

7 Metody měření vlastností agregátů

Analýza vlastností (především velikostní distribuce) agregátů vznikajících při koagulaci umožňuje nejen výzkum v oblasti destabilizace a agregace, ale některé metody nacházejí uplatnění i v provozních podmínkách pro sledování a následné řízení dílčích procesů úpravy vody s ohledem na účinnou separaci agregátů. Pro měření velikosti (popř. dalších vlastností: struktury, hustoty, pórozity) částic existuje mnoho metod a komerčně dodávaných přístrojů. Žádná metoda však není univerzálně použitelná pro všechny suspenze a každá má své přednosti i omezení. Rozhodující je, zda daná metoda může být použita *in situ*, nebo je nutný odběr vzorku suspenze. Při vzorkování může transportem agregátů dojít k jejich rozbití, případně k dalším změnám jejich vlastností v důsledku zředění suspenze. Dalšími parametry definujícími použití jednotlivých technik mohou být např. rozsah velikostí částic, pro které je daná metoda použitelná, nebo koncentrace částic v suspenzi (Liang a kol. 2015). V následujícím textu uvádíme stručný přehled nejběžnějších metod a jejich principů. Pro podrobnější studium problematiky měření částic doporučujeme monografii Merkus (2009) a z novějších zdrojů přehledové články (*review*) Liang a kol. (2015) nebo Bagheri a kol. (2015).

7.1 MIKROSKOPICKÉ TECHNIKY

Jednou z nejstarších přímých metod určování velikosti částic je mikroskopické pozorování, kdy je vzorek suspenze zkoumán při vhodném zvětšení. Použitím určitého měřítka umožňuje tato metoda třídění jednotlivých částic podle velikosti a sestrojení příslušné distribuční křivky. Na rozdíl od mnoha jiných metod je také možné kromě informace o velikosti částice získat i představu o jejím tvaru. Sběr a vyhodnocení příslušných dat je možné provádět manuálně nebo pomocí obrazové analýzy (kap. 7.2).

Existuje celá řada modifikací mikroskopických technik. *Optická mikroskopie* využívá jako světelný zdroj oblast viditelného světla, její rozlišovací schopnost je tedy limitována velikostí jeho vlnové délky. Maximální dosažitelné zvětšení je přibližně 1500× a spolehlivé hodnoty rozměrů částic mohou být určeny pouze pro částice větší než cca 3–5 μm. Další metodou je tzv. *mikroskopie v temném poli* (*dark-field illumination*), kdy jsou částice pozorovány jako světelné body proti tmavému pozadí. Tato metoda umožňuje rozlišení velmi malých částic, nicméně spolehlivé určení velikosti je značně obtížné. Při požadavku většího rozlišení je možné použít *skenovací* (*SEM – Scanning Electron Microscopy*) či ještě detailnější *transmisní elektronovou mikroskopii* (*TEM – Transmission Electron Microscopy*). Metody jsou založeny na rozptylu laserového paprsku na

povrchu částic, kdy dochází k postupnému skenování tohoto povrchu po jednotlivých rozlišovacích bodech. Na základě vyhodnocení rozptylu paprsku je následně možné vytvořit trojrozměrný obraz snímaného předmětu, v našem případě částice či agregátu. Rozlišovací schopnosti obou metod jsou značné: SEM umožňuje detekci částic o velikostech 10 nm a větších (tj. cca 100 000násobné zvětšení), metoda TEM je ještě asi 10× přesnější.

Vedle výše uvedených nesporných výhod (získání informace o velikosti a tvaru částice) spočívá největší úskalí mikroskopických metod v přípravě vzorků pro pozorování, kdy je nutné odebrat část suspenze z daného systému (agregační reaktor, sedimentační nádrž atd.) a přenést ji do pozorovacího zařízení (mikroskopu). Při této manipulaci může dojít k poškození či rozbití částic. Zároveň je možné v jednom kroku pozorovat jen relativně malé množství částic a pro obdržení reprezentativního výsledku je nutné vzorkování a měření v dostatečném počtu opakovat.

7.2 OBRAZOVÁ ANALÝZA

Obrazová analýza (*image analysis*) je založena na interpretaci informací obsažených na snímku jednotlivých částic a agregátů nebo suspenze jako celku. V současné době se využívá záznamu určitého procesu (např. agregace částic) pomocí digitálních fotoaparátů a kamer a vyhodnocení zaznamenaných údajů k získání určitých informací o sledovaném procesu (např. velikosti agregátů v určitém čase agregace). Tato kvantitativní digitální obrazová analýza je dnes prováděna převážně pomocí specializovaného počítačového softwaru (např. SigmaScan, ImageJ aj.). Vyhodnocení může být v rámci příslušného softwaru prováděno manuálně (umožňuje subjektivní pohled toho, kdo analýzu provádí) i zcela automaticky. Obrazová analýza se obecně skládá z několika po sobě následujících kroků, které jsou popsány v následujícím textu (Merkus 2009) a ilustrovány na obr. 7.1–7.4.

1. Pořízení snímku (*image acquisition*)

K získání jednotlivých snímků částic (přímo nebo ve spojení s mikroskopy) se používají digitální fotoaparáty, k záznamu sekvencí obrazů (opět ve spojení s dalšími optickými přístroji) digitální kamery. Vstupní analogový signál je digitalizován pomocí CCD (*charge coupled devices*) nebo CMOS (*complementary metal oxide semiconductors*) snímačů a analogově-digitálních převodníků přímo v digitálním přístroji. *Digitalizace (diskretizace)* zahrnuje *vzorkování (sampling)* – rozdělení obrazu na obrazové body (pixely), a *kvantizaci (quantization)* – přiřazení číselné hodnoty každému pixelu podle jeho barvy (jasové hladiny, intenzity signálu). Výsledkem digitalizace je následně množina obrazových bodů (matice přirozených čísel) reprezentující konkrétní obraz.

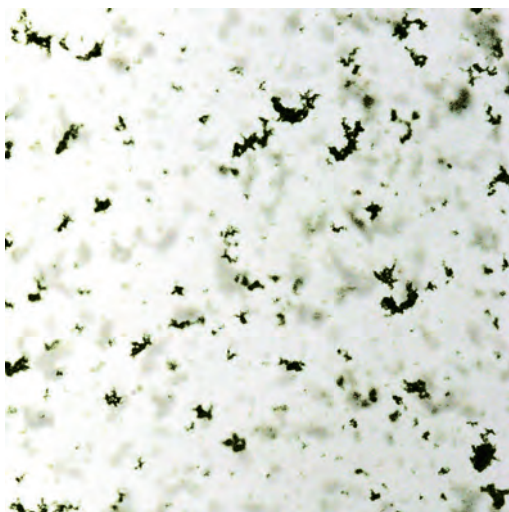
Obr. 7.1: Surový snímek suspenze agregátů tvořených AOM sinice *Microcystis aeruginosa* a železitým koagulačním činidlem, připravených v Taylorově–Couetteově reaktoru při $G = 20 \text{ s}^{-1}$



Základem úspěšné obrazové analýzy je pořízení kvalitního snímku. Při pořizování snímků je nutné zvolit vhodný přístroj s objektivem umožňujícím dostatečné rozlišení a vhodný osvětlovací systém. Vlastní nastavení podmínek expozice snímků, tj. doby expozice a clony, je závislé na charakteru pořizovaných snímků a podmínek, za kterých byly exponovány. Nevhodně exponované snímky (málo kontrastní, nedostatečně zaostřené, podexponované nebo přexponované) již nelze následným procesem upravit bez ztráty informace. Základní technické parametry určující kvalitu digitálního snímku jsou *rozlišení* (udává se celkovým počtem pixelů ve snímku, počtem pixelů ve sloupci a řádku nebo hodnotou dpi – *dots per inch*), *barevná (bitová) hloubka* (1 bit – černobílý obraz, 8 bitů – 256 odstínů šedé barvy, 16 bitů – 65,5 tis. barev, 24 bitů – 16,7 mil. barev atd.), *režim barev* (jednotlivé barvy jsou tvořeny pouze kombinací základních barev – RGB [red, green, blue], CMYK [cyan, magenta, yellow, black], indexované barvy aj.), *barevný prostor*, *komprese* a *formát souboru*.

2. Předzpracování (preprocessing)

Součástí tohoto kroku jsou procesy *zkvalitňování (image enhancement)* a *restaurování (restoration)* snímku. Základem zkvalitňování snímku je odkrytí detailů, které jsou nejasné, nebo jednoduše zvýraznit určité prvky zájmu, např. zvýšením kontrastu. Jedná se o velmi subjektivní část zpracování obrazu. Restaurování se také zabývá vylepšením vzhledu snímku, ale na rozdíl od zkvalitňování je objektivnější, protože restaurátorské techniky jsou založeny na matematických a pravděpodobnostních modelech degradace obrazu (Gonzalez a Woods 2002).



Obr. 7.2: Snímek z obr. 7.1 po předzpracování

Obecně je cílem předzpracování vyloučení nebo alespoň potlačení některých často se vyskytujících degradací obrazu (např. případné vady optiky, kvantizační šum, náhodný aditivní šum, nerovnoměrné osvětlení, rozmazání snímků nebo jiná zkreslení vzniklá při snímání), ale také provedení případných dodatečných úprav obrazu (změny velikosti, rozlišení, barevné palety, jasu a kontrastu atd.). Pro tyto úpravy se používají různé typy softwarových *filtrací* a *transformací*. Řadí se k nim např. geometrické transformace obrazu (transformace souřadnic obrazových bodů, např. posunutí, změna měřítka, zkosení, rotace či jejich kombinace), transformace barev (především redukce barev), transformace jasu a kontrastu, filtrace šumu, vyhlazování a zaostření obrazu, filtrace mediánem atd. (Šilar 2009).

3. Segmentace obrazu (*image segmentation*)

Podstatou segmentace je rozlišení jednotlivých objektů zájmu od ostatních objektů a pozadí. Jednoduchá forma segmentace je tzv. *prahování* (*thresholding*), kdy jsou objekty a pozadí odděleny na základě úrovně jasu jednotlivých pixelů (na 8bitové stupnici šedé) po stanovení tzv. *prahové hodnoty* (*hladina prahování*). Bodům s hodnotou jasu větší, než je prahová hodnota, se přiřadí hodnota 1 (případně 255; $255 = 2^8 - 1$) a ostatním bodům je přiřazena 0. Prahování může být *globální* nebo *lokální*. U globálního prahování je hodnota prahu konstantní pro celý analyzovaný obraz a lze ho použít v případech, kdy je úroveň jasu pozadí přibližně stejná. V reálných případech je však výhodnější použít lokální (adaptivní) prahování, kdy je obraz nejdříve rozdělen do několika částí, pro každou část je nalezen odpovídající práh a prahování provedeno zvlášť.