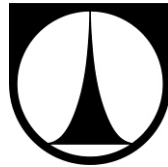


TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií



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

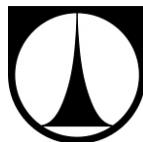
AUTOREFERÁT DISERTAČNÍ PRÁCE

Liberec 2015

Ing. Petr BÍLEK

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta mechatroniky, informatiky
a mezioborových studií



OPTICKÉ METODY PRO STUDIUM FILTRAČNÍCH PROCESŮ NA NANOVLÁKENNÝCH FILTRECH

Autoreferát 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

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.

Obsah

1	ÚVOD	5
1.1	CÍLE A PŘÍNOS DISERTAČNÍ PRÁCE	6
2	FILTRACE A FILTRAČNÍ MATERIÁLY	7
2.1	NANOVLÁKENNÉ FILTRY	8
2.2	METODY TESTOVÁNÍ FILTRŮ	8
3	HODNOCENÍ PROUDĚNÍ	10
3.1	OSVĚTLOVACÍ TECHNIKA	11
3.2	ROZPTYL SVĚTLA NA MALÝCH ČÁSTICÍCH	11
3.3	MĚŘENÍ INTENZITY SVĚTLA DIGITÁLNÍ KAMEROU	13
4	METODA VIZUALIZACE A HODNOCENÍ FILTRAČNÍHO PROCESU	14
4.1	PRINCIP METODY VIZUALIZACE FILTRACE	14
4.2	PRINCIP METODY PRO HODNOCENÍ ÚČINNOSTI FILTRACE	16
4.3	VOLBA KLÍČOVÝCH KOMPONENT	18
4.4	POPIS MĚŘICÍ TRATĚ	20
4.5	MĚŘICÍ ŘETĚZEC	22
4.6	CITLIVOSTNÍ ANALÝZA, PARAMETRY A ZAŘAZENÍ METODY	25
5	VYBRANÉ VÝSLEDKY Z EXPERIMENTŮ	27
5.1	VIZUALIZACE FILTRAČNÍHO PROCESU	27
5.2	HODNOCENÍ EFEKTIVITY FILTRACE	28
6	ZÁVĚR	31
6.1	MOŽNOSTI DALŠÍHO VÝZKUMU	31
	POUŽITÁ LITERATURA	34
	PUBLIKAČNÍ ČINNOST AUTORA	36

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 tvořená 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). Mechanismy plošné filtrace spočívají v tom, že částice, které jsou větší jak mezivláknenné 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 mezivláknenných 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.

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 mezivláknenné 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. Filtrační vlastnosti se často prezentují jako charakteristiky:

- efektivita filtrace v čase: $EF(t)$,
- tlakový spád v čase při konstantním průtoku: $\Delta p(t)$ a
- efektivita filtrace v závislosti na tlakovém spádu: $EF(\Delta p)$.

Kromě filtračních vlastností lze u filtrů rozlišovat:

- parametry filtru a
- parametry filtračního procesu (parametry prostředí).

2.1 Nanovláknenné filtry

Optická metoda popsaná v této disertační práci je využita k testování nanovláknenných textilií pro filtraci pitné vody. Nanovláknenné materiály se kromě mikrovláken skládají převážně z nanovláken, kde nanovláknem rozumíme vlákno, jehož průměr je menší než 1 μm . Průměr nanovláknů 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 [Barhate 2007, Gopal 2006, Ramakrishna 2005, Yao 2008, Zhang 2009, Li 2009, Lev 2009].

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) vláknech. Další výhodou je možnost nastavení vlastností vytvořených vláken, například jejich průměru, orientaci a tvaru.

2.2 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. U filtrů se měří filtrační vlastnosti, parametry filtru a parametry filtračního procesu.

2.2.1 Určení parametrů filtru

Parametry filtru se zjišťují pod optickým nebo elektronovým mikroskopem. Pod elektronovým mikroskopem se vyšetřují zejména nanovláknenné 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. Tento způsob je rychlý a efektivní, nicméně se jedná pouze o relativní metodu. Hodnoty maximálního a průměrného nebo minimálního póru se běžně měří bublinkovou metodou (Bubble point test) [ASTM F316-A3, Hrůza 2005].

2.2.2 Měření filtračních vlastností

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 vypočtena dle (1). Používají se různé umělé testovací částice, jak monodisperzní, tak polydisperzní. Testovacími částicemi jsou myšleny pevné částice kulovitěho 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 stačí měřit pouze jejich koncentraci. Metody měření koncentrace částic a jejich velikostí ve vodě jsou založené na:

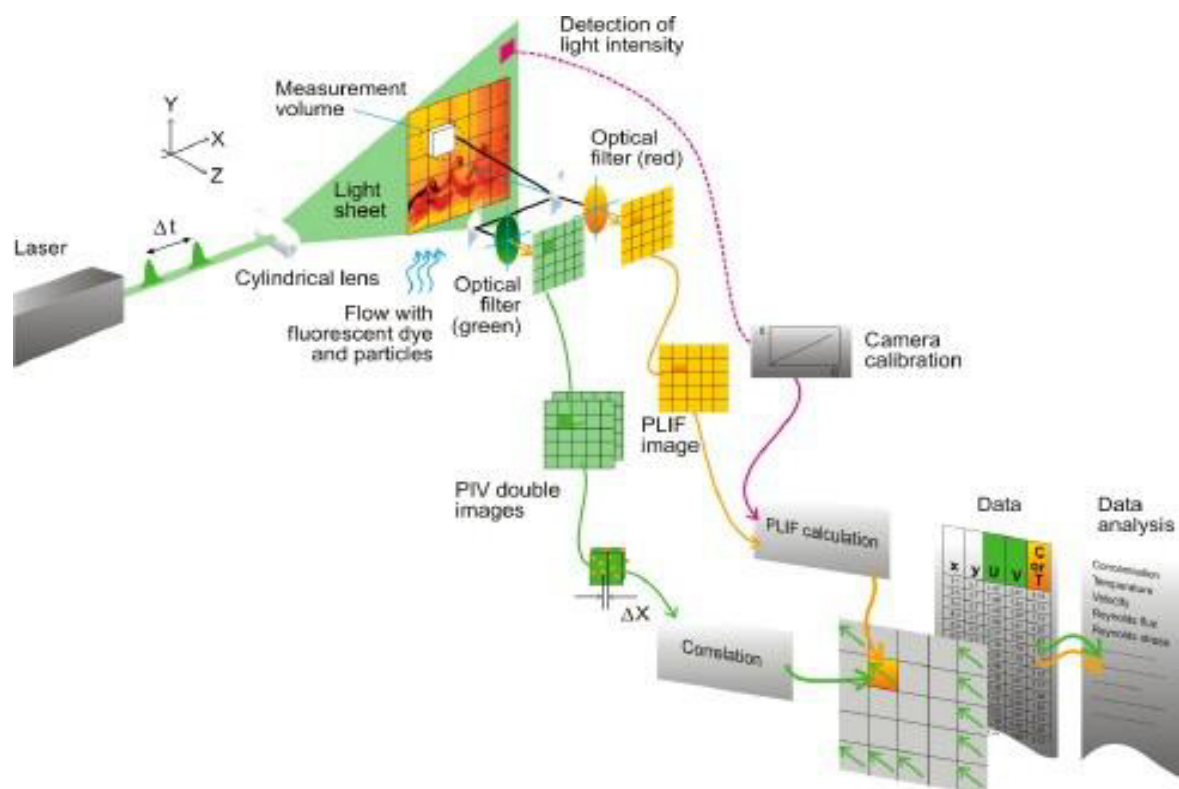
- rozptylu světla na malých částicích [Heim 2008, Kochevar 2006, Pallas, Topas, TSI],
- dynamickém rozptylu světla [Malvern 2007, Pouchlý 2008],
- laserové difrakci [Malvern 2013, Horiba 2013],
- fázové Dopplerovské anemometrii [Kopecký 2006],
- optické mikroskopii [Horiba 2013, Malvern 2013] a
- označování (barvou, radionuklidy, pokovením, fluorescenčním materiálem).

Výsledkem měření je potom integrální hodnota efektivity částicové filtrace přes celou plochu filtru. Měření lokální efektivity filtrace v celé ploše filtru pak vyžaduje, buď využití velkého množství měřicích sond, nebo traverzování jedné sondy. V mnoha případech lokální efektivitu filtrace určit ani nelze. Některé metody zaznamenávají kromě koncentrace a velikosti i tvar jednotlivých částic.

3 Hodnocení proudění

Při měření účinnosti filtračních materiálů je dobré co nejvěrněji popsat procesy, které se při filtraci objevují. Vizualizace proudění umožňuje pohled na proudění tekutiny v okolí testovaného filtru v rovině řezu. V této práci popsaná optická metoda se inspirovuje vizualizačními a měřicími metodami, které ale nejsou pro testování filtrů primárně určené.

Vizualizace a hodnocení proudění je běžně prováděna vizualizační a měřicí metodou PLIF (Planar Laser Induced Fluorescence), která je schopna měřit teplotní pole, koncentraci barviva nebo pH kapaliny s prostorovým a časovým rozlišením. Další laserová metoda PIV (Particle Image Velocimetry) určuje rychlostní pole v čase a metoda IPI (Interferometric Particle Imaging) určuje velikost a polohu částic obsažených ve zkoumané kapalině [Novotný 2003, Lemaitre 2006, Lü 2014].

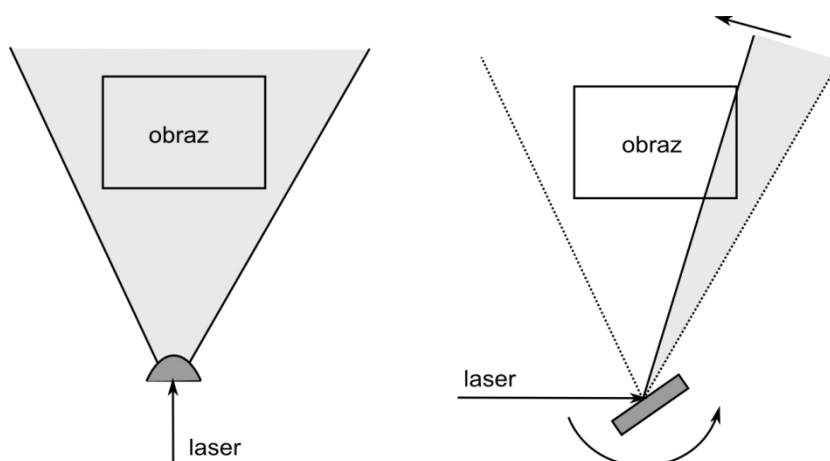


Obrázek 1: Princip metody Planar LIF kombinovaný s metodou PIV, převzato z [Dantec Dynamics 2014].

Princip metody PLIF spolu s metodou PIV je znázorněn na obr. 1. Ve zkoumaném proudě 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. Objektiv kamery je opatřen optickým filtrem, aby bylo potlačeno světlo pocházející z laserového řezu, více v [Karasso 1997, Crimaldi 2008, Martin 2009, Funatani 2013, Torres 2013]. Zkoumané proudění může být navíc syceno mikroskopickými trasovacími částicemi, které rozptylují světlo o stejné vlnové délce jako je světlo dopadající (tyto částice nejsou fluorescenční). Rozptýlené světlo na těchto částicích je přes jiný optický filtr snímáno druhou kamerou určenou pro metodu PIV. Z dvojsnímků zkoumaného proudění je posléze vypočtena mapa vektorů rychlostí, více v [Kopecký 2006, Dantec Dynamics 2014]. Metoda IPI pak spočívá v přidání třetí kamery, která snímá rozostřený obraz mikroskopických částic a měří jejich polohu a velikost. Většinou je kombinována metoda PIV buď s PLIF nebo s IPI.

3.1 Osvětlovací technika

Zdroj světla může být pro všechny tři předchozí měřicí metody totožný. Nejčastěji je použit kontinuální laser o výkonu řádu W nebo pulzní (desítky až stovky mJ). Dále je laserový svazek rozmítnut do laserové roviny. 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). Princip vytvoření laserového řezu je znázorněn na obr. 2.



Obrázek 2: Schematické znázornění dvou nejpoužívanějších principů vytvoření laserového řezu (static sheet a dynamic scan).

3.1.1 Kalibrace PLIF obrazů

Kalibrace u metody PLIF se provádí použitím několika známých koncentrací barviva C_m 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

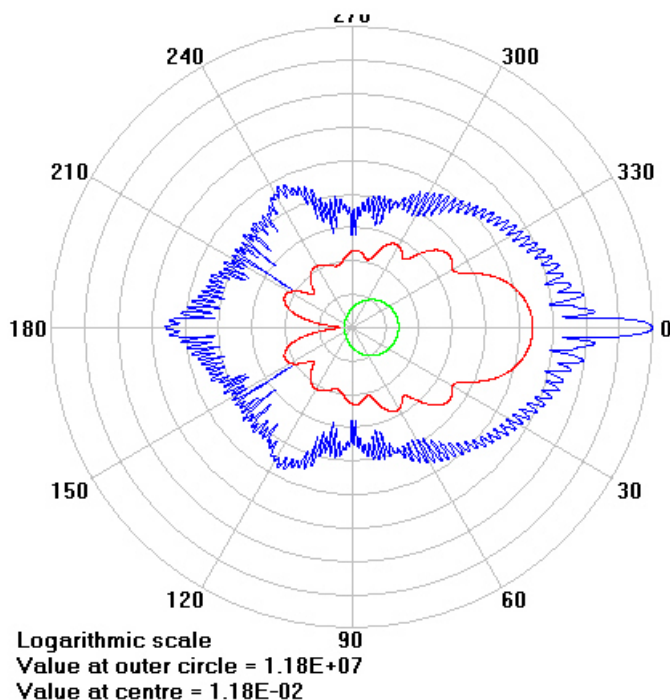
$$C_m(x, y, t) = (E_f(x, y, t) - E_b(x, y)) \cdot K_T(x, y) + C_{mb}(x, y). \quad (3)$$

3.2 Rozptyl světla na malých částicích

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).

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 . Tato funkce nabývá pro dokonale kulovou částici stejných hodnot podle souřadnice φ . Potom θ vyjadřuje rozptylový úhel mezi osou zdroje světla a pozorovatelem. Funkce $F(\theta)$ se nazývá rozptylovým diagramem a je většinou vyjádřena v polárních souřadnicích [Hulst 1957].



Obrázek 3: Rozptylový diagram pro různé velikosti částice nacházející se uprostřed.

Příklad rozptylových diagramů je ukázán na obr. 3, kde světlo přichází na částici zleva. Polystyrenová kulová částice o indexu lomu světla $n_{par} = 1,595$ se nachází 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 , červena 1 μm a zelená 0,2 μm . Grafy byly vygenerovány softwarem MiePlot na základě Mieovi teorie rozptylu světla na malých částicích [Laven P. 2011]. Intenzita rozptýleného světla

$$E(\theta) = E_0 \cdot \frac{F(\theta)}{k^2 \cdot d_1^2} \left[\frac{\text{W}}{\text{m}^2} \right] \quad (4)$$

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/m^2] a bezrozměrné intenzitě $F(\theta)$ [Hulst 1957], kde k je vlnové číslo. Intenzita rozptýleného světla je tedy funkcí $E = E_0(\theta, \lambda_0, \varnothing, n_0)$, kde \varnothing je průměr částice a n_0 je relativní index lomu světla.

3.2.1 Rozptyl světla v médiu obsahujícím více kulových částic

Uvažujeme médium obsahující malé stejné částice s identickou rozptylovou funkcí. 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. Rozptylový diagram celého nasvíceného objemu V syčeného částicemi je potom roven součtu rozptýleného světla od jednotlivých částic. Malý objem V , kde A_v je plocha tohoto objemu viděná pozorovatelem, o počtové koncentraci částic C [$1/m^3$] rozptyluje světlo o jas

$$L_V(\theta) = E_0 \cdot \frac{C \cdot V \cdot F(\theta)}{k^2 \cdot A_V} \left[\frac{W}{sr \cdot m^2} \right]. \quad (5)$$

3.3 Měření intenzity světla digitální kamerou

Digitální kamera s CCD čipem může sloužit jako senzor a měřit tak jas L [Hiscocks 2011, Gabele 2006]. Světlo je objektivem směřováno na světlo-citlivý čip kamery, kde se vytvoří obraz snímaného objektu. Senzor je rozdělen na pixely. Každý pixel transformuje malou část obrazu objektu na digitální úroveň šedi [Dierks 2004].

Závislost digitální úrovně šedi pixelu (pro černobílou kameru)

$$Y_p = K_c \cdot \frac{v_o \cdot G \cdot t_e \cdot L}{f_{\#}^2} + Y_B \quad (6)$$

je na jas L lineární, kde t_e je doba závěrky, $f_{\#}$ je clonové číslo objektivu, G je zesílení (odpovídá citlivosti ISO), v_o je optická propustnost objektivu a Y_B je offset, kdy na CCD čip kamery nedopadá žádné světlo [Hiscocks 2011]. K_c je změřená kalibrační konstanta pro danou kameru a její nastavení.

4 Metoda vizualizace a hodnocení filtračního procesu

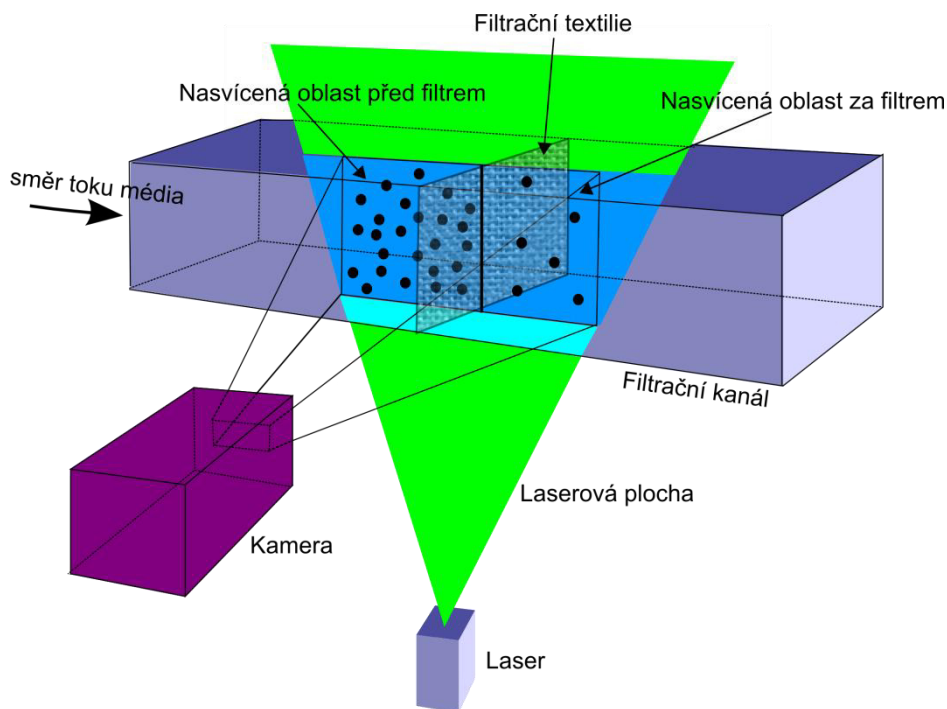
Netkané filtrační materiály, obzvláště nanovláknenné, nemají svoji strukturu ideálně homogenní jako síto, nýbrž se v těchto textiliích objevují místa s různým počtem vláken a různě velkými póry. Tato struktura je dána výrobním procesem elektrosponing. Běžné metody měření zjišťují buď integrální hodnoty přes celý vzorek filtru, nebo se zaměřují pouze na jeho určitou malou část. Prezentovaná 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.

Optická metoda se inspirovuje měřicími metodami PLIF a PIV. 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 , 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. 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.

Na základě prvních experimentů byla navržena (doc. Ing. Petr Šidlof, Ph.D.) a postavena 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.

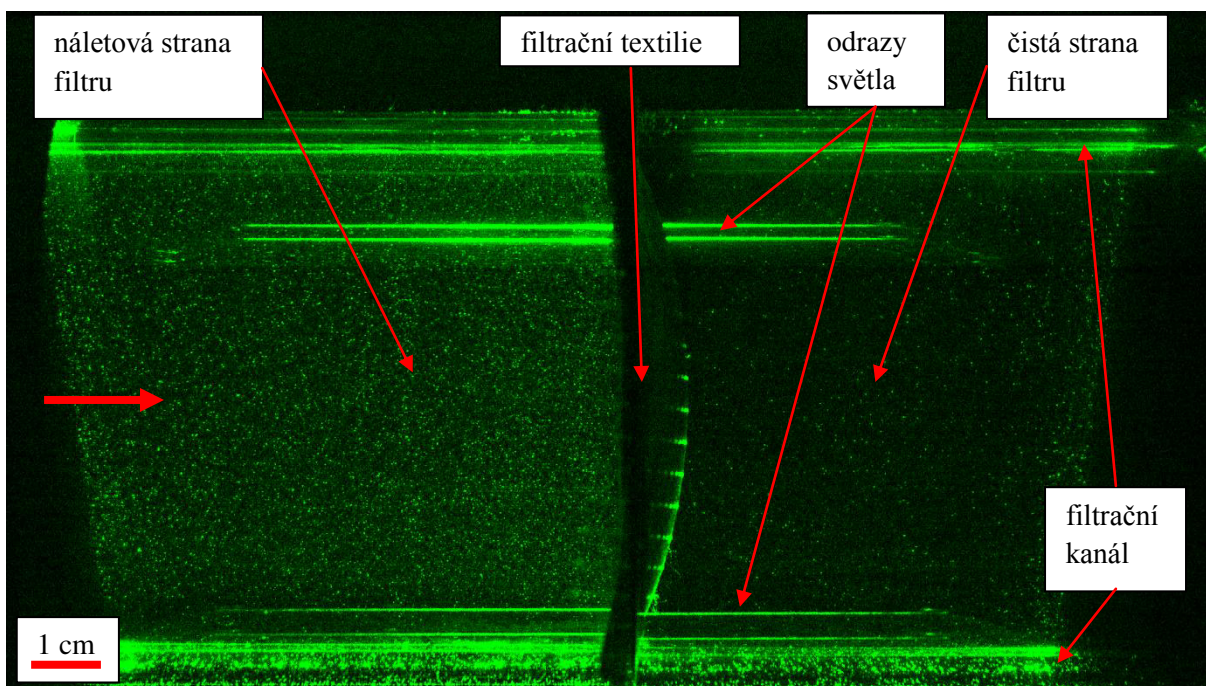
4.1 Princip metody vizualizace filtrace

Rozmístění klíčových částí aparatury je znázorněno na obr. 4. 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.



Obrázek 4: Princip měřicí metody.

Na obr. 5 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 μm mezi náletovou a čistou stranou mikrovlákněného filtru typu meltblown, jelikož dochází k jejich separaci na povrchu testovaného filtru.



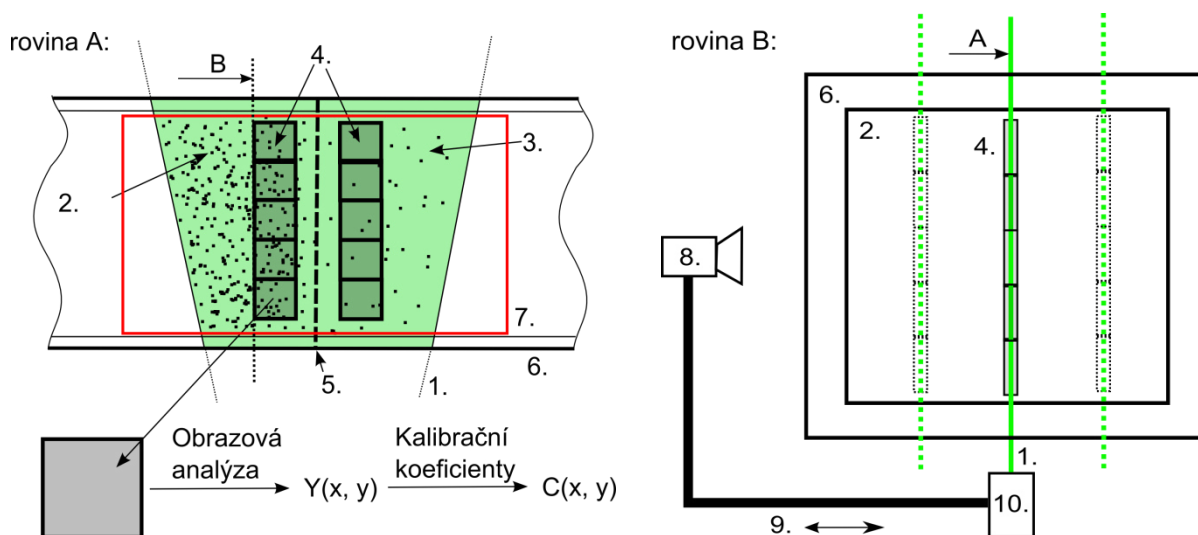
Obrázek 5: Snímek filtračního procesu při použití 10 μm velkých částic typu S-HGS a mikrovlákněného filtru typu meltblown.

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, je navíc kladen nárok z hlediska filtrace. Musí být zejména definovaná jejich velikost a koncentrace. 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.

4.2 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 snímání filtrační proces. Pro hodnocení filtrů nás především zajímá lokální efektivita filtrace a její vývoj v čase, který souvisí s parametry filtru.

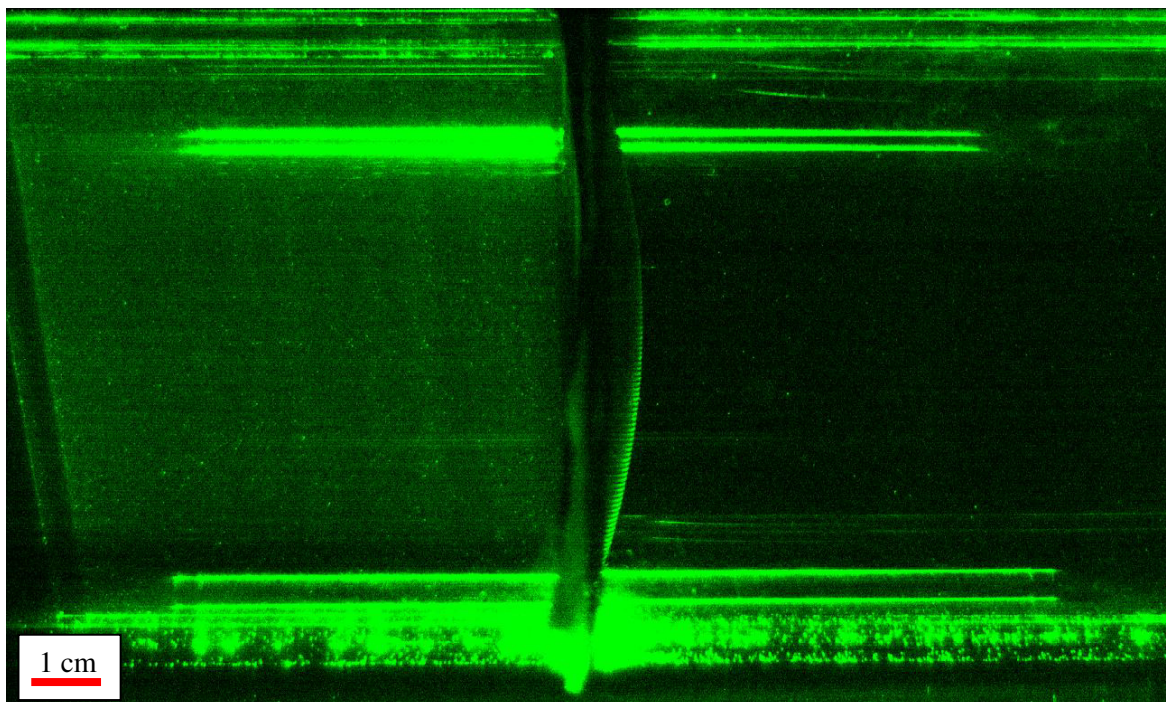
Efektivita filtrace je získána pomocí vztahu (1), kde je potřeba znát koncentraci částic (počtovou nebo hmotnostní) před a za filtrem. V obrazu filtračního procesu je tedy nutné vytvořit dvojici vyhodnocovacích oblastí a změřit koncentraci částic v každé z nich. Pokud je obraz filtračního procesu rozdělen na více těchto dvojic vyhodnocovacích oblastí podél filtru, výsledkem budou jednotlivé lokální efektivity filtrace v dané poloze laserové roviny (obr. 6 - rovina A). Jestliže je navíc s laserovým řezem traverzováno, je získána lokální efektivita filtrace i v dalších místech filtrační textilie (obr. 6 - 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 6: 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 snímáný kamerou, 8: digitální kamera, 9: posuvné rameno, 10: laserová jednotka.

Na obr. 5 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. 7, 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 7: 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, 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. 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 opravdu lineární závislost digitální hodnoty šedi pixelu na osvětlení čipu kamery podle (6) [Dierks 2004].

Prezentovaná optická metoda je relativní metoda, jelikož je koncentrace částic spočtena z průměrné hodnoty šedi pixelů ve vyhodnocovací oblasti pomocí kalibrační křivky, podobně jako je tomu u metody PLIF. 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.

4.3 Volba klíčových komponent

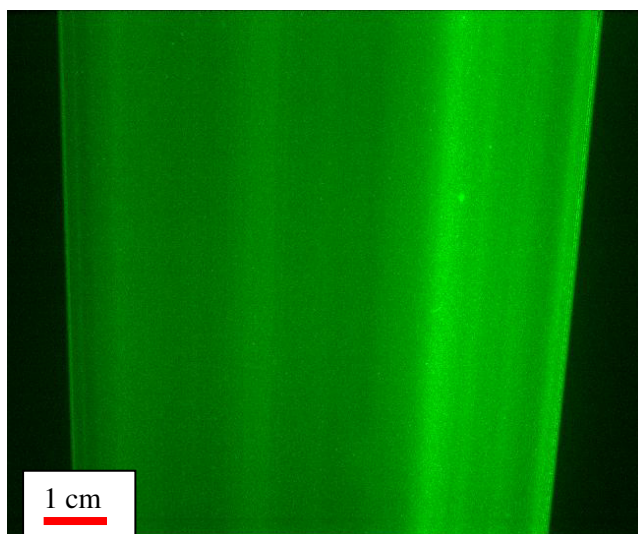
Klíčovými komponenty optické metody jsou: laserový řez, testovací částice a digitální kamera. Tyto komponenty jsou voleny především z hlediska dosažení co největší citlivosti měřicí metody, rozsahu koncentrací a velikostí testovacích částic a přesnosti měření.

4.3.1 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 (4), 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 rozmítnut, kap. 3.1. Průměrná intenzita světla v laserové rovině

$$E_0 = \frac{P_0}{W_{\text{řez}} \cdot l_{\text{laser}}} \quad [\text{W}/\text{m}^2] \quad (7)$$

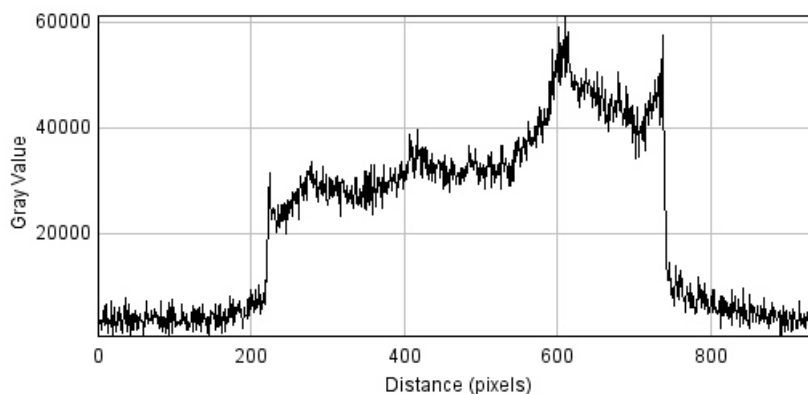
je dána šířkou $W_{\text{řez}}$ a tloušťkou laserové plochy l_{laser} a výkonem laserového modulu P_0 . Ze vztahu je patrné, že čím je šířka laserového řezu menší, tím více výkonu se soustřeďuje v laserovém řezu.



Obrázek 8: Laserový řez nasměrován do vody s rozptýlenými 0,42 μm PS částicemi o hmotnostní koncentraci 1 mg/litr.

U vlnové délky laserového světla je situace složitější. 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 cca 480 nm. Je však potřeba mít na paměti důležitou věc, intenzita Rayleighova rozptylu světla na molekulách je nepřímou úměrnou 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.

I přesto, že je zdroj světla tvořen kvalitním pevnolátkovým laserovým modulem o tenkém svazku s dobrou koherencí a malou rozbíhavostí a dále je rozmítnut 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. 8. Toto nerovnoměrné rozložení intenzity světla je způsobeno vadou válcové čočky. Na obr. 9 je k vidění graf digitální hodnoty šedi pixelů napříč laserovým řezem (graf ukazuje hodnoty úrovně šedi pixelů napříč laserovým řezem na obr. 8). 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.



Obrázek 9: Průběh digitální úrovně šedi pixelů napříč řezem.

4.3.2 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 testovací částice sloužící k vizualizaci proudění a měření jejich lokální koncentrace.

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.

Polydisperzní částice 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. Pro takto změněnou distribuci nacházející se za filtrem nelze použít kalibrační data, která byla předem vygenerována za použití původní PSD. Proto nelze přesně určit koncentraci částic za filtrem z množství rozptýleného světla, jelikož intenzita rozptýleného světla je silně závislá na velikosti částic. Testovací částice musí být tedy nutně monodisperzní.

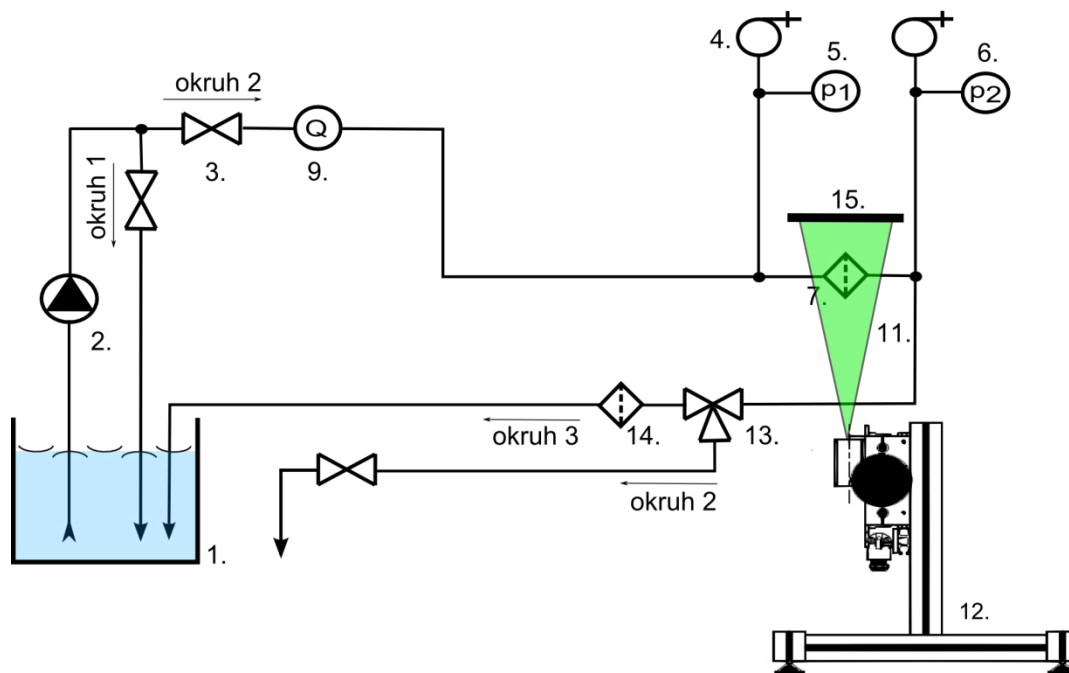
Výše zmíněná kritéria splňují například polystyrenové monodisperzní částice. Velikost mikročástic byla volena s ohledem na velikost částic v přirozeně kontaminované pitné vodě. S dalším zmenšováním částic je rozptýlené světlo tak slabé, že kamera není schopna toto světlo zachytit a vyhodnotit. V našem případě (při použití zmíněného přístrojového vybavení) lze reálně uvažovat částice o velikosti od cca 0,1 μm výše, což vyhovuje našim požadavkům. Pro zvětšení rozsahu velikostí i koncentrace částic směrem k nižším hodnotám je zapotřebí použít citlivější kameru nebo silnější laser.

4.3.3 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. Dále je zřejmé, že čím větší pixely CCD sensor 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.

4.4 Popis měřicí tratě

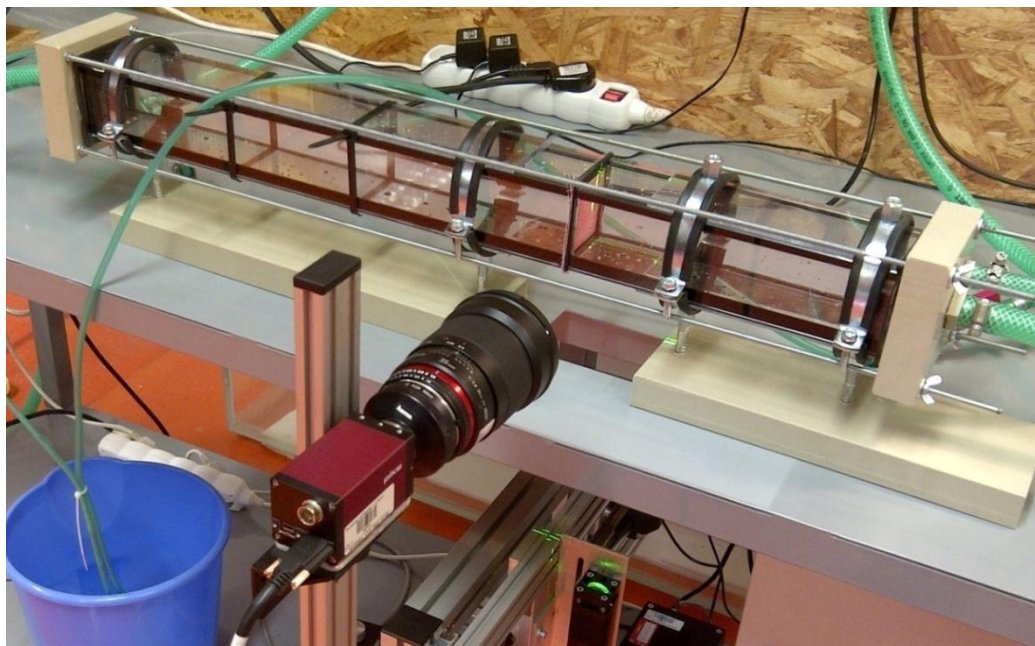
Optická metoda je využita při filtraci kontaminované vody vláknými filtračními materiály ve filtrační aparatuře postavené autorem práce dle schématu na obr. 10. Aparatura se skládá ze tří hlavních okruhů. Voda kontaminovaná testovacími částicemi je okruhem č. 2 čerpána ze 100 litrové nádrže do filtrační trati a přes testovaný filtrační materiál odchází pryč do výpustě. 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.



Obrázek 10: Blokové schéma upravené aparatury (1: nádrž s rozptýlenými sytícími 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 traverzované zařízení, 13: trojcestný ventil, 14: filtr určený k čištění aparatury, 15: clona).

Aparatura je doplněna o filtrační kanál první nebo druhé generace. Filtrační kanál první generace je kruhového průřezu o průměru 8 cm a jeho předností je vyšší odolnost vůči tlaku. Filtrační kanál druhé generace disponuje vnitřními rozměry 5×5 cm a je čtvercového průřezu, výhoda spočívá v rovných stěnách bez odrazů světla a optického zkreslení. Testovaný filtrační materiál je upevněn

mezi dvě části skleněného kanálu ukázané na obr. 11. Oblast v okolí filtračního materiálu je nasvícena laserovým řezem. 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 travrzovacímu zařízení. To dovoluje proměření filtračního materiálu v celém jeho povrchu.



Obrázek 11: Detail filtračního kanálu druhé generace včetně laserového řezu a kamery.

4.4.1 Aplikace MACA

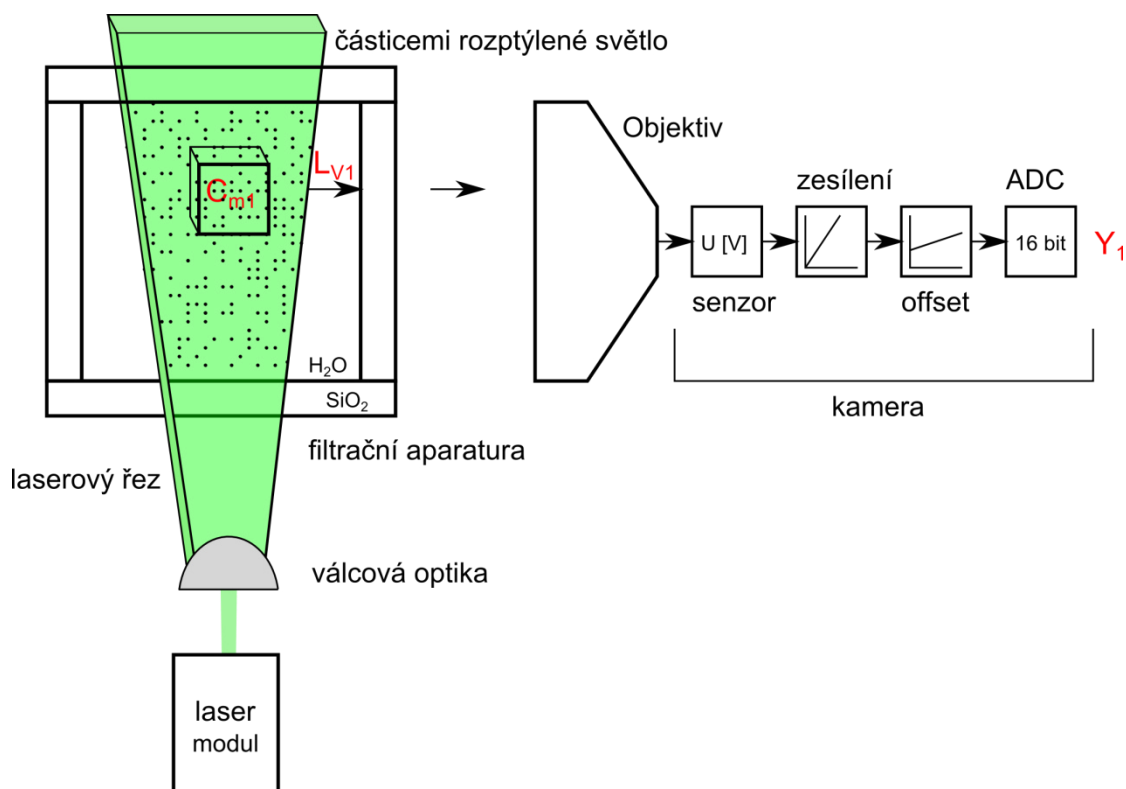
Jelikož bylo potřeba spojit ovládání travrzovacího zařízení a kamery a měření signálů do jednoho uceleného softwaru, byla vytvořena aplikace MACA (Measuring And Control Application). Software byl autorem práce napsán v grafickém programovém prostředí NI LabView 2011. MACA v sobě obsahuje paralelně pracující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

4.4.2 Aplikace DOFES

Software DOFES (Determination Of Filtration Efficiency Software) určený k obrazové analýze snímků filtračního procesu byl napsán v programovém prostředí Matlab 2010 spolu s 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.

4.5 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 měřením a porovnány v tabulce na konci. Blokový diagram měření koncentrace částic je ukázán na obr. 12. Laserový řez je tvořen cylindrickou optikou a prochází skrz skleněný filtrační kanál, ve kterém se nacházejí rozptýlené mikroskopické částice.



Obrázek 12: Blokový diagram měřicího řetězce s definovanou vyhodnocovací oblastí.

Počtová koncentrace těchto kulových monodisperzních částic

$$C = \frac{6 \cdot C_m}{\rho \cdot \pi \cdot \varnothing^3} \left[\frac{1}{\text{m}^3} \right] \quad (8)$$

je vypočtena ze známé hmotnostní koncentrace C_m [kg/m^3], 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 (5) má objem V při kolmém pohledu na plochu A_v definovanou hodnotu jasu L_v . 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 lze vyjádřit celkovou konstantu kamery K_c .

Do vztahu (6) jsou dosazeny vztahy (5) a poté vztah (8), přičemž $L = L_v$, potom dostaneme digitální úroveň šedi pixelů

$$Y_p = K_c \cdot \frac{v_o \cdot G \cdot t_e}{f_{\#}^2} \cdot \frac{E_0 \cdot V \cdot F}{A_V \cdot k^2} \cdot v_c \cdot \frac{6}{\rho \cdot \pi \cdot \emptyset^3} \cdot C_m + Y_B \quad (9)$$

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 parametrem v_c . Konstanta zahrnuje propustnosti od všech optických členů měřicího řetězce kromě objektivu kamery, která je vyjádřena hodnotou v_o . Všechny parametry měřicího řetězce v (9) lze během experimentu považovat za konstanty (předpokládáme, že jsou během experimentu neměnné), proto je možné tento vztah přepsat do formy

$$Y_p = \frac{1}{K_T} \cdot C_m, \quad (10)$$

kde

$$\frac{1}{K_T} = K_c \cdot \frac{v_o \cdot G \cdot t_e}{f_{\#}^2} \cdot \frac{E_0 \cdot A_V \cdot l_{laser} \cdot \lambda^2 \cdot F}{A_V \cdot 4 \cdot \pi^2} \cdot v_c \cdot \frac{6}{\rho \cdot \pi \cdot \emptyset^3}. \quad (11)$$

Vlnové číslo k v (9) bylo v (11) nahrazeno $k = 2\pi/\lambda$ a vybraný objem byl nahrazen $V = A_V \cdot l_{laser}$. K_T [kg/m³, g/litr] představuje celkovou konstantu měřicí aparatury. Ze vztahu (10) je vidět, že digitální hodnota šedi pixelů v obrazu Y_p je přímo úměrná hmotnostní koncentraci částic C_m . Když se ze vztahu (10) vyjádří hodnota

$$C_m(x, y) = (Y_p(x, y) - Y_{off}(x, y)) \cdot K_T(x, y) + C_{mb}(x, y), \quad (12)$$

dojdeme ke stejnému tvaru rovnice jako (3). 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.

I když lze konstantu K_T odvodit z rovnice (11), 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 (12) 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 a do jisté míry i parametry objektivu kamery. 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 nebo vhodně korigovat.

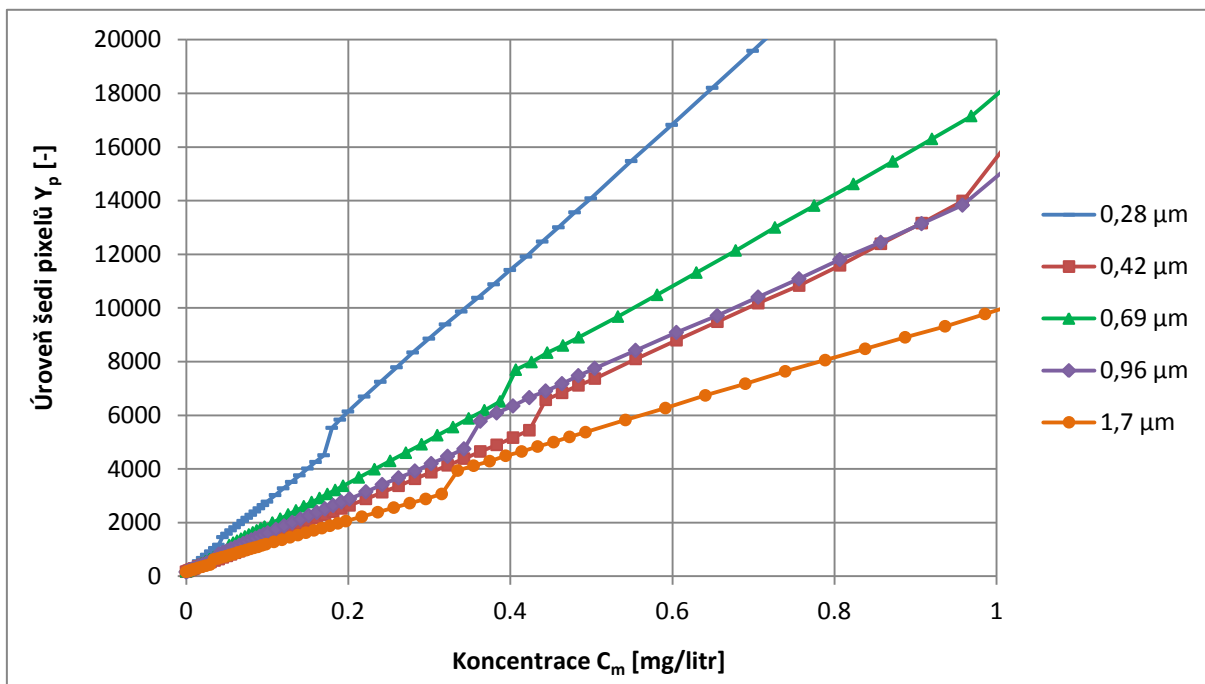
4.5.1 Analytické vyjádření kalibrační konstanty

Podle vztahu (11) je analyticky vyjádřena kalibrační konstanta měřicí aparatury K_T a vypočtena úroveň šedi pixelů Y_p pro koncentraci 100 µg/l pro různé velikosti testovacích částic ve vybrané vyhodnocovací oblasti. Na základě Mieovy teorie rozptylu světla byl simulován rozptyl světla na monodisperzních kulových polystyrenových částicích rozptýlených v destilované vodě a vypočteny

hodnoty rozptylové funkce pro různě velké částice [Laven P. 2011]. Parametry částic a kamery byly zjištěny z datasheetu. Optický výkon laserového modulu P_0 byl změřen přístrojem na měření výkonů laserů: LabMaster Ultima v. 2.35 s přidavným zeslabovačem světla 1:1000. Parametry laserové roviny závisí na použité cylindrické čočce. Průměrná intenzita světla laserové roviny E_0 byla vyjádřena podle (7) na základě znalosti parametrů laserové roviny.

4.5.2 Ověření linearity měřicího řetězce a změření kalibrační konstanty

Kalibrační konstanta a úroveň šedi pixelů pro koncentraci 100 $\mu\text{g/l}$ je pro stejnou vyhodnocovací oblast a stejné částice jako v předchozí kapitole změřena experimentálně. Kalibrační konstanta je změřena na základě postupného zvyšování koncentrace mikročástic v destilované vodě od 0 po zvolenou maximální hodnotu 20 mg/l . Tímto způsobem je ověřena zejména linearita měřicího řetězce. 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. Ke známým hodnotám použitých koncentrací částic jsou přiřazeny hodnoty digitální úrovně šedi pixelů ve vyšetřovací oblasti v obrazu, které jsou posléze vyneseny do grafu.



Obrázek 13: Průběhy úrovně šedi pixelů v závislosti na hmotnostní koncentraci do 1 mg/litr .

Na obr. 13 jsou vidět průběhy hodnot šedi pixelů v závislosti na použité hmotnostní koncentraci pro různě velké částice. Doba závěrky kamery byla nastavena pro nejmenší koncentrace na hodnotu 20 ms a s rostoucí koncentrací byla postupně zkracována až na 50 μs . Digitální úroveň šedi pixelů na svislé ose je normalizována na dobu závěrky 1 ms . 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). Rovné úseky pro každou z koncentrací částic mají vždy stejnou směrnici a „schod“ způsobený offsetem má neměnnou hodnotu. Z grafů je vidět, že průměrná hodnota digitální úrovně šedi pixelů roste lineárně s rostoucí koncentrací částic v kapalině, což potvrzuje vztah (10).

Kalibrační konstanty pro různě velké částice jsou získány z rovnic lineární regrese, která má tvar (12), 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 přímků je potom K_T , absolutní člen představuje C_{mb} a offset je Y_{off} . Naměřené parametry jsou shrnuty do tab. 1, kde jsou také porovnány kalibrační konstanty získané z naměřených dat s konstantami vypočtenými dle vztahu (12).

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 1: Porovnání kalibračních konstant experimentálně změřených s analyticky vyjádřenými.

4.6 Citlivostní analýza, parametry a zařazení metody

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 měření efektivity filtrace je částečně eliminována tím, že se podmínky měření změni jak na náletové straně filtru, tak i na čisté straně. Citlivostní analýza byla provedena s ohledem na:

- náklon kamery,
- velikost testovacích částic a
- překrytí vyšetřovacích oblastí.

Dále byly rozebrány možné negativní vlivy na optickou metodu. Těmito vlivy jsou myšleny změny parametrů filtračního procesu a obrazové analýzy:

- rychlost proudění (náletová rychlost částic na filtr),
- rychlostní profil,
- poloha osvětlovací roviny a
- velikost vyšetřovací oblasti.

Také byly změřeny parametry optické metody:

- citlivost,
- rozlišení,
- prostorové rozlišení,
- rozsah a
- relativní chyba měření.

Dále byly diskutovány chyby optické metody a jejich možné eliminace. Nakonec byla optická metoda porovnána s běžně používanými metodami měření. V tab. 2 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. 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 r.
Metoda vizualizace a hodnocení filtračního procesu	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 2: 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 má velmi blízko k 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. Tyto metody jsou robustní a nejsou primárně určené k testování filtrů.

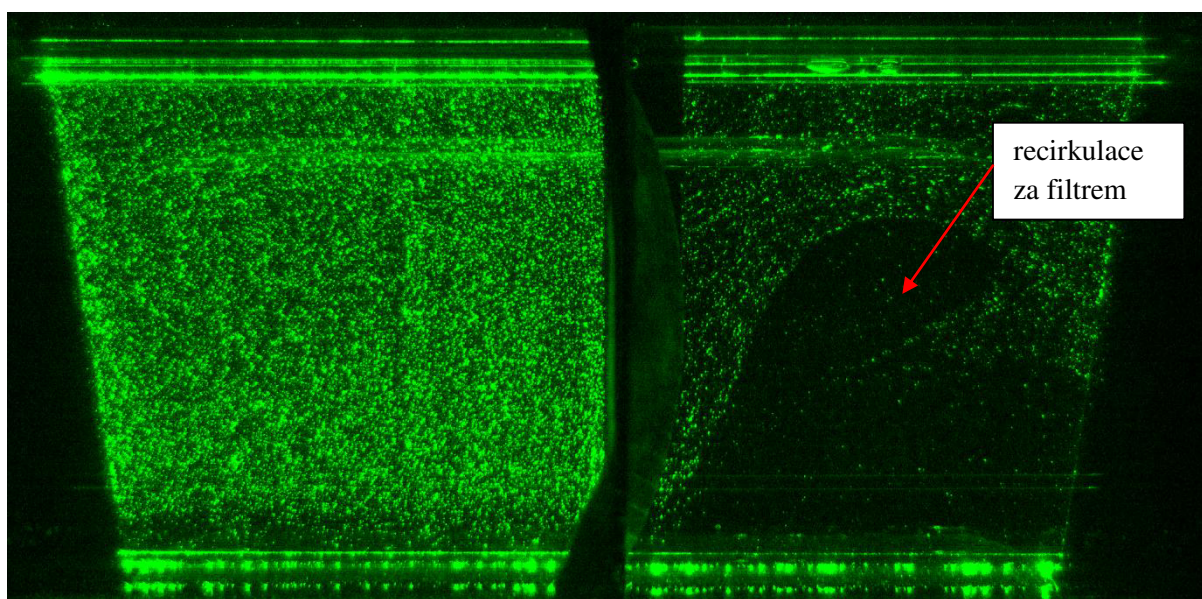
5 Vybrané výsledky z experimentů

5.1 Vizualizace filtračního procesu

Do filtrační aparatury s filtračním kanálem první generace byl upnut mikrovláknenný filtrační materiál, jehož parametry jsou shrnuty v tab. 3. Jako testovací částice byly použity 10 μm skleněné duté postříbřené kuličky. Na obr. 14 je k vidění filtrační proces s mohutnou recirkulací za filtrem, která znemožňuje měřit lokální efektivitu filtrace testovaného filtru. Filtrační kanál první generace byl na základě tohoto testu doplněn o clony a soustavu tenkých trubek tak, aby byl zajištěn symetrický rychlostní profil v okolí měřeného filtru.

Velikost vláken	Technologie výroby	Plošná hmotnost	Průměr vláken	Maximální a průměrný pór	Tloušťka vrstvy	Materiál
Mikrovlákna	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 3: Vlastnosti použitých filtračních materiálů

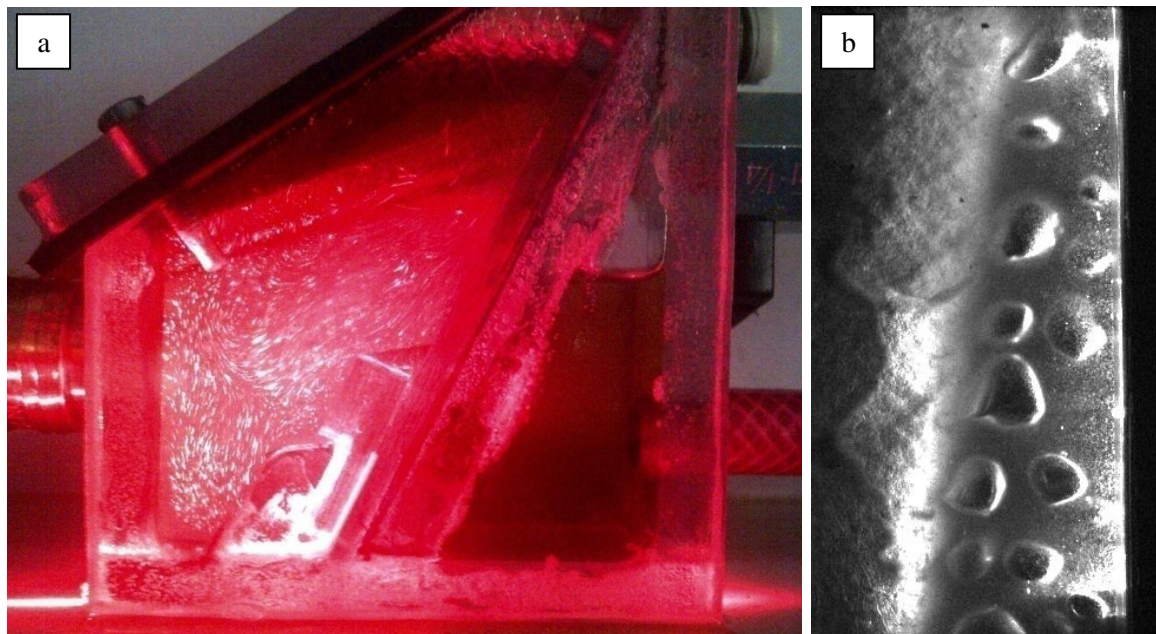


Obrázek 14: Snímek filtračního procesu s vytvořenou recirkulační zónou za filtrační textilí z důvodu silné nesymetrie rychlostního profilu před filtrem.

Ve filtračním kanálu byl vizualizován filtrační děj záměrně proděravělé nanovláknenné textilie. Dále bylo zkoumáno proudění při skokové změně průtoku filtrem, při nesymetrickém a symetrickém proudění a poškozeného filtru. Dále byly provedeny experimenty s filtračním kanálem druhé generace a polystyrenovými kulovými monodisperzními částicemi o velikostech 0,28; 0,42; 0,69; 0,96 a 1,7 μm . Vizualizace filtračního procesu byla provedena i za pomoci optické mikroskopie během zahraniční stáže na The University of Auckland. Předmětem stáže bylo zkoumání procesu zanášení a čištění vláknenných membrán na základě vizualizace filtračního koláče.

Ve spolupráci s Ing. Jakubem Hružou, Ph.D. byla postavena filtrační aparatura pro separaci bublin vzduchu z motorových paliv. Na tomto zařízení byla vyzkoušena různá motorová paliva. Na obr. 17 - a je vidět příklad vizualizace separace bublin vzduchu z bionafty. V tomto případě byl

použit červený laserový řez s Gaussovským průběhem intenzity světla napříč laserovou rovinou o vlnové délce světla 660 nm. 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.



Obrázek 15: a) Vizualizace náletové strany laserovým řezem při separaci bublin vzduchu z bionafty, b) Snímek z kamery ukazující čištění filtru probubláváním v odpadní vodě.

Snímek z kamery na obr. 17 - b ukazuje 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 požívání znečišťujících látek. Filtrační textilie už má pouze za úkol vyfiltrovat tyto bakterie a jejich odpadní produkty a získat tak užitkovou vodu.

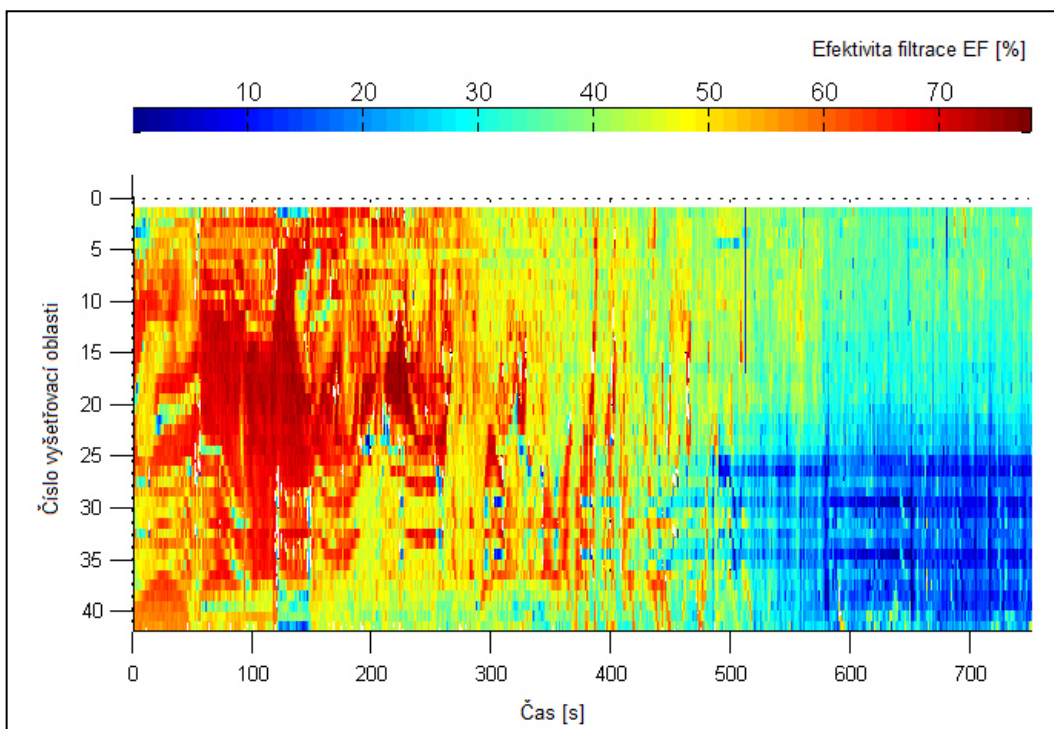
5.2 Hodnocení efektivity filtrace

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. 4.3.

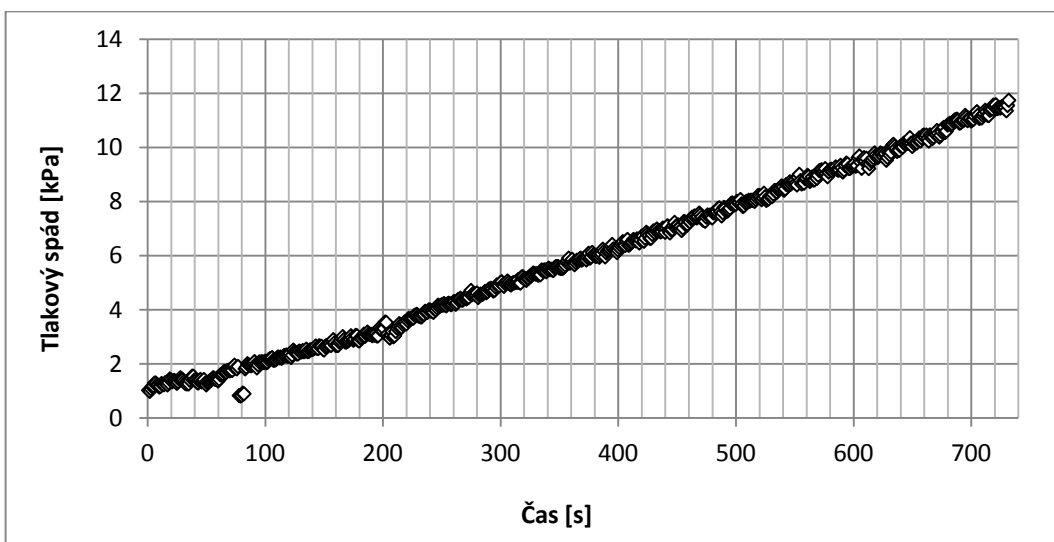
5.2.1 Měření lokální efektivity filtrace v čase

Experiment byl proveden na vodní aparatuře s filtračním kanálem druhé generace. Byl použit vzorek nanovlákněného filtru s vlastnostmi popsanými v tab. 3. Jako testovací částice byly použity monodisperzní polystyrenové mikročástice velké 0,42 μm . Na obr. 16 je graf lokální efektivity filtrace v čase. Efektivita filtrace je vyjádřena barvou od modré po červenou, osa y představuje polohu vyšetřovací oblasti a osa x je čas. Na počátku experimentu mírně rostla efektivita 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 klesat. Tento stav byl způsoben poškozením filtrační textilie mechanickým namáháním. Na obr. 17 je zobrazen

časový vývoj tlakového spádu na filtrační textilii při jejím testování. Tlakový spád roste tím, jak jsou postupně zaplňovány mezivlákněné prostory filtru. Na tlakovém spádu není patrná známka degradace nanovlákněné vrstvy ani pokles filtrační účinnosti.



Obrázek 16: Graf lokální efektivity filtrace v čase.



Obrázek 17: Graf tlakového spádu v čase

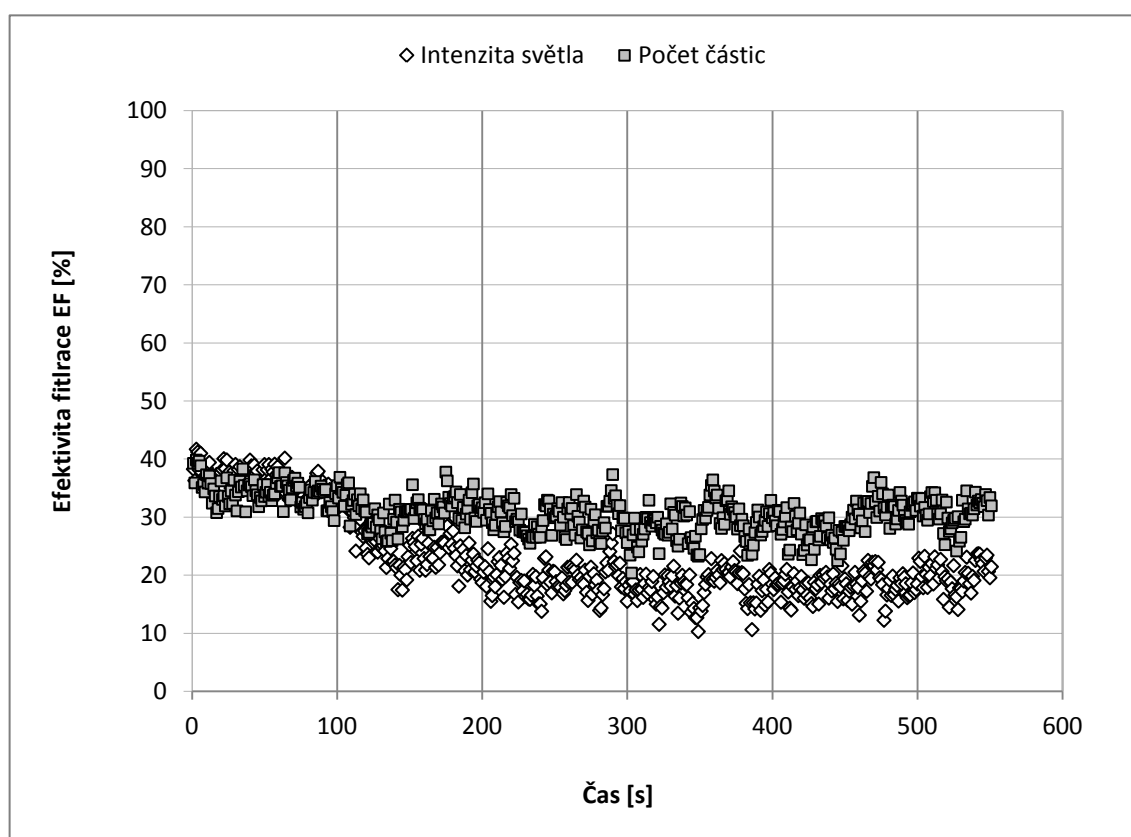
Během experimentu byly odebrány vzorky vody před a za filtrem a ty byly podrobeny analýze na Zeta-sizeru. Tab. 4 shrnuje výsledky optické metody a porovnává je s výsledky získaných na základě analýzy vzorků vody Zeta-sizerem. Efektivita filtrace byla v obou případech naměřena na počátku měření vyšší 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.

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

Tabulka 4: Shrnutí efektivity filtrace naměřené optickou metodou a porovnání s výsledky na Zeta sizeru (počátek a konec experimentu).

5.2.2 Měření efektivity filtrace na základě počítání částic

Tento experiment byl proveden na vodní aparatuře včetně filtračního kanálu první generace s použitím mikrovlákněné textilie. Textilie byla testována skleněnými dutými částicemi velkými 10 μm . Efektivita filtrace vypočtená na základě měření intenzity rozptýleného světla je porovnána s efektivitou filtrace vyjádřenou na základě přímého počítání obrazů testovacích částic. Z grafu na obr. 83 je vidět, že v průběhu experimentu došlo ke skokové odchylce, která zůstala konstantní po zbytek testu. Lze předpokládat, že takto prudká skoková změna na mikrovlákněném filtru nenastane. Tato odchylka byla 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. 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).



Obrázek 18: Graf efektivity filtrace v čase získaný na základě zjištění intenzity rozptýleného světla a počtu testovacích částic.

6 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.

6.1 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 obyčejné 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, obzvláště 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.
- 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.
- 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.
- 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.
- Hornychová L., Chaloupek J., Hruža J. *Vzduchová filtrace-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 vláknenných 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 nanovláknenných materiálů* (funkční vzorek RIV/46747885:24220/10:#0001594, 2010).
- Jirsak O., Sanetnik 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.
- 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 >.
- 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.

Martin J. E., García M. H. Combined PIV/PLIF measurements of a steady density current front. *Experimental Fluids* 45. 2009. p. 265-276.

Polyanskiy M. *Refractive index database* [online]. 2012. URL: <<http://refractiveindex.info>>.

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.

Sutherland K. *Filters and Filtration Handbook*. Elsevier, Oxford, 2008. p. 523. ISBN 978-1-8561-7464-0.

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.

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.

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 trat' pro vizualizaci a měření účinnosti kapalinové filtrace (funkční vzorek RIV/46747885:24220/11:#0001802, 2011)*.