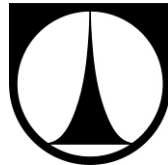


TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií



**OPTICKÉ METODY PRO STUDIUM FILTRAČNÍCH
PROCESŮ NA NANOVLÁKENNÝCH FILTRECH**

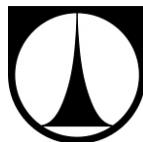
DISERTAČNÍ PRÁCE

Liberec 2015

Ing. Petr BÍLEK

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta mechatroniky, informatiky
a mezioborových studií



**OPTICKÉ METODY PRO STUDIUM FILTRAČNÍCH
PROCESŮ NA NANOVLÁKENNÝCH FILTRECH**

Disertační práce

Studijní program: **P3901 - Aplikované vědy v inženýrství**
Studijní obor: **3901V055 - Aplikované vědy v inženýrství**
Autor práce: **Ing. Petr Bílek**
Vedoucí práce: **doc. Ing. Petr Šidlof, Ph.D.**

Liberec 2015

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou disertační práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 - školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé disertační práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li disertační práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Disertační práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé disertační práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum:

Podpis:

Anotace

Optické metody pro studium filtračních procesů na nanovlákných filtrech

Práce se zabývá vizualizací a optickými experimentálními metodami pro studium filtračních procesů na nanovlákných filtračních materiálech. Nanovlákná textilie se vyznačuje velmi vysokým specifickým povrchem a malou velikostí pórů a díky těmto přednostem má výborné filtrační vlastnosti, ale v porovnání s jinými filtry disponuje horší mechanickou odolností. Cíl práce lze rozdělit na vývoj vizualizační metody pro studium filtračních procesů a na vývoj semi-kvantitativní optické metody pro hodnocení lokální účinnosti filtrace a jejího vývoje v čase. Vizualizace filtrace umožňuje neinvazivní pohled na filtrační proces v laserovém řezu. Tímto způsobem lze vizualizovat proudění v okolí filtračního materiálu a způsob dopadu částic na filtr, pozorovat desintegraci a zanášení filtrační vrstvy. Provedením obrazové analýzy lze potom kvantifikovat filtrační děj a měřit tak lokální efektivitu filtrace v čase, která souvisí se strukturálními vlastnostmi filtrů. Metoda je založena na optickém měření lokální koncentrace částic, které je v práci teoreticky rozebráno a experimentálně ověřeno. Dále je zpracována teorie rozptylu světla a měření intenzity světla digitální CCD kamerou. Byly změřeny parametry metody a provedena citlivostní analýza. Na závěr jsou uvedeny vybrané výsledky z experimentů demonstrující využití vizualizační a měřicí metody v praxi.

Klíčová slova: rozptyl světla, vizualizace proudění, filtrační proces, filtrace vody, nanovlákné filtrační materiály, nanofiltrace.

Abstract

Optical methods for investigation of filtration processes on nanofibrous filters

The thesis deals with visualization and optical experimental methods for investigation of filtration processes on nanofibrous filtration materials. A nanofibrous textile is characterized by a very high specific surface and small pore size. Thanks to this, the nanofibrous material has excellent filtration features but poor mechanical robustness compared to the other filters. The goal of the work can be divided into development of a visualization method for investigation of filtration features and into development of a semiquantitative optical method for evaluation of local filtration efficiency in time. The visualization of a filtration enables a noninvasive view on the filtration process in a laser sheet. In this way the fluid flow, the manner of particle impact on a filter, desintegration of the filter and fouling of the filter layer is possible to observe. If an image analysis of the recorded camera frames is carried out, the efficiency of the local filtration versus time can be determined, which is related to the filter morphology. The optical method is based on determination of the local concentration of particles within a laser sheet. In the thesis the theory of light scattering and the measurement on light intensity by the CCD camera was described. The relationship of the concentration of particles with a digital grey value of pixels in an image was theoretically described and experimentally verified. Parameters of the method were measured and a sensitivity analysis was carried out. Some selected experimental results were described to show the visualization and measuring method in practice.

Keywords: light scattering, flow visualization, filtration process, water filtration, nanofibrous filtration materials, nanofiltration.

Poděkování

V první řadě chci poděkovat svému vedoucímu mé disertační práce doc. Ing. Petru Šidlofovi, Ph.D. za jeho profesionální přístup a inspiraci. Dále chci na tomto místě poděkovat mé rodině a mé přítelkyni Zuzaně za jejich podporu při studiu.

V Liberci, září 2015

Petr Bílek

Seznam zkratek

AD	Analog – digitální (převodník)
CCD	Charge Coupled Device, světlo-citlivý čip pro vytvoření digitálního obrazu
CR	Count Rate, rychlost čítání měřená Zeta-sizerem
DLS	Dynamic Light Scattering, dynamický rozptyl světla
DOFES	Determination Of Filtration Efficiency Software, software pro obrazovou analýzu snímků filtračního děje
Elmag.	Elektromagnetické (záření)
fps	Frames Per Second, počet snímku za vteřinu
GUI	Graphical User Interface, grafické uživatelské rozhraní
IPI, IMI, ILIDS	Interferometric Particle Imaging, Interferometric Mie Imaging, Interferometric Laser Imaging For Droplet Size, interferometrické zobrazování částic
ISO	International Standard Organization, ve fotografické technice označuje citlivost CCD čipu
JPEG	Ztrátový komprimovaný formát digitálního obrázku
LDA	Laser Doppler Anemometry, laserová Dopplerovská anemometrie
LED	Light Emitting Diode, polovodičová dioda schopná emitace světla
LMH	Litres per square Meter per Hour, jednotka průtoku, litr na metr čtverečný za hodinu
LUT	Look Up Table, digitální převodní tabulka
MACA	Measuring And Control Application, software pro ovládání měřicí trati, sběr a vyhodnocení signálů
Melt-blown	Metoda výroby mikrovláken rozfukováním taveniny
Nanospider	Metoda výroby nanovláken elektrostatickým zvlákňováním roztoku polymeru
OPC	Optical Particle Counter, optický počítáč částic
PC	Personal Computer, osobní počítač
PDA	Phase Doppler Anemometry, fázová Dopplerovská anemometrie
PIV	Particle Image Velocimetry, měřicí metoda pro určení pole rychlostí proudění v laserovém řezu
PLIF	Planar Laser Induced Fluorescence, měřicí metoda pro určení pole koncentrací, pH nebo teploty v laserovém řezu
PM	Photomultiplier, fotonásobič
PS	Polystyren
PSD	Particle Size Distribution, distribuce velikosti částic
RAW, TIFF, PNG	Bezztrátové formáty digitálních obrázků
SEM	Scanning Electron Microscopy, skenovací elektronový mikroskop
TEM	Transmission Electron Microscopy, transmisní elektronový mikroskop
UV	Ultraviolet, ultrafialové (záření)

Seznam latinských symbolů

\overline{C}_m	Průměrná hodnota hmotnostní koncentrace částic
$ S(\theta) ^2$	Celková "intenzita" rozptýleného světla ve směru rozptylového úhlu θ
A_{ap}	Plocha vnitřního průřezu filtračního kanálu
A_f	Aktivní plocha filtru
a_n, b_n	Rozptylové koeficienty pro Mieův popis rozptylu světla
A_p	Plocha pixelu CCD čipu digitální kamery
A_s	Specifický povrch filtru
A_V	Plocha vybraného objemu objektu viděna digitální kamerou
B_x, B_y	Hodnota binningu v ose x a y
c	Rychlost světla ve vakuu
C	Počtová koncentrace částic
C_1	Počtová koncentrace částic na náletové straně filtru
C_2	Počtová koncentrace částic na čisté straně filtru
C_m	Hmotnostní koncentrace částic
C_{m1}	Hmotnostní koncentrace částic na náletové straně filtru
C_{m2}	Hmotnostní koncentrace částic na čisté straně filtru
C_{mb}	Absolutní člen kalibrační přímky
C_{sca}	Plocha vyjadřující energii rozptýleného světla na částici
C_v	Variační koeficient
d_1, d_2	Vzdálenost objektu od čočky a obrazu od čočky
dA	Element plochy kruhové výseče
d_p	Velikost strany čtvercového pixelu CCD čipu
d_{ie}	Posunutí obrazu v obrazové rovině za čas t_e
$d\Phi$	Element zářivého toku
$d\omega$	Element prostorového úhlu
e	Eulerovo číslo, základ přirozeného logaritmu, $e \approx 2,718$
E_0	Intenzita světla v laserovém řezu
E_b	Offset neboli světelnost obrazu při nulové koncentraci částic
EF	Počtově vážená efektivita filtrace
E_f	Intenzita fluorescenčního světla
EF_m	Hmotnostně vážená efektivita filtrace
EF_s	Střední hodnota efektivita filtrace
E_{in}	Intenzita světla v materiálu
E_{out}	Intenzita světla po průchodu materiálem zahrnující pouze pohlcení světla materiálem
E_s	Intenzita světla dopadající na čip digitální kamery
F	Rozptylová funkce
f	Ohnisková vzdálenost objektivu

$f_{\#}$	Clonové číslo objektivu (světelnost)
G	Zesílení digitální hodnoty šedi pixelů kamery
h	Planckova konstanta
H_m	Obecná naměřená hodnota
H_s	Obecná skutečná hodnota
I, E, L	Radiometrické veličiny: zářivost, ozáření (intenzita) a zář
I_p, E_p, L_p	Fotometrické veličiny: svítivost, osvětlení a jas
J	Jímavost částicového filtru
k	Vlnové číslo
k_2	Propustnost částicového filtru
k_a	Imaginární složka indexu lomu světla materiálu částic
K_{ADC}	Citlivost analog-digitálního převodníku kamery
K_c	Celková kalibrační konstanta digitální kamery a objektivu
K_s	Výstupní citlivost CCD čipu kamery
K_T	Směrnice kalibrační přímky (kalibrační konstanta)
l	Tloušťka materiálu
l_{laser}	Tloušťka laserového řezu
L_V	Zář vybraného objemu nacházejícího se v laserovém řezu
m_{ϵ}	Množství nanesených částic na náletové straně filtru
n_0	Relativní index lomu světla
n_{med}	Index lomu světla materiálu kapaliny
n_p	Počet fotonů dopadajících na pixel CCD čipu
n_{par}	Index lomu světla materiálu částice
\emptyset	Průměr částic nacházejících se ve filtrovaném médiu
O_x, O_y	Velikost vyhodnocovací oblasti v obrazové rovině v osách x a y
P	Fázová funkce
P_0	Optický výkon laserového modulu
p_1	Tlak na náletové straně filtru
p_2	Tlak na čisté straně filtru
QE	Kvantová efektivita vzniku elektronu z fotonu na CCD čipu
Q_v	Objemový průtok
R	Odrazivost světla od povrchu materiálu
R_{cm}	Rozlišení optické metody vztažené k hmotnostní koncentraci částic
R_{EF}	Rozlišení optické metody vztažené k efektivitě filtrace
R_x, R_y	Rozměry vyhodnocovací oblasti v objektové rovině v osách x a y
R_{xcam}, R_{ycam}	Prostorové rozlišení kamery v osách x a y
$S(\theta)$	Amplituda nepolarizovaného světla
$S_1(\theta)$	Amplituda vertikálně polarizovaného světla
$S_2(\theta)$	Amplituda horizontálně polarizovaného světla
S_{cm}	Citlivost optické metody vztažená k hmotnostní koncentraci částic

S_{θ}	Citlivost měření hmotnostní koncentrace na změnu velikosti částic
S_{θ}	Citlivost měření hmotnostní koncentrace na změnu rozptylového úhlu
t_e	Doba expozice CCD čipu kamery
$T-stop$	Skutečná světelnost objektivu zahrnující i ztráty světla
U_p	Napětí na výstupu jednoho pixelu
U_{pm}, k_s, p_s, q_s	Napětí na fotonásobiči a kalibrační parametry určené pro OPC
V	Vybraný objem, ve kterém je měřena koncentrace testovacích částic
v_n	Náletová rychlost částic na filtr
$W_{\text{řez}}$	Šířka laserové plochy
x	Velikostní parametr
x_1, y_1, x_2, y_2	Velikosti objektu a obrazu v osách x a y
Y_B	Nastavitelný offset kamery
Y_{off}	Úroveň šedi pixelu při nulové koncentraci testovacích částic
Y_p	Digitální úroveň šedi jednoho pixelu
Z	Zvětšení objektivu kamery
Z_f	Zaplnění (pórovitost) částicového filtru

Seznam řeckých symbolů

β_n	Absorpční koeficient materiálu
δ	Relativní chyba měření
ΔC_m	Změna hmotnostní koncentrace částic
$\Delta\theta$	Změna velikosti částic
Δp	Tlakový spád na filtru
ΔY	Změna digitální úrovně šedi pixelu
$\Delta\theta$	Změna rozptylového úhlu
η	Dynamická viskozita tekutiny
θ	Rozptylový úhel, sférická souřadnice
λ	Vlnová délka světla v kapalině
λ_0	Vlnová délka světla ve vakuu
π_n, τ_n	Koeficienty vztažené k Legendrovu polynomu pro Mieův rozptyl světla
ρ	Hustota materiálu částic
σ_{cm}	Směrodatná odchylka hmotnostní koncentrace částic
σ_p	Plošná hmotnost filtru
v_c	Celková optická propustnost materiálu
v_o	Optická propustnost objektivu
v_t	Optická propustnost materiálu zahrnující pouze pohlcení světla materiálem
φ	Sférická souřadnice
χ	Konstanta měřicího řetězce metody PLIF

Obsah

SEZNAM ZKRATEK	6
SEZNAM LATINSKÝCH SYMBOLŮ	7
SEZNAM ŘECKÝCH SYMBOLŮ	10
1 ÚVOD	12
1.1 CÍLE A PŘÍNOS DISERTAČNÍ PRÁCE	13
2 FILTRACE A FILTRAČNÍ MATERIÁLY	14
2.1 ROZDĚLENÍ FILTRACE	14
2.2 KAPALINOVÁ FILTRACE	17
2.3 NANOVLÁKENNÉ FILTRY	18
2.4 METODY TESTOVÁNÍ FILTRŮ	20
3 DETEKCE MIKROSKOPICKÝCH ČÁSTIC A HODNOCENÍ PROUDĚNÍ	22
3.1 MĚŘENÍ KONCENTRACE A VLASTNOSTÍ MALÝCH ČÁSTIC	22
3.2 METODA PLANAR LIF	27
3.3 METODA PIV	30
3.4 INTERFEROMETRICKÉ ZOBRAZOVÁNÍ ČÁSTIC - IPI	33
4 ROZPTYL A MĚŘENÍ INTENZITY SVĚTLA NA MALÝCH ČÁSTICÍCH	34
4.1 ROZPTYL SVĚTLA NA KULOVÉ ČÁSTICI	34
4.2 TEORIE ROZPTYLU SVĚTLA	38
4.3 VLIVY PŮSOBÍCÍ NA INTENZITU ROZPTÝLENÉHO SVĚTLA	41
4.4 MĚŘENÍ INTENZITY SVĚTLA DIGITÁLNÍ KAMEROU	44
5 METODA VIZUALIZACE A HODNOCENÍ FILTRAČNÍHO PROCESU	49
5.1 PRINCIP METODY VIZUALIZACE FILTRACE	49
5.2 PRINCIP METODY PRO HODNOCENÍ ÚČINNOSTI FILTRACE	51
5.3 VOLBA KLÍČOVÝCH KOMPONENT	53
5.4 POPIS MĚŘICÍ TRATĚ	56
5.5 MĚŘICÍ ŘETĚZEC	64
5.6 CITLIVOSTNÍ ANALÝZA	74
5.7 PARAMETRY OPTICKÉ METODY	78
5.8 SROVNÁNÍ MĚŘICÍCH METOD	88
6 VYBRANÉ VÝSLEDKY Z EXPERIMENTŮ	91
6.1 VIZUALIZACE FILTRAČNÍHO PROCESU	91
6.2 HODNOCENÍ EFEKTIVITY FILTRACE	99
7 ZÁVĚR	111
7.1 MOŽNOSTI DALŠÍHO VÝZKUMU	111
POUŽITÁ LITERATURA	114
PŘÍLOHY	118
A) PUBLIKAČNÍ ČINNOST AUTORA	118

1 Úvod

Disertační práce se zabývá vývojem nové vizualizační a měřicí metody pro hodnocení lokální efektivity filtrace a jejího vývoje v čase. Vyvíjená semikvantitativní vizualizační a měřicí metoda (dále jen optická metoda) je v této práci použita k testování plošných filtračních materiálů určených pro filtraci kapalin. Filtry se dělí z hlediska způsobu filtrace na objemové a plošné. Objemové filtry především zachytávají částice uvnitř, zatímco plošné filtry pracují na principu síta. Částice obsažené ve filtrovaném médiu se shromažďují na náletové straně filtru a časem vytvoří filtrační koláč, který musí být odstraněn nebo filtr vyměněn. U síťového mechanismu filtrace je tedy klíčovým faktorem filtrů velikost pórů a pórovitost [Rushton 1996, Shuterland 2008]. Kapaliny mají vyšší dynamickou viskozitu oproti plynům a proto je jejich filtrace náročnější. Kapaliny jsou filtrovány s výhodou plošnými filtry, jelikož mají dobrou propustnost, jsou čistitelné a mají dobrou odlučivost částic z filtrovaného média.

V experimentální části této práce jsou využity především nanovláknenné filtrační materiály. Tenká nanovláknenná textilie je tvořena jednotlivými nanovláknny náhodně poskládanými přes sebe a za tepla slisovanými. Průmyslově se nanovláknna vyrábí elektrostatickým zvlákněním polymerního roztoku. Nanovláknenná textilie se vyznačuje velmi vysokým specifickým povrchem a malou velikostí pórů a díky těmto přednostem má výborné filtrační vlastnosti. Oproti ostatním filtračním materiálům mají nanovláknenné filtry stinné stránky v mechanické odolnosti. Nanovláknenné vrstvy by mohly v oblasti kapalinové filtrace buď zcela nahrazovat filtry membránové, nebo alespoň sloužit jako jejich předfiltr. Nevýhoda membránových filtrů spočívá ve velmi malé propustnosti a silném zanášení [Ramakrishna 2005, Cath 2006].

Aby bylo možné nanovláknenné filtrační textilie dále zdokonalovat, je zapotřebí umět co nejkomplexněji měřit jejich vlastnosti a chování zejména během procesu filtrace. Kvalita vyrobených filtračních textilií se určuje pod optickým mikroskopem nebo v případě nanovláknenných materiálů pod skenovacím či transmisním elektronovým mikroskopem (SEM, TEM), kde se sleduje především velikost pórů a tloušťka vláken. Tato metoda je bohužel časově náročná a prověřuje pouze malou část filtru [Luzhansky 2003]. Velikost maximálního a průměrného póru filtru dokáže změřit bublinková metoda [ASTM F316 – A3]. Celková účinnost filtru je testována na základě měření efektivity filtrace a tlakového spádu. Standardní online metody měření efektivity filtrace jsou založeny na principu optické detekce částic. Měří se koncentrace částic před a za filtrem v místech, kde jsou umístěny optické sondy přístroje. S počtem částic je měřena i jejich distribuce velikostí [Kochevar 2006]. Výsledkem měření je potom integrální hodnota efektivity částicové filtrace přes celou plochu filtru.

Na druhou stranu optická metoda rozebraná v této práci poskytuje celkový náhled na chování filtru při filtraci kapalin a je možné sledovat proudění v okolí filtrační textilie, způsob náletu částic na filtr, desintegraci filtru a kontaminaci čisté strany filtru v čase. Testy mohou odhalit a lokalizovat i drobné trhliny ve filtračním materiálu. V disertační práci je podrobně popsána celá optická metoda určující lokální efektivitu filtrace a její vývoj v čase. Tato metoda je založena na optickém měření lokální koncentrace částic pomocí laserového řezu a digitální CCD kamery. Optická metoda se inspirovuje vizualizačními a měřicími metodami PLIF a PIV, které nejsou pro testování filtrů primárně určené. Použitím jednoosého traverzovacího zařízení je změřena efektivita filtrace v celém povrchu testovaného vzorku filtru. Optická metoda je vhodná zejména tam, kde se filtrační materiál skládá z více vrstev a citlivá nanovláknenná vrstva je uložena uprostřed. Potom nelze filtr vyšetřovat pod mikroskopem. Běžně používaná bublinková metoda i v tomto případě určí velikost póru, ale to, jak se bude filtr chovat přímo při filtraci, už předpovědět nedokáže.

1.1 Cíle a přínos disertační práce

Cíl práce lze rozdělit na dvě oblasti: vývoj vizualizační metody pro studium filtračních procesů a vývoj semikvantitativní metody pro hodnocení lokální účinnosti filtrace a jejího vývoje v čase.

Vizualizace filtrace umožňuje neinvazivní pohled na filtrační proces v laserovém řezu. Traverzování laserového řezu potom dovoluje prozkoumání celé plochy testovaného filtru. Tímto způsobem lze vizualizovat proudění v okolí filtračního materiálu a způsob dopadu částic na filtr, pozorovat desintegraci a zanášení filtrační vrstvy. Vizualizovat lze i čištění filtračních materiálů ultrazvukem, rázem, bublinkami, zpětným proudem nebo pomocí příčného proudění (cross-flow). Vizualizace umožňuje pozorovat to, jakým způsobem dochází k odstranění filtračního koláče z povrchu filtru a zda a do jaké míry nedochází ke kontaminaci čisté strany filtru.

Druhý bod práce představuje metodu měření efektivity filtrace v čase a prostoru, která je založena na určení lokální koncentrace částic pomocí optických metod. Lokální účinnost filtrace souvisí se strukturálními vlastnostmi filtrů, zejména se stejnoměrností materiálu napříč filtračním vzorkem. Měřením efektivity filtrace v ploše filtru lze odhalit a lokalizovat slabá místa, která mohou signalizovat porušení filtru. Slabším místem filtru projde za čas mnohem více částic než v jeho okolí.

Výsledkem a přínosem zkoumání je vizualizační metoda a zároveň metoda měření lokální efektivity filtrace. Výsledky měření by mohly přispět k lepšímu náhledu na filtrační proces, k hodnocení kvality zejména nanovlákných filtračních materiálů a zajistit tak lepší zpětnou vazbu při jejich vývoji.

2 Filtrace a filtrační materiály

Filtrace je proces oddělování dispergované fáze nebo disperzního podílu z disperze. Z hlediska mechanismů filtrace ji lze rozdělit na plošnou a objemovou (hloubkovou). Mechanizmy plošné filtrace spočívají v tom, že částice, které jsou větší jak mezivlákněné prostory filtru, jím neprojdou a jsou zachyceny na jeho povrchu. Tento mechanismus lze přirovnat například k sítu, a proto je někdy označován jako síťový efekt. U hloubkové filtrace jsou póry filtru mnohonásobně větší než zachytávané částice. Mechanismů záchytu částic tu je kromě síťového efektu více: přímý záchyt, setrvačné usazení, difuzní usazení a elektrostatické usazení, více v [Brown 1993]. Částice jsou zachytávány jak v mezivlákněných prostorech filtru, tak i přímo ulpívají na jednotlivých vláknech filtru. Hloubkové filtrace je využíváno zejména pro filtraci plynů, z důvodu velké účinnosti mechanismů záchytu částic na tomto typu filtru. Plošné filtrace je naopak využíváno hlavně pro filtraci kapalin, jelikož zde má největší účinnost síťový efekt oproti ostatním mechanismům záchytu částic.

2.1 Rozdělení filtrace

Filtraci je možné dále dělit na plynnou a kapalnou. V případě plynné filtrace jsou filtrovány kromě pevných částic i kapalně aerosoly. Podle požadavků kladených na filtr rozlišujeme makrofiltraci, mikrofiltraci, ultrafiltraci, nanofiltraci a hyperfiltraci. Filtrační materiály se dělí na granulované filtry, textilní filtry a membrány. Filtrační textilie se rozlišují na tkané a netkané. Netkané textilie se dělí na hrubé, mikrovlákněné a nanovlákněné filtry. Dále existuje více provedení filtrů: ploché, skládané, svíčkové, hadicové a kapsové [Hornychová 2010]. Experimentální část disertační práce se zaměřuje na plošnou kapalinovou mikrofiltraci (částice od 100 nm) plochými netkanými nanovlákněnými filtry. Důvodem je především velký potenciál nanovlákněných filtrů v oblasti kapalinové filtrace.

2.1.1 Filtrační vlastnosti

Filtrační materiál disponuje určitými filtračními vlastnostmi, z nichž nejdůležitější jsou efektivita neboli odlučivost, tlakový spád na filtru, propustnost (prodyšnost), životnost filtru a odolnost vůči vnějším vlivům. Kombinace všech těchto vlastností pak udává celkovou účinnost filtru. Abychom získali informaci o efektivitě filtrace

$$EF = \left(1 - \frac{c_2}{c_1}\right) \cdot 100 [\%], \quad (1)$$

je potřeba znát počet částic před filtrem C_1 [$1/m^3$] a počet částic za ním C_2 . Často se používá i hmotnostní koncentrace částic C_m [g/m^3 , $mg/litr$], potom mluvíme o hmotnostní efektivitě filtrace EF_m , která je pro monodisperzní částice totožná s EF . Pokud jsou filtrované částice polydisperzní, tak může být efektivita filtrace (jak částicová tak i hmotnostní) prezentována v závislosti na velikosti filtrovaných částic. Částice jsou rozděleny do skupin podle velikostí a pro každou tuto skupinu je vypočtena efektivita filtrace. Potom mluvíme o frakční efektivitě filtrace neboli distribuci efektivit filtrace. Efektivita filtrace se v čase zvyšuje tím, jak jsou postupně zanášeny mezivlákněné prostory filtru.

Tlakový spád na filtru

$$\Delta p = p_1 - p_2 \quad (2)$$

je dán rozdílem tlaků před filtrem p_1 a za ním p_2 . Tlakový spád v čase roste a to kvůli tvorbě filtračního koláče na náletové straně filtru. Čím vyšší je tlakový spád, tím více energie se spotřebuje na pohon ventilátorů nebo čerpadel. Pro správné hodnocení tlakového spádu je vhodné uvést i náletovou rychlost média těsně před filtrem v_n .

Propustnost filtru vychází z Darcyho vztahu a je definována koeficientem

$$k_2 = \frac{Q_v}{A_f \cdot \Delta p} \left[\frac{\text{m}}{\text{s} \cdot \text{Pa}} \right], \quad (3)$$

kde Q_v [m^3/s] je průtok filtrem a A_f je plocha filtru. Vztah nezohledňuje viskozitu a tloušťku filtru, více viz [Hrůza 2005].

Na filtrační materiál působí chemické, mechanické a teplotní vlivy. Také odolnost vůči bakteriím, kde bakterie zachycené filtrem jsou stále živé a mohou prorůst a kontaminovat čistou stranu filtru, je pro filtr důležitá. Odolnost filtru je dána dobou, kdy je filtr z důvodů vnějších vlivů a následného poškození filtru těmito vlivy potřeba vyměnit.

Životnost filtru je vyjádřena jeho mírou zaplnění. Sleduje se tlakový spád, který vlivem zaplnění časem překročí stanovenou hranici a filtr je potřeba vyměnit. Pro filtry s čištěním jsou dány intervaly čištění. Životnost úzce souvisí s jímavostí filtru

$$J = EF_s \cdot m_\varepsilon \text{ [kg]} \quad (4)$$

podle normy [EN 779 2002]. EF_s [%] je střední hodnota efektivita filtrace a m_ε [kg] je množství nanesených částic na filtru.

Filtrační vlastnosti se často prezentují jako charakteristiky, z nichž nejdůležitější jsou:

- efektivita filtrace v čase: $EF(t)$,
- tlakový spád v čase při konstantním průtoku: $\Delta p(t)$, $Q = \text{kostanta}$,
- průtok v závislosti na tlakovém spádu: $Q(\Delta p)$,
- efektivita filtrace v závislosti na tlakovém spádu: $EF(\Delta p)$,
- efektivita filtrace v závislosti na množství nanesených částic: $EF(m_\varepsilon)$,
- tlakový spád v závislosti na množství nanesených částic: $\Delta p(m_\varepsilon)$,
- frakční efektivita filtrace (počtově nebo hmotnostně vážená).

2.1.2 Parametry filtru

Filtrační vlákenné materiály lze popsat pomocí jejich parametrů. Mezi nejdůležitější patří činná plocha filtru A_f , jeho tloušťka, plošná σ_p [g/m^2] a objemová hmotnost, specifický povrch A_s [m^2/g], hmotová stejnoměrnost filtru, vlastnosti materiálu, ze kterého jsou vyrobena vlákna, parametry vláken, parametry filtrovaných částic a struktura filtru.

Plošná a objemová hmotnost vyjadřuje to, kolik bylo použito materiálu na jednotku plochy nebo objemu filtru a závisí na průměru vláken. Zvýšením plošné nebo objemové hmotnosti se automaticky

zvýší efektivita filtrace i tlakový spád. Například nanovláknenné materiály obsahují velmi tenká vlákna a tak mají velmi nízkou i plošnou hmotnost.

Hmotová stejnoměrnost materiálu napříč filtračním vzorkem má výrazný vliv na účinnost filtrace. Slabším místem filtru projde za čas více filtrovaného média než v okolí. To má za následek i lokálně nižší efektivitu filtrace. Jinými slovy, i když má filtrační materiál výborné filtrační vlastnosti, tak jedno takovéto slabší místo může celkovou efektivitu filtrace výrazně zhoršit.

Vlastnosti materiálu jsou důležité zejména v procesu hloubkové filtrace (mezipovrchové síly působící mezi materiálem a filtrovanou částicí, smáčivost nebo elektrické vlastnosti). V případě povrchové filtrace jsou sledovány hlavně mechanické vlastnosti filtru, které jsou u kapalinových filtrací velmi důležité. Dále je to odolnost vůči působení chemikálií, tepla a vlhka.

Parametry vláken představující zejména jejich průměr a tvar průřezu přímo určují specifický povrch filtru. Pokud je specifický povrch vyšší, zvyšuje se i pravděpodobnost interakce mezi částicí a vláknem a roste efektivita filtrace (u hloubkové filtrace). U plošné filtrace ovlivňují parametry vláken především velikost pórů a propustnost filtru. Vysokým specifickým povrchem se vyznačují právě nanovláknenné materiály, jelikož obsahují velmi mnoho tenkých vláken. Mechanická odolnost filtru přímo souvisí s pevností jednotlivých vláken v tahu.

U plošné filtrace hraje důležitou roli velikost a tvar pórů, které udávají efektivitu filtrace. Zjišťuje se hodnota maximálního a průměrného póru, která je dána průměrem kruhového průmětu v prostoru mezi vlákny. Nejkomplexněji popisuje velikost pórů distribuce velikostí pórů. Zaplnění filtru, neboli pórovitost Z_f [%] je další parametr, který ovlivňuje účinnost filtru a zároveň tlakový spád na něm. Zaplnění je dáno podílem objemu vláken a vzduchu ve vymezeném prostoru filtru. Dalšími vlastnostmi jsou orientace vláken nebo gradient hustoty vláken.

2.1.3 Parametry filtrovaných částic

Z hlediska filtrace požadujeme definovanou velikost částic – u kulových částic jejich průměr d u obecných tvarů jejich ekvivalentní průměr, který je z hlediska filtrace definován jako jejich největší rozměr. Kulové částice se filtrují nejobtížněji, protože mají nejmenší povrch. Pokud nejsou částice monodisperzní, tak musíme znát jejich distribuci velikostí PSD (Particle Size Distribution), nejčastěji počtově nebo hmotnostně váženou. Dalšími parametry jsou koncentrace ve filtrovaném médiu, částicová C nebo hmotnostní C_m , hustota materiálu ρ , tvar, povrch a elektrické vlastnosti.

PSD má zásadní vliv na efektivitu filtrace. Pokud známe PSD na náletové straně filtru a za ním, lze spočítat pro každou velikostní třídu efektivitu filtrace, tedy frakční efektivitu filtrace. Určení dalších statistických hodnot malých částic je podrobněji popsáno v [Pabst 2007].

U hloubkové filtrace je nejhorší účinnost filtrace částic velikosti zhruba 0,1 - 1 μm [Brown 1994]. Se zmenšováním částic pod 0,1 μm se efektivita filtrace zvyšuje, z důvodu stále více převládajícího difuzního dopadu částice na vlákno. Částice zvětšující se nad 1 μm jsou naopak čím dál více zachytávány setrvačným a přímým mechanismem interakce částice s vláknem a efektivita filtrace opět roste. V případě plošné filtrace je efektivita zachytu částic dána přímo distribucí velikostí pórů. Částice větší než póry filtru jsou stoprocentně zachyceny.

Koncentrace částic v médiu určuje životnost filtru. U velmi znečištěných médií se využívá především čistitelných filtrů. Hustota materiálu částic nemá u síťového efektu téměř žádný vliv na efektivitu filtrace.

2.1.4 Parametry filtračního procesu

Parametry prostředí rozumíme kinematickou viskozitu a hustotu (nebo jen dynamickou viskozitu η), náletovou rychlost částic, teplotu, tlak a vlhkost. Dynamická viskozita prostředí, ve kterém jsou částice rozptýleny, má významný vliv na proces filtrace. Například vzduch lze z hlediska filtrace považovat za málo viskózní prostředí. Tento předpoklad již neplatí pro filtraci kapalin. S rostoucí dynamickou viskozitou prostředí roste i tlakový spád na filtru. Z tohoto důvodu se pro filtraci vody využívají více plošné filtrační materiály než hloubkové. Plošné filtry mají menší specifický povrch a díky tomu se zde vyskytují menší třecí síly vznikající interakcí filtrovaného média s povrchem filtru a tím pádem menší tlakový spád. Viskozita s sebou nese také horší odlučivost částic z filtrovaného prostředí, což opět zhoršuje efektivitu filtrace (platí především pro hloubkovou filtraci). Odlučivost představuje schopnost cizorodých částic v médiu udržet se na vláknech filtru a tím pádem se vyloučit z média [Hrůza 2005].

Náletová rychlost ovlivňuje mechanismy hloubkové filtrace, u plošné nemá takový význam. Teplota, tlak a vlhkost filtrovaného média negativně ovlivňují mechanickou stabilitu a tím pádem životnost filtru.

2.2 Kapalinová filtrace

Při filtraci kapalin se uplatňuje zejména síťový mechanismus záchytu částic, a proto se používají nejčastěji plošné filtry. Ostatní mechanismy filtrace jsou potlačeny z důvodu působících sil vzniklých proudící kapalinou. U plošného filtru jsou důležité následující vlastnosti: pórovitost, velikost a tvar pórů a smáčivost materiálu. Nejčastějším filtrovaným médiem jsou oleje, ropné produkty a pak hlavně voda. Filtrace vody je náročnější než vzduchu kvůli vyšší dynamické viskozitě vody: $\eta_{voda} = 1,12 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$, $\eta_{vzduch} = 1,81 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (oboje při 15 °C). Filtrace kapalin je náročnější na spotřebu energie a je pomalejší.

Ideální plošný filtr představuje síto, kde mají všechny póry stejnou velikost a částice, které jsou větší než póry, jsou stoprocentně zachyceny na povrchu [Shota 2011]. Na náletové straně filtru se za krátkou dobu vytvoří filtrační koláč, který se odstraňuje (protiproudem, bublinkami, ultrazvukem, atd.), jelikož má plošný filtr nízkou kapacitu oproti hloubkovým filtrům, nebo musí být filtr vyměněn. Velmi unifikovanou strukturu mají například membrány, které jsou čištěny na principu cross-flow. Tento typ čištění je založen na kontinuálním smývání filtračního koláče a postupným zahuštěním filtrovaného média, které nakonec odchází ven. To, co projde skrz membránu, je už vyčištěné médium. Přesto se membrány určené k filtraci vody zanášejí a samočištění není tak účinné v porovnání se vzduchovými filtry.

Na druhou stranu vlákenné filtrační materiály se typicky skládají z tenkých dlouhých vláken, které jsou náhodně nanášeny přes sebe na pevný podklad. Tím se vytvoří síť, ve které jsou zachytávány částice. Tato síť nemá tak unifikovanou strukturu jako membrány, nýbrž obsahuje oblasti s vyšším a nižším zaplněním a různou velikostí pórů i vláken.

Při kapalinové filtraci jsou kladeny vysoké nároky na mechanickou odolnost filtrů, kvůli třecím silám mezi protékajícím viskózním prostředím a vlákny filtru. Mechanická odolnost je důležitá také z hlediska čištění. Velkou výhodou membránových filtrů je právě mechanická odolnost. Nevýhoda pak spočívá ve velmi malé propustnosti membrán.

2.3 Nanovláknenné filtry

Nanovláknenné materiály se kromě mikrovláken skládají převážně z nanovláken, kde nanovláknem rozumíme vlákno, jehož průměr je menší než 1 μm . Nanovláknenné textilie mají předpoklad širokého využití například v lékařství, mikrobiologii, sanacích, oděvnictví, atd. Tato práce se bude dále zabývat pouze využitím nanovláknenných textilií k filtraci, a to zejména vody.

Průměr nanovláknena se zpravidla pohybuje od 50 – 500 nm a plošná hmotnost nanovláknenné vrstvy od 0,1 do 5 g/m^2 , tedy o řád níže oproti mikrovláknenným vrstvám vyrobených technologií melt-blown [Hrůza 2005]. Nanovláknenné filtrační textilie se vyznačují velmi vysokým specifickým povrchem a malou velikostí pórů (desítky nanometrů až několik mikrometrů). Díky těmto přednostem mají výborné filtrační vlastnosti. Další výhody spočívají v propojené a otevřené mezivláknenné struktuře a ve velmi malé spotřebě výrobního materiálu, který může být u speciálních funkcionalizovaných materiálů drahý.

Tyto materiály byly s úspěchem použity ve velmi účinných vzduchových filtrech [Barhate 2007]. Díky nanovláknenné vrstvě byl pozorován nižší tlakový spád oproti mikrovláknenným filtrům při stejné efektivitě filtrace vzduchu. Nanovláknenná vrstva má i své nevýhody, a to především ve své mechanické odolnosti a nestejnomyšlnosti jak průměrů vyrobených vláken, tak tloušťce nanovláknenné vrstvy. Dobře zvláknitelné materiály jsou především roztoky polymerů (polyvinylalkohol, polyamid, polyuretan), které mají oproti jiným materiálům špatnou odolnost vůči vnějším vlivům [Ramakrishna 2005]. Nanovláknennou vrstvu lze chránit před mechanickým poškozením zepředu i zezadu mikrovláknennou vrstvou a tím vznikne filtr typu „sandwich“. Podpůrné mikrovláknenné vrstvy disponují tak velkými póry, že do filtračního pochodu téměř nezasahují.

Například podle [Zhang 2009] může být účinnost nanovláknenné filtrace zvýšena poskládáním více velmi tenkých vrstev na sebe. Povrch nanovláknenných filtračních materiálů může být podle [Yao 2008] ošetřen nejrůznějšími funkčními materiály. Funkční materiál může mít například katalytické, antibakteriální nebo jiné účinky na filtrované médium. Nanovláknenný materiál z hliníku byl v práci [Li 2009] testován pro účel odstranění virů z kontaminovaného aerosolu. Nanovláknenná textilie byla také použita při filtraci kontaminované vody bakteriemi, kde se ukázalo jisté snížení počtu bakterií v kontaminované vodě [Lev 2009].

2.3.1 Filtrace vody nanovláknennými filtry

Nanovláknenné materiály použitelné pro filtraci vody procházejí stále vývojem a nejsou zdaleka tak rozšířené jako nanovláknenné vzduchové filtry. Například v práci [Gopal 2006] byla nanovláknenná membrána vyrobená zvlákněním polyvinylidenfluoridu testována během filtrace vody. Tento materiál je běžně využíván k výrobě membrán pro filtrace. Nanofiltr byl testován polystyrenovými (PS) monodisperzními mikročásticemi ve velikostech 1, 5 a 10 μm v koncentraci 500 ppm. Částice byly detekovány před filtrem a za ním v určitých časových intervalech UV spektrometrem a koncentrace byla spočtena podle předem změřené kalibrační křivky spektrometru. Výsledkem byla efektivita filtrace 98, 91 a 96 %, tlakový spád 8,3 psi (1 psi \approx 6,895 kPa) a průtok v čase pro každou velikost testovacích částic. Závěrem článku je, že nanovláknenný filtr je schopný bez většího zanesení a poškození efektivně vyfiltrovat monodisperzní částice v rozmezí velikostí 5 – 10 μm .

V článku [Homaeigohar 2010] jsou výsledky testování polyethersulfonové nanovláknenné membrány podobné jako v předchozím případě. Opět se ukázalo, že nanofiltr je schopný bez většího zanesení, ucpání pórů a poškození vyčistit médium s částicemi nad 1 μm . Na druhou stranu, filtrování částic pod 1 μm zapříčinilo výrazný pokles průtoku a drastický vzestup tlakového spádu, díky vytvoření velmi hustého filtračního koláče na náletové straně testovaného filtru.

Výše zmíněné testy naznačují, že nanovláknenné materiály mají potenciál stát se velmi účinnými prostředky k filtraci. Nanovláknenné textilie by mohly zlepšit filtrační vlastnosti membrán, tím, že by se staly předfiltry membránových filtrů do reverzních osmóz nebo je zcela nahradily. Výhoda nanovláknenných filtrů spočívá také v jejich výrobních nákladech a množství použitého materiálu, které jsou oproti membránám velmi nízké. Současným omezením nanovláknenných filtrů použitelných pro vodu je jejich nízká mechanická odolnost. Dalším omezením je filtrační koláč, který nemůže být účinně odstraněn z důvodu nízké mechanické odolnosti filtru.

2.3.2 Výroba nanovláken metodou Elektrospinning

Existuje více způsobů výroby nanovláken. Metoda Drawing spočívá ve vytažení jednoho vlákna z kapky roztoku polymeru pomocí mikropipety a jeho dloužením za pomoci mikromanipulátoru. Metoda Template Synthesis spočívá v použití formy, přes kterou je protlačena tavenina nebo roztok materiálu tak, aby byla získána jednotlivá tenká vlákna. Technologie Melt-Blown je ještě navíc doplněna o rozfukování této taveniny horkým vzduchem a nastavením tvorby jemných vláken o průměru 0,5 – 2 μm . Metoda Phase Separation spočívá v tvorbě bikomponentní struktury „Islands in the sea“ obsahující polymer a rozpouštědlo. Po ztuhnutí polymeru je s následným rozpuštěním matrice získána pórovitá struktura. Metodou Self-Assembly jsou nanovláknena vyrobena samoorganizací daného materiálu vlivem fyzikálních zákonů a chemických reakcí. Poslední využívaná metoda výroby nanovláken je Elektrospinning [Ramakrishna 2005].

Nejběžnějším způsobem výroby nanovláknenné textilie je elektrostatické zvláknění polymerního roztoku (Elektrospinning). Výhoda tohoto způsobu výroby spočívá v jeho produktivitě, univerzálnosti a také ve velmi tenkých (až 5 nm) a dlouhých (několik desítek cm) vláknecích. Další výhodou je možnost nastavení vlastností vytvořených vláken, například jejich průměru, orientaci a tvaru.

Princip této zvláknovací metody spočívá v přivedení roztoku polymeru mezi elektrody vysokého stejnosměrného napětí (obvykle mezi 25 - 70 kV). Mikropipeta s polymerním roztokem představuje kladnou elektrodu a uzemněná plocha zápornou elektrodu. Vlivem působení elektrostatických sil mezi elektrodami je na okraji pipety vytvořen z polymerního roztoku Taylorův kužel. Vzápětí je z něho elektrostatickými silami taženo vlákno. Vlákno se během letu k protější elektrodě dlouží až na nanovlákneno, které poté dopadá na protější elektrodu. Vlákno je před dopadem na podklad zcela vysušeno a zbaveno rozpouštědla. Průmyslově se nanovláknenné textilie vyrábějí metodou Nanospider. Produktivita výroby nanovláken z jedné trysky je velmi malá, a proto byla vyvinuta metoda zvláknění z volné hladiny, kde dochází k formování mnoha Taylorových kuželů na povrchu válce. Tím se výrobnost několikanásobně zrychlí [Jirsák 2004].

Vlastnosti vyrobených vláken ovlivňují vlastnosti polymerního roztoku nebo taveniny v definovaném elektrostatickém poli. Zvláknovací proces tedy především ovlivňují vlastnosti polymerního roztoku, procesní podmínky a parametry okolního prostředí. Mezi nejdůležitější vlastnosti polymerního roztoku patří koncentrace polymeru v rozpouštědle, koncentrace síťovadla, viskozita, povrchové napětí, elektrická vodivost a dielektrické vlastnosti. Do procesních podmínek řadíme elektrické napětí mezi elektrodami, rychlost dávkování roztoku, vzdálenost a tvar obou elektrod. Mezi parametry okolního prostředí patří teplota, tlak, vlhkost a typ okolní atmosféry.

Různými obměnami a úpravami v nastavení podmínek elektrostatického zvláknění lze vyrábět kromě typických dlouhých vláken s kruhovým průřezem i vlákna se zajímavou strukturou. Vlákna mohou být bikomponentního typu core-shell, pórovitá, dutá, spirálovitá, plochá nebo větvená. Některé tyto struktury mohou mít specifické uplatnění. Například metodou co-axial elektrospinning, kterou se vyrábí vlákna typu core-shell, lze zvláknit i roztoky, které by jinak zvláknit nešly. Pro plášť vlákna je

použit zvláknitelný polymer, který v tomto případě slouží jen jako forma a pro jádro je použit materiál, který je jinak sám o sobě zvláknitelný velmi těžko [Ramakrishna 2005].

Nanovlákna mohou být nanášena přímo na protější elektrodu nebo mohou být nanášena na mikrovlákněný či jiný podklad, který může nebo nemusí ovlivňovat filtraci. Podklad slouží především jako nosná vrstva, chránící nanovlákna před mechanickým poškozením například vlivem proudění filtrovaného média skrz filtrační textilii. Po nanesení vláken na podklad vznikne nanovlákněná vrstva, která je za tepla slisována, aby došlo k propojení překrývajících se vláken, ale zároveň tak, aby nedošlo ke spečení nanovláken do sebe. Potom může být nanovlákněná textilie nějakým způsobem ošetřena. Tím se zajistí opět vyšší mechanická odolnost celé textilie.

2.4 Metody testování filtrů

Aby bylo možné filtry stále zdokonalovat, je potřeba je umět nějakým způsobem porovnávat a měřit jejich filtrační vlastnosti a parametry. Filtry se testují při definovaných podmínkách, které jsou dány normami. Pro testování vzduchových filtrů existuje norem celá řada, např. [EN 779, EN 1822]. V případě kapalinových filtrů se používají normy pro testování olejových filtrů (ISO 16889), ale k testování vodních filtrů ucelené normy prakticky neexistují. Každý výrobce si testuje vodní filtry podle svých zvolených kritérií.

Filtrační vlastnosti jsou nejdůležitějšími informacemi o filtru a vypovídají o tom, jak se filtr chová přímo v provozu při filtraci. Filtrační vlastnosti jsou přímo dány parametry filtru, filtrovaných částic a prostředí.

2.4.1 Měření filtračních vlastností

Přímo se měří tlakový spád na filtru (2) a průtok filtrem, který podle (3) určuje propustnost filtru. Tato práce je zaměřena zejména na měření efektivity filtrace. Základem je měření koncentrace částic na náletové straně filtru a za ním, kde efektivita filtrace je následně vypočtena dle (1). Používají se různé testovací částice (atmosférický prach, syntetický prach, částice NaCl, olejové mlhy, atd.), jak monodisperzní, tak polydisperzní. U polydisperzních částic lze ze znalosti jejich PSD vypočítat frakční efektivitu filtrace. Metody měření koncentrace částic a jejich velikostí jsou zpracovány samostatně v kap. 3. V této kapitole jsou také uvedeny metody určení lokální koncentrace částic a vizualizační metody.

Měření koncentrace částic lze rozdělit na offline a online metody měření. Výsledkem offline metody je jedna celková informace o efektivitě filtrace daného materiálu, která se vyhodnotí na konci daného experimentu. Online metody měření jsou založeny na měření koncentrace částic ve filtrovaném médiu za běhu experimentu.

Nejjednodušší a nejstarší offline metoda je gravimetrie, která je založena na principu vážení částic nanesených na testovaném filtru a porovnání s váhou částic na absolutním filtru nebo s celkovým množstvím podaných částic. Množství ulpělých částic na filtru je možné určovat vedle gravimetrie také spektrofotometriky a dalšími metodami detekce částic.

2.4.2 Určení parametrů filtrů

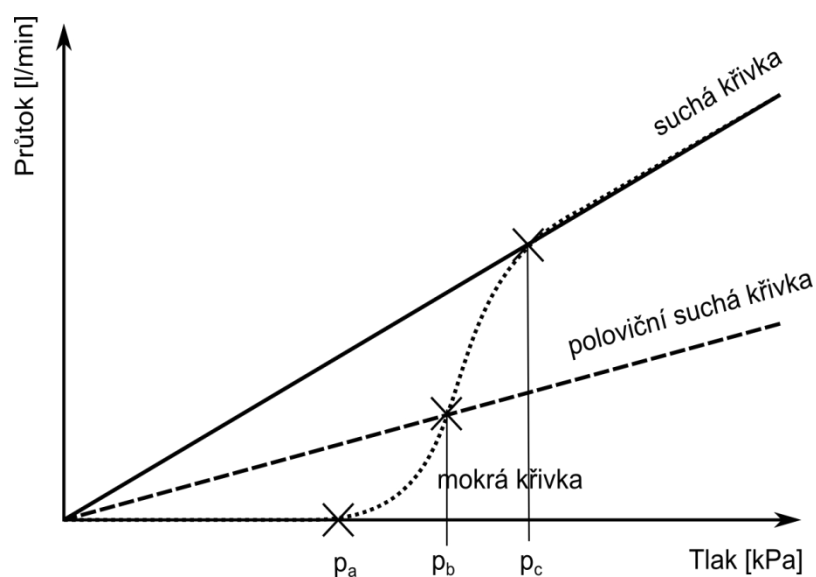
Parametry filtru se zjišťují pod optickým nebo elektronovým mikroskopem. Pod elektronovým mikroskopem se vyšetřují zejména nanovlákněné struktury, které jsou pod optickým mikroskopem nedetekovatelné kvůli rozměrům vláken menším než je vlnová délka viditelného světla. Pod mikroskopem lze určit velikost a tvar jednotlivých pórů, distribuci velikostí pórů nebo parametry

vláken, jejich průřez, tvar průřezu a orientaci. Potom lze určit i pórovitost filtru nebo jeho homogenitu. Tuto metodu nelze použít pro 3D struktury filtru, navíc je zkoumání filtru pod mikroskopem poměrně zdlouhavé [Luzhansky 2003].

Hmotová stejnoměrnost filtru může být určena i prosvětlováním filtru plošným zdrojem světla a sledováním odchylek intenzity světla prošlého skrz textilií např. digitální kamerou. Tento způsob je rychlý a efektivní, nicméně se jedná pouze o relativní metodu.

Hodnoty maximálního a průměrného nbo minimálního póru se běžně měří bublinkovou metodou (Bubble point test) podle normy ASTM F316-A3. Textilie je pokryta tenkou vrstvou dobře smáčivé kapaliny (většinou olej) a dojde k zaplnění všech pórů textilie. Na mokrou textilií působí tlak vzduchu, který se snaží vytěsnit z pórů kapalinu a projít skrz textilií. Proti síle vzduchu působí kapilární síla v pórech, která je závislá na průměru póru. Hodnota maximálního póru je vypočtena z hodnoty tlakového spádu vzduchu na mokřém filtru v momentě prvního proniknutí vzduchu skrz textilií. Přesnější okamžik lze zaznamenat při sledování povrchu mokřého filtru. Jakmile se objeví první bublina vzduchu na povrchu filtru. Hodnota průměrného póru je vypočtena z bodu protnutí poloviční charakteristiky suchého filtru s charakteristikou filtru mokřého, obr. 1. Minimální pór je určen z bodu, kde se potkají křivky mokřého a suchého filtru, více o této metodě v [ASTM F316-A3, Hrůza 2005]. K určení distribuce velikosti pórů a celkové pórovitosti filtru se používá technika kapalinové nebo rtuťové porozimetrie a nebo adsorpce plynu, více v [Pechoušek 2010].

Na základě znalosti parametrů filtrů lze modelací odhadnout filtrační účinnost. Účinnost filtrace nanovláknenných materiálů byla předpovězena na základě simulací chování filtračního materiálu během separace částic v publikaci [Maze 2007].



Obrázek 1: Určení maximální, průměrné a minimální velikosti póru ve filtru z křivek průtoku vzduchu na tlakovém spádu mokřého a suchého filtru (p_a - hodnota tlaku pro výpočet maximálního póru, p_b – hodnota tlaku pro výpočet průměrného póru a p_c – hodnota tlaku pro výpočet minimálního póru).

3 Detekce mikroskopických částic a hodnocení proudění

Abychom mohli určit efektivitu filtrace, jednu z nejdůležitějších vlastností filtru, musíme podle (1) znát koncentraci testovacích částic před a za filtrem. Testovacími částicemi jsou myšleny pevné částice kulovitého tvaru o průměru cca stovky nm až desítky μm . U polydisperzních částic je vhodné měřit jejich velikost a vypočítat tak frakční efektivitu filtrace (počtově nebo hmotnostně váženou). U monodisperzních částic (jejich velikost je stejná) stačí měřit pouze jejich koncentraci. Je tedy potřeba měřit koncentraci malých částic, popřípadě jejich velikosti v tekutině. Tato práce je zaměřena na vodní filtrace, proto se zde budeme zabývat pouze detekcí pevných částic v kapalině. Ve většině případů je ale princip detekce částic v plynu podobný.

Při měření účinnosti filtračních materiálů je dobré co nejdříve popsat podmínky, které při filtraci panují. Vizualizace proudění, také popsána v této kapitole, nám umožňuje pohled na proudění tekutiny v rovině řezu a umožňuje jej i kvantifikovat. Metoda Planar-LIF je schopna měřit teplotu, koncentraci barviva nebo pH v prostorovém a časovém měřítku. Metoda PIV určuje rychlostní pole v čase a metoda IPI měří velikost a polohu částic obsažených ve zkoumané kapalině. Osvětlovací technika je pro tyto tři metody totožná a jednotlivé metody se mohou navzájem kombinovat.

3.1 Měření koncentrace a vlastností malých částic

Nejjednodušší metodou určení koncentrace mikročástic je fotometrie. Například částice zachycené na filtru mohou být rozpuštěny nebo rozptýleny v definovaném množství kapaliny a určuje se jeho intenzita zabarvení nebo průhlednost. Tyto vlastnosti jsou vztažené ke koncentraci částic a tím pádem lze vypočítat množství částic ulpělých na filtru, více v práci [Hrůza 2005]. Velmi používanou metodou je i spektrofotometrie, která ale určuje koncentraci na základě pohlcování světla na různých vlnových délkách spíše nějaké látky v roztoku, než rozptýlených mikroskopických částic.

Na druhou stranu nejpoužívanější metoda detekce částic přístrojem OPC využívá rozptyl světla a dokáže určit mimo koncentraci i jejich velikost. Dále jsou v této kapitole zmíněny i metody pracující na principu dynamického rozptylu světla, laserové difrakce, laserové anemometrie a mikroskopie.

3.1.1 Počítač částic

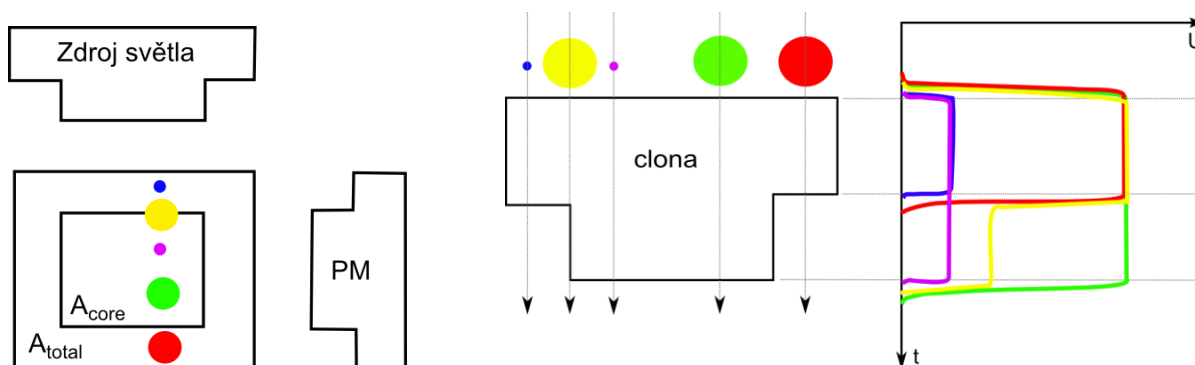
Počítač částic je přístroj určený k měření velikosti částic a jejich koncentrace v tekutině (v kapalině nebo plynu). V zásadě může tento přístroj fungovat na více principech. Částice obsažené v kapalině lze detekovat na základě poklesu elektrického proudu mezi elektrodami. Sonda se skládá ze dvou elektrod ponořených do vyšetřované kapaliny obsahující částice o jiné elektrické vodivosti než je vyšetřovaná kapalina. Pokud částice prochází mezi elektrodami, je detekován na výstupu pokles nebo vzestup procházejícího proudu mezi elektrodami. Částice svým objemem změní objem kapaliny mezi elektrodami a tím velikost procházejícího proudu. Čím větší částice se nachází v měřeném úseku mezi elektrodami, tím větší objem budou zabírat místo kapaliny a tím větší vliv budou mít na změnu elektrického proudu.

Přístroj, který využívá světlo k detekci mikročástic, se nazývá optický počítač částic (Optical Particle Counter - OPC) a může také pracovat na více principech. Pokud částice prochází mezi zdrojem světla a detektorem, pracuje OPC na principu detekování stínu částic dopadajícího na detektor (light blocking). Čím větší částice se nachází v měřicí cele, tím větší plocha jejího stínu je vrhána na detektor. Tyto přístroje dokážou detekovat částice v řádu desítek mikrometrů a výše. Modernější přístroje pracují na principu snímání částicemi rozptýleného světla (light scattering), které může být

měřeno v libovolném úhlu oproti rovině zdroje světla. Čím větší částice je detekována, tím více světla se na ní rozptýlí. Pro detekci částic o rozměrech 100 nanometrů a méně se používá kondenzační nukleární počítadlo (Condensation Nucleus Counter). Na částicích zkondenzují páry vody, alkoholu nebo jiných látek a částice tím mnohonásobně zvětší svůj rozměr. Poté jsou detekovány na principu rozptylu světla [Kochevar 2006].

Dále se budeme zabývat OPC založených na principu rozptylu světla, která jsou nejrozšířenější, díky svému širokému rozsahu měření od stovek nm až po stovky μm . Jednotlivé mikročástice jsou detekovány ve velmi malé optické sondě (cca $50 \times 50 \times 50 \mu\text{m}$). Optická sonda vznikne překřížením optických drah světelného zdroje a detekčního zařízení, obr. 2. Clona ve tvaru T se používá pro ošetření okrajových podmínek optické sondy. Podle tvaru signálu okrajové žluté částice je možné určit jakou má daná částice velikost a kde se nacházela. Pokud by takto velká částice prolétávala okrajem pouze čtvercové optické sondy, tvářila by se na výstupu fotonásobiče jako malá částice, jelikož by byla po celou dobu letu osvětlena pouze její malá část. Částice prolétávající okrajem optické sondy jsou takto lehce detekovatelné a nejsou zahrnuty do výpočtu koncentrace částic [Heim 2008].

Detekční zařízení je fotonásobič nebo polovodičová lavinová dioda. Někdy se používají dva fotonásobiče s různou velikostí clon (vzniknou tak dvě různě velké optické sondy), aby se zvětšil dynamický rozsah měření. Je nutné zvolit takovou velikost detekčního prostoru, aby se v něm při měření nacházela vždy jen jedna částice a nedocházelo k současnému výskytu více částic najednou. Velikost optické sondy se volí s ohledem na předpokládanou koncentraci a velikost částic v médiu.



Obrázek 2: Měřící cela a ukázka pěti napěťových signálů na výstupu fotonásobiče od pěti různých částic, nacházejících se na různých místech měřicí zóny.

Světlo dopadající na částici prolétávající optickou sondou se rozptyluje do všech stran. Ve směru kolmém na osvětlení je rozptýlené světlo snímáno fotonásobičem, více o rozptylu světla v kapitole 4. Jako zdroj světla je použit úzký svazek bílého světla na místo laserového monochromatického z důvodu hladké rozptylové funkce a pak zejména kvůli jednoznačnosti křivky intenzity rozptýleného světla na velikosti částice. Velikost částic je vypočtena z množství světla, které je částicí rozptýleno (z velikosti napětí na výstupu fotonásobiče - PM). Z šířky signálu je určena rychlost částic a průtok média. Zároveň je vypočtena i koncentrace ze znalosti počtu prošlých částic, velikosti optické sondy a rychlosti média. Jednotlivé informace o prolétávajících částicích jsou ukládány a za určitý časový úsek se tyto informace o všech detekovaných částicích (100 až 10000) podrobí statistickému zpracování, více v [Pabst 2007]. Takový software pro online zpracování dat ze čtyř optických sond OPC najednou byl autorem této práce vytvořen v prostředí LabView během půlroční stáže na Karlsruhe Institute of Technology. Software slouží k měření frakční efektivity filtrace (počtově i hmotnostně vážené) vzduchových filtrů v širokém rozsahu koncentrací a velikostí částic.

Každá sonda OPC se musí kalibrovat použitím různě velkých sad monodisperzních kulových částic. Pro každou velikost (průměr) částic \varnothing je statisticky zjištěna odpovídající úroveň napětí U_{pm} na výstupu OPC. Jednotlivé body $\varnothing(U_{pm})$ jsou proloženy polynomiální křivkou

$$\varnothing = k_s \cdot U_{pm}^{p_s} + q_s, \quad (5)$$

kteřá má parametry k_s , p_s , a q_s . Tyto kalibrační parametry jsou následně použity k výpočtu velikosti částice. Kalibrace se provádí pro každou optickou sondu zvlášť.

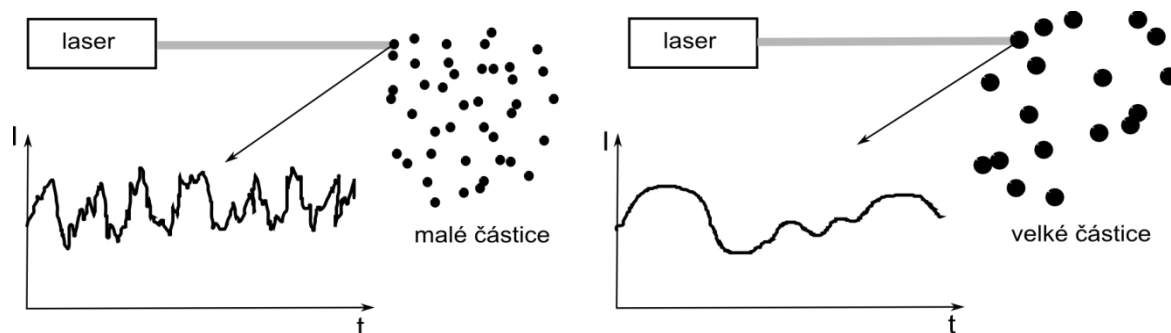
Většina firem se zabývá výrobou OPC na vzduch [Pallas, Topas, TSI]. Kapalinové OPC mají rozpětí měřených velikostí částic zhruba od 1 μm až po stovky μm a rozpětí měřených koncentrací se pohybuje zhruba v jednotkách až desítkách tisíc částic na cm^3 . Vzduchové OPC se běžně vyrábějí pro detekci částic už od desítek nm.

3.1.2 Dynamický rozptyl světla

Tato metoda měří velikost částic na základě detekce dynamického rozptylu světla (Dynamic Light Scattering - DLS). DLS snímá Brownův pohyb (střední posuv částic za čas), který je nejvýraznější pro submikronové částice. Částice větší jak 4 μm pak nevykazují Brownův pohyb vůbec [Pouchlý 2008].

Metoda určí tzv. hydrodynamický průměr, který je roven skutečnému průměru měřených částic pouze v případě, pokud jsou sférické. Čím méně jsou měřené částice sférické, tím více je tato metoda zatížena chybou. Výsledek je dále závislý na absolutní teplotě, dynamické viskozitě a indexu lomu kapaliny a Boltzmanově konstantě.

Měřený vzorek je prosvětlován úzkým svazkem laserového světla a snímá se intenzita zpětného rozptylu světla. Podle časového tvaru intenzity rozptýleného světla je určena velikost částic. Na obr. 3 jsou vidět dva příklady velikosti částic a fluktuace intenzity rozptýleného světla v čase. Čím jsou částice menší, tím má signál intenzity světla v čase vyšší frekvenci a nižší intenzitu. Přístroje pracující na principu DLS měří velikost částic od jednotek nanometrů až po maximálně jednotky mikrometrů. Na principu DLS není primárně měřena koncentrace částic, údaj o koncentraci je pouze informativního charakteru a vypovídá o kvalitě měřeného vzorku. Na tomto principu pracuje například Zetasizer nano ZEN3601 [Malvern 2007].



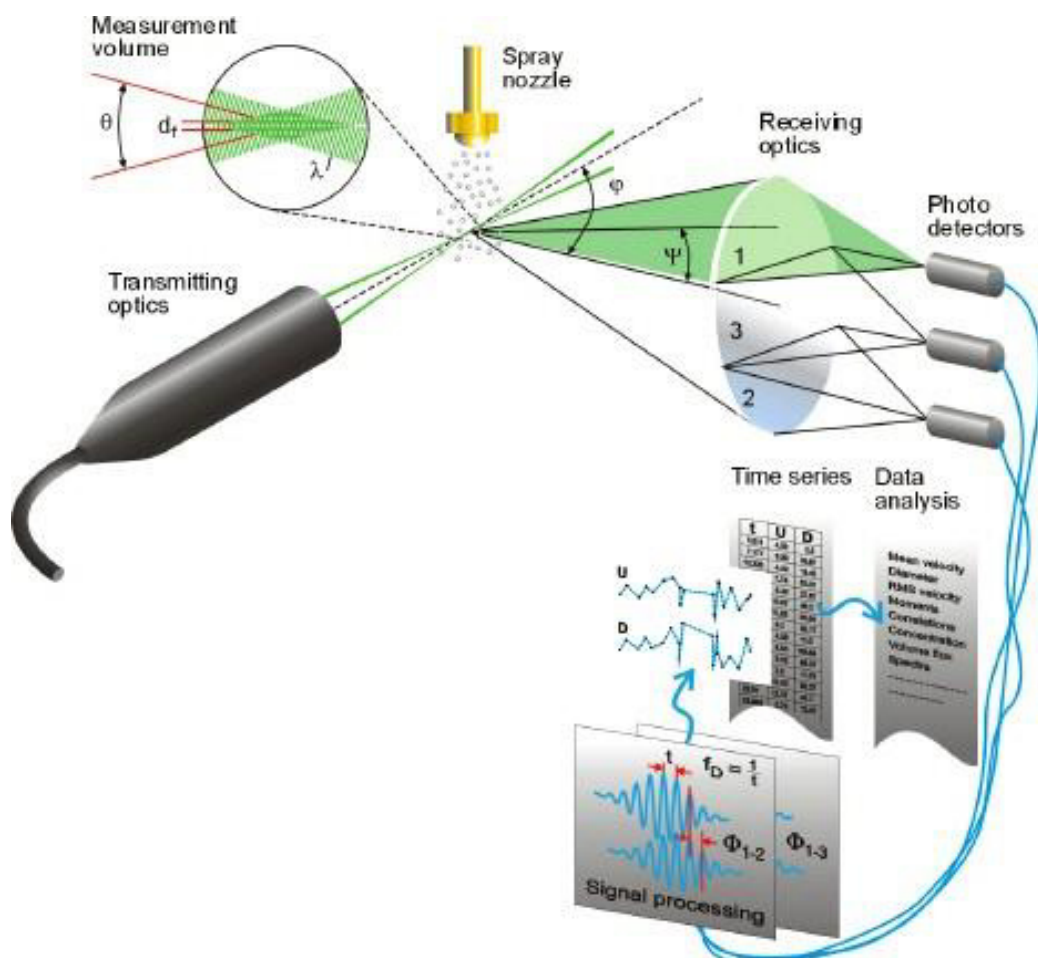
Obrázek 3: Tvar časového záznamu intenzity rozptýleného světla je závislý na rozměru částic ve zkoumaném vzorku.

3.1.3 Laserová difrakce

Další z metod užívaných pro detekci a měření velikosti částic je laserová difrakce, což je ohyb laserového světla na hraně překážky. Měří se jak úhel ohýbaného světla, tak i jeho intenzita z difrakčního obrazce za detekovanou mikročásticí. Čím menší částice se nachází v testovaném vzorku, tím je úhel ohybu světla na vyšetřované částici větší a naopak intenzita menší. Obvykle je používáno dvou zdrojů monochromatického světla o různých vlnových délkách. To umožňuje měřit širší rozsah velikostí částic. Přístroje založené na laserové difrakci dokážou detekovat široký rozsah velikostí částic od stovek nanometrů po stovky mikrometrů, nicméně je tato metoda nejvhodnější pro submikronové částice menší jak $1 \mu\text{m}$, u kterých je ohyb světla výrazný. Na základě této metody není určena koncentrace částic [Malvern 2013, Horiba 2013].

3.1.4 Fázová dopplerovská anemometrie

Metoda PDA (Phase Doppler Anemometry) spadá do kategorie laserových anemometrií, které jsou využívány k experimentálnímu výzkumu proudění tekutin a používají ke své činnosti laserové světlo. Tyto metody měří rychlost média s využitím mikroskopických částic, které jsou v daném médiu rozptýlené buď záměrně, nebo jsou běžně přítomné. Jedná se zejména o metody LDA (Laser Doppler anemometry) a PDA. Tato práce je zaměřena na měření koncentrace a velikostí částic a proto se zde budeme dále zabývat pouze metodou PDA.

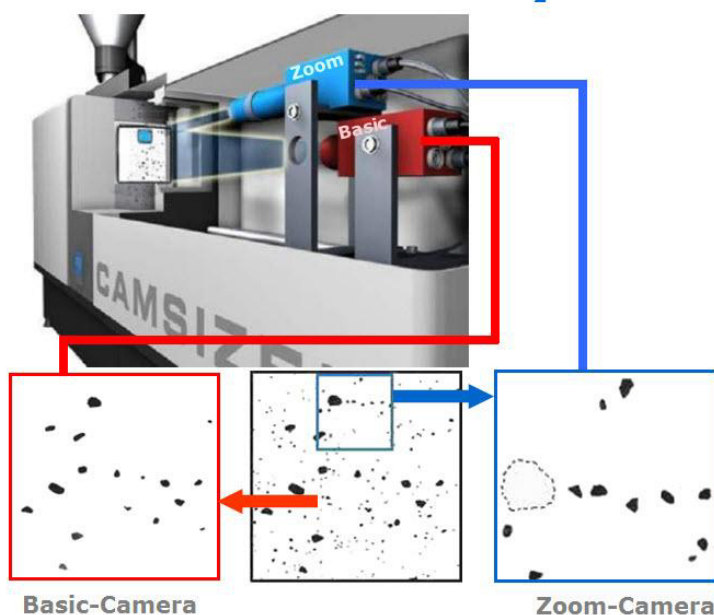


Obrázek 4: Princip metody PDA [Dantec Dynamics 2014].

Metoda PDA je podobná metodě LDA a je vhodná kromě měření rychlosti i k měření velikosti částic a jejich koncentrace. Na obr. 4 je znázorněno principiální schéma. Protnutím dvou laserových paprsků vznikne optická sonda, ve které dochází k detekci přítomných částic. Světlo rozptýlené částicí je snímáno na rozdíl od LDA nejméně dvěma fotodetektory. Intenzita rozptýleného světla na částici se při jejím průletu optickou sondou periodicky mění a tomu se říká Dopplerovský signál. Frekvence Dopplerovského signálu je úměrná pouze rychlosti částice. Fázový posuv dvou Dopplerovských signálů detekovaných dvěma fotodetektory závisí na poloze fotodetektorů a také na velikosti dané částice. Čím jsou částice větší, tím je fázový posuv výraznější. Vhodnou volbou úhlu mezi laserovými paprsky lze ovlivnit vztah mezi rychlostí částice a dopplerovskou frekvencí a také citlivost a rozsah měření. Volba úhlu mezi optickou sondou a detektory je víceméně daná tak, aby se významně uplatnil pouze jeden mód rozptylu a Dopplerovský signál byl dostatečně čistý. V běžné praxi se využívá tři fotodetektorů, a tak nemusíme volit kompromis mezi velkou citlivostí a malým pracovním rozsahem nebo obráceně. Navíc toto uspořádání omezuje 2π dvojnárodnost a lze měřit i kulovitost částic pomocí porovnávání zakřivení.

Měření koncentrace částic metodou PDA spočívá v definování rozměrů objemu měřicí optické sondy. Částicím různých rozměrů odpovídají různé rozměry objemu sondy. Celková koncentrace je potom součet všech koncentrací rozměrových tříd daných částic [Kopecký 2006]. K měření se používají mikroskopické sytící částice, jejichž vlastnosti jsou podrobněji probrány v kapitole 3.3.1. Rozsah koncentrací se pohybuje zhruba v jednotkách až desítkách tisíc částic na cm^3 a rozsah velikostí se pohybuje od jednotek μm až po jednotky mm.

3.1.5 Optická mikroskopie



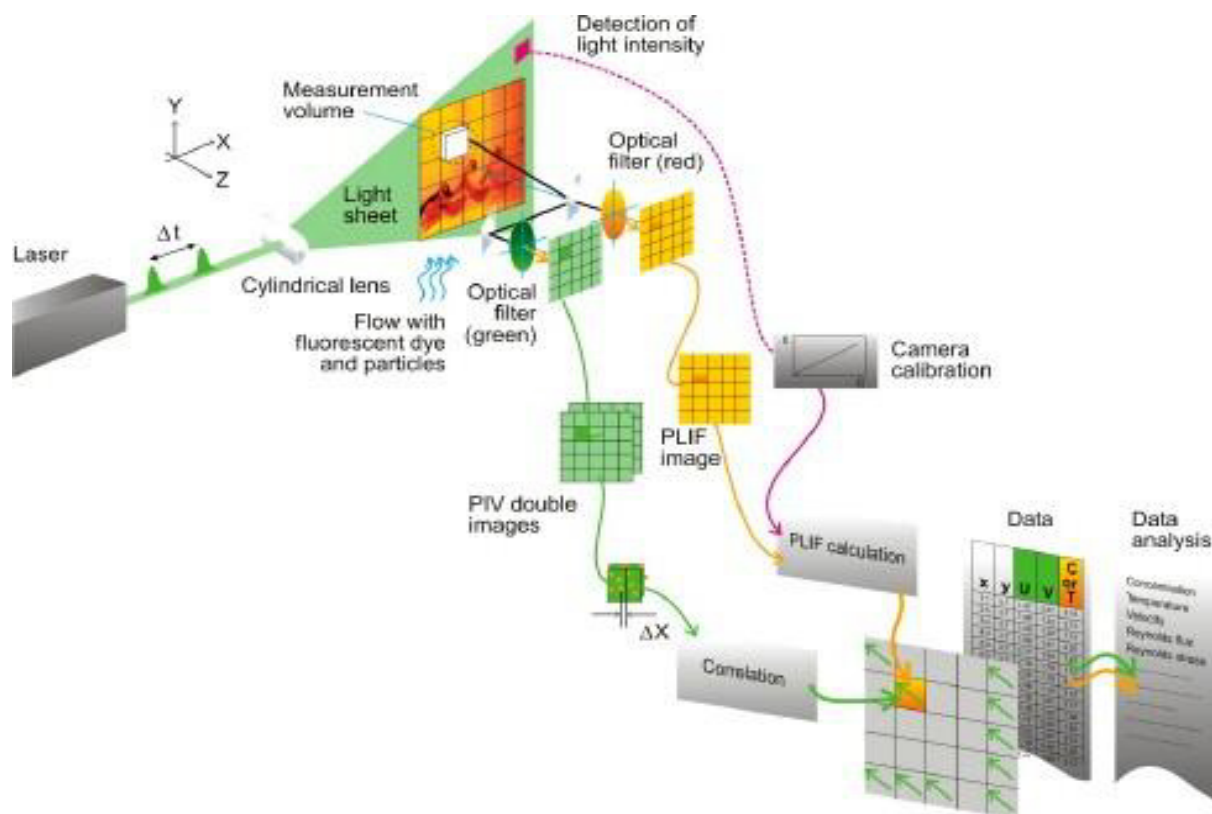
Obrázek 5: Princip měřicí metody Dynamic Image Analysis [Horiba 2013].

Pod optickým mikroskopem lze pozorovat předměty do velikosti cca $1 \mu\text{m}$ (maximální zvětšení 1000), z důvodu vlnové délky viditelného světla (390 - 790 nm). Elektronový mikroskop tuto hranici zvětšení posouvá až na 1000000. Tímto způsobem lze jednoduše spočítat částice v definovaném objemu a tím pádem je známá jak koncentrace, tak i tvar a velikost částic. Tato přímá metoda je velmi

přesná a nepotřebuje žádnou kalibraci. Optické mikroskopie bylo například využito při online vizualizaci zanášení vlákných filtračních membrán během autorova čtyřměsíčního pobytu na The University of Auckland. Cílem bylo vizualizovat děje probíhající na povrchu membrány při filtraci vody kontaminované bentonitem. Dále bylo využito pořízených snímků z kamery k měření lokální tloušťky filtračního koláče a jeho vývoje v čase.

Optická mikroskopie je bohužel velmi časově náročná a nehodí se pro rychlé online měření. Tato metoda se někdy nazývá Shadow sizing, což vyplývá z principu měření, tedy detekce stínu měřených objektů. Tato metoda měření je založena na pořízení obrázků podsvícených částic, resp. jejich stínů pomocí digitální kamery. Princip je ukázán na obr. 5. Pro zvýšení dynamického rozsahu měření lze použít dvě kamery s různým zorným polem a zvětšením. Snímky z obou kamer jsou podrobeny obrazové analýze a výsledkem je distribuce velikostí částic v testovaném vzorku tekutiny. Tato metoda navíc umožňuje určit i tvar částic a měřit tak například poměr stran, symetrii nebo kruhovitost (kulovitost). Vlastnosti částic jsou měřeny v malé vybrané oblasti a výsledkem je integrální informace. Obrazová analýza je také značně časově náročná a s tím souvisí i její menší rychlost oproti OPC. Přístroje založené na optické mikroskopii dokážou detekovat částice v rozmezí velikostí cca jednotky mikrometrů až jednotky milimetrů [Horiba 2013, Malvern 2013].

3.2 Metoda Planar LIF



Obrázek 6: Princip metody Planar LIF kombinovaný s metodou PIV, převzato z [Dantec Dynamics 2014]

Vizualizační a měřicí metoda PLIF (Planar Laser Induced Fluorescence) je schopna určit koncentraci, teplotu nebo pH v prostorovém i časovém měřítku. Často se tato metoda kombinuje s PIV a ve výsledku potom známe i rychlostní pole vyšetřovaného proudu [Martin 2009]. Princip metody spolu s metodou PIV je znázorněn na obr. 6. Ve zkoumaném proudu je rozpuštěna vhodná chemikálie

a vzniklý roztok je díky tomu citlivý na zkoumanou veličinu (koncentraci roztoku, jeho teplotu nebo pH). Digitální CCD kamerou orientovanou kolmo na laserový řez je potom snímána intenzita fluorescence nasvíceného roztoku v laserovém řezu. Fluorescence je jev, při kterém fluoreskující materiál vyzařuje světlo o větší vlnové délce než je světlo dopadající. Např. pro rhodamine 6G je absorpční maximum v 530 nm, a emisní maximum v 566 nm. Fluorescence je v [Karasso 1997] pro barvivo fluorescein dobře ilustrována pomocí spektrálního grafu intenzity světla na vlnové délce, kde jsou vyznačeny absorpční a emisní spektra. Fluorescence je jev ztrátový a intenzita vyzářeného světla je vždy nižší než intenzita světla dopadajícího, kvantová efektivita se pohybuje kolem 30 %. Nicméně rozptylový diagram fluoreskující částice je mnohem hladší a rovnoměrnější než na běžné částici, proto je intenzita fluorescenčního světla zhruba poloviční oproti rozptýlenému.

Objektiv kamery je opatřen optickým filtrem, aby bylo potlačeno světlo pocházející z laserového řezu a naopak, aby pouze světlo vzniklé fluorescencí dopadalo na CCD čip kamery, více v literatuře [Karasso 1997, Crimaldi 2008, Martin 2009, Funatani 2013, Torres 2013, Dantec Dynamics 2014]. Běžně se používají roztoky fluorescenčních barviv: rhodamine 6G pro měření jeho koncentrace v roztoku nebo rhodamine B pro měření teplotních polí. Velikost molekul je cca 1,5 nm. PLIF metoda se používá k vizualizaci proudění, přenosu tepla a dynamiky trysek, atp.

Dále se budeme zabývat měřením koncentrace fluorescenčního barviva (princip měření teplotních polí nebo pH je podobné). Lokální intenzita fluorescence v oblasti a čase (x, y, t)

$$E_f(x, y, t) = f(E_0(x, y), C_m(x, y, t), \chi(x, y)) \quad (6)$$

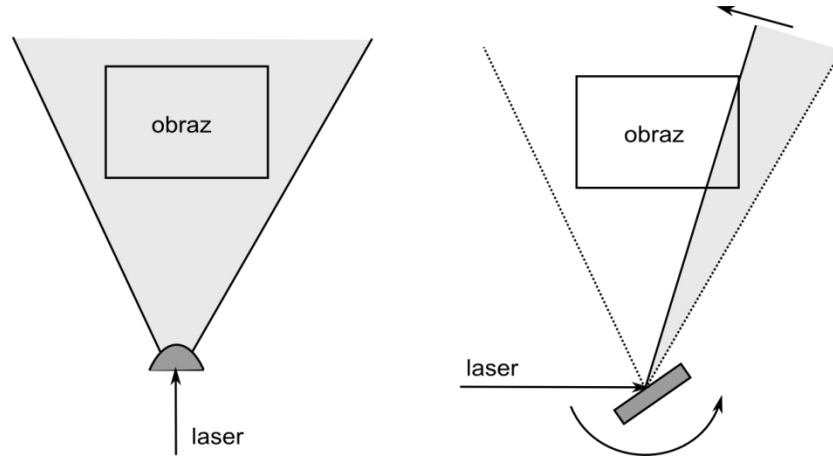
je funkcí intenzity laserového řezu E_0 [W/m²], hmotnostní koncentrace barviva C_m a parametru χ . Parametr $\chi(x, y)$ v sobě obsahuje všechny parametry měřicího řetězce od lokální intenzity světla laseru, teploty a pH roztoku, parametry měřicího kanálu až po objektiv a CCD senzor kamery. Předpokládáme časovou nezávislost parametrů měřicího řetězce. Protože se měřicí řetězec skládá z mnoha částí, nelze parametr $\chi(x, y)$ pro každou oblast (x, y) přesně vyjádřit a je nutné provádět kalibraci. V měřicím řetězci se nachází mnoho parametrů, z nichž nejvýraznější vliv má laserový řez a jeho distribuce intenzity světla.

3.2.1 Osvětlovací technika

Za zdroj světla je nejčastěji použit kontinuální laser o výkonu řádu W nebo pulzní (desítky až stovky mJ) s vlnovou délkou co nejbližší absorpčnímu maximu použitého barviva. Laser by měl být v provozu minimálně dvě hodiny před tím, než se provede kalibrace a následný experiment, kvůli časové stabilitě intenzity laserového světla. V článku [Torres 2013] byla použita asférická válcová optika s hyperbolickým profilem (Powellova čočka) pro vytvoření laserového řezu s konstantní intenzitou světla. Při použití obyčejné sférické čočky nebo skleněného válečku vznikne laserový řez, jehož průběh intenzity má typický Gaussovský tvar, kde nejvíce světla je soustředěno doprostřed laserové roviny a intenzita klesá směrem k okraji.

V práci [Funatani 2013] bylo použito k vytvoření laserového řezu pohybující se zrcadlo (dynamic scan) místo cylindrické čočky (static sheet). Při použití pohyblivého zrcadla je velmi důležitá synchronizace kamery s pohybem zrcadla tak, aby byl obraz vyplněn pouze celočíselným počtem přeběhů laserového paprsku. Někdy se používá i rotující polygon pokrytý zrcadly. Princip vytvoření laserového řezu je znázorněn na obr. 7. Laserový řez může být vytvořen i difrakční mřížkou, pak je řez tvořen z mnoha překrývajících se paprsků. Intenzita světla napříč laserovým řezem může být i přes to velmi nestejně rozložena. Viditelné pruhy s nižší a vyšší intenzitou světla jsou způsobeny především

vadami použité čočky. Klesající intenzita světla v řezu se vzdáleností od zdroje (podél laserového řezu) je způsobena důsledkem rozbíhavého charakteru řezu a při vyšších koncentracích roztoku také vlivem pohlcování laserového světla roztokem. Pro zajištění stejných světelných podmínek v každém místě je také důležité, aby floušťka laserového řezu byla v celé měřené rovině stejná.



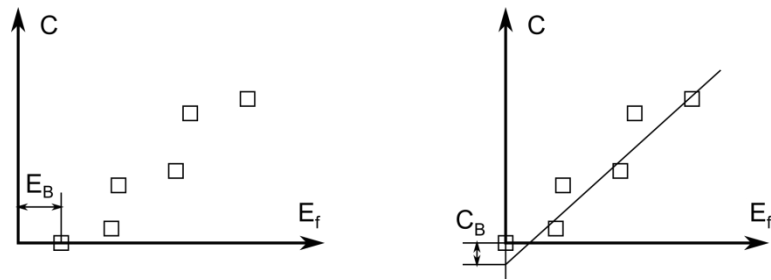
Obrázek 7: Schematické znázornění dvou nejpoužívanějších principů vytvoření laserového řezu.

3.2.2 Kalibrace PLIF obrazů

Kalibrace se provádí použitím několika známých koncentrací barviva C_m (např. 0,00; 0,03 a 0,05 mg/litr) a zjištění odpovídajících intenzit fluorescence v každé oblasti obrazu $E_f(x,y)$. Kalibrace se musí provádět při naprosto stejných provozních podmínkách, jaké panují během následného měření. Pokud se provozní podmínky změní, musí se kalibrační data korigovat. Z kalibračních obrazů je následnou obrazovou analýzou a lineární interpolací určena směrnice $K_T(x,y)$ a absolutní člen $C_{mb}(x,y)$ pro každý pixel v obrazu (x,y) . Z prvního kalibračního obrazu (pořízen v době, kdy se v měřeném proudu ještě nenacházelo žádné barvivo) je určen offset pozadí $E_b(x,y)$. Při znalosti těchto parametrů může být vypočtena koncentrace barviva

$$C_m(x, y, t) = (E_f(x, y, t) - E_b(x, y)) \cdot K_T(x, y) + C_{mb}(x, y) \quad (7)$$

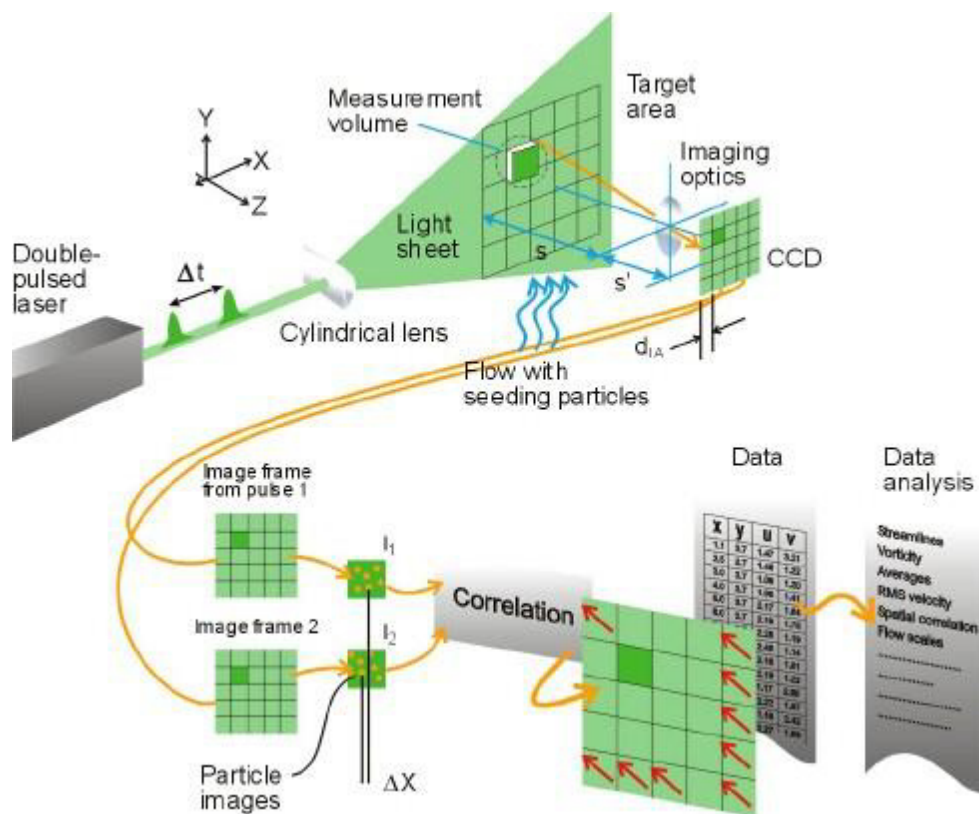
a ze znalosti intenzity fluorescence $E_f(x,y,t)$, obr. 8. Pro každou koncentraci je pořízeno více snímků a z nich je pro každý pixel určena průměrná hodnota intenzity fluorescence E_f . Další vliv na výsledek by mohla mít rychlost proudění. Podle experimentů provedených v [Torres 2013] je chyba 3 % způsobená rychlostí proudění 16 cm/s. Ve stejném článku je uvedena mezní hmotnostní koncentrace fluorescenčního barviva 0,04 mg/litr, kdy je chyba měření koncentrace vlivem nelinearity kalibrační funkce z důvodu pohlcování světla barvivem pod 1 %. Nerovnoměrné rozložení intenzity světla v laserovém řezu není jediný problém. Výsledek ovlivňují odrazy a lomy světla od stěn kanálu, pohlcování laserového světla měřeným roztokem, chyby objektivu a kamery. Tyto všechny nepřesnosti jsou účinně eliminovány právě kalibrací.



Obrázek 8: Získání kalibrační křivky z naměřených bodů.

3.3 Metoda PIV

Tato práce se zabývá pouze hardwarem této metody. Obsáhlá obrazová analýza využívaná v PIV technice je již mimo rámec této práce a je podrobněji popsána v literatuře [Kopecký 2006]. Zde nás zajímá především možné využití hardwaru této metody pro měření koncentrace částic v médiu.



Obrázek 9: Princip metody Particle Image Velocimetry (PIV) [Dantec Dynamics 2014].

Metoda PIV je na první pohled velmi podobná PLIF, popsané v předchozí kapitole. PIV může používat stejné hardwarové vybavení jako PLIF, ale měří rychlosti proudění s prostorovým a časovým rozlišením. Určuje se zde vektorová mapa rychlostí proudění v řezu při použití jedné kamery, obr. 9. Jednotlivé vektory rychlostí obsahují pouze dvě složky rychlosti, třetí složka rychlosti (rychlost směrem k pozorovateli) je neznámá. Proměřovaná tekutina je sycena umělými mikroskopickými částicemi, které jsou rovnoměrně rozptýleny a kopírují pohyb proudění. Částice jsou osvětleny dvěma krátkými pulzy laserového světla, rozšířeného do roviny nejčastěji válcovou optikou a dochází na nich k rozptylu světla. Osa objektivu kamery svírá s laserovým řezem pravý úhel. Rozptýlené světlo

ze sytících částic dopadá do objektivu kamery s CCD čipem. Částice se jeví jako světlé body na jinak tmavém pozadí. Polohy částic jsou zaznamenány do dvou obrazů (první laserový pulz - počáteční poloha částic a druhý laserový pulz - koncová poloha částic). Tyto dva obrazy s určitým časovým rozestupem jsou rozděleny na malé podoblasti, typicky 32 x 32 pixelů. Následně dochází k vzájemné korelaci jednotlivých podoblastí z obou snímků navzájem a je určeno průměrné posunutí částic. Ze znalosti průměrného posunutí částic a časového intervalu mezi pulzy světla je pro každou podoblast vypočten vektor rychlosti proudění a tím vznikne celá mapa vektorů rychlostí. Pro úspěšnou numerickou analýzu PIV obrazu je potřeba, aby rozměry obrazů trasovacích částic byly minimálně 3 krát větší, než je rozteč mezi pixely. Potom lze zpřesnit polohu částic pomocí subpixelové interpolace.

Laserový řez je dán použitým optickým systémem, který mění laserový paprsek do osvětlující roviny. V PIV technice se používá nejčastěji pevnolátkový dvoudutinkový pulzní Nd:YAG laser o vlnové délce 532 nm (druhá harmonická) s opakovací frekvencí až jednotky kHz a délkou pulzu v desítkách nanometrů. V méně náročných aplikacích může být použit i kontinuální laser přerušovaný pomocí elektrooptické závěrky nebo rozmítnutý rotačním polygonovým zrcadlem. Hlavním kritériem výběru je světelná energie potřebná pro dostatečné osvětlení částic a následně pořízení kvalitního záznamu. U PIV nelze jednoduše oddělit rozptýlené světlo od světla ze zdroje, jako je tomu například u metody PLIF, jelikož mají stejnou vlnovou délku. Proto je u PIV důležité zabránit odrazům a lomům laserového světla od průzorů například černěním povrchů. V náročných případech lze použít i fluorescenční částice.

Nutno podotknout, že se zde nesleduje pohyb média, ale měří se pohyb trasovacích částic a proto by měly sytící částice plně kopírovat pohyb prostředí, ve kterém jsou rozptýleny. Částice by měly být velké, aby rozptylovaly dostatečné množství světla, ale zároveň malé, aby dostatečně přesně sledovaly proud média. Tato metoda se často kombinuje s metodou IPI nebo PLIF.

Stereoskopická PIV se používá pro získání všech tří složek vektoru rychlosti pohybu tekutiny a vytvoření mapy těchto vektorů v laserovém řezu. Princip metody je podobný jako u PIV s tím rozdílem, že jsou zde použity dvě CCD kamery. Obě kamery snímají stejný obraz pod rozdílným úhlem a obrazovou analýzou obou snímků z kamer lze potom určit i třetí složku rychlostí. U této metody je velmi důležitá kalibrace obou kamer pomocí kalibračních terčů. Další obměnou je mikroPIV metoda, která zaznamenává děje ve velmi malém mikroskopickém měřítku, více v [Kopecký 2006, Dantec Dynamics 2014].

3.3.1 Sytící částice pro PIV

Jelikož je tato práce zaměřena na filtraci vody, budou zde rozebrány vlastnosti částic pouze pro sycení kapalin. Na stopovací částice jsou kladeny požadavky z hlediska jejich mechanických a optických vlastností. Hustota materiálu částic by měla být co nejbližší hustotě prostředí, ve kterém se nacházejí, aby se částice neusazovaly nebo naopak neplavaly na povrchu. Částice by měly být co nejvíce kulové a jejich povrch by měl být hladký, přinejmenším by měly mít alespoň zaoblené hrany. Neměly by svou přítomností narušovat proudění, shlukovat se a usazovat se, atp. Dále by měly být částice chemicky netečné, netoxické, netěkavé a nekorozní. Svou velikostí by měly být co nejvíce monodisperzní. Částice by měly být rovnoměrně rozptýleny v médiu. Sytící částice se používají ve velikostech od 1 do 100 μm . Malé částice dobře kopírují proudění, ale rozptylují málo světla, a proto je důležité zvolit kompromis. Částice by měly svým povrchem rozptylovat co nejvíce dopadajícího světla a měly být vyrobené z čirého (s vhodným indexem lomu) nebo světlo dobře odrážejícího materiálu. Ve speciálních případech se používají i fluorescenční částice, které rozptylují světlo o jiné vlnové délce než je světlo dopadající. Použitím vhodných optických filtrů se omezí světelný šum na

minimum. To však za cenu menší intenzity světla, která se dostane na světlo-citlivý čip kamery. Rozptyl světla na kulových částicích je podrobněji rozebrán v kapitole 4.

Proudění kapalin se na rozdíl od vzduchu většinou provádí v uzavřených okruzích, a proto je snadné přidat do něho jakékoli částice o definované koncentraci. V tab. 1 jsou uvedeny zejména ty částice, které jsou vhodné pro laserové anemometrie. Mimo tyto částice se vyrábí celá řada jiných částic určených pro nejrůznější použití, např. magnetické, barvené, radioaktivní nebo jinak speciálně funkcionalizované. V určitých případech lze využít i přirozeného znečištění kapaliny.

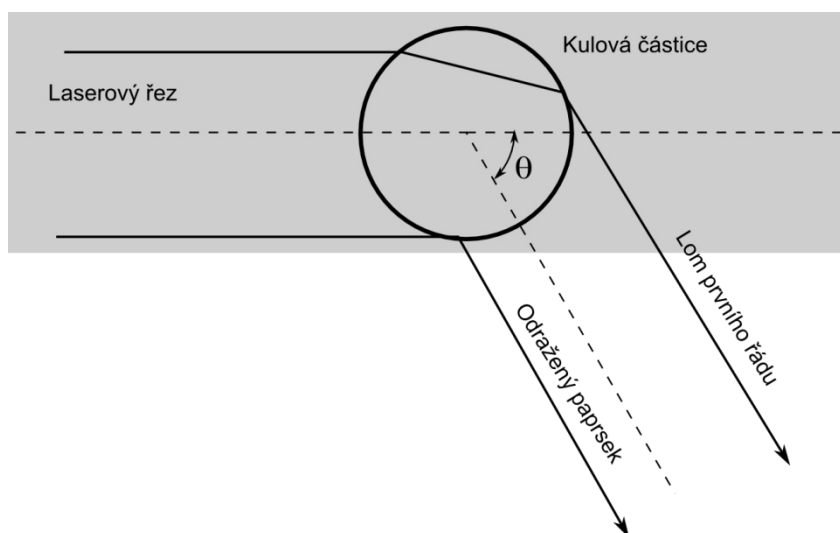
Materiál	Průměr částic [μm]	Distribuce [μm]	Hustota	Tvar	Index lomu	Náklady (rok 2013)
Běžně dostupné částice						
Bublínky vzduchu	5-500	-	1 mg/cm ³	kulové	1	žádné
Skleněný zkušební prach	cca 1,75	0,5 - 5	2,55 g/cm ³	nesférické	1,5 - 1,9	velmi levné
Dantec Dynamics						
Skleněné duté kuličky Postříbené částice	10	2 - 20	1,1 g/cm ³ 1,4 g/cm ³	kulové	1,52 -	75 Eur (250 g) 230 Eur (100 g)
Polyamidové částice	5 20 50	1 - 10 5 - 35 30 - 70	1,03 g/cm ³	nesférické, zaoblené	1,5	170 Eur (250 g)
Fluorescenční polymerové částice	10 30	1 - 20 20 - 50	1,19 g/cm ³	kulové	1,479	2800 Eur (100 g)
TSI						
Polystyrenové částice	1,1	cca ± 50 %	1,05 g/cm ³	kulové	1,58	1100 USD (15 ml)
Nylonové částice	4	cca ± 30 %	3,2 g/cm ³	-	2,62	400 USD (-)
Fluorescenční polymerové částice	5 10 30	cca ± 30 %	1,2 g/cm ³	kulové	-	500 USD (10 ml) 700 USD (1 mg)
Oxid titaničitý	3 - 5	-	4,2 g/cm ³	nesférické	2,6	180 USD (1 Lb)
Skleněné duté postříbené kuličky	9	4 - 12	2,6 g/cm ³	kulové	0,21 + 2,62i	250 Eur (100 g)
Microparticles GmbH						
Polystyrenové mikročástice	0,1 - 1000	5 %	-	kulové	-	1400 Eur (10 g)
Poly-methyl-methacrylate	0,1 - 200	5 %	-	kulové	-	1400 Eur (10 g)
Polystyrenové mikročástice standard	0,1 - 250	5 %	-	kulové	-	1250 Eur (1 g)
Florescenční částice amino-methylcoumarin Modified silane	1 - 10	5 %	-	kulové	-	1300 Eur (1 g)
BS-Partikel GmbH (Polysciences Europe GmbH)						
Polystyrenové kuličky	0,01 - 100	5 %	1,05 g/cm ³	kulové	1,59	60 - 300 Eur (1 g)

Tabulka 1: Přehled nejběžněji používaných sytících částic [Dantec Dynamics, TSI, Microparticles GmbH, BS-Partikel GmbH].

3.4 Interferometrické zobrazování částic - IPI

Metoda IPI (Interferometric Particle Imaging) je založena na snímání rozostřeného obrazu nasvícených částic CCD kamerou a měří velikost a polohu částic v laserovém řezu. Někdy je tato metoda také nazývána jako Interferometric Mie Imaging (IMI) nebo Interferometric Laser Imaging for Droplet Size (ILIDS). Hardwarové provedení je někdy totožné s 3D PIV. Jedna kamera je zaostřena a slouží pro získání PIV obrazů a druhá kamera je rozostřená a slouží pro IPI. Toto spojení potom dovoluje celému zařízení měřit kromě velikostí částic i jejich rychlost.

Na kulových částicích nacházejících se v laserovém řezu dochází k Mieovu rozptylu světla, který je podrobněji popsán v kapitole 4.2.1. Při rozostření objektivu kamery je obraz každé částice složen z mnoha interferenčních proužků, které jsou generovány odrazem světla a lomem světla prvního řádu od dané částice vyznačené na obr. 10 [Lü 2014]. Při velkém zvětšení a zaostření objektivu kamery by se tyto dva paprsky zobrazily na snímku z kamery jako dva světlé body na dané částici (glare points). Postupným rozostřováním objektivu kamery se tyto dva body zvětšují, až se začnou překrývat a vznikne interferenční struktura (díky rozdílné dráze paprsků a jejich následnému vzájemnému fázovému posuvu). Počet proužků interferenční struktury pak určuje velikost dané částice a počet částic v obrazu udává koncentraci. Z každého obrazu z kamery, kde se nachází mnoho částic, je potom možné určit i PSD.



Obrázek 10: Odraz světla a lom světla prvního řádu na kulové částici.

Metodu IPI je možné použít pouze pro detekci kulovitých průhledných částic v rozsahu velikostí od 5 – 1000 μm , typicky kolem 50 μm . Rozptylový úhel θ se používá v rozmezí 65 - 80° z důvodu největší intenzity rozptýleného světla [Lemaitre 2006]. Velikost interferenční struktury musí být dostatečná pro následnou obrazovou analýzu (minimálně 3 pixely na proužek, aby bylo možné použít subpixelovou interpolaci) a z toho vyplývá i omezené prostorové rozlišení. Dynamický rozsah metody IPI pro měření velikostí částic je typicky 1:20. Velikost vyšetřovací oblasti může být až 100 x 100 mm a závisí na velikosti trasovacích částic a koncentraci, typicky se pohybuje do 30 mm. Laserový řez je typicky tvořen pulzním laserem používaným pro PIV nebo kontinuálním o dostatečně vysokém výkonu (jednotky W). Trasovací částice mohou být například skleněné kuličky nebo bubliny vzduchu ve vodě nebo kapičky vody nebo oleje ve vzduchu, více v [Novotný 2003, Lemaitre 2006, Lü 2014].

4 Rozptyl a měření intenzity světla na malých částicích

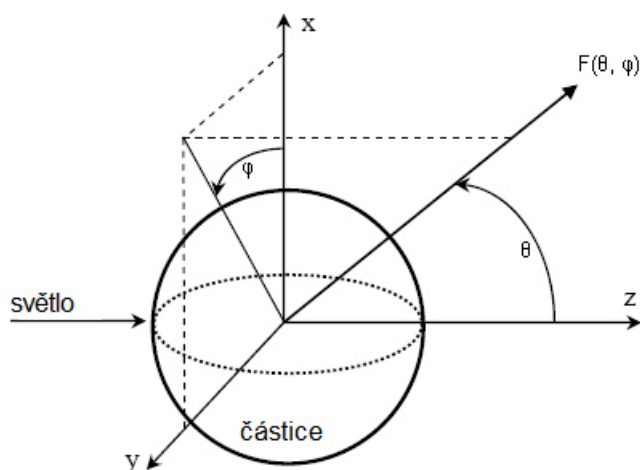
V této kapitole je podrobně rozebrán rozptyl světla na malých částicích, který je využíván pro měření velikosti a koncentrace částic rozptýlených v médiu. Celá kapitola se zabývá optikou, kde jsou dále vysvětleny pojmy z fotometrie a princip měření intenzity světla digitální kamerou včetně stručně popsané obrazové analýzy.

Světlo neboli elektromagnetické (emag.) vlnění procházející určitým prostředím může být rozptylováno na nehomogenitách tohoto prostředí. Když emag. vlnění interaguje s hmotou, tak začnou její elektrony periodicky kmitat podle frekvence elektrické části dopadajícího emag. záření. Tyto oscilace elektronového mraku hmoty způsobí odběr energie z dopadajícího emag. záření a tím pádem se ona hmota stává sama zdrojem emag. záření. Ve vakuu k rozptylu světla nedochází, neboť vakuum neobsahuje žádnou hmotu. K rozptylu světla v prostředí nedochází pouze v přesné krystalové mřížce při nulové absolutní teplotě. Naprosto čistý plyn nebo kapalina při pokojové teplotě obsahují nehomogenity ve formě shluků molekul a tím vznikají místa o různém indexu lomu, na kterých vždy dochází k rozptylu světla. Z toho vyplývá, že v každé látce víceméně dochází k rozptylu světla.

Nehomogenity představují také cizorodé částice, pevné a kapalné částice v plynu (například prachové částice nebo kapky vody ve vzduchu) nebo plynné, kapalné a pevné částice v kapalině nebo pevné látce (například bublinky ve vodě, opál nebo duhovka v oku živočicha). Rozptyl světla můžeme vidět všude kolem nás, například je jím způsobena modrá obloha, červený západ slunce, bílé zbarvené mraky nebo barva motýlích křídel.

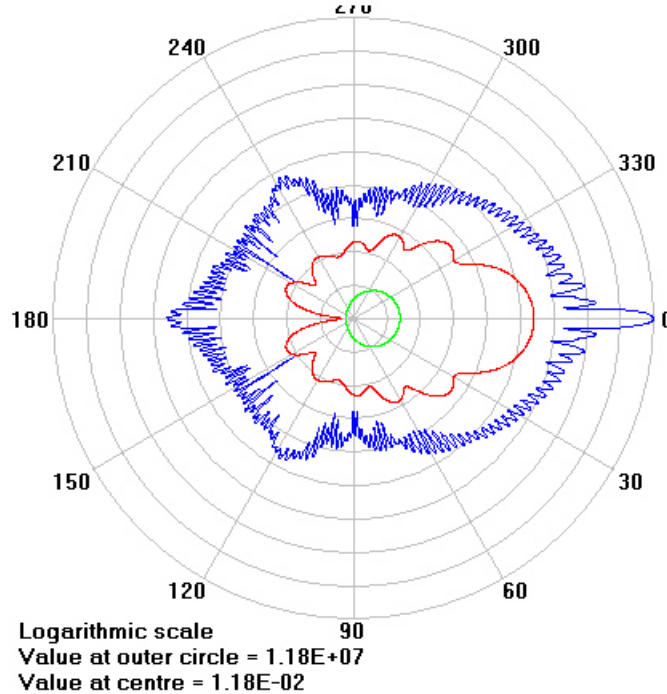
4.1 Rozptyl světla na kulové částici

Množství do všech stran rozptýleného světla na jedné světlem ozářené částici je popsáno bezrozměrnou funkcí $F(\theta, \varphi)$, která je závislá na sférických souřadnicích θ [°] a φ , jak je vidět na obr. 11. Tato funkce nabývá pro dokonale kulovou částici stejných hodnot podle souřadnice φ . Potom θ vyjadřuje rozptylový úhel (Scattering angle) mezi osou zdroje světla a pozorovatelem. Funkce $F(\theta)$ se nazývá rozptylovým diagramem (Scattering diagram) a je většinou vyjádřena v polárních souřadnicích [Hulst 1957].



Obrázek 11: Funkce $F(\theta, \varphi)$ vyjádřena ve sférických souřadnicích [Hahn 2009].

Příklad rozptylových diagramů je ukázán na obr. 12. Jedná se o polystyrenovou částici o indexu lomu světla $n_{par} = 1,595$ ve vodě $n_{med} = 1,334$ při působení monochromatického nepolarizovaného světla o vlnové délce $\lambda_0 = 532$ nm. Modrá křivka představuje částici o průměru 10 μm , červená 1 μm a zelená 0,2 μm . Grafy byly vygenerovány softwarem MiePlot [Laven P. 2011].



Obrázek 12: Rozptylový diagram pro různé velikosti částice nacházející se uprostřed.

Dále může být rozptyl světla popsán bezrozměrnou fázovou funkcí (Phase function)

$$P(\theta) = \frac{F(\theta)}{k^2 \cdot C_{sca}}, \quad (8)$$

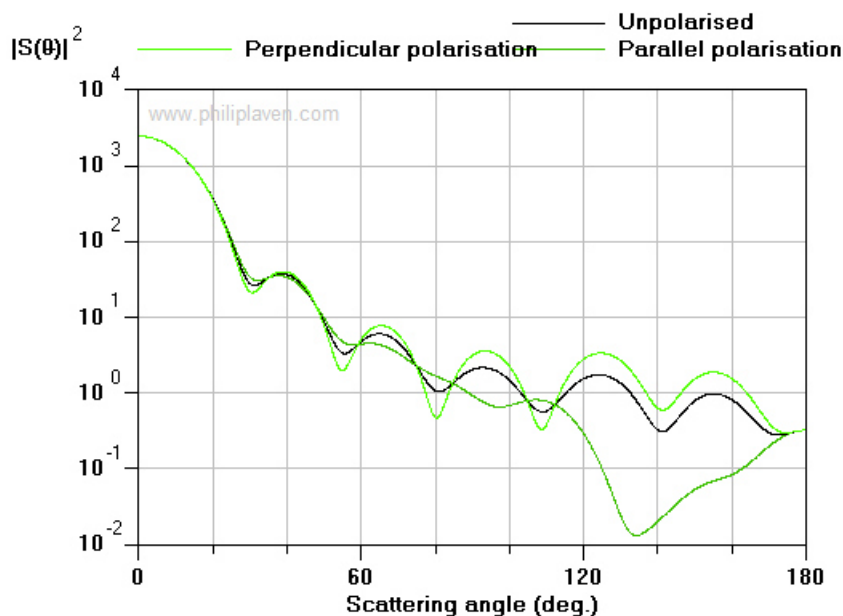
kteřá se vyznačuje tím, že je její integrál přes všechny souřadnice roven jedné. C_{sca} představuje plochu vyjadřující energii rozptýleného záření (scattering cross-sectional area) a

$$k = \frac{2 \cdot \pi}{\lambda} [\text{m}^{-1}] \quad (9)$$

je vlnové číslo, kde λ představuje vlnovou délku světla v daném prostředí. Pokud je rozptyl světla na částici bez ztrát, je C_{sca} rovna odebrané energii z osvětlujícího paprsku. Pokud ale dochází k pohlcování světla danou částicí, je energie odebraná z osvětlujícího paprsku rovna energii rozptýlené plus energii pohlcené. Ztráty světla při rozptylu na částici se vyjadřují hodnotou imaginárního indexu lomu materiálu částice, více v kapitole 4.3.1.

Funkce $F(\theta)$ je v literatuře často uváděna i jako bezrozměrná funkce $|S(\theta)|^2$ vyjadřující intenzitu, potom $S(\theta)$ představuje amplitudu nepolarizovaného světla (amplitude scattering function). Vertikálně polarizované světlo je označeno $S_1(\theta)$, horizontálně polarizované $S_2(\theta)$ a nepolarizované světlo je vyjádřeno jejich střední hodnotou, kde platí vztah: $|S(\theta)|^2 = 0,5 \cdot (|S_1(\theta)|^2 + |S_2(\theta)|^2)$. Ukázka průběhu

intenzity rozptýleného světla pro všechny varianty jeho polarizace je k vidění na obr. 13. Jedná se o polystyrenovou částici s průměrem 0,96 μm, kde ostatní parametry jsou stejné jako v případě grafu na obr. 12.



Obrázek 13: Ukázka průběhu intenzity rozptýleného světla v závislosti na rozptylovém úhlu pro různé polarizace světla.

Intenzita rozptýleného světla

$$E(\theta) = E_0 \cdot \frac{|S(\theta)|^2}{k^2 \cdot d_1^2} \left[\frac{\text{W}}{\text{m}^2} \right] \quad (10)$$

kolmo dopadajícího na elementární plochu je v určité vzdálenosti d_1 od částice a v definovaném rozptylovém úhlu θ úměrná ozáření částice E_0 [W/m²] a bezrozměrné intenzitě $|S(\theta)|^2$ [Hulst 1957].

4.1.1 Radiometrické veličiny

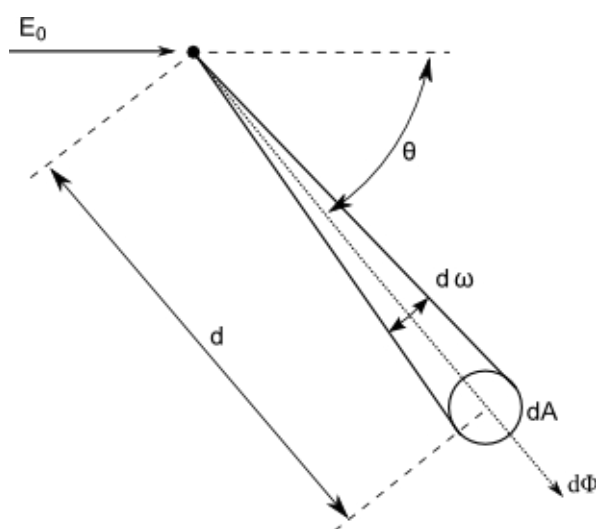
Energie přenášená elmag. vlněním je popsána pomocí radiometrických nebo fotometrických veličin. Radiometrické veličiny popisují energii přenášenou zářením v celém spektru frekvencí elmag. vln, naproti tomu fotometrické veličiny popisují pouze účinek záření na lidský zrak. Světlo je měřeno na základě radiometrických veličin zářivosti I [W/sr], ozáření E [W/m²] nebo záře zdroje světla L [W/sr·m²], které jsou potom přepočítány do oboru viditelného záření podle spektrální citlivosti lidského oka. Výsledkem měření radiometrických veličin jsou veličiny fotometrické: svítivost, osvětlení nebo jas. Osvětlení E_p [lx, lm/m²] je měřeno luxmetrem a znamená světelný tok Φ_p [lm, cd·sr] dopadající na plochu. Jas L_p [cd/m²] je měřen jasmetrem a představuje svítivost bodového zdroje záření I_p [cd].

Zářivost I je definována jako podíl elementu zářivého toku $d\Phi$ [W] a elementárního prostorového úhlu $d\omega$ [sr], kde prostorový úhel

$$d\omega = \frac{dA}{d_1^2} [\text{sr}] \quad (11)$$

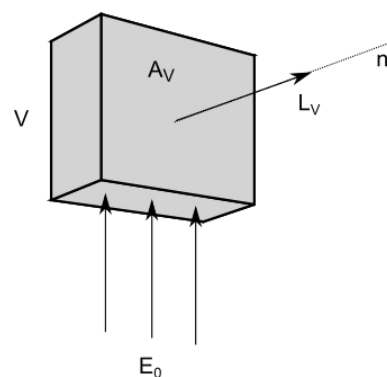
představuje element plochy kulové výšece dA , přes kterou prochází část záření $d\Phi$ ve vzdálenosti d_1 od zdroje k pozorovateli. Na obr. 14 je schematicky ukázán zářivý tok $d\Phi$ vzniklý rozptylem světla na kulové částici, na kterou dopadá světlo o ozáření E_0 [Webb 2000, Hahn 2009]. Zář částice lze tedy vyjádřit jako

$$L(\theta) = \frac{E(\theta)}{d\omega} = \frac{E(\theta) \cdot dA}{d_1^2} \left[\frac{\text{W}}{\text{sr} \cdot \text{m}^2} \right]. \quad (12)$$



Obrázek 14: Množství rozptýleného světla závislé na rozptylovém úhlu θ , který leží mezi osou dopadajícího světla a pozorovatelem [Hahn 2009].

4.1.2 Rozptyl světla v médiu obsahujícím více částic



Obrázek 15: Nákres malého objemu s částicemi jako zdroje rozptýleného světla.

Uvažujeme médium obsahující malé stejné částice s identickou rozptylovou funkcí $F(\theta)$. Vybraný objem média V s rozptýlenými částicemi uvažujeme dostatečně malý na to, aby světlo, které na částice dopadá ze zdroje, osvětlovalo všechny tyto částice stejně, obr. 15. Rozptylový diagram celého

nasvíceného objemu V syceného částicemi je potom roven součtu rozptýleného světla od jednotlivých částic. Malý objem V o počtové koncentraci částic $C [1/m^3]$ rozptyluje světlo o intenzitě záře světla

$$E(\theta) = E_0 \cdot \frac{C \cdot V \cdot |S(\theta)|^2}{k^2 \cdot d_1^2} \left[\frac{W}{m^2} \right]. \quad (13)$$

Průměrný jas svítícího vybraného objemu V o ploše A_V ve směru normály lze podle (12) a (13) vyjádřit jako

$$L_V(\theta) = E_0 \cdot \frac{C \cdot V \cdot |S(\theta)|^2}{k^2 \cdot A_V} \left[\frac{W}{sr \cdot m^2} \right]. \quad (14)$$

4.2 Teorie rozptylu světla

Částice, prostředí a světlo musí splňovat určité kritéria tak, aby bylo možné rozptýl světla popsat následujícími teoriemi shrnutými na obr. 16:

- Světlo dopadající na částici musí být monochromatické a složeno z rovinných vln.
- Částice musí být kulaté, z isotropního materiálu a všechny stejné velikosti.
- Částice musí být dostatečně daleko od sebe. Uvažuje se pouze interakce mezi zdrojem světla a částicemi (independent scattering). Zanedbává se interakce mezi již rozptýleným světlem a částicemi, kde nastává mnohonásobný rozptýl (multiple scattering). Odhady uvádí minimálně trojnásobnou vzdálenost částic od sebe než je jejich průměr.
- Předpokládá se, že jsou částice statické, nepohybují se ani nerotují.
- Frekvence dopadajícího záření a rozptýleného se považuje za stejnou a neměnnou (elastic scattering) [Hulst 1957, Webb 2000].

Při splnění výše vytyčených předpokladů uvažujeme velikostní parametr

$$x = \frac{k \cdot \varnothing}{2} = \frac{\pi \cdot \varnothing}{\lambda_0} \cdot n_{med} \quad (15)$$

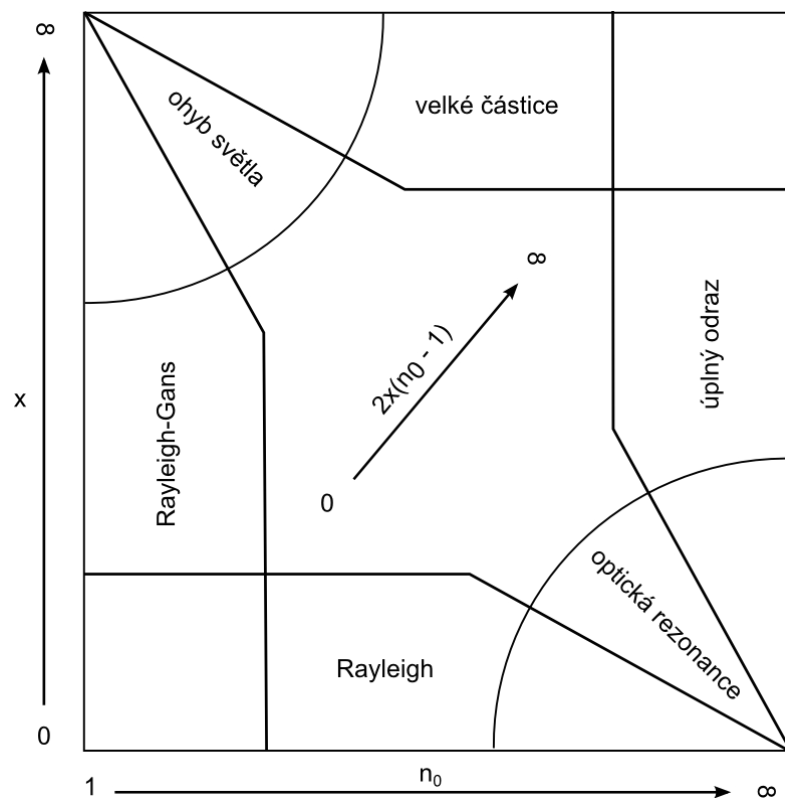
a relativní index lomu

$$n_0 = \frac{n_{par}}{n_{med}}, \quad (16)$$

podle kterých bude zvolen vhodný popis rozptylu světla na částicích. \varnothing představuje průměr částice, n_{med} představuje index lomu světla prostředí, ve kterém jsou rozptýleny částice a n_{par} znamená reálnou složku indexu lomu světla materiálu částice. Vlnová délka světla v médiu

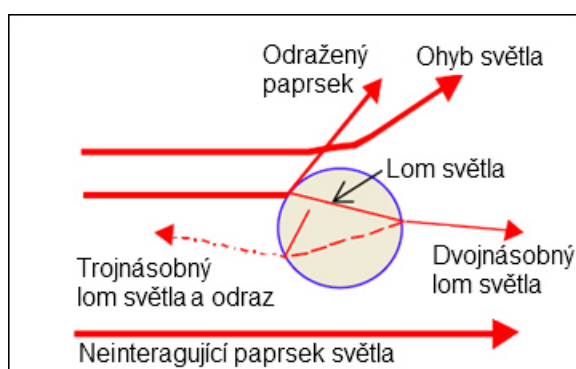
$$\lambda = \frac{\lambda_0}{n_{med}} \quad (17)$$

závisí na vlnové délce světla ve vakuu λ_0 a relativním indexu lomu materiálu částice n_{med} .



Obrázek 16: Rozdělení komplexní Mieovy teorie na menší celky podle velikostního parametru x , relativního indexu lomu n_0 a fázového posunu vyjádřeného $x \cdot (n_0 - 1)$ [Hulst 1957].

Rozptyl světla je silně závislý na velikosti částice. U větších částic se více uplatňuje spíše odraz a lom světla od povrchu částice a u menších začne převládat ohyb světla (difrakce), obr. 17. Geometrická optika je použitelná pro případ, kdy jsou částice mnohonásobně větší, než je vlnová délka světla $x \gg 1$. Rayleighova teorie je naproti tomu použitelná pouze pro velmi malé částice $x \ll 1$. Pomocí popisu elmag. pole (Mieova teorie) lze spočítat rozptyl světla na jakýchkoli částicích $x > 0$ a jakémkoli relativním indexu lomu světla $n_0 > 1$ [Hulst 1957, Hahn 2009].



Obrázek 17: Lom, odraz a ohyb světla vlivem kulaté částice [Webb 2000].

4.2.1 Mieův rozptyl

V této práci budeme využívat především Mieovův rozptyl světla, jelikož se pohybujeme s velikostním parametrem x v rozmezí zhruba 2 – 200 což podle (15) odpovídá velikosti částic $\varnothing = 0,254$ až 254 μm , při použití laserového světla o vlnové délce $\lambda_0 = 532$ nm a vody jako

obklopujícího média o indexu lomu světla $n_{med} = 1,334$. Pro tyto hodnoty velikostního parametru nelze použít žádné níže zmíněné aproximace, které by mohly výpočet ulehčit.

Mieova teorie je založena na řešení Maxwellových rovnic k získání rozptylu světla na homogenní a sférické částici. Amplitudy vertikální polarizace

$$S_1(\theta) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2 \cdot n + 1}{n \cdot (n + 1)} \cdot [a_n \cdot \pi_n \cdot \cos\theta + b_n \cdot \tau_n \cdot \cos\theta] \quad (18)$$

a horizontální polarizace

$$S_2(\theta) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2 \cdot n + 1}{n \cdot (n + 1)} \cdot [a_n \cdot \tau_n \cdot \cos\theta + b_n \cdot \pi_n \cdot \cos\theta] \quad (19)$$

mají poměrně složité vyjádření. a_n a b_n jsou rozptylové koeficienty (scattering coefficients), které odpovídají funkcím kruhové Besselovy a Hankelovy rovnice. Proměnné π_n a τ_n jsou závislé na rozptylovém úhlu θ a vztahené k Legendrovu polynomu, více v [Hulst 1957, Davis 2010].

Mieův rozptyl je zpravidla řešen numericky za pomoci softwarů [ScatLab, MiePlot, phpMie]. Po zadání parametrů mohou programy vygenerovat grafy průřezu úhlového rozptylu, rozptylový diagram (bezrozměrnou funkci F), fázovou funkci P , intenzitu světla $|S|^2$ nebo přímo ozáření E . To vše lze zobrazit v závislosti na rozptylovém úhlu θ , velikosti částice \varnothing , velikostního parametru x nebo vlnové délky dopadajícího světla λ_0 . Některé softwary jsou schopny vypočítat i parametry částic, pokud známe intenzitu a tvar rozptýleného světla (inverzní úloha). Intenzita rozptýleného světla tedy závisí na vlnové délce zdroje světla λ_0 , průměru částic \varnothing , úhlu mezi osou zdroje světla a detektorem θ , relativním indexu lomu n_0 a intenzitě dopadajícího záření E_0 .

4.2.2 Rayleighův rozptyl

Rayleighův rozptyl je použitelný pouze pro velmi malé částice, které se uvažují dielektrické (neabsorbující světlo) a izotropní. Rayleighova teorie uvažuje částice jako samostatné dielektrické dipóly, které se stávají po působení elmag. vln samy bodovým zdrojem elmag. záření. I když má Rayleighova teorie značné limity, je preferována oproti bezlimitní Mieově teorii, která je složitější. Amplitudy vertikální polarizace

$$S_1(\theta) = \frac{n_0 - 1}{n_0 + 2} \cdot x^3 \quad (20)$$

a horizontální polarizace

$$S_2(\theta) = \frac{n_0 - 1}{n_0 + 2} \cdot x^3 \cdot \cos\theta \quad (21)$$

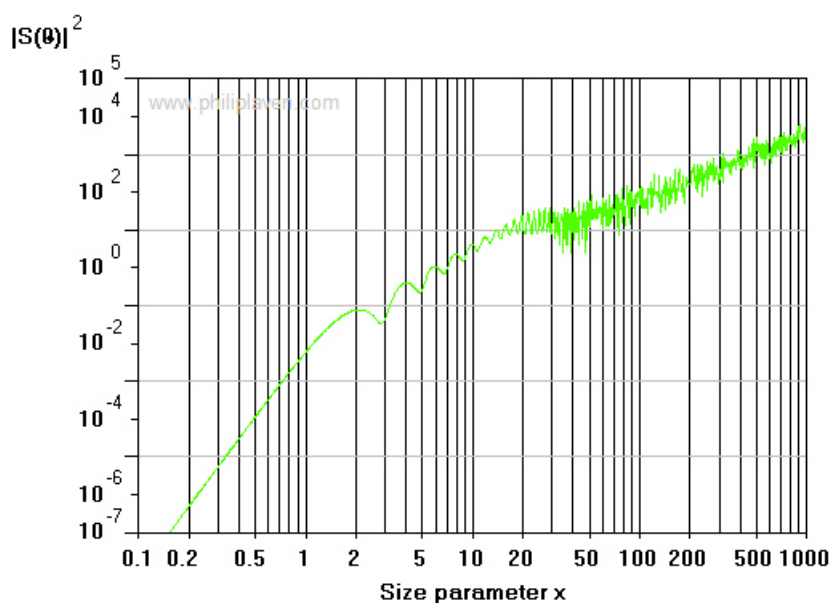
mají jednoduchý charakter, kde figurují pouze relativní index lomu světla n_0 , velikostní parametr x a rozptylový úhel θ . Do vztahů (20) a (21) dosadíme (15) a pak oba vztahy do (10). Následně dostaneme

intenzitu rozptýleného světla nepřímo úměrnou čtvrté mocnině vlnové délky dopadajícího světla λ_0 . Závislost intenzity rozptylu na vlnové délce slunečního světla způsobuje například modrou oblohu a červený západ slunce. Shluky molekul N_2 a O_2 v atmosféře jsou velikostně již v oblasti Rayleighova rozptylu. Modrá složka slunečního světla o kratší vlnové délce je rozptylována mnohonásobně více než ostatní složky viditelného záření.

4.2.3 Geometrická optika

Klasická geometrická optika je postavena na odrazu a lomu světla (Snellův zákon) a je použitelná pouze pro velké objekty a částice s velikostním parametrem $x > 500$. Dalším kritériem je velký fázový posuv $x \cdot (n_0 - 1)$, což znamená dostatečný rozdíl indexů lomu média n_{med} a částice n_{par} . Poté je třeba si uvědomit, že jen část rozptýleného světla pochází z odrazu a lomu paprsků, ale určitá část rozptýleného světla pochází také z ohybu světla kolem částice. Difrakce světla se uplatňuje pouze pro rozptylový úhel menší než 90° . Intenzita rozptýleného světla klesá s druhou mocninou se zmenšováním částic. Pro polarizované světlo lze použít i Fresnelovy rovnice [Hulst 1957, Davis 2010].

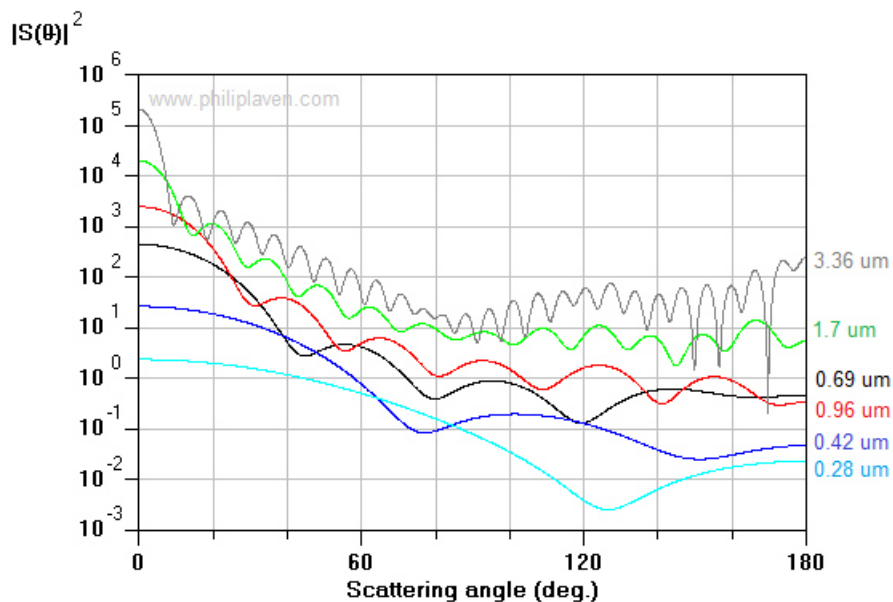
4.3 Vlivy působící na intenzitu rozptýleného světla



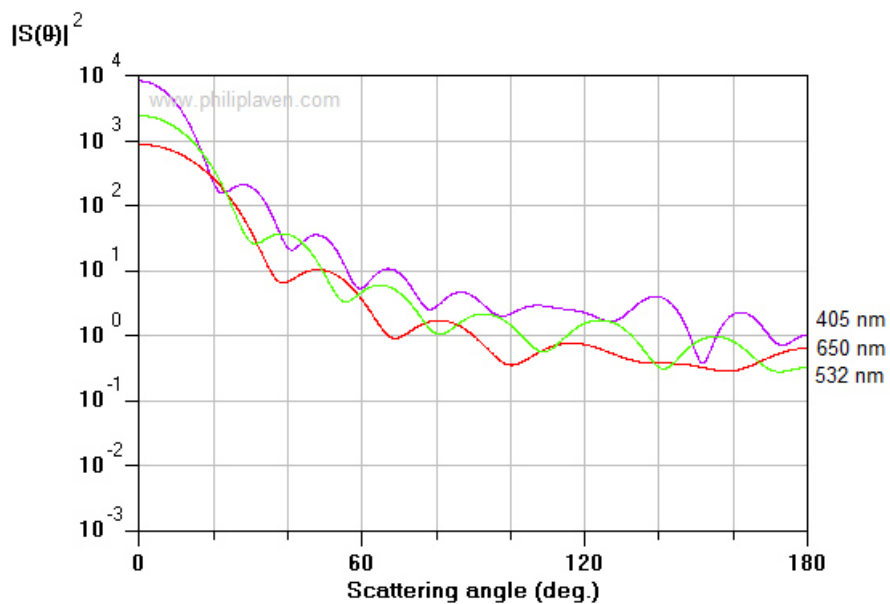
Obrázek 18: Intenzita rozptýleného světla v závislosti na velikostním parametru x .

Na obr. 18 je křivka intenzity rozptýleného světla na kulové částici v závislosti na velikostním parametru x . Výpočet byl proveden pro jednu kulovou polystyrenovou částici o komplexním indexu lomu $1,595 + 0i$ ponořené ve vodě o indexu lomu 1,334 za použití nepolarizovaného laserového světla o vlnové délce 532 nm a pro rozptylový úhel 90° v softwaru MiePlot [Laven P., 2014]. Můžeme si všimnout, že rychlost klesání křivky se zmenšujícím se velikostním parametrem x (zmenšující se průměr částice nebo zvětšující se vlnová délka světla podle (15)) není konstantní. Pro velmi malé částice od $x = 2$ níže (odpovídá průměru 339 nm) klesá křivka rychleji než pro velké částice zhruba od $x = 40$ výše (odpovídá průměru 6,8 μm). Křivka je také výrazně zvlněná v případě větších částic. Obecně platí, že čím menší částice se v daném prostředí nachází, tím méně světla se na nich rozptýlí, což je dáno zejména plochou částic ozářených zdrojem světla.

Na obr. 19 a 20 jsou vykresleny grafy intenzit rozptýleného světla v závislosti na použité polystyrenové částici a zdroji laserového světla. Ostatní parametry jsou stejné jako v případě grafu na obr. 18. Je vidět, že čím větší částice se uvažuje, tím více světla je na ní rozptýleno a naopak pokud se použije laserové světlo o větší vlnové délce, rozptýlí se na dané částici méně světla.



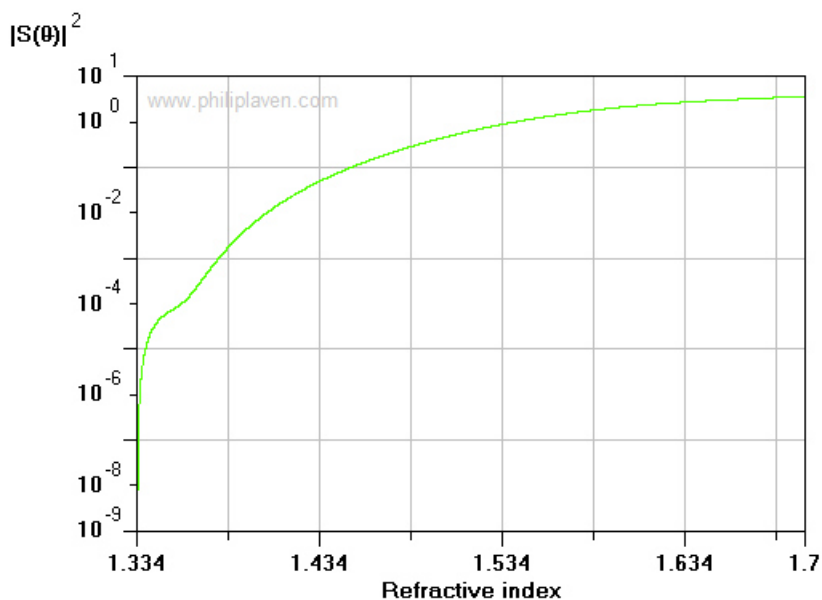
Obrázek 19: Graf intenzit rozptýleného světla v závislosti na rozptylovém úhlu pro různé velikosti částic (vlnová délka světla je 532 nm).



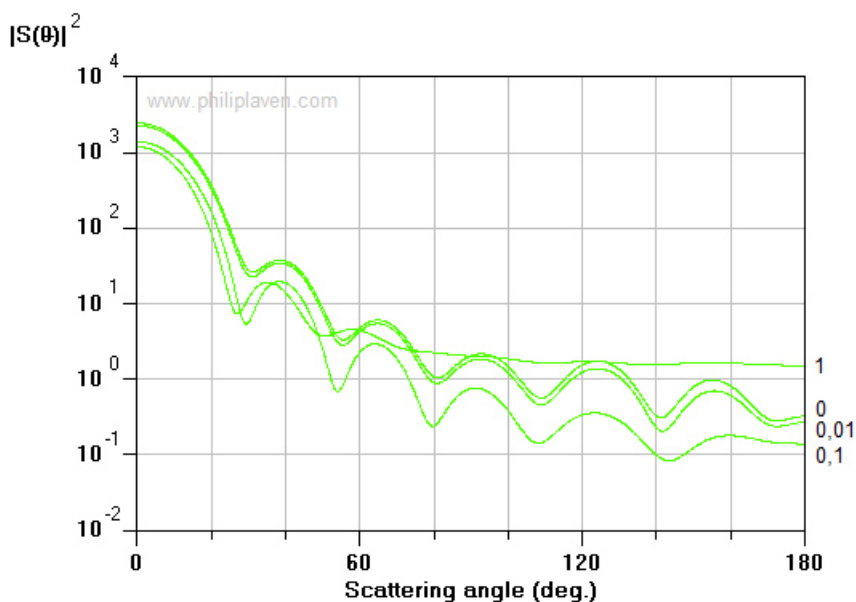
Obrázek 20: Graf intenzit rozptýleného světla v závislosti na rozptylovém úhlu pro různé zdroje laserového světla (průměr částice je 0,96 μm).

4.3.1 Vliv indexu lomu světla na jeho rozptyl

Relativní index lomu světla má velký vliv na hodnotu rozptýleného světla. Na obr. 21 je vidět graf intenzity rozptýleného světla v závislosti na reálné části indexu lomu světla materiálu částice, která má v průměru $0,96 \mu\text{m}$. Ostatní parametry jsou stejné jako v předchozích případech. Čím více se index lomu světla materiálu částice liší od materiálu média, tím dochází k intenzivnějšímu rozptylu světla. Graf by vypadal stejně, kdyby se intenzita rozptýleného světla vynesla v závislosti na relativním indexu lomu světla od 0.



Obrázek 21: Graf intenzity rozptýleného světla jako funkce reálné části indexu lomu materiálu částice (průměr částice je $0,96 \mu\text{m}$).



Obrázek 22: Graf intenzit rozptýleného světla v závislosti na rozptylovém úhlu pro různé hodnoty imaginární části indexu lomu materiálu částice (průměr částice je $0,96 \mu\text{m}$).

Index lomu světla může nabývat komplexního charakteru: $n_{par} = n_{par} + ik_a$, kde je složka k_a úměrná absorpci světla hmotou částice. Na obr. 22 je ukázán graf intenzit rozptýleného světla v závislosti na rozptylovém úhlu pro různé hodnoty imaginární části indexu lomu světla materiálu částice. Ostatní parametry jsou stejné jako v předchozích případech. Imaginární část představuje pohlcení světla hmotou částice a ztráty, proto dochází k útlumu intenzity rozptýleného světla pro jeho vyšší hodnoty. Např. polystyrenové částice mají imaginární index lomu světla velmi malý, zhruba jednotky tisícín, a proto je možné tuto hodnotu zcela zanedbat a považovat za nulovou [Ma 2003].

4.3.2 Pohlcování světla při průchodu hmotou

Při interakci světla s hmotou nedochází pouze k rozptylu, ale také k jeho pohlcování. Ztráty světla při průchodu látkou jsou definovány pomocí celkové propustnosti

$$v_c = \frac{E_{out}}{E_0}, \quad (22)$$

kde E_{out} je intenzita světla po průchodu hmotou a E_0 je intenzita světla dopadající na povrch. V celkové propustnosti

$$v_c = (1 - R^2) \cdot v_t \quad (23)$$

jsou zahrnuty jak ztráty světla průchodem materiálu v_t [-], tak i odrazem záření od povrchu materiálu

$$R = \frac{(n_0 - 1)^2}{(n_0 + 1)^2} = \frac{E_{in}}{E_0}. \quad (24)$$

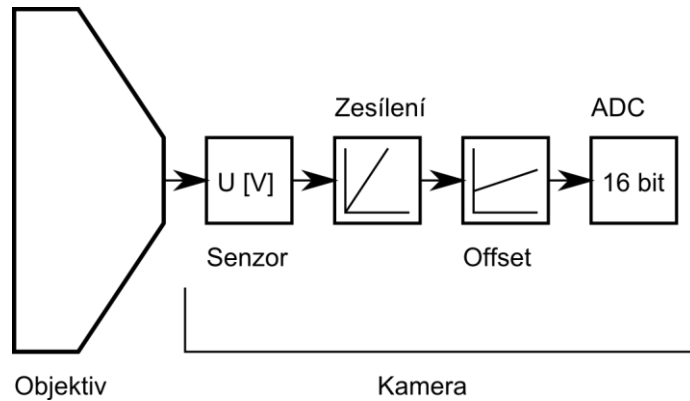
Tento vztah platí pouze pro kolmý dopad světla na povrch materiálu. Odrazivost R je hlavně definována jako podíl intenzity světla v materiálu E_{in} a dopadající intenzity světla E_0 . n_0 je relativní index lomu světla. Ztráty, které vzniknou pouze při průchodu světla hmotou, se definují pomocí vlastní propustnosti

$$v_t = e^{-\beta_n \cdot l} [-], \text{ kde } \beta_n = \frac{4 \cdot \pi \cdot k_a}{\lambda}. \quad (25)$$

Vztah vychází z Lambertova-Beerova zákona, kde β_n [m^{-1}] je přirozený absorpční koeficient a l je tloušťka daného materiálu. Absorpční koeficient závisí na fyzikálních vlastnostech látky a také na vlnové délce záření.

4.4 Měření intenzity světla digitální kamerou

Digitální kamera nebo fotoaparát s CCD čipem může také sloužit jako senzor a měřit tak jas. Digitální kameru je možné použít místo jasmetru zejména tam, kde je zdroj světla (např. čip LED diody) menší než světlo-citlivý prvek standardního měřidla jasu [Hiscocks 2011, Gabele 2006]. Digitální kamera je velmi výhodná tam, kde je potřeba měřit jas zdroje světla s prostorovým rozlišením, což běžné přístroje neumí.



Obrázek 23: Řetězec vzniku digitální hodnoty jednoho pixelu kamery [Dierks 2004].

Aby bylo možné takto použít digitální kameru, je zapotřebí znát všechny mechanismy, které se podílejí na tvorbě jednoho snímku. Řetězec vzniku digitální hodnoty jednoho pixelu ve fotografii je znázorněn na obr. 23. Světlo je objektivem směřováno na světlo-citlivý čip kamery, kde se vytvoří obraz snímaného objektu. Senzor je rozdělen na menší celky – pixely. Každý pixel transformuje malou část obrazu objektu na úroveň napětí podle intenzity jeho ozáření (v případě použití černobílé kamery). Úroveň napětí lze dodatečně upravit pomocí zesílení a offsetu. Matice všech úrovní napětí je nakonec převedena na digitální hodnoty šedi pomocí AD převodníku a tím vznikne digitální fotografie [Dierks 2004].

4.4.1 Objektiv

Světlo vstupující do kamery prochází nejprve přes objektiv, jehož vlastnosti a nastavení silně ovlivňují množství světla, které dopadne na světlo-citlivý čip kamery. Každý pixel senzoru kamery v obrazové rovině odpovídá malému úseku v rovině objektivové. Mezi nejdůležitější vlastnosti objektivu patří ohnisková vzdálenost f a clonové číslo (světelnost) $f_{\#}$. Ozáření senzoru kamery

$$E_s = L \cdot v_o \cdot \frac{\pi}{4 \cdot f_{\#}^2} \quad (26)$$

je závislé na jasu zdroje světla L . v_o představuje celkovou propustnost všech optických členů objektivu a kamery a pohybuje se většinou v rozmezí 0,65 – 0,85 [Dierks 2004]. Někdy je světelnost objektivu zaměňována za

$$T_{Stop} = \sqrt{\frac{f_{\#}^2}{v_o}}, \quad (27)$$

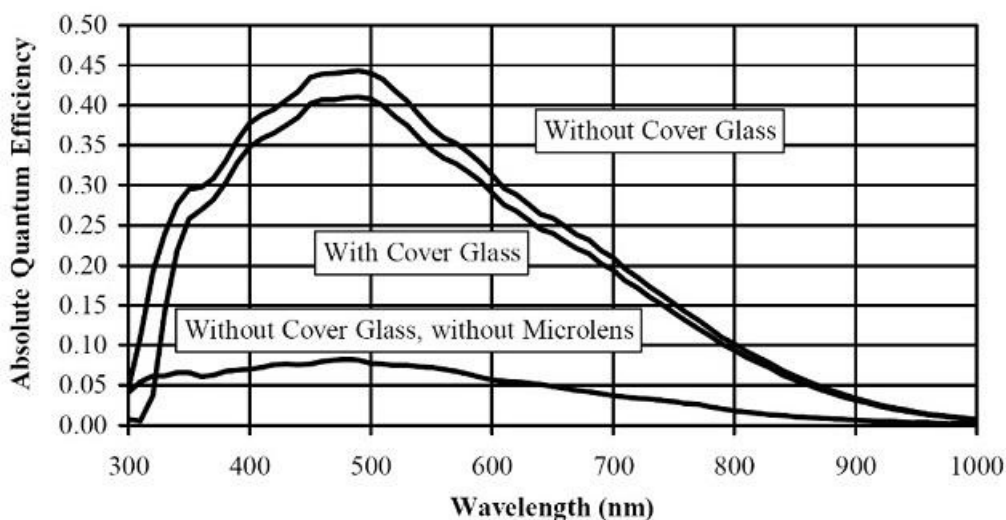
který v sobě zahrnuje celkovou propustnost objektivu kamery (odrazivost a transmisivitu optických součástí). T_{stop} není výrobcem standardně udáván a musí být dodatečně změřen. Existují laboratoře, které se tímto měřením zabývají a umožňují náhled do jejich databáze změřených objektivů [DxO Mark 2014]. T_{stop} je využíván hlavně tam, kde je potřeba vědět, kolik světla se ve skutečnosti dostane na čip kamery. Světelnost objektivu $f_{\#}$ je pouze poměr ohniskové vzdálenosti k průměru vstupní čočky.

Zvětšení objektivu

$$Z = \frac{x_2}{x_1} = \frac{y_2}{y_1} = -\frac{d_2}{d_1} \quad (28)$$

je závislé na velikosti vybraného objektu x_1 , y_1 a obrazu tohoto objektu x_2 , y_2 nebo na vzdálenostech objektu od čočky d_1 a obrazu od čočky d_2 . Důležité je také uvažovat chyby objektivu, které mohou negativně ovlivnit celé měření. Vhodný výběr objektivu k měření světelné intenzity může částečně tyto chyby omezit. Například širokoúhlé objektivy s krátkou ohniskovou vzdáleností nejsou pro tyto účely vhodné, jelikož zkreslují obraz a tím pádem rozložení intenzity světla na senzoru kamery neodpovídá skutečnosti. Některé objektivy mohou vytvořit obraz s tmavšími okraji. Tato optická vada se nazývá vinětace (vignetting) a lze ji potlačit mírným uzavřením clony neboli zvětšením clonového čísla $f_\#$ [Dierks 2004].

4.4.2 Kamera s CCD senzorem



Obrázek 24: QE v závislosti na vlnové délce záření pro kameru Pike F-210B/C [Allied Vision Technologies 2011].

Jeden pixel senzoru o ploše A_p je vystaven po dobu expozice t_e elmag. záření o vlnové délce λ_0 a intenzitě E_s . Tím pádem dopadne během expozice na tento pixel určitý počet fotonů

$$n_p = \frac{E_s \cdot A_p \cdot \lambda \cdot t_e}{h \cdot c}, \quad (29)$$

kde $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ W} \cdot \text{s}^2$ je Planckova konstanta a rychlost světla ve vakuu je $c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ m/s}$. Každý foton, který dopadne na pixel CCD kamery, vytvoří s určitou pravděpodobností volný elektron. Tato pravděpodobnost, která se nazývá jako absolute (total) Quantum Efficiency QE [%], je závislá na vlnové délce dopadajícího záření λ_0 , obr. 24. Volné elektrony se shromažďují v kondenzátoru a na něm se vytvoří náboj. Vztah mezi počtem volných elektronů a nábojem je dán pomocí výstupní citlivosti světlo-citlivého prvku kamery K_s [V/e-]. Napětí odpovídající jednomu pixelu

$$U_p = \frac{K_s \cdot QE \cdot n_p}{100} \quad (30)$$

je zesíleno volitelným faktorem G (Gain) a převedeno analogově číslicovým převodníkem o citlivosti K_{ADC} [V/-] na digitální číslo Y_p [-], které v obraze odpovídá určité úrovni šedi

$$Y_p = \frac{G \cdot U_p}{K_{ADC}} + Y_B \quad (31)$$

Digitální hodnota šedi může být posunuta nastavením offsetu Y_B (Brightness).

Digitalizovaný snímek může být dále zpracován a upraven pomocí vyvážení kanálů, zrcadlového převrácení snímku, korekce nehomogenit, převodní tabulky (LUT), atd. Výsledkem je 16 bit snímek v RAW formátu, který je minimálně předzpracován a obsahuje pouze za sebou jdoucí digitální hodnoty každého pixelu světlo-citlivého senzoru. Jiné bezztrátové formáty jako jsou TIFF nebo PNG lze rovněž použít. Datový typ JPEG je ztrátový formát a není vhodný pro měření intenzity světla digitální kamerou z důvodu zkreslení [Allied Vision Technologies 2011].

Pro dosažení co nejlepších výsledků měření je potřeba kameru zkalibrovat. Z výše uvedených vztahů vychází lineární závislost digitální hodnoty šedi jednoho pixelu Y_p na délce expozice t_e , převrácené hodnotě druhé mocniny clonového čísla a nastavené citlivosti ISO (odpovídá nastavení zesílení G) [Hiscocks 2011]. Z toho vyplývá vztah

$$Y_p = K_c \cdot \frac{G \cdot t_e \cdot L}{T_{Stop}^2} + Y_B \quad (32)$$

kde K_c je změřená kalibrační konstanta pro danou kameru a její nastavení. Každá hodnota úrovně šedi digitálního obrazu odpovídá podle (32) jasů světla malého úseku v rovině objektové.

Kalibrace může být provedena pomocí luxmetru nebo jasoměru. Výsledná přesnost určení konstanty K_c je dána přesností použitého luxmetru. Zdrojem světla by měla být stejnoměrně nasvícená plocha, která je získána například pomocí integrační koule. To je dutá koule zevnitř pokrytá bílým povrchem o známé odrazivosti. Světlo pocházející ze zdroje umístěného uvnitř koule se rozptyluje na bílém povrchu a prochází přes pozorovací okénko k měřenému zařízení [Sigernes 2009].

4.4.3 Zpracování digitálního obrazu

Pokud je CCD kamerou měřen jas zdroje světla nebo osvětlení, je potřeba z pořízených obrazů nějakým způsobem získat informace o snímaném objektu. Obrazová analýza představuje způsob získání užitečných informací z digitálního obrazu. Digitální obraz vznikne zachycením scény digitální kamerou a příslušnými optickými členy. Tyto prvky dovolují vytvořit digitální obraz reality v široké škále velikostí a světlostí. Mikroskopické objekty jsou snímány mikroskopy a objekty makroskopických rozměrů mohou být pozorovány teleobjektivy. Výsledkem je tedy zvětšený či zmenšený digitální obraz reality, který je buď barevný nebo ve stupních šedi (grey scale). Obrazová analýza zahrnuje pouze softwarovou úpravu pořízených obrázků. V této práci se budeme zabývat pouze obrazovou analýzou obrazů vyjádřených v šedé škále. Základní funkce pro zpracování těchto obrazů jsou:

- transformace v šedé škále s použitím převodní tabulky,
- potlačení šumu prostorovou filtrací,
- zaostření obrazu použitím konvoluce,
- detekce hran směrovými detektory,
- segmentace s pomocí histogramů.

Výsledkem segmentace je binární obraz, který obsahuje pouze dvě hodnoty: bílou a černou. Binární obrazy lze zpracovávat pomocí matematické morfologie. Obraz obsahuje užitečnou informaci – objekty, tedy shluky stejně barevných pixelů na pozadí tvořeném druhou barvou. Základní morfologické operace jsou:

- prostorová filtrace,
- eroze,
- dilatace,
- otevření,
- uzavření,
- zaplnění děr v objektech,
- skeletonizace.

Dalším krokem zpracování upravených binárních obrazů je změření charakteristických rysů daných objektů. Nejběžnější operace jsou:

- plocha,
- ekvivalentní průměr,
- obvod,
- kruhovost, protažení,
- délka a šířka,
- počet,
- hustota počtu.

Výsledky z obrazové analýzy jsou shromažďovány v různých datových formátech, nejčastěji textovém a binárním a dle potřeby dále zpracovávány a zobrazovány. V případě použití uzavřeného měřicího okruhu mohou výsledky přímo ovlivňovat vlastnosti vlivů působících na snímání objekt (množství světla, natočení kamery, vzdálenost kamery od objektu, zvětšení, atp.).

5 Metoda vizualizace a hodnocení filtračního procesu

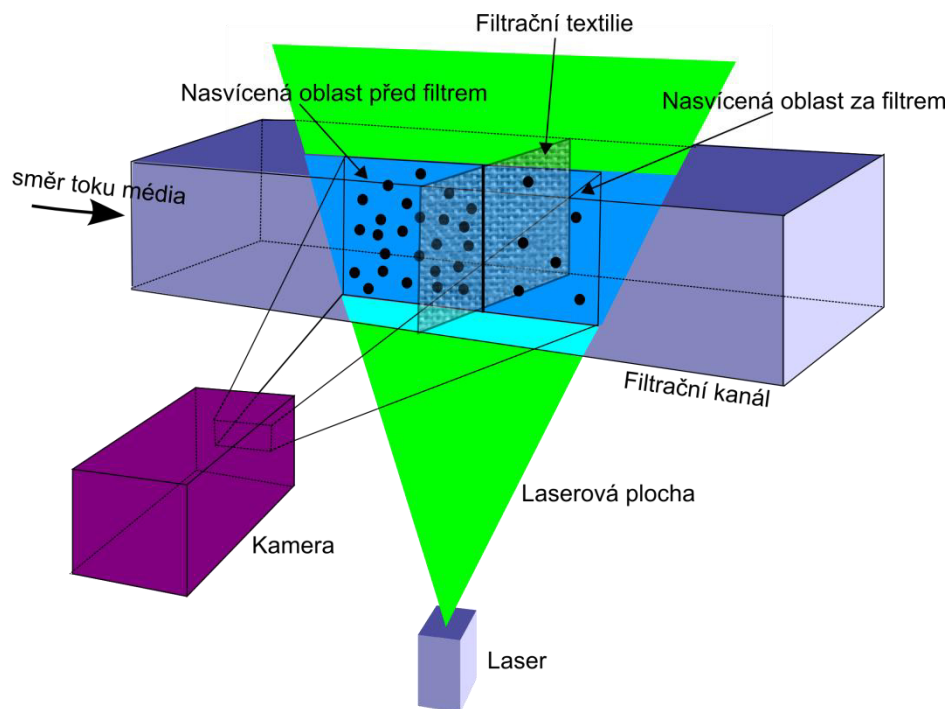
Ve druhé kapitole této práce byly rozebrány vlastnosti plošných filtračních materiálů na vodu (kap. -) a to jak se měří (kap. 2.4). Z této kapitoly je známo, že netkané filtrační materiály, obzvláště nanovláknenné, nemají svoji strukturu ideálně homogenní jako síto, nýbrž se v těchto textiliích objevují místa s různým počtem vláken a různě velkými póry. Běžné metody měření zjišťují buď integrální hodnoty přes celý vzorek filtru, nebo se zaměřují pouze na jeho určitou malou část. Presentovaná semikvantitativní metoda vizualizace a hodnocení filtračního procesu v laserovém řezu (dále jen optická metoda) si klade za cíl dozvědět se o testovaném filtru více, než je možné získat z běžných metod měření. Testování filtru probíhá pomocí umělých mikroskopických částic simulujících přirozené znečištění vody a zároveň zviditelňujících samotný filtrační proces. Běžné metody detekce umělých mikroskopických částic v kapalině jsou rozebrány v kap. 3. Princip rozptylu světla na částicích a měření jeho intenzity je pak popsán v kap. 4.

Optická metoda se inspirovuje měřicími metodami PLIF a PIV (kap. 3.2 a kap. 3.3). Tyto metody jsou účinné, avšak nejsou primárně určené pro testování filtrů. Metoda PIV měří rychlost proudění s prostorovým rozlišením, proto bychom pro naše účely vizualizace využili pouze snímky z kamery. Lokální koncentraci částic (kterou je potřeba znát pro určení lokální efektivity filtrace) tato metoda nezměří vůbec. Metoda PLIF měří lokální intenzitu fluoreskujících roztoků, která se mění vzhledem ke koncentraci, teplotě nebo pH daného roztoku. Nanovláknenné filtry je potřeba testovat částicemi ve velikosti od stovek nm až po desítky μm (kap. 2.3.1), kdežto molekuly fluoreskujících látek používaných pro PLIF jsou velké jednotky nm a projdou testovaným filtrem beze změny. Pro testování filtrů je vhodné používat monodisperzní, kulové částice (kap. 2.1.3). Ty lze opatřit fluoreskujícími látkami, ale v tom případě je nutné zajistit stálost fluorescenčního světla během testů. První experimenty vizualizace filtračního procesu byly provedeny za použití přístrojového vybavení metody PLIF [Jašíková 2009, Jašíková 2010]. Optimistické výsledky měření se staly základem pro další rozvoj této metody hodnocení procesu filtrace. Podrobné srovnání vizualizačních a měřicích metod s vyvíjenou metodou se potom nachází na konci této kapitoly (kap. 5.8).

Na základě prvních experimentů byla navržena (doc. Ing. Petr Šidlof, Ph.D.), postavena a později upravena vodní měřicí aparatura. Tato trať umožňuje měřit běžné filtrační vlastnosti jako tlakový spád na filtru a průtok filtračním materiálem (jeho propustnost). Aparatura je navíc koncipována tak, aby umožňovala vizualizaci proudění přes měřený vzorek filtru a tím pádem neinvazivní zkoumání filtračního děje. Obrazovou analýzou pořízených snímků filtračního děje je potom možné vyhodnotit efektivitu filtrace jak v čase, tak i v různých místech testovaného filtru. Na základě těchto informací lze nakonec posoudit kvalitu či poškození měřené textilie a zkoumat její strukturu.

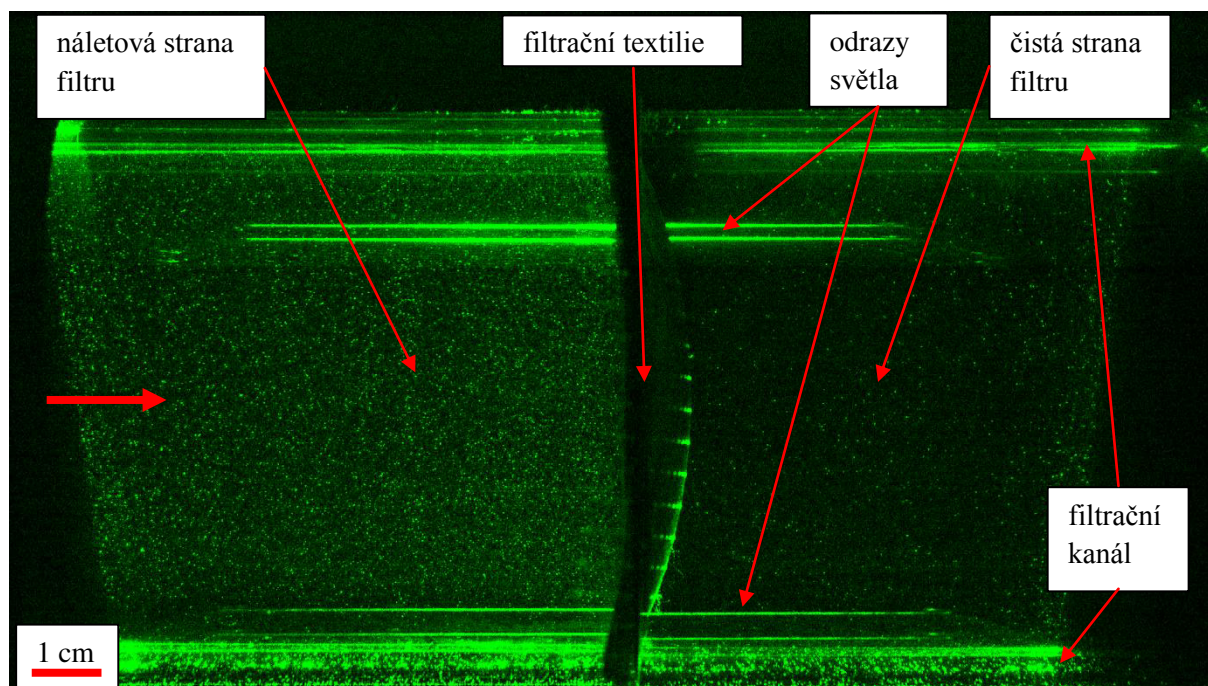
5.1 Princip metody vizualizace filtrace

Rozmístění klíčových částí aparatury je znázorněno na obr. 25. Médium, které se filtruje, je syceno mikroskopickými částicemi, které v laserové rovině rozptylují světlo. Laserový řez osvětluje okolí testovaného filtračního materiálu v rovině a ta je snímána kamerou nacházející se v pravém úhlu vůči laserovému řezu. Rychlosti proudění v okolí proměřovaného nanovláknenného filtru jsou nízké: jednotky cm/s [Barhate 2007, Yun 2010] a v případě filtrace vody velmi nízké: jednotky až desítky cm/min [Lee 1994]. Pro naše potřeby proto postačuje kontinuální laser o výkonu řádů desítek až stovek mW , jehož základ tvoří polovodičová laserová dioda a běžně rychlá (30 fps) průmyslová černobílá kamera. V tomto případě je důležitým faktorem kamery její citlivost, rozlišení, dynamický rozsah a nastavitelnost jejích parametrů, více v kap. 5.3.



Obrázek 25: Princip měřicí metody.

Na obr. 26 je ukázka typického snímku filtračního procesu z laboratorního filtračního kanálu (první generace). Vizualizace pomohla identifikovat děje probíhající v okolí filtračního materiálu. Je vidět rozdíl v počtu postříbřených skleněných částic o průměru $10\ \mu\text{m}$ mezi náletovou a čistou stranou mikrovlákněného filtru typu meltblown, jelikož dochází k jejich separaci na povrchu testovaného filtru. Další příklady vizualizace filtračního procesu jsou potom uvedeny v kapitole 6.1.



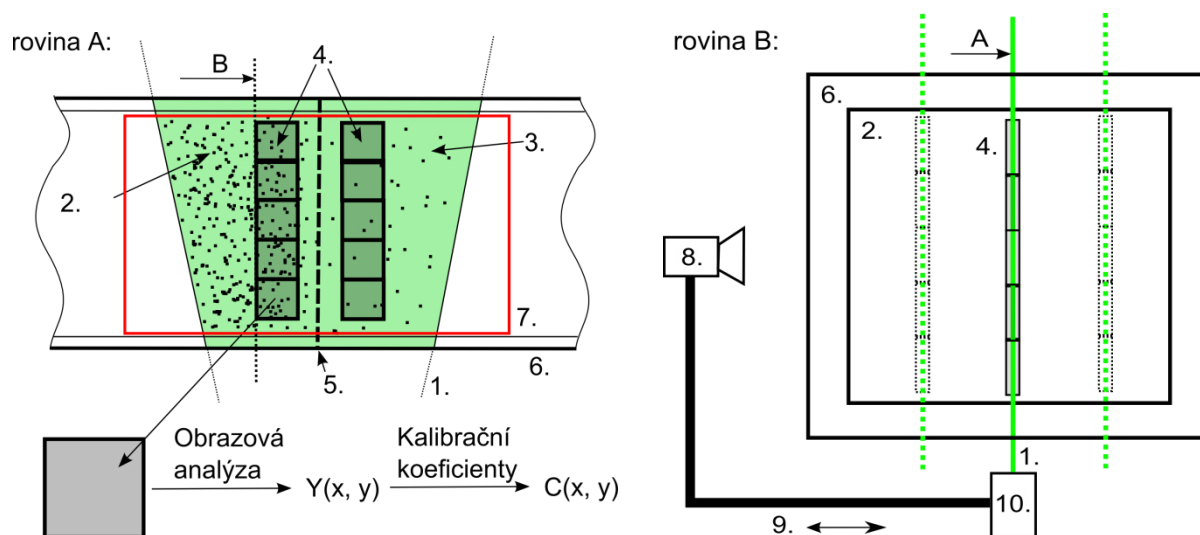
Obrázek 26: Snímek filtračního procesu při použití $10\ \mu\text{m}$ velkých částic typu S-HGS a mikrovlákněného filtru typu meltblown.

Testovací umělé částice hrají zásadní roli ve vizualizaci filtrace a zároveň slouží k testování filtračního materiálu. Zastávají v podstatě dvojí úlohu a to s sebou nese zvýšené nároky na jejich parametry. Na částice, které musí splňovat optické předpoklady (kap. 2.1.3) je navíc kladen nárok z hlediska filtrace. Musí být zejména definovaná jejich velikost a koncentrace (kap. 2.4). Vizualizací filtračního procesu lze detekovat slabá místa ve filtru a díry nebo identifikovat děje probíhající v okolí testovaného filtru, vidět způsob náletu částic na filtr, zkoumat proudění, odhalit nejvíce exponovaná místa filtru, pozorovat desintegraci filtru nebo procesy probíhající při čištění filtru.

5.2 Princip metody pro hodnocení účinnosti filtrace

Výsledkem vizualizace filtrace jsou tedy snímky filtračního procesu, které jsou pořizovány v průběhu filtrace. Jednotlivé obrazy, které jsou za celý experiment vytvořeny, mohou být offline podrobeny obrazové analýze a tím pádem je možné kvantifikovat snímaný filtrační proces. Pro hodnocení filtrů nás především zajímá lokální efektivita filtrace a její vývoj v čase, který souvisí s parametry filtru (kap. -).

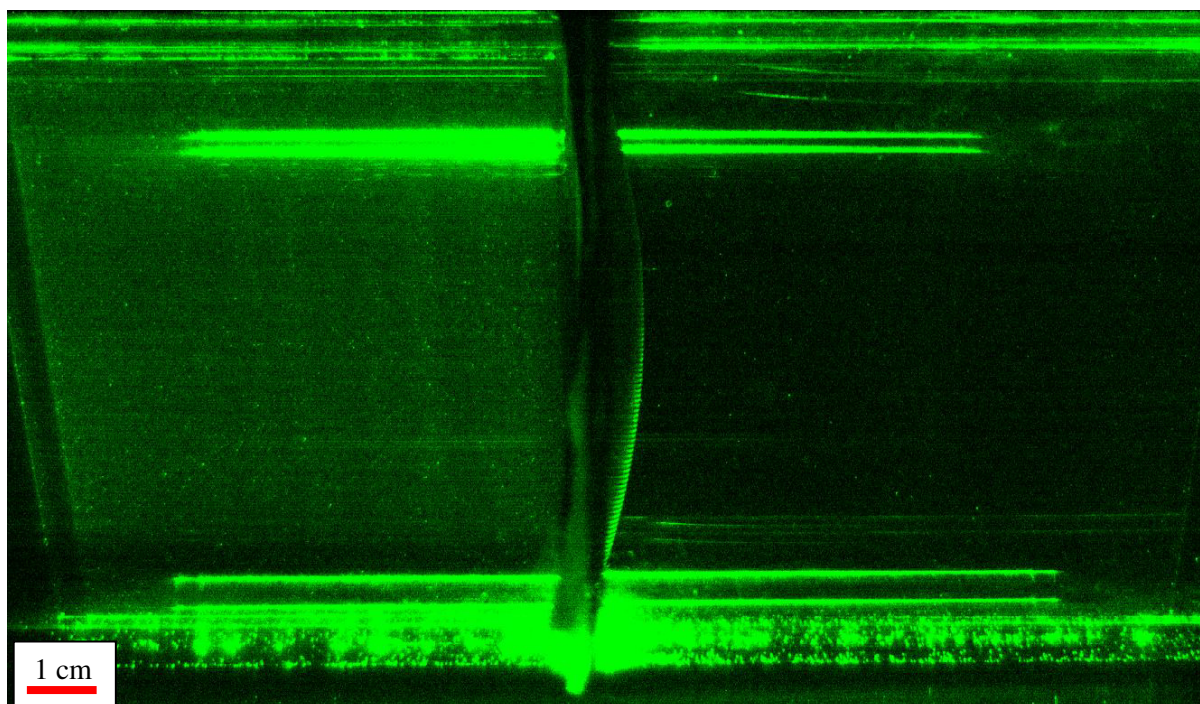
Efektivita filtrace je získána pomocí vztahu (1), kde je potřeba znát koncentraci částic (počtovou nebo hmotnostní) před a za filtrem. V obrazu filtračního procesu je tedy nutné vytvořit dvojici vyhodnocovacích oblastí a změřit koncentraci částic v každé z nich. Pokud je obraz filtračního procesu rozdělen na více těchto dvojic vyhodnocovacích oblastí podél filtru, výsledkem budou jednotlivé lokální efektivity filtrace v dané poloze laserové roviny (obr. 27 - rovina A). Jestliže je navíc s laserovým řezem traverzováno, je získána lokální efektivita filtrace i v dalších místech filtrační textilie (obr. 27 - rovina B). Lokální koncentrace testovacích částic je zjištěna z vybraného malého objemu, jehož rozměry jsou dány velikostí vyhodnocovací oblasti a tloušťkou laserového řezu, která je obvykle 1 – 3 mm.



Obrázek 27: 1: laserový řez, 2: laserem nasvícená oblast před vzorkem filtrační textilie, 3: oblast za filtrem, 4: dvojice vyhodnocovacích oblastí, 5: upnutý vzorek filtru, 6: filtrační kanál, 7: obraz snímaný kamerou, 8: digitální kamera, 9: posuvné rameno, 10: laserová jednotka.

Na obr. 26 je zobrazen filtrační proces při použití testovacích částic o průměru 10 μm . Je patrné, že lze jejich koncentraci určit prostým spočítáním jednotlivých obrazů částic (zelených bodů). To má výhodu v tom, že není nutné provádět žádnou časově náročnou kalibraci, jelikož už přímo určíme počet částic. Pokud jsou ale částice menší a navíc o vyšší koncentraci, přestávají se na snímcích

z kamery zobrazovat jako jednotlivé světlé body a splývají ve světlý oblak, což můžeme vidět na obr. 28, kde byl použit nanovláknenný materiál a skleněné 1,75 μm velké částice. Ze snímku filtračního procesu je zřejmé, že nanovláknenný materiál filtruje podstatně lépe než mikrovláknenný, a to i přes to, že jsou použity menší testovací částice. Koncentraci částic je v tomto případě možné určit pouze z intenzity rozptýleného světla, potažmo z průměrné digitální hodnoty šedi v obrazu v definované vyhodnocovací oblasti.



Obrázek 28: Snímek filtračního procesu na nanovláknenné textilií při použití skleněných 1,75 μm velkých testovacích částic.

Závislost intenzity rozptýleného světla na koncentraci částic ve vybrané oblasti je lineární (kap. 4.1.2), ale pouze do jisté mezní koncentrace. Potom začne převládat rozptyl světla již rozptýleného na částicích, tím jak jsou částice blízko u sebe [Webb 2000]. Mnohonásobný rozptyl světla se začne uplatňovat až při vysokých koncentracích nad 1 mg/litr, kap. 5.5.2. Závislost intenzity světla na digitální hodnotě šedi pixelu v obrazu je popsána v kap. 4.4. Čím více částic se nachází v proměřovaném médiu, tím více rozptýleného světla se dostane na světlo-citlivý čip kamery a to způsobí tím vyšší digitální hodnoty v obrazu. Obrazy filtračního procesu z kamery mají formát RAW představující pouze jednotlivé digitální hodnoty pixelů kamery s jednoduchou hlavičkou a žádným předzpracováním. Tím se zajistí lineární závislost digitální hodnoty šedi pixelu na osvětlení čipu kamery podle (32) [Dierks 2004].

Prezentovaná optická metoda je relativní metoda, jelikož je koncentrace částic (až na výjimky při použití velkých nadmikronových částic o nízké počtové koncentraci) spočtena z průměrné hodnoty šedi pixelů ve vyhodnocovací oblasti pomocí kalibrační křivky, podobně jako je tomu u metody PLIF (kap. 3.2.2). Ze znalosti průměrné digitální hodnoty šedi je spočtena přes kalibrační konstantu počtová nebo hmotnostní koncentrace částic. Kalibrační konstanta je pro dané částice, nastavení aparatury a každou vyhodnocovací oblast změřena zvlášť experimentálně ze známé hodnoty koncentrace částic.

Optická metoda je nástroj k určení lokální efektivity filtrace v čase, která souvisí se strukturálními vlastnostmi filtru. Lokální efektivity filtrace a její průběh v čase i v poloze filtru lze využít jako

doplňující informaci k distribuci velikosti pórů filtru. V [Bílek 2015] bylo zjištěno, že čím více je struktura nehomogenní (nerovnoměrné zaplnění filtru a široká distribuce velikostí pórů), tím je naměřen vyšší rozptyl hodnot lokální efektivity filtrace napříč testovaným filtrem.

5.3 Volba klíčových komponent

Klíčovými komponenty metody vizualizace a hodnocení filtračního procesu jsou myšleny: laserový řez, testovací částice a digitální kamera. Tyto vizualizační komponenty jsou voleny především z hlediska dosažení co největší citlivosti měřicí metody, rozsahu koncentrací a velikostí testovacích částic a přesnosti měření.

5.3.1 Zdroj světla

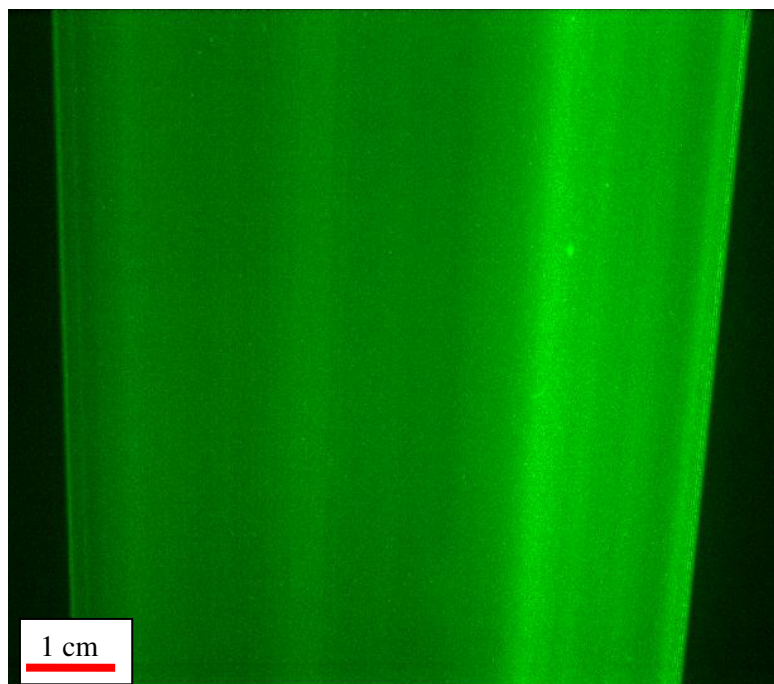
K vytvoření osvětlovací roviny je zapotřebí koherentní zdroj světla ve formě úzkého svazku, což splňují lasery, které produkují monochromatické světlo. Klíčové parametry zdroje světla pro měření koncentrace částic jsou výkon, vlnová délka a stabilita v čase. Výkon by měl být co největší a v čase stabilní, což vyplývá ze vztahu (10), kde se limitací může stát cena takového modulu nebo nestálé parametry modulu vlivem velmi vysokého výkonu nebo také zahřívání filtračního kanálu. Pro kontinuální zdroje světla se nejčastěji používají pevnolátkové (krystal Nd:YAG) nebo polovodičové (laserová LED dioda) lasery. Pro vytvoření laserové roviny z úzkého svazku musí být svazek laserového světla rozšířen, více v kap. 3.2.1. Průměrná intenzita světla v laserové rovině

$$E_0 = \frac{P_0}{W_{\text{řez}} \cdot l_{\text{laser}}} \quad [\text{W/m}^2] \quad (33)$$

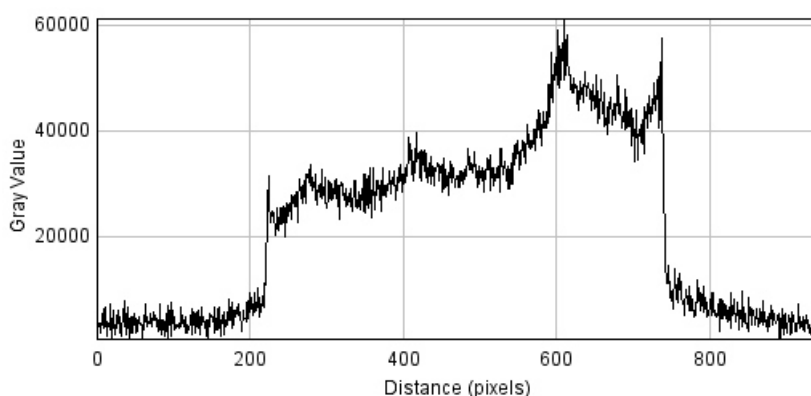
je dána šířkou $W_{\text{řez}}$ a tloušťkou laserové plochy l_{laser} a výkonem laserového modulu P_0 . Ze vztahu je patrné, že čím je šířka laserového řezu menší, tím více výkonu se soustřeďuje v laserovém řezu. Průběh intenzity světla napříč laserovým paprskem potažmo laserovou rovinou (ve směru kolmém na laserovou rovinu) má Gaussovský průběh. Proto je tloušťka laserového řezu brána pouze po pokles intenzity světla na $1/e^2$ maximální hodnoty, která se nachází uprostřed paprsku, což zhruba odpovídá poklesu výkonu na 13,5 %. Parametr e je Eulerovo číslo - základ přirozeného logaritmu, $e = 2,718$.

U vlnové délky laserového světla je situace složitější. Vlnová délka světla figuruje ve vztahu (15), kde je vyjádřen velikostní parametr x . Podle grafu na obr. 25 lze preferovat modré lasery s nižší vlnovou délkou světla, pro které se na stejných částicích rozptýlí do stran více světla. Tyto lasery jsou upřednostňovány také proto, že citlivost CCD čipu kamery je nevyšší právě pro modro-zelenou barvu, tedy světlo s vlnovou délkou kolem 480 nm (kap. 4.4.2). Je však potřeba mít na paměti důležitou věc, která vyplývá z kap. 4.2.2. Intenzita Rayleighova rozptylu světla na molekulách je nepřímo úměrná čtvrté mocnině vlnové délky světla a je právě největší pro modré světlo. Rayleighův rozptyl světla na molekulách může nepříjemně zvyšovat intenzitu světelného pozadí proměřovaného kanálu a tím snižuje odstup užitečného signálu od šumu. Na druhou stranu červené lasery o větší vlnové délce mající malý Rayleighův rozptyl způsobují téměř poloviční odezvu na CCD senzoru kamery než modro-zelené lasery. Navíc se na mikroskopických částicích světlo o vyšší vlnové délce méně rozptyluje do stran. Proto byl v tomto případě zvolen kompromis v podobě zeleného laseru o vlnové délce světla 532 nm. V této práci jsou použity dva typy kontinuálních laserových modulů a to pevnolátkový (Casix LDC 1500) s laditelným výkonem od 0 do 92,8 mW a průměru svazku 1 mm a LED diodový o výkonu 121,5 mW s průměrem svazku 2 mm.

I přesto, že je zdroj světla tvořen kvalitním pevnolátkovým laserovým modulem o tenkém svazku s dobrou koherencí a malou rozbíhavostí a dále je rozšířen asférickou cylindrickou optikou v podobě Powellovy čočky, objevují se na snímcích z kamery pruhy s nižší a vyšší intenzitou světla. Příklad je ukázán na obr. 29. Toto nerovnoměrné rozložení intenzity světla je způsobeno vadou válcové čočky a do jisté míry i nepřesným nasměrováním laserového svazku doprostřed čočky. Laserový řez byl z důvodu zviditelnění nasměrován do destilované vody s rozptýlenými PS monodisperzními částicemi o průměru $0,42\ \mu\text{m}$. Laserová rovina byla vytvořena Powellovou čočkou s úhlem rozšíření 10° , proto má relativně malou rozbíhavost a šířku. Na obr. 30 je k vidění graf digitální hodnoty šedi pixelů napříč laserovým řezem.



Obrázek 29: Laserový řez nasměrován do vody s rozptýlenými $0,42\ \mu\text{m}$ PS částicemi o hmotnostní koncentraci $1\ \text{mg/litr}$.



Obrázek 30: Průběh digitální úrovně šedi pixelů napříč laserovým řezem.

5.3.2 Testovací částice

Testovací umělé částice hrají zásadní roli ve vizualizaci a zároveň v testování filtrů. Na sytící částice se lze dívat ze dvou různých úhlů pohledu: jako na umělé modelové znečištění kapaliny, kterým je testován filtrační materiál nebo jako na trasovací částice sloužící k vizualizaci proudění a měření jejich lokální koncentrace.

Vlastnosti částic z pohledu filtrace jsou rozepsány v kap. 2.1.3, kde důležitými parametry jsou jejich koncentrace a velikost (průměr). Nanovlákněné filtrační textilie je výhodné testovat částicemi v rozmezí zhruba 100 nm – 10 μm [Barhate 2007, Homaeigohar 2010]. Větší částice jsou s výhodou filtrovány mikrovlákněnými filtry a menší například membránami. V tomto rozmezí velikostí částic se nacházejí bakterie, kde se klade velký důraz na jejich účinnou separaci při čištění pitné vody. Koncentrace částic se silně liší podle typu filtrované vody. Odpadní vody mají koncentraci velmi vysokou, kdežto koncentrace částic ve zdrojích pitné vody jsou poměrně nízké, typicky pod 100 mg/l. Modelová koncentrace částic pro měření vizualizační metodou je limitována mnohonásobným rozptylem světla snižujícím linearitu vztahu (10), více v kap. 4.2. Směrem k malým koncentracím je měřitelná koncentrace omezena citlivostí měřicí metody. Hodnoty koncentrací částic měřitelných optickou metodou se pohybují zhruba od desetin $\mu\text{g/l}$ až po desítky mg/l.

Vlastnosti částic z pohledu vizualizace proudění byly již rozebrány v kap. 3.3.1. Výsledkem je použití velkých, kulových, homogenních částic o stejné hustotě materiálu jako je použité obklopující médium. Optická metoda má ještě vyšší nároky na testovací částice než vizualizační metody popsané v kap. 3, jelikož umí měřit pouze koncentraci částic, ale neumí měřit jejich velikost a distribuci. Polydisperzní částice pro PIV jsou zachytávány testovaným filtrem nerovnoměrně, lépe jsou filtrovány velké částice než malé a z toho důvodu se nachází za filtrem jiná distribuce velikostí částic (PSD) než před ním. PSD se navíc za filtrem stále mění tak, jak je filtr postupně zanášen. Pro takto změněnou distribuci nacházející se za filtrem nelze použít kalibrační data, která byla předem vygenerována za použití původní PSD, která se nachází pouze před filtrem. Proto nelze přesně určit koncentraci částic za filtrem z množství rozptýleného světla, jelikož intenzita rozptýleného světla je silně závislá na velikosti částic, kap. 4.3. Testovací částice musí být tedy nutně monodisperzní.

Výše zmíněná kritéria splňují například polystyrenové monodisperzní částice. Hustota polystyrenu je 1050 kg/m^3 , která je téměř shodná s hustotou vody (997 kg/m^3). Tyto částice se vyrábí ve velikostech od desítek nm až po stovky μm a v této práci byly použity velikosti: 0,28; 0,42; 0,69; 0,96 a 1,7 μm . Velikost mikročástic byla volena s ohledem na velikost částic v přirozeně kontaminované pitné vodě. Velikost částic z pohledu metody měření není omezena směrem k velkým průměrům, nýbrž k malým průměrům, protože intenzita rozptýleného světla na částicích výrazně klesá se zmenšujícími se rozměry částic (kap. 4.3). S dalším zmenšováním částic je rozptýlené světlo už tak slabé, že kamera není schopna toto světlo zachytit a vyhodnotit. V našem případě (při použití zmíněného přístrojového vybavení) lze reálně uvažovat částice o velikosti od cca 0,1 μm výše, což vyhovuje našim požadavkům, jelikož naprostá většina bakterií žijících ve vodě je větších rozměrů. Pro zvětšení rozsahu velikostí i koncentrace částic směrem k nižším hodnotám je zapotřebí použít citlivější kameru nebo silnější laser. Výše zmíněné částice mohou být také obarveny fluoreskujícím materiálem (rhodamine 6G). Potom přes optický filtr dopadá na čip kamery pouze fluoreskující světlo o jiné vlnové délce světla než je zdroj a omezí se optické rušení. Proti nasazení fluorescenčních částic vystupuje to, že jsou fluoreskující částice v požadovaných velikostech špatně dostupné a také intenzita fluorescenčního světla je cca poloviční než intenzita světla rozptýleného na běžné částici a nestálá v čase (uvolňování rhodaminu z částic do vody).

5.3.3 Snímací zařízení

Filtrační proces je snímán průmyslovou černobílou kamerou Pike F-210B/C s 1“ CCD senzorem o rozlišení 1920×1080 px. Maximální snímkovací frekvence činí 50 fps a obrazy mohou být ukládány v 16 bitovém rozlišení ve formátu RAW nebo PNG. Vzhledem k nízké náletové rychlosti a pomalým dějům se snímkovací frekvence kamery nastavuje zhruba od 0,01 až 1 fps. Tato kamera byla zvolena především z hlediska citlivosti, rozlišení a široké možnosti nastavení jejich parametrů, více v kap. 4.4. Ze vztahu (29) vyplývá, že čím větší pixely CCD senzor kamera má (za předpokladu neměnné velikosti CCD čipu), tím je kamera citlivější. Na druhou stranu má kamera menší rozlišení. Velikost jednoho pixelu lze zvýšit funkcí full binning 2x, kdy se čtyři sousední pixely chovají jako jeden jediný. Tím se citlivost kamery zvedne na čtyřnásobek původní, ale na úkor rozlišení, které klesne na čtvrtinu. Se zvětšujícím se CCD čipem se zmenšuje digitální šum, ale citlivost kamery zůstává stejná. Stále stejné množství světla prochází objektivem kamery (za předpokladu neměnné velikosti snímaného objektu) a na menší pixel dopadne vyšší intenzita světla. Ze vztahu (32) je vidět, že dalším důležitým parametrem je rychlost závěrky neboli doba expozice, která by měla být co nejvyšší. Limitace tohoto parametru tkví v rychlosti proudění proměřovaného média, kde výsledný obraz musí být stále dostatečně ostrý. Posunutí obrazu za čas expozice by mělo být menší než je velikost jednoho pixelu. Maximální rychlost závěrky tedy smí být do cca 25 ms pro ty nejpomalejší děje a nižší pro vyšší náletové rychlosti proměřovaného média před filtrem. Kamera je dále doplněna o objektiv, kde hlavní roli hraje clonové číslo objektivu. Kvalitní objektivy mají nízké základní clonové číslo tedy vysokou světelnost, proto byly zvoleny objektivy dva: Nikkor 50 mm se světelností F1,8 a Samyang 35 mm, F1,4, které mohou být doplněny o mezikroužek sloužící ke zkrácení ohniskové vzdálenosti.

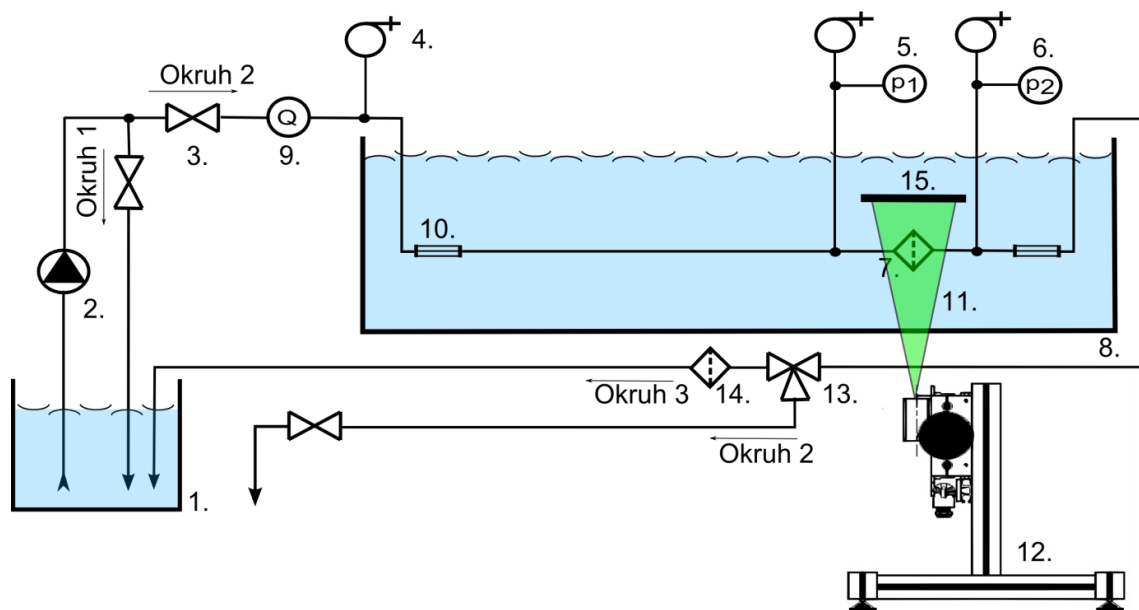
5.4 Popis měřicí tratě

Optická metoda je využita při filtraci kontaminované vody vlákennými filtračními materiály ve filtrační aparatuře postavené autorem práce dle schématu na obr. 31 a dále upravené dle schématu na obr. 34. Aparatura se skládá ze tří hlavních okruhů. Voda kontaminovaná testovacími částicemi je okruhem č. 2 čerpána ze 100 litrové nádrže do filtrační trati a přes testovaný filtrační materiál odchází pryč do výpustě. Jedná se o otevřený měřicí okruh, který je u filtrace kapalin méně běžný. Okruh č. 1 pak slouží pouze k hrubé regulaci průtoku a také k promíchávání testovacích částic v nádrži. Okruh č. 3 spolu s přídatným filtrem slouží k čištění aparatury od zbytků trasovacích částic. Průtok vody je orientačně nastaven ručními ventily a poté jemně nastaven frekvenčním měničem, který ovládá trojfázové čerpadlo. Frekvenční měnič v sobě obsahuje PI regulátor, který může být aktivován k zajištění konstantního průtoku vody testovaným filtrem. Zpětnou vazbou PI regulátoru je signál z průtokoměru. Na každém vyvýšeném místě v aparatuře je umístěn samo-odvzdušňovací ventil. Odvzdušňovací ventily pomáhají při odvzdušnění aparatury na začátku měření při zavodňování aparatury.

5.4.1 Filtrační kanál první generace

Filtračním kanálem je myšlena skleněná opticky přístupná část aparatury s upnutým vzorkem testovaného filtru. Nejprve byl navržen filtrační kanál o kruhovém průřezu a vnitřním průměru 8 cm z důvodu odolnosti proti tlaku. Bohužel kruhový průřez představuje čočku, která deformuje obraz snímáný kamerou. Proto je filtrační kanál ponořen do skleněné vodní nádrže, která má rovné a svislé plochy, obr. 31. V trati se kvůli tomu nacházejí pravoúhlé ohyby - kolena. Délka filtračního kanálu od prvního kolena k měřenému filtru je zhruba 15-ti násobek vnitřního průměru filtračního kanálu a za

první a před druhé koleno je navíc umístěna škrťací clona o průměru 3 cm. Toto vše slouží k vyhlazení kolena zdeformovaného rychlostního profilu proudící kapaliny ve filtračním kanálu. Za první škrťací clonu je navíc umístěna soustava trubek o průměru 5 mm a délce 20 cm pro odstranění velkých virů.

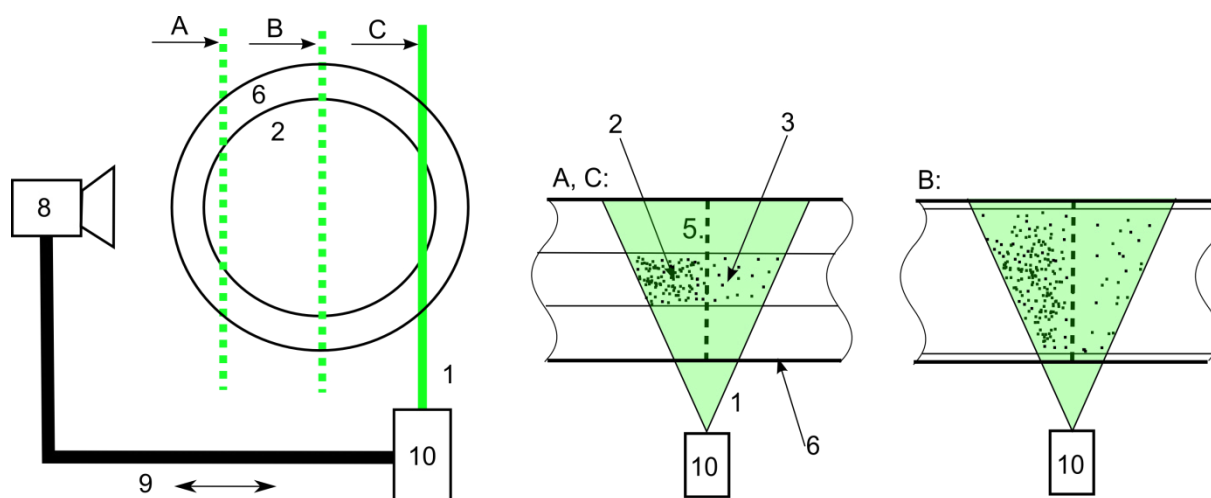


Obrázek 31: Blokové schéma vodní filtrační aparatury (1: nádrž s rozptýlenými sytícími částicemi, 2: čerpadlo, 3: manuální ventil, 4: automatický odvzdušňovací ventil, 5 a 6: tlakový senzor, 7: testovaný vzorek filtrační textilie, 8: skleněná nádrž na vodu, 9: průtokoměr, 10: soustava tenkých trubek, 11: laserový řez, 12: jednoosé traverzovací zařízení, 13: trojcestný ventil, 14: filtr určený k čištění aparatury, 15: clona).



Obrázek 32: Fotografie vodní filtrační aparatury v laboratoři s filtračním kanálem první generace.

Další daní za kruhový průřez je zužování aktivní plochy filtru traverzováním osvětlovací roviny z osy kruhového kanálu směrem ke stěně filtračního kanálu, obr. 33. Na obrázku je vidět zúžená aktivní plocha filtru v poloze A a C osvětlovací roviny. Během traverzování vznikají také nepříjemné odlesky laserového světla z osvětlovací roviny od filtračního kanálu, obr. 31. Využitelná měřicí oblast je i v ose filtračního kanálu, kdy je osvětlovací rovina v poloze B, zúžena vlivem silných odlesků laserového světla. I přes nevýhody kruhového průřezu tohoto filtračního kanálu je jeho použití nutné v případě testování nanovláknenných filtračních materiálů o vysoké plošné hmotnosti, kde je zapotřebí vysoký tlakový spád k zajištění měřitelného průtoku. Fotografie vodní aparatury první generace je k vidění na obr. 32. Nejvyšší tlak může být nastaven na hodnotu až $p_1 = 100$ kPa. Maximální průtok lze nastavit až na $Q = 20$ l/min.



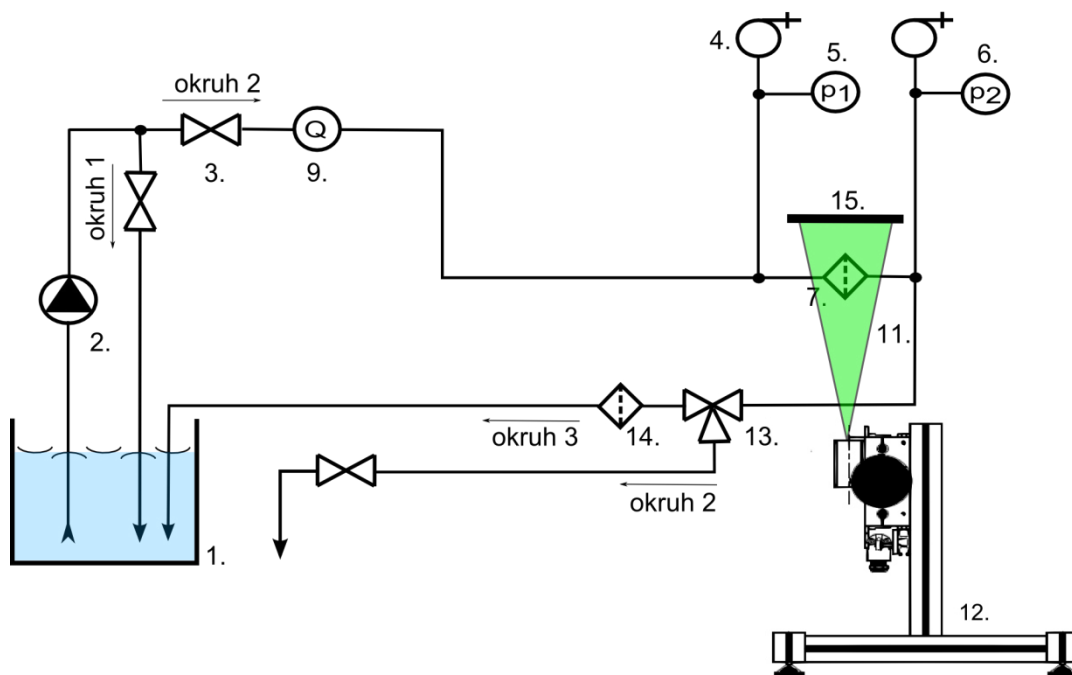
Obrázek 33: 1: laserový řez, 2: laserem nasvícená oblast před vzorkem filtrační textilie, 3: oblast za filtrem, 5: upnutý vzorek filtru, 6: filtrační kanál, 8: digitální kamera, 9: posuvné rameno, 10: laserová jednotka.

5.4.2 Filtrační kanál druhé generace

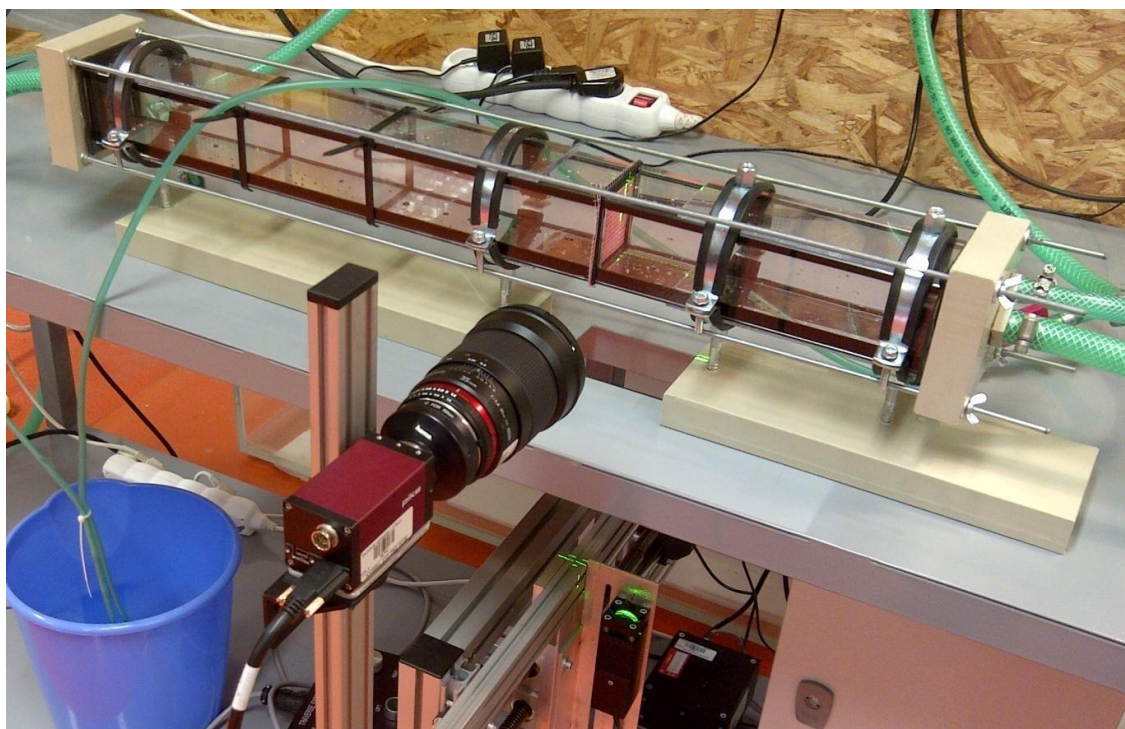
Filtrační kanál s kruhovým průřezem byl později zaměněn za jiný se čtvercovým průřezem a to hned z několika důvodů. I když byla část vodní aparatury ponořena do skleněné nádrže, stále přetrvávaly odrazy světla, které výrazně zhoršovaly kvalitu pořízených snímků filtračního procesu. Manipulace v omezeném prostoru skleněné nádrže byla náročná a průchod světla přes stěny této nádrže ještě více zhoršoval kvalitu snímků z kamery. Nicméně pro větší rozměry testovaných filtrů a vyšší tlaky je čtvercový průřez konstrukčně problematický z hlediska mechanické odolnosti. Z tohoto důvodu je nutné provozovat aparaturu pouze maximálně do 50 kPa. Schéma upravené vodní filtrační tratě je k vidění na obr. 34. Filtrační kanál druhé generace disponuje vnitřními rozměry 5×5 cm a je vyroben z optického sodnovápenatokřemičitého skla Planibel Diamant silného 1 cm. Délka náletové části kanálu je 50 cm a na čisté straně je kanál dlouhý 25 cm.

Testovaný filtrační materiál je upevněn mezi dvě části skleněného kanálu ukázané na obr. 35. Oblast v okolí filtračního materiálu je nasvícena laserovým řezem, který je vytvořen válcovou optikou a generován polovodičovou laserovou diodou. Filtrační děj je snímán průmyslovou kamerou, ke které je přes redukci C-mount/F-mount upevněn objektiv. Triggerování kamery je zajištěno buď interně z aplikace SmartView v. 1.14 nebo z aplikace MACA a výstupní kartou National Instruments 9263. Laserová jednotka a kamera jsou přes duralový nosník upevněny k jednoosému traverzovacímu zařízení. To dovoluje proměření filtračního materiálu v celém jeho povrchu. Posuvné zařízení má aktivní rozsah 35 cm a může dosahovat rychlosti posuvu od 1 mm/s až po 30 mm/s s přesností 16 μ m.

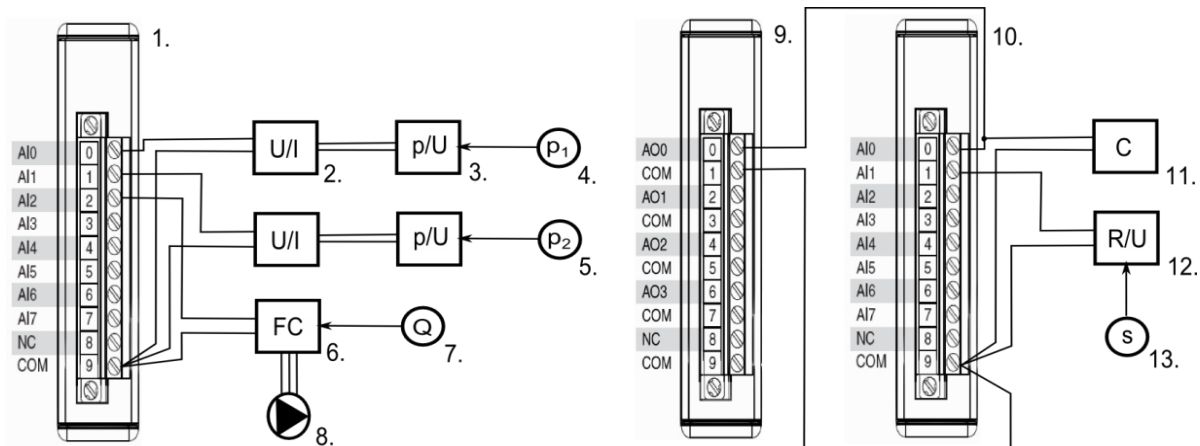
Zařízení je vybaveno snímačem polohy, jehož výstupem je proudová smyčka závislá na poloze ramene. Řízení traverzéro může probíhat buď z ručního ovládacího panelu nebo z PC přes průmyslovou sériovou linku RS 485 a aplikaci MACA.



Obrázek 34: Blokové schéma upravené aparatury (1: nádrž s rozptýlenými sytými částicemi, 2: čerpadlo, 3: manuální ventil, 4: automatický odvzdušňovací ventil, 5, 6: tlakový senzor, 7: vzorek filtrační textilie, 9: průtokoměr, 11: laserový řez, 12: jednoosé traverzovací zařízení, 13: trojcestný ventil, 14: filtr určený k čištění aparatury, 15: clona).



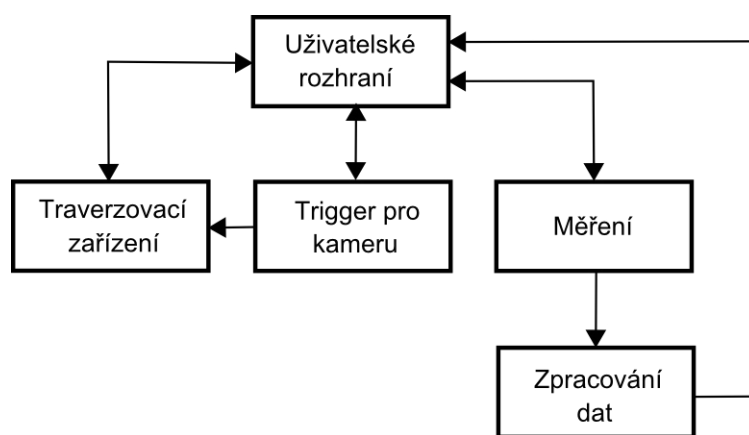
Obrázek 35: Detail filtračního kanálu druhé generace včetně laserového řezu a kamery.



Obrázek 36: Elektrické blokové schéma zapojení senzorů filtrační aparatury (1: analogový proudový měřicí modul, 2: analogový převodník napětí/proud, 3: měřicí přístroj k senzoru tlaku, 4 a 5: senzory tlaku, 6: frekvenční měnič, 7: průtokoměr, 8: čerpadlo, 9: analogový napěťový výstupní modul, 10: analogový napěťový měřicí modul, 11: kamera, 12: převodník odpor/napětí, 13: polohový senzor hlavy traverzéry).

Elektrické blokové schéma je zobrazeno na obr. 36. Tlakový spád je měřen dvěma čidly tlaku, kde jedno čidlo GMSD 3,5 BRE (0-350 kPa) je umístěno před měřeným vzorkem filtru a druhé GMSD 350 MBRE (0-35 kPa) za filtrem. Obě čidla jsou připojena do měřicích přístrojů typu GMH 3161 jejichž napěťový výstup je ihned převeden na proudovou smyčku analogovými převodníky DT 1100. Průtok je měřen indukčním průtokoměrem Malema Sensors M1500 jehož proudový signál je přiveden do frekvenčního měniče Siemens Micromaster 420, kde je přes rezistor převeden na napětí. Signál průtoku není zaznamenáván v čase, jelikož jsou prováděny převážně testy s konstantním průtokem. Signály tlakového spádu na filtrační textilií a dodatečný signál výkonu trojfázového čerpadla (370 W) jsou sbírány analogovou proudovou měřicí kartou NI 9203. Napěťový měřicí modul NI 9201 vzorkuje signály polohy ramene traverzovacího zařízení a triggerovacích impulzů pro kameru. Triggerovací impulzy jsou generovány napěťovou výstupní kartou NI 9263 a zesíleny operačním zesilovačem. Všechny tři moduly se nachází v měřicí ústředně NI CompactDAQ-9172. Signály jsou dále zpracovány softwarem UMA nebo MACA.

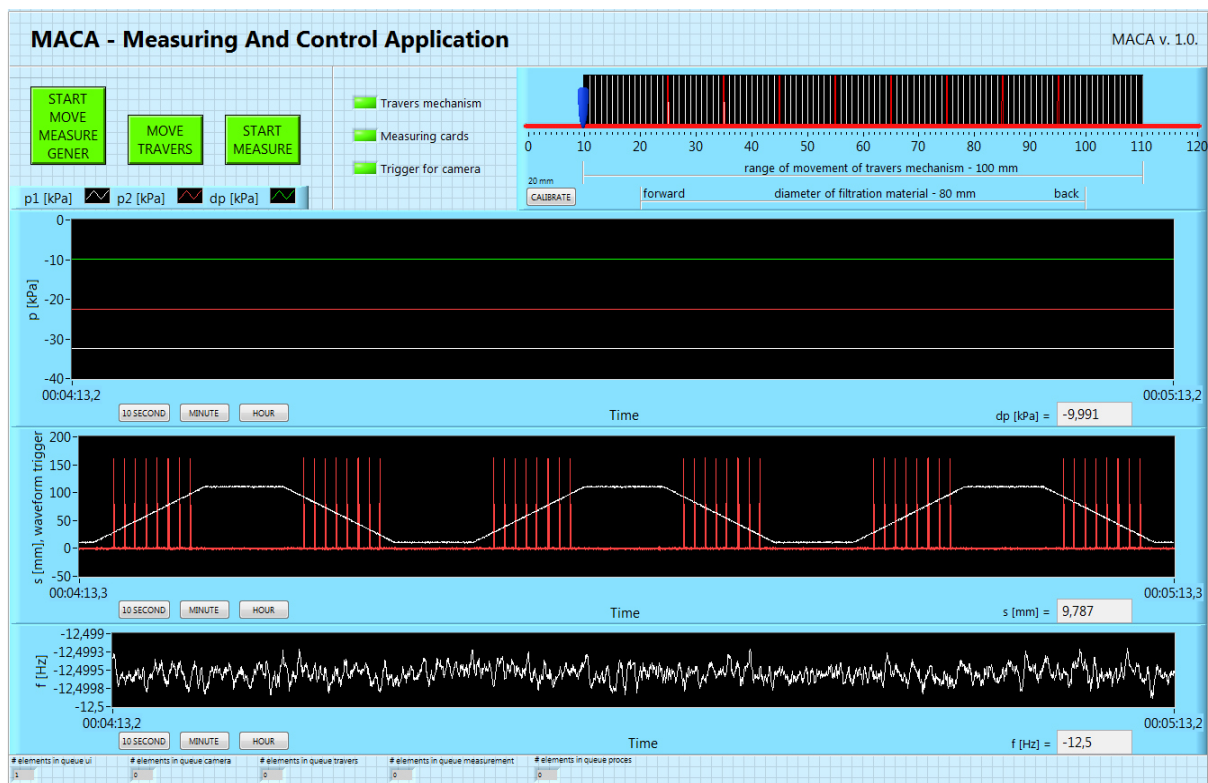
5.4.3 Měřicí a ovládací aplikace MACA



Obrázek 37: Blokové schéma aplikace MACA.

Jelikož bylo potřeba spojit ovládání traverzovacího zařízení a kamery a měření signálů do jednoho uceleného softwaru, byla vytvořena aplikace MACA (Measuring And Control Application). Software byl napsán v grafickém programovém prostředí NI LabView 2011. MACA v sobě obsahuje paralelně pracující bloky: ovládání traverzovacího zařízení, generování signálu pro externí trigger kamery a měření tlakového spádu, polohy ramene traverzovacího zařízení a průtoku vody filtrem. Obr. 37 znázorňuje základní bloky aplikace MACA. Každý blok představuje jeden samostatný stavový automat, kde blok uživatelského rozhraní je nadřazený nad ostatními bloky aplikace.

Ukázka GUI aplikace MACA je na obr. 38. Aplikace je ovládána třemi tlačítky: Start-all, Start-travers a Start-measure. Start-all slouží ke spuštění cyklického pohybu traverzéro, triggeru kamery a vyčítání dat z měřicích karet, tedy ke spuštění automatického měření lokální efektivity filtrace. Start-travers odstartuje posunutí traverzéro do předem navolené polohy, což je vhodné především ke kalibraci na počátku měření. Start-measure spouští pouze vyčítání dat z měřicích karet, decimaci, filtraci a ukládání na disk PC. Dále jsou v aplikaci umístěny tři grafy. První reprezentuje tlak před filtrem (bílá křivka), tlak za filtrem (červená křivka) a jejich rozdíl - tlakový spád (zelená křivka). Další graf zobrazuje triggerovací impulzy (červená křivka) a polohu ramene traverzovacího zařízení (bílá křivka). Poslední graf ukazuje časový vývoj signálu z frekvenčního měniče, který je úměrný výkonu čerpadla. V aplikaci se také nacházejí tři kontrolky, které signalizují bezproblémovou inicializaci traverzovacího zařízení a měřicích/ výstupních modulů. Poloha posuvného zařízení je také zobrazena pomocí posuvníku vpravo nahoře. Na ose posuvníku jsou vyznačeny šířka měřicího kanálu a rozsah posuvu. Dále jsou zde červeně vyznačena předpokládaná místa sejmutí obrazu filtračního děje (vygenerované triggerovací pulzy).



Obrázek 38: GUI aplikace MACA.

5.4.4 Obrazová analýza v softwaru ImageJ a DOFES

Obrazová analýza je využita ve dvou hlavních úkonech:

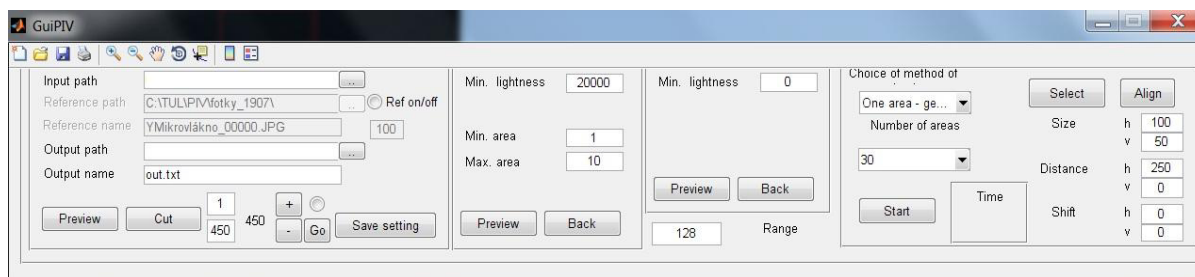
- kalibraci filtrační aparatury a
- určení (lokální) efektivity filtrace.

Kalibrace filtrační aparatury je prováděna bez testovaného filtru pomocí minimálně 2 známých hodnot koncentrace částic. V kalibračním snímku jsou definovány dvojice vyhodnocovacích oblastí, ve kterých jsou vypočteny kalibrační konstanty ze znalosti koncentrace podaných částic a naměřené úrovně šedi pixelů, více o kalibraci v kap. 5.5. Kalibrační křivka má tvar přímky procházející naměřenými body, jejíž směrnici můžeme nazývat kalibrační konstantou. Určení lokální efektivity filtrace probíhá ze snímků filtračního procesu. Jsou definovány stejné vyhodnocovací oblasti, ve kterých jsou zjištěny úrovně šedi pixelů. Ty jsou posléze podle kalibračních konstant přepočteny na lokální koncentrace částic. Nakonec je podle vztahu (1) vypočtena lokální efektivita filtrace v čase.

Kamera je nastavena přes software SmartView v. 1.14 a jednotlivé obrazy ve formátu RAW jsou během experimentu ukládány na disk PC. Po skončení experimentu jsou snímky podrobeny obrazové analýze. ImageJ [ImageJ 2013] je volně přístupný universální software používaný pro obrazovou analýzu, vytvořený v jazyce Java Script. Software je průběžně aktualizován, umožňuje běh vlastního makra a obsahuje základní nástroje pro zpracování obrazu, více o obrazové analýze v kap. 4.4.3. Velkou nevýhodou tohoto softwaru je zpracování omezeného množství obrázků naráz a obtížně aplikovatelná prezentace naměřených výsledků.

Software DOFES (Determination Of Filtration Efficiency Software) určený též k obrazové analýze snímků filtračního procesu byl napsán v programovém prostředí Matlab 2010 Ing. Petrem Vojtíškem. Výhodou tohoto softwaru na míru je zpracování velkého množství obrázků najednou, což je limitující například pro volně šiřitelný program ImageJ. Další důležitou vlastností DOFES je možnost vložení referenčního snímku (snímku filtračního děje bez podaných částic) a výstup dat v libovolném předem nadefinovaném formátu.

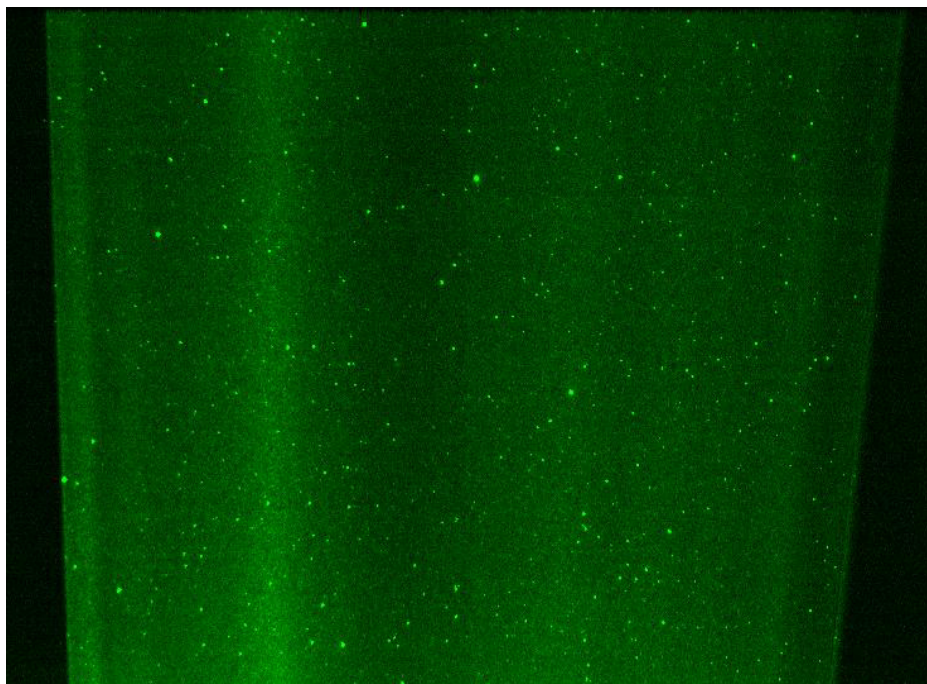
GUI aplikace DOFES obsahuje několik částí vyobrazených na obr. 39. První část zleva slouží pro nastavení přístupových cest k souborům, zobrazení náhledu libovolného obrázku a umožňuje oříznutí. V druhé sekci se nastavuje prahování a rozsah velikostí detekovaných objektů v obrázku, je-li to potřeba. V další sekci se nastavují meze pro výpočet průměrné hodnoty šedi. V poslední sekci se do obrázku vloží vyhodnocovací oblasti, ve kterých probíhá určení průměrné úrovně šedi pixelů. Program dokáže vytvořit i histogram pro jednotlivě navolené oblasti s předem volitelným krokem.



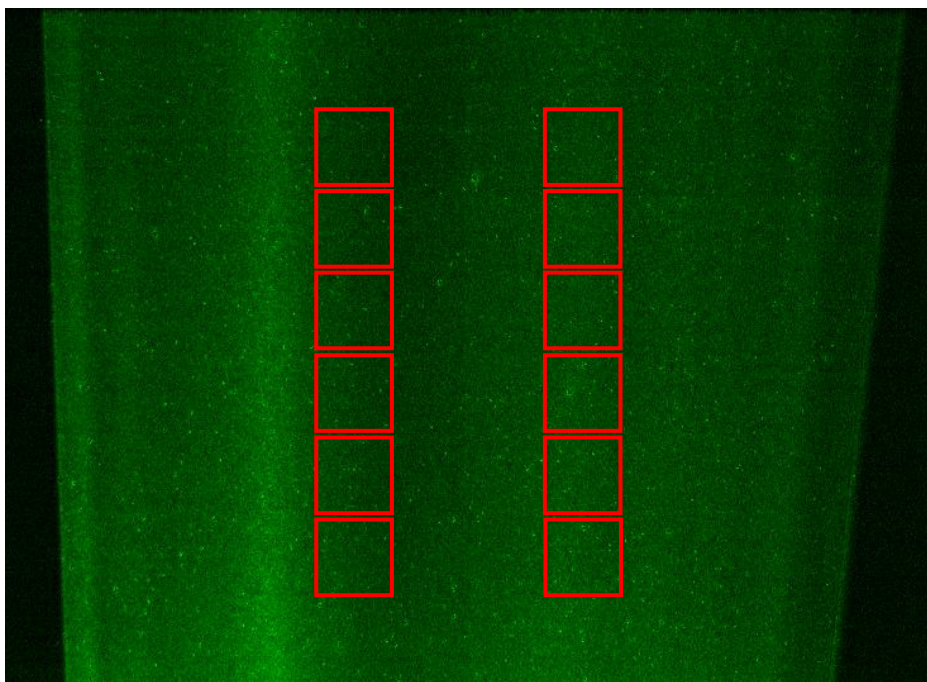
Obrázek 39: GUI aplikace DOFES.

Snímky filtračního procesu jsou příslušným softwarem načteny a ze všeho nejdříve jsou odstraněny všechny obrazy zbytkových nečistot a bublin, které svou světelností mnohonásobně převyšují intenzitu světla od testovacích částic. Vyřazené pixely jsou buď nahrazeny průměrnou hodnotou okolí, nebo zcela vynechány. Dále jsou vytvořeny vyhodnocovací oblasti a v nich je

spočtena průměrná digitální hodnota šedi pixelů. Na obr. 40 je k vidění nijak neupravovaný kalibrační snímek (bez testovaného filtru) a na obr.41 po aplikaci redukce šumu a nadefinování vyhodnocovacích oblastí v softwaru ImageJ. Snímky filtračního děje lze spatřit na obr. 26 a 28. Výstupem obrazové analýzy je textový soubor hodnot úrovní šedi pixelů, který je posléze zpracován buď v softwaru Matlab nebo MS Excel.



Obrázek 40: Snímek rozptýlených 0,28 μm velkých částic obsahující zároveň rušivé obrazy bublin vzduchu a zbytkových nečistot.

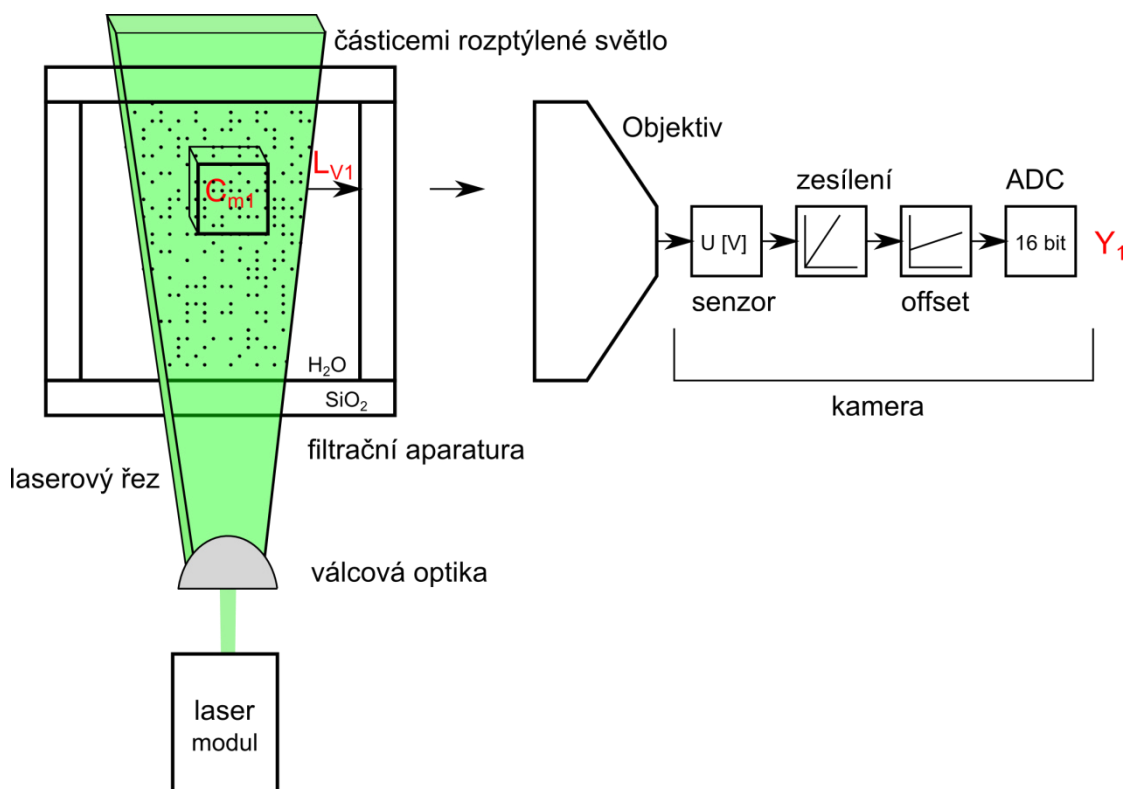


Obrázek 41: Stejný snímek jako předchozí po aplikaci odstranění světlých bodů v softwaru ImageJ a s navolenými vyhodnocovacími oblastmi pro určení kalibračního konstant.

5.5 Měřicí řetězec

V této kapitole je podrobně popsán celý měřicí řetězec vzniku průměrné hodnoty úrovně šedi pixelů ve vyhodnocovací oblasti v obrazu na základě měření lokální intenzity rozptýleného světla od testovacích částic. Dále je predikována úroveň šedi pixelů a vypočtena kalibrační konstanta v předem definované vyhodnocovací oblasti pro různé velikosti testovacích částic. Výsledky z výpočtů jsou následně ověřeny měřeními a porovnány v tabulkách na konci.

Blokový diagram měření koncentrace částic je ukázán na obr. 42. Laserový řez je tvořen cylindrickou optikou a prochází skrz skleněný filtrační kanál, ve kterém se nacházejí rozptýlené mikroskopické částice.



Obrázek 42: Blokový diagram měřicího řetězce s definovanou vyhodnocovací oblastí.

Počtová koncentrace těchto kulových monodisperzních částic

$$C = \frac{6 \cdot C_m}{\rho \cdot \pi \cdot \varnothing^3} \left[\frac{1}{\text{m}^3} \right] \quad (34)$$

je vypočtena ze známé hmotnostní koncentrace C_m [kg/m³], kde ρ je hustota materiálu částic a \varnothing je průměr částic. V laserovém řezu je zvolena malá vyhodnocovací oblast, která má plochu A_v . Tím vznikne malý objem V definovaný rozměry vybrané vyhodnocovací oblasti a šířkou laserové plochy l_{laser} , kde $V = A_v \cdot l_{laser}$. Podle vztahu (14) má objem V při kolmém pohledu na plochu A_v definovanou hodnotu jasu L_v (kap. 4.1.2). Rozptýlené světlo je v kolmém směru na laserový řez snímáno digitální kamerou, kde se vybraná plocha A_v promítne přes objektiv na světlocitlivý čip kamery. Kamera disponuje širokým nastavením a ze vztahů (26 až 31) lze vyjádřit celkovou konstantu kamery

$$K_c = \frac{\pi \cdot A_p \cdot \lambda \cdot K_s \cdot QE}{4 \cdot h \cdot c \cdot 100 \cdot K_{ADC}} \quad (35)$$

Nakonec jsou do vztahu (32) dosazeny vztahy (14) a (34), přičemž $L = L_v$, potom dostaneme digitální úroveň šedi pixelů

$$Y_p = K_c \cdot \frac{\nu_o \cdot G \cdot t_e}{f_{\#}^2} \cdot \frac{E_0 \cdot A_V \cdot l_{laser} \cdot F}{A_V \cdot k^2} \cdot \nu_c \cdot \frac{6}{\rho \cdot \pi \cdot \emptyset^3} \cdot C_m + Y_B \quad (36)$$

v závislosti na hmotnostní koncentraci částic C_m , kde $Y_B = 0$. Při průchodu světla sklem a vodou dochází k částečným ztrátám na intenzitě světla vyjádřeným ν_c . Konstanta zahrnuje propustnosti od všech optických členů měřicího řetězce kromě objektivu kamery, která je vyjádřena hodnotou T_{stop} , více o pohlcování světla hmotou v kap. 4.3.2. Všechny parametry v (36) lze během experimentu považovat za konstanty (předpokládáme, že jsou během experimentu neměnné), proto je možné tento vztah přepsat do formy

$$Y_p = \frac{1}{K_T} \cdot C_m, \quad (37)$$

kde

$$\frac{1}{K_T} = \frac{\pi \cdot A_p \cdot \lambda \cdot K_s \cdot QE}{4 \cdot h \cdot c \cdot 100 \cdot K_{ADC}} \cdot \frac{\nu_o \cdot G \cdot t_e}{f_{\#}^2} \cdot \frac{E_0 \cdot A_V \cdot l_{laser} \cdot \lambda^2 \cdot F}{A_V \cdot 4 \cdot \pi^2} \cdot \nu_c \cdot \frac{6}{\rho \cdot \pi \cdot \emptyset^3}. \quad (38)$$

Ze vztahu (37) je vidět, že digitální hodnota šedi pixelů v obrazu Y_p je přímo úměrná hmotnostní koncentraci částic C_m . Vlnové číslo k v (36) bylo v (38) nahrazeno parametry z rovnice (9) a za K_c byl dosazen vztah (35). K_T [kg/m³, g/litr] představuje celkovou konstantu měřicí aparatury. Když se ze vztahu (37) vyjádří hodnota

$$C_m(x, y) = (Y_p(x, y) - Y_{off}(x, y)) \cdot K_T(x, y) + C_{mb}(x, y), \quad (39)$$

dojdeme ke stejnému tvaru rovnice jako (7). Offset Y_{off} je hodnota světelného pozadí, když se ve filtračním kanálu nenacházejí žádné částice, ale přesto nějaké světlo dopadá na čip kamery. Ideálně by měla být tato hodnota nulová, reálně je vždy nenulová a je nutné ji změřit experimentálně. Hodnota C_{mb} označuje absolutní člen rovnice, více v kap. 3.2.2.

I když lze konstantu K_T odvodit z rovnice (38), musí být z důvodu přesnosti měření zjištěna pro dané nastavení vodní aparatury experimentálně pomocí kalibrace. Hodnota C_{mb} je poté vyjádřena z rovnice lineární regrese. Všechny členy rovnice (39) jsou závislé na polohových souřadnicích x a y tedy na poloze vybrané vyhodnocovací oblasti v obrazu, jelikož je na poloze závislá především intenzita světla v laserovém řezu (kap. 3.2.1) a do jisté míry i parametry objektivu kamery (kap. 4.4.1). Kvůli tomu je kalibrační konstanta spočtena pro každou vybranou vyhodnocovací oblast zvlášť. Kalibrace je vždy provedena pro konkrétní nastavení všech součástí měřicího řetězce, a pokud dojde k jejich změně, je nutné kalibraci zopakovat. Některé jednoduše kvantifikovatelné parametry je

potřeba i během samotného měření často měnit z důvodu zvýšení rozsahu měření. Tyto parametry jsou: doba expozice t_e , zesílení kamery G , clonové číslo objektivu $f_{\#}$ a hodnota binnigu B_x v ose x a B_y v ose y. Tyto parametry lze izolovat a v případě potřeby změnit a vyjádřit tak novou celkovou kalibrační konstantu aparatury

$$K_{Tn} = \frac{\frac{f_{\#n}^2}{f_{\#}^2}}{\frac{G_n}{G} \cdot \frac{t_{en}}{t_e} \cdot \frac{B_{xn}}{B_x} \cdot \frac{B_{yn}}{B_y}} \cdot K_T, \quad (40)$$

kde izolované parametry představují hodnoty, při kterých byla změřena původní kalibrační konstanta K_T a parametry s indexem n znamenají nově zvolené parametry, při kterých bude provedeno nové měření a je třeba znát novou kalibrační konstantu K_{Tn} .

5.5.1 Analytické vyjádření kalibrační konstanty

Podle vztahu (38) je analyticky vyjádřena kalibrační konstanta měřicí aparatury K_T a vypočtena úroveň šedi pixelů Y_p pro koncentraci 100 $\mu\text{g/l}$ pro různé velikosti testovacích částic ve vybrané vyhodnocovací oblasti. Všechny známé parametry jsou přehledně k vidění v tab. 2 až 4. Na základě Mieovy teorie rozptylu světla byl simulován rozptyl světla na monodisperzních kulových polystyrenových částicích rozptýlených v destilované vodě. Tyto testovací částice byly použity z důvodu vyhovujících optických a filtračních vlastností, kap. 5.3.2. Rozptylové diagramy jsou k prohlédnutí v kapitole 4.3 a byly vygenerovány softwarem MiePlot [Laven P. 2014]. Parametry částic a vypočtené hodnoty rozptylové funkce pro rozptylový úhel 90° a jejich 6 velikostí jsou uvedeny v tab. 2.

Průměr kulovitých monodisperzních polystyrenových částic	$\varnothing_{0,28} = 0,28 \mu\text{m}$ $\varnothing_{0,42} = 0,42 \mu\text{m}$ $\varnothing_{0,69} = 0,69 \mu\text{m}$ $\varnothing_{0,96} = 0,96 \mu\text{m}$ $\varnothing_{1,7} = 1,7 \mu\text{m}$
Vypočtená hodnota rozptylové funkce $F(\theta) = S(\theta) ^2$ pro $\theta = 90^\circ$, vlnovou délku světla 532 nm, vodu jako obklopující médium pro různě velké polystyrenové částice ¹	$F_{0,28} = 0,0791$ $F_{0,42} = 0,1593$ $F_{0,69} = 0,7848$ $F_{0,96} = 2,114$ $F_{1,7} = 7,486$
Hustota materiálu částic (polystyren)	$\rho = 1050 \text{ kg/m}^3$
Index lomu světla částic při 25°C a vlnové délce světla 532 nm ²	$n_{par} = 1,5983$
Hustota vody ²	997 kg/m^3
Index lomu světla vody při 25°C a vlnové délce světla 532 nm ²	$n_{med} = 1,3337$

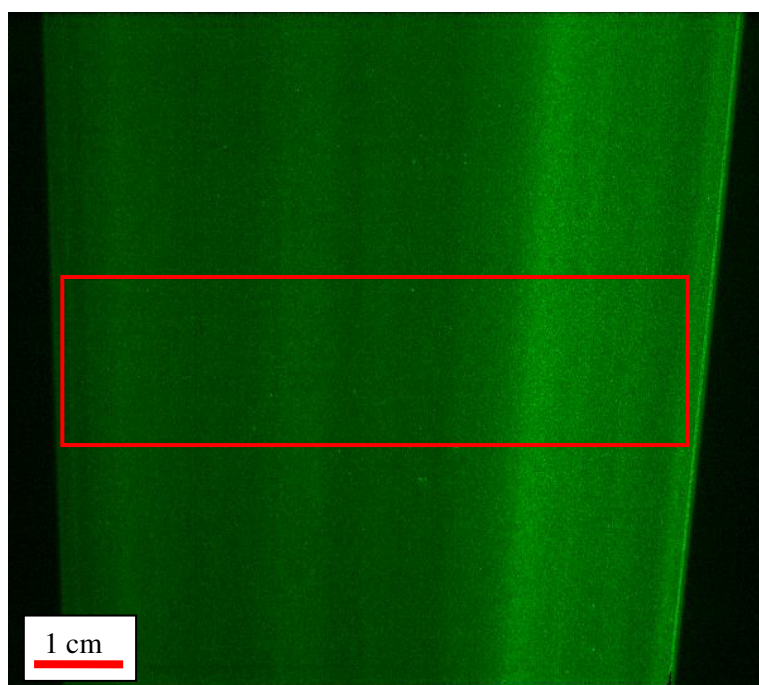
Tabulka 2: Vybrané parametry testovacích částic a vody.

¹ Hodnoty rozptylové funkce vypočteny pomocí softwaru MiePlot [Laven P. 2004].

² Data zjištěna z webové stránky <http://refractiveindex.info>.

Průměrná šířka laserové plochy v místě nacházející se vybrané vyhodnocovací oblasti (laserová plocha je rozbíhavého charakteru)	$W_{\text{řez}} = 6,5 \text{ cm}$
Tloušťka laserového řezu (svazku), měřena za sníženého výkonu přes list čistého papíru pomocí fotoaparátu a posuvného měřítka	$l_{\text{laser}} = 1 \text{ mm}$
Maximální optický výkon laserového modulu Casix LDC 1500	$P_0 = 98,2 \text{ mW}$
Vypočtená intenzita laserového řezu v místě vyhodnocovací oblasti ³	$E_0 = 1428 \text{ W/m}^2$
Vlnová délka laserového světla ve vakuu	$\lambda_0 = 532 \text{ nm}$
Tloušťka skleněného filtračního kanálu	$l_{\text{sklo}} = 1 \text{ cm}$
Propustnost světla skla filtr. kanálu při tloušťce 1 cm	$v_t = 0,9$
Odrazivost světla od skla filtračního kanálu	$R = 0,08$
Absorpční koeficient vody ²	$0,0354 \text{ m}^{-1}$
Vypočtená celková propustnost všech optických součástí aparatury ⁴	$v_c = 0,7$

Tabulka 3: Parametry laserového řezu a filtračního kanálu.



Obrázek 43: Laserový řez tvořený PS mikročásticemi o velikosti $0,69 \mu\text{m}$ a koncentraci $0,5 \text{ mg/l}$ s červeně vyznačenou vyhodnocovací oblastí.

Parametry osvětlovací roviny jsou shrnuty v tab. 3. Optický výkon laserového modulu (Casix LDC 1500) P_0 byl změřen přístrojem na měření výkonů kontinuálních laserů: LabMaster Ultima v. 2.35 s přidavným zeslabovačem světla 1:1000. Parametry laserové roviny závisejí na použité cylindrické čočce. Na obr. 43 je ukázka snímku z kamery pro $0,69 \mu\text{m}$ velké částice v laserovém řezu s červeně vyznačenou vyhodnocovací oblastí. Průměrná intenzita světla laserové roviny E_0 v místě červeně vyznačené vyhodnocovací oblasti, byla vyjádřena podle (33) na základě znalosti parametrů

³ Intenzita laserového světla napříč laserovou plochou kolísá. Zde je uvedena průměrná hodnota v místě měření lokální koncentrace částic vypočtená podle (33).

⁴ Laserové světlo prochází přes skleněnou stěnu filtračního kanálu do filtrovaného média, kde dochází k rozptylu světla na sytících částicích. Rozptýlené světlo zase vychází v opačném pořadí ven. Hodnota byla zjištěna z datasheetu skla Panibel Diamant a parametrů vody. Tento údaj zahrnuje i propustnost použité Powellovy čočky.

laserové roviny uvedených v tab. 3. V měřicím řetězci je potřeba počítat i se ztrátami světla na optických částech filtrační aparatury. Celkovou hodnotu ztrát vyjadřuje parametr v_c , který se skládá z optické propustnosti cylindrické optiky, filtračního kanálu a vody. Tato hodnota byla zjištěna na základě technických údajů použitých materiálů. Podle (23) byla vypočtena propustnost světla filtračního kanálu jedním směrem. Vzhledem k tomu, že jedním směrem světlo do filtračního kanálu vstupuje a druhým směrem vystupuje, je nutné počítat s dvojnásobnými ztrátami. V tomto parametru nejsou zahrnuty ztráty světla v objektivu kamery, ty jsou zahrnuty v parametru T_{stop} . Parametry digitální kamery jsou podrobně rozepsány v tab. 4. Pomocí softwaru Matlab byly podle vztahu (38) a (39) vypočteny výsledky, které jsou shrnuty v tab. 6 společně s výsledky z experimentálně získaných dat.

F-číslo objektivu Samyang 35 mm, F1,4 (T-stop) ⁵	$f_{\#} = 1,4$ ($T_{stop} = 1,8$)
Velikost snímaného obrazu při použití objektivu s ohniskem 35 mm ve vzdálenosti 1 m od objektivu ⁶	42,51 cm; $y_I = 23,91$ cm
Velikost obrazu pro vzdálenost $d_1 = 23$ cm ⁷	$x_I = 0,23 \cdot 34,04 = 9,78$ cm $y_I = 0,23 \cdot 25,60 = 5,50$ cm
Velikost jednoho pixelu kamery ⁶ / po aktivaci binning 2×2	$A_p = 7,4 \times 7,4 / 14,8 \times 14,8 \mu\text{m}$
Rozlišení senzoru kamery ⁶ / po aktivaci funkce binning 2×2	$1920 \times 1080 / 960 \times 540$ px
Doba expozice	$t_e = 20$ ms
Nastavený binning	$B_x = 2; B_y = 2$
Planckova konstanta	$h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ W} \cdot \text{s}^2$
Rychlost světla ve vakuu	$c = 2,998 \cdot 10^8$ m/s
Quantum efficiency pro $\lambda_0 = 532$ nm ⁶	$QE = 37 \%$
Citlivost senzoru kamery ⁶	$K_s = 14 \cdot 10^{-6} \text{ V/e}^-$
Saturace pixelu ⁶	40000 e ⁻
Maximální hodnota napětí na pixelu ⁷	$40000 \cdot K_s = 0,56$ V
Rozlišení ADC ⁶	16 bit
Citlivost ADC ⁷	$K_{ADC} = 0,56 / 2^{16} = 8,54 \cdot 10^{-6} \text{ V/bit}$
Nastavené zesílení (na maximální hodnotu)	22 dB (630)
Zesílení digitální hodnoty šedi ⁷	$G = 10^{22/20} = 12,589$

Tabulka 4: Nastavené parametry kamery a objektivu

5.5.2 Ověření linearity měřicího řetězce a vyjádření kalibrační konstanty

V této kapitole je experimentálně ověřena linearita měřicího řetězce. Dále je vyjádřena kalibrační konstanta a úroveň šedi pixelů pro koncentraci 100 $\mu\text{g/l}$ pro stejnou vyhodnocovací oblast a stejné částice jako v předchozí kapitole a výsledky porovnány v tab. 5.

Kalibrační konstanta filtrační aparatury by měla být zjištěna ve filtračním kanálu bez filtru, aby bylo dosaženo stejných podmínek jako během měření efektivity filtrace na testovaném filtru. Vzhledem k tomu, že je filtrační kanál druhé generace tvořen pouze optickým sklem, byla vytvořena ze stejného materiálu nádoba, která se z optického hlediska chová stejně. Použitím této skleněné

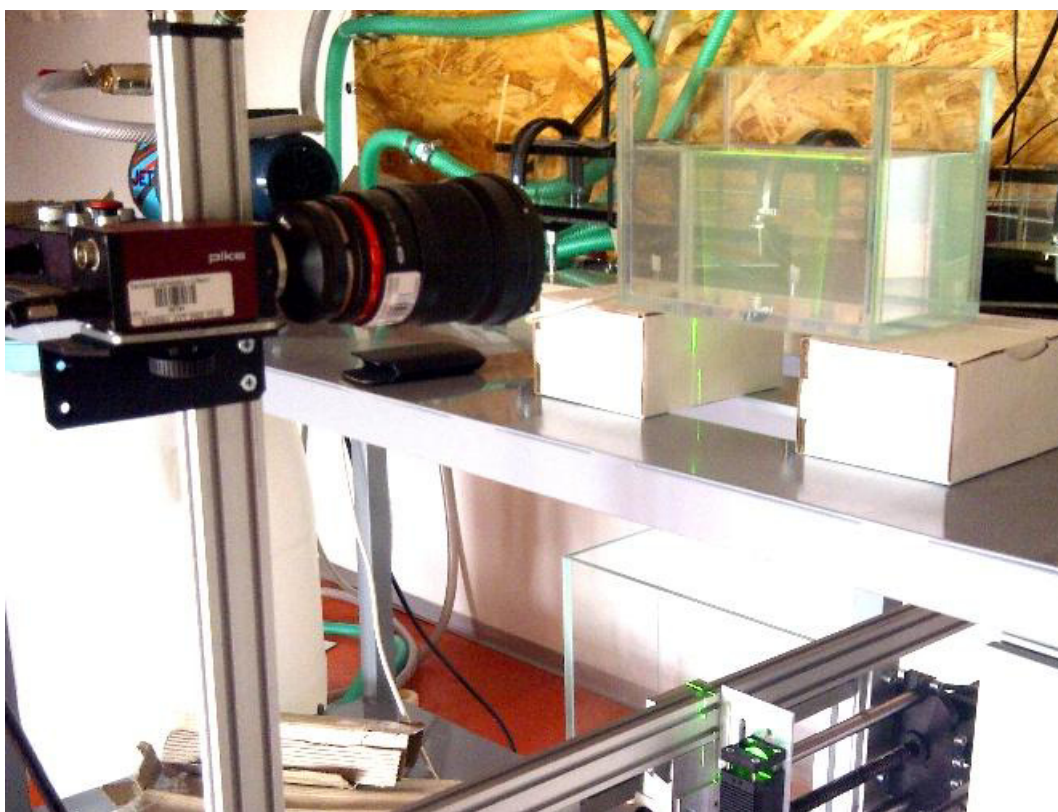
⁵ Světelnost objektivu je známá, ale T_{stop} již výrobce nedodává a musí být dodatečně změřen. Hodnota pro zvolený typ objektivu byla nalezena v rozsáhlé databázi testovaných objektivů [DxO Mark 2014].

⁶ Vlastnosti použité kamery byly zjištěny z datasheetu [Allied Vision Technologies 2011].

⁷ Vypočtené hodnoty pro aktuální nastavení kamery.

kalibrační nádrže se výrazně sníží množství použitých částic (z 50 litrů připravované suspenze na 1 litr) a zkrátí čas celého měření (dvoulitrová nádrž se lépe čistí a udržuje než celá filtrační aparatura). Skleněná nádrž se nachází ve stejném místě jako filtrační kanál v případě testování filtrů, tudíž se zde vyskytují stejné podmínky, obr. 44.

Linearita měřicího řetězce je ověřena na základě postupného zvyšování koncentrace mikročástic v destilované vodě ve skleněné nádrži od 0 po zvolenou maximální hodnotu 20 mg/l. Maximální hodnota koncentrace byla zvolena s ohledem na reálné hodnoty znečištění pitné vody, nebezpečí mnohonásobného rozptylu světla při vysokých koncentracích a dostupné množství použitých testovacích částic. Od cca 1 mg/l začíná být zřetelně pozorovatelné mléčné zabarvení vzniklé suspenze. Po dosažení nejvyšší koncentrace mikročástic v destilované vodě je laserový řez suspenzí téměř zcela pohlcen a kontura laserové roviny se postupně ztrácí jako nezřetelný kužel světla.

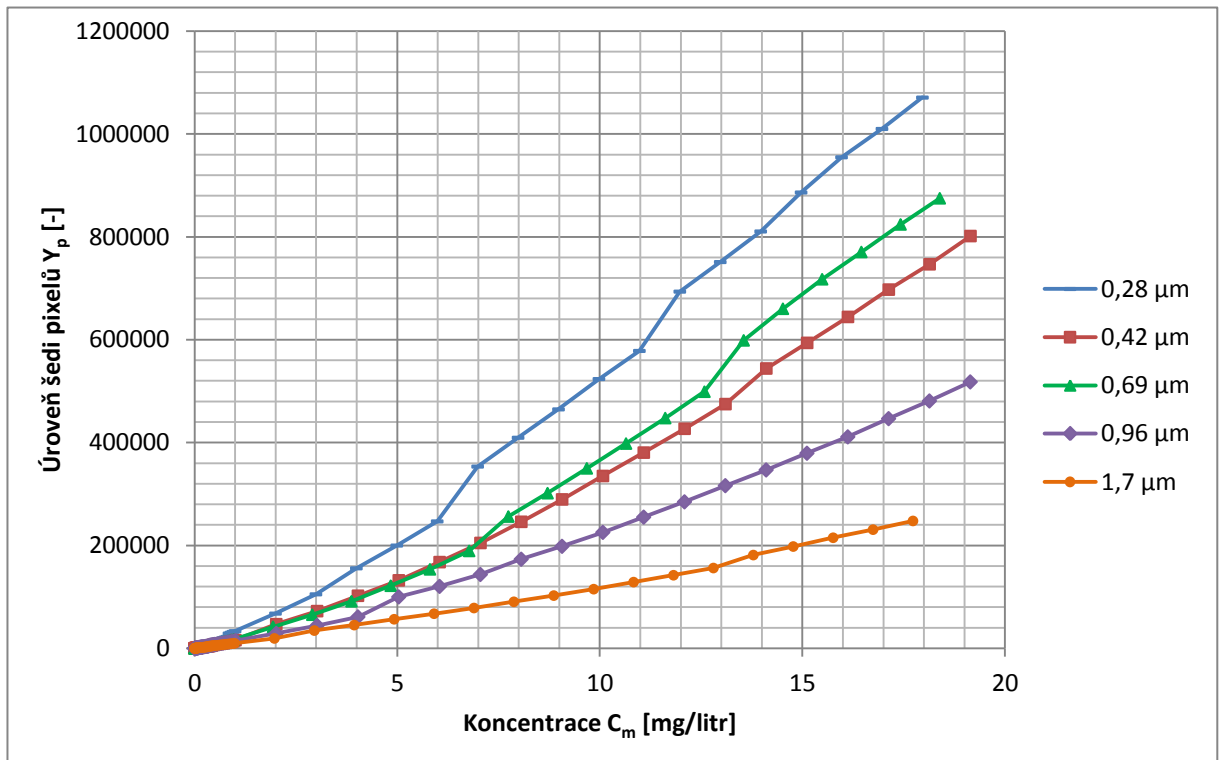


Obrázek 44: Kalibrace filtrační aparatury pomocí malé skleněné nádrže.

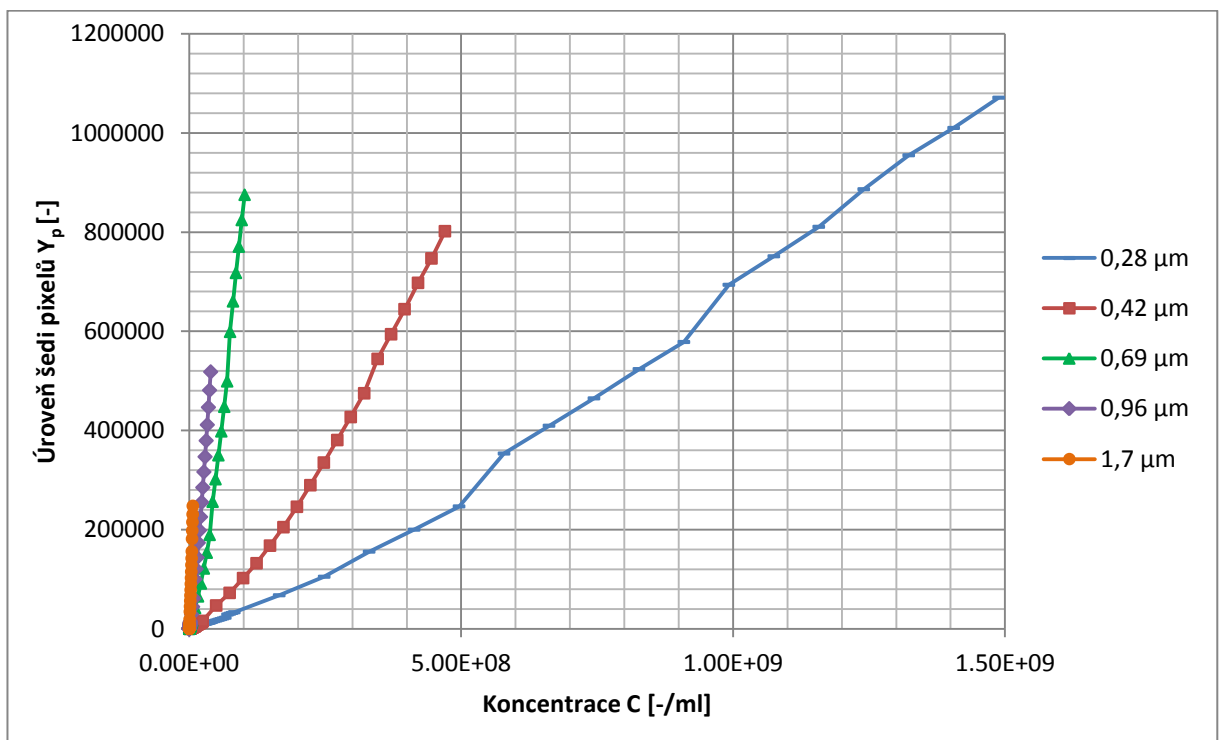
Pro každou koncentraci je vytvořeno 10 snímků, ze kterých je vypočtena jedna průměrná hodnota šedi pixelů ve vyhodnocovací oblasti. Snímky z kamery jsou postupně ukládány přes software SmartView v. 1.14 na disk PC. Po skončení experimentu jsou všechny snímky podrobeny obrazové analýze, podle kap. 5.4.4. Snímky jsou zbaveny obrazů bublin a cizorodých částic, je vytvořena vyhodnocovací oblast a je vypočtena průměrná hodnota šedi pixelů. Ke známým hodnotám použitých koncentrací částic jsou přiřazeny průměrné hodnoty digitální úrovně šedi pixelů ve vyhodnocovací oblasti v obrazu, které jsou posléze vyneseny do grafu.

Na obr. 45 a 47 jsou vidět průběhy průměrné hodnoty šedi pixelů ve vyšetřovací oblasti v závislosti na použité hmotnostní koncentraci pro různě veliké částice. Doba závěrky kamery byla nastavena pro nejmenší koncentrace na hodnotu 20 ms a s rostoucí koncentrací byla postupně

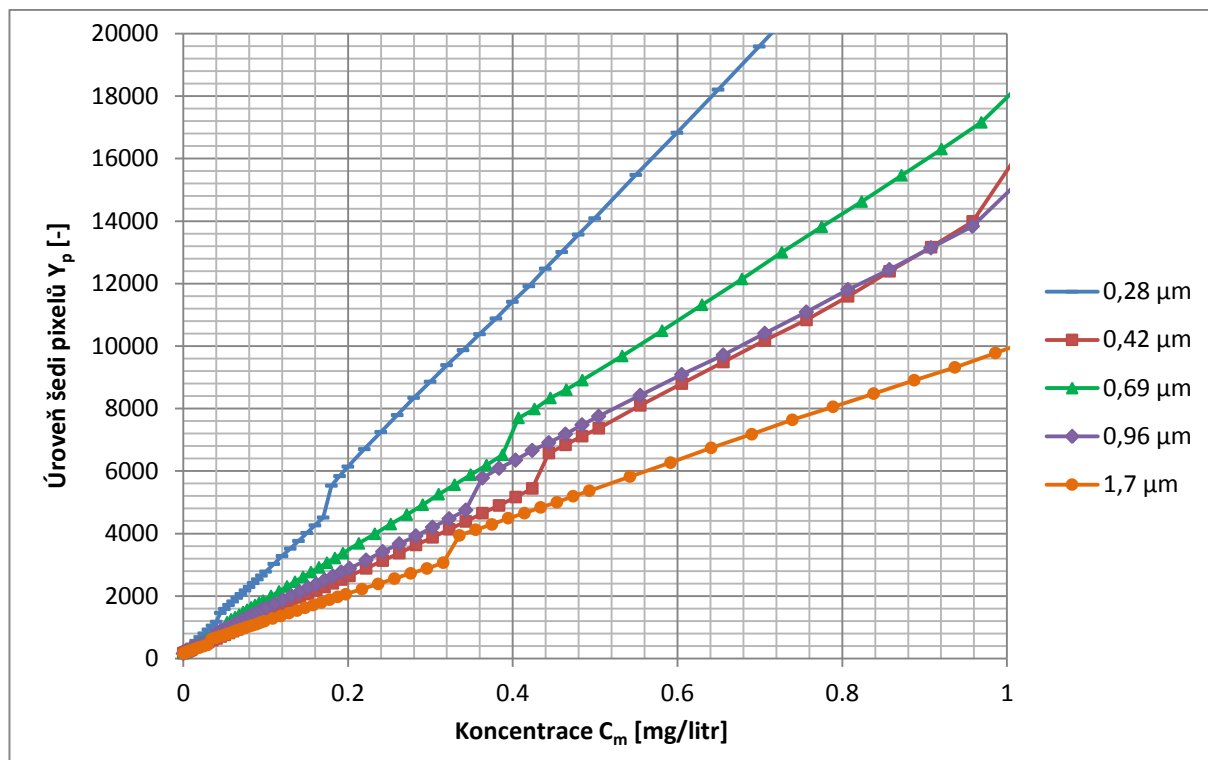
zkracována až na 50 μ s. Digitální úroveň šedi pixelů na svislé ose je normalizována podle (40) na dobu závěrky 1 ms. Jednotlivé body jsou propojeny úsečkou z důvodů zvýraznění.



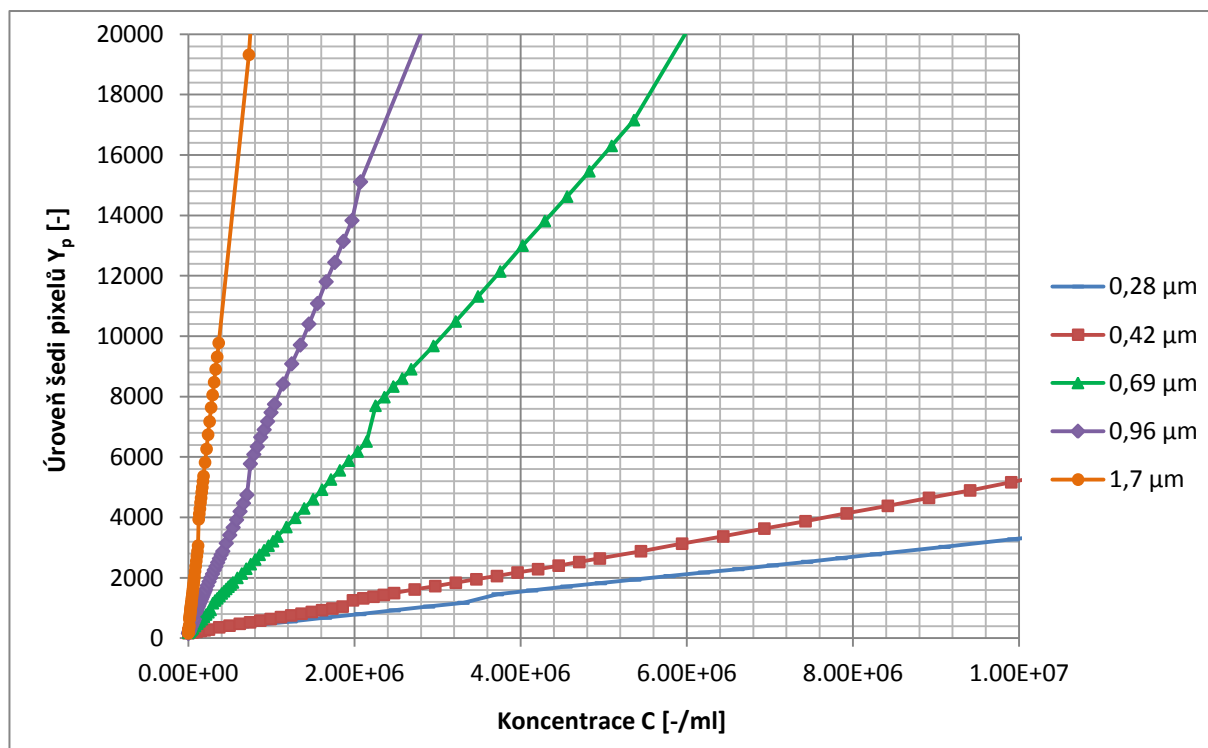
Obrázek 45: Grafy hodnot šedi pixelů v závislosti na hmotnostní koncentraci částic.



Obrázek 46: Grafy digitálních hodnot šedi pixelů v závislosti na počtové koncentraci částic.



Obrázek 47: Průběhy úrovně šedi pixelů v závislosti na hmotnostní koncentraci do 1 mg/litr.



Obrázek 48: Průběhy úrovně šedi pixelů v závislosti na počtové koncentraci do 10^7 částic na ml.

Viditelné „schody“ na průbězích jsou způsobené špatně přepočtenou dobou závěrky. Důvod je v nepřesně nastavené době závěrky kamery (nastavená hodnota je ve skutečnosti jiná než zadaná

v ovládacím rozhraní). Z grafů je vidět, že rovné úseky pro každou z koncentrací částic mají vždy stejnou směrnici a „schod“ způsobený offsetem má neměnnou hodnotu.

Z grafů je dále vidět, že průměrná hodnota digitální úrovně šedi pixelů roste lineárně s rostoucí koncentrací částic v kapalině, což potvrzuje vztah (37). U vyšších koncentrací nad cca 1mg/litr je linearita zhoršena vlivem mnohonásobného rozptylu světla. V grafech na obr. 45 a 47 je vyšší intenzita rozptýleného světla u submikronových částic než u nadmikronových, což je způsobeno mnohonásobně vyšším počtem submikronových částic. Hmotnostní koncentrace částic je v obou případech stejná, ale počtová koncentrace roste podle (34) s třetí mocninou se zmenšováním jejich průměru. Na obr. 46 a 48 jsou k vidění průběhy úrovně šedi pixelů ve vybrané oblasti v závislosti na počtu částic. Průběhy demonstrují, jak obrovský vliv má na intenzitu rozptýleného světla velikost částic. Slabá intenzita rozptýleného světla pro částice velké 0,42 μm v grafu na obr. 48 není o moc větší než pro nejmenší velikost 0,28 μm . To je způsobeno tím, že se v rozptylovém diagramu pro rozptylový úhel 90° nacházíme v blízkosti průsečíku rozptylových diagramů 0,42 a 0,28 μm velkých částic a nedaleko lokálního minima částic 0,42 μm , obr. 19.

Kalibrační konstanty pro různě velké částice jsou získány z rovnic lineární regrese, která má tvar (39), tedy z přímků proložených naměřenými body vykreslenými do grafu s hmotnostní koncentrací na svislé ose a úrovní šedi pixelů na vodorovné $C_m(Y_p)$. Směrnice přímky je potom K_T , absolutní člen představuje C_{mb} a offset je Y_{off} , více o kalibraci v kap. 3.2.2. Naměřená data jsou pro výpočet použita pouze do hmotnostní koncentrace 0,5 mg/litr, kde se ještě neuplatňuje mnohonásobný rozptyl světla a je zajištěna vysoká linearita. Naměřené parametry jsou shrnuty do tab. 5, kde jsou porovnány konstantami vypočtenými dle vztahu (39).

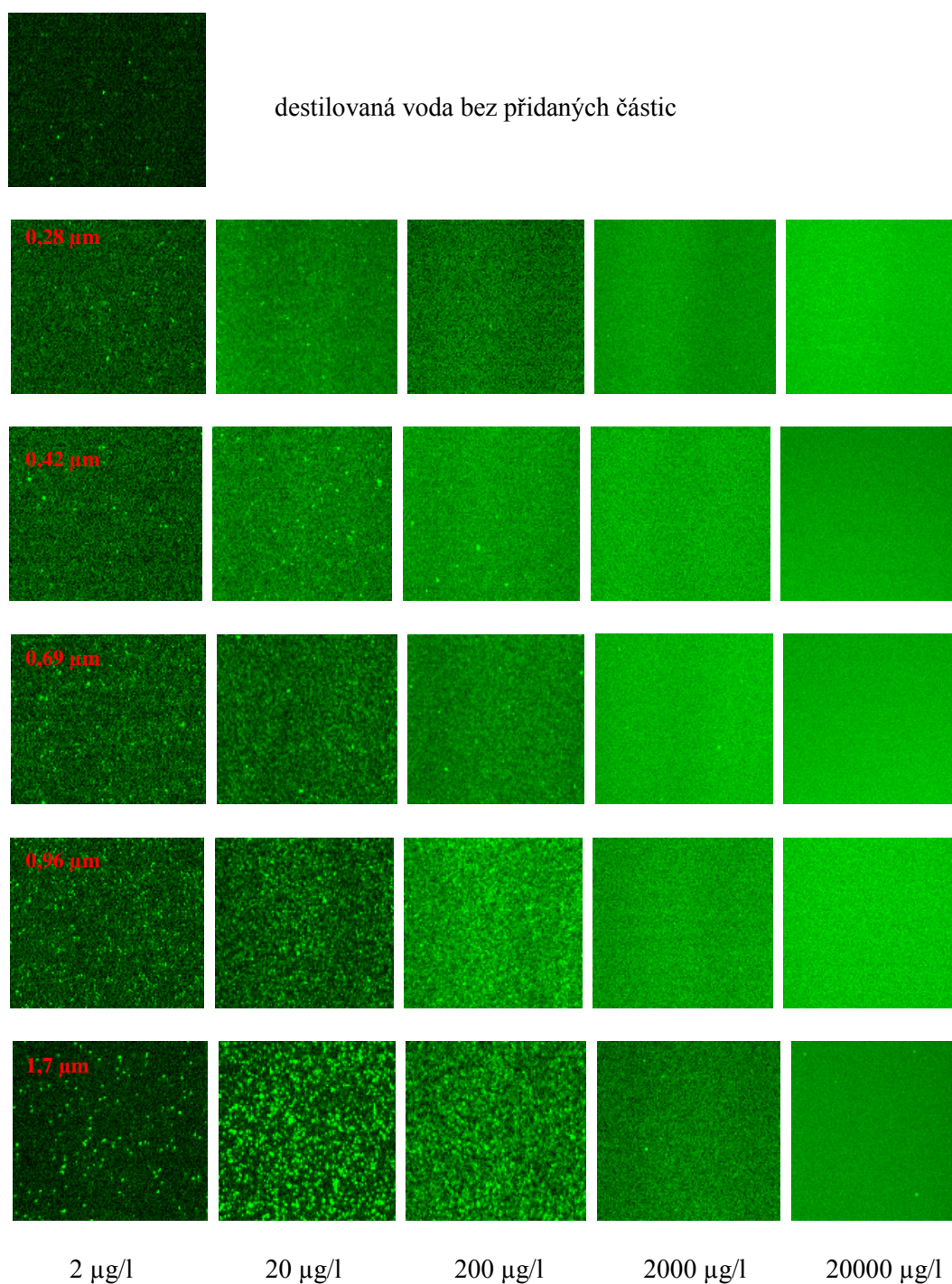
Velikost částic	Experimentálně změřené K_T [$\mu\text{g/litr}$]	Vypočtené K_T [$\mu\text{g/litr}$]	Experimentálně změřené $Y_p - Y_{off}$ pro $C_m = 100 \mu\text{g/l}$, $Y_{off} \sim 200$	Vypočtené $Y_p - Y_{off}$ pro $C_m = 100 \mu\text{g/l}$, $Y_{off} = 0$
0,28 μm	0,03897	0,03490	2566	2865
0,42 μm	0,08098	0,05260	1235	1900
0,96 μm	0,06104	0,05850	1638	1710
0,69 μm	0,07484	0,05270	1336	1900
1,7 μm	0,10841	0,08250	922	1212

Tabulka 5: Porovnání kalibračních konstant experimentálně změřených s analyticky vyjádřenými.

Z tabulky je poznat, že se naměřené a vypočtené hodnoty liší. Odlišnosti jsou způsobené nepřesnými údaji o měřicím řetězci: intenzita světla v laserovém řezu není stejnoměrná, laserový řez má rozbíhavý charakter, optická propustnost Powellovy čočky je neznámá, nepřesná konstanta kamery K_c , která byla získána pouze z jejích parametrů, nepřesný údaj o objektivu T_{stop} . Další podíl na způsobené chybě mají hodnoty rozptylové funkce pro úhel 90°. Ty jsou vypočteny pro ideálně kulové, monodisperzní a nepohybující se částice interagující s nepolarizovaným světlem, definovaným: $|S(\theta)|^2 = 0,5 \cdot (|S_1(\theta)|^2 + |S_2(\theta)|^2)$ a vypočteným z vertikálně polarizovaného světla S_1 a horizontálně S_2 . I přes všechny nepřesnosti souhlasí naměřené hodnoty řádově s vypočtenými a je zachován také trend.

Na obr. 49 jsou ukázány snímky částic v laserovém řezu o různých velikostech a koncentracích. Sloupečky označují hmotnostní koncentraci a řádky velikost mikročástic. Jednotlivé obrázky zaujmají velikost v objektové rovině zhruba 1 \times 1 cm a byly vytvořeny výřezem ze snímků z měření. Snímky nemají stejnou intenzitu (úroveň šedi), jelikož byly vytvořeny v různých expozičních časech.

V obrázcích pro nízké koncentrace částic 0,28; 0,42 a 0,69 μm jsou vidět kazy v podobě světlých obrazů od bublin vzduchu a zbytkových nečistot.



Obrázek 49: Rozptýlené PS částice o velikostech 0,28; 0,42; 0,69; 0,96 a 1,7 μm v laserovém řezu pro různé hmotnostní koncentrace.

Ze snímků na obr. 49 je patrné, že nejmenší částice splývají v jednodílnou nasvětlenou plochu, kdežto při použití větších částic je obraz tvořen světlými shluky částic. Při použití 1,7 μm velkých částic o koncentraci 2 $\mu\text{g/litr}$ lze již rozeznat obrazy jednotlivých částic. Jakmile je koncentrace vyšší,

začnou se obrazy částic překrývat, až nakonec splynou v rovnoměrně osvětlený mrak. Rozpoznatelnost částic je tedy závislá jednak na jejich velikosti a také na koncentraci a může být částečně eliminována mírným rozostřením objektivu kamery nebo použitím laserového řezu o větší tloušťce. Pouhým pohledem na laserový řez byly částice rozeznatelné při nízkých koncentracích od velikosti 0,69 μm včetně.

5.6 Citlivostní analýza

Citlivostní analýza je zaměřena na vybrané parametry měřicího řetězce, u kterých hrozí riziko rozdílného nastavení mezi kalibrací filtrační aparatury a měřením lokální efektivity filtrace. Citlivost měřicí metody na změnu podmínek během vlastního měření efektivity filtrace je také diskutována, i když je z velké části eliminována tím, že se podmínky měření změní jak na náletové straně filtru, tak i na čisté straně.

5.6.1 Náklon kamery

Z experimentálního uspořádání měřicí metody a z teorie rozptylu světla vyplývá, že horizontální náklon kamery nemá žádný vliv na intenzitu rozptýleného světla, jelikož je hodnota rozptylové funkce konstantní při naklonění kamery v tomto směru, tedy podle úhlu φ , kap. 4.1. Na druhou stranu vertikální náklon kamery vliv má, protože je změněn rozptylový úhel θ . Vliv rozptylového úhlu na měření hmotnostní koncentrace byl vypočten na základě znalosti rozptylových diagramů používaných PS mikročástic. Na obr. 19 v kap. 4.3 jsou ukázány vynesené rozptylové diagramy od 0° do 180° .

Velikost částic θ [μm]	0,1	0,28	0,42	0,69	0,96	1,7	3,36	10
S_θ [% / °] Monodisperzní částice	- 0,49	- 7,48	4,02	4,93	4,13	6,28	- 65,01	- 120,17
S_θ [% / °] Polydisperzní, odchylka 0,2 %	- 0,49	- 7,46	3,78	4,92	4,12	6,24	- 62,36	- 19,71
S_θ [% / °] Polydisperzní, odchylka 2 %	-0,54	-7,48	3,88	4,51	3,33	2,95	- 6,71	-5,93

Tabulka 6: Citlivost metody na změnu rozptylového úhlu.

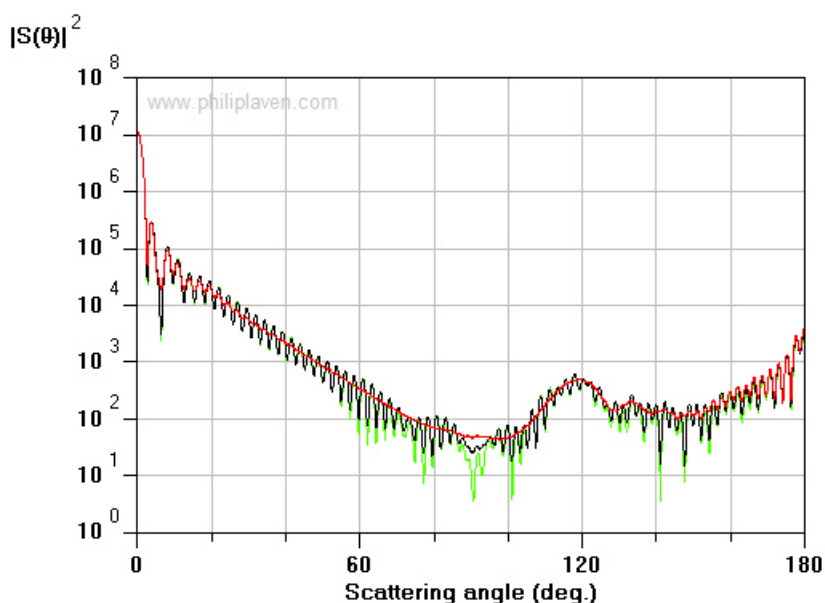
Citlivost

$$S_\theta = \frac{\Delta C_m}{C_m(90^\circ)} \cdot 100 = \frac{(F(90,5^\circ) - F(89,5^\circ))}{F(90^\circ)} \cdot 100 \left[\frac{\%}{^\circ} \right] \quad (41)$$

je vypočtena pro rozptylový úhel $\theta = 90^\circ$, kde $\Delta C_m = C_m(90,5^\circ) - C_m(89,5^\circ)$ je změna naměřené hmotnostní koncentrace v závislosti na změně rozptylového úhlu $\Delta\theta$ o 1° , kde $\Delta\theta = 90 \pm 0,5^\circ = 90,5 - 89,5 = 1^\circ$. Podle vztahu (38) je hmotnostní koncentrace částic C_m přímo úměrná hodnotě rozptylové funkce F , potom $\Delta C_m = (F(90,5^\circ) - F(89,5^\circ)) \cdot C_m(90^\circ)$. Vztah (41) je normován hodnotou $F(90^\circ)$ pro

rozptylový úhel 90° . Citlivost je vypočtena pro hmotnostní koncentraci $C_m(90^\circ) = 100 \mu\text{g/litr}$ a vyjádřena v procentech na úhlový stupeň naklonění kamery.

V tab. 6 jsou shrnuty vypočtené citlivosti pro použité polystyrenové mikročástice doplněné navíc hodnotami velikostí 100 nm a 10 μm . Je vidět, že pro velmi malé částice je citlivost naklonění kamery nízká, což potvrzuje fakt, že podle velikostního parametru (15) již přecházíme z Mieova rozptylu do rozptylu Rayleighova, který je typický svou rovnoměrnou rozptylovou funkcí. Pro submikronové částice (od cca 0,28 až 1,7 μm) je citlivost konstantní pohybující se kolem cca 5 %/°. Pro částice nadmikronové je rozptylová funkce velmi nerovnoměrná a citlivost je řádově vyšší. Ve skutečnosti není citlivost pro nadmikronové částice tak velká, jelikož nikdy nepoužíváme ideálně monodisperzní a kulové částice. Každé částice jsou vyrobeny s nějakým rozptylem hodnot velikostí, které i přes to, že se nazývají monodisperzními, monodisperzní ve skutečnosti nejsou. V tab. 6 je uvažováno normální rozdělení velikosti částic se standardní odchylkou 0,2 % a 2 %, kde výsledky citlivosti jsou porovnány se skutečně monodisperzními částicemi. Je vidět, že pro nadmikronové částice se citlivost značně liší. Naopak pro submikronové částice má zvolená standardní odchylka mizivý vliv na citlivost metody. Pro větší standardní odchylky velikostí částic a jejich větší rozměry rapidně klesá citlivost metody z důvodu vyhlazování rozptylové funkce, která vznikne složením příspěvků od všech velikostí přítomných částic v proměřovaném médiu. Na obr. 50 je ukázán graf rozptylové funkce pro různé disperzivity mikroskopických částic.



Obrázek 50: Rozptylový diagram pro 50 polystyrenových částic velkých 10 μm (zelená křivka reprezentuje monodisperzní částice, černá křivka reprezentuje částice se standardní odchylkou velikostí 0,2 % a červená se standardní odchylkou 2 %).

5.6.2 Velikost sytících částic

Z teorie rozptylu světla na kulových částicích je známo, že je intenzita rozptýleného světla do určitého směru velmi závislá na velikosti částic, kap. 4.3.1. Velikost mikročástic se může časem během experimentu měnit. Částice mohou být použitým médiem rozrušovány nebo rozpouštěny, tím částice zmenšují svoji velikost. Některé částice se mohou chovat opačně, mohou se shlukovat nebo bobtnat a tím svojí velikost zvětšují. Na obr. 18 v kap. 4.3 je k vidění průběh rozptylové funkce v závislosti na velikostním parametru x , který je svou hodnotou přímo úměrný podle (15) velikosti

částice. Můžeme si všimnout, že pro malé hodnoty velikostního parametru (i velikosti částic) je funkce monotónní, avšak pro větší průměry je funkce periodická s rostoucím trendem. To znamená, že pro naše konkrétní nastavení (kap. 5.5.1) je pro částice od cca 300 nm výše zejména klíčové to, jaký tvar má rozptylová funkce v okolí používané velikosti částic. Pokud se v grafu na obr. 18 v kap. 4.3 nachází velikost částic v minimu nebo maximum vykreslené funkce, je citlivost minimální, ale pokud v klesající nebo rostoucí části, je citlivost naopak maximální. Vliv změny velikosti částic na měření hmotnostní koncentrace byl vypočten opět na základě znalosti rozptylových diagramů, podobně jako v předchozí kapitole.

Citlivost

$$S_{\varnothing} = \frac{\frac{\Delta C_m}{C_m} \cdot 100}{\frac{\Delta \varnothing}{\varnothing} \cdot 100} = \frac{(F(\varnothing + 1\%) - F(\varnothing - 1\%))}{\frac{F(\varnothing)}{\frac{\Delta \varnothing}{\varnothing}}} \left[\frac{\%}{\%} \right] \quad (42)$$

je vyjádřena na základě změny velikosti částic o 2 %. Např. pro částice velké $\varnothing = 1,7 \mu\text{m}$ je změna velikosti částic $\Delta \varnothing = 2\%$ z $1,7 \mu\text{m} = 0,034 \mu\text{m}$. Dále jsou vypočteny rozptylové funkce F pro velikosti částic $\varnothing + 1\% = 1,717 \mu\text{m}$, $\varnothing - 1\% = 1,683 \mu\text{m}$ a $1,7 \mu\text{m}$. Citlivost je vyjádřena v relativních jednotkách, tedy v procentech hmotnostní koncentrace ke změně velikosti částic také v procentech.

Velikost částic \varnothing [μm]	0,1	0,28	0,42	0,69	0,96	1,7	3,36	10
S_{\varnothing} [% / %] Monodisperzní částice	5,61	- 0,77	- 3,56	8,70	5,71	11,34	73,43	91,10
S_{\varnothing} [% / %] Polydisperzní, odchylka 0,2 %	5,61	- 0,77	- 3,56	8,69	5,65	11,32	72,51	30,63
S_{\varnothing} [% / %] Polydisperzní, odchylka 2 %	5,71	- 0,79	- 3,67	8,73	5,47	9,29	9,80	1,48

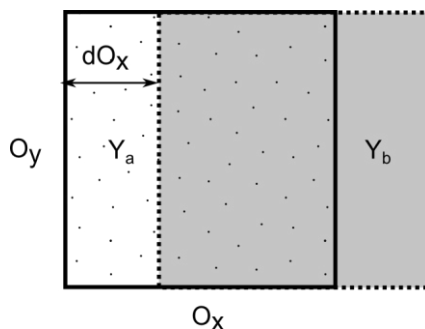
Tabulka 7: Citlivost metody na změnu velikosti částic.

Tab. 7 ukazuje citlivost měřicí metody na změnu velikosti částic. Z tabulky je vidět, že pro submikronové částice se citlivost pohybuje pod 10 %/%, ale pro nadmikronové částice je citlivost mnohonásobně vyšší. To je opět způsobeno velmi zvládnou rozptylovou funkcí pro větší průměry částic. Jak už bylo řečeno v předchozí kapitole, běžně používané monodisperzní částice mají nenulovou standardní odchylku velikosti a ani nejsou naprosto kulovité. Ve skutečnosti je citlivost optické metody ještě nižší z důvodu hladší rozptylové funkce.

5.6.3 Překrytí vyšetřovacích oblastí

Optická metoda je metoda relativní, jelikož využívá ke své činnosti kalibraci pro aktuální nastavení vodní aparatury. Kalibrace je proces, při kterém je zjištěna kalibrační konstanta K_T pro každou vyšetřovací oblast zvlášť, více v kap. 5.4.4. Vyšetřovací oblasti zvolené v kalibračním snímku se musí nacházet na stejném místě i ve snímcích filtračního procesu a to jak vůči laserovému řezu, tak

vůči objektivu kamery. Stejná poloha vyšetřovacích oblastí v obraze je zajištěna stejnými souřadnicemi jak pro kalibrační obraz, tak pro obrazy filtračního děje. Stejná poloha vyšetřovacích oblastí vůči laserovému řezu je pak zajištěna neměnnou polohou laserové roviny a kamery navzájem. Pokud však dojde mezi kalibrací a měřením k posunu kamery vůči laserovému řezu, zároveň dojde k posunu vyšetřovacích oblastí.



Obrázek 51: Náskres posunutí vyšetřovací oblasti.

Citlivost na posunutí vyhodnocovací oblasti (obr. 51) v ose x

$$S_o = \frac{\frac{\Delta C_m}{C_m} \cdot 100}{dO_x} = \frac{(1 - \frac{Y_b}{Y_a}) \cdot 100}{dO_x} \left[\frac{\%}{\text{px}} \right] \quad (43)$$

je vyjádřena na základě posunutí o jeden pixel a změny digitální úrovně šedi ve vyšetřovací oblasti. Hmotnostní koncentrace částic C_m je podle (37) přímo úměrná šedi pixelů Y_p . Velikost vyšetřovací oblasti je dána O_x a O_y , a její posunutí v ose x je definováno dO_x . Úroveň šedi ve vyšetřovací oblasti v kalibračním obraze představuje Y_a a v obraze filtračního procesu Y_b . Pro výpočet byly použity kalibrační obrazy z kap. 5.5.2 a pro koncentraci testovacích částic 100 $\mu\text{g/l}$. Citlivost je v tab. 8 vyjádřena v procentech hmotnostní koncentrace k posunutí o jeden pixel v obraze. Citlivost optické metody na posunutí vyhodnocovací oblasti je velmi nízká pohybující se pod cca 1 $\%/px$. Naměřené údaje neprokázaly žádnou závislost citlivosti optické metody na velikosti testovacích částic ani na velikosti vyšetřovací oblasti. Citlivost metody v ose y se předpokládá ještě nižší z důvodu stálejší intenzity laserového řezu v tomto směru.

Velikost částic \varnothing [μm]		0,28	0,42	0,69	0,96	1,7
Velikost čtvercové vyšetřovací oblasti O_x [-]	Citlivost S_o [$\%/px$]					
5		0,705	0,278	0,204	-0,391	0,256
10		0,585	-0,773	0,228	0,112	0,305
20		0,332	0,051	0,190	0,159	0,275
50		0,086	-0,098	0,009	-0,080	-0,045
100		-0,108	-0,297	-0,137	-0,189	-0,216

Tabulka 8: Citlivost metody na překrytí vyšetřovacích oblastí.

5.7 Parametry optické metody

Výstupem měřicí metody je vizualizace procesu filtrace a dále lokální efektivita filtrace v čase. Lokální efektivita je vypočtena dle (1) z lokální koncentrace částic před a za filtrem. Optická metoda tedy v podstatě měří jen lokální koncentraci částic, a proto jsou parametry metody vyjádřené především ve vztahu ke koncentraci částic. Některé vybrané parametry jsou vyjádřené i ve vztahu k efektivitě filtrace tak, aby bylo možné tuto metodu porovnat s běžnými přístroji pro testování filtrů.

5.7.1 Rychlost proudění

V této kapitole je vyjádřen vliv náletové rychlosti filtrovaného média na lokální koncentraci částic. Vzdálenost uražená médiem za čas expozice čipu kamery

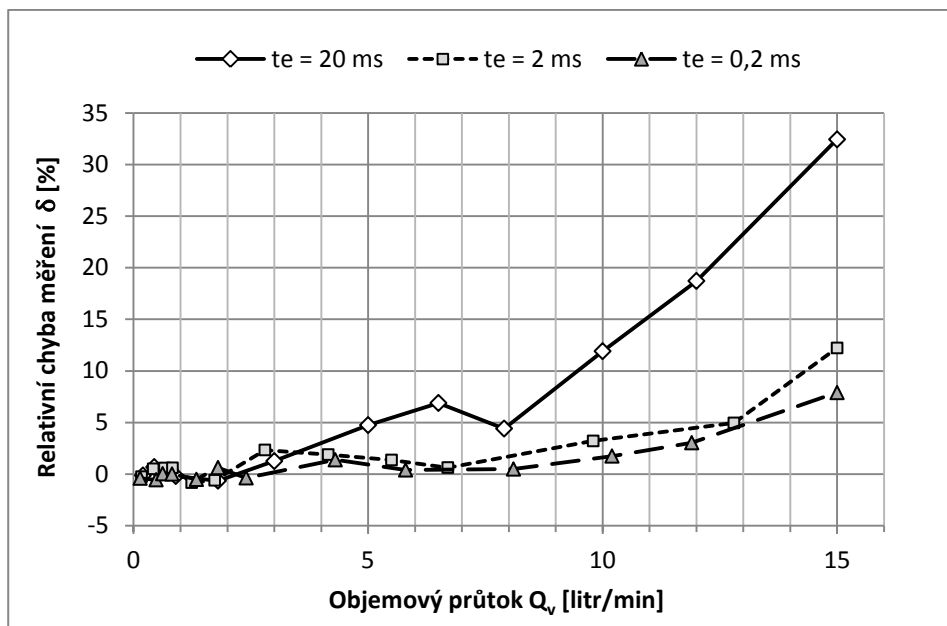
$$d_{te} = \frac{Q_v \cdot t_e}{A_{ap} \cdot Z} < 1,5 \cdot d_p \quad (44)$$

musí být v obrazové rovině menší, než je velikost jednoho pixelu $1,5 \cdot d_p = 1,5 \cdot 7,4 = 11,1 \mu\text{m}$, aby se zabránilo rozmazání obrazu. Podle (28) a tab. 4 je zvětšení $Z = 78 / (1920 \cdot 0,0074) = 5,5$; Q_v [litr/min] je objemový průtok, t_e je čas expozice a $A_{ap} = 5 \cdot 5 = 25 \text{ cm}^2$ je plocha vnitřního čtvercového průřezu filtračního kanálu druhé generace. Filtrační kanál první generace s kruhovým průřezem o vnitřním průměru 8 cm disponuje plochou cca 50 cm^2 . Nanovláknenné materiály mají nízkou propustnost, proto jsou průtoky voleny ve většině případů maximálně do 1 l/min. Dále je většinou aktivována funkce binning 2×2 pro zvýšení citlivosti měřicí metody. Z tab. 9 je vidět, že pro tento průtok a binning jsou povolené maximální časy expozice obrazu cca 18 ms pro filtrační kanál druhé generace ($A_{ap} = 25 \text{ cm}^2$) a 37 ms pro filtrační kanál první generace ($A_{ap} = 50 \text{ cm}^2$). Takové hodnoty expozičního času zároveň zajišťují dostatečnou citlivost měřicí metody.

Q_v [l/min]	v_n [mm/s] $A_{ap} = 25 \text{ cm}^2$	v_n [mm/s] $A_{ap} = 50 \text{ cm}^2$	Binning	t_e [ms] $A_{ap} = 25 \text{ cm}^2$	t_e [ms] $A_{ap} = 50 \text{ cm}^2$
0,1	0,667	0,333	1 × 1	91,575	183,150
			2 × 2	183,150	366,300
1	6,667	3,333	1 × 1	9,158	18,315
			2 × 2	18,315	36,630
10	66,667	33,333	1 × 1	0,916	1,832
			2 × 2	1,832	3,663

Tabulka 9: Maximální přípustná doba závěrky t_e v závislosti na průtoku Q_v .

Vliv rychlosti proudění na měření lokální koncentrace částic byl zjištěn na základě experimentu na vodní aparatuře s filtračním kanálem druhé generace. Během experimentů byl sledován i vliv rychlosti média na produkci bublin vzduchu, které nepříjemně snižují přesnost měřicí metody. Experiment probíhal bez upnutého vzorku filtru pouze s částicemi přirozeně se vyskytujícími ve vodě z vodovodního řádu. Pro oblast v obrazu velkou zhruba 100×100 pixelů byla vyjádřena průměrná úroveň šedi pixelů, která je podle (39) přímo úměrná hmotnostní koncentraci částic. Během experimentu byl zvyšován průtok filtračním kanálem od 0 po cca 20 l/min a pro každou hodnotu průtoku bylo nasnímáno 10 obrazů proudění.



Obrázek 52: Graf relativní chyby měření v závislosti na průtoku pro různé doby expozice.

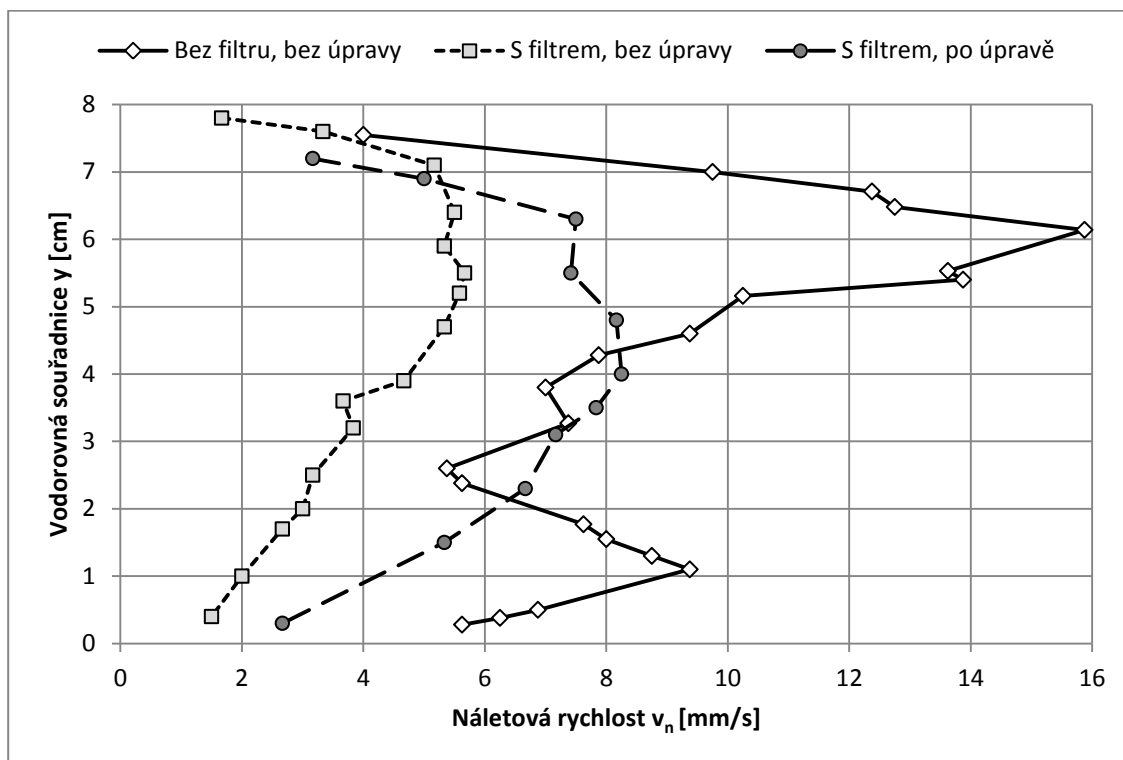
Na obr. 52 je vykreslen graf relativní chyby měření v závislosti na průtoku kapaliny. Absolutní chyba měření je definovaná jako rozdíl naměřené hodnoty H_m a skutečné H_s a je vyjádřena v jednotkách měřené veličiny. V praxi se více osvědčila právě relativní chyba měření

$$\delta = \frac{H_m - H_s}{H_s} \cdot 100 [\%], \quad (45)$$

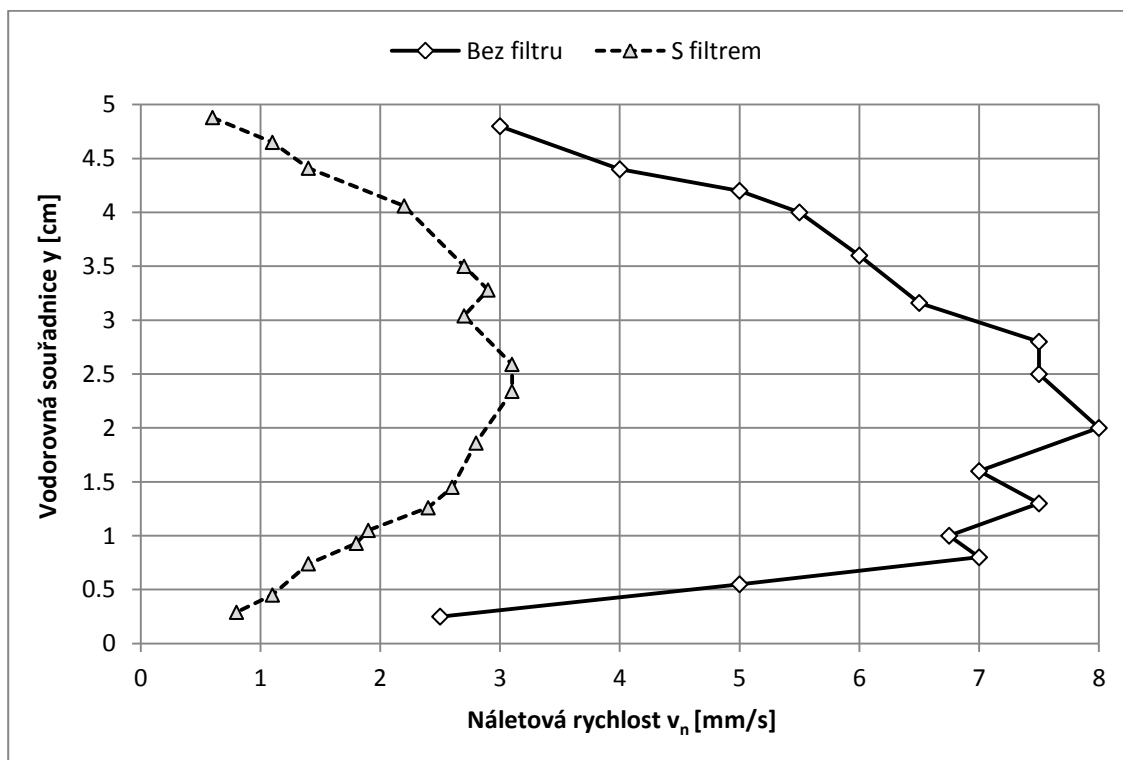
kteřá je vyjádřena v procentech a získána dělením absolutní chyby skutečnou nebo průměrnou hodnotou z více měření. Skutečná hodnota představuje v našem případě průměrnou úroveň šedi pixelů z prvních pěti měření průtoku. Naměřená hodnota pak představuje průměrnou hodnotu úrovně šedi pixelů z 10-ti snímků pro konkrétní průtok.

Z průběhů je patrné, že koncentrace částic je stabilní do určité hodnoty rychlosti částic ve filtračním kanálu. Při dalším zvyšování průtoku a tedy i rychlosti média ve filtračním kanálu dochází k nárůstu chyby měření. Tento jev je způsoben rozmazáním obrazu a lze ho eliminovat zmenšením doby expozice t_e . Posunutí obrazu proudění za expoziční čas by měl být menší než je velikost jednoho pixelu. Nicméně efektivita filtrace je podle (1) vypočtena z koncentrace částic před a za filtrem. Tím, že dojde k rozmazání obrazu na obou stranách filtru je vliv rozmazání obrazu na hodnotu efektivitu filtrace částečně eliminován. Z grafu je vidět, že i pro krátkou expozici 0,2 ms je relativní chyba vyšší pro velké průtoky. Podle snímků z kamery zde nedošlo k žádnému rozmazání obrazu vlivem velkého průtoku. Chyba je v tomto případě způsobena tvorbou bublin, na kterých vzniká další rozptyl světla a jejichž počet a velikost stoupá s rostoucím průtokem. Vliv bublin nelze eliminovat výpočtem efektivitu filtrace, jelikož jsou bubliny při filtraci přítomny pouze na náletové straně filtru. Z toho vyplývá, že filtrační kanál druhé generace je vhodné používat maximálně do 10 litr/min a první generace do 20 litr/min. Podle vztahu (44) je pro dobu expozice 20 ms povolený průtok pouze 0,9 l/min. Podle výsledků z měření na obr. 52 se ve skutečnosti projeví změna až od cca 2 l/min.

5.7.2 Rychlostní profil



Obrázek 53: Rychlostní profil ve filtračním kanálu první generace



Obrázek 54: Rychlostní profil ve filtračním kanálu druhé generace.

Rychlostní profil byl změřen na základě experimentů provedených částicemi o velikosti 10 μm a nízké hmotnostní koncentraci tak, aby byly částice na snímcích z kamery rozeznatelné. Ze dvou snímků proudění jdoucích po sobě bylo ručně pomocí softwaru [Meazure] změřeno posunutí vybraných částic a ze znalosti časového úseku mezi snímky byly vypočteny rychlosti. Rychlostní profil kapaliny v okolí proměřovaného vzorku filtru by měl být plochý a symetrický, aby byla filtrační textilie namáhána v celé své ploše stejně.

Na obr. 53 a 54 jsou rychlostní profily ve filtrační aparatuře první i druhé generace bez a s upnutým vzorkem filtru. Naměřený rychlostní profil ve filtračním kanálu první generace není plochý ani symetrický, což je způsobeno zakončením filtračního kanálu pravoúhlými ohyby, více v kap. 5.4.1. Na základě tohoto měření byl filtrační kanál první generace upraven tak, aby byl rychlostní profil více symetrický. Rychlostní profil ve filtračním kanálu druhé generace je plochý i symetrický, což je důsledek právě osově symetrického zakončení filtračního kanálu. Rychlostní profil ve filtračním kanálu s upnutým nanovlákněným vzorkem filtru měřený 2 cm před testovaným filtrem je částečně zploštěn. Čím méně je filtr propustný, tím více je rychlostní profil na náletové straně filtru plochý.

5.7.3 Poloha osvětlovací roviny

Poloha osvětlovací roviny ve filtračním kanálu určuje, přes jak silnou vrstvu filtrovaného média (voda s rozptýlenými částicemi) musí rozptýlené světlo putovat od laserového řezu do objektivu kamery. Rozptýlené částice se chovají jako překážka pro světlo procházející skrz, kde důležitým parametrem je jejich koncentrace a tloušťka vrstvy. U nízkých koncentrací je pohlcování světla zanedbatelné, avšak pro koncentrovaná média od cca 1 mg/litr, kde už je zřetelné mléčné zbarvení vzniklé suspenze, je potřeba počítat se ztrátami světla. V případě neměnné polohy laserového řezu je chyba způsobená tímto jevem eliminována kalibrací filtrační aparatury. Při traverzování laserové roviny vzniká chyba měření, která se zvětšuje s rostoucí vzdáleností laserové roviny od polohy, kde byla provedena kalibrace.

Vzhledem k tomu, že hmotnostní koncentrace používané při testování filtračních materiálů se pohybují do 0,5 mg/litr a filtrační kanál je poměrně úzký (5 cm), je tato chyba v této práci zcela zanedbána. Kalibrace filtrační aparatury je provedena pro střední polohu ve filtračním kanálu, kde maximální vychýlení dozadu nebo dopředu může činit 2,5 cm (4 cm ve filtračním kanálu první generace). Navíc se tato chyba sama eliminuje při vyjádření lokální efektivity filtrace, jelikož dochází ke změnám na obou stranách testovaného filtru.

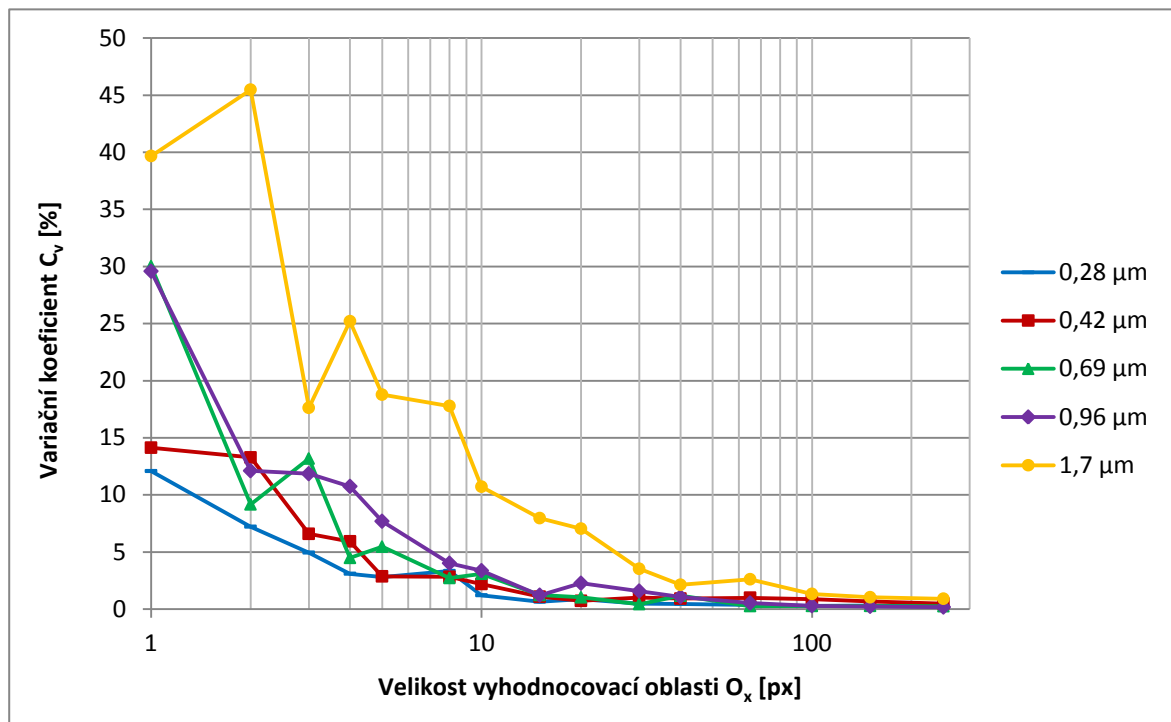
5.7.4 Velikost vyhodnocovací oblasti

Nejmenší vyhodnocovací oblastí je jeden pixel, jehož hodnota šedi je průměrným výsledkem světlosti objektu o velikosti cca $50 \times 50 \mu\text{m}$, kap. 5.7.6. Vyhodnocovací oblast lze zvětšit vybráním více sousedních pixelů a spočítáním jejich průměrné hodnoty. K vyjádření vlivu velikosti vyhodnocovací oblasti na měření koncentrace byly použity kalibrační obrazy z experimentu z kap. 5.5.2. V softwaru ImageJ byly jednotlivé snímky načteny a vytvořeny vyhodnocovací oblasti čtvercového tvaru o délce hrany: 1 až 250 pixelů. K výpočtu byly použity pouze kalibrační obrazy pro hmotnostní koncentraci částic 100 $\mu\text{g/litr}$. Z deseti snímků o stejné koncentraci byl pro každou velikost oblasti a rozměr částic vyjádřen variační koeficient a jednotlivé body spojené lomenou čarou vykresleny do grafu na obr. 55. Směrodatná odchylka a variační koeficient

$$\sigma_{C_m} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (C_{mi} - \overline{C_m})^2}, \quad C_v = \frac{\sigma_{C_m}}{\overline{C_m}} [\%] \quad (46)$$

jsou vypočteny z $\overline{C_m}$, která představuje průměrnou hmotnostní koncentraci získanou z n stejných měření, kde i -té měření o stejné koncentraci představuje C_{mi} .

Z grafů je zřejmé, že pro stejnou vyhodnocovací oblast je variační koeficient pro velké částice vyšší než pro malé částice. To je způsobeno především tím, že jsou velké částice rozeznatelné a zobrazují se na snímcích buď ve formě shluků, nebo při velmi malých koncentracích jako jednotlivé světlé body. Malé částice se i při velmi nízkých koncentracích jeví stejně na snímcích z kamery jako jednolitá plocha. Ukázka obrázků z kamery je v kap. 5.5.2. Dále si můžeme všimnout, že čím menší vyhodnocovací oblast zvolíme, tím se variační koeficient zvyšuje. Za bezpečnou velikost vyhodnocovací oblasti, kde je variační koeficient menší než 5 %, lze v tomto konkrétním případě považovat 10×10 px pro částice 0,28 až 0,96 μm a 30×30 px pro částice 1,7 μm . Tento trend lze částečně ovlivnit mírným rozostřením objektivu kamery.



Obrázek 55: Graf znázorňující propojené body variačních koeficientů v závislosti na velikosti čtvercové vyhodnocovací oblasti pro různé velké testovací částice.

Vyhodnocovací oblast složená z více pixelů je také méně citlivá na posunutí kamery vůči laserové rovině mezi kalibrací a měřením lokální efektivity filtrace, dále je částečně eliminován šum kamery a zvýšena opakovatelnost měření. Optická metoda je založena na kalibraci, proto je velmi důležité zajistit pevnou pozici kamery a osvětlovací roviny během kalibrace a následného měření efektivity filtrace. Tím se zaručí stoprocentní překrytí vyhodnocovacích oblastí použitých ke kalibraci a k měření. Pokud dojde k posunutí, zanášá se do měření chyba.

5.7.5 Citlivost, rozlišení a rozsah

Teoretická citlivost, rozlišení a rozsah optické metody jsou pro konkrétní nastavení a daný typ částic změřeny z kalibračních dat, kap. 5.5.2. Citlivost měřicí metody

$$S_{Cm} = \frac{\Delta Y_p}{\Delta C_m} = \frac{1}{K_T} \left[\frac{\text{litr}}{\mu\text{g}} \right] \quad (47)$$

je definována jako podíl změny digitální úrovně šedi pixelu ΔY_p proti změně hmotnostní koncentrace částic ΔC_m pro koncentraci $C_m = 100 \mu\text{g/l}$. Rozlišení je definováno jako nejmenší změna hmotnostní koncentrace částic, která způsobí změnu digitální hodnoty šedi pixelu o jeden dílek. Jelikož je nejmenší dílek digitální úrovně šedi 1, tak je rozlišení vyjádřeno jako převrácená hodnota citlivosti $R_{cm} = 1/S_{cm} = K_T$. Rozlišení je tedy stejné jako kalibrační konstanta a je vyjádřena v $[\mu\text{g/litr}]$.

Velikost částic	Rozlišení R_{Cm} [$\mu\text{g/litr}$]	Citlivost S_{Cm} [$\text{litr}/\mu\text{g}$]	Rozsah [$\mu\text{g/litr}$]	Minimální měřitelná efektivita filtrace EF [%]	Maximální měřitelná efektivita filtrace EF [%]
0,28 μm	0,03897	26	0,04 až 2620	0,0015	99,9985
0,42 μm	0,06104	17	0,06 až 3932		
0,69 μm	0,07484	13	0,08 až 5242		
0,96 μm	0,08098	12	0,08 až 5242		
1,7 μm	0,10841	10	0,1 až 6553		

Tabulka 10: Shrnutí parametrů měřicí metody.

Rozsah měřicí metody je definován jako rozpětí hodnot od rozlišení po maximální měřitelnou koncentraci vyplývající z kalibrační přímky, kde maximální hodnota šedi pixelu může být $2^{16} - 1 = 65535$. Maximální měřitelná koncentrace $C_m = 65535 \cdot R_{cm}$. Dále je vyjádřena maximální měřitelná efektivita filtrace EF podle (1) z maximální měřitelné koncentrace před filtrem C_{max} a rozlišení optické metody R_{cm} : $C_1 = C_{max}$ a $C_2 = R_{cm}$. Minimální měřitelná efektivita filtrace je podle (1) vyjádřena: $C_1 = C_{max}$ a $C_2 = C_{max} - R_{cm}$. Maximální a minimální efektivita filtrace zůstane vždy stejná, jelikož se dynamický rozsah kamery nemění a je stále 48 dB. Pokud je nastavení kamery změněno, lze měřit hmotnostní koncentrace až do desítek mg/l avšak na úkor citlivosti, která klesne. Vyšší citlivost pro menší částice je způsobena jejich větším počtem při stejné hmotnostní koncentraci (34). Na velkém počtu malých částic se rozptýlí více světla než na malém počtu velkých částic. Všechny údaje v tab. 10 jsou teoretické a v běžné praxi těžko dosažitelné. V praxi je potřeba počítat s nepříznivými vlivy, které tyto parametry posunují až o řád jinam.

Citlivost metody odpovídá danému nastavení kamery (v tab. 11 násobek citlivosti = 1) a použitému laserovému řezu. Citlivost může být dle tab. 10 pro speciální aplikace výrazně zvýšena. Pokud je aktivována funkce binning, změněna doba závěrky nebo zvýšeno clonové číslo objektivu, citlivost metody se adekvátně změní podle vztahu (40). V tab. 11 je tato změna vyjádřena pomocí násobku citlivosti, kde výchozí hodnota rovna 1 náleží aktuálnímu nastavení kamery (souhlasí s výsledky v tab. 10). Z tabulky je vidět, že pro dlouhé expoziční časy je citlivost vysoká, avšak dlouhou dobu závěrky lze použít pouze v případě velmi pomalých dějů. Citlivost metody může být až 16-ti násobná v případě aktivace funkce binning, bohužel na úkor stejně zmenšenému prostorovému rozlišení.

Binning $B_x \times B_y$	Prostorové rozlišení $R_{xcam} \times R_{ycam}$	Doba závěrky t_e [ms]	Clonové číslo $f_\#$	Citlivost [násobek]
1 × 1	1920 × 1080	1	1,4	1/4
			5,6	1/64
		20	1,4	5
			5,6	5/16
2 × 2	960 × 540	1	1,4	1
			5,6	1/16
		20	1,4	20
			5,6	5/4
4 × 4	480 × 270	1	1,4	4
			5,6	1/4
		20	1,4	80
			5,6	5

Tabulka 11: Vliv nastavení kamery na citlivost měřicí metody.

5.7.6 Prostorové rozlišení

Prostorovým rozlišením metody je myšlen počet a velikost samostatných vyhodnocovacích oblastí, ve kterých je měřena koncentrace rozptýlených částic a získána jedna průměrná hodnota. Prostorové rozlišení metody závisí na typu kamery a objektivu a lze ho pro danou sestavu uměle zmenšit jednak nastavením kamery (binning, typ objektivu, vzdálenost objektivu od objektu, viz kap. 4.4), tak i vytvořením vyhodnocovacích oblastí. Pomocí funkce binning je zvýšena citlivost kamery a vytvořením vyhodnocovacích oblastí je zajištěna lepší opakovatelnost měření, kap. 5.7.4. Rozměry vyhodnocovací oblasti v objektivové rovině

$$R_x = \frac{x_1}{R_{xcam}} \cdot B_x \cdot O_x, R_y = \frac{y_1}{R_{ycam}} \cdot B_y \cdot O_y \quad (48)$$

jsou vypočteny ze skutečné šířky x_1 a výšky y_1 snímaného objektu, rozlišení kamery R_{xcam} , R_{ycam} , nastavené hodnoty binningu B_x , B_y a rozměrů vyhodnocovací oblasti O_x , O_y v obrazové rovině v osách x a y .

Velikost objektu $x_I \times y_I$	Velikost vyhodnocovací oblasti v obrazové rovině $O_x \times O_y$	Binning $B_x \times B_y$	Prostorové rozlišení optické metody $R_{xcam} \times R_{ycam}$	Počet pixelů obsahující jedna vyhodnocovací oblast	Rozměry vyhodnocovací oblasti v objektivové rovině $R_x \times R_y$ [μ m]
9,78 × 5,5 mm	1 × 1	1 × 1	1920 × 1080	1	50,9 × 50,9
		2 × 2	960 × 540	4	101,9 × 101,9
	5 × 5	1 × 1	384 × 216	25	254,5 × 254,5
		2 × 2	192 × 108	100	509 × 509
	20 × 20	1 × 1	96 × 54	400	1019 × 1019
		2 × 2	48 × 27	1600	2037 × 2037

Tabulka 12: Prostorové rozlišení metody pro rozdílné nastavení kamery.

Velikost jednoho čtvercového pixelu je pro použitou kameru 7,4 μm . Tab. 12 ilustruje rozlišení v závislosti na parametrech kamery a velikosti vyhodnocovací oblasti. Z tabulky je vidět, že pro velikost vyhodnocovací oblasti 20 px s aktivovaným binningem je rozlišení pouze 48×27 a velikost vyhodnocovací oblasti v objektové rovině 2×2 mm. Pro menší vyhodnocovací oblasti je rozlišení vyšší, ale opět na úkor opakovatelnosti, kap. 5.7.4. Rozlišení se zvýší při deaktivaci funkce full binning 2 \times , ale na úkor citlivosti metody, která klesne na čtvrtinu. Parametry kamery jsou v otázce rozlišení a citlivosti optické metody zásadní, a pokud je potřeba optickou metodu vylepšit bez výše řečených kompromisů, je potřeba použít výkonnější kameru.

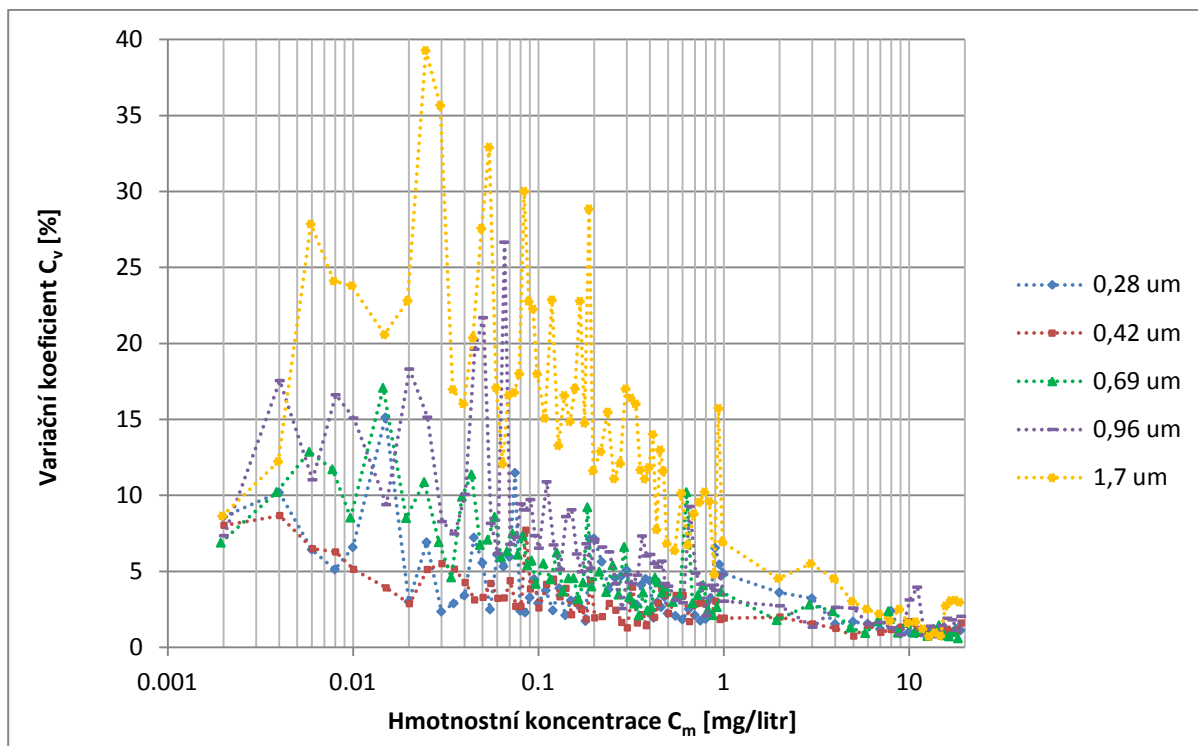
5.7.7 Opakovatelnost a relativní chyba měření

Opakovatelnost měřicí metody pro hodnocení lokální efektivity filtrace je vyjádřena jako variační koeficient, který je vypočten ze směrodatné odchylky a průměrné hodnoty zvoleného výběru hodnot podle (46). Pro stejnou koncentraci bylo pořízeno 10 snímků rozptýlených částic, ze kterých bylo získáno 10 hodnot úrovně šedi pixelů ve zvolené vyhodnocovací oblasti. Z těchto deseti hodnot pak byla vyjádřena průměrná hodnota, směrodatná odchylka a nakonec variační koeficient, který v závislosti na měřené koncentraci částic můžeme vidět v grafech na obr. 56. Pro výpočet variačního koeficientu byly použity obrazy z experimentu v kap. 5.5.2. Vyhodnocovací oblast byla zvolena na 5×5 pixelů. Z křivek lze usoudit, že pro takto malou vyhodnocovací oblast se variační koeficient pohybuje velmi vysoko a za bezpečnou koncentraci lze v tomto případě považovat až 1 mg/litr. Na obr. 57 můžeme vidět stejný graf vygenerovaný pro vyhodnocovací oblast velikou 20 pixelů. Pro takto velkou oblast se v celém rozsahu koncentraci pohybuje variační koeficient až na výjimku pod 10 %.

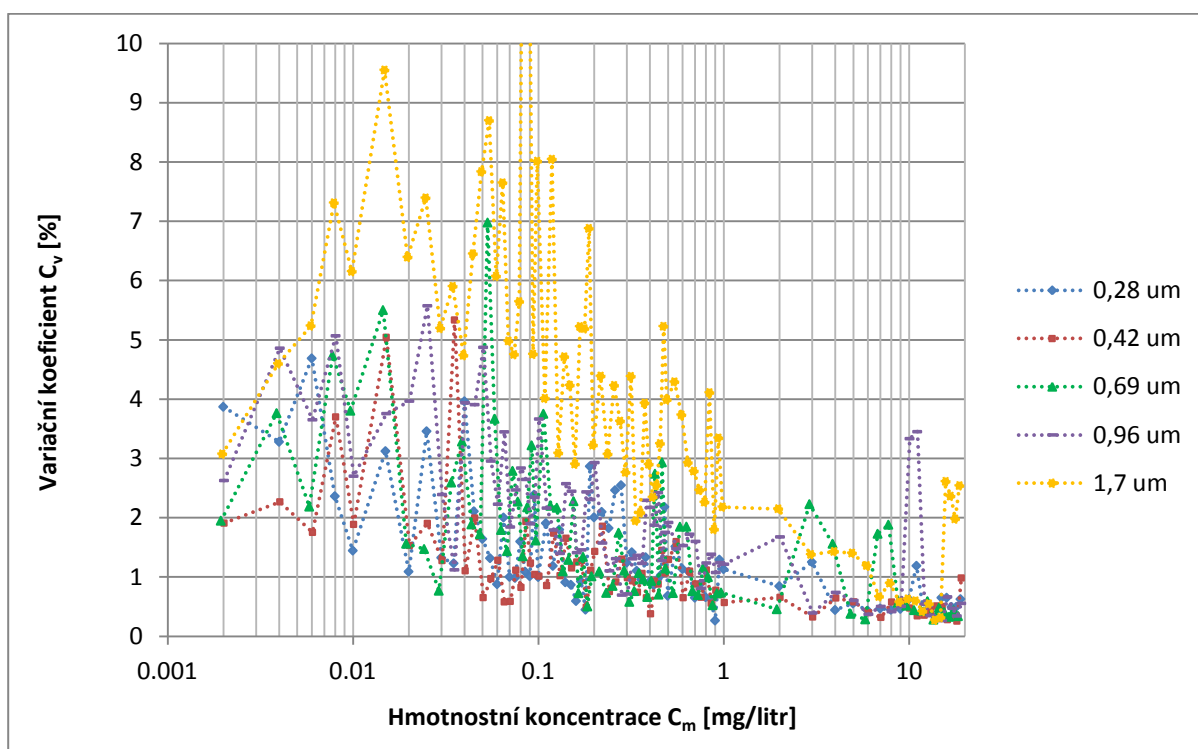
Dále byla změřena relativní chyba měření podle (45), kde je skutečná hodnota měření zjištěna matematickým výpočtem. Skutečná hodnota hmotnostní koncentrace částic je vypočtena z hmotnosti podaných částic a objemu připravené kapaliny. Relativní chyba měření byla potom vypočtena ze skutečné hmotnostní koncentrace připravené suspenze a naměřené hmotnostní koncentrace ve skleněné nádrži. Kalibrační konstanty měřicí aparatury byly již dříve získány v kap. 5.5.2. Pro všechny dostupné velikosti PS částic byla připravena hmotnostní koncentrace 100 $\mu\text{g/litr}$ a zaznamenán obraz. V softwaru ImageJ byla zvolena na stejném místě stejně velká vyhodnocovací oblast v laserovém řezu a určena průměrná hodnota digitální úrovně šedi pixelů. Dále podle (39) a znalosti offsetu (obrazu bez podaných částic) byla vypočtena naměřená hodnota koncentrace částic H_m . Tab. 13 shrnuje relativní chyby měření pro jednotlivé velikosti sytících částic. Z tabulky je vidět, že nejmenší chyby je dosaženo pro nejmenší velikost částic 0,28 μm , což potvrzuje fakt, že intenzita rozptýleného světla je pro tyto částice nejvyšší díky jejich vysokému počtu. Navíc je díky vysokému počtu částic zajištěn nižší variační koeficient. Relativní chyba měření se pro použité polystyrenové částice pohybuje kolem cca 5 %.

Velikost částic	Relativní chyba měření δ [%]
0,28 μm	1,8
0,42 μm	7,0
0,69 μm	3,4
0,96 μm	4,4
1,7 μm	6,0

Tabulka 13: Shrnutí relativní chyby měření pro měření hmotnostní koncentrace částic 100 $\mu\text{g/l}$.



Obrázek 56: Graf variačních koeficientů v závislosti na koncentraci částic, pro jejich různé velikosti, pro vyhodnocovací oblast velkou 5×5 px.



Obrázek 57: Graf variačních koeficientů v závislosti na koncentraci částic, pro jejich různé velikosti, pro vyhodnocovací oblast velkou 20×20 px.

5.7.8 Chyby, jejich zdroje a návrhy na zlepšení

V této kapitole jsou rozebrány zdroje těch nejvýznamnějších chyb doprovázejících každé měření a dále jsou ukázány metody vedoucí ke snížení vlivu těchto chyb na naměřené výsledky. Diskutované chyby jsou zejména: chyby způsobené bublinami vzduchu, odrazy světla od filtračního kanálu, chyby laserového řezu.

Bubliny vzduchu v proměřovaném médiu zanášejí do měření koncentrace částic chyby tím, že se na snímcích z kamery chovají jako testovací částice. Intenzita rozptylu světla na bublinách navíc mnohonásobně převyšuje intenzitu světla na testovacích částicích, jelikož jsou bubliny řádově větší. Největší vliv mají bublinky vzduchu u nízkých koncentrací a submikronových částic např. při testování nanovláknenných filtračních materiálů. Možnosti jak tomu čelit jsou v zásadě dvě: buď zamezit produkci a přístup těchto bublinek do měřené oblasti nebo odfiltrovat světlo, které se na nich rozptyluje. Počet bublin se sníží dobrým odvodu vzdušným filtrační aparatury před zahájením měření nebo přidáním dodatečného filtru, který nadmikronové bubliny separuje a na testovací submikronové částice přitom nemá vliv. Produkci bublin vzduchu lze omezit už dobrým návrhem filtrační aparatury, kde klíčovou roli hraje zejména čerpadlo. Čerpadlo by nemělo vodu rozmíchávat a příliš vířit, ale pouze tlačít kupředu, což splňují pouze objemová čerpadla, např. peristaltické pumpy nebo zubová či šneková čerpadla. Další alternativou může být použití tlakového vzduchu jako síly k protlačení vody přes testovaný filtr nebo připojení vývěvy, která je vhodná z hlediska vyčerpání vzduchu z vody. V praxi je běžné vyčerpání rozpuštěného vzduchu ze vzorku kapaliny u přístrojů pro analýzu mikroskopických částic v kapalinách.

Rozlišit světlo rozptylované od testovacích částic od světla na bublinách vzduchu je možné použitím fluorescenčních částic vyzařujících světlo o jiné vlnové délce než je světlo dopadající. Digitální kamera je potom opatřena barevným filtrem, který propustí pouze fluorescenční světlo od testovacích částic a světlo rozptýlené od bublin se na čip kamery nedostane. To samé platí o odrazech světla od filtračního kanálu nebo od dalších cizorodých částic přítomných v kapalině.

Černěním povrchů v blízkosti laserového řezu se sníží světelný šum a zvýší citlivost měřicí metody. Laserový řez je nutné po průchodu vyšetřovanou oblastí dobře odstínit laserovým pohlcovačem zajišťujícím minimální odraz zpět do měřicího kanálu. K zamezení odrazů světla je možné použít černou látku nebo černý semiš. Obrazy bublin na snímcích z kamery lze i částečně digitálně filtrovat metodou oříznutí v rovině digitálních hodnot šedi pixelů, jelikož jejich světlost obvykle převyšuje okolí, kap. 5.4.4.

Chyby zapříčiněné testovacími částicemi jsou z velké části eliminovány kalibrací filtrační aparatury. Částice nemusí mít vhodný tvar nebo optické vlastnosti, mohou plavat nebo naopak klesat ke dnu, shlukovat se a bobtnat nebo se naopak rozpadat a ulpívat na povrchu filtračního kanálu. K omezení těchto problémů vybíráme vhodné stabilní částice. Velmi dobře se osvědčily polystyrenové monodisperzní mikročástice. Snížením povrchového napětí vody surfaktantem nebo smísením s jinou kapalinou o nižším povrchovém napětí lze omezit ulpívání částic na stěnách filtračního kanálu a jejich shlukování.

Chyby způsobené nerovnoměrným rozložením intenzity světla v laserovém řezu, chyby objektivu a CCD čipu kamery jsou eliminovány kalibrací. Avšak velké riziko se skrývá ve změně podmínek mezi kalibrací a vlastním měřením. Optická metoda měří správně pouze tehdy, pokud jsou tyto podmínky naprosto totožné. Vliv některých parametrů na výsledek měření byl už rozebrán v kap. 5.6. Velký požadavek je kladen zejména na časovou stálost výkonu laseru, jehož intenzita je přímo úměrná naměřenému výsledku. S tím souvisí zajištění kvalitního chlazení laserového modulu a dostatečně dlouhá časová prodleva mezi spuštěním laseru a vlastním měřením z důvodu ustálení pracovní teploty.

Během měření efektivity filtrace je nutné zajistit stabilní koncentraci částic na náletové straně filtru. V případě fluktuací koncentrace na náletové straně filtru je obtížné ty samé částice proslé skrz filtr detekovat na čisté straně filtru a změřit tak skutečnou aktuální efektivitu filtrace. Předpoklad stabilní koncentrace částic na náletové straně filtru výrazně usnadní obrazovou analýzu.

5.8 Srovnání měřicích metod

Sestrojená měřicí aparatura je v této kapitole porovnána s na trhu dostupnými měřicími přístroji. Měřicí aparatura je porovnána v několika směrech: s přístroji pro testování filtračních materiálů, s přístroji pro analýzu mikroskopických částic a nakonec s vizualizačními metodami.

Měřicí aparatury pro testování vodních filtrů zpravidla obsahují dva tlakové snímače pro určení tlakového spádu na filtru, průtokoměr pro vyjádření propustnosti filtru a odběrná místa jak na náletové straně filtru, tak na čisté straně. Filtrační tratě jsou koncipovány buď na dlouhodobé vícedenní testy, nebo na krátkodobé experimenty v řádu desítek minut. V obou případech je výhodné zajistit konstantní průtok testovaným filtrem buď objemovým čerpadlem, nebo aktivním řízením běžné pumpy. Vzorky vody, které jsou odebrány během testování filtru, jsou podrobeny analýze a tím jsou získány informace o znečištění vody před a za filtrem, z čehož vyplývá efektivita filtrace. Místo odběrných míst je možné implementovat sondy OPC, které pak měří online jak PSD částic na obou stranách filtru, tak online vypočítají i počtově nebo hmotnostně váženou efektivitu filtrace v čase.

Měřicí přístroj	Průtok [l/min]	Tlakový spád [kPa]	Možnost odebrat vzorky kapaliny	Optický přístup k filtru	Zajištění konstantního průtoku
Vodní měřicí aparatura s optickým přístupem k filtru	0 – 10 (20)	0 - 50 (100)	ano	ano	ano
Aparatura pro dlouhodobé testování membrán	0 - 20	0 - 1000	ano	ne	omezeně
Aparatura pro testování čistitelných filtrů	0 - 10	0 - 20	ano	omezený	omezeně

Tabulka 14: Srovnání vodních testovacích aparatur nacházejících se na Technické Univerzitě v Liberci.

Vodní měřicí aparatury jsou konstruovány s ohledem na typ proměřovaného materiálu, koncentraci znečištění kapaliny, průtok a tlakový spád. Např. membránové filtry jsou testovány při vysokých tlakových spádech (až jednotky MPa), nízkých průtocích (cca jednotky litrů za minutu) a nízkém znečištění (desítky až stovky $\mu\text{g/litr}$). Membrány slouží především jako poslední stupeň filtrace pro získání destilované nebo deionizované vody. Hrubší mikrovláknenné filtry mají odlišné provozní podmínky: velký průtok, malý tlakový spád a používají se zejména k separaci hrubších nadmikronových nečistot. Nově vyvíjené nanovláknenné materiály se pohybují uprostřed a spíše inklinují směrem k membránám. Sestrojená filtrační aparatura je vhodná právě k testování nanovláknenných filtrů, průtok lze nastavit od 0 do 10 litrů/min a tlakový spád může dosahovat 100 kPa (filtrační kanál první generace) nebo 50 kPa (druhá generace). Aparatura obsahuje odběrná místa a navíc je zajištěn optický přístup do prostoru kolem testovaného filtru. Vodní aparatura je z hlediska svých parametrů plnohodnotný měřicí přístroj, který má rezervy pouze v nižším dosažitelném tlakovém spádu, kvůli skleněnému filtračnímu kanálu zajišťujícímu optický přístup k testovanému filtru. Měřicí aparatura umožňuje také automatickou aktivní regulaci průtoku tak, aby zůstal nastavený průtok konstantní. Srovnání aparatur nacházejících se v laboratoři filtrací na

Technické Univerzitě v Liberci je uvedeno v tab. 14. Běžně vyráběné systémy pro testování filtrů disponují podobnými parametry.

Optická metoda je srovnána s ostatními metodami vizualizace proudění a hodnocení mikroskopických částic, které jsou podrobněji popsány v kap. 3. Tyto metody měření detekují mikroskopické částice v kapalině a identifikují jejich vlastnosti, zejména počet (koncentraci), velikost a tvar. Další metody nejsou zaměřeny přímo na vlastnosti přítomných částic, ale vizualizují a charakterizují celé děje probíhající v kapalinách. V tab. 15 je uvedeno srovnání nejpoužívanějších měřících metod především z hlediska velikostí detekovaných částic a jejich koncentrace představující nejdůležitější kritéria ve filtracích. Pro měření koncentrace a velikosti částic jsou hojně využívány OPC. OPC na kapaliny jsou ovšem v praxi mnohem méně zastoupeny než např. OPC na vzduch. Z toho plyne velmi limitovaný výběr přístrojů, omezené rozsahy měření a vysoké pořizovací náklady. Detekce částic je v kapalinách složitější kvůli možné přítomnosti bublin vzduchu a horších optických vlastností proměřovaných kapalin. Běžné online typy OPC spolehlivě měří nadmikronové částice v kapalině a u vzduchu je rozsah od cca 0,1 μm .

Měřicí metoda	Velikost částic [μm]	Koncentrace	Měření koncentrace / velikosti / tvaru částic / prostorové rozlišení
Optická metoda	0,28 – 10* 0,1 – 100** *vyzkoušený rozsah **předpokládaný rozsah	0,04 – 2,6 · 10 ³ $\mu\text{g/l}^*$ 0,1 – 6,5 · 10 ³ $\mu\text{g/l}^{**}$ (3,3 · 10 ² – 2,2 · 10 ⁸ částic / cm^{-3})* (3,7 · 10 ¹ – 2,4 · 10 ⁷ částic / cm^{-3})** *PS částice 0,28 μm **PS částice 1,7 μm	ano / ne / ne / ano
OPC [Topas 2015]	1,5 – 100 2 - 200	1 – 5 · 10 ³ částic / cm^{-3} 1 – 2 · 10 ⁴ částic / cm^{-3}	ano / ano / ne / ne
DLS [Malvern 2013]	0,001 - 1	0,001 - 10 g/l	ne / ano / ne / ne
LD [Malvern 2013]	0,1 - 1000	0,001 - 10 g/l	ne / ano / ne / ne
Shadow sizing [Malvern 2013]	1 - 5000	10 – 1 · 10 ³ částic / cm^{-3}	ano / ano / ano / ne
PDA [Dantec 2011]	1 - 500	1 - 3 · 10 ⁴ částic / cm^{-3}	ano / ano / částečně / ne
PLIF [Dantec 2011]	0,001 - 0,01 (roztoky)	do 50 $\mu\text{g/l}$	ano / ne / ne / ano
PIV [Dantec 2011]	1 - 500	0,002 - 0,1 v/v 2 - 100 g/l	ne / ne / ne / ano
IPI [Dantec 2011]	5 - 500	0,002 - 0,01 v/v 2 - 10 g/l	ne / ano / ne / ano

Tabulka 15: Srovnání metod pro vizualizaci proudění a měření velikosti a koncentrace částic.

Měřicí metody jako DLS a LD jsou primárně orientovány na charakterizaci velikosti částic a částečně lze identifikovat i jejich tvar. Tyto metody jsou velmi silným nástrojem zejména v oblasti submikronových částic, kde jsou využívány pro offline identifikaci vzorků kapalin, které mohou být odebrány z filtrační tratě během experimentů. To samé více méně platí o metodě Shadow sizing. I když má tato metoda značné prostorové rozlišení, výsledek má opět integrálně vypovídající hodnotu. PDA je laserová anemometrická metoda měřící zejména bodovou rychlost proudění. Za určitých podmínek dokáže měřit velikost a koncentraci částic.

Vyvíjená optická metoda měření má velmi blízko k vizualizačním a měřicím metodám využívající ke své činnosti laserový řez. Tenká laserová rovina slouží jako 2D sonda nahlížející na proudění a digitální kamerou je celý tento děj zaznamenáván. Rychlost proudění v laserovém řezu lze měřit metodou PIV a metoda IPI určuje i velikost částic. Metoda PLIF je využívána k prostorovému hodnocení koncentrace, teploty nebo pH fluorescenčních roztoků. První experimenty byly právě provedeny za pomoci těchto metod měření [Jašíková 2009, Jašíková 2010]. Tyto metody jsou robustní a nejsou primárně určené k testování filtrů.

6 Vybrané výsledky z experimentů

V této kapitole jsou shrnuty vybrané výsledky experimentů názorně demonstrující schopnosti vizualizační a měřicí metody pro hodnocení filtračního procesu. Většina experimentů už byla zveřejněna v dřívějších publikacích autora. Nejprve je ukázáno využití vizualizace filtračního procesu v různých experimentálních uspořádáních. Případy hodnocení lokální efektivity filtrace v čase jsou zpracovány ke konci této kapitoly.

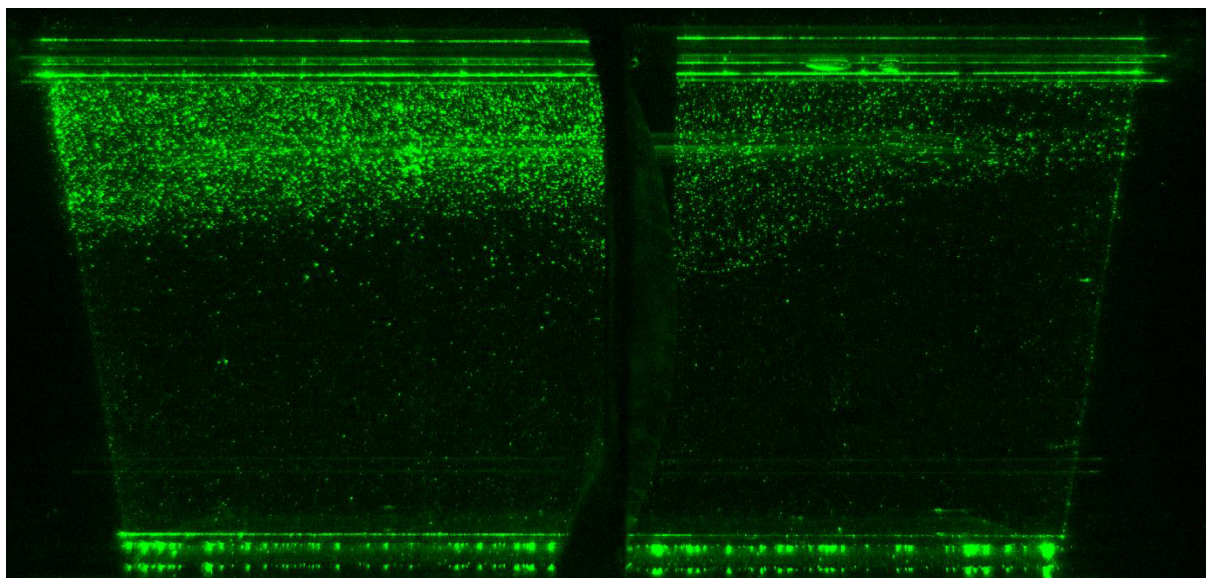
6.1 Vizualizace filtračního procesu

6.1.1 Vizualizace ve filtračním kanálu první generace

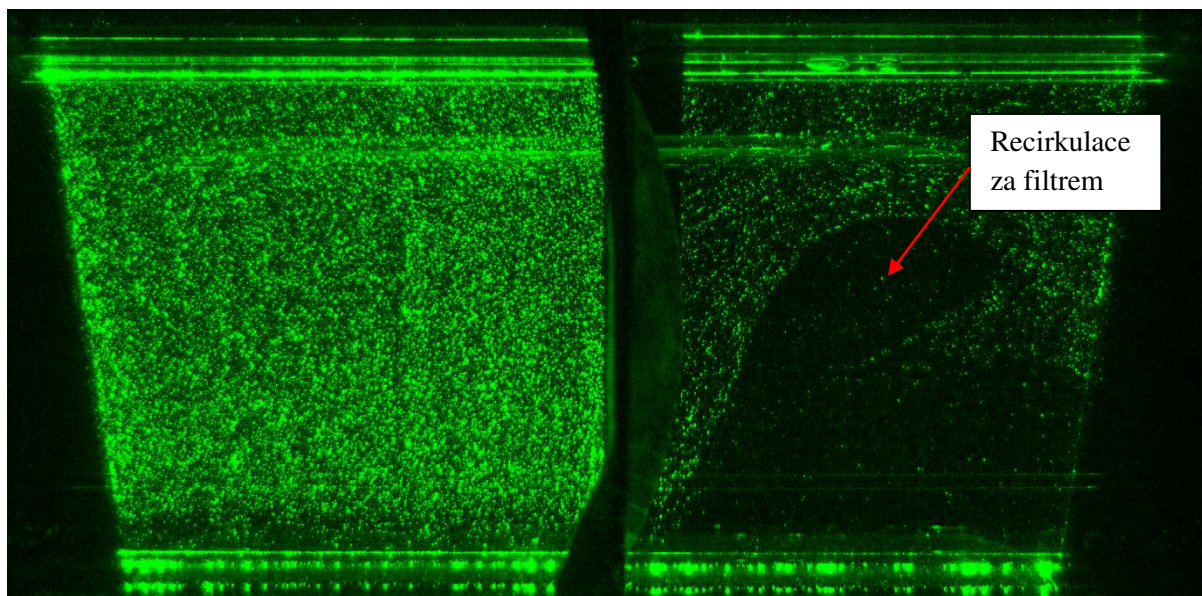
Do filtrační aparatury byl upnut mikrovlákněný filtrační materiál, jehož parametry jsou shrnuty v tab. 16. Jako trasovací částice byly použity 10 μm skleněné duté postříbřené kuličky s vlastnostmi pospanými v tab. 1. Na obr. 58 je vidět, že po přidání částic do filtračního okruhu jsou částice rozptýleny nerovnoměrně, což vypovídá o vyšší rychlosti proudění v horní polovině kanálu než v té dolní. Takto nesymetrický rychlostní profil byl už naměřen a popsán v kap. 5.7.1 a je způsoben přítomností pravoúhlých ohybů na koncích filtračního kanálu. Z toho důvodu se za filtrem po čase vytvořila mohutná recirkulace, obr. 59., která znemožňuje měřit lokální efektivitu filtrace testovaného filtru. Aparatura byla na základě tohoto testu doplněna o clony a soustavu tenkých trubek tak, aby byl zajištěn symetrický rychlostní profil v okolí měřeného filtru. Další experiment se stejnou textilií a částicemi již ukázal rychlostní profil média bez recirkulací za testovaným filtrem, obr. 60.

Velikost vláken	Technologie výroby	Plošná hmotnost	Průměr vláken	Maximální a průměrný pór	Tloušťka vrstvy	Materiál
Mikrovlákná	Melt-blown	15 g/m ²	1,01 – 2,5 μm	43 μm , 7 μm	5 μm	polypropylen
Nanovlákná	Nanospider	0,34 g/m ²	50 – 500 nm	16 μm , 1,2 μm	jednotky μm	polyamid

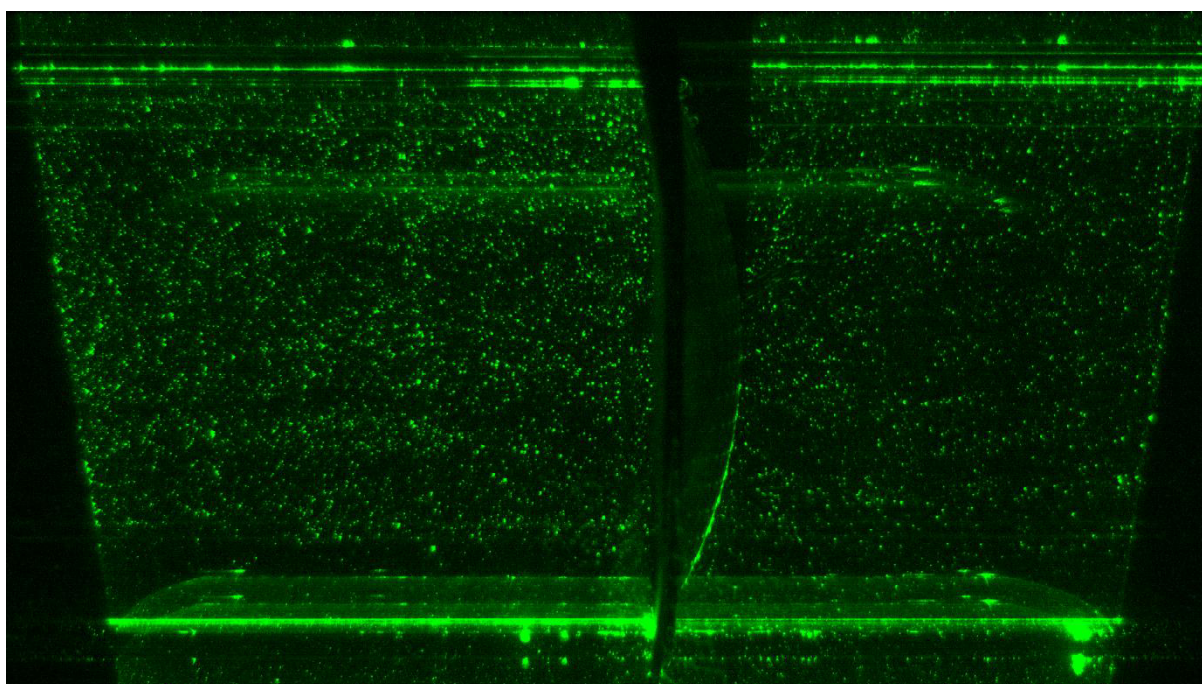
Tabulka 16: Vlastnosti použitých filtračních materiálů



Obrázek 58: Snímek filtračního procesu s nerovnoměrně rozptýlenými částicemi vlivem nesymetrického rychlostního profilu.

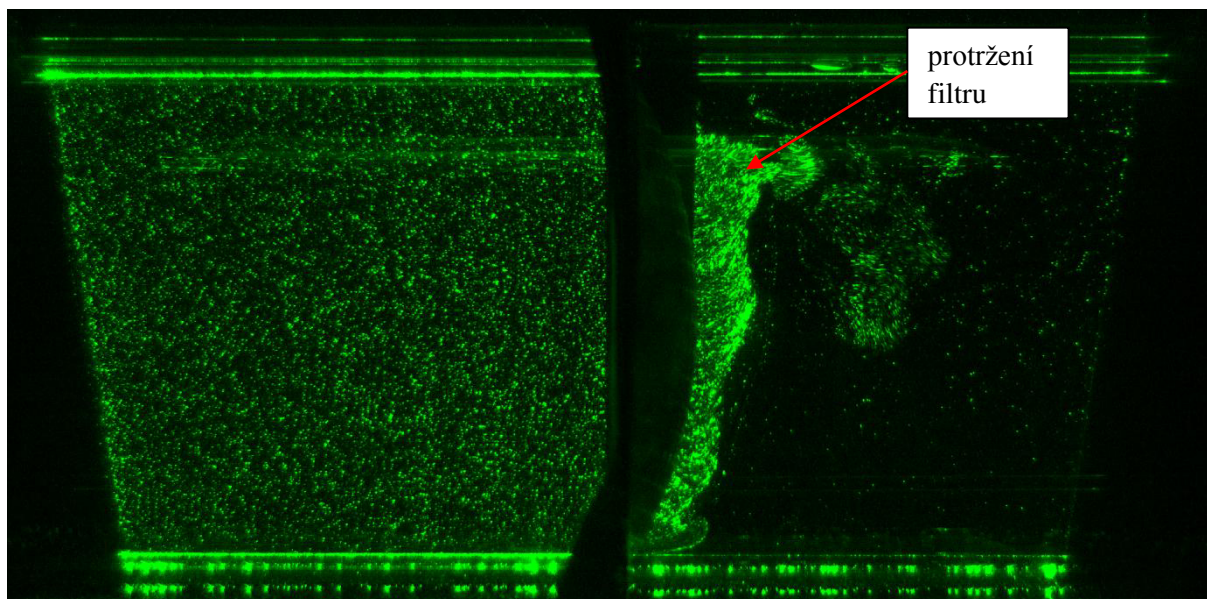


Obrázek 59: Snímek filtračního procesu s vytvořenou recirkulační zónou za filtrační textilí z důvodu silné nesymetrie rychlostního profilu před filtrem.

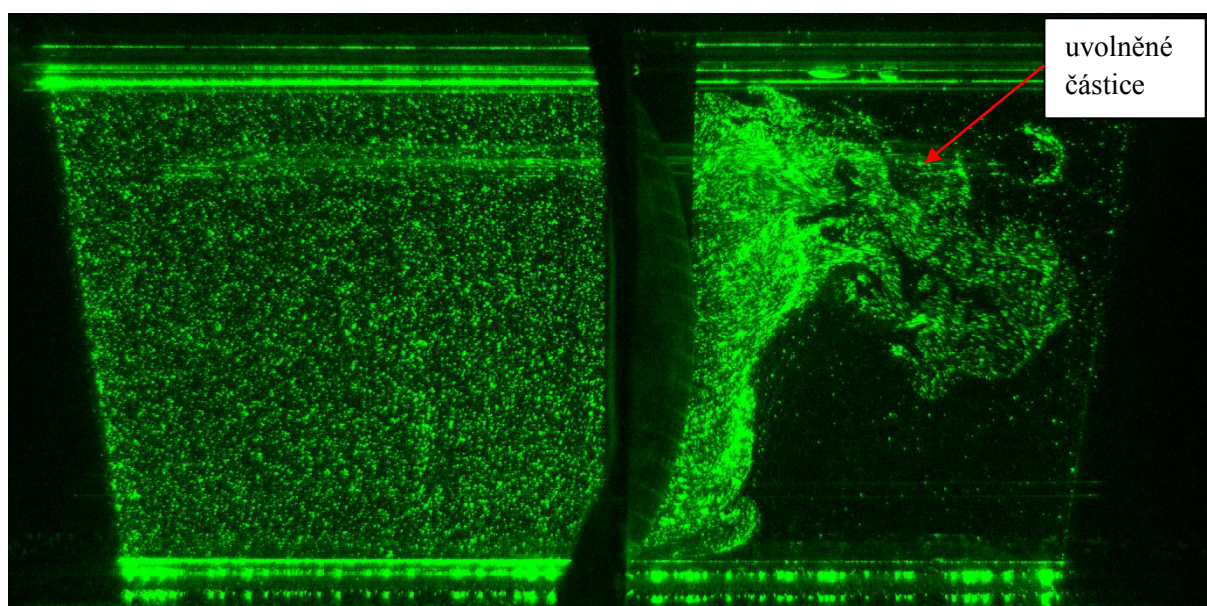


Obrázek 60: Snímek filtračního procesu mikrovlákněné textilie prostého velkých vírů.

Na obr. 61 je vidět, co se děje za filtrem bezprostředně po skokovém zvýšení průtoku filtrační textilí a následně tlakového spádu. Částice ulpělé na náletové straně filtru jsou okamžitě uvolněny do čistého prostoru za filtrem a kontaminují ho. Zároveň dochází k částečnému poškození filtrační textilie v její horní polovině. Obr. 62 ukazuje postupující závoj uvolněných částic do čistého prostoru za filtrem.

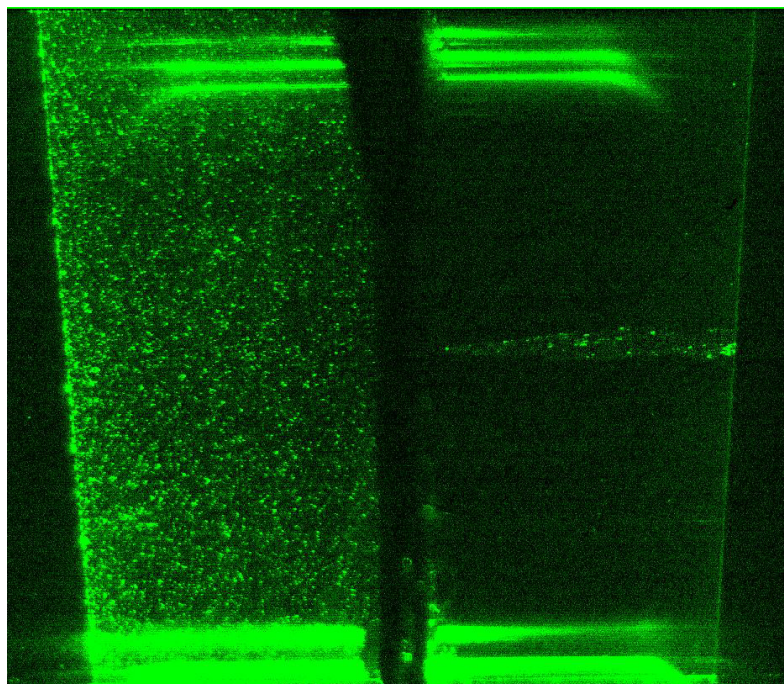


Obrázek 61: Snímek filtračního procesu těsně po skokové změně průtoku.



Obrázek 62: Další snímek filtračního procesu po skokové změně průtoku.

Obr. 63 demonstruje vizualizaci filtračního procesu protržené nanovlákněné textilie s parametry vypsány v tab. 16. Byly použity 5 μm polyamidové trasovací částice podrobněji popsány v tab. 1. Textilie byla uprostřed záměrně poškozena jehlou. Na čisté straně filtru je zřetelný kužel nasvícených částic, který kontaminuje prostor za filtrem. Tyto experimenty ukazují, jak lze na základě vizualizace filtračního procesu zkoumat děje probíhající v okolí testovaného filtru a v případě potřeby na ně reagovat např. úpravou filtrační aparatury nebo vývojem nových materiálů.

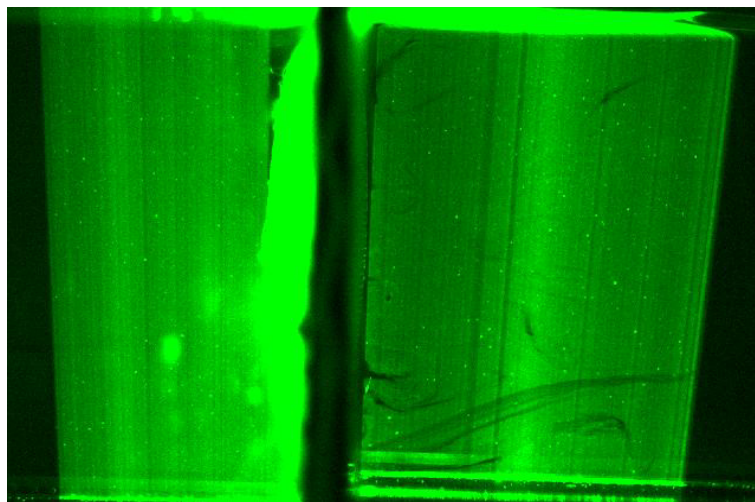


Obrázek 63: Snímek filtračního procesu na poškozené nanovlákněné textilii.

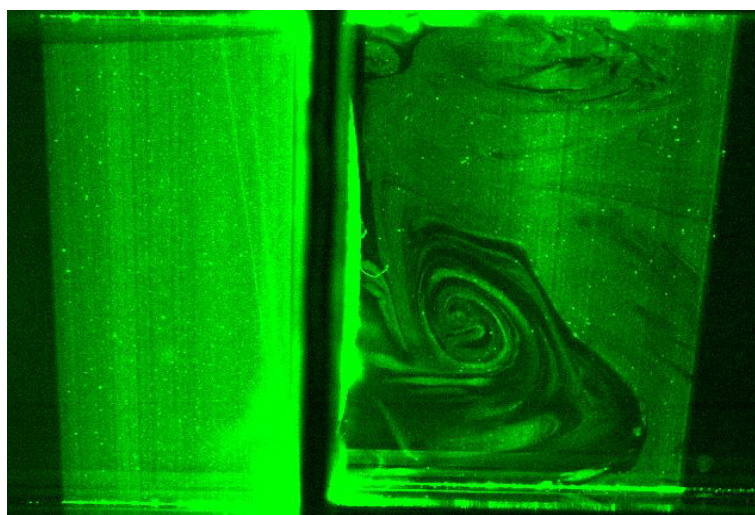
6.1.2 Vizualizace ve filtračním kanálu druhé generace

Ve filtračním kanálu byl vizualizován filtrační děj na nanovlákněné textilii s parametry uvedenými v tab. 16. Jako testovací částice byly použity kulové monodisperzní polystyrenové mikročástice velké 0,28 μm , 0,42 μm a 0,69 μm o hmotnostní koncentraci 100 $\mu\text{g/litr}$. Na obr. 64 je vidět filtrační proces při separaci 0,28 μm velkých částic. Textilie propouští takto malé částice ve všech svých místech téměř rovnoměrně. Z obr. 65 je vidět, že proudění za textilií obsahuje vírové struktury, které jsou způsobeny lokálními místy s vyšší propustností. Na obr. 66 je vidět filtrační děj prostý velkých vírů. Světlé a tmavé proužky na čisté straně filtru znázorňují vyšší a nižší koncentraci částic, které signalizují laminární proudění, kdy nedochází k promíchávání kapaliny mezi jednotlivými vrstvami. Pouze za předpokladu proudění bez recirkulace lze získat relevantní informace o lokální efektivitě filtrace testovaného filtru.

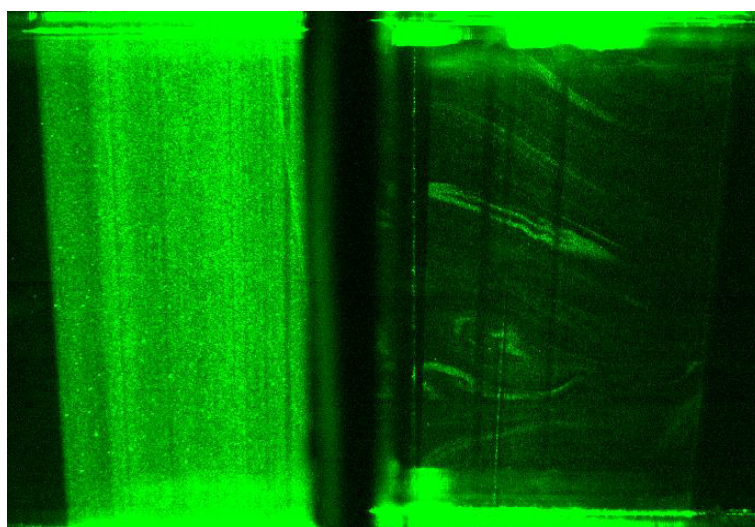
Ze snímků je dále vidět, že je filtrační textilie značně nehomogenní a obsahuje místa s velkými póry, kde dochází k prostupu submikronových částic na čistou stranu filtru. Také si můžeme všimnout, že PS částice velké 0,69 μm jsou filtrovány s podstatně větší účinností než částice velké 0,28 μm . Použitá nanovlákněná filtrační textilie obsahuje maximální póry o rozměrech 15,45 μm a průměrná velikost póru je 1,24 μm , Tab. 16. Hodnoty velikosti póru byly získány bublinkovou metodou na přístroji Macropulos 55. I když má filtrační textilie průměrnou velikost pórů téměř dvojnásobně velkou oproti 0,69 μm velkým částicím, jsou tyto částice separovány s velmi dobrou účinností. Tento jev může být způsoben tím, že dvě částice dorazí ve stejný okamžik do jednoho póru a uvíznou v něm. Takový pór zřejmě nemá ideální 2 D strukturu jako síto, ale je protáhlý, což zvyšuje jeho separační účinnost. Částice velké 0,42 μm jsou separovány podstatně hůře. Jakmile je velikost částic ještě menší (0,28 μm), efektivita filtrace poklesne téměř k nule. Podobné výsledky byly naměřeny i v [Homaeigohar 2010].



Obrázek 64: Filtrační děj na nanovlákněné textílii během filtrace 0,28 µm částic.



Obrázek 65: Filtrační děj na nanovlákněné textílii při filtraci vody sycené PS částicemi 0,42 µm.



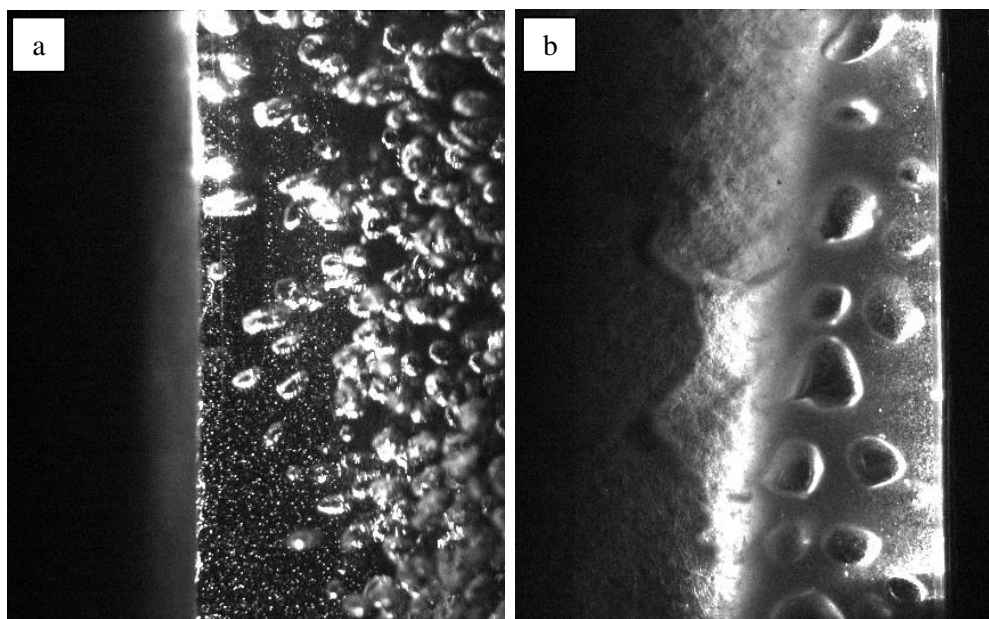
Obrázek 66: Filtrační děj na nanovlákněné textílii během filtrace 0,69 µm PS částic.

6.1.3 Čištění filtru bublinami vzduchu při filtraci odpadních vod

Úkolem tohoto experimentu bylo vizualizovat děje probíhající v okolí filtrační textilie čištěné od filtračního koláče bublinami vzduchu. Experiment byl proveden jak s modelovým znečištěním skleněnými mikročásticemi o velikosti 10 μm , tak s dodanou odpadní vodou. Odpadní voda byla získána z čistírny odpadních vod od firmy BMTO. Nastavení kamery: rozlišení 960 x 538 px, rychlost 52 fps, závěrka 1 ms, zesílení 630, clonové číslo objektivu $f_{\#} = 4,2$ (Samyang 35 mm, F1,4).

Snímky z kamery na obr. 67 ilustrují velikost a množství bublin stoupajících vzhůru ze vzduchovacího tělíska podél filtrační textilie a také jejich vzdálenost od filtru. V případě filtrace odpadní vody zabraňují vzduchové bublinky usazování a ucpávání filtrační textilie a navíc dodávají bakteriím žijícím v odpadní vodě kyslík, který potřebují ke své činnosti požíráni znečišťujících látek. Filtrační textilie už má pouze za úkol vyfiltrovat tyto bakterie a jejich odpadní produkty a získat tak užitkovou vodu. Místo odpadní vody byly použity i umělé skleněné mikročástice velké 10 μm , které se používají pro měření PIV metodou. Modelové znečištění vody mikročásticemi dovolilo pozorovat filtrační děj kdekoli na textilií, což nešlo během použití silně koncentrované odpadní vody. Bubliny vzduchu v odpadní vodě mají mnohem větší velikost než v destilované vodě sycené modelovými částicemi. Počet bublin je v odpadní vodě menší a jejich rychlost je také nižší.

Tento experiment měl především demonstrovat možnosti vizualizace proudění v okolí filtrační textilie určené pro čističky odpadních vod. Výsledkem je, že metodou vizualizace proudění je možné nahlédnout na proudění i při silném sycení kapaliny bublinami vzduchu. Bubliny vzduchu komplikují vizualizaci filtračního procesu, a pokud je navíc použit reálný kal z čističky odpadních vod s velmi špatnými optickými vlastnostmi, stává se vizualizace filtračního procesu velmi náročnou disciplínou.

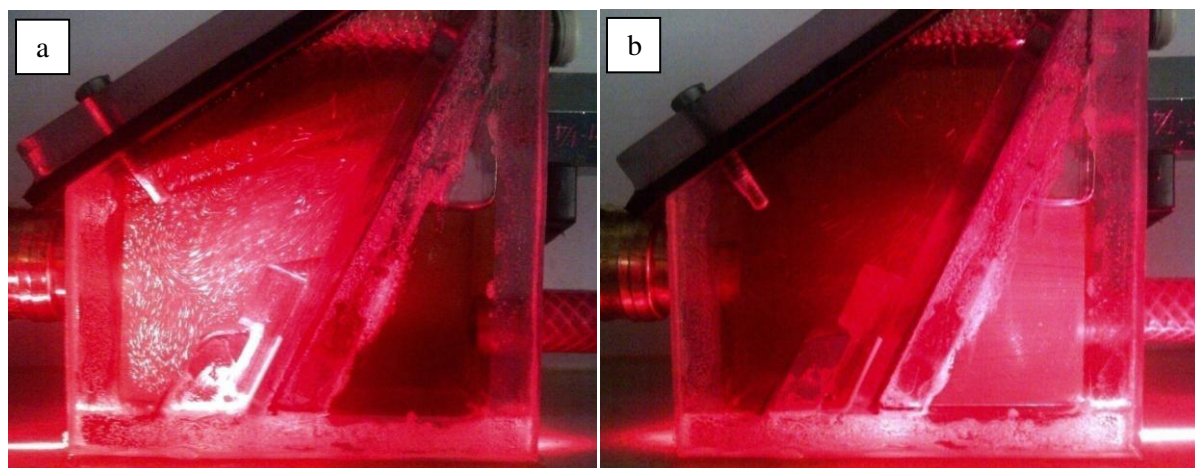


Obrázek 67: Snímek z kamery ukazující čištění filtru probubláváním a) při filtraci skleněných mikročástic ve vodě, b) v odpadní vodě.

6.1.4 Vizualizace procesu filtrace bionafy

Ve spolupráci s Ing. Jakubem Hrůzou, Ph.D. byla postavena filtrační aparatura pro separaci bublin vzduchu z motorových paliv. Pro vizualizaci filtračního procesu byl Dr. Hrůzou vytvořen filtrační kanál s optickým přístupem. Testovaný filtr je ve filtračním kanálu mírně nakloněn tak, aby docházelo

k účinnější separaci vzduchu. Na tomto zařízení byla vyzkoušena různá motorová paliva: nafta motorová, bionafta, benzín motorový, petrolej letecký a methylester řepkového oleje.

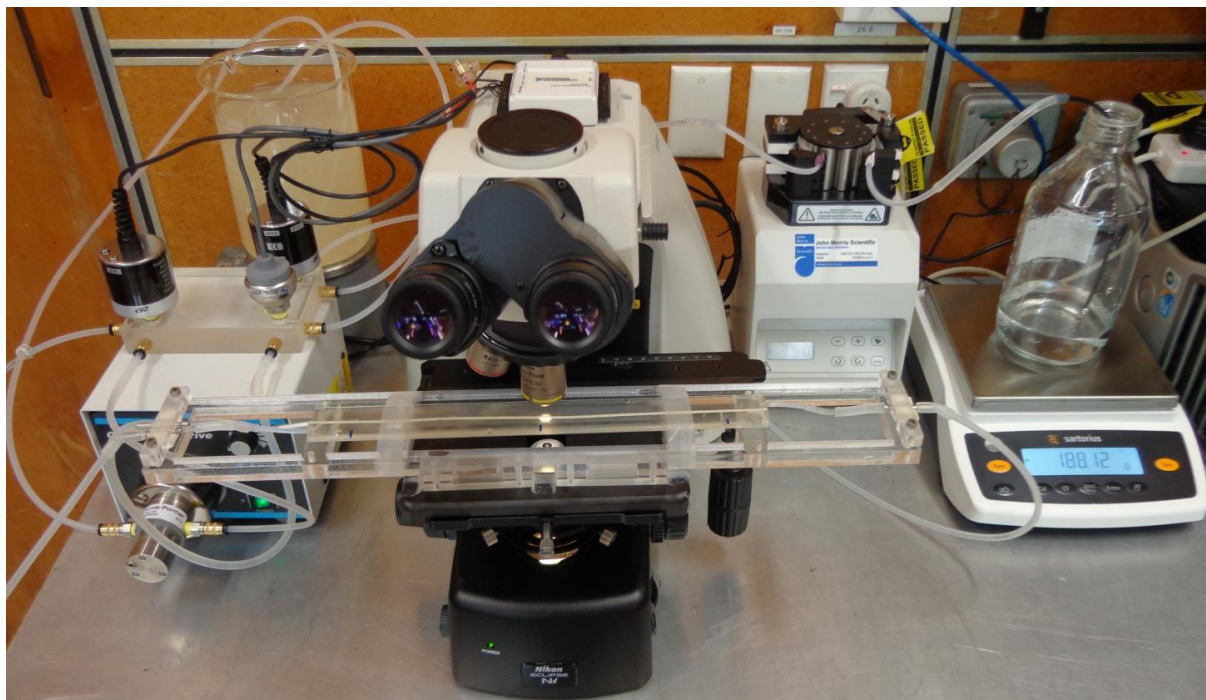


Obrázek 68: Vizualizace náletové (horní obrázek.) a čisté strany filtru (dolní obrázek) laserovým řezem při separaci bublin vzduchu z bionafty.

Na obr. 68 je vidět příklad vizualizace separace bublin vzduchu z bionafty. V tomto případě byl použit červený laserový řez o vlnové délce světla 660 nm s Gaussovským průběhem intenzity světla napříč laserovou rovinou. Bionafta tuto vlnovou délku nejméně pohlcuje, nicméně použitím červeného světla ztrácíme citlivost digitální kamery, která je cca poloviční oproti světlu o vlnové délce 532 nm, kap. 4.4.2. Nakonec se ukázalo, že laserový zdroj o výkonu 200 mW zajistil dostatečnou intenzitu rozptýleného světla na bublinkách vzduchu o velikostech desítek mikrometrů. Z důvodu komplikovaného optického přístupu do filtračního kanálu byla vizualizována nejdříve náletová strana filtru, kde se vyskytují bubliny vzduchu v bionaftě a poté čistá strana filtru prostá bublin vzduchu. Tímto experimentem byla prokázána filtrační účinnost testovaného filtru a použitelnost metody vizualizace filtračního procesu. Obrazovou analýzou snímků z kamery je možné dále filtrační proces kvantifikovat a vyjádřit efektivitu filtrace.

6.1.5 Vizualizace zanášení membrán

Vizualizace zanášení membrán byla hlavním tématem v rámci autorovi zahraniční stáže na The University of Auckland ve spolupráci s Dr. Filiciou Wicaksanou. Vizualizace v tomto případě pracuje na principu optické mikroskopie, více v kap. 3.1.5. Během filtrace vody vlákennou membránou bylo sledováno zanášení povrchu této membrány částicemi bentonitu rozptýlených v deionizované vodě. Vlákenná membrána vlepená do skleněného filtračního kanálu a sonda mikroskopu jsou vidět na obr. 69. Filtrační kanál je typu cross-flow a během experimentů byl zajištěn konstantní průtok filtrační membránou a měřen tlakový spád. Průtok byl měřen pomocí digitálních vah a konstantní průtok byl zajištěn peristaltickou pumpou. Pomocí optické mikroskopie byla měřena lokální tloušťka filtračního koláče a její vývoj v čase a měřena rychlost částic v okolí testované membrány.



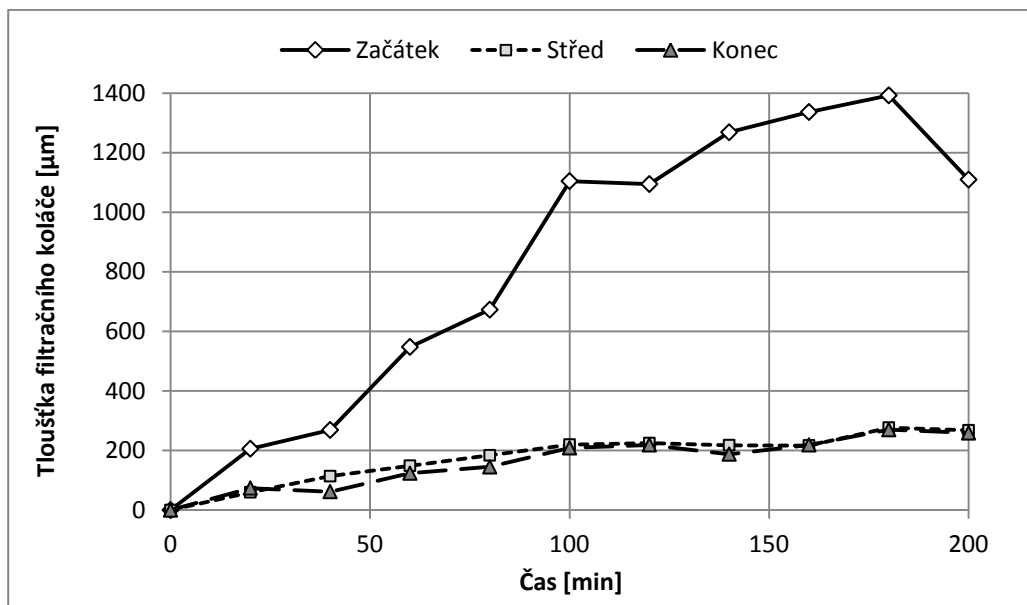
Obrázek 69: Fotografie filtrační aparatury s vláknou membránou vlepenou do filtračního kanálu.

Na snímcích z digitální kamery je kromě tloušťky filtračního koláče i jasně patrná konzistence filtračního koláče, obr. 70. Na začátku experimentu je povrch membrány čistý, dále se objeví velmi propustný lehký filtrační koláč složený ze shluků částic bentonitu. V průběhu filtrace je koláč čím dál více hutnější, tmavší, ucelenější a nepropustnější. Pokud dochází ke změnám filtračních parametrů, může být filtrační koláč složen z vrstev o různých vlastnostech.



Obrázek 70: Ukázka snímků filtračního koláče na membráně při filtraci bentonitu.

Na obr. 71 je k vidění časový graf tloušťky filtračního koláče v různých místech vlákné membrány. Snímky z digitální kamery upevněné k mikroskopu byly podrobeny obrazové analýze a pomocí měřítka byla vyjádřena tloušťka filtračního koláče. V tomto případě byla tloušťka určena ručně, ale v průběhu stáže byl vyvinut software zajišťující poloautomatickou obrazovou analýzu. Tloušťka filtračního koláče je největší v místě sání a nejmenší na zalepeném konci vlákné membrány, což představuje typický případ chování membrány při filtraci. Růst filtračního koláče lze omezit nastavením velké průtokové rychlosti nebo přidáním bublin vzduchu či aplikací ultrazvuku.



Obrázek 71: Grafy tloušťky filtračního koláče v čase pro různá místa na vlákně membráně dlouhé 50 cm při rychlosti vody kolem membrány 18 mm/s a průtoku 60 LMH (litr na metr čtverečný za hodinu).

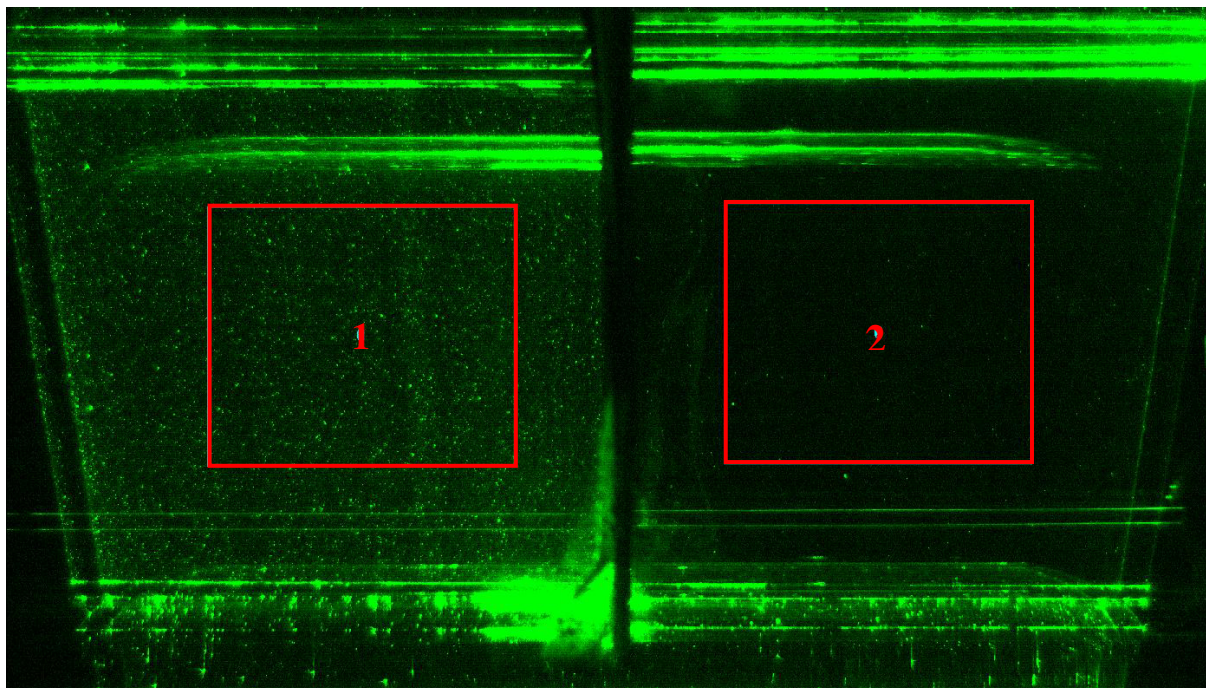
6.2 Hodnocení efektivity filtrace

V této kapitole jsou uvedeny vybrané experimenty demonstrující využitelnost metody hodnocení filtračního procesu v praxi. Experimenty byly provedeny na vodní filtrační aparatuře s filtračním kanálem první i druhé generace. Byly použity stejné klíčové komponenty rozebrané v kap. 5.3.

6.2.1 Měření efektivity filtrace v čase

K experimentu byly použity dvě filtrační textilie uvedené v tab. 16 a dva typy trasovacích částic popsaných v tab. 1. Mikrovlákněná textilie byla testována skleněnými částicemi o průměru 10 μm v koncentraci 0,3 mg/l a nanovlákněná textilie 5 μm polyamidovými částicemi o stejné hmotnostní koncentraci. Oba experimenty byly provedeny na filtračním kanále první generace a trvaly cca 10 minut. Během experimentů byl měřen tlakový spád (při konstantním průtoku filtrem) a pořizovány snímky filtračního procesu. Laserová jednotka a kamera byly umístěny na samostatných stativech. Signály tlakového spádu a průtoku byly zpracovány v softwaru UMA [Hošek 2012].

Snímky z kamery byly offline podrobeny analýze v softwaru ImageJ 1.44. Clona objektivu Nikkor 50 mm byla nastavena na nejnižší hodnotu 1,8. Čas expozice byl nastaven na 15 ms v případě použití skleněných částic a na 25 ms během testování polyamidových částic. Jak bylo zmíněno v kap. 4.3, se zmenšením velikosti částic se zmenší i intenzita rozptýleného světla. Z toho důvodu byla nastavena vyšší doba expozice pro menší částice. Během experimentu nebyla použita funkce binning. Zesílení kamery bylo nastaveno na hodnotu $G = 600$. Jednotlivé snímky byly typu RAW s bitovou hloubkou 16 bit, v hodnotách stupně šedi s rozlišením 1920×1080 pixelů.

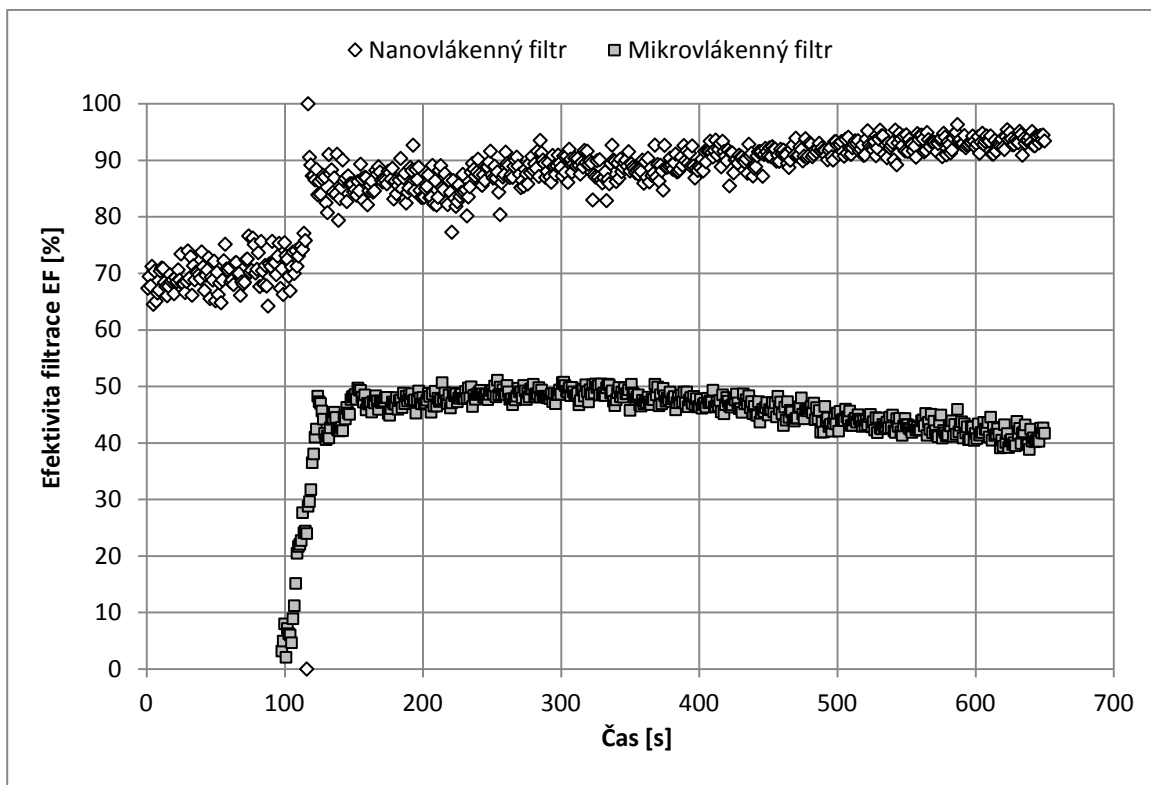


Obrázek 72: Filtrační proces na nanovlákněné textílii s vyznačenými vyhodnocovacími oblastmi.

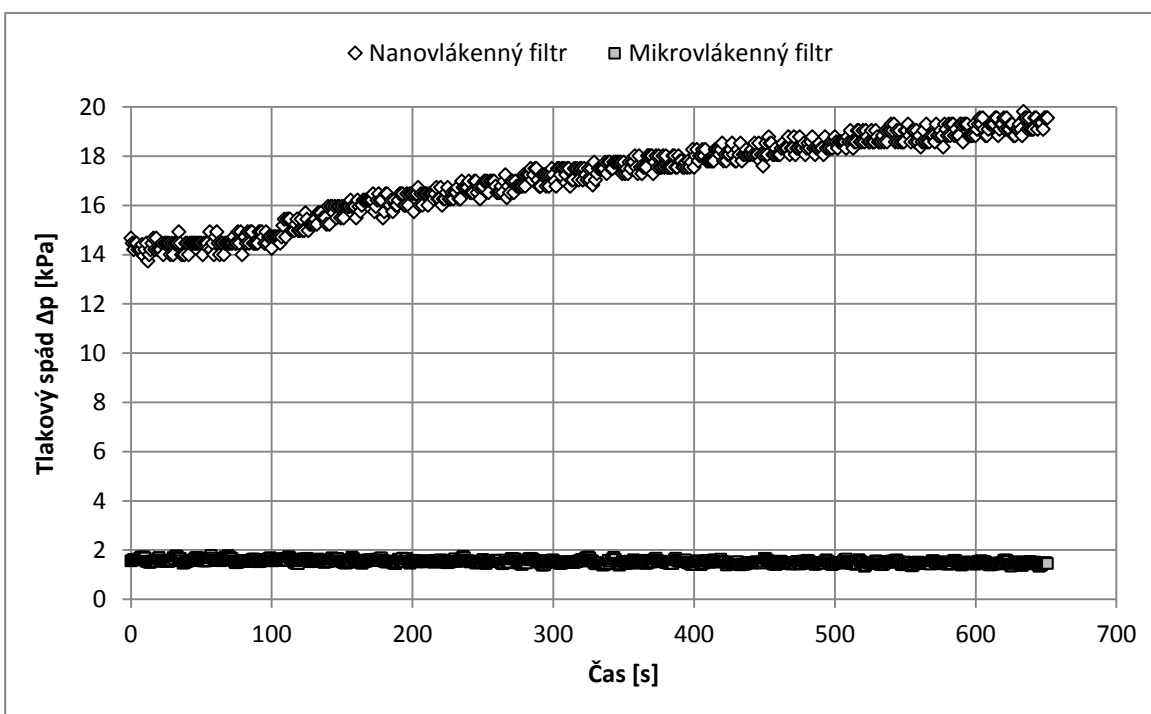
Ve fotografiích z kamery byly vybrány dvě vyhodnocovací oblasti, obr. 72, kde první se nachází v prostoru před náletovou stranou filtru a druhá na čisté straně filtru. Z vyhodnocovacích oblastí v každém snímku filtračního procesu byl získán údaj o průměrné digitální hodnotě šedi Y_1 a Y_2 . Kalibrace filtrační aparatury byla provedena stejným způsobem, jako je popsáno v kap. 5.4.4 a výsledkem jsou dvě kalibrační konstanty, každá určená pro jednu vyhodnocovací oblast K_{T1} a K_{T2} . Ze znalosti aktuálních hodnot šedi ve vyhodnocovacích oblastech Y_1 a Y_2 a offsetu Y_{off} je přes kalibrační konstanty spočtena koncentrace částic C_{m1} a C_{m2} a z nich nakonec přes vztah (1) efektivita filtrace.

V grafu na obr. 73 lze pozorovat výrazný rozdíl mezi efektivitou filtrace nanovlákněné textílie $EF \approx 90 \%$ a mikrovlákněné $EF \approx 45 \%$. To je způsobeno právě mnohem hustší nanovlákněnou vrstvou, která má malou velikost pórů a velký specifický povrch. Efektivita filtrace v čase pro nanovlákněnou textílii roste, což je důkaz toho, že dochází k tvorbě filtračního koláče, který procesu filtrace napomáhá. Efektivita filtrace pro mikrovlákněnou textílii v čase naopak klesá, což odporuje tomu, jak by se měl filtr běžně chovat. S největší pravděpodobností došlo k porušení filtru. Skleněné částice jsou těžší a mají tendenci ve vodě klesat. Výsledky jsou relevantní až od času 150 s, kdy došlo k dostatečnému promíchání testovacích částic s vyčištěnou vodou nacházející se v rezervní nádrži.

Tlakový spád je ukázán v časovém grafu na obr. 74. Rostoucí tlakový spád na nanovlákněném filtru signalizuje zanášení povrchu filtrační textílie testovacími částicemi. Vlivem zanášení mezivlákněných prostor filtru částicemi dochází k ucpávání filtru a při stejné průtočnosti tlakový spád roste. Tlakový spád na mikrovlákněné textílii má konstantní charakter, což naznačuje nestandardní chování, které bylo vysvětleno výše. Průtok filtrační textílii je v obou případech konstantní a není zde vykreslen do grafu. Pro mikrovlákněnou textílii byl průtok 3 litry za minutu a pro nanovlákněnou textílii cca 0,3 litr/min, tedy řádově nižší než u mikrovlákněné textílie.



Obrázek 73: Efektivita filtrace v čase pro nanovláknennou a mikrovláknennou textilii.

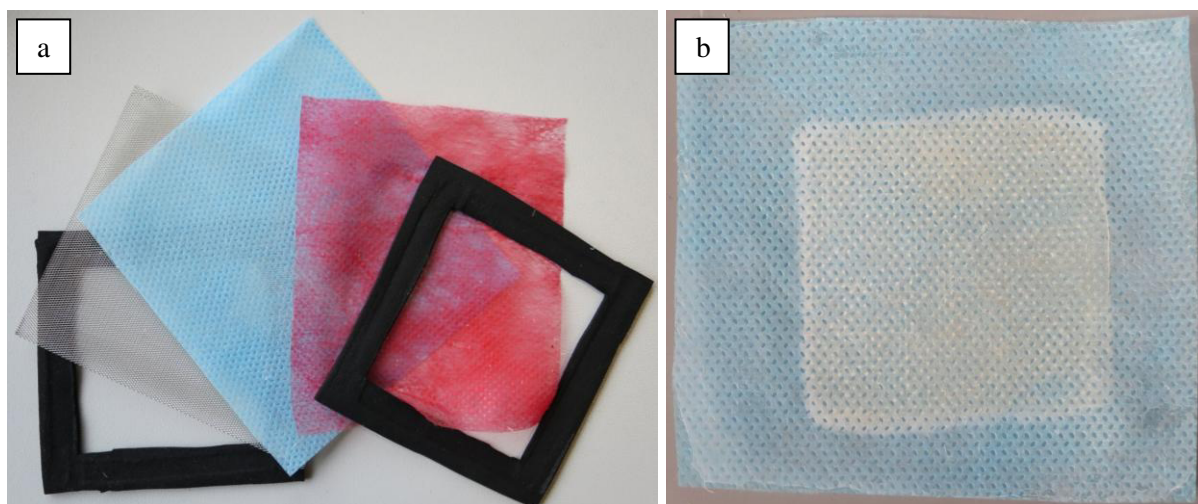


Obrázek 74: Tlakový spád v čase na testovaném filtru.

6.2.2 Měření lokální efektivity filtrace v čase

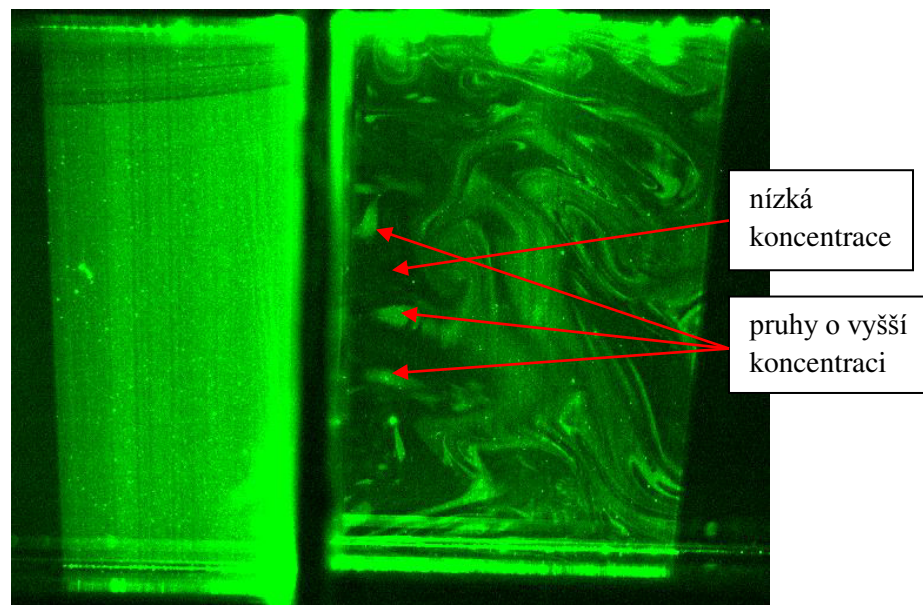
Experiment byl proveden na vodní aparatuře s filtračním kanálem druhé generace, kap. 5.4.2. Byl použit vzorek nanovlákněného filtru s vlastnostmi popsány v tab. 16. Jako testovací částice byly použity monodisperzní polystyrenové mikročástice velké $0,42 \mu\text{m}$ popsané v tab. 2. Nanovlákněná vrstva nanosená na modrém mikrovlákněném podkladu je navíc chráněna i zepředu červenou mikrovlákněnou vrstvou. Takto připravený vzorek filtru je vložen mezi dva skleněné kanály spolu s těsněním a podpůrnou nerezovou mřížkou, která nijak neovlivňuje proces filtrace, obr. 75 - a.

Průtok filtrační textilii byl nastaven na konstantní hodnotu $Q = 0,3 \text{ l/min}$. Tlakový spád je měřen kontinuálně v čase během celého experimentu pomocí softwaru MACA a data jsou uložena v textovém souboru na disk PC a dále zpracována softwarem Matlab nebo MS Excel. Nastavení aparatury je stejné jako v kapitole 5.5.1 a kalibrační obrazy byly použity také z této kapitoly. Obrazy filtračního procesu byly rozděleny na vyhodnocovací oblasti o velikosti 10×10 pixelů. Vzájemná poloha osvětlovací roviny a kamery je během procesu kalibrace a následného měření lokální efektivity filtrace pevně fixována. Traverzování bylo provedeno pouze na počátku měření k nalezení nejhodnější polohy laserového řezu ve filtračním kanálu.

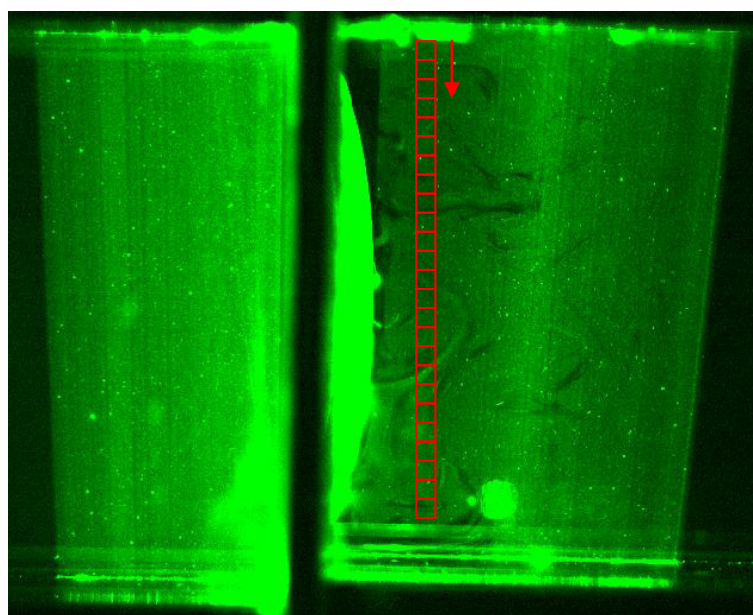


Obrázek 75: a) těsnění, nerezová mřížka, nanovlákněná filtrační textilie (modrá), ochranná mikrovlákněná vrstva (červená) a další těsnění, b) zanesená nanovlákněná vrstva polystyrenovými testovacími částicemi po skončení experimentu.

Filtrační aparatura může být kontaminována testovacími částicemi z předchozích experimentů nebo prachem z okolí a bakteriemi, proto je vhodné nejprve celou aparaturu vyčistit. Čištění je prováděno vodou z vodovodního řádu, která byla předem přefiltrována přes filtrační vložku FA Senior $1/3 \mu\text{m}$. Takto připravená voda několik hodin cirkulovala v aparatuře zatím bez testovaného vzorku filtru s aktivovaným okruhem 3. Přídavný filtr zobrazen na obr. 31 – 14 v kap. 5.5.1 vychytává všechny cizí částice ve vodě včetně těch, které se uvolní např. ze stěn aparatury do kolující vody. Po vyčištění aparatury následuje instalace testovaného vzorku filtru do skleněného filtračního kanálu. Voda je v rezervní nádrži obohacena o testovací mikročástice v koncentraci $100 \mu\text{g/l}$. Experiment je započat spuštěním čerpadla a nastavením požadovaného průtoku. Laserový řez je nasměrován zpravidla do osy filtračního kanálu. Kamera je triggerována automaticky z aplikace SmartView v. 1.14 a snímkovací frekvence je nastavena na 50 fps s decimací 50 (ve výsledku je ukládán jeden snímek každou vteřinu). Snímky z kamery jsou ve formátu RAW uloženy na disk PC.



Obrázek 76: Snímek filtračního děje na počátku experimentu.

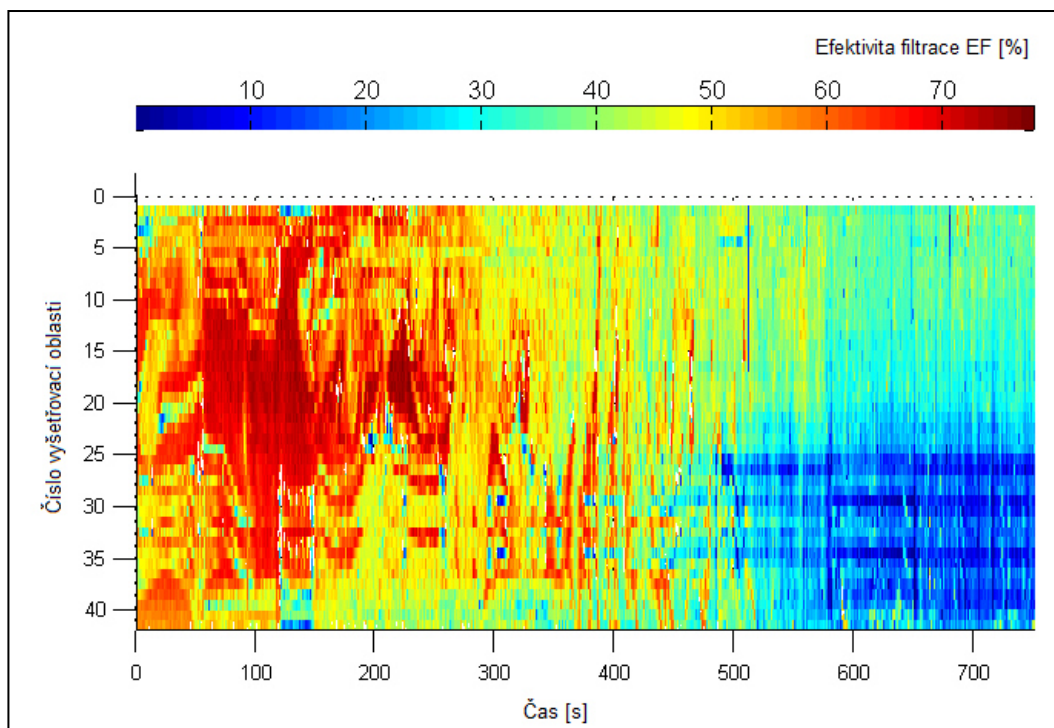


Obrázek 77: Snímek filtračního děje na konci experimentu se zvolenými vyšetřovacími oblastmi na čisté straně filtru, šipka naznačuje směr číslování vyhodnocovacích oblastí.

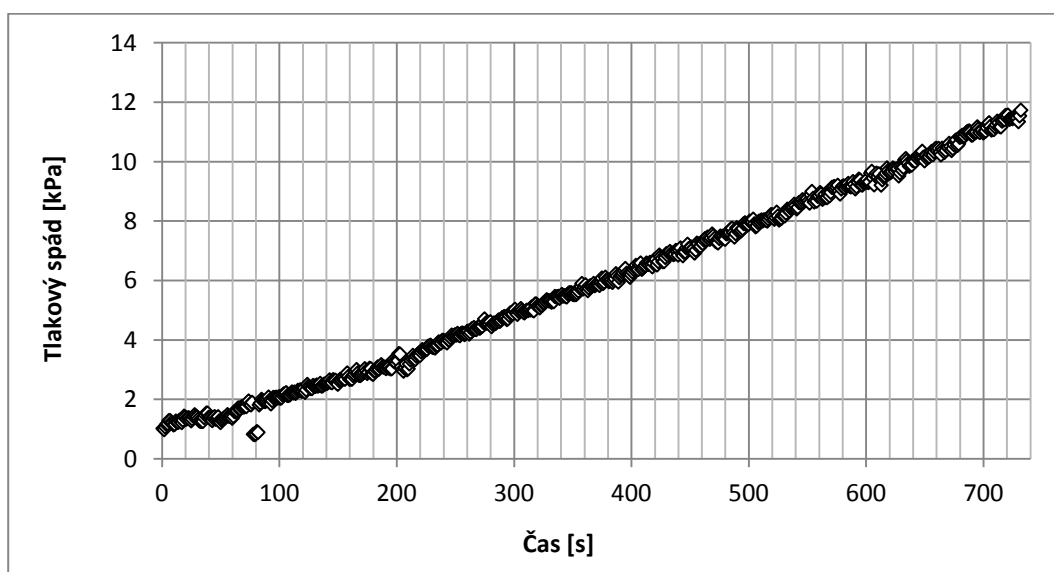
Pomocí softwaru DOFES je po skončení měření provedena obrazová analýza, jejímž výstupem je soubor dat v textovém formátu vypovídající o průměrné hodnotě šedi pixelů daných vyhodnocovacích oblastí v obrazech. Tento soubor je načten softwarem Matlab, kde jsou rovněž šedi přepočítány pomocí kalibračních konstant na lokální koncentrace částic. Díky znalosti koncentrace částic před a za filtrem je podle (1) dopočítána lokální efektivita filtrace. Snímek filtračního procesu na počátku experimentu je ukázán na obr. 76. Na snímku jsou vidět zřetelně světlé pruhy signalizující místa o vyšší koncentraci částic než v okolí. V těchto místech filtruje nanovláknenná textilie s velmi nízkou efektivitou, jelikož se jedná o velké póry. Na dalším snímku na konci experimentu (obr. 78) je vidět

pokles účinnosti filtrace zapříčiněný poškozením filtrační textilie v její dolní části. K poškození došlo vlivem vyboulení filtru dlouhotrvajícím tlakovým spádem a malé tuhosti použité mřížky.

Na obr. 78 je vyobrazen graf, kde je efektivita filtrace vyjádřena barvou od modré až po červenou. Osa x označuje čas a osa y je poloha napříč textovaným filtrem. Na počátku experimentu efektivita filtrace mírně rostla, což souhlasí s teorií filtrace. Částice ulpěly na povrchu filtru zaplňují jeho póry a tak zmenšují jejich velikost. Menšími póry projde za čas méně filtrovaných částic. V průběhu filtrace došlo ke zvratu, kde efektivita filtrace začala nejprve pozvolna a později velmi rychle klesat. Tento stav je způsoben mikroskopickým poškozením filtrační textilie mechanickým namáháním.

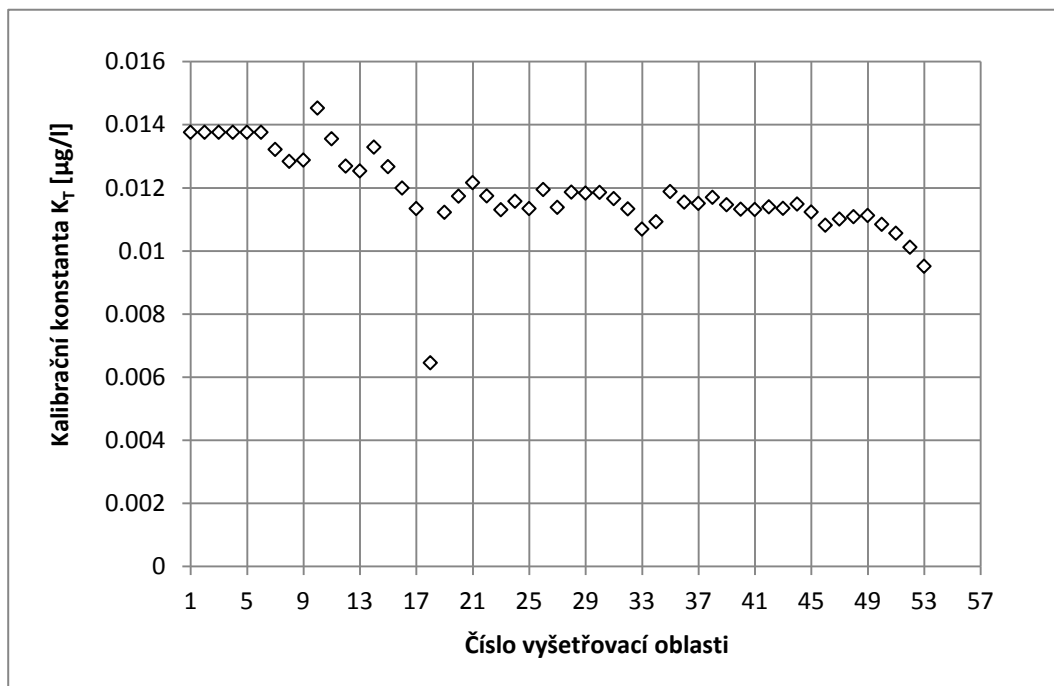


Obrázek 78: Graf lokální efektivity filtrace v čase.

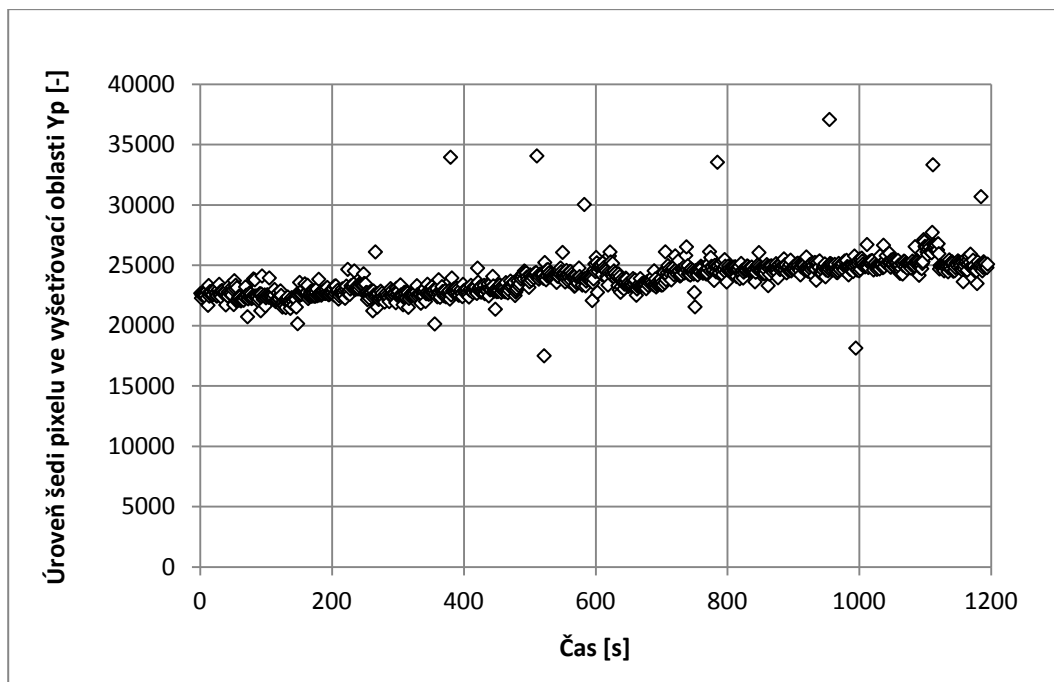


Obrázek 79: Graf tlakového spádu na filtru v čase.

Na obr. 79 je zobrazen časový vývoj tlakového spádu na filtrační textilii při jejím testování. Tlakový spád roste tím, jak jsou postupně zaplňovány mezivlákněné prostory filtru. Na obr. 75 – b je fotografie nanovlákněné vrstvy pokryté testovacími částicemi po skončení experimentu. Fotografie dokazuje, že během experimentu došlo k tvorbě filtračního koláče, což souhlasí i s tvarem tlakového spádu, který rovněž vypovídá o zanášení nanovlákněné membrány. Na tlakovém spádu není patrná známka degradace nanovlákněné vrstvy ani pokles filtrační účinnosti.



Obrázek 80: Graf kalibračních konstant v závislosti na pořadovém čísle vyšetřovací oblasti.



Obrázek 81: Graf úrovně šedi pixelů na náletové straně filtru v čase.

Na obr. 80 je graf kalibračních konstant pro jednotlivé vyšetřovací oblasti na čisté straně filtru. Oblasti jsou číslovány od horní strany filtru až po dolní okraj. Můžeme si všimnout, že se kalibrační konstanty liší a citlivost metody stoupá (kalibrační konstanta klesá) směrem k dolnímu okraji filtračního kanálu. To je způsobeno rozbíhavým charakterem laserové roviny, která vstupuje do filtračního kanálu v dolní části a pokračuje směrem nahoru. Na obr. 81 je graf úrovní šedi pixelů na náletové straně filtru. Úroveň šedi pixelů v grafu stoupá, což signalizuje buď rostoucí koncentraci částic, nebo chybu měření. Na náletové straně filtru by měla být koncentrace testovacích částic konstantní, tudíž i úroveň šedi pixelů. V každém případě je k této hodnotě přihlíženo při výpočtu efektivity filtrace.

<i>Optická metoda EF [%]</i>		<i>Zeta sizer EF [%]</i>	
Relativní chyba měření $\delta = 7 \%$		Relativní chyba měření $\delta = 22 \%$	
počátek	konec	počátek	konec
60	27	73	61

Tabulka 17: Shrnutí efektivity filtrace naměřené optickou metodou a porovnání s výsledky na Zeta sizeru (počátek a konec experimentu).

Během experimentu byly odebrány vzorky vody před a za filtrem a ty byly podrobeny analýze na Zeta-sizeru, více o analýze v kap. 6.2.3. Tab. 17 shrnuje výsledky optické metody a porovnává je s výsledky získaných na základě analýzy vzorků vody Zeta-sizerem. Efektivita filtrace byla v obou případech naměřena na počátku měření vyšší než ke konci experimentu. I když se výsledky měření značně liší, trend zůstal zachován. Zeta-sizer se ukázal jako nevhodný přístroj k měření koncentrace mikroskopických částic ve vodě.

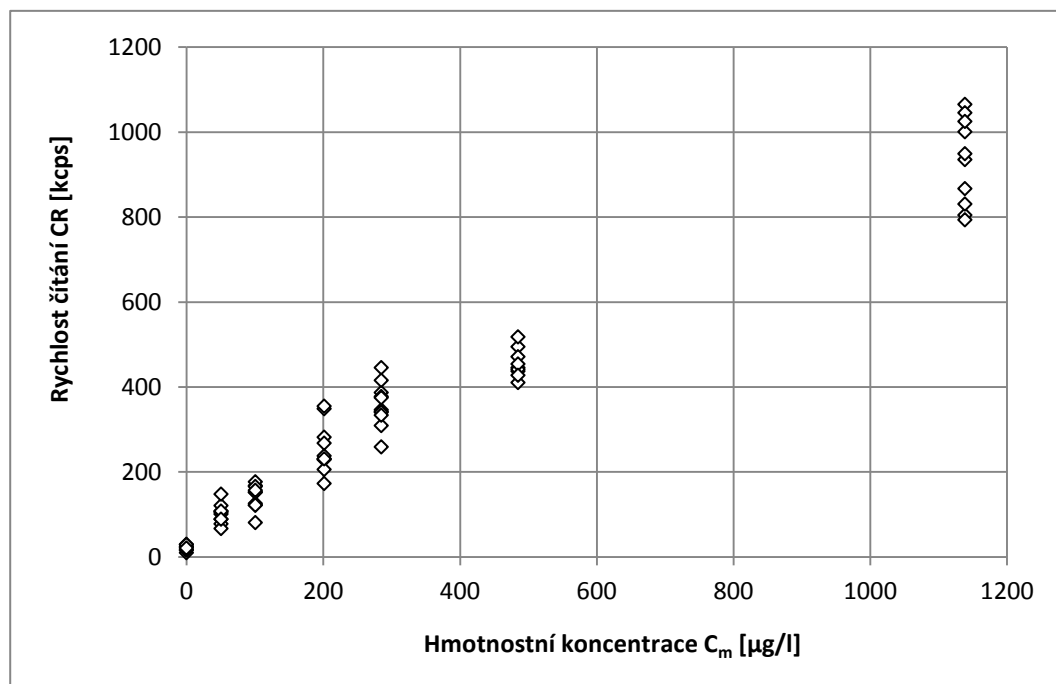
6.2.3 Verifikace měření

Obecně je verifikace měření prováděna dalším přístrojem, který měří koncentraci částic. Takový přístroj může měřit buď za běhu, nebo jsou odebrány vzorky kapaliny a ty jsou offline podrobeny analýze. Metody detekce a hodnocení mikroskopických částic jsou podrobněji popsány v kap. 3.1. Vzhledem k velmi nízkým používaným koncentracím filtrované suspenze pohybující se kolem hodnoty 100 $\mu\text{g/litr}$ nelze použít metodu vážení filtru před a po filtraci. Jiné řešení lze spatřit v přímé metodě počítání částic pod mikroskopem v definovaném malém objemu. Tato metoda je použitelná pouze pro nadmikronové částice, které jsou ještě pod optickým mikroskopem rozeznatelné. Testovací částice lze označkovat např. barvením nebo radionuklidy a změřit pak jejich hmotnost na základě měření barevnosti nebo intenzity záření na absolutním filtru a filtru testovaném. Takto označkovány mohou být používané monodisperzní PS částice. Důležitá věc je pak zajištění stálosti takového produktu v čase. Pro online měření se zdá být ideální přístroj OPC se dvěma sondami, které se umístí před a za filtr, kap. 3.1.1. Na základě tohoto měření je určena nejen koncentrace částic, ale i jejich velikost. V provedení verifikace měření přístrojem OPC nám brání jeho absence na TUL.

Ověření koncentrace částic bylo v této práci provedeno přístrojem Zeta-sizer nano ZEN3601 pracujícím na principu dynamického rozptylu světla, kap. 3.1.2. Tento přístroj nacházející se na TUL měří distribuci velikosti částic, ale primárně neměří jejich koncentraci. Koncentraci částic lze přes kalibrační křivku vztáhnout k hodnotě rychlosti čítání CR (Count Rate) v kilo impulzech za vteřinu [kcps] (kilo counts per second), což vyjadřuje počet detekovaných fotonů za vteřinu. Software Zeta-sizeru umožňuje zobrazit okamžitou hodnotu a časový graf této veličiny vyjadřující kvalitu proměřovaného vzorku. Pro účely měření koncentrace bude užitečná především průměrná hodnota CR, která je zobrazena jako jeden z výsledků měření velikosti částic. Maximální měřitelná

koncentrace je podle zdroje [Malvern 2007] uváděna na hodnotu 10 g/l. Minimální koncentrace částic je ta, při které se objeví alespoň 10% nárůst CR oproti čistému médiu bez částic.

Zeta-sizerem byla měřena velikost částic a odečtena průměrná hodnota CR pro všechny velikosti PS částic (0,28; 0,42; 0,69; 0,96; 1,7 μm). Délka měření byla nastavena na 30 vteřin, jelikož je aktuální hodnota CR v čase velmi nestálá a náhodně se měnící. Měření bylo pro každou koncentraci 10 krát zopakováno. Zeslabovač laserového paprsku byl nastaven na fixní hodnotu 11 a poloha měřicí sondy byla také zafixována.

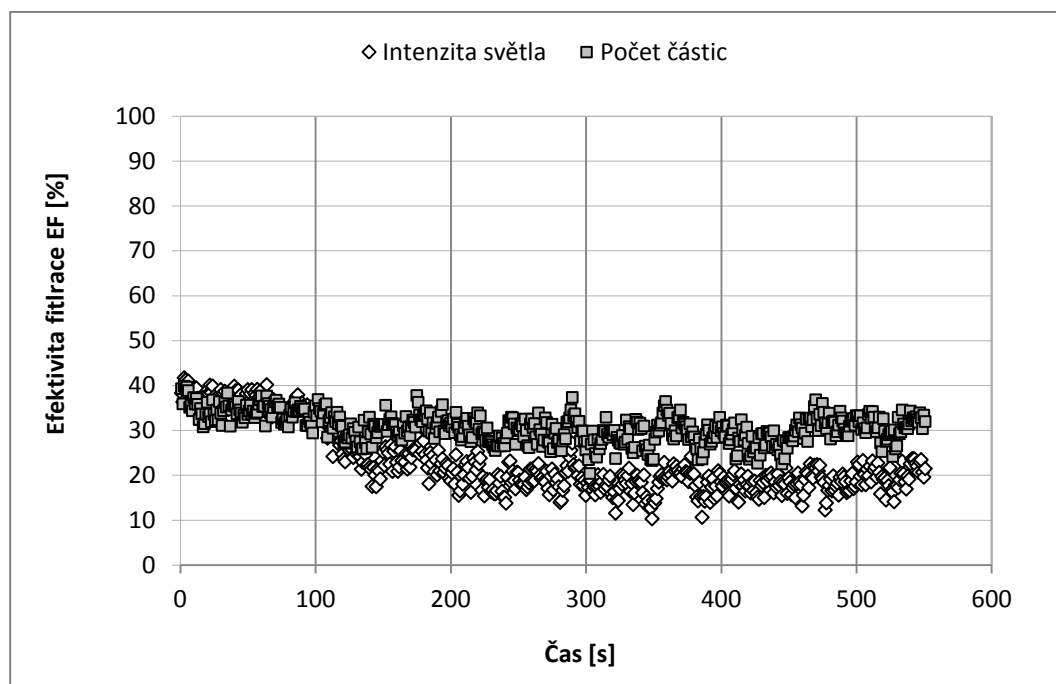


Obrázek 82: Naměřené body na Zetasizeru pro monodisperzní polystyrenové mikročástice velké 0,96 μm .

Z teorie rozptylu světla na částicích vyplývá, že hodnota intenzity rozptýleného světla na mikročásticích roste lineárně s jejich rostoucí koncentrací. Linearita je ověřena podobně jako u optické metody, tedy hmotnostní koncentrace částic je zvyšována postupně od 0 až do 1 mg/l. Ke každé koncentraci C_m je odečtena hodnota CR a výsledný bod je vykreslen do grafu. Ukázka takového grafu pro mikročástice velké 0,96 μm je na obr. 83. Tvar kalibrační rovnice je potom totožný s (38) s tím rozdílem, že místo úrovně šedi pixelů Y_p a Y_{off} figuruje v rovnici rychlost čítání CR . Variační koeficient činí 20,8 % a byl vypočten pro koncentraci 100 $\mu\text{g/l}$ a 0,96 μm velké částice. Z grafu i z výpočtu variačního koeficientu je poznat, že je Zeta-sizer pro měření koncentrace částic zatížen velmi velkou chybou, která se pohybuje v desítkách procent. Z toho důvodu je potřeba nahlížet na tuto metodu pouze jako na orientační měření udávající trend.

6.2.4 Měření efektivity filtrace na základě počítání částic

Experiment podrobněji popsán v [Bílek 2011] byl proveden na vodní aparatuře včetně filtračního kanálu první generace s použitím mikrovlnné textilie s parametry v tab. 16. Textilie byla testována skleněnými dutými částicemi velkými 10 μm s parametry vypsány v tab. 1 (kap. 3.3.1). Efektivita filtrace vypočtená na základě měření intenzity rozptýleného světla je porovnána s efektivitou filtrace vyjádřenou na základě přímého počítání obrazů testovacích částic. Při použití velkých testovacích částic je možné rozlišit jednotlivé částice v obrazu a spočítat je např. v softwaru ImageJ.



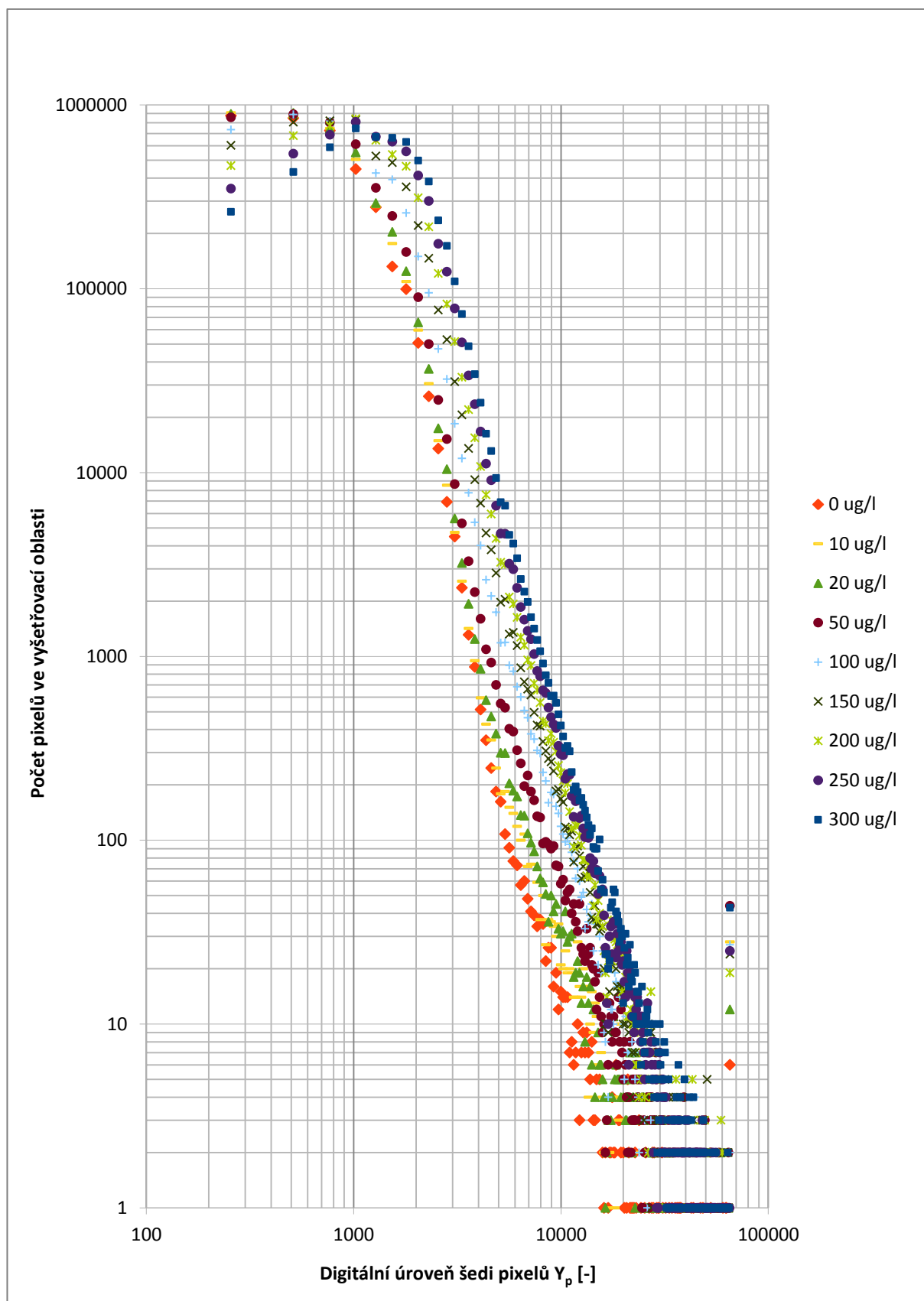
Obrázek 83: Graf efektivity filtrace v čase získaný na základě zjištění intenzity rozptýleného světla a počtu testovacích částic.

Z grafu na obr. 83 je vidět, jak obě metody na počátku experimentu dávají podobné výsledky efektivity filtrace. V průběhu experimentu však došlo ke skokové odchylce, která potom zůstala konstantní po zbytek testu. Lze předpokládat, že takto prudká skoková změna na mikrovlákněm filtru nenastane. Tato odchylka byla s největší pravděpodobností způsobena chybou metody tedy rušivým odrazem světla. Přímá metoda počítání částic je na odlesky a odrazy světla od filtračního kanálu rezistentní. Naopak metoda měření intenzity světla je na odlesky světla od filtračního kanálu velmi citlivá. Tento experiment prokazuje, že přímá metoda počítání částic je vhodnější během použití nadmikronových testovacích částic o nízké koncentraci (důležitá je rozeznatelnost a kontrast jednotlivých částic v obrazu).

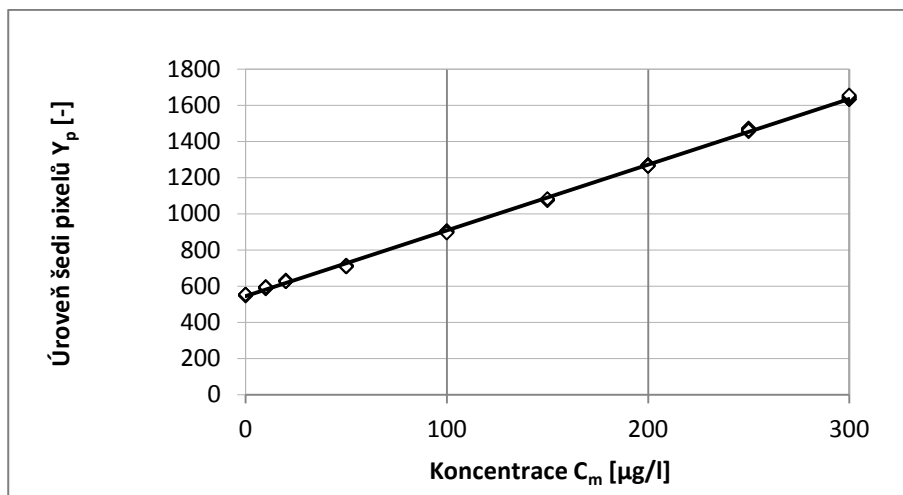
6.2.5 Kalibrace založená na histogramu

Experiment podrobněji rozebrán v [Bílek 2012] byl proveden na aparatuře s filtračním kanálem první generace bez testovaného filtru pouze s polydisperzními částicemi oxidu titaničitého (TiO_2) o nominální velikosti cca $1 \mu\text{m}$ a hmotové hustotě $4,23 \text{ g/cm}^3$. Těmito částicemi byla provedena kalibrace filtrační aparatury. Z kalibračních snímků je v softwaru DOFES vytvořena kalibrační křivka: digitální úroveň šedi pixelů v závislosti na koncentraci, která je podle očekávání lineární (obr. 85). Dále je z obrazů z kamery vytvořen histogram (obr. 84), ze kterého je zjištěn počet tmavých a počet světlých pixelů v předem zvolené vyšetřovací oblasti. Tyto údaje jsou vyneseny do grafů v závislosti na koncentraci testovacích částic. V grafech na obr. 86 a 87 se ukazuje, že závislost počtu pixelů na koncentraci testovacích částic není lineární ale polynomiická druhého řádu.

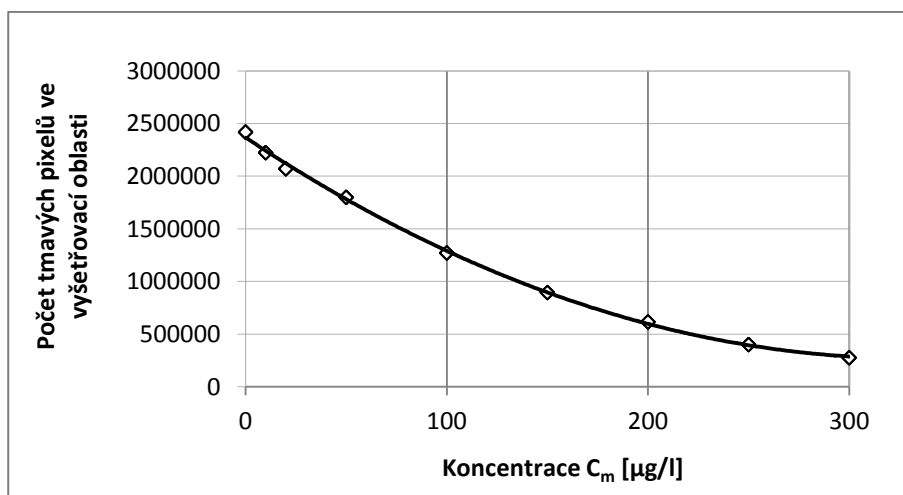
Tímto experimentem byla ověřena lineární závislost úrovně šedi pixelů na koncentraci i pro silně polydisperzní nekulové částice. Dále bylo zjištěno, že závislost počtu pixelů (tmavých nebo světlých) na koncentraci má polynomiální tvar a tudíž se primárně nehodí pro kalibraci. Ve speciálních případech je možné použít histogram k odfiltrování světelného rušení v obrazech filtračního procesu.



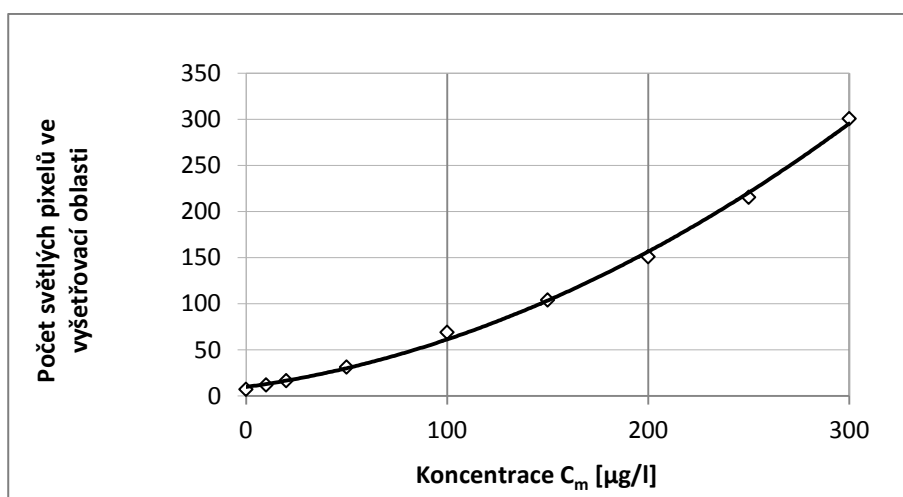
Obrázek 84: Histogram počtu pixelů v závislosti na úrovni šedi pro různé koncentrace testovacích částic.



Obrázek 85: Graf digitální úrovně šedi pixelů v závislosti na koncentraci.



Obrázek 86: Graf ukazující závislost počtu tmavých pixelů na koncentraci.



Obrázek 87: Graf ukazující závislost počtu světlých pixelů na koncentraci.

7 Závěr

Tato disertační práce pojednává o vývoji vizualizační a měřicí metody pro hodnocení lokální efektivity filtrace a jejího vývoje v čase. Tato optická metoda je využita k testování filtračních materiálů pro kapaliny, zejména vodu. Filtrace vody je důležitá v procesu zpracování potravin, k přípravě pitné vody, k recyklaci odpadní vody a v lékařství. K filtraci vody mohou být využity nanovlákněné vrstvy, které se vyznačují velmi vysokým specifickým povrchem a malou velikostí pórů a díky těmto přednostem mají výborné filtrační předpoklady.

Měření vlastností nanovlákněných filtračních materiálů je aktuálním tématem. Současné nanovlákněné kapalinové filtry mají nižší mechanickou odolnost a sledování jejich parametrů během filtrace může přispět k lepší zpětné vazbě při jejich vývoji. Existuje více metod pro měření vlastností filtrů. Bublínková metoda zjistí velikost průměrného, minimálního a maximálního póru. Strukturální vlastnosti filtrů jsou vyšetřovány pod optickým nebo elektronovým mikroskopem. Efektivita filtrace je většinou měřena optickým počítadlem částic. Tyto metody měření určují pouze bodovou nebo integrální hodnotu. V případě testování speciálních konstrukcí filtrů nebo silně nehomogenních vrstev vyvstává potřeba znát více podrobností jak o testovaném filtru, tak i o proudění v jeho okolí a tím pádem výše uvedené metody měření přestávají stačit.

Vizualizace procesu filtrace popsána v této disertační práci umožňuje neinvazivní pohled na celý filtrační proces v laserovém řezu. Pro tyto účely jsem postavil vodní filtrační aparaturu první a druhé generace, která umožňuje vizualizaci filtračního procesu ve filtračním kanálu. První filtrační kanál kruhového průřezu lze používat do tlaku cca 100 kPa, avšak kvůli kruhovému průřezu vzniká velké optické rušení při traverzování měřicí roviny. Druhý filtrační kanál čtvercového průřezu má lepší optické vlastnosti, ale neodolá tlakům vyšším jak 50 kPa.

Mimo vizualizace lze na této aparatuře měřit lokální efektivitu filtrace, která nabízí lepší představu o strukturální kvalitě testovaného filtru, zejména při použití speciálních konstrukcí např. typu „Sandwich“ nebo při detekci a lokalizaci porušení filtru. Metoda je založena na měření lokální koncentrace částic, která je určena na základně znalosti průměrného odstínu šedi pixelů v malé vybrané vyšetřovací oblasti v obrázku filtračního procesu. V této práci jsem podrobně rozebral a odvodil linearitu mezi koncentrací a úrovní šedi pixelů a vše experimentálně ověřil. Dále jsem naprogramoval software pro ovládání aparatury a vyčítání dat z měřicí ústředny a zajistil centralizovaný sběr signálů ze snímačů fyzikálních veličin. Dále jsem vyzkoušel a vybral vhodné komponenty pro zdroj laserového řezu. Na filtrační trati jsem vyzkoušel mikrovlákněné i nanovlákněné materiály za použití různých druhů testovacích částic. Vizualizační a měřicí metodu hodnocení filtračního procesu jsem vyzkoušel při různých experimentálních uspořádáních. Popsal jsem a vysvětlil parametry měřicí metody při různém nastavení komponent měřicího řetězce. V disertační práci jsem dále provedl citlivostní analýzu zjišťující náchylnost měřicí metody na změnu různých parametrů a provedl měření provozních podmínek. Dále jsem změřil relativní chybu a vyjádřil opakovatelnost měřicí metody. V poslední kapitole této práce jsem zdokumentoval vybrané experimenty, které dobře ilustrují použití vyvíjené metody. Výsledky z měření jsem porovnal s jinou měřicí metodou. Některé dílčí výsledky jsem publikoval ve sbornících mezinárodních konferencí.

7.1 Možnosti dalšího výzkumu

Další postup ve vývoji této metody může být zaměřen na zvýšení přesnosti měření, rozlišení a citlivosti. Optická metoda je zatížena rušivými vlivy, jako jsou nedostatečná čistota filtrovaného média od cizorodých částic nebo bublin vzduchu a zejména odrazy světla od filtračního kanálu. Nabízí

se tu možnost použití fluorescenčních trasovacích částic a světelných filtrů ke kameře, které by měly výrazně omezit světelné rušení. Monodisperzní fluorescenční částice nejsou zdaleka tak dostupné jako obvyčejné částice, proto by mohla probíhat jejich vlastní výroba. Relativně dostupné monodisperzní PS částice by mohly být obarveny fluorescenčním barvivem. Fluorescenční částice musí mít neměnné parametry a nesmí docházet k uvolňování barviva zpět do kapaliny nebo změnám v intenzitě fluorescenčního světla během měření. K tomu je důležitá dobrá fixace fluorescenčního barviva na povrchu částic. Testovací částice mohou být i jinak označeny. Mohou být např. pozlacené nebo postříbřené a může se měřit lokální vodivost připravené suspenze. Testovací částice mohou být obarveny nebo označeny i radionuklidy.

Dalším objektem zájmu může být laserový řez. Jako zdroj světla může být vyzkoušen např. laser složený z více vlnových délek (RGB laser) namísto monochromatického z důvodu vyváženějšího rozptylového diagramu na testovacích částicích. Intenzita laserového světla by neměla kolísat napříč jeho rozpětím. Používané cylindrické čočky trpí nerovnostmi a laserový řez není homogenní. Laserový řez lze generovat i pomocí rotujícího zrcadla a následné kolimace rozbíhavého charakteru řezu čočkou.

Jako zajímavou alternativu lze vnímat jiné experimentální uspořádání prezentované metody a sledovat proudění v ploše rovnoběžné s plochou filtru. Z experimentů provedených a zdokumentovaných v této disertační práci je zřejmé, že koncentrace částic na náletové straně filtru je neměnná a známá, a tak odpadá nutnost tuto oblast jakkoli zkoumat. Z hlediska zkoumání filtru je výhodnější se zcela zaměřit na čistou stranu filtru, která vypovídá o kvalitě použité filtrační textilie. Vizualizaci proudění laserovým řezem rovnoběžným s plochou testovaného filtru lze hodnotit filtrační děj v celé ploše filtru najednou bez traverzování. Při správné funkci filtru se na jeho čisté straně nachází proudění bez velkých vírů, které lze srovnávat s prouděním laminárním, kde kapalina proudí od filtru ve vrstvách. Za tohoto předpokladu by mělo být možné zřetelně pozorovat lokální koncentraci částic v bezpečné vzdálenosti za filtrem z důvodu odrazů světla od jeho povrchu. Tato alternativa předpokládá úpravu filtračního kanálu k zajištění optického přístupu k čisté straně filtru a zároveň zachování laminárního proudění za filtrem (dostatečná délka kanálu).

Další rozvoj lze spatřit v použití metody vizualizace a hodnocení filtračního procesu pro plyny, zejména vzduch, nebo pro jiné kapaliny, obzvlášť pro oleje a pohonné hmoty a paliva. Vzduch má velmi odlišnou dynamickou viskozitu, hustotu a je navíc stlačitelný, proto i proces separace částic bude odlišný. Pro separaci částic z plynu se využívá především objemových filtrů, které fungují na více mechanismech než pouze síťový a zachytávají částice i uvnitř. Zajímavé by bylo vizualizovat děje probíhající uvnitř objemového filtru při separaci pevných nebo kapalných částic z plynu.

Dalším podmětem ke zkoumání je souvislost lokální efektivity filtrace se strukturálními vlastnostmi filtračních materiálů. Málo prozkoumanou oblastí je spojitost lokální efektivity filtrace s geometrickým uspořádáním filtru, se způsobem jeho výroby, s použitým materiálem, různém zaplnění filtru a vlastnostmi jednotlivých vláken. Zajímavé téma je souvislost distribuce velikostí pórů filtru s lokální efektivitou filtrace. Optická metoda pracuje na zcela odlišném principu než běžně používaná bublinková metoda a tak by mohla sloužit jako její verifikační metoda.

Dalším výzkumným směrem je vizualizace zanášení vláknenných membrán, která byla hlavní náplní práce na zahraniční stáži na The University of Auckland. Touto metodou fungující na principu optické mikroskopie je zjištěna lokální tloušťka filtračního koláče v čase. Hodnocení filtračního koláče je prováděno jak při filtraci tak i při čištění membrány. Obrazová analýza snímků z kamery je v současné době prováděna ručně, proto se zde nabízí možnost vývoje uceleného automatického softwaru pro obrazovou analýzu. Další možnost je použít tuto měřicí metodu i na plošné filtry a určit

tak lokální tloušťku filtračního koláče na jeho povrchu a sledovat její vývoj v čase. Aparaturu lze upravit tak, že je filtr prosvětlován zdrojem homogenního světla a kamerou je snímána celá plocha filtru přímo během procesu filtrace nebo čištění. Na základě lokálních intenzit světla lze určit vlastnosti filtračního koláče. Zkoumáním filtračního koláče přímo během procesu filtrace se lze dozvědět mnoho o chování filtru, jeho účinnosti, homogenitě a způsobu filtrace.

Použitá literatura

Allied Vision Technologies. *Datasheet k Pike F-210B/C* [online]. 2011.

URL: <<http://www.alliedvisiontec.com>>.

ASTM F316 - A3: *Standard Test Methods for Pore Size Characteristics of membrane Filters by Bubble Point and Mean Flow Pore Test*. 2011.

Barhate R. S., Ramakrishna S. *Nanofibrous filtering media: Filtration problems and solutions from tiny materials*. Journal of Membrane Science 296, 2007. p. 8.

Bazhan V. *ScatLab software, simulace rozptylu světla* [online]. 2011.

URL: <<http://scatlab.org/index.html>>.

Brown R. C. *Air filtration*. Sheffield, 1993. ISBN 0-08-041274-2.

Cath T. Y., Childress A. E., Elimelech M. *Forward osmosis: Principles, applications and recent developments*. Journal of Membrane Science 281, 2006. p. 70-87.

Crimaldi J.P. *Planar laser induced fluorescence in aqueous flows*. Experimental Fluids 44. 2008. p. 851-863.

Dantec Dynamics. *Particle Image Velocimetry* [online]. 2011.

URL: <<http://www.dantecdynamics.com/Default.aspx?ID=820>>.

Davis E. E. J. *Light scattering by small particles*. University of Washington. 2010.

Dierks F., Basler A. G. *Sensitivity and image quality of digital cameras*. Basler Vision Technology, 2004.

DxO Mark. *DxO Labs* [online]. 2014. URL: <<http://www.dxomark.com/>>.

EN 779: European standard norme. *Particulate air filters for general ventilation – Determination of the filtration performance*. 2002.

EN 1822: European standard norme. *High efficiency air filter (HEPA and ULPA) - part 1 - 5*. 1998.

Funatani S., Toriyama K., Takeda T. *Temperature measurement of airflow using fluorescent mists combined with two-color LIF*. Journal of flow control, measurement and visualization 1. 2013. p. 20-23.

Gabele H. *The usage of digital cameras as luminance meter*. Diploma thesis. University of Applied Sciences Cologne, 2006. p. 81.

Gonzalez R. C., Woods R. E. *Digital image processing, second edition*. New Jersey, 2002. ISBN 0-201-18075-8.

Gopal R., Kaur S., Ma Z., Chan C., Ramakrishna S., Matsuura T. *Elektrospun nanofibrous filtration membrane*. Journal of Membrane Science 281. 2006. p. 581–586.

Hahn D. W. *Light scattering theory*. Department of Mechanical and Aerospace Engineering. University of Florida, 2009.

Harrison T., Latimer B. *ISO 21501 / A standard methodology to optical particle counter calibration and what it means to cleanroom owners*. Hach Ultra Analytics, 2008.

- Heim M., Mullins B. J., Umhauer H., Kasper G. *Performance evaluation of three optical particle counters with an efficient "multimodal" calibration method*. *Aerosol Science* 39. 2008. p. 1019 – 1031.
- Hiscocks P. D., Emeritus. *Measuring of light* [online]. 2008.
URL: <<http://www.ee.ryerson.ca:8080/~phiscock/astronomy/light-pollution/photometry.pdf>>.
- Hiscocks P. D. *Measuring luminance with a digital camera* [online]. Syscomp Electronic Design Limited. 2011. URL: <<http://www.ee.ryerson.ca:8080/~phiscock/astronomy/light-pollution/luminance-notes.pdf>>.
- Homaeigohar S. Sh., Buhr K., Ebert K. *Polyethersulfone electrospun nanofibrous composite membrane for liquid filtration*. *Journal of Membrane Science* 365, 2010. p. 68 - 77.
- Horiba. *Particle characterization* [online]. 2013.
URL: <<http://www.horiba.com/de/scientific/products/particle-characterization/>>
- Hornychová L., Chaloupek J., Hrůza J. *Vzduchová filtrační-kabinové filtry*. diplomová práce, Technická Univerzita v Liberci, 2010. p. 73.
- Hošek P. *Univerzální Měřicí Aplikace (UMA 2.0)*. funkční vzorek RIV/46747885:24220/11:#0001857, 2012. URL: <<http://www.nti.tul.cz/cz/Software/Uma>>.
- Hrůza J. *Zlepšování filtračních vlastností vláknitých materiálů*. Disertační práce. Technická Univerzita v Liberci, 2005. p. 80.
- HULST van de H. G. *Light Scattering by Small Particles*. Willey New York, 1957.
ISBN 0-486-64228-3.
- ImageJ. *Image analysis software* [online]. 2013. URL: <<http://rsbweb.nih.gov/ij/index.html>>.
- Jašíková D., Kotek M., Šidlof P., Hrůza J., Kopecký V. *Vyhodnocování nanofiltru vizualizačními metodami*. konference Nanocon, 2009. p. 186-190. ISBN 978-80-87294-13-0.
- Jašíková D., Šidlof P., Hrůza J., Kotek M. *Systém pro vizualizaci a vyhodnocení časových a prostorových změn filtračních vlastností nanovláknitých materiálů* (funkční vzorek RIV/46747885:24220/10:#0001594, 2010).
- Ježek J., Váradiová B., Adamec J. *Mechanika tekutin*. České vysoké učení technické v Praze. 2000. p. p. 150.
- Jirsak O., Sanetrik F., Lukáš D., Kotek V., Martinová L., Chaloupek J. *A method of nanofibres production from a polymer solution using electrostatic spinning and a device for carrying out the method*. European patent specification. Liberec, 2004.
- Karasso P. S., Mungal M. G. *PLIF measurements in aqueous flows using the Nd:YAG laser*. *Experiments in fluids* 23. 1997. p. 382 – 387.
- Kimmer D., Vincent I., Petras D., Fenzk J., Zatloukal M., Sambaer W., Slobodian P., Salmela H., Lehtimäki M., Zdimal V. *Application of nanofibers in filtration processes*. konference Nanocon, 2010. p. 392 – 401. ISBN 978-80-87294-18-5.
- Kochevar S. D. *Basic guide to particle counters and particle counting*. Particle measuring systems, 2006. p. 54.
- Kodak. *Kodak KAI-2093 image sensor datasheet* [online]. 2012.
URL: <<http://www.kodak.com/ek/US/en/KAI-2093LongSpec.htm>>.

- Kopecký V. *Laserové anemometrie*. Technická Univerzita v Liberci, 2006. p. 186. ISBN 9788070839454.
- Laven P. *MiePlot software* [online]. 2011. URL: <<http://www.philiplaven.com/mieplot.htm>>.
- Lee J. K., Liu B. Y. H. *An experimental study of particulate retention by microporous membranes in liquid filtration*. KSME Journal. Vol. 8. No. 1, 1994. p. 69 – 77.
- Lemaitre P., Porcheron E., Nuboer A., Grehan G. *Interferometric laser imaging development for droplets sizing (ILIDS) in hostile environment* [online]. ICLASS. Paper ID ICLASS06-115. Japan. 2006. p. 7. URL:< http://irsn-org.customers.artful.net/FR/Larecherche/publications-documentation/Publications_documentation/BDD_publi/DSU/SERAC/Documents/137ICLASSlemaitre.pdf >.
- Lev J., Kalhotka L., Černý M. *Filtrace vody nanotextilií*. konference Nanocon, 2009. p. 46 – 52. ISBN 978-80-87294-13-0.
- Li H. W., Wu C. Y., Tepper F., Lee J. H., Lee C. N. *Removal and retention of viral aerosols by a novel alumina nanofiber filter*. Aerosol Science 40, 2009. p. 65-71.
- Lü Q., Jin W., Lü T., Wang X., Zhang Y. *High-accuracy particle sizing by interferometric particle imaging*. Optics Communications 312. 2014. p. 312-318.
- Luzhansky D. M. *Quality control in manufacturing of elektrospun nanofiber composites*. International Nonwovens Technical Conference, 2003. p. 7.
- Ma X., Q Lu J., Scott Brock R., M Jacobs K. Yang P., Hu X. *Determination of komplex refractive index of polystyrene microspheres from 370 to 1610 nm*. Physics in medicine and biology 48. 2003. p. 4165-4172.
- Malvern Instruments. *Laser diffraction* [online]. 2013. URL: <http://www.malvern.com/labeng/technology/laser_diffraction/laser_diffraction.htm>.
- Malvern Instruments. *Zetasizer Nano – Příručka pro uživatele*. MAN0317, vydání 3.0, leden 2007, p. 195.
- Martin J. E., García M. H. *Combined PIV/PLIF measurements of a steady density current front*. Experimental Fluids 45. 2009. p. 265-276.
- Maze B., Tafreshi H. V., Wang Q., Pourdeyhimi B. *A simulation of unsteady-state filtration via nanofiber media at reduced operating pressures*. Aerosol Science 38. 2007. p. 550-571.
- Measure. *Image analysis software* [online]. 2014. URL: <<http://www.cthing.com>>.
- Novotný J., Nováková L. *Interferometric particle imaging – IPI* [online]. České vysoké učení technické v Praze. Obor mechaniky tekutin a termodynamiky. 2003. Skrypta. p. 4. URL: <http://www3.fs.cvut.cz/web/fileadmin/documents/12241-BOZEK/publikace/2003/IPI_Metodika.pdf>.
- Pabst W., Gregorová E. *Charakterizace částic a částicových soustav*. VŠCHT Praha. 2007. p. 110.
- Palas. *Optické počítače částic – katalogy vyráběných produktů* [online]. 2015. URL: <<http://www.palas.de/en/product>>.
- Park H. S., Park Y. O. *Filtration properties of electrospun ultrafine fiber webs*, Korean J. Chem. Eng. 22, 2005. p. 165-172.

- Pechoušek J. *Měření plochy povrchu pevných látek a určování jejich porosity metodou sorpce plynu*. Učební skripta. Universita Palackého v Olomouci. 2010. p. 19.
- Polyanskiy M. *Refractive index database* [online]. 2012. URL: <<http://refractiveindex.info>>.
- Pouchlý J. *Fyzikální chemie makromolekulárních a koloidních soustav*. VŠCHT Praha. 2008. p. 205. ISBN: 978-80-7080-674-6.
- Ramakrishna S., Fujihara K., Teo W. E., Lim T. C., Ma Z. *An Introduction to electrospinning and nanofibers*. World Scientific Publishing Co. Pvt. Ltd., 2005. p. 382. ISBN 981-256-415-2.
- Rushton A., Ward A. S., Holdich R. G. *Solid-Liquid filtration and separation technology*. VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1996. p. 538. ISBN 3-527-28613-6.
- Shota Y., Takafumi S., Yoshio O. *Influence of filter inhomogeneity on air filtration of nanoparticles*. Aerosol and air quality research 11. 2011. p. 155-160.
- Sigernes F., Dyrland M., Peters N., Lorentzen D. A., Svenoe T., Heia K., Chernouss S., Deehr C. S., Kosch M. *The absolute sensitivity of digital color cameras*. Optics Express 20211. Vol. 17. No. 22, 2009. p. 10.
- Sutherland K. *Filters and Filtration Handbook*. Elsevier, Oxford, 2008. p. 523. ISBN 978-1-8561-7464-0.
- Topas. *Optické počítače částic – katalogy vyráběných produktů* [online]. 2015. URL: <<http://www.topas-gmbh.de/en/produktgruppen/particle-measurement/>>.
- Torres L. A., Fleck B. A., Wilson D. J., Nobes D. S. *Calibration of a planar laser induced fluorescence technique for use in large scale water facilities*. Measurement 45. 2013. p. 2597 – 2607.
- TSI. *Optické počítače částic – katalogy vyráběných produktů* [online]. 2015. URL: <<http://www.tsi.com/particle-counters/>>.
- Watkins R., Vallandingham J. *Reyleigh scattering* [online]. Optics-Spring, Rowan University, 2008. URL: <<http://home.comcast.net/~vinelandrobotics/>>.
- Webb P. A. *A primer on particle sizing by static laser light scattering*. Micromerics Technical Workshop Series, 2000. p. 82.
- Yao C., Li X., Neoh K. G., Shi Z., Kang E. T. *Surface modification and antibacterial activity of electrospun polyurethane fibrous membranes with quaternary ammonium moieties*. Journal of membrane Science 320, 2008. p. 259-267.
- Yun K. M., Suryamas A. B., Iskandar F., Bao L., Niinuma H., Okuyama K. *Morphology optimization of polymer nanofiber for applications in aerosol particle filtration*. Separation and Purification Technology 75, 2010. p. 340 – 345.
- Zhang Q., Welch J., Park H., Wu C. Y., Sigmund W. Marijnissen J. C. M. *Improvement in nanofiber filtration by multiple thin layers of nanofiber mats*. Journal of Aerosol Science 41, 2010. p. 230-236.
- Zakharov P. *phpMie software* [online]. 2011. URL: <<http://zakharov.zzl.org/lstar.php>>.

Přílohy

a) Publikační činnost autora

Bílek, P., Hrůza, J., Influence of structure uniformity of nanofibrous filters on their homogeneity of filtration efficiency, in Nanocon 2014 Conference Proceedings, Tanger Ltd, Brno, 2014, p. 427 – 436, ISBN: 978-80-87294-53-6.

Bílek, P., Šidlof, P., Detection of damage of a filter by visualization of filtration process, in Experimental Fluid Mechanics 2013, EPJWeb of Conferences 67, 2014, DOI: <http://dx.doi.org/10.1051/epjconf/20146702008>.

Bílek, P., Šidlof, P., Measuring of filtration efficiency of nonwoven textiles in volume from scattered light by seeding particles, in Experimental Fluid Mechanics 2012, EPJWeb of Conferences 45, 2013, DOI: <http://dx.doi.org/10.1051/epjconf/20134501014>.

Bílek P., Šidlof P., Wiener J., Testing of nanofibrous textiles by one micrometer particles on the basis of visualization of filtration process, in AUTEX 2012 Conference Proceedings 12th World Textile Conference, University of Zagreb - Croatia, Zadar - Croatia, 2012, p. 245 – 250, ISBN: 978-953-7105-47-1.

Bílek, P., Šidlof, P. & Hrůza, J., Visualization of water flow during filtration using flat filtration materials, in Experimental Fluid Mechanics 2011, EPJ Web of Conferences 25, 2012, DOI: <http://dx.doi.org/10.1051/epjconf/20122501005>.

Bílek P., Šidlof P., Optical measuring and visualization of efficiency and homogeneity of nanofiber filtration materials, in Nanocon 2011 Conference Proceedings 3rd International Conference, TANGER Ltd, Brno, 2011, p. 503 – 509, ISBN: 978-80-87294-27-7.

Šidlof P., Bílek P., Laboratorní trať pro vizualizaci a měření účinnosti kapalinové filtrace (funkční vzorek RIV/46747885:24220/11:#0001802, 2011).