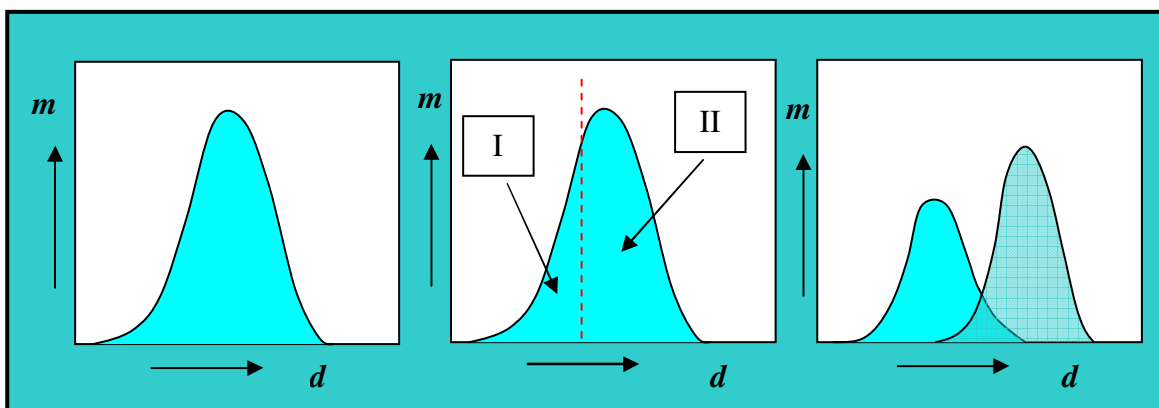


### 3. SITOVÁ ANALÝZA

#### 3. 1. ÚVOD DO PROBLEMATIKY SITOVEJ ANALÝZY

Analýza na sitách je najstaršou, najjednoduchšou a najlacnejšou metódou zisťovania veľkosti častíc tuhých látok. Táto metóda patrí do úzkej skupiny tzv. frakcionačných alebo separačných techník analýzy veľkosti častíc. Analýza na sitách je založená na využití sady sít so známou veľkosťou otvorov, ktorá sa zostavuje v smere gravitačného transportu analyzovanej látky do bloku s postupne zmenšujúcou sa veľkosťou otvorov. Tuhé látky sa môžu analyzovať buď v suchom stave alebo vo forme suspenzie. Po ukončení frakcionácie na každom site zostáva určitá časť z pôvodnej vzorky, ktorá obsahuje častice v medziach určených veľkosťou otvorov horného a dolného sita. Zvyšok na site sa zváži a výsledok sa vyhodnocuje ako hmotnosť frakcií s definovaným rozmedzím veľkosti častíc. Výsledok sitových analýz v podobe hmotnostného obsahu jednotlivých frakcií a zároveň získ realnej vzorky s definovaným rozmerom častíc patria k najväčším výhodám tejto metódy. V tomto smere nemá analýza na sitách inú konkurenčnú alternatívu, pretože vo všeobecnosti odvodenie hmotnostného obsahu z obsahu objemového, ktoré poskytuje väčšina optických metód, nie je u heterogénnych látok možné. Problémom je nemožnosť stanovenia hustoty zmesi látok priamo v suspenzii alebo prúde vzduchu.



**Obr. 3. 1.** Partikulárnu látku nie je možné na sitách dokonale rozdeliť na frakcie s jasnou a jednoznačnou hranicou veľkosti častíc. Na ľavom obrázku je distribúcia častíc pôvodnej látky, uprostred je ideálne a taktiež nereálne rozdelenie na dve frakcie a na pravom obrázku je distribúcia častíc reálne oddeliteľných frakcií.

Hlavnou nevýhodou analýzy veľkosti častíc na sitách je časová náročnosť a deštruktívnosť vzhľadom na zrnitosť zloženie vzorky. Druhá nevýhoda je exponovaná najmä u látok s nízkou mechanickou pevnosťou, u ktorých dochádza počas preosievania v dôsledku oteru zrn k výraznému zmenšovaniu veľkosti častíc. To znamená, že výsledok analýzy nezodpovedá reálnemu zloženiu prášku pred analýzou. Princípálny problém separácie častíc touto metódou ilustruje obr. 3. 1.

### 3. 2. KLASIFIKÁCIA METÓD SITOVEJ ANALÝZY

Metódy stanovenia veľkosti častíc na sitách zahrňujú veľký počet známych postupov, ktoré možno rozdeliť na základe rôznych kritérií. Ako najbežnejšie kritériá sa pre klasifikáciu týchto metód používajú tieto:

1. Typ média, ktoré sa pri separácii tuhej látky využíva.

Zahrňuje dve možnosti:

a/ plynné (najčastejšie vzduch) a

b/ kvapalné (najčastejšie voda)

2. Charakteristika média. Média môžu byť:

a/ stacionárne a

b/ pohyblivé

3. Stav sít pri analýze. Sítá môžu byť:

a / pohybujúce sa a

b/ statické

4. Rozsah veľkosti otvorov v sitách. Sítá možno rozdeliť do:

a/ kategórie bežných sít (otvory sú od 100  $\mu\text{m}$  do 6 cm) a

b/ kategórie mikrosít (s otvormi od 3  $\mu\text{m}$  do 100  $\mu\text{m}$ ).

Na tradičných zariadeniach určených pre analýzu suchých látok, je séria kovových sít umiestnená na vibračnom stojane, ktorý je často vybavený reguláciou frekvencie a amplitúdy kmitov. Analytické sítá sú obvykle zapuzdrené do kruhových kovových rámov a spojenie medzi susednými sitami je riešené tak, aby blok sít tvoril rigidný súbor

navzájom sa nepohybujúcich segmentov a zároveň, aby sa eliminoval únik vzorky cez priestor medzi jednotlivými sitami; často je toto spojenie riešené ako vzduchotesný spoj. Jedno z komerčných zariadení pre sitovú analýzu ukazuje obr. 3. 2.



**Obr. 3. 2.** Tradičné komerčné zariadenie firmy FRITSCH GmbH určené pre suché preosievanie.

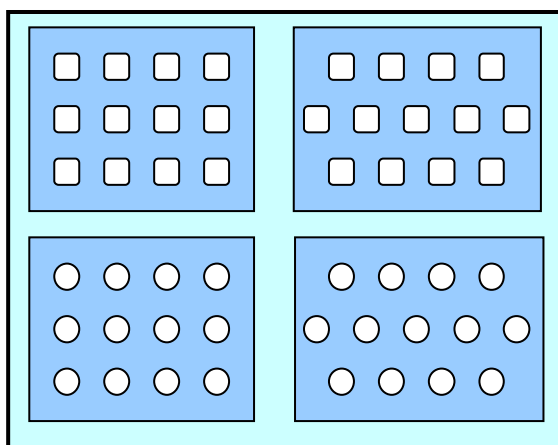
### 3. 3. TYPY ANALYTICKÝCH SÍT

Vo všeobecnosti sa pre delenie tuhých látok môže používať veľké spektrum sít rôznej konštrukcie a veľkostí. Pre analýzu veľkosti častíc sa však používajú iba tri základné typy normalizovaných sít:

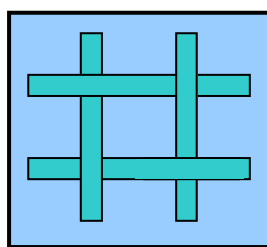
- a/ sitá s perforovanými kovovými platňami, ktoré sú určené pre analýzu hrubozrnných materiálov,
- b/ sitá s pravouhlou sieťou kovových vlákien a
- c/ sitá z perforovaných fólií s mikrootvormi, ktoré sú určené pre analýzu jemnozrnných práškov.

Prvý typ sít sa používa pre frakcionáciu látok s veľkosťou častíc nad 4 mm. Kovové platne sa líšia jednak v tvare otvorov, ktoré môžu byť kruhové alebo štvorcové a jednak v geometrii rozmiestenia otvorov (obr. 3. 3).

Druhý typ – kovové drôtové sítá, sa používajú obvykle pre prášky s veľkosťou častíc od 40  $\mu\text{m}$  do 4 mm (obr. 3. 4.). Kovové vlákna v sítách sú vyrobené z ocele, mosadze alebo z fosforového bronzu. Ich hrúbka sa pohybuje od 25  $\mu\text{m}$  do 1,6 mm. Všeobecným znakom analytických sít je normalizovaná veľkosť otvorov, povolené maximálne odchýlky od tejto veľkosti, ako aj limitovaný počet otvorov s povolenou odchýlkou. U drôtových sít sa povolené odchýlky veľkosti otvorov pohybujú v rozsahu od 6 % do 30 %. Uvedená tolerancia sa zvyšuje so znižujúcou sa veľkosťou otvorov, čo súvisí s narastajúcimi technickými ťažkosťami pri výrobe veľmi jemných sít.



**Obr. 3. 3.** Obrázok ukazuje tvar a usporiadanie otvorov v sítách s perforovanými kovovými platňami.



**Obr. 3. 4.** Obrázok ukazuje pravouhlý spôsob tkania normalizovaných drôtových sít.

Pre analýzu práškov s veľkosťou častíc menšou ako 40  $\mu\text{m}$  sa obvykle používajú tzv. mikrosítá. Sú to kovové fólie, v ktorých otvory sa vytvárajú elektrochemickými metódami. Otvory na mikrosítách môžu byť kruhové alebo štvorcové, avšak v súčasnosti sa takmer výlučne používajú sítá s otvormi štvorcovými. Otvory majú veľkosť od 3  $\mu\text{m}$  do 150  $\mu\text{m}$ , takže prášky s časticami s veľkosťou od 40  $\mu\text{m}$  do 150  $\mu\text{m}$  je možné analyzovať ako s pomocou mikrosít, tak aj pomocou „drôtových“ sít. Problém nízkej mechanickej pevnosti

fólií používaných v mikrosítach, súvisiaci s ich malou hrúbkou, sa obvykle rieši kompozitnou dvojvrstvou štruktúrou, v ktorej zvýšenie mechanickej pevnosti zabezpečuje „podporná“ hrubšia vrstva s väčšími otvormi (v porovnaní s otvormi v primárnej fólii). Nutnosť zlepšenia mechanických vlastností mikrosít súvisí s ich vysokým odporom pri prúde transportného média, ktorým môže byť vzduch alebo voda (všeobecne plyn alebo kvapalina). Celková plocha otvorov tvorí u veľmi jemných sít iba asi 3 až 25 % celkovej plochy sita, pričom táto plocha sa zvyšuje u sít s väčšími otvormi. Napríklad u sít s veľkosťou otvorov 5  $\mu\text{m}$  je táto plocha 2,8 %, u sít s otvormi od 5  $\mu\text{m}$  do 80  $\mu\text{m}$  osciluje medzi 10 % a 15 % a u sít s otvormi 90  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$  predstavuje približne 20 % v prvom a 25 % v druhom prípade. Obvyklým spôsobom zvýšenia rýchlosti preosievania cez veľmi jemné sítá je použitie ultrazvukového generátora.

### **3. 4. METÓDY ANALÝZY A TECHNICKÉ RIEŠENIA**

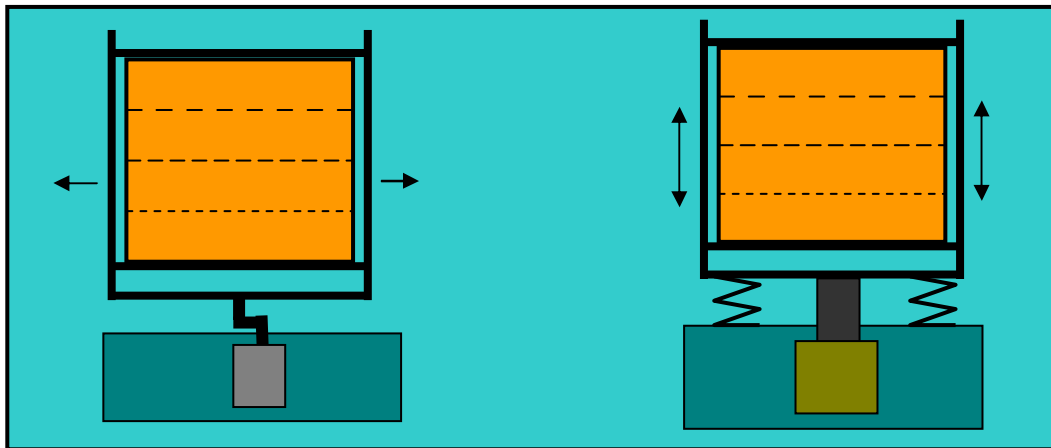
Ako bolo vyššie uvedené, jednou z možností klasifikácie sitových frakcionálnych metód je pohyblivý alebo stacionárny stav sita a analogicky – pohyblivý alebo stacionárny stav preosievacieho média. Preosievacím médiom sa tu chápe bezprostredné okolie tuhej látky, teda najčastejšie vzduch alebo voda. Z tohto hľadiska môžeme preosievacie zariadenia rozdeliť na dve hlavné skupiny:

- zariadenia, v ktorých sa frakcionácia realizuje na pohyblivých sítach a
- zariadenia, v ktorých dochádza k frakcionácii na fixovaných sítach

#### **3. 4. 1. Zariadenia s pohyblivými sítami**

Sú to klasické zariadenia, v ktorých sítá vykonávajú voľným okom pozorovateľný pohyb. Konštrukčne sú riešené tak, že rám, v ktorom sú sítá upevnené, je pohyblivo spojený s hnacou jednotkou. Do tejto skupiny sa nezaraďujú ultrazvukové zariadenia, pri ktorých sítá síce tiež vykonávajú pohyb, avšak vzhľadom na nízku amplitúdu tejto oscilácie sa tento pohyb vykonáva pri pevne fixovanej polohe sita.

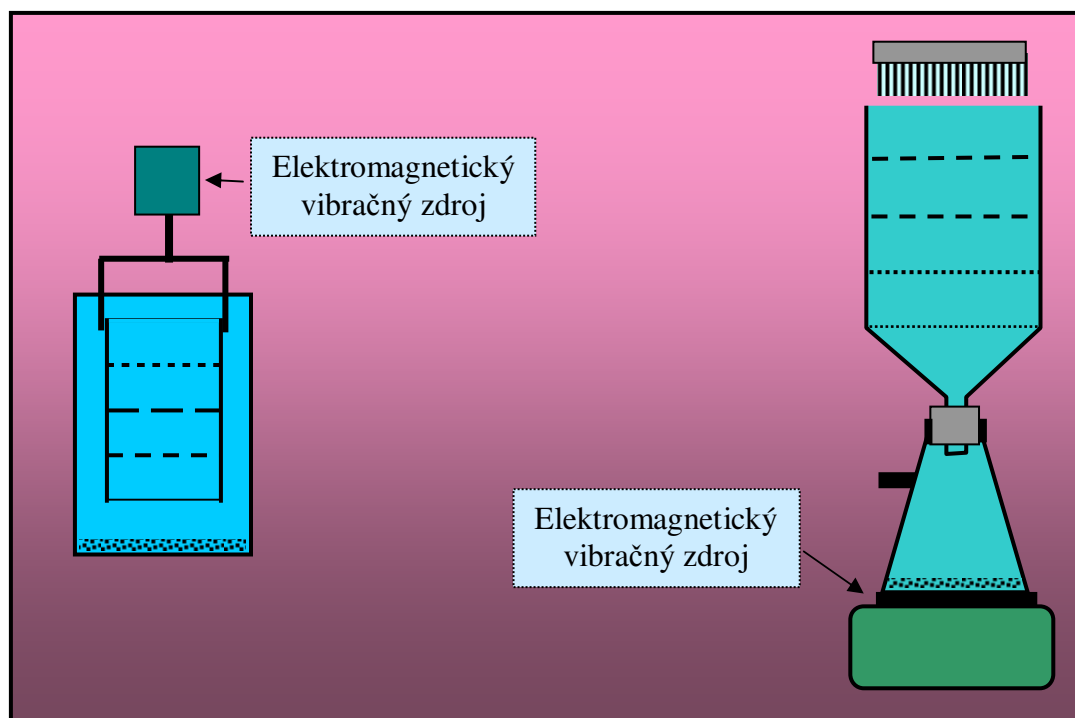
Pri týchto zariadeniach je možné ďalšiu subklasifikáciu urobiť na základe charakteru pohybu, ktorý sitá vykonávajú; tu existujú zostavy s plynulým otáčavým pohybom a zariadenia s vibračným pohybom. Pri vibračných systémoch existujú dve konvenčne stanovené kategórie tzv. pomalých a rýchlych zariadení. Kritériom tohto delenia je frekvencia použitých vibrácií. V prvom prípade je to 1 Hz – 5 Hz, v druhom 10 Hz – 50 Hz. Ďalším parametrom pre klasifikáciu týchto zariadení je charakter pohybu sit, ktorý zahrňuje pohyb horizontálny, pohyb vertikálny a pohyb s dráhou zvierajúcou s horizontálnou rovinou nejaký iný uhol ako v predchádzajúcich dvoch prípadoch. Poslednou dôležitou vlastnosťou zariadení s pohyblivými sitami je amplitúda oscilačného pohybu. Schémy konštrukčného riešenia zariadení v tejto skupine ukazuje obr. 3. 5. Pohľad na reálne zariadenie ukazuje obr. 3. 6.



**Obr. 3. 5.** Obrázok ukazuje preosievanie v dôsledku horizontálneho otáčavého alebo vibračného pohybu a vertikálneho vibračného pohybu.



**Obr. 3. 6.** Komerčné zariadenie firmy FRITSCH GmbH s vibračným podstavcom s regulovateľnou amplitúdou kmitov.



**Obr. 3. 7.** Dva spôsoby mokrého preosievania s rôznym umiestnením elektromagnetického vibračného zdroja.

### 3. 4. 2. Zariadenia s fixovanými sítami

U týchto zariadení je sústava sít pevne spojená so stabilnou podložkou tak, aby prípadný sekundárne vyvolaný pohyb bol minimalizovaný. Do tejto kategórie patria tri skupiny zariadení:

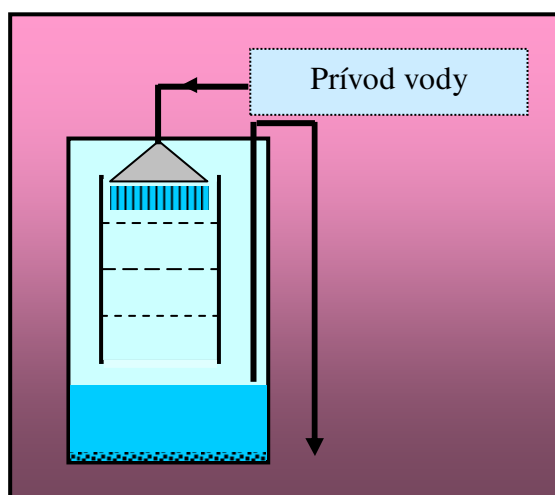
1. ultrazvukové zariadenia
2. zariadenia pre mokrú frakcionáciu a
3. zariadenia pre frakcionáciu v prúde vzduchu

Medzi ultrazvukovými a ďalšími dvoma skupinami zariadení neexistuje zásadný rozdiel pretože, frakcionácia sa vo všetkých troch prípadoch realizuje primárne v dôsledku pohybu preosievacieho média. V prvom prípade je to však pohyb oscilačný, kým v ďalších dvoch prípadoch sa jedná o pohyb jednosmerný. Základnú schému zariadenia pre mokrú frakcionáciu ukazuje obr. 3. 8. Tento spôsob frakcionácie sa používa iba v prípade, ak nie je možné použiť metódu mokrej vibračnej frakcionácie obr. 3. 9.

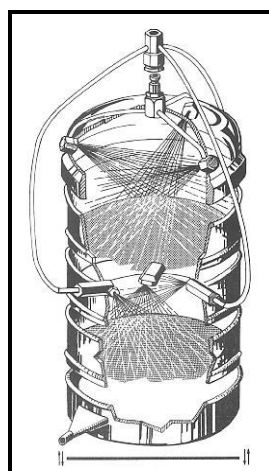
Ultrazvukové zariadenia sú hlavnými zástupcami aplikácie metód s fixovanými sitami a používajú sa najmä pri analýze jemnozrnných práškov pomocou mikrosít. Ultrazvukové zdroje sa využívajú ako pri suchej, tak aj pri mokrej frakcionácii. Prvý typ zariadení zahrňuje:

1. zariadenia s uzavretým vzduchovým stĺpcom a
2. zariadenia „otvorené“

Relatívne málo známe sú také zostavy, v ktorých sa kombinuje využitie ultrazvukového zdroja spolu s vibračným pohybom. Schémy najčastejšie používaných ultrazvukových zariadení ukazuje obr. 3. 10.

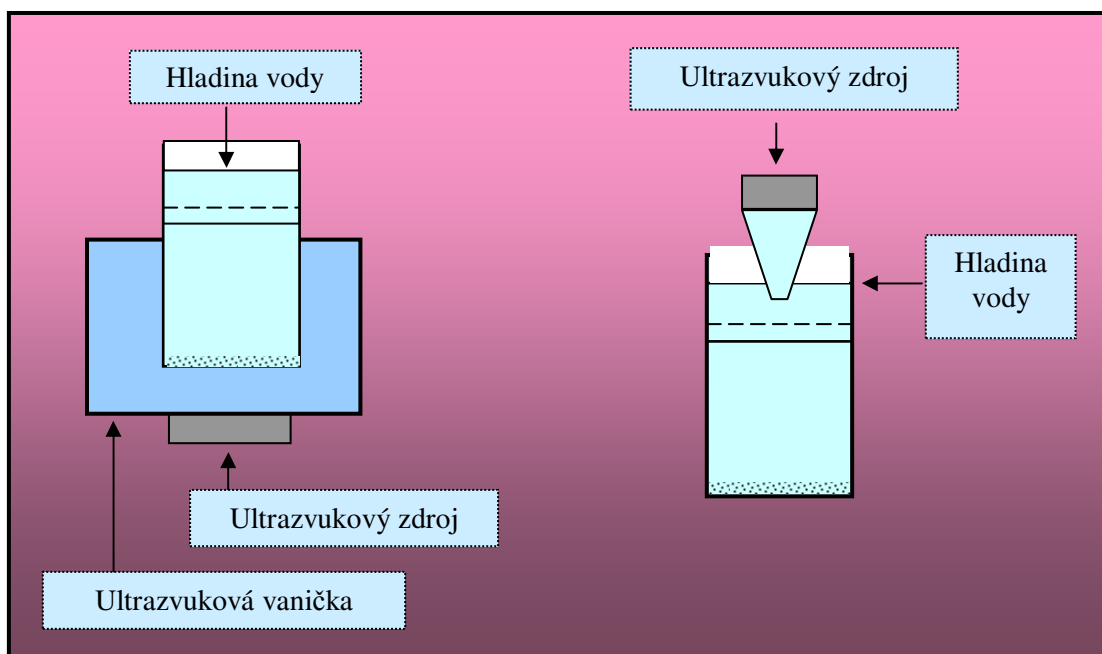


**Obr. 3. 8.** Schéma zariadenia pre mokrú frakcionáciu.

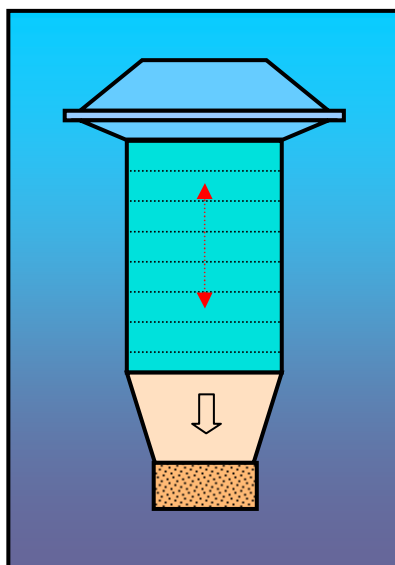


**Obr. 3. 9.** Komerčné zariadenie firmy FRITSCH GmbH určené pre mokrú frakcionáciu.





**Obr. 3. 10.** Schéma zariadení s rôznou lokalizáciou ultrazvukového zdroja určených pre mokrú ultrazvukovú frakcionáciu.



**Obr. 3. 11.** Schéma zariadenia pre suchú ultrazvukovú frakcionáciu; k separácii častíc dochádza v dôsledku vertikálneho oscilačného pohybu vzduchového stĺpca.

### 3. 5. VÝBER METÓDY ANALÝZY

Frakcionácia partikulárnych látok na sitách je založená na splnení troch základných podmienok:

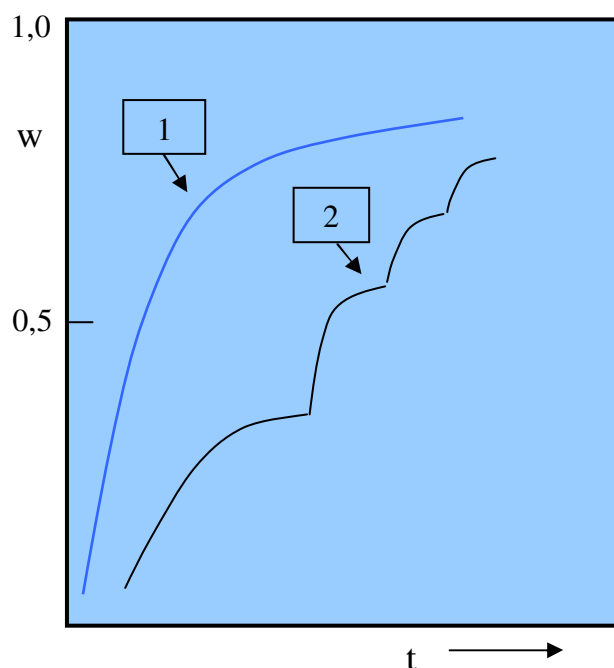
1. Existencii vysokej pravdepodobnosti, že každá častica sa počas preosievania dostane do bezprostrednej blízkosti otvorov v sitách. Táto podmienka je splnená pri dostatočnom vzájomnom pohybe jednotlivých častíc.
2. Častice s veľkosťou menšou ako je veľkosť otvorov v sitách, týmto otvorom prechádzajú. To znamená, že sily, ktoré spájajú častice do aglomerátov, nie sú natoľko veľké aby bránili gravitačnému transportu častice cez otvor.
3. Častice s veľkosťou blížiacou sa veľkosti otvorov v site, tieto otvory trvalo neupchávajú, to znamená, že tieto častice sa v priestore otvoru vyskytujú s rovnakou pravdepodobnosťou ako ostatné častice.

Splnenie týchto podmienok (resp. miery ich splnenia), závisí od fyzikálno-chemických vlastností častíc a vlastností okolitého média, ako aj od intenzity a spôsobu preosievania. Vo všeobecnosti pravdepodobnosť transportu častíc cez sito závisí najmä od:

- počtu častíc
- veľkosti resp. distribúcie častíc
- tvarových charakteristík častíc
- intenzity pohybu okolitého média
- celkovej účinnej plochy sita a relatívnej plochy otvorov (vzhľadom k celkovej ploche sita)

Problém upchávania sít je všeobecným problémom frakcionácie tuhých látok na sitách, ale veľmi exponovaným sa stáva najmä pri frakcionácii jemnozrnných látok s veľkosťou častíc pod 100  $\mu\text{m}$ . Upchávanie sít závisí nielen od použitej metódy preosievania, ale aj od konštrukcie sít a doby ich používania. Druhý prípad súvisí s rozdielnym vplyvom prenosu pohybu primárneho zdroja na pohyb častíc. Tento prenos je rozdielny u sít s tuhým rámom a rámom pružným a tiež u sít s napnutým a uvoľneným výpletom (charakteristické pre nové a staré sitá). Ilustráciu kinetiky preosievacieho procesu pri upchávaní sít ukazuje obr. 3. 12. Najdôležitejšími metódami eliminácie

upchávania sít je použitie vibračného zdroja s pohybom orientovaným v smere transportu častíc (obvykle je to pohyb vertikálny pri horizontálnom uložení sít) a použitie obojsmerného prietoku vzduchu. Príkladom pre druhý prípad je ultrazvukové preosievanie na mikrositách.



**Obr. 3. 12.** Obvyklý priebeh kriviek závislosti relatívnej hmotnosti vzorky ( $w$ ) prechádzajúcej otvormi sítá od doby preosievania ( $t$ ). (**1** – sito sa neupcháva, **2** – otvory v site sa cyklicky upchávajú a opätovne uvoľňujú.)

Vo všeobecnosti výber metódy analýzy veľkosti častíc na sitách, ako aj výber optimálneho zariadenia, závisí od mnohých faktorov. Primárnu úlohu zohráva najmä charakter frakcionovanej vzorky – v prvom rade jej zrnitosťné zloženie, mechanické vlastnosti, tvar častíc, ich hustota a vzájomné adhézne sily, abrazívne vlastnosti, prípadne aj ich sorpčné vlastnosti, ktoré sa môžu prejaviť v zmene aglomeračnej schopnosti častíc pri rôznej vlhkosti okolitého plynného média. Výber vhodnej metódy závisí od zrnitosťného zloženia látky mimo iného aj preto, že optimálne množstvá analyzovaných látok sa výrazne zvyšujú smerom k hrubozrnnejším látkam. U jemnozrných látok s veľkosťou častíc pod  $50\ \mu\text{m}$  obvykle postačujú niekoľkogramové množstvá, naopak u hrubozrných látok s veľkosťou častíc nad  $5\ \text{mm}$ , sa obvykle analyzujú niekoľko-kilogramové množstvá. Aj pri využití rovnakej metódy, je výber zariadenia v oboch prípadoch rôzny.

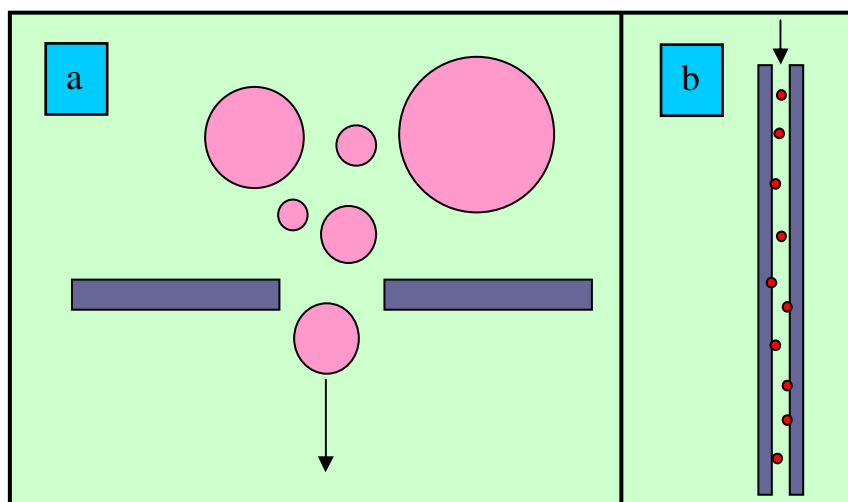
Veľký počet faktorov ovplyvňujúcich kinetiku a výsledok sitovej frakcionácie je hlavným dôvodom toho, že výsledky zrnitostného zloženia tej istej látky, pomocou rôznych metód sitovej analýzy, sú veľmi často odlišné. Jeden z ďalších významných dôvodov súvisí s výraznými rozdielmi rôznych metodík pri odlíšení primárnych častíc od aglomerovaných celkov. U sitových metód je tento rozdiel jasný najmä v prípade použitia suchých a mokrých metód frakcionácie – častice v suchom stave a častice v suspenzii obvykle nie sú identické. Veľmi často možno očakávať, že dokonca aj použitie tej istej metódy na rôznych zariadeniach poskytne odlišné výsledky. Tento problém často súvisí s deštruktívnym charakterom sitových metód. Stupeň frakcionácie je totiž časovo závislá veličina, čo znamená, že hmotnosť preosiatej frakcie sa zvyšuje s trvaním preosievania spočiatku takmer exponenciálne, avšak postupne sa výrazne znižuje (obr. 3. 12.) Spomalenie je tým väčšie, čím viac sa približuje veľkosť častíc nad sitom veľkosti otvorov v sitách. Významnú úlohu tu zohráva aj upchávanie sít, ktoré zahŕňa jednak postupné zmenšovanie otvorov a jednak úplnú stratu ich permeability. Celkový dej upchávania pórov je výsledkom „rovnováhy“ medzi upchávaním otvorov a ich „čistením“, ktorá je charakteristická nielen pre určitý typ metódy, ale aj pre určitý typ zariadenia. Napríklad samočistiaci efekt je typický pre tie metódy, pri ktorých nosné médium obojsmerne osciluje – napr. pri suchej ultrazvukovej frakcionácii. Naopak, rýchle upchávanie sa pozoruje u metód s jednosmerne pohybujúcim sa médium – prednostne kvapaliny pri mokrej frakcionácii. Vo všeobecnosti snaha o získanie skutočného hmotnostného obsahu určitej frakcie metódou predlžovania doby trvania preosievania, posúva výsledok analýzy v dôsledku oteru vzorky smerom ku zvyšovaniu obsahu malých častíc.

Uvedené príčiny významných rozdielov analýzy veľkosti častíc na sitách nutne viedli k nevyhnutnosti štandardizácie týchto analýz. Význam takejto štandardizácie spočíva jednak v tom, že v dôsledku dobre nastavenej optimalizácie analýzy, poskytuje nielen relatívne dobrý výsledok vo vzťahu ku reálnej distribúcii častíc, ale zároveň redukuje zdroj chýb na systémové chyby danej metodiky. Štandardizácia metodík sitovej analýzy sa obvykle vzťahuje na veľmi úzky okruh látok a zahŕňa najmä výber konkrétneho komerčného zariadenia, čas trvania a podmienky frakcionácie, hmotnosť analyzovanej vzorky a metódu jej prípravy.

### 3. 6. INÉ METÓDY ZALOŽENÉ NA MECHANICKEJ FRAKCIONÁCII TUHÝCH ČASTÍC

Všeobecný princíp frakcionácie látok, založený na oddeľovaní rozmerovo odlišných častíc pri transporte cez matricu s jednotným rozmerom otvorov, je využívaný aj pri mnohých iných metódach. K takýmto metódam patrí najmä filtrácia, ultrafiltrácia a gélová chromatografia, ale aj niektoré menej známe metódy. Uvedené metódy sa zvyknú zaraďovať do skupiny tzv. mechanických metód. Niektoré z týchto metód využívajú pre separáciu častíc sitá, perforované membrány a pórovité vrstvy. Otázkou je, kde sa nachádza hranica, za ktorou je alebo nie je možné tieto metódy priradiť k metódam sitovej analýzy. Táto hranica je vymedzená termínom „sito“, ktorým sa konvenčne označuje perforovaná alebo tkaná tenká vrstva s veľkosťou otvorov nad 3  $\mu\text{m}$ . Táto definícia má charakter metódy výroby a možno ju označiť ako značne váгну. Všeobecnou požiadavkou mechanických metód je to, že k frakcionácii dochádza jedine v dôsledku mechanického oddelenia veľkých častíc na otvoroch menších ako sú tieto častice. Takúto podmienku je možné realizovať iba na otvoroch v tenkých fóliách (obr. 3. 13.). Pri frakcionácii na sitách a membránach je táto podmienka splnená. Naopak, pri ultrafiltrácii a chromatografických metódach, kde dĺžka otvoru o mnoho poriadkov prevyšuje veľkosť častice, sa pri frakcionácii výrazne uplatňujú sorpčné deje. Napriek tomu, sú tieto metódy legitímnymi metódami stanovenia veľkosti molekúl a koloidných častíc. Otázkou je však problém legitímnosti používania termínu „mechanická“ frakcionácia resp. mechanická metóda.

V tejto skupine metód predstavuje zaujímavú alternatívu stanovenie veľkosti častíc zo zmeny rýchlosti prietoku suspenzie cez mikrositá pri konštantnom tlakovom rozdieli na oboch stranách sita. Pri tejto metóde sa využíva rýchly pokles prietoku suspenzie obsahujúcej častice väčšie ako sú otvory na site. Analógom mokrej sitovacej metódy je frakcionácia na membránach s veľkosťou otvorov 0,05  $\mu\text{m}$  až 10  $\mu\text{m}$ . Zaujímavou metódou je tiež oddelovanie častíc vo vodnej suspenzii, ktorá sa nechá pretekať cez jediný kruhový otvor s nastaviteľným priemerom. Praktická využiteľnosť tejto metódy je však veľmi obmedzená.



**Obr. 3. 13.** Mechanická frakcionácia partikulárnych látok je založená na prestupe častíc cez otvor známej veľkosti za predpokladu, že nedochádza k žiadnej chemickej interakcii medzi časticou a povrchom otvoru sita. Táto podmienka je obvykle splnená pri frakcionácii veľkých častíc ( $> 0,1 \mu\text{m}$ ), kde transportná dráha častice v otvore nie je veľká (**a**). Naopak, v kanáloch, kde dráha malých častíc vysoko prekračuje ich priemer, stúpa pravdepodobnosť separácie v dôsledku fyzikálnych alebo aj chemických interakcií (**b**). Tieto interakcie však často závisia tiež od veľkosti a tvaru častíc – avšak na inej rozmerovej úrovni ako v predchádzajúcom prípade.