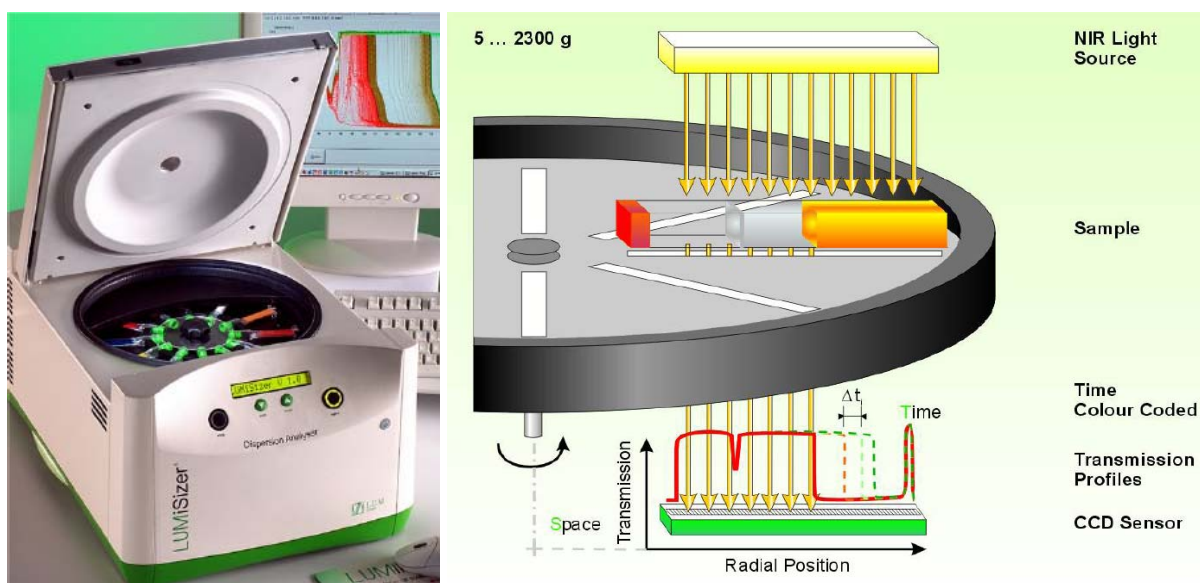


## Stanovení sedimentační stability a distribuce velikosti částic na přístroji LUMisizer

### Popis zařízení

LUMisizer je temperovaná odstředivka, která umožňuje fotometrické sledování změn koncentrace dispergovaných látek ve vzorku vlivem působení odstředivé síly volitelné v rozmezí 5 – 2300 g. Vzorky jsou umístěny ve 12 kyvetách, ve kterých je ve zvoleném intervalu (10 – 600 s) sledován profil transmitance NIR záření (870 nm; délka detektoru - tj. výška sledované vrstvy vzorku 25 mm; detektor je tvořen lineární řadou 2048 čidel, tzn. rozlišení pozice 14  $\mu\text{m}$ ). Sedimentace dispergovaných částic se projeví jednak vyčeřením části vzorku, tzn. zvýšením transmitance, a jednak tvorbou sedimentu, tzn. snížením transmitance.



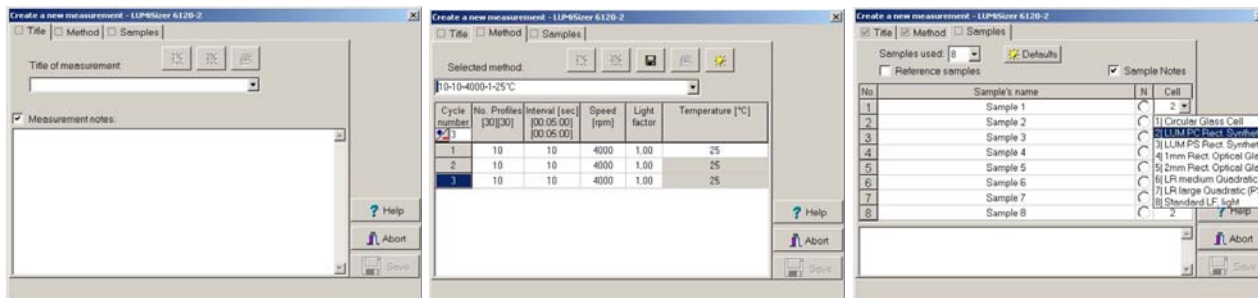
Veškeré ovládání přístroje je pomocí software SEPview. Na přístroji jsou pouze tlačítka na otevření krytu odstředivky (zeleně podsvícené), nouzové zastavení rotoru (červeně podsvícené) a na přepínání informačních veličin zobrazených na displeji (otáčky, teplota, doba měření).

### Postup měření

- Zapnutí přístroje (hlavního vypínač na zadní straně), řídicího software SEPview a otevření zvolené databáze výsledků:



- Zadání nového měření:  
Příkazem „New Measurement“ se otevře dialogové okno pro definici parametrů nového měření – postupně se zadává:
  - Název a popis (poznámky)
  - Metoda
  - Vzorky



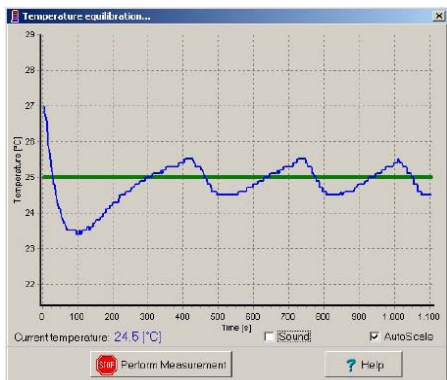
Při zadávání názvu měření je možné vybrat z nabídky název některého předchozího měření, a příkazem „clone“ vytvořit jeho kopii. Tím nové měření přejímá automaticky i metodu a definici vzorků, které pak stačí pouze upravit.

Metoda je definována: rychlostí otáčení, teplotou, intervalem ve kterém budou jednotlivé transmittanční profily měřeny a počtem stanovených profilů (a tím celkovou dobou měření). Měření lze rozdělit do několika cyklů s různými podmínkami. Maximální počet profilů je 256. Pro první orientační měření je vhodné použít například metodu, kdy se postupně zvyšuje rychlost a v krátkém intervalu je změřeno vždy jen několik transmittančních profilů, a pak následuje měření při nejvyšší rychlosti s intervaly delšími:

cyklus	počet profilů	interval (s)	rychlost (ot/min)	světelný faktor*	teplota (°C)
1	3	10	500	1	7
2	3	10	750	1	7
3	3	10	1000	1	7
4	3	10	1250	1	7
5	3	10	1500	1	7
6	3	10	1750	1	7
7	3	10	2000	1	7
8	3	10	2500	1	7
9	3	10	3000	1	7
10	3	10	4000	1	7
11	222	30	4000	1	7

Při zadání tabulky se definuje: počet vzorků (2 – 12), název vzorků a druh kyvety ve které je vzorek umístěn. Nejběžnější jsou polykarbonátové kyvety s obdélníkovým průřezem o tloušťce 2 mm (délka optické dráhy) označené kódem 2. Ke každému vzorku lze dále přiřadit poznámku.

- **Temperace přístroje**  
zašroubovat bezpečnostní kryt rotoru, odstředivku uzavřít a spustit příkazem „run“. Zobrazí se dialogové okno na kterém je možné sledovat dosažení zadané teploty (obvykle cca 10 minut) Měření pokračuje po zadání příkazu „Perform measurements“, kdy se objeví informační okno s pokyny pro umístění vzorků:



**Information**

Temperature equilibration completed!

1. Place samples securely in slots as follows:

- Channel 1 : Sample 1
- Channel 2 : Sample 2
- Channel 3 : Sample 3
- Channel 4 : Sample 4
- Channel 5 : Sample 5
- Channel 6 : Sample 6
- Channel 7 : Sample 7
- Channel 8 : Sample 8

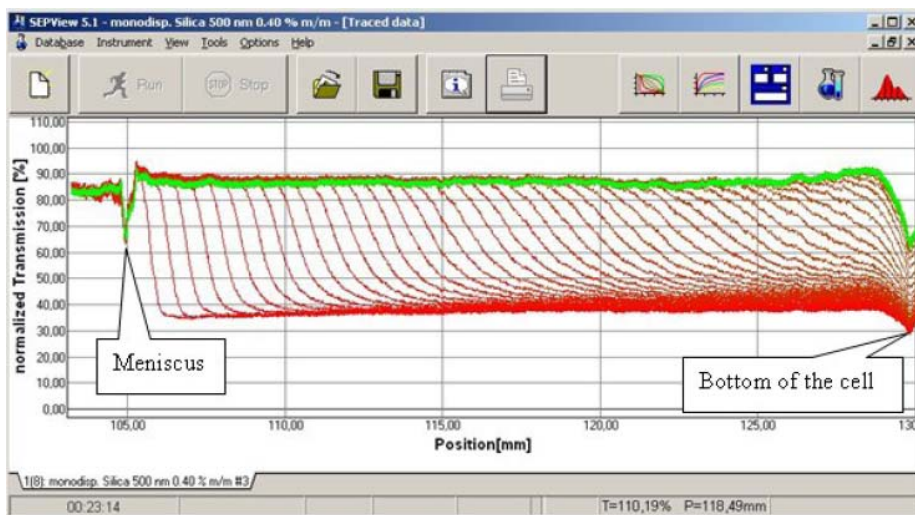
2. Secure the rotor cap.  
3. Close the lid.  
4. Click the START button to begin measurement.

- **Vložení vzorků:**  
kyveta se naplní injekční stříkačkou po rysku dobře promíchaným vzorkem bez bublin vzduchu a kyveta se uzavře zátkou a vloží na zadanou pozici do rotoru (nutné dodržovat rovnoměrné vyvážení rotoru):



Po vložení všech vzorků se zašroubuje bezpečnostní kryt rotoru, uzavře se víko odstředivky a příkazem start se spustí měření.

V průběhu měření se zobrazují stanovené profily transmitance - závislost transmitance na vzdálenosti od středu rotace (každý vzorek má svůj list – viz záložka ve spodní části okna). Detektor sleduje oblast od 103 do 130 mm – od hladiny vzorku ke dnu kyvety. Časová závislost je znázorněna barvou křivky – profily na začátku měření červenou barvou, profily na konci měření barvou zelenou:

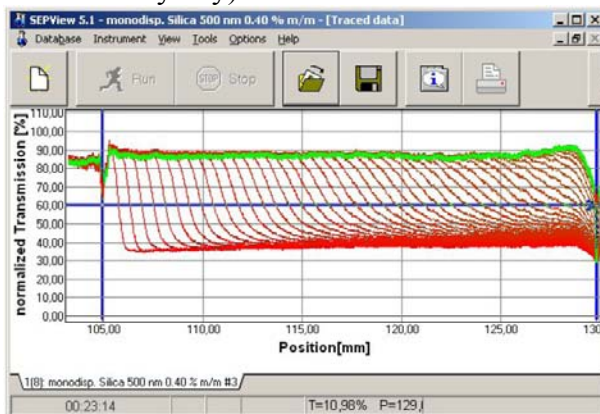


Vyhodnocení stanovení sedimentační stability:

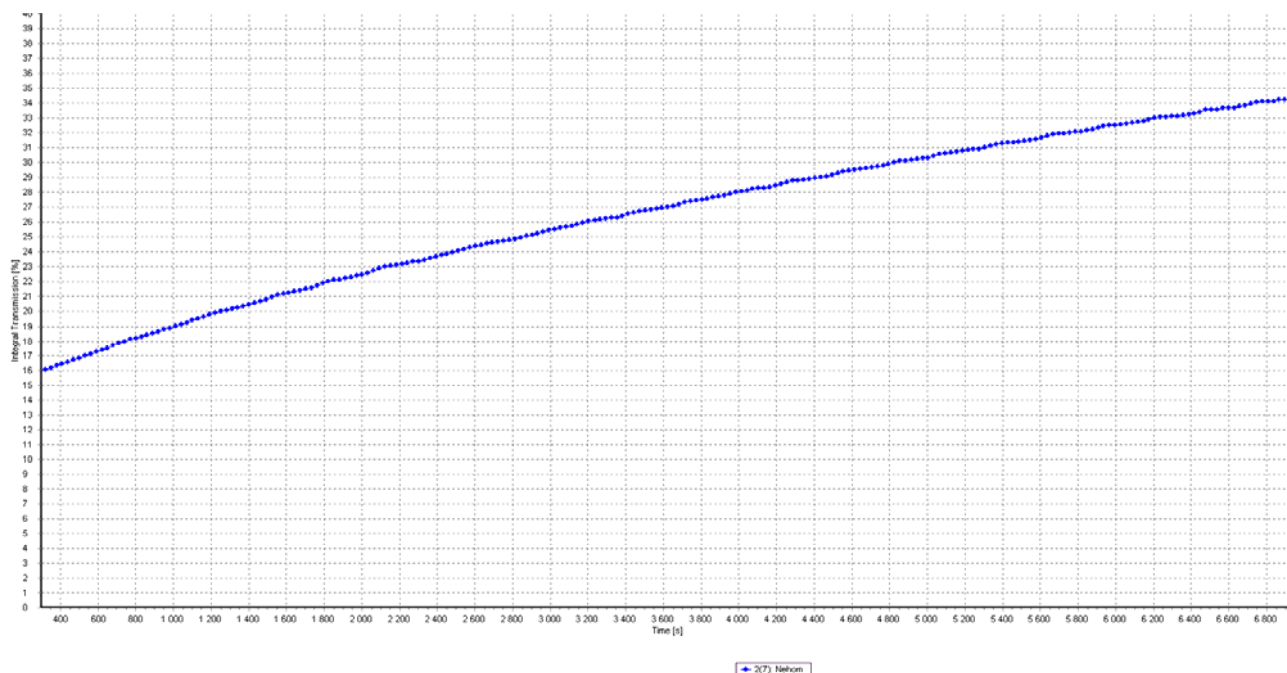
**A. Integrační metoda**

– vyjadřuje závislost střední integrální hodnoty transmittance celého vzorku na době působení odstředivého zrychlení. Vyjadřuje rychlost vyjasněné (vyčeření) vzorku.

V transmittančním profilu se pomocí polohovacího zařízení nejprve vyznačí rozhraní vzorku (modré svislé přímky - hladina vzorku a dno kyvety):



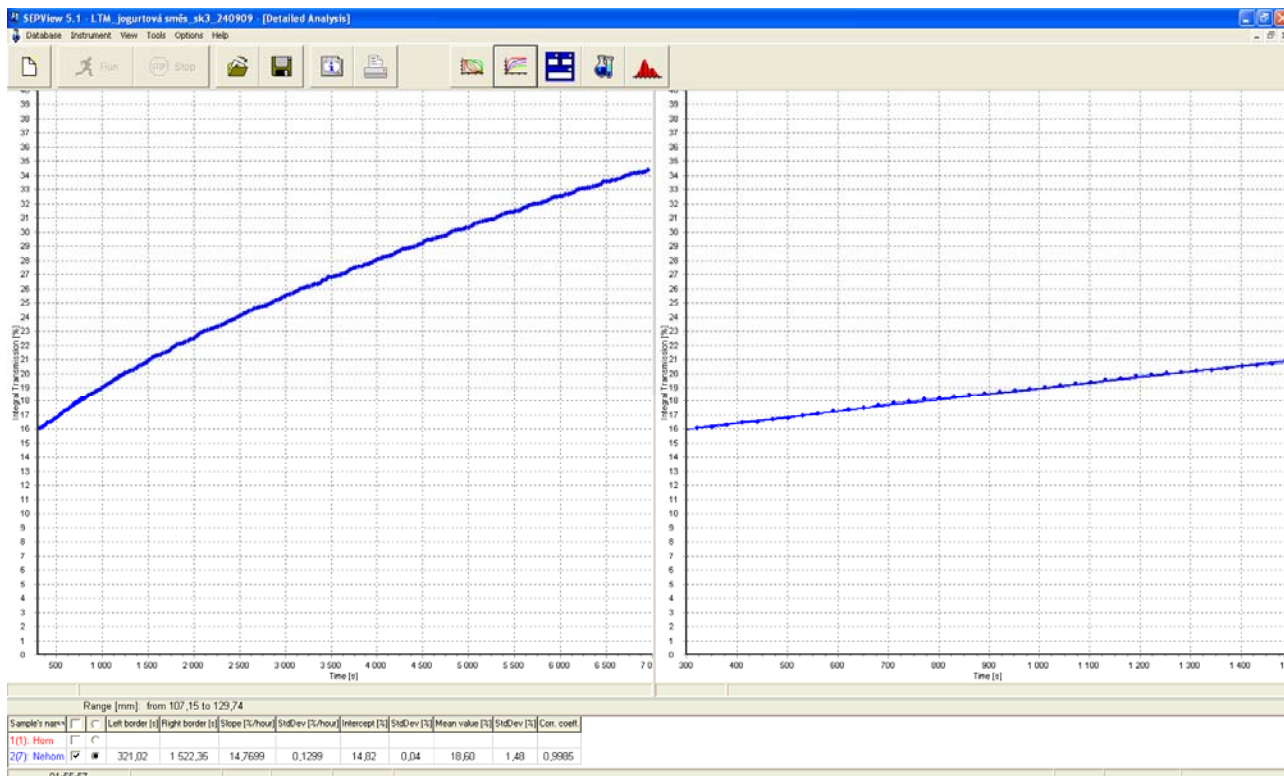
Příkazem „Integration“ se na záložce „Integration“ zobrazí závislost střední integrální hodnoty transmittance na době měření.



Sedimentační stabilitu pak vyjadřuje směrnice této závislosti v počáteční, pokud možno lineární fázi separace. Oblast pro výpočet směrnice se zadá buď tahem myši, nebo nastavením intervalu hodnot pomocí zadávacího boxu (poklepáním myši na krajní hodnoty os):



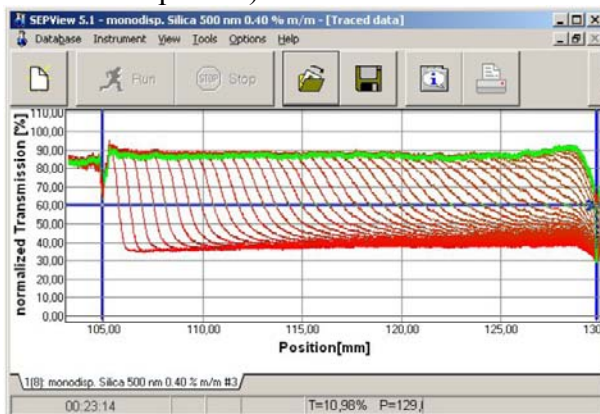
Příkazem „regression“ se pak provede výpočet parametrů lineární závislosti ve zvoleném časovém úseku. Výsledky lineární regrese a statistické údaje jsou zobrazeny ve spodní části v tabulce. Pro porovnání sedimentační stability se používá hodnota směrnice (slope, %/h).



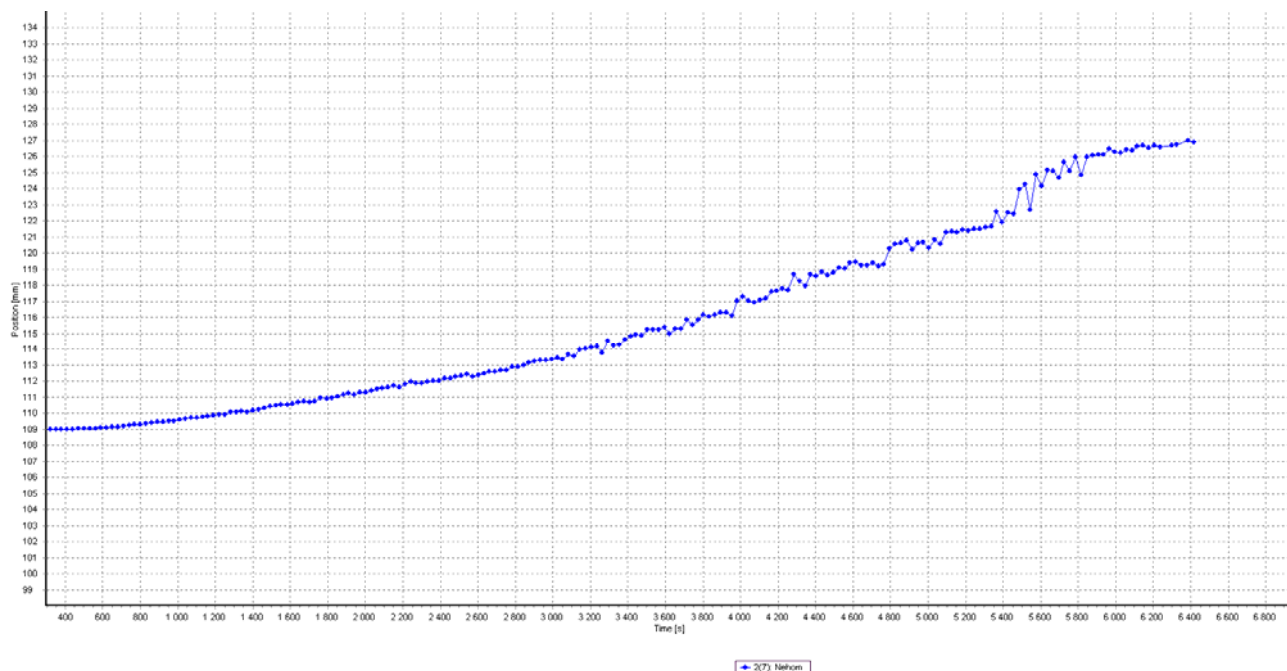
**B. Metoda stanovení rychlosti rozhraní**

– vyjadřuje závislost pozice zvolené hodnoty transmitance určující rozhraní mezi disperzí a vyčreňnou fází na době působení odstředivého zrychlení. Tato metoda je vhodná pouze pro vzorky se zřetelnou separací fází.

V transmitančním profilu se pomocí polohovacího zařízení nejprve vyznačí oblast kyvety, ve které bude pohyb rozhraní sledován a (modré svislé přímky) a hodnota transmitance, která bude rozhraní určovat (threshold - vodorovná modrá přímka):

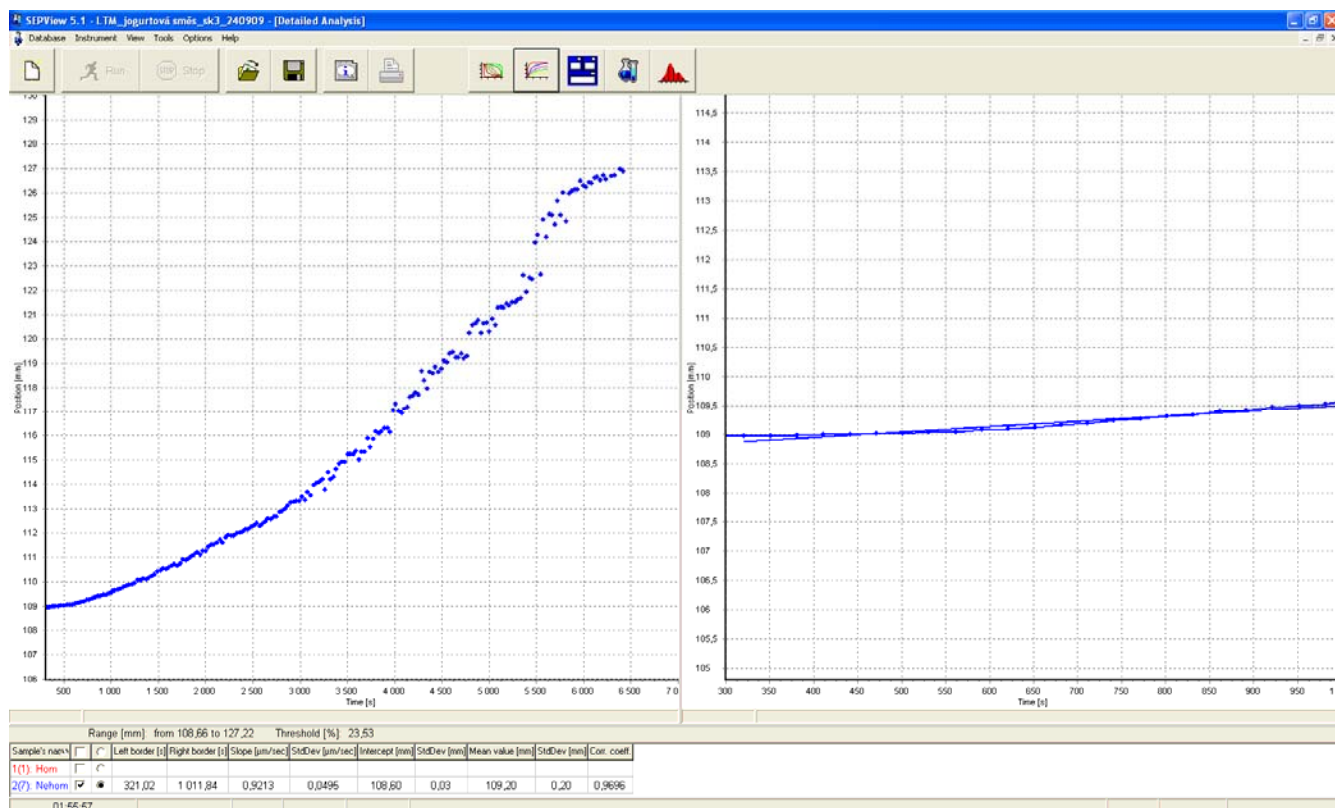


Příkazem „Integration“ se na záložce „Front tracing“ zobrazí závislost pozice fázového rozhraní na době měření.



Sedimentační stabilitu pak vyjadřuje směrnice této závislosti v počáteční, pokud možno lineární fázi separace. Oblast pro výpočet směrnice se zadá podobně jako u integrační metody.

Příkazem „regression“ se pak provede výpočet parametrů lineární závislosti ve zvoleném časovém úseku. Výsledky lineární regrese a statistické údaje jsou opět zobrazeny ve spodní části v tabulce.



Pro porovnání sedimentační stability se používá hodnota směrnice (slope, µm/s, resp. µm/h).