

# OBSAH

<b>1. ÚVOD</b>	<b>8</b>
<b>2. REŠERŠE A TEORETICKÝ ÚVOD</b>	<b>10</b>
2.1 Metody mechanické dispergace	10
2.2 Nemísitelné systémy kapalina-kapalina	10
2.3 Praktické využití	10
2.3.1 Průmyslové aplikace	10
2.3.2 Poloprovozní aplikace	11
2.3.3 Principy	11
2.3.4 Rozbíjení, koalescence a změna fáze	11
2.3.5 Koalescence	12
2.3.6 Fázová inverze	13
2.4 Dispergované systémy kapalina-pevná fáze	13
2.4.1 Jednotkové operace zahrnující míchání kapalina-pevná fáze	13
2.4.2 Dispergace	14
2.4.3 Rozklad	14
2.4.4 Krystalizace a srážení	14
2.4.5 Adsorpce a desorpce	14
2.4.6 Polymerizace suspenzí	14
2.4.7 Zohlednění procesů v míchání fází kapalina-pevná fáze	15
2.5 Dispergace pomocí rychloběžných míchadel	15
2.6 Dispergace pomocí rotor stator míchadel	18
2.6.1 Vliv clony na velikost kapek:	19
2.6.2 Rotor-stator smyk:	19
2.7 Dispergace pomocí perličkových mlýnů	21
2.8 Dispergace pomocí koloidních mlýnů	22
2.9 Dispergace pomocí ultrazvuku	23
2.9.1 Porovnání metod	25
2.10 Teorie dispergace	26
2.10.1 Bezrozměrná kritéria používaná při míchacích pochodech	26
2.10.2 Velikost průměru kapek (bublin) a mezifázového povrchu v disperzích [2]	26
2.11 Barvy	31
2.11.1 Suroviny pro nátěry:	32
2.11.2 Hlavní suroviny:	32
2.11.3 Ostatní suroviny:	33

2.11.4	Výrobní procesy:	34
2.11.5	Představení elektricky vodivého nátěrového systému na bázi epoxidové pryskyřice	34
2.11.6	Ředidla	34
2.11.7	Požadované vlastnosti	35
2.11.8	Praktické využití nátěrového systému se zvýšenou elektrickou vodivostí	38
2.11.9	Představení nanokompozitního povlaku na bázi epoxidových pryskyřic	38
<b>2.12</b>	<b>Teorie Reologie</b>	<b>39</b>
2.12.1	Pseudoplastické kapaliny	39
2.12.2	Tixotropní kapaliny	40
<b>3.</b>	<b>POPIS EXPERIMENTU</b>	<b>42</b>
<b>3.1</b>	<b>Pomocná měření</b>	<b>42</b>
3.1.1	Měření hustoty	42
3.1.2	Měření tepelné kapacity	42
3.1.3	Vlastnosti systému	42
3.1.4	Postup měření	43
<b>3.2</b>	<b>Měření příkonu</b>	<b>44</b>
<b>3.3</b>	<b>Experimentální systém</b>	<b>44</b>
<b>3.4</b>	<b>Postup měření</b>	<b>45</b>
<b>3.5</b>	<b>Měření tokových vlastností</b>	<b>46</b>
3.5.1	Experiment	46
<b>3.6</b>	<b>Dispergace vzorku nátěrových hmot</b>	<b>48</b>
<b>3.7</b>	<b>Sledované nátěrové systémy</b>	<b>48</b>
<b>3.8</b>	<b>Dispergace pomocí zubového míchadla</b>	<b>48</b>
<b>3.9</b>	<b>Dispergace pomocí rotor-stator míchadla</b>	<b>49</b>
<b>3.10</b>	<b>Dispergace pomocí ultrazvuku</b>	<b>50</b>
<b>3.11</b>	<b>Experimentální systém</b>	<b>50</b>
<b>3.12</b>	<b>Experiment</b>	<b>51</b>
<b>4.</b>	<b>VYHODNOCENÍ EXPERIMENTU</b>	<b>52</b>
<b>4.1</b>	<b>Měření příkonu</b>	<b>52</b>
<b>4.2</b>	<b>Měření reologických vlastností</b>	<b>55</b>
<b>4.3</b>	<b>Provozní dispergace</b>	<b>57</b>
4.3.1	Dispergace rotor-stator míchadlem	57

4.3.2	Dispergace zubovým míchadlem	59
4.3.3	Dispergace ultrazvukem	60
<b>5.</b>	<b>DISKUZE</b>	<b>62</b>
5.1	Vliv dispergace na reologické vlastnosti	62
5.2	Porovnání dodané energie a technologických vlastností	63
5.2.1	Systém s příměsí grafitu	64
5.2.2	Systém s příměsí nanovláken	64
5.2.3	Systém s příměsí sazí	65
5.3	Porovnání dodané energie a povrchového odporu	66
<b>6.</b>	<b>ZÁVĚR</b>	<b>67</b>
<b>7.</b>	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY</b>	<b>68</b>
<b>8.</b>	<b>SEZNAM SYMBOLŮ</b>	<b>70</b>
<b>9.</b>	<b>SEZNAM PŘÍLOH</b>	<b>73</b>

# 1. Úvod

V současné době představují nátěrové hmoty nezbytnou součást funkčních vlastností výrobků. Základní funkcí nátěrového systému je především ochrana proti korozi, ovšem pro volbu nátěrového systému mohou být podstatné i další vlastnosti jako jsou například žáruvzdornost, odolnost proti louhům a kyselinám, otěruvzdornost, elektrická vodivost, samočisticí efekt, ale i dekorativní, reflexní apod. Tato práce je zaměřena především na antistatické vlastnosti tedy elektrickou vodivost. Organické nátěrové hmoty, patřící k nejběžnějším druhům povlaků jsou hojně využívány především pro jejich poměrně vysoký ochranný účinek, ale zároveň jsou snadno dostupné a jednoduše se aplikují. V případě vývoje organických povlaků se specifickými funkčními vlastnostmi se jedná především o princip užití mikročástic a nanočástic jako plniva do těchto nátěrových hmot, s cílem vylepšit konkrétní vlastnost dané nátěrové hmoty (např. vyšší korozní odolnost, tvrdost, přilnavost k podkladu atd.). V tomto případě lze při použití vhodného plniva (charakter, množství) očekávat změnu vlastností nátěrové hmoty. Jako plniva byly použity příměsy sazí, uhlíkových nanočástic a grafitových kuliček.

Nátěrové systémy se zvýšenou elektrickou vodivostí jsou vhodné díky svým antistatickým vlastnostem pro prostředí, ve kterých je potřeba na ošetřených plochách předmětu potlačit negativní důsledky tvorby elektrostatického náboje. Jedná se především o negativní jevy kterými je statická přitažlivost (akumulace prachu a nečistot na povrchu vlivem elektrického náboje) a statické vybíjení (elektrické výboje nastávající při vybíjení). Tvorba elektrostatického náboje například ve výbušných prostředích představuje značné riziko, jenž je třeba eliminovat. Jednou z forem eliminace tak představují antistatické nátěry, které jednak zamezují tvorbě náboje, ale umožňují i jeho odvedení. V případě antistatických úprav nátěrové hmoty se jedná o snížení elektrického odporu (rezistivity) nátěrového filmu jeho modifikací vhodnými plnidly. V závislosti na druhu a množství použitého plnidla lze dosáhnout snížení rezistivity povlaku. [15]

Antistatické nátěrové systémy se vyznačují schopností odvádět elektrostatický náboj z povrchu ošetřené součásti. Tohoto jevu je docíleno změnou měrného elektrického odporu povlaku na hodnotu  $\leq 1.106 \Omega$ . Jak již bylo uvedeno jsou elektricky vodivé povlaky důležité především v aplikacích, kde se vytváří elektrostatický náboj. Tyto povlaky se

připravují zejména začleněním vodivých částic do matrice (pojiva). V případě užití vodivých částic v případě matrice z epoxidového polymeru mluvíme o těchto přísadách jako o plnivu. Optimalizace obsahu pevných látek (pigmentů, plnidel a vodivých částic) ve formě objemové nebo hmotnostní koncentrace v nátěru se docílí tak, že se mění složení pojiva a množství částic. [15]

Výběrem správného typu částic můžeme měnit vlastnosti konkrétní nátěrové hmoty. Nezbytné je při použití plnidla docílit jeho dokonale rovnoměrného rozptýlení (dispergace) v celém objemu nátěrové hmoty. Čím důkladnější bude dispergace, tím lepších výsledků vodivosti se dosáhne. Zkoumány byli čtyři dispergační systémy, dodaná energie (příkon) a jejich vliv na výsledné specifické vlastnosti. Experimentu byli podrobeny míchadlo rotor-stator, zubové míchadlo, ruční míchadlo a dispergace ultrazvukem. Ostatními technologickými vlastnostmi, přípravou a správným nanesením nátěrového filmu se věnoval Zoubek ve své diplomové práci [15].

V této práci je věnována pozornost vlivu dispergace plniv na reologické vlastnosti látek a zároveň na technologické a vodivé vlastnosti.

## 2. Rešerše a teoretický úvod

### 2.1 Metody mechanické dispergace [1]

Dispergace pevných látek je fyzikální proces, kde pevné částice či shluky jsou suspendovány nebo dispergovány za pomoci míchání v tekutině k dosažení homogenní či řídké suspenze. Uplatnění nalezneme u přípravy řídkých suspenzí pevných reaktantů nebo katalyzátorů pro nasycení reaktorů, jako např. dispergaci pevných pigmentů a dalších materiálů do kapaliny. [1]

### 2.2 Nemísitelné systémy kapalina-kapalina

Tyto systémy jsou charakteristické dvěma či více kapalnými složkami, které jsou vzájemně nemísitelné a jednotlivé fáze se chovají jako separované. Složky se dělí na fázi dispergovanou a matriční. Dispergovaná fáze bývá obvykle objemově menší v porovnání s fází matriční. Nemísitelné systémy mohou také obsahovat dodatečnou kapalnou, pevnou či plynnou složku. Míchání má v těchto systémech důležitou roli. Ovlivňuje rozbíjení kapiček – označováno jako disperze a promíchávání kapiček – označováno jako koalescence. K rozbíjení kapiček dochází při turbulentním promíchávání a ke koalescenci dochází spíše při laminárním proděním v míchané nádobě. Velikost a směr konvektivního toku iniciovaného míchadlem ovlivňuje distribuci a homogenitu uvnitř míchané nádoby.

### 2.3 Praktické využití

#### 2.3.1 Průmyslové aplikace

Nemísitelné systémy kapalina-kapalina lze najít napříč různými aplikacemi, jako jsou chemický, petrolejářský a farmaceutický průmysl. Chemické reakce bývají často řízeny přenosem hmoty a ovlivňovány mezifázovou plochou. Například nitrace, sulfonace, alkylace a hydrogenace. Disperze, koalescence a suspenze jsou důležité součásti přenosu tepla a hmoty. Iont nitronia z matriční fáze se přesouvá na povrch kapiček, kde reaguje. Voda jako vedlejší produkt reakce se přesouvá do matriční fáze. Nitrační reakce jsou exotermické, a velikost reakce s teplotou jsou řízeny mezifázovou plochou vzniklou při míchání.

V petrolejářském průmyslu je důležitým faktorem proces koalescence, kdy je potřeba odstranit solanku ze surového produktu, aby se zabránilo korozi v procesních zařízeních. Extrakční procesy jsou řízeny opakovanou koalescencí kapek a disperze pro dosažení požadovaného přenosu hmoty. Koalescence, disperze a suspenze jsou komplexní a závislé na měřítku. Nicméně u některých procesů je možné koalescenci zanedbat z praktických důvodů, kdy je objemová frakce dispergované fáze menší jak 0,1. Obzvláště pokud jsou přítomny rozpouštědla. [1]

### **2.3.2 Poloprovozní aplikace**

Míchané nádoby, rotor-stator míchadla, odstředivky a usazovače jsou ukázky procesních průmyslových zařízení, které pracují se systémy kapalina-kapalina. Systémy kapalina-kapalina jsou zpracovávány ve vsádkových, průtočných a poloprůtočných režimech. V případě míchané nádoby následné rozdělení velikosti kapiček závisí na výběru, umístění a otáčkách míchadla. Vysoká rychlost míchání utváří emulze, které se obtížně separují. Zatímco nízké rychlosti mohou způsobit separaci fází. Tedy koalescence a disperze jsou procesy závislé na míře míchání. Velikost kapek závisí na průtoku, smykovém namáhání, turbulenci a také na fyzikálních a mezifázových vlastnostech míchaného systému. [1]

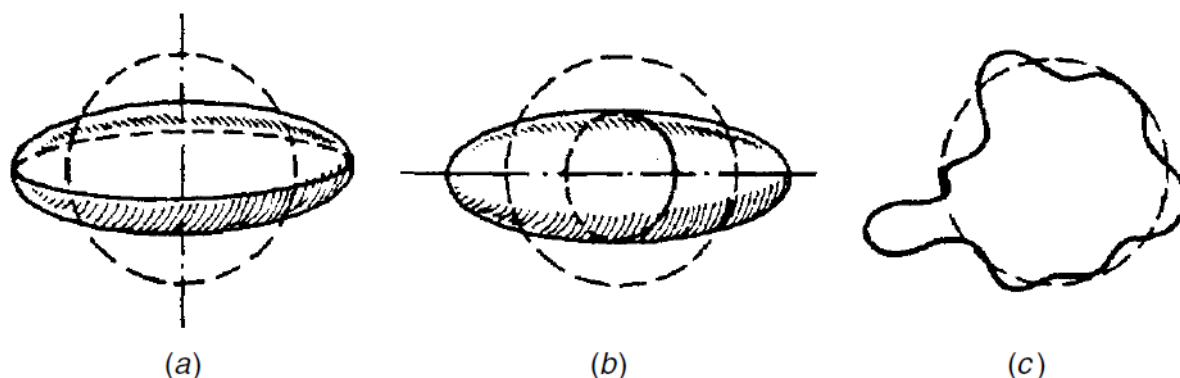
### **2.3.3 Principy**

Míchací procesy typu kapalina-kapalina ovlivňují mnoho simultánních, vzájemně působících jevů jako jsou disperze, koalescence, suspenze, přenos tepla a hmoty a také chemické reakce. Například nitrace upřednostňuje kontrolu mezifázové plochy před velikostí kapiček, zatímco jiné procesy spíše vyžadují přesnou velikost kapiček. Jako např. zařízení pro polymerizaci suspenze musí být schopno produkovat stále stejné kapičky specifických velikostí. [1]

### **2.3.4 Rozbíjení, koalescence a změna fáze**

Deformace kapiček je způsobena mechanickými silami indukovanými okolní kapalinou a ovlivňována povrchovými a vnitřními vazkými silami. K rozbíjení kapek

dochází, když síly od okolní kapaliny překročí obě vazké síly. Na Obr. 1 vidíme různé typy deformací kapek pro různé působící vlivy.



Obr. 1 - Základní typy deformací kapek: (a) lentilkový typ; (b) doutníkový typ; (c) zduřelý typ [1]

Lentilkový typ vzniká při nárazu do nějaké překážky (zeď, lopatky míchadla či narážky). Doutníkový typ kapky bývá způsoben nestejným smykovým napětím. Zduřelý typ se utváří za turbulentních podmínek. V běžné praxi jsou označovány všechny dynamické síly, které způsobují rozbíjení kapek, jako např. smykové síly. Ty způsobují smyk a rozšiřování v laminárním proudění a tlakové fluktuace v turbulentním proudu. Povrchové síly vzhledem k povrchovému napětí snižují velikost povrchu kapek a tím, vracejí kapku do původního kulového tvaru. K rozbíjení dochází, pokud je dosaženo kritické deformace v průběhu napínání. Pokud tedy pominou tyto podmínky, kapky se začnou postupně znovu slučovat. Tomuto jevu říkáme koalescence. [1]

### 2.3.5 Koalescence

Koalescence je kombinace dvou a více kapek, nebo kapky se sloučenou vrstvou. Tento dvoufázový proces zahrnuje kolizi následovanou vypuštěním filmu. Fáze vypouštění filmu závisí na velikosti a době působení sil, kdy dojde k rozlití filmu na kritickou tloušťku. Ta bývá někde okolo 50 Å. Míra snižování tloušťky filmu závisí na mezifázovém napětí a viskozitě fází. Četnost kolizí závisí jak na míře míchání, tak na objemové frakci dispergované fáze. Nicméně, ne všechny kolize vedou ke koalescenci. Pokud je kontakt jen krátkodobý, kritická tloušťka není dosažena a obě kapky se separují zpět. Četnost koalescence je výsledkem intenzity srážek a koalescenční účinnosti. Viskózní matriční fáze snižují odvodňovací rychlost a tím i pravděpodobnost koalescence. [1]



### 2.3.6 Fázová inverze

Fázová inverze je přechod vody dispergované v oleji (w/o) na olej dispergovaný ve vodě (o/w), nebo naopak. Toto může nastat ve více koncentrovaných systémech jako např. změna při stabilizaci, fyzikálních veličin nebo fázových proporcí. Například, pokud chemická reakce změní jednu fázi ve více viskózní, tato fáze inklinuje k tomu, stát se fází matriční. Pokud tato fáze byla původně matriční, k žádné inverzi nedochází. Pokud však tato fáze byla původně dispergovaná, dojde k inverzi.

## 2.4 Dispergované systémy kapalina-pevná fáze [1]

Hlavním cílem míchání systémů kapalina-pevná fáze je vytvořit a udržet suspenzi a podpořit a zvýšit přenos hmoty mezi pevnou a kapalnou fází. Míchací operace podporují:

- suspendaci pevných částí
- vznos pevných částí
- začlenění plovoucích částí
- dispergaci shluků částic nebo regulaci velikosti částic v důsledku smykového tření jak o lopatky míchadla tak tření částice-částice
- přenos hmoty na rozhraní kapalina-pevná fáze

### 2.4.1 Jednotkové operace zahrnující míchání kapalina-pevná fáze

Míchání kapalina-pevná fáze je klíčovým aspektem při běžných procesních operacích v chemickém průmyslu. Zahrnují:

- dispergaci pevných částí
- rozpouštění výluh
- krystalizaci a srážení
- adsorpci, desorpci a výměnu iontů
- částicemi katalyzované reakce
- polymerizaci suspenzí

Tyto jednotkové operace, kromě dispergace, zahrnují přenos hmoty mezi pevnou a kapalnou fází.

## **2.4.2 Dispergace**

Dispergace pevných částí je fyzikální proces, kde se pevné části či shluky částic rozptýlí v reakci s míchadlem v kapalině za účelem dosažení uniformní suspenze. Využití je možné nalézt při přípravě suspenze z pevných reaktantů nebo dispergace pevných částí pigmentů a ostatních materiálů do kapaliny.

## **2.4.3 Rozklad**

Rozklad je jednotková operace přenosu hmoty, kdy pevná částice snižuje objem. Nakonec v podstatě vymizí a je začleněna jako přísada v kapalině. Při loužení se rozpustitelná část pevné fáze rozpustí a zanechá po sobě částice o různé velikosti, hustotě a porozitě. Pro některé gummy a plastové částice dokonce nabývají na objemu. Procesním cílem je v tomto dosáhnout požadované míry rozpuštění či vyloužení za pomoci míchadla.

## **2.4.4 Krystalizace a srážení**

Na počátku je kapalina, která je nenaočkovaná a bez pevné fáze. Pevné částice se tvoří v průběhu krystalizace a srážení a roste jak na velikosti, tak na množství. Viskozita a hustota s tímto procesem roste. Podstatou procesu je dostat pod kontrolu míru nukleace a růst částic a také minimalizovat rozbíjení částic. Střední velikost částí i distribuce v kapalině jsou důležité veličiny. Mícháním se dosahuje uniformity nasycení a předchází shlukování pevné fáze napříč suspenzí.

## **2.4.5 Adsorpce a desorpce**

V těchto procesech dochází k přenosu hmoty mezi pevnou fází a roztokem. Při adsorpci dochází k přenosu hmoty z kapalně fáze na pevnou a při desorpci z pevné na kapalnou. Míchání zde hraje důležitou roli pro intenzifikaci procesů.

## **2.4.6 Polymerizace suspenzí**

Probíhá při utváření stabilizované disperze kapek monomeru. Jak polymerizace postupuje, kapky monomeru polymerizují obvykle skrze lepkavou fázi. Ochranný povlak rozpouštědel a míchací podmínky brání kapkám v koalescenci. Tyto faktory zároveň ovlivňují i velikost kapek a jejich distribuci. Míchání má v tomto případě za úkol produkovat a udržovat disperzi kapek stejnorodou a udržet v suspendaci jak kapky monomeru, tak částičky polymeru.

### **2.4.7 Zohlednění procesů v míchání fází kapalina-pevná fáze**

Požadované procesní vlastnosti pro míchání směsí kapalina-pevná fáze se mění od procesu k procesu. Je úkolem procesního inženýra rozhodnout jaký proces a způsob pro jakou aplikaci použít. Je důležité hned od počátku rozumět procesu, fyzikálním podmínkám a chemickým jevům pro dosažení požadovaných procesních vlastností. Tyto základní rozhodnutí zahrnují:

- Procesní režim: vsádkový, poloprůtočný či průtočný
- Fáze: pevná fáze, kapalná fáze či plynná fáze, jež jsou přítomny nebo se objevují v průběhu celého procesu
- Vlastnosti pevné a kapalně fáze, včetně vazkosti a tendence k tvoření shluků
- Jednotkové operace od počátku do konce procesů
- Geometrie nádoby a zařízení
- Parametry míchání: místní nebo průměrné rychlosti kapaliny, místní nebo průměrné smykové tření, doba zdržení, příkon atp.

## **2.5 Dispergace pomocí rychloběžných míchadel**

Podle velikosti kapiček rozdělujeme disperzní systémy na:

- Emulze – velikost kapek v rozsahu od 0,1  $\mu\text{m}$  do 100 $\mu\text{m}$
- Kapalinové disperze – velikost kapek od 10  $\mu\text{m}$  do 1000  $\mu\text{m}$

Maximální rozměr kapek dispergované kapaliny závisí především na měrné energii disipované dispergátorem do kapaliny. Pro tvorbu emulzí, které jsou charakterizované malým rozměrem kapek, je potřeba vysoký měrný příkon. V literatuře [1] je uvedeno, že pro štěpení kapek o průměru přibližně 1  $\mu\text{m}$  při mezifázovém napětí 0,01 N/m

a objemovém podílu dispergované fáze 0,1 je zapotřebí specifický příkon přibližně  $10^{10}$  W/m<sup>3</sup>. Rotační míchadla však dosahují maximálního měrného příkonu pouze  $10^4$  W/m<sup>3</sup>, proto se pro emulgaci používají jiná zařízení.

Konečný rozměr částice mimo jiné závisí také na obvodové rychlosti míchadla. U standardních míchadel je maximální obvodová rychlost omezena vznikem kavitace v daném prostředí. Doporučené obvodové rychlosti standardních rychloběžných míchadel se pohybují v rozmezí 10 m/s (turbínka s dělicím kotoučem) až 15 m/s (vrtulové míchadlo). Míchadla s vysokými smykovými účinky mohou naproti tomu pracovat s obvodovými rychlostmi až 35 m/s.

Při dispergaci práškové pevné fáze do kapaliny vznikají shluky a aglomeráty částic. Během dispergačního procesu je tedy nutné, aby smykové napětí v určitém prostoru míchané vsádky vyvolalo takové silové účinky, které překonají vzájemné síly mezi částicemi aglomerátu. Analýzu takového případu, uvádí McKelvey a spol. Došel k závěru, že existuje kritické smykové napětí, které musí být překročeno, aby došlo k oddělení částic, a že v laminárním systému záleží i na orientaci částic v proudovém poli.

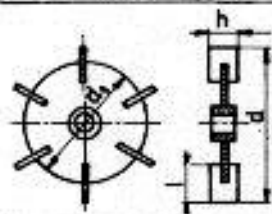
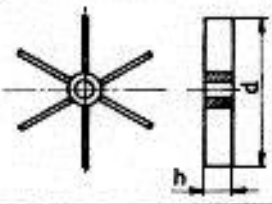
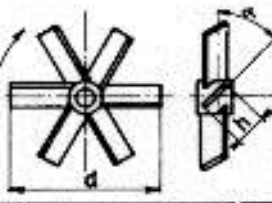
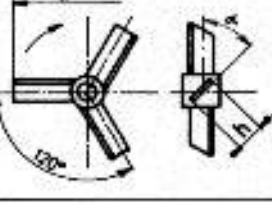
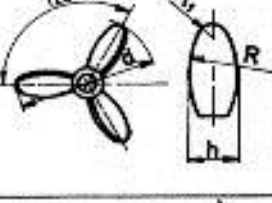
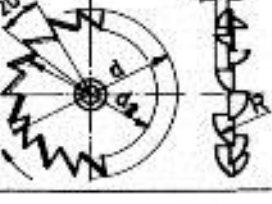
Vliv základních geometrických a provozních parametrů při dispergaci pigmentu titanové běloby do kapalné vsádky byl sledován experimentálně [1]. Bylo zjištěno, že při konstantní obvodové rychlosti míchadla je závislost maximálního rozměru aglomerátu shluku částic  $x$  na čase  $t$  možno vystihnout exponenciálou ve tvaru rovnice (2.5 – 1):

$$\frac{x - x_{\infty}}{x_0 - x_{\infty}} = \exp(-Bt) \quad (2.5 - 1)$$

kde: Počáteční rozměr shluků  $x_0$  i konečný rozměr shluků  $x_{\infty}$  je možno určit experimentálně. Bylo zjištěno, že obvodová rychlost míchadla  $v$  má podstatný vliv na konečný rozměr. S rostoucí rychlostí se rozměr shluků zmenšuje a zároveň zrychluje průběh dispergace. Při obvodové rychlosti míchadla 20 m/s vykazalo nejlepší dispergační účinky zubové míchadlo, následuje třílopatkové míchadlo a hladký disk.

Vliv tvaru nádoby byl testován se zubovým míchadlem při obvodové rychlosti 20 m/s. Nejmenší rozměr částic byl dosažen ve válcové nádobě s narážkami, následuje nádoba čtvercového průřezu a hladká nádoba bez narážek.

Ze získaných výsledků vyplynul závěr, že u malých nádob, kde nejsou problémy s cirkulací, je výhodnější použít relativně menších míchadel. U nádob větších objemů a při vysokých viskozitách, kde rozhoduje zajištění cirkulace vsádky, je výhodnější použít relativně větší míchadlo, až do hodnoty poměru  $d/D = 0,5$ .

Typ	Obr.	Název oborová norma	Geon. parametry $D/d$
1		Turbinové míchadlo s dělicím kotoučem ON 69 1021	3 až 4  $h/d = 0,2$ $l/d = 0,25$ $d_1/d = 0,75$ 6 lopetek
2		Turbinové míchadlo bez dělicího kotouče	3 až 4  $h/d = 0,2$ 6 lopetek
3		Šestilopátkové míchadlo se šikmými lopatkami ON 69 1020	3 až 4  $h/d = 0,20$ $\alpha = 45^\circ$
4		Třílopatkové míchadlo se šikmými lopatkami ON 69 1025a	3 až 4  $h/d = 0,2$ $\alpha = 45^\circ$
5		Vrtulové míchadlo s konstantním stoupáním šroubovice ON 69 1019a	3 až 4  $s/d = 1$ $h/d = 0,22$ $R/d = 0,4$ $R_1/R = 0,16$
6		Zubové míchadlo ON 69 1038a, b	2 až 4  provedení a) $h/d = 0,1$ $d_2/d = 0,8$ provedení b) $h/d = 0,075$ $d_2/d = 0,85$

Obr. 2: Základní typy rychloběžných míchadel. [3]

## 2.6 Dispergace pomocí rotor stator míchadel

Vysoko-smyková rotor-stator zařízení mají široký záběr využití v průmyslových procesech, včetně výroby potravin, kosmetiky, farmak a léčiv. Rotor- stator zařízení jsou schopná koncentrovat dodanou energii, výkon a smyk pro urychlení fyzikálních procesů jako jsou míchání, rozpad, emulzifikaci a de-aglomeraci. Pro spolehlivé zvětšení těchto zařízení pro průmysl, musíme nejprve porozumět vazbě mezi rychlostí rotoru, průtokem, smykem a energií disipovanou těmito zařízeními.

T.L.Rodgers a M. Cooke [4] uvádí, že při emulzifikaci, distribuce velikosti kapek ovlivňuje průběh procesu a vlastnosti produktu. Ve dvou fázových procesech je hmotnostní průtok mezi fázemi úměrný jejich mezifázové ploše. Tato plocha se mění s velikostí distribuce kapiček, jež závisí na podmínkách v nádobě a čase. Správné navržení procesu v těchto reaktorech je podmíněno porozuměním mechanismu kolabování kapiček. Pro toto existují 2 různé teorie. Jedna předpokládá rozpad kapiček díky turbulentním vírům, např. míra disipace energie. Druhá předpokládá rozpad díky smykovému napětí od míchadla.

Rozpad kapek díky turbulentním vírům je v podstatě založen na práci Kolmogorova [5] a Hinze [6], kteří využívají konceptu turbulentního víru k definici limitní velikosti kapky. Předpokládá se, že rozpad nastane díky interakci kapky s turbulentním vírem o určité energii.

Rozpad díky smykové síle míchadla je založen na rovnováze mezi vnějšími viskózními tlaky a silami povrchového napětí [7]. Pokud rozpad závisí na smykové rychlosti míchadla, je velikost úměrná k maximální smykové rychlosti. To by tedy znamenalo, že míchadla s nižším příkonem mohou utvářet menší kapky, než míchadla s vyšším příkonem, protože míchadla s nízkým příkonem mívají vyšší smykové rychlosti. Toto bylo experimentálně pozorováno Zhou a Krestou [8]. Baldyga a spol [9] stanovili, že pokud je zvětšení založeno na konstantní disipační energii, jsou menší kapky pozorovány u větších zařízení. Maximální smyková rychlost je přímo úměrná obvodové rychlosti míchadla.

Nicméně ani jeden z těchto mechanismů nebude předurčovat správné hodnoty pro velikost kapek, pokud systém předurčuje koalescenci. Systémy podrobené v této studii nejsou systémy koalescentní, což bylo kontrolováno po dobu několika dní.

### 2.6.1 Vliv clony na velikost kapek:

Pokud je použit systém s jednorázovým průchodem a clonami, velikost kapky je menší než u systému bez clon. Zatímco pokud je použit systém v režimu recykl, je patrný pouze velmi malý rozdíl ve velikosti kapky v porovnání s a beze clon. Beze clon je možné pozorovat větší škálu velikosti kapek s průtokem, obzvláště při nižších obvodových rychlostech.

Je dokázáno, že stator má při větších průtocích určitý vliv na rozpad. To je proto, že se zvýšeným průtokem skrze clony je větší tlaková ztráta což zvyšuje smyk v mezeře.

Velikost kapek ve smyčce s recyklem je menší než u jednotahového cyklu. To je způsobeno tím že, pro smyčku s recyklem kapky dosahují své efektivní rovnováhy za takové smykové rychlosti, kde u okruhu bez recyklu tomu tak není. To proto, že v nastavení s recyklem kapky procházejí míchadlem více než jednou a to zvyšuje pravděpodobnost, že produkované kapky se stanou stabilními.

Příkonové číslo řadového rotor-stator míchadla je dle [4] možné vyjádřit vztahem:

$$P_o = P_{o_z} + k_1 N_Q \quad (2.6 - 1)$$

Pro nejnižší průtoky se pohybuje okolo 0,25 a až po 0,66 pro průtoky nejvyšší. Nicméně velikost kapek při různém průtoku nebo i přes 2,5násobné zvýšení výkonu zůstávají přibližně stejné. Z toho je možné vyvodit, že korelace disipace energie není tím vhodným nástrojem pro určování velikosti kapek.

### 2.6.2 Rotor-stator smyk:

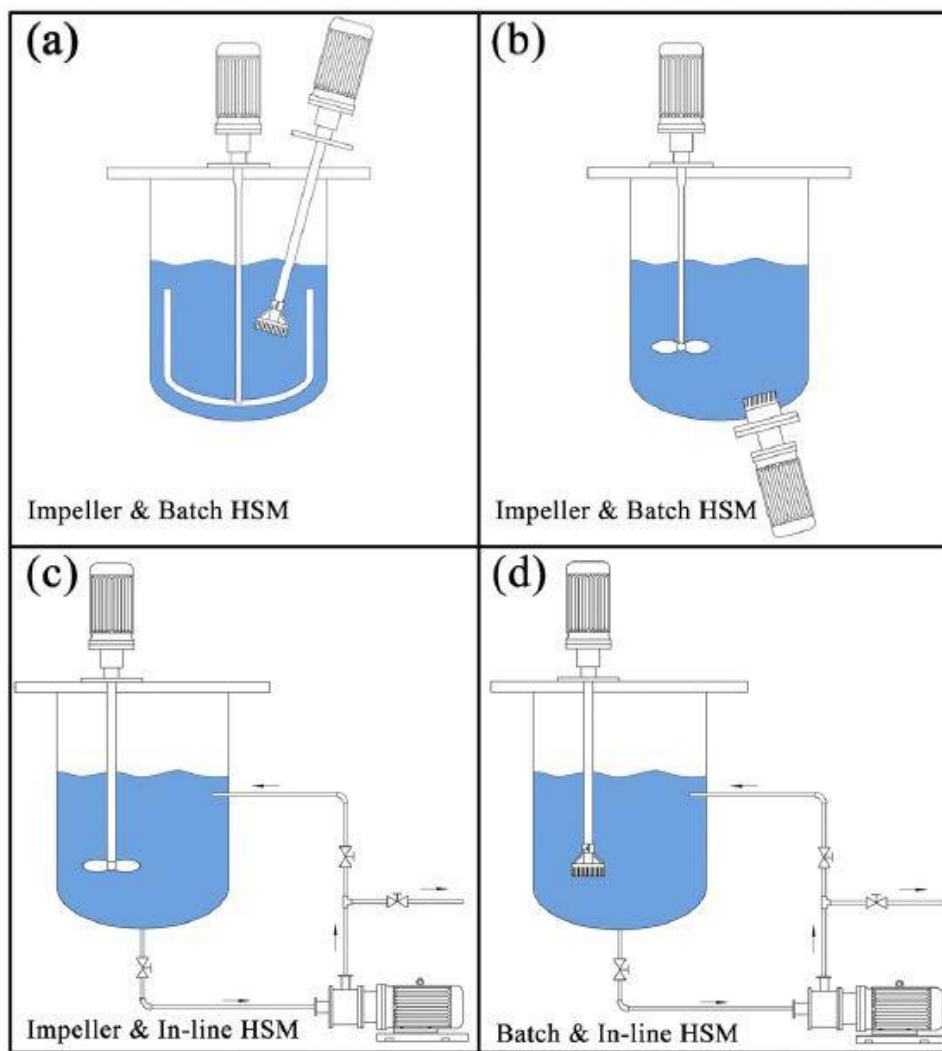
Pro porovnání dat byl 0,13% wt 5cSt silikonový olej ve vodném roztoku Musgrovem a Ruszkowskim [10] použit v řadovém míchadle Silverson 150/250 se clonami a beze clon. Nebyl zpozorován žádný zásadní rozdíl mezi těmito dvěma nastaveními, což znovu potvrzuje malý vliv clon na velikost kapek.

Pro porovnání velikosti kapek je typické použít maximální dostupnou energii pro disipaci než jen střední. Nejlepší uspořádání pro určení maximální hodnoty disipace energie je založeno na použití obsahu motoru míchadla namísto obsahu nádrže [1].

Jelikož clony mají minimální vliv na velikost kapek, je tedy možné domnívat se, že kapky jsou rozbíjeny manuálně míchadlem. To znamená, že vliv smyku pochází pouze od míchadla a ne z celého rotor-stator zařízení. Tedy hodnota promíchání může být převedena na smykovou rychlost násobením míchací Metzner-Otto konstantou a průměrem. Takto zpracovaná data lépe korespondují s předpoklady, než při použití smykové rychlosti. Pokud by Metzner-Otto konstanta byla použita pro standardní systém s clonami, velikost kapek by byla pod předpokládanou hodnotou.

Je vhodné poznamenat, že i když clony moc nenapomáhají ke snižování velikosti kapek, jsou nápomocny v jiných procesech, jako je např. de-aglomerace. Také Metzner-Otto konstanta nabývá vyšších hodnot, pokud jsou clony přítomny. Tedy viskozita je nižší pro smyk snižující tekutiny. To ovlivní podíl viskozity, což má vliv na velikost kapek. Existují také náznaky, že při velmi vysokých průtocích zvýšená rychlost průtoku napomáhá překonávat vlivy, které zabraňují promíchávání, což vede ke kratšímu času ustálení rovnováhy na kapkách.



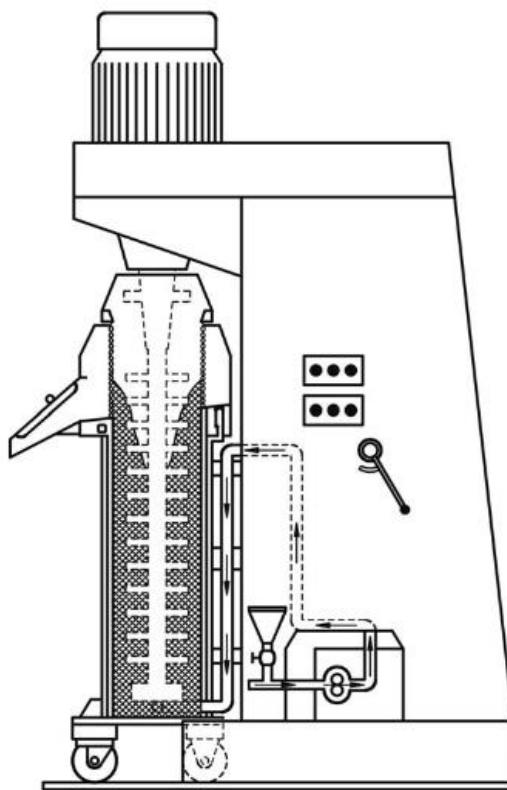


Obr. 3: Typy uspořádání rotor-stator systémů – a,b) vsádkové, c,d) průtočné [11]

## 2.7 Dispergace pomocí perličkových mlýnů

Jedním z prvních zařízení pro jemné mletí byly kulové mlýny. V klasickém uspořádání jsou umístěny mlecí elementy – koule spolu s mletým materiálem v kuželovém bubnu, který se otáčí kolem vodorovné osy. Při určitých otáčkách bubnu odstředivé síly spolu s tíhovými silami způsobují, že jsou koule vynášené do určité výšky a poté padají dolů na část náplně, která se v tom okamžiku nachází v dolní části bubnu. K rozpojování zrn dochází v celém objemu náplně a je způsobováno vzájemným pohybem koulí a silami, které mezi nimi působí. Mohou zde působit různé mechanismy rozpojování – drcení, oťěr, smýkání i rozbíjení padajícími koulemi. Zrna mohou být také rozpojována, jestliže se nacházejí v blízkosti místa styku navzájem se pohybujících koulí a jestliže síly jejich

vzájemného působení jsou dostatečně veliké. Tyto síly mohou mít jak normálové složky způsobující drcení a rozbíjení, tak tečné složky způsobující otěr a smýkání. [3]



Obr. 4 : Otevřený perličkový mlýn s vícediskovým míchadlem. [3]

Perličkové mlýny mají trojí hlavní využití:

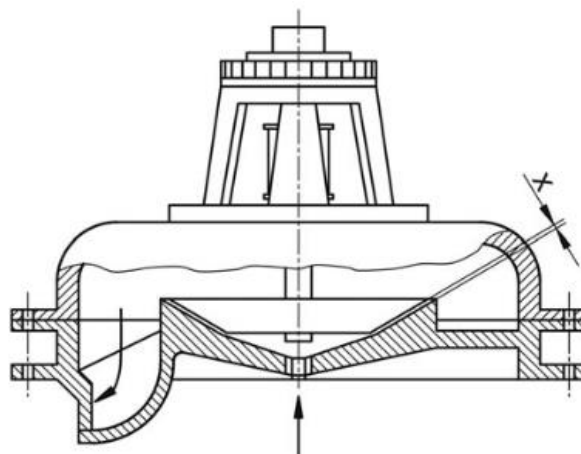
- Mikromletí do velikosti částic 3 – 5  $\mu\text{m}$ , příkladem je mletí nerozpustných nebo špatně rozpustných suspenzních barviv
- Dispergace pevných látek v kapalinách, příkladem je výroba barev a laků
- Dezintegrace buněk mikroorganismů

## 2.8 Dispergace pomocí koloidních mlýnů

Charakteristickým rysem koloidních mlýnů je rotor-stator konstrukce, kde je vysokorychlostní rotor (řídící element míchání) v těsné blízkosti statoru (nehybný element míchání). Princip rozpojování částic v koloidních mlýnech spočívá v účinku působení smykových sil v kapalině s vysokým rychlostním gradientem. Typická obvodová rychlost rotoru se pohybuje mezi 10 až 50 m/s a smykové rychlosti mezi 20 000 až 100 000  $\text{s}^{-1}$ .

V porovnání s konvenčními míchadly se v těchto zařízeních disipace energie pohybuje o tři řády výše. Pomocí koloidních mlýnů je možné dosáhnout velikosti částic až 1  $\mu\text{m}$ .

Činnost rotoru a statoru dohromady generuje míchací energii, smyk, podélný smyk, turbulenci a kavitaci, což umožňuje míchání či redukci velikosti částic. Tyto zařízení je možné použít jako vsádkové, polokontinuální či kontinuální. [3]



Obr. 5 : koloidní mlýn s kuželovým rotorem. [3]

Tyto zařízení jsou používané v chemickém, biochemickém, zemědělském, kosmetickém či potravinovém průmyslu. Používají se pro procesy zahrnující:

- Homogenizaci
- Dispergaci
- Emulgaci
- Rozpouštění
- Drcení/mletí
- Chemické reakce
- Koagulaci
- Rozrušování buněk

Jako je např.: produkci latexů, adhezí, čisticích prostředků a prostředků osobní hygieny, disperzí a mikrodisperzí různých chemikálií. Tyto disperze mají všeobecně viskozitu menší než 150 Pa s.

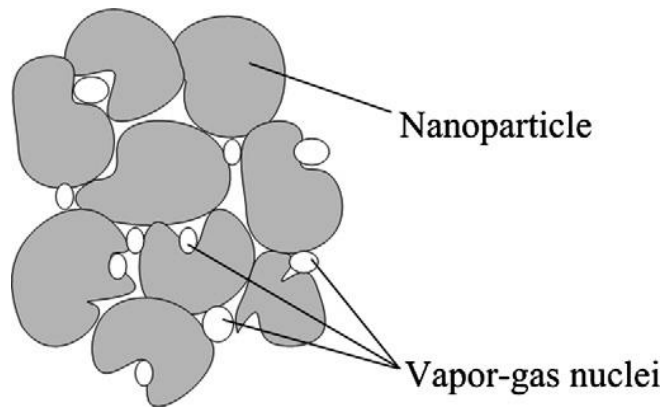
## 2.9 Dispergace pomocí ultrazvuku [12]

Mechanické míchání, jež je používáno pro homogenizování disperzí, není samo o sobě schopné předcházet tvoření shluků a aglomeraci částic. Je potřeba použít dodatečných sil k rozbití těchto shluků. Ultrazvuk byl ukázán jako vhodný nástroj pro homogenní dispergaci částic v suspenzích. Nabízí vhodnou cestu pro přípravu vodních disperzí nanočástic s možností deaglomerace shluků napříč homogenní disperzí. Ultrazvuk vytváří v kapalině akustickou kavitaci. Když dojde ke zborcení bublinek, vytvoří se malé oblasti tlakových diferencí, jež vytváří mikro turbulence a malé vodní proudy. Ty vytváří silné síly, které působí na shluky částic a dochází k jejich rozbíjení.

Částice, o nichž zde hovoříme, jsou menší jak  $0,5 \mu\text{m}$  (nanočástice), v suspenzi se vyskytují neurčitě a nejsou ovlivňovány gravitací.

Ultrazvuková vlna je druh mechanicky vibrující vlny, jež vyžaduje vysílač, aby mohla být šířena. Použití ultrazvuku určité amplitudy ( $p_A$ ) skrze kapalně médium o hydrostatickém tlaku ( $p_H$ ) vede k oscilaci molekul okolo jejich středu. V průběhu kompresního cyklu kdy tlak je kladný, se průměrná hodnota vychýlení snižuje, zatímco v průběhu ředění se vzdálenost zvyšuje. Pokud tlak klesne pod kritickou hodnotu  $p_C$  ( $p_C = p_H - p_A$ ), takovou kdy průměrná vzdálenost mezi molekulami překročí kritickou vzdálenost potřebnou pro udržení kapaliny vcelku, kapalina se zhroutlí a vytvoří se dutiny nebo bublinky. Jakmile se tlak znovu zvýší na kompresní cyklus vlny, dutiny a bublinky zkolabují.

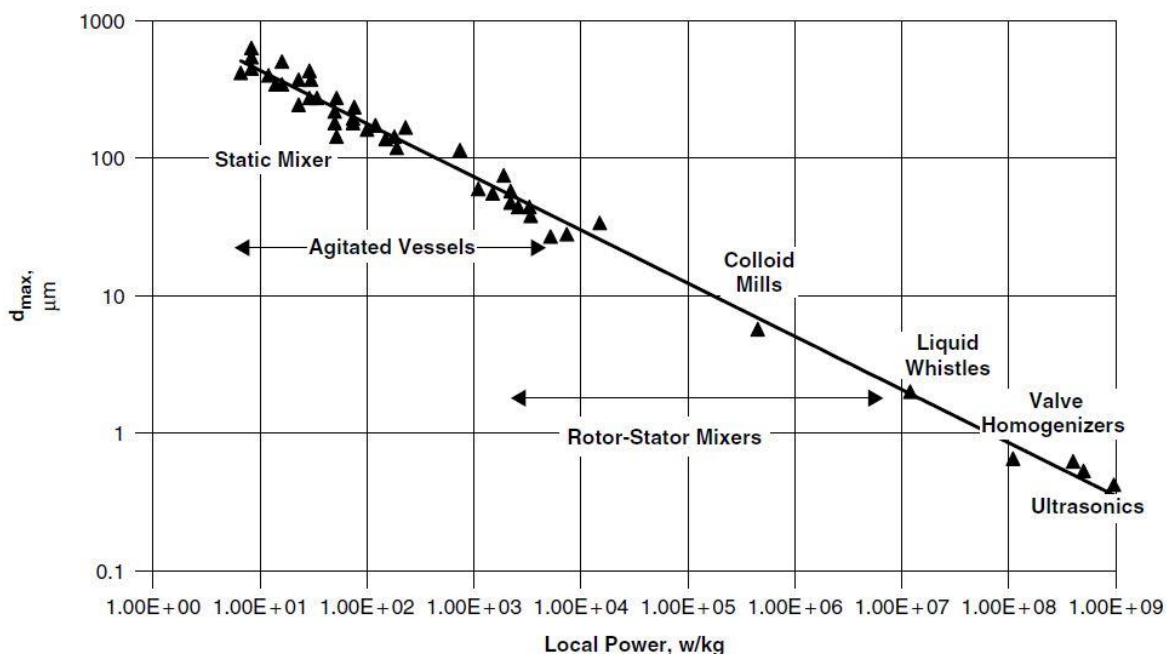
Záporný akustický tlak, jenž je vyžadován pro formování kavitačních bublinek ve vodě (<20 bar) je mnohem menší než teoreticky stanovená hodnota (přibližně 1500 bar). Důvodem je přítomnost slabých míst, které snižují roztažnost kapaliny. Hlavním důvodem proč tyto slabá místa snižují kavitační práh, je přítomnost plynových jader v kapalině. Na jednu stranu přítomnost plynu napomáhá urychlení kavitace při podporování slabých míst. Na druhou stranu plyn snižuje intenzitu rázové vlny díky tlumícímu efektu rozpuštěného plynu v kavitačních bublinách. Dále může přítomnost částic v kapalině snižovat kavitaci, protože částice trhliny a prohlubně v částici mohou sloužit jako úkryt pro vypařený plyn. Viz Obr. 6.



Obr. 6 : Ukázka umístění plynových bublinek mezi nanočásticemi. [13]

### 2.9.1 Porovnání metod

Vliv jednotlivých metod je shrnut v grafu 1. Z grafu je vidět, že statickými míchadly je možno míchat částice až do 100  $\mu\text{m}$ . Běžnými rotačními míchadly (včetně zubových) je možné se dostat až na 15  $\mu\text{m}$ . Koloidními mlýny a rotor-stator míchadly je možné míchat částice až k jednomu mikrometru. Míchání částic menších jak 1  $\mu\text{m}$  je možnou pouze za pomoci ultrazvuku apod.. Z grafu tedy vyplývá, že při stejném množství pevné fáze, čím menší jsou částičky tím více jich vzniká a zároveň je tedy potřeba dodávat více energie.



Graf 1: Porovnání velikosti částic na dodané energii a použité metodě. [1]

## 2.10 Teorie dispergace

### 2.10.1 Bezrozměrná kritéria používaná při míchacích pochodech

V případě pochodů provedených v zařízeních pro míchání kapaliny je obtížné definovat kritéria podobnosti, ve kterých vystupuje rychlost  $w$ . Rozdělení rychlosti v míchacím zařízení je velmi složité a nelze v tomto případě použít střední rychlosti  $\bar{w}$  jako při průtoku kapaliny trubkou. Nejčastěji se používá charakteristické rychlosti, za niž byla dohodou zvolena obvodová rychlost konců lopatek míchadla – obvykle s vynechaným součinitelem  $\pi$ . Získaná kritéria jsou tedy kritérii náhradními, upravenými a platnými pouze pro míchací pochody. Definice ostatních kritérií, která neobsahují rychlost  $w$ , není obtížná a jejich tvary se neliší od tradičních.

### 2.10.2 Velikost průměru kapek (bublin) a mezifázového povrchu v disperzích [2]

Velikost průměru kapek (bublin) a mezifázový povrch disperzí jsou důležitými parametry při výpočtu sdílení hmoty v těchto systémech. Průměry kapek jsou definovány jako funkce specifického mezifázového povrchu  $a$  a objemovém zlomku rozptýlené fáze  $\Phi_r$ . Příslušnou funkci můžeme odvodit na základě této úvahy:

Střední průměr částice v disperzích lze definovat několika způsoby, což lze obecně vyjádřit rovnicí:

$$d_{ij} = \frac{\sum_{k=1}^l n_k d_k^i}{\sum_{k=1}^l n_k d_k^j} \quad (2.10 - 1)$$

Kde je nutno uvažovat  $j = i - 1$

Poté tedy  $d_{ij}$  je příslušně definovaný průměr částice,  $l$  je počet tříd do kterých jsou částice rozděleny podle velikosti,  $n_k$  počet částic ve třídě charakterizované průměrem  $d_k$ .

Nejčastěji se používá průměr  $d_{3,2}$ , který se v literatuře nazývá průměr Sauterův. Předpokládáme-li, že částice mají kulový tvar, můžeme psát pro objemový zlomek  $\Phi_r$ :

$$\Phi_r = \frac{1}{6} \pi \sum_{k=1}^l n_k d_k^3 \quad (2.10 - 2)$$

a pro specifický mezifázový povrch:

$$a = \frac{\pi \sum_{k=1}^l n_k d_k^2}{V} \quad (2.10 - 3)$$

kde  $V$  je celkový objem systému.

Spojením rovnic (2.10 – 2) a (2.10 – 3) dostaneme pro  $d_{32}$

$$d_{32} = \frac{6\Phi_r}{a} \quad (2.10 - 4)$$

Což je hledaná funkční závislost mezi průměrem částic, zadržím a specifickým mezifázovým povrchem. Místo symbolu  $d_{32}$  se běžně píše  $d_e$  a tato veličina se označuje jako ekvivalentní průměr, tedy průměr kulové částice, kterým se charakterizuje střední velikost částice v disperzním systému.

Rovnice (2.10 – 4) lze použít k výpočtu ekvivalentního průměru kapek  $d_e$  nebo specifického mezifázového povrchu. Je-li znám průměr kapek přetransformujeme rovnici (2.10 – 4) do tvaru:

$$a = \frac{6\Phi_r}{d_e} \quad (2.10 - 5)$$

Ze vztahu (2.10 – 5) vyplývá, že specifický mezifázový povrch lze zvětšovat zvýšením zadržím dispergované fáze  $\Phi_r$ , nebo též zmenšením průměru kapek vyšší intenzitou míchání. Zadrž (objemový zlomek) dispergované fáze je v případě systémů kapalina-kapalina obvykle předem zadán. Zatímco v případě systémů kapalina-plyn závisí na hydrodynamických podmínkách děje a musí se vypočítat z příslušných vzorců.

Maximální rozměr kapky v turbulentním proudu kapaliny je určen poměrem dynamického tlaku (vyvolává tendenci k rozbití kapky) k silám povrchového napětí, jež působí opačně. Je-li rozměr kapky  $d_k$  mnohem větší než tzv. vnitřní měřítko turbulence (mikroměřítko disipativních vírů)  $l$ , tzn.  $d_k \gg l$ , vyjadřuje se poměr napětí takto:

$$\frac{\rho_1 \overline{w'^2} d_k}{\sigma} = We \quad (2.10 - 6)$$

Tradiční definice Weberova čísla má tvar:

$$We = \frac{w^2 \rho l}{\sigma} \quad (2.10 - 7)$$

a vyjadřuje poměr setrvačných sil k silám povrchového napětí. Zavedeme-li  $w \sim nd$  a  $l = d$ , dostaneme definici upraveného Weberova čísla pro míchací zařízení:

$$We_M = \frac{n^2 d^3 \rho}{\sigma} \quad (2.10 - 8)$$

Weberovo kritérium vystupuje ve vztazích popisujících dispergaci plynů a vzájemně nemísitelných kapalin v míchacích zařízeních. Toto číslo je charakteristickým kritériem při pochodech spojených s dispergací dvoufázových systémů. Růstu Weberova čísla způsobuje zvětšení deformace kapky a při dosažení kritické hodnoty Weberova čísla dochází k jejímu roztržení.

Veličina  $\overline{w'^2}$  označuje střední hodnotu čtverce fluktuace rychlosti v turbulentním proudu kapaliny ve vzdálenosti rovnající se průměru kapky. O tom, zda dojde k roztržení částice, rozhodují tedy tzv. malé víry na kratší dráze, než je průměr částice, zatímco velké víry částicí pohybují, ale netrhají ji. Parametr  $\overline{w'^2}$  pro interval průměrů částic zahrnutých v mezích  $L \geq d_k \geq l$  lze vypočítat ze závislosti:

$$\overline{w'^2} = C \varepsilon^{2/3} d_k^{2/3} \quad (2.10 - 9)$$

Kde  $\varepsilon$  je lokální rychlost disipace energie vztažená k hmotnostní jednotce spojitě fáze, neboli měrný příkon disipovaný ve vsádce  $\varepsilon = N/V\rho_l$ .

Na základě teorie lokální izotropní turbulence platí  $l = \varepsilon^{-1/4} \nu_l^{3/4}$  (kde  $\nu_l$  je kinematické viskozita spojitě fáze). Například při specifickém příkonu míchadla  $1000 \text{ W m}^{-3}$  a za předpokladu, že spojitou fází je voda o  $\rho = 1000 \text{ kg m}^{-3}$  a  $\nu_l = 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ , dostaneme  $\varepsilon \approx 1 \text{ W kg}^{-1}$  a  $l \approx 32 \mu\text{m}$ . Prakticky tato hodnota kolísá v mezích od 10 do 32



$\mu\text{m}$ . Nahradíme-li v rovnici (2.10 – 9) hodnotu  $\varepsilon$  střední hodnotou, tj. prací vykonanou za jednotku času při míchání hmotnostní jednotky spojité fáze, dostaneme vztah:

$$\overline{w'^2} = C_1 \left( \frac{N}{V\rho_l} \right)^{2/3} d_k^{2/3} \quad (2.10 - 10)$$

Zvolíme-li jako charakteristickou veličinu pro daný systém  $We = \text{konst}$ , získáme po úpravě rovnic (2.10 – 8) a (2.10 – 10) výraz:

$$\rho_l^{1/3} \left( \frac{N}{V} \right)^{2/3} d_k^{5/3} \sigma^{-1} = \text{konst} \quad (2.10 - 11)$$

A odtud:

$$d_k = C_2 \left[ \frac{\sigma^{0,6}}{(N/V)^{0,4} \rho^{0,2}} \right] \quad (2.10 - 12)$$

Použijeme-li rovnic (2.10 – 2) a (2.10 – 5), které definují Eulerovo a Weberovo kritérium pro míchání, můžeme rovnici (2.10 – 12) upravit do kritériálního tvaru:

$$\frac{d_k}{d} = C_2 We_M^{-0,6} Eu_M^{-0,4} \left( \frac{d^3}{V} \right)^{-0,4} \quad (2.10 - 13)$$

V této úpravě jsme nahradili hustotu spojité fáze hustotou směsi, což lze přibližně učinit pro malé hodnoty  $\Phi_r$ . Pro případ děje probíhajícího ve válcové nádobě s narážkami v turbulentní oblasti je podle rovnice  $Eu_M = C = K_2$  Eulerovo kritérium konstantní a pro geometricky podobná zařízení přejde rovnice (2.10 – 13) na tvar:

$$\frac{d_k}{d} = C_3 We_M^{-0,6} \quad (2.10 - 14)$$

Kde

$$C_3 = C_2 \left( \frac{\pi D^2 H}{4 K_2 d^3} \right)^{0,4} \quad (2.10 - 15)$$

Rovnici (2.10 – 12) a (2.10 – 14) lze upravit na tvar vhodný pro výpočet specifického mezifázového povrchu.

Z rovnice (2.10 – 12) a (2.10 – 5) dostaneme:

$$d_k = C_4 \left[ \frac{(N/V)^{0,4} \rho^{0,2}}{\sigma^{0,6}} \right] \Phi_r \quad (2.10 - 16)$$

kde  $C_4 = 6/C_2$

a obdobně z rovnice (2.10 – 14) a (2.10 – 5)

$$a = C_5 We_M^{-0,6} \Phi_r d^{-1} \quad (2.10 - 17)$$

kde  $C_5 = 6/C_3$ .

V těchto rovnicích jsou  $C_2$  až  $C_5$  bezrozměrné konstanty, jež lze pro konkrétní disperze a rozměry aparatury určit pokusně. Ukázalo se, že uvedené konstanty mohou navíc ještě záviset na fyzikálních parametrech systému a na geometrických parametrech míchacího zařízení.

Pro praktické účely jsou výhodnější rovnice obsahující Weberovo kritérium, neboť nevyžadují doplňující výpočty příkonu  $P$ . Bývají však méně univerzální, protože v tomto případě lze očekávat významnější vliv geometrických parametrů míchacího zařízení.

Pokud je kapalina nevazká, vazké síly jsou zanedbatelné, a pouze povrchové síly přispívají ke stabilitě kapek. Můžeme průměr kapky stanovit jako

$$d_{max} = C_1 \left( \frac{\sigma}{\rho_c} \right)^{3/5} \varepsilon_{max}^{-2/5} \quad (2.10 - 18)$$

Kde je konstanta  $C_1$  stanovena empiricky. Maximální stabilní velikosti kapek může být dosaženo poté, co všechny části suspenze projdou oblastí maximální disipace energie (v okolí míchadla). Tedy,  $d_{max}$  je určen maximální disipační energií. Než je dosaženo rovnováhy, je nutné udělat více tahů míchadlem.

## 2.11 Barvy

Nátěry a barvy se především používají pro ochranu a udržení všech typů architektonických struktur, včetně továren, před běžnými vlivy počasí. Např. nekryté dřevo či železo jsou více náchylné k degradaci, obzvláště v městech, kde saze a oxid síry urychlují tento proces. Kromě ochrany před korozí zvyšují barvy, nátěry a laky atraktivitu vyrobeného zboží stejně tak, jako estetiku veřejných domů a jejich interiérů. Nátěr bývá nejčastěji roztok oleje a přírodní nebo syntetické pryskyřice v organickém rozpouštědle. Laky jsou nátěry, které schnou nebo tvrdnou vypařováním rozpouštědla. Průmyslové využití laků a nátěrů bývá pro širokou škálu materiálů, jako jsou např.: kovy, plasty, textilie, gumy, papíry a dřevo. Architektonické nátěry se používají na dřevo, sádrové omítky či plastové povrchy. Níže jsou vypsány koncové použití nátěrů:

Architektonické nátěry:

- Venkovní nátěry a úpravné nátěry
- Nátěry fasád
- Podklady, hlavní nátěry a finální nátěry

Produktové nátěry:

- Automobily, nákladní auta a autobusy
- Dřevěný nábytek a příslušenství
- Kovový nábytek a příslušenství
- Nátěry pro vybavení silnic
- Letadla a rakety
- Lodě
- Trubky

Speciální použití:

- Přebarvování, repasování lodí, automobilů atp.
- Aerosolové nátěry

### 2.11.1 Suroviny pro nátěry:

Barvářský průmysl je odnož Chemického průmyslu. Nátěry můžeme dělit do několika kategorií:

- Barvy založené na rozpouštědle
- Barvy založené na vodě
- Laky, čisté krytiny
- Tiskové inkousty

Tekuté barvy jsou složenina jemně rozemletého pigmentu dispergované v pojivu, např. tekutá složka zakomponovaná v pojivu (obvykle olej či pryskyřice) a ředidlo. Pojidla jsou hlavně složeny z netěkavých a těkavých složek. Ostatní aditiva mohou být přidána pro zaručení požadovaných vlastností ve specifických aplikacích.

### 2.11.2 Hlavní suroviny:

Pigment je jednou z nejdůležitějších složek nátěrů. Všeobecně by měly být neprůhledné pro zajištění dobrého krytí a chemicky netečné pro zajištění stability a tedy dlouhé životnosti. Měly by být netoxické, nebo jen velmi málo toxické jak pro barvu, tak pro povrch. Dále musí být dobře smáčitelné, levné a s dobrými krycími vlastnostmi.

Složky a jejich funkce v nátěrech:

Pigmenty: jsou obvykle – neorganické substance, jako jsou oxid titaničitý, chromové pigmenty, olovené pigmenty, zeminy, zinkové pigmenty. Čisté, nerozpustné organické barviva známé jako tonery a organická barviva vysrážená na neorganickém nosiči, jako je např. hydroxid hlinitý, sulfát baria či jíl.

Funkcí pigmentů a plniv je z estetického hlediska barvení povrchů. Pevné částice v barvivo odrážejí sluneční svit a tím prodlužují životnost součásti před korozí.

Pojiva: bývají pryskyřičné či olejové.

Jejich funkcí je pojení substrátu s pigmentem.

Ředidla a rozpouštědla: jako např. technický benzín, éter, toluen a xylen. Jsou těkavou složkou pojiv. Rozpouštějí pojiva, pro zlepšení viskozity a zaručení ustáleného nátěru, který dobře kryje.

Plniva: jako jsou jíly, mastek, sádra a uhlíčan vápenatý.

Fungují jako rozšíření pigmentu nebo plniva pro snížení ceny barviva a kontrolu reologických vlastností.

Ostatní – Látky podporující sušení (kobalt, olovo zinek...) atd.

Obvyklé nátěry bývají obvykle složeny ze 70 % a méně z pevné složky a zbytek je především rozpouštědlo. Regulace vzdušného znečištění omezující množství rozpouštědla, které smí být emitováno do atmosféry vedly k vývoji široké škály náhradních nátěrů s malou nebo žádnou koncentrací organických rozpouštědel. Jako jsou na vodě založené latexové nátěry, dvakrát katalyzované nátěry, nátěry s vysokou koncentrací pevné složky (více jak 70%) a práškové nátěry.

### **2.11.3 Ostatní suroviny:**

Existují i další chemikálie, které mají různé výhody:

- Použité chemikálie jsou organická rozpouštědla (éter, chloroform, xyleny, toluen, hexany, etyl, a metyl alkohol), kyseliny (octová, borová, benzoová, chlorovodík, sírová), alkaloidy (sodík, draslík a amonné hydroxidy), chlorid draselný a síran sodný. Tyto chemikálie jsou používány při produkčním procesu a v laboratořích kontroly kvality.
- Pesticidy a antifoulingová činidla bývají používány při produkci antifoulingových a dřevo ochranných nátěrů a také pro prodloužení životnosti vodou rozpustných barev.
- Vodo-alkalické roztoky a rozpouštědla pro čištění nástrojů mezi jednotlivými šaržemi.
- Detergenty a desinfekce pro čištění podlah.

#### **2.11.4 Výrobní procesy:**

Výroba barviv a ostatních krytin je řada operací, které používají vsádkové procesy. Nejčastější výrobní metoda zahrnuje suché míchání práškových ingrediencí a výtazek z rozpustného míchání. Suchá pryskyřice nebo pojivo, pigment, plnivo a další aditiva jsou zvážena a smíchána v premixeru. Tento proces je podobný suchému míchání v gumárenském průmyslu. Poté je materiál umístěn do extruderu a zahříván dokud se neroztaví. Roztavený je vytlačen na chladicí pás a přepraven do hrubého granulátoru. Granulovaný materiál je následně protlačen jemným mlýnem a síťován pro dosažení požadované velikosti částic. Na závěr se suché barvivo zabalí.

#### **2.11.5 Představení elektricky vodivého nátěrového systému na bázi epoxidové pryskyřice [15]**

Elektricky vodivý nátěrový systém vytvořený v rámci řešení představuje epoxidový nátěr uspokojující náročné požadavky v oblasti funkčních organických povlaků spojující antistatické vlastnosti spojené s vysokou protikorozní ochranou základního materiálu. Vyvinutý nátěrový systém vytváří na chráněném povrchu bariérovou ochranu proti působení okolní atmosféry. Vodivé částice jsou rovnoměrně vyloučeny v epoxidové matici (nátěrové hmotě) a pokud dochází k úbytku tloušťky povlaku (například mechanickým opotřebením), zachovává si své antistatické vlastnosti v celé tloušťce. Přítomnost použitého plnidla nemá vliv na dobré vlastnosti použité matrice, kterými jsou vynikající přilnavost k podkladu, aplikační vlastnosti a antikorozní vlastnosti.

#### **2.11.6 Ředidla [15]**

V případě ředění nátěrového systému se zvýšenou vodivostí na bázi LV EPS 620 je vhodné v případě potřeby ředění použít výrobcem doporučené ředidlo LV PA 600 v maximální objemové koncentraci 10 %.

K očištění pomůcek a zařízení se lze jako vhodné ředidlo použít ředidlo C6000, tedy směs organických rozpouštědel (toluen, butylacetát, aceton, butan-1-ol, methylacetát, ethylacetát a etanol).

### 2.11.7 Požadované vlastnosti [15]

Nátěrové systémy se zvýšenou elektrickou vodivostí jsou vhodné díky svým antistatickým vlastnostem pro prostředí, ve kterých je potřeba na ošetřených plochách předmětu potlačit negativní důsledky tvorby elektrostatického náboje. Jedná se především o negativní jevy, kterými je statická přitažlivost (akumulace prachu a nečistot na povrchu vlivem elektrického náboje) a statické vybíjení (elektrické výboje nastávající při vybíjení). Tvorba elektrostatického náboje například ve výbušných prostředích představuje značné riziko, jež je třeba eliminovat. Jednou z forem eliminace tak představují antistatické nátěry, které jednak zamezují tvorbě náboje, ale umožňují i jeho odvedení. V případě antistatických úprav nátěrové hmoty se jedná o snížení elektrického odporu (rezistivity) nátěrového filmu jeho modifikací vhodnými plnidly. V závislosti na druhu a množství použitého plnidla lze dosáhnout snížení rezistivity povlaku. Při řešení úpravy elektricky vodivých vlastností nátěrového hmoty na bázi epoxidové pryskyřice v rámci projektu, byly jako nejvhodnější plnidlo vybrány saze CHEZACARB B.

Antistatické nátěrové systémy se vyznačují schopností odvádět elektrostatický náboj z povrchu ošetřené součásti. Tohoto jevu je docíleno změnou měrného elektrického odporu povlaku na hodnotu  $\leq 1 \cdot 10^6 \Omega$ . Jak již bylo uvedeno, jsou elektricky vodivé povlaky důležité především v aplikacích, kde se vytváří elektrostatický náboj. Tyto povlaky se připravují zejména začleněním vodivých částic do matrice (pojiva). V případě užití vodivých částic v případě matrice z epoxidového polymeru mluvíme o těchto přísadách jako o plnivu.

Vodivé částice představují všestranné funkční plnivo. Kromě toho, že plní funkci snížení rezistivity nátěrové hmoty, tak také poskytují zvýšenou ochranu proti ultrafialové degradaci světlem. Výběrem správného typu částic můžeme měnit vlastnosti konkrétní nátěrové hmoty. Nezbytné je při použití plnidla docílit jeho dokonale rovnoměrného rozptýlení (dispergace) v celém objemu nátěrové hmoty. Čím důkladnější bude dispergace, tím lepších výsledků vodivosti se dosáhne. Dále je nutné zajistit rovnoměrnost vodivého plnidla v naneseném nátěrovém filmu, což je dáno především správnou přípravou směsi a zvládnutím technologie aplikace nátěrového systému.

Z poznatků o statické elektřině je známo, že náboj může vzniknout těmito mechanismy:

- elektrolytickými procesy,
- kontaktním potenciálem,
- ionizací plynů,
- vznikem potenciálu při tuhnutí látek,
- indukci,
- rychlým rozstříkáním kapalin.

Na povrchu izolantů se náboj vytváří třemi způsoby:

- přímým kontaktem,
- jonizačním výbojem,
- triboefektem (třením).

Samotné množství náboje je závislé na několika faktorech:

- elektrická vodivost,
- množství a hustota kontaktních míst,
- permitivita,
- rychlost pohybu předmětů,
- teplota povrchů.

Protože různé vodivostní částice mají rozdílné vlastnosti (struktura, čistota, velikost částic aj.), je při volbě vhodného plnidla nátěrové hmoty zohlednit především technologické vlastnosti a schopnosti úspěšného nanesení povlaku při zachování jeho funkčních a ochranných vlastností.

Samotná plnidla ovlivňující elektrickou vodivost nátěru (antistatika) lze rozdělit do dvou skupin. Jedná se o antistatika organická a anorganická. Organická antistatika představují důležitá povrchově aktivní plniva, využívají se zejména při úpravě vlastností polymerů. Do skupiny anorganických antistatik patří všechny organické sloučeniny. Mezi nejdůležitější anorganická antistatika se řadí kovy ve formě prášku (hliník, bronz, měď,



nikl, železo, stříbro), soli a korbonyly, sulfidy kovů, uhličitanů a oxidů, různé modifikace uhlíku (ve formě sazí, grafit).

Velikost částic a reologické vlastnosti určují hlavní klíčové vlastnosti, které jsou důležité pro nátěrový průmysl. Např.: Flokulace, síla odstínu, krytí/průhlednost, stabilita, lesk a přilnavost filmu, viskozita a odolnost proti povětrnostním podmínkám. Ve skutečnosti reologické vlastnosti přímo souvisí s velikostí částic. Jakmile je velikost menší jak 20 $\mu\text{m}$ , koloidní síly se stávají dominantními a adhezní síly se rapidně zvyšují. Rozptýlení pigmentu se snižuje a zvyšuje se možnost srážení barvy.

K dosažení optimálních optických vlastností musí být správně zvolena velikost částic pigmentu. Běžně platí, že čím je prášek jemnější, tím více je barva neprůhledná. Např. TiO<sub>2</sub> je speciálně upraven pro dosažení velikosti 0,2 až 0,35  $\mu\text{m}$ , což je přibližně polovina amplitudy světelného záření.

Pro ideální rozptyl, by měla být velikost pigmentu pod 1  $\mu\text{m}$ . Pokud možno pod 0,5  $\mu\text{m}$ , což závisí na tom, zda jsou pigmenty více či méně refraktivní.

Stabilizace dispergace pigmentu je dosaženo snižováním velikosti částic. Obvyklé tři způsoby:

- Reologie a viskozita. Snižování velikosti částic pigmentu vede ke zvýšení specifického povrchu, což obvykle zvyšuje viskozitu. Zvýšení viskozity zhoršuje schopnost pohybu pigmentu, a tím zabraňuje jak vložkování tak srážení.
- Prevence vložkování. Při flokulaci částice pigmentu mají tendenci se znovu shlukovat. tento proces vede ke ztrátě intenzity barvy a vlastnosti krytí. Tomu je možné předejít snížením velikosti částic, která snižuje i viskozitu a tedy snižuje možnost migrace.
- Usazování. Jedním z hlavních stabilních hledisek všech výrobců barev je usazování. Rozdíly ve velikosti částic mohou vést k usazování kulových objektů v kapalném médiu, a tedy ovlivňování rychlosti usazování pigmentu v disperzi.

### **2.11.8 Praktické využití nátěrového systému se zvýšenou elektrickou vodivostí [15]**

Vytvořený nátěrový systém se zvýšenou elektrickou vodivostí vytvořený na bázi epoxidové pryskyřice představuje funkční povlak pro aplikace vystavené vlivům statické elektřiny. Schopnost antistatického nátěru na ošetřených plochách předmětu potlačit negativní důsledky tvorby elektrostatického náboje, především eliminaci statické přitažlivosti (akumulace prachu a nečistot na povrchu předmětu) a statické vybíjení (elektrické výboje nastávající při vybíjení), předurčují tento nátěrový systém pro aplikace vysoce citlivé na zmíněné jevy. Jedná se především o aplikace v rizikových prostředích náchylných na možnost vznícení či výbuchu v případě jiskrového výboje způsobeného statickým nábojem. Jedná se především o ošetření ploch zařízení v chemickém, petrochemickém a energetickém průmyslu. Dále lze antistatické nátěry využít v elektrotechnických aplikacích, strojírenství, stavebnictví aj.

### **2.11.9 Představení nanokompozitního povlaku na bázi epoxidových pryskyřic**

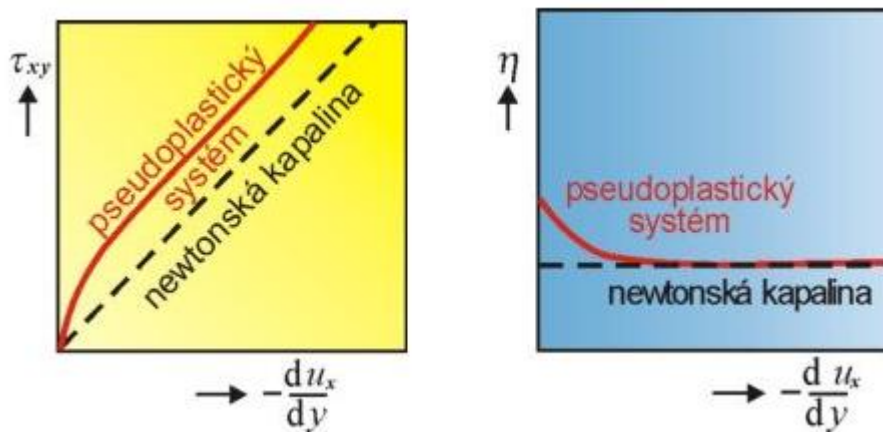
Jedná se o specifický nanokompozitní nátěrový systém na bázi epoxidových pryskyřic uspokojující náročné požadavky v oblasti funkčních organických povlaků spojující oděruvzdorné vlastnosti s protikorozní ochranou základního materiálu. V rámci výzkumu v projektu byly vyvinuty a otestovány zcela nové typy nanokompozitních nátěrových systémů na bázi epoxidových pryskyřic s nanočásticemi MWCNT (Multi Wall Carbon Nanotubes). Vyvinuté nátěrové systémy vytvářejí na chráněném povrchu bariérovou ochranu proti koroznímu napadení a zároveň jsou schopny odolávat účinkům abraze a eroze. Nanoobjekty jsou rovnoměrně vyloučeny v epoxidové matici (nátěrové hmotě) a pokud dochází k úbytku tloušťky povlaku (mechanickým opotřebením), zachovává si své oděruvzdorné vlastnosti v celé tloušťce. Další vlastnost povlaku pozitivně ovlivněná přítomností uhlíkových vícevláknových nanotub je přilnavost k základnímu materiálu.

Vytvořené nanokompozitní povlaky tedy nabízejí protikorozní ochranu základnímu materiálu, spolu se zvýšením oděruvzdorných vlastností a zvýšením přilnavosti epoxidových nátěrových hmot k podkladovému materiálu.

## 2.12 Teorie Reologie

### 2.12.1 Pseudoplastické kapaliny [2]

Většinu neneutonských kapalin lze zařadit do skupiny pseudoplastických kapalin. Patří sem roztoky makroskopických částic, tekuté soustavy (jako jsou koncentrované latexy) i některé suspenze tuhých částic v kapalinách. Křivky toku vycházejí z počátku systému a jejich směrnice se zmenšuje s růstem tečného napětí tak, že pro velmi vysoké hodnoty  $du_x/dy$  přecházejí křivky v přímku. Tato mezní hodnota směrnice křivky toku se nazývá viskozita při nekonečně velkém stříhu, nebo též limitní viskozita a značí se  $\eta_\infty$ .



Obr. 7: tokové křivky a průběh viskozity pro pseudoplastické a newtonské kapaliny. [16]

Křivku toku takových kapalin lze popsat Ostwaldovou rovnicí, která vyjadřuje tzv. mocninový reologický zákon:

$$\tau = K \left( \frac{du_x}{dy} \right)^m \quad (2.13 - 1)$$

kde  $m$  je index toku, který je mírou odchylky dané kapaliny od newtonské kapaliny ( $m = 1$  znamená newtonskou kapalinu),  $K$  je koeficient konzistence určující míru viskozity kapaliny (čím je hodnota větší, tím je kapalina viskóznější).

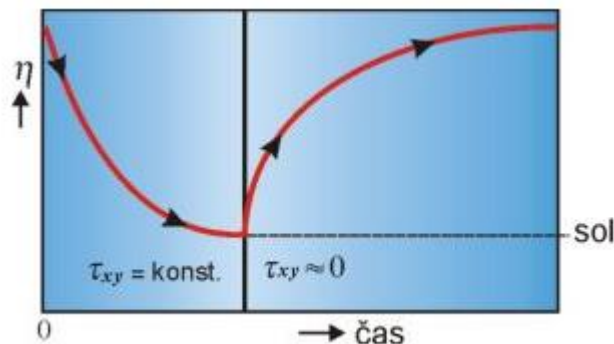
Viskozitu můžeme stanovit pomocí vztahu:

$$\eta = K \left( \frac{du_x}{dy} \right)^{m-1} \quad (2.13 - 2)$$

Pro pseudoplastické kapaliny je  $m < 1$ , takže s růstem  $du_x/dy$  zdánlivá viskozita  $\eta$  klesá. Toto chování pseudoplastických kapalin se vysvětluje tím, že při rostoucí rychlosti stříhu se nesymetrické částice srovnávají. Tím klesá tečné napětí i zdánlivá viskozita. Při velkých hodnotách  $du_x/dy$  k dalšímu srovnávání již nedochází a křivka toku přechází v přímku. Dále bude výraz  $du_x/dy$  používán jako smyková rychlost  $\dot{\gamma}$ .

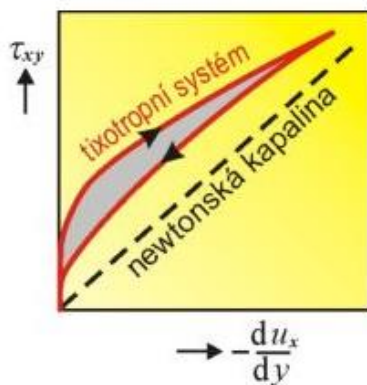
## 2.12.2 Tixotropní kapaliny [2]

Reologická vlastnost některých pseudoplastických a plastických systémů, které jsou podrobeny smykovému namáhání (míchání, třepání apod.) jeví zpočátku vysokou zdánlivou viskozitu, která však s časem postupně klesá. Je-li systém ponechán v klidu, původní struktury se opět obnovují a viskozita se asymptoticky blíží původní vysoké hodnotě. Časový průběh zdánlivé viskozity ukazuje Obr. 8.



Obr. 8 : časová závislost zdánlivé viskozity tixotropních látek. [17]

Na tokové křivce těchto systémů se objevuje hysterezní smyčka – průběh tokové křivky naměřené při pravidelném zvyšování napětí se neshoduje s průběhem naměřeným při jeho snižování (obr 9). Na rozdíl od reopexie probíhá hysterezní smyčka ve směru pohybu hodinových ručiček.



Obr. 9 : Toková křivka tixotropních látek. [18]

Zřetelné tixotropní vlastnosti jsou pozorovány u některých gelů reverzibilních i ireverzibilních s fyzikálními spoji. Jsou-li síly poutající původní disperzní částice do síťovité struktury velmi slabé, je možno gel více nebo méně prudkým protřepáním převést opět na sol, protože mechanickými účinky se ruší slabé vazby mezi částicemi. Zůstane-li ztekucený sol stát v klidu, vazby se pomalu obnovují a dochází k nové gelaci a viskozita postupně nabude původní hodnoty. Tixotropie je důležitá např. v průmyslu barev (je žádoucí, aby barva byla tekutá pouze při natírání), v kosmetice, potravinářství, farmacii apod.

### 3. Popis experimentu

V průběhu této práce probíhalo několik experimentů, které můžeme rozdělit na pomocná měření, stanovení základních fyzikálních vlastností, měření příkonu, měření tokových vlastností a provozní dispergace. Všechny výpočty a výsledky jsou také k nalezení v příloze Vyhodnocení experimentu.xlsx.

#### 3.1 Pomocná měření

##### 3.1.1 Měření hustoty

Měřený byl vzorek barvy MWCNT 1%. Hustota byla měřena za pomoci dvou stříkaček o objemu 10 ml, resp. 20 ml. Stříkačky byly naplněny barvou po risku a třikrát zváženy na digitální váze KERN EW6200 s citlivostí 0,01 g. Hustota byla poté stanovena dle vztahu:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (3.1 - 1)$$

Změřené hodnoty a vypočtená hustota jsou uvedeny v tabulce 1.

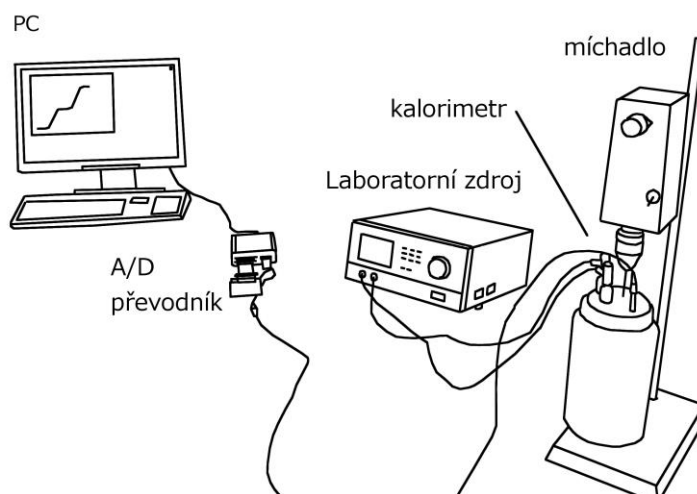
V (l)	m0 (g)	m1 (g)	m (kg)	$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )
0,02	11,08	38,77	0,02769	1384,5
0,02	11,08	38,78	0,0277	1385
0,02	11,08	38,78	0,0277	1385
0,01	6,58	20,56	0,01398	1398
0,01	6,58	20,56	0,01398	1398
0,01	6,58	20,56	0,01398	1398
				<b>1391</b>

Tabulka 1: Vyhodnocení měření hustoty.

##### 3.1.2 Měření tepelné kapacity

##### 3.1.3 Vlastnosti systému

Tepelná kapacita byla stanovena pomocí kalorimetru (izolovaná skleněná nádoba o objemu 1 l). Do kalorimetru byla zavedena topná spirála s nastaveným příkonem 40 W, teplotní čidlo Pt100 a zubové míchadlo typ ON 69 1038b o průměru 33,18 mm. Schéma zapojení viz Obr. 10.



Obr. 10: Experimentální uspořádání pro stanovení tepelné kapacity.

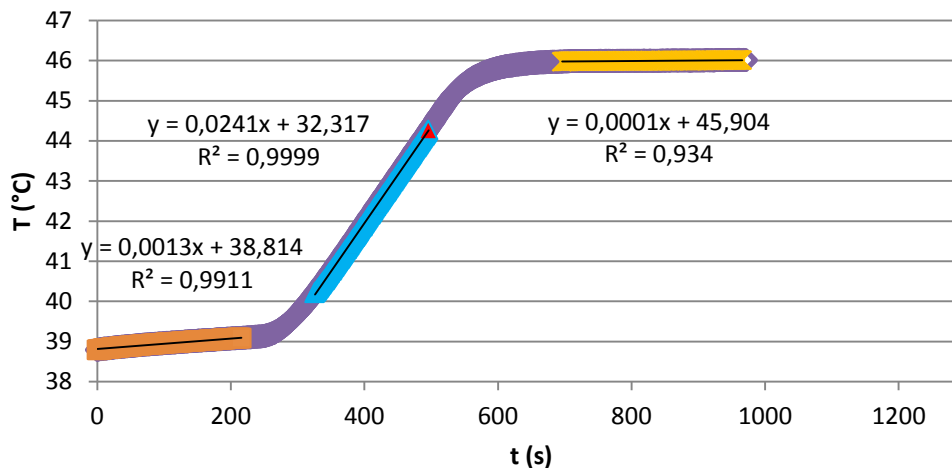
### 3.1.4 Postup měření

Pro stanovení měrné tepelné kapacity zkoumané barvy bylo nutné nejdříve stanovit vodní hodnotu kalorimetru. Tato hodnota je rovna předanému teplu na ohřátí vnitřních částí kalorimetru a stanovuje se ze vztahu:

$$V_K = \frac{Qt}{\Delta T} - mc_p \quad (3.1 - 2)$$

Kde:  $t$  je doba ohřevu,  $Q$  je příkon od topné spirály,  $\Delta T$  je rozdíl teplot,  $m$  hmotnost vsádky a  $c_p$  měrná tepelná kapacita vody.

Kalorimetr byl naplněn vodou o známé hmotnosti a měrné tepelné kapacitě. Na kalorimetr bylo nasazeno víčko s topným tělískem a zavedeno teplotní čidlo a zubové míchadlo. Jeden měřicí krok trval přibližně 5 minut a byl při něm sledován nárůst teploty, který byl přibližně 5 stupňů. Naměřené křivky byly proloženy přímkami a určili tak korigované teploty a časy [ambros]. Viz Graf 2. Také byl dopočítán disipovaný příkon od míchadla, avšak jeho hodnota byla zanedbatelná a experiment tím nebyl nijak ovlivněn.



Graf 2: Stanovení vodní hodnoty kalorimetru.

Rozdíl teplot byl 5,1 °C a doba ohřevu 470 s, po dosazení do vztahu (3.1 – 2) byla vodní hodnota kalorimetru stanovena na 711,7 J/K.

Obdobným způsobem byly získány křivky pro zkoumanou barvu a její tepelná kapacita byla stanovena podle vztahu:

$$C_{pb} = \frac{Qt}{m\Delta T} - \frac{V_k}{m} \quad (3.1 - 3)$$

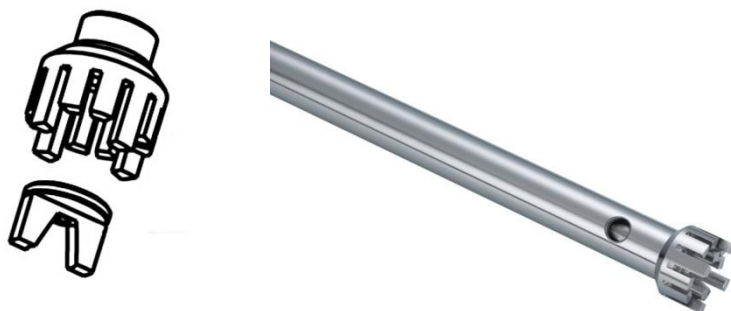
A po odečtení rozdílu teplot 6,8 °C a doby ohřevu 281s byla tepelná kapacita barvy stanovena na 963,1 J/kgK.

## 3.2 Měření příkonu

## 3.3 Experimentální systém

Příkon byl stanoven pro míchadlo rotor-stator typ IKA S 25 N – 25 G, které mělo průměr rotoru 17 mm s počtem zubů 2, průměr statoru 25 mm s počtem zubů 12 a mezera mezi rotorem a státorem byla 0,5 mm. Na Obr. 11 je míchadlo zobrazeno. Míchadlo bylo poháněno míchací jednotkou IKA T25 digital ULTRA TURAX s rozsahem otáček od 3000 do 25000 ot/min. Experiment probíhal v izolované plastové nádobě o průměru 80 mm viz Obr. 12.





Obr. 11: Míchadlo rotor-stator typ IKA S 25 N – 25 G. [19]



Obr. 12: Experimentální uspořádání pro měření příkonu R-S míchadla.

### 3.4 Postup měření

Před začátkem samotného měření byla nejdříve zvážena vsádka s nádobou na váze KERN EW6200 a změřena teplota vsádky teplotním čidlem THERM 2280-2. Poté bylo míchadlo nasazeno do míchací jednotky a ustaveno v nádobě přibližně 40 mm ode dna. Následně byly na míchadle nastaveny otáčky 7400 ot/min a vsádka byla dispergována po dobu pěti minut. Po dispergaci byla opět změřena teplota vsádky. Před provedením

dalšího experimentu byla vsádka ochlazena přibližně na původní teplotu z důvodu vypařování rozpouštědla z barvy.

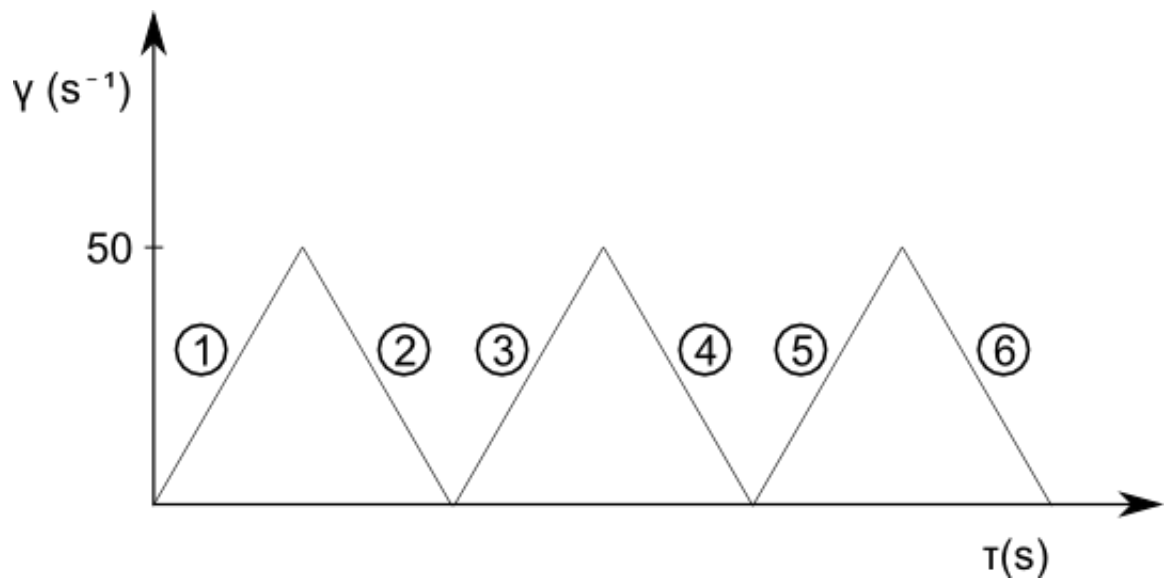
Tímto způsobem bylo měření opakováno pro nastavení 10000 ot/min a čas 5 min., 12400 ot/min a čas 5 min., 15000 ot/min a čas 4 min., 17500 ot/min a čas 2,5 min. a poslední měření proběhlo pro 20000 ot/min a čas 2 min. Všechny hodnoty byly v průběhu měření zaznamenávány do tabulky v excelu.

### **3.5 Měření tokových vlastností**

Experiment probíhal v plastové nádobě o průměru 80 mm viz Obr. 13. Nádoba nebyla izolována. Měřena byla matriční barva s 1% hm. nanočástic. Sledován byl vliv míry dispergace na změnu tokových vlastností zkoumané barvy. Vsádka byla homogenizována za pomoci dvoulopatkového vrtulového míchadla o průměru 34 mm při otáčkách 1500 ot/min po dobu 4 minut. Dispergováno bylo rotor-stator míchadlem typ IKA S 25 N – 25 G. Reologie byla měřena za pomocí viskozimetru RC 20 od firmy Rheotec.

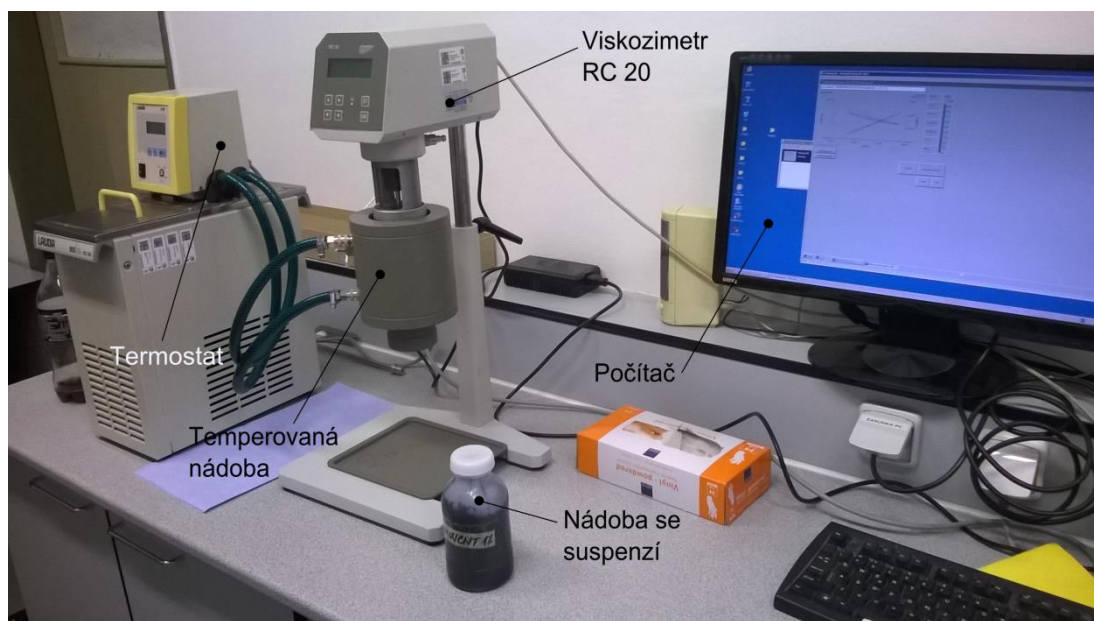
#### **3.5.1 Experiment**

Vsádku bylo nutné nejprve zhomogenizovat, jelikož částice se nacházeli ve shluku. Proto byla vsádka ohřáta na 60 °C a následně zhomogenizována. Homogenizováno bylo dvouvrtulovým míchadlem o průměru 34 mm. Poté bylo do viskozimetru odebráno 70 ml vzorku a byly změřeny tokové vlastnosti nedispergovaného vzorku. Z důvodu očekávání tixotropního chování látky probíhalo jedno měření tokových vlastností v šesti krocích, jak je znázorněno v grafu 3.



Graf 3: Průběh měření tokových vlastností.

Po prvním měření tokových vlastností byl zbytek suspenze dispergován rotor-stator míchadlem otáčkami 15000 ot/min po dobu 6,5 minuty. Poté byl znovu odebrán vzorek vsádky a změřeny tokové vlastnosti. Následovala další dispergace tentokráte otáčkami 15000 ot/min po dobu 2,5 minuty a další, poslední měření tokových vlastností. Schéma zapojení aparatury viskozimetru je vyobrazeno na Obr. 13.



Obr. 13: Uspořádání experimentálního zařízení pro měření tokových vlastností.

### **3.6 Dispergace vzorku nátěrových hmot**

### **3.7 Sledované nátěrové systémy**

- LV EPS 620 – matrice nátěrového systému (antikorozi epoxidová barva na železné a neželezné kovy).
- G8 – kompozitní nátěrový systém s příměsí grafitu o hmotnostní koncentraci 8%.
- S2 - kompozitní nátěrový systém s příměsí sazí o hmotnostní koncentraci 2%.
- S0,75MB - kompozitní nátěrový systém s příměsí sazí o hmotnostní koncentraci 0,75% (saze přidány ve formě koncentrované směsi o hmotnostní koncentraci 2%).
- S2V2 - kompozitní nátěrový systém s příměsí sazí o hmotnostní koncentraci 2%, dále použito ředidlo ke snížení viskozity (30% objemových).
- S0,2 - kompozitní nátěrový systém s příměsí sazí o hmotnostní koncentraci 0,2%.
- CNT - nanokompozitní nátěrový systém s příměsí MWCNT (multi walled carbon nanotubes) o hmotnostní koncentraci 1%.

Seznam nátěrových systémů byl převzán od kolegy Zoubka z technologie, který sleduje technologické vlastnosti těchto barev.

### **3.8 Dispergace pomocí zubového míchadla**

Experiment dispergace probíhal v plastové nádobě o průměru 100 mm. Dispergováno bylo zubovým míchadlem CVS 69 1038.2 (Obr. 2 typ 6b) o průměru 50 mm, výšce zubů 5,35 mm a počtu zubů 18. Dispergovány byly systémy G8 a CNT. Geometrické uspořádání experimentu je na obrázku 12. Souhrn dispergovaných systémů zubovým míchadlem je shrnut v tabulce 2.



Obr. 14: Experiment dispergace zubovým míchadlem.

Disp. Systém	$n$ (ot/min)	$t$ (min)	$m$ (g)
CNTZ10	3600	10	784,5
CNTZ2	3600	2	683,5
G8Z1	3600	1	812,5
G8Z5	3600	5	731,5

Tabulka 2: tabulka dispergovaných systémů zubovým míchadlem a vlastnosti experimentu kde  $n$  jsou otáčky,  $t$  doba dispergace a  $m$  hmotnost vsádky.

### 3.9 Dispergace pomocí rotor-stator míchadla

Dispergováno bylo v plastové nádobě o průměru 100 mm za použití rotor-stator míchadla typ IKA S 25 N – 25 G, které mělo průměr rotoru 17 mm s počtem zubů 2, průměr statoru 25 mm s počtem zubů 12 a mezera mezi rotorem a statorem byla 0,5 mm. Míchadlo bylo poháněno míchací jednotkou IKA T25 digital ULTRA TURAX s rozsahem otáček od 3000 do 25000 ot/min. Dispergovány byly systémy G8, CNT, S2 a S0,2. Schéma sestavení experimentálního zařízení je na Obr. 15. V tabulce 3 je souhrn dispergovaných systémů.



Obr. 15: Experiment dispergace rotor-stator míchadlem.

Disp. Systém	n (ot/min)	t (min)	m (g)
G8SRVZ1	12000	10	734,5
G8SRVZ2	11000	5	706,3
G8SRVZ3	13000	1,5	741,5
CNTRVZ1	10000	10	795,1
CNTRVZ2	7000	5	788,7
CNTRVZ3	10000	1,5	751,1
S2V2	20000	2	264,94
S0,2	10400	3	231,8

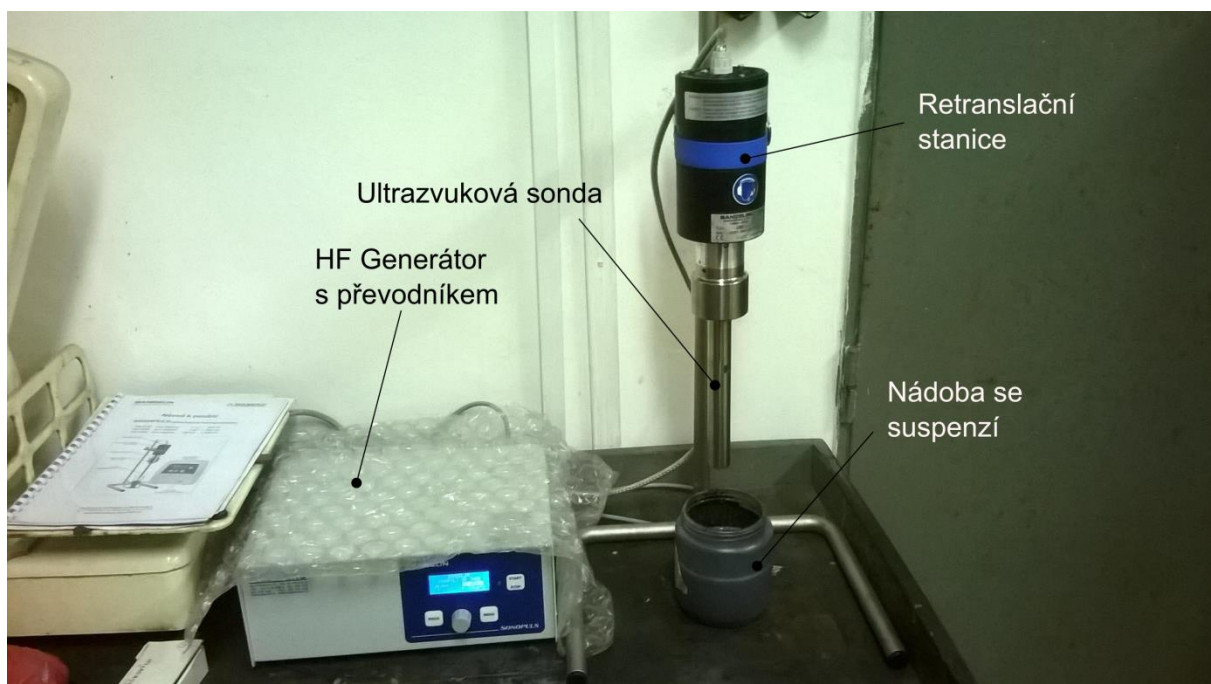
Tabulka 3: Tabulka dispergovaných systémů rotor-stator míchadlem a vlastnosti experimentu kde  $n$  jsou otáčky,  $t$  doba dispergace a  $m$  hmotnost vsádky.

### 3.10 Dispergace pomocí ultrazvuku

### 3.11 Experimentální systém

Dispergovány byly dva systémy, G8 a CNT v plastové nádobě o průměru 100 mm. Pro experiment bylo použito ultrazvukového homogenizátoru Sonopuls HD 3400 od firmy Bandelin, který byl osazen ultrazvukovou sondou s označením VS 200T. Tato sonda měla průměr 25 mm, délku přibližně 130 mm, amplitudu  $82 \mu\text{m}_{\text{ss}}$  a je schopna pracovat

v objemu v rozmezí od 100 do 2500 ml. Experimentální uspořádání dispergace ultrazvukem je na Obr. 16.



Obr. 16: Experimentální uspořádání pro dispergaci ultrazvukem.

### 3.12 Experiment

Před samotnou dispergací byla vsádka lehce manuálně promíchána. Poté byla ustavena sonda do pracovní polohy tj. uprostřed nádoby a přibližně 20 mm pod hladinou. Na displeji byl nastaven příkon 300 W a puls 0,8/1 kde 0,8 je impulsní čas v sekundách a 1 délka pauzy mezi jednotlivými pulsy v sekundách. V tabulce 4 můžeme vidět jednotlivá nastavení experimentu.

Disp. Systém	t (min)	m (g)	P (W)
G8USVZ1	5	797,5	300
G8USVZ2	1,5	797,5	300
CNTUSVZ1	5	770	300
CNTUSVZ2	1,5	770	300

Tabulka 4: Tabulka nastavení pro dispergaci ultrazvukem.

## 4. Vyhodnocení Experimentu

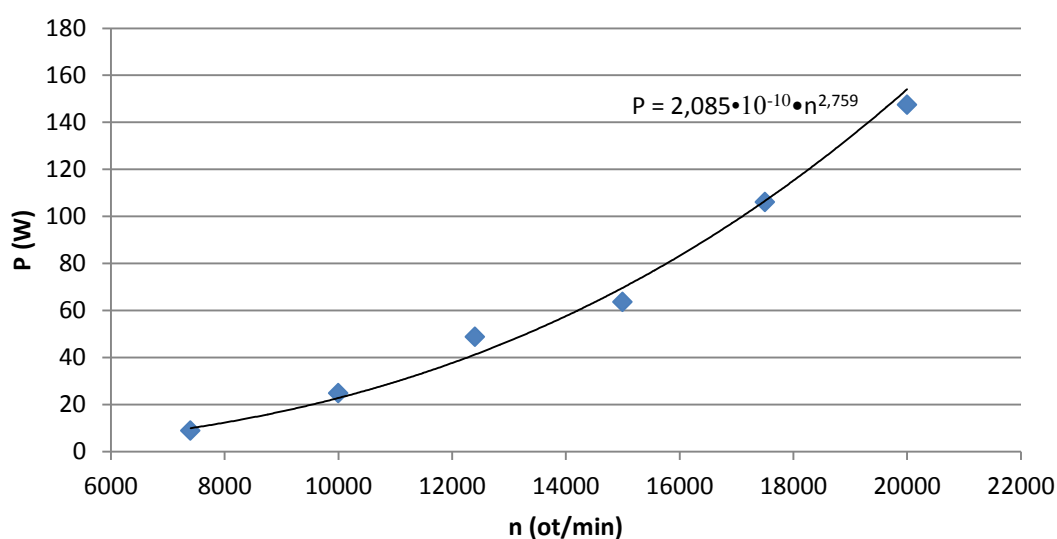
### 4.1 Měření příkonu

V průběhu experimentu byla měřena příkonová charakteristika rotor-stator míchadla typ IKA S 25 N – 25 G. Sledován byl rozdíl teplot před a po dispergaci a doba dispergace. A z rovnice (4.1 – 1) byl stanoven příkon.

$$P = mC_p\Delta T/t \quad (4.1 - 1)$$

Kde:  $m$  je hmotnost vsádky,  $C_p$  tepelná kapacita suspenze,  $\Delta T$  rozdíl teplot před a po měření a  $t$  je čas dispergace.

Příkonové číslo experimentálního míchadla je možné stanovit ze vztahu (4.1 – 4). Avšak tento vztah je platný pouze pro turbulentní oblast proudění. Proto byly stanovené příkony vyneseny do grafu v závislosti na otáčkách.



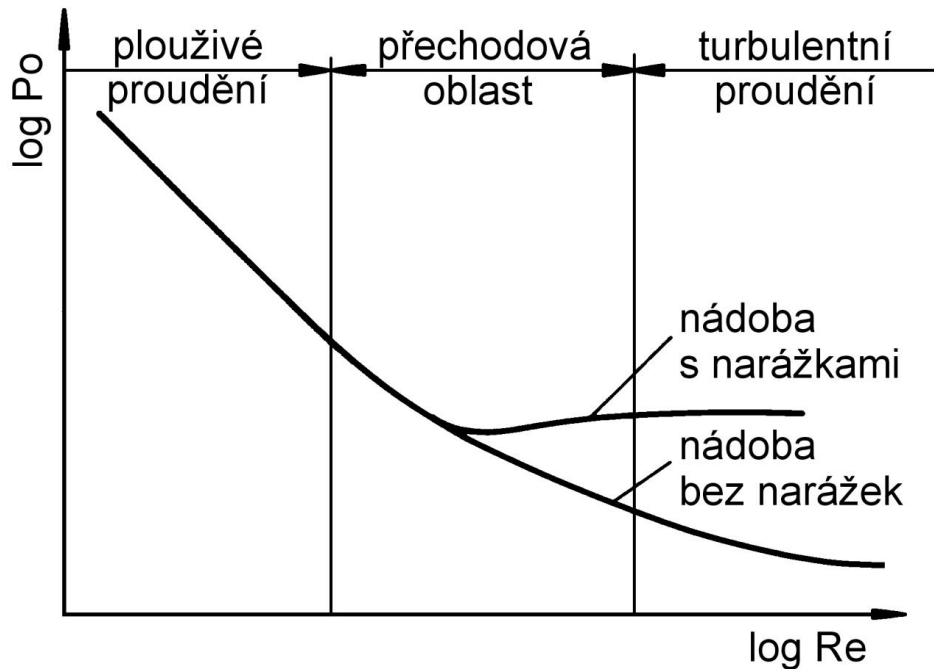
Graf 4: Závislost příkonu na otáčkách míchadla.

Aby bylo možné podle grafu 4 určit, že provedený experiment skutečně probíhal v turbulentních podmínkách, byla provedena následující úvaha.

Z teorie víme, že příkonové číslo obecně je funkcí Reynoldsova čísla:



$$Po = f(Re) \quad (4.1 - 2)$$



Obr. 17: závislost příkonového čísla na Reynoldsově čísle [3].

Základní definice tohoto příkonového má tvar:

$$Po = \frac{\Delta p}{\rho w^2} \quad (4.1 - 3)$$

a vyjadřuje poměr tlakových sil, způsobující tok, k silám dynamického tlaku. Pro pochody, které probíhají v míchacích zařízeních, se nahrazuje rozdíl tlaků  $\Delta p$  a rychlost  $w$  příkonem při míchání a obvodovou rychlostí míchadla. Zavede-li se pro příkon míchadla  $P \sim \Delta p A w$ , kde  $A \sim d^2$  (vztažný průtočný průřez), a pro  $w \sim n d$ , získá se definice Příkonového čísla pro míchání:

$$Po = \frac{P}{n^3 d^5 \rho} \quad (4.1 - 4)$$

Po dosazení vztahů příkonového a Reynoldsova čísla přejde rovnice na tvar:

$$\frac{P}{\rho n^3 d^5} = f\left(\frac{nd^2\rho}{\mu}\right) \quad (4.1 - 5)$$

Při předpokladu turbulentního proudění uvažujeme  $Po = konst$  viz Obr. 17. z čehož vplyne rovnice:

$$\frac{P}{\rho n^3 d^5} = konst. \quad (4.1 - 6)$$

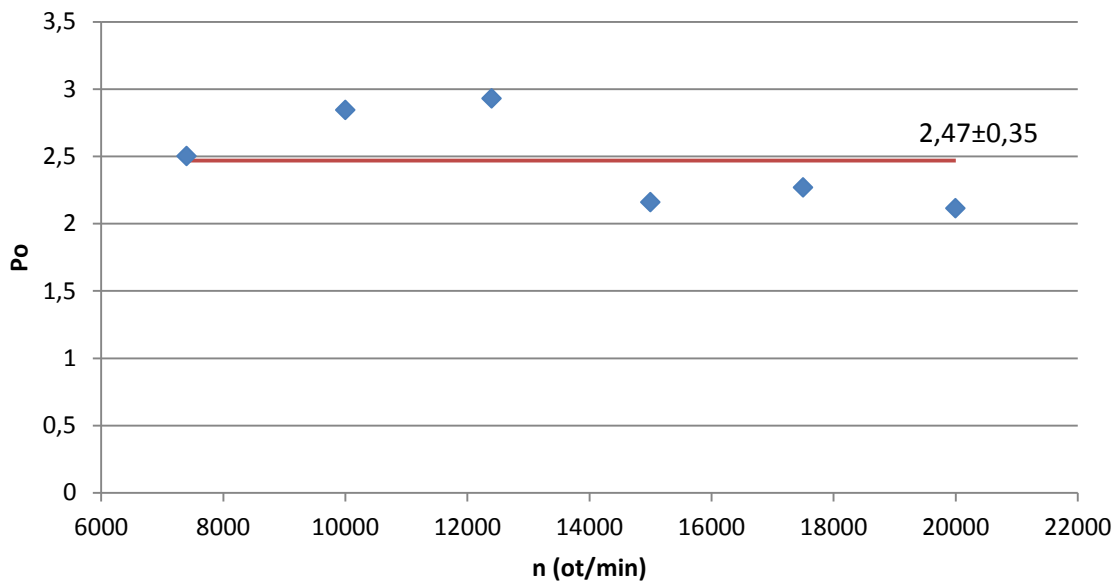
Po úpravě:

$$P = konst. \rho n^3 d^5 \quad (4.1 - 7)$$

Hustota a průměr jsou konstanty a můžeme tedy vztah pro výpočet příkonu napsat jako:

$$P = konst. 'n^3 \quad (4.1 - 8)$$

Pokud se tedy podíváme zpět na Graf 4 vidíme, že exponent u regrese je 2,76, což se blíží exponentu 3 a můžeme konstatovat, že experiment byl proveden při turbulentních podmínkách. Na grafu 5 je vidět, že  $Po$  je skutečně téměř konstantní. Tyto malé nepřesnosti je způsobeny ztrátami tepla do okolí v průběhu experimentu a lze tedy tyto podmínky přijmout za turbulentní.



Graf 5: Závislost příkonového čísla na otáčkách.

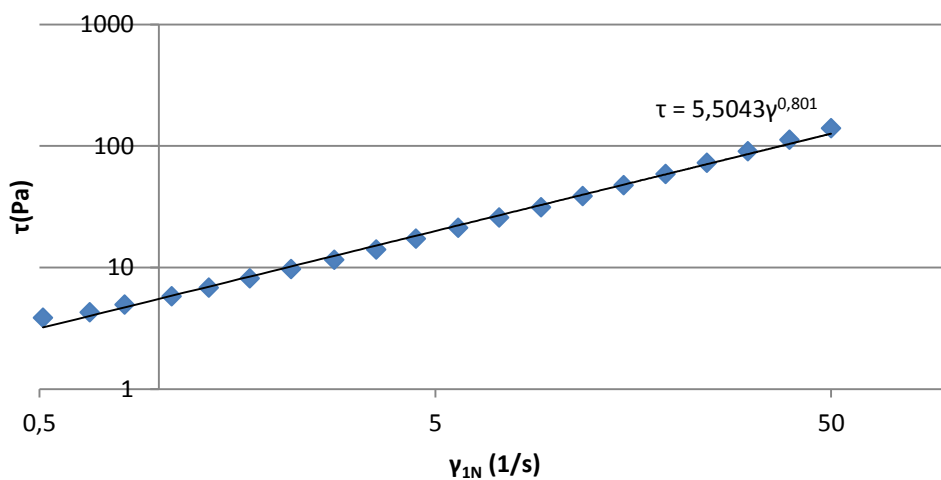
## 4.2 Měření reologických vlastností

Po každém měření byla z počítače vyexportována sada dat. Z hlediska co nejpřesnějšího určení dynamické viskozity se provádí série měření (v našem případě 6 měření viz. Graf 3) při různých otáčkách vnitřního válce. Z exponenciální regrese naměřeného reogramu (Graf 6) určíme hodnotu dynamické viskozity kapaliny. Rychlost smykové deformace a jí odpovídající smykové napětí se pak určí z rovnice:

$$\tau = K\dot{\gamma}^n \quad (4.2 - 1)$$

Kde  $n$  je index toku,  $K$  je koeficient konzistence a  $\dot{\gamma}$  rychlost smykové deformace.

# 1



Graf 6: Ukázka reogramu prvního měření.

Takto odečtený koeficient konzistence je změřený pro newtonskou kapalinu a proto je třeba ho přepočítat dle vztahu:

$$K = \frac{K'}{\left(\frac{1 - \kappa^2}{n(1 - \kappa^{2/n})}\right)^n} \quad (4.2 - 2)$$

Kde  $K'$  je koeficient konzistence a  $n$  index toku a jsou odečteny z grafu.

Souhrn výsledků je v tabulce 5.

Vzorek	č.m.	K'	K	n
1	1	5,5043	<b>5,491</b>	<b>0,801</b>
	2	3,9802	<b>3,975</b>	<b>0,8958</b>
	3	3,3028	<b>3,298</b>	<b>0,8785</b>
	4	3,986	<b>3,980</b>	<b>0,8857</b>
	5	4,2819	<b>4,275</b>	<b>0,8753</b>
	6	3,8087	<b>3,804</b>	<b>0,9007</b>
2	1	7,0696	<b>7,05</b>	<b>0,774</b>
	2	4,9931	<b>4,985</b>	<b>0,8721</b>
	3	5,6457	<b>5,635</b>	<b>0,8484</b>
	4	5,0176	<b>5,009</b>	<b>0,866</b>
	5	5,6041	<b>5,593</b>	<b>0,8469</b>
	6	4,8376	<b>4,83</b>	<b>0,8768</b>
3	1	6,8677	<b>6,849</b>	<b>0,7881</b>
	2	5,5128	<b>5,502</b>	<b>0,8386</b>
	3	6,241	<b>6,227</b>	<b>0,8184</b>
	4	5,2372	<b>5,228</b>	<b>0,8539</b>
	5	6,0071	<b>5,994</b>	<b>0,8296</b>
	6	5,2681	<b>5,258</b>	<b>0,8509</b>

Tabulka 5: Souhrnná tabulka výsledků měření reologických vlastností.

## 4.3 Provozní dispergace

### 4.3.1 Dispergace rotor-stator míchadlem

Sledována byla dodaná energie do vsádky od míchadla. Z exponenciální regrese příkonové charakteristiky rotor-stator míchadla byl získán vztah pro výpočet příkonu jako funkce otáček:

$$P = 2,0846 \cdot 10^{-10} n^{2,7595} \quad (4.3 - 1)$$

Z takto vypočteného příkonu byl dopočten měrný disipovaný příkon od míchadla do vsádky:

$$\varepsilon = \frac{P}{m} \quad (4.3 - 2)$$

Kde:  $m$  je hmotnost vsádky a z tohoto příkonu byla dále dopočtena disipovaná energie:

$$E = Pt \quad (4.3 - 3)$$

Kde  $t$  je doba dispergace.

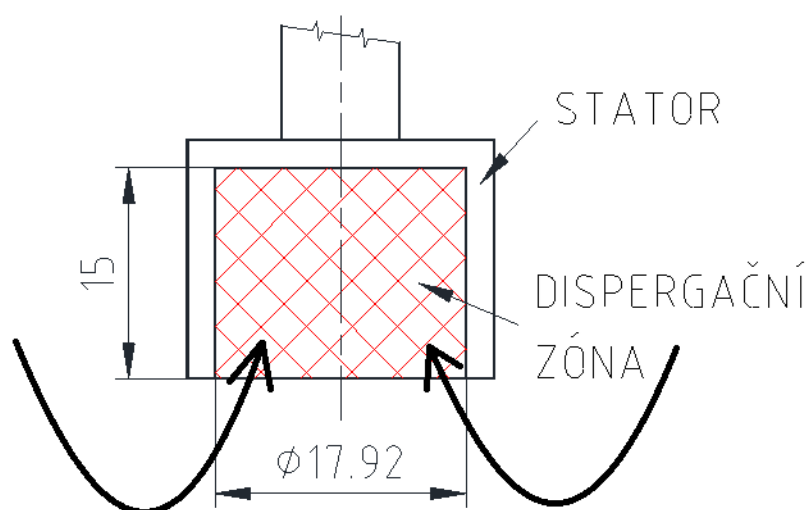
Z údajů v řešerši vyplývá, že je sledován i vliv obvodové rychlosti na dispergaci a proto byla napočítána podle vztahu:

$$v = \frac{\pi dn}{60} \quad (4.3 - 4)$$

S ohledem na to, že k dispergaci dochází pouze v těsném okolí míchadla a zbytek nádoby je pouze zásobník (viz Obr. 18), byl dopočten měrný disipovaný příkon v dispergované zóně míchadla:

$$\varepsilon_{disp} = \frac{P}{m_{disp}} \quad (4.3 - 5)$$

Kde:  $m_{disp}$  je hmotnost látky v okolí míchadla.



Obr. 18: Dispergovaná zóna pro rotor-stator míchadlo.

Disp. System	n (ot/min)	t (min)	m1 (g)	m0 (g)	m (g)	v (m/s)	P (W)	ε (W/kg)	E (J/kg)	m <sub>disp</sub> (kg)	ε <sub>disp</sub> (W/kg)
G8SRVZ1	12000	10	806	71,5	734,5	<b>15,71</b>	37,63	51,23	<b>30738,13</b>	0,005264	<b>7148</b>
G8SRVZ2	11000	5	777,8	71,5	706,3	<b>14,40</b>	29,60	41,90	<b>12571,08</b>	0,005264	<b>5622</b>
G8SRVZ3	13000	1,5	813	71,5	741,5	<b>17,02</b>	46,93	63,29	<b>5696,07</b>	0,005264	<b>8915</b>
CNTRVZ1	10000	10	866,6	71,5	795,1	<b>13,09</b>	22,75	28,62	<b>17169,08</b>	0,005264	<b>4322</b>
CNTRVZ2	7000	5	860,2	71,5	788,7	<b>9,16</b>	8,50	10,78	<b>3234,26</b>	0,005264	<b>1615</b>
CNTRVZ3	10000	1,5	822,6	71,5	751,1	<b>13,09</b>	22,75	30,29	<b>2726,23</b>	0,005264	<b>4322</b>
S2V2	20000	2	315,52	50,58	264,94	<b>26,18</b>	154,07	581,52	<b>69781,94</b>	0,005264	<b>29268</b>
S0,2	10400	3	259,7	27,9	231,8	<b>13,61</b>	25,35	109,37	<b>19687,02</b>	0,005264	<b>4816</b>

Tabulka 6: Experimentální data dispergace rotor-stator míchadlem.

### 4.3.2 Dispergace zubovým míchadlem

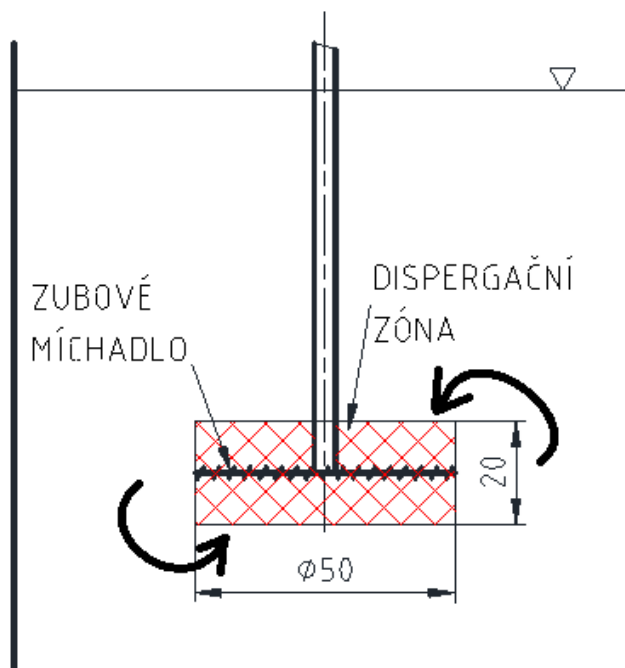
Sledována byla taktéž dodaná energie do vsádky od míchadla. Vzhledem k experimentu

s míchadlem rotor-stator lze předpokládat, že pokud má zubové míchadlo vysoké otáčky a větší průměr, experiment probíhal v turbulentním režimu proudění. A proto je možné vypočítat příkon zubového míchadla z příkonové charakteristiky, kdy  $Po = konst.$  viz [3].

Příkon se stanoví dle vztahu:

$$P = Po\rho d^3 n^5 \quad (4.3 - 6)$$

Kde  $Po$  je známé příkonové číslo zubového míchadla,  $\rho$  hustota vsádky,  $d$  průměr míchadla  $n$  jsou otáčky míchadla. Disipovaný měrný příkon  $\varepsilon$  a disipovaná energie  $E$  byly dopočteny dle vztahu (4.3 – 2) respektive (4.3 – 3). Dále byl dopočten měrný disipovaný příkon v dispergované zóně míchadla dle vztahu (4.3 – 5) pro dispergovanou zónu viz Obr. 19.



Obr. 19: Dispergovaná zóna pro zubové míchadlo.

Disp. Systém	n (ot/min)	t (min)	$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	Po	d (m)	m1 (g)	m0 (g)	m (g)	v (m/s)	P (W)	$\epsilon$ (W/kg)	E (J/kg)	m <sub>disp</sub> (kg)	$\epsilon_{disp}$ (W/kg)
CNTZ10	3600	10	1391	0,37	0,0499	856	71,5	784,5	9,4	34,35	43,78	26269	0,054641	629
CNTZ2	3600	2	1391	0,37	0,0499	755	71,5	683,5	9,4	34,35	50,25	6030	0,054641	629
G8Z1	3600	1	1391	0,37	0,0499	884	71,5	812,5	9,4	34,35	42,27	2536	0,054641	629
G8Z5	3600	5	1391	0,37	0,0499	803	71,5	731,5	9,4	34,35	46,95	14086	0,054641	629

Tabulka 7: Experimentální data dispergace zubovým míchadlem.

### 4.3.3 Dispergace ultrazvukem

Při experimentu s ultrazvukem byl příkon přímo nastavován a po každém měření byla na přístroji odečtena skutečná hodnota dodané energie a byl znovu nastaven příkon.

Disipovaný měrný příkon  $\epsilon$  byl dopočten ze vztahu:

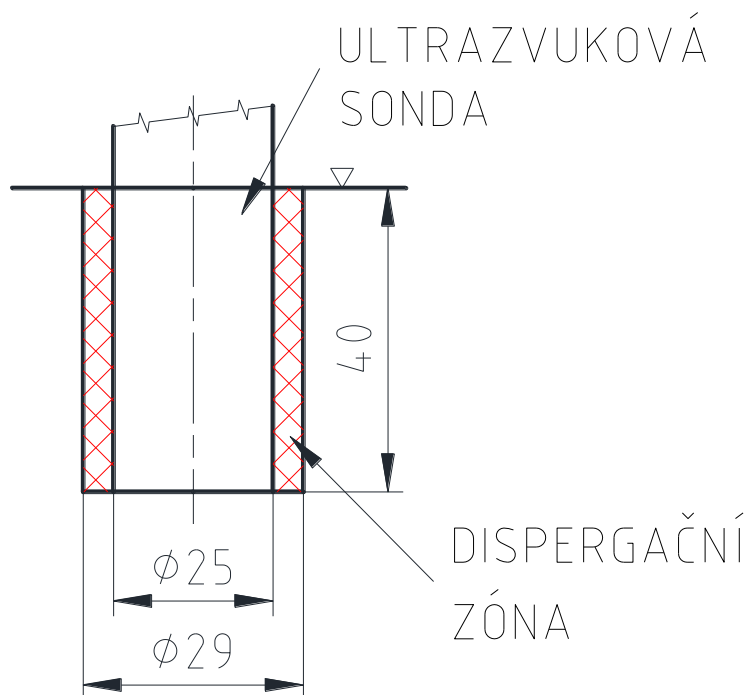
$$\epsilon = \frac{P}{m} \quad (4.3 - 7)$$

disipovaná energie  $E$  ze vztahu:

$$E = \frac{e}{m} \quad (4.3 - 8)$$



A měrný disipovaný příkon v dispergované zóně míchadla dle vztahu (4.3 – 5) pro dispergovanou zónu viz Obr. 20.



Obr. 20: Dispergovaná zóna pro zubové míchadlo.

Experimentální data jsou uvedena v tabulce níže.

Disp. Systém	t (min)	m (g)	P (W)	e (J)	$\epsilon$ (W/kg)	E (J/kg)	$m_{\text{disp}}$ (kg)	$\epsilon_{\text{disp}}$ (W/kg)
G8USVZ1	5	797,5	<b>300</b>	26484	376	<b>33209</b>	0,009442	<b>31773</b>
G8USVZ2	1,5	797,5	<b>300</b>	8815	376	<b>11053</b>	0,009442	<b>31773</b>
CNTUSVZ1	5	770	<b>300</b>	31574	390	<b>41005</b>	0,009442	<b>31773</b>
CNTUSVZ2	1,5	770	<b>300</b>	9366	390	<b>12164</b>	0,009442	<b>31773</b>

Tabulka 8: Experimentální data dispergace ultrazvukem.

## 5. Diskuze

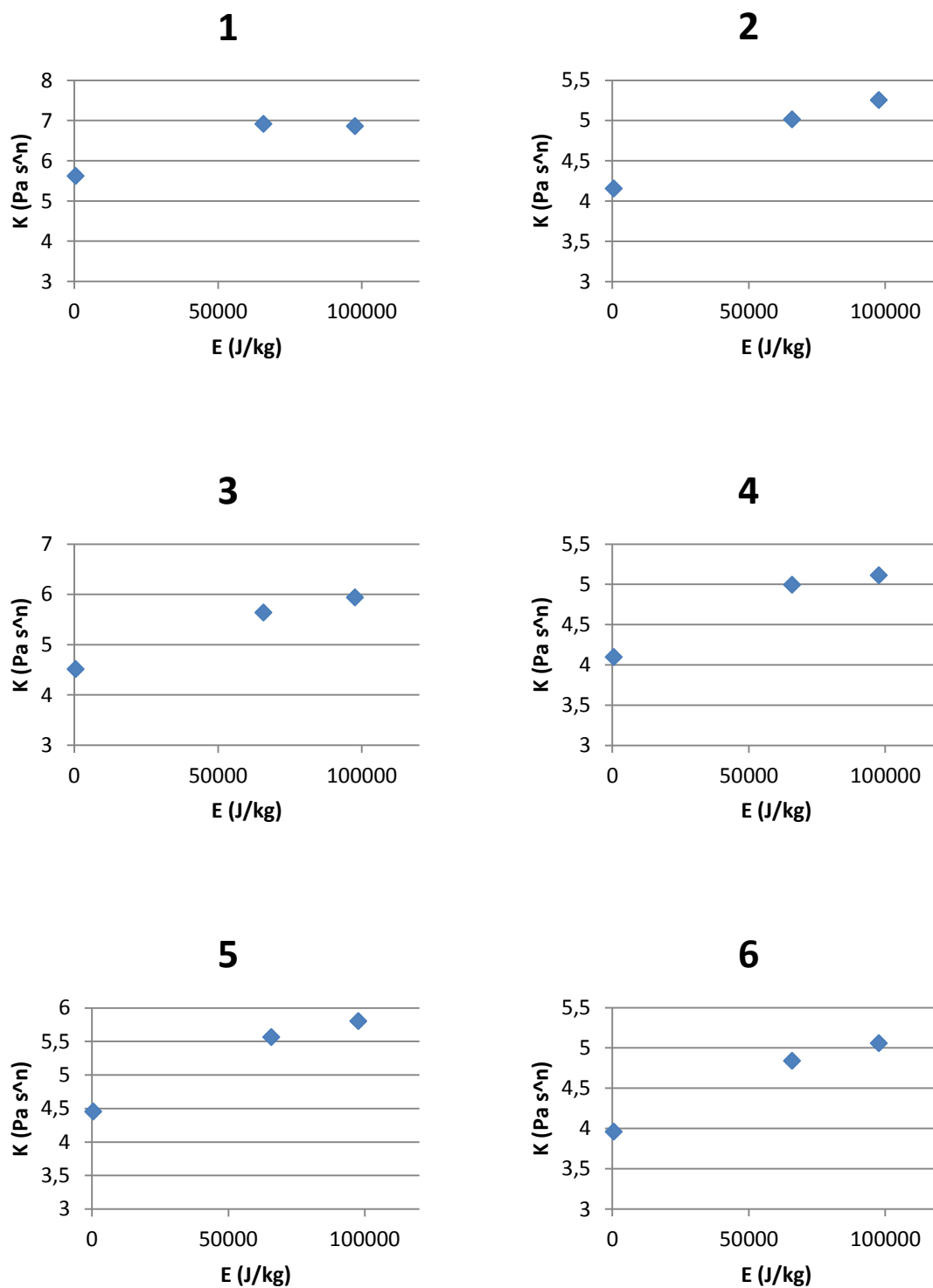
### 5.1 Vliv dispergace na reologické vlastnosti

Z teorie vyplývá (2.10 – 18), že vyšší disipovaná energie má za následek větší množství menších částic v disperzi. Čím více je takových částic v disperzi, tím více se zvětšuje celková třecí plocha mezi kapalinou a pevnou fází v systému (specifický povrch). Větší specifický povrch znamená větší odpor proti toku a tedy větší zdánlivou viskozitu látky. Pokud zůstává index toku konstantní, roste hodnota koeficientu konzistence. Toto zvyšování má limit, který je fyzikálně dán maximální mírou dispergace látky. Po dosažení tohoto limitu, již nejsme schopni, energií dodanou technologií, dosáhnout dispergaci při níž vznikají menší částice. Tedy nedochází k dalšímu rozpadu na menší částice a nebude se při konstantní teplotě měnit zdánlivá viskozita.

Což potvrzují vyhodnocené grafy závislosti koeficientu konzistence na disipované energii na Obr. 21, kdy s rostoucí disipovanou energií, tj. se zvětšujícím se počtem vzniklých částic, se zmenšuje gradient nárůstu koeficientu konzistence  $K$ . A tedy toto systematicky platí nezávisle na tixotropii vzorku. Grafy na Obr. 21 jsou pro upravené hodnoty koeficientu konzistence  $K$ , kdy byla nejdříve stanovena střední hodnota indexu toku, která byla dosazena do vztahu pro výpočet koeficientu konzistence, který byl nakonec vynesena do grafů. Přepočtené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 9.

měření	K přepočtené			n stř
	viskozita 1	viskozita 2	viskozita 3	
1	5,62255	6,91520	6,86075	0,7877
2	4,15563	5,01493	5,25248	0,8688
3	4,51378	5,63548	5,93989	0,8484
4	4,09594	4,99413	5,11064	0,8685
5	4,45164	5,56062	5,79925	0,8506
6	3,96104	4,83852	5,05801	0,8761

Tabulka 9: Přepočtené hodnoty koeficientu konzistence.



Obr. 21: Vyhodnocení závislosti koeficientu konzistence na disipované energii.

## 5.2 Porovnání dodané energie a technologických vlastností

Technologické vlastnosti byly hodnoceny pomocí hodnocení několika kritérií kdy výsledná známka je uvedena v tabulce 10. Znamka technologických vlastností se skládá

z dílčích vyhodnocení zohledňující vlastnosti po natužení, potřebu ředění, pracovní tlak, vzhled mokré vrstvy a vzhled po vytvrzení. Z každé této vlastnosti byla udělena známka od jedné do pěti a poté byly sečteny. Čím nižší známka tím lepší technologické vlastnosti.

### **5.2.1 Systém s příměsí grafitu**

Z tabulky 10 je patrné, že z hlediska technologických vlastností, pro dispergaci systému s příměsí grafitu, je nejlepší metoda dispergace pomocí míchadla rotor-stator. Toto je způsobeno hlavně díky tomu, že u těchto míchadel jsou výrazně vyšší smykové síly a tedy dojde ke snazšímu roztrhání grafitových a ostatních částic. Dispergace zubovým míchadlem nebyla tak efektivní v porovnání s dispergací míchadlem rotor-stator. Což je způsobeno tím, že smykové síly u tohoto míchadla jsou výrazně menší. Při dispergaci ultrazvukem nebyl potvrzen předpoklad kdy ultrazvuk je schopen rozbíjet shluky částic na nejmenší rozměry oproti předchozím metodám (Graf 1). Toto bylo způsobeno především tím, že většina energie se u ultrazvukových míchadel disipuje v těsné blízkosti sondy a nedochází k ideálnímu rozložení distribuce částic ve vsádce. Proto by bylo vhodné provést experiment, kde by v nádobě s ultrazvukovou sondou bylo míchadlo, které by zajišťovalo čerpání vsádky kolem sondy.

Grafit se rozbíjí ze soudržných shluků – z větších částic na menší. Proto je potřeba větší příkon a tedy nejlepších výsledků dispergace pomocí rotor-stator míchadlem bylo dosaženo při otáčkách 13000 ot/min a doby dispergace 1,5 minuty. Při tomto nastavení byla sice nejmenší disipovaná energie ale největší dodaný příkon a obvodová rychlost, což znamená, že rozhodující je měrný příkon tedy stačí míchat kratší dobu.

### **5.2.2 Systém s příměsí nanovláken**

Z tabulky 10 je možné vyčíst, že pro dispergaci systému s příměsí nanovláken je opět nejlepší metodou metoda dispergace pomocí míchadla rotor-stator. Což je způsobeno ze stejných důvodů jako u předchozího systému. Totéž platí pro dispergaci pomocí ultrazvuku.

Z tabulky 10 je také patrné, že nejlepšího výsledku bylo dosaženo dispergací po dobu 10 minut a 10000 ot/min. Zde bylo rozhodující míchat velkým měrným příkonem, a po

delší dobu. Jelikož nanočástice tvoří shluky a je potřeba tyto shluky rozdělit a stabilizovat stabilizátorem, který je dávkován společně s částicemi.

### 5.2.3 Systém s příměsí sazí

Vzorek S2V2 s příměsí sazí měl horší tokové vlastnosti a byl dispergován až při naředění 30 %. Systém byl dispergován pouze ručně a míchadlem rotor-stator. Nejlepšího výsledku bylo dosaženo dispergací míchadlem rotor-stator což se dalo předpokládat, jelikož ručně nejsme schopni dosáhnout takových smykových rychlostí, které jsou potřeba pro rozbití shluků, jako u míchadla rotor-stator.

Z tabulky 10 je tedy patrné, že nejlepšího výsledku bylo dosaženo při otáčkách 20000 a době 2 minuty. Avšak bylo nutné dodat o řád větší měrný příkon oproti předchozím dvěma systémům. Saze mají velkou tendenci se shlukovat a tvořit viskózní kapalinu. Tedy saze je nutné rychle deaglomerovat z velkých shluků na menší částice.

System	Disipovaný příkon	Disipovaná energie	Obvodová rychlost	Technologické vlastnosti (známka)	Povrchový odpor ( $\Omega$ )
Rotor - stator	$\epsilon_{disp}$ (W/kg)	E (J/kg)	v (m/s)		
G8SRVZ1	7148	30738,13	15,71	7	8,42E+06
G8SRVZ2	5622	12571,08	14,40	10	1,25E+07
G8SRVZ3	8915	5696,07	17,02	5	6,54E+06
CNTRVZ1	4322	17169,08	13,09	6,75	
CNTRVZ2	1615	3234,26	9,16	7	
CNTRVZ3	4322	2726,23	13,09	8,5	
S2V2	29268	69781,94	26,18	8	5,68E+05
S0,2	4816	19687,02	13,61	10	1,18E+11
<b>Zubové míchadlo</b>					
CNTZ10	629	26269,29	9,40	11	
CNTZ2	629	6030,21	9,40	8,5	
G8Z1	629	2536,40	9,40	9	5,85E+09
G8Z5	629	14086,30	9,40	10	3,35E+08
<b>Ruční míchání</b>					
S0,75MB				13	8,87E+07
<b>Ultrazvuk</b>					
G8USVZ1	31773	33208,78		13	
G8USVZ2	31773	11053,29		12	
CNTUSVZ1	31773	41005,19		9,5	
CNTUSVZ2	31773	12163,64		10,5	

Tabulka 10: Souhrnná tabulka porovnání dodané energie versus technologické vlastnosti a povrchový odpor.

### 5.3 Porovnání dodané energie a povrchového odporu

Jak je v kapitole 2.11.7 uvedeno, tyto povlaky mají za úkol zajistit antistatické chování ve výbušném prostředí. Proto je důležité, aby vodivé částice v povlaku byly správně dispergovány a umožnili tím snazší průchod elektrického proudu, jelikož odvádění statického náboje jsou schopny povlaky s měrným elektrickým odporem nižším jak  $1 \cdot 10^6 \Omega$ .

Z tohoto hlediska je optimální metoda dispergace míchadlem rotor-stator a poté zubovým míchadlem. Viz. Tabulka 10. Což potvrzuje předchozí závěry. Z hlediska systému se jeví nejlépe barva s příměsí sazí, jelikož saze se nejlépe rozmělnují a nejlépe vedou elektrický proud. Jako další nejlépe vodivý je systém s příměsí grafitu dispergovaný při vysokých otáčkách po krátkou dobu.

## 6. Závěr

- Byla provedena rešerše a odzkoušeny různé technologie dispergace. Dispergováno bylo zubovým míchadlem, rotor-stator míchadlem a ultrazvukem. Pozornost byla věnována vlivu míry dispergace na reologické vlastnosti.
- Bylo odzkoušeno, zda jsou podle hypotézy, kdy v průběhu dispergace se zvětšuje počet částic, a tedy se zvětšuje třecí plocha, ovlivněny reologické vlastnosti. Reologické vlastnosti byly změřeny a vykazovaly pseudoplastické chování. Byl vyhodnocen koeficient konzistence a byl porovnán v závislosti na měrné energii dodané do systému. Výsledky ukázaly, že tento vliv je patrný a je tedy možné využít měření reologických vlastností pro hodnocení míry dispergace viz tabulka 9 resp. grafy na obr. 21.
- Na výše zmíněných technologiích dispergace byly jako plniva dispergovány saze, uhlíkové nanotrubičky a grafit. Z výsledků vyplývá, že nejlepším systémem pro dispergaci je stator-rotor, jelikož tímto systémem bylo dosaženo nejnižšího povrchového odporu a nejlepší technologické známky, konkrétně u systému G8SRVZ3 viz tabulka 10. Což je způsobeno vyššími smykovými silami, kdy dochází ke snazšímu roztrhání grafitových částic.

## 7. Seznam použité literatury

- [1] PAUL, Edward L, Victor A ATIEMO-OBENG a Suzanne M KRESTA. Handbook of industrial mixing: science and practice. Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience, 2004, lxi, 1377 p.
- [2] STREK, Fryderyk. Míchání a míchací zařízení. 1. vyd. Praha: SNTL, 1977, 383, [1] s. Metody a pochody chemické technologie.
- [3] RIEGER, František, Václav NOVÁK a Tomáš JIROUT. Hydromechanické procesy II. Vyd. 1. Praha: Česká technika - nakladatelství ČVUT, 2005, 167 s. ISBN 80-01-03302-3.
- [4] COOKE, M., T. L. RODGERS a A. J. KOWALSKI. Power consumption characteristics of an in-line silverson high shear mixer. AIChE Journal [online]. 2011, 58(6): 1683-1692 [cit. 2015-06-10]. DOI: 10.1002/aic.12703.
- [5] KOLMOGOROV, A.M., 1949. Doklady Akademii Nauk 66, 825-828.
- [6] HINZE, J.O, 1955. Journal of the American Institute of Chemical Engineers 1, 289-295.
- [7] LIAO, Y., LUCAS, D., 2009. Chemical Engineering Science 64, 3389-3406.
- [8] ZHOU, G., KRESTA, S.M., 1998. Chemical Engineering Science 53, 2063-2079.
- [9] BALDYGA, J., BOURNE, J.R., PACEK, A.W., AMANULLAH, A., NIENOW, A.W., 2001. Chemical Engineering Science 56, 3377-3385.
- [10] MUSGROVE, M., RUSZKOWSKI, S., 2000. Proceedings of the 10th European Conference on Mixing, Delft, Netherlands, July 2-5, 2000, pp. 165-172.
- [11] ZHANG, Jinli, Shuangqing XU a Wei LI. High shear mixers: A review of typical applications and studies on power draw, flow pattern, energy dissipation and transfer properties. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification [online]. 2012, 57-58: 25-41 [cit. 2015-06-10]. DOI: 10.1016/j.cep.2012.04.004.



- [12] SAUTER, C., M.A. EMIN, H.P. SCHUCHMANN a S. TAVMAN. Influence of hydrostatic pressure and sound amplitude on the ultrasound induced dispersion and deagglomeration of nanoparticles. *Ultrasonics Sonochemistry* [online]. 2008, 15(4): 517-523 [cit. 2015-06-10]. DOI: 10.1016/j.ultsonch.2007.08.010.
- [13] MASON, T. J. and LORIMER, J. P. (2002) General Principles, in *Applied Sonochemistry: Uses of Power Ultrasound in Chemistry and Processing*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, FRG. doi: 10.1002/352760054X.ch2
- [14] METZNER A.B., OTTO R. E.: *AICHE J.* 3, 3 (1957)
- [15] ZOUBEK, Michal. *Nátěrové hmoty s vyššími užitnými vlastnostmi*. Praha: ČVUT 2015. Diplomová práce, ČVUT, Fakulta strojní, Ústav strojírenské technologie.
- [16] Tokové křivky pseudoplastické a newtonské kapaliny a Průběh viskozity pseudoplastické a newtonské kapaliny. In: VŠCHT [online]. VŠCHT 2005. Dostupné z: [http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid\\_es-001/hesla/pseudoplasticita.html](http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/pseudoplasticita.html)
- [17] Časová závislost zdánlivé viskozity tixotropního systému. In: VŠCHT [online]. VŠCHT 2005. Dostupné z: [http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid\\_es-001/hesla/tixotropie.html](http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/tixotropie.html)
- [18] Průběh tokové křivky pro tixotropní a newtonskou kapalinu. In: VŠCHT [online]. VŠCHT 2005. Dostupné z: [http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid\\_es-001/hesla/tixotropie.html](http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/tixotropie.html)
- [19] 1713300\_1. In: IKA [online]. IKA 2012. Dostupné z: [http://www.ika.com/owa/ika/catalog.product\\_detail?iProduct=1713300](http://www.ika.com/owa/ika/catalog.product_detail?iProduct=1713300)

## 8. Seznam symbolů

$a$	mezifázového povrchu	[m]
$A$	průřez trubky	[m]
$C$	konstanta v rovnici (2.10 – 13)	[1]
$c_p$	měrná tepelná kapacita vody	[J/kgK]
$C_1$	konstanta v rovnici (2.10 – 14)	[1]
$C_2$	konstanta v rovnici (2.10 – 16)	[1]
$C_3$	konstanta v rovnici (2.10 – 18)	[1]
$C_4$	konstanta v rovnici (2.10 – 20)	[1]
$d$	průměr míchadla	[mm]
$d_0$	vnitřní průměr trubky	[mm]
$d_{ij}$	příslušně definovaný průměr částice	[mm]
$d_k$	průměr částic	[mm]
$d_e$	ekvivalentní průměr kulové částice	[mm]
$d_{32}$	ekvivalentní průměr kulové částice	[mm]
$D$	průměr nádoby	[mm]
$e$	energie	[J]
$E$	disipovaná energie	[J/kg]
$Eu$	Eulerovo číslo	[1]
$Fr$	Froudovo číslo	[1]
$g$	gravitační zrychlení	[m/s <sup>2</sup> ]

He	Hedströmovo číslo	[1]
k	konstanta míchadla v rovnici (2.11 – 5)	[1]
K	koeficient konzistence	[1]
$k_1$	konstanta v rovnici (2.6 – 1)	[1]
l	velikost částic	[mm]
L	velikost částic	[mm]
m	index toku	[1]
m	hmotnost	[kg]
$\dot{m}$	hmotnostní průtok tekutiny trubicou	[kg/s]
$m_{disp}$	hmotnost látky v dispergační zóně	[kg]
n	otáčky míchadla	[1/s]
$n_k$	počet částic v charakteristické třídě	[1]
P	příkon míchadla	[W]
$N_Q$	otáčky míchadla	[1/s]
N	otáčky míchadla	[1/s]
$p_A$	amplituda ultrazvuku	[Mpa]
$p_H$	hydrostatický tlak	[Mpa]
$p_c$	celkový tlak	[Mpa]
$P_o$	příkonové číslo míchadla	[1]
$P_{O_z}$	příkonové číslo míchadla potřebné k roztočení kapaliny	[1]
Q	příkon	[W]

Re	Reynoldsovo číslo	[1]
t	doba ohřevu	[s]
V	celkový objem systému	[m <sup>3</sup> ]
$\bar{w}$	průměrná rychlost tekutiny v trubce	[m/s]
w	rychlost tekutiny	[m/s]
We	Weberovo číslo	[1]
x	maximálního rozměru aglomerátu shluku částic	[μm]
x <sub>0</sub>	počáteční rozměr shluků	[μm]
x <sub>∞</sub>	konečný rozměr shluků	[μm]
Δp	rozdíl tlaků	[1]
ΔT	rozdíl teplot	[1]
$\dot{\gamma}$	gradient rychlosti	[1/s]
$\dot{\gamma}$	smyková rychlost	[1/s]
ε	měrný příkon disipovaný ve vsádce	[W/kg]
ε <sub>disp</sub>	měrný příkon disipovaný v okolí míchadla	[W/kg]
Φ <sub>r</sub>	objemový zlomek rozptýlené fáze	[1]
η	zdánlivá viskozita	[Pa s]
σ	povrchové napětí	[Mpa]
ρ	hustota	[kg·m <sup>-3</sup> ]
τ <sub>0</sub>	mez tečení	[Mpa]
u <sub>1</sub>	dynamická viskozita	[m <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> ]
u <sub>1</sub>	kinematická viskozita spojitě fáze	[m <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> ]

## 9. Seznam příloh

Vyhodnoceni\_experimentu.xls