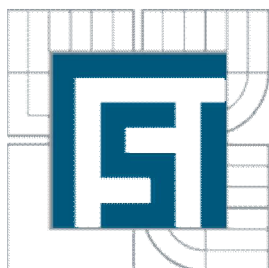


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ENERGETICKÝ ÚSTAV

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
ENERGY INSTITUTE

VELIKOST ČÁSTIC TUHÝCH POPELOVIN

PARTICLE SIZE OF SOLID ASH

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

PETR LOCHMAN

VEDOUcí PRÁCE
SUPERVIS

ING. MICHAELA ZÁRYBNICKÁ

BRNO 2013

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Energetický ústav

Akademický rok: 2012/2013

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Student(ka): Petr Lochman

který/která studuje v **bakalářském studijním programu**

obor: **Strojní inženýrství (2301R016)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem c.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Velikost částic tuhých popelovin

v anglickém jazyce:

Particle size of solid ash

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Rešeršní zpracování možných způsobů analýzy velikosti tuhých částic popelovin.

Cíle bakalářské práce:

Rešerše o vzniku tuhých zbytků při spalování a metodách využívaných k určení velikosti tuhých částic popelovin.

Praktická analýza částic z kotle spalujícího biomasu

Seznam odborné literatury:

- [1] PABST, W., GREGOROVÁ, E. Charakterizace částic a částicových soustav, 2007
- [2] Černý Teysler, Janeba: Parní kotle, SNTL Praha
- [3] HEMERKA, J.,: Odlučování tuhých částic, Praha: CVUT, 1994
- [4] Firemní podklady
- [5] Internetové zdroje

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Michaela Zárybnická

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2012/2013.

V Brně, dne 7.11.2012

L.S.

doc. Ing. Zdenek Skála, CSc.
Ředitel ústavu

prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.
Děkan fakulty

Abstrakt

Tato bakalářská práce se zabývá možnými způsoby analýzy velikosti tuhých částic popelovin a jejich vlivem na prostředí. První polovina práce je věnována spalování, vzniku popela a palivům, které jsou běžně užívány pro výrobu energie. Druhá polovina práce je věnována praktické analýze tuhých částic různých vzorků popela a jejich následnému vyhodnocení.

Abstract

This bachelor thesis deals with possible ways of analyzing the size of solid particles of ash and their effect on the environment. The first half is devoted to combustion, ash formation and fuels, which are commonly used for energy production. The second half is devoted to a practical analysis of solid particles of different ash samples and their subsequent evaluation.

Klíčová slova

popel, spalování, palivo, biomasa, částice, emise, odlučování, difrakce

Keywords

ash, combustion, fuel, biomass, particle, emission, separate, diffraction

Bibliografická citace

LOCHMAN, P. *Velikost částic tuhých popelovin*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 44 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Michaela Zárybnická.

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že tuto bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně bez cizí pomoci. Vycházel jsem při tom ze svých znalostí, odborných konzultací a literatury uvedené v seznamu.

V Brně dne 24.5.2013

Podpis:
Petr Lochman

Poděkování:

Děkuji paní Ing. Michaele Zárybnické, vedoucí bakalářské práce, za cenné rady, podněty a čas věnovaný konzultacím.

Velké poděkování patří mým rodičům, kteří mi umožnili studium na vysoké škole a vždy mě při něm plně podporovali.

OBSAH

1. Úvod	11
2. Spalování.....	12
2.1 Kotle na tuhá paliva.....	12
2.1.1 Kotle na spalování uhlí	12
2.1.2 Kotle na biomasu.....	13
2.2 Emisní třídy kotlů.....	14
2.3 Paliva	15
2.3.1 Fosilní Paliva	15
2.3.2 Biomasa	15
2.4 Odlučování tuhých částic.....	16
2.4.1 Suché mechanické odlučovače	16
2.4.2 Mokrý mechanické odlučovače.....	17
2.4.3 Elektrostatické odlučovače	17
2.4.4 Filtry	18
3. Pojem částice.....	18
3.1 Metody popisující tvar částic.....	19
3.1.1 Fourierova analýza	20
3.1.2 Modelování tvaru	20
3.2 Metody měření velikosti částic	21
3.2.1 Sítová analýza	21
3.2.2 Sedimentační metody	23
3.2.3 Laserová difrakce	25
3.2.4 Dynamický rozptyl světla [12].....	27
4. Praktická část.....	29
4.1 Přístrojové vybavení	29
4.1.1 Sítový analyzátor.....	29
4.1.2 Laserový analyzátor	30
4.2 Vzorek agropelaty z řepkové slámy	31
4.3 Vzorek agropelaty ze sena	33
4.4 Vzorek obilí	36
4.5 Vzorek dřevní pelety	37
4.6 Vzorek hnědě uhlí	39
4.7 Vzorek dřevo.....	41

5. Závěr	43
-----------------------	-----------

1. Úvod

Čisté životní prostředí je základem lidského zdraví a dobrých životních podmínek, proto jsou v současné době témata životního prostředí a ekologie velmi diskutována. Hlavně tlak Evropské unie přispívá k novým nařízením a vyhláškám, které zpřísňují emisní limity látek znečišťující životní prostředí a které také mohou škodit lidskému zdraví.

Celkově je snaha hlídat a globálně snižovat emise, které lidé vyprodukují. Důkazem toho je program nazývaný Zelená úsporám, který běží v České republice od roku 2009 až po současnost. Tento program je zaměřen na podporu instalací zdrojů na vytápění s využitím obnovitelných zdrojů energie, ale také investic do energetických úspor při rekonstrukcích i v novostavbách. V programu je podporováno kvalitní zateplování rodinných domů a bytových domů, náhrada neekologických zdrojů vytápění za nízko emisní zdroje na biomasu a účinná tepelná čerpadla. Česká republika získala na tento projekt finanční prostředky tzv. emisních kreditů Kjótského protokolu o snižování emisí skleníkových plynů.

Velikost tuhých částic vzniklých při spalování nás zajímá kvůli kvalitě ovzduší, která je jednou z klíčových faktorů pro lidské zdraví a čisté životní prostředí. Proto je cílem co nejvíce snížit jejich únik do ovzduší. U moderních spalovacích jednotek, které se stále vyvíjejí, aby bylo dosaženo co nejdokonalejšího spalování, se také objevují speciální mechanismy neboli odlučovače, které tyto látky vytěsní a sníží jejich únik do ovzduší. Částice velikosti 4-10 μm se mohou ukládat v dýchacím ústrojí a mohou způsobit mnoho zdravotních problémů, které lidem znepríjemňují život. Z těchto důvodů nás zajímá, jak tyto částice vypadají a jejich velikost, která je důležitá pro následné odloučení s nejvyšší účinností. Danou problematikou se budu zabývat právě v této práci.

2. Spalování

Spalování je chemický proces poměrně rychlé oxidace, kterým se uvolňuje chemická energie vázaná ve spalovaném palivu na teplo. Jedná se o nejjednodušší metodu pro termickou přeměnu organických paliv na teplo za podmínky dostatečného přístupu kyslíku (zpravidla atmosferického). [1]

Při spalování tuhých paliv (uhlí, biomasa...) vzniká popel, což je směs tuhých zbytků, popílku a strusky. Popílek je jemná složka popele, která se dá nazvat také jako partikulární tuhá fáze s granulometrií 0 až 1000 μm se sypanou hustotou 750 až 950 kg/m^3 . Struska neboli spékanec je tuhá část popele, která vzniká při spalování některých biomasových paliv, jako je sláma, rostlinné pelety (agropelety) a dřevní pelety, které obsahují zbytky kůry. [7]

Odstraňování tuhých zbytků, před únikem do atmosféry je technicky běžné a schůdné, poněvadž existuje dostatek účinných metod a úspěšné řešení je jen otázkou výběru optimálního postupu. Určení optimálního postupu zachycení tuhých zbytků v určitém konkrétním případě závisí především na jejich pokud možno dokonalé charakterizaci. Tuhé částice obecně představují velice pestrý soubor, jehož vlastnosti mohou být v mnoha směrech velmi rozdílné. [1]

2.1 Kotle na tuhá paliva

Kotel je zařízení, v němž se díky spalování paliv vyvíjí teplo, kterým se ohřívá teplotněná látka. Průmyslové kotle jsou všechny kotle, které mají jmenovitý výkon nad 50 kilowatt a více. Tyto kotle jsou využívány k vytápění průmyslových budov, provozoven, hotelů či k centrálnímu vytápění objektů (například činžovní domy nebo kaskáda rodinných domů). Nejčastější paliva průmyslových kotlů jsou fosilní paliva, ale postupně se také přechází na alternativní paliva neboli na biomasu.

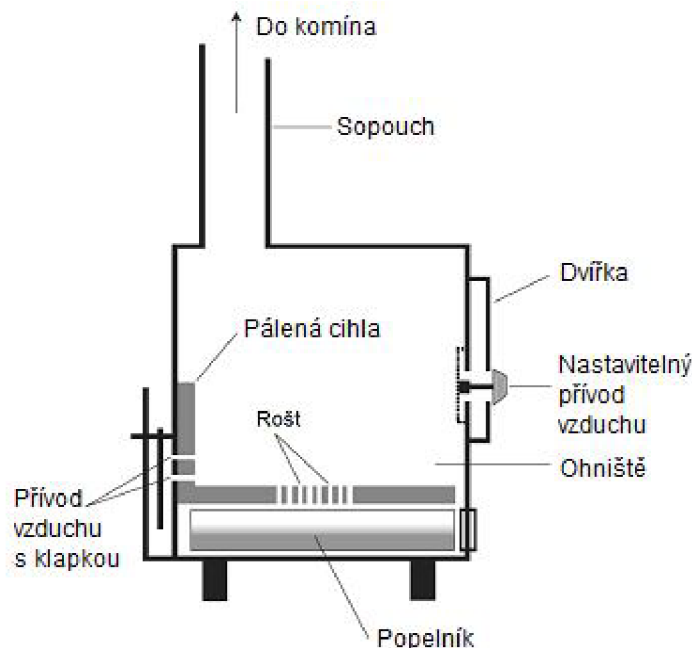
K vytápění rodinného domu je zapotřebí kotle o výkonu nanejvýš několika málo desítek kilowatt. Záleží to na klimatických podmínkách, lokalitě, celkové dispozici, konstrukci a způsobu využívání domu. Tepelné ztráty moderních domů se vyjadřují v jednotkách kilowatt. Při rozhodování o druhu paliva a typu kotle bude vždy stát na jedné straně uživatelský komfort a na straně druhé celkové investiční a provozní náklady. Nejčastější paliva domácích kotlů jsou fosilní paliva, plynná paliva a biomasa. [2]

Odlučování jemného popílku u moderních kotlů na tuhá paliva je řešeno pomocí odlučovačů. Princip odlučovačů je založen na odlišné měrné hmotnosti popílku od měrné hmotnosti plynu.

2.1.1 Kotle na spalování uhlí

Tyto kotle byly v minulosti využívány v převážné většině domácností a téměř ve všech kotelnách, výtopnách a teplárnách. Dnes jsou ještě rozšířené při výrobě elektrické energie v teplárnách, avšak za plnění mnohem přísnějších předpisů z hlediska produkce látek negativně působících na lidské zdraví a životní prostředí. Kotle na spalování uhlí se podobají kotlům spalujícím dřevo. Obvykle se používají hybridní kotle (Obr. 1), které jsou schopny spalovat uhlí i dřevo. Hlavní rozdíl mezi kotli spalujícími uhlí a kotli na dřevo je v systému přívodu spalovacího vzduchu. Uhlí hoří lépe, pokud je vzduch přiváděn zespodu. Některé kotle mají termostatem řízený regulátor, který nastavuje přívod spalovacího vzduchu. Vyspělejší kotle mají dmychadlo, pomocí kterého se přesně dosáhne požadovaného množství spalovacího vzduchu, avšak je třeba připojení kotle na zdroj elektrické energie. [2]

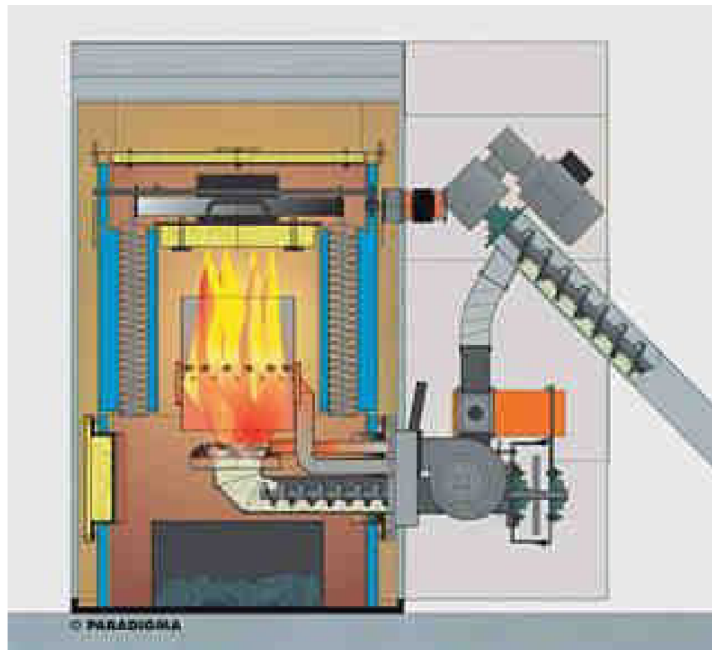
Při spalování uhlí vzniká více popela, a tak je nutné popelník častěji vyprazdňovat. Popelnatost uhlí se pohybuje okolo 30 % původního množství uhlí.



Obr. 1 Schéma hybridního kotle na uhlí a dřevo [2]

2.1.2 Kotle na biomasu

Kotel na biomasu je automatický systém spalování známého paliva, kdy rychlost spalování je řízena spíše dávkováním paliva než regulací přívodu primárního vzduchu. Existují dva druhy těchto kotlů: zařízení spalující pouze pelety, nebo spalující polena i pelety, která lze snadno konvertovat tak, aby využívala střídavě buď pelety či polena. Dřevní pelety si odebírají automatickým dopravníkem podle potřeby ze zásobníku. Popel z dřevních pelet má podobu jemného prášku a jeho popelnatost je oproti uhlí výrazně nižší, pohybuje se v rozmezí 0,5-1,5 % původního množství. Pelety bez příměsí kůry mají menší popelnatost než pelety s příměsí kůry.[8] U rostlinných pelet (agropelet) se popelnatost pohybuje v rozmezí 5-6 %. Nežádoucí je u rostlinných pelet jejich spékavost při hoření, kterou jsem již popisoval výše.[2]



Obr. 2 Automatický kotel na dřevní pelety [2]

2.2 Emisní třídy kotlů

Novela zákona č.201/2012 Sb. o ochraně ovzduší, která vstoupila v platnost 1. 9. 2012, radikálně změnila podmínky provozování domácích kotlů na tuhá paliva. Majitelé starších a novému zákonu již nevyhovujících kotlů se musí připravit na výdaje spojené s revizemi stávajících zařízení. Mnoho domácností si navíc bude muset do roku 2022 pořídit kotel úplně nový. To se podle předběžných odhadů bude týkat asi 330 tisíc českých domácností.[3]

Norma ČSN EN 303-5 kotle na tuhá paliva rozdělují do tzv. emisních tříd, přičemž toto rozdělení funguje na základě emisí a účinnosti. Tato norma je českou verzí evropské normy EN 303-5:1999. Evropská norma EN 303-5:1999 má status české technické normy. Tato evropská norma se skládá z šesti částí:[9]

Část 1: Kotle pro ústřední vytápění s hořáky s ventilátorem.

Část 2: Kotle pro ústřední vytápění s hořáky s ventilátorem. Zvláštní požadavky na kotle s rozprašovacími hořáky na kapalná paliva.

Část 3: Kotle pro ústřední vytápění na plynná paliva. Sestava kotlového tělesa a hořáku s ventilátorem.

Část 4: Kotle pro ústřední vytápění s hořáky s ventilátorem. Zvláštní požadavky na kotle s hořáky s ventilátorem na kapalná paliva, o tepelném výkonu nejvýše 70 kW a o největším provozním přetlaku 3 bar.

Část 5: Kotle pro ústřední vytápění na pevná paliva, s ručním samočinným řízením, o jmenovitém tepelném výkonu nejvýše 300 kW. Terminologie, požadavky, zkoušení a značení.

Část 6: Kotle pro ústřední vytápění s hořáky s ventilátorem. Zvláštní požadavky na kombinované kotle na kapalná paliva pro domácnost o jmenovitém tepelném výkonu nejvýše 70 kW.

Většina současných kotlů na tuhá paliva splňuje podmínky pouze nejméně přísné první a druhé emisní třídy. Právě tato zařízení bude nutné během příštích deseti let nahradit. Po roce 2022 již bude možné provozovat jen kotle třetí emisní třídy. Těch je ale na současném trhu

zatím menšina. V praxi požadavky třetí emisní třídy splňují hlavně peletové a zplynovací kotle, objevují se však i klasické kotle na dřevo či uhlí, které již této třídě vyhovují také.[3]

Zákon o ochraně ovzduší se vztahuje na otopná zařízení s výkonem od 10 do 300 kW a teplovodním okruhem, tedy na většinu kotlů na tuhá paliva v českých domácnostech. Díky novému zákonu se podstatně zlepši ovzduší hlavně v menších městech a na vesnicích, které vinou špatných kotlů a nevhodného paliva nejvíce trpí lokálním znečištěním vzduchu. V praktické rovině běžného provozu domácnosti zákon přinese hlavně nutnost průběžných revizí kotlů. Od 1. 1. 2017 budou domácnosti povinny na základě požadavku příslušného obecního úřadu tuto revizi předložit, v opačném případě jim bude hrozit pokuta až 20 tisíc Kč. Revize bude nutné absolvovat každé dva roky.[3]

2.3 Paliva

Palivo je všeobecné označení pro chemický prvek, nebo chemické sloučeniny, mající schopnost za vhodných podmínek začít a udržet chemickou reakci spalování. Při spalování se uvolňuje chemická energie obsažená v palivu a přeměňuje se hlavně na teplo, které je možné dále využít.[2]

2.3.1 Fosilní Paliva

Mezi fosilní paliva patří především ropa, zemní plyn a uhlí. Ropa je kapalina hnědé (popř. nazelenalé) barvy, kterou tvoří směs uhlovodíků (uhlík – 84-87 %, vodík – 11-14 %). K základním vlastnostem patří hořlavost. Vyskytuje se společně se zemním plynem a je při těžbě buď čerpána, nebo pod tlakem vyvěrá z ložisek ve svrchních vrstvách zemské kůry.[4]

Zemní plyn je plynným fosilním palivem, které obsahuje zpravidla přes 90 % metanu. Mezi hlavní vlastnosti zemního plynu patří kromě hořlavosti to, že je bez zápachu. Při distribuci se proto do zemního plynu přidávají zapáchající plyny. Díky vysokému obsahu metanu má při spalování zemní plyn v porovnání s ostatními fosilními palivy nejnižší podíl uvolněného CO₂, a proto je řazen k ekologickým zdrojům energie vedle obnovitelných zdrojů.[4]

Uhlí je hořlavá hornina hnědé až černé barvy, obdobně jako ostatní fosilní paliva je složena především z uhlíku a vodíku. Problematickou složkou uhlí je síra a radioaktivní příměsi (např. uran). Podle stáří, resp. podílu uhlíku rozlišujeme (od nejmladšího): lignit, hnědé uhlí, černé uhlí, antracit. Nejvyšším palivem je uhlí s největším obsahem uhlíku, tedy nejstarší hornina – černé uhlí, resp. antracit.[4]

2.3.2 Biomasa

Biomasa je veškerá organická hmota v koloběhu živin v biosféře. Jsou to všechny organismy (živočichové, rostliny, houby, bakterie a sinice), živé i mrtvé, od největších po mikroskopické. [5]

Energie biomasy má původ ve slunečním záření a lze ji na rozdíl od energie z fosilních paliv obnovovat, proto patří mezi obnovitelné zdroje energie. V rámci energetických účelů se využívá pěstovaná rostlinná biomasa (tzv. energetické plodiny) a zemědělské odpady lesní nebo potravinářské produkce. Biomasa může být využita pro výrobu elektřiny a tepla, může také sloužit k pohonu vozidel. Energie z biomasy lze získat chemickými, popř. biochemickými procesy. Základní technologií je spalování. Doplnují ho další technologie, jako jsou zplyňování, pyrolýza, zkapalňování, esterifikace, fermentace, lisování, kvašení. [5]

Biomasu dělíme dle přílohy č. 1 k vyhlášce č. 482/2005 Sb., o stanovení druhů, způsobů využití a parametrů biomasy při podpoře výroby elektřiny z biomasy v platném znění, na tři hlavní druhy: [5]

- Lesní biomasa (Dendromasa)
 - biomasa získávaná v sektoru lesního hospodářství
- Zemědělská biomasa (Fytomasa)
 - biomasa získávaná z jednoletých rostlin
- Zbytková biomasa
 - podstatná část potenciálu energetické biomasy
 - zbytky, vedlejší produkty a odpad ze zpracování primárních zdrojů rostlinné nebo živočišné biomasy.

2.4 Odlučování tuhých částic

V části o spalování je uvedeno, že při spalování tuhých paliv vznikají tuhé částice. K odstranění těchto částic se používají odlučovače. Z hlediska odlučování je nejdůležitějším parametrem velikost částic, která se může pohybovat ve velmi širokých mezích, prakticky od 0,01 do 1000 μm . Odlučovače jsou schopny zachytit částice velikosti jednotek mikrometrů, menší částice tvoří aerosoly - polévatý popílek. Zařízení pro zachycování tuhých příměsí pracují na různých principech, s různou účinností a s různou vhodností použití pro jednotlivé druhy prachů.[6]

Z hlediska principu jejich funkce je možné tato zařízení rozdělit na:

- odlučovače mechanické
 - suché
 - mokré
- filtry
- elektrostatické odlučovače

2.4.1 Suché mechanické odlučovače

Mechanické odlučovače pracují na principu využití gravitační, nebo setrvačné síly k oddělení tuhých částic na základě jejich odlišné měrné hmotnosti od měrné hmotnosti plynu. Mají poměrně malou účinnost, nicméně vírové odlučovače jsou v současné době nejrozšířenějším odlučovačem vůbec.[6]

Usazovací komory:

Usazovací komory jsou nejjednodušším typem mechanického odlučovače a v současné době se používají jen zřídka, spíše vůbec. Princip jejich funkce spočívá v rozšíření profilu potrubí, a tím snížení rychlosti plynu.[6]

Vírové odlučovače (vírníky):

Vírové odlučovače jsou nejrozšířenějším mechanickým odlučovačem. Zásahu na tom má zejména jejich vysoká účinnost při poměrně jednoduchosti a provozní nenáročnosti. Principem jejich funkce je využití odstředivé síly, která vzniká uvedením proudu plynu do rychlého rotačního pohybu (odtud jejich běžně používaný název cyklóny).[6]

Žaluziové odlučovače:

Žaluziové odlučovače jsou méně rozšířeným zařízením. Odlučovacím elementem jsou v nich žaluzie, tvořené kovovými úhelníky nebo přepážkami. Při průchodu plynu žaluzií dochází k prudké změně směru, kterou pevné částice nestačí sledovat, narážejí na přední stranu žaluzie, a posouvají se tak směrem dolů k dílčímu odběru proudu plynu. Mají nízkou účinnost, používají se jako předodlučovače a mohou být použity pro vysoké teploty a neabrazivní prach.[6]

2.4.2 Mokrý mechanický odlučovač

Kapalina se používá pro záchyt, resp. odvod zachycených částic. Tyto odlučovače využívají skutečnosti, že hmotnost a rozměr odlučovaných částic mají podstatný vliv na účinnost jejich zachycení. V přítomnosti kapaliny (vody) jsou smáčivé částice pohlceny vodními kapkami a jejich rozměr a hmotnost se tím mnohonásobně zvětší a odloučení takto vzniklých částic je podstatně snazší.

Na stejném principu jako běžné cyklóny fungují i mokré vírové odlučovače. Prach, který dosáhl povrchu stěny, je smýván vodou nastříkovanou v horní části cyklónu. Odlučovací schopnost je zvýšena smočením částic a snižuje se negativní vliv abrasivnosti a lepivosti prachu.[6]

Pěnové odlučovače:

Plyn vstupuje do odlučovače spodem, promývací voda je dávkována seshora. Na jednotlivých patrech probublává plyn vzhůru, voda stéká do spodní části. Po sedimentaci kalu se odsazená voda vrací k vypírání. Výhoda - možno čistit plyny s až $0,5 \text{ kg/m}^3$, nevýhoda - velká tlaková ztráta a malý rozsah pracovních průtoků. [6]

2.4.3 Elektrostatické odlučovače

Principem činnosti elektrostatických odlučovačů (dále jen EO) je využití přitažlivých sil mezi elektricky nabitými částicemi prachu a opačně nabitou sběrací elektrodou. Nabíjení částic se dosahuje v elektrostatickém poli EO, kde jako přenašeč náboje fungují ionty ionizovaného plynu.

Podstatou každého EO je sběrací elektroda o relativně velké ploše a nabíjecí (sršící) elektroda o malé ploše, na něž je vloženo stejnosměrné napětí opačné polarity. Při zvyšování napětí začne při jeho určité (kritické) hodnotě mezi elektrodami procházet proud v důsledku ionizace molekul plynu v blízkosti nabíjecí elektrody, na níž vzniká tzv. klidný výboj neboli

korona. Procházející proud je zprvu malý a roste s dále stoupajícím napětím až do stavu, kdy dojde k přeskoku a kdy koronu nelze již vytvořit. Čím vyšší je napětí na elektrodách (55-75 kV), tím vyšší je účinnost odlučovače. Stabilita korony je podmíněna jednak malým povrchem nabíjecí elektrody, která bývá zhotovena z drátu o malém průměru, a jednak napětím, které je na ni vloženo. Záporné napětí na nabíjecí elektrodě umožňuje vznik stabilní korony při vyšším napětí.

Používají se pro odlučování popílku ze spalování uhlí, sazí z mazutových kotlů, čištění odpadních plynů z hutnictví, cementáren, spaloven komunálního odpadu a podobně. V posledních letech zaznamenaly EO značné rozšíření, a to jednak díky limitům, ale také díky existenci spolehlivých zdrojů vysokého napětí.[6]

2.4.4 Filtry

Pro odlučování částic se nejčastěji používají vláknité vrstvy, ale také zrnité, nebo porézní hmoty. Nejčastěji se používají tkaninové filtry, a ty jako odlučovací zařízení získávají v současné době stále na významu, zejména v souvislosti s vývojem nových typů tkanin s výrazně lepšími technickými vlastnostmi, jako je mechanická a zejména tepelná odolnost.

Částice se zachycují základním principem filtrace, větší částice neprojdou otvorem, zachytí se na povrchu, kde tak vzniká filtrační koláč. Filtrace atmosférického vzduchu (např. odprašování pracovního prostředí) pracuje se znečištěním řádově mg/m^3 , filtrační tkaniny se používají jednorázově a neregenerují se. Průmyslová filtrace čistí plyny s podstatně vyšší koncentrací tuhé fáze a množství (vrstva) prachu na filtrační tkanině se vytváří rychle. Tyto filtry se čistí (regenerují) různými způsoby, např. zpětným tokem plynu, tlakovým rázem, otřepáváním. [6]

3. Pojem částice

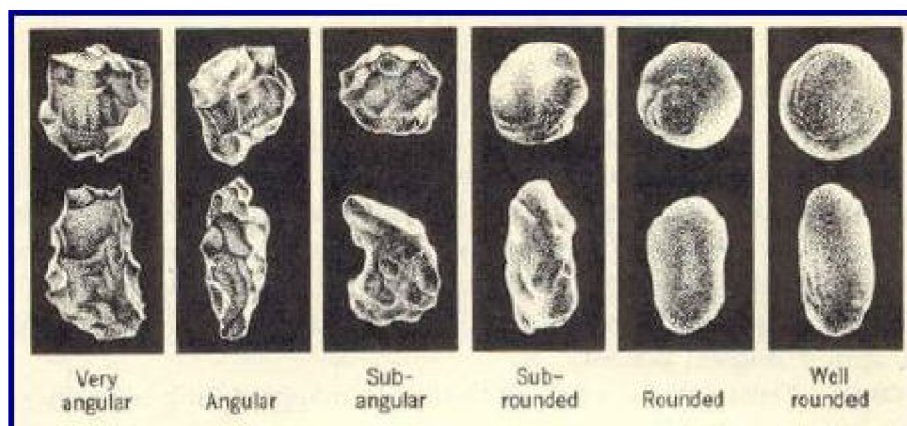
Částice je definována jako objekt, který je malý ve srovnání s okolím. Vznikají při spalování tuhých paliv. Charakterizace tvaru a velikosti je u částic podstatně složitější než u makroskopických objektů, které jsou pozorovatelné pouhým okem. Částice vzniklé spalováním nelze měřit klasickými metodami (posuvné měřítko, mikrometrický šroub, atp.), definují se velikosti částic podle toho parametru částic, který měříme. Mezi tyto parametry může patřit například specifický povrch, objem a další. Jako základní geometrický parametr se pro výpočty využívají průměry koulí (ideální tvar částice). Takto získané velikosti se označují jako ekvivalentní průměry. Ač je tento přístup pro analýzu velikosti částic velmi zjednodušený, nepředstavuje vážný problém, pokud je poměr jednotlivých stran velký. Velikost můžeme charakterizovat na základě obrazu těchto částic. Obrazový záznam částic získaný z nějakého druhu mikroskopu se následně analyzuje a jako míra velikosti částice se využívá Feretův nebo Martinův průměr. [10]

Tvar částice popisuje tvarový faktor. Tvarových faktorů existuje nepřeberné množství. Mezi ně patří například tvarový faktor sféricity (podobnost kouli), jenž se určuje ze specifického povrchu částice. Dále se využívají tvarové faktory vycházející z 2D projekce částice, například tvarový faktor prodloužení, kruhovitosti a další. Je výhodné využívat více těchto tvarových faktorů u jedné částice, jelikož tvarový faktor může mít stejnou hodnotu i pro dvě naprosto odlišné částice. K dostatečnému popisu částice nám stačí tři hodnoty. Mohou to být: velikost částice, tvarový faktor nebo povrch částice. Lze také použít dvou různých tvarových faktorů namísto specifického povrchu. Další a velice zajímavou možností, jak charakterizovat morfologii částice, je využití Fourierovy transformace. Touto metodou se vypočítávají Fourierovy koeficienty, které následně mohou charakterizovat jak velikost, tak

i tvar, ale i další vlastnosti měřené částice. Jelikož osamocené částice se v přírodě ani v technické praxi nevyskytují, je potřeba charakterizovat částicový systém, který obsahuje ohromné množství částic. Ze zkoumaného materiálu se odebírá malý vzorek, který je následně charakterizován, a získaná data se statisticky vyhodnocují. Statistika se využívá zejména pro zjednodušení orientace v naměřených datech, přičemž jako statistický výstup se nejčastěji používají histogramy, průměry a další veličiny, jako jsou medián, modus atd. Nevýhodou statistického zpracování dat je to, že při udání statistických výsledků dochází ke ztrátě určité informace.[10]

3.1 Metody popisující tvar částic

Pro nekulovité částice může být pojem velikost jen těžko oddělen od hlediska tvaru a orientace částice. Pouze jednoduchá tělesa (koule, krychle) lze popsat jediným číslem. Tvar částic ovlivňuje vlastnosti prášku, jako je tekutost, segregace, interakce s jinými látkami, vodivost, permeabilita a další. Přesto je většinou tvaru částic věnováno mnohem méně pozornosti než jejich velikosti. Neexistují žádné standardy, jednotlivé popisy tvaru se velmi odlišují, a to i ve své složitosti. Některé podchycují jemné detaily, jiné jsou jen velice hrubé. To, který popis bude použit, by vedle dostupnosti potřebného vybavení mělo záviset i na tom, k jakému účelu budou výsledky použity. [11]



Obr.3. komplex částic různého tvaru [11]

Popis tvaru částic se rozděluje na kvalitativní a kvantitativní. Kvalitativní popis je popis slovní, a to např. částice jsou jehličkovité, ostrohranné, dendritické či vláknité. Kvantitativní popis je popis číselný pomocí koeficientů, faktorů či indexů. [11]

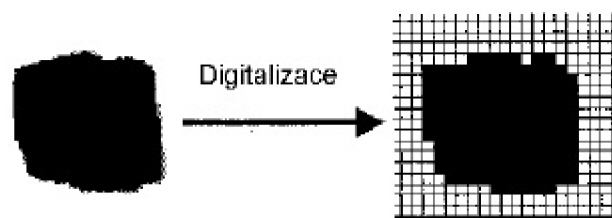
3.1.1 Fourierova analýza

Tato analýza patří ke kvantitativnímu popisu. Využívá fotografie částic a stanovuje jejich morfologii a texturu. První úrovní Fourierova popisu částic je stanovení jejich tvaru, tedy protaženosti, triangularity a pravouhlosti. Vyšším stupněm je stanovení textury a hrubosti. Celý proces si můžeme představit tak, že na počátku je stanoven přibližný obecný tvar částice, který se v jednotlivých krocích postupně upřesňuje. Tato analýza je vhodná pro částice s hladkým povrchem a pro částice, jejichž úhel orientace je stabilní vzhledem ke kontuře připodobňovanému modelu. Nevhodná je pro polygonální částice, které mají ostré úhly, jako jsou částice s fasetovým povrchem. [11]

3.1.2 Modelování tvaru

Tato analýza patří také ke kvantitativnímu popisu a dělí se na modelování:

- Pomocí uspořádaného nebo neuspořádaného seskupení koulí
 - Nevhodné pro n esférické částice
- Pomocí polygonální sítě
 - Vhodné k popisu nahodilých tvarů
- Pomocí digitalizace tvaru
 - Popis tvaru pomocí pixelů



Obr. 4. Digitalizace tvaru [11]

3.2 Metody měření velikosti částic

Mírou velikosti částic, v běžném slova smyslu, je lineární rozměr čili délka (SI jednotka „m“). Velikost v tomto smyslu je jednoznačně definována pouze pro kulovité částice, o kterých lze říci, že jejich velikost odpovídá průměru, resp. poloměru. Pro všechny jiné tvary se musí velikost částic definovat s ohledem na metodu měření. Tzv. odvozené průměry jsou určeny měřením vybrané vlastnosti závislé na velikosti částic a vztažením této vlastnosti na vybranou lineární dimenzi. Nejrozšířenější z nich jsou tzv. ekvivalentní průměry, čímž jsou míněny v první řadě průměry ekvivalentních koulí. K měření velikosti částic se používá různých metod. [12].

3.2.1 Sítová analýza

Je to jedna z nejstarších metod charakterizace prášku na základě distribuce velikosti jejich částic. Princip spočívá v tom, že síta s téměř čtvercovými otvory (oky) jsou stohována ve stoupajícím stupni hrubosti. Síta jsou vyrobena z bronzu, mosazi, nereznoucí oceli nebo z nylonu či hedvábí [11.].

Analyzovaný prášek je umístěn na horní síto (s největšími oky) a celý systém je podroben standardní době třepání. Materiál, který je zachycen na jednotlivých sítích je přesně zvážen. Výsledkem analýzy jsou podíly prášku (v hmotnostních procentech) odpovídající jednotlivým velikostním rozmezím mezi dvěma sousedními sítí. Velikostním parametrem prosévání je tedy délka strany nejmenšího čtvercového otvoru síta, kterým částice projde. Díky prosévání se částice rozdělí podle svého středního velikostního rozměru (tj. výška nebo šířka). Průchod částice přes otvor síta je obecně více závislý na její maximální výšce a šířce než na délce. [11]

Z hlediska velikosti ok lze síta rozdělit na:

- Tkaná
 - Velikost ok: 125 mm - 38 μ m
- Elektroformovaná – leptání
 - Velikost ok: 500 - 5 μ m
 - Tvary ok
 - Kulatá
 - Hranatá
- Perforovaná
 - Velikost ok: 125 mm – 1 mm

Suchá cesta sítové analýzy:

Tato metoda je nejčastější a nejjednodušší. Tato metoda se používá pro částice větší jak 50 μm , protože částice menší než 50 μm neprocházejí snadno přes stejně velká oka, gravitační síla je malá vzhledem k třecí síle, která vzniká na stěnách ok, a mimo to se malé částice lepí na velké. [11]

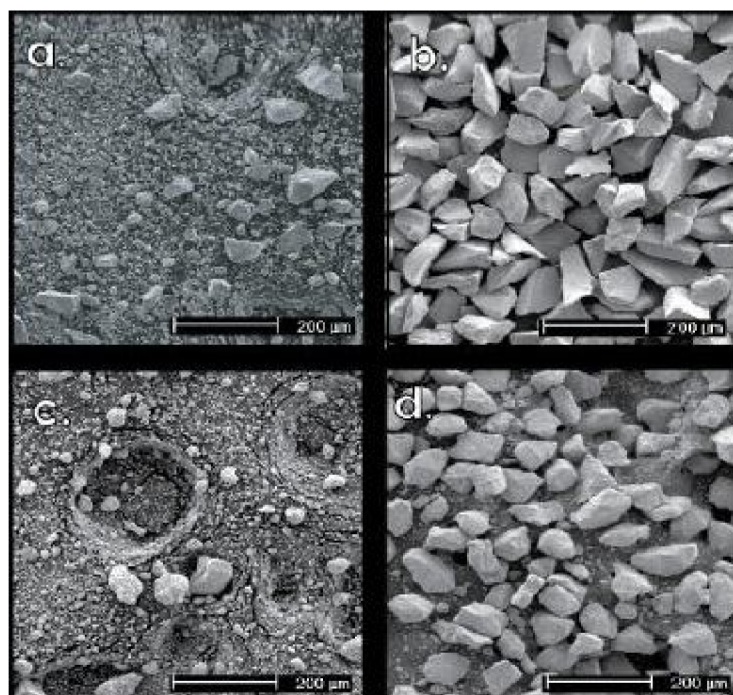
Sítování v proudu vzduchu, neboli Air-jet rozšiřuje použití suché cesty sítové analýzy. Zde velikost částic dosahuje cca 25 μm . Doba trvání této analýzy je cca 10 minut a probíhá tak, že průmyslový vysavač generuje proud, který rozpráší částice na analytickém sítu. Částice menší, než je velikost ok na sítu, jsou odsáty do použitého vysavače nebo do cyklónového odlučovače, pro zachování kompletního vzorku. Proud vzduchu konstantně pročistňuje oka síta. [11]

U ručního sítování je doba trvání také cca 10 minut. Zde je množství vzorku cca 50 g. Síta se drží v jedné ruce a díky naklonění se vzorek jemně rozprostře na prvním síti. Do síti se klepe dřevěnou tyčinkou s frekvencí 150 úderů za minutu a po každém 25. úderu se síta pootočí o 1/8 v jednom směru. [11]

U strojového sítování se stohuje 5 nebo 6 sít s postupně klesající velikostí ok. Zde se sítuje po fixní dobu 20 minut. [11]

Mokrý cesta sítové analýzy:

Mokrý sítování se používá pro materiály v suspenzi nebo prášky, které mají za suchého sítování snahu agregovat. Částice jsou menší než 50 μm a jsou silně elektricky nabitě. Tato metoda je často spojena s proplachováním, sáním nebo vibracemi, aby se zlepšil tok kapaliny přes síta, a používají se zde elektroformovaná síta. Jako kapalina se zde nejčastěji používá samotná voda, nebo voda s dispergačním činidlem, ale lze použít i jiné kapaliny. Konec sítování nastává, když je procházející kapalina prakticky čirá. Mezi nevýhody mokrého sítování patří dlouhá doba trvání analýzy (1-2 hodiny) a to, že jednotlivé frakce musí být před vážením usušeny. [11]



Obr. 5. Síťová analýza [11]

Na obrázku 5 můžeme vidět srovnání výsledků suchého a mokrého síťování. Na obrázku 5.a je suché síťování, kde velikost částic je 63-75 μm . Na obrázku 5.b je mokré síťování, kde velikost částic je také 63-75 μm . Na obrázku 5.c je suché síťování, kde velikost částic je 45-75 μm a na obrázku 5.d je mokré síťování, kde velikost částic je také 45-75 μm . [11]

3.2.2 Sedimentační metody

Vedle síťového rozboru, který ztratil svůj původní význam jako metoda k měření velikosti částic, patří sedimentační metody k nejtradičnějším metodám analýzy velikosti částic. K výhodám sedimentačních metod patří jasný princip měření, jednoduchá proveditelnost nevyžadující komplikované zařízení a fyzikálně jednoznačná interpretace výsledků. Nevýhody jsou časová náročnost, poměrně úzký rozsah měření a závislost výsledků na přípravě vzorků, především citlivost výsledků na optimální stupeň deaglomerace. Příliš velké částice vyvolávají turbulentní proudění, zatímco příliš malé částice jsou ovlivněny Brownovým pohybem. Obvyklý rozsah měření je 1–100 μm (pouze při použití centrifugálních metod až do oblasti řádově 0,1 μm). [12]

Princip sedimentačních metod: z polydisperzní částicové soustavy, s částicemi v suspenzi, velké částice klesají vlivem gravitace (popř. i centrifugálních sil) rychleji než malé. Obvyklé tradiční vybavení pro sedimentační analýzu je Andreasenův přístroj (válec a pipeta s trojcestným kohoutkem). Po přípravě suspenze podle normovaného postupu (rozdružení aglomerátů, míchání, třepání, ultrazvukování, popř. vaření atd.) se nechá suspenze stát a v předem stanovených časových intervalech se sleduje koncentrace suspenze v určitém místě, tj. v určité výšce sedimentačního sloupce (místo blízko dna Andreasenova válce o obsahu cca 600 ml a o výšce nad 20 cm). Určení koncentrací probíhá odebráním malého množství (10 ml) suspenze pipetou přes stanovení hmotnosti sušiny a udává tedy kumulativní obsah všech velikostních frakcí, které byly v okamžiku odběru vzorku ještě ve vznosu.

Z hlediska neoptimálnějšího měření by měly časové intervaly mezi odběrem jednotlivých vzorků růst geometrickou řadou, v případě částic o velikosti cca 1 μm a menší může kompletní měření touto technikou trvat i několik dní. Jiné rozšířené přístroje pro sedimentační analýzu jsou tzv. sedimentační váhy, ve kterých je kontinuálně zaznamenáván nárůst hmotnosti, který odpovídá usazeným velikostním frakcím, a tzv. foto- resp. rentgen-sedimentograf, ve kterém je koncentrace určena dynamicky z extinkce (zeslabení) záření a celý sedimentační sloupec je scanován postupně zdola nahoru resp. obráceně. Tím se může doba měření zkrátit až na několik minut. Nutné podmínky, které musí být splněny k dosažení spolehlivých výsledků, jsou nepřítomnost interakcí mezi částicemi (zředěné suspenze) a laminární tok (Reynoldsova čísla musí být menší než cca 1, proto je nutno odstranit příliš velké částice před měřením, obvykle síťováním přes síto o velikosti ok 63 μm ; síťovou frakci nad 63 μm lze pak zohlednit v konečném výsledku, protože obě metody poskytují hmotnostně vážené rozdělení). [12]

Standardní vyhodnocování dat: [12]

Standardní vyhodnocování dat získaných sedimentační analýzou vychází z klasické Stokesovy rovnice pro koule. Stokesův průměr D_S (ekvivalentní průměr koule) se vypočítá dle vztahu:

$$D_S = \sqrt{\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_L)gt}},$$

kde η je viskozita (čistého kapalného média bez částic), ρ_s je hustota pevných částic, ρ_L je hustota (čistého) kapalného média, g je gravitační zrychlení, h je sedimentační dráha (tj. výška sedimentačního sloupce nad bodem odběru vzorku, resp. měření koncentrace) a t je sedimentační doba (tj. čas vzorkování, resp. měření koncentrace). Pro rychlost platí $v = h / t$ pouze v ustáleném stavu, tj. když fáze zrychlení je dokončena a rychlost má svou konečnou (maximální a konstantní) hodnotu, obvykle po několika vteřinách. Stokesovu rovnici lze odvodit z rovnováhy sil,

$$F_B - F_G - F_R = 0,$$

kde F_B je vztlaková síla působící na částici v (méně hustém) kapalném médiu,

$$F_B = \frac{4}{3}\pi R^3 \rho_L g,$$

F_G je gravitační síla působící na částici,

$$F_G = \frac{4}{3}\pi R^3 \rho_s g,$$

a F_R je odporová síla (třecí síla) působící na částici viskózním kapalným médiem,

$$F_R = 6\pi\eta Rv,$$

kde v je relativní rychlost částice a kapalného média a $R = D_S/2$ je ekvivalentní poloměr částice. Vedle několika předpokladů fyzikálního charakteru (laminární proudění, ustálenost), je platnost Stokesovy rovnice podmíněna geometrickým předpokladem, že všechny částice

jsou kulovité. Protože to však pro reálnou soustavu obecně neplatí, odpovídají Stokesovy průměry průměrům koulí se stejnou sedimentační rychlostí jako vybrané nepravidelné a popř. anizometrické částice. Jedná se tedy o typický příklad ekvivalentních průměrů.

Výsledky sedimentačních metod jsou hmotnostně vážená rozdělení velikosti. Pokud mají všechny částice stejnou hustotu, jsou tyto výsledky identické s objemově váženými rozděleními, tzn. s distribucemi 3 Q.

Nestandardní vyhodnocování výsledků a charakterizace tvaru zploštělých částic:

Stokesova rovnice může být modifikována a přizpůsobena případu plochých válců (destiček), resp. zploštělých sferoidů. Tuto modifikovanou Stokesovu rovnici pak lze používat k reinterpretaci výsledků sedimentačních měření v případě zploštělých částic, a na základě této reinterpretace je možno kvantifikovat tvar částic, pokud vedle výsledků ze sedimentační analýzy jsou k dispozici i další výsledky, a to buď z laserové difrakce, nebo z mikroskopické obrazové analýzy. [12]

3.2.3 Laserová difrakce

Laserová difrakce je dnes nejvíce rozšířená metoda pro analýzu velikosti částic. Ačkoliv jsou fyzikální principy rozptylu a difrakce známé víc než 100 let (Mieova teorie je z roku 1908), přístroje k měření velikosti částic na základě difrakce mohly být vyvinuty teprve po vynálezu laseru (kolem roku 1960), a rutinní použití této metody předpokládá samozřejmě vývoj vhodných typů počítačů (sedmdesátá a osmdesátá léta 20. stol.) Dnešní komerční přístroje jsou rychlé a flexibilní (od standardních laboratorních přístrojů až ke specifickým modulům - k "in-line" kontrole výrobních procesů v průmyslu, od suspenzí k suchým práškům, pro velikosti částic od několika nm až k několika mm). Jsou málo náročné na přípravu vzorku a dávají obvykle výsledky s vysokou reprodukovatelností. Proto tato metoda nahrazuje postupně jiné metody analýzy velikosti částic, zejména sedimentační metody. [12]

Vybavení a příprava vzorku:

Typický přístroj k měření velikosti částic laserovou difrakcí má světelný zdroj (laser), průtokovou optickou celou (v podstatě se jedná o průtokovou kyvetu specifické geometrie se dvěma přesně paralelními okny, spojenou s reservoirem vzorku, popř. s kádinkou) a fotodetektor (např. polokruhový, čtvrtkruhový, klínový, nebo segmentovaný), který transformuje optický signál (intenzitu světla v závislosti na úhlu rozptylu), na elektrický signál (z jednotlivých segmentů fotodetektoru), který je pak dále transferován do počítače a použit k vygenerování dat.

Geometrie fotodetektoru může být rozhodující pro měření tvaru částic (na základě odchylky interferenčního obrazu od kruhové symetrie) nebo k měření orientačních efektů u anizometrických částic (např. krátkých vláken) → současný výzkum. Vzdálenost mezi laserem, optickou celou a fotodetektorem, jakož i poloha a rozlišení fotodetektoru (dáno velikostí a uspořádáním jednotlivých polovodiivých segmentů) určí rozsah měření, kterého lze docílit (v typickém případě od 0.1 μm do $> 1 \text{ mm}$, ale nové přístroje umožňují měření také v nano-oblasti). Tzv. Fourierova optika (s Fourierovou čočkou mezi optickou celou a fotodetektorem) nebo inverzní Fourierova optika (která používá konvergentní laserový paprsek a má Fourierovu čočku mezi laserem a optickou celou) zaručuje, aby světlo rozptýlené do určitého úhlu dopadlo na určitý segment fotodetektoru, bez ohledu na přesnou polohu částice v osvětleném objemu. [12]

Obsah reservoiru je během měření promícháván a ultrazvukován. Jednou z výhod laserové difrakce, oproti jiným metodám měření velikosti částic, je právě možnost použití ultrazvuku během vlastního měření (a nejen před měřením jako pomocná technika k přípravě vzorku). Během měření je suspenze neustále pumpována přes optickou celu (s rychlostí toku zvolenou podle hustoty částic tak, aby nedocházelo k usazování částic uvnitř přístroje). Některé přístroje poskytují navíc možnost měření za sucha použitím tzv. "dry dispersion unit", tzn. že suchý prášek je transportován proudem stlačeného vzduchu přes optickou celu. Příprava vzorku musí být vždy přizpůsobena charakteru částic (typ a velikost), ale obecně lze říci, že požadavky na přípravu vzorku jsou u laserové difrakce méně náročné než u sedimentace a jiných metod. Samozřejmě, v případě submikronových částic a obzvláště u nanočástic, se musí vždy počítat se silnou aglomerací a velmi specifická ztektiva a popř. jiné prostředky mohou být jediným způsobem, jak docílit deaglomerace vzorku (pokud je to vůbec možné). [12]

Princip měření a vyhodnocování dat: [12]

Laserová difrakce je ensemblová metoda, tzn. velký počet částic je osvětlen současně a difrakční obraz snímáný fotodetektořem představuje superpozici interferenčních obrazů jednotlivých částic. Koncentrace částic v suspenzi musí být dostatečně nízká, aby nedošlo k překryvu částic a k zabránění mnohonásobnému rozptylu. Na druhé straně, koncentrace musí být dostatečně vysoká k docílení rozumného poměru signálu k šumu. Standardní metoda k vyhodnocování dat získaných laserovou difrakcí je založená na Fraunhoferově aproximaci. Pro polydisperzní prášek spočívá vyhodnocování dat v dekonvoluci difrakčního obrazu podle integrální rovnice

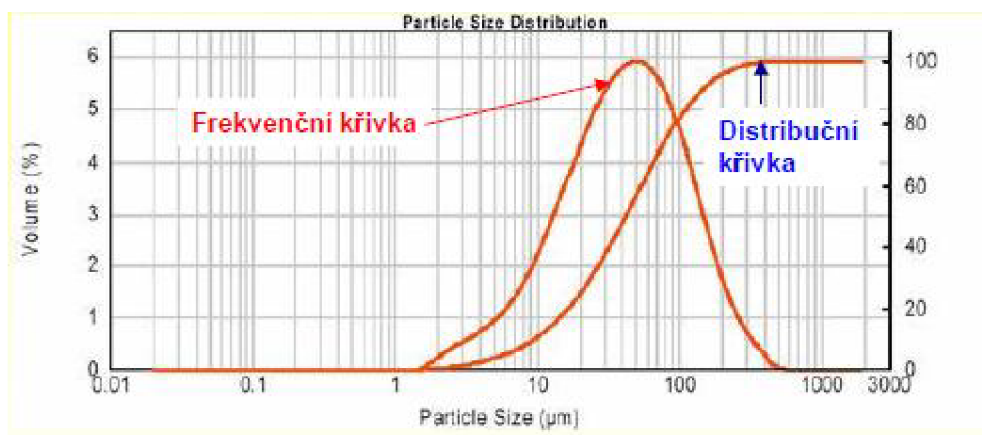
$$I \propto I_0 \int_0^x \left(\frac{J_1(\alpha \cdot \sin \theta)}{\alpha \cdot \sin \theta} \right)^2 f(D) dD$$

kde funkce $f(D)$ je hledané rozdělení velikosti částic (hustota pravděpodobnosti). Jedná se o tzv. inverzní úlohu, která je v matematickém smyslu špatně položená a špatně podmíněná a pro kterou jsou otázky existence a jednoznačnosti relevantní. V komerčních přístrojích je řešení tohoto problému ve většině případů záležitostí algoritmů výrobcem utajených. Pokud nejsou částice dostatečně velké na to, aby byla zaručena platnost Fraunhoferovy aproximace (platí pro $D \gg \lambda$), je třeba k vyhodnocení používat Mieovu teorii (zvláště pro částice menší než $1 \mu\text{m}$), tzn. že musí být znám komplexní index lomu materiálu.

Interpretace výsledků:

Primární výsledky laserové difrakce jsou objemově vážená rozdělení velikosti, která lze transformovat na povrchově, délkově nebo počtově vážená rozdělení pouze za určitých předpokladů o tvaru částic. Každý z těchto alternativních způsobů vyjádření je charakterizován jinými statistickými hodnotami. [12]

V grafu 7. je grafické vyjádření distribuce velikosti částic (frekvenční či distribuční křivka). Frekvenční křivka charakterizuje distribuci velikosti částic vztaženou na objem částic a distribuční křivka udává procentuální zastoupení částic ve vzorku o velikosti menší než je velikost zvolená. [11]



Graf 7. Grafické vyjádření distribuce velikosti částic [11]

3.2.4 Dynamický rozptyl světla [12]

Dynamický rozptyl světla neboli fotonová korelační spektroskopie je ideální metoda pro měření velikosti submikronových částic menší než 1 µm. Princip měření: Fluktuační rozptýlené intenzity světla, charakteristický čas z autokorelační funkce (ACF), difúzní koeficient, informace o velikosti přes Stokes-Einsteinovou rovnici. Dolní limit velikosti (několik nm, v závislosti na relativním indexu lomu) určen šumem v signálu, horní limit velikosti (několik µm, v závislosti na hustotě částic a na viskozitě kapalného média) určen sedimentací částic, tzn. suspenze musí být stabilní. Optické vlastnosti částic nemusí být známy a ani kalibrace přístroje není nutná. Přístrojové vybavení: zdroj světla pro koherentní světlo (laser), kolimační optika (a optická vlákna pro transfer signálu), optická cela (kyveta), fotodetektor (fotodioda), elektronický systém (včetně zesilovače) a tzv. korelátor (hardwarový, nebo softwarový) k měření ACF. Vyhodnocování dat a interpretace výsledků: ACF klesá s časem, např. pro monodisperzní částice podle rovnice

$$C(t') = A \cdot \exp\left(-\frac{t'}{\tau}\right) + B$$

kde $A = [IS^2(t)] - [IS(t)]^2$ a $B = [IS(t)]^2$ charakteristický čas τ (pro polydisperzní soustavy celé spektrum těchto časů) souvisí s difúzním koeficientem D_T (pro kulovité částice pouze translační difúze vyvolaná Brownovým pohybem; pro anizometrické částice lze vyhodnocovat také rotační difúzi) přes rovnici

$$D_T = \frac{1}{K^2 \tau}$$

kde K je absolutní hodnota vlnového vektoru rozptýleného světla, tj.

$$K = \left(\frac{4\pi m}{\alpha}\right) \sin \frac{\theta}{2}$$

(n je index lomu kapaliny). Na druhé straně, hydrodynamický ekvivalentní poloměr HRH souvisí s difúzním koeficientem přes Stokes-Einsteinovou rovnici, která zní pro kulovité částice takto:

$$D_T = \frac{kT}{6\pi\eta R_H}$$

kde k je Boltzmannova konstanta, T je absolutní teplota a η je viskozita kapaliny (difúzní koeficient musí být extrapolován na nulovou koncentraci). Primárně naměřená distribuce částic je vážená “podle intenzity“. Pomocí vhodných faktorů ji lze převést na objemově, nebo počtově vážené rozdělení (viz návody k jednotlivým přístrojům).

Coulterův princip:

Coulterův princip realizován v komerčních přístrojích “Coulter counter“ byl vynalezen v ranných 50. letech 20. stol. a od této doby se stal jednou z nejvíce rozšířených metod k měření velikosti částic, a to v lékařství a ve farmaceutickém průmyslu. Přístroj se skládá z trubky s otvorem ponořené do roztoku elektrolytu s nízkou koncentrací částic, které mají být měřeny. Přístroj má dvě elektrody, jednu uvnitř a jednu vně otvoru, a proud pak protéká mezi nimi přes elektrolytický roztok. Když nevodivá částice prochází otvorem (trubka nasává suspenzi dovnitř), objem elektrolytu je nahrazen odpovídajícím objemem částice a vodivost krátkodobě klesá, nastává elektrický impuls, počet impulsů odpovídá počtu částic a amplituda impulsu objemu částice, podle rovnice

$$U \propto \frac{V\sigma \cdot I}{R^4}$$

(U je amplituda impulsu napětí, V objem částice, σ odpor elektrolytu, I elektrický proud, R poloměr otvoru). Elektrická odezva je nezávislá na tvaru částice. Dolní limit velikosti ($0.4\mu\text{m}$) je určen poměrem signálu a šumu, horní limit velikosti (několik stovek μm) sedimentací (suspenze musí být stabilní). K měření širších rozdělení je třeba používat různě velké otvory. Výsledkem jsou počtově vážené distribuce (q_0 , Q_0) a měřenou veličinou je přímo objem částice resp. objemově-ekvivalentní průměr D_V , neovlivněný předpokladem o tvaru částic. Částice by neměly být vodivé (např. kovy takto nelze měřit) a musí se měřit v elektrolytu (např. nelze použít etanol).

Optické čítání částic:

Optické čítání částic je jedna z hlavních metod pro monitorování prostředí (vnější atmosféra, čisté prostory, kontrola čistoty vody atd.) a při kontrole jakosti určitých průmyslových výrobků v práškové formě. Pro optické čítání částic existují lehké přístroje, které mohou být přemístěny a použity při měření. Podobně jako u Coulterova principu a obrazové analýzy se jedná o čítací metodu, která poskytuje výsledky ve formě počtově vážených distribucí. Je ideální k určení nechtěných částic mimo požadované meze, ale neposkytuje spolehlivý tvar distribuce.

Princip měření: Dvě varianty – rozptyl světla (pro malé částice až do velikosti cca 50 nm, především prachy a aerosoly), nebo extinkce světla (pro velké částice od cca 0,5 μm do více než 1 mm, především v suspenzích); rozptýlená intenzita je u malých částic úměrná velikosti na šestou (Rayleighova oblast) a u větších, resp. vysoce absorbujících částic, velikosti na druhou (Fraunhoferova oblast), ve Fraunhoferově oblasti (obvykle 1-10 μm , v závislosti na

absorpci) se měří extinkční technikou vlastně plošně ekvivalentní průměr (podobně jako u laserové difrakce). Když se částice pohybuje přes osvětlený objem (dán laserovým paprskem), určitá část paprsku je blokována, tzn. světelný tok detekovaný fotodetektorem je redukován a tím vzniká záporný signál.

Přístrojové vybavení a praxe měření: Zdroj světla (laser), optická cela (kyveta), kolimační optika, fotodetektor. Pokud nás zajímá absolutní koncentrace, je třeba pečlivě kontrolovat průtok přes objem osvětlený laserovým paprskem. Koncentrace částic musí být velmi nízká a na přípravu suspenzí musí být použity vysoce čisté kapaliny. Vyhodnocování dat je založeno na inverzi matic, ale nevyžaduje řešení složitých matematických problémů jako u laserové difrakce. Přístroj vyžaduje kalibraci s částicemi stejných (nebo velice podobných) optických vlastností, jinak jsou výsledkem pouze "opticky ekvivalentní průměry", které by byly nesrovnatelné dokonce i v případě kulovitých částic. Při dobré kalibraci lze očekávat dobrou korelaci výsledků této metody a Coulterova principu; u malých částic tedy odpovídá velikost přibližně objemově-ekvivalentnímu průměru, u velkých plošně ekvivalentnímu průměru.

4. Praktická část

V praktické části byly konkrétně proměřeny různé vzorky popela. Celkově bylo k dispozici 6 vzorků popela a to ze dřeva, agropelet z řepkové slámy, agropelet ze sena, obilí, dřevních pelet a hnědého uhlí. Všechny vzorky byly nejprve zváženy na digitální váze s přesností na 2 desetinná místa. Následně na síťovém analyzátoru byla nastavena amplituda kmitání na hodnotu 0,3 mm a interval amplitudy na 3 s, a poté bylo provedeno síťování každého vzorku sítím o velikosti ok 500 μm . Přesítovaný vzorek byl znova zvážen a porovnán s původní hmotností nepřesítovaného vzorku. Nakonec všechny přesítované vzorky byly analyzovány pomocí přístroje ANALYSETTE 22 MicroTec plus, který nám vyhodnotil procentuální zastoupení velikostí tuhých částic. Nejvíce nás zajímají částice, které dosahují velikosti 4-10 μm , protože se mohou ukládat v dýchacím ústrojí. Větší částice se zachytí v lidském hrdle a menší částice člověk vydechne.

4.1 Přístrojové vybavení

4.1.1 Síťový analyzátor

Tento přístroj je univerzálně použitelný pro určování distribuce velikosti částic a skládá se z těla s vibrační přírubou a z kruhového síta s víčkem. Pracuje na principu kmitání síta, což způsobí následné oddělení hrubé frakce popela, která zůstane v síti a jemné frakce popela, která propadne do misky umístěné pod sítím.



Obr. 6. Síťový analyzátor[16]

4.1.2 Laserový analyzátor

Tento přístroj je univerzálně použitelný pro určování distribuce částic dle velikosti u suspenzí, emulzí, pevných látek. Používá se především ve výzkumu, vývoji, kontrole jakosti a procesu. ANALYSETTE 22 Micro Tec plus využívá pro určování distribuce částic dle velikosti patentu firmy FRITSCH s nastavitelným měrným článkem v konvergentním laserovém paprsku.



Obr.7. ANALYSETTE 22 Micro Tec plus

Tab.1. Tabulka vzorků

Vzorek popele	Nepřesítovaný vzorek	Přesítovaný vzorek
Agropelety z řepkové slámy	12,69 g	5,69 g
Agropelety ze sena	6,9 g	0,72 g
Obilí	3,54 g	0,31 g
Dřevní pelety	5,03 g	4,11 g
Hnědé uhlí	8,92 g	2,78 g
Dřevo	5,74 g	4,36 g

4.2 Vzorek agropelety z řepkové slámy

Agropelety z řepkové slámy jsou z velké části vyrobeny z řepkové slámy, jak už název napovídá. Tyto agropelety mají světle hnědou barvu, jak je vidět na obrázku 9. Na obrázku 8 je vidět popel vzniklý při spalování těchto pelet. Tento popel byl pořízen z domácího kotle určeného pro spalování pelet nebo energetického obilí o výkonu 25 kW, kde je garantovaná účinnost okolo 90 procent. Na první pohled je vidět, že se v popelu nachází tuhé částice o velikosti několika mm, ale nachází se tam také poměrná část malých částic v podobě jemného popílku.

Z tabulky 2 lze vyčíst, že 100% částic jemného popílku jsou menší než 500 μm , 11,9% jsou menší než 10 μm a 2,1% jsou menší než 1,3 μm . Z grafu 1 a tabulky 2 je zřejmé, že cca. 7% z celkového množství tuhých částic dosahují velikosti 4-10 μm .

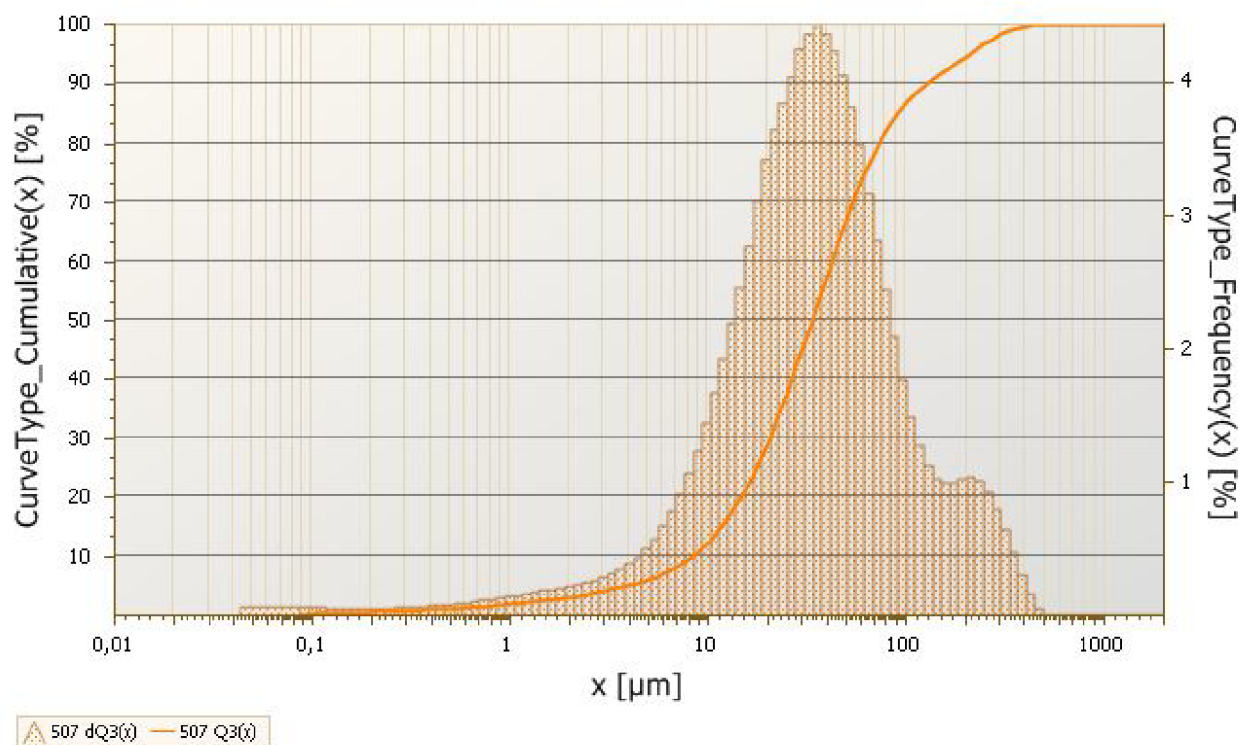
Obecně při spalování agropelet a obilí vzniká jako vedlejší produkt popel s tvrdou struskou. Ovšem při spalování agropelet z řepkové slámy je struska minimální.



Obr. 8. Popel agropelety z řepkové slámy



Obr.9. Agropelety z řepkové slámy[13]



Graf 1. Agropelety z řepkové slámy

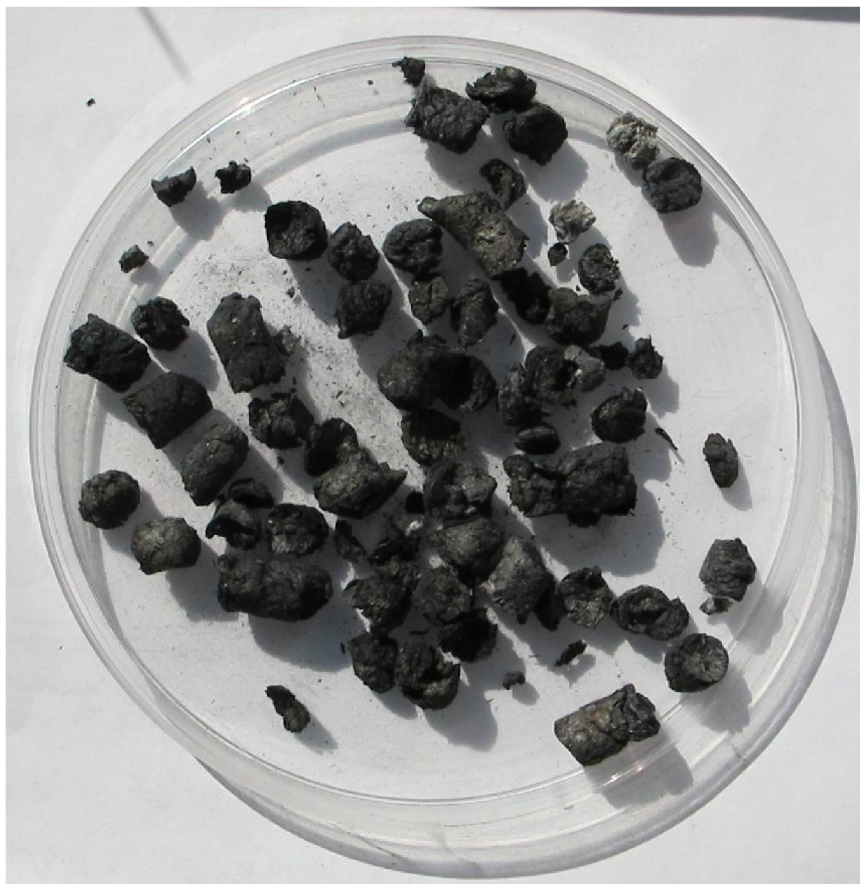
x [μm]	Q3(x) %
1	1,7
1,1	1,8
1,2	2
1,3	2,1
10	11,9
11	13,4
25	36,8
27,5	40,6
50	66,3
100	86,4
315	98,6
500	100

Tab. 2. Agropelety z řepkové slámy

4.3 Vzorek agropelety ze sena

Agropelety ze sena jsou vyrobeny z velké části ze sena, jak už název napovídá. Tyto agropelety mají tmavě hnědou barvu, jak je vidět na obrázku 11. Na obrázku 10 je vidět popel vzniklý při spalování těchto pelet. Tento popel byl také pořízen z domácího kotle určeného pro spalování pelet nebo energetického obilí o výkonu 25 kW, kde je garantovaná účinnost okolo 90 procent. Na první pohled je zde také vidět, že se v popelu nachází tuhé částice o velikosti několika mm, ale také můžeme pozorovat, že se tu nachází jen malé množství malých částic v podobě jemného popílku. Z tabulky 3 lze vyčíst, že 100 % částic jemného

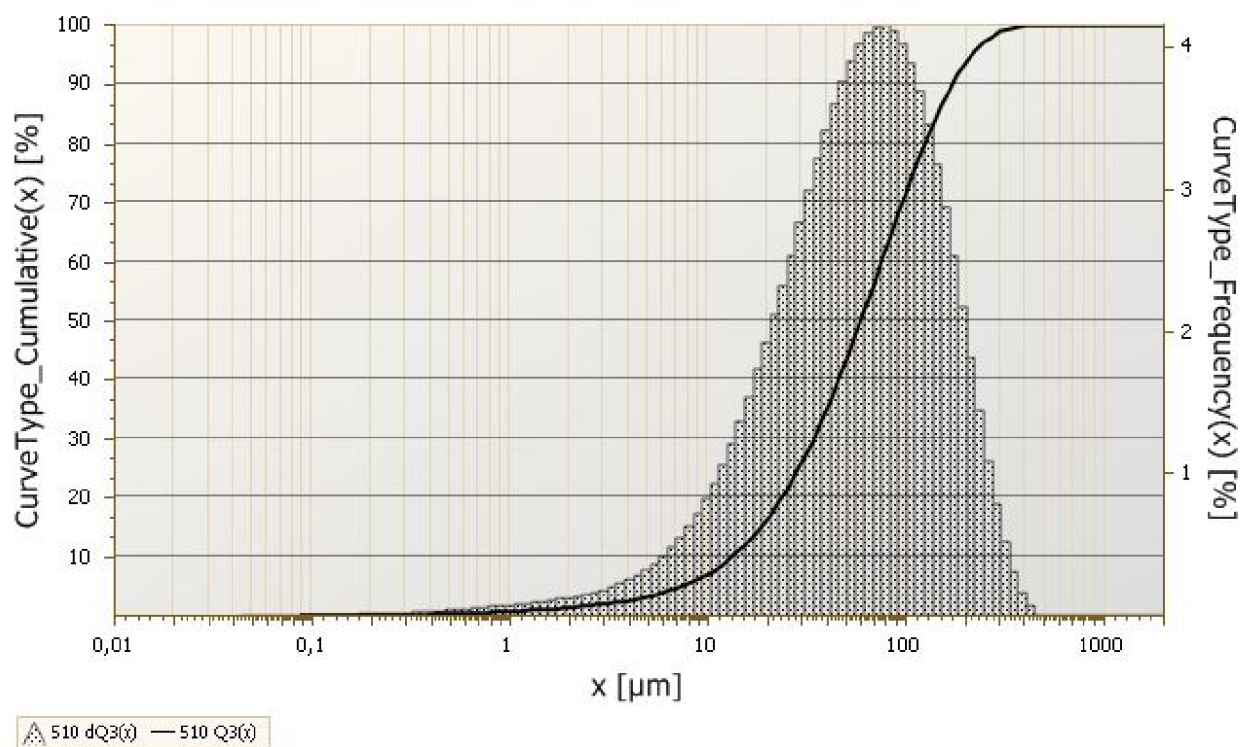
popílku jsou také menší než 500 μm , 6,8% je menší než 10 μm a 0,8% je menší než 1,3 μm . Z grafu 2 a tabulky 3 je zřejmé, že cca. 5% z celkového množství tuhých částic dosahují velikosti 4-10 μm . Při spalování agropelet ze sena vzniká jako vedlejší produkt popel s poměrně velkým množstvím tvrdé strusky.



Obr. 10. Popel z agropelet ze sena



Obr. 11. Agropelety ze sena [14]



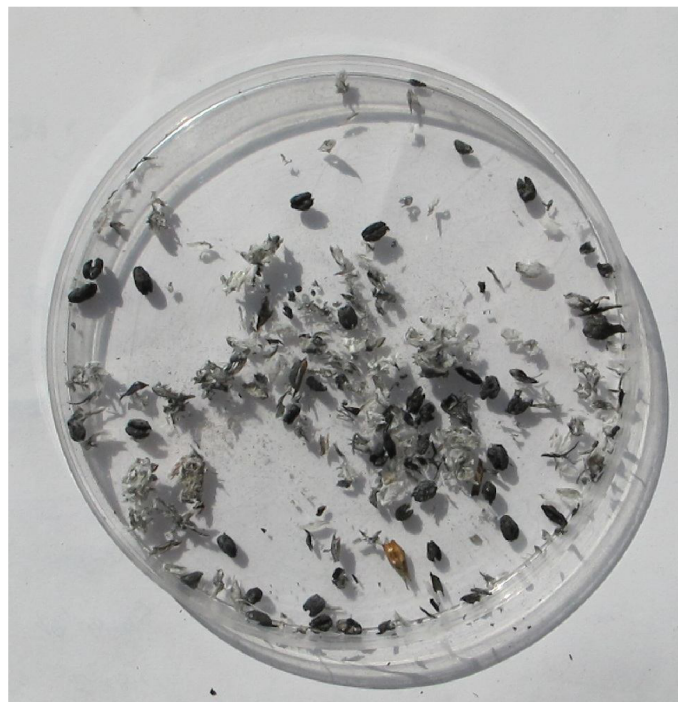
Graf 2. Agropelety ze sena

x [μm]	Q3(x) %
1	0,6
1,1	0,7
1,2	0,7
1,3	0,8
10	6,8
11	7,7
25	20,9
27,5	23,2
50	42,7
100	71
315	99,1
500	100

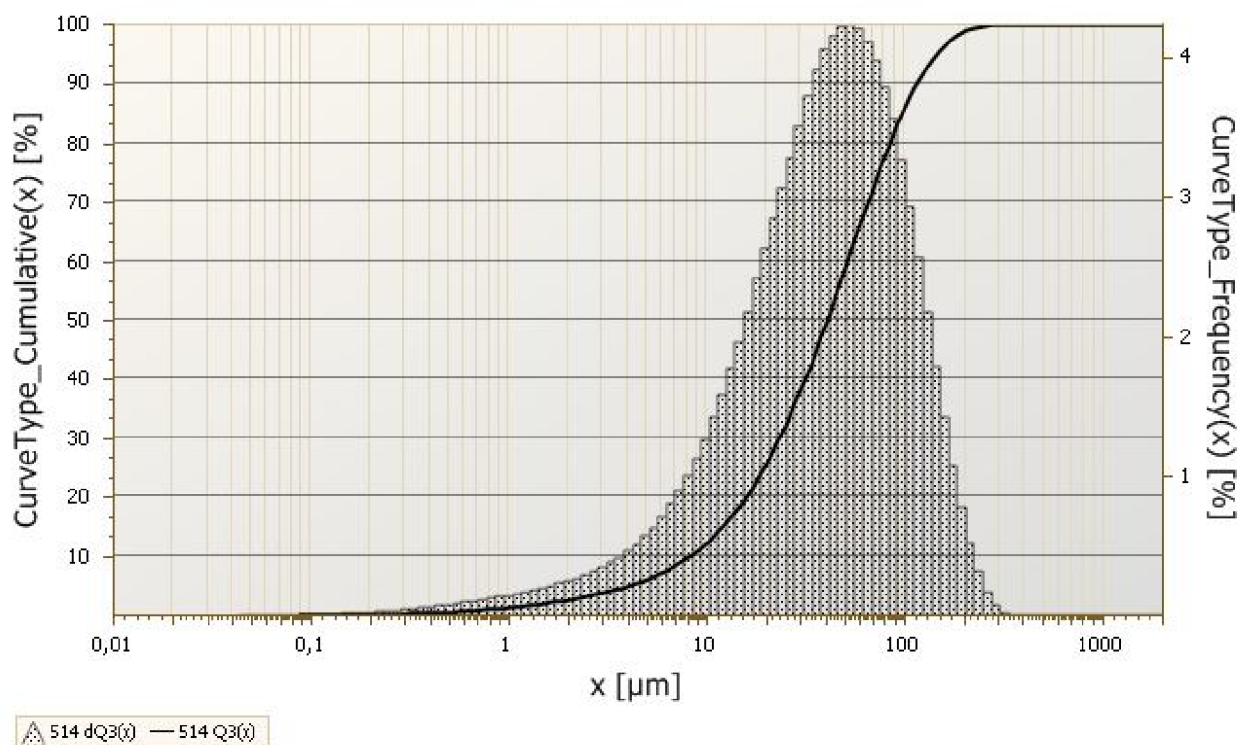
Tab. 3. Agropelety ze sena

4.4 Vzorek obilí

Jako alternativní druh paliva může být použito obilí. Na obrázku 12 je vidět popel, který vznikl při spalování obilí. Tento popel byl také pořízen z domácího kotle určeného pro spalování pelet nebo energetického obilí o výkonu 25 kW, kde je garantovaná účinnost okolo 90 procent. Na první pohled je vidět, že se v popelu nachází částice o velikost nanejvýš 2 mm, ale jemný popílek je zde přítomen také. Z tabulky 4 lze vyčíst, že 100% částic jemného popílku jsou menší než 300 μm , 9,4% jsou menší než 8 μm a 4,7% jsou menší než 4 μm . Z grafu 3 a tabulky 4 je zřejmé, že cca. 6% z celkového množství tuhých částic dosahují velikosti 4-10 μm . Při spalování obilí se zde taky tvoří jako vedlejší produkt popel s poměrně tvrdou struskou.



Obr. 12. Popel z obilí



Graf 3. Obilí

x [μm]	Q3(x) %
1	1,2
1,1	1,3
1,2	1,4
1,3	1,6
2	2,5
4	4,7
8	9,4
16	19,8
32	40,1
70	72,3
150	95,4
300	100

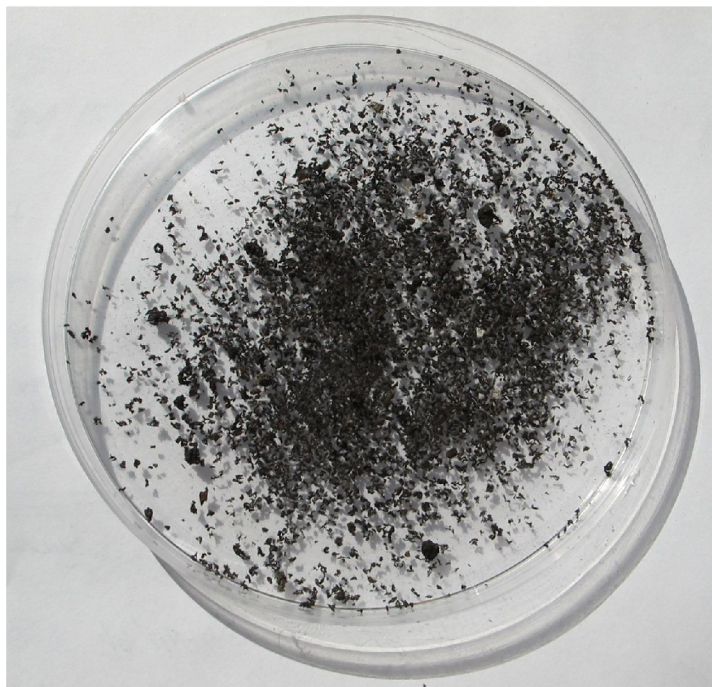
Tab. 4. Obilí

4.5 Vzorek dřevní pelety

Dřevní pelety patří k obnovitelným zdrojům energie, které díky jejich dobrým vlastnostem hoření a dostupnosti jsou dnes velmi oblíbené v domácnostech jako palivo pro domácí kotle. Tyto dřevní pelety mají světle hnědou barvu, jak je vidět na obrázku 14. Výhodou dřevních pelet oproti agropeletám je jejich vyšší výhřevnost a poměrně malá popelnatost, s čímž je spojen i komfort obsluhy.

K nevýhodám dřevních pelet patří vyšší cena oproti agropeletám. Na obrázku 13 je vidět popel, který vznikl při spalování dřevních pelet. Tento popel byl také pořízen z domácího kotle určeného pro spalování pelet nebo energetického obilí o výkonu 25 kW, kde je

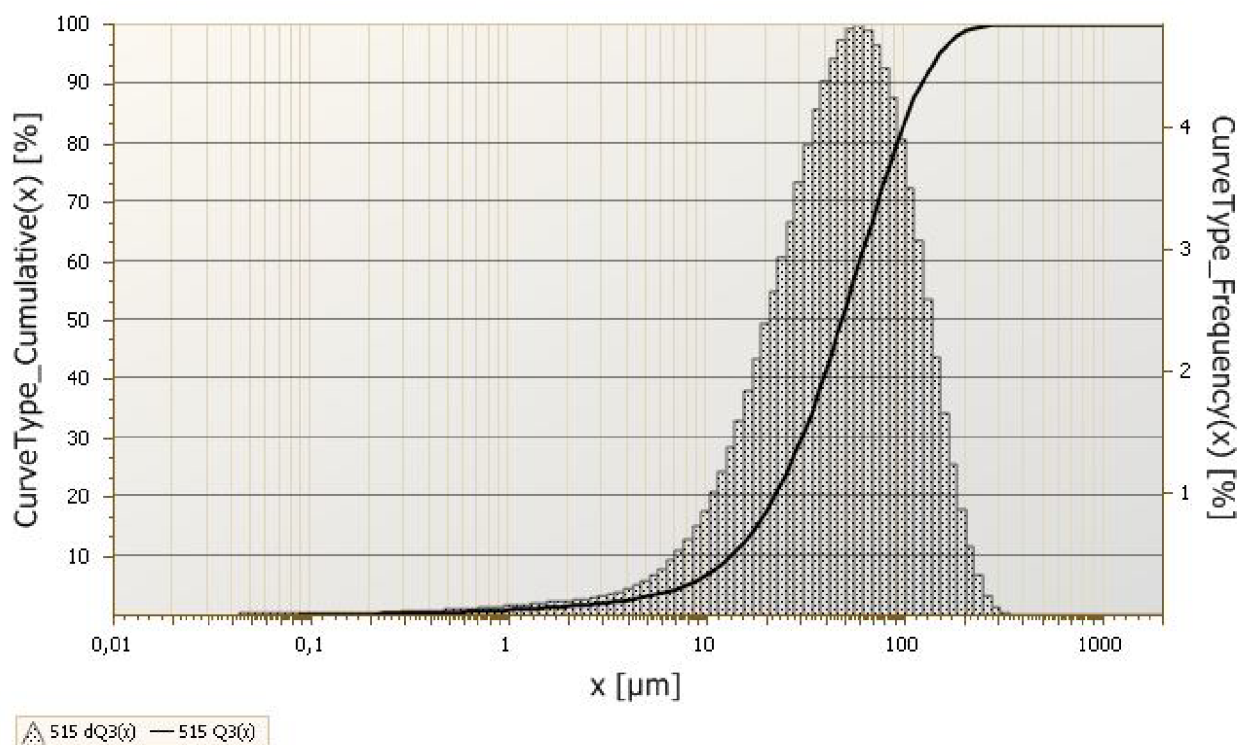
garantovaná účinnost okolo 90 procent. Na první pohled je vidět, že se zde neobjevují částice o velikost několik mm, ale jsou tu jen malé částice v podobě jemného popílku. Z tabulky 5. vyplývá, že 100% částic jsou menší než 315 μm , 6,6% jsou menší než 10 μm a 1% je menší než 1,3 μm . Z grafu 4 a tabulky 5 je zřejmé, že cca. 1% z celkového množství tuhých částic dosahují velikosti 4-10 μm . Při hoření dřevních pelet nevzniká jako vedlejší produkt struska, jako tomu bylo u agropelet ze sena i z řepkové slámy.



Obr. 13. Popel z dřevních pelet



Obr. 14. Dřevní pelety



Graf 4. Dřevní pelety

x [μm]	Q3(x) %
1	0,8
1,1	0,8
1,2	0,9
1,3	1
10	6,6
11	7,5
25	23,3
27,5	26,3
50	51,2
100	82,9
315	100
500	100

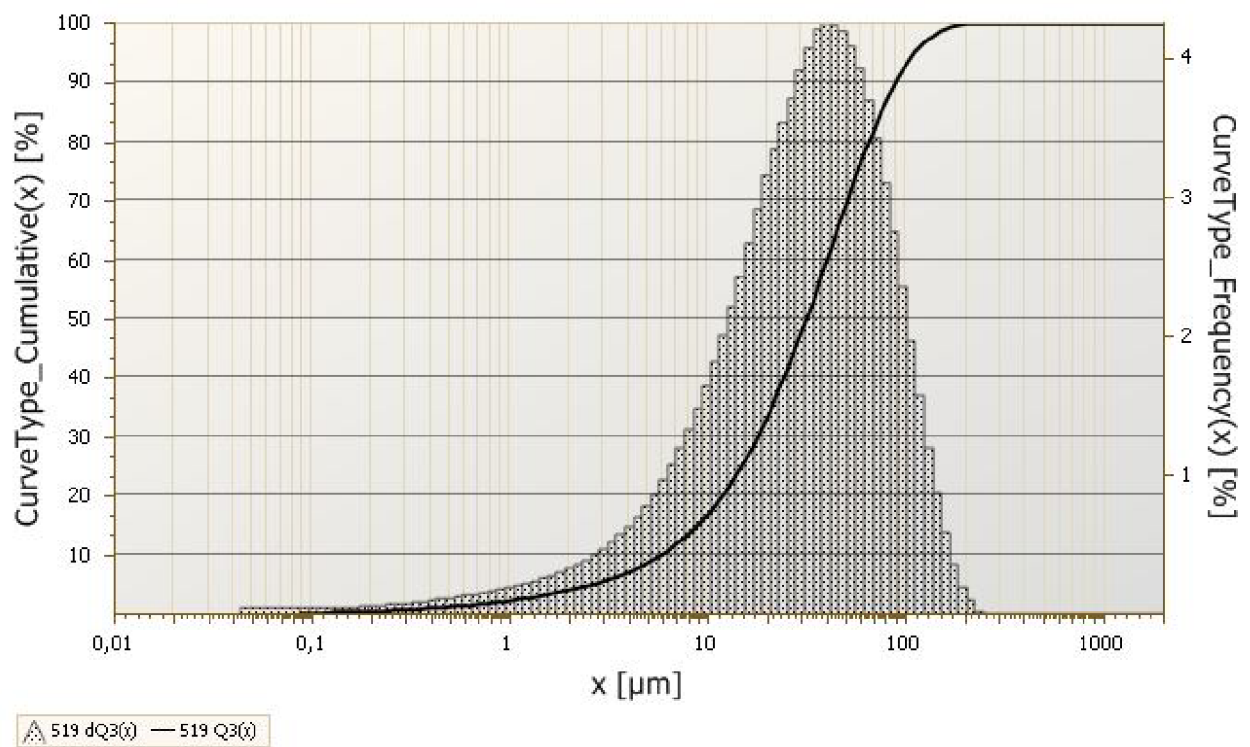
Tab. 5. Dřevní pelety

4.6 Vzorek hnědého uhlí

Uhlí patří k tradičnímu fosilnímu palivu, které je využíváno v elektrárnách, teplárnách, ale i v domácnostech. Na obrázku 15 je vidět popel z hnědého uhlí, který byl pořízen z tradičního litinového domácího kotle o jmenovitém výkonu 25 kW a účinnosti okolo 55%. Můžeme zde pozorovat, že popel obsahuje částice, které dosahují velikosti několik mm, ale jsou tu i vidět malé částice v podobě jemného popílku. Z tabulky 6. lze vyčíst, že 99,8% částic jemného popílku jsou menší než 200 μm, 19,9% jsou menší než 12 μm a 5,4 % jsou menší než 3 μm. Z grafu 5 a tabulky 6 je zřejmé, že cca. 1% z celkového množství částic dosahují velikosti 4-10 μm.



Obr. 15. Popel z uhlí



Graf 5. Uhlí

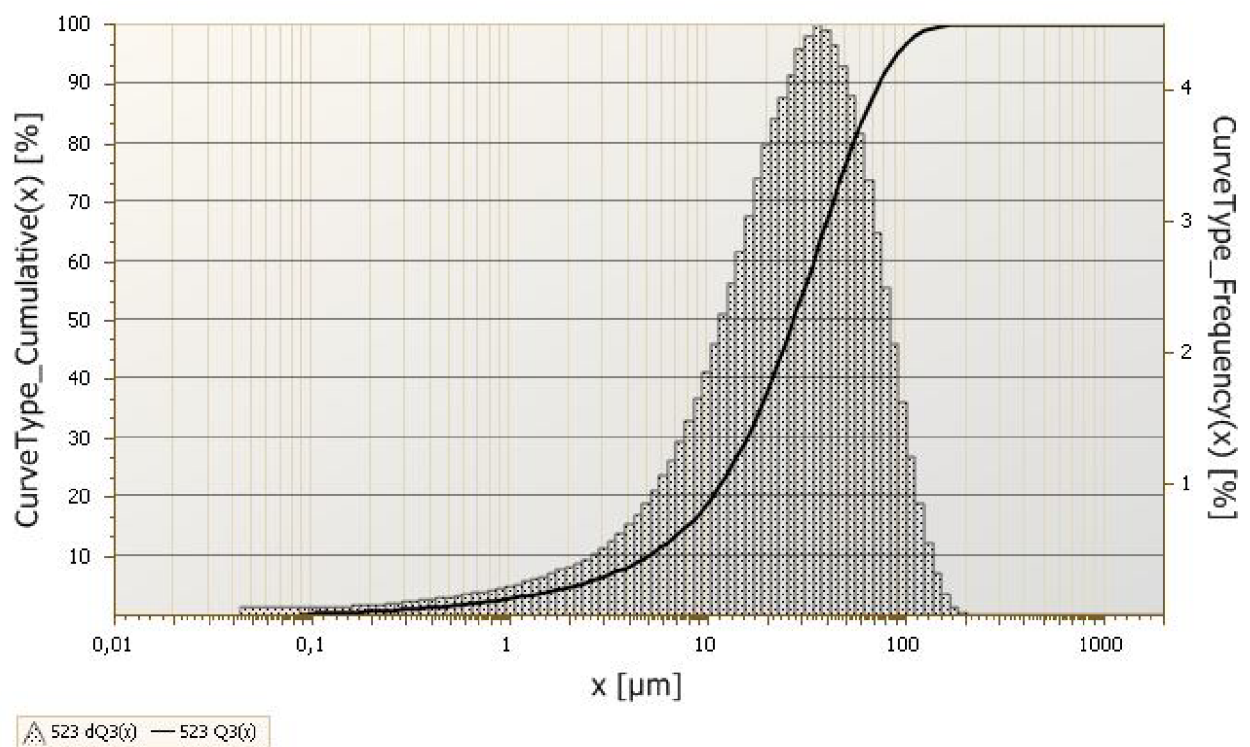
x [μm]	Q3(x) %
0,1	0,1
0,2	0,4
0,4	0,9
0,8	1,7
1,5	3
3	5,4
6	10,1
12	19,9
25	40,6
45	64,5
100	92,6
200	99,8

Tab. 6. Uhlí

4.7 Vzorek dřevo

Dřevo patří k tradičnímu palivu, které se využívá převážně v domácnostech. Na obrázku 16 je vidět popel ze dřeva, který byl pořízen z krbových kamen o jmenovitém výkonu 10 kW a účinnosti okolo 62 %. Na první pohled jsou zde vidět částice, které dosahují nanejvýš velikosti 2-3 mm, ale převážně tu jsou částice v podobě jemného popílku. Z tabulky 7 je zřejmé, že 100% částic jsou menší než 200 μm , 22,5% jsou menší než 12 μm a 6,4% jsou menší než 3 μm . Z grafu 6 a tabulky 7 je zřejmé, že cca. 1% z celkového množství tuhých částic dosahují velikosti 4-10 μm .

*Obr. 16. Popel ze dřeva*



Graf 6. Dřevo

x [μm]	Q3(x) %
0,1	0,1
0,2	0,6
0,4	1,2
0,8	2,2
1,5	3,7
3	6,4
6	11,5
12	22,5
25	45,9
45	71,5
100	96,4
200	100

Tab. 7. Dřevo

5. Závěr

V této bakalářské práci se zabývám analýzou a velikostí tuhých částic popelovin. V první části této práce píšu obecně o spalování a vzniku popele. Je zde popsán princip spalování kotle na fosilní paliva a kotle na biomasu z čeho vyplývá, že kotle určené pro spalování biomasy jsou vhodnější a ekologičtější, protože biomasa je obnovitelný zdroj energie a také kotle na biomasu splňují vyšší emisní limity než kotle na tuhá paliva. Dále popisují možné metody a principy měření velikosti tuhých částic a pro jaký typ měření je daná metoda vhodná.

V praktické části jsem si vyzkoušel konkrétní velikostní analýzu částic na dostupných přístrojích. Z naměřených hodnot je zřejmé, že v popílku z uhlí se vyskytuje největší rozptyl procentuálního množství tuhých částic popelovin, které mohou škodit lidskému zdraví, což jsou částice o velikosti 4-10 μm . Tento rozptyl dosahuje hodnotu 10% a je nejspíš zapříčiněný spalovacím kotlem, ze kterého pochází tento popel, protože tento kotel má garantovanou účinnost spalování pouze 55 % a tudíž zde nedochází k "dokonalému spalování". Nejmenší rozptyl procentuálního výskytu škodlivých tuhých částic je u popílku z dřevních pelet a dřeva, který dosahuje hodnoty 1%. Tento výsledek byl v očekávání, protože dřevo a dřevní pelety patří v dnešní době k jednomu z neekologičtějších paliv. U agropelet ze sena je procentuální rozptyl výskytu těchto částic 5%, u agropelet z řepkové slámy je rozptyl 7% a u obilí činí rozptyl hodnotu 6%. Z těchto výsledků vyplývá, že rozptyl výskytu těchto částic je u zemědělských produktů, které jsou využívány jako palivo v rozmezí 5 až 7%.

Použité zdroje

- [1] SVOBODOVÁ, Jindřiška a Jiří SVOBODA. *Reálné cesty snižování emisí oxidu uhličitého*. [online]. 2009, s. 6 [cit. 2013-04-26]. Dostupné z: <http://svp.muni.cz/ukazat.php?docId=621>
- [2] KOLONIČNÝ, Jan, Jiří HORÁK a Silvie PETRÁNKOVÁ ŠEVČÍKOVÁ. *Kotle malých výkonů na pevná paliva*. 1. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, 2011, 105 s. ISBN 978-80-248-2542-7.
- [3] *Tzb-info.cz* [online]. 2012. vyd. [cit. 2013-04-26]. Dostupné z: <http://vytapani.tzb-info.cz/ochrana-ovzduchi/9038-novy-zakon-o-ochrane-ovzduchi-zmeni-na-podzim-zivot-statisicum-domacnosti>
- [4] *zemniplyn.cz* [online]. [cit. 2013-04-26]. Dostupné z: <http://www.zemniplyn.cz/>
- [5] *greenheartenergy.com*. [online]. 2011. vyd. [cit. 2013-04-26]. Dostupné z: <http://www.greenheartenergy.com/biomasa>
- [6] *vscht.cz* [online]. [cit. 2013-04-26]. Dostupné z: <http://www.vscht.cz/uchop/velebudice/ovzduchi/odprasovani.htm>
- [7] MÍKA, Martin, VOLÁKOVÁ, Pavlína, KLÁPŠTĚ, Břetislav, JANKOVSKÝ, Ondřej, VERNER, Vladimír: *Jak potlačit spékání biomasového popela?*. *Biom.cz* [online]. 2011-11-28 [cit. 2013-04-26]. Dostupné z WWW: <<http://biom.cz/cz/odborne-clanky/jak-potlacit-spekani-biomasoveho-popela>>. ISSN: 1801-2655.
- [8] STUPAVSKÝ, Vladimír: *Pelety z biomasy - dřevěné, rostlinné, kůrové pelety*. *Biom.cz* [online]. 2010-01-01 [cit. 2013-04-26]. Dostupné z WWW: <<http://biom.cz/cz/odborne-clanky/pelety-z-biomasy-drevene-rostlinne-kurove-pelety>>. ISSN: 1801-2655.
- [9] ČSN EN 303-5. [online]. 2000. vyd. [cit. 2013-04-26]. Dostupné z: <http://csnonline.unmz.cz/Detailnormy.aspx?k=57735>
- [10] KALIVODA, Pavel. *NESFÉRICKÉ SUBMIKRONOVÉ A NANOMETRICKÉ ČÁSTICE*.
- [11] GÜNWALDOVÁ, Veronika. *Velikost a tvar částic*. Dostupné z: <http://tresen.vscht.cz/min/sites/default/files/tvar%20a%20velikost%20castic%20VSCHT.pdf>
- [12] PABST, W. a E. GREGOROVÁ. *Charakterizace částic a částicových soustav*. 2007. vyd. Praha, 109 s.
- [13] *Verner.cz* [online]. [cit. 2013-04-26]. Dostupné z: <http://www.kotle-verner.cz/topeni/palivo/pelety-z-repky>

- [14] *Ribservis.cz* [online]. [cit. 2013-04-26]. Dostupné z: <http://www.ribservis.cz/biomasa/ekopaliva/produkty/>
- [15] *Návod k obsluze Laser Partikel Sizer "ANALYSETTE 22" MicroTec plus*. 2009.
- [16] *web.ft.utb.cz* [online]. [cit. 2013-04-26]. Dostupné z: <http://web.ft.utb.cz/cs/pics/6774.jpeg>

POUŽITÉ SYMBOLY A JEDNOTKY VELIČIN

symbol	rozměr	název
D_s	m	stokesův průměr
η	Pa.s	dynamická viskozita
ρ_s	kg/m ³	Hustota pevných částic
ρ_L	kg/m ³	hustota (čistého) kapalného média
g	m/s	gravitační zrychlení
h	m	sedimentační dráha
t	s	sedimentační doba
F_B	N	vztlaková síla
F_G	N	gravitační síla
F_R	N	odporová síla (třecí síla)
v	m/s	relativní rychlost částice
R	m	ekvivalentní poloměr
D_T	-	difúzním koeficientem
K	-	absolutní hodnota vlnového vektoru rozptýleného světla
k	-	Boltzmannova konstanta
T	°C	absolutní teplota
U	V	amplituda impulsu napětí
V	m ³	objem částice
σ	Ω	odpor elektrolytu
I	A	elektrický proud
R	m	poloměr otvoru