



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV AUTOMATIZACE A MĚŘICÍ TECHNIKY

DEPARTMENT OF CONTROL AND INSTRUMENTATION

GRANULOMETRIE METODOU AKUSTICKÉ EMISE

GRANULOMETRY BY THE ACOUSTIC EMISSION METHOD

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Tomáš Pokorný

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jiří Fialka, Ph.D.

BRNO 2023

Diplomová práce

magisterský navazující studijní program **Kybernetika, automatizace a měření**

Ústav automatizace a měřicí techniky

Student: Bc. Tomáš Pokorný

ID: 211169

Ročník: 2

Akademický rok: 2022/23

NÁZEV TÉMATU:

Granulometrie metodou akustické emise

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Cílem práce je určení vhodných kombinací vlnovod – snímač akustické emise (AE) pro stanovení velikosti částic granulátu. Pro to je nezbytné teoretické nastudování problematiky a praktické ověření na laboratorním přípravku pro stanovení granulometrie částic při využití rezonančních a širokopásmových snímačů AE, vlnovodu umístěného přímo do proudu částic a vhodného zpracování signálu.

1. Proveďte literární průzkum v oblasti a) obecné charakterizace částic, stanovení jejich velikosti a tvaru, b) rezonančních a širokopásmových snímačů akustické emise, c) šíření povrchových vln v materiálech, d) metody zpracování signálu pro stanovení granulometrie částic ze snímačů AE.
2. Na dostupném laboratorním přípravku pro stanovení granulometrie částic sestavte měřicí řetězec skládající se ze snímače AE a modulárního měřicího systému DAKEL.
3. Realizujte experiment s jedním typem vlnovodu a snímačem AE a stanovte výkonové spektrum a další parametry signálu na základě literárního průzkumu.
4. Vzájemně porovnejte výkonová spektra pro různé typy frakcí granulátu na předložených typech vlnovodů (lišících se tvarem a materiálem) a různých typech snímačů AE (rezonanční a širokopásmové) a jejich umístění na vlnovodu.
5. Zhodnoťte výsledky měření a určete vhodné kombinace vlnovodů a snímačů AE pro stanovení velikostí částic granulátu.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Beneš, Petr & Zehnula, K. (2000). New design of the two-phase flowmeters. Sensors and Actuators A: Physical. 86. 220-225. 10.1016/S0924-4247(00)00456-8.

Termín zadání: 6.2.2023

Termín odevzdání: 17.5.2023

Vedoucí práce: Ing. Jiří Fialka, Ph.D.

Konzultant: Ing. Stanislav Pikula, Ph.D.

doc. Ing. Petr Fiedler, Ph.D.
předseda rady studijního programu

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

ABSTRAKT

Práce se zabývá porovnáním vlivů různých vlnovodů a snímačů akustické emise pro aplikaci granulometrie pomocí akustické emise. V práci jsou navrženy a vyhodnoceny experimenty pro zjištění vlivů různých průměrů a délek nerezových kulatých vlnovodů v kombinaci s rezonančními a širokopásmovým snímačem.

KLÍČOVÁ SLOVA

Akustická emise, granulometrie, analýza distribuce velikosti částic, vlnovod, piezoelektrické senzory akustické emise, Dakel ZEDO-22

ABSTRACT

This paper compares influence of different waveguides and acoustic emission sensors on particle sizing analysis using acoustic emission. Several experiments are proposed, executed and evaluated to find the impact of waveguide length and diameter in combination with resonance or broadband sensor.

KEYWORDS

Acoustic emission, granulometry, particle sizing analysis, waveguide, piezoelectric sensors of acoustic emission, Dakel ZEDO-22

POKORNÝ, Tomáš. *Granulometrie metodou akustické emise*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav automatizace a měřicí techniky, 2023, 68 s. Diplomová práce. Vedoucí práce: Ing. Jiří Fialka, Ph.D.

Prohlášení autora o původnosti díla

Jméno a příjmení autora: Bc. Tomáš Pokorný
VUT ID autora: 211169
Typ práce: Diplomová práce
Akademický rok: 2022/23
Téma závěrečné práce: Granulometrie metodou akustické emise

Prohlašuji, že svou závěrečnou práci jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucí/ho závěrečné práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené závěrečné práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této závěrečné práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

Brno

.....

podpis autora*

*Autor podepisuje pouze v tištěné verzi.

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych poděkoval vedoucímu diplomové práce panu Ing. Jiřímu Fialkovi, Ph.D. za odborné vedení, konzultace, trpělivost a podnětné návrhy k práci. Zároveň bych rád poděkoval panu Ing. Stanislavu Pikulovi, Ph.D. za podnětné připomínky a trpělivé konzultace a nakonec mé přítelkyni Magdaléně a rodině za pevnou víru a úžasnou podporu.

Obsah

Úvod	11
Cíle práce	12
1 Teoretický rozbor	13
1.1 Granulometrie	13
1.1.1 Sítování	14
1.1.2 Stokesův zákon	16
1.1.3 Sedimentace	16
1.1.4 Pipetování	18
1.1.5 Elutriace	19
1.1.6 Laserová difrakce	20
1.1.7 Obrazová metoda	23
1.1.8 Mikroskopie	25
1.2 Akustická emise	26
1.2.1 Nespojité akustická emise	27
1.2.2 Spojité akustická emise	28
1.3 Snímače akustické emise	29
1.4 Šíření vln AE ve vlnovodu	30
1.5 Zpracování signálu	30
1.5.1 Diskrétní Fourierova transformace	30
1.5.2 Výkonová spektrální hustota	31
1.5.3 Oktávová analýza	32
2 Stanovení měřicího řetězce	33
2.1 Popis měřicího přípravku a měřicího řetězce	34
2.1.1 AE měřicí karta Dakel ZEDO-22	34
2.1.2 Nastavení programu ZEDO DAEMON	36
2.2 Průběh měření	37
2.3 Zpracování naměřených dat	39
2.4 Navržené experimenty	40
3 Provedení a vyhodnocení experimentů	41
3.1 Příprava materiálu	41
3.2 Nastavení vstupu měřicí karty	41
3.3 Zajištění správného přenosu signálu	43
3.4 Vliv tloušťky vlnovodu	43
3.4.1 Průběh měření	45

3.4.2	Vyhodnocení výsledků	46
3.5	Vliv délky vlnovodu	47
3.5.1	Průběh měření	48
3.5.2	Vyhodnocení výsledků	48
3.6	Kontaktní plocha vlnodů	49
3.7	Vliv snímačů	52
3.7.1	Průběh měření	52
3.7.2	Vyhodnocení výsledků	53
3.8	Aplikace granulometrie	54
Závěr		57
Literatura		59
Seznam symbolů a zkratk		62
Seznam příloh		64
A Ovládání prostředí ZEDO Daemon		65
B Použité přístroje		67
C Obsah elektronické přílohy		68

Seznam obrázků

1.1	Síta usazená v síťovacím zařízení (shakeru) [3]	15
1.2	Sedimentační metoda dekantace v kádince [4]	17
1.3	Přípravek pro pipetovací metodu [1]	18
1.4	Náčrt elutriačního zařízení [5]	19
1.5	Cyclosizer včetně naznačeného vnitřního průtoku [6]	20
1.6	Nástin principu laserové difrakoskopie [7]	21
1.7	Mastersizer 3000 a rozptylové jednotky [9]	22
1.8	Nástin postupu obrazové metody [13]	25
1.9	Příklady reálných tvarů částic látek ve farmaceutickém průmyslu [12]	26
1.10	Příklad reálného signálu nespojitě AE	28
1.11	Vnitřní schéma snímače AE [17]	29
1.12	Zjednodušený přehled typů vln [17]	31
2.1	Granule keramzitu	33
2.2	Měřicí pracoviště	35
2.3	Držák snímače	36
2.4	Měřicí řetězec	37
3.1	Vliv filtru na signál	42
3.2	Porovnání signálu s vazební hmotou a bez vazební hmoty	44
3.3	Zakončení vlnovodů	45
3.4	Porovnání různých průměrů vlnovodů, malé částice	46
3.5	Porovnání různých průměrů vlnovodů, velké částice	47
3.6	Porovnání různých délek vlnovodů, malé částice	48
3.7	Porovnání různých délek vlnovodů, velké částice	49
3.8	Časový signál různých dopadů částic	50
3.9	Spektrum signálu různých dopadů částic	50
3.10	Náčrt výřezu vlnovodu	51
3.11	Porovnání vlnovodu s výřezem	51
3.12	Porovnání snímačů	53
3.13	Porovnání základních frakcí	54
3.14	Nejmenší frakce a její směsi	55
3.15	Frakce B,C a jejich směs	55
A.1	ZEDO Daemon - Obrazovka projektu	65
A.2	ZEDO Daemon - nastavení měření AE	66
A.3	ZEDO Daemon - export dat	66

Seznam tabulek

2.1	Průměrná váha granulí keramzitu	38
3.1	Specifikace použitých snímačů	52
3.2	Statistické veličiny různých frakcí	56
B.1	Seznam použitých přístrojů	67

Úvod

Práce se zabývá analýzou distribuce velikosti částic v materiálu metodou akustické emise. Práce začíná teoretickou částí a následně přechází na praktickou část, která popisuje provedené experimenty a měření.

Granulometrie je stěžejní pro analýzy materiálů napříč obory. V uhelné elektrárně potřebují živé měření velikosti částic pulverizovaného uhlí pro zajištění maximální efektivity spalování. Ve farmaceutických laboratořích zase mohou potřebovat přesné spektrum velikosti částic pro správnou přípravu léčiv. Pro uvedené aplikace, ale také spoustu dalších, je třeba přesná granulometrie. Metod pro analýzu distribuce velikosti částic je několik, jednou z těchto metod je akustická emise.

V úvodní kapitole je teoreticky popsána granulometrie, rozpoznávání typů částic a jejich velikostí. Kapitola je zaměřena především na různé aktuální metody granulometrie, jejich principy, využití, výhody a nevýhody. Nakonec je v této části popsána akustická emise, její formy, typicky používané snímače pro akustickou emisi a šíření vln akustické emise ve vlnovodu.

Praktická část je zaměřena na popis návrhu měřicího řetězce, včetně jeho ozkoušení a vytvoření postupu pro měření. Dále navazuje popis hlavní sady měření a experimentů. Výsledná data z realizovaných experimentů jsou následně vyhodnocena a diskutována.

Závěr práce je zaměřen na vyhodnocení výsledných průběhů a diskuzi o výhodách a nevýhodách jednotlivých rezonančních a širokopásmových snímačů akustické emise v kombinaci s vlnovody.

Cíle práce

Na základě zadání byl vytvořen následující seznam cílů:

1. Zpracovat rešerši na téma charakterizace částic, jejich tvaru a velikostí
2. Zpracovat rešerši na téma snímačů akustické emise
3. Zpracovat rešerši na téma šíření vln v materiálech
4. Zpracovat rešerši na téma metody zpracování signálu akustické emise
5. Navrhnout a aplikovat měřicí řetězec pro akustickou emisi a zpracovat
6. Vypracovat experimenty pro porovnání kombinací různých vlnovodů a snímačů
7. Provést navržené experimenty a vyhodnotit je

1 Teoretický rozbor

V této kapitole budou popsány oblasti související s akustickou emisí, granulometrií a další, na základě literární rešerše. Mimo jiné se bude rozbor zabývat obecnou charakterizací částic, snímači akustické emise a metodami pro analýzu distribuce velikosti částic.

1.1 Granulometrie

Granulometrie, nebo také analýza distribuce velikosti částic materiálu, je obor metrologie rozšířený napříč mnoha odvětvími. Může se využít při řešení problémů, jako je měření velikosti zrn půdy při geologickém výzkumu (konkrétně v rámci oboru pedologie), měření distribuce velikosti částic rozdrceného materiálu při výrobě léčiv nebo při provozu tepelné elektrárny. Je velice důležité, aby granulometrie probíhala přesnými a spolehlivými metodami pro zajištění správného a efektivního chodu výroby nebo korektní analýzy. Zároveň je nutné, aby metody používané pro granulometrii byly nedestruktivní, tedy aby při samotné analýze nevznikaly nové, menší částice, než byly v původním vzorku materiálu. [1]

Právě u tepelné elektrárny je velmi důležitý aspekt distribuce velikosti částic pro zajištění co nejefektivnějšího možného spalování a přesnost dávkování uhelného paliva. Velké částice způsobují při dávkování paliva do spalovacích komor inkonzistenci, jejich spalování trvá déle a může způsobit nedokonalé spalování, které snižuje celkovou efektivitu elektrárny. Na druhou stranu je dle [2] nebezpečné drtit uhlí na příliš malé částice, protože se tím zvyšuje riziko samovolného vznícení.

K určení velikosti částic je nejprve vhodné znát jejich tvar. V ideálním případě bychom v rámci granulometrie chtěli zkoumat pouze částice běžných pravidelných tvarů, u krychle je jediný důležitý rozměr délka strany, u koule pak její průměr. V reálném světě je situace bohužel jiná. Dle [1] můžeme zmínit několik běžných tvarů, které mohou být mezi různými materiály nalezeny.

- Angulární - s ostrými hranami
- Jehlovitý - tvar jehly
- Krystalický - volně vyvinuté v kapalném prostředí geometrického tvaru
- Kulový - tvar koule
- Modulární - zakulacený nepravidelný tvar
- Nepravidelný - bez symetrie
- Vlákňitý - připomínající vlákna
- Vločkovitý - plochý
- Zrnitý - téměř stejnostranný, nepravidelný tvar

Dle zvolené metody budeme měřit některý z rozměrů částice nebo některý z ekvivalentních průměrů částice. V každém případě je vhodné, pokud je to možné, zmínit při udávání výsledků granulometrické analýzy také přibližný tvar měřených částic. Z metod granulometrie bude nyní blíže popsáno několik vybraných. Metody se mezi sebou navzájem liší parametry, jako jsou:

- Fyzikální princip metody - metody mohou vycházet z různých fyzikálních principů, od kterých se poté odvíjí také výhody, ale i nedostatky těchto metod.
- Měřitelná velikost částice - rozsah měřitelných rozměrů částic, která je metoda schopna **spolehlivě** rozlišit.
- Offline/Online - umožňuje metoda online (kontinuální) měření?
- Separace částic - některé metody ze své podstaty fyzicky rozdělují částice dle jejich velikostí v rámci procesu analýzy.
- Typ média - někdy jsou zkoumané částice obsaženy ve fluidním médiu, což může měření některou metodou znemožňovat. U jiných metod je zase naopak fluidní médium použito v rámci principu metody a měřené částice by se v něm rozpustily.

U metod, které neumožňují online měření, může být zdrojem chyby nebo dokonce úplného znehodnocení výsledků špatně vybraný vzorek pro analýzu. Reprezentativní vzorek pro offline granulometrii by měl obsahovat všechny frakce obsažené v dávce či sérii zkoumaného materiálu. To může být někdy obtížné zajistit, protože menší částice mají při vibracích v zásobníku (například při transportu) tendenci propadat mezi částicemi většími směrem ke dnu zásobníku. Pro kvalitní analýzu je tedy vždy nutné zvolit opravdu reprezentativní vzorek nebo použít metody k zlepšení přesnosti dat.

1.1.1 Sítování

Sítování je pravděpodobně nejstarší a nejrozšířenější metodou analýzy distribuce velikosti částic. Jedná se o techniku, kdy vzorek materiálu o známé hmotnosti je nasypan na několik cejchovaných sít (v komínku na sobě) s postupně menšími dírami. Vibracemi nebo třesením se částice materiálu propadnou skrze síta, dokud nejsou díry menší než částice. Jednotlivé frakce částic jsou poté vysypány a váženy, výsledek může být reprezentován například hmotnostním poměrem jednotlivých frakcí částic ve vzorku.

Metoda je použitelná pouze pro offline měření, protože lze najednou zkoumat pouze omezený vzorek materiálu. Tvar částic velice ovlivňuje kvalitu analýzy sítováním. U nepravidelných částic změří síťovací metoda nejmenší rozměr, což může zkreslit informaci o skutečném objemu částice. Z toho důvodu je třeba při sítování určit, zda jsou částice pro měření touto metodou vhodné a zda není na místě použití jiné

metody. [1]

Velikost dávky pro sítování je omezena. Pokud by dávka vzorku byla moc velká, čas sítování by musel být velice dlouhý, aby byla zajištěna dostatečná přesnost měření. Zároveň je s větší dávkou spojena chyba zaslepením (angl. blinding). Pokud je částice podobně velká mezeře v sítu, může v díře zůstat zaseknutá, čímž díru zaslepí a znemožní průchod ostatním částicím. Zaslepí-li se větší množství děr, může se stát, že některé menší částice nepropadnou ke svým správným frakcím, čímž se výsledky vystaví chybě měření, na kterou nelze jednoduše přijít. Velikost dávky je pro síťovací sadu definována výrobcem a pro zachování kvality analýzy je více než vhodné se doporučení držet. [1]

Síta jsou standardně vyrobena pletením kovového drátu tak, aby mezi vlákny byly



Obr. 1.1: Síta usazená v síťovacím zařízení (shakeru) [3]

čtvercové díry o dané velikosti, samozřejmě s určitou tolerancí. Síta jsou číslována

dle délky hrany čtverce. Takto vyráběná síta jsou běžně k dostání ve velikostech od 20 μm výše. Menší velikosti (až do 2 μm) síta mohou být vyrobeny metodou elektroreptání. Takto vyrobená síta mohou mít díry tvaru čtverce nebo kruhu. Díry mohou být díky této technologii také ve tvaru kuželu (kruh, který se rozšiřuje) směrem dolů, což velice efektivně pomáhá eliminovat výše zmíněné zaslepování děr. Na druhou stranu se tímto zmenší samotná plocha děr v sítu, protože musí být dále od sebe, což může prodloužit délku měření. Další výhodou sít vyrobených elektroreptáním je mnohem menší výrobní tolerance, zvyšující v konečném důsledku samotnou přesnost měření. Standardní řada sít se mezi velikostmi sít zvětšuje o násobek $\sqrt{2}$ předchozí velikosti. Pro menší rozsah tříděných frakcí se může použít sada s rozstupem násobku $\sqrt[4]{2}$ nebo $\sqrt[10]{10}$ pro metrický systém. V žádném případě není doporučeno použít náhodně vybranou řadu sít, protože vyobrazení výsledků by bylo přinejmenším chaotické. Dle [1] je vhodné zvolit rozsah sít takový, aby 5 % materiálu zůstalo na horním sítu a 5 % propadlo všemi síty až dolů. Metoda sítování umožňuje analýzu jak suchých, tak mokřých částic.

1.1.2 Stokesův zákon

U sedimentačních metod, které budou zmíněny dále, je princip separace částic založen na odporu prostředí v proudu. K schopnosti částice odporovat pohybu vyvolávaného proudem je svázána mezní rychlost, kterou částice dosáhne, pokud ji necháme pohybovat v médiu pouze gravitační silou. Pro částice od 1 do 40 μm je tato rychlost definována Stokesovým zákonem:

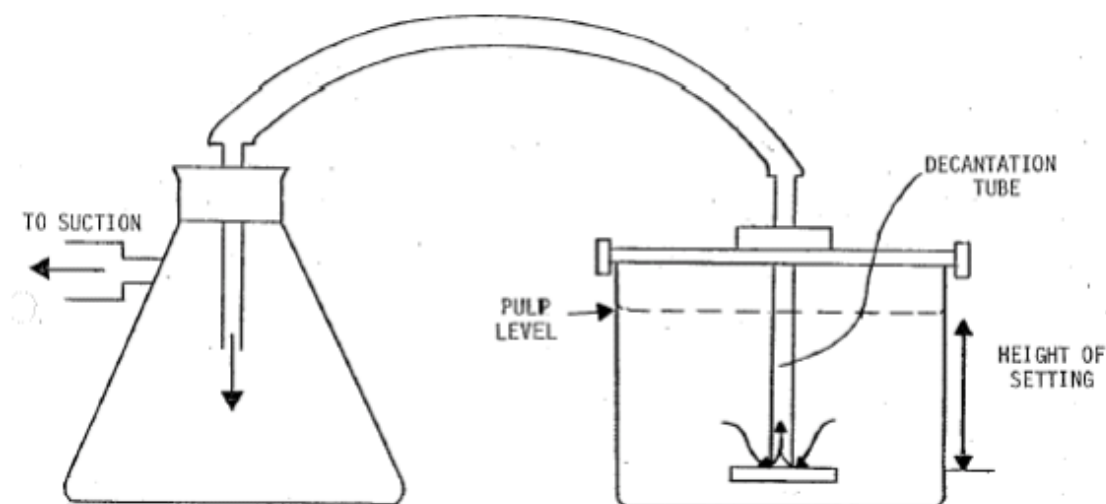
$$v = \frac{d^2 \cdot g(\rho_s - \rho_f)}{18 \cdot \eta} \quad (1.1)$$

kde v je mezní rychlost částice ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$), d průměr částice (m), g tíhové zrychlení ($\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$), ρ_s hustota částice ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$), ρ_f hustota média ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) a η viskozita média ($\text{N} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-2}$).

Stokesův zákon platí pro kulové částice. Přesto můžeme i částicím nekulovým přiřadit mezní rychlost dle 1.1 a naopak ze zjištěné mezní rychlosti dopočítat **Stokesův ekvivalentní kulový průměr** částice d (dále jen Stokesův průměr). [1]

1.1.3 Sedimentace

Mimo sítování byly pro částice menší než cca 40 μm vyvinuty další metody separace a analýzy distribuce velikosti částic. Historicky se jednalo zejména o metody sedimentace, pipetování nebo elutriace. Pro všechny tyto metody se uplatní dříve zmíněný Stokesův průměr 1.1.2.



Obr. 1.2: Sedimentační metoda dekantace v kádince [4]

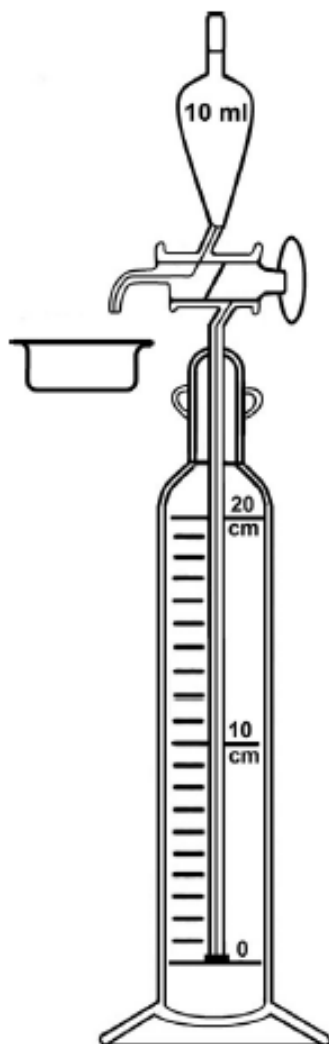
Sedimentační metody vychází z měření doby usazení a mezní rychlosti, která se liší na základě velikosti částic. Princip metody můžeme nejjednodušeji vysvětlit na metodě dekantace v kádince. Materiál rozptýlíme v nízké koncentraci (okolo 5 %) rovnoměrně do kádinky s vodou. Do středu kádinky vložíme trubici ponořenou do 90 % hloubky vody. Pomocí Stokesova zákona spočítáme mezní rychlost různých průměrů částic (dle naší volby). Lehce rozmícháme vzorek materiálu v kádince tak, aby se rovnoměrně rozprostřel po co možná největším objemu kádinky. Poté počkáme po dobu usazení nejmenší ze zvolených částic, kterou vypočteme dle 1.2.

$$t_s = \frac{h}{v} \quad (1.2)$$

kde t_s je čas usazení (s), h je hloubka (m), do které je ponořena trubice a v je mezní rychlost nejmenší skupiny částic ($m \cdot s^{-1}$). Po uplynutí t_s vysajeme trubicí veškerou vodu z kádinky. V kádince nám zůstane 10 % původní hladiny a všechny částice větší než pro které jsme vypočítali t_s . V odsáté vodě budou všechny částice menší než zvolený průměr částic. Do kádinky nakonec dolijeme vodu do původní výšky hladiny. Pro úplnou separaci bychom tento postup museli opakovat nekonečně krát. V praxi postup stačí provést 5krát. Na obrázku 1.2 je náčrt separace materiálu sedimentační metodou.

Metoda je sice jednoduchá a velice levná, ale trvá poměrně dlouho (několik hodin či dní pro 5 cyklů v závislosti na velikosti částic) a spotřebuje velké množství vody. Metoda se také stává méně spolehlivou, pokud je v materiálu velké množství částic s průměrem velmi blízkým zvolenému hraničnímu průměru a je třeba navýšit počet sedimentačních cyklů pro dokonalejší separaci materiálu. Sedimentace je možná pouze offline, vyžaduje namočení částic a stálou přítomnost obsluhy. [1]

1.1.4 Pipetování

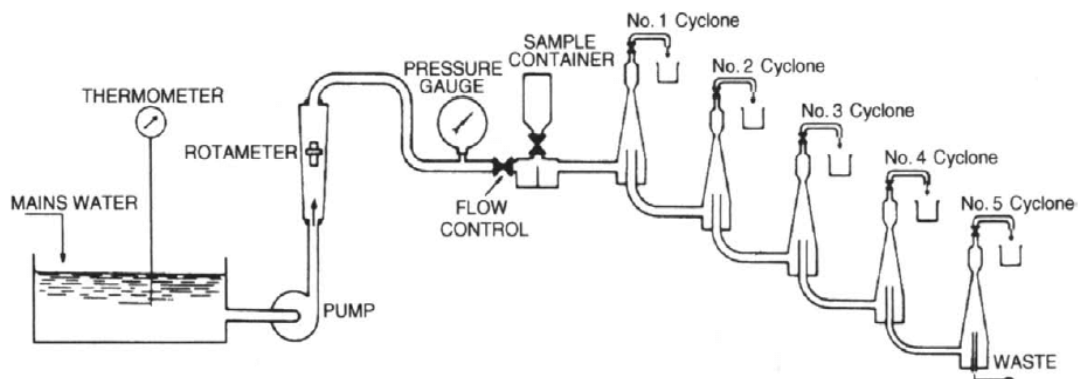


Obr. 1.3: Přípravek pro pipetovací metodu [1]

Rychlejší alternativou klasické sedimentační metody je Andreasenova pipetovací technika. Měřicí aparát se skládá z válcovité nádoby a pipety připojené do 10 ml nádoby, viz obrázek 1.3. Nízko koncentrační suspenze materiálu ve vodě je nalita do nádoby a materiál je rozmístěn tak, aby byl co nejvíce rozprostřen po celém objemu nádoby. V daných časových intervalech je nasáno 10 ml suspenze zespodu nádoby a odlito do menších kádinek, každé nasátí zvlášť. Odebrané vzorky jsou poté vysušeny a zváženy, čímž zjistíme váhové poměry jednotlivých frakcí v původním vzorku materiálu. Pomocí Stokesova zákona můžeme dopočítat Stokesův průměr částic, které byly odebrány v každých intervalech ze znalosti času sedimentace a výšky hla-

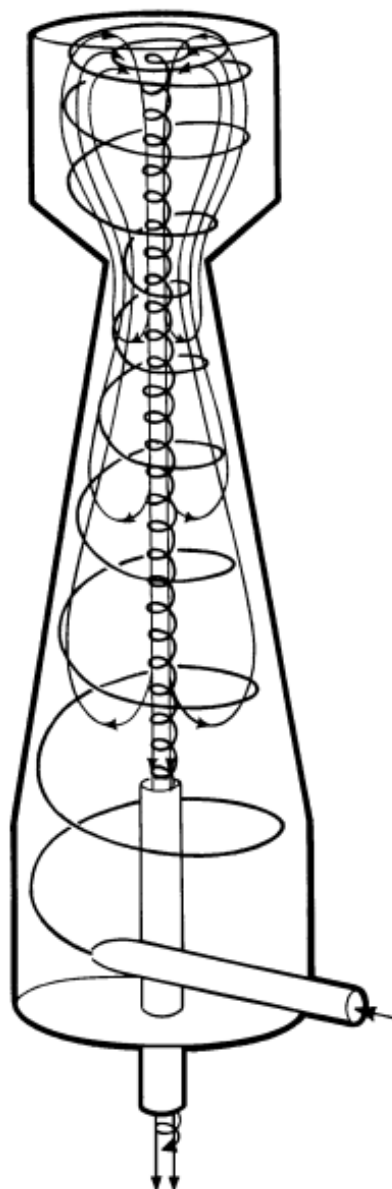
diny při každém nasátí. Metoda pipetování je oproti dekantaci v kádince násobně rychlejší, protože čekáme na usazení nejjemnějších částic pouze jednou. Všechny větší částice jsou při pipetování separovány před těmi jemnějšími. Nevýhodou je, že výsledné frakce jsou typu „menší než $x \mu\text{m}$ “, což ne vždy koreluje s požadavky na výsledky měření v praxi. Pipetování je možné pouze offline, vyžaduje namočení částic a stálou přítomnost obsluhy. [1]

1.1.5 Elutriace



Obr. 1.4: Náčrt elutričního zařízení [5]

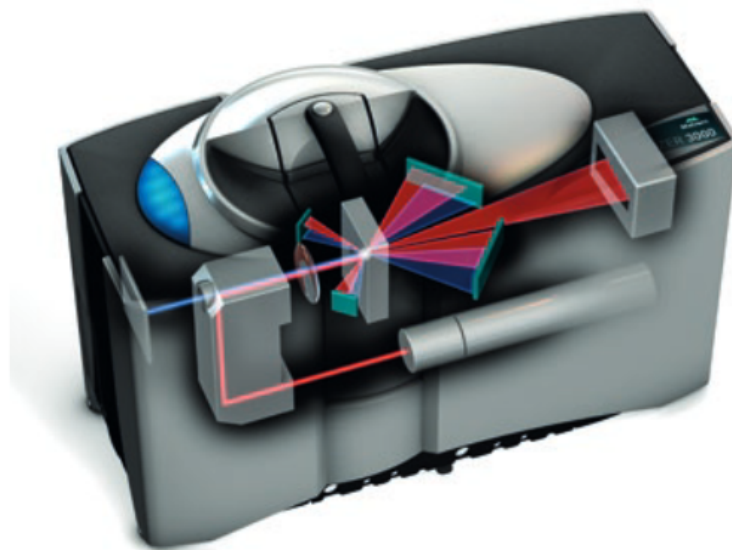
Elutriace je proces separace různých velikostí částic materiálu pomocí vzhůru proudícího média, vzduchu či častěji vody. I u této metody platí a využívá se Stokesův zákon 1.1.2. Separační zařízení, jehož obecné schéma je na obrázku 1.4, se skládá z jednoho či více „rozřazovacích sloupců“, kterými stoupá médium konstantní rychlostí. Částice dle jejich mezních rychlostí budou buď odneseny (ty s mezní rychlostí nižší než rychlost proudu) proudem média vzhůru do vyšší úrovně, nebo naopak propadnou dolů do nižší úrovně. Elutriace probíhá, dokud je očividné přesouvání částic mezi úrovněmi, nebo pokud se hmotnosti jednotlivých úrovní zásadně nemění. Při elutriaci je možné dosáhnout kompletní separace, na rozdíl od dekantace v kádince. Další výhodou elutriace je, že při samotném procesu nemusí být přítomen žádný pracovník laboratoře. Nevýhodou elutriace může být špatné rozřazení některých částic z důvodu nekonzistentního proudu v rámci rozřazovacích sloupců (proud ve středu bude větší než na kraji). Tuto chybu je však možné eliminovat použitím speciálního tvaru rozřazovacího sloupce, jehož vnitřní průtok je vířivého charakteru (Cyclosizer, na obrázku 1.5). S cyclosizerem je metoda vhodná pro rozsah velikosti částic od $8 \mu\text{m}$ do $50 \mu\text{m}$. Metoda elutriace je možná pouze offline, nevyžaduje však namočení částic. [1]



Obr. 1.5: Cyclosizer včetně naznačeného vnitřního průtoku [6]

1.1.6 Laserová difrakce

Moderní a aktuálně populární metoda granulometrie napříč všemi aplikacemi je analýza využívající principu laserové difrakce. Měřený materiál je pomocí vzduchu či tekutiny poslán skrze laserový paprsek a odražené světlo je soustavou zrcadel a jiné optiky usměrněn na světelný snímač. Ten vyhodnocuje míru a úhel odraženého světla a na základě těchto parametrů klasifikuje zrna materiálu, obrázek 1.6 blíže přibližuje tento princip. Zjednodušeně můžeme říct, že menší částice budou odrážet světlo do velkých úhlů a naopak velké částice do malých úhlů. Tato metoda je možná pouze



Obr. 1.6: Nástin principu laserové difraktoškopie [7]

offline, na druhou stranu umožňuje měření nejen suchého a mokrého materiálu, ale i aerosolu, to vše typicky v oblasti od 10 nm do $3500\ \mu\text{m}$. Výstup metody je uveden jako průměr kulové částice ekvivalentního objemu. [8]

Největšího měřitelného rozsahu dosahují přístroje používající pro zpracování dat teorii Mie (angl. Mie theory). Tato teorie vyžaduje znalost optických vlastností měřeného materiálu i média, ve kterém je materiál přenášen. Konkrétně se jedná například o refrakční index, neboli index lomu. Tyto parametry si může uživatel dohledat v obvykle dostupných materiálech od výrobce měřeného média. Programy pro ovládání přístrojů pro granulometrii pomocí laserové difrakce jsou často vybaveny i databází optických vlastností běžně používaných materiálů, případně je možné si například právě index lomu ručně doměřit. [8]

Alternativní zpracování dat laserové difrakce nabízí Fraunhoferova aproximace. Tento postup nevyžaduje výše zmíněné optické vlastnosti o materiálu jako vstupní proměnou. Minimální velikost měřených částic se použitím Fraunhoferovy aproximace zvýší na $1\ \mu\text{m}$ (dle [1]), dle výrobce Malvern Panalytical je třeba brát s rezervou výsledky analýzy částic menších než $50\ \mu\text{m}$. Většina zařízení na trhu umí data zpracovávat oběma způsoby, aby zajistily uživateli maximální volnost. [8]

Jako příklad zařízení pro granulometrii pomocí laserové difrakce bych rád uvedl řadu Mastersizer 3000 (na obrázku 1.7) od výrobce Malvern Panalytical, na které nastíním běžnou práci se zařízením tohoto druhu. *(Poznámka autora: Mastersizer 3000 jsem vybral, protože mi její zástupci firmy Malvern Panalytical ukázali zevnitř*

a velmi ochotně odpověděli na mé dotazy při získávání informací pro tuto rešerši na veletrhu Analytica 2022, za což jim tímto děkuji.)

Mastersizer 3000 využívá jako koherentní zdroj světla (neměnný ve frekvenci a fázi)



Obr. 1.7: Mastersizer 3000 a rozptylové jednotky [9]

He-Ne laser, ostatně jako dnes již drtivá většina výrobků, který následně přes kombinaci zrcadel směřuje na tok částic a z nich sbírá odražené paprsky na detektoru. Částice jsou do přístroje dopraveny pomocí speciálních rozptylových jednotek, které je třeba k přístroji dokoupit zvlášť od výrobce přístroje. Tyto jednotky se liší maximálním objemem materiálu, který pojmu a suspenzí materiálu, tedy mokrou či suchou. Úkolem rozptylové jednotky je dostat vzorek materiálu do těla přístroje tak, aby nebyl poškozen (nárazy se mohou částice rozpadnout na menší, čímž by se znehodnotilo celé měření) a také tak, aby byly všechny částice rovnoměrně představeny laseru v průběhu celého měření. Příliš mnoho částic najednou by mohlo znemožnit přístroji jednotlivé odrazy rozeznat a správně vyhodnotit. K přístroji Mastersizer 3000 je možné přikoupit jednotku pro focení vzorků a tím tak získat i data o tvaru částic. Produkty řady Mastersizer 3000 se chlubí vysokou přesností a opakovatelností měření. Konkrétně přesností 0,6 % a opakovatelností $< 0,5$ % při měření kalibračních polystyren-latexových částic. [7]

Metoda laserové difrakce je na první pohled velice přesnou a až vše-spásnou metodou analýzy distribuce velikosti částic materiálu. Umožňuje měřit různé druhy materiálů dopravovaných pomocí suchého i mokrého média, ve velkém rozsahu (relativně, maximální velikost měřených částic je pro některá odvětví nepoužitelná), produkty na

trhu nabízí plně automatizované měření a okamžitě dostupná data s komplexními možnostmi následné analýzy a prezentací výsledků. Vysoká přesnost a opakovatelnost v rámci jednoho vzorku je sice hlavní předností této metody, je ale také jedna z jejích hlavních nedostatků. Při použití jednoho vzorku pro několik měření za sebou (bez toho, aby vzorek opustil přístroj) je sice přesnost a opakovatelnost této metody výborná, ale to stejné neplatí pro dílčí části toho stejného vzorku. Sperazza et al. [10] zjistil, že pokud z jednoho vzorku změříme několik dílčích částí zvlášť, je každá diametrálně jiná oproti výsledku měření celého vzorku, čímž je přesnost a opakovatelnost měření jako takového řádově horší. Tímto může vyvstávat problém pro laserové přístroje pro granulometrii, které typicky využívají k analýze pouze malé množství materiálu (0,3 - 0,5 g), když u ostatních sedimentačních či síťovacích metod můžeme najednou analyzovat desítky gramů materiálu. Tímto problémem se zabývali Miller a Schaetzl [11]. Závěr jejich práce je návrh použití následujících statistických veličin na výsledky frakcí.

- Kumulativní rozdíl frakce (angl. Cumulative bin difference - **CBD**)
- Průměrný rozdíl frakce (angl. Mean bin difference - **MBD**)

Kumulativní rozdíl frakce je spočten dle vzorce 1.3 následovně.

$$CBD = \sum_{k=1}^n |a_k - b_k| \quad (1.3)$$

kde a je hodnota první části vzorku, b je hodnota druhé části vzorku a n je počet frakcí. Relativně malá velikost vzorku samozřejmě není problém všech aplikací, při kterých může být granulometrie použita. Například farmaceutické laboratoře budou používat vzorky materiálu o hmotnosti řádově jednotek miligramů, výše zmíněný problém je relevantní například pro pedology či plastikářský průmysl.

Průměrný rozdíl frakce je dle Miller et al. spočten vydělením CBD počtem frakcí 1.4.

$$MBD = \frac{CBD}{n} \quad (1.4)$$

Obě veličiny mohou dle [11] pomoci při analýze výsledků granulometrie, pokud chceme použít více vzorků stejného materiálu pro lepší představu o skutečném rozložení velikosti částic materiálu.

Laserová difrakce je pohodlná a přesná metoda analýzy distribuce velikosti částic materiálu, je však vhodná zejména pro zkušené a znalé metodiky laboratoře, protože vyžaduje hlubší znalosti o materiálech a očekávaných výsledcích, než například výše zmíněné síťování. Metoda je možná pouze offline. [12]

1.1.7 Obrazová metoda

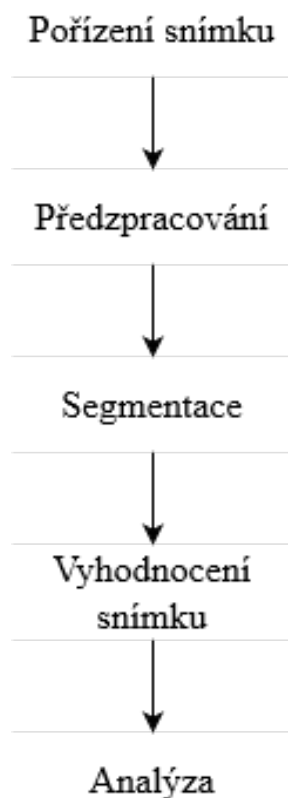
Obrazová metoda granulometrie přináší relativně levnou, přesnou, absolutní metodu analýzy distribuce velikosti částic. Vstupem metody jsou černobílé či barevné

2D snímky materiálu rozmístěného do roviny tak, aby se materiál nepřekrýval. Obraz může být pořízen fotoaparátem, plošným skenerem či mikroskopem. Kvalita fotografie je důležitá a ovlivňuje veškeré následující operace s ní. Pořízená fotografie může být zpracována buď na místě měření, nebo později manuálně nebo automatizovaným programem pro analýzu. Metoda se řadí mezi offline metody a jejím výstupem je nejen velikost objemu ekvivalentní koule, ale i informace o tvaru částic. [12]

Postup metody je naznačen na obrázku 1.8. Nyní budou popsány dílčí kroky metody:

- **Předzpracování** - Obraz musí být před následujícími kroky vhodně zpracován tak, aby z něj bylo možné digitálně vyčíst co nejvíce parametrů používaných při obrazové analýze. U černobílých snímků se typicky použije prahování, neboli stanovení hodnoty světla, nad kterou bude vše bílé a naopak, většinou na základě histogramu. U barevných snímků může být na místě úprava kontrastu (zesvětlení, ztmavení), aplikace barevných filtrů, nebo převedení do jiného barevného modelu, například HSV či HSL.
- **Segmentace** - Předzpracovaný obraz je následně analyzován buď manuálně pomocí porovnávání s měřítky a šablonami, či programově pomocí zvolených aparátů. V obrazu se mohou pomocí detekce hran a objektů hledat a rozpoznávat předdefinované tvary, dle analyzovaného materiálu. U barevných snímků můžeme také rozpoznávat objekty dle barvy. Pokročilé programy nabízí i rozeznávání různých materiálů dle jejich tvarů, barev, či kombinace obojího, v rámci jednoho snímku.
- **Vyhodnocení snímku** - Segmentovaný obraz je dalším prahováním zbaven objektů nekorrespondujících s očekávanými výsledky (řádově menší objekty). Zbylé objekty jsou označeny, sečteny a parametrizovány.
- **Analýza** - Plocha objektů je přepočítána na kruh o stejné ploše, z průměru kruhu je stanoven objem ekvivalentní koule částic na snímku. Z obrazu program získá počet a objem objektů na snímku. Dalšími parametry výstupu obrazové metody jsou nejmenší a největší rozměr částic nebo jejich kulatost. Díky těmto informacím je velice jednoduché určit přibližný tvar částic a tím zkvalitnit samotné měření.

Rozsah velikosti měřených částic záleží na dostupném vybavení laboratoře, ale obecně je metoda použitelná pro částice větší než 1 mm . Metoda je vhodná pro rychlé a levné jednorázové měření, nebo při časté změně měřeného materiálu, bez dlouhého vývoje a nastavování měřicího aparátu. Výhodou této metody jsou poměrně rozsáhlé informace o tvaru měřených částic. Z informace o tvaru částice také vyplývá jasná výhoda a způsob snadného zpřesnění této metody. Na základě tvaru totiž můžeme přepočítat objem ekvivalentní koule částic na přesnější objem a tím celé měření zpřesnit. Pro to je však třeba rozsáhlejší analýza výsledků a z ní vyplývající zpětná vazba a nastavení parametrů programu. Metoda je možná pouze offline a je omezena



Obr. 1.8: Nástin postupu obrazové metody [13]

pouze na suché částice. [1]

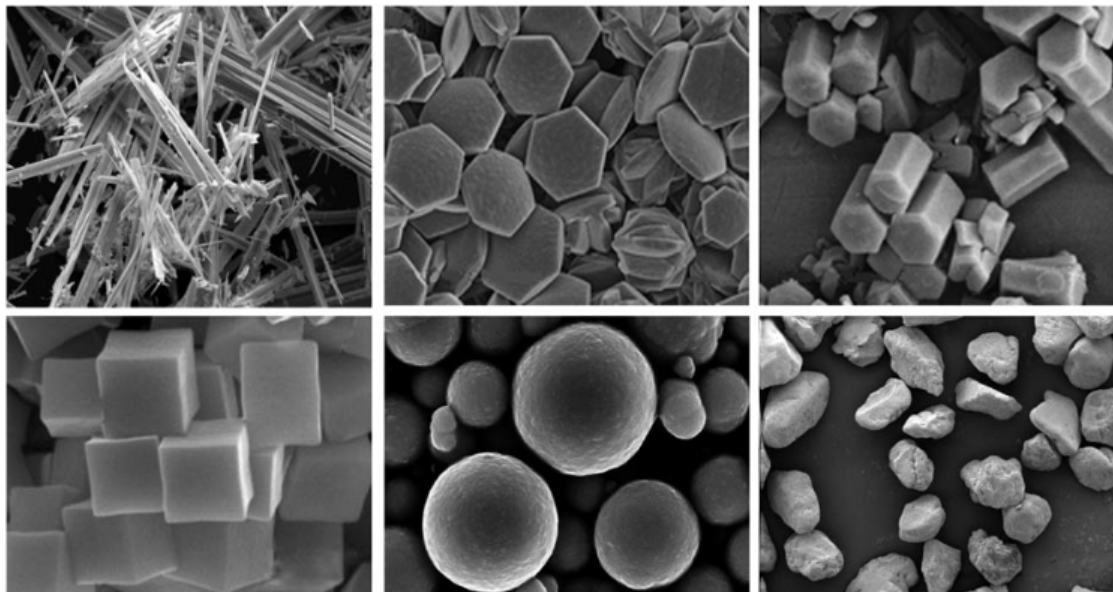
1.1.8 Mikroskopie

Odnoží obrazové metody je mikroskopie. Vývoj a zvýšení dostupnosti technologií, konkrétně mikroskopů a elektronových mikroskopů, v posledních dekáдах otevřel dveře další nové metodě analýzy distribuce velikosti částic. Mikroskopie se rozšířila zejména do farmaceutických laboratoří pro offline analýzu chemikálií a léčiv. Vstup metody je mikroskopová fotografie materiálu, obdobně jako u obrazové metody.

Postup u mikroskopické analýzy je shodný s postupem obrazové metody. Hlavní rozdíl je v rozsahu měřených částic metodou. Díky použití snímku z mikroskopu se rozsah této metody pohybuje od $0,1 \mu m$ do $150 \mu m$, při použití elektronového mikroskopu dokonce od $0,001 \mu m$. Z výše uvedených výhod metody mohou čerpat právě laboratoře v oblasti vývoje. Pro laboratoře provádějící kvalitu kontroly se často vyplatí použití přístrojů na principu laserové difrakce 1.1.6, které jsou vhodnější pro rychlé a robustní měření jednoho typu materiálu. Na obrázku 1.9 je příklad snímků takových materiálů. [12]

Problém s používáním velice malých vzorků nastíněný v Miller et al. [11] je u této

metody také vhodné zohlednit. Metoda je stejně jako výše zmíněná obrazová metoda pouze offline a omezena na suché částice.



Obr. 1.9: Příklady reálných tvarů částic látek ve farmaceutickém průmyslu [12]

1.2 Akustická emise

Akustická emise je obecně definována jako uvolnění energie ze zdroje akustické emise působením vnitřních či vnějších sil. Tato energie je transformována v materiálu na mechanický napěťový impulz, který se materiálem šíří v podobě elastické napěťové podélné nebo příčné vlny. [14]

Při dopadu vlny na rozhraní materiálu a vzduchu se vlna částečně odrazí, ale převážně se dále šíří povrchovou vlnou po transformaci na jeden či více módů. Složka vlny kolmá k povrchu tělesa může být následně detekována snímačem akustické emise, který ji převede na elektrický *signál akustické emise*. Síla vlny je závislá na poloze a rychlosti uvolnění energie při akustické emisi. Zdroje vnitřních sil akustické emise mohou být například vznik praskliny či unikající plyn. K nalezení a identifikaci takových událostí se běžně využívá právě akustické emise. Oblast, kde akustická emise ztrácí na přesnosti, je tvorba pomalých prasklin, které neemitují krátký vysoce energický signál, ale signál s delším uvolněním energie menší amplitudy. Takové signály nemusí být snímačem akustické emise detekovány. [15]

Využití akustické emise je převážně v různých disciplínách technické diagnostiky, mimo jiné pro tyto účely:

- detekce a lokalizace defektů a prasklin
- degradace povrchu (typicky koroze a odlupování povrchových vrstev)
- diagnostika rotačních objektů (vibrodiagnostika turbín, ložisek, převodovek,...)
- rozevírání a svírání ve stěnách tlakových nádob a potrubních systémů
- lokalizace úniků tekutin ze zásobníků a potrubí
- únavové materiálové zkoušky

Akustickou emisi můžeme také využít k analýze distribuce velikosti částic v toku nosného média, typicky ve vzduchu či ve vodě.

Ve velkém množství výše zmíněných aplikací, hlavně při dlouhodobých měřeních, může být najednou přítomno hned několik zdrojů akustické emise. Proto je pro hledání konkrétního zdroje potřeba přistupovat k měření systematicky a volit vhodnou pozici snímače a vhodné frekvenční spektrum, ve kterém bude měřeno. Obecně se mohou signály akustické emise vyskytovat v celém ultrazvukovém spektru, tj. od 20 *kHz* výše. Vyjmutím vln slyšitelného spektra (pod 20 *kHz*) vhodně odstraníme z měřeného signálu složky spojené s běžným provozem zařízení. U některých zařízení mohou být při provozu přítomny i složky v ultrazvukovém spektru, ty je třeba pro správné měření dopředu identifikovat a při vyhodnocování signálu nebrat v potaz. [14]

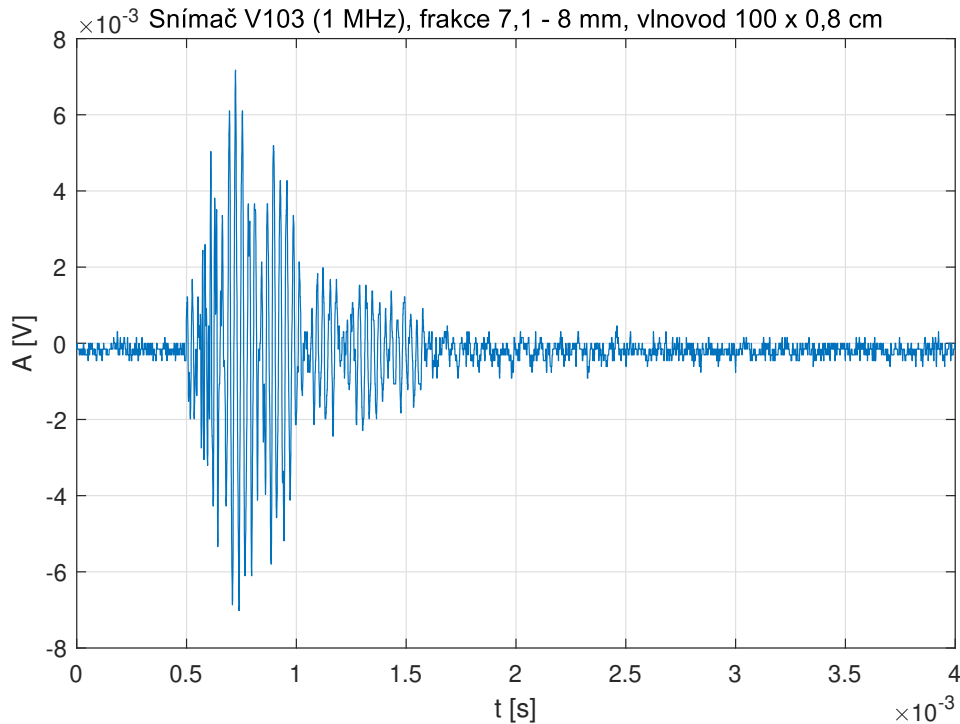
Jevy akustické emise jsou zpravidla přechodové děje, tedy krátké výboje energie. Naměřený signál akustické emise se často může na první pohled jevit jako spojitý delší signál, než přímo impulz, což je způsobeno překrytím několika přechodových jevů za sebou.

Jak již bylo zmíněno, akustická emise může mít podobu jak krátkých impulzů (nespojitou), tak i podobu spojitého signálu. Akustickou emisi tímto můžeme rozlišit a zvláště si rozebrat jednotlivé podoby. [14]

1.2.1 Nespojitá akustická emise

Nespojitá akustická emise je způsobena časově oddělenými jevy, které jsou dlouhé od několika nanosekund do jednotek milisekund. Signál je typicky ve formě tlumených kmitů. Norma ČSN EN 1330-9 (01 5005) [16] definuje nespojitou emisi jako: „výskyt událostí akustické emise, které mohou být časově odděleny“. Nespojitý (impulzní) signál akustické emise je pak na obrázku 1.10. U takového signálu definuje ČSN EN následující parametry:

- Doba náběhu
- Maximum amplitudy
- Práh akustické emise
- Čas
- Doba trvání



Obr. 1.10: Příklad reálného signálu nespojitě **AE**

- Počet překmitů přes práh
- Napětí
- Čas prvního překmitu - dle ČSN EN čas příchodu

Dále také můžeme vyhodnocovat energii impulsu nebo při dlouhodobém měření zjišťovat četnost nespojitě emise, neboli počet jevů **AE** za časový interval. Typickým zdrojem nespojitě akustické emise může být v oblasti technické diagnostiky měnící se trhlina. [14]

1.2.2 Spojitá akustická emise

Oproti nespojitě akustické emisi nelze u spojitě emise události **AE** časově oddělit. Signál se skládá z jednotlivých událostí **AE**, které se navzájem překrývají a také z interferencí různých složek, jako jsou další odrazy vln. Z toho důvodu má signál spojitě akustické emise náhodný charakter. U signálu spojitě **AE** můžeme vyhodnocovat například:

- Střední, efektivní a maximální hodnotu
- Standardní odchylku, rozptyl
- Spektrální hustotu výkonu
- Histogram amplitud

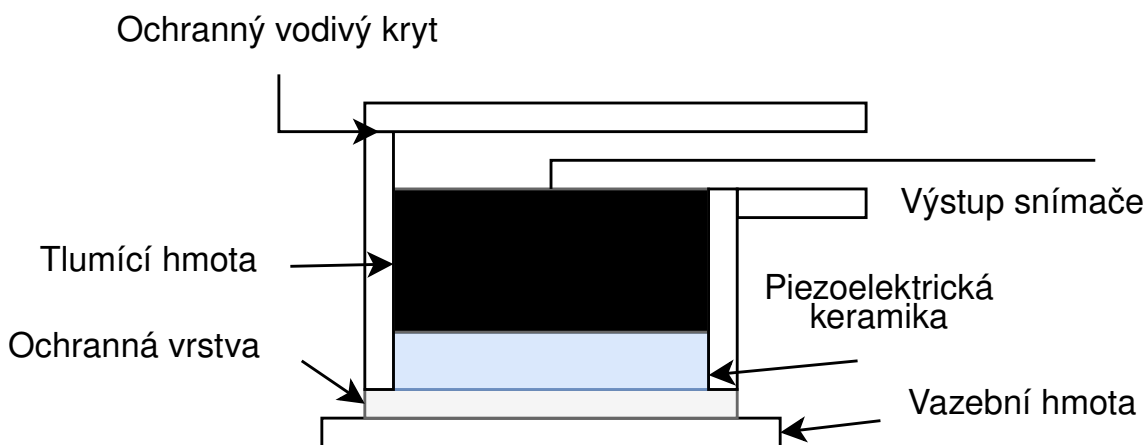
- Četnost překmitů přes práh
- energii signálu

Typickým zdrojem spojitě akustické emise může být v technické diagnostice kavitace nebo únik plynu či kapaliny z nádoby. [14]

1.3 Snímače akustické emise

K detekci jevu akustické emise je potřebný snímací prvek. Takový snímač musí být schopný převést pikometrové výchylky povrchu zařízení na elektrický signál, který bude následně zesílen, digitalizován a zpracován. Nejrozšířenější snímače pro takové účely jsou založeny na principu piezoelektrického jevu.

Piezoelektrické snímače obsahují piezoelektrický snímací prvek, na jehož protějších stranách je generován vysoko-impedanční signál při **dynamické** deformaci piezoelektrického prvku v kolmém směru. Zpravidla se elektrický signál zesiluje předzesilovačem, který je buď přidáván do signálového řetězce, nebo může být přímo součástí snímače. Předzesilovač bývá většinou napájen stejným kabelem, po kterém je veden signál. Čelo snímačů **AE**, neboli kontaktní plocha snímače, může mít různé rozměry, většinou ve velikostech zlomků palců. Velikost čela snímače ovlivňuje frekvenční charakteristiku snímače. Na obrázku 1.11 je naznačena vnitřní konstrukce snímače **AE**. [17]



Obr. 1.11: Vnitřní schéma snímače **AE** [17]

Pro lokalizaci zdrojů **AE** a vad materiálů se typicky používají snímače rezonanční, které se volí tak, aby zesílily právě hledanou frekvenci zdrojů **AE**. Oproti rezonančním snímačům se liší svojí vnitřní stavbou, konkrétně tvarem piezo-elementu. Pro získání informací z měřeného signálu bývají vhodnější širokopásmové snímače,

s plošší frekvenční odezvou přes celé frekvenční spektrum.

Snímače se umísťují buď přímo na zkoumané zařízení, nebo pomocí vlnovodu. Umístění pomocí vlnovodu je vhodné, pokud je v okolí zařízení vysoká teplota, nebo je měřené místo špatně dostupné. Nevýhodou je ztráta citlivosti oproti přímé instalaci asi o 10 - 20 dB. Dle [17] je vhodné před každým měření **AE** provést sekundární kalibraci měřicího řetězce a při trvalé instalaci je také vhodné provést test rychlosti šíření na dané konstrukci.

1.4 Šíření vln **AE** ve vlnovodu

Kompletní popis šíření dynamické napjatosti tělesa vznikající jevem **AE** je komplexní problematikou nad rámec této práce. Pro zjednodušení se často používá, zejména pro svoji názornost, tzv. paprsková reprezentace. Paprsková reprezentace představuje šíření elastických napětových vln v tělesech pomocí vlnoploch a paprsků. V praxi paprsková reprezentace platí pouze přibližně. Paprsky a vlnoplochy **AE** se skládají z vln. [17]

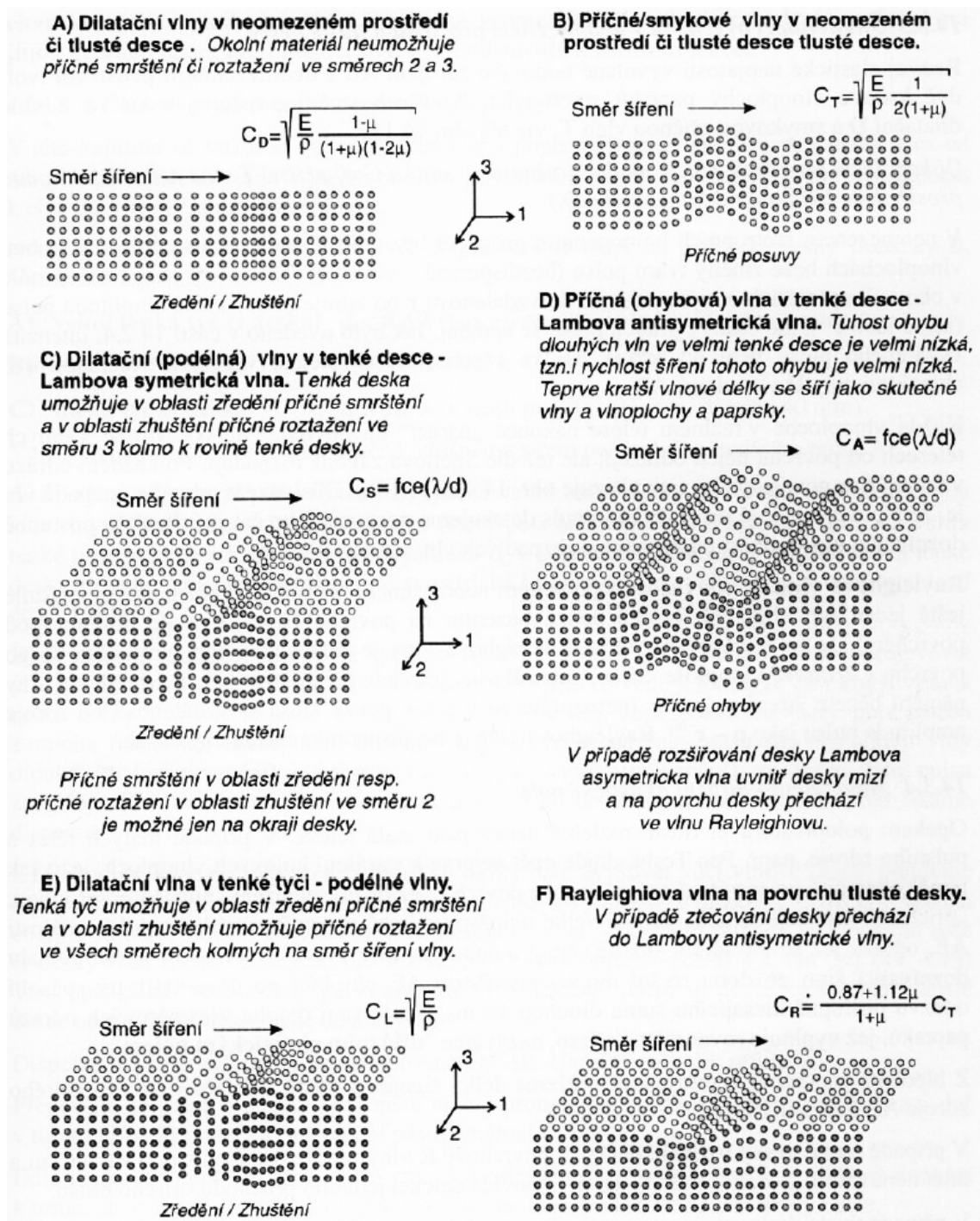
Vlnová reprezentace šíření energie v materiálu je bližší skutečnému dění uvnitř materiálu. Pulz **AE** šířený materiálem lze matematicky vyjádřit jako součet vln různých frekvencí. Na obrázku 1.12 jsou vyobrazeny základní typy šíření vln v desce, resp. v tyči. Zda je tyč tlustá či tenká záleží na podílu vlnové délky a průměru tyče (rozměru desky), u podélné a ohybové vlny záleží také na frekvenci signálu. [17]

1.5 Zpracování signálu

Na základě charakteru akustické emise můžeme nastínit a popsat vybrané metody pro zpracovávání signálu. Tyto postupy jsou aplikovány a testovány na reálných naměřených datech v praktické části této práce.

1.5.1 Diskrétní Fourierova transformace

Signály měřené v této práci budou převedeny měřicí kartou do diskrétní konečné řady hodnot. Takovou řadu můžeme do frekvenční oblasti převést diskrétní Fourierovou transformací. Ta přiřadí řadě o konečné délce N jinou řadu o konečné délce n , kde každý prvek odpovídá magnitudě a fázi konkrétní frekvenční složky původního signálu. Diskrétní Fourierova transformace se používá na analýzu spektrálních složek signálu, případně jeho šumu. [18]



Obr. 1.12: Zjednodušený přehled typů vln [17]

1.5.2 Výkonová spektrální hustota

Výkonová spektrální hustota (dále PSD, z angl. power spectral density) je míra rozložení výkonu signálu jako funkce frekvence. Často se používá k analýze náhodných signálů, jako jsou šumová nebo vibrační data.

Oproti diskrétní Fourierově transformaci je výkonová spektrální hustota užitečná pro identifikaci frekvenčních složek, které nejvíce přispívají výkonu signálu. [18]

1.5.3 Oktávová analýza

Oktávová analýza je metoda převážně používaná pro frekvenční analýzu zvuků a vibrací. Metoda rozděluje frekvenční spektrum na pásma, obvykle o velikosti jedné oktávy. Oktáva je rozsah frekvencí, kdy horní frekvence pásma je dvojnásobek dolní frekvence pásma. Oproti PSD může být (v závislosti na typu signálu) oktávová analýza názornější formou frekvenční analýzy spektra signálu.

Velkou výhodou oktávové analýzy je, že její implementace je možná jak na softwarové, tak i hardwarové úrovni. Zpracování zahrnuje soubor pásmových filtrů napříč zvoleným frekvenčním rozsahem, z jejichž výstupu je vypočtena střední hodnota. Střední hodnoty jsou následně vykresleny jako spektrogram s logaritmickou osou X. Pásma oktávové analýzy můžeme také dělit na menší díly (např. $\frac{1}{3}$ nebo $\frac{1}{12}$), které nám dají jemnější rozlišení v ose X. Takto dělená data však mohou být zkreslena šumem a jsou náročnější na výpočet. V tu chvíli už může stát za zvážení použití konkrétnější metody, jako je například Fourierova transformace. [19]

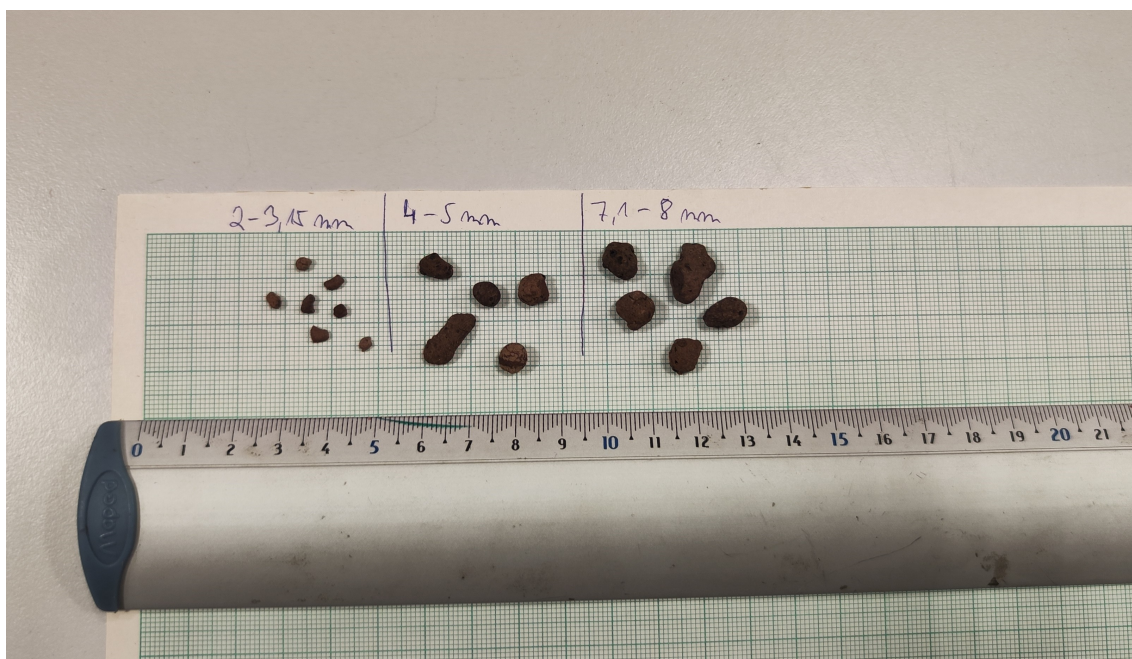
2 Stanovení měřicího řetězce

V této části je popsán postup úvodního měření a z něj vycházející výstupy. Dále je v této kapitole navržen následující postup a směr zbytku práce.

První měření mělo následující cíle:

- Popsat měřicí přípravek a jeho části
- Vyzkoušet ovládání měřicí karty a nastavení měřicího řetězce
- Naměřit a zpracovat signály **AE** při dopadu jedné kuličky materiálu různých velikostí
- Naměřit a zpracovat signály **AE** při dopadu většího množství kuliček (hmotnost směsi minimálně 200 g) různých velikostí

Jako testovací materiál pro tuto práci byl zvolen keramzit, konkrétně produkt s označením Liapor. Jedná se o materiál vyráběný chemickým a tepelným zpracováním jílu



Obr. 2.1: Granule keramzitu

v podobě umělého kameniva [20]. Má kulovitý nepravidelný tvar zrn o velikosti od zhruba 1 mm do více než 10 mm. Z keramzitu byly metodou sítování separovány tři frakce o velikostech 7,1 - 8 mm, 4 - 5 mm a 2 - 3,15 mm. Právě svojí nepravidelostí keramzit pomůže simulovat použití reálných materiálů a napomůže tak ověření praktického využití metody. Příklad tvaru různých granulí keramzitu jedné frakce je na obrázku 2.1.

2.1 Popis měřicího přípravku a měřicího řetězce

Konstrukce měřicího pracoviště byla sestavena již před zahájením této práce. Na obrázku 2.2 můžeme vidět celé pracoviště. V horní části je násypka s padacími dvířky pro kontrolované vypouštění materiálu. Pod násypkou je válec pro usměrnění materiálu, v jehož spodní části jsou protilehlé díry pro umístění vlnovodu. Spodní část násypky je od vlnovodu vzdálená 68 cm. Pro experiment byly použity následující komponenty:

- Kulatý, nerezový vlnovod o průměru 8 mm
- Snímač **AE** Olympus V103 - Rezonanční frekvence 1 MHz, velikost kontaktní plochy 0,5 in. (13 mm), pravoúhlý výstup s BNC konektorem, bez vnitřního zesilovače
- **AE** měřicí karta Dakel ZEDO-22, viz. 2.1.1
- Osobní počítač s programem pro ovládání měřicí karty ZEDO Daemon

Vlnovod byl závitem M6 upevněn do kuželové příruby, na obrázku 2.3 je vidět celý držák snímače, vlevo se nachází závit pro vlnovod. Na čelo příruby byl mechanicky přitlačen snímač **AE** Olympus V103, který byl připojen BNC-BNC kabelem do kanálu A měřicí karty DAKEL ZEDO-22. Na kontaktní plochu snímače byla pro snížení ztráty síly signálu na přechodu nanosená tenká vrstva vazební hmoty. Schéma měřicího řetězce je na obrázku 2.4. Měřicí pracoviště bylo také využíváno pro výzkum užití optické metody pro granulometrii a velké část přípravků na obrázku 2.2 jsou různé části osvětlení.

2.1.1 AE měřicí karta Dakel ZEDO-22

Měřicí karta Dakel ZEDO-22 je speciálně navržená karta pro zachycování signálu **AE**. Jedná se o kompaktní dvoukanálovou verzi modulárního systému ZEDO-BOX, která podporuje měření až stovek **AE** kanálů najednou. Obsahuje mimo jiné 2 nezávislé, galvanicky oddělené **AE** kanály [21]. Následuje přehled technické specifikace karty:

- Kanály: 2x **AE**, 1x **AUX**
- Zesílení **AE** vstupů: 0 - +70 dB
- Frekvenční rozsah **AE** vstupů: 30 kHz - 2 MHz
- Napěťový rozsah **AE** vstupů: 10 V_{pp} při vnitřním zesílení 0 dB
- Vzorkovací frekvence **AE** vstupů: 10, 8, 5, 4, 2 nebo 1 Ms · s⁻¹, 16 bit rozlišení
- Několik módů triggeru (hladina signálu, fyzický kanál karty, externí,...)
- 3 nezávislé detektory hitů pro každý **AE** kanál



Obr. 2.2: Měřicí pracoviště



Obr. 2.3: Držák snímače

2.1.2 Nastavení programu ZEDO DAEMON

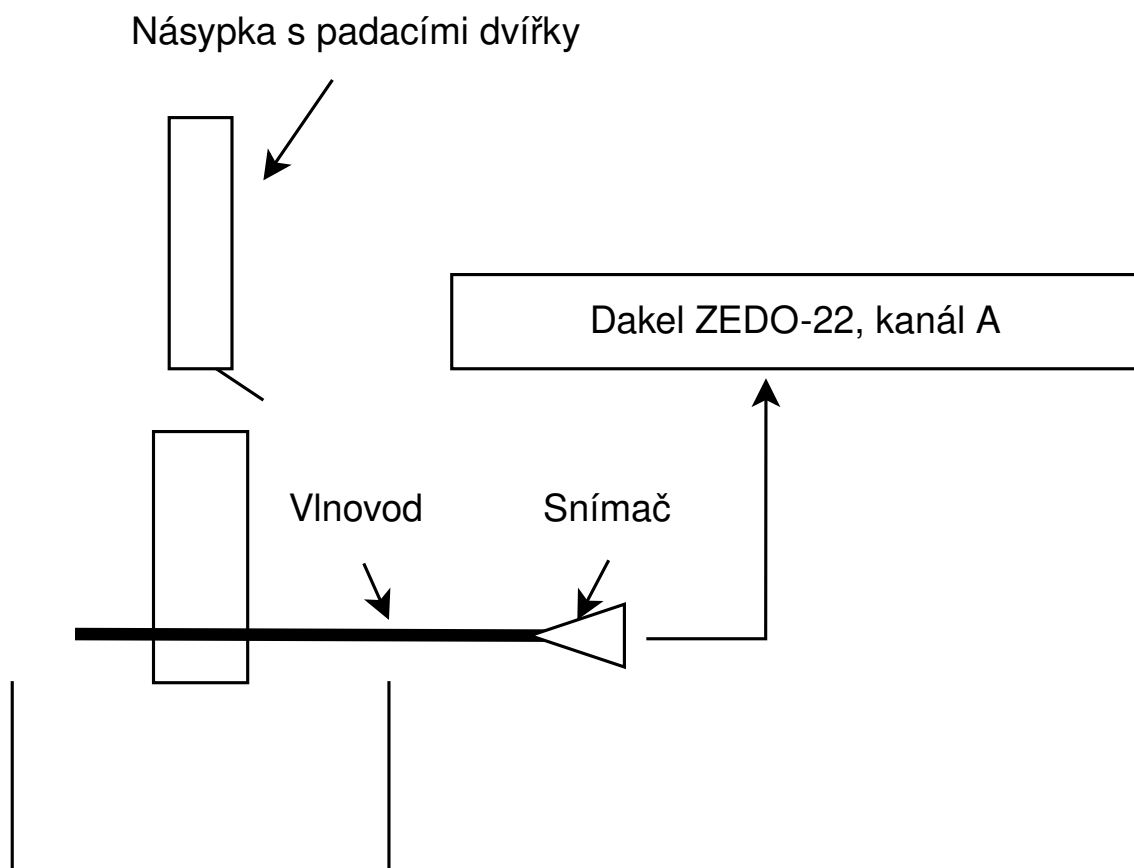
Kompletní návod k ovládání měřicí karty je v příloze A, v této části jsou popsány pouze ty nejdůležitější aspekty měření, které byly před měřením nastaveny. Zejména se jednalo o následující parametry:

- Vzorkovací frekvence: 2 MHz
- Threshold trigger: 1 mV
- Pre-trigger: 5 ms
- Post-trigger: 20 ms

Po naměření signálu bylo třeba nastavit formát exportování dat pro zpracování v LabVIEW. ZEDO Daemon nabízí široké možnosti nastavení exportu dat. Kompletní nastavení je uvedeno v příloze A, z nich můžeme zmínit ta nejdůležitější:

- AE Sample Files: Text Info file + binary Data file
- AE Sample Data: All available data as continuous stream
- AE Voltage Units: V

Takto nastavený export dat vždy vytvoří soubor s informacemi o měření a nastavení



Obr. 2.4: Měřicí řetězec

karty společně s binárním souborem obsahujícím samotný signál.

2.2 Průběh měření

Po nastavení projektu bylo z každé frakce vybráno 10 granulí keramzitu, jejichž hmotnosti byly zváženy laboratorní vahou Radwag AS 310.R2. Průměrná váha granulí v každé frakci bylo vypočtena dle vzorce 2.1.

$$\bar{m} = \frac{\sum_{k=1}^n m_k}{n} \quad (2.1)$$

kde \bar{m} je průměrná váha [mg], m_k váha kuliček [mg] a n je počet kuliček. Výsledné hodnoty jsou v tabulce 2.1.

Vybrané kuličky byly po jedné pouštěny na vlnovod z výšky 68 cm. Z této výšky dopadaly granule na vlnovod rychlostí dle 2.2.

$$v = \sqrt{2 \cdot g \cdot h} \quad (2.2)$$

Frakce	7,1 - 8 mm	4 - 5 mm	2 - 3,15 mm
Částice 1 [mg]	186,7	35,9	7,8
Částice 2 [mg]	155,6	36,8	14,0
Částice 3 [mg]	243,4	36,9	10,8
Částice 4 [mg]	124,3	40,9	6,3
Částice 5 [mg]	142,6	38,0	10,6
Částice 6 [mg]	136,7	27,6	10,3
Částice 7 [mg]	181,7	43,2	9,2
Částice 8 [mg]	118,4	44,6	7,8
Částice 9 [mg]	196,3	39,5	12,2
Částice 10 [mg]	175,1	44,5	9,5
Průměrná váha \bar{m} [mg]	166,1	38,8	9,9

Tab. 2.1: Průměrná váha granulí keramzitu

kde v je rychlost při dopadu [$m \cdot s^{-1}$], g tíhové zrychlení [$m \cdot s^{-2}$] a h je výška pádu [m]. Po dosazení výšky a tíhového zrychlení $9,81 [m \cdot s^{-2}]$ dostaneme

$$v = \sqrt{2 \cdot 9,81 \cdot 0,68} \quad (2.3)$$

a rychlost dopadu tedy bude

$$v = 3,65 [m \cdot s^{-1}] \quad (2.4)$$

Záznam dat byl spouštěn triggerem dle výše uvedeného nastavení a data byla rozdělena do složek dle frakcí. Při měření se několikrát stalo, že měřicí karta začala sama o sobě triggerovat měření, aniž by docházelo k jevům **AE** a nepřestala ani po odpojení snímače. Řešením bylo pouze restartování měřicí karty vypnutím a následným zapnutím. I tak se ale nepodařilo naměřit sbírku záznamů bez tzv. *ghost-triggered* průběhů.

Při samotném měření bylo vyzorováno, že při použití kulatého vlnovodu nedopadají kuličky keramzitu přímo na střed vlnovodu, ale často jej pouze lehce trefily ze strany. Po zpracování dat bude vhodné zjistit, jestli dopad kuličky nějak ovlivňuje naměřený signál. Kuličky jednotlivých frakcí byly postupně pouštěny z výše zmíněné výšky, dokud nebylo naměřeno více než 10 platných průběhů dopadu kuličky na vlnovod. Takto změřené průběhy budou průměrovány při zpracování dat a získáme tím statisticky dostatečně přesnou představu o chování měřicího řetězce při nastávání jednotlivých diskrétních událostí **AE**.

Spojité průběhy **AE** byly rovněž změřeny. Padající dvířka ovládaná elektromagnetem byly zavřeny a násypka byla naplněna vždy jednou frakcí. Objem násypky

je 3,9 l a byla vždy naplněna centimetr pod vrchní okraj, objem sypaného materiálu byl tedy 3,86 l. Poté byl celý objem vysypán na vlnovod otevřením padacích dvířek. Pro každou frakci bylo změřeno vždy 3 - 5 průběhů, aby bylo možné pro zpracování signálu vybrat nejvhodnější průběh.

2.3 Zpracování naměřených dat

Pro zpracování naměřených dat byl zvolen program LabVIEW společnosti NI. Tato volba byla čistě preferenční, data je možné zpracovávat například i pomocí programu Matlab nebo jiných.

Pro pohodlné a rychlé načtení dat bylo vytvořeno subVI, které umožňuje načítání diskretních signálů ve smyčce a zjednodušuje zpracování dat. Toto subVI vyčte z doplňkového souboru měření zesílení signálu, pomocí kterého bude přepočten signál na odpovídající jednotky a také vyčte vzorkovací frekvenci, jež je nutná pro správné sestavení průběhů signálu. Krom parametrů měření načte program i samotné signály.

Zpracování diskretních signálů bylo pro zachování přehlednosti kódu naprogramováno v druhém subVI. Zde byl signál z AD převodníku přepočítán na napětí dle vzorce

$$U = \frac{10 \cdot ADC \cdot 10^{\frac{-1 \cdot Gain}{20}}}{2^{16}} [V] \quad (2.5)$$

kde U je napětí signálu **AE**, ADC je hodnota z AD převodníku a $Gain$ je celkové zesílení měřicí karty [dB].

Jak již bylo zmíněno výše, mezi soubory se signály z měření se nachází i signály neplatné, ty bylo potřeba z dalšího zpracování vynechat. Toho bylo docíleno vyřazením všech signálů, jejichž maximální hodnota byla menší než 0,2 V. Tím, že naměřená data měla konstantní pre-trigger 5 ms, nebylo třeba ořezávat počátky signálů, ale pouze jejich konce tak, aby měly všechny signály stejnou délku. Délka byla určena experimentálně do okamžiku, kdy se signál začal slévat s šumem.

Z pouze platných signálů byla spočítána výkonová spektrální hustota (PSD) a $\frac{1}{12}$ oktávová analýza, jejich výsledky byly průměrovány napříč deseti signály. Je důležité zmínit, že bylo nejprve zkontrolováno, že u každého signálu jsou frekvenční biny shodné a je tedy možné je navzájem průměrovat a porovnávat. Většinou bylo porovnání spekter signálů názornější ze spektrogramů vytvořených oktávovou analýzou, proto jsou použity i v této práci.

Podobně jako u diskretních signálů z dopadů jednotlivých kuliček byl připraven i program pro zpracování spojitých signálů. Rozdílem bylo prodloužení délky ořiznutí signálu tak, aby všechny signály byly ukončeny ještě v době vybuzení padajícím

materiálem. Průměrování průběhů nebylo použito. Výsledné frekvenční charakteristiky byly společně vyobrazeny do grafů a vyhodnoceny.

Pro zpracování byla použita verze LabVIEW 2021 SP1, protože v době vypracování práce se jednalo o nejnovější verzi LabVIEW podporující toolkit Sound and Vibration, ze kterého bylo stěžejní VI Fractional- octave Analysis.

2.4 Navržené experimenty

Na základě úvodního měření byla navržena sada experimentů, které nám pomohou prozkoumat a definovat vliv jednotlivých částí měřicího řetězce granulometrie pomocí **AE**. Takto vypadá výsledná sada navržených experimentů:

- Vliv tloušťky vlnovodu
- Vliv délky vlnovodu
- Vliv kvality závitového spojení na tlumení signálu
- Vliv tvaru vlnovodu na konzistenci signálu
- Vliv výběru snímače

Koncepce těchto měření, jejich postup a výsledky budou popsány v následující kapitole.

3 Provedení a vyhodnocení experimentů

V této kapitole bude uveden návrh, provedení a vyhodnocení experimentů navržených v předchozí kapitole.

3.1 Příprava materiálu

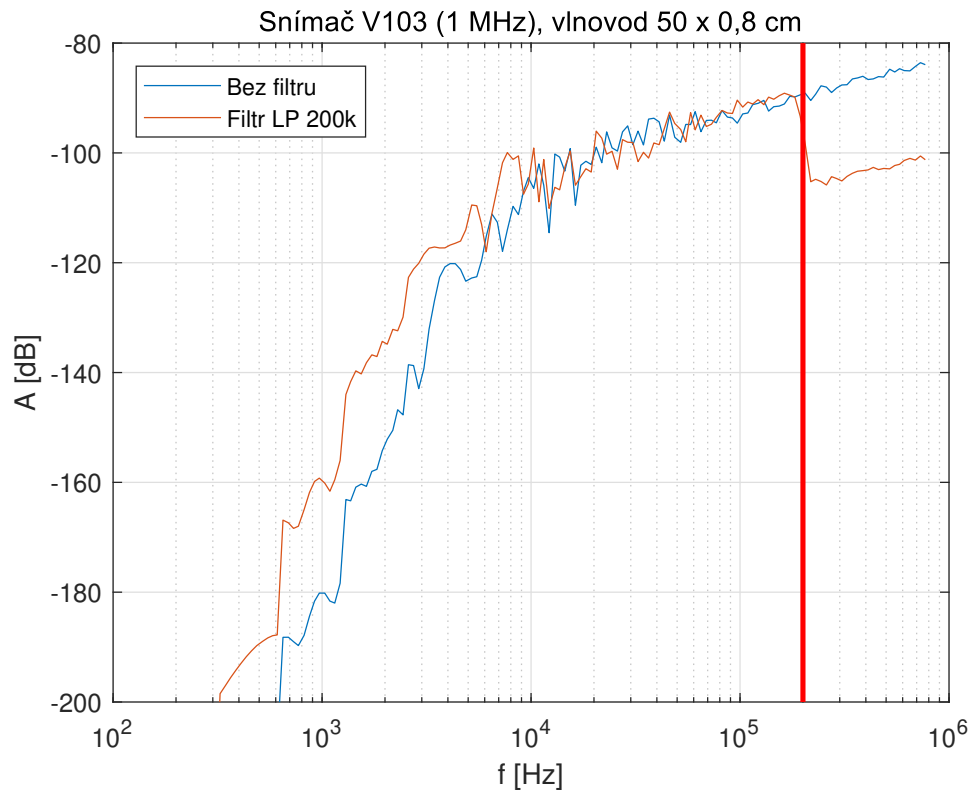
K navrženým experimentům bylo nejprve třeba připravit testovací materiál. Použit byl již zmíněný keramzit (Liapor). Pro jeho roztrídění do jednotlivých frakcí byla použita metoda sítování. Nepravidelný tvar částic keramzitu sice v kombinaci se sítováním nezajistí 100% separaci, ale pro účely této práce je výsledek postačující.

Materiál byl postupně proséván síty, která byla pravidelně vyprazdňována a čištěna od částic zaseklých v mřížce z důvodu blindingu. Z odděleného materiálu byly následně vytvořeny směsi obsahující stejnou hmotnost obou (nebo všech tří) frakcí (dle seznamu níže).

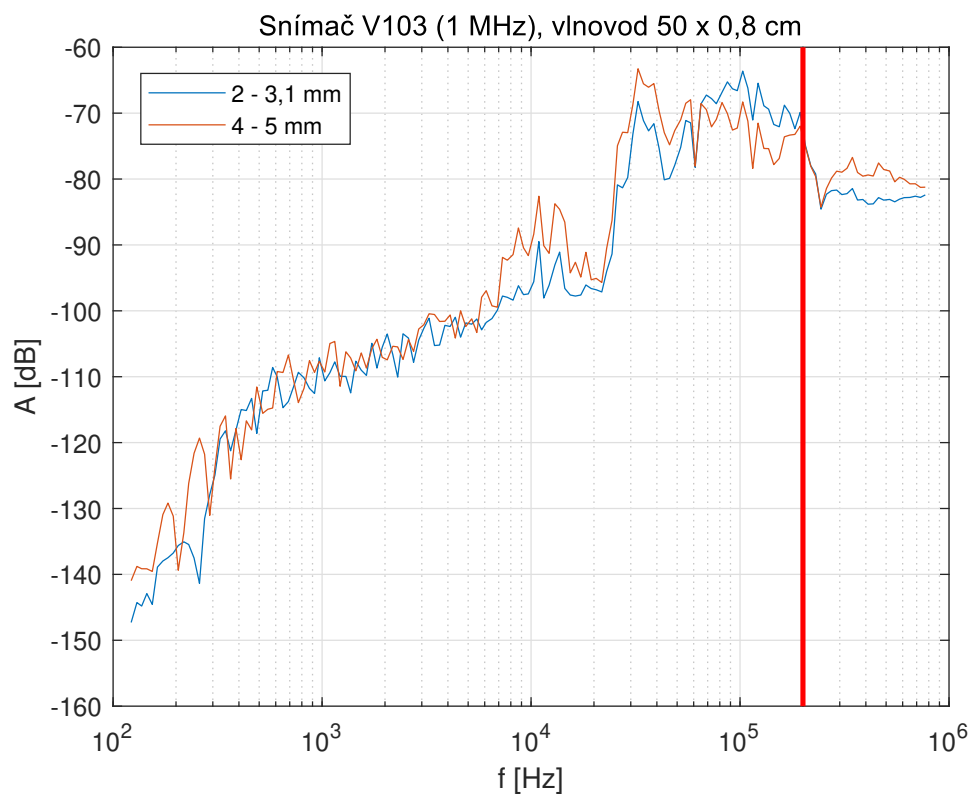
- Frakce 2 - 3,15 *mm* (dále jen frakce A)
- Frakce 4 - 5 *mm* (dále jen frakce B)
- Frakce 7,1 - 8 *mm* (dále jen frakce C)
- Směs frakce A + frakce B
- Směs frakce B + frakce C
- Směs frakce A + frakce C
- Směs frakce A + frakce B + frakce C

3.2 Nastavení vstupu měřicí karty

V úvodním měření byla měřicí karta Dakel ponechána převážně ve výchozím nastavení. Jedno z těchto nastavení se týkalo filtru typu dolní propust na vstupu měřicí karty. Filtr byl nastaven, aby tlumil všechny frekvence vyšší než 200 *kHz*. Při vypnutí tohoto filtru se ihned zvýší šum měřicího kanálu a signál **AE** se v něm začíná ztrácet. Abychom zjistili, jestli zapnutím filtru ztrácíme užitečné informace o signálu, bylo provedeno testovací měření s vypnutým a zapnutým filtrem.



(a) Porovnání šumu s filtrem a bez filtru



(b) Porovnání nefiltrovaných dat

Obr. 3.1: Vliv filtru na signál

Na obrázku 3.1a je vidět porovnání šumu měřicího řetězce s filtrem a bez filtru. V grafu je vyznačena mezní frekvence 200 kHz .

S frakcemi z úvodního měření byly následně naměřeny spojitě průběhy, ale s vypnutým LP filtrem. Ostatní prvky měřicího řetězce (snímač V103 a vlnovod $0,8 \times 50\text{ cm}$) zůstaly nezměněny. Na obrázku 3.1b můžeme v porovnání signálů frakcí menších a větších částic vidět, že nad hranicí 200 kHz se signály navzájem sice mění, ale užitečné informace jsou pro námi zvolené frakce asi do hranice 150 kHz (Frakce 2 - $3,1\text{ mm}$ je dominantní v oblasti okolo 100 kHz). Můžeme tedy i pro ostatní měření filtr nechat zapnutý, čímž bude možné dále používat trigger pro spouštění záznamu průběhů.

3.3 Zajištění správného přenosu signálu

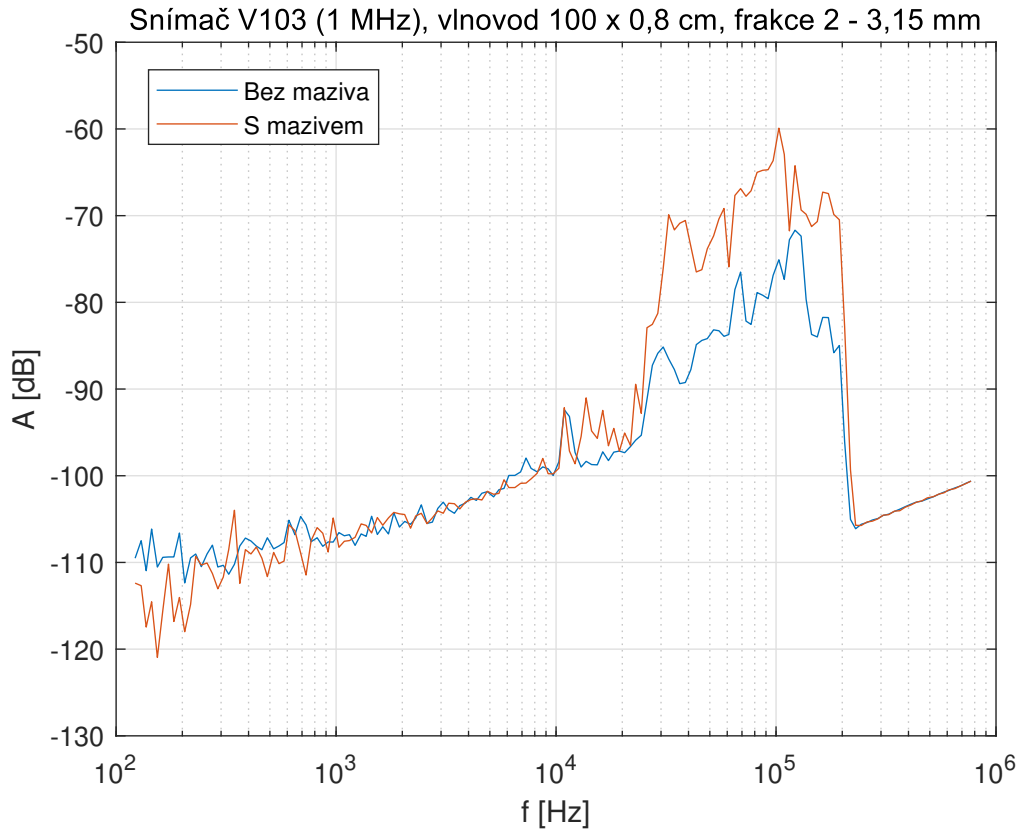
Tím, že byl vlnovod spojen s přírubou snímače pomocí závitu, je velice pravděpodobné, že důsledkem tolerancí závitového spojení dochází k útlumu užitečného signálu. Měla by tomu pomoci aplikace vazební hmoty použité na čelo snímače.

Data byla naměřena s jedním snímačem a jednou frakcí, poté byla nanášena vodivá pasta na závit vlnovodu. Po zašroubování vlnovodu bylo měření opakováno. Jak je vidět na obrázku 3.2, s vodivou pastou je přenos užitečného signálu lepší, jeho energie stoupla o necelých 20 dB . Zbývá měření budou na základě tohoto experimentu provedena s vodivou pastou i na šroubovém spojení.

3.4 Vliv tloušťky vlnovodu

V prvním měření byla jako vlnovod použita nerezová kulatá tyč o průměru 8 mm . Následující experiment byl navržen pro porovnání různých průměrů vlnovodů a jejich vlivu na signál.

Pro měření byly vybrány tři velikosti vlnovodů, a to 6 , 8 a 10 mm . Tato kombinace byla zadána vedoucím na základě aktuálně dostupného materiálu. Tyč s průměrem 6 mm by se měla v okolí 200 kHz dle [17] chovat jako velmi tenká tyč, tedy bezdisperzně (ostrý puls bude zůstat ostrým) a signál v materiálu by se měl šířit jako podélná vlna. Naopak 10 mm tyč by se měla chovat disperzně a ostrý puls by se měl v čase co do délky trvání roztáhnout. Tento průměr vlnovodu je použit v práci Zheng et al. [2]. Tyč o průměru 8 mm bude svým chováním na pomezí mezi výše zmíněnými. Disperze signálu ve vlnovodu by sice neměla mít pro granulometrii vliv, jako například při lokalizaci pomocí **AE**, ale i tak je vhodné vědět, jestli a jak bude tloušťka vlnovodu signál ovlivňovat. Zejména u měření směsí, tedy delšího signálu, by se měl vliv různé rychlosti šíření vln ztrácet.



Obr. 3.2: Porovnání signálu s vazební hmotou a bez vazební hmoty

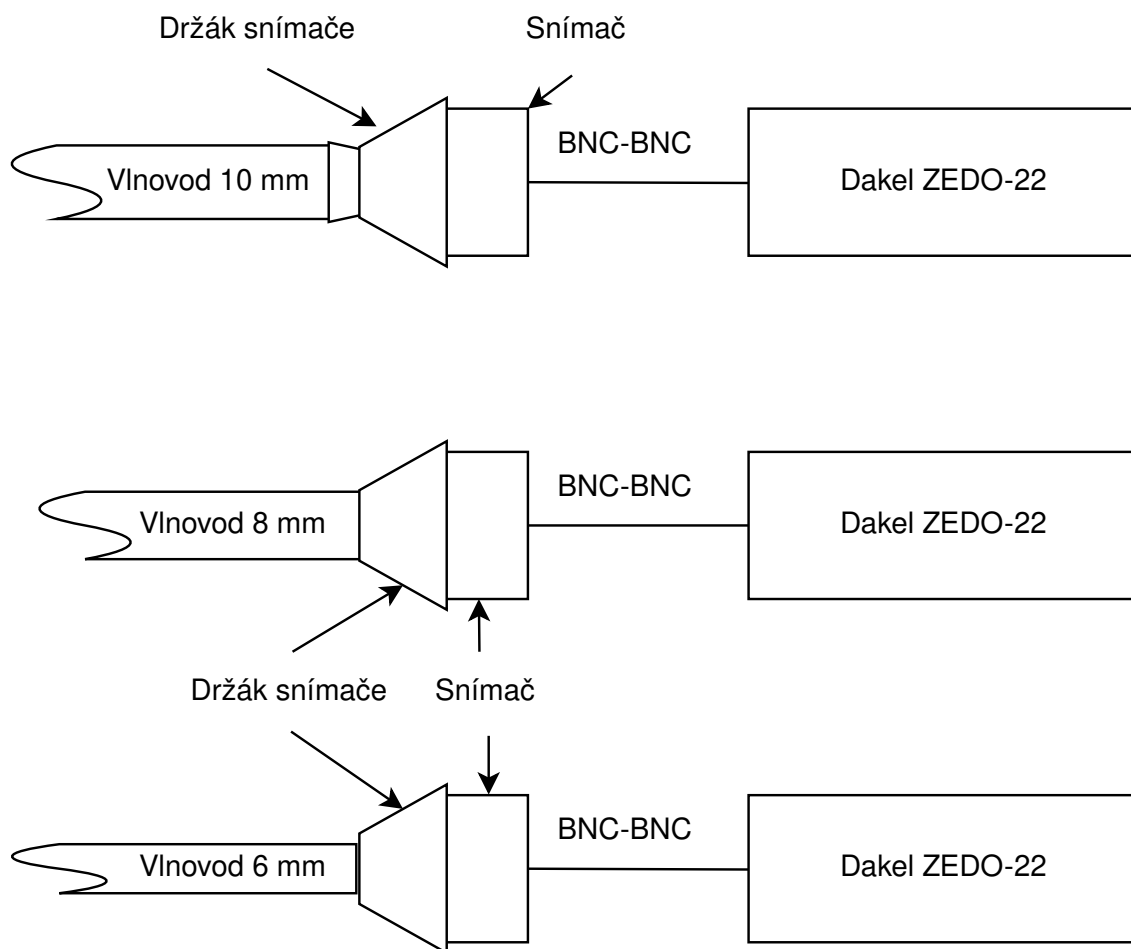
Vlny vyvolané dopadem kuličky na vlnovod se při posunu materiálem odráží a lámou. Zároveň je na přírubě jedna velikost závitu (6 mm) a jinak veliké vlnovody tedy musejí být na konci zkosené, aby nedošlo k odrazům o kolmé stěny zakončení, viz obrázek 3.3.

Budeme sledovat vliv mechanických vlastností vlnovodů na signál, primárně tedy na změny frekvenčního spektra signálu, energii signálu, která by se mohla ztratit kvůli množství materiálu vlnovodu, a nakonec délku signálu jedné izolované instanci **AE**. Energie signálu by se teoreticky mohla s větším vlnovodem zvyšovat, protože zabírá větší část plochy trajektorie padajícího materiálu. Při průměru usměrňujícího válce materiálu 10 cm je celková plocha kudy může materiál padat

$$S_{celk} = 2 \cdot \pi \cdot 10 = 31,4 [cm^2] \quad (3.1)$$

plocha vlnovodu 6, 8 a 10 mm bude v tomto pořadí 6, 8 nebo 10 cm^2 . Nejtenčí z vlnovodů bude zabírat

$$\frac{S_{vlnovodu}}{S_{celk}} = \frac{6}{31,4} \cdot 100 = 19,1 [\%] \quad (3.2)$$



Obr. 3.3: Zakončení vlnovodů

trajektorie a 10 mm vlnovod

$$\frac{S_{\text{vlnovodu}}}{S_{\text{celk}}} = \frac{10}{31,4} \cdot 100 = 31,8[\%] \quad (3.3)$$

To je rozdíl 12 % celkové plochy a větší šance dopadu částice na vlnovod. Měření bude provedeno jak pomocí jednotlivých granulí pro zkoumání diskrétních impulzů, tak formou většího množství směsi materiálu pro zjištění chování vlnovodu při plné saturaci. Postup přípravy a soubor frakcí a směsí je popsán v kapitole 3.1.

3.4.1 Průběh měření

Vlnovod s průměrem 6 mm a délkou 50 cm byl usazen do držáku měřicího aparátu a na jeho konec byla našroubována příruba osazená rezonančním snímačem Olympus V103 (rez. frek. 1 MHz). Zbytek měřicí soustavy, včetně nastavení měřicí karty, byl ponechán z úvodního měření. Nejprve bylo na vlnovod postupně puštěno několik granulí materiálu z jednotlivých frakcí (směsi v tomto případě není třeba používat),

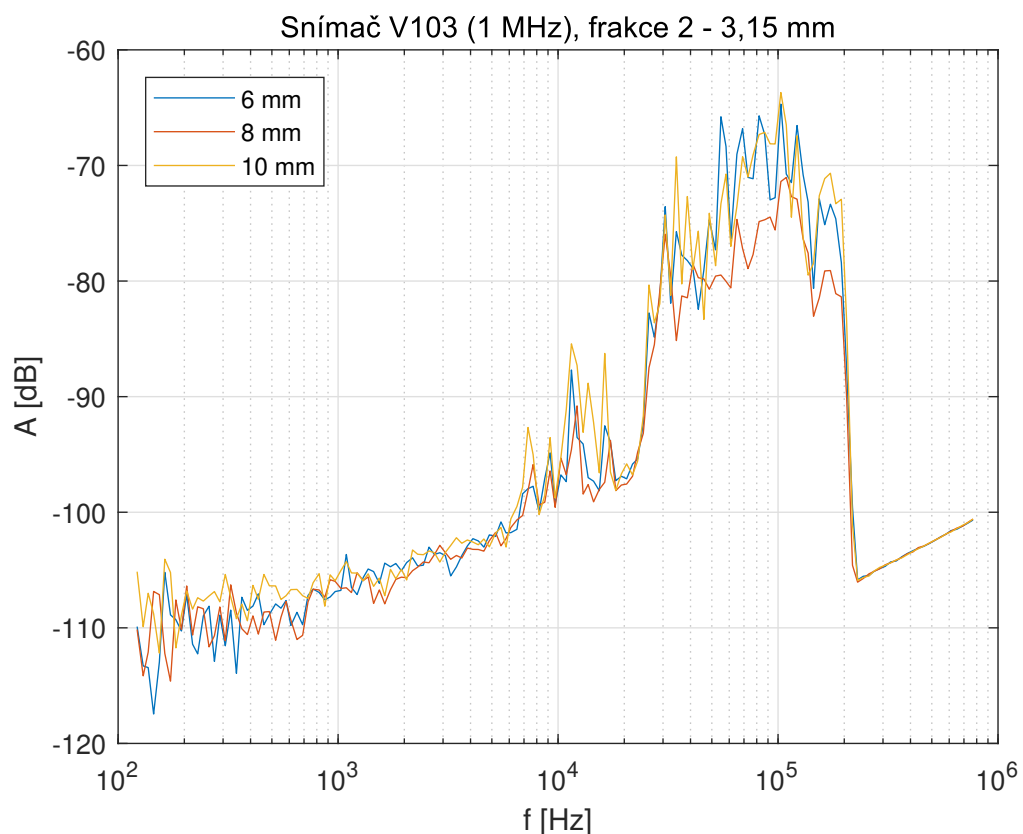
aby byly zachyceny signály diskretních impulzů signálu.

Poté byla naplněna násypka jednou frakcí materiálu a byl změřen spojitý signál vyvolaný větším množstvím materiálu. Postup byl zopakován i se zbylými frakcemi a směsmi.

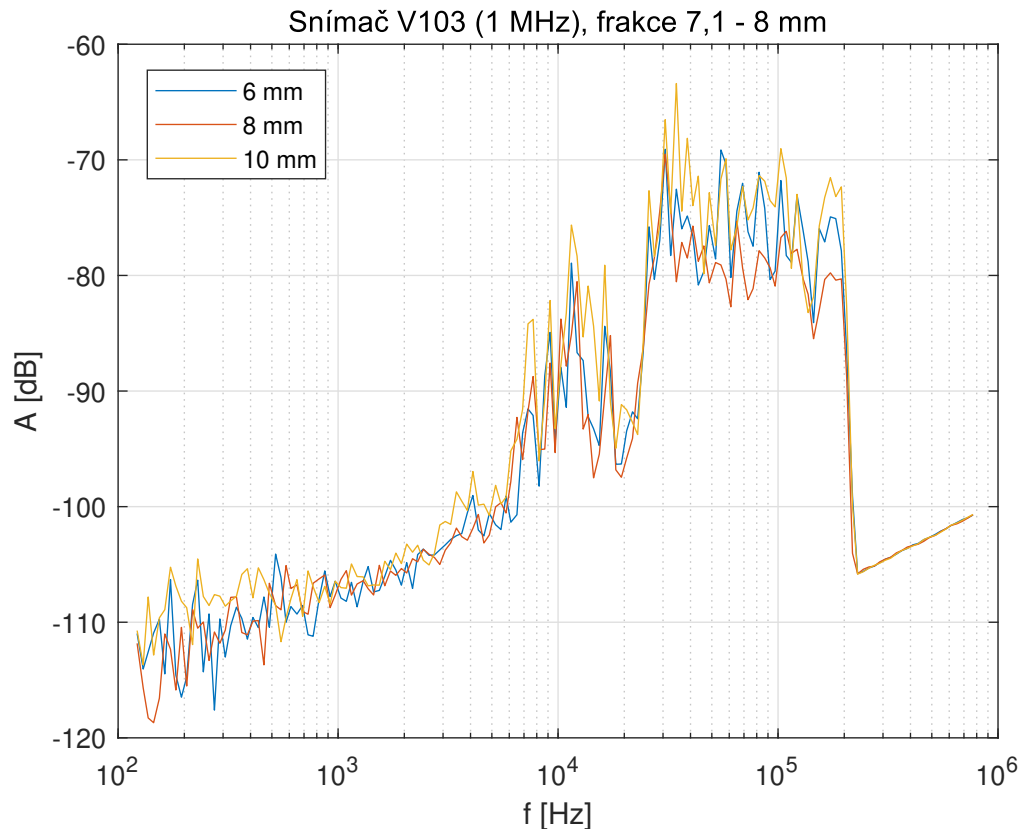
Takto byla následně změřena data i na vlnovodech s průměry 8 a 10 mm. Délka vlnovodů se neměnila.

3.4.2 Vyhodnocení výsledků

Jak je patrné z obrázků 3.4 a 3.5, průměr vlnovodu signál příliš neovlivňuje, signál nejeví známky frekvenčního posunu. Přesto, že 10mm vlnovod zabírá teoreticky větší část dráhy materiálu, nedochází ani k silnější excitaci, která by mohla zvýšit sílu signálu. To je pravděpodobně způsobeno užší násypkou, ze které částice padají převážně kolmo dolů a setrvávají v úzkém proudu. Tloušťka kulatého nerezového vlnovodu v rozmezí 6 - 10 mm znatelně neovlivní výsledky granulometrie pomocí **AE**.



Obr. 3.4: Porovnání různých průměrů vlnovodů, malé částice



Obr. 3.5: Porovnání různých průměrů vlnovodů, velké částice

3.5 Vliv délky vlnovodu

Dle specifické aplikace bývá pro snímání **AE** použit delší vlnovod, ať už kvůli zachování okolního prostředí snímače (například kvůli teplotním omezením), nebo kvůli špatné přístupnosti zařízení. Z fyzikální podstaty **AE** je jisté, že intenzita vln bude se vzdáleností od zdroje klesat, a to hned z několika základních příčin: rozptyl energie, rozpad pulsu, ztráta energie a nebo vliv dráhy na šíření. Více se těmito příčinami zabývá Kopec a kol. [17]

Jak délka vlnovodu ovlivní využití **AE** pro granulometrii je zkoumáno v následujícím experimentu. Zheng et al. [2] ve své práci délku vlnovodu vůbec nezmiňují, používají však na rozdíl od této práce vlnovody ze zirkoniové keramiky, oproti zde použitému nerez. Zmiňují, že materiál zvolili, aby nedocházelo k jeho opotřebením kvůli nárazům pulverizovaného uhlí.

Všechny tloušťky nerezových tyčí zmíněné v předchozím experimentu, tedy 6, 8 a 10 mm, byly zkoumány v délkách 50, 100 a 150 cm. Tyto délky byly vybrány tak, aby měly dostatečný rozdíl v délce navzájem, ale zároveň aby se vešly do laboratoře. Byly

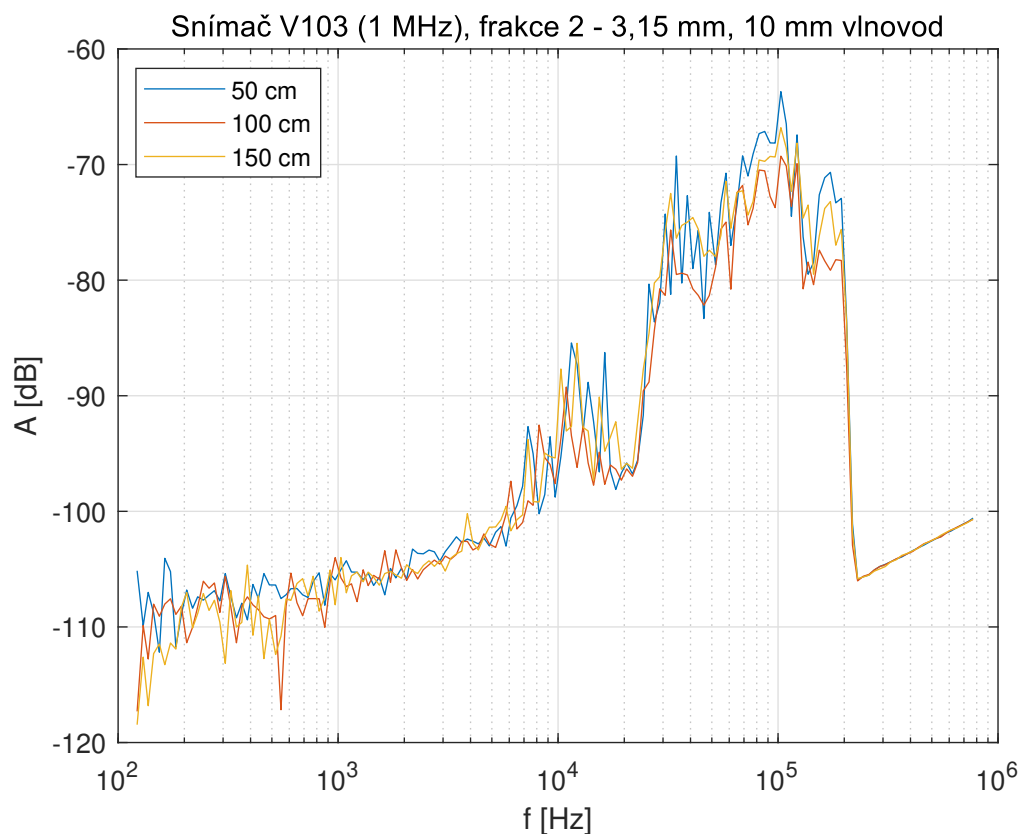
použity stejné frakce a směsi jako již bylo uvedeno dříve v 3.1.

3.5.1 Průběh měření

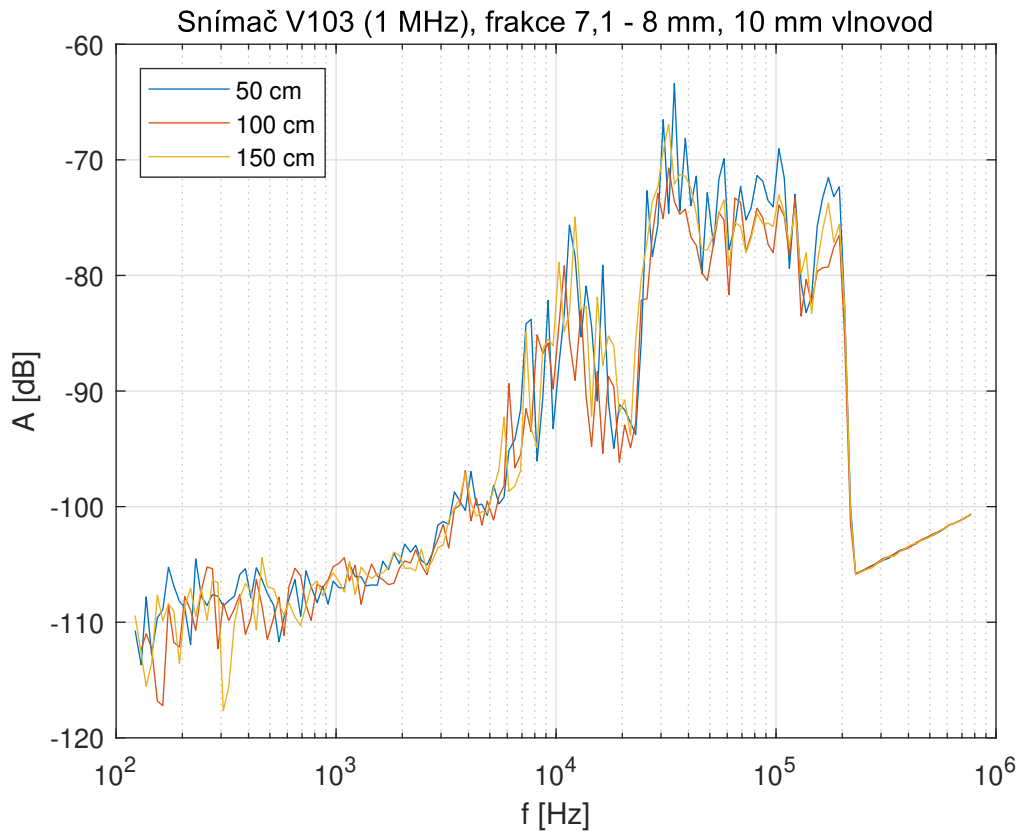
Jelikož data z 50cm vlnovodů již byla získána v předchozím měření, stačilo získat data s použitím tyčí o délkách 100 a 150 cm. U těchto tyčí bylo nutné použít přídavné držáky, aby se vlnovody neprohýbaly pod vahou snímače upevněného na jejich konci. Pro tento účel byly použity laboratorní stojany.

3.5.2 Vyhodnocení výsledků

Délka vlnovodu může být důležitá pro provedení měření specifických aplikací. Jak je vidět na obrázcích 3.6 a 3.7, stejně jako tloušťka kulatých nerezových vlnovodů, tak ani jejich délka nijak zásadně nemění signál **AE**. Podobné chování vykazovaly všechny průměry vlnovodů. Důležité je zmínit, že při měření byly dlouhé vlnovody uchyceny na několika místech, aby zůstaly rovné. Pokud by při reálné aplikaci nebylo možné vlnovod uchytit bez prověsu, výsledky by nemusely být stejné.



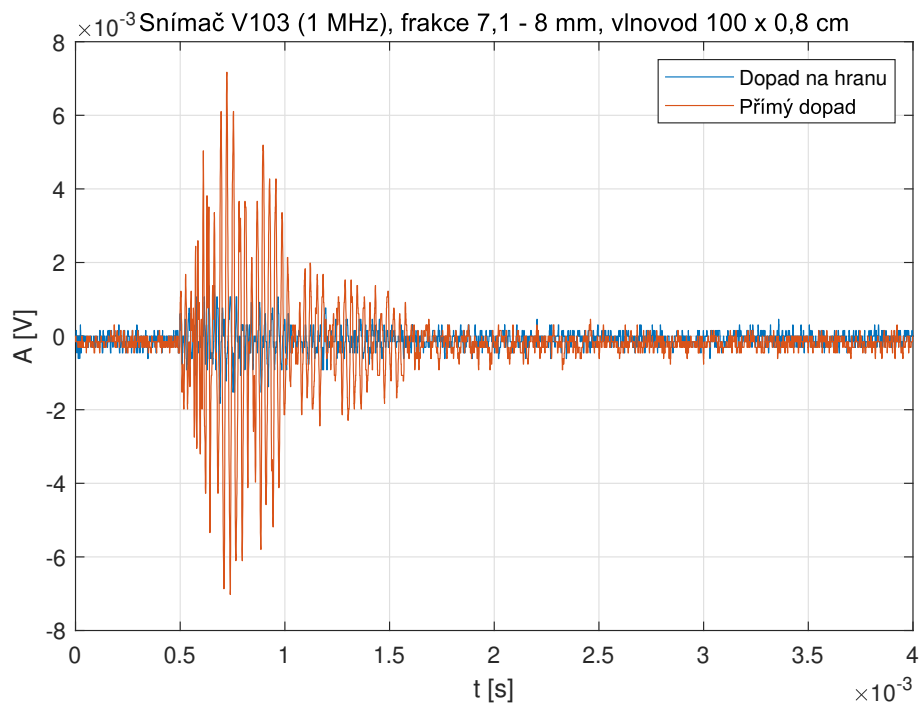
Obr. 3.6: Porovnání různých délek vlnovodů, malé částice



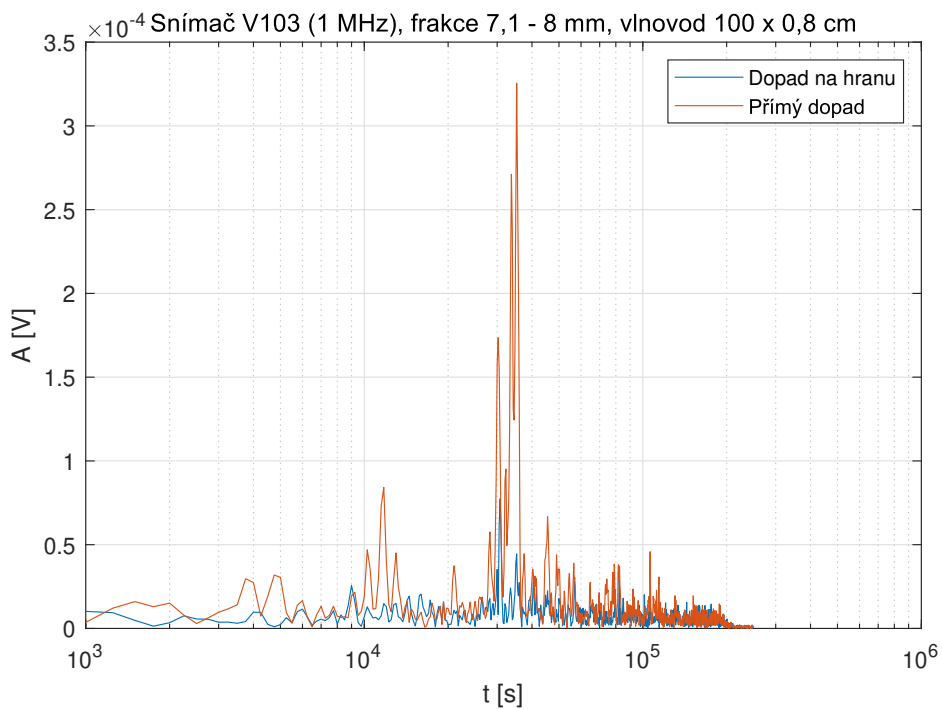
Obr. 3.7: Porovnání různých délek vlnovodů, velké částice

3.6 Kontaktní plocha vlnovodů

Při dopadech jednotlivých kuliček byly vyzorovány časté dopady na okraje kulatých vlnovodů. Takový dopad vyvolá mnohem slabší událost **AE** a energie snímaného signálu je pak menší, příkladem je obrázek 3.8. Excitované frekvence spektra jsou sice mezi signály podobné, ale jejich amplitudy jsou u nepřímého dopadu násobně menší, viz. graf 3.9.

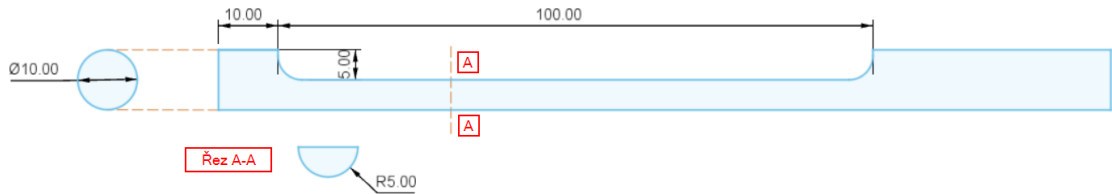


Obr. 3.8: Časový signál různých dopadů částic



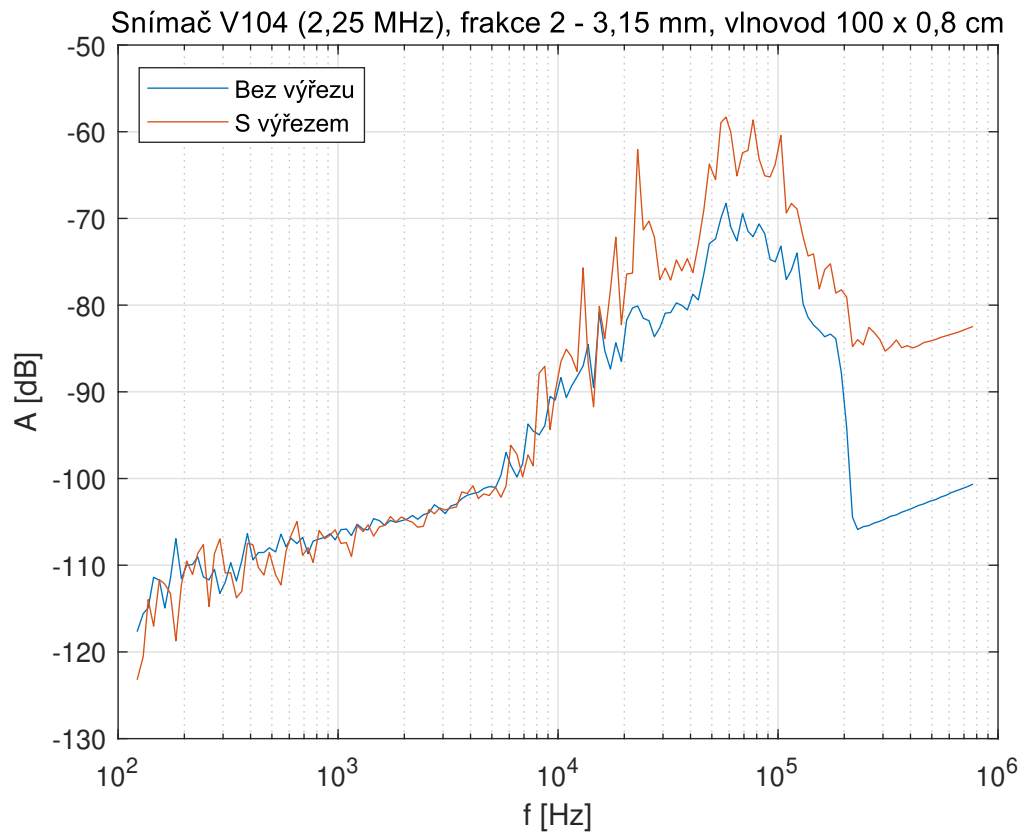
Obr. 3.9: Spektrum signálu různých dopadů částic

Abychom eliminovali dopady na kulatý okraj vlnovodů, bylo navrženo vytvoření ploché dopadové roviny pro částice, obdobné řešení je použito například v práci Zheng et al. [2]. Do dříve použitých kulatých nerezových vlnovodů byla do hloubky jedné poloviny průměru tyčky vyfrézovaná ploška o délce 10 cm, viz náčrt níže 3.10. Pokud upevníme vlnovod, aby plochý výřez směřoval přímo vzhůru tak, aby na něj



Obr. 3.10: Náčrt výřezu vlnovodu

dopadaly částice, můžeme zajistit konzistentní dopad částic na kolmou plochu.



Obr. 3.11: Porovnání vlnovodu s výřezem

S upravenými vlnovody bylo měření zopakováno a bylo provedeno porovnání výsledků. Z grafu 3.11 je vidět, že energie přeneseného signálu vlnovodu s výřezem je celkově vyšší. Zploštění dopadové plochy vlnovodu se zdá být pro granulometrii přínosné.

3.7 Vliv snímačů

V teoretické kapitole práce jsou popsány snímače používané pro **AE**. Již tedy víme, že rezonanční snímače se běžně používají pro lokalizaci zdroje **AE** a snímače širokopásmové se použijí spíše pro analýzu signálu **AE**. V tomto experimentu bylo prověřeno, zda jsou širokopásmové snímače vhodnější i pro granulometrii pomocí **AE**.

Ze snímačů dostupných v laboratoři byla vybrána trojice rezonančních snímačů a jeden širokopásmový, viz. tabulka 3.1. Rezonanční snímače byly vybrány s dostatečným rozestupem rezonančních frekvencí pro porovnání, jak jejich frekvenční odezva ovlivní frekvenční spektrum signálu. Snímače také mají záměrně různé velikosti kontaktního elementu, protože i tento faktor může ovlivnit frekvenční spektrum signálu v oblasti nižších frekvencí.

Označení snímače	Výrobce	Rez. frekvence [MHz] X Frekvenční pásmo [MHz]	Nominální velikost elementu [$in.$]
V101-RM	Olympus	0,5	1
V103-RM	Olympus	1	0,5
V104-RM	Olympus	2,25	1
UT-1000A	PAC	0,1 - 0,95	0,75

Tab. 3.1: Specifikace použitých snímačů

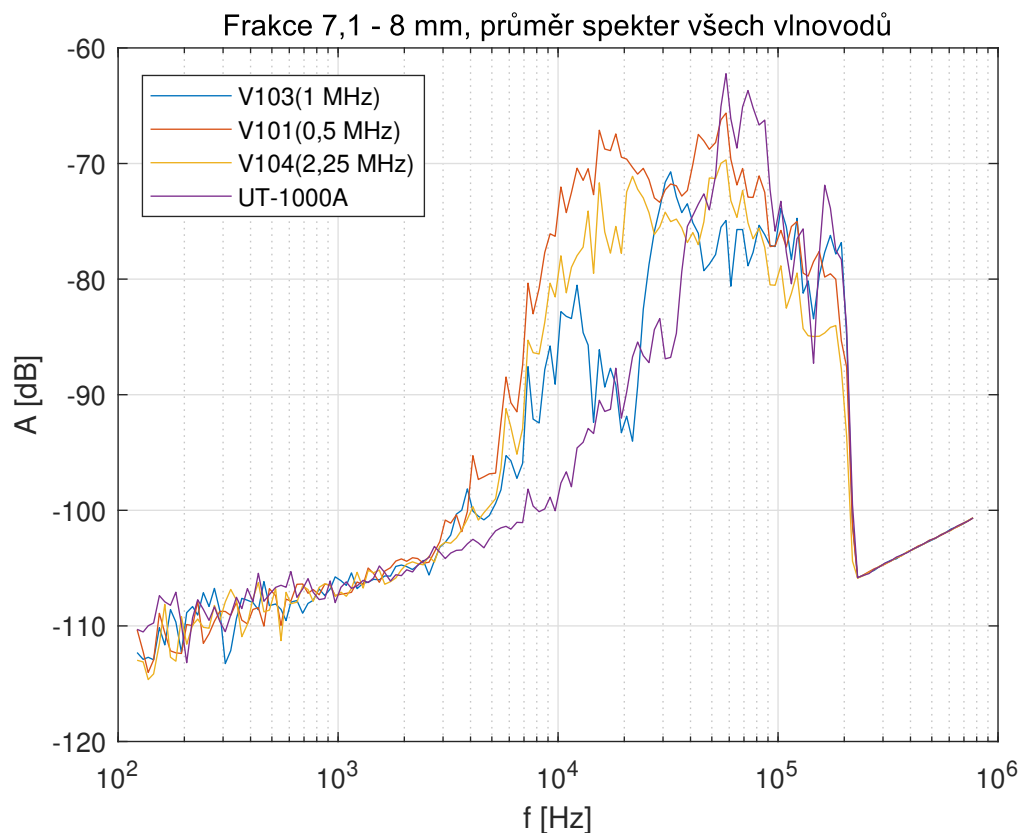
3.7.1 Průběh měření

Při měření dat z předchozích dvou experimentů byly zároveň v měřicím řetězci měněny snímače a data pro tento experiment byla sbírána průběžně s měřením různých délek a průměrů vlnodů. Opět byly použity všechny frakce a směsi z kapitoly 3.1. Oproti předchozím experimentům byla spektra ze všech typů vlnodů zprůměrována. Díky tomu dostaneme co nejpřesnější reprezentaci chování různých snímačů,

což nám bylo umožněno, protože jsme v předchozích měřeních různých délek a průměrů vlnovodů zjistili téměř nulový vliv těchto faktorů na signál.

3.7.2 Vyhodnocení výsledků

Výsledná spektra jednotlivých snímačů jsou vykreslena v grafu 3.12. Snímače s palcovou kontaktní plochou (V101 a V104) mají velice podobné frekvenční spektrum v námi používané oblasti. Oproti tomu snímače s menší kontaktní plochou se projevují útlumem v oblasti mezi 10 a 20 kHz . To je pravděpodobně způsobeno tzv. Aperturním jevem, který je závislý právě na velikosti kontaktní plochy snímače a měřené vlnové délce. Pro použité velikosti částic nejsou snímače V103 a UT-1000A vhodné



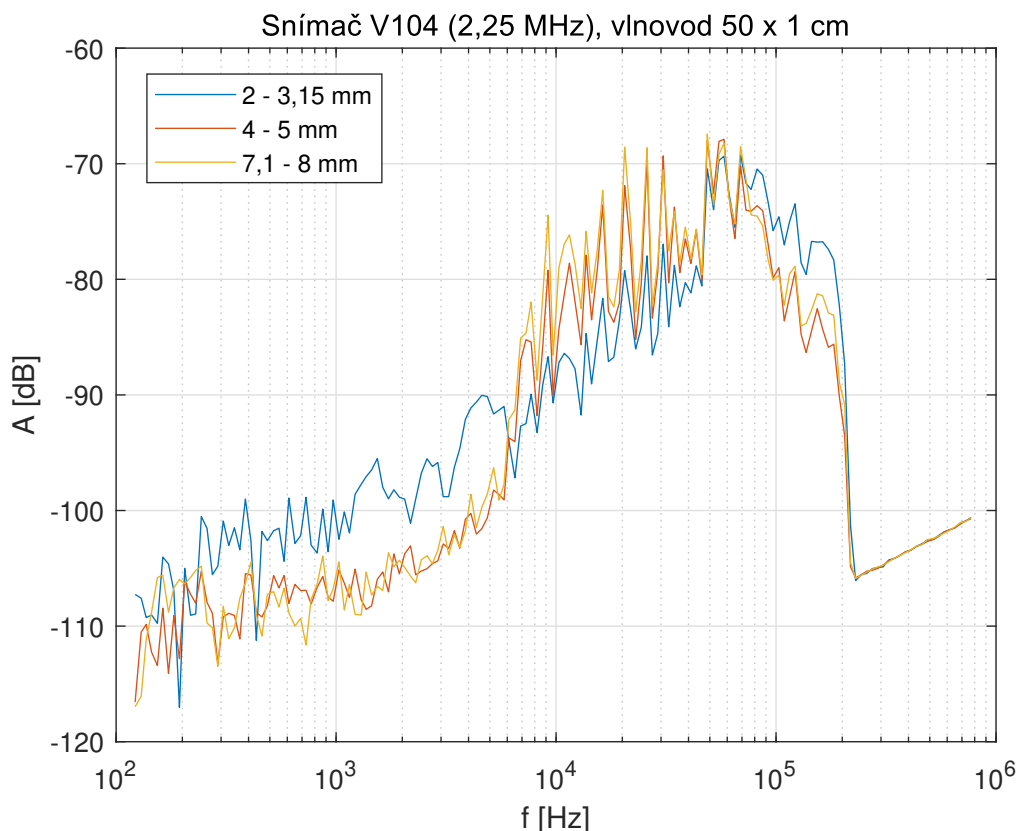
Obr. 3.12: Porovnání snímačů

pro jejich útlum frekvencí v oblasti nižších desítek kHz . Pro aplikace s menšími částicemi by bylo jejich použití teoreticky možné. Snímače V101 a V104 se pro tuto aplikaci chovají obdobně.

3.8 Aplikace granulometrie

Pro příklad vyhodnocení spekter různých frakcí částic keramzitu o velikosti v rozmezí 8 - 2 mm použijeme snímač V104 v kombinaci s vlnovodem o průměru 10 mm a délce 50 cm.

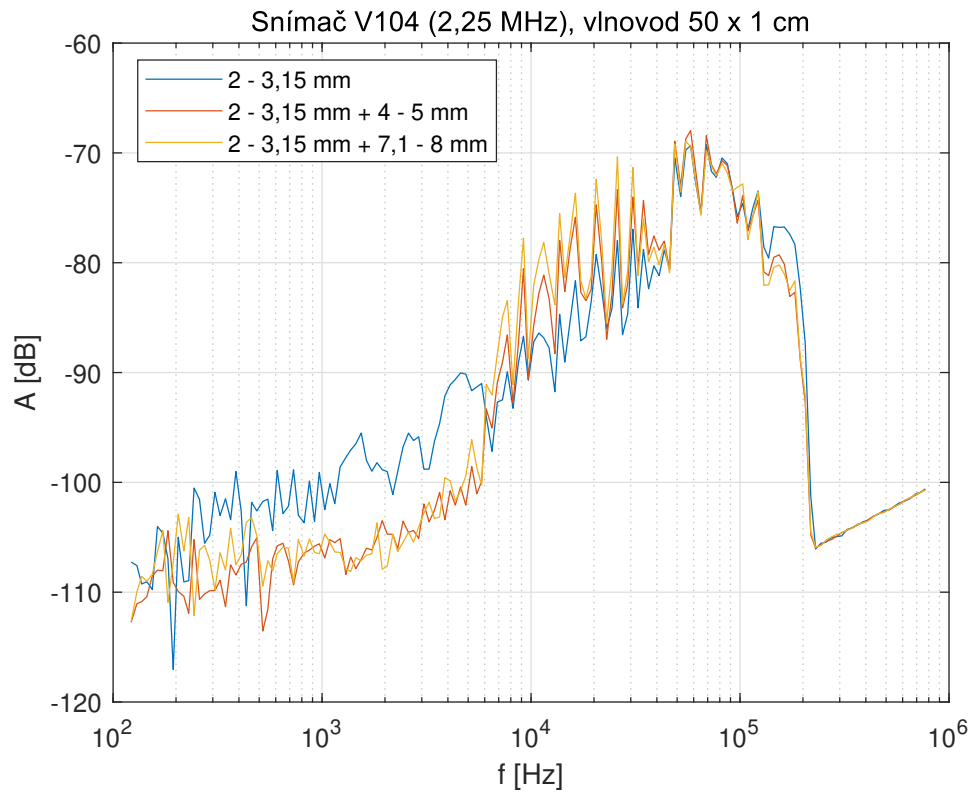
Na obrázku 3.13 je porovnání spekter jednotlivých frakcí. Je patrné, že frakce



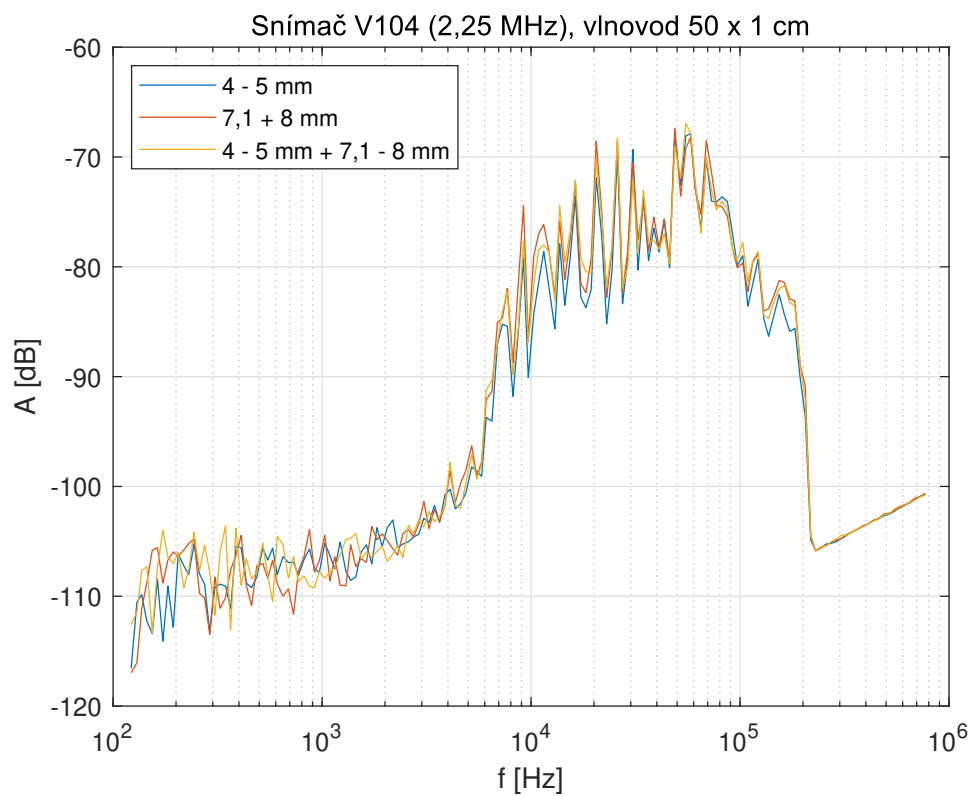
Obr. 3.13: Porovnání základních frakcí

nejmenších částic je dominantní v oblasti nad 100 kHz, oproti tomu spektra zbylých frakcí jsou relativně podobná, s vyšší amplitudou největší frakce v oblasti okolo 10 kHz.

Názornou separaci směsí můžeme vidět na obrázku 3.14, na kterém je nejmenší frakce A a její směsi s frakcemi B a C. Na této ukázce je dobře vidět, jak spektrum zůstává ve vyšších frekvencích stejné a mění se část spektra příslušná k jednotlivé příměsi.



Obr. 3.14: Nejmenší frakce a její směsi



Obr. 3.15: Frakce B,C a jejich směs

Ne ve všech případech je však rozdělení frakcí jasné ze spektra signálu. Graf 3.15 zobrazuje dvě frakce větších částic a jejich směs (hmotnostně 1:1). Spektra na obrázku si jsou velmi podobná. V tu chvíli můžou napovědět statistické veličiny signálu. V tabulce můžeme pozorovat očekávané výsledky. U menší z frakcí, která má

Frakce	Efektivní hodnota [mV]	Počet průběhů nulou	Počet průběhů ef. hod.
4 - 5 mm	1,32	6031	1927
7,1 - 8 mm	1,44	5345	1324
Směs frakcí B a C	1,39	5794	1636

Tab. 3.2: Statistické veličiny různých frakcí

na stejný objem materiálu více granulí, je počet průběhů nulou i efektivní hodnotou vyšší než u frakce větších částic. Efektivní hodnota je naopak větší kvůli vyšší excitaci vln **AE** z dopadu větších částic. Směs těchto frakcí je pak statisticky přesně mezi hodnotami osamocených frakcí.

Závěr

V práci je vypracováno porovnání různých kombinací vlnovodů a snímačů akustické emise pro stanovení velikosti částic granulátu.

V první kapitole byla provedena literární rešerše v oblastech obecné charakterizace částic, jiných metod a fyzikálních principů užitých ke granulometrii, rezonančních a širokopásmových snímačů akustické emise, šíření vln akustické emise v materiálech a různých metod zpracování signálu akustické emise.

Na laboratorním přípravku byl proveden návrh, nastavení a ověření měřicího řetězce. Na základě tohoto měření byla navržena série experimentů pro porovnání různých aspektů měření granulometrie pomocí akustické emise.

Pro experiment byl vybrán materiál keramzit (obchodní označení Liapor), který byl do frakcí a směsí v rozsahu od 2 do 8 mm separován síťovací metodou pomocí dostupných sít. Byla provedena měření, která z pohledu signálu akustické emise ověřovala:

1. Vliv tloušťky vlnovodu
2. Vliv délky vlnovodu
3. Vliv snímačů akustické emise

Naměřené signály byly zpracovány v programu LabVIEW a primárně bylo pro jejich porovnání použito PSD a oktávová analýza. V některých případech bylo spektrum dvou frakcí či směsí vzájemně nerozlišitelné a bylo potřeba využít jiných veličin, jako efektivní hodnoty nebo počtu průběhů efektivní hodnotou, pro jejich rozlišení. Pro měření byly jako vlnovody použity nerezové kulaté tyče o průměrech 6, 8 a 10 mm. Každý z těchto průměrů byl zároveň porovnáván ve třech různých délkách 50, 100 a 150 cm. Na základě experimentů byl zjištěn minimální vliv tloušťky nebo průměry použitých vlnovodů. Z vyzkoušených kombinací byly všechny vlnovody pro tuto konkrétní aplikaci vhodné.

Kombinace tří různých rezonančních a jednoho širokopásmového snímače akustické emise byla vyzkoušena s výše uvedenými vlnovody. Snímače měly zároveň různé velikosti kontaktních ploch a ty se ukázaly pro toto použití jako hlavní rozlišující faktor. Snímače s kontaktní plochou o průměrech 0,5 in. a 0,75 in. vykazovaly útlum v oblasti mezi 10 a 20 kHz, která patří pro měřené frakce do oblasti kde je můžeme rozlišovat. Pro částice menší než asi 3 mm je tyto snímače možné použít. Z testovaných byly pro tuto aplikaci vhodné pouze snímače Olympus V101-RM a Olympus V104-RM.

Dále byl vyzkoušen vliv přítomnosti vazební hmoty v šroubovém spojení na přenos signálu. Bylo zjištěno, že toleranční odchylky šroubového spojení způsobující vzduchové mezery ve spojení mohou způsobit nemalý útlum signálu. Po nanesení vazební hmoty na závit byla amplituda užitečného signálu vyšší o necelých 20 dB.

Kulatý tvar vlnovodů může způsobovat dopady částic z různých úhlů a excitovaný jev akustické emise poté nemá tolik energie jako dopad kolmo na povrch vlnovodu. V práci byla navržena úprava vlnovodů pro zajištění maximálního počtu kolmých dopadů.

Literatura

- [1] WILLS, Barry A. a James FINCH. Chapter 4: Particle Size Analysis. In: *Wills' Mineral Processing Technology*. 8. Butterworth-Heinemann, 2015, s. 91-107. ISBN 9780080970547.
- [2] ZHENG, Ge, Yong YAN, Yonghui HU a Wenbiao ZHANG. Online Measurement of the Size Distribution of Pneumatically Conveyed Particles Through Acoustic Emission Detection and Triboelectric Sensing. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* [online]. 2021, **70**, 1-17 [cit. 2022-11-25]. ISSN 0018-9456. Dostupné z: doi:10.1109/TIM.2021.3062407
- [3] Gilson sieve shaker. In: *Global Gilson* [online]. Lewis Center, OH, USA: Global Gilson, 2022 [cit. 2022-12-29]. Dostupné z: https://www.globalgilson.com/content/images/thumbs/0020434_gilson-8in-vibratory-sieve-shaker.jpeg
- [4] Beaker Decantation. In: *911Metallurgist* [online]. 2015 [cit. 2023-01-02]. Dostupné z: https://www.911metallurgist.com/blog/wp-content/uploads/2015/06/Beaker_Decantation_Test_Equipment_Setup.png
- [5] Elutriace. In: *911Metallurgist* [online]. 2015 [cit. 2023-01-02]. Dostupné z: <https://www.911metallurgist.com/blog/wp-content/uploads/2015/06/How-a-Cyclosizer-Works.png>
- [6] Cyclosizer. In: *911Metallurgist* [online]. 2015 [cit. 2023-01-02]. Dostupné z: https://www.911metallurgist.com/blog/wp-content/uploads/2015/06/Flow_Pattern_inside_the_Cyclosizer_Cyclones.png
- [7] Mastersizer 3000. In: *Malvern Panalytical* [online]. Malvern, Velká Británie: Malvern Panalytical, 2022 [cit. 2022-12-28]. Dostupné z: <https://www.malvernpanalytical.com/en/assets/Mastersizer%203000%20Brochure%20%28E58994.pdf>
- [8] Laser Diffraction: Particle size distributions from nanometers to millimeters. *Malvern Panalytical* [online]. Malvern, Velká Británie: Malvern Panalytical, 2022 [cit. 2022-12-28]. Dostupné z: <https://www.malvernpanalytical.com/en/products/technology/light-scattering/laser-diffraction>
- [9] Mastersizer 3000_picture. In: *Malvern Panalytical* [online]. Malvern, Velká Británie: Malvern Panalytical, 2022 [cit. 2022-12-29]. Dostupné

z: https://p3.aprimocdn.net/malvernpanalytical/15fab5ad-6222-460d-aa00-ae0e011438ad/i_110714_063_m3kBROCHURE_w_MV_Original%20file.jpg?quality=60

- [10] SPERAZZA, M., J. N. MOORE a M. S. HENDRIX. High-Resolution Particle Size Analysis of Naturally Occurring Very Fine-Grained Sediment Through Laser Diffractometry. *Journal of Sedimentary Research* [online]. 2004, **74**(5), 736-743 [cit. 2022-12-28]. ISSN 1527-1404. Dostupné z: doi:10.1306/031104740736
- [11] MILLER, Bradley A. a Randall J. SCHAETZL. Precision of Soil Particle Size Analysis using Laser Diffractometry. *Soil Science Society of America Journal* [online]. 2012, **76**(5), 1719-1727 [cit. 2022-12-28]. ISSN 0361-5995. Dostupné z: doi:10.2136/sssaj2011.0303
- [12] ŠIMEK, Michal, Veronika GRÜNVALDOVÁ a Bohumil KRATOCHVÍL. SOUČASNÉ METODY MĚŘENÍ VELIKOSTI ČÁSTIC FARMACEUTICKÝCH LÁTEK A JEJICH OMEZENÍ. In: *Chemické listy* [online]. Praha, 2014, s. 50-55 [cit. 2023-01-03]. ISSN 1213-7103. Dostupné z: <http://www.chemicke-listy.cz/ojs3/index.php/chemicke-listy/article/view/572>
- [13] GONZALEZ, Rafael C., Richard E. WOODS a Barry R. MASTERS. Digital Image Processing, Third Edition. *Journal of Biomedical Optics* [online]. 2009, **14**(2) [cit. 2023-01-02]. ISSN 10833668. Dostupné z: doi:10.1117/1.31115362
- [14] KREIDL, Marcel a Radislav ŠMÍD. *Technická diagnostika*. Praha: BEN - technická literatura, 2006. ISBN 80-7300-158-6.
- [15] SCRUBY, C B. An introduction to acoustic emission. *Journal of Physics E: Scientific Instruments* [online]. 1987, **20**(8), 946-953 [cit. 2022-11-27]. ISSN 0022-3735. Dostupné z: doi:10.1088/0022-3735/20/8/001
- [16] ČSN EN 1330-9. *Nedestruktivní zkoušení - Terminologie - Část 9: Termíny používané při zkoušení akustickou emisí*. 2/18. Praha: Český normalizační institut, 2018.
- [17] KOPEC, Bernard. *Nedestruktivní zkoušení materiálů a konstrukcí: (nauka o materiálu IV)*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2008. ISBN 978-80-7204-591-4.
- [18] SMĚKAL, Zdeněk. *From analog to digital signal processing: theory, algorithms and implementation*. Prague: Sdělovací technika, 2018. ISBN 978-80-86645-25-4.

- [19] DAVIS, S. Octave and fractional octave band digital filtering based on the proposed ANSI standard. In: ICASSP '86. IEEE International Conference on Acoustics, Speech, and Signal Processing [online]. Institute of Electrical and Electronics Engineers, 1986, s. 945-948 [cit. 2023-05-11]. Dostupné z: doi:10.1109/ICASSP.1986.1168968
- [20] *Keramzit* [online]. [cit. 2023-01-03]. Dostupné z: <https://www.keramzit.cz/>
- [21] AE Measurement System DAKEL-ZEDO. *Dakel* [online]. [cit. 2023-01-03]. Dostupné z: https://www.dakel.cz/index.php?pg=prod/dev/zedo_en

Seznam symbolů a zkratek

v	Mezní rychlost částice [$m \cdot s^{-1}$]
d	Průměr částice [m]
g	Tíhové zrychlení [$m \cdot s^{-2}$]
ρ_s	Hustota částice [$kg \cdot m^{-3}$]
ρ_f	Hustota média [$kg \cdot m^{-3}$]
η	Viskozita média [$N \cdot s \cdot m^{-2}$]
t_s	Čas usazení [s]
h	Hloubka [m]
<i>CBD</i>	Cumulative bin difference
<i>MBD</i>	Mean bin difference
a_k	První část vzorku
b_k	Druhá část vzorku
n	Počet frakcí/kuliček
<i>HSV</i>	Hue saturation value
<i>HSL</i>	Hue saturation lightness
<i>AE</i>	Akustická emise
<i>PSD</i>	Power spectral density
\bar{m}	Průměrná váha [mg]
m_k	Váha kuliček [mg]
U	Napětí [V]
<i>ADC</i>	Analog to digital converter
<i>LP</i>	Low-pass
S_{celk}	Celková plocha [cm^2]
$S_{vlnovodu}$	Plocha vlnovodu [cm^2]

PAG Physical acoustics group

Seznam příloh

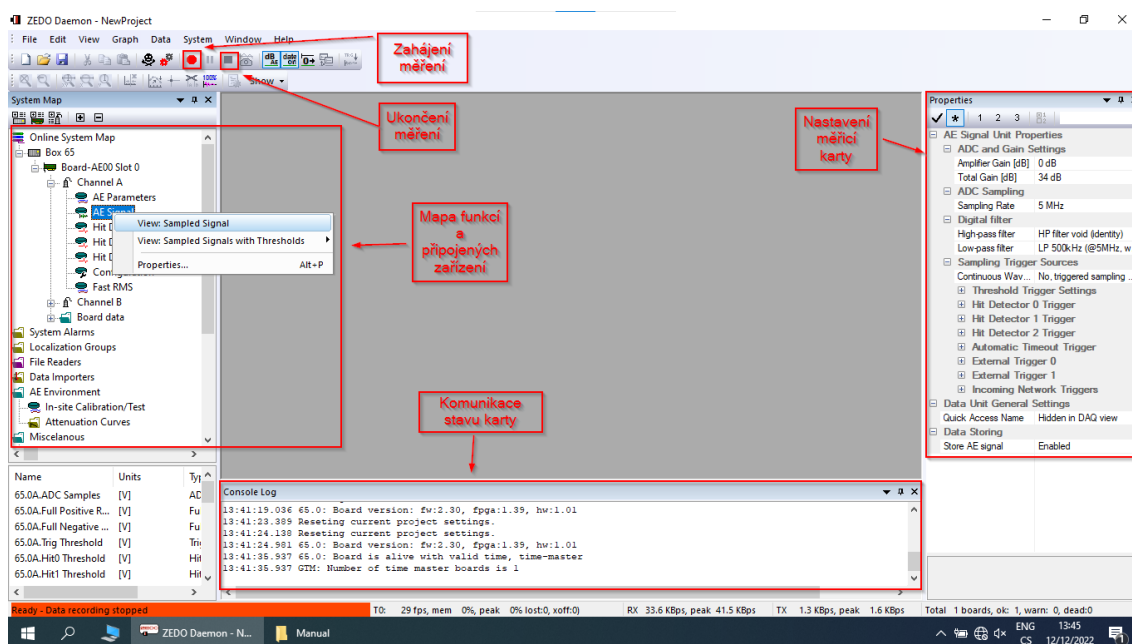
A Ovládání prostředí ZEDO Daemon	65
B Použité přístroje	67
C Obsah elektronické přílohy	68

A Ovládání prostředí ZEDO Daemon

V této příloze je popsán postup pro založení a nastavení projektu v programu pro ovládání měřicí karty ZEDO Daemon.

Po zapnutí a připojení měřicí karty do PC zapneme program ZEDO Daemon. Zde v levé horní části lišty založíme nový projekt *File -> New project*. Po vybrání složky pro uložení projektu a jeho načtení si otevřeme **AE** signál z kanálu A (v našem případě) pomocí *Channel A -> AE Signal -> right-click -> View: Sampled signal*, viz obrázek A.1.

V pravé části obrazovky si nyní můžeme nastavit měření kanálu A. Mimo jiné si



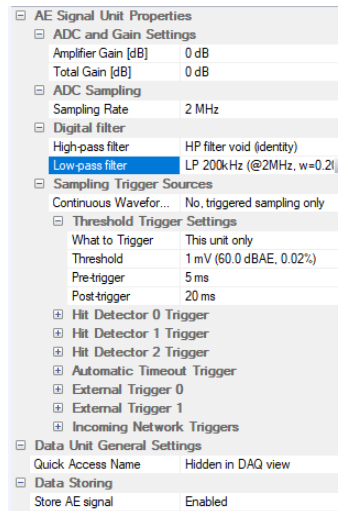
Obr. A.1: ZEDO Daemon - Obrazovka projektu

zde můžeme nastavit zesílení kanálu, vzorkovací frekvenci, trigger a další. Úvodní měření bylo nastaveno dle obrázku A.2.

Po nastavení všeho potřebného můžeme spustit měření kliknutím na příslušnou ikonu (červené kolečko v druhé liště). Program Vás vyzve k volbě složky pro uložení nahraných dat. Ukončení nahrávání provedeme ve stejné liště jak spuštění (černý čtvereček).

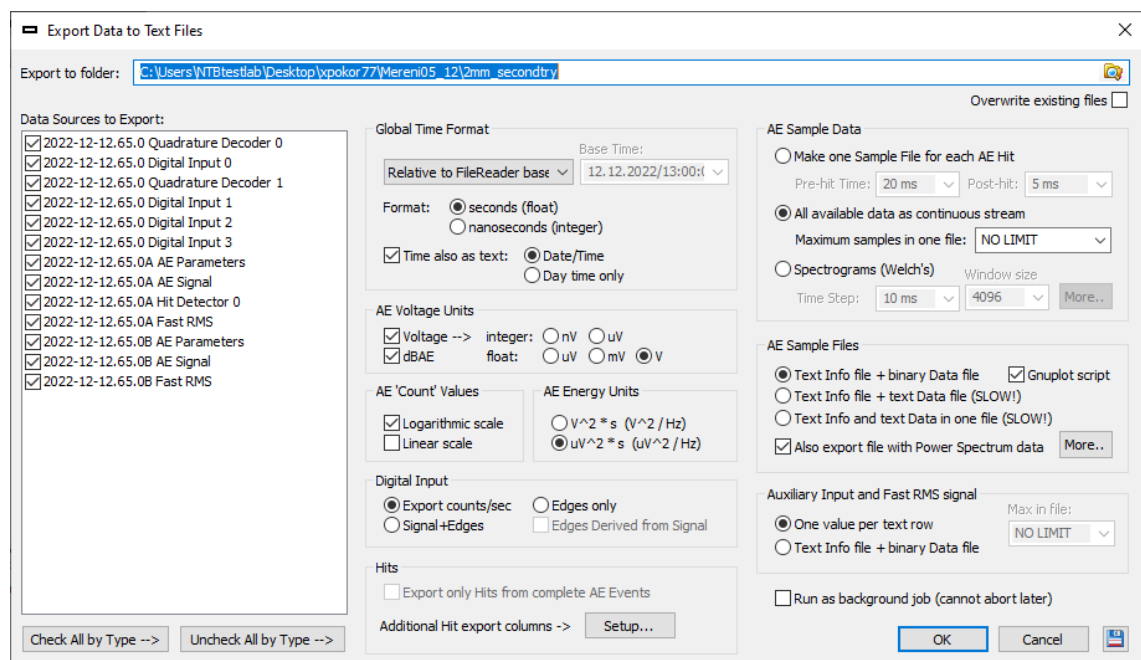
Pro načtení, úpravu a export dat musíme využít funkci *File Reader*. V levém menu *System map* klikneme pravým tlačítkem myši na *File Reader -> Create new file reader* a zvolíme naměřená data.

Po načtení dat si můžeme jednotlivé průběhy zobrazit. Pro naše účely je zde ale nejdůležitější export dat. Pro export klikneme pravým tlačítkem myši na vytvořený



Obr. A.2: ZEDO Daemon - nastavení měření AE

File Reader -> *Export data* a dostaneme se do nabídky ve které můžeme vybrat která data a v jakém formátu budeme exportovat. Naše měření bylo nastaveno dle obrázku A.3.



Obr. A.3: ZEDO Daemon - export dat

B Použité přístroje

V této příloze je kompletní seznam zařízení a přístrojů použitých pro měření provedených v práci.

	Výrobce	Model	Sér. číslo
Rezonanční snímač AE	Olympus	V101-RM	818224
Rezonanční snímač AE	Olympus	V103-RM	804035
Rezonanční snímač AE	Olympus	V104-RM	818224
Širokopásmový snímač AE	PAG	UT-1000	169
Měřicí karta AE	Dakel	ZEDO-22	DZ22-002
Stabilizovaný zdroj	Tesla	BK 127	-
Váha	Radwag	AS 310.R2	488162

Tab. B.1: Seznam použitých přístrojů

C Obsah elektronické přílohy

Elektronická příloha práce obsahuje níže uvedené soubory. Důležitá naměřená data svou velikostí nemůžou být distribuována s elektronickou verzí a budou pouze na paměťovém médiu s fyzickou kopií práce. K dostání budou také u vedoucího práce. Programy jsou kompatibilní s LabVIEW 2021 SP1. Skripty pro tvorbu grafů byly vypracovány v Matlabu R2023a.

```
/
├── Programy LabVIEW
│   ├── AE Granulometry.lvproj
│   ├── continuousDataProcessor.vi.....subVi pro zpracování signálu spojitě AE
│   ├── cutSignal.vi.....subVi pro oříznutí signálu
│   ├── discreteSignalProcessing.vi...subVi pro zpracování signálu diskrétní AE
│   ├── GranbulometryComparison.vi ..... Porovnání frakcí a směsí
│   ├── loadNoFilterData.vi.....subVi pro načtení signálů měřených bez LP filtru
│   ├── loadSignal.vi ..... subVi pro načtení obecného signálu AE
│   ├── Smesi.vi ..... Porovnání vlnovodů a snímačů - spojitá AE
│   └── Vlnovody.vi ..... Porovnání vlnovodů - diskrétní AE
```