/napětí),
- možnost záznamu hodnot píků (min, max, počet píků) a funkce obálky,
- dobrá mobilita díky sklopnému montážnímu rameni/rukojeti,
- sériové rozhraní pro propojení s PC.



*Obrázek 46 Jednokanálový měřicí zesilovač SCOUT 55*

K umožnění sledování hodnot síly měřených snímačem síly v reálném čase a jejich zápisu bylo využito možnosti propojení měřícího zesilovače s PC pomocí sériového portu. Vzhledem k tomu, že k zařízení není dodáván žádný software analyzující signál z výstupu, byl tento naprogramován dodatečně speciálně pro účely měření na smykovém přístroji. Prostředí

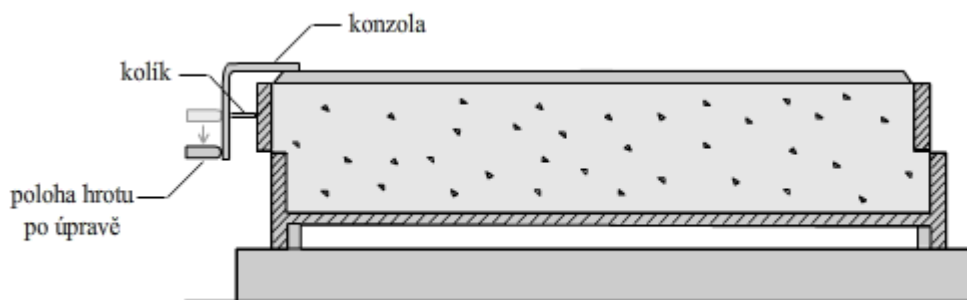
programu (viz Obrázek 47) bylo navrženo poměrně minimalisticky, avšak pro potřeby měření dostatečně. Na pravém okraji se nachází tlačítka *Start* a *Stop*. Stisknutím tlačítka *Start* je program uveden do měřicího režimu, tlačítko *Stop* tento režim ukončuje. Nad tlačítky je umístěna kolonka pro zadání hodnoty síly, při jejíž překročení dojde ke spuštění nebo ukončení vykreslování závislosti snímané síly na čase a zápisu těchto hodnot do souboru tabulkového formátu *csv*. Záznam je automaticky ukončen po 140 s zápisu.



**Obrázek 47** Software vykreslující a zapisující hodnoty síly v průběhu měření

### 3.1.8 Dodatečné úpravy na smykovém přístroji

Jelikož byl smykový přístroj navržen a zkonstruován před seznámením se se Standardním postupem smykové zkoušky, obsahovalo jeho řešení jeden nedostatek. Ve Standardním postupu smykové zkoušky je kladen důraz na dodržení konstrukce a uspořádání jednotlivých prvků smykové cely, zejména pak na předpoklad, aby „smyková síla snímacího hrotu působila na konzolu ve smykové rovině“ (viz kapitola 2.3.1.2). Tomuto požadavku smykový přístroj nevyhovoval, a proto bylo nutno provést patřičnou úpravu. Vertikální poloha snímače síly je v určitém rozmezí nastavitelná, ovšem požadována poloha byla mimo tento rozsah. Byl tedy nutný větší zásah do konstrukce smykového přístroje, jehož výsledkem bylo zvýšení polohy smykové cely.



**Obrázek 48** Úprava vertikální polohy hrotu silového snímače

Původně směřoval hrot snímače síly na konzolu smykového víčka ve výšce odpovídající umístění kolíku (viz Obrázek 48), prostřednictvím kterého byla takto přenesena veškerá síla přímo na smykový kroužek. Po úpravě působí hrot na konzolu smykového víčka o 8 mm níže a působí tak silou nejen na smykový kroužek, ale také nadlehčuje smykové víčko. Je zřejmé, že moment síly na okraji víčka blíže místa působení síly je menší, než moment síly na protější straně víčka. Víčko je tedy nadlehčováno nerovnoměrně. Nebylo nalezeno žádné vysvětlení tohoto konstrukčního řešení a lze pouze odhadovat, že jsou tímto redukovány určité pro měření nepříznivé jevy ve smykové cele, jako například nerovnoměrné rozložení smykového napětí. Je na místě zmínit, že nebyl pozorován významný vliv této úpravy na výsledky měření.

Druhou úpravou, která již nevyžadovala větší zásah do konstrukce smykového přístroje, bylo upevnění kabelu snímače síly k nosné desce lineárního vedení. Způsob upevnění je viditelný například na Obrázku 39. Důvodem této úpravy byla skutečnost, že kabel tažený za snímačem síly během měření působil proti pohybu snímače silou, což pochopitelně ovlivňovalo měřené hodnoty. Toto nežádoucí chování bylo odhaleno díky zkoušce, během které byla ze smykového přístroje odstraněna smyková cela, a snímač síly v průběhu měřicí dráhy neměřil předpokládanou nulovou sílu. Po úpravě bylo toutéž zkouškou potvrzeno odstranění negativního vlivu.

### 3.2 Materiál použitý k měření

K měření bylo zvoleno 5 vzorků vápence *Omyacarb*® společnosti *Omya CZ s.r.o.* se sídlem ve Vápenné (Olomoucký kraj). Konkrétně byly změřeny tokové vlastnosti čtyř mikromletých mramorových mouček s označením *1-VA*, *2-VA*, *5-VA*, *1T-VA* a jedné jemně mleté mramorové moučky s označením *15-VA*. Vedle rozdílné velikosti částic v jednotlivých vzorcích se vzorek *1T-VA* odlišuje od ostatních povrchově upravenými částicemi. Z materiálových listů použitých materiálů byly získány následující hodnoty. Chemické složení vzorků je tvořeno z 97,5 %  $\text{CaCO}_3$  za obsahu  $\text{MgCO}_3$  do 0,8 %. Hustota materiálu je  $2,7 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$  a tvrdost odpovídá třetímu stupni Mohsovy stupnice tvrdosti. Hodnota pH je rovna 9. Další parametry specifické pro jednotlivé vzorky jsou obsahem Tabulky 9.

**Tabulka 9** Specifické parametry jednotlivých vzorků

vzorek	jemnost [ $\mu\text{m}$ ]		sypná hmotnost [ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ]
	$d_{50}$	$d_{98}$	
1-VA	1,9	8	0,7
2-VA	2,9	20	0,8
5-VA	5	25	1,0
15-VA	12	60	1,1
1T-VA	2,1	9,5	0,9

V Tabulce 9 uvedené hodnoty tzv. horního řezu ( $d_{98}$ ) a mediánu ( $d_{50}$ ) byly v rámci této diplomové práce ověřeny pomocí laserového analyzátoru velikosti částic *Sympatec Helos KR*. Povrchová úprava vzorku *1T-VA* je provedena kyselinou stearovou, která na povrchu částečně konverguje na stearan vápenatý. Tato lipofilní látka na povrchu částic uhličitanu vápenatého dává vzorku hydrofobní vlastnosti.

K hlavním oblastem využití výše uvedených produktů patří výroba nátěrových hmot jako jsou vnitřní a vnější disperzní barvy, olejové a syntetické systémy. Další využití lze nalézt jako plnivo v plastikářském průmyslu, konkrétně při výrobě a zpracování polyesterů, polyolefinů, polyuretanů a polyvinylchloridů. Částečně jsou také využívány k výrobě lepidel a tmelů.

### 3.2.1 Měření povrchově upraveného materiálu

Během provádění smykové zkoušky kyselinou stearovou povrchově upraveného materiálu *1T-VA* se postup aplikovaný na povrchově neupravené materiály projevil jako nevhodný. Působením v předchozích zkouškách používaného rozsahu konsolidačních napětí nebylo možné vzorek připravit tak, aby během předsmyku dosáhl ustáleného stavu toku. Důvodem této komplikace byla zřejmě skutečnost, že povrchová úprava vzorku významně snížila tření mezi konsolidačním víčkem a materiálem, což ve výsledku snížilo efektivitu vlivu twistování na konsolidaci vzorku během přípravy. Tento předpoklad nebyl nijak objektivně podložen, avšak subjektivně byl nižší odpor konsolidační páky během twistování nezpochybnitelný.

Vzhledem k nízké účinnosti twistování u tohoto vzorku bylo vyššího stupně konsolidace dosahováno pomocí aplikace až několikanásobně vyšších konsolidačních napětí (vzhledem k napětí při předsmyku). Dle Standardu smykové zkoušky [16] je však doporučeno zvýšit konsolidační napětí pouze na 1,5násobek předsmykového napětí. V literatuře [28] lze také nalézt doporučení zvyšování konsolidačního napětí až na 3násobek předsmykového napětí a výše. Bylo také nalezeno doporučení nepoužívat vyšší konsolidační napětí na nízkých předsmykových hladinách [22], což nemohlo být dodrženo a na hladině předsmykového napětí 2,5 kPa bylo k dosažení kritické konsolidace potřeba použít konsolidační napětí až asi 5 krát vyšší. Na předsmykové hladině 5 kPa po aplikaci cca 3 krát vyššího konsolidačního napětí bylo dosaženo kriticky konsolidovaného vzorku a toto měření tedy proběhlo jako jediné u tohoto vzorku bez výhrad. Měření na předsmykové hladině napětí 7,5 kPa nebylo dokončeno, jelikož nebylo na smykovém přístroji možno použít dostatečné konsolidační napětí.



### 3.3 Analýza velikostí částic vzorku

Analýza velikosti částic byla provedena na v předchozí kapitole zmíněném analyzátoru *Sympatec Helos KR*. Tento přístroj byl zakoupen v rámci Centra materiálového výzkumu v minulém roce. Centrum materiálového výzkumu je regionální výzkumné centrum, provozované jako samostatné pracoviště Fakulty chemické Vysokého učení technického v Brně a je primárně zaměřené na aplikovaný výzkum v oblasti anorganických materiálů a transportních systémů [30].

*Sympatec Helos KR* umožňuje měření velikosti částic pomocí laserové difrakce. K jeho velkým výhodám patří možnost provedení měření tzv. *suchým způsobem*, kdy je vzorek dispergován vzduchem. Díky této možnosti lze jednak zkrátit dobu měření a jednak se vyhnout komplikacím s přípravou snadno rozpustných a obtížně dispergovatelných vzorků k měření. Přístroj nabízí také možnost klasického měření dispergací vzorku ve vhodné zvolené rozpouštědle. Jako rozpouštědlo je možno použít organická i anorganická rozpouštědla. Díky schopnosti přístroje změřit vzorek dispergovaný suchým a následně mokřím způsobem lze získané výsledky srovnávat a na základě srovnání vyvozovat další závěry. Možnost měření na třech objektivích s různými rozlišovacími schopnostmi umožňuje dosažení přesnější prezentace výsledků. Konkrétně je přístroj schopen měřit velikosti částic v rozmezí od 0,1 do 3 000  $\mu\text{m}$ . Spojením analyzátoru s počítačem lze díky přehlednému a variabilnímu softwaru dosáhnout širokých možností prezentace výsledků – například ve formě diferenciální a integrální distribuční funkce, mediánu, zastoupení částic v libovolných velikostních intervalech či jako tzv. *zbytku na sítech*. [24] K výhodám prezentovaného analyzátoru lze také přičíst jeho malé rozměry, které jsou patrné z fotografie pořízené přímo v laboratoři Centra materiálového výzkumu na Obrázku 49.



**Obrázek 49** Laserový analyzátor velikosti částic *Sympatec Helos KR*

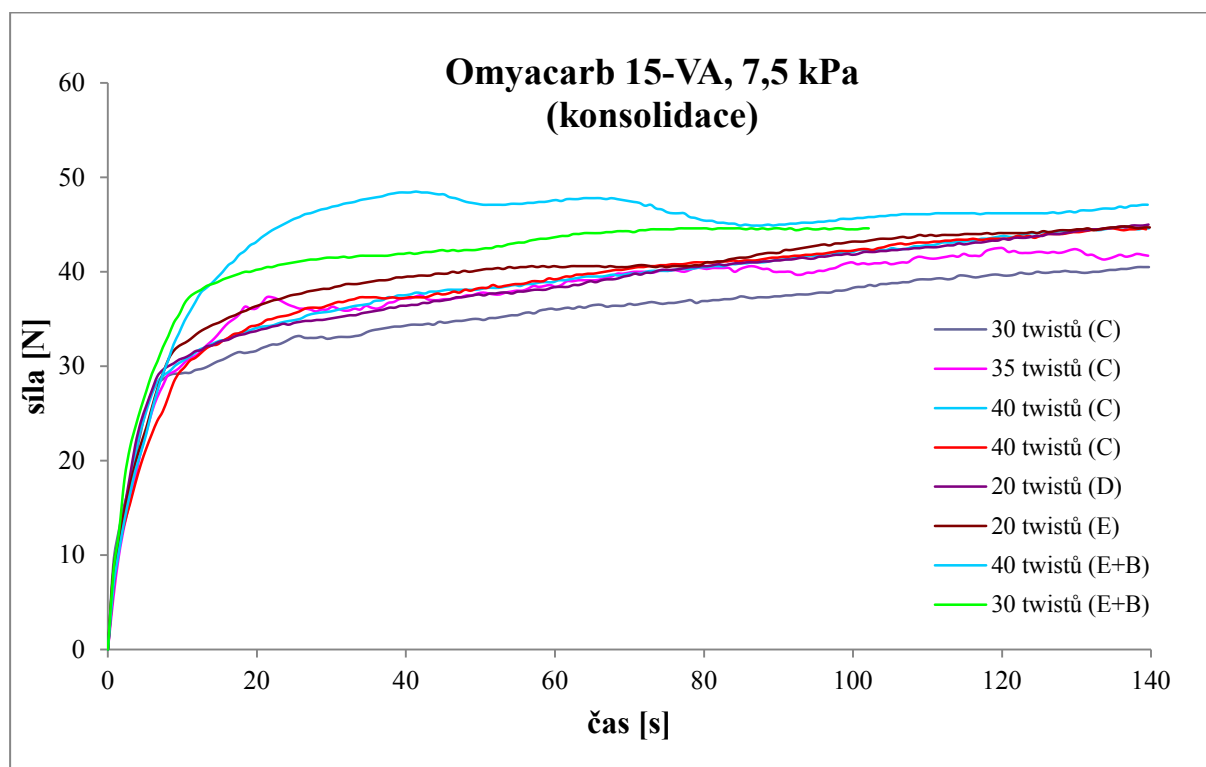
## 4 VYHODNOCENÍ A DISKUZE

### 4.1 Postup vyhodnocení všech měření

Jako ukázka postupu, dle kterého byly vyhodnoceny tokové funkce a další tokové charakteristiky měřených vzorků, je v této kapitole uveden postup vyhodnocení jednoho bodu charakterizujícího tokovou funkci jednoho materiálu. Vzhledem k názornému průběhu měření bylo k vyhodnocení zvoleno měření vzorku *15-VA* na předsmykové hladině 7,5 kPa (závaží označené písmenem *C*).

#### 4.1.1 Konsolidace

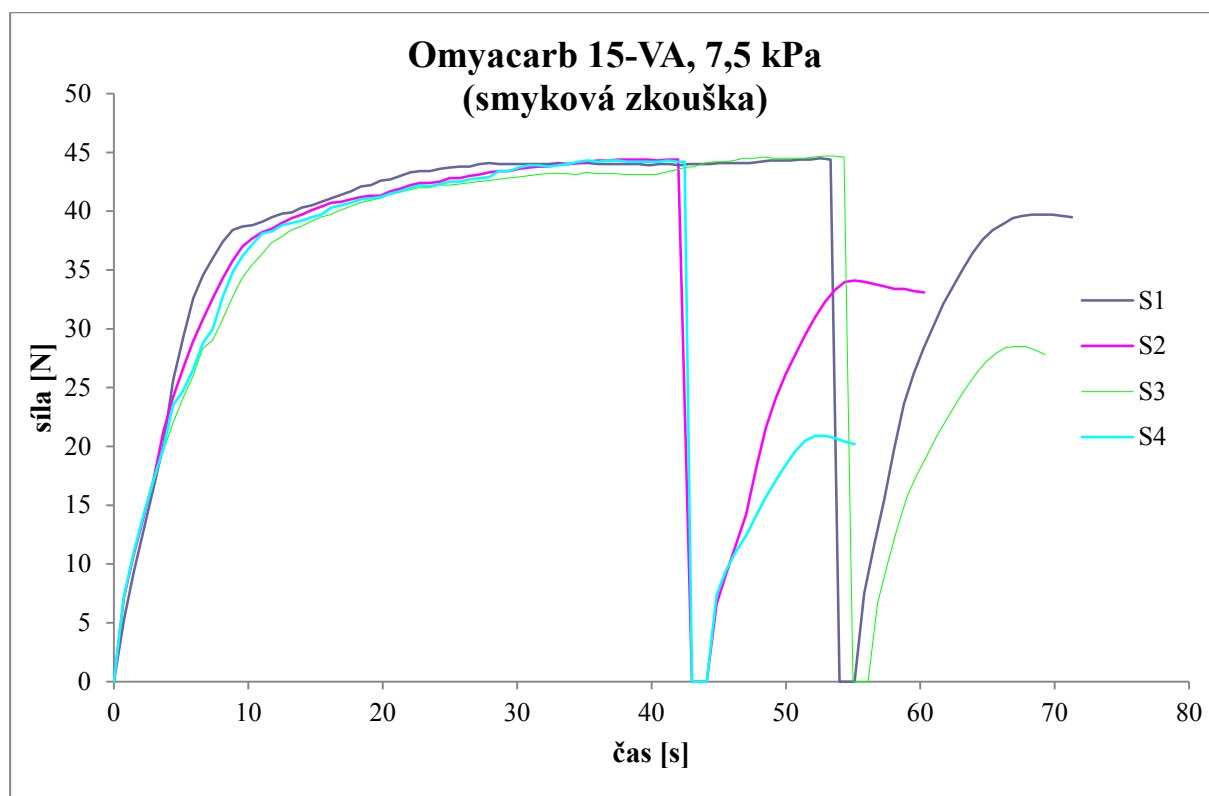
Na Obrázku 50 je znázorněn průběh konsolidace vzorku *15-VA* pro předsmykovou hladinu 7,5 kPa. Za účelem nalezení vhodného počtu twistů a konsolidačního napětí bylo provedeno osm měření. Sled měření odpovídá pořadí v legendě grafu. První vzorek konsolidovaný 30 twisty a závažím označeným písmenem *C* (7,5 kPa) byl vyhodnocen jako podkonsolidovaný. Zvýšení počtu twistů na 35 také nepřineslo kýžený výsledek a navíc nestandardní průběh křivky indikuje chybnou přípravu vzorku. Průběh následujících čtyř měření přinášel velmi podobné výsledky, kdy na konci smykové dráhy bylo dosaženo smykové síly cca 44,5 N. S cílem připravit překonsolidovaný vzorek byla na závěs zavěšena závaží označená písmeny *E* a *B* (cca 17,5 kPa) při 40 twistech. Průběh odpovídající křivky na Obrázku 50 jednoznačně reprezentuje překonsolidovaný stav, proto byl snížen počet twistů na 30. Tato volba se projevila pro tento vzorek a hladinu předsmykového napětí jako správná. Smyková síla dosáhla hodnoty 44,5 N již před polovinou smykové dráhy a na této hladině zůstala (s minimálními odchylkami) po dobu asi půl minuty.



Obrázek 50 Průběh konsolidace vzorku *15-VA* pro 7,5 kPa

#### 4.1.2 Smyková zkouška

Na základě získaných zkušeností bylo rozhodnuto během konsolidace určený počet twistů (30) mírně zvýšit na 33. Tato volba se ukázala jako výhodná a kriticky konsolidovaného stavu vzorku bylo dosaženo často již po 30 s smyku (viz Obrázek 51). Uvedené jsou pouze ty průběhy smykových zkoušek, kdy bylo dosaženo předpokládaného průběhu křivky. Ve skutečnosti bylo provedeno zkoušek mnohem více.



**Obrázek 51** Průběh smykové zkoušky vzorku 15-VA pro 7,5 kPa

Po každé zkoušce byla smyková cela s materiálem zvážena, což umožnilo jednak ověřit správnou přípravu vzorku a jednak získat hodnotu, ze které lze vypočítat hmotnost materiálu nad smykovou rovinou.

Výstupem ze smykové zkoušky jsou data uvedená v Tabulce 10.

**Tabulka 10** Výstupní data ze smykové zkoušky vzorku 15-VA pro 7,5 kPa

vzorek 15-VA, předsmyková hladina 7,5 kPa			
Předsmykové body	Smyková síla $F_s$ [N]		Smykové body
$P_1$	44,4	39,7	$S_1$
$P_2$	44,4	34,1	$S_2$
$P_3$	44,6	28,5	$S_3$
$P_4$	44,2	20,9	$S_4$

### 4.1.3 Úprava výstupních dat ze smykové zkoušky

K vyhodnocení tokových vlastností měřeného materiálu je potřeba hodnoty smykové síly  $F_s$  přepočítat na smykové napětí vydělením smykové síly plochou smykové roviny dle rovnice (2.26). Výsledky této úpravy jsou obsahem Tabulky 11.

*Tabulka 11 Hodnoty smykových napětí*

<i>vzorek 15-VA, předsmyková hladina 7,5 kPa</i>			
<b>Předsmykové body</b>	<b>Smykové napětí <math>\tau_s</math> [Pa]</b>		<b>Smykové body</b>
$P_1$	5 768	5 157	$S_1$
$P_2$	5 768	4 430	$S_2$
$P_3$	5 794	3 702	$S_3$
$P_4$	5 742	2 715	$S_4$

Vzhledem k odlišným hodnotám smykového napětí, které byly získány na konci předsmyku jednotlivých zkoušek, byly hodnoty smykového napětí korigovány dle principu poměrného rozložení popsaného v kapitole 2.4.2.8 dle rovnice (2.27). Průměrná hodnota smykového napětí po předsmyku byla vypočtena na 5 777 Pa a hodnoty korigovaných smykových napětí  $\tau'_s$  jsou uvedeny v Tabulce 12.

*Tabulka 12 Hodnoty korigovaného smykového napětí*

<i>vzorek 15-VA, předsmyková hladina 7,5 kPa</i>	
<b>Smykové body</b>	<b>Korigované smykové napětí <math>\tau'_s</math> [Pa]</b>
$S_1$	5 157
$S_2$	4 430
$S_3$	3 702
$S_4$	2 715

Také hodnoty působícího normálového napětí je nutno spočítat zvlášť pro každou zkoušku, jelikož ne vždy je hmotnost materiálu nad smykovou rovinou shodná. Aby bylo možno určit hmotnost materiálu nad smykovou rovinou (resp. ve smykovém kroužku), je potřeba zjistit objemový poměr mezi smykovým kroužkem a smykovou miskou. Výšky vnitřní stěny i poloměry obou součástí smykové cely jsou totožné, proto je i jejich objem shodný. Jelikož se na dně smykové misky nachází koncentrické drážky, lze předpokládat její poněkud menší objem. Byla tedy provedena zkouška, kdy byla smyková miska naplněna vodou a následně byl stanoven její objem. Tato zkouška ale menší objem smykové misky neprokázala. Vzhledem k tomu, že ani smyková rovina ve skutečnosti neprobíhá přímo na ploše dělicí smykovou misku a smykový kroužek, ale lze ji označovat spíše jako smykovou zónu lentikulárního tvaru, počítání objemu smykové misky s velkou přesností není nikterak významné.



Z výše uvedených důvodů a za předpokladu konstantního rozložení specifické hmotnosti materiálu ve smykové cele bylo určeno, že hmotnost materiálu nad smykovou rovinou bude stanovena jako polovina celkové hmotnosti materiálu ve smykové cele vypočtené jako rozdíl hmotností zvážené smykové misky a smykového kroužku s materiálem a bez materiálu. Hodnoty potřebné k tomuto výpočtu, včetně vypočtené hodnoty hmotnosti materiálu nad smykovou rovinou, jsou uvedeny v Tabulce 13.

**Tabulka 13** Hmotnosti potřebné k určení materiálového příspěvku k normálovému napětí

<i>vzorek 15-VA, předsmyková hladina 7,5 kPa</i>			
Pořadí smykové zkoušky	Hmotnost smykové misky a smykového kroužku s materiálem [g]	Hmotnost smykové misky a smykového kroužku [g]	Hmotnost materiálu nad smykovou rovinou $m_s$ [g]
1	742	431	155,5
2	743		156
3	743		156
4	743		156

Jak již bylo zmíněno v praktické části této diplomové práce, během počítání hmotností závaží potřebných pro dosažení zvolených napětí, nebyla zohledněna hmotnost smykového kroužku, a proto je jednotlivými závažími vyvíjen tlak větší o tlak způsobený hmotností smykového kroužku. Způsob výpočtu normálového napětí působícího na smykovou rovinu při použití závaží označeného písmenem  $C$  je následující:

$$\sigma = \frac{(m_L + m_R + m_H + m_W + m_S) \cdot g}{A}, \quad (4.1)$$

- kde  $\sigma$  je normálové napětí [Pa],  
 $A$  je plocha příčného řezu smykové cely [m<sup>2</sup>],  
 $m_L$  je hmotnost smykového víčka [kg],  
 $m_R$  je hmotnost smykového kroužku [kg],  
 $m_H$  je hmotnost závěsu [kg],  
 $m_W$  je hmotnost závaží [kg],  
 $m_S$  je hmotnost materiálu nad rovinou smyku [kg],  
 $g$  je gravitační zrychlení (9,81 m · s<sup>-2</sup>).

Hmotnost závěsu, smykového víčka a smykového kroužku je uvedena v Tabulce 4, průměrná hmotnost materiálu nad smykovou rovinou během 4 předsmyků je 155,875 g. Hmotnost závaží pro předsmykovou hladinu napětí 7,5 kPa je vzhledem k výše uvedenému o hmotnost smykového kroužku (114 g) vyšší, než v kapitole 3.1.1 vypočtená hmotnost 4 823 g a tedy rovna 4 940 g. V téže kapitole určená plocha smykové roviny  $A$  je rovna  $7,697\ 69 \cdot 10^{-3}$

m<sup>2</sup>. Dosazením těchto parametrů do rovnice (4.1) je získána hodnota normálového tlaku pro předsmýkový bod *P* ve vyhodnocení měření vzorku *I5-VA* na hladině předsmýkového napětí 7,5 kPa.

$$\sigma = \frac{(0,098 + 0,114 + 0,850 + 4,940 + 0,155 \cdot 875) \cdot 9,81}{7,6977 \cdot 10^{-3}} \quad (4.2)$$

$$\sigma = 7848 \text{ Pa} \quad (4.3)$$

Ekvivalentním způsobem byly vypočítány hodnoty normálových napětí pro smykové body *S*, pouze s tím rozdílem, že hmotnost materiálu nad smykovou rovinou *m<sub>S</sub>* nebyla zprůměrována, ale byla použita hmotnost odpovídající příslušné zkoušce.

Normálová napětí použitá k vlastnímu smyku během jednotlivých smykových zkoušek byla volena tak, aby se jejich hodnoty nacházely v rozsahu 80–25 % hodnoty předsmýkového normálového napětí. Kombinací sady pěti závaží (označených písmeny *A–E*) se staršími závažími (viz Obrázek 42) bylo pro hladinu předsmýkového napětí 7,5 kPa dosaženo hodnot normálového napětí pro smyk uvedených v Tabulce 14. Tyto hodnoty nezahrnují příspěvek hmotnosti vzorku nad smykovou rovinou, a proto jsou odlišné od skutečně aplikovaných normálových napětí (viz Tabulka 15).

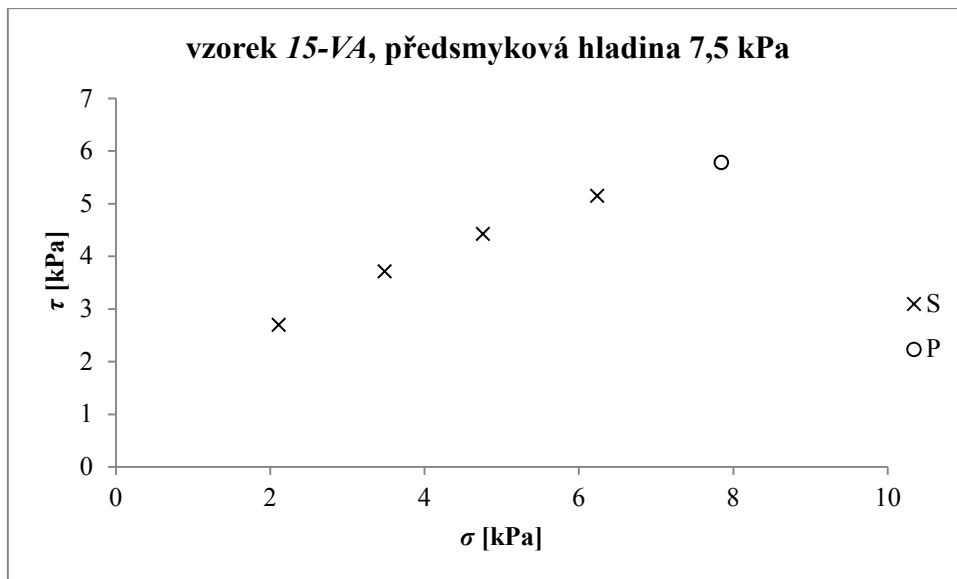
**Tabulka 14** Normálová napětí zvolená pro smykové zkoušky na předsmýkové hladině 7,5 kPa

<i>předsmýková hladina 7,5 kPa</i>					
	<i>P</i>	<i>S<sub>1</sub></i>	<i>S<sub>2</sub></i>	<i>S<sub>3</sub></i>	<i>S<sub>4</sub></i>
<b>Procent předsmýkového napětí</b>	100	78	60	43	25
<b>Normálové napětí <math>\sigma</math> [Pa]</b>	7647	6039	4558	3284	1912

V této kapitole popsanou úpravou výstupních dat ze smykové zkoušky byly získány hodnoty potřebné k umístění předsmýkového a smykových bodů do grafu závislosti smykového a normálového napětí. Tyto hodnoty jsou uvedeny v Tabulce 15.

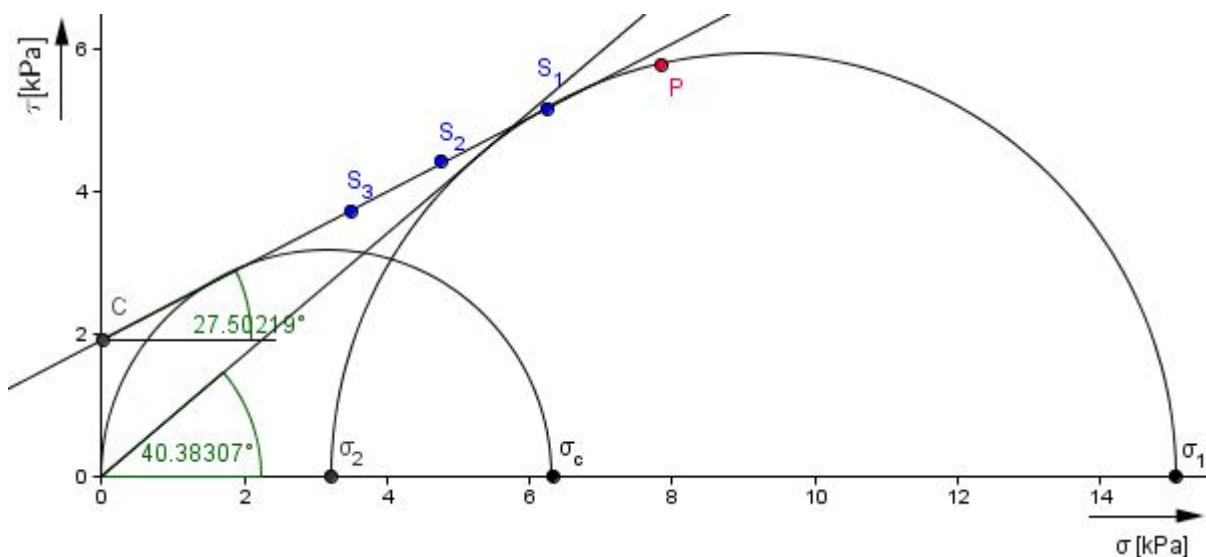
**Tabulka 15** Hodnoty normálových a smykových napětí pro předsmýkový bod a smykové body

<i>vzorek I5-VA, předsmýková hladina 7,5 kPa</i>					
	<i>P</i>	<i>S<sub>1</sub></i>	<i>S<sub>2</sub></i>	<i>S<sub>3</sub></i>	<i>S<sub>4</sub></i>
<b>Normálové napětí <math>\sigma</math> [Pa]</b>	7845	6237	4757	3483	2110
<b>Smykové napětí [Pa]</b>	5777	5150	4423	3714	2699



**Obrázek 52** Smykové body a předsmykový bod

Proložení smykových bodů přímkou a dokreslení Mohrových kružnic pomocí softwaru GeoGebra byly získány hodnoty prosté meze kluzu  $\sigma_c$ , většího hlavního normálového napětí  $\sigma_1$ , vnitřního úhlu tření  $\varphi_i$ , vnějšího úhlu tření  $\varphi_e$  a koheze  $C$  (viz Obrázek 53). Smykový bod  $S_4$  se nenacházel v oblasti platných smykových bodů a proto byl z měření eliminován a mezní přímkou byla proložena pouze smykovými body  $S_{1-3}$ .



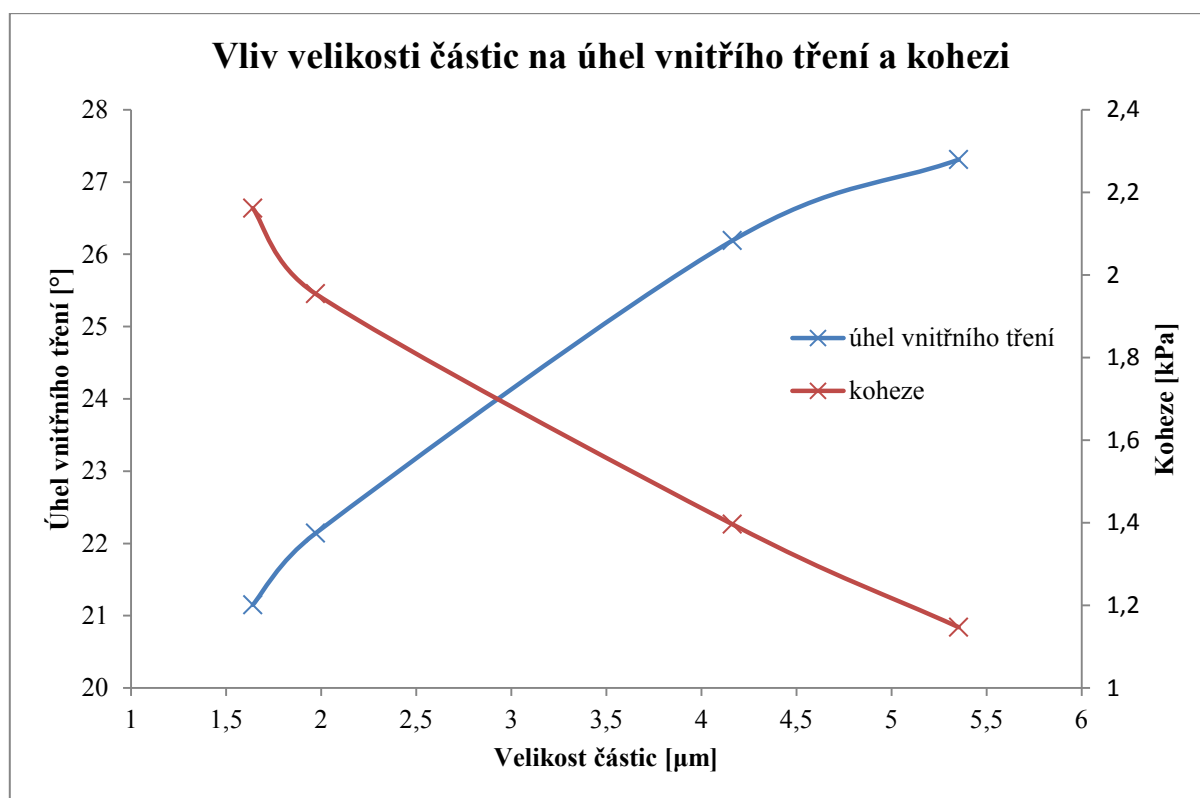
**Obrázek 53** Určení hodnot  $\sigma_c$ ,  $\sigma_1$ ,  $\varphi_i$ ,  $\varphi_e$  a  $C$  ze smykových bodů

Série linearizovaných mezních křivek daného materiálu získaných měřením na více hladinách předsmykového napětí je označována jako pevnostní diagram materiálu. Hodnoty prosté meze kluzu  $\sigma_c$  a většího hlavního normálového napětí  $\sigma_1$  definují jeden bod křivky tokové funkce. Všechny tyto tokové charakteristiky materiálu byly získány výše uvedeným postupem a jsou prezentovány v následující kapitole.

## 4.2 Prezentace a diskuse získaných výsledků

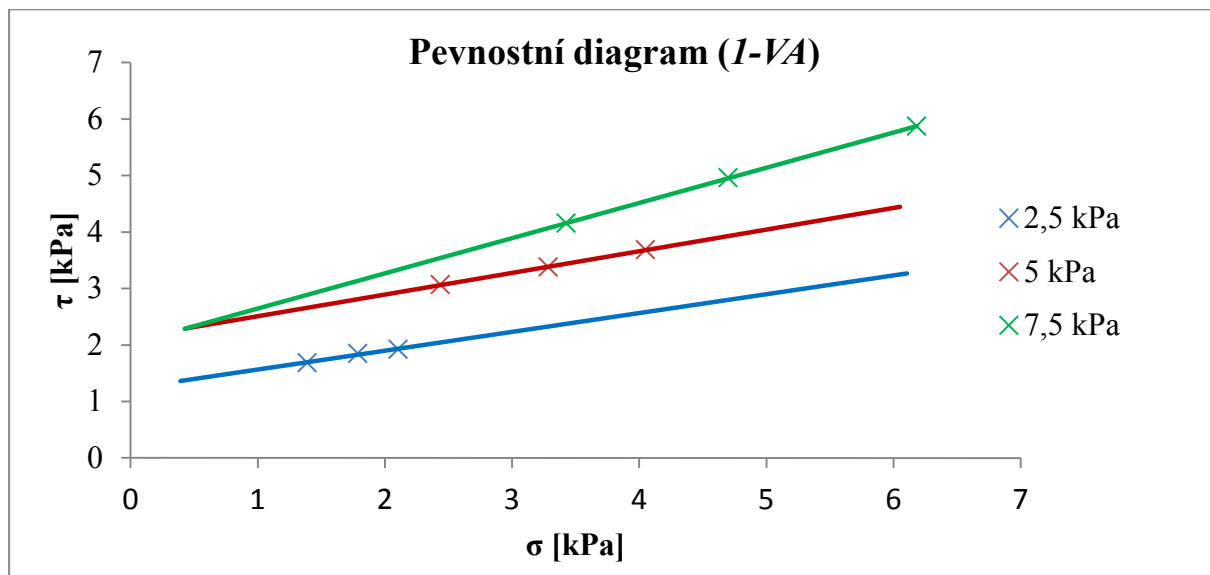
### 4.2.1 Měření tokových vlastností

Průběh linearizovaných mezních tokových křivek charakterizujících jednotlivé vzorky při různých konsolidačních napětích (viz Obrázky 55–59) naznačuje závislost vnitřního úhlu tření  $\varphi_i$  jednak na velikosti částic (a povrchové úpravě) a jednak na stupni konsolidace vzorku. Jednotlivé hodnoty stanovených úhlů vnitřního tření jsou uvedeny v Tabulce 16. Zatímco z výsledků měření nejjemnějšího vzorku *I-VA* lze jednoznačně pozorovat zvyšování hodnot  $\varphi_i$  s rostoucí hodnotou konsolidačního tlaku, v případě ostatních materiálů již takto jednoznačná závislost neplatí. Méně zřetelný trend zvyšování úhlu vnitřního tření spolu s konsolidačním stupněm byl také pozorován ve výsledcích měření vzorku *I5-VA*. Z vyhodnocených úhlů vnitřního tření vzorků *2-VA*, *5-VA* je patrné, že jeho hodnota roste až v rozsahu konsolidačních napětí mezi 5–7,5 kPa. Srovnáním povrchově neupravených materiálů prostřednictvím hodnot vnitřního úhlu tření při středním použitém stupni konsolidace (5 kPa) lze konstatovat, že se zvětšující se velikostí částic vnitřní úhel tření  $\varphi_i$  roste (viz Obrázek 54). Tento jev spojen se snižujícími se hodnotami koheze  $C$  v závislosti na rostoucím průměru částic, kdy se hodnota úhlu vnitřního tření přibližuje hodnotě úhlu efektivního tření, které nezahrnuje vliv koheze. Spolu s rostoucím průměrem částic se snižující hodnota koheze je dána zmenšující se kontaktní plochou mezi částicemi. Jednotlivé hodnoty koheze a efektivních úhlů tření  $\varphi_e$  jsou rovněž uvedeny ve shrnující Tabulce 16.

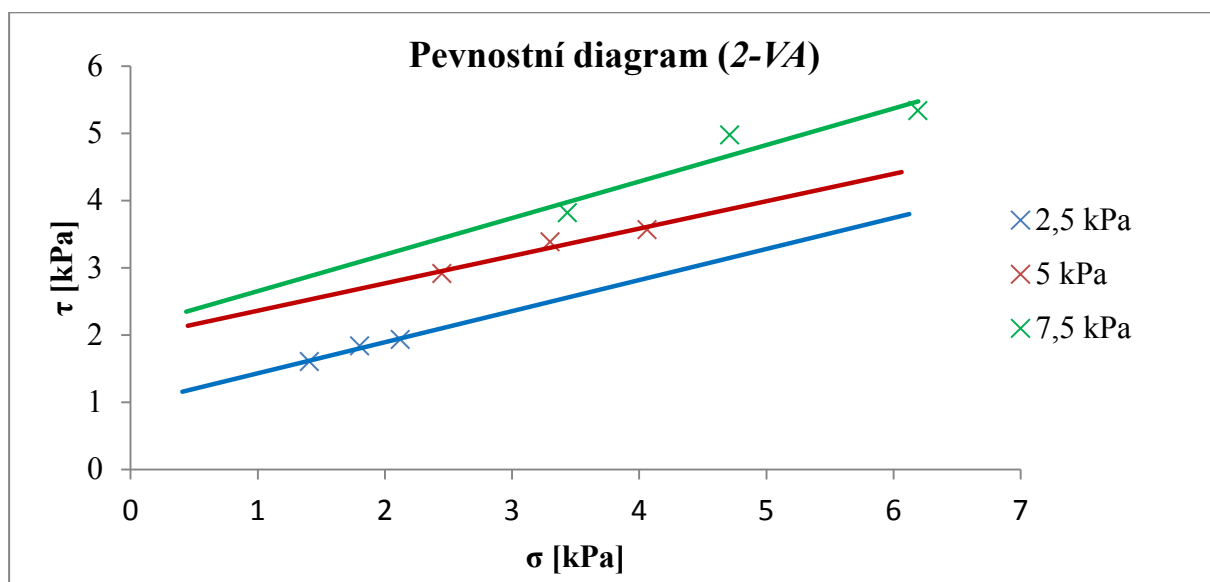


**Obrázek 54** Vliv velikosti částic na úhel vnitřního tření a kohezi

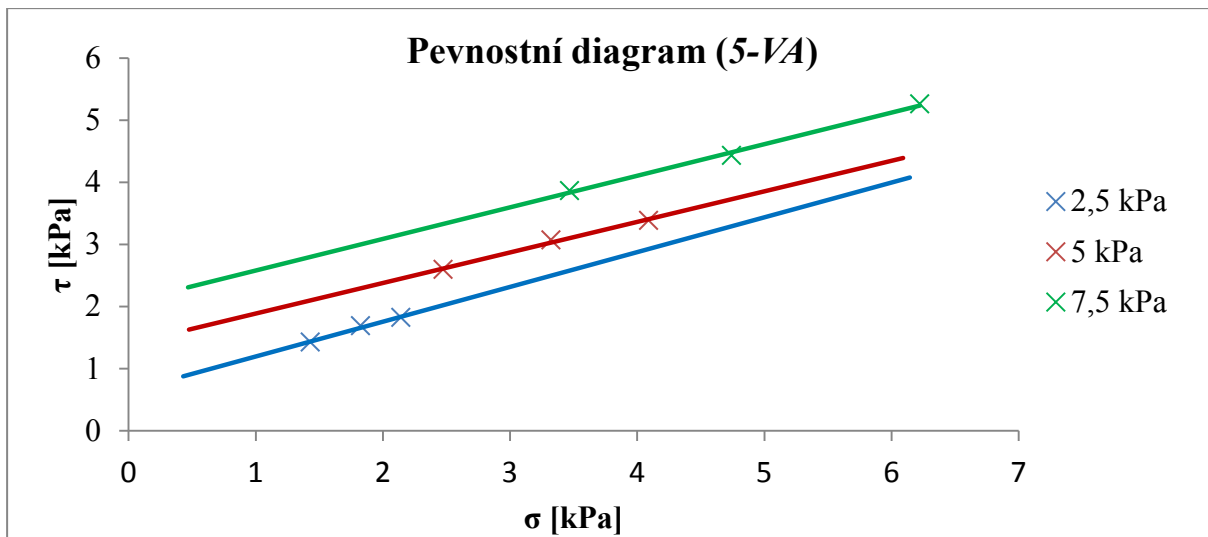
Z grafu na Obrázku 54 lze odečíst, že největší velikost částic použitých k měření nabývá hodnot kolem 5,4  $\mu\text{m}$ . V materiálových listech je nicméně uveden medián velikosti částic nejhrubšího vzorku 15-VA o hodnotě 12  $\mu\text{m}$  (viz Tabulka 9). Tento více než dvojnásobný rozdíl v mediánech velikosti částic vzorku 15-VA byl zjištěn pomocí laserové difrakce a diskuze tohoto zjištění je součástí kapitoly 4.2.2 zabývající se analýzou měření velikosti částic. K vyhodnocení byly použity výsledky získané měřením na analyzátoru velikosti částic.



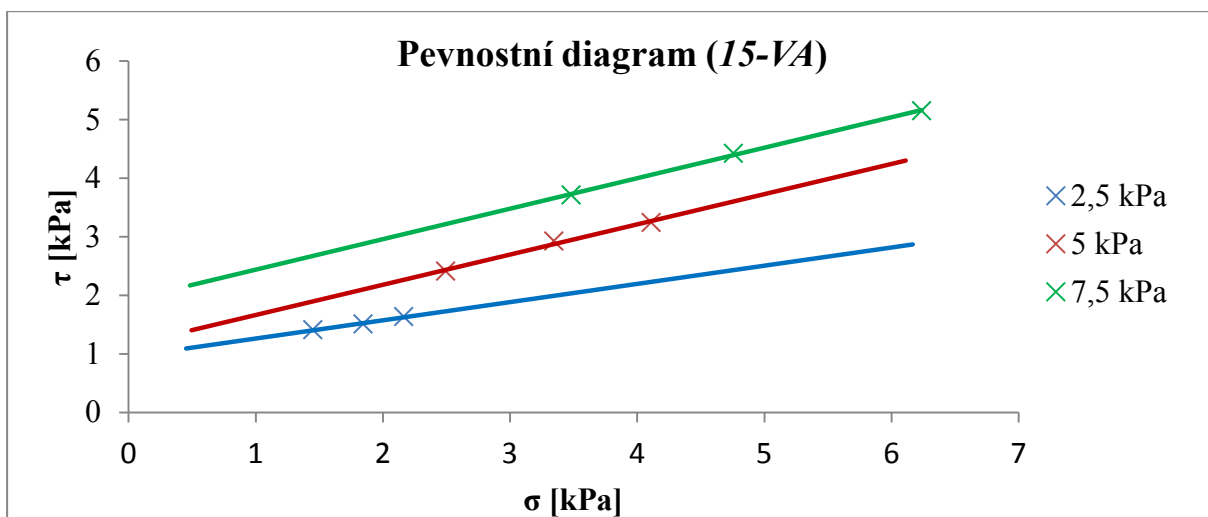
**Obrázek 55** Pevnostní diagram vzorku Omyacarb 1-VA



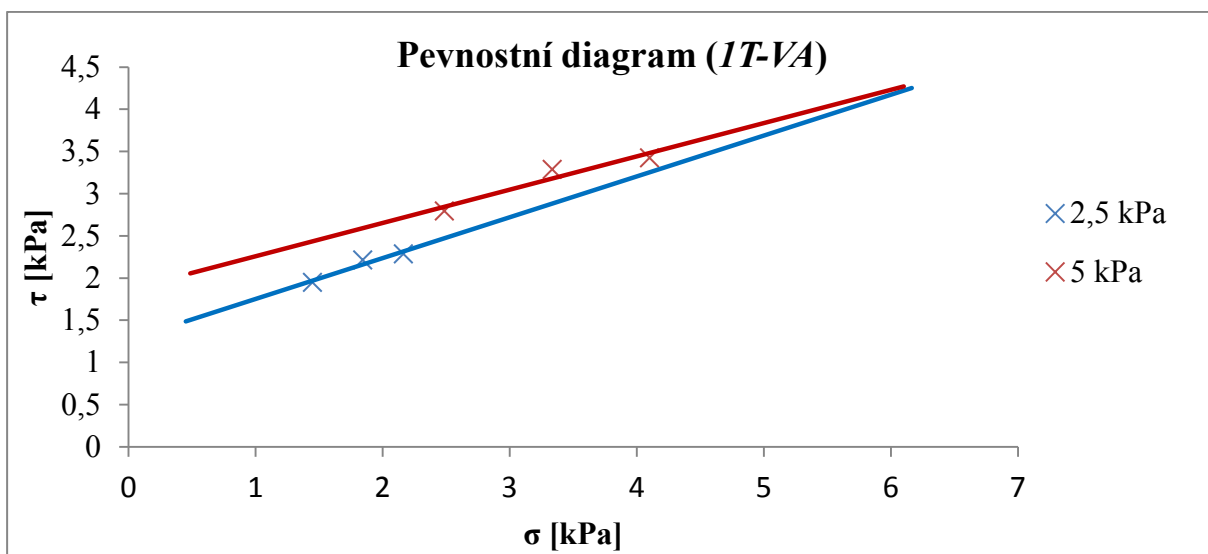
**Obrázek 56** Pevnostní diagram vzorku Omyacarb 2-VA



Obrázek 57 Pevnostní diagram vzorku Omyacarb 5-VA



Obrázek 58 Pevnostní diagram vzorku Omyacarb 15-VA



Obrázek 59 Pevnostní diagram vzorku Omyacarb 1T-VA

Z rozdílného průběhu linearizovaných mezních křivek v pevnostních diagramech lze odečíst soudržné chování měřených materiálů. Vzhledem k tomu, že se jedná o jemné práškovité materiály, byl však tento poznatek předvídatelný. Rozdílný sklon linearizovaných mezních křivek v závislosti na hladině předsmykového napětí přímo souvisí s již výše komentovaným úhlem vnitřního tření.

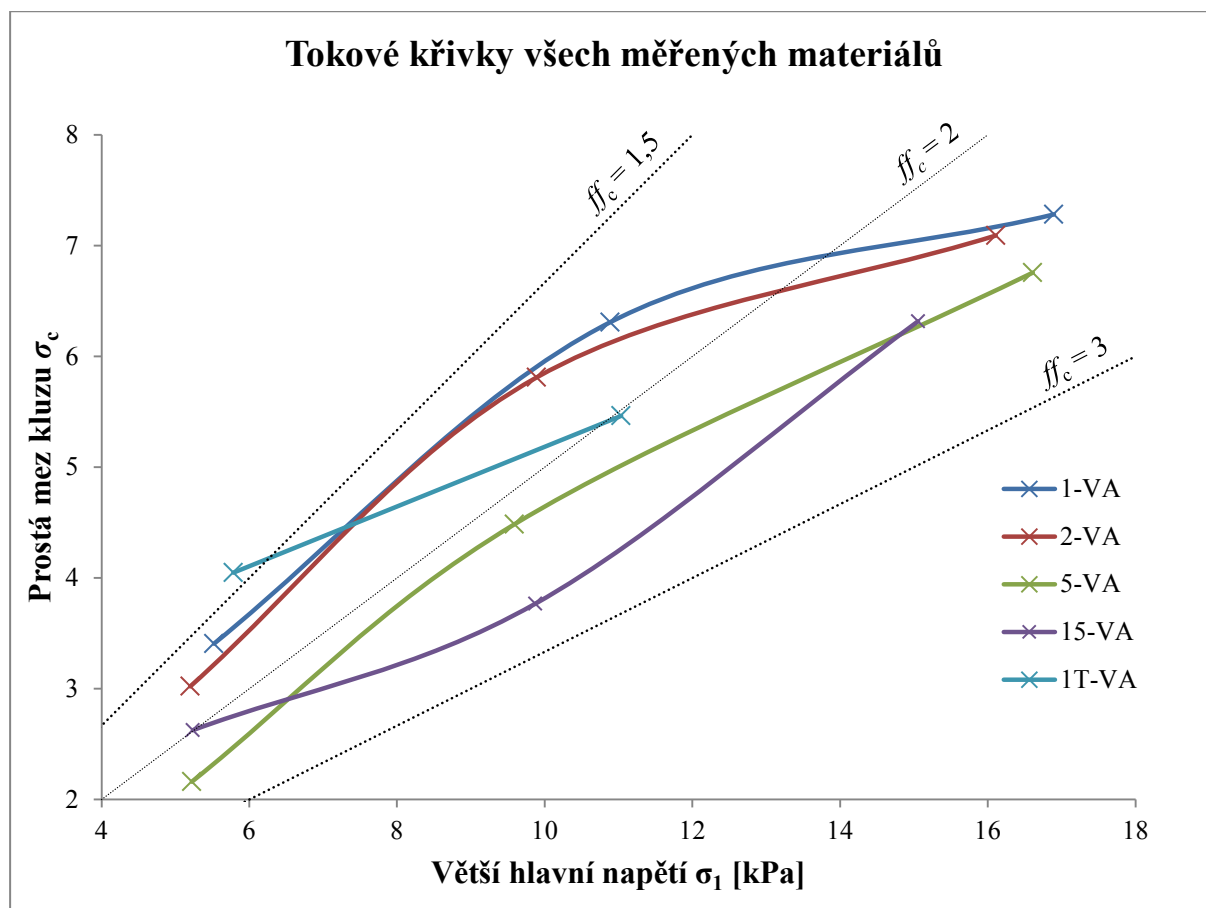
**Tabulka 16** Parametry tokového chování měřených práškových materiálů

Vzorek	Předsmyková hladina napětí	Úhel vnitřního tření	Efektivní úhel tření	Koheze	Prostá mez kluzu	Větší hlavní normálové napětí	Index toku ( $\sigma_1/\sigma_c$ )
	$\sigma_p$ [kPa]	$\varphi_i$ [°]	$\varphi_e$ [°]	$C$ [kPa]	$\sigma_c$ [kPa]	$\sigma_1$ [kPa]	$ff_c$
1-VA	2,5	18,62	42,06	1,22	3,41	5,52	1,62
	5	21,15	42,07	2,16	6,31	10,89	1,73
	7,5	31,94	44,57	2,02	7,28	16,90	2,32
2-VA	2,5	24,83	45,05	0,97	3,02	5,20	1,72
	5	22,14	43,26	1,95	5,81	9,89	1,70
	7,5	28,55	42,06	2,11	7,09	16,11	2,27
5-VA	2,5	29,33	41,77	0,64	2,16	5,22	2,42
	5	26,19	41,16	1,40	4,49	9,59	2,14
	7,5	26,97	39,44	2,07	6,76	16,61	2,46
15-VA	2,5	17,30	35,09	0,96	2,63	5,24	1,99
	5	27,31	38,82	1,15	3,77	9,87	2,62
	7,5	27,50	40,38	1,92	6,32	15,06	2,38
1T-VA	2,5	25,81	52,03	1,27	4,05	5,79	1,43
	5	21,70	38,52	1,85	5,46	11,04	2,02

Prezentované výsledky měření povrchově upraveného materiálu *1T-VA* nelze pokládat za hodnověrné a jsou zde uváděny pouze za účelem potvrzení této skutečnosti. Příčiny nedosažení důvěryhodného výstupu z měření tohoto materiálu jsou uvedeny v kapitole 3.2.1 a na efekty poukazující na nekorektní průběh testování vzorku *1T-VA* bude poukázáno v příslušných částech této kapitoly.

Obdobně jako koheze, také hodnota prosté meze kluzu  $\sigma_c$  souvisí s průběhem linearizované mezní tokové křivky. Nezávisle na velikosti částic byl pozorován vzrůst její hodnoty spolu s růstem předsmykového napětí. Nicméně směrnice charakterizující tento růst v pomyslném grafu závislosti prosté meze kluzu a předsmykového napětí je různá pro jednotlivé velikosti částic. Zatímco mezi nejnižším (2,5 kPa) a nejvyšším (7,5 kPa) aplikovaným normálovým napětím došlo u vzorku *1-VA* ke vzrůstu hodnoty prosté meze kluzu o 113 %, u vzorku *2-VA* činil tento vzrůst 135 %, u vzorku *5-VA* 213 %, a konečně u vzorku *15-VA* 140 %. Tato skutečnost poukazuje na velký význam konsolidačních tlaků ovlivňujících tokové chování práškových materiálů.

Obsahem Obrázku 60 jsou tokové funkce všech měřených materiálů. Pro lepší orientaci byly do grafu přidány 3 přímky, rozdělující oblasti grafu na tři zóny s hodnotami indexů toku mezi 1,5 a 2 a 2 a 3. V těchto oblastech je obsažen s jedinou výjimkou celý změřený průběh tokové funkce. Verbální interpretace číselných hodnot indexů toku je uvedena na Obrázku 14 v kapitole 2.2.3.



**Obrázek 60** Tokové funkce charakterizující tokové chování všech vzorků

V Tabulce 6 uvedenou skutečnost, že všechny hodnoty indexu toku povrchově neupravených materiálů se nacházejí v oblasti mezi 1,5 a 3 graficky znázorňují tokové funkce uvedené na Obrázku 60. Také jejich zvyšující se hodnotu během zvyšování konsolidačního napětí z 5 kPa na 7,5 kPa lze z grafu vyčíst na základě konkávnosti příslušných křivek. Ona konkávnost se se zvyšující se velikostí částic zmenšuje a v případě vzorku 15-VA je již průběh tokové funkce konvexní. Na základě výše uvedeného lze konstatovat, že zejména pro vzorky 1-VA a 2-VA se tokové vlastnosti zlepšují po celou dobu zvyšování konsolidačního napětí z 2,5 kPa na 7,5 kPa. Z praktického hlediska to znamená, že v zásobníku, ve kterém je vysoká hladina materiálu tok materiálu probíhá lépe, než v době, kdy část materiálu odteče a na zbývající materiál tak působí nižší (konsolidační) tlak. Mezi v rámci této diplomové práce změřenými hodnotami indexů toku jsou však relativně nízké odchylky, a proto by bylo výše zmíněné chování obtížně pozorovatelné. Toto chování by bylo možno pozorovat u materiálů, jejichž toková funkce probíhá v oblasti nízkých hodnot  $\sigma_c$  téměř rovnoběžně s osou  $\sigma_1$ .

Průběh tokové funkce charakterizující tokové chování materiálu 5-VA naznačuje, že zatímco v rozmezí konsolidačních tlaků 2,5 kPa a 5 kPa dochází se zvyšujícím se



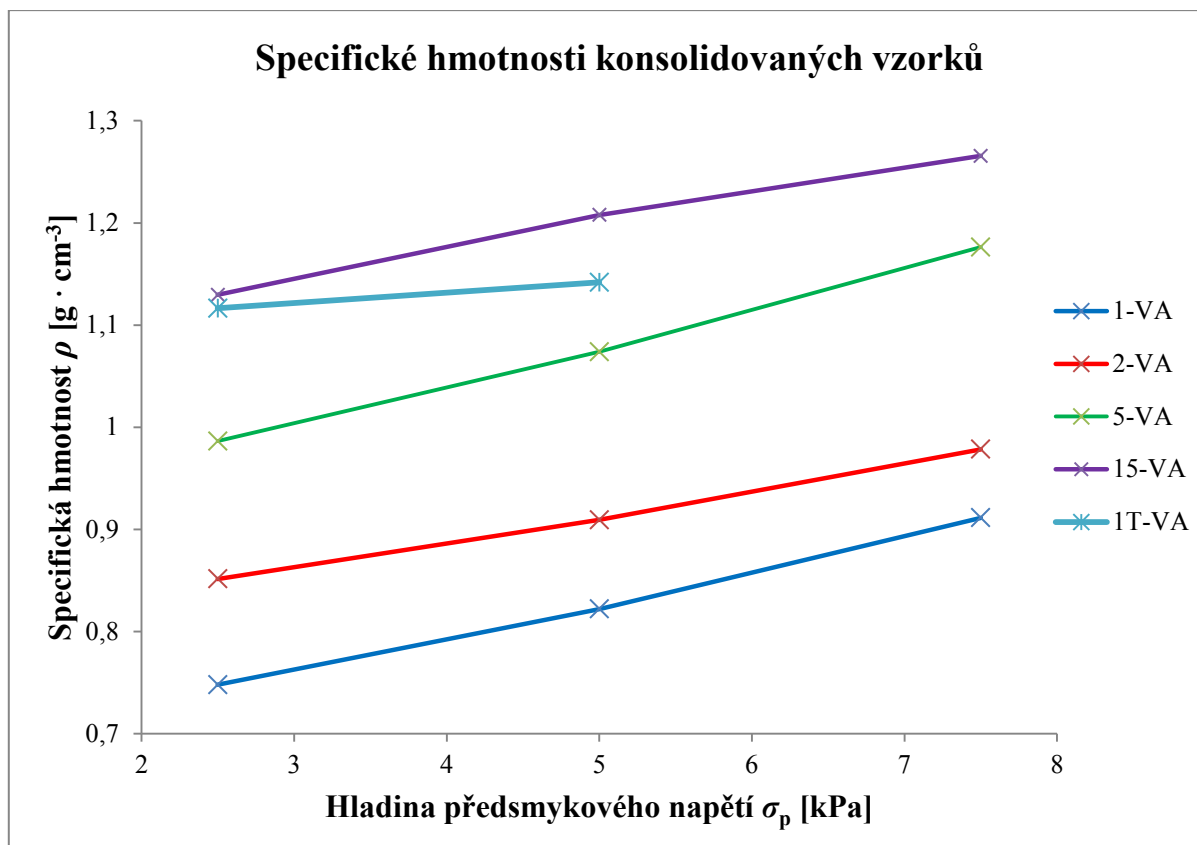
konsolidačním napětím k mírnému zhoršení tokových vlastností, růstem konsolidačního tlaku z 5 kPa na 7,5 kPa dochází k opětovnému zlepšení toku materiálu. U materiálu označeného jako *I5-VA* také dochází v průběhu zvyšování konsolidačního napětí ke změně trendu tokových vlastností, v tomto případě ovšem v opačném pořadí – do hodnoty 5 kPa konsolidačního napětí dochází k jejich zlepšení a následně působí zvyšování konsolidačního na tokové vlastnosti materiálu nepříznivě. Je vhodné zmínit, že materiál *I5-VA* měl při konsolidačním napětí 5 kPa celkově nejlepší tokové vlastnosti změřené v rámci této diplomové práce.

Na Obrázku 60 je rovněž naznačena část tokové funkce povrchově upraveného materiálu *IT-VA*, jehož hodnoty  $\sigma_c$  a  $\sigma_1$  se při konsolidačním napětí 7,5 kPa nepovedlo z výše uvedených důvodů stanovit. Vzhledem k tomu, že ani měření na hladině předsmyku 2,5 kPa neproběhlo zcela korektně, vypovídající hodnota této přímky je minimální. Nadměrná konsolidace na hladině předsmykového napětí 2,5 kPa je patrná i na Obrázku 61, kdy bylo dosaženo téměř shodné specifické hmotnosti jako po konsolidaci na 5 kPa hladině. Snad jedinou hodnověrnou informaci lze získat porovnáním poloh bodů charakterizujících tokové vlastnosti materiálů *I-VA* a *IT-VA* po konsolidaci tlakem 5 kPa. Vzhledem k téměř shodným velikostem částic těchto vzorků lze konstatovat, že povrchová úprava částic vzorku při konsolidačním tlaku 5 kPa zvyšuje index toku a tedy zlepšuje tok materiálu.

Po každé smykové zkoušce následovalo vážení cely s materiálem. Pokud byla pozorována odchylka v hmotnosti mezi vzorky na jednotlivých hladinách předsmykového napětí větší než 1 g, byla daná smyková zkouška vyhodnocena jako neplatná a měření bylo opakováno. Tento postup jednak zajistil v rámci možností opakovatelný postup přípravy vzorku a jednak možnost vyhodnocení specifických hmotností vzorků  $\rho$  na jednotlivých hladinách předsmykového napětí. Zprůměrované hodnoty hmotností vzorků po čtyřech smykových zkouškách byly vyděleny hodnotou objemu cely a výsledné specifické hmotnosti na jednotlivých hladinách předsmykového napětí jsou obsahem Tabulky 17 a Obrázku 61. Během počítání objemu cely nebyla použita hodnota výšky smykové misky uvedená v Tabulce 8 (19 mm), ale vzhledem k jejímu zvýšenému dnu její vnitřní výška 16 mm. Vliv koncentrického drážkování dna misky na její objem již byl komentován v kapitole 4.1.3.

**Tabulka 17** Specifické hmotnosti vzorků na jednotlivých předsmykových hladinách

vzorek	specifická hmotnost [ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ] na hladině předsmykového napětí:		
	2,5 kPa	5 kPa	7,5 kPa
<i>1-VA</i>	0,75	0,82	0,91
<i>2-VA</i>	0,85	0,91	0,98
<i>5-VA</i>	0,99	1,07	1,18
<i>15-VA</i>	1,13	1,21	1,27
<i>IT-VA</i>	1,12	1,14	neměřeno



**Obrázek 61** Specifické hmotnosti konsolidovaných vzorků

Analýzou údajů uvedených v Tabulce 17 a znázorněných průběhem závislostí na Obrázku 61 lze dojít k závěru, že se zvyšujícím se konsolidačním napětím i velikostí částic roste specifická hmotnost vzorku. Tato skutečnost je dána větším zhutněním materiálu po aplikaci napětí, kdy dojde ke změně uspořádání částic a částečnému odstranění plynné fáze z prostoru mezi částicemi materiálu. Míra změny poměru mezi plynnou a pevnou fází je dána hodnotou napětí působícího během konsolidace.

Otázka vlivu velikosti částic na specifickou hmotnost práškových materiálů již není takto zřejmá. Obecně lze tvrdit, že velikost částic nemá vliv na hustotu zaplnění krychle jednotkových rozměrů (pokud je zanedbána existence hranic této krychle) a tudíž by ani neměly být pozorovány rozdíly v hustotě partikulárních látek s částicemi různé velikosti. Zde je však potřeba nahlédnout na vzorek jako na soubor částic různých velikostí charakterizovaných určitou distribuční funkcí. Fakt, že vzorek vedle částic střední velikosti obsahuje také částice menší, vyplňující prostory mezi nimi, vysvětluje výše konstatovaný trend zvyšování specifické hmotnosti s rostoucím průměrem *střední velikosti částic*.

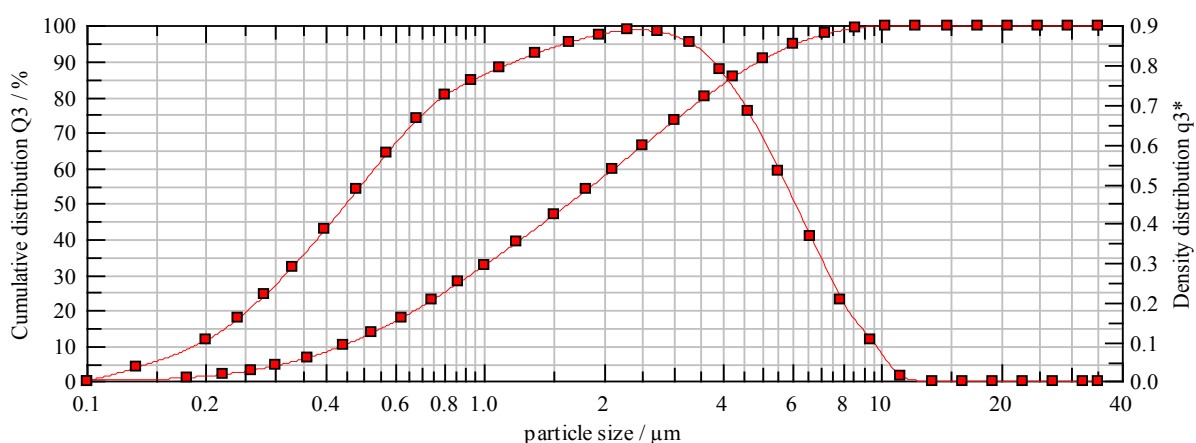
### 4.3.1 Analýza velikosti částic

Každý z pěti vzorků byl na laserovém analyzátoru velikosti částic *Sympatec Helos KR* proměřen třikrát. Výsledky měření jsou uvedeny v Tabulce 18.

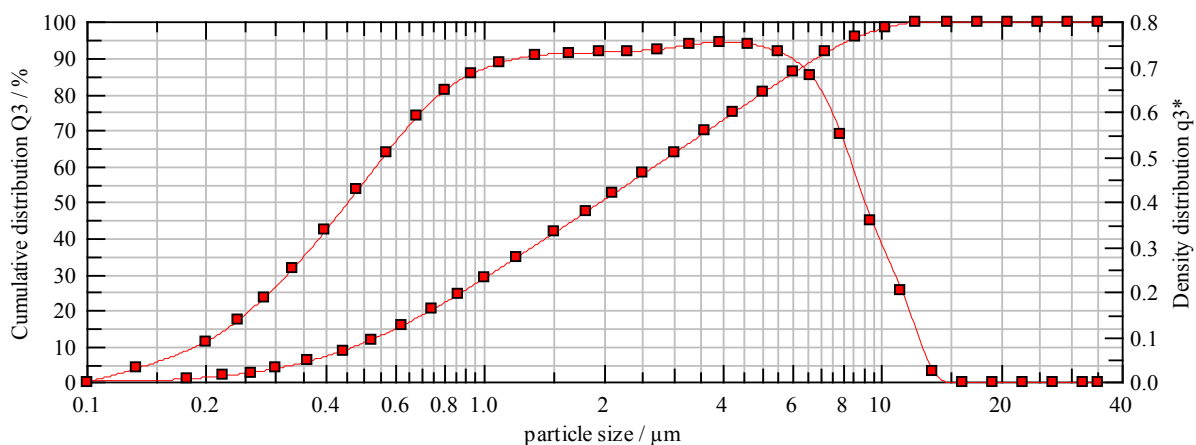
*Tabulka 18 Výsledky analýzy velikosti částic*

vzorek	$d_{50}$ [ $\mu\text{m}$ ]			$d_{90}$ [ $\mu\text{m}$ ]			$d_{99}$ [ $\mu\text{m}$ ]		
	1.	2.	3.	1.	2.	3.	1.	2.	3.
<i>1-VA</i>	1,64	1,64	1,64	4,89	4,93	4,93	8,17	8,46	8,37
<i>2-VA</i>	1,95	1,97	1,99	6,82	6,90	6,86	11,23	11,16	11,26
<i>5-VA</i>	4,15	4,17	4,17	13,59	13,78	13,85	26,14	26,72	27,08
<i>15-VA</i>	5,39	5,34	5,33	13,82	13,83	13,82	19,22	19,26	19,23
<i>17-VA</i>	1,42	1,45	1,44	4,72	4,82	4,84	8,08	8,2	8,47

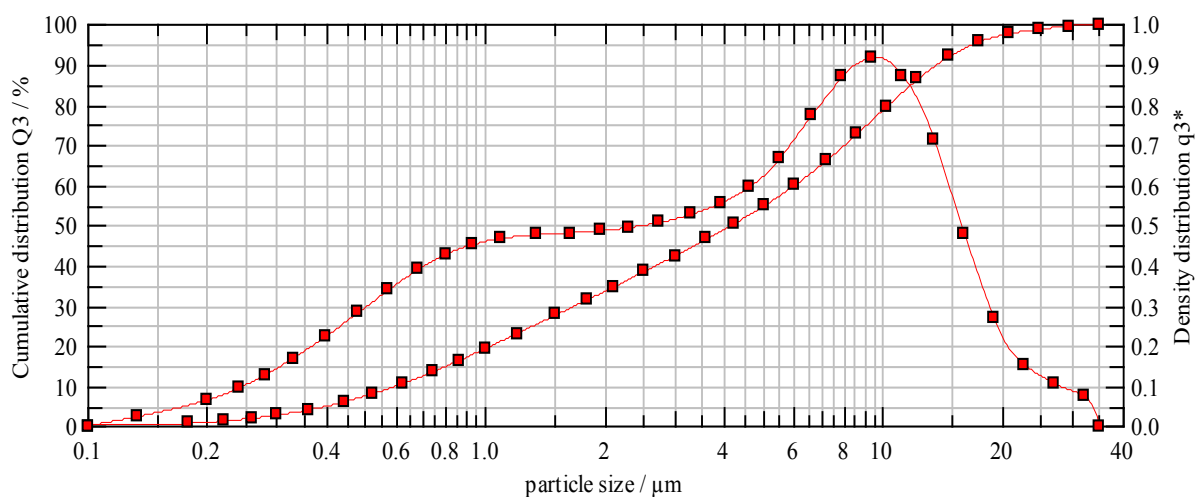
Pro představu celkové distribuce velikostí částic jsou na Obrázcích 62–66 zobrazeny distribuční křivky graficky reprezentující diferenciální i integrální distribuční funkce velikosti částic jednotlivých vzorků.



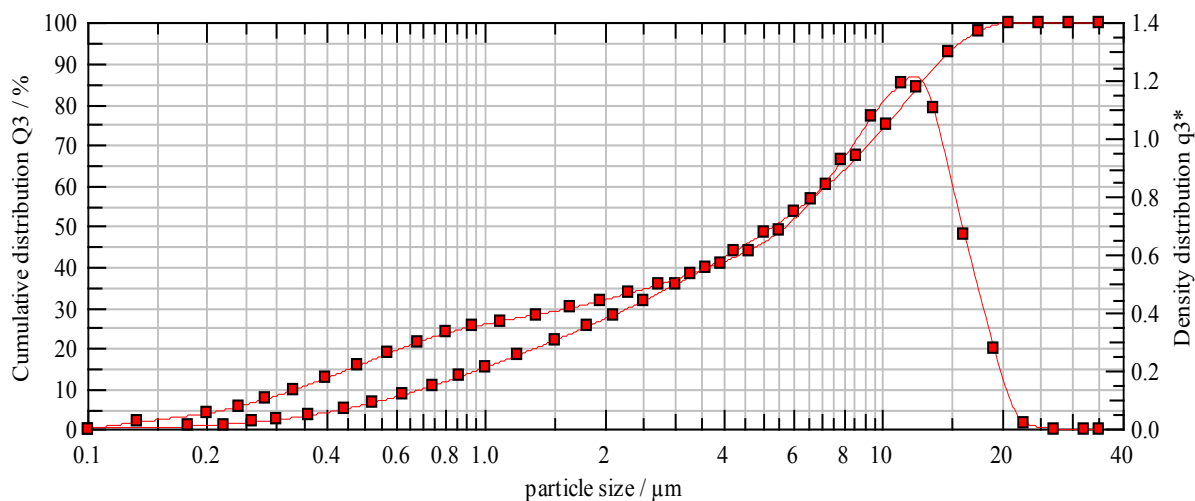
*Obrázek 62 Distribuční funkce velikosti částic vzorku 1-VA*



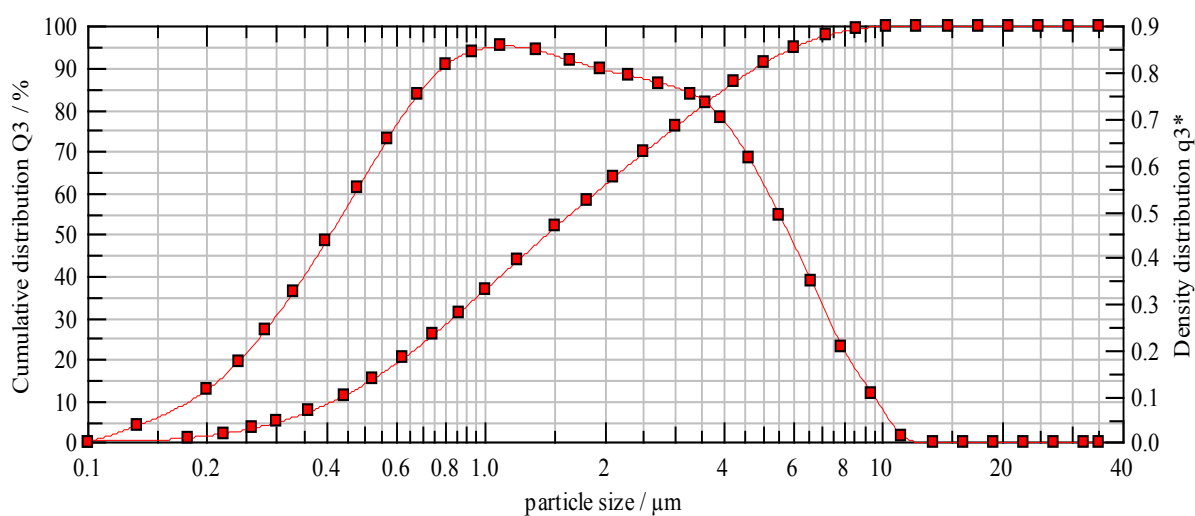
*Obrázek 63 Distribuční funkce velikosti částic vzorku 2-VA*



**Obrázek 64** Distribuční funkce velikosti částic vzorku 5-VA



**Obrázek 65** Distribuční funkce velikosti částic vzorku 15-VA

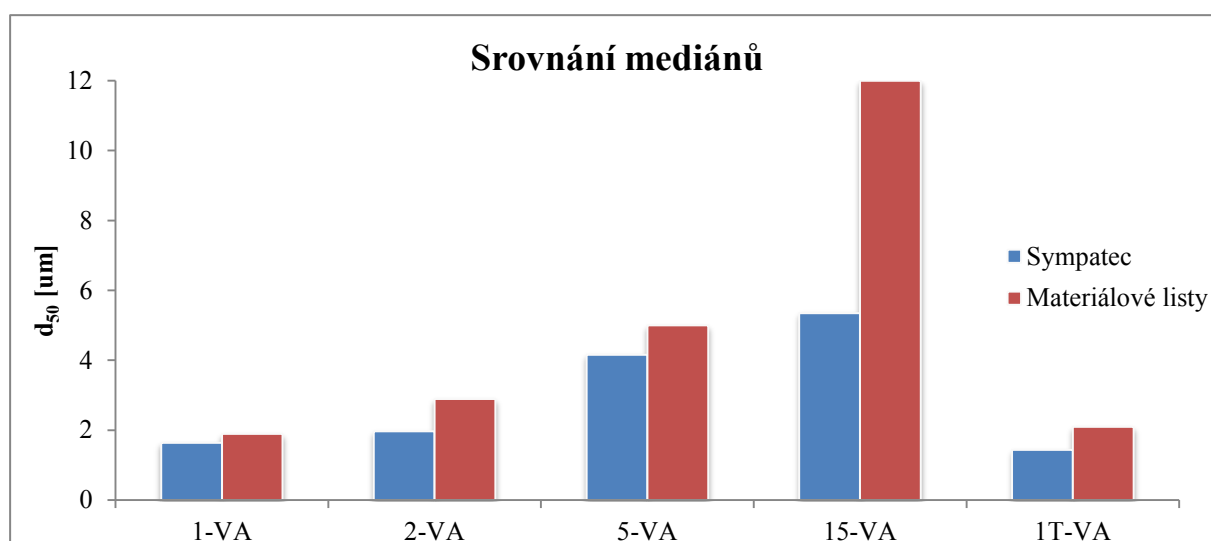


**Obrázek 66** Distribuční funkce velikosti částic vzorku 1T-VA

V Tabulce 19 je uvedeno srovnání průměrných změřených mediánových hodnot s mediány uvedenými v materiálových listech jednotlivých vzorků. Grafické znázornění rozdílů mezi změřenými a v materiálových listech uvedenými údaji je pak obsahem Obrázku 67.

**Tabulka 19** Srovnání změřených a v materiálových listech deklarovaných mediánů

vzorek	d <sub>50</sub> [μm]		Δd <sub>50</sub> [μm]	Δd <sub>50</sub> [%]
	Sympatec Helos KR	materiálové listy		
1-VA	1,64	1,9	0,26	15,6
2-VA	1,97	2,9	0,93	47,2
5-VA	4,16	5	0,84	20,2
15-VA	5,35	12	6,65	124,3
1T-VA	1,44	2,1	0,66	45,8



**Obrázek 67** Grafické srovnání velikosti částic dle měření a materiálových listů

Z grafu na Obrázku 67 lze pozorovat poměrně značné rozdíly mezi hodnotami uvedenými v materiálových listech a hodnotami změřenými na analyzátoru velikosti částic. Ve všech případech platí, že v materiálových listech uváděné hodnoty převyšovaly hodnoty změřené. Odchylka hodnot uvedených v materiálových listech se pohybovala v rozmezí 15,4–124 % změřené hodnoty. Zejména odchylka v případě materiálu 15-VA je enormní a původně bylo předpokládáno, že zřejmě došlo k chybě v označení materiálu. Avšak po nahlédnutí na změřenou distribuční funkci tohoto materiálu (viz Obrázek 65) lze deklarovanou hodnotu 12 μm nalézt jako modus, tzn. nejvíce zastoupenou velikost částic. V materiálových listech je však označena jako medián a předpoklad, že jsou v materiálových listech uváděny nesprávně označené hodnoty modu, se po srovnání hodnot z ostatních materiálových listů s výsledky měření nenaplnil. Ve vzorku 15-VA jsou tedy skutečně nejpočetněji zastoupeny částice velikosti blízké 12 μm, avšak ve středu řady rostoucích hodnot velikosti částic budou zastoupeny částice velikosti 5,35 μm a nikoliv 12 μm. Disproporcí mezi deklarovanou jemností v materiálových listech výrobce a realitou skutečných dodávek se potvrzuje známá skutečnost, že pro výrobce je bezpečnější dodávat produkt jemnější (i když výrobně dražší), poněvadž velká většina zákazníků kontroluje především zbytky na síti – tedy nejhrubější frakce, které jsou při překročení v předávacích testech sankcionovány.

## 5 ZÁVĚR

Cílem této diplomové práce bylo seznámení se s literaturou reologie práškovitých materiálů a následné měření tokových vlastností 5 vzorků vápence na experimentálním Jenikeho smykovém přístroji, který je na Fakultě chemické VUT v Brně realizován v rámci řešení projektu Fondu rozvoje vysokých škol.

Poznatky získané studiem literatury jsou uvedeny v teoretické části této diplomové práce. V úvodu teoretické části jsou nastíněny základní charakteristické vlastnosti partikulárních látek se zdůrazněním potřeby jejich vnímání jako celku tvořeného tuhou a tekutou fází. Následně je popsáno mechanické chování práškovitých materiálů v rozsahu nutném k porozumění principu smykové zkoušky, na jejímž základě byly vyhodnoceny výsledky této diplomové práce. V závěru teoretické části je pojednáno o Jenikeho smykovém stroji a standardním postupu smykové zkoušky. Zmíněna je také jedna alternativa Jenikeho smykového stroje v podobě smykového stroje rotačního.

Vzhledem k tomu, že experimentální smykový přístroj byl uváděn do provozu společně s prvními měřeními v rámci této diplomové práce, je v praktické části uveden relativně podrobný popis jeho součástí a jednotlivých technických řešení. Praktická část také stručně představuje možnosti laserového analyzátoru velikosti částic *Sympatec Helos KR*, pomocí kterého byly získány distribuční granulometrické funkce velikosti částic vzorků.

Stěžejní částí této diplomové práce bylo provedení měření tokových vlastností 5 vzorků vápence. Byly zvoleny čtyři vzorky bez povrchové úpravy a jeden vzorek s hydrofobní povrchovou úpravou kyselinou stearovou. Rozdílná velikost částic vzorků bez povrchové úpravy umožnila posouzení vlivu velikosti částic na tokové chování. Z vyhodnocení výstupních dat smykové zkoušky vyplývá, že s rostoucí velikostí částic roste vnitřní úhel tření  $\varphi_i$  a současně klesá hodnota koheze  $C$ . Také rozdílný průběh linearizovaných mezních křivek poukazuje na soudržnou povahu měřených práškovitých materiálů. S výjimkou vzorku *I5-VA* platí, že se zvyšující se velikostí částic roste index toku neboli ochota materiálu téct.

Vedle vlivu velikosti částic byl také pozorován vliv konsolidace vzorku na tokové chování. Lze konstatovat, že v rozsahu měřených hladin předsmykového napětí, nebyl vliv konsolidace na index toku příliš výrazný a k největší změně indexu toku došlo u nejjemnějšího materiálu *I-VA*, kdy byla jeho hodnota zvýšena o 0,7. Vliv povrchové úpravy na tokové chování nebylo možno vzhledem k potížím spojeným s měřením povrchově upraveného materiálu objektivně posoudit.

Správnost výsledků prezentovaných v této diplomové práci je obtížné ověřit. V teoretické části naznačena složitost chování práškovitých materiálů, která může být ovlivněna velkým množstvím faktorů zahrnujících i ty neměřitelné, jako například historii vzorku, způsobuje, že v literatuře prakticky nelze nalézt hodnoty, pomocí kterých by bylo možno výsledky ověřit. Potěšujícím lze shledat fakt, že teoreticky předpokládané závislosti byly vyhodnocením změřených hodnot potvrzeny.

## 6 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] *Powder/Bulk Solids: The Source for Dry Processing and Bulk Handling Technology* [online]. 2012 [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.powderbulksolids.com/>
- [2] Úvod do problematiky: Řešení problémů netekoucího sypkého materiálu v zásobnících a technologických zařízeních. MOSA SOLUTION. *MOSA solution* [online]. 2012 [cit. 2012-05-06]. Dostupné z: <http://www.mosasolution.com/o-nas/nase-sluzby/uvod-do-problematiky>
- [3] FEDA, Jaroslav. *Základy mechaniky partikulárních látek*. 1. vyd. Praha: Academia, 1977, 347 s. ISBN Základy mechaniky partikulárních látek.
- [4] WEINER, Bruce. What is a Continuous Particle Size Distribution?. *What is a Continuous Particle Size Distribution?* [online]. 2011, s. 3 [cit. 2012-05-06]. Dostupné z: <http://www.brookhaveninstruments.com/pdf/What%20is%20a%20Continuous%20Particle%20Size%20Distribution.pdf>
- [5] Integrovaný systém elektronických studijních opor VŠCHT Praha [online]. Praha: Vydavatelství VŠCHT Praha, 2005 [cit. 2012-05-06]. Dostupné z: [http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid\\_es-001/hesla/integralni\\_rozdelovaci\\_funkce.html](http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/integralni_rozdelovaci_funkce.html)
- [6] Inženýrství chemicko-farmaceutických výrob: tok, doprava a skladování sypkých hmot. In: *Sypké hmoty: Doprava a skladování* [online]. 2011 [cit. 2012-05-06]. Dostupné z: <http://tresen.vscht.cz/kot/wp-content/uploads/2011-02-tok-doprava-skladovani-3x2.pdf>
- [7] KWADE, A., D. SCHULZE a J. SCHWEDES. Determination of the stress ratio in uniaxial compression tests. *Powder handling and processing*. Clausthal-Zellerfeld: Trans Tech Publ., 1994, roč. 1994, č. 6, 199–203. ISSN 0934-7348.
- [8] TIMOSHENKO, Stephen. *History of strength of materials: with a brief account of the history of theory of elasticity and theory of structures*. New York: Dover Publications, 1983, 452 s. ISBN 978-0-486-61187-7.
- [9] SCHULZE, D. Zur Fließfähigkeit von Schüttgütern: Definition und Meßverfahren. *Chemical engineering*. 1995, roč. 1995, č. 67, 60–68. ISSN 0930-7516.
- [10] SCHULZE, D. Flowability of Bulk Solids: Definition and Measuring Techniques. *Powder and bulk engineering*. 1996, roč. 1996, č. 10, 45–61. ISSN 0897-6627.
- [11] ENGINEERS, The Institution of Chemical. *Standard shear testing technique for particulate solids using the Jenike shear cell: a report of the EFCE Working Party on the Mechanics of Particulate Solids*. Rugby, England: Institution of Chemical Engineers, 1989. ISBN 08-529-5232-5.
- [12] Teaching Equipment for Advanced Manufacturing, Automation, Mechatronics, PLC Trainers. US DIDACTIC, INC. *CE 200: Flow Properties of Bulk Solids* [online]. Gerätebau GmbH: G.U.N.T., 2005 [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.usdidactic.com/html/p4839.htm#>

- [13]The Ghadiri Research Group: Experts in particle technology. The ghadiri research group. *Flowability by Bulk Shearing* [online]. [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: [http://www.leeds.ac.uk/particletechnology/c\\_fbs.htm](http://www.leeds.ac.uk/particletechnology/c_fbs.htm)
- [14]SCHULZE, D. Powder testers, flowability testing, shear testers: by Dietmar Schulze. DIETMAR SCHULZE. *A test with the Ring Shear Tester RST-XS: Procedure for the measurement of the flowability (yield locus test)* [online]. 2003 [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.dietmar-schulze.de/rstxsdemoe.html>
- [15]STEWART, J., L. MCNAB a J. OOI. Measurement of Mechanical Properties for Industrial Applications. *Schulze Ring Test* [online]. [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://mechanicalpropertiesofpowders.weebly.com/schulze-ring-test.html>
- [16]*Standard smykové zkoušky partikulárních hmot pomocí Jenikeho smykového stroje: Standard shear testing technique for particulate solids using the Jenike shear cell = Standardmethode zur Charakterisierung von Schüttgütern mit dem Jenike Schergerät.* Ostrava: VŠB-TU Ostrava, 2006, 43 s. ISBN 80-248-1051-4.
- [17]T.E.A. TECHNIK s.r.o.: lineární vedení a pohony. *Lineární vedení Alurol* [online]. T.E.A. TECHNIK s.r.o., 2007 [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.teatechnik.cz/alurol-1/>
- [18]Uzimex. *Řada RE - Motory DC - maxon motor ag* [online]. Praha: 2006 UZIMEX PRAHA, spol. s r.o., 2006 [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.uzimex.cz/Vyrobce/maxon-motor-ag/Motory-DC/Rada-RE.html>
- [19]Uzimex. *Lineární převodovky* [online]. Praha: 2006 UZIMEX PRAHA, spol. s r.o., 2006 [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.uzimex.cz/Vyrobce/maxon-motor-ag/Motory-DC/Rada-RE.html>
- [20]KLINZING, E. *Pneumatic conveying of solids: a theoretical and practical approach.* 3rd ed. /. New York: Springer, 2010, 568 s. ISBN 978-904-8136-094.
- [21]GM electronic. GM ELECTRONIC, spol. s r. o. *Stabilizovaný zdroj DIAMETRAL T124P50N* [online]. [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.gme.cz/laboratorni-zdroje-ss-do-5-a-pevne-napeti/stabilizovany-zdroj-diametral-t124p50n-p722-194/>
- [22]CARSON, John W. a Harald WILMS. Development of an international standard for shear testing. [online]. [cit. 2012-05-07]. DOI: 10.1016/j.powtec.2006.04.005. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0032591006001458>
- [23]Centrum materiálového výzkumu. *O centru* [online]. Fakulta chemická, Vysoké učení technické v Brně, 2012 [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.materials-research.cz/cz/o-centru/>
- [24]Centrum materiálového výzkumu. *Laserový analyzátor velikosti částic: Sympatec Helos KR* [online]. Fakulta chemická, Vysoké učení technické v Brně, 2012 [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.materials-research.cz/cz/laboratore/laborator-fyzikalne-mechanicky-analyz/laserovy-analyzator-velikosti-castic/>
- [25]SCHULZE, D. Powder testers, flowability testing, shear testers: by Dietmar Schulze. DIETMAR SCHULZE. *Application of Ring Shear Testers: Examples* [online]. 2003, 18. 6. 2003 [cit. 2012-05-07]. Dostupné z: <http://www.dietmar-schulze.de/applice.html>



- [26] WOUTERS, Ilse M. F. a Derek GELDART. Characterising Semi-Cohesive Powders using angle of repose. *Particle* [online]. 1996, roč. 13, č. 4, s. 254-259 [cit. 2012-05-07]. ISSN 09340866. DOI: 10.1002/ppsc.19960130408. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/ppsc.19960130408>
- [27] PAVLISKA, Jiří a Leopold HRABOVSKÝ. *Dopravní a manipulační zařízení IV*. 1. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2004, 128 s. ISBN 80-248-0537-5.
- [28] NOVOSAD, Jan. *Mechanika sypkých hmot /*. Praha : Institut pro výchovu vedoucích pracovníků ministerstva průmyslu ČSR, [1982]. 93 s. :. ISBN (Brož.).
- [29] Diferenciální rozdělovací funkce velikostí částic. *Integrovaný systém elektronických studijních opor VŠCHT Praha* [online]. Praha: Vydavatelství VŠCHT Praha, 2005 [cit. 2012-05-06]. Dostupné z: [http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid\\_es001/hesla/diferencialni\\_rozdelovaci\\_funkce.html](http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es001/hesla/diferencialni_rozdelovaci_funkce.html)
- [30] KÉZDI, Árpád. *Handbook of soil mechanics*. Budapest: Akadémiai Kiadó, 1974, 294 s. ISBN 96-305-0088-4.