

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ

DIPLOMOVÁ PRÁCE

LIBEREC 2009

Michaela Klabačková

**TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ**

**Ultrazvuk v úpravě textilií
Ultrasound in the treatment of textiles**

Liberec 2009

Michaela Klabačková

Prohlášení

Prohlašuji, že předložená diplomová práce je původní a zpracoval/a jsem ji samostatně. Prohlašuji, že citace použitých pramenů je úplná, že jsem v práci neporušil/a autorská práva (ve smyslu zákona č. 121/2000 Sb. O právu autorském a o právech souvisejících s právem autorským).

Souhlasím s umístěním diplomové práce v Univerzitní knihovně TUL.

Byl/a jsem seznámen/a s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č.121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo).

Beru na vědomí, že TUL má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé diplomové práce a prohlašuji, že **s o u h l a s í m** s případným užitím mé diplomové práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědoma toho, že užití své diplomové práce či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do jejich skutečné výše).

V Liberci, dne 27.05.2009

.....

Michaela Klabačková

Poděkování

Ráda bych na tomto místě poděkovala vedoucí mé diplomové práce Ing. Dagmar Machaňové a konzultantovi Doc. Ing. Jakubu Wienerovi, Ph.D. za trpělivost, odborné vedení a za čas věnovaný mé práci.

Dále bych chtěla poděkovat celé mé rodině, která mě po celou dobu studií psychicky podporovala a byla mi velkou oporou.

Anotace

Tato diplomová práce je zpracovaná na téma Ultrazvuk v úpravě textilií. Cílem této diplomové práce je nalézt optimální podmínky pro ultrazvuk, aby bylo dosaženo co nejlepších výsledků, a to zejména v oblasti fibrilace Lyocelových vláken.

V teoretické části práce je vypracován základní přehled o ultrazvuku a jeho využití, o odpadních vodách, použitých barviv a celulózových vláknech dle dostupné odborné literatury.

V experimentální části práce je testován vliv ultrazvuku při odbarvování odpadních vod a při získání co největší fibrilace Lyocelových vláken.

Annotation

The theme of this diploma work is ultrasound in the treatment of textiles. The aim of this diploma work is to find optimal conditions for ultrasound in order to achieve the best results, especially in the field of fiber fibrillation Lyocell.

In the theoretical part of the work is a basic overview of ultrasound and its use of waste water, dyes and cellulosic fibers according to the available literature.

In the experimental part of the work is tested for the influence of ultrasonic decoloration of waste water and to obtain the greatest fibrillation Lyocell fiber.

Klíčová slova

ultrazvuk, Lyocelové vlákno, fibrilace, reaktivní barviva, disperzní barviva

Key words

ultrasound, Lyocell fiber, fibrillation, reactive dyes, dispersed dyes

Seznam zkratk

tj.	to je
např.	například
apod.	a podobně
č	číslo
obr.	obrázek
tab.	tabulka
c	koncentrace
c_L	rychlost šíření podélných vln
c_T	rychlost šíření příčných vln
NMNO	N-metylmorfolin-N-oxidu
POB	procentuální odstranění barviva

Obsah

1	Úvod	9
----------	-------------------	----------

TEORETICKÁ ČÁST

2	Historie ultrazvuku	10
----------	----------------------------------	-----------

2.1	Ultrazvuk.....	11
-----	----------------	----

2.2	Vznik ultrazvukových vln	12
-----	--------------------------------	----

2.3	Druhy ultrazvukových vln	14
-----	--------------------------------	----

2.3.1	Příčné (transverzální) vlny.....	14
-------	----------------------------------	----

2.3.2	Podélné (longitudinální) vlny	14
-------	-------------------------------------	----

2.3.3	Povrchové (Rayleighovy) vlny	15
-------	------------------------------------	----

2.3.4	Deskové (Lambovy) vlny	15
-------	-------------------------------	----

2.4	Způsoby šíření ultrazvukových vln	16
-----	---	----

2.5	Útlum ultrazvukových vln	16
-----	--------------------------------	----

2.6	Využití ultrazvuku v průmyslu (textilní proces).....	18
-----	--	----

2.6.1	Ultrazvuk v chemicko-technologických procesech	18
-------	--	----

3	Odpadní vody	20
----------	---------------------------	-----------

3.1	Čistění odpadních vod	21
-----	-----------------------------	----

3.2	Změkčování vody.....	22
-----	----------------------	----

3.3	Voda jako zušlechťovací prostředek	23
-----	--	----

4	Definice použitých barviv	23
----------	--	-----------

4.1	Reaktivní barviva	23
-----	-------------------------	----

4.2	Disperzní barviva	26
-----	-------------------------	----

5	Celulózová vlákna.....	26
----------	-------------------------------	-----------

5.1	Lyocelová vlákna	28
-----	------------------------	----

5.1.1	Postup výroby vlákna	30
-------	----------------------------	----

5.1.2	Porovnání vlastností viskózních a Lyocelových vláken.....	30
-------	---	----

5.1.3	Vlastnosti Lyocelových vláken.....	31
-------	------------------------------------	----

5.1.4	Fibrilace Lyocelových vláken.....	31
-------	-----------------------------------	----

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

6	Cíl práce	33
----------	------------------------	-----------

6.1	Charakteristika použitých přístrojů a pomůcek	33
6.1.1	Ultrazvukový homogenizátor Sonopuls HD 3200	33
6.1.2	Ultrazvuková lázeň	35
6.1.3	Další použité přístroje.....	36
6.2	Charakteristika použitých chemikálií a barviv.....	37
6.3	Charakteristika použitého materiálu	41
6.4	Odbarvování odpadních vod po barvení disperzními a reaktivními barvivy klasickou a flokulační technologií.....	41
6.4.1	Experiment č.1 – ultrazvukový homogenizátor	42
6.4.2	Experiment č.2 – ultrazvukový homogenizátor	44
6.4.3	Experiment č.3 – spektrofotometr.....	46
6.4.4	Odbarvování odpadních vod po barvení disperzními a reaktivními barvivy klasickou a flokulační technologií – diskuze výsledků	49
6.5	Změna struktury celulózových textilií.....	51
6.5.1	Experiment č.1 – ultrazvukový homogenizátor a ultrazvuková lázeň 52	
6.5.2	Experiment č.2 – ultrazvukový homogenizátor	53
6.5.3	Experiment č.3 – ultrazvukový homogenizátor	54
6.5.4	Experiment č.4 – ultrazvukový homogenizátor	55
6.5.5	Experiment č.5 – barvicí aparát	56
6.5.6	Změna struktury celulózových textilií – diskuze výsledků.....	57
7	Závěr.....	59
8	Seznam použité literatury	61

1 Úvod

Používání ultrazvuku nebo-li ultrazvukové energie zaznamenalo za poslední čtvrtstoletí velmi výrazný rozvoj. Postupem doby se začaly rozeznávat různé vlastnosti a možnosti využití ultrazvukové energie.

V dnešní době se ultrazvuk využívá především ve svařování, obrábění, vrtání, ale i v čištění. Při ultrazvukovém čištění získáme velkou úsporu manuální práce, pracovního času a výdajů za čisticí prostředky. V mnoha případech patří ultrazvukové čištění ke způsobům, kdy můžeme dosáhnout naprostého vyčištění předmětu.

Ultrazvukové čištění je výhodné i z ekologického hlediska, jelikož zde dochází k používání netoxických a biologicky odbouratelných prostředků a jejich vodných roztoků.

Výkonná ultrazvuková zařízení využívají mechanická vlnění s kmitočty vyššími než 20KHz. Vysoká intenzita ultrazvuku potřebná pro čištění je připisována zejména účinkům spojených s jevem tzv. kavitace. Při kavitaci dochází ke vzniku velmi malých bublinek, které se projevují intenzivním kmitáním částic kapaliny. V blízkosti bublinek dochází k nárůstu teploty, tlaku a zrychlení. Prostřednictvím těchto jevů dochází k silnému narušení mechanické vazby nečistot, které se vyskytují na povrchu čištěného předmětu a dochází k jejich oplachování. Jedná se o zjednodušený princip čištění ultrazvukem.

Obecně lze předpokládat, že intenzita využívání ultrazvuku se bude stupňovat, jelikož používání vede k energetickým a materiálovým úsporám a je možné dosáhnout netradičních efektů.

Cílem této diplomové práce je snaha provádět různé operace, pomocí ultrazvuku, které by vedly k získání převratných výsledků a to zejména v úpravě textilií. V experimentální části se budeme zabývat především fibrilací Lyocelových vláken, kde budeme sledovat různé parametry.

Pozornost bude také věnována odbarvování odpadních vod po barvení reaktivními a disperzními barvivy, kde bude důležitá výška sraženiny.

TEORETICKÁ ČÁST

2 Historie ultrazvuku

O existenci ultrazvuku se věda přesvědčila již v minulém století, avšak na dosti dlouhou dobu se ocitl v depozitáři fyzikálních hříček. Později se jim zabývali i velmi významní fyzikové (např. P.Langevin), jiní k poznání jeho vlastností přispěli nepřímo (lord Rayleigh), avšak povětšinou zůstával stranou zájmu vůdčích osobností vědy, a to i poté, co se ukázalo, že již zdaleka není jen fyzikální hříčkou.

Zdrojem ultrazvuku byly až do konce první světové války různé píšťaly, sirény, vodní trysky a pozornost se přirozeně soustřeďovala na ultrazvuk šířící se plyny a tuhými tělesy [1].

Jedním z milníků na cestě k ultrazvuku v jeho dnešních aplikačních podobách bylo zkonstruování piezoelektrických měničů. První piezoelektrický měnič – zdroj ultrazvuku – je připisován známému francouzskému fyzikovi P.Langevinovi, který jej zhotovil v roce 1916 a o rok později o něm podal zprávu. Další objevy a vynálezy v této oblasti akustiky na sebe nedaly dlouho čekat a v roce 1918 P.Langevin a N.C.Chilowsky si nechali patentovat první použitelný systém pro podmořskou ultrazvukovou echolokaci, tj. vyhledávání neviditelných překážek pomocí odraženého ultrazvukového vlnění. Takto se zrodil předchůdce dnešních sonarů či echolotů. Významným zdokonalením piezoelektrických zdrojů ultrazvuku byla později konstrukce měniče s fokusací, čímž se otevřela cesta k získávání ultrazvuku o extrémně vysokých intenzitách v malých objemech kapaliny [1].

Avšak další úspěchy na sebe nedaly dlouho čekat, jelikož vývoj byl usnadňován rozvojem elektroniky, protože generátory vysokofrekvenčního elektrického proudu a elektronické zesilovače byly nutnou podmínkou pro další vývoj. Ruský fyzik S.J.Sokolov vymyslel průchodovou metodu na detekci

skrytých vad materiálu. Tato metoda byla později propracována ke značné dokonalosti a není zcela opuštěna dodnes. Dalším převrtaným objevem byl ultrazvukový odrazový defektoskop vybavený osciloskopem na jehož obrazovce bylo možno zviditelnit odrazy ultrazvuku od akustických rozhraní, tj. vad materiálu, jako jsou různé praskliny a dutiny ve zkoumaném tělese. Od padesátých let lze vysledovat v literatuře zabývající se ultrazvukem metody založené na Dopplerově principu, které umožňují zjišťovat směr a rychlost pohyby struktur odrážejících ultrazvuk. Ultrazvuk tímto zahájil své dlouhé vítězné tažení proti zobrazovacím metodám na bázi rentgenového záření, a to, vzhledem ke své nepatrné rizikovosti, zejména v gynekologii a porodnictví [1].

U nás, popřípadě v bývalém Československu, má studium ultrazvuku poměrně dlouhou tradici i když jsou naše výsledky skromné ve srovnání se světovou vědou. Patrně první vědecké práce o biologických účincích ultrazvuku (rostlinný materiál) u nás počátkem čtyřicátých let publikovali významní brněnští lékaři a vědci F. Herčík, T. Martinec, M. Hrdlička a J. Šprindrich. Již o něco dříve však o technických i biologických aspektech ultrazvuku v naší literatuře pojednala J. Šimonová-Čeřovská.

Krom těchto známých osobností se vyskytuje celá řada vědců, kteří se zabývají právě výzkumem ultrazvuku a jeho následným účinkům, ale to zejména v lékařské oblasti [1].

2.1 Ultrazvuk

V prostoru, který nás obklopuje se vyskytují dva druhy vlnění.

A to elastické vlny, které se šíří jen v hmotném pružném prostředí a elektromagnetické vlny, které se šíří i ve vakuu. Oba druhy vlnění mají společné to, že se vyskytují v širokém rozmezí frekvencí od nejnižších (které představují několik kmitů za sekundu) až po miliardy kmitů za sekundu.

Ultrazvuk je mechanické vlnění s frekvencí vyšší než 16kHz. Pro člověka je neslyšitelný, ale řada živočichů jej vnímá (delfíni, netopýři). Vlnová délka je menší než vlnová délka zvukového vlnění, proto je ultrazvuk méně ovlivněn ohybem. Výrazný je jeho odraz od překážek a je méně pohlcován kapalinami a pevnými látkami. Často nahrazuje zdraví škodlivé rentgenové záření [4], [6].

Na základě konkrétních hodnot, kterými se vyjadřuje velikost intenzity ultrazvuku, dělíme ultrazvukovou energii na **aktivní** a **pasivní** nebo-li ultrazvuk malých a velkých částic.

Aktivní ultrazvuk – pracuje s vyššími intenzitami přibližně nad 50 W.cm^{-2} , bývá často označován jako „makrozvuk“, který ovlivňuje vlastnosti resp. strukturu prostředí, pokud ho podrobíme vlivu ultrazvuku. Používá se především tam, kde je potřeba urychlení jednotlivých procesů nebo zvýšení kvality provedených operací.

Pasivní ultrazvuk – používá se tam, kde ultrazvukové vlnění nebo kmitání dosahuje takové intenzity, která nevyvolá žádné fyzikální nebo chemické změny v prostředí. Jde o šíření ultrazvuku např. v kapalném, tuhém a plynném prostředí.

Ultrazvuková energie působící na dané prostředí prostřednictvím ultrazvukových kmitů, které se v něm šíří, může vyvolat značné fyzikální, chemické nebo jiné změny sledovaného prostředí [3].

2.2 Vznik ultrazvukových vln

V ultrazvukovém poli konají částic hmoty periodické kmitavé pohyby, které jsou jim vnucované zdrojem energie, např. ultrazvukovým zářičem. Můžeme tedy říci, že ultrazvukové vlny tvoří oscilující hmotné částice spojené jakoby elastickou pružinou. Každá částice je ovlivňována kmitavým pohybem sousedních částic, což se navenek projevuje jako vlnový pohyb všech částic [3], [6].

Veličiny charakterizující ultrazvukovou vlnu:

- perioda (T) = čas jednoho kompletního cyklu měřený v sekundách

$$T = \frac{\lambda}{c} \quad (1)$$

- frekvence (f) = počet period (kmitů) za sekundu, měřeno v hertzích [Hz]. Frekvence není závislá na médiu, ve kterém se ultrazvuk šíří (Obr.č.1). Závislost mezi trváním kmitů a frekvencí je dána vztahem:

$$f = \frac{1}{T} \quad (2)$$

- vlnová délka (λ) = délka jedné periody měřená v metrech [m], neboli prostorová vzdálenost mezi dvěma body, které leží za sebou ve stejné fázi vlny (Obr.č.1)

$$\lambda = \frac{c}{f} = cT \quad (3)$$

- rychlost šíření (c) = rychlost, jakou se šíří ultrazvuk daným médiem[m/s]. Rychlost šíření je závislá na typu média [3], [6].

$$c = \lambda \cdot f \quad (4)$$

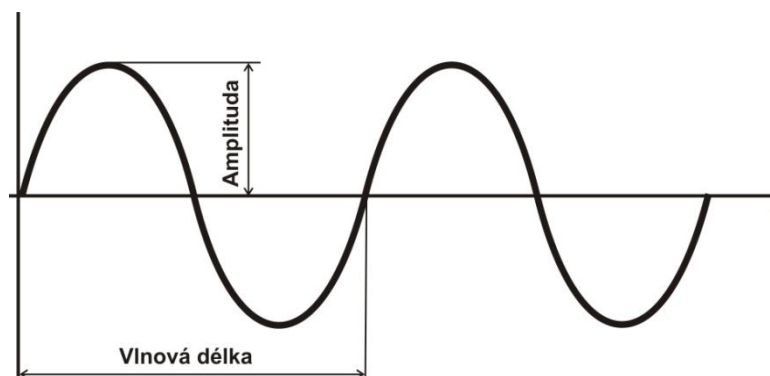
Další veličiny charakterizující ultrazvukové vlnění:

- p - akustický tlak (Pa) – okamžitý tlak v médiu způsobený průnikem akustické vlny
- P – akustický výkon (W) – množství akustické energie přenesené za časovou jednotku
- L – akustická intenzita ($W \cdot m^{-2}$) – výkon ultrazvukové vlny přenesený přes plochu kolmou k ultrazvukovému svazku [3], [6]

Při průniku ultrazvuku z jednoho média do druhého, dojde ke změně rychlosti šíření, změně vlnové délky, avšak frekvence zůstává stále stejná. Mezi frekvencí, fázovou rychlostí a vlnovou délkou platí jednoduchý vztah:

$$f = \frac{v}{\lambda} \quad (5)$$

Částice hmoty v ultrazvukovém poli podléhají periodické vibrace okolo jejich klidové pozice. Maximální vzdálenost od klidové pozice se nazývá amplituda (Obr.č.1). Amplituda a počet pohybujících se částic udává intenzitu (energii ultrazvuku). Akustická energie (J) je mechanická energie (schopnost konat práci), která je přenášena během průniku ultrazvukové vlny [3], [6].



Obrázek 1 Vlastnosti postupného vlnění

2.3 Druhy ultrazvukových vln

Ultrazvukové vlny šířící se prostředím mohou být několika druhů, které se vzájemně liší způsobem pohybu částic prostředí vzhledem ke směru postupu vlny [5], [7].

2.3.1 Příčné (transverzální) vlny

Příčné ultrazvukové vlny se šíří v prostředí s rozměry mnohem většími než je délka vlny a které odolávají namáhání ve smyku, tj. v prostředí tuhém. Základním znakem těchto vln je kmitání částic kolmo na směr šíření vlny (Obr.č.2b)). V kapalinách a v plynech se tyto vlny nevyskytují, jelikož obě tato skupenství nekladou žádný odpor smykového namáhání [5], [7].

2.3.2 Podélné (longitudinální) vlny

Podélné ultrazvukové vlny jsou nejběžnější a nejznámější. Částice těchto vln kmitají v prostředí přímočaře ve směru šíření vlny (Obr.č.3a)). Při tomto pohybu dochází k zhušťování (komprese) a zředování částic prostředí, a také

ke změně jeho objemu. Výhodou těchto vln je, že se mohou šířit každým prostředím, ať tuhým, kapalným nebo plynným. Jedinou podmínkou, aby se v prostředí mohla šířit čistě podélná vlna, jsou jeho dostatečně velké rozměry vzhledem k délce vlny λ [5], [7].

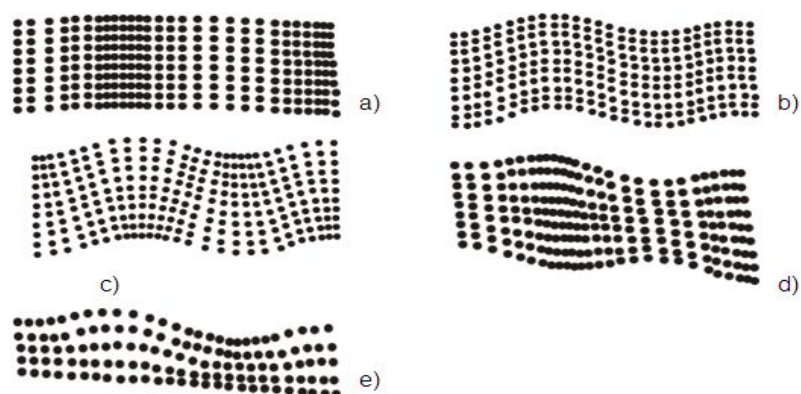
Rychlost šíření podélných vln je vždy větší než u vln příčných, a proto při téže frekvenci mají delší délku vlny než příčné.

2.3.3 Povrchové (Rayleighovy) vlny

Na volném povrchu tuhého prostředí se mohou šířit povrchové vlny (Obr.č.2e)) asi do hloubky přibližně se rovnající délce vlny, přičemž částice vykonávají eliptický pohyb. Jedná se o určitý druh příčných vln, kdy ve směru šíření vlny působí na částici podélná vlna a ve směru kolmém příčná vlna [5], [7].

2.3.4 Deskové (Lambovy) vlny

Deskové vlny se šíří dvěma způsoby a to jako vlny symetrické (dilatační) nebo asymetrické (ohybové) v závislosti na frekvenci, úhlu dopadu a tloušťce materiálu (Obr.č.2c)) [5], [7].



Obrázek 2 Druhy ultrazvukových vln

a) podélné

b) příčné

c) deskové (Lambovy ohybové)

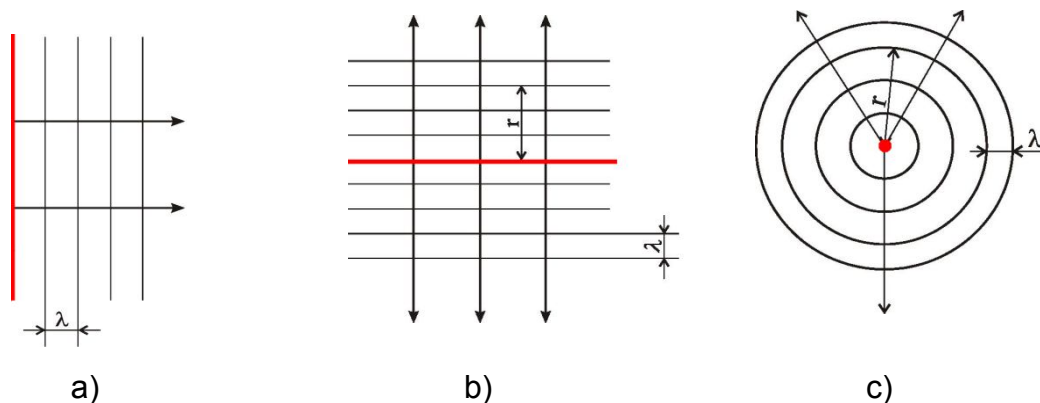
d) deskové (Lambovy dilatační)

e) povrchové

2.4 Způsoby šíření ultrazvukových vln

V neohraničeném prostředí se ultrazvuková vlna šíří od svého zdroje prostorově. Sousedící částice kmitající ve stejné fázi tvoří vlnoplochu. Podle tvaru vlny rozlišujeme:

- rovinná vlna
- válcová vlna
- kulová vlna



Obrázek 3 Tvary vlnoploch

- a) rovinná vlna
 b) válcová vlna
 c) kulová vlna

Tvoří-li vlnoplocha rovinu kolmou na směr šíření, jde o vlnu rovinnou (Obr.č.3a)). Jejím zdrojem je harmonicky kmitající nekonečná rovina. Kmitá-li nekonečně dlouhý válec se zanedbatelně malým průměrem, vytvoří se kolem něho válcové vlny (Obr.č.3b). při zdrojích malých rozměrů (bodových) se setkáváme s vlnami kulovými (Obr.č.3c)), jejichž vlnoplochy mají tvar soustředěných kulových ploch se středem v bodovém zdroji ultrazvuku. Při značně velkém poloměru přechází kulová vlna v rovinnou [5].

2.5 Útlum ultrazvukových vln

Prochází-li ultrazvuková rovinná vlna prostředím, klesá její energie a tím i její akustický tlak v závislosti na vlastnosti prostředí. Příčinou tohoto útlumu ultrazvukové vlny je:

- a) pohlcování (absorpce) ultrazvukových vln, kdy se mechanická energie mění v tepelnou, a to důsledku vnitřního tření kmitajících částic. S tímto druhem útlumu se setkáváme ve všech skupenstvích.
- b) odraz, lom, ohyb a rozptyl, tento druh útlumu, vyskytující se zejména v nehomogenních a polykrystalických prostředích s neideálními elastickými vlastnostmi, se označuje jako útlum rozptylem. Jeho příčinou je dopad ultrazvukových vln na jednotlivá rozhraní v nehomogenní látce [2], [5].

Typickým příkladem pro vznik ztrát rozptylem jsou kovy skládající se z většího počtu náhodně orientovaných zrn. Krystaly jsou anizotropní, a proto mají v různých směrech různé elastické vlastnosti a v důsledku toho různou rychlost šíření ultrazvuku.

V tuhých látkách se obecně uplatňují ztráty pohlcováním a rozptylem a činitel útlumu je dán součtem dílčích útlumů

$$\alpha = \alpha_1 + \alpha_2 \quad (11)$$

kde α_1 ... je útlum pohlcováním, při kterém mechanická energie kmitů se mění v tepelnou

α_2 ... útlum rozptylem, při kterém se ultrazvuková energie ztrácí v důsledku odrazu a lomu do různých směrů

Pohlcování ultrazvuku v tuhých látkách vzniká jako důsledek vnitřního tření, hysterzních ztrát, plastického tečení, relaxačních a tepelných jevů.

Útlum podélných vln je větší než u vln příčných, protože dochází k adiabatickým změnám objemu. Ve většině tuhých látek útlum způsobený pohlcováním je úměrný čtverci frekvence ultrazvuku.

V nehomogenním a zvláště v polykrystalických látkách, jako jsou kovy, mají převážný vliv na hodnotu činitele útlumu α ztráty rozptylem α_2 . Obecně tedy platí, že se zvětšující se anizotropií krystalů stoupají i ztráty rozptylem [2], [5].

2.6 Využití ultrazvuku v průmyslu (textilní proces)

Využití aktivní ultrazvukové energie se dá rozdělit do tří skupin:

- a) mechanický efekt – čištění, vrtání, svařování, mletí, rozprašování
- b) chemicko-technologický efekt – difúze, krystalizace, urychlování rozpouštění, extrakce, filtrace, emulgace, homogenizace
- c) chemický efekt – vliv na rychlost, průběh reakcí, tvorbu volných radikálů, hydrogenaci, urychlení oxidace

2.6.1 Ultrazvuk v chemicko-technologických procesech

Důvody, pro které se aplikuje akustická energie v chemicko-technologických procesech, spočívají v intenzifikujících účincích, které se projevují především v následujících aplikacích.

Difúze – látky mají tendenci přecházet z prostředí se svou vyšší koncentrací do prostředí s nižší koncentrací. Přirozenou vlastností látek je, že pokud se její částice mohou pohybovat, tak se rozptylují do celého prostoru, kterého mohou dosáhnout a postupně ve všech jeho částech vyrovnávají svou koncentraci. Proto se ultrazvuková energie používá pro rozptýlení částic v prostoru [20].

Krystalizace – či růst krystalů, obecně vytváření pravidelné struktury je druh fázové přeměny, při které dochází k pravidelnému uspořádání částic do krystalové mřížky. Díky ultrazvukovým kmitům je řízena velikost krystalů, zabraňuje tvoření shluků a srůstu [21].

Emulgace – emulze je heterogenní směs dvou kapalin, které se vzájemně samovolně nesměšují. Obvykle jde o kapaliny s různou hustotou a polaritou. Emulze je tvořena disperzním prostředím a dispergovanou látkou. Dispergovaná látka je v disperzním prostředí obvykle ve formě malých kapiček. Vytváření emulzí se nazývá emulgace. Ultrazvukové energie se už delší čas používá na míchání (emulgování) jinak nerozpustných nemísitelných kapalin nebo na podstatné zlepšování vlastností již existujících emulzí [22].

Ultrazvukové emulze se vyznačuje těmito vlastnosti:

- a) Emulze jsou stabilnější a ne vždy je třeba použít stabilizátorů

- b) Dovolují vytvořit emulze s malým rozměrem částic v úzkém rozmezí pod $1\mu\text{m}$. V laboratorních podmínkách lze dosáhnout rozměrového rozmezí v rozsahu od $0,18$ do $0,37\mu\text{m}$
- c) Náklady na výrobu ultrazvukových emulzí jsou menší. Dosahují několikanásobné úspory energie a času, protože akustické metody použité při výrobě jsou účinnější

V průmyslu se nejčastěji připravují ultrazvukové emulze na bázi oleje (tuku) a vody, a to především textilním, kosmetickým a potravinářským průmyslu [3].

Homogenizace – představuje lepší a rychlejší promíchání směsí kapalných látek různých druhů a s různou viskozitou. Tento proces je částečně založený také na zmenšení tření v procesu homogenizace. Použití ultrazvukové metody může být velmi výhodné a efektivní u výrobků, u kterých vyžadujeme, aby jednotlivé složky byly smíchané rovnoměrně a s dokonalou homogenitou [3].

Dispergace – využití při výrobě barev, pigmentů, farmaceutických výrobků atd. rychlost ultrazvukové dispergace různých materiálů závisí na jejich tvrdosti, počáteční zrnitosti, atd. Ultrazvuková dispergace a rozklad částic se používá často v laboratorních a výzkumné praxi, a to v různých směrech. U této aplikace se připravují vzorky ke zkoumání elektronovým mikroskopem. Kde se vyžaduje malé množství látky s nejvyšším stupněm jemnosti [3].

Kavitace – má-li ultrazvuk dostatečnou intenzitu, vyvolává při průchodu kapalinou jev zvaný kavitace

Kavitace je fyzikální jev v kapalině (v daném případě ve vodě), při němž vznikají, vyvíjejí se a zanikají kavitační bubliny (dutiny), které jsou naplněny vodními parami nebo plyny (obr.č.4). Kavitace nastává při dosažení určitých podmínek, a to při odpovídajícím tlaku a teplotě v daném místě. Kavitačním tlakem je tlak blízký tlaku nasycených par (p_{va}) při odpovídající teplotě a závisí na obsahu plynu v kapalině. Závisí také na druhu, tvaru, velikosti a počtu kavitačních jader a na době jejich výskytu v kritické oblasti [23], [24], [25].



Obrázek 4 Kavítace ve vodě

Kavítace se může vyskytovat na třech různých místech, pokud je systém tvořen kapalným médiem (vodou) a textilií.

- a) V celé tekutině
- b) Ve vazebné vrstvičce mezi tekutinou a textilií
- c) Uprostřed vláken textilií (což je možné díky nukleaci způsobené malými plynnými kapsičkami v pórech vlákniny).

Kavítace přispívá ke zlepšení přenosu hmoty v textilií, a tudíž k intenzifikaci ošetřování textilu různými cestami.

- kmitání bublin vytváří sférické pole rychlosti, které se rozpadá úměrně čtverci vzdálenosti od středu bubliny. Během příležitostného pohybu stěny bubliny, může její rychlost dosáhnout nebo přesáhnout rychlosti zvuku v médiu, a tím vytvářet silnou vodivost v místě velmi blízkém bublině
- pokud se bublina vyskytuje v těsné blízkosti pevného povrchu, může přestát deformaci během přechodného kolapsu, čímž vzniká vysokorychlostní proud tekutiny přímo k, nebo od okraje (záleží na charakteru okraje – volný či nepoddajný) [6].

3 Odpadní vody

Důležitou součástí vodního hospodářství podniků je likvidace odpadních vod. Odpadní vody textilních podniků bývají znečištěny vlákenky, tuky, látkami minerální povahy, pracími prostředky, detergenty, zásadami, kyselinami,

barvivy apod. Charakter odpadních vod je dán charakterem textilní výroby – např. podniky bavlnářské produkují jiné odpadní vody než podniky vlnářské.

Vysoké náklady a nároky vznikající výstavbou čistících zařízení si vyžadují v provozu taková opatření, která by zajistila úsporu provozní vody [10].

3.1 Čištění odpadních vod

Odpadní vody se čistí v několika stupních, které na sebe navazují. První hrubé čištění bývá mechanické. Odpadní voda prochází soustavou česel, sít a lapačů písku do vyrovnávacích nádrží. Z vody jsou přitom odstraňovány hrubé i jemnější mechanické nečistoty – ve vyrovnávacích nádržích se voda sdružuje, mísí a obsah odpadních látek se vyrovnává.

Na mechanické vyčištění navazuje většinou čištění chemické. Při tomto dalším stupni čištění se uplatňují především reakce neutralizační a oxidačně-redukční. Do odpadních vod se dává zelená skalice za přídavku vápna, čímž se tvoří sraženina. Tento pochod se nazývá čiření. Přítomné organické a anorganické látky, zbytky barviv, TPP a jiné koloidní i nekoloidní látky se na vzniklou sraženinu adsorbují. Obsah nádrže se promíchává vzduchem, který zároveň napomáhá oxidaci dvojmocného železa na gel Fe_2O_3 , jenž má vysoké adsorpční účinky [9], [10].

Jsou-li odpadní vody vysoce alkalické či kyselé nebo obsahují jiné nežádoucí látky, např. chlor, je možno odpadní vody zároveň u v toku do nádrže neutralizovat dávkováním příslušných látek. Po usazení kalu lze vyčeřenou vodu přepadem nádrže odtahovat.

Vody z chemického čištění lze dočistit biologickou cestou. Dočištění se uskutečňuje buď aplikací biologicky aktivovaného kalu z městských čistíren, nebo mísením chemicky vyčištěných odpadních vod s městskými splašky. Čištění probíhá v aktivačních nádržích za intenzivního provzdušňování po dobu 2 až 24 hodin. Přepadem se odebírá usazená voda a vede se přes usazovák, kde je zbavována posledních částech kalu.

Biologické čištění odstraní z vody jak některé rozpuštěné organické látky, které se nepodařilo odstranit chemickým čištěním, tak barviva i koloidy. Podmínkou úspěšného biologického dočišťování odpadních vod je pečlivá

kontrola kvality vstupních odpadních vod. Mikroorganismy nesmějí přijít do styku s toxickými látkami, se stále se měnící teplotou prostředí, s vysokým obsahem saponátů a dispergátorů, s nárazy alkality i kyselosti apod. Další podmínkou je biologická odbouratelnost přítomných organických látek.

Velkým problémem je odstranění barviv z odpadních vod. Z používaných skupin barviv pro barvení textilních materiálů se nejjednodušeji z odpadních vod odstraňují barviva ve vodě nerozpustná. Zneutralizováním rozpouštějících chemikálií se barviva z vody vysrážejí nebo se adsorbují na kal vznikající při čiření při biologickém dočišťování.

Obtížně se odstraňují především barviva rozpustná ve vodě, která se adsorbují velmi špatně, často pronikají čisticím systémem a zabarvují a znečišťují veřejné toky. K zamezení úniku zabarvených vod není dosud vypracován žádný základní recept. Bylo vypracováno několik metod odbarvování odpadních vod, žádná z nich však není univerzální [9], [10].

3.2 Změkčování vody

Nejen podpovrchové, ale i povrchové zdroje vody obsahují větší či menší množství rozpuštěných solí, především uhličitanů vápníku a hořčíku, které způsobují tzv. tvrdost vody. Tyto soli jsou při použití vody k praní a barvení nevhodné a škodlivé, poněvadž snižují rozpustnost barviv, kalí odstíny, srážejí mýdla i TPP a zaviňují řadu potíží při mokré úpravě textilního zboží. Proto je třeba tyto soli co nejdokonaleji odstranit.

Změkčování vody spočívá buď v převedení kationtů Ca^{2+} a Mg^{2+} v nerozpustné látky, které lze jednoduše z vody odfiltrovat, nebo ve vázání těchto kationtů do vodorozpustných komplexů a nebo v jejich nahrazení jiným neškodným kationtem.

Převedení kationtů Ca^{2+} a Mg^{2+} na těžko rozpustné sloučeniny a jejich vysrážení z vody je vůbec nejstarší způsob změkčení vody, který se v dnešní době v praxi používá jen málo. Soli Ca^{2+} a Mg^{2+} lze vysrážet vápnem a sodou, alkalickým hydroxidem a sodou, nebo fosforečnanem sodným.

Některé organické látky jsou schopny vázat kationty Ca^{2+} a Mg^{2+} a zajistit dobrou rozpustnost vzniklých komplexů ve vodě. Použití těchto

komplexotvorných látek je v dnešní době velmi rozšířeným způsobem změkčování vody v textilních barevnách. Změkčování se provádí většinou individuálně, tj. pro každou lázeň zvlášť [9], [10].

3.3 Voda jako zušlechťovací prostředek

Voda plní v textilním zušlechťování několik funkcí současně, aby textiliím mohly být dodány požadované užitkové vlastnosti, jako je bělost, barevnost, příjemný omak, savost, vodoodpudivou, nemačkovost a další, je nutno nejprve získat textilní surovinu v co možná nejčistší formě. K izolaci textilních vláken od nečistot, ať již přirozených nebo doprovodných, se používají vodní lázně, v nichž se nečistoty rozpouštějí, suspendují nebo emulgují, a tak se odstraňují.

Další funkci plní voda jako rozpouštědlo pro chemikálie, jimiž se na textílie působí, a tím se mění jejich vlastnosti, ať již jde o sloučeniny napomáhající uvolňování nečistot nebo o barvicí lázně. Jako rozpouštědlo slouží voda také při praní, které se provádí po každé technologické operaci a jehož účelem je odstranit nevyužitě zbytky zušlechťovacích lázní.

Kvalitní technologická voda má být čistá, bez zákalu, nemá obsahovat železo, mangan, organické nečistoty a nemá být tvrdá. Protože nároky kladené na vodu přiváděnou do podniku jsou přísné, nelze počítat s tím, že bude možné surovou vodu přímo použít v provozu, ale ve většině případů je nutno ji předem upravovat [9].

4 Definice použitých barviv

4.1 Reaktivní barviva

Reaktivní barviva se v posledních letech stala přední třídou barviv pro celulósová vlákna. Dominantní aplikační metodou zůstává vytahovací postup a postupy polokontinuální. Náš barvířský průmysl je uvádí na trh pod obchodním názvem Ostazinová barviva.

Reaktivní barviva se vyznačují vysokou brilancí odstínů, dobrou egalizační schopností (pouze při substantivní fázi barvení) a výbornými mokrymi stálostmi.

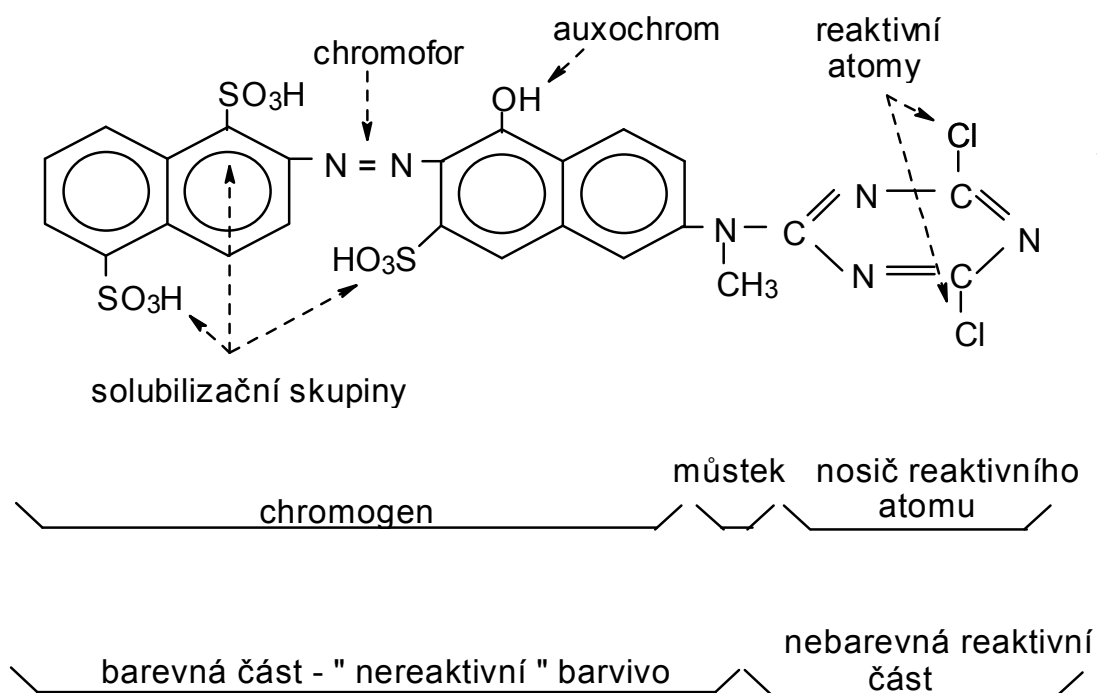
Jejich aplikace jak při barvení, tak i textilním tisku je jednoduchá a jsou vhodná nejen pro přírodní a regenerovaná celulózní vlákna, ale i pro vlákna živočišná a polyamidová. Dají se kombinovat a lze je aplikovat různými barvicími způsoby.

Jsou ve vodě rozpustná a s polymerem celulózních vláken reagují za vzniku barevné makromolekulární sloučeniny. Rozpustnost většiny reaktivních barviv je vysoká a přesahuje při teplotách barvení 70g/l. Přísady hydrotropních činidel, především močoviny zvyšuje rozpustnost, přísady elektrolytů ji snižuje. Afinita těchto barviv je rozdílná. Močovina afinitu snižuje, přísadou elektrolytu afinita u celé řady barviv výrazně stoupá. Některá barviva naproti tomu afinitu za přítomnosti elektrolytu téměř nemění.

Jejich velikou předností je, že vybarvení má vysoké stálosti, a to proto, že barvivo reaguje s vláknem za vzniku chemické (kovalentní) vazby. Vlastní chemická reakce mezi celulosovým vláknem a barvivem probíhá v alkalickém prostředí a je ovlivněna výrazně jak teplotou, tak i pH prostředí. Současně však nastává i paralelní reakce s vodou – hydrolyza barviva. Zalkalizované barvicí lázně mají proto omezenou trvanlivost. Barvivo hydrolyzované je na barevném materiálu vázáno jen vodíkovými můstky a van der Waalovými silami – má podstatně nižší stálosti než barviva, která s vláknem reagovala kovalentní vazbou [12].

Složení reaktivního barviva:

V uvedeném schématu jde vidět, že každé reaktivní barvivo se skládá z: barevné části – chromogenu, solubilizační skupiny, můstku, nosiče reaktivního atomu a reaktivního atomu.



Obrázek 5 Struktura reaktivního barviva

- barvonosná část (chromogen) – je nositelem barevnosti. Tvoří vlastní barevnou část molekuly barviva
- solubilizační skupiny – zajišťují rozpustnost barviva ve vodě. Nejznámější a nejužívanější je sulfoskupina $-SO_3H$ – většinou ve formě sodné soli $-SO_3Na$, která je většinou umístěna na chromogenu. U některých typů reaktivních barviv je tato skupina umístěna též na reaktivní skupině a při reakci barviva s vláknem se odstraní, čímž se barvivo stane méně rozpustné.
- reaktivní systém – je skupina, která nese reaktivní atom a zajišťuje vznik vazby mezi barvivem a vláknem. Na jejím charakteru je závislé chování barviva – hlavně reaktivita a pevnost vazby – a tím i teoreticky konečná stálost vybarvení.
- reaktivní atomy – reagují při barvicím procesu s primárními hydroxylovými skupinami celulózy. Nejvíce používanými reaktivními atomy jsou buď halogeny (chlor, fluor), která se působením alkálií aktivuje na reaktivní skupinu vinylsulfonovou.
- můstek – obstarává spojení chromogenu s nosičem reaktivního atomu. Většinou to bývá skupina imino, sulfoimino, methylazid

apod. Mústek významně ovlivňuje vlastnosti barviva a to především stálost vazby s celulosou, substantivitu a částečně i rychlost hydrolyzy barviva [2], [12].

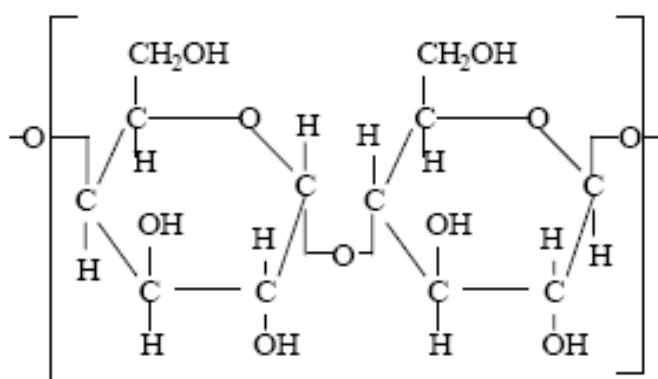
4.2 Disperzní barviva

Tato barviva se stala nejdůležitější skupinou barviv pro barvení a potiskování syntetických vláken.

Pro disperzní barviva je charakteristická nepřítomnost hydrofilních, např. iontových skupin v molekule, dále tendence tvořit krystaly tající při vysokých teplotách a jejich malá, avšak důležitá rozpustnost ve vodě při barvení a jejich veliká rozpustnost ve hmotě vláken z acetátu celulosy a ze syntetických polymerů za vzniku tuhého roztoku [12].

5 Celulózová vlákna

Celulóza starším názvem též buničina, je polysacharid složený z betaglukosy. Jednotlivé glukosou jednotky jsou spojené vazbou β 1,4 a tvoří dlouhé, nerozvětvené řetězce, které jsou zcela nerozpustné ve vodě, celulóza je hlavní stavební látkou rostlinných primárních buněčných stěn a spolu ligninem se podílí na stavbě sekundárních buněčných stěn, celulóza je nejrozšířenějším biopolymerem na zemském povrchu [26]



Obrázek 6 Vzorec celulózy

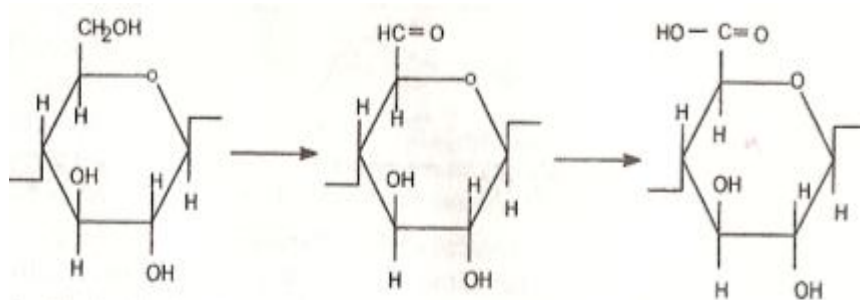
Celulóza je látka málo reaktivní, což je dáno jednak jejím chemickým složením – reaguje jako vícemocný alkohol, hlavně však jejich strukturou, neboť reakce probíhají značně rychleji v amorfni než v krystalické oblasti.

Struktura celulózy je vytvořena nerozvětvenými řetězci asi 500 jednotek D-glukosy. Dlouhé nevětvené polymery celulózy v buněčných stěnách rostlin vytváří vyšší strukturu – tzv. mikrofibrily. To jsou v tahu velmi pevná vlákna složená z mnoha molekul celulózy spojených vodíkovými můstky. Obvykle však není celulóza jedinou složkou buněčných stěn, ty totiž obsahují mikrofibrilami i např. xyloglukany, pektiny a případný lignin [8].

Uspořádání mikrofibril určuje směr růstu buňky. Pokud jsou v části uspořádány rovnoběžně buňka roste ve směru kolmém na směr mikrofibril.

Pro zušlechťování mají největší význam reakce při nichž dochází ke zkrácení makromolekulárního řetězce, a tím ke snížení pevnosti celulóзовých vláken, a reakce, které mohou negativně ovlivnit zpracovatelské a užitné vlastnosti celulóзовých materiálů, jako je hydrolytické štěpení a oxidační reakce vedoucí k oxidačnímu štěpení [8], [19].

Celulóza je velmi citlivá vůči oxidačním činidlům. Při jejich působení se nejprve oxidují reaktivnější primární alkoholické skupiny –OH celulózy na uhlíku C₆, což vede ke vzniku aldehydické skupiny .CH=O a další oxidací ke vzniku karboxylové skupiny –COOH [8], [13].



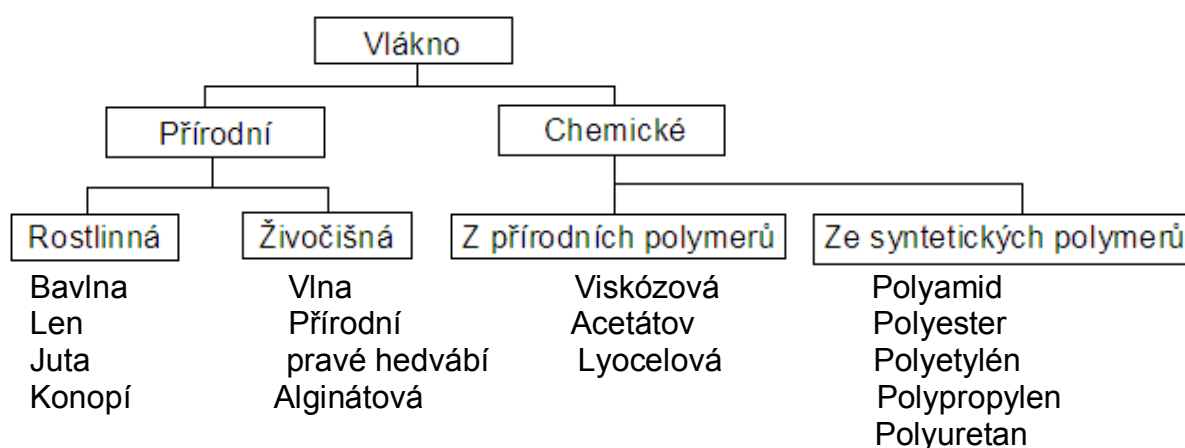
Obrázek 7 Oxidační poškození za vzniku nejprve aldehydické a následně i karboxylové skupiny

Působením alkálií na celulóзовá vlákna dochází k fyzikálně-chemickým změnám. Nejprve vlákno bobtná a přerušují se vodíkové můstky. Bobtnání celulózy probíhá nejprve v amorfni oblastech a s rostoucí koncentrací alkálie i v interkrystalických oblastech. Tím se mění jeho tvarové a mechanické

vlastnosti. Celulózová vlákna se v alkáliích také částečně rozpouštějí. Rozpustnost závisí na koncentraci zásady, na teplotě a na polymeračním stupni celulózy.

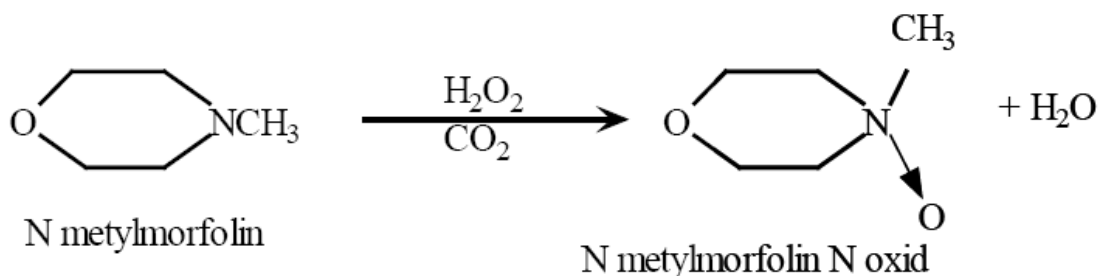
Obecně lze říci, že přírodní celulózová vlákna mají větší krystalický podíl a vyšší orientaci než vlákna z regenerované celulózy. Naopak zase vlákna z regenerované celulózy jsou tvořena velmi čistou celulózou. Jejich vlastnosti závisí na průměrném polymeračním stupni a na nemolekulární struktuře [8], [9].

Tabulka 1 Rozdělení textilních vláken



5.1 Lyocelová vlákna

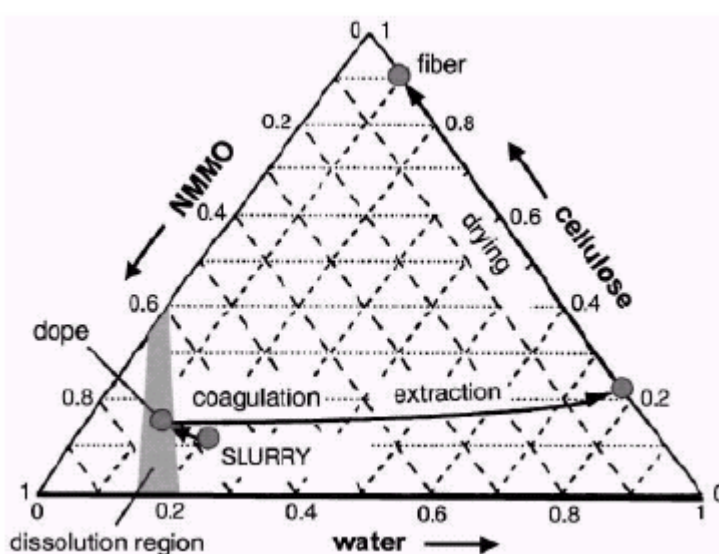
Ekologicky neúnosný postup rozpouštění celulózy používaný a vysoká toxicita CS_2 vedla k vytvoření jiného vlákna na bázi celulózy jehož výroba nebude životní prostředí tolik zatěžovat. V roce 1939 publikoval Graenache možnost rozpouštění až 10% celulózy v terciálních aminosolích. Po dvaceti letech patentoval Johnson rozpouštědlový systém na bázi N – metylmorfolin – N oxidu (NMMO). V důsledku silného dopólu N – O je možné fyzikální rozpouštění ve vodném roztoku. Dále v roce 1990 popsali Mc Corsely a Varga speciální postup přípravy koncentrovaných roztoků (do 23%) celulózy NMMO.



Obrázek 8 Příprava N metylmorfolin N oxidu

NMMO vzniká peroxidickou oxidací N metylmorfolinu. Bod tání čistého NMMO je 170°C.

Hydratací s jednou molekulou vody vzniká krystalický monohydrát (obsah 13,3% vody), který má bod tání 75°C a lépe rozpouští celulózu. Rozpustnost celulózy v binární směsi vody a NMMO je znázorněn na diagramu (obr.č.9). Kde pouze malá šedá oblast značí úplně rozpuštění celulózy v koncentrovaném NMMO. Prakticky se začíná mimo tuto oblast z disperze celulózy (slurry) ve směsi voda NMMO (roztok). Voda je pak odstraňována při sníženém tlaku a zvýšené teplotě (100°C) až se dosáhne oblasti úplného rozpouštění. Po zvláknění nastává koagulace a extrakce NMMO [14], [15].



Obrázek 9 Diagram celulóza voda NMMO

5.1.1 Postup výroby vlákna

- a) příprava homogenního koncentrovaného roztoku celulózy ve směsi voda NMMO (8-20% celulózy, 75-80% NMMO a 5-12% vody)
- b) vytlačování přes vzdušnou mezeru do srážecí lázně při 90 – 120°C
- c) koagulace a dloužení ve srážecí lázni (obsahuje vodu a polární rozpouštědla jako je etanol resp. bobtnala jako je NaOH, ZnCl₂, atd.). Pomocí složení srážecí lázně se dá řídit krystalická struktura a radiální homogenita, příp. omezit tendence k fibrilaci
- d) praní, sušení vláken
- e) rekuperace NMMO ze srážecí a prací lázně [14]

5.1.2 Porovnání vlastností viskóзовých a Lyocelových vláken

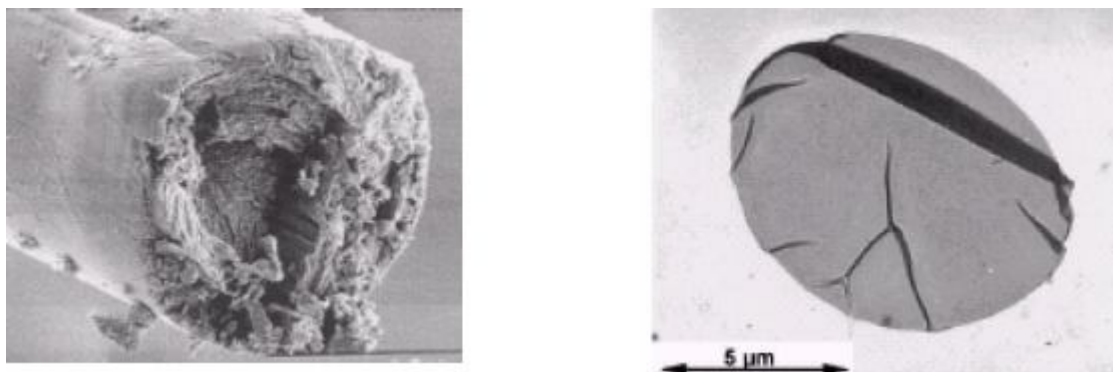
Poměrně jednoduchá NMMO technologie umožnila výrobu vláken z regenerované celulózy nazvaných Lyocelová. Porovnání vlastností viskóзовých a Lyocelových vláken je v tabulce.

Tabulka 2 Porovnání vlastností viskóзовých a Lyocelových vláken

Parametr	Viskoza (běžná)	Lyocel (první generace)
Příčný řez	laločnatý	Kruhový resp. oválný
Radiální struktura	Rozdíly kora/dřeň	homogenní
Krystalinita	Nízká 27%	Vysoká 42%
Délka krystalitů	Menší 11-25 nm	Větší 15-45 nm
Šířka krystalitů	Větší 5-11 nm	Menší 3.5-5.5 nm
Orientace krystalitů	vysoká	vysoká
Orientace amorfní fáze	nižší	vysoká

Porovnání Lyocelových vláken je radiálně homogenní (průměr pórů je 5-10 nm). Pouze na povrchu je malá vrstvička s vysokou hustotou materiálu. U vláken viskóзовých jsou v pokožce (skin) tloušťky 1.5 – 2.5 nm jen malé póry

velikosti 5 – 25nm. V jádře jsou velké póry velikosti 25 – 150nm. Toto je znázorněné na (obr.č.10) [15].



Obrázek 10 Příčný řez a lomová plocha Lyocelového vlákna

5.1.3 Vlastnosti Lyocelových vláken

V porovnání s viskózními vlákny mají Lyocelová vlákna:

- výrazně vyšší pevnost za sucha i za mokra
- nižší tažnost za sucha i za mokra
- vyšší počáteční modul za sucha i za mokra
- vyšší pevnost ve smyčce a uzlu za sucha i za mokra
- speciální omak
- vyšší tendenci k fibrilaci za mokra

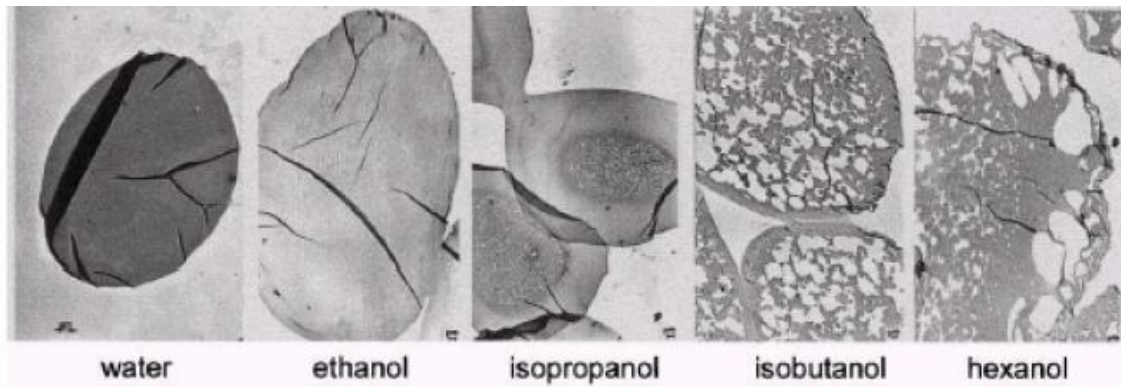
Vlastnosti Lyocelových vláken lze v širokých mezích měnit také přidávkou různých polymerů (rozpuštěných v NMMO) resp. jiných aditiv. Na obr.č.11 je ukázán rozdíl v radiální struktuře vláken při použití hydrofobního polyetylénu (roste hydrofobita a povrchová plocha) [14].

5.1.4 Fibrilace Lyocelových vláken

Kromě výborných mechanických vlastností a stability mají Lyocelová vlákna tendenci k fibrilaci za mokra (důsledek vysoké krystalinity a vysoké orientace všech fází). K omezení fibrilace se dá počít jak modifikace v průběhu přípravy vláken tak i při zušlechťování. Zajímavých výsledků lze docílit dodáním různých alkoholů do srážecí lázně obr.č.11. Je patrné, že u vyšších alkoholů se

projevuje skin efekt a vzniká struktura s velikými póry řádově mikrometrů. Snižuje se tendence k fibrilaci.

V některých případech se naopak fibrilace zvýrazňuje např. působením enzymů a vyrábí se textile se speciálním povrchem [15].



Obrázek 11 Modifikace Lyocelových vláken

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

6 Cíl práce

Cílem experimentální části je dosáhnout za použití nejen ultrazvukového homogenizátoru nových poznatků v úpravě textilií.

V této části jsou sledovány různé faktory (např. doba působení ultrazvuku a jeho intenzita, délka ponechání lázně, použitý textilní materiál atd.), které by měly pozitivně ovlivnit prováděné pokusy a tím docílit převratných výsledků.

Účinky ultrazvukového homogenizátoru byly pozorovány ve 2. fázích:

- 1) Odbarvování odpadních vod po barvení disperzními a reaktivními barvivy klasickou a flokulační technologií
- 2) Změna struktury celulózových textilií

6.1 Charakteristika použitých přístrojů a pomůcek

6.1.1 Ultrazvukový homogenizátor Sonopuls HD 3200

Ultrazvukový homogenizátor Sonopuls je výkonné stolní zařízení pro vědecké a technické aplikace s různými možnostmi použití např.:

- homogenizace kapalin
- odplynění kapalin
- dispergace aglomerátů
- emulgace špatně nemísitelných kapalin
- urychlování chemických reakcí
- analýza životního prostředí (zkoumání odpadních vod, vzorků půdy)
- buněčný rozklad (extrakce mikroorganismů, tkáňových buněk)
- sonochemie apod.

Ultrazvukový homogenizátor Sonopuls typu HD 3200 (výrobce – firma Bandelin) se skládá z řídicí jednotky , ultrazvukového generátoru

s převodníkem (hlavicí) a sondy, která se ponoří do připraveného vzorku. Ultrazvukový generátor má výkon 200W a přístroj je určen pro práce se vzorky o objemu od 2 do 1000ml. Hlavice může sloužit k upevnění sond o průměru 2,3, 6, 13, 19 a 25 mm. Výkon generátoru lze nastavit jako velikost amplitudy kmitů, nebo přímo v jednotkách výkonu. Lze dále volit časový interval pulzace, tj. času, po který bude ultrazvuk působit (od 0,1 do 600 sekund) a času, kdy bude generátor v klidu (od 0,2 do 600 sekund). Tak lze zvolit prakticky libovolný program chodu přístroje. Takto zvolené programy lze uložit do paměti řídicí jednotky a později je přesně opakovat. Displej jednotky je podsvícený a lze odečíst i celkové množství energie, vložené do vzorku, nebo průběžně odečítat teplotu vzorku (za předpokladu, že jednotka byla dovybavená teplotním čidlem).

Sondy jsou skleněné, ale nejčastěji titanové nástavce, přenášející kmity ultrazvuku do vzorku. Jsou termostabilní, autoklávovatelné a vysoce odolné vůči agresivním látkám. Jejich velikost se volí podle objemu vzorku, do kterého se ponoří. Při ponoru se povrch sondy nesmí dotýkat stěn reakční nádoby [2], [16].

Technické údaje jednotky (generátoru): [16]

- výkon maximum 200 W
- frekvence 20 kHz
- rozsah výkonu 25 – 200 W

Technické údaje: [16]

- napájení 230 V – 50/60 Hz
- rozsah nastavení času 0:00:01 – 9:59:59 [h: mm: ss]
- pracovní režim ultrazvuku pulsní nebo nepřetržitý
- pulzní čas zapnutý ON 0.1 – 600 s
- pulzní čas vypnutý OFF 0.2 – 600 s
- nastavení rozsahu amplitudy 10 – 100% s krokem 1%
- ovládání ultrazvuku amplituda nebo výkon
- zobrazení energie kJ

Technické údaje: [16]

- průměr hrotu 3 mm
- množství lázně vystavené působením ultrazvuku 5 ml – 90 ml
- maximální přípustné nastavení amplitudy 100%



Obr.č.12: Ultrazvukový homogenizátor Sonopuls typu HD 3200 se sonotrodou MS 73, s průměrem hrotu 3mm

6.1.2 Ultrazvuková lázeň

Ultrazvukové zařízení se skládá z vany, ultrazvukového generátoru a měniče. Ultrazvukový měnič, napájený z generátoru, transformuje vysokofrekvenční energii na akusticko mechanické kmity. Náplň ultrazvukové čističky se v důsledku absorpce ultrazvukové energie zahřívá. Oddělování nečistoty od substrátu je v ultrazvukové lázni zajištěno střídavým tlakovým polem s vysokou frekvencí.

Vniknutím čistícího média mezi nečistotu a plochu čistěného materiálu se rozruší postupně síly vážící tyto dvě části k sobě, až k úplnému oddělení. Vlivem podtlaku dochází ke vzniku bublinek v čistícím médiu. V následující půlperiodě přechází okamžitá hodnota střídavého tlaku v kapalině přes nulovou hodnotu do kladných hodnot, čímž se vzniklé bublinky uzavřou a stlačí.

Prudkým stlačením kulové bubliny, bublina zanikne a generuje rázové vlny s vysokou mechanickou energií, které definitivně poruší vazbu mezi čistěným materiálem a nečistotou. Tento jev nazýváme kavitací [17], [18]

Technické údaje: [17]

- výkon, maximum 240 W
- frekvence 24 kHz / 42 kHz
- nastavení amplitudy 50% / 100%
- objem lázně 0,9 l



Obrázek 13 Ultrazvuková lázeň

6.1.3 Další použité přístroje

- Spektrofotometr Specol firmy Jena Carl Zeiss



Obrázek 14 Spektrofotometr Specol

- Analytické váhy – Sartorius, vážení s přesností na mg, dodavatel – Karolina Express GmbH, Ústí nad Labem



Obrázek 15 Analytické váhy Sartorius

- Sušárna – horkovzdušná HS 62 A, 220 V, 50 Hz, dodavatel – ZPA Dukla Prešov
- Barvicí aparát - Linitest

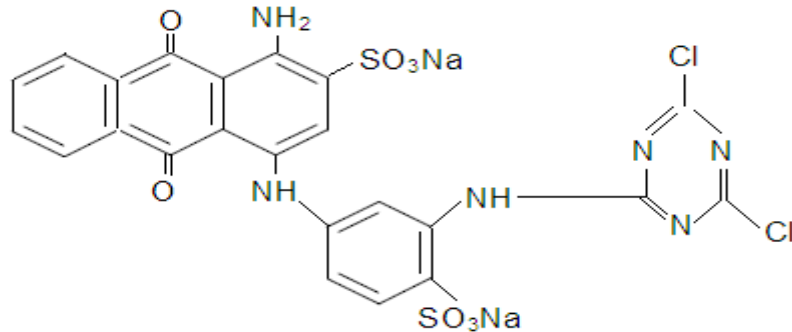
6.2 Charakteristika použitých chemikálií a barviv

Chemikálie:

- Texaflok – dusíkatý derivát, silně kationaktivní – určený k odbarvování textilních odpadních vod, vhodný pro silně zbarvené odpadní
- Síran železnatý (FeSO_4)
- Hydroxid vápenatý (CaOH_2)
- Soda kalcinovaná (Na_2CO_3)
- Hydroxid sodný (NaOH)
- Chlorid zinečnatý (ZnCl_2)

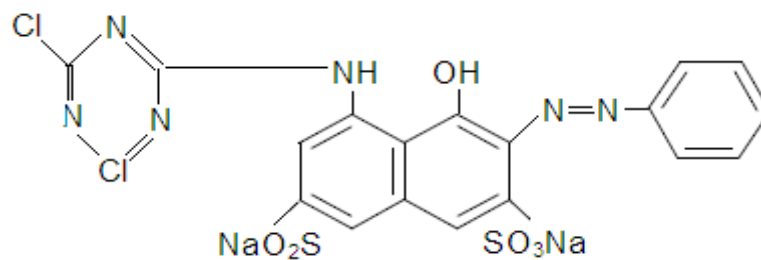
Barviva

- Reaktivní barvivo Ostazinová modř S-R (C.I. Reactive Blue 4)



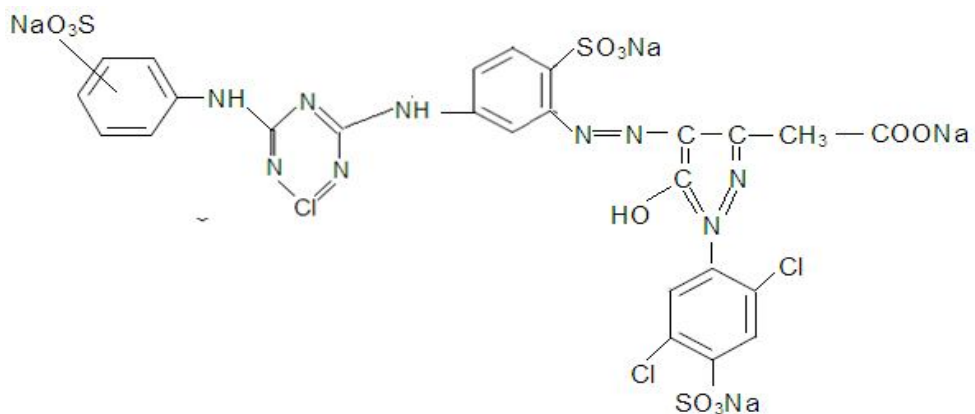
Obrázek 16 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová modř S-R

- Reaktivní barvivo Ostazinová červeň S-5B (C.I. Reactive Red 2)



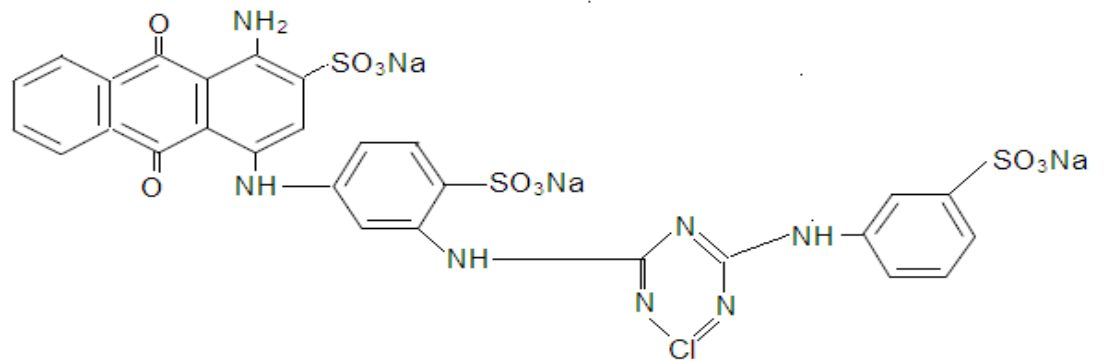
Obrázek 17 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová červeň S - 5B

- Reaktivní barvivo Ostazinová žluť H-5G (C.I. Reactive Yellow 2)



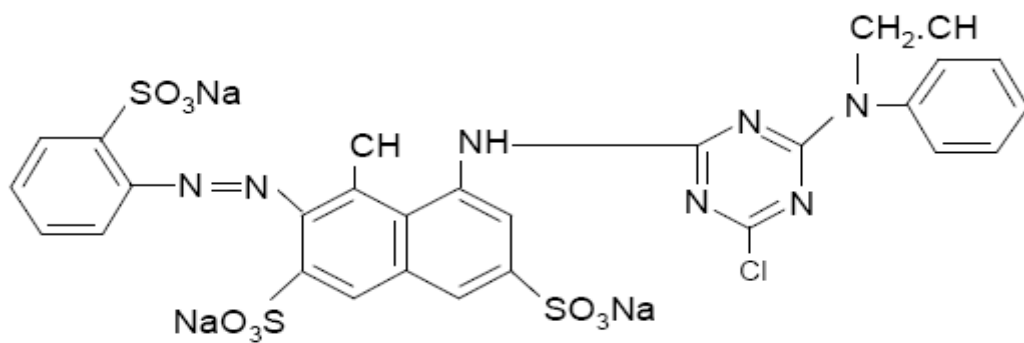
Obrázek 18 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová žluť H-5G

- Reaktivní barvivo Ostazinová modř H-BR (C.I. Reactive Blue 5)



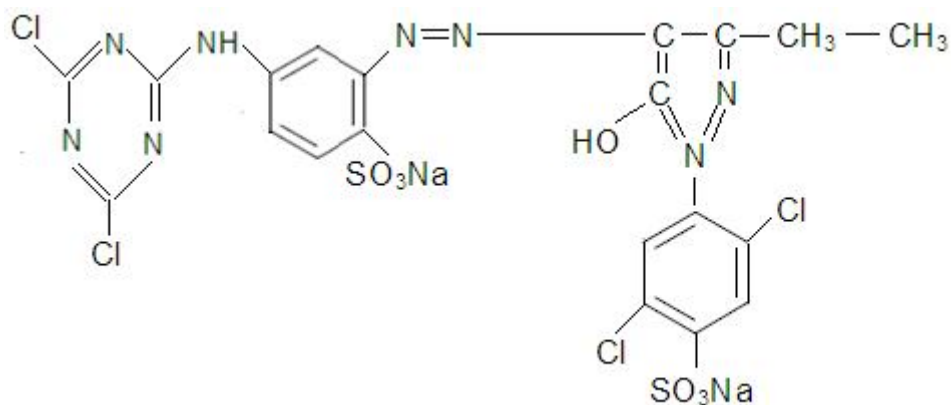
Obrázek 19 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová modř H-BR

- Reaktivní barvivo Ostazinová červeň H-B (C.I. Reactive Red 24)



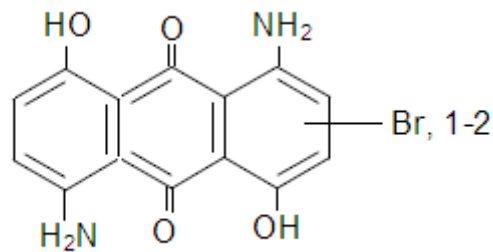
Obrázek 20 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová červeň H-B

- Reaktivní barvivo Ostazinová žluť S-GG (C.I. Reactive Yellow 1)



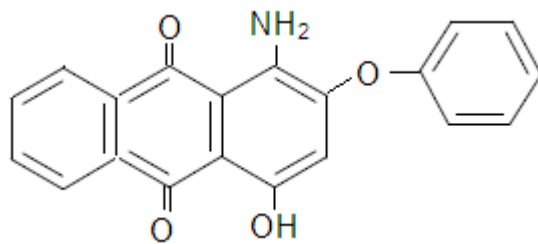
Obrázek 21 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová žluť S-GG

- Disperzní barvivo Ostacetová modř E-LR (Blue 56)



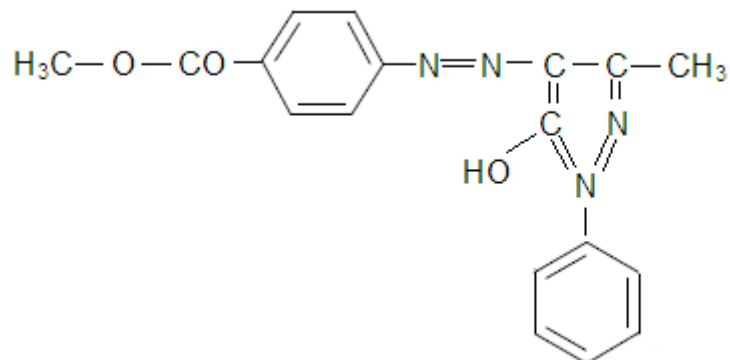
Obrázek 22 Vzorek disperzního barviva Ostacetová modř E-LR

- Disperzní barvivo Ostacetová červeň E-LR (Red 60)



Obrázek 23 Vzorec disperzního barviva Ostacetová červeň E-LR

- Disperzní barvivo Ostacetová žluť E-LR (Blue 56)



Obrázek 24 Vzorec disperzního barviva Ostacetová žluť E-LR

6.3 Charakteristika použitého materiálu

K pokusům, které byly prováděné v této práci, byla použita Lyocelová vlákna a to jak ve formě tkaniny, tak i volných vláken.

Typy materiálu:

- Tkanina, 1,1dtex
Plošná hmotnost 110 g/m²
- Vlákna, 1,7dtex
Jemnost 1,7 dtex/40mm
- Pletenina (zátažná jednolící), 1,3dtex
Tencel 1.3 LM 2007/01
- Vlákna, 1,3dtex
Jemnost 1,3 dtex/38 mm
- Vlákna, 0,9dtex
Jemnost 0,9 dtex/34 mm

6.4 Odbarvování odpadních vod po barvení disperzními a reaktivními barvivy klasickou a flokulační technologií

Hlavním úkolem těchto pokusů v této části byla snaha získat pomocí působení ultrazvukového homogenizátoru nové výsledky v oblasti odbarvování odpadních vod, které byly obarveny disperzními a reaktivními barvivy.

Pro experiment č.1, 2 jsme si připravili zásobní roztoky o celkovém objemu 500ml z těchto látek:

- 1 g/l Barviv (viz. Výše 6.2)
- 100 g/l Texafloku
- 50 g/l FeSO₄
- 50 g/l CaOH₂
- 50g/l Na₂CO₃

6.4.1 Experiment č.1 – ultrazvukový homogenizátor

K experimentu jsme si připravily 2 x 14 roztoků (28 lázní) o celkovém objemu 30ml, kdy každá lázeň obsahovala:

20ml příslušného barviva ze zásobního roztoku

5ml FeSO₄ ze zásobního roztoku

a zvláště jsme si připravily 5ml CaOH₂.

Do ultrazvukového homogenizátoru jsme umístili vždy plastovou lahvičku s připraveným roztokem. Těsně před spuštěním jsme přidali 5ml CaOH₂ a lázeň podrobili účinkům ultrazvukového homogenizátoru při intenzitě 20% po dobu 30 sekund. Po uplynutí doby jsme lahvičku vytáhli. Tento postup jsme provedli u první poloviny roztoků.

K druhé polovině roztoků jsme přidali 5ml CaOH₂, ale již dále nebyly roztoky podrobeny účinkům ultrazvukového homogenizátoru.

Úkolem bylo paralelně sledovat v časových intervalech (10, 30 min.) roztoky – jejich výšku sraženiny a zbarvení vody nad sraženinou.

Tabulka 3 Výsledky pokusu s CaOH₂ a FeSO₄ u disperzních barviv

Barviva		10min.		30min.	
		Výška sraženiny [mm]	Zbarvení vody	Výška sraženiny [mm]	Zbarvení vody
Ostacetová modř E-LR (nová)	S ultraz.	42	2	32	1
	Bez ultaz.	41	3	32	2
Ostacetová červeň E-LR (nová)	S ultraz.	40	2	33	1
	Bez ultraz.	42	3	34	1
Ostacetová žluť E-LR (nová)	S ultraz.	39	2	35	1
	Bez ultraz.	42	3	32	1

Tabulka 4 Výsledky pokusu s CaOH_2 a FeSO_4 u reaktivních barviv

Barviva		10min.		30min.	
		Výška sraženiny [mm]	Zbarvení vody	Výška sraženiny [mm]	Zbarvení vody
Ostazinová žluť H-5G (nová)	S ultraz.	41	2	34	1
	Bez ultraz.	42	3	32	2
Ostazinová žluť H-5G (stará)	S ultraz.	44	2	35	1
	Bez ultraz.	41	2	29	1
Ostazinová červeň H-B (nová)	S ultraz.	41	2	34	1
	Bez ultraz.	41	2	31	2
Ostazinová červeň H-B (stará)	S ultraz.	42	3	31	2
	Bez ultraz.	36	2	28	2
Ostazinová modř H-BR (nová)	S ultraz.	40	2	35	1
	Bez ultraz.	40	3	29	1
Ostazinová modř H-BR (stará)	S ultraz.	39	2	32	1
	Bez ultraz.	36	2	25	1
Ostazinová červeň S-5B (nová)	S ultraz.	40	2	34	1
	Bez ultraz.	42	3	33	1
Ostazinová červeň S-5B (stará)	S ultraz.	38	2	30	1
	Bez ultraz.	37	2	29	1
Ostazinová modř S-R (nová)	S ultraz.	42	3	35	1
	Bez ultraz.	42	3	29	1

Pokračování tabulky 4

Ostazinová modř S-R (stará)	S ultraz.	41	2	35	1
	Bez ultraz.	40	2	32	1
Ostazinová žluť S-GG (stará)	S ultraz.	38	1	32	1
	Bez ultraz.	42	3	32	1

Vodní sloupec 45mm

- 1 ... voda je čistá
- 2 ... plave malé množství sraženiny
- 3 ... přechod mezi vodou a sraženinou je nepatrný

6.4.2 Experiment č.2 – ultrazvukový homogenizátor

K experimentu jsme si opět připravili 2x14 roztoků (28 lázní) o celkovém objemu 20ml, kdy každá lázeň obsahovala:

20ml příslušného barviva ze zásobního roztoku
a zvláště jsme si připravili 0,5ml Texafloku.

Jelikož jsme pracovali s chemikálií – Texaflok, tak nejprve došlo k upravení $\text{pH} \geq 9$ a to pomocí Na_2CO_3 a poté jsme přidali 0,5ml Texafloku. Do ultrazvukového homogenizátoru jsme umístili vždy plastovou lahvičku s připraveným roztokem a lázeň jsme podrobili účinkům ultrazvukového homogenizátoru při intenzitě 20% po dobu 30 sekund. Po uplynutí doby jsme lahvičku vytáhli. Tento postup jsme provedli u první poloviny roztoků.

K druhé polovině roztoků jsme přidali 0,5ml Texafloku, ale již dále nebyly roztoky podrobeny účinkům ultrazvukového homogenizátoru.

Úkolem bylo paralelně sledovat po uplynutí 24hod. roztoky – jejich výšku sraženiny a zbarvení vody nad sraženinou.

Tabulka 5 Výsledky pokusu s Texaflokem u reaktivních barviv

Barviva	S ultrazvukem		Bez ultrazvuku	
	po 24hod.		po 24hod.	
	Výška sraženiny [mm]	Zbarvení vody	Výška sraženiny [mm]	Zbarvení vody
Ostazinová žluť H-5G (nová)	1	2	3,5	2
Ostazinová žluť H-5G (stará)	2	2	5	2
Ostazinová červeň H-B (nová)	2,5	2	17	2
Ostazinová červeň H-B (stará)	21	3	15	3
Ostazinová modř H-BR (nová)	40	3	5	1
Ostazinová modř H-BR (stará)	1,5	3	10	1
Ostazinová červeň S-5B (nová)	1,5	2	12	2
Ostazinová červeň S-5B (stará)	40	3	17	2
Ostazinová modř S-R (nová)	2	1	10	1
Ostazinová modř S-R (stará)	2,5	2	2,5	2
Ostazinová žluť S-GG (stará)	40	3	12	1

Tabulka 6 Výsledky pokusu s Texaflokem u disperzních barviv

Barviva	S ultrazvukem		Bez ultrazvuku	
	po 24hod.		po 24hod.	
	Výška sraženiny [mm]	Zbarvení vody	Výška sraženiny [mm]	Zbarvení vody
Ostacetová modř E-LR (nová)	2,5	1	2	1
Ostacetová červeň E-LR (nová)	1	1	3	1
Ostacetová žluť E-LR (nová)	2,5	2	3	2

Vodní sloupec 40mm

- 1 ... voda je čistá
- 2 ... voda je mírně zbarvená
- 3 ... voda je výrazně zbarvená

6.4.3 Experiment č.3 – spektrofotometr

V této experimentální části jsme se snažili docílit výpočtu procentuálního odstranění barviva (kolik barviva z předešlého experimentu č.2 po uplynutí doby 24hod. se vyskytovalo v roztoku nad sraženinou).

Postup byl následný:

Změřili jsme si absorbanci jednotlivých použitých barviv o koncentraci 0,01, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08, 0,1g/l (v tabulce č.6 je uvedena pouze koncentrace 0,1g/l, ostatní jsou uvedeny v příloze č.1, společně s příslušnou absorbancí) a potřebné vlnové délky. A také absorbanci jednotlivých použitých roztoků z experimentu č.2.

Výpočet POB (procentuální odstranění barviva):

$$POB = \frac{A_{0,1g/l} - A_{po.pokusu}}{A_{0,1g/l}} * 100 \quad (12)$$

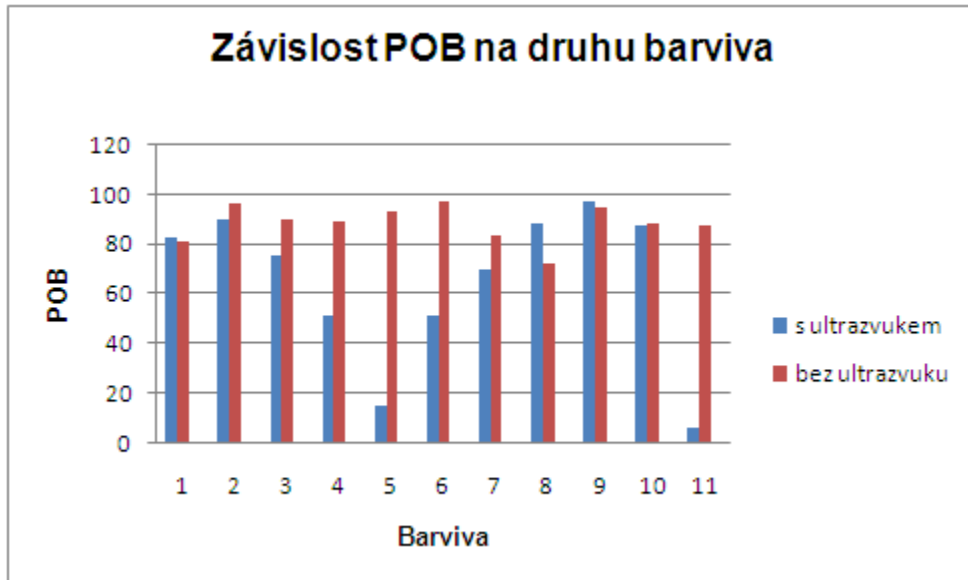
Tabulka 7 Absorbance disperzních barviv a POB

Barvivo	Vlnová délka [nm]	Koncentrace [g/l]	Spekol11 $A_{0,1g/l}$		Spekol 11 $A_{po.pokusu}$	POB [%]
Ostacetová modř E-LR (nová)	551	0,1	0,583	S ultraz.	0,021	96,4
				Bez ultraz.	0,023	96
Ostacetová červeně E-LR (nová)	533	0,1	0,906	S ultraz.	0,015	98,3
				Bez ultraz.	0,005	99,5
Ostacetová žluť E-LR (nová)	421	0,1	0,636	S ultraz.	0,061	90,5
				Bez ultraz.	0,060	90,6

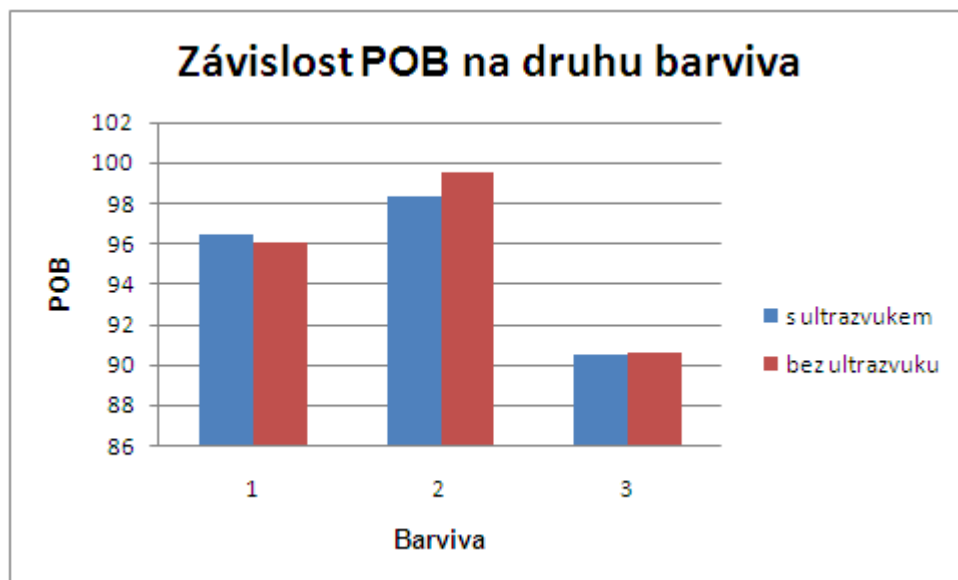
Tabulka 8 Absorbance reaktivních barviv a POB

Barvivo	Vlnová délka [nm]	Koncentrace [g/l]	Spekol11 $A_{0,1g/l}$		Spekol 11 A_{po} pokusu	POB [%]
Ostazinová žluť H-5G (nová)	422	0,1	0,832	S ultraz.	0,143	82,8
				Bez ultraz.	0,160	80,8
Ostazinová žluť H-5G (stará)	422	0,1	0,927	S ultraz.	0,089	90,4
				Bez ultraz.	0,032	96,5
Ostazinová červeň H-B (nová)	532	0,1	1,588	S ultraz.	0,393	75,3
				Bez ultraz.	0,164	89,7
Ostazinová červeň H-B (stará)	535	0,1	2,421	S ultraz.	1,189	50,9
				Bez ultrat.	0,256	89,4
Ostazinová modř H-BR (nová)	602	0,1	0,580	S ultraz.	0,498	14,2
				Bez ultraz.	0,038	93,5
Ostazinová modř H-BR (stará)	604	0,1	1,157	S ultraz.	0,562	51,4
				Bez ultraz.	0,029	97,5
Ostazinová červeň S-5B (nová)	510	0,1	1,353	S ultraz.	0,415	69,4
				Bez ultraz.	0,226	83,3
Ostazinová červeň S-5B (stará)	534	0,1	1,392	S ultraz.	0,167	88
				Bez ultraz.	0,392	71,8
Ostazinová modř S-R (nová)	368	0,1	0,747	S ultraz.	0,017	97,7
				Bez ultraz.	0,040	94,6
Ostazinová modř S-R (stará)	599	0,1	0,653	S ultraz.	0,083	87,4
				Bez ultraz.	0,079	88
Ostazinová žluť S-GG (stará)	399	0,1	1,182	S ultraz.	1,111	6
				Bez ultraz.	0,151	87,2

Pro názornější představu jsme dané hodnoty zpracovali ještě graficky, kde jasně vidíme rozdílce způsobu zpracování. Pořadí odpovídá tabulce č.6, 7



Graf 1 Vyjadřuje závislost POB na druhu jednotlivého barviva (reaktivní) za použití či nikoliv ultrazvukového homogenizátoru



Graf 2 Vyjadřuje závislost POB na druhu jednotlivého barviva (disperzní) za použití či nikoliv ultrazvukového homogenizátoru

6.4.4 Odbarvování odpadních vod po barvení disperzními a reaktivními barvivy

klasickou a flokulační technologii – diskuze výsledků

Experiment č.1,2 – vliv ultrazvukového homogenizátoru na usazení sraženiny ve vodní lázni

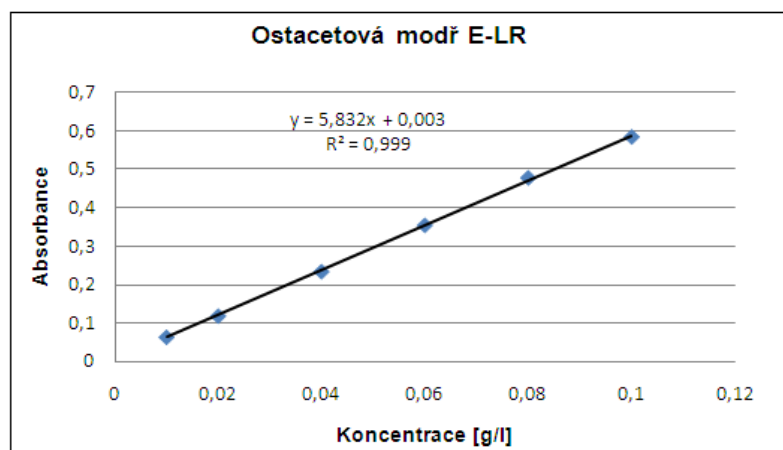
Cílem tohoto experimentu bylo porovnání výsledku mezi roztoky, které byly podrobeny účinkům ultrazvukového homogenizátoru a které nikoliv po uplynutí požadované doby. Ve výše uvedených tabulkách (tab.3,4,5,6) vidíme, že např. výška sraženiny po porovnání roztoků se nijak výrazně od sebe neliší a i zbarvení vody nevykazuje příliš rozdílné hodnoty. V experimentu č.2 jsme použili ještě delší dobu pro usazení sraženiny, ale ani tam nedošlo k žádným výrazným změnám.

Experiment č.3 - výpočet procentuálního odstranění barviva

V tomto experimentu jsme porovnávali procentuální odstranění barviva u roztoků, které byly podrobeny účinkům ultrazvuku a které nikoliv z experimentu č.2.

V tomto případě má ultrazvuk spíše až negativní vliv, jelikož více než u 2/3 jsme větší procento odstranění barviva zaznamenali u roztoků, které nebyly vystaveny účinkům ultrazvuku. Vybrali jsme si náhodné barvivo, které jsme i graficky zpracovali pro představu.

Graf 3 Závislost absorbance barviva na koncentraci



Provedli jsme další zpracování výsledků, kde jsme uvedli regresi a hodnotu spolehlivosti (R^2), z důvodu možnosti porovnání.

Tabulka 9 Určení regrese a hodnoty spolehlivosti u reaktivních barviv

Barvivo	Vlnová délka A [nm]	Regrese	R^2
Ostazinová žluť H-5G (nová)	422	$y=8,291x - 0,003$	0,997
Ostazinová žluť H-5G (stará)	422	$y=9,687x - 0,033$	0,993
Ostazinová červeň H-B (nová)	532	$y=21,48x + 0,031$	0,998
Ostazinová červeň H-B (stará)	532	$y=25,79x + 0,017$	0,999
Ostazinová modř H-BR (nová)	602	$y=5,784x - 0,004$	0,999
Ostazinová modř H-BR (stará)	604	$y=11,62x + 0,007$	0,999
Ostazinová červeň S-5B (nová)	510	$y=13,32x + 0,002$	0,999
Ostazinová červeň S-5B (stará)	534	$y=13,81x - 0,012$	0,998
Ostazinová modř S-R (nová)	368	$y=7,261x + 0,003$	0,998
Ostazinová modř S-R (stará)	599	$y=6,442x + 0,004$	0,998
Ostazinová žluť S-GG (stará)	399	$y=11,7x - 0,01$	0,999

Tabulka 10 Určení regrese a hodnoty spolehlivosti u disperzních barviv

Barvivo	Vlnová délka A [nm]	Regrese	R_2
Ostacetová modř E-LR (nová)	551	$y=5,832x + 0,093$	0,999
Ostacetová červeň E-LR (nová)	533	$y=9,031x - 0,003$	0,997
Ostacetová žluť E -LR (nová)	421	$y=6,617x + 0,001$	0,997

6.5 Změna struktury celulóзовých textilií

Hlavním úkolem těchto pokusů byla snaha vytvořit respektive získat z celulóзовé textílie, vláken (Lyocelová vlákna) nanovlákná pomocí ultrazvukového homogenizátoru na základě fibrilace.

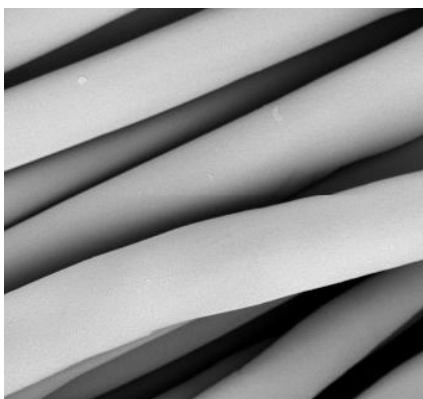
Hned na úvod jsme si stanovili stupnici fibrilace, podle které jsme pak následně popisovali získané výsledky z elektronového mikroskopu.

Stupnice fibrilace: F0 ... žádná fibrilace

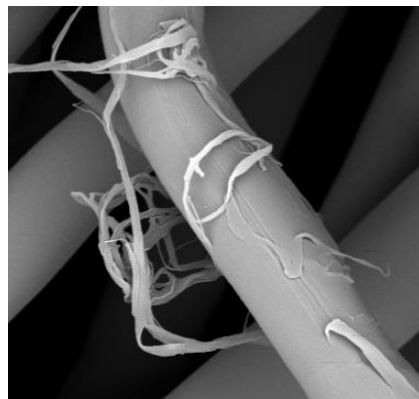
F1 ... malá fibrilace

F2 ... střední fibrilace

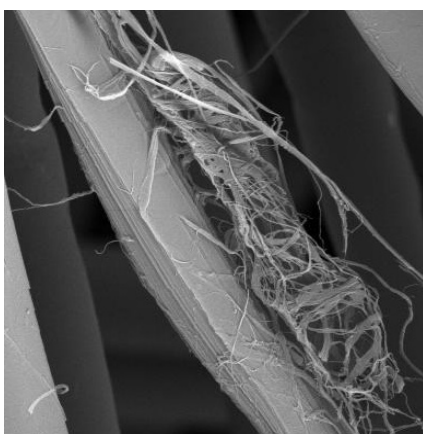
F3 ... velká fibrilace



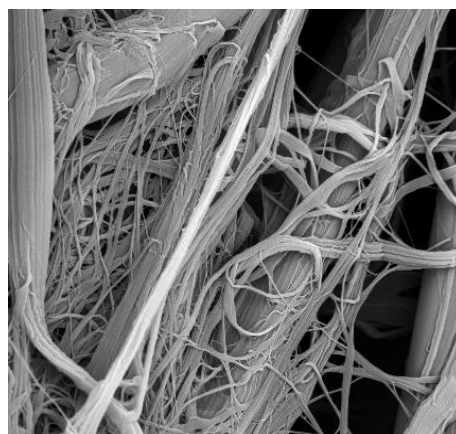
Obrázek 25 F0 ... žádná fibrilace



Obrázek 26 F1 ... malá fibrilace



Obrázek 27 F2 ... fibrilace střední



Obrázek 28 F3 ... velká fibrilace

6.5.1 Experiment č.1 – ultrazvukový homogenizátor a ultrazvuková lázeň

K experimentu jsme si připravili čtyři vzorky tkaniny (původní Lyocell) o hmotnosti 0,5g a tři lázně o objemu 50ml. Lázně obsahují:

1. lázeň - 50g/l NaOH
2. lázeň - 10g/l Na₂CO₃
- 3.lázně - 50g/l Na₂CO₃

Do plastové lahvičky, ve které již byla připravená 1.lázeň jsme vložili vzorek a ponechali 20min. v ultrazvukové lázni. Po uplynutí doby jsme vzorek propláchli a vysušili.

Do ultrazvukového homogenizátoru jsme vložili plastovou lahvičku, ve kterém byla připravena 2.lázeň a vložen vzorek.Ultrazvuk jsme nastavili na intenzitu 50% a po nechali 2min. Po uplynutí doby jsme vzorek propláchli a usušili.

Ve třetí lázni jsme vzorek ponechali 24hod., po uplynutí doby jsme vzorek i s lázní přemístili do plastické lahvičky a vložili do ultrazvukového homogenizátoru na dobu 2min. s nastavenou intenzitou 50%. Po uplynutí doby jsme vzorek propláchli a usušili. Po usušení jsme provedli vyhodnocení na elektronovém mikroskopu.

Tabulka 11 Porovnání tkanin upravených ultrazvukovým homogenizátorem o různých koncentrací

	Tkanina
Neupravený vzorek	F0
50g/l NaOH	F0
10g/l Na ₂ CO ₃	F0
50g/l Na ₂ CO ₃	F1

F0 ... fibrilace žádná
F1 ... fibrilace malá

6.5.2 Experiment č.2 – ultrazvukový homogenizátor

K experimentu jsme si připravili 4 skupiny, kdy každá skupina obsahovala 4 lázně o objemu 50ml a vzorky o hmotnosti 0,5g. Jednotlivé skupiny obsahují:

1. skupina – 10g/l Na_2CO_3
2. skupina – 50g/l Na_2CO_3
3. skupina – 50g/l ZnCl_2
4. skupina . nasycený roztok ZnCl_2

Vždy jsme si vzali z každé skupiny jeden roztok (získáme novou skupinu roztoků, která bude obsahovat 4 lázně o různém složení) a postup byl následovný.

- Vzorek jsme ponechali v lázni po dobu 24hod. a poté vložili do ultrazvukového homogenizátoru (intenzita 50%) na 1min. Po uplynutí doby jsme vzorek propláchli a usušili
- Vzorek jsme ponechali v lázni po dobu 24hod. a poté vložili do ultrazvukového homogenizátoru (intenzita 50%) na 1min. a opět ponechali v lázni 6 dnů. Po uplynutí doby jsme vzorek podrobili opětovnému působení ultrazvuku po dobu 1min. Vzorek jsme propláchli a usušili.
- Vzorek jsme ponechali v lázni 7 dní a poté vložili do ultrazvukového homogenizátoru (intenzita 50%) na 1min. Po uplynutí doby jsme vzorek propláchli a usušili.
- Vzorek jsem ponechali v lázni 7 dní, ale vždy po uplynutí 24hod. jsme vzorek podrobili působení ultrazvukového homogenizátoru (intenzita 50%) po dobu 1min. Po uplynutí doby jsme vzorek propláchli a usušili.

Po usušení všech vzorků jsme vyhodnocení výsledků provedli na elektronovém mikroskopu.

Tabulka 12 Fibrilace na základě použití Na_2CO_3 a ZnCl_2

Uhlíčan sodný Na_2CO_3					
	c [g/l]	Po 24hod – podrobení ultrazvukem	7dní – po 1dnu podrobení ultrazvukem	7dní – po 7dnu podrobení ultrazvukem	7dní – 4x podrobení ultrazvukem
Tkanina, 1,1dtex	10g/l	F1	F1	F1	F1
Tkanina 1,1dtex	50g/l	F1	F1	F1	F2
Chlorid zinečnatý ZnCl_2					
Tkanina 1,1dtex	50g/l	F1	F2	F1	F2
Tkanina 1,1dtex	Nasycený roztok	F1	F1	F1	F2

F1 ... fibrilace malá
F2 ... fibrilace střední

6.5.3 Experiment č.3 – ultrazvukový homogenizátor

V tomto experimentu jsme si připravili tři druhy lázní (3x5 ... celkem 15 lázní) o objemu 50ml a vzorky hmotnosti 0,2g. Lázně obsahují:

- 1.lázeň – 0,4g/l NaOH
- 2.lázeň – 4g/l NaOH
- 3.lázeň – 40g/l NaOH

Připravené lázně jsme přemístili do plastových lahviček společně se vzorky a ponechali 7 dní. Po uplynutí doby jsme všechny roztoky se vzorky podrobili působení ultrazvukového homogenizátoru (intenzita 50%) po dobu 1min. Poté jsme vzorky propláchli, usušili a vyhodnocení výsledků prováděli na elektronovém mikroskopu.

Tabulka 13 Fibrilace na základě použití Na_2CO_3 o různých koncentracích

Hydroxid sodný NaOH			
Koncentrace	0,4g/l	4g/l	40g/l
Tkanina 1,1dtex	F2	F2	F1
Vlákna 1,7dtex	F2	F1	F1
Pletenina 1,3	F0	F2	F1
Vlákna 1,3dtex	F1	F3	F3
Vlákna 0,9dtex	F1	F1	F1

6.5.4 Experiment č.4 – ultrazvukový homogenizátor

V tomto experimentu jsme si připravili čtyři druhy lázní (4x2 ... celkem 8 lázní) o objemu 30ml a vzorky o hmotnosti 0,5g (původní tkanina, vlákna Titer 1,3dtex glanz). Lázně obsahují:

- 1.lázeň – 4g/l NaOH
- 2.lázeň – 10g/l NaOH
- 3.lázeň – 50g/l Na₂CO₃
- 4.lázeň – nasycený roztok ZnCl₂

Připravené lázně jsme přemístili do plastových lahvíček společně se vzorky a ponechali 24hod. Po uplynutí doby jsme všechny roztoky se vzorky podrobili působení ultrazvukového homogenizátoru (intenzita 50%) po dobu 1.min a to celkem 5-krát vždy po 1hod. Po ukončení působení jsme ponechali vzorky v roztocích ještě dalších 24hod. Poté jsme vzorky propláchlí, usušili a vyhodnocení výsledků prováděli na elektronovém mikroskopu.

Tabulka 14 Fibrilace na základě použití různých chemikálií a rozdílných koncentrací

Hydroxid sodný NaOH		
Koncentrace	4g/l	10g/l
Tkanina 1,1dtex	F1	F2
Vlákna 1,3dtex	F1	F2
Uhlíčan sodná Na ₂ CO ₃		
Koncentrace	50g/l	
Tkanina 1,1dtex	F1	
Vlákna 1,3dtex	F3	
Chlorid zinečnatý ZnCl ₂		
	Nasycený roztok	
Tkanina 1,1dtex	F1	
Vlákna 1,3dtex	F2	

6.5.5 Experiment č.5 – barvicí aparát

V tomto experimentu jsme si připravili čtyři druhy lázní (4x2 ... celkem 8 lázní) o objemu 50ml a vzorky o hmotnosti 1g (původní tkanina, vlákna Titer 1,3dtex, glanz). Lázně obsahují:

- 1.lázeň – 4g/l NaOH
- 2.lázeň – 10g/l NaOH
- 3.lázeň – 50g/l Na₂CO₃
- 4.lázeň – nasycený roztok ZnCl₂

Připravené lázně jsme přemístili do plastových lahvíček společně se vzorky a ponechali 24hod. Po uplynutí doby jsme přemístili roztoky se vzorky do nerezové nádoby, ve které byl již napočítaný přesný počet kuliček. Tyto nádoby jsme vložili do bubnu barvicího aparátu a prali po dobu 1hod. při teplotě 20°C. Po ukončení praní jsme obsah z nádob přemístili opět do plastových lahvíček a ponechali 24hod. stát.. Poté jsme vzorky propláchli, usušili a vyhodnocení výsledků prováděli na elektronovém mikroskopu.

Tabulka 15 Fibrilace za použití různých chemikálií a rozdílných koncentrací

Hydroxid sodný NaOH		
Koncentrace	4g/l	10g/l
Tkanina 1,1dtex	F1	F2
Vlákna 1,3dtex	F1	F1
Uhličitan sodná Na ₂ CO ₃		
Koncentrace	50g/l	
Tkanina 1,1dtex	F2	
Vlákna 1,3dtex	F1	
Chlorid zinečnatý ZnCl ₂		
	Nasycený roztok	
Tkanina 1,1dtex	F1	
Vlákna 1,3dtex	F1	

6.5.6 Změna struktury celulóзовých textilií – diskuse výsledků

Experiment č.1 – vliv ultrazvukového homogenizátoru na fibrilaci

Záměrem tohoto experimentu bylo provést pouze orientační pokus, za účelem seznámení se s danou problematikou, které jsme se následně věnovali v dalších pokusech pro dosažení co největší fibrilace Lyocelových vláken.

Experiment č.2 – vliv ultrazvukového homogenizátoru na fibrilaci Lyocelové tkaniny

V tomto experimentu jsme se snažili zjistit, jestli doba, po které jsou vzorky ponechané v roztoku v různých časových intervalech, a také častější působení ultrazvukového homogenizátoru, má vliv na dosažení větší fibrilace Lyocelových materiálů. Ve výše uvedené tabulce vidíme, že jsme dosáhli pozitivních výsledků, jelikož k určité fibrilaci došlo a to zejména, když jsme ponechali vzorky delší dobu v roztoku a ultrazvukovým homogenizátorem působili několikrát.

Experiment č.3 – vliv ultrazvukového homogenizátoru na fibrilaci při použití různých Lyocelových materiálů

Účelem tohoto experimentu bylo dosáhnout fibrilace u různých druhů Lyocelových materiálů, při použití jedné chemikálie o různých koncentracích. Ve výše uvedené tabulce vidíme, že jsme opět dosáhli pozitivních výsledků, ale nejsme schopni určit, jestli změna koncentrace má nějaký výrazný vliv na fibrilaci. Největší fibrilace (F3) jsme dosáhli u Lyocelových vláken 1,3dtex, při použití vyšší koncentrace. Slušných výsledků jsme dosáhli i u Lyocelové tkaniny 1,1dtex při použití nižších koncentrací.

Experiment č.4 – vliv ultrazvukového homogenizátoru na fibrilaci při použití vybraných Lyocelových materiálů

V tomto experimentu jsme použili již konkrétní materiály a to tkaninu 1,1dtex a vlákna 1,3dtex. Ve výše uvedené tabulce vidíme, že větší sklon k fibrilaci mají obecně vlákna než tkanina, při zanedbání chemikálie a její koncentraci.

Experiment č.5 – vliv barvicího aparátu na fibrilaci při použití vybraných Lyocelových materiálů

V tomto experimentu jsme chtěli docílit pomocí barvicího aparátu stejných výsledků jako u ultrazvukového homogenizátoru. Ve výše uvedené tabulce vidíme, že k určité fibrilaci došlo, ale je to nesrovnatelné s ultrazvukovým homogenizátorem. Výsledky nejsou tedy nijak převratné, proto bychom tuto metodu při použití barvicího aparátu, za účelem fibrilace Lyocelových vláken spíše zavrhlí.

7 Závěr

Cílem této diplomové práce bylo provádět různé operace prostřednictvím ultrazvuku, které by pozitivně ovlivňovaly postupy v úpravě textilií a to zejména u fibrilace Lyocelových vláken.

Experimenty byly především zaměřeny na působení ultrazvuku při fibrilaci Lyocelových vláken, kde byly sledovány různé parametry, jako byla doba a opakovatelnost působení ultrazvuku, doba bobtnání, ale i použité chemikálie a jejich koncentrace. Pozornost byla věnována, také odbarvování odpadních vod po barvení disperzními a reaktivními barvivy, kde byla sledována především výška sraženiny, zbarvení vody a doba usazování.

Získané výsledky byly shrnuty do následujícího závěru:

Ultrazvuk použitý v odbarvování odpadních vod po barvení disperzními a reaktivními barvivy měl způsobit urychlení usazení sraženiny a vznik relativně čisté vody nad usazenou sraženinou v porovnání s roztoky, které nebyly vystaveny účinkům ultrazvuku. Nyní můžeme konstatovat, že jsme prostřednictvím ultrazvuku nedosáhli žádných převratných výsledků, které by pozitivně ovlivňovaly čištění obarvených vod oproti roztokům, které nebyly podrobeny účinkům, a proto bychom raději zavrhlí možnost používání ultrazvuku u této metody.

Na základě provedených pokusů můžeme potvrdit, že účinky ultrazvuku pozitivně ovlivňují fibrilaci Lyocelových vláken. Dále jsme zjistili, že pro zvýšení účinků ultrazvuku je vhodné, aby daný materiál byl v roztoku ponechaný delší dobu a to min.24hod. Jelikož dojde k nabobtnání vláken a ultrazvuk má pak větší možnost narušit strukturu materiálu a dosáhnout tak požadované fibrilace. Také opakovatelnost působení ultrazvuku vede ke zvýšení fibrilace. Po dodržení všech těchto parametrů jsme dosáhli u vlákna 1,3dtex velké fibrilace..

S ohledem na získané výsledky, kterých bylo dosaženo je zřejmé, že použití ultrazvuku za účelem fibrilace a to nikoliv jen u Lyocelových vláken má

velkou budoucnost, a proto by bylo vhodné se tímto tématem dále zabývat i v jiných pracích.

8 Seznam použité literatury

- [1] <http://www.med.muni.cz>
- [2] Kalousková, M.: Diplomová práce, Využití ultrazvuku při praní textilií, Technická univerzita v Liberci 2008
- [3] Švehla, Š.-Figara, Z.: Ultrazvuk v technologii, ALFA Bratislava, 1984
- [4] <http://cs.wikipedia.org/wiki/Ultrazvuk>
- [5] Obraz, J.: Ultrazvuk v měřící technice, druhé vydání, SNTL Praha 1984
- [6] Kazdová, P.: Diplomová práce, Využití ultrazvuku v textilním zušlechťování, Technická univerzita v Liberci 2007
- [7] Obraz, J.: Fyzikální základy ultrazvukové defektoskopie, Zkoušení materiálu ultrazvukem, s.5 až 46, Praha 1969
- [8] <http://cs.wikipedia.org/wiki/Celul>
- [9] Hladík, V. a kol.: Textilní barvířství, SNTL Praha 1982
- [10] Bartušek, P. a kol.: Odpadní vody v textilním průmyslu, SNTL Praha 1985
- [11] <http://www.ft.vslib.cz>
- [12] Kryštůfek, J., Wiener, J.: Barvení textilií I, skriptum TU v Liberci, 2008
- [13] Wiener, J., Průšová, M., Kryštůfek, J.: Chemicko–Textilní rozbor, skriptum TU v Liberci, 2008
- [14] http://www.ft.vslib.cz/depart/ktm/files/chemicka_vlakna.pdf
- [15] <http://www.ft.vslib.cz/depart/ktm/files>
- [16] Vitrum, Bandelin. - Ultrazvukový homogenizátor Sonopuls – Návod k použití
- [17] Ultrazvuková lázeň – Návod k použití
- [18] <http://www.thermofisher.cz>
- [19] Discovery of Cellulose as a Smart Material Jaehwan Kim and Sungryul Yun Macromolecules, 2006
- [20] <http://cs.wikipedia.org/wiki/Dif>
- [21] <http://cs.wikipedia.org/wiki/Krystalizace>
- [22] <http://cs.wikipedia.org/wiki/Emulze>
- [23] Štengl, V.- Šubrt, J. Výkonový ultrazvuk a jeho aplikace, Chemické listy 98, 2004
- [24] Brdlička, M., Samek, L., Taraba, O., Kavítace, SNTL, Praha 1981

[25] Didenko, Y.T., Pugach, S.P. Ultrason. Sonochemistry., č.1, 1994

[26] Peters, R.H.: Textile chemistry, Elsevier, 1975

Seznam obrázků

- Obrátek 1 Vlastnosti postupného vlnění
- Obrázek 2 Druhy ultrazvukových vln
- Obrázek 3 Tvary vlnoploch
- Obrázek 4 Kavitace ve vodě
- Obrázek 5 Struktura reaktivního barviva
- Obrázek 6 Vzorec celulózy
- Obrázek 7 Oxidační poškození za vzniku nejprve aldehydické a následně i karboxylové skupiny
- Obrázek 8 Příprava N – metylmorfolin N – oxidu
- Obrázek 9 Diagram celulóзовé vody NMMO
- Obrázek 10 Příčný řez a lomová plocha Lyocelových vláken
- Obrázek 11 Modifikace Lyocelových vláken
- Obrázek 12 Ultrazvukový homogenizátor Sonopuls typu HD 3200 se sonotrodou MS 73, s průměrem hrotu 3 mm
- Obrázek 13 Ultrazvuková lázeň
- Obrázek 14 Spektrofotometr – Specol
- Obrázek 15 Analytické váhy Sartorius
- Obrázek 16 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová modř S-R
- Obrázek 17 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová červeň S-5B
- Obrázek 18 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová žluť H-5G
- Obrázek 19 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová modř H-BR
- Obrázek 20 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová červeň H-B
- Obrázek 21 Vzorec reaktivního barviva Ostazinová žluť S-GG
- Obrázek 22 Vzorec disperzního barviva Ostacetová modř E-LR
- Obrázek 23 Vzorec disperzního barviva Ostacetová červeň E-LR
- Obrázek 24 Vzorec disperzního barviva Ostacetová žluť E-LR
- Obrázek 25 FO ... žádná fibrilace
- Obrázek 26 F1 ... malá fibrilace
- Obrázek 27 F2 ... střední fibrilace
- Obrázek 28 F3 ... velká fibrilace

Seznam tabulek

Tabulka 1 Rozdělení textilních vláken

Tabulka 2 Porovnání vlastností Viskózových a Lyocelových vláken

Tabulka 3 Výsledky pokusu s CaOH_2 a FeSO_4 u disperzních barviv

Tabulka 4 Výsledky pokusu s CaOH_2 a FeSO_4 u reaktivních barviv

Tabulka 5 Výsledky pokusu s Texaflokem u reaktivních barviv

Tabulka 6 Výsledky pokusu s Texaflokem u disperzních barviv

Tabulka 7 Absorbance disperzních barviv a POB

Tabulka 8 Absorbance reaktivních barviv a POB

Tabulka 9 Určení regrese a hodnoty spolehlivosti u reaktivních barviv

Tabulka 10 Určení regrese a hodnoty spolehlivosti u disperzních barviv

Tabulka 11 Porovnání tkanin upravených ultrazvukovým homogenizátorem

Tabulka 12 Fibrilace na základě použití Na_2CO_3 a ZnCl_2

Tabulka 13 Fibrilace na základě použití Na_2CO_3 o různých koncentracích

Tabulka 14 Fibrilace na základě použití různých chemikálií a různých koncentrací

Tabulka 15 Fibrilace na základě použití různých chemikálií a různých koncentrací

Seznam grafů

Graf 1 Vyjadřuje závislost POB na druhu jednotlivého barviva (reaktivní) za použití či nikoliv ultrazvukového homogenizátoru

Graf 2 Vyjadřuje závislost POB na druhu jednotlivého barviva (disperzní) za použití či nikoliv ultrazvukového homogenizátoru

Graf 3 Závislost absorbance barviva na koncentraci

