

Praca zbiorowa pod redakcją Alicji WIORY

OPRACOWALI

Dariusz BUCHCZIK, Sebastian BUDZAN, Tomasz GRYCHOWSKI, Barbara GRZYB,
Witold ILEWICZ, Karol JABŁOŃSKI, Andrzej KOZYRA, Stanisław WALUŚ,
Alicja WIORA, Józef WIORA, Roman WYŻGOLIK, Janusz ŻELEZIK



PRZEMYSŁOWE POMIARY WIELKOŚCI FIZYCZNYCH I CHEMICZNYCH

843



GLIWICE 2020

MONOGRAFIA



**Praca zbiorowa pod redakcją
Alicji WIORY**

OPRACOWALI

**Dariusz BUCHCZIK, Sebastian BUDZAN, Tomasz GRYCHOWSKI, Barbara GRZYB,
Witold ILEWICZ, Karol JABŁOŃSKI, Andrzej KOZYRA, Stanisław WALUŚ,
Alicja WIORA, Józef WIORA, Roman WYŻGOLIK, Janusz ŻELEZIK**

**PRZEMYSŁOWE POMIARY
WIELKOŚCI FIZYCZNYCH
I CHEMICZNYCH**

**WYDAWNICTWO POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ
GLIWICE 2020
UIW 48600**

Opiniodawcy

Prof. dr hab. inż. Waldemar MINKINA

Dr hab. inż. Mariusz R. RZAŚA, prof. Politechniki Opolskiej

Kolegium redakcyjne

REDAKTOR NACZELNY – Prof. dr hab. inż. Andrzej BUCHACZ

REDAKTOR DZIAŁU – Dr inż. Krzysztof SIMEK

SEKRETARZ REDAKCJI – Mgr Jolanta NIDERLA-WITKOWSKA

Wydano za zgodą

Rektora Politechniki Śląskiej

Projekt okładki

Dr inż. Tomasz GRZYCHOWSKI

ISBN 978-83-7880-688-2

© Copyright by

Wydawnictwo Politechniki Śląskiej

Gliwice 2020

SPIS TREŚCI

PRZEDMOWA	7
Część I. STAN WIEDZY	9
1. Sterowanie i pomiary prędkości obrotowej silników indukcyjnych.....	11
2. Pomiary tensometryczne	19
3. Wzorcowanie i sprawdzanie termometrów	25
4. Pomiar temperatury gazu	34
5. Pomiary termowizyjne	40
6. Czujniki ciśnienia.....	47
7. Pomiary wilgotności powietrza.....	56
8. Pomiary strumienia masy i objętości gazów	66
9. Pomiary przepływu cieczy w rurociągach	75
10. Poziomomierze.....	86
11. Pomiary potencjometryczne stężenia jonów	94
12. Konduktometria i amperometria	106
13. Chromatograf gazowy	114
14. Przetwarzanie i opracowanie danych chromatograficznych.....	123
15. Czujniki gazów toksycznych.....	133
16. Czujniki gazów palnych.....	144
17. Promieniowanie jonizujące	151
18. Pomiary radiometryczne i dozymetryczne.....	161
Część II. PROPOZYCJE ĆWICZEŃ LABORATORYJNYCH	169
Wprowadzenie do ćwiczeń laboratoryjnych.....	171
1. Sterowanie i pomiary prędkości obrotowej silników indukcyjnych.....	182
2. Pomiary tensometryczne	186
3. Wzorcowanie i sprawdzanie termometrów	191
4. Pomiar temperatury gazu	196
5. Pomiary termowizyjne	201

6. Czujniki ciśnienia	207
7. Pomiary wilgotności powietrza	211
8. Pomiary strumienia masy i objętości gazów	214
9. Pomiary przepływu cieczy w rurociągach	217
10. Poziomomierze	221
11. Pomiary potencjometryczne stężenia jonów	224
12. Konduktometria i amperometria	227
13. Chromatograf gazowy	231
14. Przetwarzanie i opracowanie danych chromatograficznych	234
15. Czujniki gazów toksycznych	238
16. Czujniki gazów palnych	241
17. Promieniowanie jonizujące	246
18. Pomiary radiometryczne i dozymetryczne	251

CONTENTS

PREFACE	7
Part I. STATE OF KNOWLEDGE	9
1. Control and speed measurement of induction motors.....	11
2. Strain gauge measurements.....	19
3. Calibration and checking of thermometers.....	25
4. Gas temperature measurement.....	34
5. Thermovision measurements.....	40
6. Pressure sensors.....	47
7. Humidity measurements.....	56
8. Measurements of mass flow and gas volume.....	66
9. Measurements of liquid flow in pipelines.....	75
10. Level sensor.....	86
11. Potentiometric measurements of ion concentration.....	94
12. Conductometry and amperometry.....	106
13. Gas chromatograph.....	114
14. Processing of chromatographic data.....	123
15. Toxic gas sensors.....	133
16. Combustible gas sensors.....	144
17. Ionizing radiation.....	151
18. Radiometric and dosimetric measurements.....	161
Part II. SUGGESTIONS FOR LABORATORY EXERCISES	169
Introduction to laboratory exercises.....	171
1. Control and speed measurement of induction motors.....	182
2. Strain gauge measurements.....	186
3. Calibration and checking of thermometers.....	191
4. Gas temperature measurement.....	196
5. Thermovision measurements.....	201
6. Pressure sensors.....	207

7. Humidity measurements.....	211
8. Measurements of mass flow and gas volume.....	214
9. Measurements of liquid flow in pipelines.....	217
10. Level sensor.....	221
11. Potentiometric measurements of ion concentration.....	224
12. Conductometry and amperometry.....	227
13. Gas chromatograph.....	231
14. Processing of chromatographic data.....	234
15. Toxic gas sensors.....	238
16. Combustible gas sensors.....	241
17. Ionizing radiation.....	246
18. Radiometric and dosimetric measurements.....	251

PRZEDMOWA

Nauczanie miernictwa przemysłowego na Politechnice Śląskiej rozpoczęto niemal z chwilą jej powstania. Jego początki miały miejsce w momencie powstania Katedry Pomiarów Maszyn Ciepłych Wydziału Mechanicznego w 1945 r. Katedra została następnie przeniesiona w 1963 r. po utworzeniu Wydziału Mechaniczno-Energetycznego. Od 1948 r. w Katedrze Pomiarów Maszyn Ciepłych rozpoczął swą działalność mgr inż. Edmund Romer. Stworzył nowy przedmiot: **„Przemysłowe przyrządy do pomiaru i regulacji”**. Wiedza z zakresu przedmiotu była praktycznie pogłębianą na stanowiskach laboratoryjnych w Laboratorium Maszyn Ciepłych kierowanym przez zast. prof. Adama Markowskiego. W 1956 r. Katedra Miernictwa Elektrycznego na Wydziale Elektrycznym utworzyła nowy kierunek działalności: **„Pomiary wielkości nieelektrycznych”**. Mianowany docent mgr inż. Edmund Romer przeszedł na Wydział Elektryczny i objął kierownictwo **Zakładu Miernictwa Wielkości Nielektrycznych**, do którego rozbudowy przyczynił się podówczas mgr inż. Janusz Piotrowski (rozpoczął pracę w Zakładzie w 1957 r.). Obaj napisali pierwsze instrukcje, w formie powielanej, do zbudowanego od podstaw **Laboratorium Miernictwa Wielkości Nielektrycznych**.

Pierwszy skrypt na potrzeby laboratorium ukazał się pod redakcją prof. Edmunda Romera w 1966 r. Był to skrypt Politechniki Śląskiej nr 163: **„Instrukcja do laboratorium miernictwa przemysłowego”** (wydanie drugie przerobione i rozszerzone w 1970 r. jako skrypt nr 286). Kolejny skrypt to praca zbiorowa pod redakcją dr. inż. Jerzego Frączka: **„Laboratorium miernictwa przemysłowego”**, skrypt Politechniki Śląskiej nr 736, 1977 r. (wydanie drugie po modernizacji i zmianach metodycznych w 1981 r.).

Po kolejnej modernizacji laboratorium, w 1985 r. ukazał się skrypt Politechniki Śląskiej nr 1226 pod redakcją doc. J. Frączka: **„Laboratorium miernictwa przemysłowego wielkości nieelektrycznych”**. Po opracowaniu nowych ćwiczeń i rezygnacji z niektórych dotychczasowych wydano skrypt Politechniki Śląskiej nr 2041

w 1997 r. pod redakcją prof. Jerzego Frączka i dr. hab. Stanisława Walusia (wydanie drugie w 2002 r.).

Rozwój miernictwa przemysłowego powinien opierać się na dobrze funkcjonującym laboratorium, w którym uwzględnia się na bieżąco zaistniałe tendencje w budowie czujników i przetworników pomiarowych, aparatury pomiarowej, sposobie przetwarzania sygnałów pomiarowych jak i tworzenia systemów pomiarowych. Już w pierwszym wydaniu skryptu w 1997 r. zaznaczono konieczność uwzględnienia znacznego postępu w automatyzacji zadań pomiarowych, wyrażającego się potrzebą stosowania obsługi komputerowej stanowisk pomiarowych, możliwością zastosowania bardziej skomplikowanych algorytmów przetwarzania wyników pomiarowych oraz możliwością zastosowania czujników i przetworników o znacznej skali integracji. Zdawano sobie sprawę, że kolejna edycja skryptu powinna w większym stopniu uwzględniać aspekty systemowe miernictwa przemysłowego, w których znaczącą rolę odgrywają czujniki inteligentne.

Niniejsza monografia w znacznym stopniu spełnia oczekiwania wyrażone w skryptach z 1997 r. i 2002 r. Redaktorem „krótkiej monografii”: **„Przemysłowe pomiary wielkości fizycznych i chemicznych”** jest dr inż. Alicja Wiora, która wraz z autorami poszczególnych przeglądów najpopularniejszych rozwiązań stosowanych w przemyśle oraz ćwiczeń laboratoryjnych, stanowią zespół z wieloletnią praktyką w pomiarach przemysłowych jak i z wieloletnim doświadczeniem nauczania o pomiarach. Jednym ze współautorów jest metodyk dr n. hum.

Gliwice, 16 grudnia 2019 r.

Jerzy Frączek

Część I

STAN WIEDZY

Dariusz BUCHCZIK

1. STEROWANIE I POMIARY PRĘDKOŚCI OBROTOWEJ SILNIKÓW INDUKCYJNYCH

Symbol	Jednostka	Znaczenie
n_s	obr/min	prędkość obrotowa synchroniczna silnika
n	obr/min	prędkość obrotowa silnika
f	Hz	częstotliwość
p		liczba par biegunów
s		poślizg
n	obr/min	prędkość obrotowa silnika
U	V	napięcie

Przezienniki częstotliwości, często błędnie nazywane falownikami, są sterowanymi układami elektronicznymi służącymi do zmiany prędkości obrotowej indukcyjnych silników prądu przemiennego. Ich zasada działania opiera się na zmianie częstotliwości prądu zasilającego silnik, stąd w języku angielskim tego typu urządzenia znane są jako Variable Frequency Drive (VFD).

Możliwość zmiany prędkości obrotowej silnika napędowego jest często podstawowym wymogiem procesu technologicznego. Dodatkową zaletą jest oszczędność energii wynikająca ze zmniejszenia obrotów maszyn pracujących z niepełnym obciążeniem. Zapewnienie łagodnego rozruchu maszyn spowalnia procesy ich zużywania się, co zmniejsza liczbę i czas trwania przerw w ich pracy.

Silniki indukcyjne asynchroniczne (klatkowe) należą do najczęściej wykorzystywanych w przemyśle ze względu na prostą budowę, dużą niezawodność oraz niską cenę zakupu i utrzymania. Stosuje się je przede wszystkim do napędu pomp, wentylatorów, przenośników, wind, itp.

Prędkość obrotową synchroniczną n_s obr/min, silnika indukcyjnego asynchronicznego, która odpowiada prędkości obrotowej strumienia magnetycznego w stojanie, wyznacza się z zależności:

$$n_s = \frac{60 f}{p}, \quad (1.1)$$

gdzie: f – częstotliwość napięcia zasilającego silnik, p – liczba par biegunów.

Rzeczywista prędkość obrotowa silnika n jest mniejsza od prędkości synchronicznej n_s wskutek występowania zjawiska poślizgu s , którego wartość wynosi:

$$s = \frac{n_s - n}{n_s} = 1 - \frac{n}{n_s}. \quad (1.2)$$

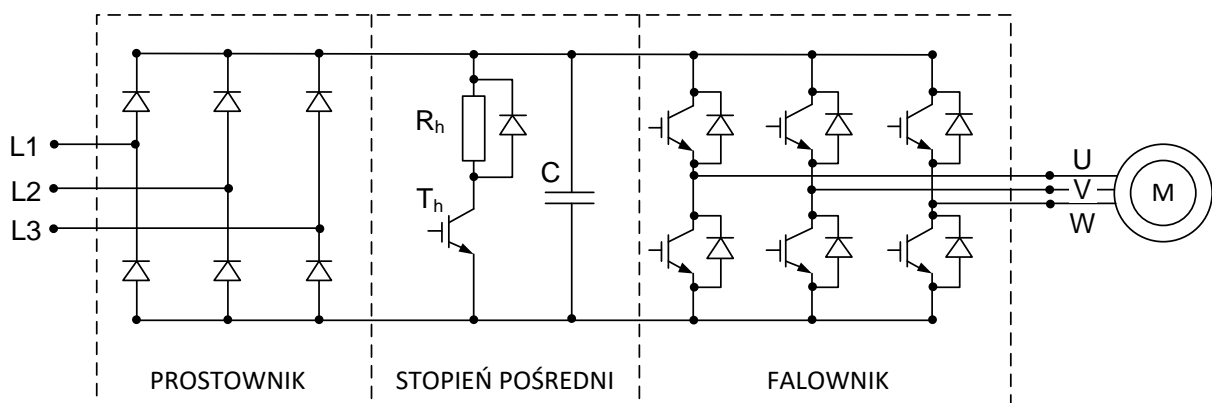
Poślizg silnika poruszającego się z prędkością synchroniczną wynosi 0, a silnika nieruchomego wynosi 1. Przy nominalnej prędkości obrotowej wartość poślizgu wynosi od ok. 0,1 dla silników dużej mocy do ok. 0,01 dla silników małej mocy. Krytyczna wartość poślizgu s_k występuje przy maksymalnej wartości momentu obrotowego silnika. Przebiegi momentu obrotowego silnika indukcyjnego, pokazane na rysunku 1.2, aproksymuje się wzorem Klossa [1].

Typowy przemiennik częstotliwości, którego schemat blokowy przedstawiono na rysunku 1.1, zbudowany jest z następujących układów [2, 3]:

1. Stopień wejściowy, czyli prostownik, służy do prostowania prądu przemiennego jedno- lub trójfazowego zasilającego urządzenie. Najprostsze niesterowane prostowniki wykorzystują diody, jednak ich wadą jest generowanie dużych zakłóceń harmonicznnych. Prostowniki diodowo-tyrystorowe (tzw. półsterowalne) oraz oparte na tranzystorach IGBT (tzw. w pełni sterowalne) pozwalają, dzięki ich włączaniu i wyłączaniu przy odpowiedniej fazie napięcia zasilającego, na znaczną redukcję pulsacji napięcia wyjściowego. Skutkuje to zmniejszeniem zakłóceń harmonicznnych.
2. Stopień pośredni pełni rolę magazynu energii dla stopnia wyjściowego oraz odfiltrowuje (wygładza) pulsacje napięcia wyprostowanego. Bardziej rozbudowane układy umożliwiają zmianę wartości napięcia stałego. Stopień pośredni zbudowany jest z jednego lub kilku kondensatorów oraz dodatkowo dławika służącego do redukcji zakłóceń harmonicznnych oraz przełącznika (tranzystora) hamowania. W przypadku konieczności szybkiego zatrzymania, przełącznik kieruje energię pochodzącą z rozrządzonego silnika do zewnętrznego obwodu hamowania, gdzie jest rozpraszana w postaci ciepła wydzielającego się na rezystorze hamującym.
3. Falownik zamienia napięcie stałe na trójfazowe napięcie przemiennie o zadanej częstotliwości i amplitudzie służące do zasilania silnika. Starsze konstrukcje

wykorzystują tyrystory, które obecnie zostały zastąpione przez tranzystory IGBT charakteryzujące się znacznie krótszym czasem przełączania.

4. Sterownik układu generuje sygnały sterujące dla poszczególnych układów przemiennika częstotliwości i umożliwia zmianę parametrów pracy układu przez nadrzędny układ sterowania (z wykorzystaniem wbudowanego interfejsu cyfrowego lub wejścia analogowego) lub bezpośrednio przez operatora (z wykorzystaniem panelu czołowego przemiennika). Sygnały sterujące dla falownika zazwyczaj wykorzystują modulację szerokości impulsów PWM. Metoda polega na włączaniu i wyłączaniu w odpowiednich chwilach czasu poszczególnych par tranzystorów IGBT. Uzyskuje się dzięki temu przebieg wyjściowy w postaci tzw. aproksymowanej (schodkowej) sinusoidy. Najprostsze rozwiązania pozwalają na otrzymanie kształtu prostokątnego lub trapezowego, najbardziej złożone zapewniają kształt niewiele odbiegający od idealnej sinusoidy.

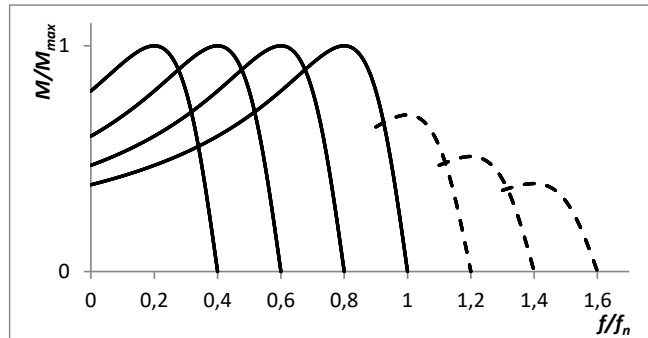


Rys. 1.1. Schemat przekształtnika częstotliwości [1]

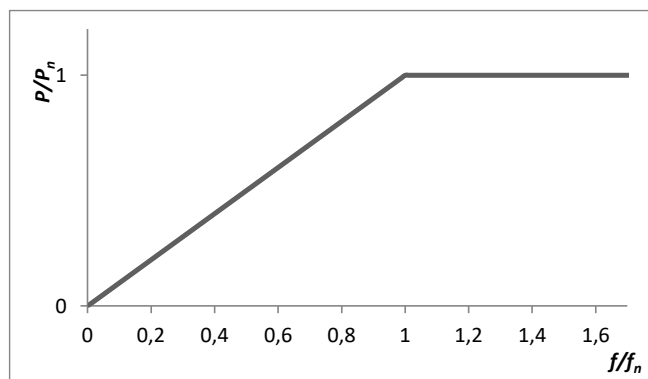
Fig. 1.1. Schematic diagram of a Variable Frequency Drive [1]

Sterowanie pracą przemiennika częstotliwości odbywa się z wykorzystaniem algorytmu U/f lub algorytmu wektorowego. Algorytm U/f , nazywany również skalarnym, opiera się na koncepcji utrzymania stałej wartości strumienia magnetycznego w silniku indukcyjnym, niezależnie od częstotliwości prądu zasilającego. Stała wartość strumienia magnetycznego oraz stała wartość prądu w uzwojeniu zapewnia utrzymanie stałego momentu obrotowego silnika bez względu na jego liczbę obrotów, jak pokazano na rysunku 1.2. Sterowanie U/f polega zatem na zmniejszaniu napięcia skutecznego zasilającego silnik proporcjonalnie do wartości częstotliwości. Przykładowo: $U/f = 400 \text{ V}/50 \text{ Hz} = 8 \text{ V/Hz}$. Aby zachować stałość U/f dla częstotliwości 25 Hz należy ustalić wartość napięcia 200 V. Utrzymanie wartości U/f nie stanowi problemu dla częstotliwości mniejszych od znamionowej (50 Hz). Warto jednak zauważyć, że pomimo utrzymania stałego momentu obrotowego moc

silnika zmniejsza się proporcjonalnie do spadku prędkości obrotowej, co przedstawiono na rysunku 1.3. Dodatkowo dla bardzo małych częstotliwości nie jest możliwe utrzymanie stałej wartości prądu w uzwojeniu wskutek zbyt małej wartości napięcia. Powoduje to znaczne zmniejszenie momentu obrotowego.



Rys. 1.2. Przebiegi momentu obrotowego silnika indukcyjnego przy sterowaniu U/f
Fig. 1.2. Torque curve of an induction motor for V/f control



Rys. 1.3. Przebieg mocy mechanicznej silnika indukcyjnego przy sterowaniu U/f
Fig. 1.3. Mechanical power curve of an induction motor for V/f control

Przy częstotliwości 50 Hz silnik może pracować ze znamionową mocą, jednak dalszy wzrost częstotliwości powoduje, że wartość mocy pozostaje niezmienną. Dzieje się tak, ponieważ dla częstotliwości większych od 50 Hz nie jest już możliwe utrzymanie stałej wartości U/f , gdyż U osiąga wartość napięcia zasilającego przemiennik. Pomimo wzrostu częstotliwości wartość napięcia pozostaje stała, co skutkuje zmniejszeniem momentu obrotowego, jak na rysunku 1.2. Zazwyczaj przemienniki częstotliwości umożliwiają pracę przy częstotliwości większej od 50 Hz, jednak silnik musi być konstrukcyjnie przystosowany do pracy ze zwiększoną prędkością obrotową. Przekroczenie znamionowej prędkości obrotowej silnika skutkuje jego przyspieszonym zużyciem, a w krytycznych przypadkach może skutkować jego zniszczeniem wynikającym głównie z przeciążenia łożysk.

Sterowanie wektorowe polega na wykorzystaniu algorytmów o większej złożoności zapewniających lepszą dokładność regulacji prędkości silnika. Sterownik układu korzysta z modelu matematycznego silnika, którego parametry elektryczne należy samodzielnie wprowadzić do pamięci przemiennika lub przeprowadzić proces tzw. autotuning, polegający na eksperymentalnym wyznaczeniu tych parametrów przez przemiennik przy zatrzymanym silniku. Model matematyczny silnika przy sterowaniu wektorowym opiera się na znajomości mocy znamionowej silnika, znamionowym prądzie silnika, prądzie silnika bez obciążenia, znamionowym poślizgu silnika, rezystancji silnika, indukcyjności upływu.

Pomiary przemieszczeń kątowych i prędkości obrotowej mają duże znaczenie np. przy sterowaniu prędkością obrotową indukcyjnych silników prądu przemiennego oraz przy pomiarach wielkości, do których wyznaczania konieczna jest znajomość prędkości obrotowej. Takie pomiary mają szczególne znaczenie przy diagnostyce wibracyjnej maszyn, gdzie diagnostyka uszkodzeń poszczególnych części maszyn polega na pomiarze poziomu drgań dla pewnej charakterystycznej częstotliwości związanej z prędkością obrotową elementów maszyny [4, 5].

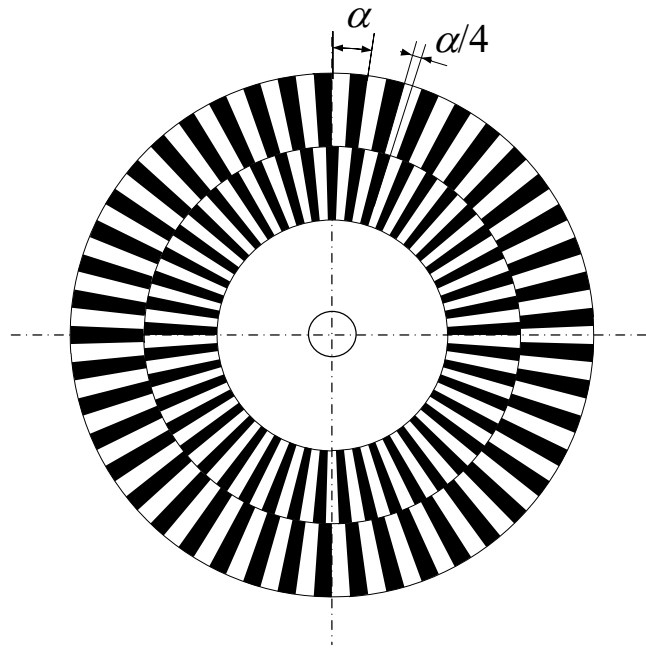
Przemieszczenia kątowe można mierzyć stosując wszystkie metody używane do pomiaru przemieszczeń liniowych. Najczęściej wykorzystywane zasady pomiaru to [6]:

- rezystancyjna, z wykorzystaniem potencjometrów, również wieloobrotowych,
- pojemnościowa,
- indukcyjnościowa,
- z przetwarzaniem kąta obrotu na ciąg impulsów:
 - z czujnikiem magnetycznym Halla,
 - z czujnikiem optycznym (enkodery).

Powszechnie stosowane są dwie metody pomiaru z przetwarzaniem kąta obrotu na ciąg impulsów z czujnikiem optycznym: inkrementacyjna oraz kodowa.

W metodzie inkrementacyjnej element obrotowy posiada tarczę, na której obrzeżu znajdują się paski czarno-białe identyfikowane przez układ optyczny.

Pomiar jest niezależny od prędkości zmiany kąta. Ze względów technologicznych liczba szczelin lub pasków jest rzędu kilkuset, co daje niepewność pomiaru rzędu 0,1%. Kierunek obrotów wyznacza się stosując drugą ścieżkę znaczników, przesuniętą o pewien kąt, jak pokazano na rysunku 1.4. Kolejność pojawienia się impulsów na poszczególnych ścieżkach jest zamieniana przez układ logiczny na sygnał kierunku obrotów.



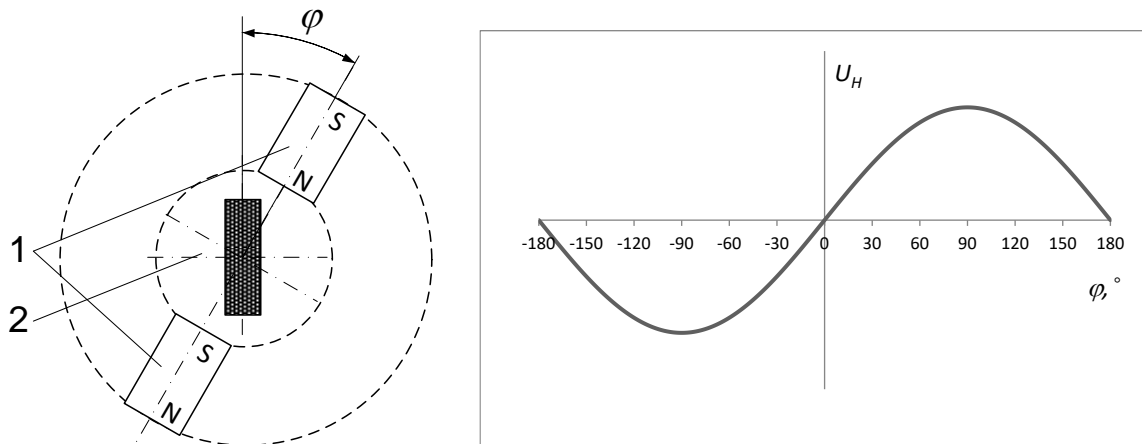
Rys. 1.4. Tarcza optycznego enkodera inkrementalnego do pomiaru przemieszczeń kątowych
 Fig. 1.4. Rotary disc of an optical incremental encoder for measuring angular displacement

Metoda może być stosowana do pomiaru prędkości obrotowej poprzez pomiar liczby impulsów, odpowiadających jednemu pełnemu obrotowi, przypadających na jednostkę czasu.

W metodzie kodowej element obrotowy posiada tarczę, na której znajduje się kilka (najczęściej 8 do 12) ścieżek z paskami czarno-białymi identyfikowanymi przez układ optyczny. Do przetwarzania kąta stosuje się różne kody, najczęściej kod Grey'a (przy zmianie wartości o 1 zmienia się wartość tylko jednego bitu słowa). Niepewność pomiaru jest rzędu 0,5%, co wystarcza w aplikacjach przemysłowych. W metodzie tej można jednoznacznie określić kierunek przemieszczenia kątowego i wartość kąta – takie czujniki są nazywane enkoderami absolutnymi.

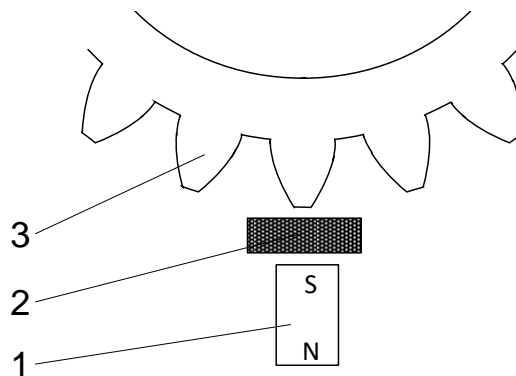
Czujnik przemieszczenia kątowego z hallotronem wykorzystuje nieruchomy hallotron zamocowany w osi obracającego się wałka. Magnesy N-S znajdują się na wałku. Obrót wałka powoduje zmianę wzajemnego położenia strumienia magnetycznego i hallotronu, co zamieniane jest na impuls napięcia. Schemat czujnika pokazano na rysunku 1.5.

Pomiar prędkości obrotowej z wykorzystaniem hallotronu opiera się na wykorzystaniu kół łopatkowych lub zębatych, jak na rysunku 1.6. Przejście łopatek lub zębów powoduje zmiany strumienia pola magnetycznego – pomiar polega na wykorzystaniu metody inkrementacyjnej. Czujniki tego typu są stosowane przede wszystkim w motoryzacji.



Rys. 1.5. Czujnik przemieszczenia kąowego z hallotronem i jego charakterystyka: 1 – magnes, 2 – hallotron

Fig. 1.5. Angular displacement transducer with Hall effect sensor and its transfer function: 1 – permanent magnet, 2 – Hall effect sensor



Rys. 1.6. Hallotronowy czujnik prędkości kąowej [6]: 1 – magnes, 2 – hallotron, 3 – koło zębate

Fig. 1.6. Angular velocity converter with Hall effect sensor [6]: 1 – permanent magnet, 2 – Hall effect sensor, 3 – gear wheel

Bibliografia

1. H. Tunia, M. Kazmierkowski: *Automatyka napędu przekształtnikowego*. PWN, Warszawa 1987.
2. K. Zawirski, J. Deskur, T. Kaczmarek: *Automatyka napędu elektrycznego*. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 2012.
3. A. Lewicki, J. Guziński: *Sterowanie skalarne silnikiem indukcyjnym*. Politechnika Gdańska 2010.
4. C. Cempel: *Diagnostyka wibroakustyczna maszyn*. PWN, Warszawa 1989.
5. J. Piotrowski (red.): *Pomiary. Czujniki i metody pomiarowe wybranych wielkości fizycznych i składu chemicznego*. WNT, Warszawa 2009.

6. M. Miłek: *Metrologia elektryczna wielkości nieelektrycznych*. Oficyna Wydawnicza Uniwersytetu Zielonogórskiego, Zielona Góra 2006.
7. R. Tkocz: *Czujniki zbliżeniowe, położenia i prędkości obrotowej – opracowanie stanowiska i badania*. Praca magisterska. Politechnika Śląska, Gliwice 2010.

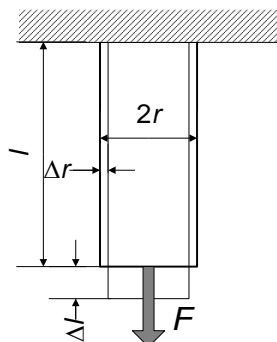
Sebastian BUDZAN

2. POMIARY TENSOMETRYCZNE

Symbol	Jednostka	Znaczenie
ε_l	-	względne odkształcenie w kierunku osi tensometru $\varepsilon_l = \Delta l / l$
ε_r	-	względne odkształcenie w kierunku normalnym do osi tensometru $\varepsilon_r = \Delta r / r$
μ	-	współczynnik Poissona $\mu = -\varepsilon_r / \varepsilon_l$
R	Ω	rezystancja drutu
h	mm	wysokość belki, $h = 5,9$ mm
L	mm	odległość pomiędzy podporami belki, $L = 219,3$ mm

2.1. Zasada działania tensometru

Tensometry są wykorzystywane do pomiarów odkształceń, natomiast pośrednio do pomiarów naprężeń, sił ściskających i rozciągających oraz momentów konstrukcji, powszechnie stosowanych do produkcji czujników siły i nacisku w układach automatyki, np. w wagach. Do ich głównych zalet należą: duża czułość, niewielkie rozmiary, odporność na drgania, temperaturę oraz wilgotność. Wykorzystuje się je zarówno do badań statycznych, jak i dynamicznych oraz do badań elementów w ruchu, np. momentu obrotowego wałów. Ze względu na delikatną budowę i sposób mocowania do badanego obiektu przez klejenie są to czujniki jednorazowego użytku. Zasadę działania tensometru można objaśnić na podstawie rysunku 2.1, na którym pokazano drut zamocowany na stałe na jednym końcu, a drugi koniec obciążono siłą F .

Rys. 2.1. Zamocowany drut poddany działaniu siły rozciągającej F Fig. 2.1. Fastened wire subjected to a tensile force F

Zasadniczo, wykorzystuje się zależność zmiany rezystancji elektrycznej drutu wraz ze zmianą jego długości. Rezystancja tensometru niepoddanego działaniu siły rozciągającej F wynosi $R_0 = l_0 \rho_0 / A_0$, gdzie ρ jest rezystywnością, A_0 zaś polem powierzchni przekroju poprzecznego drutu. Pod wpływem siły drut się odkształca i zmienia się jego rezystancja, co można zapisać równaniem:

$$\Delta R = \frac{\partial R}{\partial l} \Delta l + \frac{\partial R}{\partial A} \Delta A + \frac{\partial R}{\partial \rho} \Delta \rho \quad (2.1)$$

i dalej:

$$\Delta R = \frac{\rho_0}{A_0} \Delta l - \frac{l_0 \rho_0}{A_0^2} \Delta A + \frac{l_0}{A_0} \Delta \rho \quad \Rightarrow \quad \frac{\Delta R}{R_0} = \frac{\Delta l}{l_0} + \frac{\Delta \rho}{\rho_0} - \frac{\Delta A}{A_0}$$

Po uwzględnieniu, że

$$\frac{\Delta A}{A_0} = -2\mu \frac{\Delta l}{l_0}$$

i dokonaniu odpowiednich podstawień otrzymamy:

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{\Delta l}{l_0} (1 + 2\mu) + \frac{\Delta \rho}{\rho_0} \quad \Rightarrow \quad \frac{\Delta R}{R_0} = \varepsilon (1 + 2\mu) + \frac{\Delta \rho}{\rho_0}$$

a w końcu:

$$K = \frac{\Delta R}{R_0} \frac{1}{\varepsilon} = (1 + 2\mu) + \frac{\Delta \rho}{\rho_0} \frac{1}{\varepsilon} \quad (2.2)$$

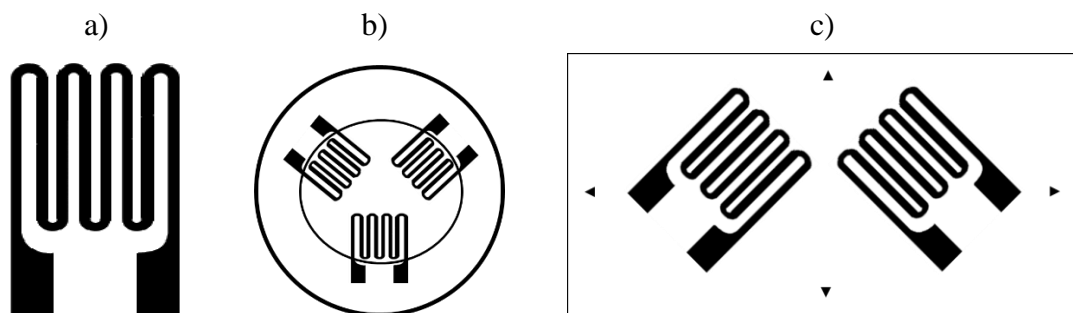
gdzie K to stała tensometru. Zależy ona od materiału oraz konstrukcji tensometru (również kształtu) i dla metalowych wynosi zwykle 2–2,2. W tensometrach konwencjonalnych (foliowych, dawniej również drutowych) pomijalny jest drugi człon

równania (2.2), podczas gdy w tensometrach półprzewodnikowych jest on dominujący (to tzw. efekt piezorezystancyjny), czego rezultatem jest duża wartość stałej tensometru.

2.2. Budowa tensometrów

Przykładowe konstrukcje tensometrów metalowych pokazano na rysunku 2.2. Poza tensometrami metalowymi produkowane są również tensometry półprzewodnikowe krzemowe – piezorezystancyjne. Cechują się one zdecydowanie większą czułością niż tensometry metalowe – stała tensometru wynosi 80 do 200, co jest ich zaletą. Wadą natomiast jest znaczna czułość temperaturowa, co komplikuje układ pomiarowy.

Najczęściej tensometry wykonuje się z cienkiej folii metalowej (grubości około 0,005 mm), wytrawiając wymagany kształt tensometru i umieszczając go pomiędzy dwoma paskami cienkiej folii izolacyjnej. W zależności od wymagań dostępne są tensometry pojedyncze (rysunek 2.2a) oraz zespoły tensometrów w układzie półmostka (rysunek 2.2c) lub pełnego mostka, a także tensometry specjalne, np. do pomiaru odkształcenia okrągłej membrany (rysunek 2.2b). Wymiary tensometrów mieszczą się w zakresie od kilku do kilkunastu milimetrów. Rezystancja nominalna wynosi zaś typowo 120 Ω lub 350 Ω z tolerancją $\pm 0,2\%$. Ze względu na budowę mogą one być wykorzystywane w szerokim zakresie sił.



Rys. 2.2. Przykłady tensometrów foliowych: a) ogólnego zastosowania pojedynczy, b) do pomiaru naprężeń we wszystkich kierunkach, c) do pomiarów naprężeń ścinających oraz momentu skręcającego (dwa tensometry na wspólnym podłożu)

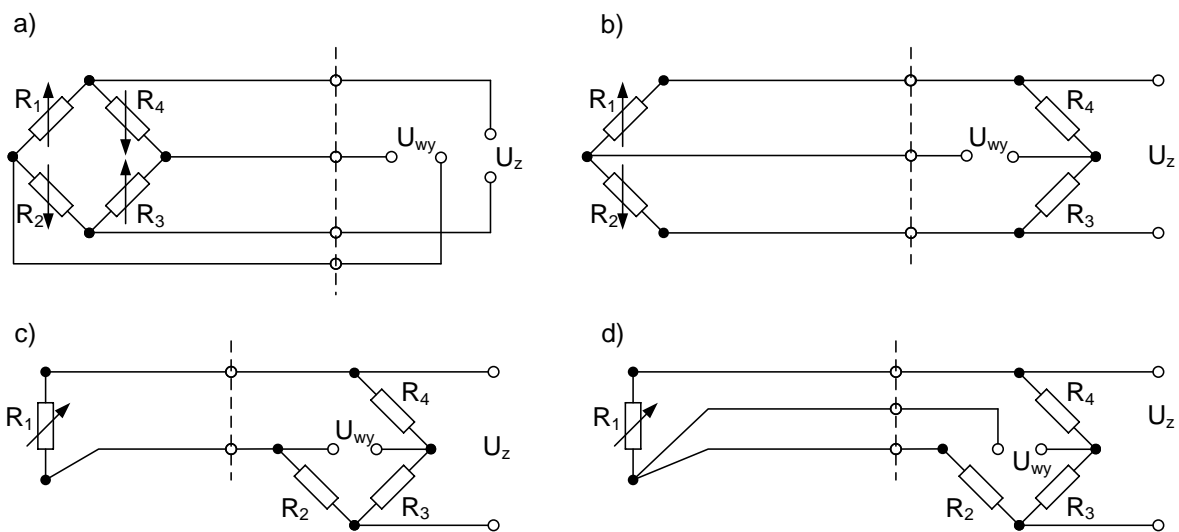
Fig. 2.2. Examples of foil strain gauges: a) general purpose single, b) for measuring stress in all directions, c) for measuring shear stress and torsional moment (two strain gauges on a common ground)

Materiał, z którego wykonany jest tensometr, dobierany jest zwykle do rodzaju podłoża, którego odkształcenie chcemy mierzyć, np. stal, beton itp. Istotnym parametrem jest rozszerzalność termiczna podłoża, na które klei się tensometr; przez to stosuje się układy tensometrów eliminujące wpływ temperatury na pomiar,

np. dodatkowy tensometr kompensacyjny tak umieszczony, aby reagował jedynie na odkształcenia podłoża spowodowane zmianą temperatury.

2.3. Układy pomiarowe tensometrów

Najpopularniejszym sposobem pomiaru z wykorzystaniem tensometru jest zastosowanie układu mostkowego, głównie ze względu na niewielki zakres zmian rezystancji tensometrów, które nie przekraczają 1%. Ponieważ po naklejeniu tensometru na obiekt zmianie może ulec jego rezystancja nominalna, w układzie pomiarowym powinna być możliwa kompensacja zera. Dodatkowo wraz ze zmianą temperatury zmienia się czułość mostka tensometrycznego, głównie z uwagi na plastyczność kleju użytego w procesie mocowania tensometrów do obiektu. Zmiany czułości mogą być też spowodowane zmianą rezystancji przewodów połączeniowych pod wpływem zmiany temperatury.



Rys. 2.3. Połączenie tensometrów w układach mostkowych: a) pełny mostek, b) półmostek, c) ćwierćmostek, d) 3-przewodowe podłączenie tensometru w ćwierćmostku

Fig. 2.3. Connection of strain gauges in bridge systems: a) full bridge, b) half-bridge, c) quarter-bridge, d) 3-wire connection of a strain gauge in a quarter-bridge

Najbardziej rozpowszechnionym układem pomiarowym w tensometrii jest mostek niezrównoważony prądu stałego lub przemiennego. Na rysunku 2.3 pokazano typowe konfiguracje tensometrów w układzie mostkowym. W konfiguracji pełnego mostka (rysunek 2.3a) wszystkie tensometry są aktywne, dzięki czemu uzyskuje się czułość układu czterokrotnie wyższą niż dla pojedynczego tensometru. Mostek jest skompensowany temperaturowo, występuje jednak niewielki wpływ rezystancji

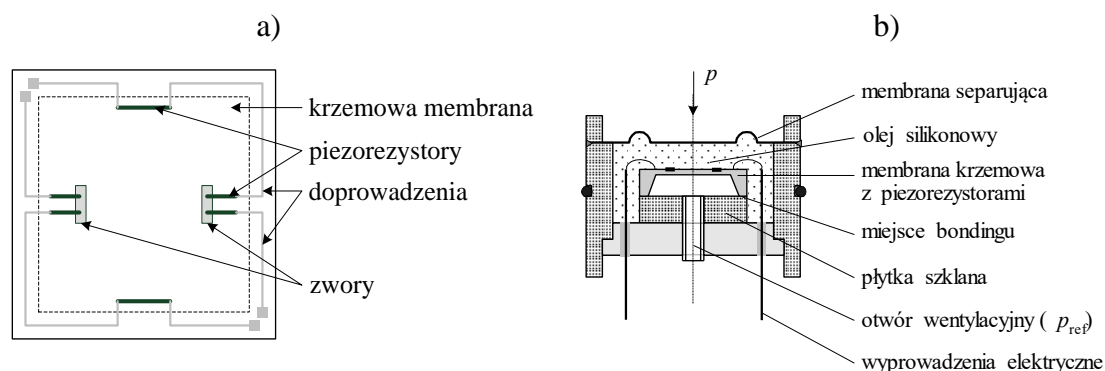
przewodów zasilających na zmniejszenie czułości mostka, czego nie można zaniedbać w przypadku długich przewodów połączeniowych. W pomiarach bardzo dokładnych stosuje się dodatkowe przewody do pomiaru napięcia zasilania mostka i układ stabilizujący zasilanie na stałym poziomie. W przypadku półmostka (rysunek 2.3b) rezystancja przewodów doprowadzających ma wpływ na zmiany czułości, szczególnie w przypadku zmian temperatury przewodów doprowadzających. Z kolei ćwierćmostek nie jest skompensowany temperaturowo, stąd powinien być wykorzystywany jedynie w przypadku stałej temperatury pracy lub gdy tensometr jest dobrany odpowiednio (pod względem rozszerzalności termicznej) do materiału, z którego wykonany jest obiekt podlegający odkształceniom. Kompensację temperaturową przewodów doprowadzających dla pojedynczego tensometru zapewnia układ 3-przewodowy pokazany na rysunku 2.3d.

2.4. Piezorezystancyjne czujniki ciśnienia

Piezorezystory mogą być stosowane w konwencjonalnych czujnikach ciśnienia z membraną metalową lub ceramiczną, jako elementy naklejane na te membrany lub w półprzewodnikowych, krzemowych czujnikach ciśnienia. Tak wykonane czujniki ciśnienia obecnie znajdują powszechne zastosowanie w przemyśle motoryzacyjnym, automatyce przemysłowej, lotnictwie, a nawet medycynie.

Zazwyczaj na membranie krzemowej znajdują się cztery piezorezystory połączone w układ mostkowy (dwa – ściskane, dwa – rozciągane) bądź specjalny piezorezystor krzyżowy. Pierwsze rozwiązanie przedstawiono poglądowo na rysunku 2.4a, konstrukcję typowego piezorezystancyjnego czujnika ciśnienia pokazano zaś na rysunku 2.4b. Technologia wytwarzania krzemowych czujników ciśnienia nosi nazwę MEMS (Micro Electro Mechanical System – system mikroelektromechaniczny) i umożliwia pełną integrację piezorezystora i cienkiej membrany krzemowej oraz układów elektronicznych (wzmacnianie sygnału, dodatkowy czujnik temperatury i układy kompensacji błędów) [1]. W pierwszej kolejności następuje wytworzenie struktur krzemowych zawierających piezorezystory w układzie mostkowym. Następnie wykonuje się elementy czujnika (np. membranę). Finalnie wykonuje się połączenie wszystkich elementów uzyskując czujnik ciśnienia niewielkich rozmiarów. Piezorezystor jest częścią membrany – wykonuje się go, domieszkując odpowiednio membranę krzemową przez dyfuzję lub implantację jonów. Dzięki temu uzyskuje się największą możliwą czułość (brak kleju). Czujniki tego typu są powszechnie dostępne

i znajdują zastosowanie w prostych przetwornikach ciśnienia (np. barometry), czujnikach wysokości, aż do zaawansowanych technicznie inteligentnych przetworników ciśnienia na potrzeby automatyki procesowej.



Rys. 2.4. Poglądowa konstrukcja krzemowego piezorezystancyjnego czujnika ciśnienia: a) widok z góry na membranę z piezorezystorami, b) przekrój przez czujnik [3]

Fig. 2.4. Illustrative design of the silicon piezoresistive pressure sensor: a) top view of the piezoresistor membrane, b) cross-section through the sensor [3]

Wadami piezorezystancyjnych czujników ciśnienia są: ograniczony do około 120°C zakres temperatur pracy, nieodporność na agresywne chemicznie media i duże błędy temperaturowe. Wpływ temperatury ma istotne znaczenie szczególnie w sytuacji, gdy czujniki wykorzystywane będą w szerokim zakresie temperatur.

Bibliografia

1. J. Dziuban: *Technologia i zastosowanie mikromechanicznych struktur krzemowych i krzemowo-szklanych w technice mikrosystemów*. Wydanie drugie, poprawione. Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2004.
2. PN-EN 61298-2:2009: Urządzenia do pomiarów i sterowania procesami przemysłowymi – Ogólne metody i procedury wyznaczania właściwości – Część 2: Badania w warunkach odniesienia. 2009.
3. J. Piotrowski (red.): *Pomiary. Czujniki i metody pomiarowe wybranych wielkości fizycznych i składu chemicznego*. WNT, Warszawa 2009.

Roman WYŻGOLIK

3. WZORCOWANIE I SPRAWDZANIE TERMOMETRÓW

Symbol	Jednostka	Znaczenie
R_t	Ω	rezystancja czujnika Pt100 w temperaturze t
R_0	Ω	rezystancja nominalna czujnika Pt100, 100Ω w temperaturze odniesienia $t = 0^\circ\text{C}$
R_{100}	Ω	rezystancja czujnika Pt100 w temperaturze 100°C
t	$^\circ\text{C}$	temperatura mierzona
t_0	$^\circ\text{C}$	temperatura spiny odniesienia (zimnych końców) termoelementu
A, B, C,	$^\circ\text{C}^{-1}$, $^\circ\text{C}^{-2}$, $^\circ\text{C}^{-4}$	współczynniki wielomianu, dane w normie [6]; współczynnik C = 0, gdy temperatura jest mierzona w zakresie 0°C do $+600^\circ\text{C}$
E_t	V	siła termoelektryczna

3.1. Termometry, informacje ogólne

Istnieje wiele typów termometrów. Generalnie dzielą się na elektryczne i nieelektryczne. Do nieelektrycznych zaliczamy np. termometry szklane, dylatacyjne, bimetalowe czy ciśnieniowe. Do grupy termometrów elektrycznych należą np. termoelementy i rezystancyjne czujniki metalowe. Termistory oraz termometry półprzewodnikowe (te drugie zwane najczęściej półprzewodnikowymi czujnikami temperatury) również zaliczamy do termometrów elektrycznych. W niniejszym rozdziale zostaną opisane w ograniczonym zakresie dwa termometry: rezystancyjny typu Pt100 oraz termoelektryczny. Dla uproszczenia przyjmuje się nazwy: czujnik rezystancyjny oraz czujnik termoelektryczny lub termoelement lub termopara. Szeroki opis własności metrologicznych oraz konstrukcji różnych typów czujników temperatury znaleźć można w [1].

Czujnik rezystancyjny Pt100 zbudowany jest w technologii konwencjonalnej z drutu platynowego zatopionego w pałeczce szklanej lub umieszczonego w pałeczce ceramicznej o średnicy około 3 mm do 6 mm i długości do około 3 cm. Bardzo popularne jest też wykonanie czujnika Pt100 w technologii cienkowarstwowej, gdzie warstwa platyny napyłana jest w próżni na cienką płytkę ceramiczną. Czujniki cienkowarstwowe charakteryzują się bardzo niewielkimi wymiarami i produkowane są również jako rezystory w wersji do montażu SMD.

Dla czujników rezystancyjnych Pt100 przyjęta jest zależność rezystancji od temperatury o postaci [6]:

$$R_t = R_0[1 + At + Bt^2 + C(t - 100^\circ\text{C})t^3]. \quad (3.1)$$

Istotnym parametrem czujnika Pt100 jest współczynnik temperaturowy α . W zależności od normy (na świecie istnieje kilka norm dla czujnika Pt100), przyjmuje on różną wartość. Zgodnie z normą [6] obowiązującą w Unii Europejskiej wyraża się wartością:

$$\alpha = \frac{R_{100} - R_0}{100^\circ\text{C} \times R_0} = 0,00385^\circ\text{C}^{-1}, \quad (3.2)$$

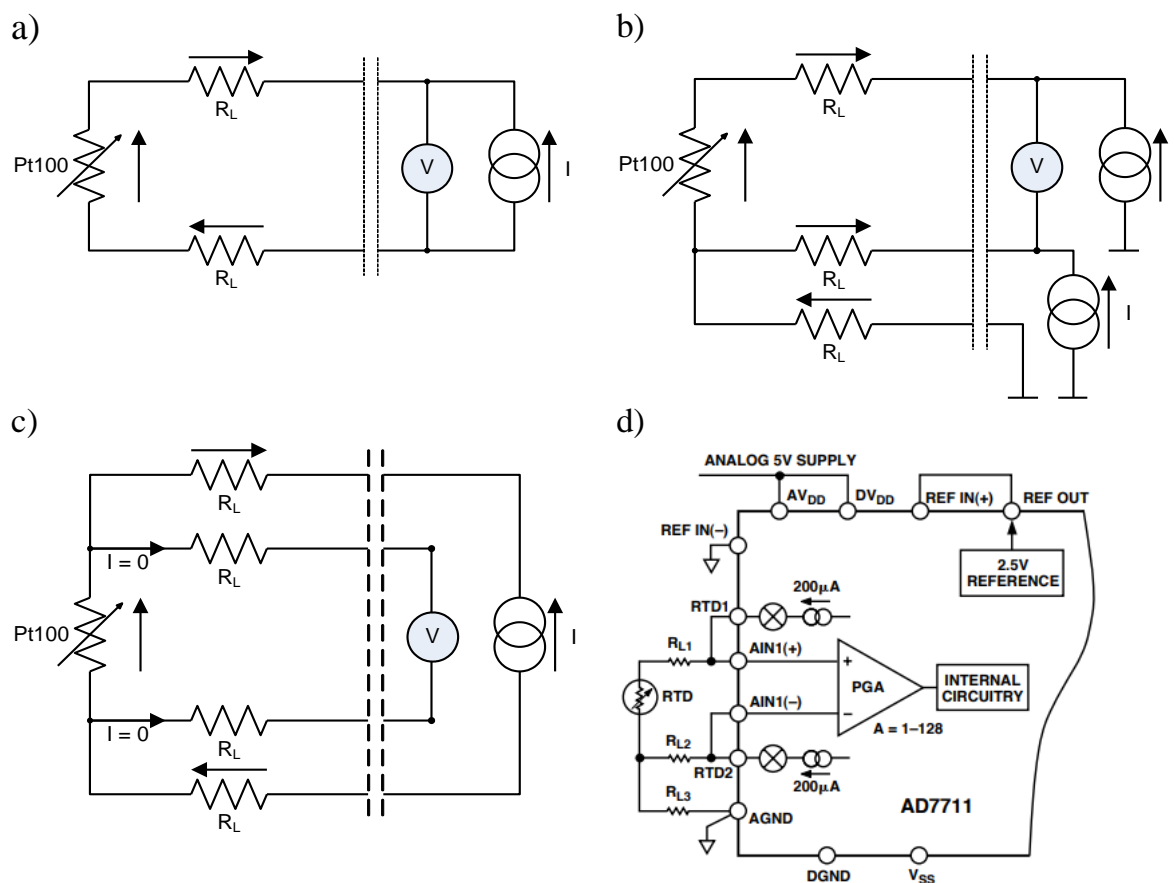
przy czym do obliczeń przyjmuje się wartość $0,00385055^\circ\text{C}^{-1}$.

Zakres mierzonych temperatur wynosi od -196°C do 600°C , przy czym zależy on od klasy dokładności konkretnego czujnika. Wyróżnia się trzy klasy: AA, A oraz B; największy zakres jest dla klasy AA, która z kolei cechuje się najmniejszą niepewnością pomiarową.

Ponieważ Pt100 ma niewielką rezystancję, istotny jest sposób jej pomiaru. W bardzo dokładnych pomiarach, laboratoryjnych – głównie przy odtwarzaniu tzw. punktów stałych – do pomiaru rezystancji czujników platynowych (mają niższą rezystancję niż Pt100) stosuje się bardzo dokładne mostki pomiarowe. W pomiarach przemysłowych, gdzie typowo wykorzystywany jest czujnik Pt100 stosuje się metody 2, 3 lub 4 przewodowe pomiaru rezystancji. Przedstawiono je na rysunku 3.1.

W układzie dwuprzewodowym należy uwzględnić rezystancję przewodów doprowadzających $2xR_L$, która w stałej temperaturze będzie niezmienna i stanowi wówczas błąd systematyczny. W praktyce układ ten stosuje się w przypadku krótkich przewodów doprowadzających oraz stałej temperaturze otoczenia, na ogół w pomiarach laboratoryjnych. Układy 3 i 4 przewodowe są niewrażliwe na zmiany temperatury przewodów doprowadzających. Zakłada się przy tym taką samą rezystancję obu przewodów doprowadzających, co w praktyce jest zachowane – przewody stanowią na ogół skrętkę, są więc tej samej długości. Praktyczną realizację metody 3 przewodowej pokazano na rysunku 3.1d). Metoda 3 przewodowa jest najczęściej wykorzystywana,

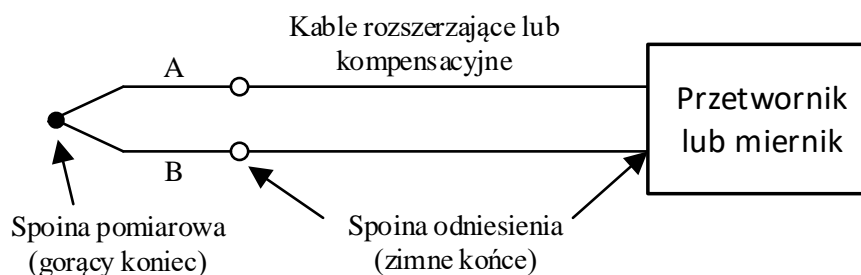
z uwagi na kompromis pomiędzy dokładnością pomiaru a kosztami okablowania (3 przewody zamiast czterech). Metoda 4 przewodowa wykorzystywana jest najczęściej w pomiarach laboratoryjnych, gdy rezystancję mierzy się najczęściej z wykorzystaniem multimetru, umożliwiającego taki pomiar (każdy dobrej klasy multimetr). Bardzo wysoka rezystancja wewnętrzna układu pomiarowego – woltomierza lub wzmacniacza programowanego – PGA (Programmable Gain Amplifier) jak na rysunku 3.1d) pozwala przyjąć zerową wartość prądu w układzie pomiaru spadku napięcia na czujniku Pt100 (rysunek 3.1c)).



Rys. 3.1. Układy pomiarowe dla czujnika Pt100: a) dwuprzewodowy, b) trójprzewodowy, c) czteroprzewodowy, d) praktyczna realizacja układu trójprzewodowego [11]

Fig. 3.1. Measuring circuits for the Pt100 sensor: a) two-wire, b) three-wire, c) four-wire, d) practical implementation of the three-wire circuit[11]

Termometr termoelektryczny (termoelement/termopara), wraz z typowym torem pomiarowym, pokazany został na rysunku 3.2.



Rys. 3.2. Przykładowy tor pomiarowy z termoelementem
 Fig. 3.2. Exemplary measuring circuit for thermocouple

Dla termoelementów stanowiących układ dwóch różnych metali (A, B na rysunku 3.2), siła termoelektryczna (EMF – Electro-Motive Force), mierzona na spoinie odniesienia (bezpośrednio na termoelemencie lub na końcu kabli rozszerzających/kompensacyjnych) jest funkcją różnicy temperatury spoiny pomiarowej t oraz spoiny odniesienia t_0 :

$$E_t = f(t - t_0), \quad (3.3)$$

a zatem przy zachowaniu temperatury $t_0 = \text{const}$, siła termoelektryczna E_t jest funkcją jedynie temperatury mierzonej. Zależność (3.3) jest nieliniowa. Zależnie od rodzaju termoelementu oraz zakresu temperatury przyjęto tę funkcję jako wielomian o różnej liczbie i wartości współczynników [8]. Na ogół podłączenie termoelementu do systemu pomiarowego wymaga zastosowania dodatkowych przewodów, dedykowanych dla konkretnego typu termoelementu. Przewody te są znormalizowane [9].

Charakterystyka napięcia od temperatury jest nieliniowa i opisywana jest w normie [8] w postaci wielomianów wysokiego rzędu, z podziałem na kilka podzakresów mierzonej temperatury. Podstawową wadą termoelementów jest niewielka czułość, rzędu kilku do kilkudziesięciu mikrowoltów na stopień Celsjusza oraz konieczność kompensacji temperatury spoiny odniesienia. Ogromną zaletą jest za to bardzo szeroki zakres mierzonych temperatur, od około -200°C do około 1800°C w przypadku termoelementów znormalizowanych.

W niniejszym rozdziale omówiono ogólne zasady wzorcowania i sprawdzania oraz rozszerza się je o zasady szczegółowe związane z rodzajami termometrów użytkowych. Najistotniejsze zagadnienia dotyczące pomiarów temperatury znaleźć można w [1, 2]. W pozycji [1] znaleźć można również wiele informacji na temat wzorcowania czujników temperatury, trzeba jednak mieć na uwadze uaktualnienia norm dotyczących czujników temperatury jak i terminologii wykorzystywanej w metrologii prawnej i przemysłowej (technicznej). Dla przykładu, oprócz wzorcowania istnieje czynność techniczno-metrologiczna jak sprawdzenie (ang. verification). W metrologii prawnej jest ona elementem legalizacji, natomiast w metrologii przemysłowej co do zasady jest tą samą czynnością –

sprawdzenie dotyczy zawsze określenia zgodności przyrządu pomiarowego z wymaganiami określonej specyfikacji – ale nie pociąga za sobą żadnych skutków prawnych (wydanie świadectwa legalizacji).

W [3] wzorcowanie zdefiniowane jest jako działanie, które w określonych warunkach, w pierwszym kroku ustala zależność pomiędzy odwzorowywanymi przez wzorzec pomiarowy wartościami wielkości wraz z ich niepewnościami pomiaru, a odpowiadającymi im wskazaniem wraz z ich niepewnościami. W drugim kroku zaś wykorzystuje tę informację do ustalenia zależności pozwalającej uzyskać wynik pomiaru na podstawie wskazania.

3.2. Wzorcowanie i sprawdzanie termometrów

Wzorcowanie termometru polega na porównaniu wskazań wzorcowanego termometru ze wzorcem, którym może być np. punkt stały skali temperatur lub termometr wzorcowy czy kontrolny, a następnie wyznaczeniu błędów wskazania termometru wzorcowanego względem wzorca i podaniu ich na świadectwie wzorcowania wraz z odpowiednimi niepewnościami. Procedura wzorcowania pozwala również wyznaczyć charakterystykę przetwarzania termometru wzorcowanego (zależność pomiędzy wielkością wyjściową z termometru wzorcowanego a temperaturą mierzoną). Świadectwo wzorcowania nie zawiera natomiast oceny, czy wzorcowany termometr nadaje się do pomiarów czy nie. Taka ocena podlega procedurze sprawdzenia, w której określa się kryteria (określa się specyfikację) jakie musi spełnić wzorcowany termometr aby można go było wykorzystać do pomiarów temperatury – np. czy błąd pomiaru mieści się w granicach normy lub wartości dopuszczalnych zdefiniowanych przez użytkownika. W metrologii prawnej zaś, specyfikacja odniesienia określona jest przez akt prawny.

Ważnym pojęciem występującym w metrologii [4] jest również spójność pomiarowa. Jest to właściwość wyniku pomiaru lub wzorca jednostki miary polegająca na tym, że można go powiązać z określonymi odniesieniami, na ogół z wzorcami państwowymi lub międzynarodowymi jednostkami miary, za pośrednictwem nieprzerwanego łańcucha porównań, z których wszystkie mają określone niepewności. Zapewnienie spójności pomiarowej i jej weryfikacja realizowana jest przez ujednolicony system zarządzania jakością w laboratoriach wzorcujących w oparciu o odpowiednią normę [5]. Przykładowy schemat spójności pomiarowej dla wzorcowania termometrów, stosowany w GUM (Główny Urząd Miar) pokazano na

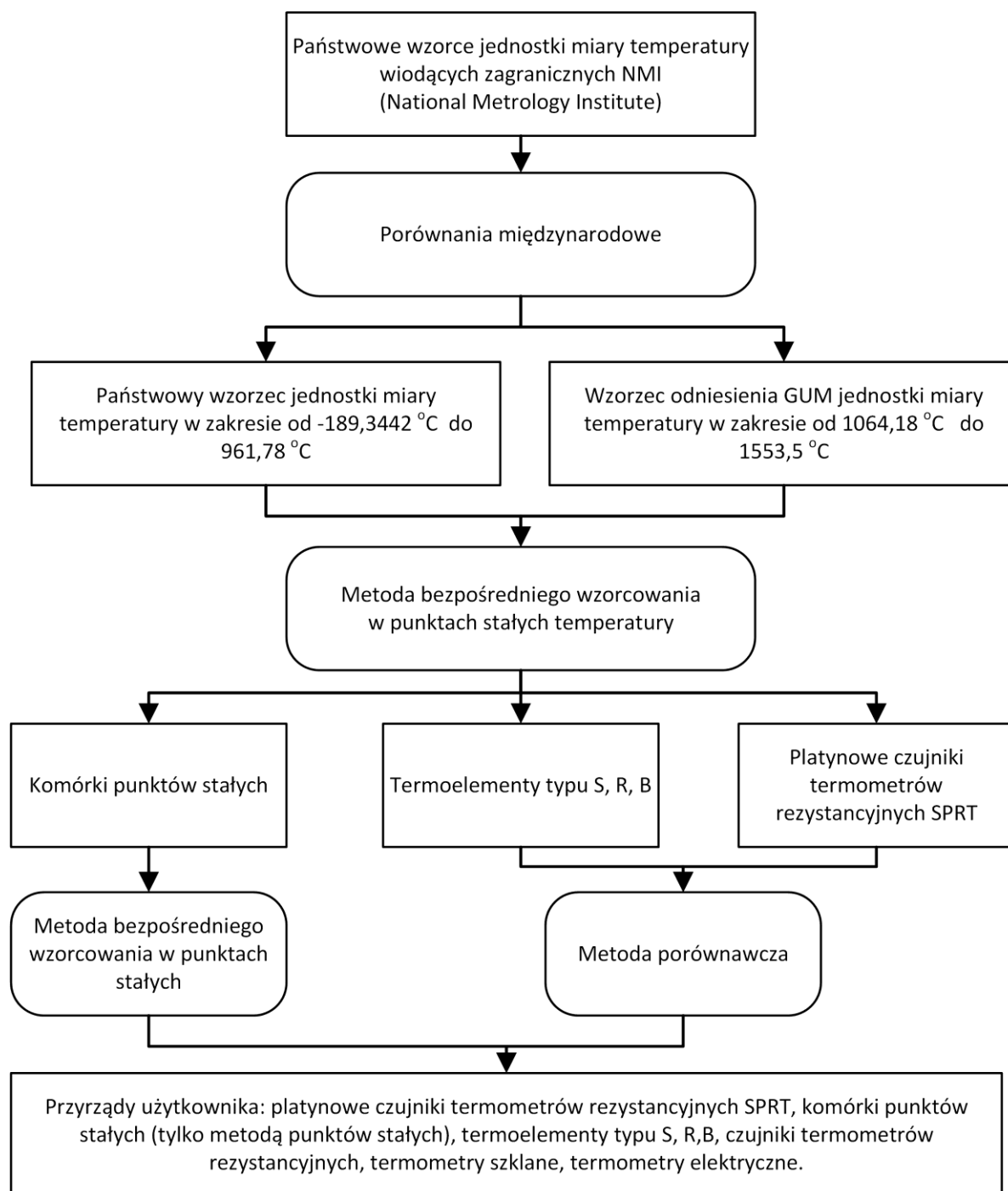
rysunku 3.3. Na rysunku 3.4 przedstawiono ogólny schemat spójności pomiarowej dla wzorców.

W przypadku wzorcowania lub sprawdzania czujnika temperatury, należy to rozumieć tak, że istnieje nieprzerwany łańcuch porównań od wzorca pierwotnego poprzez kolejne wzorce, którymi mogą być punkty stałe i/lub termometry wzorcowe, aż do termometru wzorcowanego (np. użytkowego). Na ogół definiuje się również tzw. hierarchiczny układ sprawdzeń, który jest schematem (szczegółowym) spójności pomiarowej przedstawiający kolejne etapy przekazywania jednostki od wzorca państwowego do wzorców o poszczególnych klasach dokładności, aż do przyrządu użytkowego. Przy czym, w pomiarach temperatury nie ma pojęcia klasy dokładności dla poszczególnych wzorców, stąd nie ma ustalonego układu sprawdzeń, tak jak to jest np. w przypadku wzorca masy.

Przy wzorcowaniu i sprawdzaniu termometrów stosuje się dwie metody:

1. odtwarzanie punktów stałych pierwotnych i wtórnych skali temperatur (wtórne stosuje się najczęściej do wzorcowania wzorców niższej klasy i termometrów użytkowych – jeśli zachodzi konieczność wzorcowania ich w punktach stałych),
2. metodę porównania z termometrem wzorcowym.

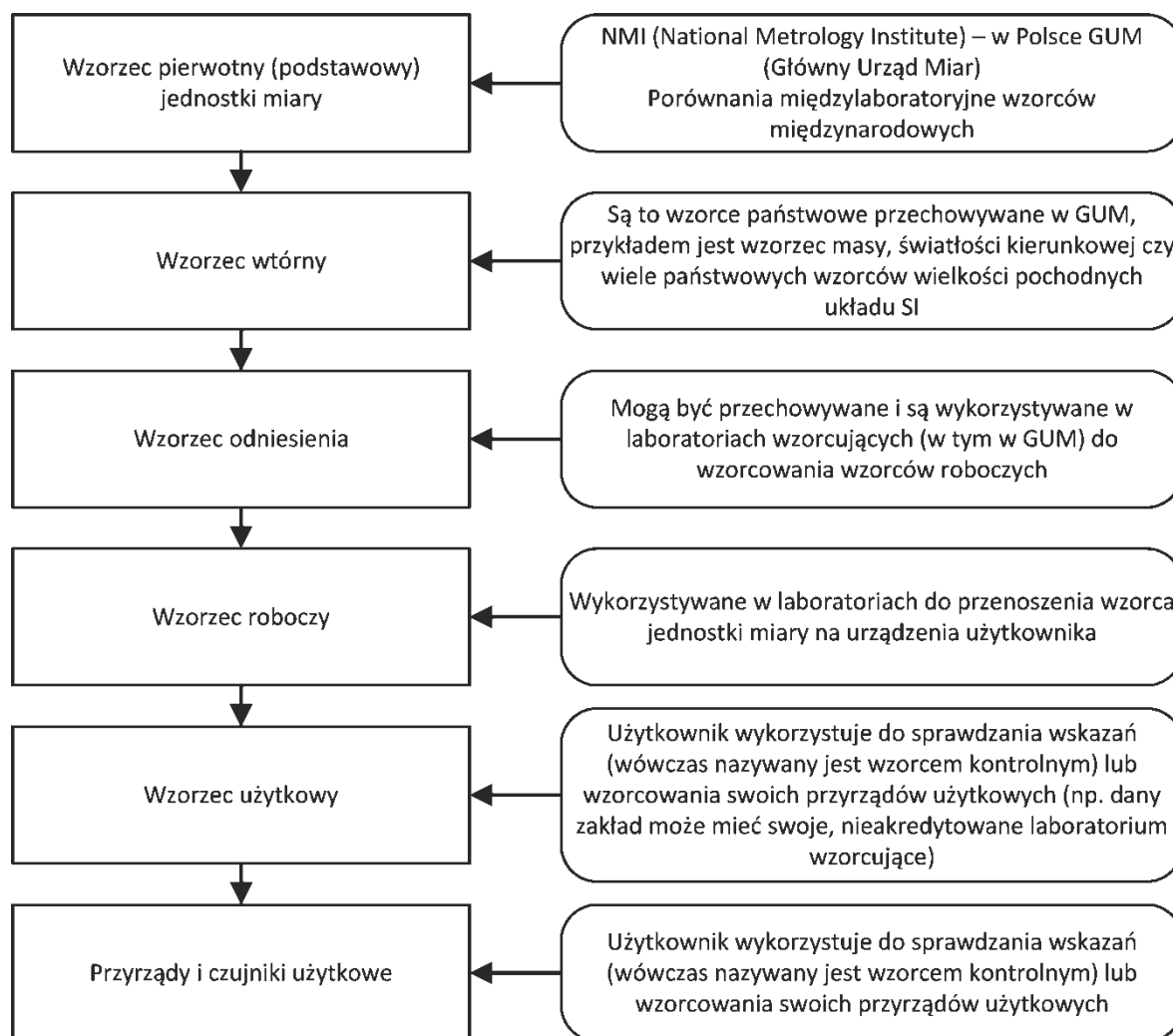
W metodzie punktów stałych, siłę termoelektryczną sprawdzanego termoelementu rejestruje się w funkcji czasu, podczas krzepnięcia metalu (przemiana fazowa). Podobnie rejestruje się rezystancję czujnika rezystancyjnego, przy czym aby zapewnić wysoką dokładność pomiaru rezystancji, w przypadku czujników SPRT (Standard Platinum Resistance Thermometer) stosuje się precyzyjne mostki rezystancyjne. Temperaturze punktu stałego odpowiada odcinek poziomy krzywej zmian siły termoelektrycznej lub rezystancji czujnika SPRT. W zależności od posiadanej aparatury do odtwarzania punktów stałych, możliwe jest uzyskanie bardzo długiego czasu trwania przemiany fazowej, nawet kilka godzin. Punkty stałe odtwarza się zwykle z bardzo małą niepewnością pomiarową, od poniżej 1 mK do kilku mK, w zależności od konkretnego punktu stałego. Termoelementy typu S, R oraz B można wzorcować dodatkowo metodą drutową, np. w punkcie topnienia palladu (1553,5°C w powietrzu), ze znacznie większą niepewnością rzędu 1,5°C [7].



Rys. 3.3. Schemat spójności pomiarowej wzorca jednostki miary temperatury w GUM [5]

Fig. 3.3. Traceability ladder for temperature unit, in GUM [5]

Zgodnie z [4] **wzorcem państwowym** określamy wzorzec jednostki miary uznany urzędowo w danym kraju za podstawę do przypisywania wartości innym wzorcom jednostki miary danej wielkości; **wzorcem odniesienia** określamy wzorzec jednostki miary o najwyższej zazwyczaj jakości metrologicznej dostępny w danym miejscu lub danej organizacji, który stanowi odniesienie dla wykonywanych tam pomiarów. Istnieją jeszcze inne rodzaje wzorców, których definicje przytoczono w [4]. Państwowy wzorzec jednostki miary temperatury służy do odtwarzania i przekazywania jednostki miary, zgodnie ze schematem spójności pomiarowej w dziedzinie temperatury. Zapewnia spójność pomiarową z wzorcami międzynarodowymi poprzez uczestnictwo w porównaniach międzynarodowych realizowanych przez EURAMET [7].



Rys. 3.4. Ogólny schemat spójności pomiarowej przy wzorcowaniu
 Fig. 3.4. General scheme of traceability in calibration procedure

W metodzie porównania wzorcuje się lub sprawdza czujniki temperatury porównując ich wskazania ze wskazaniem termometru wzorcowego. Oba termometry, tj. sprawdzany i wzorcowy, umieszcza się w urządzeniu zapewniającym stabilizację temperatury na zadanej wartości. Są to zazwyczaj termostaty cieczowe lub piece kalibracyjne z suchym bokiem pomiarowym, w którym umieszcza się wymienne wkłady pomiarowe z nawierconymi otworami. W otworach umieszcza się końce pomiarowe termometrów. Wkład ma za zadanie zapewnić jak najbardziej jednorodny rozkład temperatury. Dla danego wkładu podaje się niejednorodność temperatury pomiędzy poszczególnymi otworami. Ma to istotne znaczenie w szacowaniu budżetu niepewności. Metoda porównania ma tę zaletę, że jednocześnie możliwe jest wzorcowanie kilku termometrów. Charakteryzuje się jednak mniejszą dokładnością niż metoda wzorcowania w punktach stałych, przez co najczęściej wykorzystywana jest do wzorcowania termometrów użytkowych.

Bibliografia

1. L. Michalski, K. Eckersdorf, J. Kucharski: *Termometria. Przyrządy i metody*. Wydawnictwo Politechniki Łódzkiej, Łódź 1998.
2. J. Piotrowski (red.): *Pomiary. Czujniki i metody pomiarowe wybranych wielkości fizycznych i składu chemicznego*. WNT, Warszawa 2009.
3. *Międzynarodowy słownik terminów metrologii prawnej*. Główny Urząd Miar, 2015.
4. *Międzynarodowy słownik metrologii – Pojęcia podstawowe i ogólne oraz terminy z nimi związane (VIM)*. PKN-ISO/IEC Guide 99:2010 - wersja polska.
5. PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02. *Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących*.
6. PN-EN 60751:2009. *Czujniki platynowe termometrów rezystancyjnych i platynowe czujniki temperatury*.
7. *Termometria, przewodnik po dziedzinie*. Główny Urząd Miar, 2018.
8. PN-EN 60584-1:2014-04. *Termoelementy – Część 1: Specyfikacje i tolerancje EMF*.
9. PN-EN 60584-3:2008. *Termoelementy – Część 3: Kable rozszerzające i kompensacyjne – Tolerancje i systemy rozpoznawcze*.
10. *Guide to the Realization of the ITS-90 – Metal Fixed Points for Contact Thermometry*. BIPM 2018.
11. *Analog Devices: LC2MOS Signal Conditioning ADC with RTD Excitation Currents*, dokumentacja techniczna układu AD 7711, rewizja G.

Roman WYŻGOLIK, Janusz ŻELEZIK

4. POMIAR TEMPERATURY GAZU

Symbol	Jednostka	Znaczenie
α	W/(m ² K)	rezystancja czujnika Pt100 w temperaturze 100°C
ε_0	bezwymiarowa	emisyjność czujnika A dla całkowitego promieniowania
λ	W/mK	współczynnik przewodzenia ciepła przez gaz
λ_T	W/mK	współczynnik przewodzenia ciepła przez termometr
ν	m ² /s	lepkość kinematyczna
c	bezwymiarowa	stała
C_0	W/(m ² K ⁴)	techniczna stała promieniowania ciała doskonale czarnego
d	m	średnica cylindrycznego pręta/czujnika
F	m ²	powierzchnia czujnika A (patrz rysunek 4.1)
l	m	długość termometru
n	bezwymiarowa	stała
Nu	bezwymiarowa	liczba kryterialna Nusselta
Pr	bezwymiarowa	liczba kryterialna Prandtla
Q_k	W	strumień ciepła wnikający do czujnika z przepływającego gazu
Q_p	W	strumień ciepła wymieniany pomiędzy czujnikiem a ścianką np. rurociągu lub pieca
Re	bezwymiarowa	liczba kryterialna Reynoldsa
T_g	K	temperatura gazu
T_A	K	temperatura czujnika
T_s	K	temperatura ścianki (tulei)
u	m/s	prędkość przepływającego gazu

4.1. Błędy stykowej metody pomiaru temperatury

Obszerny i dość wyczerpujący opis problematyki pomiarów temperatury gazu metodą stykową przedstawiono w [2]. W tym rozdziale skupiono się na szczegółowym opisie źródeł błędów i sposobach ich zmniejszania.

Pomiar temperatury metodą stykową odbywa się przez wprowadzenie czujnika termometrycznego do badanego ośrodka lub umieszczenie w styku z ciałem stałym. Pod wpływem zmian temperatury zmienia się w określony sposób mierzalna cecha czujnika (np. siła termoelektryczna, rezystancja). Z kolei przez pomiar tej cechy można pośrednio określić temperaturę czujnika i przypisać ją badanemu ciału.

Przy pomiarze stykowym temperatury występują zarówno błędy statyczne, jak i dynamiczne. Błędy statyczne pomiaru można podzielić na dwie zasadnicze grupy:

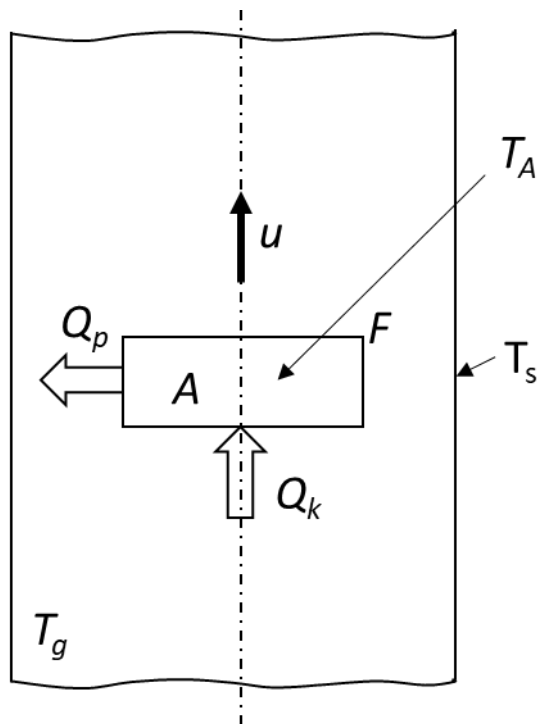
1. błędy metody pobrania wielkości mierzonej, powstające na drodze między ośrodkiem, którego temperaturę chcemy mierzyć, a czujnikami,
2. błędy instrumentalne, wnoszone przez sam czujnik oraz cały układ pomiarowy termometru.

Błędy drugiej grupy są łatwiejsze do wyznaczenia i opanowania przez właściwy dobór elementów układu pomiarowego. Dotyczy to zwłaszcza przetworników i mierników znormalizowanych, których w przemyśle jest większość. Polskie normy obejmują między innymi charakterystyki termometryczne przetworników, zakresy pomiarowe, błędy oraz wymagania odnośnie instalacji pomiarowych.

Źródłem błędów metody stykowego pomiaru temperatury są:

1. wymiana ciepła między czujnikiem a otaczającymi ciałami,
2. zaburzenie mierzonego pola temperatur przez przetwornik.

W rezultacie czujnik termometryczny osiąga temperaturę różną od tej, którą ma mierzyć. Jest to błąd z natury systematyczny. Wyznaczenie wartości tego błędu na drodze pomiarowej jest zwykle w warunkach przemysłowych niemożliwe. Natomiast obliczenie błędu na podstawie modelu matematycznego wymiany ciepła jest zazwyczaj mało dokładne. Ze względu na uproszczenia modele te są jedynie modelami jakościowymi. Wnioski, które można wyciągnąć z analizy modeli jakościowych, pozwalają jednak na wykonanie punktu pomiarowego temperatury, zapewniającego wyrównanie niezakłóconej temperatury badanego ciała z temperaturą czujnika termometrycznego.



Rys. 4.1. Uproszczony model termometru mierzącego temperaturę gazu
 Fig. 4.1. Simplified model of the thermometer measuring gas temperature

4.2. Pomiar temperatury gazu

Przykładem stykowego pomiaru temperatury jest pomiar temperatury gazu w otoczeniu ciał o odmiennej temperaturze. Przyjmuje się uproszczony model pomiaru, przedstawiony schematycznie na rysunku 4.1, z następującymi założeniami:

1. istnieją tylko dwie drogi wymiany ciepła, tj.:
 - a) przez wnikanie między gazem o temperaturze T_g i prędkości u a czujnikiem o temperaturze T_A ; strumień ciepła wynosi Q_k ,
 - b) przez promieniowanie między czujnikiem A , a ściankami (np. pieca, rurociągu) o temperaturze T_s , strumień ciepła wynosi Q_p ,
2. powierzchnia ścianek jest dużo większa od powierzchni czujnika termometrycznego,
3. pomiar odbywa się w stanie ustalonym oraz rozkład temperatur T_A i T_s jest równomierny.

W stanie ustalonym strumienie ciepła Q_k i Q_p są sobie równe i wynoszą:

$$Q_k = \alpha F (T_g - T_A) \quad (4.1)$$

$$Q_p = \varepsilon_0 C_0 F \left[\left(\frac{T_A}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_s}{100} \right)^4 \right] \quad (4.2)$$

Zakładamy przy tym, że powierzchnie wnikania i promieniowania są sobie równe. Równanie bilansu ciepła jest następujące:

$$\sum Q = Q_k - Q_p = 0 \quad (4.3)$$

Temperatura T_A w stykowej metodzie pomiaru jest miarą temperatury gazu. Błąd metody ΔT , będący różnicą między rzeczywistą a mierzoną temperaturą, wylicza się po wstawieniu zależności (4.1) i (4.2) do równania bilansu (4.3):

$$\Delta T = T_g - T_A = \frac{\varepsilon_0 c_0}{\alpha} \left[\left(\frac{T_A}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_s}{100} \right)^4 \right] \quad (4.4)$$

Ogólny wniosek, który wynika z ostatniej zależności, jest następujący: błąd metody jest tym mniejszy, im lepsza jest wymiana ciepła między czujnikiem a gazem (większy współczynnik wnikania α), i im mniejszy jest strumień ciepła wymieniany przez czujnik z otoczeniem przez promieniowanie (mniejsza różnica temperatur czujnika i ścianek oraz mniejsza emisyjność ε_0).

Współczynnik wnikania α można wyznaczyć z równania kryterialnego dla gazu przepływającego prostopadle do cylindrycznego pręta o średnicy d [1]:

$$Nu = c Re^n Pr^{0,4} \quad (4.5)$$

skąd:

$$\alpha = \frac{\lambda}{d^{1-n}} c \left(\frac{u}{v} \right)^n Pr^{0,4} \quad (4.6)$$

Dla gazów dwuatomowych $Pr = \text{const}$, natomiast wykładnik n ma w przybliżeniu wartość 0,5 i zależność (4.4) na błąd metody pomiaru można wtedy przekształcić do postaci:

$$\Delta T = \frac{k \varepsilon_0 \sqrt{d}}{\sqrt{u}} \left[\left(\frac{T_A}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_s}{100} \right)^4 \right] \quad (4.7)$$

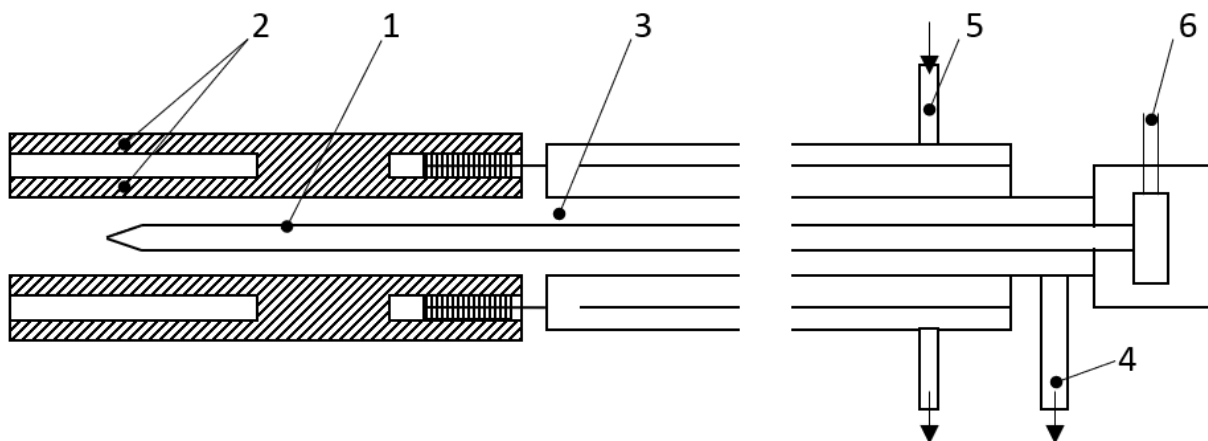
gdzie k jest pewnym współczynnikiem zależnym między innymi od kąta ϕ , jaki tworzy kierunek przepływu z osią cylindrycznego czujnika A (dla $\phi = \pi/2$, $k = k_{\min}$).

Ze względu na stosowane uproszczenia model błędu metody wyrażony wzorem (4.7) jest modelem jakościowym, skąd wnioskujemy, że ΔT można zmniejszyć poprzez:

1. zmniejszenie różnicy temperatur T_A i T_g , co osiąga się przez ekranowanie czujnika. Ekran osiąga temperaturę T_E pośrednią między temperaturą ścianki i gazu. Po wstawieniu do wzoru (4.7) wielkości T_E zamiast T_g możemy zauważyć, że następuje zmniejszenie błędu. Efekt można spotęgować przez użycie kilku koncentrycznych ekranów. Błąd metody po zastosowaniu m ekranów wyraża się przybliżoną zależnością [2]:

$$i. \Delta T_m \approx \frac{\Delta T}{m+1} \quad (4.8)$$

2. zmniejszenie wymiarów przetwornika, a więc zastosowanie czujnika o możliwie małej średnicy (dostępne są np. termoelementy płaszczone o średnicy 0,5 mm). Spełnienie tego warunku zależy od konkretnej aplikacji, w której czujnik jest stosowany,
3. zwiększenie prędkości przepływu u , co osiąga się przez umieszczenie czujnika w strudze gazu o dużej prędkości. Efekt ten można osiągnąć między innymi przez zastosowanie tzw. termometru aspiracyjnego (zasysającego). Schemat termometru aspiracyjnego pokazano na rysunku 4.2. Konstrukcja ta zapewnia zwiększony przepływ gazu wokół czujnika a zewnętrzna rura zasysająca stanowi przy tym ekran,
4. zmniejszenie emisyjności przetwornika ε_0 przez zastosowanie np. czujnika lub osłony z wypolerowanego metalu. W warunkach przemysłowych trudno jednak utrzymać małą wartość ε_0 w sposób trwały ze względu na zachodzącą korozję, erozję i zabrudzenie polerowanej powierzchni,
5. odpowiednie ustawienie czujnika, w miarę możliwości pod kątem prostym w stosunku do kierunku przepływu gazu.



Rys. 4.2. Schemat termometru aspiracyjnego: 1 – termoelement, 2 – osłona, 3 – rura zasysająca, 4 – połączenie z injektorem, 5 – chłodzenie

Fig. 4.2. Scheme of the suction thermometer: 1 – thermocouple, 2 – radiation shield, 3 – aspiration tube, 4 – connection to aspiration equipment, 5 – cooling

Niekiedy w celu zmniejszenia błędów stosuje się tzw. metodę ekstrapolacyjną. Dokonuje się pomiaru kilkoma czujnikami o różnych średnicach i uzyskaną w ten sposób zależność ekstrapoluje do punktu $d = 0$, dla którego błąd metody ΔT maleje do zera.

Jednym z istotnych założeń upraszczających w przedstawionym modelu pomiaru temperatury jest pominięcie strumienia ciepłego odprowadzanego przez czujnik do otoczenia przez przewodzenie. Niekorzystna wymiana ciepła przez przewodzenie zachodzi między innymi w przypadku pomiaru temperatury gazu płynącego przez

rurociąg za pomocą termometru wbudowanego w ściankę. W literaturze [1, 2] rozpatrywany jest model pomiaru temperatury, w którym wymiana ciepła między czujnikiem a medium zachodzi przez wnikanie, zaś szkodliwa wymiana z otoczeniem przez przewodzenie. Przy założeniu, że termometr jest jednorodnym ciałem w kształcie cylindra, otrzymuje się wtedy ostateczny wzór na błąd metody ΔT_λ :

$$\Delta T_\lambda = \frac{T_s - T_g}{\operatorname{csch}\left[l \sqrt{\frac{4\alpha}{\lambda_T d}}\right]} \quad (4.9)$$

Podobnie jak w modelu (4.7), błąd metody jest tym mniejszy, im większy jest strumień pożądanej wymiany ciepła przez wnikanie (większy współczynnik α) oraz mniejszy jest strumień ciepła wymiany z otoczeniem, w tym przypadku przez przewodzenie (mniejsza różnica $T_s - T_g$, średnica termometru i współczynnik przewodzenia λ_T wzdłuż czujnika, natomiast większa długość termometru). Jak widać, wymagania odnośnie do wykonania punktu pomiarowego i instalacji termometru są w tym przypadku częściowo zbieżne z podanymi wcześniej jako wnioski z (4.7). Dodatkowo, w celu zmniejszenia wpływu odprowadzenia ciepła przez termometr, należy stosować długie czujniki o małym przekroju i współczynniku przewodzenia λ_T , zaś w celu zmniejszenia różnicy $T_s - T_g$ zaizolować głowicę czujnika w pobliżu zabudowania w rurociąg [2, 3].

Przy pomiarach temperatury gazu przepływającego z dużą prędkością ($u > 20$ m/s) powstaje dodatkowo błąd metody spowodowany przejmowaniem przez czujnik części energii kinetycznej gazu, w rezultacie czego zwiększa się jego temperatura [2].

Bibliografia

1. E. Romer: *Miernictwo przemysłowe*. PWN, Warszawa 1978.
2. L. Michalski, K. Eckersdorf: *Pomiary temperatury*. WNT, Warszawa 1986.
3. M. Mieszkowski (red.): *Pomiary cieplne i energetyczne*. Wyd. 2, WNT, Warszawa 1985.
4. PN-EN 60584-1:2014-04. *Termoelementy – Część 1: Specyfikacje i tolerancje EMF*.
5. PN-EN 60584-3:2008. *Termoelementy – Część 3: Kable rozszerzające i kompensacyjne – Tolerancje i systemy rozpoznawcze*.
6. PN-EN 60751:2009. *Czujniki platynowe termometrów rezystancyjnych i platynowe czujniki temperatury*.

Sebastian BUDZAN

5. POMIARY TERMOWIZYJNE

Symbol	Jednostka	Znaczenie
T_{ob}	°C	temperatura ciała
T	°C	temperatura bezwzględna ciała doskonale czarnego
α	-	współczynnik pochłaniania
r	-	współczynnik odbicia
τ	-	współczynnik przepuszczania
λ	μm	długość fali °C
c	m/s	prędkość światła w próżni, $c = 299\,792\,458$ m/s
h	J·s	stała Plancka, $h \approx 6,626 \cdot 10^{-34}$ J·s
k	J/K	stała Boltzmanna, $k \approx 1,381 \cdot 10^{-23}$ J/K
σ	$\text{W/m}^2 \cdot \text{K}^4$	stała Stefana-Boltzmanna, $\sigma = 5,66943 \cdot 10^{-8}$ $\text{W/m}^2 \cdot \text{K}^4$
ε	-	współczynnik emisyjności

Termowizja jest dziedziną inżynierii i nauki zajmującą się rejestracją oraz obrazowaniem promieniowania elektromagnetycznego emitowanego przez obiekty, zasadniczo w dwóch pasmach: krótkofalowym 3-5 μm (ang. MWIR – Medium Wavelength InfraRed) oraz długofalowym 8-12 μm (ang. LWIR – Long Wavelength InfraRed), potocznie nazywanych promieniowaniem podczerwonym. Wynika to z tłumienia promieniowania cieplnego przez atmosferę ziemską, stąd w pomiarach bezstykowych temperatury wykorzystywane są niektóre zakresy długości fal, zwane oknami transmisyjnymi. Pozyskany w ten sposób termogram jest reprezentacją wizualną rozkładu temperatury na powierzchni obiektu.

Zasadniczo za początek pomiarów w zakresie podczerwieni przyjmuje się rok 1800, kiedy to angielski astronom Sir William Herschel przeprowadzając modernizację

konstrukcji teleskopów do obserwacji astronomicznych zauważył, że niektóre z próbek kolorowego szkła przepuszczały różną ilość słonecznego ciepła, przy podobnej redukcji jasności [1]. Na tej podstawie przeprowadził doświadczenie z pryzmatem. Zmierzył temperaturę w obszarach odpowiadających kolejnym barwom światła z wykorzystaniem termometrów rtęciowych, zauważając, że termometry umieszczone poza czerwoną granicą widma widzialnego wskazywały wyższą temperaturę od tych umieszczonych w zakresie światła widzialnego.

Współczesna geneza pomiarów w podczerwieni miała miejsce z początkiem wieku dwudziestego, gdy zaczęto lawinowo rejestrować patenty na praktyczne zastosowania urządzeń bazujących na pomiarze promieniowania podczerwonego.

5.1. Podstawy teoretyczne pomiarów termowizyjnych

Każde ciało o temperaturze wyższej od temperatury zera bezwzględnego, czyli 0 K, emituje promieniowanie cieplne. Ciała o temperaturze $T_{ob} < 500^{\circ}\text{C}$ emitują promieniowanie w zakresie podczerwonym, natomiast o wyższej temperaturze częściowo również w zakresie promieniowania widzialnego.

Ponieważ podczas pomiarów termowizyjnych mamy do czynienia z obiektami, które częściowo pochłaniają, odbijają oraz przepuszczają promieniowanie definiuje się współczynnik pochłaniania (α), współczynnik odbicia (r) oraz współczynnik przepuszczania (τ):

- $\alpha = 1, r = 1, \tau = 0$ – ciało czarne, pochłania całe padające na nie promieniowanie,
- $r = 1, \alpha = 0, \tau = 0$ – ciało białe, odbija całe padające na nie promieniowanie,
- $\tau = 1, \alpha = 0, r = 0$ – ciało przezroczyste, przepuszcza całe padające na nie promieniowanie.

Dla każdego z powyższych przypadków prawdziwa jest zależność, opisana prawem Kirchoffa:

$$\alpha + r + \tau = 1 \quad (5.1)$$

Co istotne, zależność ta również jest prawdziwa dla promieniowania monochromatycznego, czyli promieniowania o określonej długości fali λ . Zdefiniowane współczynniki zasadniczo zależą od rodzaju materiału, stanu powierzchni, a dla promieniowania monochromatycznego również od długości fali λ . W konsekwencji każde ciało charakteryzuje się określoną zdolnością do emitowania promieniowania, która reprezentowana jest współczynnikiem emisyjności ε . Dla prawidłowego zrozumienia istoty emisyjności należy wprowadzić pojęcie ciała doskonale czarnego. Jest to ciało, które pochłania całe padające na nie promieniowanie, niezależnie od

długości fali. Efekt ten uzyskuje się na drodze wielokrotnego odbicia wewnętrznego. W praktyce wykorzystuje się techniczne ciała czarne (rysunek 5.1). Wnęka ciała technicznego jest równomiernie rozgrzana przez grzejnik umieszczony wokół wnęki, do zadanej przez użytkownika temperatury. W efekcie wnęka generuje promieniowanie, które zależy tylko od temperatury. Techniczne ciała czarne stosowane są do kalibracji kamer termowizyjnych.



Rys. 5.1. Techniczne ciała czarne. Współczynnik emisyjności $\varepsilon > 0,995$

Fig. 5.1. Technical black bodies. Emissivity factor $\varepsilon > 0,995$

Podstawowym prawem opisującym rozkład widmowy promieniowania ciała czarnego (gęstość widmowa egzytancji energetycznej) jest wzór Plancka

$$M_{\lambda} = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5 \left(e^{\frac{hc}{\lambda kT}} - 1 \right)}, \frac{W}{\text{cm}^2 \mu\text{m}} \quad (5.2)$$

Prawo Plancka umożliwia obliczenie natężenia promieniowania ciała czarnego dla danej temperatury i długości fali. Co istotne, maksimum charakterystyki przesuwają się w kierunku krótszych fal przy wzroście temperatury ciała. Długość fali, dla której osiąga się maksimum przy danej temperaturze można określić z równania (5.3), zwanego prawem przesunięcia Wiena:

$$\lambda_{max} = 2898/T, \text{ mm} \quad (5.3)$$

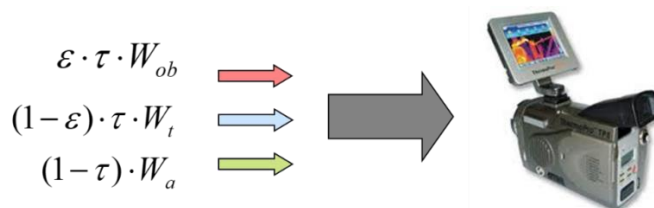
Natomiast całkując wzór Plancka w granicach od $\lambda=0$ do $\lambda=\infty$ otrzymuje się całkowitą egzytancję M_B , którą w praktyce wykorzystuje się jako funkcję temperatury, a opisaną prawem Stefana-Boltzmana:

$$M_B = \sigma T^4, \frac{W}{\text{m}^2} \quad (5.4)$$

Emisyjnością ε danego ciała dla całkowitego zakresu promieniowania, nazywa się stosunek natężenia promieniowania $M(T)$ dla tego ciała do natężenia promieniowania $M_B(T)$ ciała czarnego, znajdującego się w tej samej temperaturze. Wartość współczynnika emisyjności dla ciała czarnego równa jest 1, dla ciała szarego < 1 , ludzka skóra charakteryzuje się wysokim $\varepsilon = 0,98$, natomiast aluminium polerowane charakteryzuje się niskim $\varepsilon = 0,04-0,06$. Wartość emisyjności ciała zależy w szczególności od materiału, temperatury, długości fali, kąta obserwacji oraz czasu. Z tego względu prowadzi się badania emisyjności różnych materiałów, a sposób jej wyznaczania jest skomplikowany ze względu na czynniki wpływające. Jednym ze sposobów jest wykorzystanie pomiaru współczynnika odbicia za pomocą spektrometru, innym wykorzystanie materiału o znanej emisyjności, który nakleja się na badane ciało, podgrzewa do temperatury wyższej od otoczenia minimum o 50°C . W kolejnym kroku wykonuje się pomiar temperatury ciała w obszarze z naklejonym materiałem i poza tym obszarem, jednocześnie regulując nastawy emisyjności w kamerze termowizyjnej do momentu zrównania wskazań temperatury w badanych obszarach.

5.2. Zjawiska wpływające na pomiar termowizyjny

Promieniowanie ciepłe emitowane przez obiekt nie jest jedynym, które dociera do kamery termowizyjnej, odpowiadającej za pomiar i wizualizację rejestrowanego sygnału. Kamera rejestruje promieniowanie, które jest wypadkową promieniowania z otoczenia, odbitego od powierzchni badanego obiektu, jak również atmosfery, pomiędzy obiektem, a kamerą (rysunek 5.2). Wynika to z promieniowania słonecznego odbitego od obiektu i otoczenia, innych obiektów wpływających na obiekt, bądź na obszar pomiaru, czy też różnej przepuszczalności atmosfery. Niestety nie można wyeliminować wszystkich czynników zakłócających pomiar termowizyjny, ale można je kompensować przy ich znajomości. Większość kamer termowizyjnych umożliwia wprowadzenie kompensacji wybranych parametrów, tj. emisyjności obiektu, temperatury otoczenia, odległości pomiędzy obiektem a kamerą, jak również wilgotności względnej. Inne należy ograniczyć poprzez zapewnienie odpowiednich warunków pomiarowych, niezależnie od kamery termowizyjnej, tj. odpowiednie warunki pogodowe, jeżeli pomiary są wykonywane na zewnątrz, znajomość wpływu temperatury innych obiektów na badany obiekt.



Rys. 5.2. Źródła promieniowania docierające do kamery termowizyjnej
 Fig. 5.2. Sources of radiation reaching the infrared camera

Zasadniczo wszelkie źródła błędów pomiarów termowizyjnych można przypisać do jednej z grup błędów: metody, wzorcowania lub toru elektronicznego [2, 3]. Do pierwszej grupy należą błędy związane z oszacowaniem emisyjności, wpływem promieniowania odbitego od otoczenia oraz samym otoczeniem, ograniczoną przepuszczalnością atmosfery. Druga grupa obejmuje błędy powiązane z rzeczywistymi warunkami pomiaru, tj. promieniowanie własne elementów optycznych kamery, odległość kamera-obiekt, ograniczona dokładność wzorca. Ostatnia grupa błędów odnosi się wprost do szumów detektora, niestabilności układu chłodzenia, rozdzielczości przetworników A/C w torze pomiarowym kamery.

5.3. Budowa i zasada działania kamer termowizyjnych

Kamery termowizyjne zasadniczo składają się podobnie jak kamery światła widzialnego z elementów optycznych, detektora oraz zespołu elektronicznego przetwarzającego sygnał z detektora. Najistotniejszym elementem kamery jest niewątpliwie detektor, który determinuje możliwości pomiarowe kamery termowizyjnej. Wyróżnia się detektory fotonowe (fotoprzewodzące i fotowoltaiczne), termiczne, jak również chłodzone i niechłodzone. Detektory fotonowe wykorzystują oddziaływanie fotonów na zmianę rezystancji lub natężenia prądu przepływającego przez detektor, najczęściej wykonuje się je w formie chłodzonej w celu poprawy ich czułości. Detektory termiczne natomiast wykorzystują absorpcję promieniowania przez powierzchnię detektora. Na tej zasadzie działają detektory bolometryczne, które wykonuje się z krzemu amorficznego lub tlenku wanadu. Grubość detektora powinna być jak najmniejsza ze względu na pojemność cieplną i bezwładność termiczną elementu, co związane jest z szybkością generacji termogramów w kamerze termowizyjnej. Taki mikrobolometr jest cienką membraną umieszczoną nad zwierciadłem, podczas gdy zwierciadło odbija promieniowanie przechodzące i kieruje je z powrotem do detektora, co pozwala na zwiększenie jego czułości. Matryca

bolometrów umieszczona jest w próżniowej obudowie z oknem krzemowym lub germanowym, przez które wnika promieniowanie podczerwone.

Spośród szeregu parametrów i cech technicznych kamer termowizyjnych wyróżnić należy następujące: stabilność temperaturowa, zakres temperaturowy, rozdzielczość przestrzenna oraz rozdzielczość temperaturowa. W badaniach naukowych również uwzględnia się niejednorodność matrycy detektorów, wpływ obiektów w scenie, czy problematykę kalibracji kamery termowizyjnej [4]. Najistotniejszym parametrem jest rozdzielczość temperaturowa, którą opisuje parametr NETD (ang. Noise Equivalent Temperature Difference). Parametr należy interpretować jako wartość sygnału, który jest równy średniokwadratowej wartości szumu całego toru pomiarowego.

5.4. Zastosowania w badaniach nieniszczących

Termowizja znajduje zastosowanie w wielu dziedzinach, zarówno nauki, inżynierii, jak i przemysłu, a w szczególności w medycynie, budownictwie, energetyce, przemyśle samochodowym, lotniczym oraz diagnostyce technicznej. Badania diagnostyczne z wykorzystaniem termowizji pozwalają na badanie nie tylko powierzchniowych defektów obiektów, ale również umożliwiają analizę podpowierzchniowych uszkodzeń, oczywiście przy pewnych ograniczeniach. Do tego celu najczęściej wykorzystuje się termowizję bierną, bądź aktywną. W termowizji biernej rejestruje się kamerą zmiany temperatury badanego obiektu w czasie, natomiast w termowizji aktywnej również rejestruje się zmiany temperatury badanego obiektu w czasie, przy czym do obiektu dostarcza się dodatkową energię.

Ze względu na charakter zmian sygnału pobudzającego w czasie, wyróżnia się termowizję synchroniczną, z pobudzeniem impulsowym oraz z pobudzeniem zmiennym skokowo. W metodzie synchronicznej (lock-in) doprowadza się energię cieplną do obiektu w sposób periodyczny, każdorazowo rejestrując termogram, a finalnie uzyskuje się sekwencję termogramów. W metodzie impulsowej doprowadza się jeden ciągły impuls energii o różnym, z góry ustalonym czasie trwania, po zakończeniu impulsu rejestruje się sekwencję termogramów. Ze względu na rodzaj energii dostarczanej do obiektu wyróżnia się pobudzenie optyczne, akustyczne, mikrofalowe, prądami wirowymi, mechaniczne. Najczęściej spotykane pobudzenie ma charakter optyczny, polegający na ogrzaniu badanego obiektu z wykorzystaniem emitera energii.

Bibliografia

1. H. Madura (red.): *Pomiary termowizyjne w praktyce*. Agenda Wydawnicza PAKu, Warszawa 2004.
2. W. Minkina: *Pomiary termowizyjne – przyrządy i metody*. Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2004.
3. W. Minkina, S. Dudzik: *Infrared Thermography: Errors and Uncertainties*. John Wiley & Sons. 2009.
4. B. Więcek, G. De Mey: *Termowizja w podczerwieni. Podstawy i Zastosowania*. Wydawnictwo PAK, Warszawa 2011.

Tomasz GRYCHOWSKI

6. CZUJNIKI CIŚNIENIA

Symbol	Jednostka	Znaczenie
p	Pa	ciśnienie
F	N	składowa siły prostopadła do powierzchni
S	m ²	powierzchnia, na którą działa siła F

Ciśnienie absolutne (np. barometryczne) jest mierzone w odniesieniu do próżni wytworzonej w przestrzeni poniżej membrany. Ciśnienie względne (np. powietrza przechodzącego przez zawór) jest mierzone poprzez doprowadzenie obu gazów jednocześnie do przeciwnych stron czujnika. Pomiar nadciśnienia (np. ciśnienia krwi) jest specjalnym przypadkiem pomiaru ciśnienia względnego, gdzie jako referencję używa się ciśnienia atmosferycznego.

Ciśnienie określa się jako wielkość skalarną określoną jako wartość siły działającej prostopadle do powierzchni, podzieloną przez powierzchnię na jaką ona działa, co przedstawia zależność:

$$p = \frac{F}{S} \quad (6.1)$$

Obowiązującą jednostką ciśnienia jest paskal Pa. Ciśnienie atmosferyczne podaje się w hektopaskalach hPa, gdzie 1 hPa = 100 Pa. Dopuszczalną jednostką ciśnienia jest również bar, który ze względów praktycznych używany jest w większości urządzeń technicznych: 1 bar = 1000 hPa (1000 mbar – przy prognozach pogody).

Megapaskal MPa – jednostka ciśnienia, którą również można zauważyć na starych butlach z gazem – 1 MPa = 10 bar.

Inne jednostki ciśnienia, to: Funt na cal kwadratowy (ang. pound per square inch) psi, jednostka preferowana w Ameryce Północnej, stosowna do określania ciśnienia w butlach, w anglosaskim systemie miar. Bardzo często można ją spotkać na butlach i manometrach używanych w miernictwie - 1 psi \approx 0,069 bar.

Kolejna jednostka to atmosfera techniczna at – to dawna jednostka używana w technice. Takie oznaczenie ciśnienia można znaleźć na starych butlach – 1 at \approx 0,98 bar.

Atmosfera fizyczna atm – ma natomiast zastosowanie w fizyce i odpowiada średniemu ciśnieniu atmosferycznemu na poziomie morza na Ziemi – 1 atm \approx 1,013 bar. Używa się również pojęcia ogólnego: metr słupa wody mH₂O – 1 mH₂O = 0,1 bar, mmH₂O – milimetr słupa wody (millimeters of water) \approx 0,1 kPa.

Używa się też mmHg – milimetr słupa rtęci = Tor = Tr (millimeters of mercury = torr), 1 Tr \approx 1 mmHg \approx 1/760 atm \approx 133,322 Pa \approx 0,00133 bar.

Historycznie, jednymi z pierwszych czujników ciśnienia były barometry rtęciowe (bazujące na doświadczeniu włoskiego fizyka Evangelisty Torricelliego) oraz czujniki mechaniczne [8]. Ciśnienie działało na membranę lub mieszek, a ich odkształcenie powodowało przesunięcie układu dźwigni sterującej moment obrotowy, który indukował w przetworniku zmienne napięcie. Napięcie po wyprostowaniu i wzmocnieniu dawało prądowy sygnał wyjściowy proporcjonalny do siły, a tym samym ciśnienia. Kolejne rozwiązania wykorzystywały np. przesunięcie rdzenia cewki i zmianę jej indukcyjności, co wpływało na zmianę częstotliwości generatora. Urządzenia takie były dużych rozmiarów oraz wymagały precyzyjnej kalibracji i okresowej konserwacji [8]. Dzisiaj używa się tensometrycznych czujników ciśnienia, szczególnie do pomiarów dużych ciśnień oraz półprzewodnikowych czujników ciśnienia niejednokrotnie zintegrowanych z elektroniką.

Czujniki elektroniczne dzielą się na dwie główne grupy:

- czujniki piezorezystancyjne,
- czujniki pojemnościowe.

Czujniki są częścią scalonych przetworników ciśnienia, zawierających nie tylko element sensora, ale również układy kompensacyjne, wzmacniające, przetworniki itp. Czujniki piezorezystancyjne mają prostszą budowę i są tańsze od ich pojemnościowych odpowiedników, dlatego są łatwiej dostępne. Mogą być zasilane prądowo i napięciowo. Do produkcji czujników wykorzystuje się obecnie najczęściej technologie mikromechaniczne – patrz rozdział 2.4. Coraz częściej spotkać można też czujniki wykonane w technologii SOS (ang. Silicon on Sapphire), które mimo ich wysokiej ceny charakteryzują się znakomitymi parametrami użytkowymi. Czujniki ciśnienia są używane w wielu dziedzinach nauki i przemysłu. Przykładem takich zastosowań są [1]:

- pomiar ciśnienia krwi,
- pomiar ciśnienia atmosferycznego,

- pomiary ciśnienia w różnych układach samochodowych, na przykład hamulcowym i wtrysku paliwa,
- pomiar ciśnienia wokół skrzydeł samolotu,
- pomiary ciśnienia w instalacjach przemysłowych.

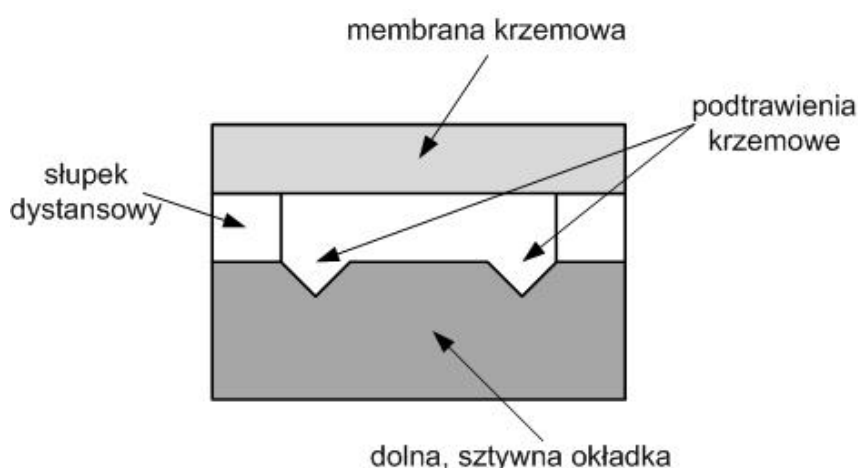
Czujniki ciśnienia różnią się ze względu na ciśnienie wejściowe – mierzone. Rozróżniamy czujniki do wykonywania pomiaru [2, 3]:

- nadciśnienia,
- ciśnienia względnego (różnicowe),
- ciśnienia bezwzględnego (absolutne).

Klasyfikujemy je także ze względu na rodzaj mierzonego medium – istnieją między innymi czujniki do pomiaru ciśnienia wody i gazu.

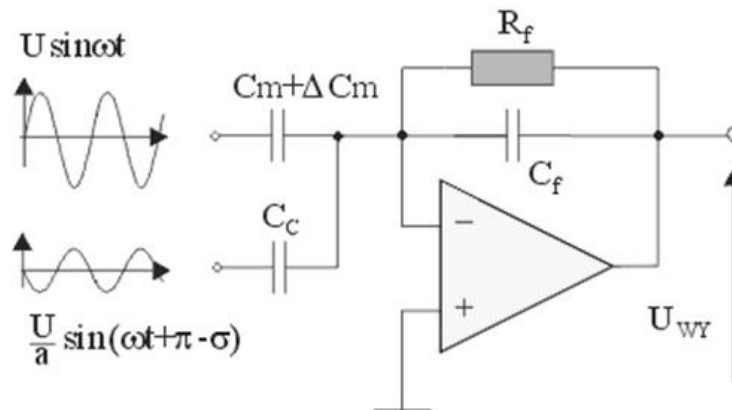
6.1. Zasada działania czujnika pojemnościowego

Trzonem budowy czujników pojemnościowych jest kondensator, którego górna okładka jest giętką membraną (dolna okładka jest sztywna) [1]. Jego centralna część jest czuła na zmiany ciśnienia, a część brzegową można traktować jako pojemność stałą. Membrana jest wrażliwa na zmiany ciśnienia i względem nich zmienia swoje ugięcie. Zmienia to jej położenie względem dolnej okładki i tym samym pojemność kondensatora, proporcjonalnie do działającego na układ ciśnienia. Budowa takiego czujnika została pokazana na rysunku 6.1.



Rys. 6.1. Schemat budowy czujnika pojemnościowego
 Fig. 6.1. Construction diagram of a capacitive sensor

Sygnal wyjściowy z czujników pojemnościowych w naturalny sposób nadaje się do połączenia z układami działającymi na zasadzie przełączanych pojemności. Parametry kondensatora utworzonego przez membrany mniej zależą od temperatury i czasu niż parametry piezorezystorów używanych w czujnikach piezorezystancyjnych. Przykładowy schemat układu wzmacniającego do pojemnościowego czujnika ciśnienia przedstawia rysunek 6.2 [9].



Rys. 6.2. Schemat układu wzmacniającego czujnika pojemnościowego [9]

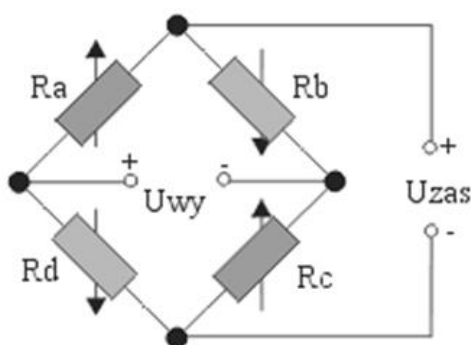
Fig. 6.2. Diagram of a capacitive sensor amplifying system [9]

W układzie wzmacniacza ładunkowego występuje pojemność odniesienia C_c . Jeżeli sygnał na tej pojemności jest przesunięty w fazie o π względem sygnału na pojemności mierzonej C_m , to układ jest najbardziej czuły na zmiany pojemności ΔC_m wywołane zmianami ciśnienia

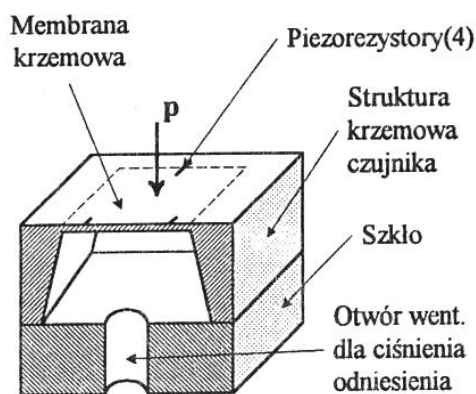
The charge amplifier system has a reference capacity C_c . If the signal on this capacitance is shifted in phase by π relative to the signal on the measured capacitance C_m , then the system is most sensitive to changes in capacitance ΔC_m caused by pressure changes

6.2. Zasada działania czujnika piezorezystancyjnego

Istotną częścią czujnika piezorezystancyjnego jest membrana. Jej grubość jest zależna od zakresu ciśnienia, na który ma reagować czujnik. Membrana ta ulega odkształceniemu zależnemu od różnicy ciśnień, jakie na nią działają. Na membranie znajdują się cztery piezorezystory naprzeciwko siebie w mostku niezrównoważonym prądu stałego. Piezorezystory są ustawione w dwóch parach, na które działa siła kolejno je rozciągając i ściskając. Jak sama nazwa wskazuje, ich rezystancja zmienia się w zależności od działających na nie sił. Dzięki temu jest możliwe otrzymanie napięcia wyjściowego zależnego od odkształcenia membrany [2, 3, 9]. Przykład takiego rozwiązania pokazano na rysunku 6.3.



Rys. 6.3. Układ piezorezystorów czujnika [2, 3]
 Fig. 6.3. Sensor piezoresistors system [2, 3]

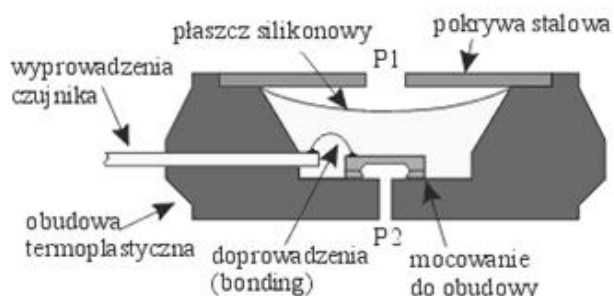


Rys. 6.4. Schemat budowy czujnika piezorezystancyjnego [2, 3, 10]
 Fig. 6.4. Diagram of piezoresistive sensor construction [2, 3, 10]

Przykładową budowę przestrzenną takiego czujnika pokazano na rysunku 6.4 [10], natomiast pogładową konstrukcję – przekrój poprzeczny oraz membranę z usytuowanymi na niej piezorezystorami przedstawiono w rozdziale 2.4.

Struktura takiego czujnika jest osadzona na warstwie szkła o identycznej rozszerzalności cieplnej jak krzem, a często dodatkowo na podłożowej płycie krzemowej. Jeśli czujnik jest przeznaczony do pomiaru ciśnienia bezwzględnego, w wytrawionej komorze znajduje się próżnia odniesienia. Czujniki mierzące ciśnienie względne lub nadciśnienie mają nieco inną budowę. Aby możliwe było doprowadzenie ciśnienia z dwu stron membrany, podłoże krzemowe ma specjalnie przygotowany otwór. Typ obudowy czujnika różni się w zależności od jego przeznaczenia, jak np. sposób doprowadzenia ciśnienia do membrany oraz ochrona delikatnej struktury przed szkodliwymi oddziaływaniami środowiskowymi. Szczelna obudowa wykonana jest

z wytrzymałego materiału. Struktura czujnika połączona jest cienkim złotym drutem z wyprowadzeniami elektrycznymi. Powierzchnia membrany oraz doprowadzenia są pokryte specjalnym sprężystym żelam silikonowym (izolacja od szkodliwego wpływu środowiska). Na rysunku 6.5 pokazano przekrój czujnika w obudowie.

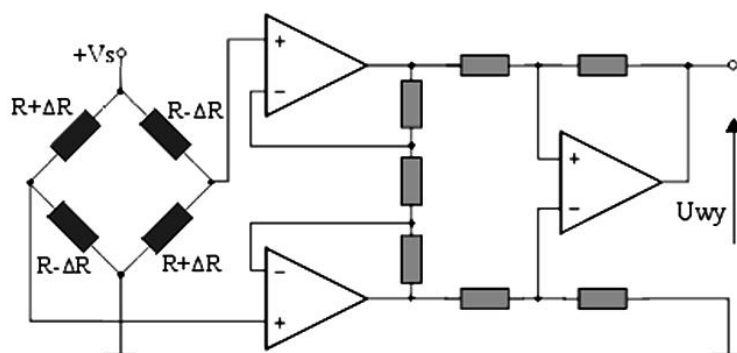


Rys. 6.5. Przekrój czujnika ciśnienia w obudowie [2, 3]

Fig. 6.5. Cross section of the pressure sensor in the housing [2, 3]

Dawniej obudowy czujników wyglądały podobnie – stosowano kapsuły stalowe wypełnione olejem silikonowym, a od strony medium komora była oddzielona za pomocą membrany stalowej, która razem z olejem przenosiły ciśnienie na membranę główną [1].

Sygnal z czujnika jest zazwyczaj słaby dlatego najczęściej podawany jest na obwody wzmacniające i dopasowujące poziomy napięć. Na rysunku 6.6 pokazano schemat układu wzmacniającego do odczytu sygnału z mostka utworzonego przez piezorezystory [9].



Rys. 6.6. Układ kondycjonujący napięcie z czujnika [9]

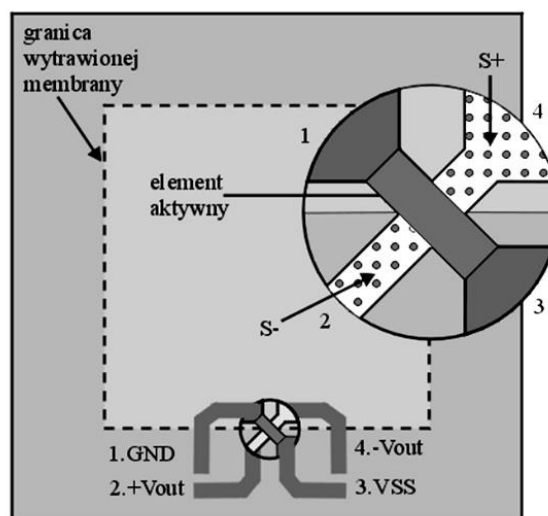
Fig. 6.6. The system conditioning the voltage from the sensor [9]

6.3. Czujniki X-ducer jako przykład innej konstrukcji

Czujniki X-ducer są zbudowane podobnie do standardowych czujników piezorezystancyjnych, z tym że zamiast czterech piezorezystorów jest używany jeden piezorezystor krzemowy uzyskany drogą implantacji jonów na krawędzi krzemowej membrany. Piezorezystor ten jest częścią membrany, więc nie występują problemy związane z różnicami w rozszerzalności temperaturowej rezystora i membrany. Różnica ciśnień jest powodem pojawienia się w czujniku poprzecznego pola elektrycznego. Uzyskujemy różnicę potencjałów – zmianę napięcia na piezorezystorze. Takie rozwiązanie ma wiele zalet, na przykład:

- redukuje wcześniej wspomniane problemy z różnicami rozszerzalności temperaturowej,
- eliminuje potrzebę dokładnego dopasowania czterech rezystorów, jak to ma miejsce w zwykłym mostku Wheatstone'a,
- upraszcza zerowanie offsetu.

Na rysunku 6.7 pokazano konstrukcję membrany krzemowej w czujniku X-ducer (Motorola) [4].



Rys. 6.7. Membrana krzemowa czujnika X-ducer – konstrukcja [4]

Fig. 6.7. X-ducer sensor silicon membrane – construction [4]

Przez piezorezystor płynie prąd wymuszenia (1 i 3), a medium, którego ciśnienie ma być mierzone, jest doprowadzone prostopadle do membrany. Nacisk powoduje powstanie w piezoelemencie poprzecznego pola elektrycznego, które jest wykrywane jako zmiana napięcia na wyjściu piezorezystora (2 i 4)

A forced current (1 and 3) flows through the piezoresistor and the medium whose pressure is to be measured is supplied perpendicular to the membrane. The pressure creates a transverse electric field in the piezo element, which is detected as a change in voltage at the piezoresistor output (2 and 4)

6.4. Parametry czujników ciśnienia

W zależności od budowy, czujniki ciśnienia cechują się różnymi parametrami, w których zakres wchodzi [2, 3]:

- zakres ciśnienia wejściowego,
- ciśnienie maksymalne,
- rodzaj zasilania czujnika,
- nominalne napięcie zasilania,
- nominalny prąd pobierany ze źródła,
- rodzaj sygnału wyjściowego,
- zakres sygnału wyjściowego,
- napięcie niezrównoważenia,
- czułość (jako stosunek zmiany napięcia wyjściowego ciśnienia do zmiany ciśnienia mierzonego),
- histereza termiczna,
- liniowość charakterystyki przetwarzania,
- czas odpowiedzi.

6.5. Kompensacja błędów temperaturowych

Głównym elementem wpływającym na błędy w pomiarach ciśnienia jest temperatura. Błąd temperaturowy ma dwie składowe [2, 3]:

- błąd zera, w czujnikach piezorezystancyjnych wynikający ze wstępnego niezrównoważenia mostka,
- błąd czułości, wynika ze zmiennej czułości piezoelementów w różnych temperaturach.

W celu eliminacji wpływu temperatury stosuje się dodatkowe elementy bierne układu. Można stosować obwody kompensujące efekty różnic temperatury. Dostarczają one napięcie odniesienia do kompensacji oczekiwanej zależności.

W czujnikach piezorezystancyjnych kompensacja błędu zera sprowadza się do sprawdzenia „offsetu” mostka przy określonej przez siebie temperaturze odniesienia. Można tego dokonać dzięki odpowiednio dobranym rezystancjom w jego gałęziach. W skompensowanych czujnikach typu X-ducer zastosowanych jest siedem cienkowarstwowych rezystorów nacinanych laserem oraz dwa termistory. Zapewniają one kalibrację offsetu czujnika, zakresu napięcia wyjściowego, symetrii i kompensację zmian temperaturowych [2, 3, 9].

Bibliografia

1. W. Gopel, J. Hesse, J.N. Zemel (eds.): *Sensors: a comprehensive survey*, Vol. 7, *Mechanical Sensors*. VCH, Weinheim – New York 1993.
2. J. Frączek, S. Waluś (red.): *Laboratorium miernictwa przemysłowego*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2002.
3. *Laboratorium Zintegrowanych Czujników Pomiarowych* – praca zbiorowa. Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, nr 2055, Gliwice 1997.
4. *Motorola Sensor Device Data Handbook*, 3rd Edition, 1995, 4th Edition 1997.
5. Dokumentacja techniczna kalibratora Druck, Precision Pressure Controller/Calibrator DPI 510, England 1994.
6. Dokumentacja techniczna czujnika MPX2100ASX <https://www.nxp.com/>
7. Dokumentacja techniczna czujnika 26PCAFA6G <https://sensing.honeywell.com>
8. E.Romer: *Miernictwo Przemysłowe*. Wydawnictwo PWN Warszawa 1978.
9. *Mikromechaniczne czujniki ciśnienia, Wprowadzenie do techniki sensorowej – laboratorium*, Katedra Elektroniki, AGH, materiały cyfrowe.
<http://layer.uci.agh.edu.pl/pl/dydaktyka/lab-sens/cw7.html>
10. *Stability and thermal hysteresis of silicon pressure sensor*, NovaSensor Application Note 1, 1996.

Dariusz BUCHCZIK

7. POMIARY WILGOTNOŚCI POWIETRZA

Symbol	Jednostka	Znaczenie
p	kPa, Pa	ciśnienie
p_v	kPa, Pa	ciśnienie cząstkowe pary wodnej
e_w	kPa, Pa	prężność pary wodnej
T	°C	temperatura
p_{vw}	kPa, Pa	ciśnienie cząstkowe pary nasyconej
φ	%, % RH	wilgotność względna
T_d	°C	temperatura punktu rosy
H	g/m ³	wilgotność bezwzględna
m_v	kg, g	masa pary wodnej
V	m ³	objętość
n		liczba moli
θ	K	temperatura bezwzględna
M_v	kg/mol	masa molowa pary wodnej $M_v = 0,018$ kg/mol
R	J/(mol·K)	stała gazowa, $R=8,314 \frac{J}{mol \cdot K}$
ε_r		względna przenikalność elektryczna
f	Hz	częstotliwość
C	F	pojemność
R	Ω	rezystancja
U	V	napięcie
t	s	czas

Pomiary wilgotności powietrza i innych gazów mają duże znaczenie w różnych dziedzinach przemysłu, produkcji rolnej, meteorologii, utrzymaniu budynków oraz innych branżach. Utrzymanie odpowiedniej wartości wilgotności ma szczególne znaczenie w przemyśle papierniczym, tekstylnym, farmaceutycznym, chemicznym, budowlanym, elektrycznym, przy produkcji żywności, napojów oraz artykułów tytoniowych. W szeroko rozumianym rolnictwie pomiary wilgotności wykorzystuje się w szklarniach, inkubatorach i pomieszczeniach wykorzystywanych do hodowli zwierząt, przy zamrażaniu i przechowywaniu produktów pochodzenia roślinnego i zwierzęcego. Utrzymanie budynków związane jest z zapewnieniem odpowiednich warunków osobom, które w nich przebywają. Instalacje zapewniające odczucie komfortu w pomieszczeniach (HVAC – ang. Heating, Ventilation, Air Conditioning) wykorzystują wiele czujników wilgotności. Bardzo podobne rozwiązania stosuje się w układach klimatyzacyjnych różnych środków transportu: samochodach, pociągach, statkach i samolotach. Stacje meteorologiczne i domowe stacje pogodowe również umożliwiają pomiar wilgotności.

Powietrze jest mieszaniną różnych gazów, z których największy udział objętościowy mają azot (78%) oraz tlen (21%). Pozostałe gazy stanowią 1% objętości. W normalnych warunkach środowiskowych powietrze może być traktowane jako gaz idealny, którego cząsteczki są w ciągłym chaotycznym ruchu, nie występują oddziaływania międzycząsteczkowe za wyjątkiem odpychania w trakcie doskonale sprężystych zderzeń pomiędzy nimi. Objętość cząsteczek jest znikoma w stosunku do objętości powietrza. W takich warunkach obowiązuje prawo Daltona, zgodnie z którym całkowite ciśnienie gazu jest sumą ciśnień jego składników. Ciśnienie poszczególnych składników jest nazywane ich ciśnieniem cząstkowym, zatem całkowite ciśnienie powietrza jest sumą ciśnień cząstkowych jego składników:

$$p = p_{N_2} + p_{O_2} + \dots \quad (7.1)$$

Woda w stanie gazowym (para wodna) jest dodatkowym składnikiem powietrza, który w normalnych warunkach jest gazem idealnym, zatem:

$$p = p_{N_2} + p_{O_2} + \dots + p_v \quad (7.2)$$

W zamkniętym naczyniu częściowo wypełnionym wodą rozpoczyna się proces parowania trwający do momentu ustalenia się równowagi pomiędzy fazą gazową a ciekłą wody. Nadmiar wyparowanej wody skrapla się (ulega kondensacji) na ściankach naczynia i stan równowagi jest utrzymany. Ilość cząsteczek wody, która może odparować rośnie wraz z temperaturą (jest funkcją temperatury), a ustalone przy danej temperaturze ciśnienie pary nad wodą jest nazywane prężnością pary wodnej e_w . Wartość tego parametru jest wyłącznie funkcją temperatury T .

Jeśli we wspomnianym naczyniu nad powierzchnią wody znajduje się powietrze, to proces parowania trwa aż do momentu osiągnięcia stanu równowagi, kiedy ciśnienie cząstkowe osiąga stan nasycenia. Parametr ten jest nazywany ciśnieniem cząstkowym pary nasyconej p_{vw} , a jego wartość zależy zarówno od ciśnienia powietrza p , jak i temperatury T .

Pozornie może się wydawać, że ciśnienie cząstkowe pary nasyconej jest równe prężności pary wodnej w danej temperaturze, jednak przy ciśnieniu normalnym występuje pewna niewielka różnica pomiędzy tymi wartościami. Aby ją skompensować wprowadza się współczynnik rozszerzenia f_w , którego wartość zależy od p oraz T , zgodnie z równaniem [1]:

$$p_{vw} = f_w(p, T)e_w(T) \quad (7.3)$$

Przy ciśnieniu zbliżonym do atmosferycznego $f_w \approx 1,004$, zatem biorąc pod uwagę dokładność metod pomiaru wilgotności, występowanie współczynnika rozszerzenia f_w można zaniedbać.

Wilgotność względna φ jest najczęściej stosowanym parametrem charakteryzującym zawartość pary wodnej w powietrzu. Zdefiniowana jest jako stosunek ciśnienia cząstkowego pary wodnej w danych warunkach (p , T), do ciśnienia cząstkowego pary nasyconej p_{vw} w tych samych warunkach (p , T):

$$\varphi = \frac{p_v}{p_{vw}} \Big|_{p,T} \cdot 100\% \quad (7.4)$$

Wartość wilgotności względnej może wynosić od 0% (gdy w powietrzu nie występuje para wodna) do 100% (w stanie nasycenia). Często stosuje się zapis jednostki wilgotności względnej % RH (relative humidity) dla odróżnienia od innych wartości względnych.

Jeśli próbka wilgotnego powietrza jest schładzana przy zachowaniu pierwotnego ciśnienia p , przy pewnej temperaturze zostaje osiągnięty stan nasycenia. Wartość tej temperatury jest nazywana temperaturą punktu rosy T_d , ponieważ rozpoczyna się wtedy kondensacja pary. Zależność pomiędzy wilgotnością względną a temperaturą punktu rosy określa równanie [1]:

$$\varphi = \frac{f_w(p, T_d) e_w(T_d)}{f_w(p, T) e_w(T)} \cdot 100\% \approx \frac{e_w(T_d)}{e_w(T)} \cdot 100\% \quad (7.5)$$

Jeśli znane są wartości temperatur T oraz T_d , to do obliczenia wilgotności względnej wystarczy znajomość prężności pary dla danej temperatury. Można ją wyznaczyć stosując różne równania, z których najbardziej znany jest wzór Magnusa:

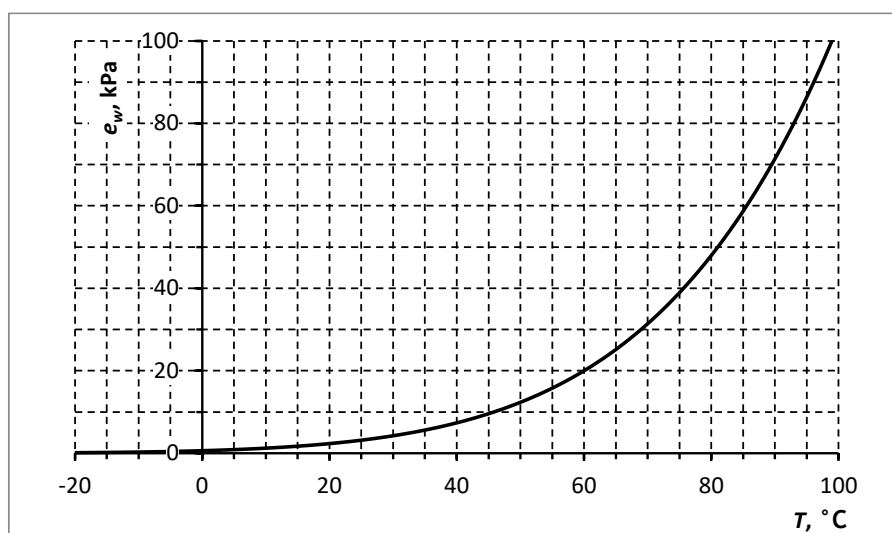
$$e_w = 0,6112 \exp\left(\frac{17,62 T}{243,12 + T}\right) \quad (7.6)$$

gdzie e_w wyrażono w kPa. Niepewność wzoru Magnusa wynosi 0,6% dla temperatur pomiędzy od -45°C do 60°C . Większą dokładność, wynoszącą 0,01% dla temperatur pomiędzy od 0°C do 100°C , zapewnia wzór Sonntaga:

$$e_w = \exp\left(-6096,94 \frac{1}{T} + 21,2410 - 0,0271119 T + 1,67395 \cdot 10^{-5} T^2 + 2,43350 \ln T\right) \quad (7.7)$$

gdzie e_w wyrażono w kPa [2].

Dla temperatur mniejszych od 0°C , gdy para wodna jest w równowadze z lodem, stosuje się zmodyfikowane wersje wymienionych wzorów, które zostały omówione w [2], [3]. Zależność prężności pary (w równowadze z wodą) od temperatury, zgodnie z (7.6), przedstawiono na rysunku 7.1.



Rys. 7.1. Zależność prężności pary od temperatury
Fig. 7.1. Saturated vapour pressure as a function of temperature

Ostatnim popularnym parametrem charakteryzującym zawartość pary wodnej w powietrzu jest wilgotność bezwzględna H , czyli masa wody (pary wodnej) m_v zawartej w 1 m^3 wilgotnego powietrza:

$$H = \frac{m_v}{V} \quad (7.8)$$

Jednostką wilgotności bezwzględnej są g/m^3 .

Przeliczanie wartości wilgotności względnej, bezwzględnej oraz temperatury punktu rosy jest możliwe przy zastosowaniu równania stanu gazu doskonałego (równania Clapeyrona):

$$p_v V = n R \theta = \frac{m_v}{M_v} R \theta \quad (7.9)$$

7.1. Wzorce wilgotności

Czujniki wilgotności charakteryzują się stosunkowo niewielką dokładnością i stałością charakterystyk. Kondensacja pary wodnej na powierzchni czynnej czujnika lub umieszczenie w agresywnym chemicznie środowisku może spowodować trwałą zmianę jego charakterystyki. Z tego względu wzorcowanie czujników wilgotności przeprowadza się stosunkowo często, a wiele z czujników posiada łatwo dostępne potencjometry umożliwiające użytkownikowi samodzielną korektę charakterystyk.

Najpopularniejszymi wzorcami wilgotności są nasycone roztwory wodne wybranych soli. W niewielkim naczyniu znajduje się nasycony roztwór wodny, a na jego dnie znaczna ilość nierozpuszczonej soli. Nad powierzchnią roztworu ustala się stała wartość ciśnienia cząstkowego pary wodnej, która w niewielkim stopniu uzależniona jest od temperatury. Po kilkunastu minutach od umieszczenia czujnika wilgotności w naczyniu można wykonać odczyt wartości wskazywanej wilgotności. Obecnie najczęściej stosuje się włóknisty wkład przylegający do ścianek naczynka nasączony nasyconym roztworem soli i skryształizowaną solą. Badany czujnik umieszcza się w specjalnie dostosowanym do czujnika korku zamykającym naczynie. Ten sposób kalibracji jest szybki i tani, jednak czujnik jest narażony na oddziaływanie agresywnego środowiska.

Najpopularniejsze wzorce bazują na chlorku litu (LiCl) o wilgotności 11,3%, chlorku sodu (NaCl) o wilgotności 75,3% oraz chlorku magnezu (MgCl) o wilgotności 32,8%. Wartości wilgotności podano dla temperatury 25°C. Bardziej obszerne zestawienia wzorców obejmujące kilkanaście soli przedstawiono w [2, 4].

Uzyskanie dowolnej wartości wilgotności względnej jest możliwe przy wykorzystaniu kalibratorów wilgotności nazywanych również generatorami wilgotności [2, 4]. W kalibratorze z dwoma ciśnieniami sprężone do ściśle określonej wartości ciśnienia powietrze jest nawilżane do osiągnięcia stanu nasycenia. Następnie powietrze jest rozprężane izotermicznie (przy zachowaniu wartości temperatury) do ciśnienia atmosferycznego i podawane do komory pomiarowej. Uzyskana wartość wilgotności względnej jest stosunkiem ciśnień bezwzględnych: atmosferycznego i ciśnienia przy którym zachodziło nawilżanie. Kalibrator charakteryzuje się bardzo małą stałą czasową (rzędu kilku minut), jednak zakres generowanych wilgotności jest od dołu ograniczony do ok. 10% ze względu na konieczność nawilżania powietrza przy bardzo wysokim ciśnieniu.

Kalibrator z dwiema temperaturami działa przy zachowaniu stałej wartości ciśnienia, jednak powietrze jest nawilżane do osiągnięcia stanu nasycenia przy ściśle określonej

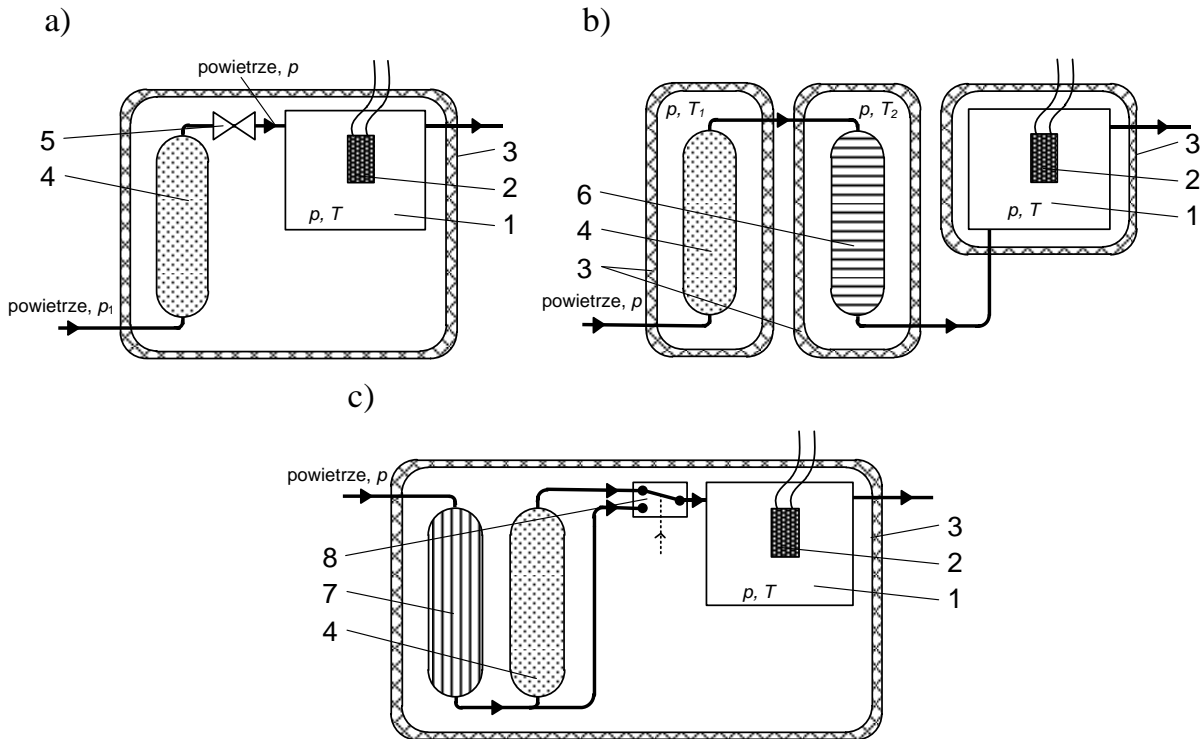
temperaturze, a następnie ogrzewane do temperatury panującej w komorze pomiarowej. Uzyskana wartość wilgotności względnej jest stosunkiem ciśnień nasycenia pary wodnej: w temperaturze przy której zachodziło nawilżanie i w temperaturze panującej w komorze pomiarowej. Kalibrator charakteryzuje się bardzo dużą stałą czasową (rzędu kilkudziesięciu minut), a zakres generowanych wilgotności jest od dołu ograniczony do ok. 20% ze względu konieczność nawilżania powietrza przy bardzo niskiej temperaturze (w nawilżaczu może powstać lód blokujący przepływ powietrza) [6]. Często nawilżanie odbywa się w wyższej temperaturze, a następnie nadmiar pary wodnej wykrapla się w komorze kondensacyjnej, w której panuje niższa temperatura.

Kalibrator z dzielonym przepływem (z dwoma strumieniami) działa na zasadzie mieszania strumienia nawilżonego do osiągnięcia stanu nasycenia ze strumieniem pozbawionym pary wodnej w specjalnym osuszaczu. Mieszanie strumieni odbywa się z wykorzystaniem specjalnego zaworu klapowego, który przełącza poszczególne strumienie. Zmieszane strumienie doprowadzone są do komory pomiarowej kalibratora. Urządzenie konstruuje się w sposób zapewniający takie same wartości dwóch strumieni objętościowych. W takich warunkach żadaną wartość wilgotności względnej w komorze pomiarowej można otrzymać przez regulację stosunku czasu otwarcia poszczególnych strumieni w zaworze klapowym. Kalibrator charakteryzuje się średnią stałą czasową (rzędu kilkunastu minut) i zapewnia pełen zakres generowanych wilgotności (0-100%). Schematy kalibratorów wilgotności przedstawiono na rysunku 7.2.

7.2. Konstrukcja pojemnościowego przetwornika wilgotności względnej z wyjściem częstotliwościowym

Czujniki pojemnościowe są najczęściej stosowane do pomiarów wilgotności względnej. Ich zasada działania opiera się na absorpcji i desorpcji powietrza zawierającego parę wodną przez porowaty dielektryk. Zmiana pojemności kondensatora wynika z występowania w dielektryku wody o względnej przenikalności elektrycznej (stałej dielektrycznej) $\varepsilon_r = 80,1$ (dla temperatury 20°C), podczas gdy dla powietrza można przyjąć $\varepsilon_r = 1$. Kondensator formuje się poprzez napylenie na ceramiczną płytkę platynowej elektrody, na którą nakłada się warstwę porowatego dielektryka. Górną elektrodę wytwarza się z porowatej platyny, która umożliwia transport wilgotnego powietrza do dielektryka. Dodatkowa polimerowa warstwa ochronna zabezpiecza czujnik przed zanieczyszczeniami [5]. Schemat czujnika przedstawiono na rysunku 7.3a.

Alternatywne rozwiązanie polega na napyleniu na ceramiczną płytkę dwóch palczastych elektrod, na które podobnie jak poprzednio nakłada się warstwę porowatego dielektryka [6]. Zabezpieczenie przed zanieczyszczeniami zapewnia dodatkowa warstwa polimerowa, jak pokazano na rysunku 7.3b.



Rys. 7.2. Schemat kalibratora wilgotności:

a) z dwoma ciśnieniami, b) z dwiema temperaturami, c) z dzielonym przepływem: 1 – komora testowa, 2 – badany czujnik wilgotności, 3 – obudowa, 4 – nawilżacz, saturator, 5 – izotermiczny reduktor ciśnienia, 6 – komora kondensacyjna, 7 – osuszacz powietrza, 8 – zawór klapowy

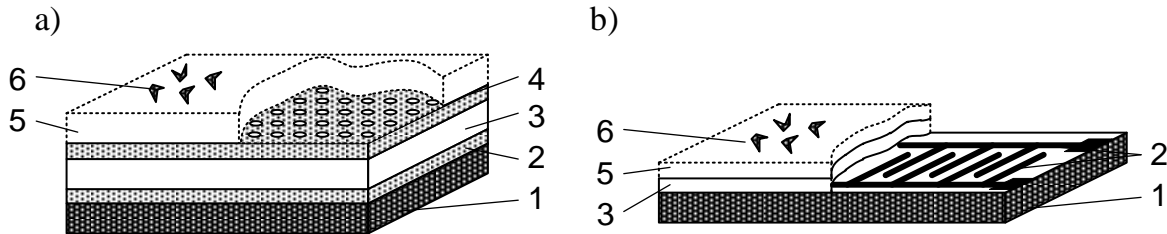
Fig. 7.2. Schematic diagram of the humidity calibrator:

a) with two pressures, b) with two temperatures, c) with split flow: 1 – test chamber, 2 – tested humidity sensor, 3 – housing, 4 – humidifier, saturator, 5 – isothermal pressure regulator, 6 – condensation chamber, 7 – air dryer, 8 – flap valve

Pojemność tego typu kondensatorów wynosi kilkadziesiąt do kilkuset pF, dlatego bardzo często stosuje się zintegrowane na płytce układy elektroniczne zapewniające napięciowy sygnał wyjściowy. Istotną wielkością wpływającą jest temperatura. Zastosowanie dodatkowego czujnika temperatury umożliwia korektę jej wpływu na wynik pomiaru. Ze względu na mechanizm penetracji porowatego dielektryka przez cząsteczki pary wodnej występuje typowy błąd histerezy o wartości 1-2% RH. Zazwyczaj błąd liniowości ma wartość zbliżoną lub mniejszą od błędu histerezy.

Przetwornik wilgotności względnej bazuje na pojemnościowym czujniku wilgotności typu HC 1000 produkcji E+E Elektronik. Jego zakres pomiarowy wynosi

0-100% RH, błąd liniowości 1,5% RH (dla zakresu 0-98% RH), błąd histerezy 2% RH. Pojemność nominalna C_{76} dla wilgotności 76% wynosi 500 ± 50 pF, a czułość 1,45 pF/% RH. stała czasowa, po której wielkość wyjściowa osiąga 90% stanu ustalonego wynosi 10 s. Czujnik powinien być zasilany napięciem przemiennym o amplitudzie do 5 V i częstotliwości 30-300 kHz, przy czym rekomendowana wartość wynosi 100 kHz.



Rys. 7.3. Schemat czujników pojemnościowych:

a) z dielektrykiem pomiędzy elektrodami [5], b) z dielektrykiem nad elektrodami [7]:
 1 – podłoże krzemowe lub ceramiczne, 2 – elektroda, 3 – porowata warstwa dielektryczna,
 4 – elektroda porowata, 5 – polimerowa warstwa ochronna, 6 – zanieczyszczenia

Fig. 7.3. Schematic diagram of capacitive sensors:

a) with dielectric layer between electrodes [5], b) with dielectric layer above electrodes [7]:
 1 – silicon or ceramic substrate, 2 – electrode, 3 – porous dielectric layer, 4 – porous electrode,
 5 – polymeric protective layer, 6 – dirt

Konstrukcja przetwornika [8] wykorzystuje często stosowany do pojemnościowych czujników wilgotności układ z oscylatorem astabilnym NE 555, a jego schemat przedstawiono na rysunku 7.4. Działanie układu polega na naprzemiennym ładowaniu i rozładowaniu kondensatora C (czujnika wilgotności). W fazie ładowania prąd płynie od źródła zasilania o napięciu U_{cc} poprzez rezystory R_A i R_B do czujnika C . W tej fazie wartość napięcia wyjściowego jest zbliżona do U_{cc} . Po naładowaniu kondensatora do pewnej górnej wartości progowej, oscylator 555 rozpoczyna rozładowanie kondensatora wewnętrznym obwodem poprzez rezystor R_B do masy. W fazie rozładowania wartość napięcia wyjściowego jest zbliżona do 0. Rozładowanie kondensatora do pewnej dolnej wartości progowej powoduje przełączenie do fazy ładowania, a napięcie wyjściowe ponownie osiąga stan wysoki. Częstotliwość sygnału wyjściowego wynosi:

$$f_{\text{out}} = \frac{1,44}{(R_A + 2 R_B) C} \quad (7.10)$$

Czas fazy ładowania wynosi:

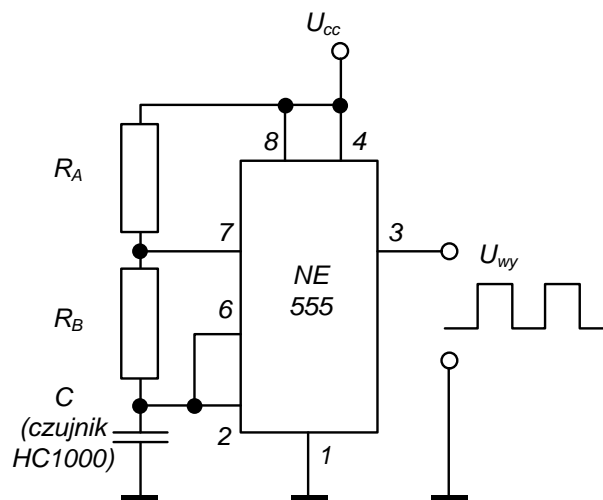
$$t_H = 0,693(R_A + R_B) C \quad (7.11)$$

natomiast fazy rozładowania:

$$t_L = 0,693 R_B C \quad (7.12)$$

Wartość R_A wynosi zazwyczaj kilka $k\Omega$, natomiast R_B kilkadziesiąt $k\Omega$, dzięki czemu czasy T_H i T_L są zbliżone, a współczynnik wypełnienia napięcia wyjściowego wynosi około 0,5.

Inne układy elektroniczne stosowane do konstrukcji przetworników wilgotności względnej zazwyczaj również bazują na przetwarzaniu pojemności na czas z wykorzystaniem naprzemiennego ładowania i rozładowania pojemnościowego czujnika wilgotności [7, 9, 10].



Rys. 7.4. Schemat przetwornika wilgotności z wyjściem częstotliwościowym
Fig. 7.4. Electronic diagram of a humidity transducer with a frequency output

Bibliografia

1. R.E. Bentley (ed.): *Temperature and Humidity Measurement*. Handbook of temperature measurement. vol. 1, Springer, Singapore cop. 1998.
2. J. Piotrowski (red.): *Pomiary. Czujniki i metody pomiarowe wybranych wielkości fizycznych i składu chemicznego*. WNT, Warszawa 2009.
3. O.A. Alduchov, R.E. Eskridge: *Improved Magnus form approximation of saturation vapor pressure*. Journal of Applied Meteorology. 35 (4): 601-9, 1996.
4. A. Wexler, W.A. Wildhack (eds.): *Humidity and Moisture: measurement and control in science and industry. Vol. 3 – Fundamentals and standards*. New York: Reinhold Publishing Corporation, cop. 1965.
5. *Humidity sensor theory and behavior. Application sheet*. Honeywell 2008.

6. D. Buchczik, W. Ilewicz: *Two-temperature humidity generator KW-2*. Optoelectronic and Electronic Sensors IV. Vol. 4516. International Society for Optics and Photonics, 2001.
7. J. Fraden: *Handbook of modern sensors. Physics, design and applications*. Springer Verlag, 2004.
8. D. Buchczik, W. Ilewicz: *Pomiary wilgotności w programie studiów dla kierunku automatyka i robotyka*. Zeszyty Naukowe, s. Elektryka, z. 98, Politechnika Łódzka, (2001).
9. *LTC6078/LTC60791 Micropower Precision, Dual/Quad CMOS Rail-to-Rail Input/Output Amplifiers. Data sheet*. Linear Technology Corporation 2005.
10. *Circuit Note CN-0346. Relative Humidity Measurement System*. Analog Devices 2014.

Karol JABŁOŃSKI

8. POMIARY STRUMIENIA MASY I OBJĘTOŚCI GAZÓW

Symbol	Jednostka	Znaczenie
q_v	m ³ /s	przepływ objętościowy
q_m	kg/s	przepływ masowy
w	m/s	prędkość przepływu
ρ	kg/m ³	gęstość medium
p	Pa	ciśnienie medium
Re	-	liczba Reynoldsa
D	m	średnica rurociągu
d	m	średnica otworu zwężki
ν	m ² /s	lepkość kinematyczna
η	Pa·s	lepkość dynamiczna
k	m	nierówności ścianek rury
S	m ²	powierzchnia przekroju rury
C	-	współczynnik przepływu
ϵ	-	liczba ekspansji
T	K	temperatura medium
φ	%	wilgotność względna medium

Poza temperaturą, przepływ uznaje się za najczęściej mierzoną w instalacjach przemysłowych wielkość. Znajomość wartości przepływu płynów (cieczy i gazów) konieczna jest do prawidłowego sterowania procesami technologicznymi, a także do rozliczeń w handlu substancjami ciekłymi i gazowymi.

W praktyce realizuje się pomiary strumienia (przepływu) masy q_m oraz objętości q_v , które łączy następująca relacja:

$$q_m = q_v \rho \quad (8.1)$$

gdzie ρ oznacza gęstość mierzonego medium.

8.1. Matematyka przepływu

Właściwości strumienia płynu opisywane są przez prawo Bernoulliego, które mówi o zachowaniu energii strumienia: suma energii potencjalnej i kinetycznej jest stała [6].

$$\rho w dw + dp = \text{const.} \quad (8.2)$$

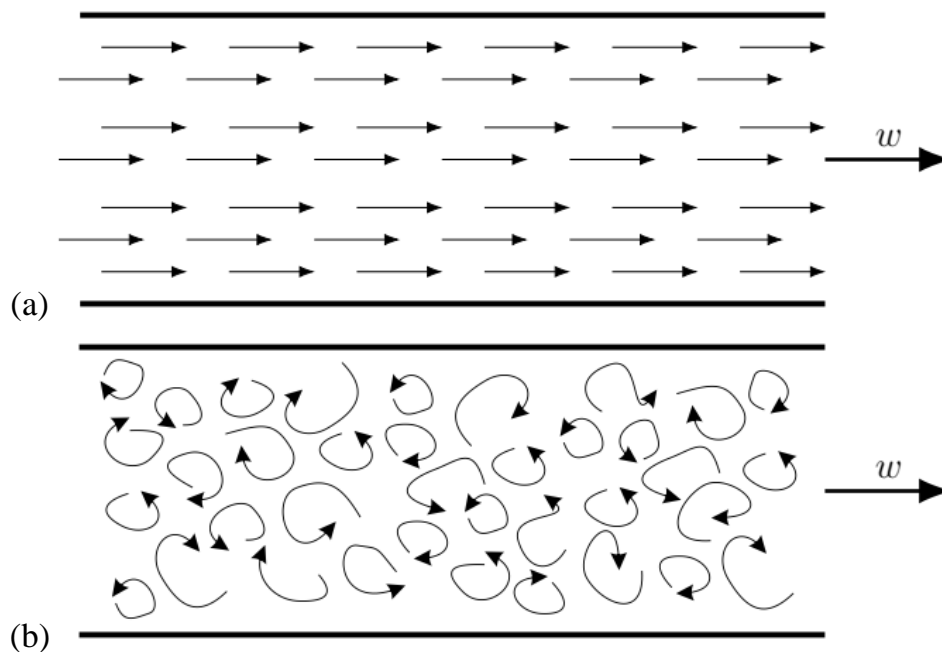
8.2. Charakter przepływu

Uwzględniając siły tarcia w strumieniu oraz tarcia płynu o ściankę ograniczającą strumień można określić charakter przepływu i rozkład prędkości w strumieniu zależnie od stosunku sił tarcia F_t i sił bezwładności płynu F_b . Stosunek ten nazywamy liczbą Reynoldsa:

$$Re = \frac{F_b}{F_t} = \frac{\rho w^2 D^2}{\eta w D} = \frac{w D}{\nu} \quad (8.3)$$

gdzie: $\nu = \frac{\eta}{\rho}$ to lepkość kinematyczna, η to lepkość dynamiczna, ρ to gęstość, w to prędkość średnia, D to średnica rury.

Dla niewielkich sił tarcia przepływ ma charakter laminarny – linie prędkości są równoległe, jak na rysunku 8.1a. Jeżeli siły tarcia względem sił bezwładności są duże, przepływ ma charakter turbulentny (burzliwy), w płynie występują chaotyczne ruchy we wszystkich kierunkach, co ilustruje rysunek 8.1b. Natomiast prędkość średnia pozostaje zgodna co do kierunku z osią rury. Przyjmuje się, że dla $Re < 2300$ przepływ jest laminarny, a dla $Re > 4000$ jest turbulentny. W przedziale $2300 < Re < 4000$ występuje stan przejściowy. Podane granice nie są jednak bezwzględne i mogą się różnić w zależności od warunków.



Rys. 8.1. Przepływ (a) laminarny oraz (b) turbulentny
 Fig. 8.1. Laminar (a) and turbulent (b) flow

8.3. Miejsce montażu

Instalacje przemysłowe mogą składać się, poza prostymi rurami, z takich elementów jak kolanka, trójniki, zawory, zwężki i rozszerzenia. Z tej przyczyny profil prędkości odbiega od tego, który występował przy wzorcowaniu przepływomierza. Dlatego producenci przepływomierzy oraz odpowiednie normy zalecają montowanie przepływomierzy na odpowiednio długich prostych odcinkach, w których zniekształcenia zanikają. Alternatywą są tzw. prostownice strumienia, należy jednak pamiętać, że powodują one straty ciśnienia [2].

Profil prędkości zależy również od charakteru przepływu. Dla przepływu turbulentnego jest on bardziej płaski, podczas gdy dla laminarnego paraboliczny. Można przyjąć, że na styku ze ściankami rury prędkość medium jest równa zero.

Kształt profilu w dużej mierze zależy od chropowatości rury. Jest to stosunek wysokości nierówności ścianek k do średnicy rury D . Chropowatość można oszacować doświadczalnie na podstawie spadku ciśnienia Δp na prostym odcinku o długości L .

$$\frac{k}{D} = 10^{-\left(\frac{1}{2\sqrt{\lambda}} - 0,57\right)} \quad (8.4)$$

gdzie $\lambda = \frac{2D\Delta p}{Lw^2\rho}$.

8.4. Przepływomierz zwężkowy

Zwężka to przegroda z otworem o odpowiedniej średnicy wstawiona w rurociąg, która zmniejsza przekrój strumienia płynu. Powoduje ona zmianę prędkości i ciśnienia płynu, a miarą strumienia jest różnica ciśnień przed i za zwężką zwana ciśnieniem różnicowym Δp . Ciśnienie różnicowe mierzone jest za pośrednictwem tzw. otworów impulsowych znajdujących się w rurociągu przed i za zwężką. Są one zwykle umieszczane w kołnierzu montażowym zwężki (odbiór przykołnierzowy), tuż przy niej (odbiór przytarczowy), albo w odległościach od niej wyrażonych względem średnicy rurociągu, np. D i $D/2$.

Zachowanie się płynu podczas przepływu przez zwężkę demonstruje rysunek 8.2. Gdy przechodzi on przez zwężkę, jego prędkość rośnie, natomiast zgodnie z prawem Bernoulliego ciśnienie spada. Ze względu na siły bezwładności ekstrema tych zjawisk występują za zwężką w miejscu nazywanym *vena contracta* [1]. Prędkość przepływu wraca następnie do wartości początkowej, natomiast ciśnienie pozostaje niższe.

Równanie przetwarzania, czyli zależność ciśnienia różnicowego od strumienia objętości płynu q_v , wynika z równania Bernoulliego (8.2).

$$\int_0^{S_1} w_1 dS = \int_0^{S_2} w_2 dS = q_v \quad (8.5)$$

Dla

$$\frac{S_2}{S_1} = m = \frac{d^2}{D^2} = \beta^2 \quad (8.6)$$

oraz

$$w_2^2 - w_1^2 = w_2^2(1 + \beta^4) \quad (8.7)$$

otrzymujemy:

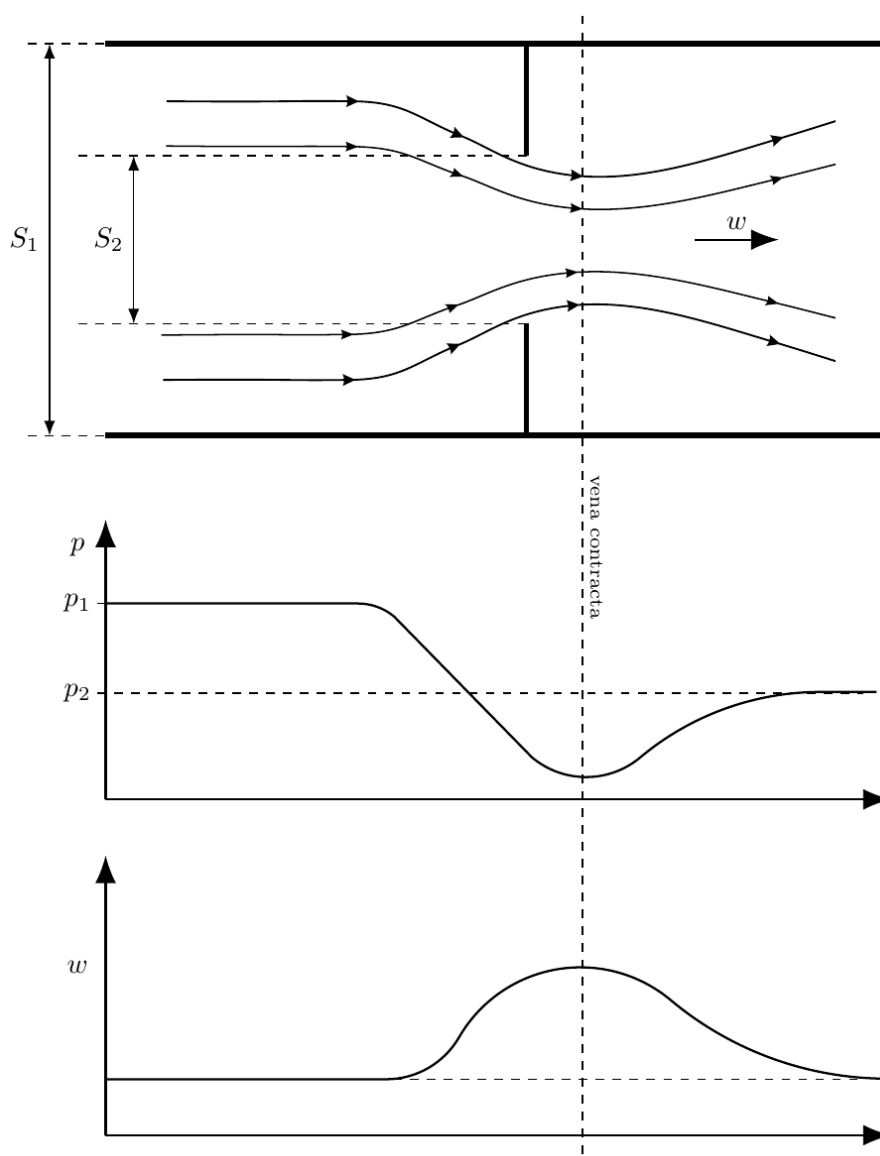
$$\Delta p = \frac{1}{2}\rho(w_2^2 - w_1^2) = \frac{8}{\pi} \frac{\rho(1-\beta^4)}{d^4} q_v. \quad (8.8)$$

Zawarte w równaniu przybliżenia skorygowane są przez wyznaczony eksperymentalnie współczynnik przepływu C [5].

$$\begin{aligned}
 C = & 0,5691 + 0,0261\beta^2 - 0,216\beta^8 + 0,000521 \left(\frac{10^6\beta}{Re}\right)^{0,7} + \\
 & + (0,0188 + 0,0063A)\beta^{3,5} \left(\frac{10^6}{Re}\right)^{0,3} + \\
 & + (0,043 + 0,080e^{-10L_1} - 0,123^{-7L_1})(1 - 0,11A) \frac{\beta^4}{1-\beta^4} + \\
 & - 0,031(M'_2 - 0,8M_2'^{1,1})\beta^{1,3}
 \end{aligned} \tag{8.9}$$

gdzie:

$$A = \left(\frac{19000\beta}{Re}\right); M_2' = \frac{2L_2}{1-\beta}. \tag{8.10}$$



Rys. 8.2. Schemat przepływu medium, rozkładu ciśnienia oraz prędkości w zwężce
 Fig. 8.2. Diagram of medium flow, pressure distribution and velocity in orifice plate

Gdy $D \leq 71,12$ mm do równania (8.9) należy dodać następujący składnik:

$$+0,011(0,75 - \beta) \left(2,8 - \frac{D}{25,4}\right). \quad (8.11)$$

Równanie pomiaru przyjmuje więc postać:

$$q_v = \frac{\pi}{4} \frac{C d^2}{\sqrt{1-\beta^4}} \sqrt{\frac{2\Delta p}{\rho}}. \quad (8.12)$$

Dalsza korekcja równania pomiaru wynika ze ściśliwości gazów. Ich gęstość ulega zmianie wskutek zmian ciśnienia podczas przepływu przez zwężkę. Wpływ ten koryguje tzw. liczba ekspansji ε . Dla cieczy wynosi ona 1, natomiast dla gazów zależy od ciśnienia p_1 przed zwężką i p_2 za zwężką oraz rodzaju gazu [7].

$$\varepsilon = 1 - (0,351 + 0,256\beta^4 + 0,93\beta^8) \left[1 - \left(\frac{p_2}{p_1}\right)^{1/\kappa}\right] \quad (8.13)$$

gdzie: ε oznacza liczbę ekspansji odniesioną do parametrów gazu przed zwężką, a $\kappa = \frac{c_p}{c_v}$ oznacza wykładnik izentropy, który równy jest ilorazowi ciepła właściwego medium w przemianie izobarycznej do ciepła właściwego medium w przemianie izochorycznej. Ostatecznie równanie pomiaru przepływu objętościowego ma postać:

$$q_v = \frac{\pi}{4} \frac{C \varepsilon d^2}{\sqrt{1-\beta^4}} \sqrt{\frac{2\Delta p}{\rho}}. \quad (8.14)$$

Przepływomierze zwężkowe, w celu ułatwienia stosowania, poddawane są normalizacji. Wykorzystując zwężkę o parametrach wyszczególnionych w normie nie trzeba samodzielnie wyznaczać równania pomiaru, ponieważ jest ono znane. Zwężka może być uznana za znormalizowaną jeśli spełnia następujące warunki:

- montaż zwężki na prostym odcinku rurociągu o odpowiedniej długości,
- centryczny montaż zwężki względem ścian rurociągu,
- odpowiednio mała chropowatość rurociągu oraz zwężki, krawędzie kryzy odpowiednio zaokrąglone lub zaokrąglone,
- pomiar ciśnienia w odpowiednim miejscu względem zwężki,
- brak zanieczyszczeń i uszkodzeń zwężki.

Ponadto przyjmuje się dla zwężki z odbiorem ciśnienia przytarczowym lub D i $D/2$:

- $d \geq 12,5$ mm,
- $50 \text{ mm} \leq D \leq 1000$ mm,
- $0,1 \leq \beta \leq 0,75$,
- $Re \geq 5000$ przy $0,1 \leq \beta \leq 0,56$,
- $Re \geq 16000\beta^2$ przy $\beta \geq 0,56$,

natomiast dla kołnierzowego odbioru ciśnienia:

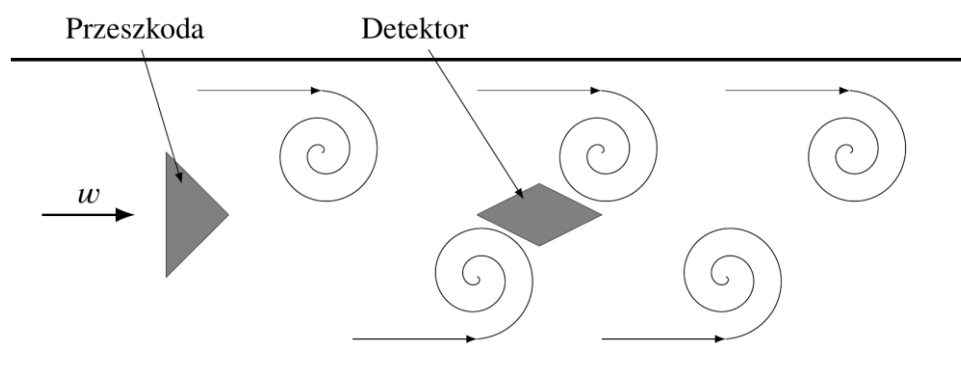
- $d \geq 12,5 \text{ mm}$,
- $50 \text{ mm} \leq D \leq 1000 \text{ mm}$,
- $0,1 \leq \beta \leq 0,75$.

8.5. Przepływomierz wirowy

Innym typem urządzenia do pomiaru prędkości przepływu płynów jest przepływomierz wirowy. Jeżeli w strumieniu płynu umieścimy odpowiednio ukształtowany obiekt, będą za nim powstawać wiry, co ilustruje rysunek 8.3. Gdy przeszkoda jest symetryczna, rozdziela płyn na dwie strugi, w których w regularnych odstępach czasu, po jednej i drugiej stronie powstają zawirowania, zwane ścieżką wirową von Kármána. Umieszczony w pewnej odległości detektor oblicza częstotliwość powstawania wirów. Zależność częstotliwości drgań czujnika od prędkości przepływu dana jest wzorem:

$$f = \frac{w}{d} Sh \quad (8.15)$$

gdzie w to prędkość płynu, d średnica przeszkody, Sh liczba Strouhala, która dla odpowiednich wartości liczby Reynoldsa jest stała.



Rys. 8.3. Zasada działania przepływomierza wirowego

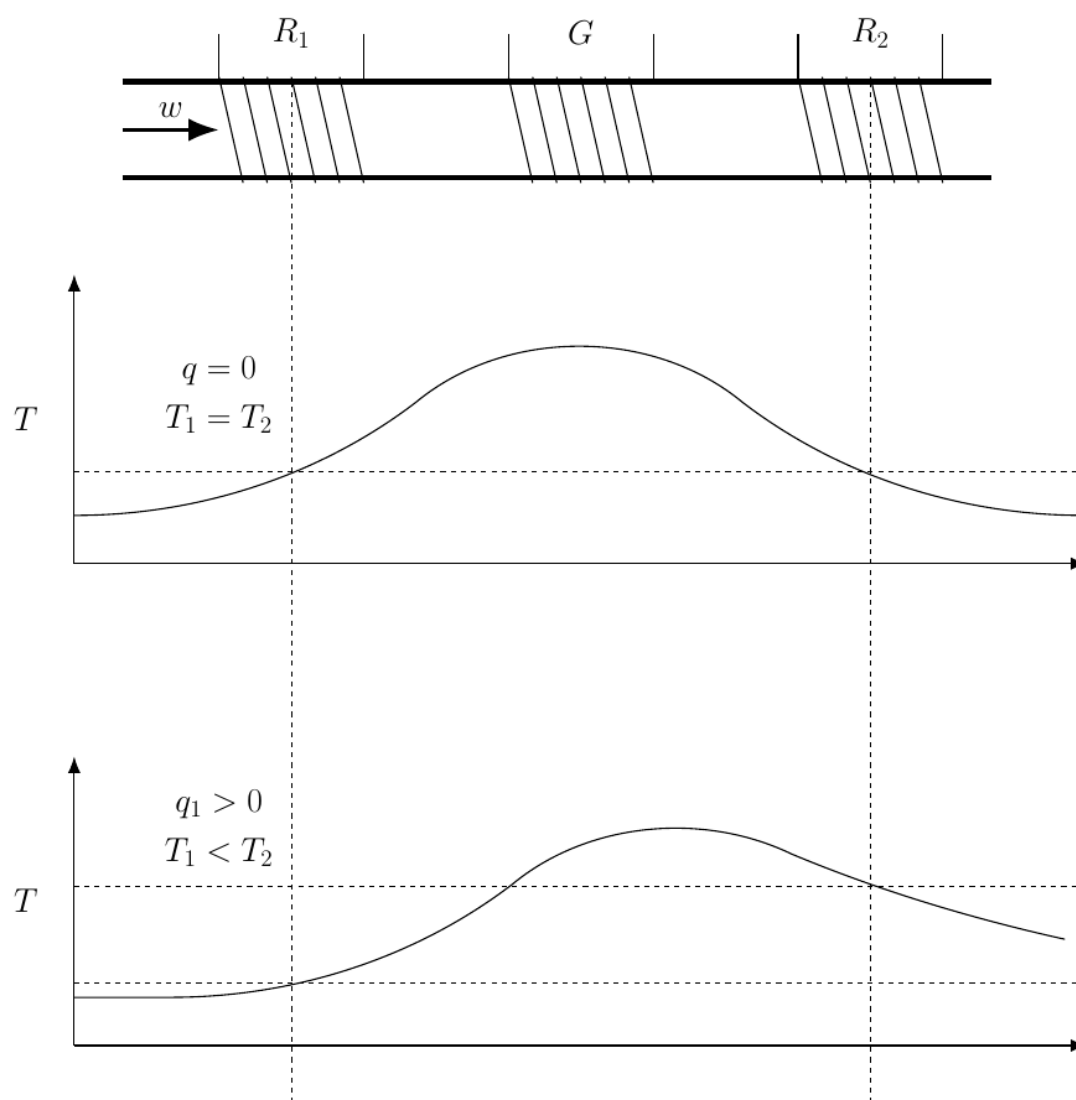
Fig. 8.3. Vortex flow meter operation principle

8.6. Przepływomierz termiczny

Przepływomierze termiczne, zwane także kalorymetrycznymi, pozwalają na bezpośredni pomiar strumienia masy. Zgodnie z rysunkiem 8.4 element grzewczy G , do którego dostarczana jest stała moc, podgrzewa medium, natomiast przed nim i za nim znajdują się czujniki temperatury (np. termistory R_1 i R_2). Wzrost temperatury wywołany przez grzałkę jest wprost proporcjonalny do strumienia masy oraz do ciepła właściwego c_p :

$$\Delta T = k c_p \rho q_v = k c_p q_m \quad (8.16)$$

gdzie k to czułość układu.



Rys. 8.4. Zasada działania przepływomierza termicznego
Fig. 8.4. Thermal flow meter operation principle

Bibliografia

1. M. Turkowski: *Przemysłowe sensory i przetworniki pomiarowe*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2002
2. D. Taler: *Pomiary ciśnienia, prędkości i strumienia przepływu płynu*. Uczelniane Wydawnictwo Naukowo-dydaktyczne, Kraków 2006.
3. ABB Automation Products GmbH. *Industrial flow measurement Basics and practice*. 2011.
4. E. Romer: *Miernictwo przemysłowe*. PWN, Warszawa 1978.
5. PN-EN ISO 5167-1:2005 *Pomiary strumienia płynu za pomocą zwężek pomiarowych wbudowanych w całkowicie wypełnione rurociągi o przekroju kołowym*.
6. J. Piotrowski: *Pomiary, czujniki i metody pomiarowe wybranych wielkości fizycznych i składu chemicznego*. WNT, Warszawa 2009.
7. M.J. Reader-Harris, J.A. Sattary: *The orifice plate discharge coefficient equation - the equation for ISO 5167-1*. Scotland, Proc. of 14th North Sea Flow Measurement Workshop, Peebles 1996.

Alicja WIORA, Stanisław WALUŚ

9. POMIARY PRZEPLYWU CIECZY W RUROCIĄGACH

Symbol	Jednostka	Znaczenie
B	T	indukcja magnetyczna
D	m	wewnętrzna średnica odcinka rury przepływomierza
E	V	sygnał przepływu (napięcie, siła elektromotoryczna – SEM)
h_1, h_2	mm	początkowy, końcowy poziom wody w zbiorniku
K	m	stała wzorcowania
k	1	stała
L_e	m	odległość między elektrodami pomiarowymi
m	kg	masa
q_m	kg/s, kg/h	strumień masy, przepływ masowy
q_v	m ³ /s, m ³ /h	strumień objętości, przepływ objętościowy
t	s, h	czas
V	m ³	objętość
w	m/s	średnia prędkość cieczy wzdłuż osi
ω	rpm, obr./min	prędkość obrotowa, częstotliwość obrotów

Przepływomierze, obok czujników temperatury, są jednymi z najczęściej spotykanych urządzeń pomiarowych na instalacjach przemysłowych i nie tylko przemysłowych. Różnorodność płynów oraz wymagania dotyczące bezpieczeństwa, dokładności, czy też wielkość instalacji, w których przepływ medium należy mierzyć, spowodowała, że na rynku pojawiła się cała gama tego typu czujników. Podstawowym zagadnieniem inwestora przestaje być problem, czy jest taki przepływomierz, tylko który będzie najlepszy, a jednocześnie nie za drogi.

Przepływomierze stosowane są do pomiaru prędkości płynu, pomiaru strumienia objętości, strumienia masy, a także objętości czy gęstości. Pomiarów wykonywanych są w rurociągach pionowych, poziomych całkowicie lub częściowo wypełnionych. Nierzadko stosowane są w pomiarach przepływu wody w kanałach otwartych np. w rzece, gdzie przepływająca ciecz posiada swobodną powierzchnię, tzn. nie jest ograniczona rurą, którą mogłaby całkowicie wypełnić [1].

Przepływomierze dzieli się przede wszystkim z uwagi na ich zasadę działania i wykorzystaną metodę pomiarową. Rozróżnić można przepływomierze elektromagnetyczne (indukcyjne), ultradźwiękowe, oscylacyjne, tachometryczne, zwężkowe, rotametry, przepływomierze Coriolisa, termiczne i wiele innych [1, 2]. Przykłady przepływomierza zwężkowego typu kryza znormalizowana, oscylacyjnego typu Vortex i termicznego opisano w rozdziale 8.

Strumień objętości jest rozumiany jako objętość płynu, która przepłynęła przez dany przekrój rurociągu w określonym czasie, do tego czasu [3]. Strumień ten mierzony jest przez większość przepływomierzy. Definicja strumienia objętości ujęta jest równaniem:

$$q_v = \frac{V}{t} \quad (9.1)$$

Jednostką strumienia objętości jest m³/h. Strumień masy definiowany jest analogicznie:

$$q_m = \frac{m}{t} \quad (9.2)$$

czyli jest to masa płynu, która przepłynęła przez dany przekrój rurociągu w określonym czasie, podzielona przez ten czas [3]. Strumień masy mierzony jest bezpośrednio tylko przez niektóre przepływomierze. Jednostką strumienia masy jest kg/h.

Mało który przepływomierz można nazwać jednocześnie czujnikiem przepływu. Przepływomierze z reguły są wyposażone w czujnik, dzięki któremu pobierana jest informacja o przepływie, a następnie informacja ta przetwarzana jest wewnątrz urządzenia na sygnał użyteczny przez przetwornik pomiarowy. Przykładem czujnika w przepływomierzu jest wirnik (turbina) przepływomierza turbinowego czy też pływak w rotametrze.

Pomiar przepływu medium odbywa się w przepływomierzach wykorzystujących różne efekty i zjawiska fizyczne [4]:

- a) prawo Bernoulliego – rotometr, przepływomierze zwężkowe, z rurką spiętrzającą,
- b) przetwarzanie częstotliwościowe – przepływomierze: turbinowy (tachometryczny), wirowy, wibratorowy (oscylacyjny),
- c) siła Coriolisa – przepływomierz Coriolisa,
- d) indukcja elektromagnetyczna – przepływomierz elektromagnetyczny (indukcyjny),
- e) efekt Dopplera – przepływomierze: ultradźwiękowy, laserowy,

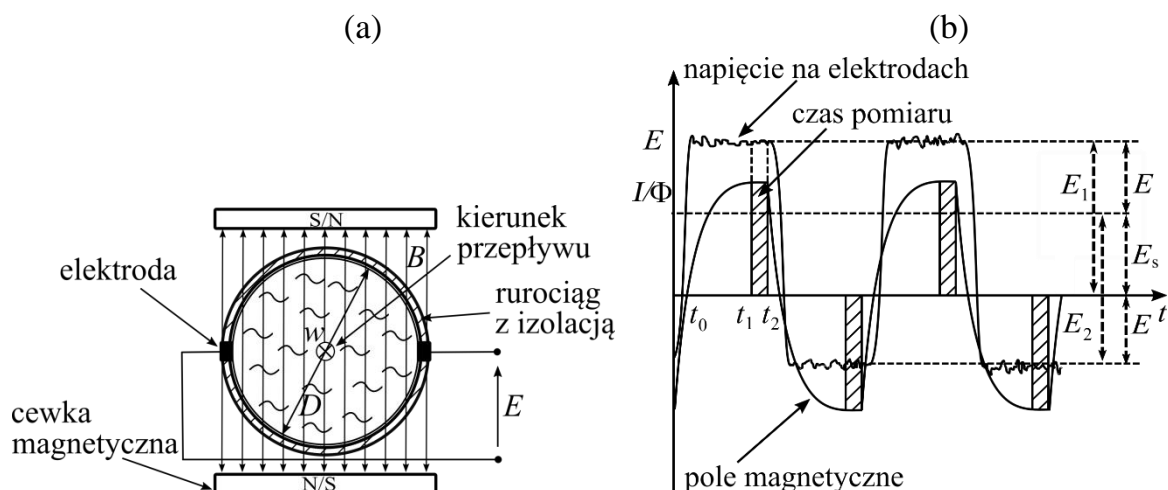
f) transport ciepła – przepływomierze: termooanemometryczny, kalorymetryczny (termiczny).

g) zjawisko fotooptyczne – przepływomierz korelacyjny.

W dalszej części rozdziału zostaną przedstawione wybrane rodzaje przepływomierzy.

9.1. Przepływomierze elektromagnetyczne

Po uruchomieniu magnesów umieszczonych na zewnątrz rurociągu, wewnątrz przepływomierza elektromagnetycznego wytwarzane jest pole magnetyczne prostopadłe do kierunku przepływu cieczy. Wykorzystywane jest tu zjawisko Faradaya, gdyż w płynącej cieczy pełniącej rolę przewodnika indukuje się siła elektromotoryczna mierzona przez elektrody. Na rysunku 9.1a przedstawiono zasadę działania przepływomierza elektromagnetycznego [3, 4].



Rys. 9.1. Przepływomierz elektromagnetyczny

Fig. 9.1. Electromagnetic flowmeter

a) zasada działania, b) sygnał pomiarowy

Przepływomierz elektromagnetyczny składa się z dwóch części: urządzenia pierwotnego i jednej lub więcej urządzeń wtórnych [3].

Urządzenie pierwotne składa się z odcinka rurociągu, który jest odizolowany elektrycznie, przynajmniej jednej pary elektrod umieszczonych jak na rysunku 9.1a, między którymi mierzony jest sygnał wytworzony w cieczy (indukowane napięcie elektryczne), oraz dwóch cewek elektromagnetycznych wytwarzających pole

magnetyczne w odcinku rury przepływomierza. Elektrody pomiarowe zbudowane są z metalu, najczęściej ze stali kwasoodpornej (austenicznej) [5]. Wykładzina izolacyjna wewnątrz przepływomierza zrobiona może być np. z ebonitu, teflonu, emalii szklanej, ceramiki czy poliuretanu w zależności od temperatury, właściwości ścierających i agresywności chemicznej cieczy [3]. Warunkiem koniecznym do zastosowania przepływomierza jest przewodność przepływającej cieczy z reguły większa niż $1 \mu\text{S}/\text{cm}$ [4]. Wymagania dotyczące minimalnej, dopuszczalnej przewodności powinien określić producent przepływomierza [3].

Urządzenie wtórne jest wyposażeniem przepływomierza zawierającym obwody przetwarzające sygnał z elektrod na sygnał przepływu i przedstawiające go w postaci standardowego sygnału wyjściowego wprost proporcjonalnego do strumienia objętości. Wyposażenie to najczęściej jest zintegrowane z urządzeniem pierwotnym. Urządzenia wtórne spełniają następujące funkcje [3]:

- a) wzmacniają i przetwarzają sygnały z elektrod i sygnały odniesienia w celu otrzymania sygnału proporcjonalnego do przepływu,
- b) ograniczają wpływ zakłóceń elektromagnetycznych,
- c) ograniczają wpływ niepożądanych zmian napięcia i częstotliwości zasilania,
- d) kompensują lub minimalizują niepożądane zmiany indukcji magnetycznej w urządzeniu pierwotnym.

Bazując na prawie Faraday'a wartość napięcia pojawiającego się na elektrodach można zapisać w uproszczonej postaci jako [3]:

$$E = kBL_e w \quad (9.3)$$

Strumień objętości dla kołowego przekroju rury wynosi:

$$q_V = \frac{\pi D^2}{4} w \quad (9.4)$$

Po podstawieniu równania (9.3) i (9.4) otrzymuje się:

$$q_V = \frac{\pi D^2}{4kL_e} \cdot \frac{E}{B} = K \frac{E}{B} \quad (9.5)$$

Z tego równania wynika, że im większy jest strumień objętości tym większa jest wartość napięcia między elektrodami. Napięcie indukujące się pomiędzy elektrodami jest rzędu kilkudziesięciu miliwoltów [4]. Na sygnał mają jednak wpływ także napięcia zakłócające pojawiające się w pobliżu elektrod. Są to m.in. zakłócenia sieciowe, prądy błądzące mogące występować w pobliżu przepływomierza oraz napięcia elektrochemiczne wynikające z faktu, że metalowe elektrody zanurzone są w elektrolicie, czyli przewodzącej cieczy zawierającej jony dodatnie i ujemne. Wpływ tych zakłóceń ogranicza się np. poprzez zastosowanie przemiennego pola magnetycznego o częstotliwości 25 Hz. Cewka jest zasilana napięciem stałym

pulsującym (prostokątnym). Na rysunku 9.1b przedstawiono przebieg prądu przepływającego przez cewki i przebieg indukowanej siły elektromotorycznej (napięcia mierzonego na elektrodach). W pierwszej fazie w chwili t_0 napięcie cewki jest przykładane do cewek magnetycznych. Z powodu indukcyjności cewek prąd wzbudzenia I powoli wzrasta do wartości końcowej, czyli do chwili gdy prąd wzbudzenia i strumień magnetyczny Φ nie zmieniają się w czasie. Gdy znikną wszystkie stany nieustalone, w czasie t_1 włączany jest nadajnik i mierzone jest napięcie między elektrodami $E_1 = E + E_s$, gdzie E_s to napięcie wynikające z szumów, aż do osiągnięcia czasu t_2 . Z reguły pomiar trwa 20 ms aby wyeliminować wpływ szumów pochodzących z sieci. W chwili t_2 polaryzacja napięcia jest odwracana. Zmienia się biegunowość pola magnetycznego. W związku z tym odwracane jest też napięcie pomiarowe E . Następuje druga faza pomiaru, gdzie pomiar wykonywany jest analogicznie do pierwszej fazy. Otrzymuje się wartość napięcia $E_2 = -E + E_s$. Po dodaniu pomiarów wykonanych w obu fazach, napięcia wynikające z szumów zostają wyeliminowane [5]. W ten sposób uzyskuje się stabilność pomiaru i stałość punktu zerowego.

9.2. Przepływomierze tachometryczne

Przepływomierze tachometryczne to przepływomierze komorowe i turbinowe. Charakteryzują się tym, że wewnątrz takiego przepływomierza umieszczony jest element, który porusza się na skutek przepływającego płynu – cieczy lub gazu. W zastosowaniach przemysłowych wykorzystywane są głównie przepływomierze turbinowe. W takim przepływomierzu elementem czułym na przepływ są ruchome łopatki turbiny umieszczone na osi przepływomierza. Oś przepływomierza może być ułożona w trzech pozycjach: w tym samym kierunku co kierunek przepływu medium oraz w pionie lub w poziomie prostopadle do tego kierunku. Przepływomierze turbinowe są uznawane za jedne z najdokładniejszych przepływomierzy dostępnych na rynku (0,25 ÷ 0,5%) [2, 4] oraz posiadających jeden z najkrótszych czasów odpowiedzi – 0,1 sekundy. Zasadniczymi wadami, jakimi charakteryzują się przepływomierze turbinowe, są długie odcinki przed i za przepływomierzem niezbędne do prawidłowego ukształtowania profilu strugi oraz duża wrażliwość na zanieczyszczenia stałe, które mogą blokować ruch łopatek i powodować zwiększanie oporów tocznych w łożysku. Standardem jest montowanie przed turbiną prostownicy strugi, nierzadko także filtrów stałych cząstek, które mogą znajdować się w płynącym medium.

Miarą przepływu objętościowego jest prędkość obrotowa ω elementu wirującego. Oprócz przepływu objętościowego na wartość prędkości obrotowej wpływają lepkość i gęstość medium (gazu, cieczy), moment tarcia w łożyskach oraz parametry techniczne turbiny (średnica łopatek, średnica piasty, wewnętrzna średnica rurociągu, skok linii śrubowej łopatek, liczba, długość i grubość łopatek) [2]. Z powodu tak dużej liczby wielkości wpływających na ω nie podaje się matematycznej zależności przepływu od prędkości obrotowej. Standardem jest wzorcowanie przepływomierzy metodą bezpośrednią, czyli na mokro.

Prędkość obrotową można wyznaczać różnymi sposobami. Obroty turbiny mogą być zliczane za pomocą zbliżeniowych czujników indukcyjnych wykorzystujących prądy wirowe. Stosowane też są czujniki optyczne, w których wiązka światła jest modulowana przez łopatki wirnika. Mogą być też stosowane czujniki pojemnościowe lub mechaniczne. Najpopularniejsze rozwiązanie polega na zatopieniu w łopatkach magnesu trwałego podczas gdy na zewnątrz umieszcza się cewkę, w której indukuje się napięcie przemienne o częstotliwości równej częstotliwości obrotów turbiny [2].

9.3. Przepływomierze ultradźwiękowe

W przepływomierzach ultradźwiękowych [6] mogą być wykorzystane następujące zjawiska: 1) zjawisko zmiany prędkości fali ultradźwiękowej rozchodzącej się w płynie będącym w ruchu w stosunku do prędkości fali w płynie pozostającym w spoczynku, 2) zjawisko Dopplera. Przepływomierze te nie posiadają żadnych elementów wprowadzanych do wnętrza rurociągu, jak to się dzieje w przypadku przepływomierzy tachometrycznych lub zwężkowych, dlatego użycie ich nie powoduje spadku ciśnienia medium oraz są bardziej niezawodne.

Zasadniczo rozróżnia się dwa sposoby pomiaru strumienia objętości: pomiar różnicy czasów przejścia fali ultradźwiękowej między głowicami oraz pomiar różnicy częstotliwości fali nadanej i odbitej. W pierwszym przypadku konieczne jest wyposażenie przepływomierza w parzystą liczbę głowic pełniących jednocześnie rolę nadajnika i odbiornika fali ultradźwiękowej. Umieszcza się je naprzeciw siebie pod odpowiednim kątem do przepływu unikając montowania głowic na dnie rurociągu. Nadajniki w jednakowym czasie wysyłają do odbiorników falę ultradźwiękową. Mierzony jest czas od nadania do odbioru fali. Fala przebiegająca zgodnie z przepływem medium jest przyspieszana, a fala przebiegająca w przeciwną stronę jest opóźniana. Mierzona jest różnica czasów przejścia fali między głowicami. Im większa różnica

czasów, tym większy jest strumień przepływu. Wadą zastosowania tylko jednej pary głowic jest pomiar przepływu tylko w jednym przekroju strugi. Zwiększenie liczby par głowic w różnych ustawieniach względem siebie zapewnia polepszenie jakości pomiaru dzięki temu, że profil prędkości strugi zostanie dokładniej odtworzony.

W przepływomierzu ultradźwiękowym z pomiarem różnicy czasów należy unikać zanieczyszczeń w medium. W przypadku przepływomierzy bazujących na efekcie Dopplera takie zanieczyszczenia są wręcz pożądane. Przepływomierz taki wyposażony jest w głowicę, która jest jednocześnie nadajnikiem i odbiornikiem. Fala ultradźwiękowa o znanej częstotliwości wysyłana jest w kierunku przepływającego medium. Tam odbija się od znajdujących się w medium pęcherzyków powietrza lub cząstek stałych i powraca do głowicy. Częstotliwość fali odbitej zależy od prędkości poruszających się cząstek, a więc od prędkości przepływu [2, 4].

9.4. Rotametry (przepływomierze pływakowe)

Rotametry składają się z pionowej rurki o lekko stożkowym kształcie, w której umieszczony jest pływak. Pod wpływem przepływającego płynu pływak unoszony jest w górę rury. Zasada pomiaru opiera się o stały spadek ciśnienia utrzymujący się w szczelinie między pływakiem a wewnętrzną ścianą rurki. Pływak zatrzymuje się na takiej wysokości na jakiej w układzie dochodzi do równowagi sił działających na pływak w dół (grawitacyjna, ciśnienia) oraz w górę (wyporu, ciśnienia). Im większy przepływ tym pływak jest wyżej i szczelina się powiększa. Skala na rurce jest nieliniowa. Rotametry są jednymi z nielicznych przepływomierzy, w których pływak można nazwać czujnikiem. Czujnik to taki element układu pomiarowego, na który bezpośrednio oddziałuje zjawisko, ciało lub substancja przenosząca wielkość, która ma być zmierzona [3].

9.5. Wzorcowanie przepływomierzy metodą bezpośrednią

Według Międzynarodowego słownika metrologii (VIM) wzorcowanie, inaczej kalibracja, (ang. *calibration*) jest to „działanie, które w określonych warunkach, w pierwszym kroku ustala zależność pomiędzy odwzorowywanymi przez wzorzec pomiarowy wartościami wielkości wraz z ich niepewnościami pomiaru, a odpowiadającymi im wskazaniem wraz z ich niepewnościami, a w drugim kroku

wykorzystuje tę informację do ustalenia tej zależności pozwalającej uzyskać wynik pomiaru na podstawie wskazania” [7]. Wzorcowaniu poddaje się m.in. przyrządy pomiarowe, czyli „urządzenia służące do wykonywania pomiarów, użyte indywidualnie lub w połączeniu z jednym lub więcej urządzeniami dodatkowymi” [7]. W wyniku wzorcowania otrzymuje się krzywą wzorcowania, czyli „wyrażenie zależności pomiędzy wskazaniem, a odpowiadającą mu zmierzoną wartością wielkości”, przy czym należy pamiętać, że „krzywa wzorcowania wyraża zależność jedno wskazanie – jedna wartość zmierzona” [7]. Przepływomierz staje się urządzeniem pomiarowym po przeprowadzeniu jego kalibracji.

Wzorcowanie przepływomierzy można przeprowadzić metodą pośrednią wykonując jeden pomiar. Na tej podstawie oraz za pomocą zależności matematycznych można wyznaczyć parametry kalibracyjne przepływomierza. Sztandarowym przykładem wzorcowania przepływomierza metodą pośrednią jest wzorcowanie przepływomierzy zwężkowych opisanych w rozdziale 8.

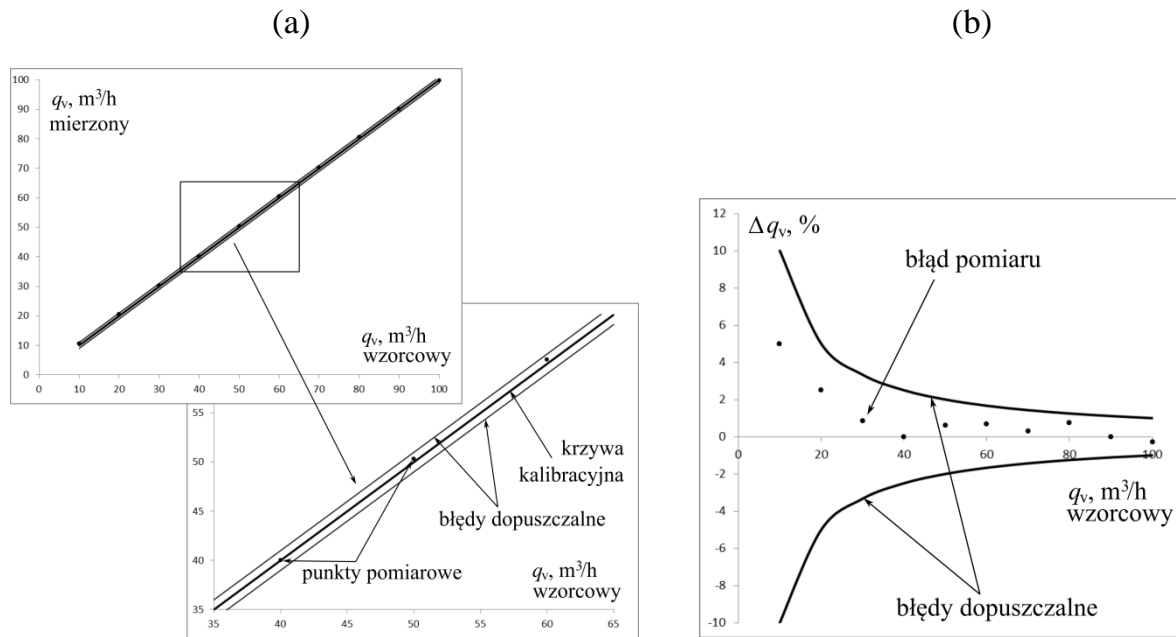
Metoda bezpośrednia, zwana inaczej metodą mokrą, polega na zamontowaniu w rurociągu wzorcowanego przepływomierza i przepuszczeniu przez niego odpowiedniego medium. Konieczne jest zachowanie przez laboranta kilku podstawowych warunków, aby wzorcowanie wykonane było poprawne [8]:

- powinny być zachowane wszystkie warunki techniczne montażu przepływomierza podane przez producenta,
- wzorcowanie przepływomierza powinno odbywać się za pomocą takiego medium, którego przepływ będzie docelowo mierzony,
- rurociąg powinien być całkowicie wypełniony przepływającym medium,
- zwłaszcza w przypadku gazów warunki atmosferyczne, takie jak temperatura, ciśnienie i wilgotność powietrza w pomieszczeniu, powinny być kontrolowane. Warunki odniesienia dla gazów to temperatura $T = 20^{\circ}\text{C}$, wilgotność względna $\varphi = 65\%$ i ciśnienie atmosferyczne $p = 101,3 \text{ kPa}$. Dopuszczalne zakresy warunków otoczenia w trakcie pomiarów zawierają się w przedziałach: dla T od 4°C do 35°C , dla φ od 35% do 75% , dla p od 86 kPa do 106 kPa ,
- podobnie jak wyżej konieczne jest kontrolowanie parametrów przepływającego medium. W przypadku wody jej temperatura powinna mieścić się przedziale od 4°C do 35°C . W przypadku innych cieczy kontrolowane powinny być także lepkość, gęstość i przewodność,

- należy zadbać o ograniczenie wszelkich zakłóceń wpływających na wskazania przepływomierza, zwłaszcza ograniczenie wpływu zakłóceń elektromagnetycznych,
- prędkość przepływu medium musi być możliwa do regulacji, a w momencie pomiaru także ustabilizowana, czyli niezmienna w czasie,
- wzorzec przepływu stanowić może inny, dokładniejszy przepływomierz wzorcowy (referencyjny) połączony szeregowo z badanym przepływomierzem lub systemem umożliwiającym dokładny pomiar objętości lub masy w czasie oraz dokładny pomiar czasu. Dokładność wzorca przepływu powinna być co najmniej trzy razy lepsza od dokładności badanego przepływomierza.
- profil strugi powinien być ukształtowany równolegle do osi rurociągu, bez pulsacji i zawirowań.

Stosując jako wzorzec przepływu system zbiorników i pomp należy zwrócić uwagę na sposoby pomiaru czasu i objętości. Czas mierzony jest za pomocą czasomierza, często zintegrowanego z systemem zamykania i otwierania zaworów doprowadzających medium do zbiornika pomiarowego. Pomiar objętości zrealizowany może być za pomocą poziomomierzy opisanych w rozdziale 10. lub za pomocą znaczników. Rolę znacznika może pełnić pływak unoszący się na powierzchni cieczy lub inny sposób obserwacji zmiany położenia tej powierzchni. W przypadku pomiaru masy jako wskaźnika stosuje się wagi. Jest to prosty sposób wykonywania pomiarów statycznych, czyli polegających na tym, że pomiar objętości bądź masy dokonuje się przed i po procesie nalewania cieczy do zbiornika. Możliwe jest także stosowanie innych metod znacznikowania, np. metoda rozcieńczania, gdy do przepływającego medium dodaje się impulsowo lub ciągle substancję zmieniającą barwę, temperaturę lub przewodność medium.

Prawdziwym problemem jest wzorcowanie przepływomierzy o dużych średnicach. Norma [3] dopuszcza wzorcowanie takiego przepływomierza na innych stanowiskach niż stanowisko kontrolne wytwórcy lub przeprowadzenie wzorcowania przepływomierza bezpośrednio u odbiorcy wykorzystując zbiornik lub cysterne użytkownika, ewentualnie używając przepływomierza kontrolnego zainstalowanego w układzie. Wymaganie jest tylko takie, by niepewność wyznaczona na takim stanowisku była zgodna ze sposobem opisanym w normie [3].



Rys. 9.2. Błędy pomiarowe przepływomierza

Fig. 9.2. Flowmeter measurement errors

a) błąd bezwzględny; b) błąd względny. Prezentacja błędów hipotetycznego przepływomierza o zakresie $100 \text{ m}^3/\text{h}$ i klasie 1. Pomiary wykonane jednokrotnie w dziesięciu punktach pomiarowych równo rozłożonych w zakresie przepływomierza. Krzywa kalibracyjna podana przez producenta.

Metoda kalibracji przepływomierza polega na podaniu na przepływomierz 10%, 25%, 50%, 75% i 100% wartości zakresu pomiarowego przepływomierza. Badanie to powinno być przeprowadzone minimum trzy razy. Wyniki pomiaru w każdym punkcie pomiarowym powinny być uśrednione. Różnica między średnią i odpowiednią wartością wzorcową w punkcie powinna zostać podana jako błąd w porównaniu do wzorca. Błąd jest wyrażany w procentach w odniesieniu do zakresu lub wartości mierzonej [7]. Na rysunku 9.2 przedstawiono przykład prezentacji bezwzględnego (część a) i względnego (część b) błędu wielkości mierzonej.

Bibliografia

1. S. Waluś, W. Krieser: *Dobór przepływomierza – zasady ruchu*. Control Engineering Polska, maj 2007, s. 58-65.
2. M. Turkowski: *Przemysłowe sensory i przetworniki pomiarowe*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2002.
3. PN-EN ISO 6817:1996. *Pomiar strumienia masy lub strumienia objętości cieczy przewodzącej w przewodach – Metoda z zastosowaniem przepływomierzy elektromagnetycznych*.

4. M. Miłek: *Metrologia elektryczna wielkości nieelektrycznych*. Oficyna Wydawnicza Uniwersytetu Zielonogórskiego, Zielona Góra 2006.
5. *Industrial flow measurement. Basics and practice*. ABB Automation Products GmbH, 2011.
6. S. Waluś: *Przepływomierze ultradźwiękowe. Metodyka stosowania*. Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 1997.
7. PKN-ISO/IEC Guide 99:2010. *Międzynarodowy słownik metrologii – Pojęcia podstawowe i ogólne oraz terminy z nimi związane (VIM)*.
8. PN-EN 29104:2003. *Pomiar strumienia płynu w przewodach zamkniętych – Metody wyznaczania właściwości przepływomierzy elektromagnetycznych do cieczy*.

Józef WIORA

10. POZIOMOMIERZE

Przemysłowy pomiar poziomu dotyczy zazwyczaj cieczy lub materiałów sypkich. Może być zrealizowany z wykorzystaniem różnych technik pomiarowych. Znane są przyrządy do określania przekroczenia dopuszczalnych limitów lub do określania wartości poziomu pomiędzy fazami, tzn. pomiędzy cieczą i gazem, dwiema niemieszającymi się cieczami, ciałem stałym i gazem oraz ciałem stałym i cieczą. Najczęściej pomiary poziomu wykonuje się, by określić objętość substancji w zbiorniku, jej masę lub procent objętości. Same zbiorniki mogą mieć różne kształty, dlatego współczesne przetworniki pomiarowe umożliwiają podanie ich typu oraz wymiarów, dzięki czemu możliwy jest odczyt wartości wybranej wielkości.

Przetworniki do pomiaru poziomu są produkowane przez wiele firm zajmujących się oprzyrządowaniem instalacji przemysłowych, często nazywanych aparaturą kontrolno-pomiarową (AKP). Różnią się one zasadą działania. Poniżej znajduje się zestawienie najważniejszych typów poziomomierzy. Producenci w swoich prospektach zazwyczaj podają jedynie zalety proponowanych rozwiązań, inżynier zaś powinien dobrać AKP w sposób odpowiedni, zapewniający długotrwałą i bezawaryjną pracę. Nie każdy typ przetwornika nadaje się do każdej aplikacji, dlatego właściwy dobór często jest dokonywany przez specjalistów z długoletnim doświadczeniem. Do czynników, jakie należy brać pod uwagę zaliczyć można: rodzaj mierzonego medium wraz z jego właściwościami fizycznymi i chemicznymi, temperaturę pracy, ciśnienie, zakres pomiarowy, rodzaj zasilania, interfejs przemysłowy, wymaganą dokładność, cenę.

Czasami użytkownik instaluje przetwornik poziomu, by zapewnić bezpieczne warunki pracy. W takich sytuacjach może być wystarczające określenie, czy wartości progowe zostały przekroczone. Takiego typu przetworniki są nazywane sygnalizatorami. Inne, często droższe, dostarczają wartość poziomu bądź inną wielkość

pochodną, tj. masa lub objętość. Poniższy przegląd technik pomiarowych bazuje w głównej mierze na ofertach producentów [1–3], w mniejszej na przeglądzie literaturowym [4–10].

10.1. Sygnalizatory – przetworniki dwustanowe

Przyrządy wykrywające obecność badanej substancji występującej na określonym poziomie mogą być realizowane jako przełącznik **plywakowy**. Pływak umieszczony na ramieniu, po osiągnięciu przez ciecz określonego poziomu, powoduje załączenie mikroprzełącznika. Jest to pomiar bardzo tani. Można go stosować w aplikacjach mało wymagających, takich jak oczyszczalnie ścieków, czy też bardziej zaawansowanych, takich jak wytwarzanie i przetwarzanie energii oraz produkcja oleju i gazu. Pewną modyfikacją są magnetyczne sygnalizatory poziomu. Dzięki umieszczeniu magnesu w pływaku możliwe stało się wyeliminowanie elementów uszczelniających.

Do monitorowania poziomu cieczy można zastosować przełącznik **optoelektroniczny**. Składa się on z diody i fotodiody na podczerwień. Gdy zostanie osiągnięty określony poziom, to zmienia się intensywność oświetlenia fotodiody, co umożliwia wystawienie odpowiedniego sygnału.

Również niedrogim rozwiązaniem jest zastosowanie sygnalizatora **łopatkowego**, stosowanego dla materiałów sypkich. Wolnoobrotowy silnik elektryczny napędza łopatkę. Wykrywane jest zatrzymanie łopatkę, które następuje na skutek zasypania jej przez monitorowane medium.

W **wibracyjnych** sygnalizatorach poziomu wprawia się w ruch widełki kamertonowe. Gdy obserwowana substancja osiągnie poziom widełek, amplituda drgań się zmienia. Jest to analizowane przez system mikroprocesorowy. Taki rodzaj pomiaru jest odporny na zmiany właściwości obserwowanej substancji, dlatego nie jest wymagana kalibracja po zmianie rodzaju substancji. Obszar zastosowań to: przemysł chemiczny, papierniczy, górniczy, spożywczy, kruszywa i materiały sypkie, plastik.

Zmiana właściwości otaczającego czujnik medium jest również wykorzystywana w sygnalizatorach **termodypersyjnych**. W tym przypadku analizowane jest oddawanie ciepła do otoczenia. Takie rozwiązanie jest niedrogi i nie posiada części ruchomych, zmniejszających niezawodność. Znajduje zastosowanie w przemyśle energetycznym, spożywczym, chemicznym i wodno-kanalizacyjnym.

Izolowana sonda **pojemnościowa** umieszczona poziomo w zbiorniku wraz z metalową ścianą zbiornika tworzy kondensator. Gdy substancja osiągnie poziom

sondy, to następuje gwałtowna zmiana pojemności wywołanej zmianą stałej dielektrycznej izolatora. Może być stosowana w małych zbiornikach (do 2 m wysokości) ze względu na brak strefy martwej. Sonda pojemnościowa ma bardzo krótki czas odpowiedzi. Jest odporna chemicznie i mechanicznie. Obszar zastosowań to: przetwarzanie pulpy i papieru, górnictwo, żywność i napoje, skały, piasek, żwir, tworzywa sztuczne, obróbka chemiczna.

Sondą **przewodnościową** mierzy się poziom cieczy przewodzącej. Gdy poziom cieczy osiągnie elektrodę, to przepływa mały prąd pomiędzy tą elektrodą a ściankami zbiornika dając sygnał do układu elektronicznego przetwornika.

Gdy ze względu na bardzo trudne warunki pomiarów (wysokie ciśnienie, temperatura, media toksyczne, agresywne chemicznie, media ścierne, lepkie) nie ma możliwości zastosowania innych rodzajów przetworników, wtedy można zastosować pomiar **izotopowy**. Źródłem promieniowania może być izotop cezu lub kobaltu. Promieniowanie to przenika przez badane medium, w skutek czego ulega absorpcji (pochłonięciu). Detektor promieniowania (np. sonda scyntylicyjna) jest umieszczony po przeciwnej stronie zbiornika. Jest to przetwornik bezinwazyjny o bardzo długim czasie działania. Sygnał z takiego czujnika może dostarczać dodatkowe informacje, takie jak gęstość, stężenie, zawartość suchej masy w cieczy, czy rozdział wielu warstw. Konieczne jest jednak zadbanie o bezpieczeństwo podczas użytkowania materiałów promieniotwórczych oraz spełnienie wymagań legislacyjnych.

Alternatywą dla pomiaru izotopowego może być tzw. **bariera mikrofalowa**. Tutaj również poziomo umieszcza się nadajnik i odbiornik, jednak tym razem fal radarowych. Jest to rozwiązanie tańsze i bezpieczniejsze, o podobnych cechach co przetwornik izotopowy.

10.2. Przetworniki o wyjściu ciągłym

Do określenia dokładnej wartości zgromadzonego medium stosuje się przetworniki, których wyjście niesie informację ciągłą.

Wymieniony wcześniej **plywak** może być również użyty do określenia wartości poziomu cieczy. Istotne jest jednak określenie jego poziomu w sposób automatyczny. Najprostsze rozwiązanie to **potencjometr** przesuwany wraz z ruchem pływaka. Inne realizacje zawierają tzw. przetwornik **magnetostrykcyjny**. Magnetostrykcja to zjawisko zmiany wymiarów geometrycznych materiału ferromagnetycznego pod wpływem pola magnetycznego. Pływak, w którym jest umieszczony magnes, przesuwa

się po pionowo umieszczonym pręcie, przez który płynie prąd. Po podaniu impulsu prądu następuje zaburzenie pola magnetycznego w pobliżu magnesu trwałego i impulsowe skręcenie pręta – efekt Wiedemanna [6]. To skręcenie wywołuje falę mechaniczną, która jest propagowana do czujnika umieszczonego przy przetworniku elektrycznym. Czas przelotu fali pozwala na określenie położenia pływaka. Jest to rozwiązanie wysoce niezawodne i bardzo dokładne. Znajduje zastosowanie w przemyśle petrochemicznym, chemicznym, energetycznym, wodno-kanalizacyjnym, spożywczym, farmaceutycznym, biotechnologicznym i morskim.

Przetwornik **radarowy** wysyła falę elektromagnetyczną w postaci impulsów lub modulowanej fali od góry w kierunku mierzonej substancji. Częstotliwość sygnału wynosi 5 do 25 GHz. Na granicy faz następuje odbicie. Mierzy się bądź czas przelotu impulsu, bądź przesunięcie częstotliwości. Taki rodzaj pomiaru jest bezkontaktowy, dlatego oblepianie się czujnika nie stanowi problemu. Wynik jest niezależny od temperatury, ciśnienia i składu substancji. Sposób rozchodzenia się fali uzależniony jest od typu zastosowanej anteny. Mogą występować problemy w przypadku cieczy, która jest mieszana w zbiorniku, lub usypania się stożka, gdyż fala może powędrować w innym kierunku i nie powrócić do przetwornika. Może również pojawić się problem z odbiciami od ścian zbiornika. Jest to rozwiązanie raczej drogie. Taki przetwornik nie może być stosowany w przypadku materiałów o małej stałej dielektrycznej.

Przetwornik **ultradźwiękowy** działa w sposób zbliżony do radarowego, z tą różnicą, że emitowany jest impuls dźwiękowy będący falą mechaniczną, a nie impuls elektromagnetyczny. Odbicie następuje od granicy faz pomiędzy materiałami o różnym oporze akustycznym. Jest to również pomiar bezstykowy, w którym nie występują elementy ruchome. Nie potrzeba również wykonywać kalibracji po zmianie mierzonego materiału. Działa w aplikacjach o wysokim zapyleniu, z przezroczystą oraz zanieczyszczoną cieczą, nawet w przypadku, gdy sonda jest zabrudzona. Znajduje zastosowanie w przemyśle chemicznym, górniczym, spożywczym, papierniczym, wodno-ściekowym, w hutnictwie, przy kruszywach i w kamieniołomach oraz przy wytwarzaniu energii. Znane są również rozwiązania, w których przetwornik montowany jest na spodzie zbiornika z cieczą.

Radarowa sonda poziomu z **falowodem** wykorzystuje pomiar przelotu fali elektromagnetycznej w falowodzie. Fala biegnie od przetwornika umieszczonego nad zbiornikiem w dół. Na granicy faz pomiędzy powietrzem a substancją, której poziom jest mierzony, następuje częściowe odbicie fali, zależne od zmiany stałej dielektrycznej. Możliwy jest pomiar zarówno poziomu jak i rozdziału warstw substancji. Wykorzystanie falowodu daje wysoką odporność na zakłócenia. Wynik pomiaru nie jest

zależny od ciśnienia, zapylenia, gęstości i w bardzo małym stopniu jest zależny od temperatury. Sam falowód może być sztywny (prętowy) lub elastyczny (taśmowy). Takie przetworniki stosowane są w przemyśle petrochemicznym, farmaceutycznym, energetycznym, papierniczym, hutniczym, chemicznym, spożywczym i morskim.

Przetwornik **laserowy** wykorzystuje pomiar czasu przelotu wiązki świetlnej od nadajnika do mierzonej powierzchni i z powrotem. Zakres pomiarowy dla cieczy wynosi od ok. 0,5 m do 30 m, zaś dla ciał stałych – do 100 m z dokładnością wynoszącą 2 cm. Może pracować w trudnych warunkach, nawet wybuchowych. Znajdują zastosowanie w górnictwie, przy produkcji kruszyw i nawozów, w przetwórstwie chemicznym, wytwarzaniu energii, w przemyśle spożywczym, papierniczym i petrochemicznym.

Sonda **pojemnościowa** wykorzystuje pomiar pojemności elektrycznej, która powstaje pomiędzy izolowaną elektrodą sondy umieszczonej pionowo w zbiorniku a metalową ścianą zbiornika. Pojemność ta jest proporcjonalna do wysokości słupa cieczy. Ma cechy podobne do pojemnościowego czujnika dwustanowego. Częstotliwość użyta do określenia impedancji obwodu pomiarowego może być bardzo wysoka – mówi się wtedy o przetwornikach RF (z ang. *radio frequency*).

Przetwornik **hydrostatyczny** mierzy różnicę ciśnień występujących na spodzie i górze zbiornika. Jeśli zbiornik jest napełniony cieczą, to mamy do czynienia z ciśnieniem hydrostatycznym proporcjonalnym do wysokości i gęstości cieczy. Ten rodzaj pomiaru poziomym może być wykonywany, gdy gęstość substancji jest niezmienna. Przy pomiarze masy przetwornik jest odporny na występowanie piany. Może służyć do określania masy substancji zastępując wagę tensometryczną. Tego typu przetworniki są bardzo popularne – niektóre źródła podają, że stanowią 75% zastosowań [8]. Prostsze rozwiązania zawierają czujnik ciśnienia umieszczony jedynie na spodzie zbiornika. Takie rozwiązanie jest wystarczające, gdy zbiornik jest otwarty [10].

Pomiar z użyciem sondy poziomej z **serwosterowaniem i pływakiem** polega na dowolnym opuszczaniu pływaka w dół zbiornika. Pływak zawieszony jest na linie nawiniętej na bęben. Gdy pływak osiągnie poziom cieczy, ze względu na siły wyporu, siła działająca na linę ulega zmniejszeniu. Za pomocą czujników Halla mierzony jest moment obrotowy bębna, który ulega zmianie. Taki pomiar cechuje się bardzo dużą dokładnością i powtarzalnością, co pozwoliło na uzyskanie aprobaty Głównego Urzędu Miar do stosowania w zbiornikach legalizowanych i akcyzowych [2].

Podobnie działa **elektromechaniczna** sonda poziomej, którą stosuje się do materiałów sypkich. Tym razem z bębna rozwijana jest taśma zakończona obciążnikiem. Obroty bębna zliczane są metodą optyczną. Ta metoda pomiaru pozwala mierzyć w zakresie do 70 m wysokości, również w warunkach wysokiego zapylenia.

Znane są również **taśmy rezystancyjne**. Są one zbudowane ze spiralnie nawiniętego drutu oporowego umieszczonego pionowo obok przewodnika. Całość umieszczona jest w elastycznej obudowie. Nad powierzchnią cieczy drut oporowy nie dotyka przewodnika, zaś pod powierzchnią następuje ich zetknięcie. Im wyższy poziom cieczy, tym mniejsza rezystancja czujnika, która jest mierzona przez przetwornik.

W celu zwiększenia dokładności, pomiary poziomu materiałów sypkich mogą zostać wzbogacone o skanery 3D powierzchni. Producenci próbują stosować wiązkę świetlną lub ultradźwiękową. Ze względu na często towarzyszące materiałom sypkim zapylenie oraz odbicia od nieregularnych ziaren sygnał może nie wrócić do czujnika. Jest to powodem problemów z dokładnym odwzorowaniem badanej powierzchni. W związku z tym niektórzy producenci wycofali z ofert tego typu rozwiązania, np. Rosemount 5708 firmy Emerson Electric.

10.3. Zakłócenia

Na mierzoną wielkość (poziom, objętość, masę), w zależności od stosowanej techniki pomiaru, mogą mieć wpływ różne czynniki zakłócające. Najistotniejszym jest temperatura zmieniająca gęstość substancji mierzonej. Kolejnym jest rozwarstwienie powodujące powstanie kilku frakcji o różnej gęstości. Często występująca piana utrudnia określenie wartości poziomu substancji ciekłej w powietrzu. Sedymentacja zawiesin może powodować, że pomiędzy fazą stałą a cieczą wystąpi muł utrudniający jednoznaczne określenie poziomu zmian faz [8]. Często występujące w zbiornikach mieszanie powoduje zaburzenie powierzchni i trudności z określeniem właściwego poziomu. Te i wiele innych czynników musi być wziętych pod uwagę podczas doboru właściwego typu poziomomierza [9].

10.4. Konfigurowanie

Współczesne przemysłowe przetworniki pomiarowe zaliczamy do inteligentnych (ang. *smart/intelligent transducers/transmitters*). Cechują się one możliwością konfigurowania lokalnego, zdalnego, bądź obu jednocześnie. Mają możliwość wyboru wielkości mierzonej i przesyłania informacji za pośrednictwem wybranego protokołu komunikacyjnego.

Konfigurowanie w zamyśle projektantów nie jest czynnością wykonywaną często, dlatego czynność ta może być czasochłonna. Konfiguracja lokalna przy użyciu kilku przycisków umieszczonych najczęściej wewnątrz obudowy wymaga jej otwarcia lub użycia specjalnych magnetycznych wskaźników. Istotne również jest, by takiej konfiguracji nie robiły osoby postronne, stąd znajdujące się tam zabezpieczenia. Do dyspozycji inżyniera dostępne jest bogate menu. Aby poruszać się w nim swobodnie, konieczne jest zapoznanie z dokumentacją techniczną przetwornika.

Konfiguracja zdalna możliwa jest dzięki zaimplementowaniu cyfrowego interfejsu przemysłowego takiego jak HART, Profibus, Foundation Fieldbus, Modbus. Do programowania używa się specjalnych przenośnych modemów lub oprogramowania zainstalowanego na komputerze PC dostarczanego przez producenta przetwornika. W dokumentacji technicznej zawarte są informacje o dostępnych rejestrach i możliwych do wprowadzenia i odczytania wartościach wraz z ich znaczeniami. Program komputerowy zazwyczaj posiada funkcjonalności ułatwiające obsługę, w tym rozbudowaną pomoc.

Rejestry przetwornika zawierają informacje o wartości mierzonej oraz wielkościach pomocniczych. Mogą zawierać informacje o warunkach pomiaru, wymiarach geometrycznych związanych z mierzonym medium (np. wymiary zbiornika). W rejestrach może być przechowywana krzywa linearyzacyjna. Możliwy jest też wybór zakresu pomiarowego, wielkości mierzonej (poziom, masa, objętość), jej jednostki (SI, imperialne). Sekwencja wprowadzanych do rejestrów kodów może uruchomić procedury zerujące. Dokumentacje techniczne zawierają również opis, jak przeprowadzić kalibrację przetwornika.

Bibliografia

1. ABB. *Measurement and Analytics. Level products. Measurement made easy.* Level-EN Rev. B 01.2018.
2. Endress+Hauser. *Pomiary i sygnalizacja poziomu.*
<https://www.pl.endress.com/pl/Produkty/Pomiar-i-sygnalizacja-poziomu> [dostęp: 21.10.2019].
3. C. Bengtsson: *The Engineer's Guide to Level Measurement.* Emerson, 2013.
4. M. Miłek: *Metrologia elektryczna wielkości nieelektrycznych. Rozdz. 5. Pomiary poziomu.* Uniwersytet Zielonogórski, Zielona Góra 2006.
5. S. Milligan, H. Vandelinde, M. Cavanagh: *Understanding Ultrasonic Level Measurement.* Momentum Press, New York 2013.

6. J. Fraden: *Handbook of Modern Sensors. Ch. 7. Position, Displacement, and Level.* Springer, New York 2010.
7. D. Gillum: *Industrial Pressure, Level, and Density Measurement*, ISA, 2009.
8. C. Smith: *Basic Process Measurements. Ch. 4. Level and Density.* John Wiley and Sons, New Jersey 2009.
9. B. Lipták: *Instrument Engineers' Handbook, Vol. 1: Process Measurement and Analysis. Ch.3. Level Measurement.* CRC Press, Boca Raton 2003.
10. A. Morris: *Measurement and Instrumentation Principles. Ch.17. Level measurement.* Butterworth-Heinemann, Oxford 2001

Alicja WIORA

11. POMIARY POTENCJOMETRYCZNE STĘŻENIA JONÓW

Symbol	Jednostka	Znaczenie
a_i	1	aktywność składnika „i” roztworu
a_0	1	granica wykrywalności (oznaczalności)
c_i	M, mol/L, mol/dm ³	stężenie molowe składnika „i” roztworu
$c\% i$	%	stężenie procentowe składnika „i”
E, E^0	mV	potencjał elektrody (ogniwa pomiarowego), potencjał standardowy elektrody
F	C/mol	stała Faradaya, $F=96485 \frac{C}{mol}$
f_i	1	molalnościowy współczynnik aktywności składnika „i” roztworu
K_{AB}^{Pot}	1	potencjometryczny współczynnik selektywności na jon główny A w obecności jonu zakłócającego B
K_W	1	iloczyn jonowy wody, wynika ze stałej dysocjacji
M_i	g/mol, kg/mol	masa molowa składnika „i”
m_i	g, kg	masa składnika „i”
m_i^*, m^0	mol/kg	stężenie molalne składnika „i”, molalność standardowa, $m^0=1 \text{ mol/kg}$
n_i	mol	liczba moli składnika „i”
R	J/(mol·K)	stała gazowa, $R=8,314 \frac{J}{mol \cdot K}$
S	mV/pH, mV/dekadę	czułość elektrody pomiarowej
T	K	temperatura bezwzględna
V	L, dm ³ , m ³	objętość
z	1	liczba ładunków, które posiada jon
φ_i	1	ułamek/udział składnika „i” w mieszaninie
ρ	g/L, kg/m ³	gęstość

Woda użytkowa, woda technologiczna, ścieki, ciekłe reagenty dopływające do reaktora oraz ciekłe produkty reakcji wypływające z reaktora niejednokrotnie wymagają kontroli składu cieczy. Kontrola taka jest prowadzona w celu określenia np. jakości oczyszczonej wody, stopnia przereagowania składników w reaktorze, regulacji przepływu medium zobojętniającego. Kontrolę można prowadzić ręcznie (analitycznie) poprzez pobieranie próbek do laboratoriów lub automatycznie umieszczając elektrodę pomiarową bezpośrednio w badanej cieczy [1].

Metody potencjometryczne, zwłaszcza pomiar pH, najczęściej stosowane są w ochronie środowiska, medycynie i przemyśle. Metody te pozwalają na bezpośredni pomiar wartości stężenia jakiegoś składnika lub pomiar pośredni poprzez miareczkowanie potencjometryczne. Pomiar bezpośredni jest wygodny z tego względu, że czujnik można umieścić bezpośrednio w badanej cieczy. Czujnik jest przetwornikiem stężenia na napięcie, którego wartość można przesyłać dowolną magistralą pomiarową do operatora [2].

11.1. Wielkość mierzona i układ pomiarowy

Skład cieczy, czyli rodzaj składników i ich ilość, wyrazić można poprzez określenie zawartości poszczególnych składników w tejże cieczy. W chemii analitycznej zawartość składnika wyraża się najczęściej jako stężenie molowe, molalne, normalne lub bezwymiarowo jako stężenie procentowe bądź ułamek (udział) molowy, masowy czy też objętościowy składnika w mieszaninie. W tabeli 11.1 zebrano najważniejsze definicje stężeń stosowanych w analizie chemicznej.

Istnieje wiele metod, dzięki którym można pozyskać informację o jakości przepływającego medium. Najprostszymi i stosunkowo tanimi w zastosowaniu są metody elektrochemiczne, w tym potencjometria. Elektrody pomiarowe można w łatwy sposób umieścić w pętli sterowania jako elementy odpowiedzialne za dostarczanie sygnału pomiarowego.

Jak już powiedziano, potencjometria jest metodą pomiaru stężenia jonów, a ściślej ich aktywności przede wszystkim w roztworach wodnych. Zależność między aktywnością a stężeniem przedstawia równanie:

$$a_A = f_A \frac{m_A^*}{m^{\circ}} \quad (11.1)$$

Jednym z problemów w chemii analitycznej jest określenie wartości współczynnika aktywności f_A dla jonu A w zależności m.in. od stężenia różnych jonów w mieszaninie.

Powstało wiele równań opisujących współczynnik aktywności. Jedną z pierwszych propozycji jest model Debye'a-Hückela. Tutaj dla uproszczenia można przyjąć, że dla stężeń poniżej $0,01 \text{ mol/dm}^3$ współczynnik aktywności $f = 1$. Można przyjąć także drugie założenie, że dla roztworów wodnych rozcieńczonych wartość liczbowa stężenia molowego będzie równa stężeniu molalnemu. Bazując na tych dwóch uproszczeniach przyjmuje się, że wartości aktywności i stężenia molowego są sobie równe (pomijając jednostkę, która jest różna) [3].

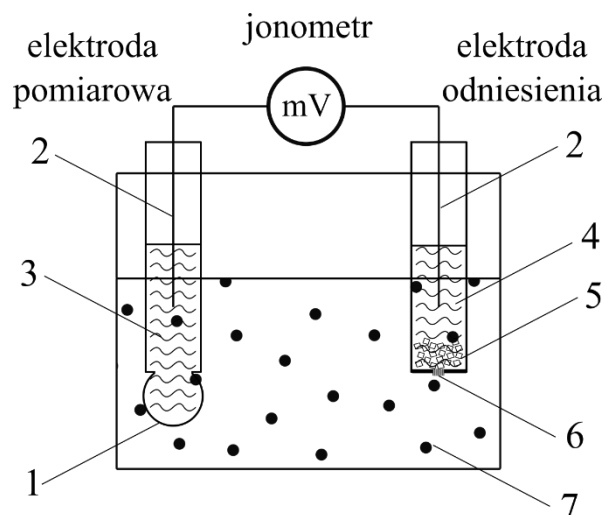
Tabela 11.1

Definicje stężeń najczęściej stosowanych w analizie chemicznej

Nazwa	Wzór	Jednostka	Oznaczenia/Uwagi
stężenie molowe składnika A, molarność	$c_A = \frac{n_A}{V_{\text{roztworu}}}$ $n_A = \frac{m_A}{M_A}$	mol/L, mol/dm ³ , M	n – liczba moli, mol V – objętość roztworu, dm ³ lub L m – masa substancji, g M – masa molowa substancji, g/mol
stężenie molalne, molalność	$m_A^* = \frac{n_A}{m_{\text{wody}}}$	mol/kg wody	m_{wody} – masa rozpuszczalnika, najczęściej wody
stężenie procentowe masowe	$c_{\%A} = \frac{m_A}{m_{\text{roztworu}}} \cdot 100$	%	stężenia procentowe molowe i objętościowe oblicza się analogicznie
ułamek wagowy	$\varphi_A = \frac{m_A}{m_{\text{roztworu}}}$	1	powiązany ze stężeniem procentowym; ułamek molowy i objętościowy oblicza się analogicznie
gęstość roztworu	$\rho_{\text{roztworu}} = \frac{m_{\text{roztworu}}}{V_{\text{roztworu}}}$	g/L, kg/m ³	niezbędna do przeliczania stężeń

Miarą stężenia danego jonu w roztworze jest różnica potencjałów dwóch elektrod zanurzonych w tej samej cieczy. Różnica ta (siła elektromotoryczna SEM) mierzona jest miliwoltomierzem zwanym jonometrem. Na rysunku 11.1 przedstawiono układ pomiarowy. Elektroda pomiarowa, inaczej elektroda wskaźnikowa, jonoselektywna lub ISE, pełni rolę czujnika. Elektroda odniesienia, inaczej referencyjna, charakteryzuje się stałym potencjałem w stałej temperaturze i stanowi punkt odniesienia dla zmieniającego się potencjału na elektrodzie pomiarowej. Pomiar potencjometryczny jest pomiarem bezprądowym, tzn. że między elektrodami nie przepływa prąd elektryczny, a mierzona różnica potencjałów wywołana jest jedynie gromadzeniem się poszczególnych jonów roztworu przy poszczególnych elektrodach. Elektrody pomiarowe i odniesienia mają bardzo wysoką impedancję. W przypadku elektrod pomiarowych z membraną szklaną

rezystancja membrany wynosi od 100 do 1000 M Ω . Rezystancja klucza elektrolitycznego wynosi najczęściej 0,5–1 k Ω . W celu zabezpieczenia układu przed przepływem prądu wywołującego polaryzację elektrod impedancja wewnętrzna wzmacniacza miliwoltomierza (jonometru, pH-metru) powinna być min. 3 rzędy wyższa od impedancji elektrody pomiarowej. Wzmacniaczem dedykowanym do pomiarów potencjometrycznych jest m.in. INA 116 firmy Texas Instruments, którego impedancja wejściowa wynosi 10^{15} Ω [2].



Rys. 11.1. Układ do pomiarów metodą potencjometryczną

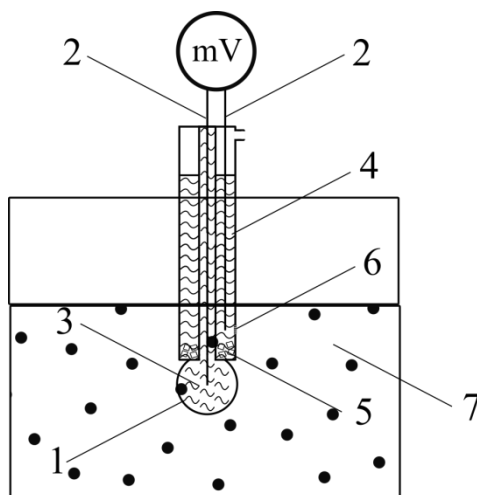
Fig. 11.1. System for measurements using the potentiometric method

1 – membrana jonoczuła; 2 – elektroda odniesienia wyprowadzająca; 3 – roztwór wewnętrzny o znanym składzie; 4 – nasycony roztwór KCl; 5 – kryształki KCl; 6 – klucz (łącznik) elektrolityczny; 7 – roztwór badany (próbka)

Najstarszą znaną elektrodą do pomiarów potencjometrycznych jest elektroda z membraną szklaną. Szklana membrana jest cienką bańką zbudowaną z SiO₂ (od 60-80%) oraz innych tlenków w zależności od przeznaczenia elektrody. W przypadku elektrod phametrycznych dodatkowymi składnikami są Na₂O i CaO. Elektrody szklane z reguły są czułe na jony jednowartościowe. Najpopularniejsze elektrody to elektrody do pomiaru pH roztworu. Często spotkać można elektrody do pomiaru Na⁺, rzadziej K⁺, Li⁺ oraz Ag⁺. Elektrody z innymi rodzajami membran to elektrody z membraną krystaliczną i ciekłą. W zastosowaniach medycznych spotkać można mikroelektrody, ISFETy i biosensory. Rozwiązania te są dedykowane do specjalnych zastosowań głównie ze względu na ich ograniczony czas życia [3].

Elektrody pH ze szklaną membraną mają możliwość łączenia elektrody odniesienia i pomiarowej w jednym korpusie. Schemat elektrody zespolonej przedstawiono na

rysunku 11.2. Elektroda taka nie wymaga już osobnej elektrody odniesienia i jako jeden element stanowi pełne ogniwo pomiarowe. Rozwiązanie to jest tak popularne, że w praktycznych zastosowaniach, zwłaszcza w przemyśle, do pomiaru pH roztworu stosuje się niemal tylko takie elektrody.



Rys. 11.2. Układ do pomiarów metodą potencjometryczną z elektrodą zespoloną
Fig. 11.2. System for measurements using the potentiometric method with a combined electrode

1 – membrana jonoczuła; 2 – elektroda odniesienia wyprowadzająca; 3 – roztwór wewnętrzny o znanym składzie; 4 – nasycony roztwór KCl; 5 – kryształki KCl; 6 – klucz (łącznik) elektrolityczny; 7 – roztwór badany (próbka)

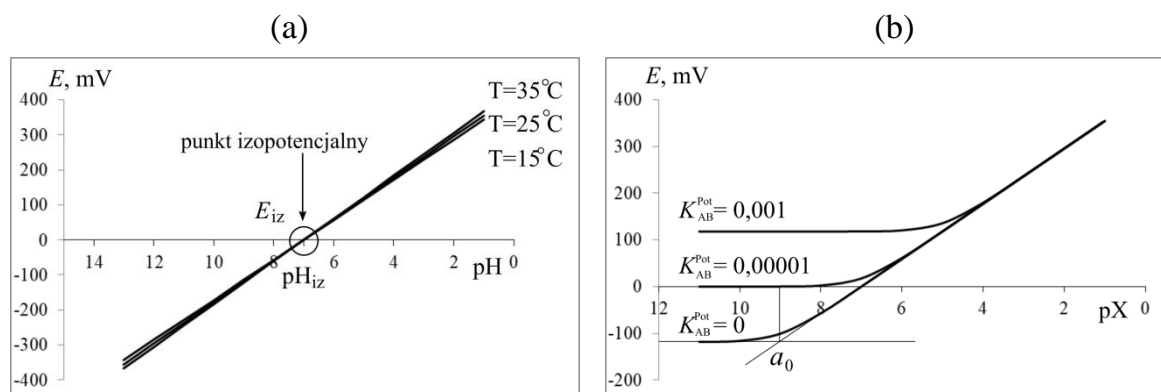
Zależność między aktywnością jonów w roztworze a wartością siły elektromotorycznej SEM mierzonej jonometrem opisuje równanie Nernsta [2]:

$$E = E^0 + \frac{RT}{zF} \ln a_{\text{H}^+} \quad (11.2)$$

Na rysunku 11.3a przedstawiono charakterystykę elektrody pomiarowej. Równanie Nernsta jest najprostszym równaniem, które jest najpowszechniej stosowane w potencjometrii. Dodatkowe właściwości ogniwa pomiarowego, takie jak czułość na jony zakłócające j czy występowanie granicy wykrywalności (oznaczalności) a_0 , opisywane są przez inne równania bazujące na równaniu Nernsta. Jednym z prostszych jest równanie Nikolskiego-Eisenmana [4].

$$E = E^0 + \frac{RT}{zF} \ln \left[a_A + \sum_{j \neq A} K_{Aj}^{\text{Pot}} (a_j)^{z_A/z_j} + a_0 \right] \quad (11.3)$$

Charakterystykę elektrody ISE według tego równania przedstawiono na rysunku 11.3b.



Rys. 11.3. Charakterystyka elektrody ISE
Fig. 11.3. Characteristics of the ISE electrode

a) wyznaczona według równania Nernsta dla trzech różnych temperatur z zaznaczonym punktem izopotencjalnym; b) wyznaczona według równania Nikolskiego-Eisenmana dla trzech różnych współczynników selektywności przy $T = 25^\circ\text{C}$ i $c_B = 0,01\text{ M}$ oraz z zaznaczoną granicą wykrywalności $a_0 = 10^{-9}$ ($\text{pX} = \text{pA}$)

Wartość pH roztworu opisuje zależność:

$$\text{pH} = -\log_{10} a_{\text{H}_3\text{O}^+} \quad (11.4)$$

Jest ona prawdziwa tylko dla pH od 2 do 12. Analogicznie do pH definiuje się pX, gdzie X oznacza aktywność dowolnego jonu. Właściwa definicja pH opiera się na pomiarze pH metodą potencjometryczną z użyciem elektrody wodorowej (elektroda platynowa omywana stałym strumieniem gazowego wodoru) [5].

Skala pH wynika z iloczynu jonowego wody K_w powiązanego ze stałą dysocjacji. Gdy woda jest całkowicie czysta, cząsteczki wody dysocjują samorzutnie według reakcji:



Stężenie jonów jest stałe w danej temperaturze, a ich iloczyn jonowy zapisać można według równania:

$$K_w = a_{\text{H}_3\text{O}^+} \cdot a_{\text{OH}^-} \quad (11.6)$$

W temperaturze 25°C wartość $K_w = 10^{-14}$, stąd $\text{p}K_w = 14$. Na podstawie równania (11.6) przyjęto skalę pH od 0 do 14, gdzie:

- roztwory o wartości pH od 0 do 6 to kwasy,
- roztwory o $\text{pH} = 7$ to roztwory obojętne,
- roztwory o pH od 8 do 14 to zasady.

Wraz ze wzrostem temperatury K_w rośnie, dlatego w temperaturze 0°C wartość $\text{p}K_w = 15$ (pH obojętne wynosi 7,5), a w temperaturze 60°C wartość $\text{p}K_w = 13$ (wartość pH obojętne wynosi 6,5) [6]. Możliwe jest przyjmowanie wartości pH ujemnych lub powyżej 14, np. w przypadku super kwasów i super zasad, gdzie stosuje się inne skale.

11.2. Wielkości wpływające na wynik pomiaru

Z równania (11.2) wynika, że w stałej temperaturze wartość SEM ogniwa zależy będzie tylko od stężenia jonów wodorowych. Niestety równanie to nie uwzględnia wielu czynników wpływających bezpośrednio na pomiar. Należy pamiętać, że ogniwo pomiarowe podaje informacje o różnicy potencjałów (SEM) między elektrodami: pomiarową i odniesienia. Użytkownika zaś interesuje wartość stężenia wybranego jonu. Dlatego do obliczenia stężenia konieczne jest użycie równania Nernsta lub innej podobnej zależności. Wielkości wpływające na wynik można podzielić na te wynikające z metody pomiaru i te wynikające z techniki pomiaru.

Źródła błędów wynikające z metody pomiaru to m.in. temperatura, jakość kalibracji, właściwości ogniwa pomiarowego, skład próbki.

Temperatura – ma bezpośredni i pośredni wpływ na pomiar. Z równania Nernsta wynika, że zależność między SEM i temperaturą jest wprost proporcjonalna. Nachylenie charakterystyki $S = \frac{RT}{zF} \cdot \ln 10$ w temperaturze 25°C wynosi 56,12 mV/dekadę (mV/pH) dla jonów jednowartościowych. Wraz ze wzrostem temperatury nachylenie charakterystyki rośnie: w temperaturze 20°C $S = 58,16$ mV/pH, a w temperaturze 40°C wartość S wynosi 62,13 mV/pH.

Temperatura wpływa także pośrednio na wartość stężenia jonów, gdyż od temperatury zależą: gęstość roztworu, potencjał standardowy elektrody, współczynniki dyfuzji jonów i wynikający z tego czas odpowiedzi.

Z temperaturą powiązany jest tzw. punkt izopotencjalny (pH_{iz}). Punkt ten jest charakterystyczny dla każdego z ogniw pomiarowych. Charakteryzuje się tym, że wartość SEM ogniwa w tym punkcie (E_{iz}) jest stała dla dowolnej temperatury, co przedstawiono na rysunku 11.3a. Najczęściej pH_{iz} jest równe wartości pH roztworu wewnętrznego elektrody pomiarowej. Jeśli wyprowadzające elektrody odniesienia obu półogniw są identyczne oraz stężenie roztworów wewnętrznego elektrody (półogniwa) ISE i próbki są identyczne, a mimo to $E_{iz} \neq 0$ mV, to oznacza, że pojawił się tzw. potencjał asymetrii [5].

Wzorce – mają bezpośredni wpływ na pomiar. Są one niezbędne do kalibracji ogniwa pomiarowego. Dopuszcza się zmianę nachylenia S charakterystyki o $\pm 10\%$ w danej temperaturze. Tolerancja ta wynika z wielu czynników, m.in. z technologii wytwarzania elektrod oraz ich czasu i warunków użytkowania. Najpowszechniej stosowane kalibracje, to:

- kalibracja jednopunktowa – pomiar potencjału wykonywany jest dla jednego wzorca stężenia. Najczęściej wykonuje się ją w celu kontroli potencjału elektrody,

czyli czy wartość potencjału ogniwa E^0 nie zmieniała się znacząco w czasie od ostatniej kalibracji. Zakłada się, że S jest niezmienne.

- kalibracja dwupunktowa – pomiar potencjału ogniwa pomiarowego wykonywany jest dla dwóch wzorców stężenia. W wyniku kalibracji oblicza się E^0 oraz S z równań (11.2) lub (11.3). Wartości E^0 oraz S zmieniają się w czasie na skutek starzenia się elektrod. Kalibracja ta jest stosunkowo tania i wystarczająco dokładna do większości zastosowań. Wzorce do kalibracji wybiera się tak, aby wyniki pomiarów znajdowały się w obszarze pomiędzy punktami kalibracyjnymi.
- kalibracja wielopunktowa – pomiar wykonuje się minimum w pięciu wzorcach stężeń. W wyniku kalibracji oblicza się E^0 i S dla elektrody oraz dodatkowo można obliczyć współczynniki selektywności na jony zakłócające i granicę wykrywalności ogniwa. Kalibrację tę wykonuje producent elektrody. Użytkownik wykonuje ją wtedy, gdy istnieje taka potrzeba. Kalibracja wielopunktowa jest czasochłonna i kosztowna, daje jednak największą dokładność pomiaru i najwięcej informacji o ogniwie pomiarowym.

Częstość wykonywania kalibracji zależy od rodzaju elektrody i celu pomiaru. Bierze się tu pod uwagę wymaganą dokładność pomiaru, jego znaczenie, czy też naturalne dryfty układu pomiarowego wynikające ze starzenia się elektrody. Przykładowo w medycynie w analizatorach elektrolitów kalibracja wykonywana jest dwukrotnie – bezpośrednio przed i bezpośrednio po pomiarze. W oczyszczalni ścieków natomiast kalibracja elektrody do pomiaru pH wody po oczyszczeniu może być wykonywana raz na kilka miesięcy.

Wzorcami stosowanymi w potencjometrii są dostępne komercyjnie roztwory buforowe (bufory) o znanym pH i dopuszczalnym błędzie pH. Roztwory buforowe są mieszaniną dwóch składników - słabego kwasu lub słabej zasady z ich solą z mocną zasadą lub mocnym kwasem, np. będzie to mieszanina kwasu octowego i octanu sodu (sól powstała w wyniku reakcji słabego kwasu octowego i wodorotlenku sodu jako mocnej zasady). Na skutek powstałych w mieszaninie równowag, bufory charakteryzują się prawie niezmiennym pH nawet po dodaniu do roztworu wody lub mocnych kwasów czy zasad. Oczywiście pojemność buforów jest ograniczona i w przypadku wyjątkowo dużych wymagań co do jakości wzorców bufory do kalibracji używa się jednokrotnie.

W przypadku kalibracji ogniw innych niż do pomiaru pH, wzorce dostępne są komercyjnie lub przygotowywane są przez laboranta wykonującego kalibrację. Wzorce wykonywane są z odczynników odpowiedniej czystości, najczęściej klasy cz.d.a. (czysty do analizy), których czystość jest zbliżona do wartości 100%. Świadectwo jakości odczynnika dostarczane jest przez producenta odczynnika. Wzorce wykonuje

się przez odważenie odpowiedniej masy odczynnika na wadze o dużej dokładności i odpowiedniej rozdzielczości, przeniesienie odczynnika do kolby miarowej, uzupełnienie jej do kreski miarowej i staranne wymieszanie zawartości. Kolejne wzorce o mniejszym stężeniu można wykonywać poprzez rozcieńczanie pierwotnego wzorca. Procedura przygotowywania wzorca powinna mieć na celu uzyskanie takich wzorców, które charakteryzowałyby się możliwie najmniejszą wartością niepewności uzyskanego stężenia [7].

Jony zakłócające – mają bezpośredni i pośredni wpływ na wynik pomiaru. Intuicyjne jest, że jeśli elektroda pomiarowa przeznaczona jest do pomiarów danego jonu, np. jonów sodu (Na^+), to nie będzie czuła na inne jony, np. jony potasu (K^+). Tak niestety nie jest. W równaniu Nikolskiego-Eisenmana (11.3) uwzględniony jest wpływ jonów zakłócających poprzez wprowadzenie potencjometrycznego współczynnika selektywności K_{ij}^{Pot} . Stanowi on ilościowy opis selektywności elektrody pomiarowej, czyli czułości elektrody na jon główny w obecności jonów zakłócających. Jego wartość waha się pomiędzy 1 a 0. Wartość $K_{ij}^{\text{Pot}} = 1$ mówi, że elektroda jest tak samo czuła na jon A jak i na jon B. Wartość $K_{ij}^{\text{Pot}} = 0$ mówi o nieskończonej selektywności na jon A i całkowity brak wpływu jonu B na wynik pomiaru. Wartość pośrednia, np. $K_{ij}^{\text{Pot}} = 10^{-3}$ mówi, że elektroda jest 1000 razy bardziej czuła na jon A niż na B, czyli stężenie jonu B musi być 3 rzędy wyższe niż stężenie jonu A, aby SEM ogniwa zmierzona jonometrem była taka sama (rysunek 11.3b). Możliwe jest przyjmowanie wartości $K_{ij}^{\text{Pot}} > 1$, jednak wtedy przyjmuje się, że elektroda jest bardziej czuła na jon B niż na jon A. Ograniczenie wpływu jonów zakłócających następuje poprzez dobór elektrod o dużej selektywności na dany jon główny, czyli K_{ij}^{Pot} powinno być możliwie małe, lub poprzez eliminację jonów zakłócających.

Dolna granica wykrywalności (oznaczalności) – w potencjometrii przyjęta jako wartość stężenia jonu głównego, dla której czułość spada poniżej pewnej wartości. Granicę wykrywalności wyznacza się graficznie jak na rysunku 11.3b. Poniżej pewnej wartości stężenia zmiana tego stężenia nie jest już rejestrowana przez elektrodę pomiarową. Granica wykrywalności przyjęta w potencjometrii nie może być definiowana w ten sam sposób jak w innych technikach analitycznych, gdzie granica wykrywalności odpowiada poziomowi sygnału przekraczającemu trzykrotnie poziom szumu [4].

Górna granica wykrywalności (oznaczalności) – jest praktycznie pomijana ze względu na fakt, że elektrody wskazują poprawnie wartość potencjału aż do momentu osiągnięcia przez roztwór badany stanu nasycenia. Błędy w interpretacji wyniku

pojawiają się na skutek nieuwzględnienia przez laboranta m.in. współczynników aktywności, o których była mowa wcześniej.

Inaczej wygląda przypadek elektrod do pomiaru pH. Skrajne wartości charakterystyki elektrody szklanej, czyli dla pH bliskich 0 i 14, odchylają się od funkcji liniowej – czułość elektrody spada. Gdy pH jest mniejsze od 2 pojawia się błąd kwasowy wynikający z obniżonej aktywności jonów wodorowych na tej samej zasadzie jak w przypadku innych jonów. Korekta wyniku wymaga zastosowania współczynnika aktywności. Gdy pH jest większe od 10 lub 12 (w zależności od składu membrany) pojawia się błąd zasadowy (sodowy). Elektroda z membraną szklaną zaczyna pracować jak elektroda sodowa, czyli zaczynają mieć wpływ skończone wartości współczynników selektywności. Na potencjał elektrody będą mieć wpływ zarówno jony wodorowe, których jest bardzo mało, jak i jony sodu lub potasu, których jest kilka lub kilkanaście rzędów więcej niż jonów wodorowych. Sposobem na poprawę wyniku pomiaru jest zastosowanie specjalnego szkła na membrany (np. litowego) lub wykonanie pomiaru pH innymi lub pośrednimi metodami.

Osobne zagadnienie stanowią błędy wynikające z techniki pomiaru.

Temperatura: różnica temperatury między czujnikiem i badanym roztworem, niestabilizowane temperaturowo mierniki, czy też zmieniająca się temperatura w czasie pomiaru wnoszą błąd, którego wartość nie będzie możliwa do oszacowania. Dlatego, w celu zminimalizowania wpływu różnicy i niestabilności temperatury, należy włączać wcześniej urządzenia pomiarowe, zadbać o to, by kalibrację ogniwa we wzorcach przeprowadzić w takiej samej temperaturze jaką ma roztwór badany oraz najlepiej stabilizować temperaturę badanych roztworów w łaźni wodnej.

Temperatura wpływa także na niepewność przygotowanego wzorca, gdyż najczęściej objętość pipet i kolb miarowych, w których przygotowywane są wzorce, kalibrowana jest w temperaturze 20°C.

Jony zakłócające: mają szczególne znaczenie, gdy laborant nie zadba o czystość wzorców. W przypadku roztworów buforowych definiuje się pojęcie pojemności buforowej, którą można rozumieć jako taką ilość zasady lub kwasu dodawanego do bufora, która spowoduje całkowitą dysocjację słabego kwasu bądź słabej zasady. Przekroczenie pojemności buforowej powoduje utratę możliwości utrzymywania roztworu w stałym pH. W przypadku pozostałych wzorców czystość odczynnika chemicznego wpływa na czułość ogniwa pomiarowego i wyznaczoną wartość granicy wykrywalności.

Innym przypadkiem jest obecność w próbce jonów wypływających z elektrody odniesienia przez pory klucza elektrolitycznego. Przepływające przez klucz jony

zapewniają połączenie elektryczne obwodu pomiarowego. Rozwiązaniem częściowo zapobiegającym zatrutowaniu próbki przez te jony jest stosowanie elektrod odniesienia z podwójnym płaszczem. Elektrode odniesienia wkłada się do kolejnej obudowy wyposażonej w klucz elektrolityczny. Roztwór soli wypełniający dodatkowy płaszcz dobierany jest w ten sposób, by jony soli były różne od jonów badanych, przy czym ruchliwości kationów i anionów nowej soli powinny być zbliżone.

Dynamika układu pomiarowego: ma pośredni wpływ na pomiar. Parametr dynamiczny przyjęty do określania właściwości dynamicznych ogniwa pomiarowego to czas odpowiedzi t_{90} definiowany jako czas potrzebny do osiągnięcia przez czujnik 90% wartości końcowej stężenia po skokowej zmianie tego stężenia [5].

Właściwości dynamiczne układu pomiarowego wynikają ze złożenia się kilku czynników: dynamiki części elektronicznej układu pomiarowego i dynamiki ogólnie pojętej części chemicznej układu, na którą składają się m.in. proces transportu jonów w pobliże membrany jonoczułej oraz proces ustalania się równowagi dynamicznej na granicach faz między roztworem badanym a membraną. Proces transportu jonów traci na znaczeniu, jeśli laborant zapewni właściwe mieszanie roztworu. Ustalanie się potencjałów na granicy faz zależy natomiast od kilku czynników, m.in. różnicy stężeń pomiędzy zmienianymi roztworami, kierunku zmiany stężeń na bardziej stężony lub bardziej rozcieńczony, czy też zależy od typu i grubości membrany jonoczułej. Najdłuższych czasów odpowiedzi można spodziewać się dla długo pracujących elektrod z membraną szklaną, dla dużych skoków stężeń i skoków z wysokiego stężenia w pobliże dolnej granicy wykrywalności jonów bądź do pH obojętnego [4]. W takich warunkach wartość SEM może być zbyt szybko odczytana, co wnosić będzie nieznaną błąd pomiarowy. Z tego powodu analizatory przeznaczone do kontroli niskich stężeń jonów pracują w cyklach kilkunastominutowych w celu zapewnienia odczytu poprawnej wartości SEM [1].

Zakłócenia elektromagnetyczne: mają pośredni wpływ na pomiar. Mają ogromne znaczenie, lecz często są pomijane w trakcie pomiarów. Dodatkowy ładunek odkładający się na przewodach i w układzie pomiarowym powoduje znaczny skok potencjału rejestrowany przez układ pomiarowy. Znajdujące się w pobliżu pracujące urządzenia, np. komputery, monitory, świetlówki czy silniki powodują znaczny wzrost szumów sięgający nawet kilkudziesięciu mV. Bez właściwego filtrowania i uśredniania wartości rejestrowanego sygnału pomiarowego wynik pomiaru może różnić się nawet o dekadę względem wartości poprawnej. Z tego powodu w laboratoriach pomiary takie wykonywane są w klatkach Faradaya. Jeśli nie ma takiej możliwości, unika się obecności zakłóceń elektromagnetycznych. Zdecydowanie na poprawę sygnału

wpływają ekrany – metalowe rurki – umieszczane wewnątrz elektrody pomiarowej. Stosuje się także metalowe blaty stołów, na których stoją urządzenia pomiarowe, połączone z masą, dzięki czemu szybciej odprowadzane są niepożądane ładunki elektrostatyczne.

Czas życia elektrody: ma bezpośredni wpływ na pomiar. W przypadku elektrod szklanych warstwa jonoczuła membrany szklanej powiększa się. Dlatego właściwości dynamiczne pogarszają się. Wzrasta też prawdopodobieństwo tzw. zatrucia membrany, dlatego czułość elektrody spada. Dodatkowo w przypadku elektrod z membranami ciekłymi dochodzi do wymywania z membrany jonoforu – związku, dzięki któremu elektroda „czuje” mierzone jony.

Na pomiary metodą potencjometryczną ma jeszcze wpływ wiele czynników, takich jak siła jonowa roztworu, jego gęstość, typ rozpuszczalnika, ciśnienie, przepływ roztworu badanego omywającego elektrodę i inne. Czynniki te mają jednak mniejsze znaczenie w porównaniu z czynnikami opisanymi powyżej.

Bibliografia

1. M. Trojanowicz: *Automatyzacja w analizie chemicznej*. WNT, Warszawa 1992.
2. A. Cygański: *Podstawy metod elektroanalitycznych*. WNT, Warszawa 1999.
3. Z. Brzózka, W. Wróblewski: *Sensory chemiczne*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 1998.
4. A. Kozyra, A. Wiora, J. Wiora: *Szacowanie niepewności w pomiarach potencjometrycznych*. Wydawnictwo PKJS, Katowice 2007.
5. A.D. McNaught, A. Wilkinson: *Compendium of Chemical Terminology (Gold Book)*, International Union of Pure and Applied Chemistry.
<https://goldbook.iupac.org/terms/> [dostęp: 31.10.2019].
6. W. Mizerski: *Tablice chemiczne*. Wydawnictwo Adamantan. Warszawa 1997.
7. J. Wiora: *O niepewnościach stężenia wzorców stosowanych podczas kalibracji potencjometrycznych elektrod jonoselektywnych*. PAK, 54, 5, 2008, s. 318-321.

Józef WIORA

12. KONDUKTOMETRIA I AMPEROMETRIA

Symbol	Jednostka	Znaczenie
R	Ω	rezystancja, opór elektryczny
$G = 1/R$	S	konduktancja, przewodnictwo elektryczne
C	F	pojemność elektryczna
Z	Ω	impedancja
f	Hz	częstotliwość
κ	S/m	konduktywność, przewodność elektryczna właściwa, przewodnictwo elektryczne właściwe
$K = R \kappa$	1/cm	stała naczynka konduktometrycznego
c	mol/L	stężenie molowe
$\Lambda = \kappa / c$	S m ² / mol	przewodnictwo równoważnikowe

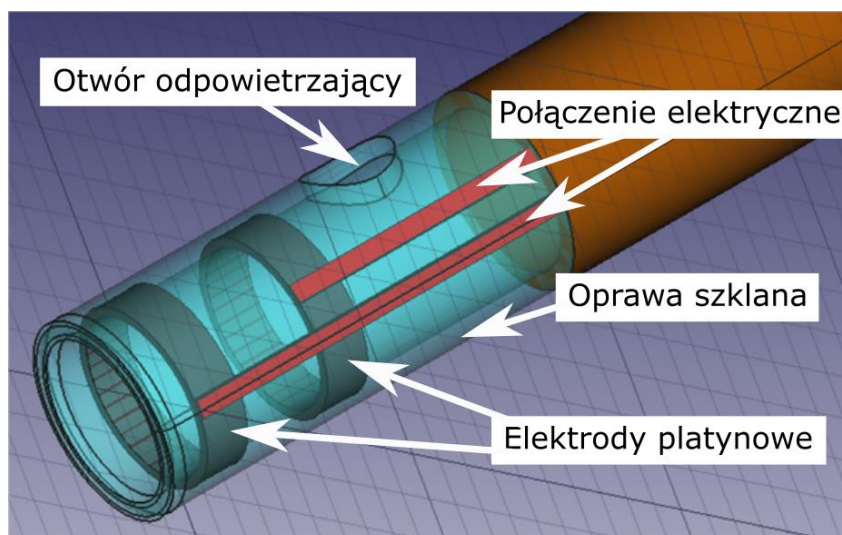
Podane jednostki są często używane przez praktyków, które nie zawsze są jednostkami zalecanymi przez SI.

Woda, jako jeden z najistotniejszych składników Ziemi, wymaga badań określających jej parametry. Dokładne badania jej składu wymagają użycia zazwyczaj drogiego sprzętu laboratoryjnego. W zastosowaniach przemysłowych i środowiskowych istnieje potrzeba wykonywania badań on-line lub nawet in-line, które szybko i niedrogo dostarczą istotnych informacji o jej właściwościach. Należą do nich badania wykonywane metodą konduktometryczną oraz amperometryczną.

12.1. Konduktometria

Istota pomiaru konduktometrycznego polega na określeniu przewodności elektrycznej cieczy znajdującej się w czujniku pomiarowym. Czujnik ten jest nazywany naczynkiem konduktometrycznym lub mniej właściwie elektrodą konduktometryczną.

Składa się on z metalowych elektrod zanurzonych w badanej cieczy, przez które płynie prąd. Wywołuje on spadek napięcia, który jest mierzony. Układ elektroniczny zapewniający wytworzenie prądu, pomiar napięcia oraz właściwe przedstawienie wyniku jest nazywany konduktometrem.

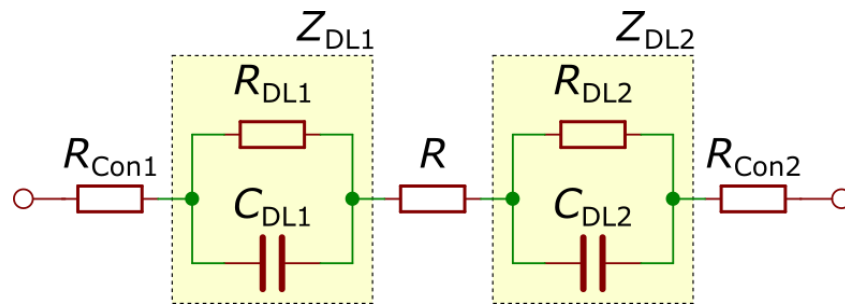


Rys. 12.1. Wizualizacja naczynka konduktometrycznego
Fig. 12.1. Visualization of conductometric cell

Laboratoryjny czujnik konduktometryczny (rysunek 12.1) jest zazwyczaj wykonany ze szkła w postaci rurki, w której znajdują się dwie pierścieniowe elektrody platynowe. Rozwiązania przemysłowe mogą być wykonane z tworzywa sztucznego. Prąd z konduktometru płynie miedzianymi przewodami do elektrody platynowej, by następnie przepłynąć przez badaną ciecz i dalej do drugiej elektrody platynowej, przewodów miedzianych i ostatecznie do konduktometru. Za przewodnictwo elektryczne w metalach odpowiadają elektrony, w cieczach – jony. Zmiana rodzaju przewodnictwa powoduje powstanie zjawiska nazywanego warstwą podwójną – ang. *double layer* (DL). Właściwości warstwy podwójnej są nadal przedmiotem zainteresowania naukowców. W bardzo dużym uproszczeniu modeluje się ją za pomocą kondensatora i rezystora połączonego równolegle (rysunek 12.2). W celu zmniejszenia impedancji warstwy podwójnej należy zwiększyć powierzchnię elektrody. Uzyskuje się to poprzez czernienie platyny, dzięki czemu zwiększona zostaje mikropowierzchnia przy niezmiennych wymiarach zewnętrznych.

Producent czujników podaje parametr konstrukcyjny K nazywany stałą naczynka konduktometrycznego. Zwyczajowa jednostka to $1/\text{cm}$. Przyłączając elektrodę do

konduktometru należy sprawdzić, czy wartość parametru K jest poprawnie wprowadzona do miernika.



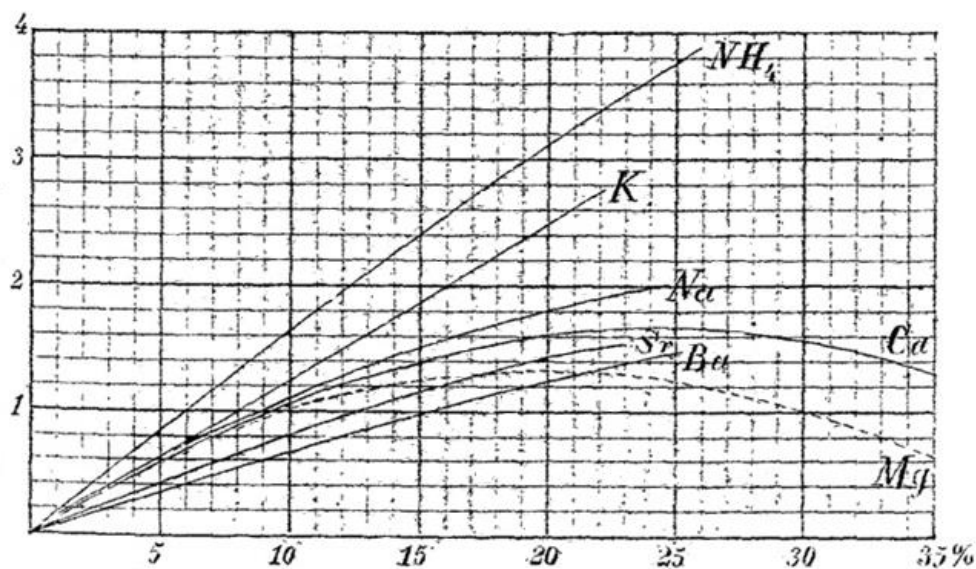
Rys. 12.2. Schemat zastępczy naczynka konduktometrycznego
Fig. 12.2. Equivalent circuit of conductometric cell

Schemat zastępczy naczynka konduktometrycznego obejmuje szeregowo połączone elementy opisujące rezystancję przewodów R_{con} , impedancję warstwy podwójnej Z_{DL} oraz rezystancję badanej cieczy R [1]. Użytkownik zainteresowany jest pomiarem rezystancji cieczy, a przez to jej przewodności. Zazwyczaj rezystancja przewodów jest pomijalnie mała. Należy minimalizować impedancję warstwy podwójnej. Osiąga się to poprzez przyłożenie prądu przemiennego – impedancja kondensatora jest odwrotnie proporcjonalna do częstotliwości: $Z = 1/(2j\pi fC)$. Częstotliwość nie może być za wysoka, by nie ujawniły się inne niekorzystne zjawiska warstwy podwójnej. Jej wartość zazwyczaj wynosi od 100 Hz do 10 kHz.

Stosowanie prądu przemiennego pozwala minimalizować efekt elektrolizy i osadzania galwanicznego, co mogłoby doprowadzić do zmiany składu próbki oraz zabrudzenia elektrod. Stosując prąd stały warstwa podwójna ma charakterystykę napięciowo-prądową podobną do diody półprzewodnikowej, co również jest zjawiskiem niekorzystnym ze względu na duże nieliniowości. Stosując prąd przemienny nie obserwuje się istotnego wpływu wymienionych zjawisk [1].

Friedrich Kohlrausch w swoich pracach z końca XIX w. opisuje zależność konduktancji od stężenia substancji oraz jej rodzaju. Znajdujemy tam m.in. wykres taki jak na rysunku 12.3. Widzimy, że przewodność zależy od substancji oraz od stężenia. Nie jest to zależność liniowa. Ze względu na to, że rysunek przedstawia duże stężenia, jony mają trudności w swobodnym poruszaniu się, dlatego zwiększanie stężenia może prowadzić do spadku przewodności. Jest to cecha niekorzystna, gdyż mierząc przewodność nie można określić jakie jest stężenie (niejednoznaczność). Bardzo podobne wykresy do tego historycznego zamieszczonego na rysunku 12.3 można znaleźć we współczesnych opracowaniach [1] – zmieniła się jedynie jednostka stężenia

oraz temperatura pokojowa, która wówczas wynosiła jedynie 18°C. Ze względu na silne nieliniowości, nieselektywność (czujnik jest czuły na wiele substancji jednocześnie) i zależność od rodzaju roztworu, pomiar konduktometryczny rzadko jest wykorzystywany do określania stężenia substancji. Zdecydowanie częściej używa się go do ogólnej charakterystyki czystości wody.



Rys. 12.3. Fragment starodruku z 1874 r. obrazujący zależność przewodności od stężenia dla kilku soli
 Fig. 12.3. Fragment of old print from 1874 illustrating the relationship between conductivity and concentration for several salts

Źródło: http://gdz.sub.uni-goettingen.de/content/PPN252457072_1874/800/0/00000415.jpg

Ten sam badacz zauważył, że dla roztworów mniej stężonych, charakterystyki dla wielu substancji stają się liniowe w następującej skali: na osi rzędnych znajduje się przewodnictwo równoważnikowe, które jest równe przewodnictwu elektrycznemu podzielonemu przez stężenie; na osi odciętych znajduje się pierwiastek kwadratowy ze stężenia molowego. W literaturze zależność ta nazywana jest równaniem Kohlrauscha, a jej uogólnienie – równaniem Debye’a–Hückela–Onsagera [2, 3]. Taką właściwość posiadają m.in. KCl, NaCl, HCl, H₂SO₄, SuSO₄. Potasu chlorek (KCl) ma szczególne znaczenie, gdyż jego roztwór jest przyjmowany jako wzorzec. Tabela 12.1 zawiera przewodności roztworu KCl w zależności od temperatury i stężenia.

Tabela 12.1

Zależność przewodności KCl od temperatury i stężenia [4]

Stężenie	Konduktywność [S/cm] i przewodnictwo równoważnikowe [S m ² /mol]					
	19 °C		20 °C		21 °C	
10 ⁰	0,100	0,0100	0,102	0,0102	0,104	0,0104
10 ⁻¹	0,0114	0,0114	0,0117	0,0117	0,0119	0,0119
10 ⁻²	0,00125	0,0125	0,00128	0,0128	0,00130	0,0130

Chociaż trudno wykorzystać pomiar konduktometryczny do określenia stężenia substancji, jest on powszechnie stosowany w przemyśle i badaniach środowiskowych do określania czystości wody. Tabela 12.2 zawiera typowe przewodności cieczy. Najczystsza woda dejonizowana nie ma zerowej przewodności, gdyż zachodzi zjawisko autodysocjacji wody. Przemysłowy pomiar konduktometryczny zazwyczaj informuje o poprawności przebiegu procesu produkcyjnego. Nagła zmiana przewodności może świadczyć o wystąpieniu awarii. Zazwyczaj wolny wzrost przewodności informuje o zużywaniu się filtrów oczyszczających wodę.

Tabela 12.2

Typowe przewodności cieczy

Ciecz	Zakres
Woda kotłowa	0,05 – 2 μS/cm
Woda demineralizowana wymiennikiem jonowym	0,1 – 10 μS/cm
Woda po prostej demineralizacji	1 – 50 μS/cm
Woda pitna	0,1 – 2 mS/cm
Ścieki	1 – 5 mS/cm
Woda powierzchniowa	0,1 – 5 mS/cm
Woda morska	1 – 50 mS/cm
Woda przemysłowa	5 – 500 mS/cm
Stężone roztwory kwasów i zasad	50 – 2000 mS/cm

Źródło: https://www.ahlbom.com/en_UK/water-analysis [dostęp: 14.10.2019]

Metodą konduktometryczną często oznacza się *stałe związki rozpuszczone*, nazywane również *całkowitą substancją rozpuszczoną* – ang. *total dissolved solid* (TDS). Dla wody słodkiej można użyć zależności [5]:

$$\text{TDS} = 0,65 \frac{\text{mg/L}}{\mu\text{S/cm}} \kappa \quad (12.1)$$

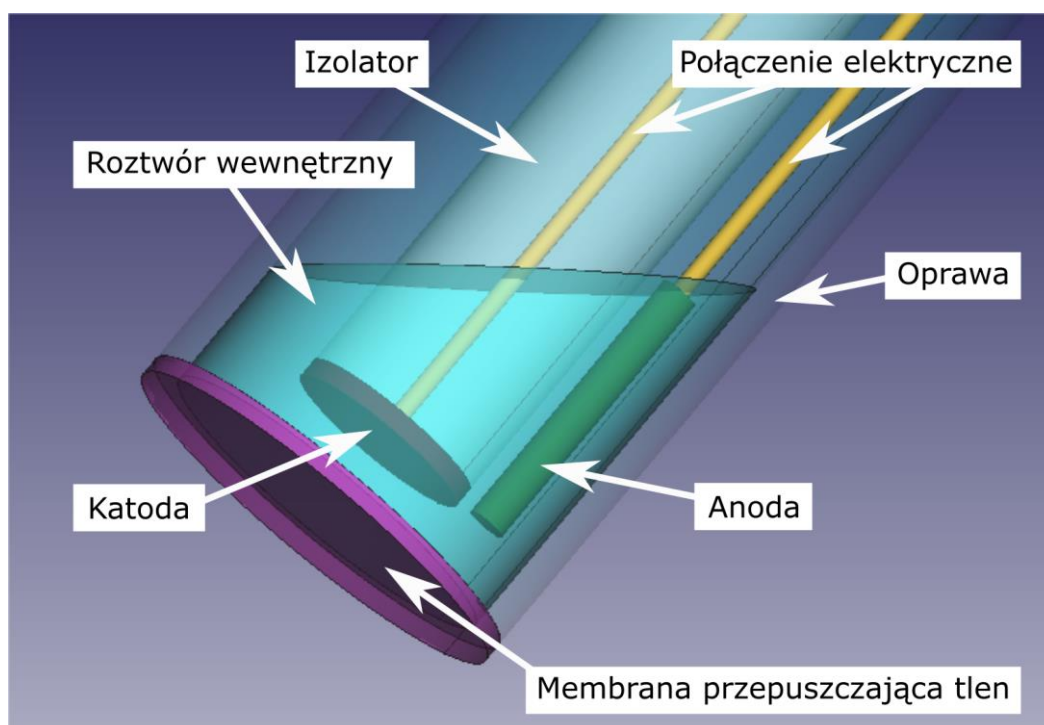
Dla wody słonej i ścieków w literaturze można znaleźć wiele innych zależności, jednak dokładność tych modeli jest niska. Z tego powodu wyznaczanie wartości TDS metodą konduktometryczną jest dozwolone tylko dla wody słodkiej.

Ze wzrostem temperatury zazwyczaj przewodność również rośnie. Przyjęło się, że pomiary konduktometryczne wykonuje się w temperaturze 25°C, a w związku z tym przewodność, gdy nie podano inaczej, również odnosi się do tej temperatury. Należy zatem zadbać o odpowiednią temperaturę w trakcie wykonywania badań. Gdy nie jest to możliwe, dokonuje się liniowej korekcji wskazań, co jest jedynie przybliżeniem. Zazwyczaj konduktometry mają możliwość wprowadzenia wartości współczynnika korekcyjnego, często oznaczanego symbolem α . Wartość tego współczynnika należy wyznaczyć eksperymentalnie. Dla pewnej grupy związków możliwe jest również odczytanie wartości z tablic [6].

Pomiary dużych przewodności cieczy (kwasów, zasad) wykonuje się stosując naczynka czteroelektrodowe. Przez zewnętrzne elektrody przepływa prąd. Para wewnętrznych elektrod służy do pomiaru spadku napięcia. Czasami spotyka się również rozwiązania nazywane bezelektrodowymi. Mamy wtedy do czynienia z dwiema cewkami tworzącymi transformator, którego cewki są rozdzielone rezystorem utworzonym z badanej cieczy [7].

12.2. Amperometria

W pomiarze amperometrycznym mierzy się prąd przepływający pomiędzy elektrodami umieszczonymi w próbce, spolaryzowanymi określonym napięciem. Prąd ten jest zależny od właściwości fizycznych i chemicznych próbki. W tym miejscu interesować nas będzie zależność zmian natężenia prądu od stężenia substancji.



Rys. 12.4. Wizualizacja elektrody Clarka
 Fig. 12.4. Visualisation of Clark's electrode

Pomiary amperometryczne, a także ich rozszerzenie na pomiary woltamperometryczne, znajdują szerokie zastosowanie w badaniach laboratoryjnych. W przemyśle wykorzystywane są głównie do pomiaru stężenia tlenu rozpuszczonego w wodzie – ang. *dissolved oxygen* (DO). Umożliwiają kontrolę przebiegu procesów chemicznych i biochemicznych. Wykonuje się je wykorzystując tzw. elektrodę Clarka. Jest to czujnik opublikowany w 1954 r. z przeznaczeniem do pomiaru prężności tlenu we krwi. Obecnie ma dużo szersze zastosowanie. Zbudowany jest z dwóch metalowych elektrod, np. platynowej katody i srebrnej anody, umieszczonych w roztworze soli (np. KCl, KBr) – rysunek 12.4. Roztwór ten jest oddzielony od badanej próbki membraną przepuszczającą tlen, wykonaną np. z teflonu lub polipropylenu o grubości kilkudziesięciu μm [3, 8]. Zastosowanie innego materiału pozwala na pomiar innych gazów. Przyrząd pomiarowy służący do wytwarzania odpowiedniego napięcia i rejestracji prądu nazywamy potencjostatem, zaś ten do określenia zawartości tlenu w wodzie – miernikiem lub analizatorem tlenu (rozpuszczonego).

Przyłożone do elektrod napięcie ma zazwyczaj wartość od 0,5 do 0,7 V. Przy takim napięciu przez roztwór płynie prąd maksymalny (nasycenia) zależny od stężenia tlenu, a otrzymana charakterystyka jest liniowa [9]. Wewnątrz czujnika dochodzi do reakcji redox, która powoduje zużycie tlenu, tym większe, im większy płynie prąd. Konieczne

więc jest intensywne mieszanie, by stężenia w badanej próbce i wewnątrz elektrody były takie same [8].

Zmodyfikowana elektroda Clarka posiada elektrody wewnętrzne wykonane z innych metali, np. anoda Zn i katoda Ag. Daje to możliwość pracy bez napięcia polaryzującego. Występująca reakcja redox powoduje osadzanie się soli na jednej z elektrod [8]. Z tego powodu czujnik się zużywa. Niektórzy producenci umożliwiają regenerację powierzchni elektrody poprzez starcie osadu i wymianę elektrolitu wewnętrznego.

Pomiarowi (wolt)amperometrycznemu towarzyszy zjawisko elektrolizy z osadzeniem galwanicznym. Ze względu na to osadzanie, praktycznie nie spotyka się przemysłowych analizatorów woltamperometrycznych, gdyż wymagają one czystych elektrod przed przystąpieniem do pomiarów.

Bibliografia

1. C. Hamann, A. Hamnett, W. Vielstich: *Electrochemistry*. Wiley-VCH 1998.
2. J. Bockris, A. Reddy: *Modern Electrochemistry. Volume 1 Ionics. Ch. 4. Ion Transport in Solutions*. Kluwer Academic Publishers, New York 2002.
3. J. Fraden: *Handbook of Modern Sensors. Ch. 17. Chemical Sensors*. Springer, New York 2010.
4. K. Rubinson, J. Rubinson: *Contemporary Instrumental Analysis*. Prentice Hall, New Jersey 1999.
5. A. Rusydi: *Correlation between conductivity and total dissolved solid in various type of water: A review*. IOP Conf. Ser.: Earth Environ. Sci. 118 012019.
6. H. Czichos, T. Saito, L. Smith: *Springer Handbook of Metrology and Testing. Ch. 9. Electrical Properties*. Springer, Berlin 2011.
7. B. Lipták: *Instrument Engineers' Handbook, Vol. 1: Process Measurement and Analysis. Ch.8.17. Conductivity Analyzers*. CRC Press, Boca Raton 2003.
8. A. Myśliński. Application Note. *Pomiar stężenia tlenu rozpuszczonego*. <http://beta.chem.uw.edu.pl/people/AMyslinski/cw13/tlen.html>
9. Finesse. Application Note. *Dissolved Oxygen Sensor Primer*.

Witold ILEWICZ

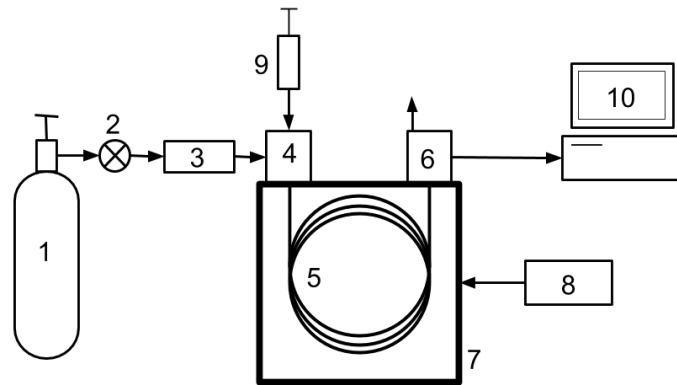
13. CHROMATOGRAF GAZOWY

Symbol	Jednostka	Znaczenie
t_R	s	czas retencji substancji (piku)
t_M	s	czas martwy
t_R'	s	zredukowany czas retencji
w_b	s	szerokość piku przy podstawie
w_h	S	szerokość piku w połowie wysokości
h	V	wysokość piku
L	m	długość kolumny chromatograficznej
k	-	współczynnik podziału
A	V·s	powierzchnia piku

Chromatografia gazowa to technika analityczna służąca do rozdzielania mieszanin związków chemicznych oraz przeprowadzania analizy jakościowej i ilościowej składników mieszaniny. Analiza jakościowa pozwala określić rodzaje substancji zawartych w mieszaninie. Analiza ilościowa prowadzi do wyznaczenia stężeń poszczególnych składników w mieszaninie. Do przeprowadzenia analizy chromatograficznej służą wspólnie zaawansowane technicznie urządzenia nazywane chromatografami.

Schemat chromatografu gazowego przedstawiony jest na rysunku 13.1. Zasada działania chromatografu gazowego jest następująca. Strumień gazu nośnego (zwykle hel, wodór lub azot) płynie przez regulator przepływu i osuszacz do dozownika, a dalej przepływa przez kolumnę, wpływa do detektora i opuszczając detektor łączy się z atmosferą. Zadaniem gazu nośnego jest przenoszenie analizowanej próbki przez kolumnę. Kolumna znajduje się w termostacie, którego temperatura jest dokładnie regulowana (utrzymuje się stałą temperaturę lub realizuje się program zmian

temperatury). Podobnie dokładnie regulowana jest temperatura dozownika i detektora. Analizowaną próbkę, na ogół w postaci cieczy, wprowadza się do dozownika strzykawką. W dozowniku próbka odparowuje i wraz z gazem nośnym wpływa do kolumny. W kolumnie następuje rozdzielenie składników próbki, po czym przemieszczając się wraz z gazem nośnym, składniki analizowanej mieszaniny kolejno, w różnych chwilach czasu, osiągają detektor. Detektor generuje sygnał elektryczny proporcjonalny do stężenia poszczególnych składników próbki. Sygnał elektryczny detektora jest przetwarzany w przetworniku A/C na sygnał cyfrowy, zapisywany następnie w pamięci komputera. Zapis czasowy sygnału z detektora chromatograficznego nazywa się chromatogramem. Dedykowane oprogramowanie komputera służy do przeprowadzania analizy jakościowej i ilościowej na podstawie zarejestrowanego chromatogramu.



Rys. 13.1. Schemat chromatografu gazowego

Fig. 13.1. Diagram of a gas chromatograph

Oznaczenia: 1 – zbiornik gazu nośnego, 2 – regulator przepływu gazu nośnego, 3 – osuszacz (oczyszczalnik gazu nośnego), 4 – dozownik, 5 – kolumna, 6 – detektor, 7 – termostat kolumny, 8 – regulator temperatury dozownika, kolumny i detektora, 9 – urządzenie dozujące, 10 – komputer do rejestracji i przetwarzania danych

13.1. Kolumny chromatograficzne i mechanizm rozdziału składników próbki

Kolumna chromatograficzna jest najważniejszym elementem chromatografu, a dobór kolumny z wypełnieniem (tzw. fazą stacjonarną) odpowiednim do rodzaju analizowanej mieszaniny jest warunkiem koniecznym, aby całkowicie rozdzielić składniki analizowanej próbki.

Występują trzy podstawowe rodzaje kolumn chromatograficznych:

- kolumny kapilarne, które stanowią obecnie ponad 80% stosowanych kolumn chromatograficznych. Są to kolumny o długości od 10 m do 100 m i średnicy wewnętrznej 0,10-0,53 mm, wykonane na ogół ze stopionej krzemionki lub metali. Wypełnia się je substancjami ciekłymi o wysokiej lepkości i polarności, które przylegają do ścianek kolumny. Rozdzielanie składników odbywa się na granicy faz cieczer – gaz, na zasadzie podziałowej.
- kolumny z wypełnieniem w postaci ciała stałego, o długości 1-12 m i średnicy wewnętrznej 2-4 mm, wykonane na ogół ze stopów metali kolorowych lub szkła. Wypełnienie stanowią substancje porowate (mika, ziemia krzemkowa, kserożele). Rozdzielanie składników mieszaniny odbywa się w tym przypadku na zasadzie adsorpcji (wiązania powierzchniowego cząsteczek na granicy fazy gazowej i stałej prowadzącej do lokalnych zmian stężenia) składników mieszaniny.
- kolumny z wypełnieniem ciekłym osadzonym jako film na ciele stałym stanowiącym nośnik, o wymiarach jak poprzednio. Składnik ciekły stanowi wysokowrząca cieczy o dużej lepkości. Rozdzielanie składników odbywa się na granicy faz cieczer – gaz na zasadzie absorpcji (wnikanie cząsteczek składników analizowanej mieszaniny do cieczy) – jest to tzw. chromatografia podziałowa.

Mechanizm rozdziału mieszaniny zostanie omówiony dla najczęściej stosowanej chromatografii podziałowej. Po wprowadzeniu do dozownika próbka wraz z gazem nośnym wpływa do kolumny (faza ruchoma). Rozważmy pewien krótki odcinek kolumny, do którego dopływa strefa fazy ruchomej zawierająca próbkę. Składniki próbki w fazie ruchomej, ze względu na różnicę stężeń (na początku stężenie w fazie ruchomej duże, stężenie w fazie stacjonarnej małe), częściowo wnikają do fazy stacjonarnej położonej na ściankach kolumny, dążąc do wyrównania stężeń danego składnika w fazie stacjonarnej i ruchomej, aż do osiągnięcia równowagi tych stężeń. W efekcie, w rozważanym odcinku kolumny, każdy składnik częściowo znajduje się w fazie ruchomej i ta część dąży w stronę detektora unoszona przez gaz nośny, a częściowo spoczywa w fazie nieruchomej. Po przemieszczeniu się składników pozostałych w fazie ruchomej do dalszej części kolumny, w odcinku który rozważamy, sytuacja odwraca się. Stężenie składnika w fazie nieruchomej jest większe od stężenia składnika w fazie ruchomej. W tej sytuacji składniki z fazy nieruchomej zaczynają przenikać do fazy ruchomej, ponownie dążąc do wyrównania stężeń w obu fazach. Każdemu składnikowi mieszaniny można przyporządkować współczynnik podziału między fazę stacjonarną a fazę ruchomą, k , równy ilorazowi masy składnika w fazie stacjonarnej do masy składnika w fazie ruchomej w stanie równowagi stężeń. Składnik

mieszaniny, dla którego współczynnik podziału $k=0$ w ogóle nie wnika do fazy stacjonarnej, a więc jest przenoszony przez kolumnę chromatograficzną z prędkością gazu nośnego i przebywa w kolumnie przez czas:

$$t = \frac{L}{V} \quad (13.1)$$

gdzie L oznacza długość kolumny, a V prędkość średnią przepływu gazu nośnego. Składnik dla którego współczynnik podziału jest nieskończenie wielki, całkowicie wnika do wypełnienia kolumny i nigdy jej nie opuści – dla niego czas przebywania w kolumnie $t = \infty$. Czas przebywania danego składnika mieszaniny w kolumnie chromatograficznej nazywa się czasem retencji i oznacza t_R , a czas przebywania składnika, dla którego $k=0$ nazywa się czasem martwym – jest to najkrótszy możliwy czas retencji. Oznacza się go t_M . Każdy składnik mieszaniny, dla którego stała podziału $0 < k < \infty$, po jakimś czasie opuści kolumnę, przy czym prędkość średnia przemieszczania się danego składnika mieszaniny wzdłuż kolumny jest odwrotnie proporcjonalna do jego współczynnika podziału. Niech i -ty składnik mieszaniny charakteryzuje się współczynnikiem podziału o wartości k_i . Wtedy czas retencji tego składnika wynosi:

$$t_{Ri} = (1 + k_i) \cdot t_M \quad (13.2)$$

Wygodnie jest stosować pojęcie zredukowanego czasu retencji:

$$t'_{Ri} = t_{Ri} - t_M \quad (13.3)$$

dla którego obowiązuje prostsza zależność:

$$t'_{Ri} = k_i \cdot t_M \quad (13.4)$$

Mechanizm rozdziału mieszaniny w kolumnie chromatograficznej polega więc na tym, że różne składniki mieszaniny oddziałują z fazą stacjonarną w kolumnie z różną intensywnością (oddziaływanie charakteryzuje współczynnik podziału k , zwany też współczynnikiem retencji), co różnicuje ich średnie prędkości przemieszczania się przez kolumnę, a tym samym czasy przebywania składników w kolumnie (czasy retencji). W efekcie każdy składnik mieszaniny dociera do detektora w innym czasie i może być wykryty i zmierzony niezależnie od pozostałych.

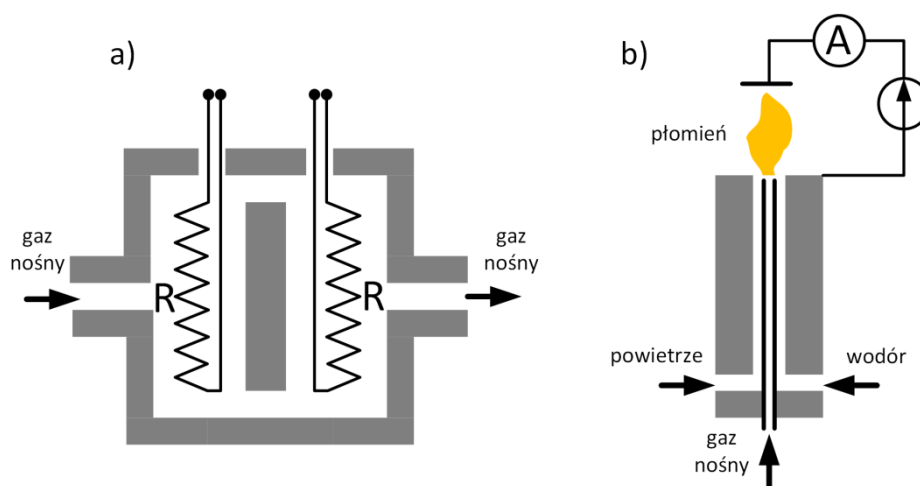
13.2. Detektory chromatograficzne

Zadaniem detektora jest wykrywanie przepływających przez niego składników mieszaniny oraz generowanie sygnału elektrycznego (napięciowego lub prądowego)

proporcjonalnego do chwilowego stężenia danego składnika. Idealny detektor powinien generować sygnał proporcjonalny do stężenia związku niezależnie od jego struktury chemicznej, w praktyce jednak jest to trudne do osiągnięcia. Dlatego w celu wyznaczenia stężeń składników w mieszaninie na podstawie sygnału z detektora, detektor należy kalibrować osobno dla każdego składnika mieszaniny.

Dwa najczęściej stosowane detektory uniwersalne to detektor termokonduktometryczny (TCD – thermal conductivity detector) oraz detektor płomieniowo – jonizacyjny (FID – flame ionisation detector).

Detektor TCD jest detektorem nieselektywnym, to znaczy reaguje na wszystkie chromatografowane substancje. Charakteryzuje się dosyć niską czułością. Zasada działania detektora TCD polega na reakcji na zmianę przewodności cieplnej gazu przepływającego przez detektor. Elementem pomiarowym jest rezystor ogrzewany płynącym przez niego prądem, znajdujący się w komorze, przez którą przepływa gaz nośny wraz ze składnikami analizowanej próbki. Przewodności cieplna gazu nośnego oraz składników mieszaniny są różne. Gdy przez detektor przepływa gaz nośny, temperatura rezystora i jego rezystancja jest ustalona. Gdy do detektora wpływa jeden z rozdzielonych składników mieszaniny o innej przewodności cieplnej niż gaz nośny, następuje stan nierównowagi termicznej i temperatura rezystora oraz jego rezystancja zmienia się. Rezystor w komorze detektora jest podłączony do układu mostkowego, który wykrywa zmiany rezystancji i przekształca je na sygnał napięciowy. W detektorze pokazanym na rysunku 13.2a umieszczono dwa rezystory, podłączone do przeciwległych ramion mostka – taki układ pozwala zwiększyć czułość detektora. Stosowane są również układy z 4 rezystorami, z których dwa są podłączone do gazu nośnego przed kolumną, a dwa do gazu nośnego na wyjściu kolumny. Detektor TCD jest detektorem, w którym składniki analizowanej mieszaniny nie ulegają zniszczeniu, dlatego można go stosować w chromatografii preparatywnej.

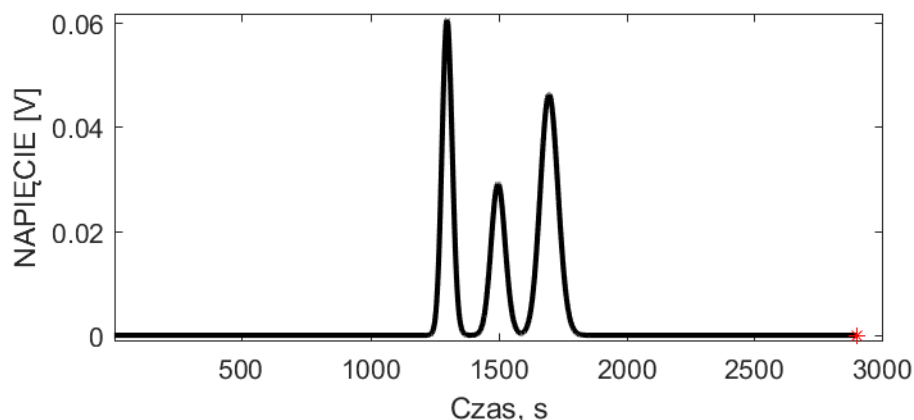


Rys. 13.2. Schematy detektorów chromatograficznych: a) detektor TCD, b) detektor FID
 Fig. 13.2. Diagrams of chromatographic detectors: a) TCD detector, b) FID detector

Detektor FID jest najczęściej stosowanym detektorem w chromatografii gazowej. Charakteryzuje się dużą czułością, stabilnością i uniwersalnością. Składnik mieszaniny niesiony przez obojętny gaz nośny (np. azot) zostaje spalony w płomieniu wodorowym (który zasilany jest osobno doprowadzanym wodorem i powietrzem), znajdującym się pomiędzy dwiema elektrodami. Analizowana próbka ulega zniszczeniu. W wyniku spalania powstają termojony, których ruch w polu elektrycznym między katodą a anodą generuje tzw. prąd jonizacyjny, dalej wzmacniany i przetwarzany na napięcie. Natężenie prądu jonizacyjnego jest proporcjonalne do chwilowego stężenia masowego danego składnika mieszaniny. Detektor płomieniowo – jonizacyjny jest najczęściej stosowany do detekcji mieszanin węglowodorów oraz innych związków organicznych.

13.3. Chromatogram i wielkości charakteryzujące pik chromatograficzny

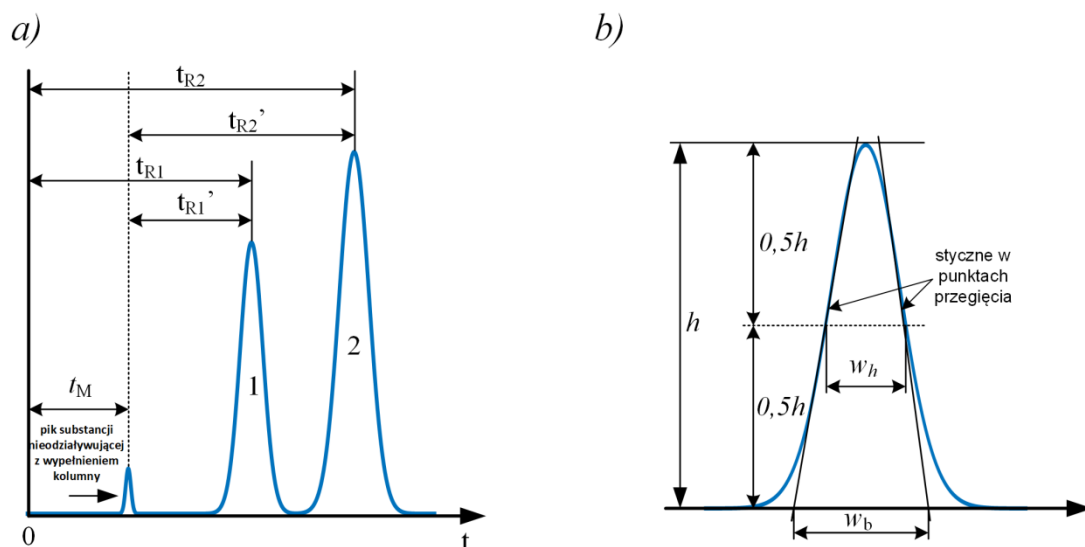
Chromatogram jest to zarejestrowany przebieg czasowy sygnału z detektora chromatograficznego. Współcześnie napięciowy sygnał detektora jest przetwarzany na postać cyfrową, a dane są zapisywane do pliku w pamięci komputera. Każdemu składnikowi analizowanej mieszaniny odpowiada pik na chromatogramie. Przykładowy chromatogram powstały w wyniku rozdzielania mieszaniny trzech składników przedstawiono na rysunku 13.3.



Rys. 13.3. Przykładowy chromatogram mieszaniny trójskładnikowej
 Fig. 13.3. An exemplary chromatogram of a three-component mixture

Podstawowe wielkości charakteryzujące pik chromatograficzny to jego położenie na osi czasu tożsamy czasem z retencji t_R oraz powierzchnia piku A . Pierwszy parametr służy do identyfikacji substancji, natomiast powierzchnia piku jest miarą zawartości składnika w mieszaninie i wykorzystuje się ją do analizy ilościowej.

Interpretacja graficzna podstawowych parametrów piku chromatograficznego została przedstawiona na rysunku 13.4. Czas retencji t_R najczęściej przyjmuje się jako równy położeniu maksimum piku. Jest on liczony od chwili nastrzyku, stanowiącej punkt 0 na osi czasu chromatogramu. Zredukowany czas retencji t_R' jest to różnica pomiędzy czasem retencji, a czasem martwym t_M . Pozostałe podstawowe parametry piku to szerokość piku w połowie wysokości w_h oraz szerokość piku przy podstawie w_b . Szerokość piku przy podstawie – wyznacza się ją jako odległość pomiędzy punktami przecięcia stycznych do zboczy piku, poprowadzonych w punktach przegięcia na narastającym i opadającym zboczu piku, z podstawą piku (patrz rysunek 13.4b).



Rys. 13.4. Wielkości retencyjne pików
Fig. 13.4. Peak retention parameters

Oznaczenia: t_M – czas martwy; t_{R1} , t_{R2} – czasy retencji pików 1 i 2; t_{R1}' , t_{R2}' – zredukowane czasy retencji pików 1 i 2; h – wysokość pików; w_b – szerokość pików przy podstawie; w_h – szerokość pików w połowie wysokości

13.4. Analiza jakościowa i ilościowa

Analizę jakościową można przeprowadzić na dwa sposoby. Pierwszy to wykorzystanie wielkości retencyjnych, na przykład czasu retencji ustalonego z położenia pików na chromatogramie. W jednakowych warunkach chromatografowania (temperatura dozownika, detektora, kolumny chromatograficznej itd.) dana substancja będąca składnikiem mieszaniny ma zawsze taki sam czas retencji (czas przebywania w kolumnie chromatograficznej), a tym samym niezmiennie położenie pików odpowiadających tej substancji na zarejestrowanym chromatogramie. Korzystając z powyższego można zidentyfikować daną substancję porównując jej czas retencji z czasem retencji znanego wzorca poprzez wykonanie jeden za drugim chromatogramu wzorca i nieznanego składnika. Identyfikacja czasów retencji wskazuje na to, że substancja i wzorzec to te same związki chemiczne. Taki rodzaj identyfikacji nie daje 100% pewności, gdyż mogą istnieć dwa różne związki charakteryzujące się taką samą retencją. Zwiększenie stopnia pewności wymaga np. wykonania podobnego eksperymentu z zastosowaniem kolumny chromatograficznej z inną fazą stacjonarną – ponowna zgodność czasów retencji uwiarygadnia tożsamość substancji z wzorcem.

Drugim sposobem przeprowadzenia analizy ilościowej jest zastosowanie do próbek metod analizy chemicznej lub fizykochemicznej, na przykład takich jak spektrometria UV-VIS, IR czy też spektrometrii mas.

Analiza ilościowa przeprowadzana jest na podstawie wielkości pików odpowiadających danemu składnikowi mieszaniny oraz jego proporcji w porównaniu do wielkości pozostałych pików na chromatogramie. Najdokładniejszą miarą jest tu powierzchnia pików A , którą wyznacza się poprzez całkowanie sygnału chromatograficznego w granicach występowania danego pików. Całkowanie powierzchni pików można zastąpić wyznaczeniem iloczynu wysokości pików i jego szerokości w połowie wysokości. Iloczyn taki jest proporcjonalny do powierzchni pików, jednakże ze względu na możliwą zmienność kształtu pików jest to metoda mniej dokładna. Istota analizy ilościowej w chromatografii polega na porównaniu wielkości pików danej substancji z wielkością pików odpowiadającą znanej ilości tego składnika, uzyskaną w eksperymencie kalibracyjnym. Znając powierzchnię obu pików oraz ilość wzorca można łatwo wyznaczyć ilość substancji w mieszaninie (stężenie lub masę).

Bibliografia

1. Z. Witkiewicz: *Podstawy chromatografii*. WNT, Warszawa 2000.
2. J. Piotrowski (red.): *Pomiary. Czujniki i metody pomiarowe wybranych wielkości fizycznych i składu chemicznego*. WNT, Warszawa 2009.
3. E. Romer: *Miernictwo przemysłowe*. PWN, Warszawa 1978.
4. PN-75/T-06507.01 – Chromatografy gazowe i laboratoryjne. Podstawowe parametry techniczne.
5. PN-75/T-06507.02 – Chromatografy gazowe laboratoryjne. Metody pomiarów podstawowych parametrów technicznych.
6. J. Piotrowski, K. Kostyrko: *Wzorcowanie aparatury pomiarowej*. PWN, Warszawa 2002.

Witold ILEWICZ

14. PRZETWARZANIE I OPRACOWANIE DANYCH CHROMATOGRAFICZNYCH

Symbol	Jednostka	Znaczenie
t_R	s	czas retencji substancji (piku)
w_b	s	szerokość pików przy podstawie
w_h	s	szerokość pików w połowie wysokości
h	V	wysokość pików
L	m	długość kolumny chromatograficznej
A	V·s	powierzchnia pików
$WRPT$	mm	wysokość równoważna półce teoretycznej
N	-	liczba półek teoretycznych
R	-	rozdzielczość pików
T	-	współczynnik asymetrii pików

W idealnym przypadku, gdy odpowiednio dobrano kolumnę chromatograficzną oraz warunki pracy chromatografu, w kolumnie następuje całkowite rozdzielanie składników analizowanej mieszaniny.

Zdolność kolumny do rozdzielania składników mieszaniny nazywa się sprawnością kolumny. Przyjętą powszechnie miarą sprawności kolumny jest tak zwana wysokość równoważna półce teoretycznej ($WRPT$). Definiuje się jako najmniejszą długość odcinka kolumny, w której osiąga się stan równowagi pomiędzy stężeniami składników mieszaniny w fazie stałej i ruchomej. $WRPT$ można wyznaczyć jako iloraz długości kolumny chromatograficznej i liczby półek teoretycznych:

$$WRPT = \frac{L}{N} \quad (14.1)$$

gdzie N można wyznaczyć na podstawie eksperymentu chromatograficznego z wzorów:

$$N = 5,54 \cdot \left[\frac{t_R}{w_h} \right]^2 \quad (14.2)$$

lub

$$N = 16 \cdot \left[\frac{t_R}{w_b} \right]^2 \quad (14.3)$$

w zależności od zastosowanej miary szerokości piku o czasie retencji t_R . Częściej stosuje się w_h (szerokość w połowie wysokości) ze względu na większą dokładność wyznaczenia. Wykorzystując powyższe wzory można eksperymentalnie wyznaczyć, jak zmienia się $WRPT$ w zależności od prędkości przepływu przez kolumnę. Graficzne przedstawienie tej zależności nazywa się wykresem van Deemtera. Minimum na wykresie van Deemtera odpowiada najlepszej sprawności kolumny i optymalnej prędkości przepływu gazu nośnego. W praktyce stosuje się prędkość przepływu większą od optymalnej o wartość nie wpływającą istotnie na $WRPT$, ponieważ znacznie skraca to czas analizy.

Istotnym czynnikiem mającym wpływ na efekt rozdzielania jest temperatura kolumny chromatograficznej. Optymalny dobór temperatury kolumny jest zależny od lotności (temperatury wrzenia) składników mieszaniny. Ogólna zależność jest taka, że rozdzielnie składników mieszaniny jest lepsze w niższych temperaturach, ale czas analizy jest dłuższy. Zwiększanie temperatury pogarsza rozdzielanie, ale skraca czas analizy. W tym przypadku, podobnie jak dla zależności Van Deemtera można szukać optymalnej temperatury, to znaczy takiej, która przy dobrym rozdzieleniu składników mieszaniny charakteryzuje się najkrótszym czasem analizy. Wzrost temperatury kolumny o 25 – 30°C skraca czas analizy mniej więcej o połowę.

Jeśli temperatura kolumny jest stała, chromatografię nazywa się izotermiczną. W praktyce, gdy mieszanina składa się z wielu składników znacznie różniących się temperaturami wrzenia, to aby poprawić stopień rozdzielania składników oraz skrócić czas analizy stosuje się programowanie temperatury. Najczęściej temperatura na początku i końcu procesu jest stała, a w środkowej części procesu temperatura narasta liniowo.

Stopień rozdzielania pików na chromatogramie określa się za pomocą rozdzielczości R . Wyznacza się ją na podstawie wzoru:

$$R = \frac{2d}{w_{b1} + w_{b2}} \quad (14.4)$$

gdzie d jest odległością między wierzchołkami dwóch najbliższych sobie położonych pików na chromatogramie, a w_{b1} i w_{b2} są ich szerokościami przy podstawie. Podobny wzór sformułowano dla szerokości pików w połowie wysokości:

$$R = \frac{1,177 \cdot d}{w_{h1} + w_{h2}} \quad (14.5)$$

Im R jest większe, tym lepszy stopień rozdzielania pików, a tym samym lepsze rozdzielanie składników mieszaniny w kolumnie chromatograficznej. Gdy $R > 1,5$, piki są całkowicie rozdzielone, dla $R = 1$ piki są rozdzielone w około 95%.

Gdy wszystkie piki na chromatogramie są rozdzielone, wyznaczenie parametrów pików i przeprowadzenie analizy jakościowej i ilościowej jest stosunkowo proste. Wyznacza się położenia początków i końców wszystkich pików oraz położenia ich maksimów. Powierzchnie pików A wyznacza się poprzez całkowanie każdego piku w zakresie czasowym od jego początku do końca. Procedury są proste, a wyznaczone położenia pików oraz ich powierzchnie stanowią podstawę przeprowadzenia analizy jakościowej i ilościowej. W przypadku, gdy na chromatogramie wystąpią piki nałożone, znacznie maleje, w zależności od stopnia nałożenia, dokładność analizy ilościowej, zwłaszcza jeżeli nierozdzielone piki różnią się wielkością. Wynika to z niemożności dokładnego określenia powierzchni pików nałożonych. W takim przypadku należy powtórzyć analizę chromatograficzną, zmieniając warunki pracy chromatografu tak, aby zapewnić całkowite rozdzielanie wszystkich pików. Można też podjąć próbę wirtualnego rozdzielania pików nałożonych z zastosowaniem metod modelowania matematycznego i wyznaczenia parametrów pików nałożonych poprzez estymację parametrów sformułowanego modelu matematycznego sygnału na podstawie jego dopasowania do zarejestrowanego sygnału.

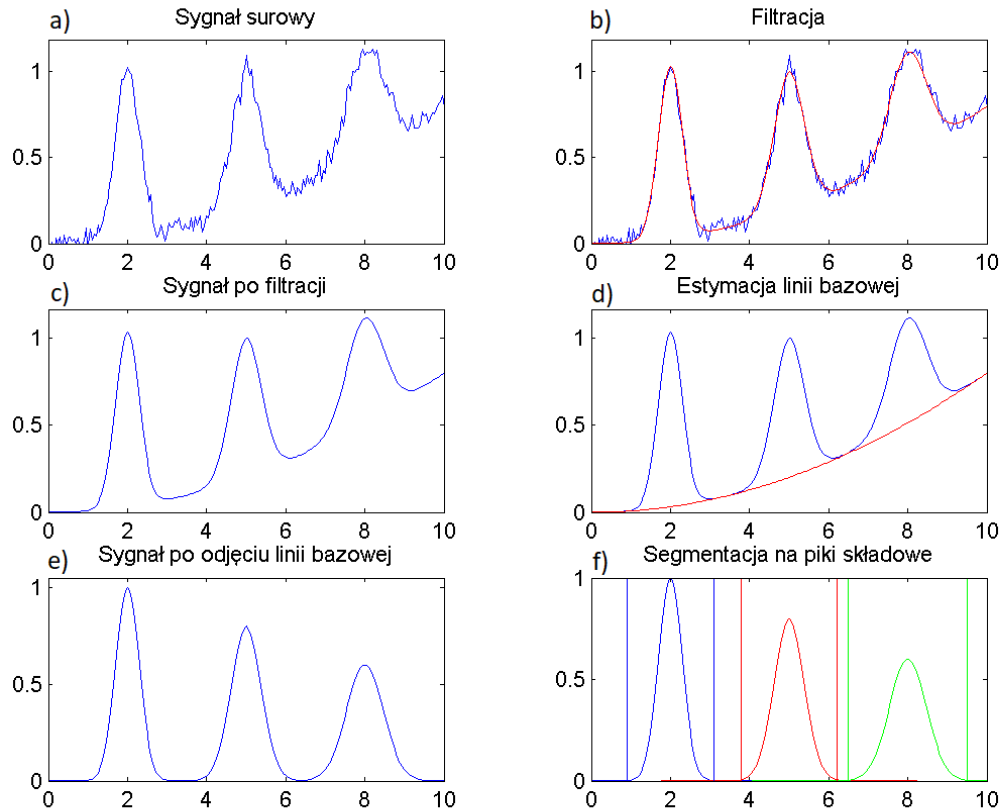
14.1. Wykorzystanie modelowania matematycznego do estymacji parametrów pików nałożonych

Ogólny model sygnału chromatograficznego z K pikami ma postać:

$$y(t_i) = \sum_{j=1}^K f(\mathbf{b}_j, t_i) + z(\mathbf{b}_z, t_i) + \eta(t_i) \quad (14.6)$$

Gdzie: $f(\mathbf{b}_j, t_i)$ – funkcja opisująca pojedynczego pik chromatograficznego, której argumentem jest wektor parametrów pik \mathbf{b}_i oraz dyskretny czas t_i , $i=1..n$, $z(\mathbf{b}_z, t_i)$ –

model linii zerowej (bazowej) z wektorem parametrów \mathbf{b}_z , $\eta(t_i)$ – zakłócenie losowe. Sposób opracowania takiego sygnału dla chromatogramu z pikami rozdzielonymi przedstawiono na rysunku 14.1.



Rys. 14.1. Kolejne kroki opracowania danych chromatograficznych
Fig. 14.1. Steps for developing chromatographic data

a) Sygnał surowy opisywany wzorem 5; b) filtracja składowej losowej sygnału; c) sygnał po filtracji składowej losowej; d) estymacja linii bazowej; e) sygnał po odjęciu linii bazowej; f) segmentacja sygnału

Pierwszym krokiem opracowania danych jest filtracja sygnału zmniejszająca składową przypadkową. Jedną z najpopularniejszych metod jest wygładzanie wielomianowe metodą Savitzky'ego – Golaya [6], gdzie próbkę $y(t_i)$ w środku okna o szerokości $f = 2m + 1$ wygładza się wielomianem według wzoru:

$$\hat{y}(t_i) = \sum_{k=-m}^m c_k \cdot y(t_{i+k}) \quad (14.7)$$

Wygładzanie powtarza się dla wszystkich próbek sygnału za wyjątkiem m pierwszych i ostatnich próbek sygnału. Wartości współczynników c_k dla różnych stopni wielomianu aproksymującego oraz szerokości okna wygładzającego opublikowano w postaci odpowiednich tabel [6].

Drugi krok to wyznaczenie i korekcja (odjęcie) linii zerowej (bazowej). Linie bazową można estymować jednocześnie z pikami metodą regresji nieliniowej lub też osobno, wyznaczając ją z punktów między pikami jako łamaną łączącą poszczególne punkty albo wielomian odpowiedniego stopnia, oddający charakter zmienności linii bazowej. Na rysunku 14.1d linię bazową aproksymowano wielomianem drugiego stopnia przechodzącym przez punkty nie należące do pików. Sygnał po odjęciu linii bazowej przedstawiono na rysunku 14.1e.

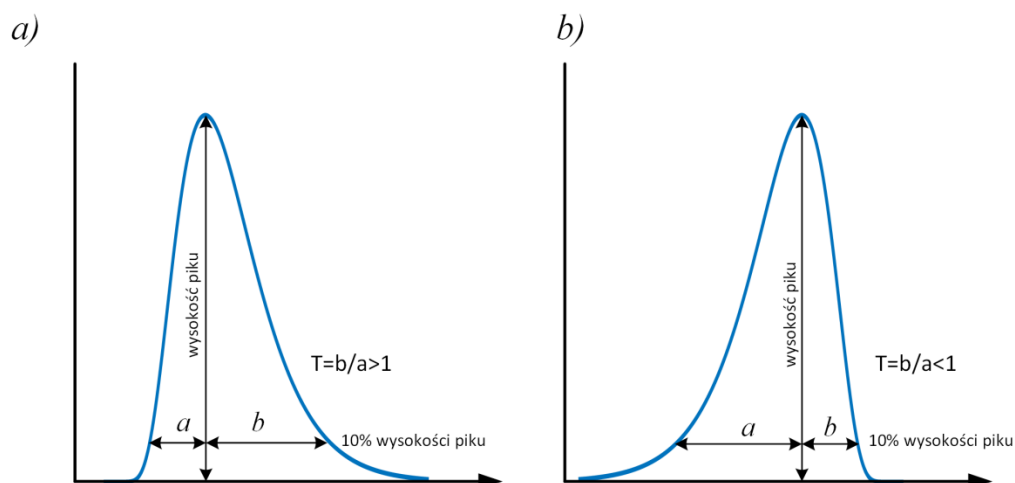
Po odjęciu linii bazowej sygnał segmentuje się (wydziela się fragmenty zawierające pojedyncze piki) i każdy z pików analizuje się osobno, wyznaczając jego czas retencji i powierzchnię, jak opisano wcześniej.

Gdy piki są nałożone, parametry pików można estymować metodą regresji nieliniowej. W tym celu należy wybrać funkcję opisującą pojedynczy pik wg modelu (14.6).

Podstawowym modelem matematycznym pojedynczego pików jest funkcja Gaussa. Wyraża się ona wzorem:

$$f(h, w_h, t_R, t) = h \cdot \exp\left(-(\ln 256) \frac{(t - t_R)^2}{(w_h)^2}\right) \quad (14.8)$$

Tak sparametryzowana funkcja Gaussa ma trzy parametry: h – wysokość pików, t_R – czas retencji (położenie maksimum) oraz szerokość w połowie wysokości w_h . Funkcja Gaussa nadaje się do modelowania pików symetrycznych lub zbliżonych do symetrycznych. W chromatografii piki najczęściej są asymetryczne w mniejszym lub większym stopniu. Definicję współczynnika asymetrii pokazano na rysunku 14.2.



Rys. 14.2. Piki asymetryczne i definicja współczynnika asymetrii T
Fig. 14.2. Asymmetric peaks and definition of the asymmetry factor T

a) pik asymetryczny w przód; b) pik asymetryczny w tył

Gdy pik jest asymetryczny w przód, współczynnik asymetrii T ma wartość większą od 1, w przypadku pik asymetrycznego w tył współczynnik asymetrii jest mniejszy od 1. $T = 1$ oznacza pik symetryczny.

Asymetria pików stanowi znaczne utrudnienie analizy sygnału, gdyż pogarsza zdolność rozdzielczą kolumny, a tym samym rozdzielczość pików na chromatogramie. Przyczyną asymetrii mogą być np. nieszczelności w układzie chromatografu, spowodowane np. zużyciem uszczelki w dozowniku, poprzez którą nastrzykuje się analizowaną próbkę do kolumny.

W przypadku pików asymetrycznych należy zastosować model z dodatkowymi parametrami uwzględniającymi asymetrię pików. Jednym z najprostszych modeli pików asymetrycznego jest model bigaussowski wyrażony wzorem:

$$f(h, w_{h1}, w_{h2}, t_R, t) = h \cdot \exp\left(-(\ln 256) \frac{(t - t_R)^2}{(w_{h1})^2}\right) \text{ dla } t \leq t_R \quad (14.9)$$

$$f(h, w_{h1}, w_{h2}, t_R, t) = h \cdot \exp\left(-(\ln 256) \frac{(t - t_R)^2}{(w_{h2})^2}\right) \text{ dla } t > t_R$$

Taki model pików posiada cztery parametry, w tym dwie różne szerokości, z lewej i z prawej strony maksimum, dzięki czemu może oddawać charakter pików asymetrycznych.

Opracowano wiele modeli pików asymetrycznych. Jeden z ogólniejszych opiera się na modelowaniu wariancji pików gaussowskiego jako funkcji czasu, najczęściej wielomianu. Model taki opisuje wzór:

$$f(h, t_R, \sigma_0, a_1, \dots, a_s, t) = h \cdot \exp\left(-\frac{(t - t_R)^2}{(\sigma_0 + a_1(t - t_R) + \dots + a_s(t - t_R)^s)^2}\right) \quad (14.10)$$

Funkcja ma $s+3$ parametry, przy czym parametry a_1, \dots, a_s są parametrami modelującymi asymetrię. Liczba parametrów modelujących asymetrię nie powinna być zbyt duża, gdyż na ogół trudno jest dobrać odpowiednie wartości tych parametrów. W praktyce rzadko stosuje się $s > 2$.

Estymacja parametrów pików nałożonych z zastosowaniem modelu matematycznego sygnału polega na dopasowaniu modelu do danych chromatograficznych według przyjętego kryterium. Wartości parametrów modelu minimalizujące przyjęty wskaźnik dopasowania są szukanymi parametrami modelu. Jeżeli zakłócenia losowe sygnału chromatograficznego mają rozkład normalny o wartości oczekiwanej 0, to najlepszym kryterium jest suma kwadratów odchyleń modelu od sygnału:

$$J(\mathbf{b}_1, \dots, \mathbf{b}_K, \mathbf{b}_z) = \sum_{i=1}^n \left(y(t_i) - \left(\sum_{j=1}^K f(\mathbf{b}_j, t_i) + z(\mathbf{b}_z, t_i) \right) \right)^2 \quad (14.11)$$

Optymalne parametry modelu $[\mathbf{b}_1, \dots, \mathbf{b}_K, \mathbf{b}_z]$ znajduje się, minimalizując względem nich wskaźnik J opisany wzorem (14.11).

Model matematyczny sygnału dla pików nałożonych oraz minimalizację wskaźnika dopasowania J można przeprowadzić w środowisku obliczeniowym Matlab, wykorzystując gotowe funkcje środowiska. Dokumentację elementów środowiska Matlab wykorzystanych do estymacji parametrów chromatogramu można znaleźć na odpowiednich stronach w Internecie [7].

Ponieważ model sygnału chromatograficznego jest nieliniowy względem parametrów, do realizacji zadania można wykorzystać funkcję „nlinfit” środowiska Matlab.

14.2. Przykład procedury wyznaczania parametrów pików nałożonych z zastosowaniem modelu matematycznego sygnału chromatograficznego w środowisku Matlab

Na rysunku 14.3a pokazano przykładowy sygnał chromatograficzny $y(t_i)$ składający się z dwóch pików nałożonych, z widocznym dryfem linii bazowej. Dryf linii bazowej ma charakter liniowy. W sygnale widać również szum losowy $N(0, \sigma=25\text{mV})$. Wartości czasów t_i oraz napięcia detektora y_i są zapisane w wektorach t i y . Model matematyczny takiego sygnału można sformułować z zastosowaniem modelu pików (8) oraz liniowym modelem dryfu zera jako:

$$y(b, t) = h_1 \cdot \exp\left(-(\ln 256) \frac{(t-t_{R1})^2}{(w_{h1})^2}\right) + h_2 \cdot \exp\left(-(\ln 256) \frac{(t-t_{R2})^2}{(w_{h2})^2}\right) + a \cdot t + b \quad (14.12)$$

Model taki ma osiem parametrów zgrupowanych w wektorze parametrów $b = [h_1, t_{R1}, w_{h1}, h_2, t_{R2}, w_{h2}, a, b]$, których wartości należy dobrać tak, aby model jak najlepiej oddawał charakter przebiegu zarejestrowanego sygnału $y(t_i)$. Definicja modelu (9) w środowisku Matlab ma następującą postać:

```
f=@(b,t)(b(1)*exp(-log(256)*(t-b(2)).^2/(b(3)^2))+b(4)*exp(-log(256)*(t-b(5)).^2/(b(6)^2))+b(7)*t+b(8));
```

Aby dopasować taki model do danych pomiarowych t i y należy odpowiednio wywołać procedurę 'nlinfit' środowiska Matlab:

```
bopt=nlinfit(t,y,f,b0)
```

gdzie t, y – wektory zawierające dane pomiarowe, f – model sygnału, $b0$ – wstępnie odgadnięte wartości wektora parametrów modelu. Z rysunku 14.3a można odczytać przybliżone wartości parametrów modelu odpowiadające sygnałowi i wstawić do wektora $b0$, zachowując kolejność parametrów z definicji funkcji:

```
b0=[2.8 35 14 2.6 56 13 0.007 0.26]
```

Przebieg modelu matematycznego sygnału dla wektora parametrów $b0$, $f(b0,t)$, wykreślono na rysunku 14.3b czerwoną linią przerywaną. Jak widać, model dobrze oddaje charakter sygnału, jednak parametry należy dobrać lepiej, gdyż model nie jest dobrze dopasowany. Procedura nlinfit, w której zaprogramowano złożony algorytm optymalizacyjny, zwraca wektor parametrów $bopt$ dających optymalne dopasowanie:

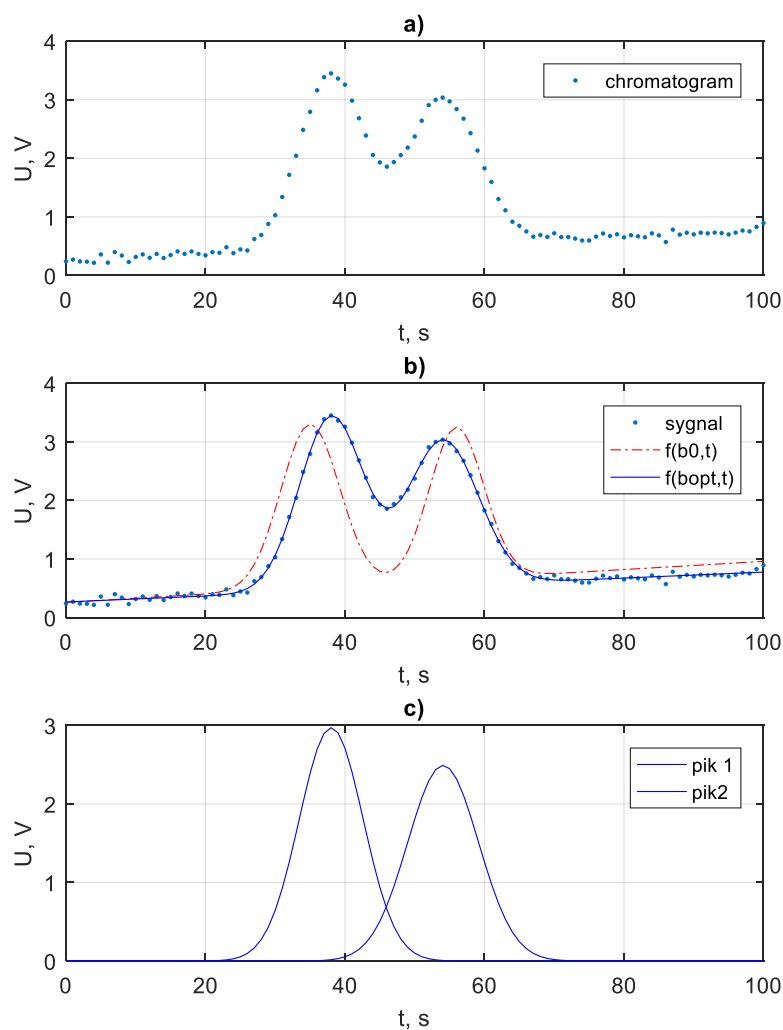
```
bopt =[2.9714 38.0273 15.2976 2.4912 54.0698 16.9124 0.0051 0.2664]
```

Przebieg dopasowanego modelu $f(bopt)$ pokazano na rysunku 14.3b jako linię ciągłą niebieską. Widać doskonale dopasowanie modelu do sygnału. Wykorzystując trzy pierwsze parametry wektora $bopt$ można, stosując model 8, wykreślić przebieg pierwszego odtworzonego pików w sygnale. Podobnie na podstawie parametrów od 4 do 6 można wg modelu (8) odtworzyć przebieg drugiego pików. Przebieg odtworzonych pików nałożonych pokazano na rysunku 14.3c. Wyznaczone z zastosowaniem modelowania matematycznego wartości parametrów pików w sygnale $y(t_i)$ przedstawiono w tabeli 14.1.

Na podstawie odtworzonych parametrów pików łatwo można wyznaczyć powierzchnie pików, co kończy etap przetwarzania sygnału.

Parametry pików składowych sygnału uzyskane metodą modelowania matematycznego

	H – wysokość pików, V	t_R – czas retencji pików, s	w_h – szerokość pików w połowie wysokości, s
Pik 1	2,97	38,0	15,3
Pik 2	2,49	54,1	16,9



Rys. 14.3. Odtworzenie pików składowych dla chromatogramu z dwoma pikami nałożonymi

Fig. 14.3. Reconstruction of the component peaks for the chromatogram with two peaks superimposed

a) sygnał chromatograficzny z dwoma pikami nałożonymi i dryfem linii bazowej; b) wstępny przebieg modelu dla odgadniętego wektora parametrów modelu $f(b_0, t)$ (kolor czerwony) oraz przebieg modelu dopasowanego $f(b_{opt}, t)$ (kolor niebieski); c) piki składowe w sygnale chromatograficznym odtworzone na podstawie dopasowanego modelu matematycznego

Bibliografia

1. Z. Witkiewicz: *Podstawy chromatografii*. WNT, Warszawa 2000.
2. J. Piotrowski (red.): *Pomiary. Czujniki i metody pomiarowe wybranych wielkości fizycznych i składu chemicznego*. WNT, Warszawa 2009.
3. E. Romer. *Miernictwo przemysłowe*. PWN, Warszawa 1978.
4. PN-75/T-06507.01 – Chromatografy gazowe i laboratoryjne. Podstawowe parametry techniczne.
5. PN-75/T-06507.02 – Chromatografy gazowe laboratoryjne. Metody pomiarów podstawowych parametrów technicznych.
6. J. Piotrowski, K. Kostyrko: *Wzorcowanie aparatury pomiarowej*. PWN, Warszawa 2002.
7. www.mathworks.com

Tomasz GRYCHOWSKI

15. CZUJNIKI GAZÓW TOKSYCZNYCH

Symbol	Jednostka	Znaczenie
L	ppm	liczba cząstek danego gazu na milion innych cząstek 1 ppm=0,0001% obj.
S	%, %obj., vol%	stężenie procentowe (objętościowe) $S = \frac{V_A}{V} 100\%$
DGW	%	stężenie odpowiadające procentowi dolnej granicy wybuchowości (używane w eksplozymetrach)
V_A	m ³	objętość danego składnika gazu A w mieszaninie
V	m ³	suma objętości wszystkich składników mieszaniny przed zmieszaniem.

Czujnik (ang. sensor) gazu to urządzenie, którego celem jest detekcja obecności gazu w powietrzu oraz wskazanie jego stężenia. W zależności od rodzaju, budowy, zasady działania, wykrywanego gazu, czujniki różnią się swoimi właściwościami takimi jak rozmiar, cena, dostępność, rodzaj sygnału wyjściowego, selektywność, dokładność oraz wpływ zakłóceń na pomiar. Czujniki gazów można podzielić ze względu na zasadę działania. Do najbardziej popularnych należą czujniki: elektrochemiczne, półprzewodnikowe – rezystancyjne, kalorymetryczne (pellistorowe i termokonduktometryczne), czujniki z falą akustyczną oraz czujniki optyczne (w tym najczęściej stosowane z absorpcją w podczerwieni).

Według definicji międzynarodowej organizacji IUPAC (Unia Chemii Czystej i Stosowanej) czujnik gazu jest urządzeniem, w którym informacja chemiczna o stężeniu gazu lub mieszaniny gazów jest transformowana na sygnał mierzalny, najczęściej elektryczny. Taką właściwość wykorzystuje się do określenia stężenia gazu w badanym środowisku, co ma zastosowanie w wielu dziedzinach życia.

Podstawowymi zastosowaniami systemów detekcji gazów są:

- ochrona zdrowia i życia ludzkiego (np. czujniki metanu w kopalniach),
- kontrola jakości procesów technologicznych (czynnik ekonomiczny),
- ochrona środowiska (np. wykrywanie wycieków substancji niebezpiecznych).

Czujniki gazów stosuje się tam, gdzie substancje niebezpieczne są stosowane, wytwarzane, przetwarzane, jak i w miejscach ich składowania. Do najważniejszych zagrożeń dla ludzi spowodowanych przez gazy możemy zaliczyć:

- niebezpieczeństwo wystąpienia atmosfery palnej, a co za tym idzie prawdopodobieństwo wystąpienia wybuchu,
- zatrucia organizmu, zarówno przez przekroczenie dopuszczalnych ilości w krótkim okresie czasu, jak i poprzez kumulację substancji niebezpiecznych w dłuższych okresach czasu – dotyczy substancji toksycznych,
- nieprawidłowe stężenie tlenu w atmosferze, jest niezwykle niebezpieczne ze względu na niewidoczne zmiany jego stężenia w powietrzu. Jest gazem bez zapachu, bezbarwnym i bez smaku. Koncentracja normalna w powietrzu wynosi 20,9%. Niebezpieczny jest zarówno jego nadmiar (stan euforii i niedostateczna koncentracja w czasie wykonywania obowiązków), jak i niedobór (powodujący zaburzenia oddychania – od utraty świadomości aż po zgon).

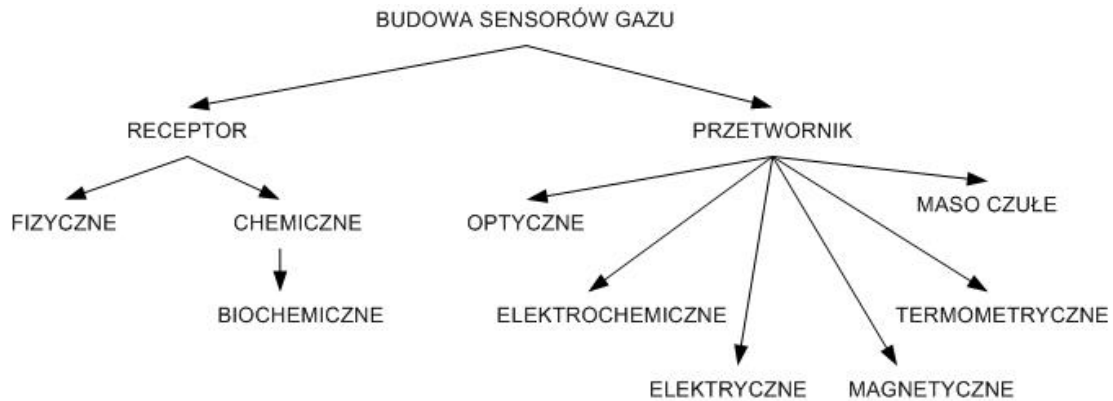
Ze względu na rodzaj wykonywanego pomiaru, zastosowanie czujników możemy podzielić na:

- środowiskowe, np. dwutlenku węgla, wilgotności, temperatury, dymu,
- oczyszczania, gazów przemysłowych, np. bromku metylu, ozonu, nadtlenu wodoru, tlenu, gazów palnych, czy tlenku węgla,
- toksyczne, np. siarkowodoru, dwutlenku siarki, chloru, cyjanowodoru, fluorowodoru, dwutlenku azotu, czy tlenku węgla.

Czujniki gazu można sklasyfikować według różnych kryteriów. Najbardziej reprezentacyjnym podziałem jest rozdzielenie dwóch podstawowych części wszystkich sensorów – części czulej na badaną właściwość oraz części „przedstawiającej wyniki pomiarów”. Na rysunku 15.1 pokazano podział ze względu na budowę czujnika.

Sensory są zbudowane z:

- receptora – element odbierający/reagujący z badanym gazem,
- przetwornika – element konwertujący reakcje receptora na wartość mierzalną dla systemu analizującego sensora.



Rys. 15.1. Budowa czujników (sensorów) gazów - podział
 Fig. 15.1. Construction of gas sensors (sensors) - division

Ze względu na część czułą czujniki gazu dzielimy na:

- fizyczne, gdzie nie zachodzi żadna reakcja chemiczna, np. bazujące na mierzeniu absorpcji, współczynnika odbicia, przewodności, temperatury, pojemności, dźwięku, wibracji czy zmianie masy,
- chemiczne, w których reakcja chemiczna z udziałem reagującego gazu powoduje zmianę analizowanego sygnału,
- biochemiczne, w których proces biochemiczny jest źródłem analitycznego sygnału, sensory biochemiczne mogą być przypisane jako podgrupa chemicznych.

Ze względu na sposób działania przetwornika, sensory możemy podzielić na:

- optyczne, wykorzystujące takie zjawiska optyczne jak absorpcja, odbicie, luminescencja, rozpraszanie, interferencja, rezonans plazmonów powierzchniowych, fotojonizacja, efekty optotermiczne, a także właściwości światłowodów i podczerwieni (IR),
- elektrochemiczne, gdzie badany gaz uczestnicząc w reakcji elektrodowej ogniwa elektrochemicznego, ciekłym lub stałym elektrolitem generuje różnicę potencjałów na elektrodach lub prąd elektryczny; potencjometryczne (napięcia prądu), amperometryczne (natężenia prądu), konduktometryczne (przewodności),
- elektryczne, w których badany gaz oddziałuje z materiałem sensora zmieniając jego właściwości elektryczne; termokonduktometryczne, półprzewodnikowe,
- magnetyczne, w których badany gaz redukujący lub utleniający oddziałuje z rdzeniem magnetycznym owiniętym spiralą magnetyczną, co przejawia się zmianami indukcyjności. Możliwość odizolowania fizycznego spirali od rdzenia daje możliwość stosowania tego typu czujników w środowiskach wysokotemperaturowych oraz korozyjnych,

- termometryczne, inaczej kalorymetryczne, termochemiczne, badany gaz palny ulega na powierzchni sensora utlenieniu (spaleniu). Wydzielone ciepło zmienia temperaturę sensora; z gorącym włóknem „hot-wire” 900-1000°C, pelistorowe katalityczne 400-600°C,
- maso czułe, gdzie molekuly gazu są absorbowane przez przetwornik zwiększając jego masę, co dla urządzeń operujących w rezonansie może być obserwowane jako zmiana częstotliwości rezonansowej (SAW),

Parametry charakteryzujące chemiczne czujniki gazów to :

- dokładność i powtarzalność,
- granica oznaczalności – stężenie, w którym średnia wartość mierzonego sygnału jest równa wartości dwóch odchyłeń standardowych,
- czułość – nachylenie krzywej odpowiedzi sensora wyrażonej jako wartość sygnału na jednostkę stężenia,
- zakres dynamiczny – zakres stężeń , w którym czułość jest większe od zera,
- selektywność – zdolność sensora do pomiaru jednego chemicznego składnika w obecności innych,
- czas odpowiedzi - czas po którym stężenie osiągnie 90% wartości zadanej,
- czas życia – okres czasu, kiedy sensor działa poprawnie.

15.1. Półprzewodnikowe – rezystancyjne czujniki gazów

Działanie takich czujników opiera się na zmianie konduktancji części gazoczułej w wyniku kontaktu z gazem [1]. Czujniki zbudowane są z półprzewodnika - tlenku metalu (np. dwutlenek cyny, tlenek cynku, dwutlenku tytanu), który w wyniku kontaktu z gazami redukującymi i utleniającymi zmieniają swoją konduktancję. Jest to związane z oddziaływaniem tlenu w powietrzu z cząsteczkami tlenu wchodzącymi w skład półprzewodnika. Na powierzchni półprzewodnika tworzą się wiązania chemiczne z cząsteczkami tlenu w powietrzu (adsorpcja chemiczna), czego wynikiem jest proces jonizacji molekuł – następuje wychwytywanie elektronów z pasma przewodnictwa półprzewodnika. Prowadzi to do zmniejszenia koncentracji nośników prądu, powodujących zmianę przewodnictwa powierzchniowego półprzewodnika. Gdy w atmosferze warstwy półprzewodnika pojawią się gazy redukujące np. tlenek węgla, metan, które reagują z cząsteczkami tlenu powodując, że ilość więzionych elektronów z warstwy przewodzącej półprzewodnika jest zwiększana – rośnie koncentracja nośników ładunków, dzięki czemu zwiększa się przewodnictwo

a rezystancja maleje. Oprócz tlenku węgla takie same właściwości wykazują gazy: wodór, metan, siarkowodór, dwutlenek siarki i inne [2]. W zależności od różnego materiału półprzewodnika, sensory różnią się właściwościami i zdolnościami detekcji różnych gazów. Różna może być technologia wytwarzania – grubowarstwowa lub cienkowarstwowa, kształt, położenie grzejnika i elektrod, tryb zasilania – stałonapięciowe lub impulsowe [3].

Typowa charakterystyka statyczna półprzewodnikowego czujnika w skali logarytmicznej jest w przybliżeniu liniowa. Czujniki charakteryzują się słabą selektywnością, wymagają konieczności stabilizacji temperatury. Posiadają liniowość w wąskim zakresie, niski pobór energii i niewielkie rozmiary. Wadą jest natomiast zmiana czułości w czasie. Wraz ze wzrostem temperatury i wilgotności otoczenia czujnika, maleje rezystancja części gazoczułej czujnika. Zależność ta jest na tyle duża, że w systemach korzystających z danych czujników wymagana jest kompensacja temperaturowa (wykorzystanie układu elektronicznego lub programowo).

15.2. Czujniki półprzewodnikowe cienkowarstwowe i grubowarstwowe

W czujnikach cienkowarstwowych (przez cienką warstwę rozumiemy warstwę materiału o grubości najczęściej kilkuset nanometrów) najczęściej stosowanym materiałem jest dwutlenek cyny SnO_2 [4, 5, 6]. Zasadą działania czujników jest zmiana ich przewodnictwa elektrycznego lub pojemności pod wpływem zjawisk powierzchniowych. Pierwszym czujnikiem grubowarstwowym była warstwa gazoczuła naniesiona na ceramiczną rurkę z umieszczoną wewnątrz spiralą grzejną [7]. Innym rozwiązaniem konstrukcyjnym są warstwy nanoszone na płaskie płytki ceramiczne.

15.3. Kalorymetryczne czujniki gazów

Zasada działania czujników kalorymetrycznych opiera się na zmianach temperatury związanej z procesami cieplnymi, w których bierze udział badany gaz. Zmiana temperatury jest skutkiem reakcji termicznej, w której biorą udział gazy. Zmiana temperatury wpływa na zmianę sygnału elektrycznego. Emisja ciepła, odpowiedzialnego za zmianę temperatury odbywa się zazwyczaj w wyniku spalania gazu w obecności tlenu atmosferycznego. Czujnik posiada element katalityczny zapewniający konieczną szybkość reakcji. Dla czujników termokonduktometrycznych

zmiana sygnału wyjściowego wynika ze zmiany różnicy przewodności cieplnej gazu odniesienia i badanego. Czujniki te stosowane są głównie do obserwacji dużych stężeń wodoru, metanu, dwutlenku węgla w powietrzu lub w innym gazie. W zależności od zasady działania mogą być podzielone na dwie grupy: termokonduktometryczne (katarometry) – wysokie stężenia oraz czujniki katalityczne – niskie stężenia. Zasada działania została szczegółowo opisana w rozdziale 16.

15.4. Elektrochemiczne czujniki gazów

Elektrochemiczne czujniki to takie, których sygnał wyjściowy generowany jest w wyniku wymiany ładunku elektrycznego pomiędzy przewodnikiem jonowym, a elektronowym. Intensywność tego procesu związana jest z aktywnością lub koncentracją niektórych cząstek chemicznych. Ze względu na rodzaj generowanego sygnału dzielą się na: czujniki potencjometryczne – napięciowy sygnał wyjściowy oraz czujniki amperometryczne – prądowy sygnał wyjściowy. Ze względu na rodzaj elektrolitu czujniki dzielimy na: czujniki z elektrolitem stałym i z elektrolitem ciekłym. Czujniki gazów ze stałym elektrolitem mają w ostatnich latach coraz większe zastosowanie, posiadają wysoką selektywność, dobrą stabilność długoczasową, niski koszt przy dużej ilości produkcji i są wygodne w użyciu (elektrolit nie może wyciec, elementy nie korodują). Czujniki elektrochemiczne nie pozostają jednak bez wad. Pierwszą z nich jest konieczność pracy w podwyższonej temperaturze, gdyż w temperaturze otoczenia elektrolity stałe cechują się niską przewodnością elektryczną. Ponadto, szybkość reakcji elektrodowych w czujnikach ze stałym elektrolitem, w warunkach podwyższonej temperatury jest bardzo mała. Pociąga to za sobą konieczność użycia większej ilości energii do zasilania czujnika. Zwiększa się także czas inicjalizacji spowodowany oczekiwaniem na osiągnięcie przez sensor odpowiedniej temperatury.

15.5. Czujniki potencjometryczne

To odmiana czujników elektrochemicznych, których sygnał wyjściowy jest mierzony bezprądowo jako siła elektromotoryczna. Przykładowym sensorem elektrochemicznym potencjometrycznym z elektrolitem stałym może być czujnik dwutlenku węgla. Zbudowany jest z dwóch elektrod umieszczonych między

elektrolitem stałym. W wyniku reakcji dwutlenku węgla z czujnikiem, generowana jest siła elektromotoryczna zależna od stężenia badanego gazu. Czujnik wymaga jednak wzmacniacza, gdyż sygnał wyjściowy jest niewielki [10].

Charakterystyka czujnika przejawia logarytmiczną zależność zmiany napięcia wyjściowego od wzrostu stężenia dwutlenku węgla w powietrzu. Do wad tego czujnika należy duży wpływ na zmiany temperatury i wilgotności oraz zmiana właściwości w czasie [8]. Inne przykładowe czujniki potencjometryczne – elektrochemiczne to czujniki tlenu oparte na „stabilizowanej” ceramice cyrkowej YSZ – samochodowa sonda lambda.

Przykładem czujnika elektrochemicznego potencjometrycznego z elektrolitem ciekłym może być dwuelektrodowy czujnik tlenu. Czujnik posiada liniową charakterystykę i nie wymaga zasilania. Czas życia takich współczesnych czujników to 3-10 lat. Wadą czujnika jest wolny czas odpowiedzi na zmianę stężenia gazu w powietrzu.

15.6. Czujniki amperometryczne

Czujniki takie zbudowane są z elektrolitu i z dwóch lub trzech elektrod. Jedną z nich to elektroda pomiarowa, druga odniesienia. Cząsteczki gazu w wyniku kontaktu z elektrodą pomiarową są utleniane, w wyniku reakcji po połączeniu elektrod przez zewnętrzny obwód następuje przepływ ładunków między dwoma elektrodami. Wartość prądu jest zależna od ilości gazu utlenianego na elektrodzie pomiarowej. Dzięki zastosowaniu bariery dyfuzyjnej, kontrolującej ilość gazu wchodzącego w kontakt z elektrodą, prąd wyjściowy płynący przez zewnętrzny obwód łączący obie elektrody jest proporcjonalny do stężenia gazu badanego. W celu zapewnienia odpowiedniej selektywności czujników, często stosowane są filtry, mające na celu eliminację wpływu niepożądanych gazów o silnych właściwościach utleniających. Kolejną cechą czujników jest duża zależność od temperatury [12].

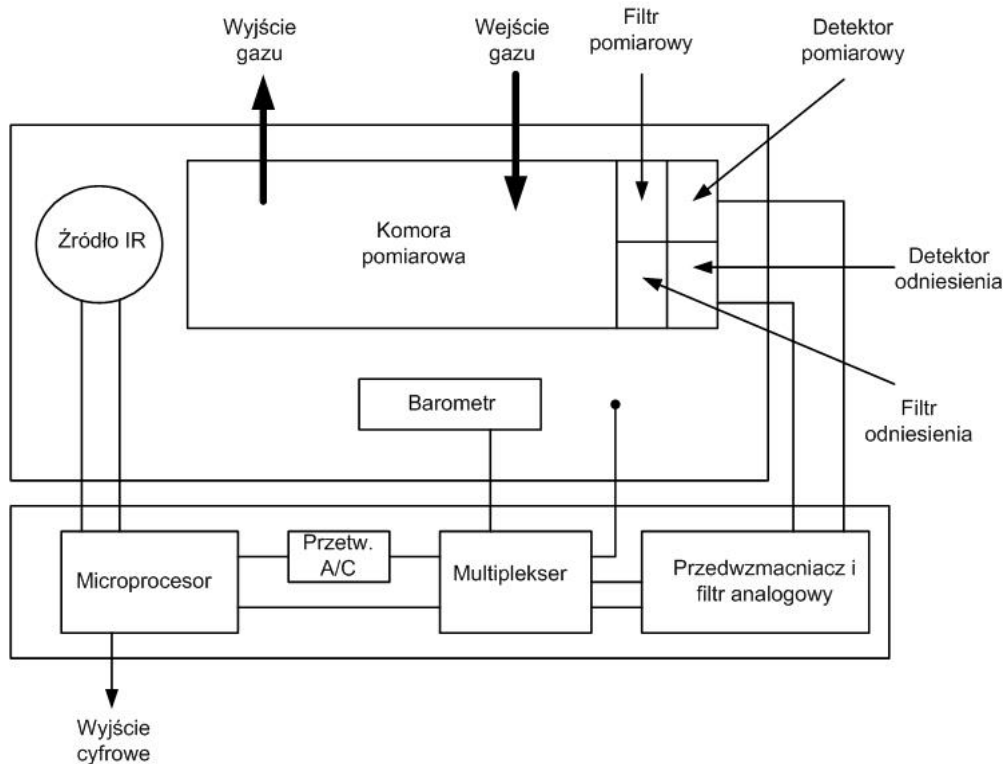
Przykładowy czujnik amperometryczny elektrochemiczny to sensor tlenku węgla firmy Figaro [13]. Zależność natężenia prądu od stężenia gazów jest liniowa, a czułość na inne gazy jest mała. Sensor wymaga kompensacji temperaturowej. Ze względu na sposób działania czujników, mają zastosowanie w wykrywaniu gazów elektrochemicznie aktywnych. Oprócz tlenku węgla na rynku dostępne są czujniki takich gazów jak: siarkowodór, tlenek i dwutlenek azotu, chlor, dwutlenek siarki, amoniak i inne.

15.7. Optyczne czujniki gazów

W zależności od źródła sygnału można wyróżnić następujące rodzaje optycznych czujników gazów, są to: absorpcyjne, odbiciowe, rozproszeniowe, refrakcyjne i luminescencyjne [2]. Zasada działania czujników jest związana z takimi zjawiskami jak: zmiana współczynnika załamania światła, propagacji fali zanikającej, absorpcji oraz interferencji. Pomiaru bazują na analizie widma, zmiany fazy, częstotliwości czy polaryzacji światła.

15.8. Niedispersyjna spektroskopia w podczerwieni (NDIR)

Analizator NDIR składa się ze źródła promieniowania podczerwonego (source), komory detekcyjnej (sample cell), filtru optycznego i detektora promieniowania podczerwonego – rysunek 15.2. Lampa podczerwona emituje promieniowanie, które przechodzi przez komorę wypełnioną gazem. Gaz absorbuje część promieniowania o długości fali charakterystycznej dla danego ośrodka. Detektor umieszczony po przeciwległej części komory wypełnionej gazem mierzy natężenie promieniowania, które nie zostało absorbowane. Filtr optyczny ma za zadanie eliminację promieniowania o długości fali różnej od tej absorbowanej przez badany gaz. W wyniku różnicy między natężeniem promieniowania generowanego, a padającego na detektor możliwe jest określenie stężenia badanego gazu. Metoda NDIR między innymi jest wykorzystywana do pomiaru stężenia dwutlenku węgla i tlenku węgla w powietrzu (brak możliwości pomiaru gazów jednoatomowych) [2].



Rys. 15.2. Schemat blokowy wysokiej dokładności dwukanałowego czujnika gazu
 Fig. 15.2. Block diagram of high accuracy two-channel gas sensor

Czujniki te charakteryzują się bardzo dobrą selektywnością, małym wpływem ciśnienia, odpornością na wibracje i linową charakterystyką w szerokim zakresie pomiaru przy dużej czułości.

15.9. Metoda chemiluminescencyjna

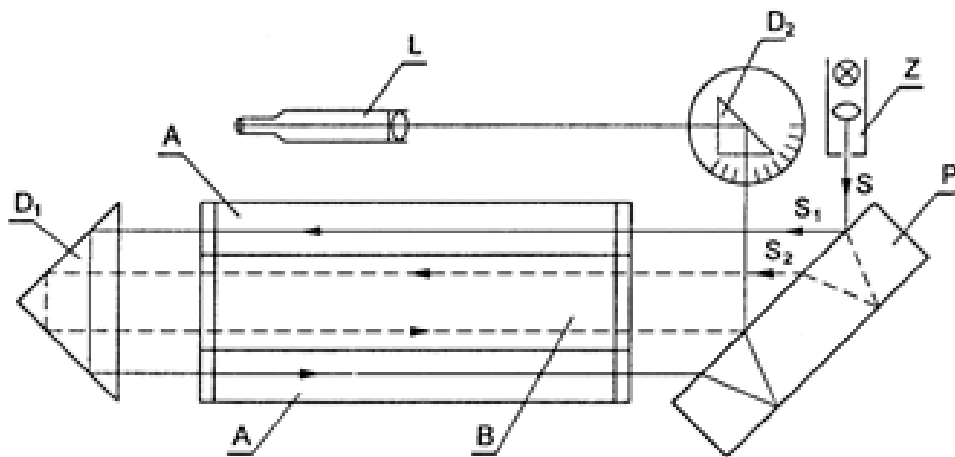
Metoda wykorzystywana szczególnie do pomiaru tlenków azotu, opiera się na zjawisku chemiluminescencji, czyli emisji promieniowania w wyniku reakcji chemicznej.

15.10. Fluorescencyjna metoda UV

Metoda ta opiera się na zjawisku fluorescencji, czyli emisji promieniowania na skutek absorpcji energii promieniowania padającego na dany ośrodek. Najczęściej wykorzystywana jest przy pomiarze stężenia dwutlenku siarki.

15.11. Analizatory interferometryczne

Analizatorami takimi mierzy się przesunięcie prążków interferencyjnych spowodowane różnicą współczynników załamania światła przechodzących przez wzorcową i badaną mieszkankę gazową (każdy gaz ma swój współczynnik załamania światła). Można wykonywać pomiary: metanu, wodoru oraz dwutlenku węgla w zakresie 0-100% V/V. Pomiar jest nieselektywny (duży wpływ CO₂ i pary wodnej, ciśnienia i H₂, stosuje się odpowiednie filtry). W celu automatyzacji pomiaru możliwość zastosowania fotodetektora (konwersja sygnału na elektryczny).



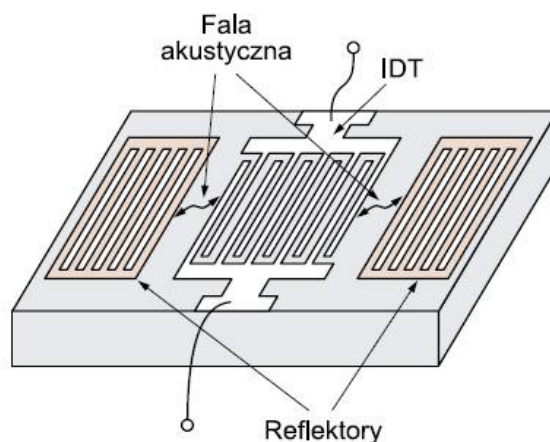
Rys. 15.3. Zasada działania czujnika interferometrycznego: A – komora z czystym powietrzem, B – komora z badanym powietrzem, D1 – pryzmat szklany prostokątny, D2 – pryzmat odbijający, L – luneta, P – płytką równoległościenną, S, S1, S2 – wiązki promieni świetlnych, Z – źródło światła

Fig. 15.3. Principle of operation of the interferometric sensor: A – clean air chamber, B – tested air chamber, D1 – rectangular glass prism, D2 – reflective prism, L – telescope, P – parallelepiped plate, S, S1, S2 – light beam, Z – light source

15.12. Czujniki gazów oparte na powierzchniowej fali akustycznej (SAW)

Zasada działania czujnika SAW (*ang. Surface Acoustic Wave*) jest stosunkowo prosta i polega na wykorzystaniu zjawiska zmiany prędkości fali akustycznej generowanego zmianami stanu powierzchni piezoelektryka, po którym fala się propaguje. Dla przykładu realizacja czujnika stężenia gazu polega na pokryciu odpowiednią substancją chemoczułą obszaru propagacji fali. Nałożona warstwa reagując na obecność gazu oddziałuje na powierzchnię, wywołując efekt jej obciążenia masą czy też jej przewodnictwa elektrycznego. Stosowane materiały: monokryształy kwarcu, niobianu litu LiNbO₃, tantalanu litu LiTaO₃ oraz mikrostruktury z cienką

zorientowaną warstwą ZnO na podłożu krzemowym. Czujniki takie charakteryzuje uniwersalizm, prostota, bardzo duża czułość, niewielki rozmiar oraz niski pobór mocy [9]. Na rysunku 15.4 pokazano typową budowę czujnika.



Rys. 15.4. Typowa budowa czujnika SAW

Fig. 15.4. Typical construction of SAW sensor

IDT – interdigital transducers – przetwornik „międzypalczasty”

Bibliografia

1. J. Janata: *Principles of Chemical Sensors*, Plenum Press, New York 1989.
2. T. Pisarkiewicz: *Mikrosensory gazów*. Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne AGH, Kraków 2007.
3. Z. Rapacz: *Wybrane sensory gazów*. Multimedialny przewodnik wykonany w oparciu o pakiet Macromedia. AGH, Kraków 2008.
4. H. Windischmann, P. Park: *J. Electrochem. Soc.*, 126 (1979) 627.
5. N. Yamazoe, Y. Kurokawa, T. Seiyama: *Sensors and Actuators*, 4 (1983) 283.
6. P. Pasierb, Z. Szklarski: *Le Vide, les Couches Minces*, 260 (1992) 39.
7. N. Taguchi, US Patent 3, 625, 756 (1971).
8. Sheikh Akbar, Prabir Dutta, Chonghoon Lee: *High-Temperature Ceramic Gas Sensors: A Review*, International Journal of Allied Ceramic Technology, 3(4) 302-311, 2006.
9. J. Filipiak, G. Steczko, S. Kostrzewa, Ł. Wcisło: *Podzespoły z akustyczną falą powierzchniową*, Przegląd Elektrotechniczny, ISSN 0033-2097, R. 91 NR 1/2015.
10. Figaro Engineering Inc. TGS4161 Datasheet, 2010.
11. Figaro Engineering Inc. TGS4160 Datasheet, 2010.
12. W. Göpel, J. Hesse, J.N. Zemel (eds.): *Sensors : a comprehensive survey. Vol. 2, Chemical and biochemical sensors*. Weinheim cop. 1991.
13. Figaro Engineering Inc. TGS5342 Datasheet, 2016.

Karol JABŁOŃSKI

16. CZUJNIKI GAZÓW PALNYCH

Symbol	Jednostka	Znaczenie
ϕ	%	stężenie objętościowe gazu
U_{in}	V	napięcie zasilania mostka
U_{out}	V	napięcie wyjściowe mostka
R_a	Ω	rezystancja elementu aktywnego
R_p	Ω	rezystancja elementu pasywnego

Jednym z istotnych zagrożeń w wielu dziedzinach przemysłu jest zagrożenie eksplozją wynikające z obecności atmosfery wybuchowej. Rafinerie, kopalnie, zakłady przetwórstwa chemicznego, a często również obiekty produkujące żywność i leki, narażone są na stałe lub okresowe występowanie gazów palnych w powietrzu. Eksplozja może nastąpić, gdy dochodzi do koincydencji wystąpienia mieszanki gazowej o odpowiednim stężeniu oraz źródła zapłonu – iskry bądź wysokiej temperatury. Obok minimalizowania ryzyka wystąpienia źródeł zapłonu (czyli iskrobezpieczeństwa) istotne jest więc monitorowanie składu atmosfery, do czego wykorzystuje się czujniki gazów palnych [1] (rysunek 16.1). Jednym z najpopularniejszych typów tych urządzeń są sensory katalityczne, należące do grupy sensorów kalorymetrycznych.

16.1. Kalorymetryczne czujniki gazów

Zasada działania czujników kalorymetrycznych opiera się na zmianach temperatury związanych z procesami cieplnymi, w których bierze udział badany gaz oraz jego właściwościami termodynamicznymi. Pomiar temperatury umożliwia pośrednie przetworzenie sygnału chemicznego, jakim jest stężenie gazu, na sygnał elektryczny.

W zależności od zasady działania zazwyczaj dzieli się je na dwie grupy: czujniki termokonduktometryczne oraz katalityczne.



Rys. 16.1. Przykład czujnika gazów palnych w obudowie przemysłowej i z osłoną ognioszczelną – SmArtGas 4 firmy Atest-Gaz

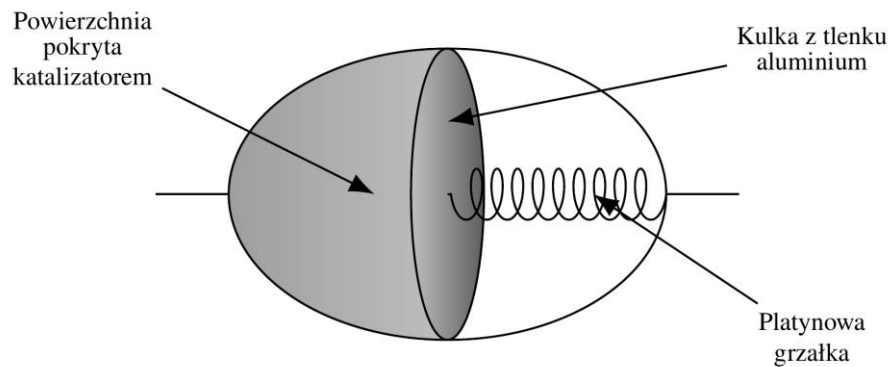
Fig. 16.1. Example of combustible gas sensor with industrial housing and flameproof enclosure – Atest-Gaz SmArtGas 4

16.2. Zasada działania czujnika katalitycznego

Sensory katalityczne stanowią jeden z rodzajów czujników kalorymetrycznych, czyli reagujących na parametry termiczne otaczających je gazów. Zasada ich działania polega na pomiarze wzrostu temperatury powierzchni katalizatora, będącego skutkiem utleniania substancji palnych zawartych w otaczającej atmosferze. W celu utrzymania katalizatora w temperaturze wyższej od temperatury zapłonu gazu na jego powierzchni wykorzystywana jest grzałka, natomiast monitorowanie temperatury zachodzi z użyciem odpowiedniego przetwornika.

Najpopularniejsza konstrukcja katalitycznego czujnika gazów palnych zakłada zintegrowanie wszystkich wspomnianych podzespołów w jeden element. Platynowy drut umieszczony w kulce z tlenku metalu (np. Al_2O_3) pokrytej katalizatorem pełni rolę zarówno grzałki, jak i termometru. Ten typ budowy nazywany jest pelistorem (ang. *pellistor*, od *pellet resistor*), przedstawiono go na rysunku 16.2. Grzałka podnosi temperaturę elementu do około 500°C , co w przypadku wystąpienia substancji palnej

w otoczeniu spowoduje jej utlenianie, które, jako proces egzotermiczny, zwiększy temperaturę układu. Spowoduje to wzrost rezystancji drutu, który w odpowiednich warunkach będzie proporcjonalny do stężenia gazu palnego w atmosferze. Dzięki zastosowaniu platyny zależność rezystancji od temperatury może być uznana za liniową.

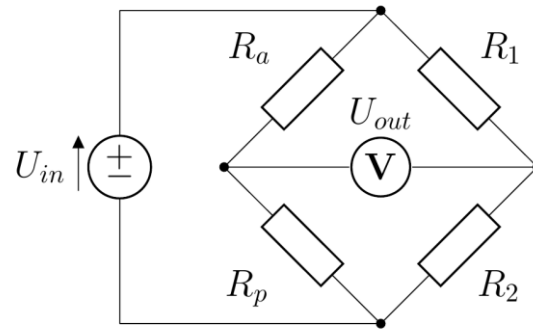


Rys. 16.2. Schemat konstrukcji pelistora
Fig. 16.2. Pellistor's construction diagram

W praktyce do pomiaru rezystancji elementu stosuje się niezrównoważony mostek Wheatstone'a. Poza opisanym powyżej elementem aktywnym R_a oraz rezystorami stałymi R_1 i R_2 , w układ włączony jest też referencyjny element pasywny R_p . Układ dwóch elementów przedstawia rysunek 16.3. Sposób ich połączenia przedstawia rysunek 16.4. Zachwianie równowagi mostka prowadzi do zmiany wartości napięcia wyjściowego U_{out} .



Rys. 16.3. Przykład pelistora ze zdemontowaną osłoną
Fig. 16.3. Example of pellistor with removed enclosure



Rys. 16.4. Podłączenie pelistora w mostku Wheatstone'a
 Fig. 16.4. Pellistor connection in a Wheatstone Bridge

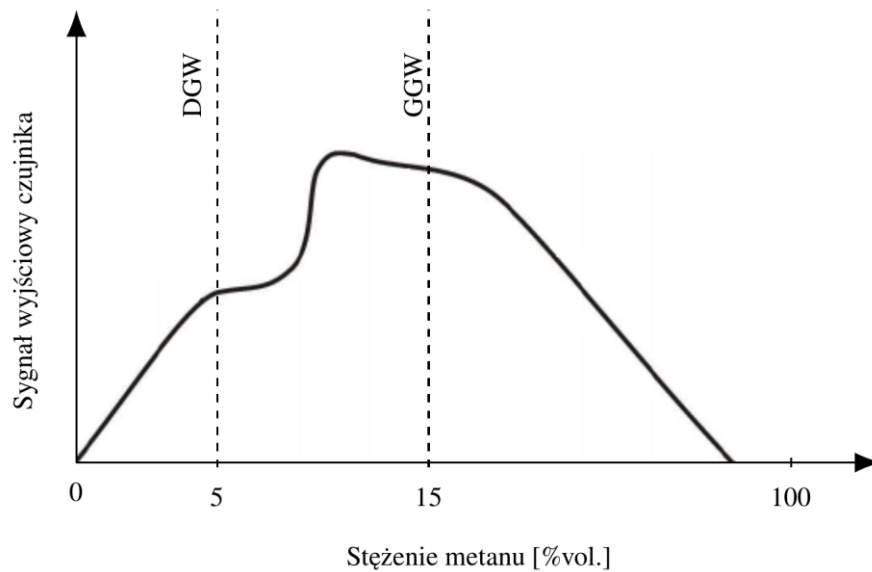
Wyjście z tego układu wyraża się równaniem:

$$U_{out} = U_{in} \left(\frac{R_a}{R_a + R_p} - \frac{R_1}{R_1 + R_2} \right) \quad (16.1)$$

gdzie U_{in} to napięcie zasilania mostka. W praktyce $R_1 = R_2$, wówczas:

$$U_{out} = U_{in} \left(\frac{R_a}{R_a + R_p} - \frac{1}{2} \right). \quad (16.2)$$

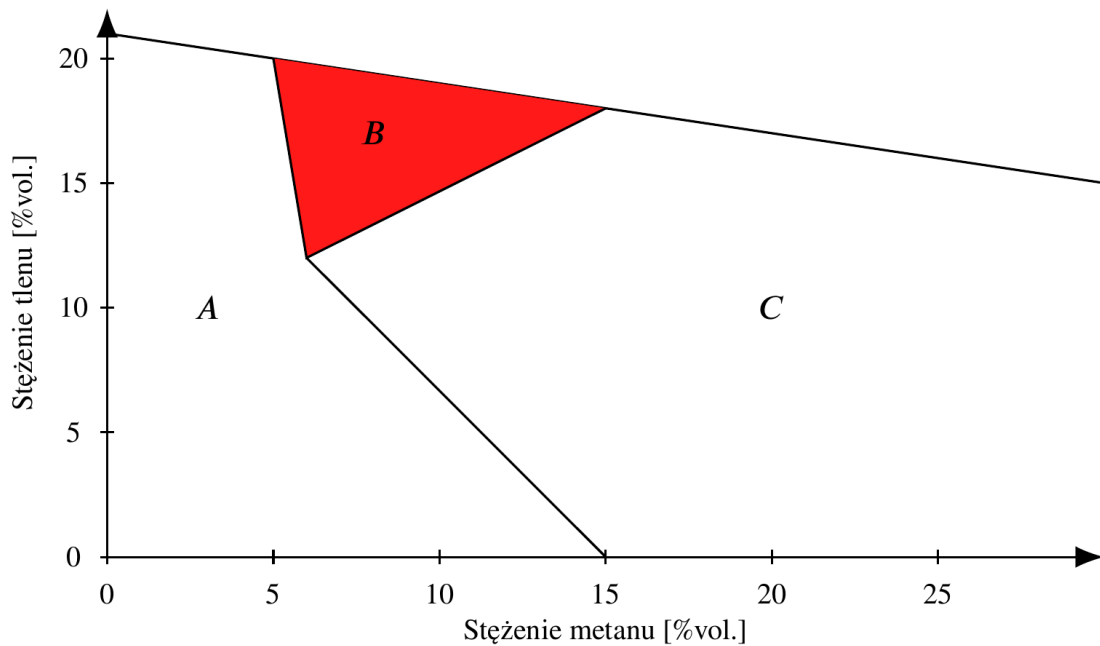
Element pasywny powinien mieć identyczne parametry elektryczne i termiczne co element aktywny, ale być pozbawiony katalizatora lub posiadać katalizator unieczynniony. W tym układzie zapewnia to automatyczną kompensację wpływu warunków otoczenia na wynik pomiaru, gdyż czynniki inne niż pojawienie się atmosfery palnej powinny w identyczny sposób wpływać zarówno na rezystancję elementu aktywnego, jak i pasywnego, a w takiej sytuacji $\frac{R_a}{R_a + R_p} = const$. Niestety w praktyce już sama różnica w warstwie katalizatora może zróżnicować elementy (np. inna masa, porowatość, emisyjność), więc wykorzystanie mostka pomiarowego nie zapewnia idealnej kompensacji.



Rys. 16.5. Przykładowy kształt charakterystyki czujnika katalitycznego w funkcji stężenia objętościowego metanu

Fig. 16.5. Example of the catalytic sensor characteristic in term of the methane concentration function

Ogromną zaletą czujników katalitycznych jest ich liniowa odpowiedź poniżej dolnej granicy wybuchowości stężenia substancji palnej (DGW, ang. LEL – *lower explosive limit*). Powyżej DGW wartość odpowiedzi rośnie aż do stężenia stechiometrycznego, a po przekroczeniu górnej granicy wybuchowości (GGW, ang. UEL – *upper explosive limit*) gwałtownie spada aż do zera w czystej substancji. Przykład charakterystyki czujnika widoczny jest na rysunku 16.5. Przyczyną takiego zachowania jest spadek stężenia tlenu wypieranego przez substancję palną, który powyżej proporcji stechiometrycznych powoduje zmniejszanie intensywności spalania mimo wzrostu ilości paliwa. Zjawisko to ilustruje trójkąt Cowarda wyznaczający strefę wybuchowości mieszaniny na płaszczyźnie reprezentującej stężenie tlenu i gazu palnego. Trójkąt dla metanu ilustruje rysunek 16.6. Obszar *A* oznacza mieszaniny niewybuchowe, obszar *B* mieszaniny wybuchowe, a obszar *C* mieszaniny niewybuchowe ze względu na nadmiar substancji palnej.



Rys. 16.6. Trójkąt Cowarda dla metanu
Fig. 16.6. The Coward triangle for methane

Ze względu na liniowość czujników katalitycznych, ich charakterystyka przetwarzania może być wyrażona za pomocą równania prostej:

$$\phi = aU_{\text{out}} + U_0 \quad (16.3)$$

gdzie: ϕ to stężenie gazu, a to czułość sensora, U_0 to napięcie wyjściowe w gazie obojętnym w warunkach odniesienia.

16.3. Zasada działania czujnika termokonduktometrycznego

Budowa czujnika termokonduktometrycznego jest teoretycznie identyczna jak czujnika katalitycznego i jest on także podłączany w układzie mostka niezrównoważonego (rysunek 16.4). Różnica polega na fakcie, iż na jego powierzchni nie dochodzi do spalania. Temperatura elementu aktywnego zależy więc, poza warunkami zewnętrznymi i ilością mocy dostarczonej, od przewodności cieplnej otaczającego go gazu. Pomiar realizowany jest więc z wykorzystaniem faktu, że wraz ze zmianą składu mieszanki zmienia się jej przewodność, co powoduje mniej lub bardziej skuteczne chłodzenie elementu aktywnego. Element pasywny jest natomiast zamknięty w pojemniku wypełnionym gazem o stałym składzie.

Czujniki termokonduktometryczne charakteryzują się niską selektywnością i czułością, ale są niezawodne i mają szeroki zakres pomiaru. Są stosowane głównie do

wykrywania gazów wybuchowych w większych stężeniach, np. metanu w atmosferze kopalnianej, dwutlenku węgla. Często pracują wspólnie z czujnikiem katalitycznym, który mierzy z lepszą dokładnością, lecz jedynie poniżej DGW, natomiast powyżej DGW układ przełącza się na pomiar sensorem termokonduktometrycznym, który posiada niższą czułość, lecz większy zakres.

Bibliografia

1. J. Frączek: *Aparatura przeciwwybuchowa w wykonaniu iskrobezpiecznym*. Śląskie Wydawnictwo Techniczne, Katowice 1995.
2. T. Pisarkiewicz: *Mikrosensory gazów*. AGH Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków 2007.
3. PN-EN60079-29-1 *Atmosfery wybuchowe część 29-1: Detektory gazu -wymagania metrologiczne i funkcjonalne detektorów gazów palnych*, 2017.
4. W. Goepel, T. Jones, M. Kleitz, I. Lundström, T. Seiyama, J. Hesse, J. Zemel: *Sensors, Chemical and Biochemical Sensors, vol. 2*. John Wiley & Sons, Weinheim 1991.
5. P.T. Moseley, B. Tofield: *Solid-state gas sensors*. Adam Hilger, Bristol and Philadelphia 1987.

Andrzej KOZYRA

17. PROMIENIOWANIE JONIZUJĄCE

Symbol	Jednostka	Znaczenie
γ		promieniowanie gamma, kwant promieniowania gamma
β, β^+, β^-		promieniowanie beta (promieniowanie β^+ to pozytony, promieniowanie β^- to elektrony), kwant promieniowania beta
α		promieniowanie alfa, kwant promieniowania alfa
h	$6,6256 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$	stała Plancka
C	$3 \cdot 10^8 \text{ m/s}$	prędkość światła
λ	μm	długość fali promieniowania γ
$E, E_{\text{sr}}, E_{\text{max}}$	eV, J	energia promieniowania $1\text{eV} \approx 1,6 \times 10^{-19} \text{ J}$, energia średnia, energia maksymalna
ρ	kg/m^3	gęstość ośrodka (materiału)
ρ_p	kg/m^2	gęstość powierzchniowa ośrodka (iloczyn gęstości i grubości próbki) $\rho_p = \rho \cdot d$
d	m	grubość materiału
Z, A		liczba atomowa pierwiastka, masa atomowa pierwiastka
ψ_0, ψ	W/m^3	gęstość strumienia energii przed i po przejściu przez absorbent
μ'	m^2/kg	masowy współczynnik osłabienia
R_{max}	g/cm^3	grubość materiału, która absorbuje 99,9% energii promieniowania
I, I_k	1/s	szybkość zliczania impulsów przez licznik Geigera-Mullera, I_k wartość skorygowana po uwzględnieniu czasu t_m
t_m	s	czas martwy sondy licznika Geigera-Mullera

Promieniowanie to strumień energii (może być to strumień cząstek o pewnej energii kinetycznej lub fala elektromagnetyczna). Promieniowanie jonizujące, to strumień cząsteczek (promieniowanie korpuskularne) lub kwantów promieniowania

elektromagnetycznego (promieniowanie elektromagnetyczne) o odpowiednio wysokiej energii, która jest zdolna do bezpośredniej lub pośredniej jonizacji atomów ośrodka [1]. Praktycznie strumień dowolnych cząstek rozpędzony do odpowiednio wysokiej energii można uznać za promieniowanie jonizujące.

Do wytworzenia w powietrzu jednej pary jonów niezbędna jest energia ok. 34 eV. Aby promieniowanie mogło wytworzyć znaczącą liczbę jonów, energie poszczególnych cząstek są rzędu setek keV do kilkudziesięciu MeV. To oznacza, że pojedyncza cząstka promieniowania może wytworzyć setki tysięcy jonów.

Najważniejszymi rodzajami są promieniowania: gamma (γ) i X, alfa (α), beta (β), neutronowe (n). Cząsteczki wchodzące w skład danego promieniowania mają bardzo różne właściwości.

W dalszej części wprowadzenia opisane zostaną podstawowe właściwości poszczególnych rodzajów promieniowania. Jako zasięg, rozumiana jest grubość danego materiału, która pochłonie 99,9% energii promieniowania padającego na ten materiał [2].

17.1. Promieniowanie γ i X

Jest to promieniowanie elektromagnetyczne. Energia kwantów promieniowania elektromagnetycznego (fotonu) jest powiązana z długością fali. Ze wzoru Plancka (17.1) energia fotonu:

$$E = h \frac{c}{\lambda}, \text{J} \quad (17.1)$$

Dla promieniowania X długość fali wynosi $10^{-8} - 10^{-12}$ m (energie 1 keV-1 MeV). Dla promieniowania γ długość fali jest mniejsza niż 10^{-10} m (energie $>0,5$ MeV). Promieniowanie γ od X odróżnia miejsce powstawania. Promieniowanie γ powstaje w jądrach atomowych (np. po rozpadzie promieniotwórczym w jądrze atomowym powstaje nadmiar energii, który jest wypromieniowywany w postaci kwantu promieniowania γ). Promieniowanie X powstaje poza jądrem atomowym np. na skutek hamowania wysokoenergetycznych elektronów w polu elektrycznym jądra atomowego. W ten sposób np. wytwarzane jest promieniowanie w lampie RTG.

17.2. Właściwości promieniowania γ i X

Kwant promieniowania elektromagnetycznego nie ma ani masy spoczynkowej, ani ładunku elektrycznego. Z tego powodu słabo oddziałuje z materią ośrodka (promieniowanie przenikliwe). Przechodząc przez ośrodek, promieniowanie oddaje energię głównie elektronom, jonizując atomy ośrodka. Elektrony wytracając energię kinetyczną wytwarzają promieniowanie wtórne. Energia jest rozpraszana i ostatecznie w większości zamieniana na ciepło [3].

Materiały o większej gęstości lepiej pochłaniają promieniowanie γ i X, dlatego jako osłony przed tym promieniowaniem stosowane są takie materiały jak: ołów, beton, zubożony uran itp.

17.3. Promieniowanie α

Cząstka α , to dwa neutrony i dwa protony (jądro atomu helu). W wyniku rozpadu alfa izotopów promieniotwórczych, z jądra atomowego emitowana jest cząstka α o typowej energii 3-7 MeV (5 MeV odpowiada prędkości cząstki 15 000 km/s). Izotop staje się izotopem pierwiastka o mniejszej o 2 liczbie atomowej i mniejszej o 4 masie atomowej.

17.4. Właściwości promieniowania α

Cząstka α ma bardzo dużą masę (7294 masy elektronu) i ładunek elektryczny $+2e$. Z tych powodów silnie oddziałuje z atomami ośrodka, przez które to promieniowanie przechodzi. Już ok 10 cm powietrza (10^{-2} mm aluminium) całkowicie zatrzymuje promieniowanie. Cząstka α po utracie energii kinetycznej i przyłączeniu elektronu z otoczenia, staje się „zwykłym” atomem helu. Promieniowanie α bardzo silnie jonizuje. Energia jednej cząstki (rzędu 5 MeV) wystarcza do wytworzenia ponad 100 000 jonów na małym dystansie. Dlatego źródła promieniowania α są często stosowane do wytwarzania jonów [4]. W papierniach ruch wstęgi papieru powoduje wytwarzanie ładunków elektrostatycznych i zagrożenia pożarem. Ładunek ten można bezpiecznie rozładować za pomocą promieniowania α . Innym przykładem są izotopowe czujniki dymu. Źródło α jonizuje powietrze między elektrodami umożliwiając przepływ prądu.

Cząstki stałe dymu pochłaniają promieniowanie, zmniejszają liczbę nośników prądu i prąd płynący między elektrodami.

17.5. Promieniowanie β

Jest to strumień wysokoenergetycznych elektronów (β^-) lub antyelektronów (β^+). Elektron ma masę spoczynkową $9,1 \cdot 10^{-31}$ kg. Promieniowanie takie powstaje podczas rozpadu beta izotopów promieniotwórczych. W wyniku rozpadu beta pierwiastek zmienia liczbę atomową o +1 lub -1 bez zmiany masy atomowej. Z jądra atomowego emitowane jest promieniowanie β o charakterystycznym dla danego izotopu widmie energetycznym, energii średniej i maksymalnej. Typowa energia średnia, to 0,25-0,45 E_{\max} . Promieniowanie β wytwarzane też może być np. w akceleratorach poprzez przyspieszenie elektronów do wymaganej energii.

17.6. Właściwości promieniowania β

Ze względu na masę i ładunek elektryczny mniejszy od cząstek promieniowania α , zasięg tego promieniowania jest wielokrotnie większy niż dla promieniowania α . Zasięg zależy od energii cząstek i typowo wynosi w powietrzu ok. 2 m (dla cząstek o energii 5 MeV). Cząstki o najwyższych energiach, rzędu 20 MeV mają zasięg nawet 10 m.

Przy pracy ze źródłami promieniowania stosuje się osłony całkowicie pochłaniające to promieniowanie. Ze względu na powstawanie promieniowania X przy hamowaniu cząstek promieniowania β w pobliżu ciężkich jąder atomowych, jako osłony stosuje się materiały wykonane z lekkich jąder atomowych (aluminium, pleksi).

17.7. Promieniowanie neutronowe

Neutrony mają masę 1836,5 razy większą od elektronu, ale nie mają ładunku elektrycznego. Powstają w reakcjach jądrowych np. uran-235 po wniknięciu neutronu rozpada się na atomy o niższych liczbach atomowych i jednocześnie emitowane są w trakcie takiego rozpadu 2-3 neutrony szybkie oraz promieniowanie γ .

17.8. Właściwości promieniowania neutronowego

Neutrony nie powodują bezpośredniej jonizacji materii. Jednak powodują jonizację pośrednią. Ze względu na brak ładunku elektrycznego, neutrony łatwiej niż inne cząstki wnikają do jąder atomowych wywołując reakcje jądrowe. Reakcje jądrowe wywołane wniknięciem neutronu związane są zwykle z emisją z jądra atomowego promieniowania jonizującego bezpośrednio. W zależności od energii kinetycznej tzw. neutrony prędkie (energii $>0,5$ MeV) są bardzo przenikliwe i słabo oddziałują z otoczeniem. Neutrony powolne (energii znacznie niższe od $0,5$ MeV) oddziałują znacznie lepiej, dlatego jako osłony przed promieniowaniem stosuje się materiały zawierające jak najwięcej lekkich jąder atomowych (woda, parafina), by w wyniku oddziaływania neutron utracił od razu jak najwięcej energii kinetycznej.

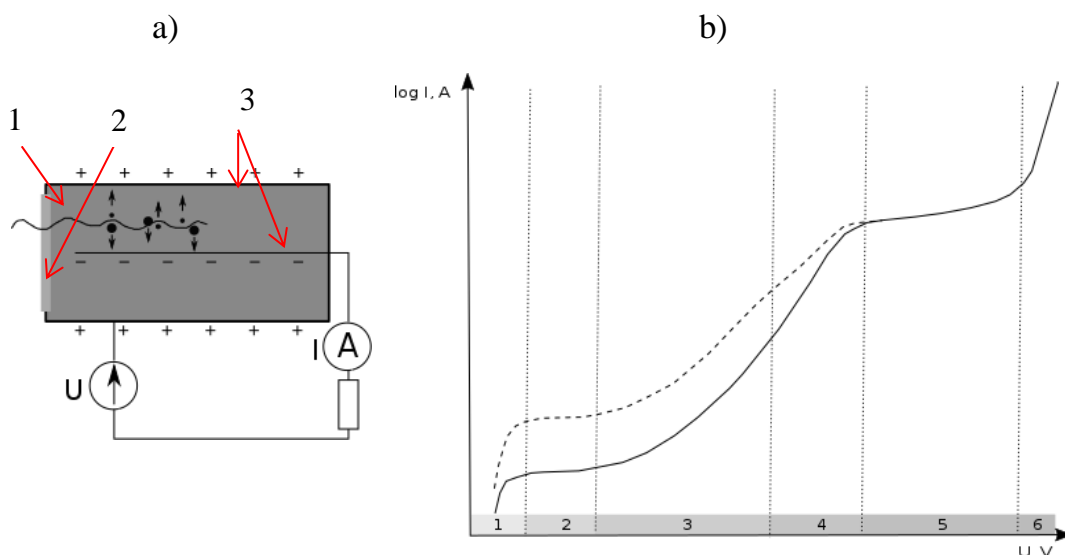
17.9. Detektory promieniowania

Człowiek nie jest w stanie wykryć promieniowania jonizującego własnymi zmysłami. Natomiast istnieje wiele sposobów wykrywania promieniowania.

Najczęściej stosowanymi detektorami są czujniki gazowe, a wśród nich komora Geigera-Mullera (G-M). Czujnik gazowy, to najczęściej zamknięta komora, w której znajduje się gaz szlachetny (rysunek 17.1a). W komorze znajdują się elektrody. Często jedną z elektrod jest przewodząca obudowa komory. Do elektrod doprowadzane jest napięcie elektryczne. Sygnałem pomiarowym jest średni prąd płynący między elektrodami lub liczba impulsów prądu w jednostce czasu (szybkość zliczania).

Gaz szlachetny trudno ulega jonizacji, stąd w komorze brak jest nośników prądu i prąd między elektrodami jest bliski zeru, nawet jeśli między elektrodami jest przyłożone wysokie napięcie. Jeżeli cząstka promieniowania jonizującego dostanie się do wnętrza komory, to powstaje w komorze pewna liczba jonów, zależna od rodzaju i energii promieniowania.

Jeżeli napięcie w komorze jest zbyt niskie (rysunek 17.1b), to jony nie zdążą dotrzeć do elektrod, ulegną rekombinacji i mierzony prąd jest dalej bliski zeru. Jeżeli napięcie będzie odpowiednio wysokie, to wytworzone przez promieniowanie jony i elektrony dotrą do elektrod i wtedy przejściu cząsteczki promieniowania odpowiada impuls prądu o wartości proporcjonalnej do liczby wytworzonych jonów (zakres pracy komory jonizacyjnej). Prądy jonizacji mogą być bardzo małe, rzędu $10^{-9} - 10^{-13}$ A.



Rys. 17.1. a) Budowa czujnika gazowego b) zależność mierzonego prądu od napięcia między anodą i katodą dla cząstek o różnych energiach Ad. a) 1 – komora z gazem szlachetnym, 2 – okienko przepuszczające promieniowanie, 3 – elektrody. Ad. b) Linia ciągłą i przerywaną zaznaczono przebiegi dla promieniowania o tej samej liczbie cząstek, ale o różnej energii średniej cząstek. Zakresy napięć: 1 – rekombinacji jonów, 2 – komora jonizacyjna, 3 – licznik proporcjonalny, 4 – nieliniowość charakterystyki, 5 – licznik Geigera-Mullera, 6 – samoistna jonizacja jonów w komorze na skutek wysokiego napięcia (zakres przebicia)

Fig. 17.1. a) Construction of a gas-filled detector b) dependence of measured current on voltage between anode and cathode for particles with different energies Ad. a) 1 – hermetic chamber with noble gas, 2 – radiation transmitting window, 3 – electrodes. Ad. b) Wave lines with the same number of particles but with different average energy of particles are marked with a solid and dashed line. Voltage ranges 1 – recombination, 2 – ionization chamber, 3 – proportional counter, 4 – non-linearity of characteristics, 5 – Geiger-Muller counter, 6 – spontaneous ionization of ions in the chamber due to high voltage

Dalsze podwyższenie napięcia między elektrodami powoduje, że część jonów, zanim dotrze do elektrody uzyskuje w polu elektrycznym na tyle wysoką energię kinetyczną, że jony te zderzając się z innymi atomami mogą wybijać elektrony z ich powłok i wytwarzać kolejne jony. W ten sposób mierzony prąd jest proporcjonalnie większy niż w komorze jonizacyjnej, co ułatwia jego pomiar. Jest to zakres pracy licznika proporcjonalnego.

Podwyższanie napięcia powoduje, że współczynnik proporcjonalności staje się większy, ale pojawia się nieliniowość w charakterystyce. Dla jeszcze wyższych napięć dochodzi do zjawiska Geigera-Mullera. Jony utworzone przez promieniowanie generują kolejne jony dzięki energii kinetycznej uzyskanej w polu elektrycznym. Wytworzone jony także uzyskują energię pozwalającą na jonizację kolejnych atomów. W wyniku tego lawinowego zjawiska, w krótkim czasie cała komora zostaje zjonizowana i przewodzi prąd. W efekcie powstaje impuls prądu, który jest o wiele

rzędów większy niż prąd wygenerowany bezpośrednio przez przejście promieniowania. Tracona jest jednak informacja o energii – niezależnie od liczby wygenerowanych jonów impuls prądu ma taką samą wartość.

W czasie, gdy komora jest zjonizowana, przejście kolejnych cząstek promieniowania nic nie zmienia – jest to tzw. czas martwy. Aby dało się czujnikiem zarejestrować kolejne przejścia cząstek, komora musi wrócić do stanu początkowego. Obniżane może być napięcie między elektrodami. Częściej w komorze, oprócz gazu szlachetnego (argon), znajduje się dodatek gazu powodującego wygaszenie wyładowania (np. chlor, gazy organiczne: metan, benzen). Z czasem martwym związany jest tzw. błąd koincydencji. Dla dużej liczby cząstek wpadających do komory rośnie prawdopodobieństwo, że następna cząstka nie zostanie wykryta, gdyż komora została już wcześniej zjonizowana. Błąd koincydencji zaniża wskazanie.

Czas martwy można wyznaczyć tzw. metodą dwóch źródeł. Należy wykonać pomiary szybkości zliczania impulsów dla tła promieniowania (I_t , 1/s), źródła promieniowania nr 1 (I_1 , 1/s), nr 2 (I_2 , 1/s) oraz dla obu jednocześnie (I_{1+2} , 1/s). Czas martwy t_m można wyznaczyć ze wzoru:

$$t_m \cong \frac{I_1 + I_2 - I_{1+2} - I_t}{I_{1+2}^2 - I_1^2 - I_2^2}, \text{ s} \quad (17.2)$$

Znajomość czasu martwego umożliwia skorygowanie odczytu szybkości zliczania:

$$I_k = \frac{I}{1 - I t_m}, \text{ 1/s} \quad (17.3)$$

gdzie I_k – szybkość zliczania po korekcji i I wartość surowa przed korekcją.

Dla licznika G-M liczba zliczonych impulsów w tych samych warunkach liniowo rośnie wraz z napięciem zasilania. To tzw. plateau licznika. Szybkość zliczania rośnie typowo o 2% do 15% przy wzroście napięcia zasilania o 100 V.

Komory jonizacyjne i liczniki proporcjonalne zapewniają lepszą dokładność pomiarów energii, ze względu na to, że nie traci się informacji o energiach cząsteczek, ale za to prądy, które należy mierzyć w takich przyrządach są skrajnie niskie, dlatego większość przyrządów zawiera sondę G-M. O ile pomiar szybkości zliczania jest dokładny, to przeliczenie szybkości zliczania na moc dawki wymaga przyjęcia przelicznika, który jest zależny od energii cząstek.

17.10. Liczniki scyntylacyjne

Inną metodą pozwalającą na pomiary związane z promieniowaniem jonizującym są liczniki scyntylacyjne. W atomach kryształów, elektrony mogą przyjmować określone stany energetyczne. Przejście promieniowania powoduje wybitcie elektronów z tych stanów do pasma przewodnictwa, następnie elektrony powracają do stanu podstawowego przechodząc przez dozwolone stany. Tym przeskokom towarzyszy oddawanie energii, czyli emitowanie promieniowania elektromagnetycznego, czasem w zakresie widzialnym. Inaczej mówiąc przejściu promieniowania jonizującego przez kryształ towarzyszy błysk światła emitowany z kryształu, który może być nawet obserwowany przez człowieka. Obecnie generowany błysk światła jest zamieniany na impuls prądu w fotopowielaczach. Takie czujniki mają kilka zalet w stosunku do czujników gazowych. Kryształy mają znacznie większą gęstość niż gaz – zatem promieniowanie szybciej wytraca energię w detektorze i generuje więcej jonów. Czujnik gazowy wymaga komory, a obudowa komory może pochłaniać znaczną część promieniowania (szczególnie α). W przypadku kryształów scyntylacyjnych konieczne jest zapewnienie światłoszczelności – pomiar w światłoszczelnym domku pomiarowym lub zakrycie scyntylatora materiałem światłoszczelnym np. folią aluminiową.

17.11. Detektory półprzewodnikowe

Istnieje wiele konstrukcji detektorów z wykorzystaniem półprzewodników. Część detektorów może działać na zasadzie identycznej, jak licznik scyntylacyjny. W detektorach półprzewodnikowych złączowych, możliwy jest bezpośredni pomiar zmian prądu lub oporu. Przejście promieniowania powoduje przebitcie bariery potencjału spolaryzowanego zaporowo złącza półprzewodnikowego, co z kolei powoduje powstanie prądu przebicia. Ze względu na zjawiska termiczne w półprzewodnikach, które powodują podobne zjawiska, detektory półprzewodnikowe wymagają zwykle chłodzenia. Pozwalają na dokładny pomiar widma energetycznego promieniowania (spektrometria promieniowania), co umożliwia rozpoznanie, jakie izotopy były źródłem danego promieniowania.

17.12. Absorbacja promieniowania β

Proces absorpcji promieniowania β w materiale jest złożony i ma nieliniowy charakter. W przybliżeniu można go opisać wzorem:

$$\psi = \psi_0 e^{-\mu' \rho p}, \text{ W/m}^2 \quad (17.4)$$

Wartość liniowego współczynnika osłabiania zależy od energii cząstek, w przybliżeniu można ją oszacować ze wzoru:

$$\mu' \approx \frac{1,3 \cdot 10^{-6}}{E_{max}^{4/3}}, \text{ m}^2/\text{kg} \quad (17.5)$$

Dla Tl-204 $E_{max} = 0,77 \text{ MeV}$. Przy projektowaniu osłon przed promieniowaniem β stosuje się parametr zwany maksymalnym zasięgiem R_{max} . Pozwala on wyznaczyć minimalną grubość osłony całkowicie zatrzymującej promieniowanie β :

$$d_{min} = \frac{R_{max}}{\rho}, \text{ cm} \quad (17.6)$$

R_{max} – jest parametrem charakterystycznym dla danego izotopu, dla Tl-204 $R_{max} = 0,3 \text{ g/cm}^2$.

17.13. Rozproszenie promieniowania β

Elektrony wchodzące w skład promieniowania β oddają energię poprzez wybijanie elektronów z orbit atomowych. Nie jest to jedyne zjawisko. Jeżeli elektron znajdzie się w pobliżu jądra atomowego, które ma masę znacznie większą niż elektron, to tor lotu elektronu może ulec zmianie, może też dojść do wyhamowania elektronu w polu elektrycznym atomu i powstania promieniowania wtórnego X. W ten sposób powstaje promieniowanie o kierunku innym niż promieniowanie pierwotne. Jest to tak zwane promieniowanie rozproszone. Zjawiska te zachodzą w całej objętości materiału, ale promieniowanie rozproszone powstające w głębi materiału jest w znacznym stopniu absorbowane. Energia promieniowania rozproszonego jest proporcjonalna do pierwiastka liczby atomowej atomów materiału:

$$\psi_{rozp} \approx \psi_0 K \sqrt{Z}, \text{ W/m}^2 \quad (17.7)$$

Dla materiałów złożonych z różnych pierwiastków zamiast liczby atomowej należy wstawić do wzoru (17.7) wartość zastępczą Z_Z :

$$Z_Z = \frac{\sum_i \frac{p_i Z_i^2}{A_i}}{\sum_i \frac{p_i Z_i}{A_i}} \quad (17.8)$$

gdzie p_i – procentowy udział danego pierwiastka w materiale.

Bibliografia

1. B. Gostkowska: *Fizyczne podstawy ochrony radiologicznej*. Centralne Laboratorium Ochrony Radiologicznej, Warszawa 1992.
2. B. Gostkowska: *Ochrona radiologiczna. Wielkości jednostki i obliczenia*. Centralne Laboratorium Ochrony Radiologicznej, Warszawa 2005.
3. A. Skłodowska, B. Gostkowska: *Promieniowanie jonizujące a człowiek i środowisko*. Wydawnictwo Naukowe SCHOLAR, Warszawa 1994.
4. B. Dziunikowski: *Zastosowania izotopów promieniotwórczych*. Wydawnictwa AGH, Kraków 1998.

Andrzej KOZYRA

18. POMIARY RADIOMETRYCZNE I DOZYMETRYCZNE

Symbol	Jednostka	Znaczenie
γ		Promieniowanie gamma, kwant promieniowania gamma
β		Promieniowanie beta, kwant promieniowania beta
α		Promieniowanie alfa, kwant promieniowania alfa
A	Bq = 1/s	Aktywność (liczba rozpadów promieniotwórczych w ciągu sekundy)
E_H	Sv	Dawka skuteczna (efektywna)
H_T	Sv	Dawka równoważna
E	eV, J	Energia promieniowania 1 eV $\approx 1,6 \cdot 10^{-19}$ J
ρ	kg/m ³	Gęstość ośrodka (materiału)
$T_{1/2}$	s	Czas połowicznego rozpadu
D	Gy=J/kg	Dawka pochłonięta
\dot{D}	Gy/s	Moc dawki
Z		Liczba atomowa pierwiastka

Podstawowe informacje o promieniowaniu, właściwościach promieniowania znajdują się w opisie ćwiczenia „Promieniowanie jonizujące” i są niezbędne do zrozumienia treści związanych z pomiarami radiometrycznymi i dozymetrycznymi.

Cząsteczki promieniowania jonizującego oddziałują na ośrodek, przez który przenika promieniowanie. Najczęstszym skutkiem jest jonizacja atomów ośrodka [1]. Jonizacja atomów wchodzących w skład cząsteczek może być przyczyną zmian w strukturze cząsteczek i zmiany ich właściwości. Zmiany pojedynczych cząsteczek nie mają wpływu na funkcjonowanie organizmu. Podobne uszkodzenia mogą być powodowane czynnikami chemicznymi lub termicznymi i jest wiele mechanizmów

biologicznych pozwalających na naprawę uszkodzeń lub zniszczenie uszkodzonej komórki bez konsekwencji dla działania tkanki i całego organizmu. Im więcej jednak takich uszkodzeń, tym większa szansa, że będą one miały wpływ na działanie organizmu. Dlatego w przypadku pracy z promieniowaniem konieczna jest ocena narażenia.

18.1. Aktywność

Dany izotop promieniotwórczy jest źródłem promieniowania o określonych właściwościach (rodzaj cząsteczek, charakterystyka energetyczna, czas po którym połowa atomów ulegnie rozpadowi). Dlatego do określenia właściwości promieniotwórczych substancji wystarczy podać skład izotopowy i aktywność izotopów. Aktywność (A), to liczba rozpadów promieniotwórczych w jednostce czasu [2]. Jednostką aktywności jest Bekerel (Bq). 1 Bq oznacza jeden rozpad promieniotwórczy na sekundę. Jest to bardzo mała jednostka. Źródła promieniotwórcze stosowane w przemyśle mają zwykle aktywności mierzone w GBq lub TBq. Do dziś w użyciu jest starsza jednostka aktywności kiur (Ci):

$$1 \text{ Ci} = 37 \text{ GBq} \quad (18.1)$$

Aktywność 1 Ci ma 1 gram czystego izotopu radu Ra-226 [1]. Przy ocenie skażeń stosowane są jednostki pochodne np. stężenie promieniotwórcze w Bq/m³ lub skażenie powierzchniowe w Bq/m².

Aktywność danego izotopu zmienia się z czasem wykładniczo. Parametrem opisującym szybkość zmiany aktywności jest czas połowicznego rozpadu ($T_{1/2}$):

$$A(t) = A_0 e^{-\frac{\ln(2)}{T_{1/2}} \cdot t} \quad \text{lub} \quad A(t) = \frac{A_0}{2^{\frac{t}{T_{1/2}}}} \quad (18.2)$$

Oddziaływanie promieniowania na materię i człowieka

Przy ocenie oddziaływania promieniowania na materię stosowana jest obecnie jednostka grey (Gy) [2]. 1 grey oznacza, że promieniowanie przekazało energię równą 1 J na 1 kg materii. Dawka pochłonięta (D) może dotyczyć dowolnego materiału:

$$D = \frac{dE}{dm}, \text{Gy} \quad (18.3)$$

Różne tkanki człowieka są w różnym stopniu wrażliwe na promieniowanie. Znaczenie ma także rodzaj promieniowania oraz rozłożenie dawki w czasie (jednorazowe napromieniowanie jest bardziej niebezpieczne niż ta sama dawka rozciągnięta w czasie). Dlatego przy obliczaniu narażenia człowieka stosuje się

odpowiednie przeliczenia – tzw. dawka równoważna H_T pozwala uwzględnić różne rodzaje promieniowania (i) [3]:

$$H_T = \sum_i w_{Ri} D_i, Sv \quad (18.4)$$

gdzie: w_{Ri} – współczynniki wagowe dla danego rodzaju promieniowania, D_i – uśredniona dawka promieniowania i-tego w danym narzędziu T. Dla całego ciała uwzględnia się różną wrażliwość tkanek na promieniowanie. Dawka skuteczna (efektywna):

$$E_H = \sum_i w_{Ti} H_{Ti}, Sv \quad (18.5)$$

Wartości współczynników wagowych ustalone są w Rozporządzeniu Rady Ministrów [4]. Obowiązujące wartości w_R i w_T umieszczono w tabelach 18.1 i 18.2. Są one określone na podstawie rekomendacji International Commission on Radiological Protection (ICRP) z 1991 roku. w tabeli 18.2 podano też wartości współczynników w_T rekomendowane w 2007 roku przez ICRP ponieważ można spodziewać się nowelizacji przepisów [6].

Tabela 18.1

Wartości współczynników wagowych w_R [4]

Rodzaj promieniowania	w_R
γ, X, β	1
$\alpha,$	20
neutronowe $E < 10 \text{ keV}$	5
neutronowe $10 \text{ keV} \leq E < 100 \text{ keV}$	20
neutronowe $100 \text{ keV} \leq E < 2 \text{ MeV}$	10
neutronowe $E \geq 2 \text{ MeV}$	5

Suma wszystkich współczynników wagowych w_T wynosi 1. Zatem jeżeli napromieniowany jest równomiernie cały człowiek, to nie ma potrzeby obliczać osobno dawek dla poszczególnych tkanek i należy przyjąć $w_T = 1$.

Jednostką dawki równoważnej i dawki skutecznej efektywnej jest siwert (Sv). Przed wprowadzeniem jednostek SI stosowaną jednostką był rem (ang. roentgen equivalent in man). 1 Sv odpowiada 100 rem. Radiometry, czyli przyrządy przeznaczone do oceny zagrożenia promieniowaniem wskazują najczęściej moc dawki w Gy/h lub $\mu\text{Sv/h}$, czyli dawkę na całe ciało, jaką w danym miejscu można otrzymać w ciągu godziny. Należy pamiętać, że moc dawki od punktowego źródła promieniowania silnie zmniejsza się z odległością.

Tabela 18.2

Wartości współczynników wagowych w_T [4, 6]

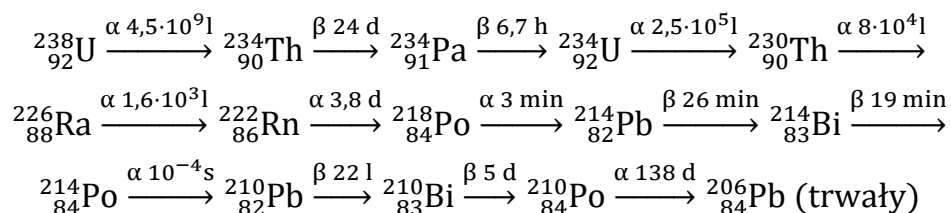
Tkanka	w_T (2005)	w_T ICRP 2007
Gonady	0,20	0,08
Jelito grube	0,12	0,12
Czerwony szpik kostny	0,12	0,12
Płuca	0,12	0,12
Żołądek	0,12	0,12
Pęcherz moczowy	0,05	0,04
Gruczoły piersiowe	0,05	0,12
Wątroba	0,05	0,04
Przełyk	0,05	0,04
Tarczycyca	0,05	0,04
Mózg	-	0,01
Gruczoły ślinowe	-	0,01
Skóra	0,01	0,01
Powierzchnia kości	0,01	0,01
Pozostałe	0,05	0,12

Obecnie obowiązują współczynniki w_T (2005) opublikowane w [4].

Promieniowanie naturalne

W naszym otoczeniu występuje naturalne promieniowanie jonizujące. Jego źródłem są naturalne izotopy promieniotwórcze oraz promieniowanie docierające na powierzchnię Ziemi z kosmosu [3].

Pierwiastki, z których powstała nasza planeta powstały w reakcjach jądrowych miliardy lat temu (wiek wszechświata ocenia się na 13 mld lat, Ziemi 4,5 mld lat). Prawie wszystkie izotopy promieniotwórcze zdążyły się od tego czasu rozpaść. Wyjątkiem są izotopy promieniotwórcze o bardzo długim czasie połowicznego rozpadu: U-238 ($T_{1/2} = 4,5 \cdot 10^9$ lat), U-235 ($T_{1/2} = 7,1 \cdot 10^8$ lat), Th-232 ($T_{1/2} = 1,4 \cdot 10^{10}$ lat), K-40 ($T_{1/2} = 1,2 \cdot 10^9$ lat). Izotopy te znajdują się w skorupie ziemskiej. Obydwa izotopy uranu i tor nie rozpadają się od razu do stabilnego izotopu. Poniżej przykładowy szereg promieniotwórczy dla U-238. Nad strzałką podano rodzaj rozpadu promieniotwórczego i $T_{1/2}$:



W szeregu tym występują różne pierwiastki o znacząco różnych właściwościach chemicznych i fizycznych. Szczególne znaczenie ma rad, którego związki są dobrze

rozpuszczalne w wodzie oraz radon, który jest gazem szlachetnym. Rad może być wymywany ze skał i wynoszony przez wodę na powierzchnię. Z materiałów zawierających rad do atmosfery emitowany jest promieniotwórczy radon. Promieniotwórcze izotopy, wraz z pożywieniem i powietrzem wnikają do organizmu.

Innym źródłem promieniowania są gwiazdy, z których emitowane są cząstki o wysokiej energii. Większość cząstek jest absorbowanych w górnych warstwach atmosfery i nie dociera do wysokości na których mieszkają ludzie. Do tych wysokości dociera niewielka część promieniowania γ . Neutrony znajdujące się w promieniowaniu kosmicznym mogą wnikać do jąder atomowych pierwiastków, z których składa się atmosfera. Z azotu powstaje w ten sposób radioaktywny izotop węgla C-14 o czasie połowicznego rozpadu $T_{1/2}=5760$ lat.

W atmosferze i żywych organizmach jeden atom izotopu radioaktywnego C-14 występuje na 10^{12} atomów węgla. Po śmierci organizm nie wchłania węgla C-14 i jego zawartość w martwych tkankach spada w porównaniu do trwałych izotopów C-12 i C-13. To umożliwia określenie czasu, który upłynął od śmierci organizmu. W atmosferze powstają także inne izotopy kosmogenne np. beryl Be-10, tryt H-3.

Uwzględniając wszystkie czynniki na jakie w Polsce narażony jest człowiek średnia dawka roczna w 2018 roku wynosiła 3,74 mSv [5]. W tabeli 18.3 przedstawiono składowe dawki rocznej. Dla porównania średnia dawka we Francji to 9,3 mSv. Miejsca o najwyższym poziomie promieniowania naturalnego, to Guarapari i Pocos de Caldos w Brazyli (do 200 mSv/rok) i Ramsar w Iranie, gdzie dawka roczna może przekraczać 200 mSv. Wszystkie te miejscowości uznawane są za uzdrowiska. Istnieje wiele badań potwierdzających, że niewielkie dawki promieniowania mają pozytywny wpływ na zdrowie. Dopiero dawki powyżej 500 mSv powodują statystyczny wzrost liczby zachorowań na białaczkę.

Tabela 18.3

Składowe dawki średniej rocznej w Polsce w 2018 roku [5]

Źródło	Udział, %	Dawka, mSv
Radon (z szeregu promieniotwórczego U-238)	32	1,2
Gamma (emitowane z skał, gleby)	12	0,46
Promieniowanie kosmiczne	10	0,39
Promieniowanie wewnętrzne (minerały i C-14 w tkankach)	8	0,28
Toron (radon z szeregu promieniotwórczego Th-232)	3	0,1
Diagnostyka medyczna (RTG, TK, PET itp.)	34,7	1,3
Awarie i inne	0,3	0,01

Ze sztucznych źródeł promieniowania decydujący wpływ na dawkę otrzymywaną przez osoby w Polsce ma diagnostyka medyczna i radioterapia. O ile zwykły RTG zęba to dawka ok. 1-2 μSv , kręgosłupa 3 mSv, np. tomografia komputerowa jamy brzusznej może wiązać się z dawkami dochodzącymi do 20 mSv. Część procedur medycznych wymaga podawania radioaktywnych izotopów (np. jako kontrast).

Radon

Radon jest najcięższym gazem szlachetnym, jest znacznie cięższy od powietrza (gęstość 9,7 g/dm^3 , powietrze ok. 1,3 g/dm^3). Gromadzi się w zagłębieniach, piwnicach, słabo wentylowanych pomieszczeniach. Stężenie promieniotwórcze radonu na zewnątrz wynosi ok. 10 Bq/m^3 , w pomieszczeniach może być znacznie wyższe, praktycznie setki Bq/m^3 . Średnie stężenie promieniotwórcze w budynkach w Polsce wynosi 50 Bq/m^3 .

Izotopy radonu o różnych czasach połowicznego rozpadu są w szeregach promieniotwórczych U-238, U-235, T-232. Podczas rozpadu promieniotwórczego radu atom radonu uzyskuje energię kinetyczną ok. 90 keV, która często pozwala na uwolnienie się atomu z ziaren minerałów do atmosfery. Stężenie promieniotwórcze radonu w skorupie ziemskiej waha się w granicach 7-200 kBq/m^3 .

Jeżeli do rozpadu promieniotwórczego radonu dojdzie w organizmie (np. w płucach), to pozostałe produkty rozpadu są metalami ciężkimi i z dużym prawdopodobieństwem również rozpadną się w organizmie, emitując silnie jonizujące promieniowania α i β . Dlatego w przypadku radonu mówi się o narażeniu radonem i krótkożyciowymi produktami rozpadu radonu.

Przepisy wymagają wykonywania badań materiałów budowlanych pod względem promieniotwórczości. Materiały budowlane nie są jedynym źródłem radonu w budynkach. Radon może się gromadzić w pomieszczeniach przenikając z gruntu i skał poprzez pęknięcia w fundamentach. Wentylacja, przy szczelnych oknach powoduje powstanie podciśnienia w budynku, które sprzyja „wysysaniu” radonu z warstw pod budynkiem. W takich warunkach w pomieszczeniach może się utrzymywać wielokrotnie większe stężenie promieniotwórcze radonu. Za szkodliwe uważa się stężenia powyżej 100-300 Bq/m^3 .

Ochrona przed promieniowaniem

Zasady ochrony radiologicznej w Polsce reguluje Prawo Atomowe [7] i szereg rozporządzeń. Rozróżniane są dwie kategorie osób. Osoby z ogółu ludności nie mogą w pracy otrzymać dawki skutecznej (efektywnej) większej niż 1 mSv na rok, co stanowi mniej niż 1/3 dawki, którą statystycznie otrzymują poza pracą. Osoby zatrudnione

w warunkach narażenia na promieniowanie nie mogą być narażone na dawkę większą niż 20 mSv. Szczegółowe zasady reguluje Ustawa [4].

Trzy czynniki mają wpływ na wartość przyjętej dawki promieniowania: czas narażenia, odległość od źródła promieniowania i stosowane osłony. Praca ze źródłami promieniowania wymaga zezwolenia Państwowej Agencji Atomistyki (PAA) oraz nadzoru inspektora posiadającego odpowiednie uprawnienia. Pracę tę mogą wykonywać osoby odpowiednio przeszkolone i posiadające wymagane badania lekarskie. Działalność związana z narażeniem na promieniowanie jest regularnie kontrolowana przez PAA.

Nie tylko promieniowanie jest zagrożeniem. Zagrożeniem są także izotopy promieniotwórcze i związana z nim możliwość skażenia otoczenia i w konsekwencji wchłonięcie przez osoby izotopu do organizmu. W laboratorium stosowane są zamknięte źródła promieniotwórcze o małej aktywności, podlegające regularnej kontroli pod względem szczelności.

Zastosowania promieniowania jonizującego

Najszerzej promieniowanie jonizujące wykorzystuje się w medycynie. Istnieje wiele metod diagnostycznych (RTG, TK, PET itp.), w których stosowane są urządzenia wytwarzające promieniowanie jonizujące lub źródła promieniotwórcze. Większa wrażliwość komórek nowotworowych na promieniowanie niż komórek zdrowych powoduje, że promieniowanie stosuje się radioterapii.



Rys. 18.1. Przemysłowy pojemnik na źródło promieniotwórcze. Po lewej stronie źródło Tl-204 wykorzystywane w trakcie ćwiczenia

Fig. 18.1. Industrial container for radioactive source. On the left, the Tl-204 source used during the exercise

W przemyśle, oprócz energetyki jądrowej, promieniowanie jonizujące najczęściej stosowane jest w diagnostyce do prześwietlania np. połączeń spawanych, odlewów za pomocą aparatów RTG lub izotopów promieniotwórczych (np. Co-60). Wykorzystywane są również izotopowe czujki dymu, urządzenia do bezkontaktowej neutralizacji ładunku elektrostatycznego. Czujniki poziomu, grubości działające na zasadzie absorpcji są stosowane w trudnych warunkach np. w hutnictwie i górnictwie. Na rysunku 18.1 zamieszczono zdjęcie typowego, przemysłowego pojemnika na źródło promieniotwórcze.

Bibliografia

1. B. Gostkowska: *Fizyczne podstawy ochrony radiologicznej*. Centralne Laboratorium Ochrony Radiologicznej, Warszawa 1992.
2. B. Gostkowska: *Ochrona radiologiczna. Wielkości jednostki i obliczenia*. Centralne Laboratorium Ochrony Radiologicznej, Warszawa 2005.
3. A. Skłodowska, B. Gostkowska: *Promieniowanie jonizujące a człowiek i środowisko*. Wydawnictwo Naukowe SCHOLAR, Warszawa 1994.
4. *Rozporządzenie Rady Ministrów z dnia 18 stycznia 2005 r. w sprawie dawek granicznych promieniowania jonizującego*. Dz.U. nr 20, poz. 168, 2005 r.
5. *Działalność Prezesa Państwowej Agencji Atomistyki oraz ocena stanu bezpieczeństwa jądrowego i ochrony radiologicznej w Polsce w 2018 roku*. Państwowa Agencja Atomistyki, paa.gov.pl, Warszawa 2019.
6. C. Streffer: *The ICRP 2007 recommendations*. Radiation Protection Dosimetry 127(1-4):2-7 2007; DOI: 10.1093/rpd/ncm246
7. *Obwieszczenie Marszałka Sejmu Rzeczypospolitej Polskiej z dnia 11 września 2019 r. w sprawie ogłoszenia jednolitego tekstu ustawy – Prawo atomowe*. Dz.U. poz. 1792, 2019 r.

Część II

**PROPOZYCJE
ĆWICZEŃ LABORATORYJNYCH**

Barbara GRZYB¹

WPROWADZENIE DO ĆWICZEŃ LABORATORYJNYCH

Założenia i zasady ogólne bezpieczeństwa i higieny pracy

Przestrzeganie ustalonych zasad w czasie wykonywania ćwiczeń jest niezbędne, jak przy każdej pracy indywidualnej i zespołowej. W przypadku realizowania ćwiczeń w laboratorium miernictwa przemysłowego jest to szczególnie ważne ze względu na różnorodność stanowisk oraz występowanie wielu zagrożeń. Należy przestrzegać ustalonych założeń, wskazań regulaminu oraz zasad bezpieczeństwa i higieny pracy zaświadczając zapoznanie się z ich treścią własnoręcznym podpisem.

Założenia ogólne

1. Podczas zajęć w laboratorium mogą przebywać tylko pracownicy uczelni i doktoranci oraz studenci realizujący ćwiczenia na jego terenie. Przebywanie w laboratorium studentów bez opieki pracownika lub doktoranta jest zabronione.
2. Do ćwiczeń dopuszczeni są studenci, którzy zostali przeszkoleni (na pierwszych zajęciach) w zakresie szczegółowych przepisów BHP obowiązujących w laboratorium.
3. W laboratoriach obowiązują wewnętrzne instrukcje pracy, których należy bezwzględnie przestrzegać.
4. Na wybranych ćwiczeniach obowiązkowa jest odzież ochronna: w postaci białego, bawełnianego fartucha z długimi rękawami, okularów ochronnych, obuwia pełnego o płaskiej podeszwie, a w niektórych przypadkach rękawiczek ochronnych.

¹ Opracowała Barbara Grzyb na podstawie skryptu *Laboratorium Miernictwa Przemysłowego* pod red. J. Frączka i S. Walusia, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2002 i opisów zagrożeń występujących na poszczególnych stanowiskach pracy.

5. Spożywanie jakichkolwiek posiłków, picie napojów, żucie gumy i palenie papierosów na terenie laboratoriów jest zabronione.
6. Zasilanie stanowisk uruchamia prowadzący ćwiczenie.
7. W przypadku stwierdzenia awarii lub uszkodzeń na stanowisku laboratoryjnym lub niespełniania podstawowych warunków BHP, student ma prawo odmówić wykonania zadań ćwiczeniowych.
8. Opuszczanie laboratorium należy zgłaszać osobie prowadzącej zajęcia.
9. Student odczuwający złe samopoczucie w trakcie prowadzonych ćwiczeń nie powinien opuszczać pomieszczenia laboratorium samodzielnie, ponieważ objawy nagłej niedyspozycji mogą wynikać z zatrucia lub alergii. Zaistniałą sytuację bezwzględnie należy zgłosić osobie prowadzącej zajęcia.
10. W przypadku zagrożenia zdrowia lub życia oraz sytuacji wymagających udzielenia pomocy medycznej należy natychmiast powiadomić osobę prowadzącą ćwiczenie (w celu udzielenia pierwszej pomocy) i wezwać pogotowie ratunkowe (nr tel. 999 i/lub 112).
11. W przypadku pożaru należy bezwzględnie powiadomić osobę prowadzącą w celu:
 - a) odłączenia zasilania w pomieszczeniu laboratorium,
 - b) powiadomienia odpowiednich służb,
 - c) wyprowadzenia studentów z laboratorium drogą ewakuacyjną,
 - d) zabezpieczenia rzeczy osobistych studentów jeżeli istnieje taka możliwość,
 - e) po opuszczeniu laboratorium na zewnątrz budynku, wszyscy studenci obecni podczas ćwiczeń gromadzą się w jednym, wyznaczonym przez prowadzącego miejscu.
12. Podczas ćwiczeń w laboratorium nie wolno używać telefonów komórkowych.

Przebieg ćwiczenia

1. Dopuszczenie Studenta do ćwiczeń następuje po spełnieniu warunków:
 - a) wykazanie się znajomością przedmiotu ćwiczenia,
 - b) zaliczenie co najmniej $n - 1$ ćwiczeń uprzednio wykonanych, przy czym „ n ” oznacza liczbę wykonanych ćwiczeń.

2. Wykonywanie ćwiczeń:

Studenci dopuszczeni do ćwiczenia wykonują je według programu podanego przez prowadzącego zajęcia/ćwiczenia. Należy przy tym:

- a) przestrzegać przepisów bezpieczeństwa i higieny pracy oraz przepisów ochrony przeciwpożarowej,
- b) stosować się do poleceń prowadzącego ćwiczenie,
- c) niezwłocznie zgłaszać wszelkie uszkodzenia i niesprawność urządzeń,
- d) nie załączać urządzeń bez wyraźnej zgody prowadzącego ćwiczenie,
- e) notować szczegółowo przebieg ćwiczenia w protokole pomiarów, który powinien zawierać wszystkie dane niezbędne do opracowania sprawozdania (spis przyrządów używanych w czasie wykonywania ćwiczenia, temat ćwiczenia, datę, imiona i nazwiska oraz podpisy ćwiczących),
- f) po zakończeniu ćwiczenia w laboratorium zdać uporządkowane stanowisko prowadzącemu ćwiczenie;

3. Ukończenie ćwiczenia:

Ostateczną decyzję o ukończeniu ćwiczenia przez Studenta podejmuje prowadzący, zatwierdzając ćwiczenie własnoręcznym podpisem w protokole.

4. Opracowanie sprawozdania z ćwiczenia:

Osoby wykonujące równocześnie ćwiczenie opracowują sprawozdanie z jego realizacji w jednym egzemplarzu zgodnie z wytycznymi prowadzącego. Za merytoryczne treści sprawozdania odpowiedzialna jest każda osoba z sekcji indywidualnie. Gdy sprawozdanie opracowuje tylko jedna osoba, jej nazwisko należy podkreślić. Treść sprawozdania powinna być zaakceptowana podpisem przez osoby zaliczające ćwiczenie. Do sprawozdania należy załączyć protokół pomiarów.

5. Zaliczenie ćwiczenia następuje po spełnieniu następujących warunków:

- a) wykonanie ćwiczenia,
- b) przedłożenie sprawozdania z protokołem pomiarów z ćwiczenia,
- c) uzyskanie co najmniej dostatecznej oceny przy zaliczaniu ćwiczenia (wymagane efekty kształcenia). Przedmiotowe ćwiczenie należy zaliczyć w terminie wyznaczonym w harmonogramie lub podczas konsultacji u osoby prowadzącej ćwiczenie.

6. Zaliczenie laboratorium:

W celu uzyskania zaliczenia laboratorium wymagane jest zaliczenie wszystkich ćwiczeń przewidzianych w harmonogramie oraz opracowanie proporcjonalnej części sprawozdań.

7. Nieobecność na ćwiczeniach:

Absencja na ćwiczeniach powinna być usprawiedliwiona u osoby prowadzącej ćwiczenie lub u kierownika laboratorium. Osoba przyjmująca usprawiedliwienie ustala termin i warunki odrabiania zaległego ćwiczenia. W przypadku 3-krotnej nieusprawiedliwionej nieobecności na ćwiczeniach student zostaje skreślony z listy ćwiczących. Usprawiedliwienia przedłożone po fakcie skreślenia nie będą uwzględniane. Niedopuszczenie do ćwiczeń wskutek niespełnienia warunków podanych w punkcie 1 traktuje się jako nieobecność nieusprawiedliwioną.

Realizacja ćwiczeń – uwagi ogólne

Przeprowadzając wszelkiego rodzaju badania i pomiary wyróżnia się trzy podstawowe etapy:

1. planowanie i przygotowanie,
2. wykonanie pomiarów,
3. opracowanie wyników i ich obiektywna/krytyczna ocena.

Ad. 1. Proces planowania i przygotowania, jest zasadniczo przedstawiony w instrukcji odnoszącej się do każdego ćwiczenia, a w szczególności obejmującej opis ćwiczenia i zadania do wykonania z uwzględnieniem niezbędnych przyrządów. Student zobowiązany jest do zaznajomienia się z instrukcją przed rozpoczęciem ćwiczenia, przynajmniej w stopniu dobrym. W niektórych ćwiczeniach wymagane jest jednak poznanie materiałów pomocniczych, znajdujących się na danym stanowisku (normy, przepisy, opis urządzeń), które dopiero łącznie z instrukcją do ćwiczeń pozwolą na pełne planowanie.

Przed rozpoczęciem pomiarów student zobowiązany jest do pełnego zapoznania się ze szczegółowymi uwarunkowaniami jego realizacji. Dokonując realizacji ćwiczeń laboratoryjnych student powinien odpowiedzieć sobie na następujące pytania:

- jakie wielkości należy mierzyć i notować?
- w jakim zakresie zmieniać wielkości wejściowe?
- w jakiej kolejności wykonywać pomiary?
- czy i ile razy oraz które pomiary należy powtarzać?
- jaki czas powinien upływać między poszczególnymi pomiarami?
- jak długo przed pomiarem należy dane urządzenie włączyć w celu ustabilizowania się parametrów?
- jak podzielić pracę między osoby wykonujące pomiary?
- jak przygotować tablice do notowania wyników w protokole?
- jakich należy się spodziewać wpływów zewnętrznych i jak im przeciwdziałać?
- jakie należy przewidzieć środki ostrożności ze względu na bezpieczeństwo osób i aparatury?

W instrukcjach do poszczególnych ćwiczeń ujęto w oddzielnym punkcie przykładowe pytania i problemy, których celem jest sprawdzenie opanowania tematyki ćwiczenia przez przystępującego do zajęć studenta. Dokonanie analizy tych pytań oraz sformułowanie odpowiedzi na wspomniane zagadnienia i problemy powinno być integralną częścią przygotowania do ćwiczenia. Przyjmuje się jako zasadę, że student przed przystąpieniem do realizacji ćwiczenia laboratoryjnego powinien wykazać się dostateczną znajomością istotnych problemów w zakresie prowadzonych zadań ćwiczeniowych.

Ad. 2. Wykonanie pomiarów jest istotnym elementem ćwiczenia. Wykonując pomiary należy mieć na myśli postawione zadania i decydować, czy uzyskane informacje są wystarczające do ich spełnienia. Podczas łączenia układu pomiarowego należy pamiętać, aby:

- przyrządy, z których będzie dokonywane wiele odczytów wskazań, umieścić możliwie blisko osoby wykonującej pomiar. Z kolei połączenia przyrządów wykonać możliwie krótkimi przewodami prowadzonymi w ten sposób, aby nie zasłaniały pola odczytowego,
- w przypadku zasilania układu napięciem stałym zwrócić uwagę na biegunowość źródeł zasilania i przyrządów pomiarowych,

- suwaki i pokręta regulacyjne źródeł zasilania ustawić w pozycjach odpowiadających minimalnym prądom i napięciom w układzie, a zakresy pomiarowe w przyrządach pomiarowych ustawić na wartościach większych od maksymalnych spodziewanych wartości wielkości mierzonych,
- wszelkie nieprawidłowości zgłaszać asystentowi prowadzącemu ćwiczenie.

Jednym z podstawowych warunków dobrego wykonania pomiarów i możliwości ich wykorzystania (w danych warunkach technicznych) jest prowadzenie protokołu, tzn. wyczerpujących i czytelnych notatek z wykonywanych pomiarów. Dane zawarte w protokole służą do oceny dokładności pomiarów i możliwości ich wykorzystania. Protokół sporządzany jest na kartce możliwie starannie, gdyż stanowi najważniejszy dokument przeprowadzonych pomiarów.

Ponadto wskazane jest przeprowadzanie choćby częściowej analizy wyników w czasie wykonywania pomiarów, np. przez wstępne przeliczenia czy odręczne wykreślanie wykresów. Pozwala to na wykrywanie błędów „grubych”, złego funkcjonowania aparatury, błędnej procedury. Protokół z pomiarów wraz z niezbędnymi schematami i szkicami zatwierdza prowadzący ćwiczenie przed zakończeniem ćwiczenia. Protokół należy dołączyć do sprawozdania z ćwiczenia.

Protokół powinien zawierać następujące informacje:

- nazwę laboratorium, temat ćwiczenia, datę, skrót nazwy kierunku studiów i grupy dziekańskiej, numer sekcji laboratoryjnej, rok akademicki, semestr, imiona i nazwiska oraz podpisy wykonawców,
- określenie celu pomiaru,
- dane stosowanych do pomiaru przyrządów i urządzeń, niezbędne do oceny błędów pomiaru, źródeł zakłóceń oraz umożliwiające powtórzenie pomiarów w analogicznych warunkach,
- wielkość i parametry mogące mieć wpływ na przebieg doświadczenia, na dokładność pomiaru lub mogące wprowadzać zakłócenia. Do tych ostatnich należą między innymi: temperatura, promieniowanie cieplne, ciśnienie, wilgotność, pola magnetyczne, pola elektryczne, drgania itp.,
- wielkości mierzone: bezpośrednio i pośrednio, zmieniane stosownie do planu pomiarów. Ważnymi czynnikami są przy tym czas upływający między poszczególnymi zmianami (czas pomiaru) oraz stałość układu pomiarowego, np. stałość zera (powtarzanie notowań wskazań w warunkach zerowych),

- obserwacje ważne dla interpretacji wyników i oceny błędów, jak np. regulacja przyrządu, zmiana osoby obserwatora lub przyrządu, przerwy, zmiana położenia aparatury itp.

Ad. 3. Opracowanie wyników i ich obiektywna/krytyczna ocena stanowi zasadniczy cel ćwiczenia jako sprawdzianu spełnienia zadań. W tym obszarze na szczególną uwagę zasługują wytyczne opracowania sprawozdania, które można ująć w następujące postulaty:

- zwięzłość i przejrzystość,
- wyczerpujące informacje, tj. możliwie pełne odpowiedzi na postawione zadania,
- obiektywna i krytyczna ocena wyników ze szczególnym zwróceniem uwagi na błędy pomiaru.

Sprawozdanie powinno zawierać następujące informacje:

- imiona i nazwiska oraz podpisy uczestników ćwiczeń, nazwę laboratorium i temat ćwiczenia, nazwę kierunku studiów, grupy dziekańskiej i numer sekcji laboratoryjnej, datę wykonania ćwiczenia,
- określenie poszczególnych zadań wraz z ich rozwiązaniem.

Punkt ten obejmuje:

- cel ćwiczenia,
- określenie zadań,
- niezbędne związki teoretyczne,
- zestawienie danych pomiarowych,
- opisy czynności i metod, jeśli mogą być istotne dla wyników,
- wykonanie potrzebnych przeliczeń i zestawień,
- wykresy i charakterystyki (zgodnie z zadaniami),
- uwagi i spostrzeżenia istotne dla wyników,
- wnioski na podstawie uzyskanych wyników.

Uwaga:

W sprawozdaniu nie należy przepisywać teorii ze skryptu lub podręcznika, natomiast należy np. umieścić wzór, na podstawie którego są przeliczane wyniki pomiarów.

- analiza dokładności pomiarów,

- podsumowanie uzyskanych wyników w postaci syntetycznych wniosków (zgodnie z zadaniami),
- zestawienie załączników. Załącznikami są: protokół, otrzymane materiały, inne zapisy wykonane w czasie i przed przeprowadzeniem ćwiczenia. Kolejne oznaczenie załączników umożliwia powoływanie się na nie podczas opracowywania sprawozdania.

Porządek i bezpieczeństwo pracy w laboratorium

Przestrzeganie ustalonych zasad w czasie wykonywania ćwiczeń jest niezbędne. Dotyczy to zarówno pracy indywidualnej jak i zespołowej. W przypadku ćwiczeń w laboratorium miernictwa przemysłowego jest to szczególnie ważne ze względu na różnorodność stanowisk oraz występowania różnych zagrożeń. Należy bezwzględnie przestrzegać obowiązującej studentów instrukcji. Zagrożenia przypisane do danego stanowiska opisane są w poszczególnych rozdziałach.

Na początku semestru studenci są szkoleni i fakt przeszkolenia z zakresu bezpieczeństwa i higieny pracy oraz obowiązującego regulaminu potwierdzają własnoręcznym podpisem.

Instrukcja bezpieczeństwa i higieny pracy w laboratorium jest następująca:

- Do ćwiczeń dopuszczani są studenci, którzy zostali przeszkoleni (na pierwszych zajęciach) w zakresie szczegółowych przepisów BHP obowiązujących w laboratorium.
- Studenci zobowiązani są do wykonywania poleceń prowadzącego zajęcia w zakresie przepisów BHP.
- Zabrania się załączania urządzeń bez zgody prowadzącego zajęcia.
- Zabrania się manipulowania przy urządzeniach elektrycznych i ich dotykania (tablice zasilające, przełączniki itp.).
- Zabrania się manipulowania przy wszystkich innych urządzeniach bez wyraźnego polecenia prowadzącego zajęcia.

- W czasie wykonywania zajęć laboratoryjnych zabrania się oddalania z pomieszczenia laboratorium i przebywania w innych pomieszczeniach bez zgody prowadzącego.
- Zabrania się palenia papierosów (w tym elektronicznych) na terenie całego laboratorium.
- Zaistniały wypadek należy bezzwłocznie zgłosić prowadzącemu.

W laboratorium studenckim wymagania te są bardzo ważne, gdyż na stosunkowo niewielkiej przestrzeni znajduje się duża liczba osób i każdy z ćwiczących musi mieć na uwadze nie tylko własne bezpieczeństwo, ale i bezpieczeństwo innych ćwiczących.

W programie ćwiczeń, jakie ujmuje niniejszy skrypt, występują następujące źródła niebezpieczeństw:

1. elektryczność,
2. gazy sprężone, w tym gazy wybuchowe,
3. wysoka temperatura,
4. substancje chemiczne,
5. promieniowanie izotopowe.

Ad. 1. Elektryczność. Stanowiska laboratoryjne są zasilane z sieci napięcia przemiennego 230 V z uziemionym punktem zerowym. W laboratoriach obowiązuje zerowanie ochronne urządzeń elektrycznych i wobec tego uziemianie jest niedopuszczalne. Studenci łączą układy pomiarowe przy wyłączonym napięciu zasilania, natomiast napięcie włącza prowadzący ćwiczenie. Nie należy dotykać jednocześnie dwóch urządzeń elektrycznych oraz urządzenia i elementu uziemionego (wodociąg, kaloryfer). Przed użyciem nieznanych przyrządów należy w pierwszej kolejności zapoznać się z instrukcją ich obsługi. W układzie pomiarowym włączonym do napięcia zasilania nie należy dotykać nieizolowanych części metalowych. Na stanowiskach do pomiarów promieniowania izotopowego występują napięcia stałe rzędu 300-2000 V i wobec tego należy zachować szczególną ostrożność. Nie należy dotykać zabudowanej w domku osłonowym komory jonizacyjnej i odłączać lub załączać sondy do radiometru lub przelicznika przy załączonym wysokim napięciu.

Ad. 2. Gazy sprężone, w tym gazy wybuchowe. Gazy używane są między innymi w chromatografii gazowej. Znajdują się one w specjalnych butlach i mają ciśnienie

dochodzące do 15 MPa. Butle zakończone są zaworami, do których przykręcone są reduktory. Butle na stanowiskach mocowane są specjalnymi uchwytami. Pobór gazu może odbywać się za zezwoleniem prowadzącego ćwiczenie i w sposób ściśle podany. Po skończonej pracy należy sprawdzić zamknięcie butli, a w czasie trwania ćwiczenia natychmiast zgłaszać asystentowi o każdej zauważonej nieszczelności.

Ad. 3. Wysoka temperatura występuje na stanowiskach do wzorcowania termometrów oraz do pomiaru temperatury gazu. Ze względu na izolację, zewnętrzne części urządzeń nie stanowią zagrożenia, natomiast manipulowanie wewnątrz nie jest wymagane i może doprowadzić do oparzenia.

Ad. 4. Substancje chemiczne. Ciecze żrące to kwasy i zasady. Roztwory buforowe używane na stanowiskach do pomiarów pH-metrycznych nie stanowią zagrożenia. Należy tu zachować ostrożność przy przelewaniu roztworów, aby nie zmoczyć rąk, odzieży i aparatury. Na stołach laboratoryjnych nie należy zostawiać ubrań i innych rzeczy poza niezbędnymi do notowania wyników pomiarów. Podczas badań temperaturowych roztwory buforowe nie powinny być podgrzewane do temperatury wyższej niż 50 °C i po użyciu należy z powrotem wlać je do właściwych pojemników.

Ad. 5. Promieniowanie izotopowe występujące na stanowiskach laboratoryjnych to promieniowanie beta i promieniowanie gamma. Zarówno promieniowanie beta, jak i gamma jest promieniowaniem jonizującym, przy czym zasięg promieniowania gamma jest znacznie większy niż promieniowanie beta. Promieniowanie jonizujące stanowi szczególny typ zagrożenia polegający na tym, że jego działanie na organizm ujawnia się dopiero po pewnym czasie.

Źródła stosowane w ćwiczeniach są typu zamkniętego, tzn. nie ma możliwości rozprzestrzeniania się substancji promieniotwórczej bez mechanicznego uszkodzenia źródła. Skuteczną ochronę przed promieniowaniem źródeł stosowanych w ćwiczeniach stanowią obudowy przestrzeni pomiarowych z polimetakrylanu metylu (pleksiglasu) o grubości zapewniającej całkowite pochłonięcie promieniowania oraz manipulowanie źródłami za pomocą pęsety, co zwiększa odległość od źródła promieniowania i zmniejsza moc dawki.

Aby narażenie ćwiczących ograniczyć do niezbędnego minimum, wymaga się przestrzegania następującego wyciągu z regulaminu pracy ze źródłami promieniowania jonizującego obowiązującego w pracowni izotopowej:

- stosować źródła zgodnie z przeznaczeniem,
- po zakończeniu ćwiczeń źródła należy zabrać ze stanowisk, przykryć nakrywkami i po umieszczeniu w stalowych pojemnikach zamknąć w szafie,
- wszelkie manipulacje ze źródłami dokonuje tylko prowadzący ćwiczenie,
- do przenoszenia źródeł z pojemnika i wyjmowania ich z domków pomiarowych należy używać pęsety. W miarę możliwości należy ograniczyć otrzymaną dawkę napromieniowania do minimum,
- materiały pochłaniające promieniowanie izotopowe mogą być wprowadzane do przestrzeni pomiarowej ręcznie (bez pęsety), ale należy tak trzymać płytkę, aby otrzymana dawka na dłoń była jak najmniejsza,
- podczas wykonywania pomiarów domki pomiarowe powinny być zamknięte, należy do minimum ograniczyć czas otwarcia domku, jeśli znajduje się w nim źródło,
- o wszystkich zauważonych nieszczelnościach, brakach źródła oraz nieprawidłowościach pracy aparatury należy zgłaszać prowadzącemu ćwiczenie.

W pracowni izotopowej nie mogą się znajdować urządzenia i przedmioty nie będące wyposażeniem pracowni ze względu na możliwość powstania nieszczelności źródeł. Przez pracownię izotopową rozumie się pomieszczenia robocze, przygotowawcze oraz magazyny izotopów.

Na terenie pracowni izotopowej bezwzględnie zabrania się:

- palenia papierosów (w tym elektronicznych),
- spożywania posiłków,
- używania kosmetyków,
- wykonywania takich czynności, które mogłyby ułatwić wprowadzenie substancji promieniotwórczych do wnętrza organizmu.

Dariusz BUCHCZIK

1. STEROWANIE I POMIARY PRĘDKOŚCI OBROTOWEJ SILNIKÓW INDUKCYJNYCH

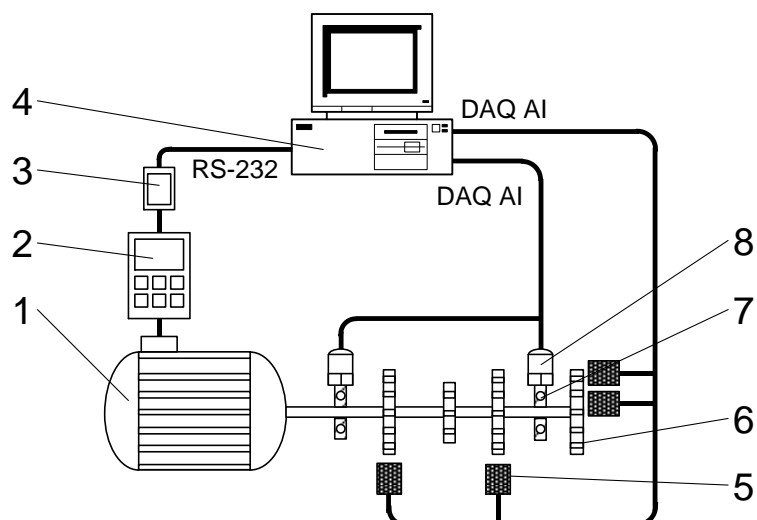
1.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie z podstawowymi koncepcjami sterowania prędkością obrotową silników indukcyjnych z wykorzystaniem przemienników częstotliwości oraz budową i zasadą działania czujników prędkości obrotowej oraz ich wykorzystaniem przy wyznaczaniu złożonych wielkości wykorzystujących prędkość obrotową.

1.2. Stanowisko laboratoryjne

Głównym elementem stanowiska [7] jest wałek pomiarowy z zamontowanymi kołami zębatymi oraz magnesami stałymi. Na wałek pomiarowy składają się trzy stalowe koła zębate o różnej liczbie zębów oraz jedno koło ze stopu aluminium, z dwoma wbudowanymi magnesami neodymowymi o średnicy 6 mm. Na wałku zamontowano niewyrównoważoną masę, która powoduje powstawanie drgań podczas obrotów wałka. Na dwóch łożyskach kulkowych typu YAR 204 wykonano pola montażowe dla czujników drgań – akcelerometrów.

Wałek napędzany jest trójfazowym silnikiem elektrycznym prądu przemiennego o mocy znamionowej wynoszącej 0,55 kW i znamionowej prędkości obrotowej 1375 obr/min. Prędkość obrotowa silnika sterowana jest za pomocą przemiennika częstotliwości LG serii iS5, wyposażonego w płytkę komunikacyjną Modbus (do sterowania z komputera PC. Komunikacja pomiędzy PC a falownikiem odbywa się przez konwerter RS323-RS485 typu ADAM 4520, firmy Advantech. Całość została zamontowana na platformie z zabezpieczeniem elementów wirujących w postaci siatki ochronnej.



Rys. 1.1. Schemat stanowiska pomiarowego: 1 – silnik indukcyjny, 2 – przemiennik częstotliwości, 3 – konwerter RS-232/RS-485, 4 – komputer PC z kartą pomiarową DAQ i interfejsem RS-232, 5 – hallotronowe czujniki prędkości kątowej, 6 – koła zębate, 7 – łożyska kulkowe, 8 – akcelerometry piezoelektryczne

Fig. 1.1. Diagram of the measurement stand: 1 – induction motor, 2 – Variable Frequency Drive, 3 – RS-232/RS-485 converter, 4 – PC with DAQ measurement card and RS-232 interface, 5 – angular speed Hall effect sensors, 6 – gears, 7 – ball bearings, 8 – piezoelectric accelerometers

1.3. Pytania kontrolne

1. Wyjaśnić zasadę sterowania U/f przemienników częstotliwości. Wymienić ograniczenia metody dla małych i dużych (przekraczających 50 Hz) częstotliwości.
2. Omówić podobieństwa i różnicę pomiędzy inkrementacyjną a kodową metodą pomiaru przemieszczeń kątowych. Która z tych metod nadaje się do pomiaru prędkości obrotowej? Jakiego typu czujniki impulsowe można wykorzystać do pomiaru przemieszczeń kątowych?

1.4. Opis ćwiczenia

W trakcie ćwiczenia bada się możliwości sterowania prędkością obrotową silnika indukcyjnego z wykorzystaniem przemiennika częstotliwości. Do pomiaru prędkości obrotowej silnika wykorzystuje się enkodery inkrementalne z czujnikiem Halla. Wyznacza się parametry elektryczne przebiegu wyjściowego enkoderów. Korzystając ze wszystkich elementów stanowiska pomiarowego wyznacza się charakterystykę rozbiegową i wybiegową drgań wałka na którym znajduje się niewyrównoważona masa.

Do pomiarów drgań i wyznaczania charakterystyk rozbiegowych i wybiegowych wykorzystuje się środowisko LabVIEW i narzędzia z pakietu Sound and Vibration Toolkit.

1.5. Zagrożenia na stanowisku

Ryzyko porażenia prądem elektrycznym w przypadku awarii lub niewłaściwej obsługi urządzeń elektrycznych na stanowisku pomiarowym.

Ryzyko uderzenia elementem na obracającym się wałku lub wplątania się odzieży i włosów w przypadku awarii lub niewłaściwej obsługi urządzeń mechanicznych na stanowisku pomiarowym.

1.6. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

1. Zapoznać się z budową stanowiska pomiarowego, rozmieszczeniem czujników i możliwościami sterowania pracą silnika za pomocą przemiennika częstotliwości. Pełny schemat stanowiska umieścić w protokole. Ustawiać różne prędkości obrotowe oraz czasy rozpędzania i zwalniania.
2. Podłączyć sygnał z czujnika prędkości obrotowej nr 2 do oscyloskopu cyfrowego. Dla kilku prędkości obrotowych wałka zmierzyć sygnał wyjściowy czujnika.
3. Podłączyć sygnał z akcelerometru do oscyloskopu cyfrowego. Dla kilku prędkości obrotowych wałka zmierzyć sygnał wyjściowy i oszacować jaki zakres pomiarowy będzie niezbędny przy wykonywaniu pomiarów za pomocą karty pomiarowej DAQ.
4. Podłączyć sygnał z akcelerometru i z czujnika prędkości obrotowej nr 2 do karty DAQ (odpowiednio do kanałów AI0 i AI1).
6. Uruchomić aplikację (vi) do rejestracji przebiegu *Log Data (Analog Tacho, DAQmx).vi* i ustawić odpowiednie parametry pomiaru. Dla kilku prędkości obrotowych wałka i parametrów pomiaru zarejestrować sygnał wyjściowy akcelerometru. Pomiaru powinny obejmować stałe i zmienne prędkości obrotowe wałka. Wyniki zapisać do plików, których nazwy powinny opisywać warunki pomiaru.
7. Uruchomić aplikacje (vi) *Color Map (Offline).vi* oraz *Waterfall and Cascade Plot (Offline).vi* i wykonać analizy off-line zarejestrowanych wcześniej przebiegów.

1.7. Zawartość sprawozdania

1. Sformułować wnioski dotyczące możliwości sterowania pracą silnika za pomocą przemiennika częstotliwości. Oszacować wartość błędu prędkości obrotowej przy sterowaniu prędkością obrotową za pomocą przemiennika częstotliwości.
2. Przeprowadzić analizę przebiegu wyjściowego z czujnika Halla. Sformułować wnioski dotyczące dopasowania parametrów sygnału do standardowych systemów sterowania automatyki.
3. Przeprowadzić analizę zarejestrowanego profilu prędkości obrotowej i poziomu drgań.
4. Przeprowadzić analizę wyznaczonych charakterystyk drganiowych rozbiegowych i wybiegowych wyznaczonych za pomocą aplikacji (vi) *Color Map (Offline).vi* oraz *Waterfall and Cascade Plot (Offline).vi*. Wyniki pomiarów powiązać z konstrukcją mechaniczną modelu maszyny i potencjalnymi źródłami sygnałów wibracyjnych. Sformułować wnioski.

Sebastian BUDZAN

2. POMIARY TENSOMETRYCZNE

2.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się studentów z budową, zasadą działania, własnościami metrologicznymi i podstawowymi układami pomiarowymi czujników tensometrycznych oraz metodyką badań charakterystyk metrologicznych czujników ciśnienia.

2.2. Pytania kontrolne

1. Omówić budowę i zasadę działania tensometrów.
2. Objasnij czym jest stała tensometru.
3. Objasnij od czego zależy stała tensometru.
4. Omówić układy pomiarowe tensometrów.
5. Omówić procedurę wyznaczania stałej tensometru.
6. Omówić budowę piezorezystancyjnego czujnika ciśnienia.
7. Wymienić rodzaje błędów podstawowych.
8. Omówić procedurę wyznaczania charakterystyk metrologicznych czujników ciśnienia.

2.3. Opis stanowiska

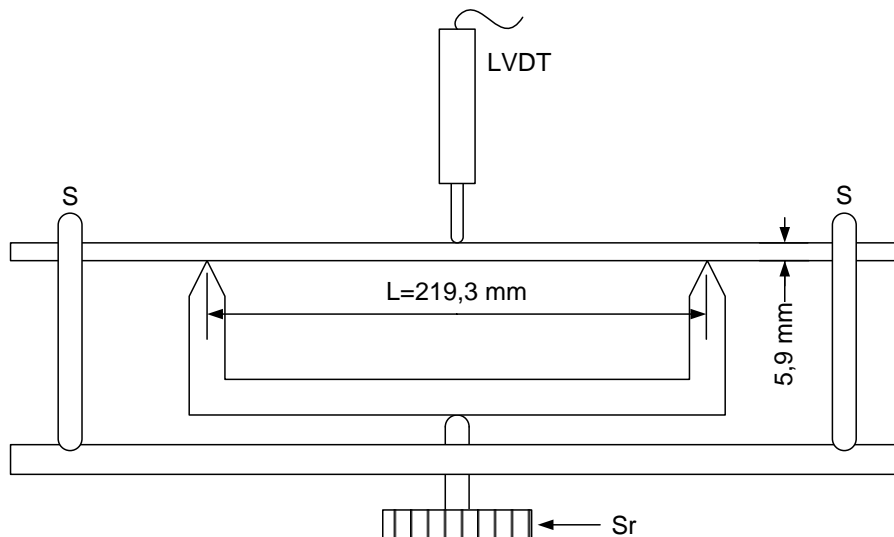
Wyznaczanie stałej tensometru

W ćwiczeniu bada się tensometry drutowe naklejone na odkształcaną belkę. Odkształcenie belki zadaje się urządzeniem pokazanym na rysunku 2.1. Belka o grubości $h = 5,9$ mm jest wsparta na dwóch podporach, między którymi odległość

wynosi $L = 219,3$ mm. Obracając śrubę S_r , powoduje się naciąganie strzemion S , które zginają belkę. Strzałkę ugięcia f mierzy się przetwornikiem przemieszczenia LVDT (Linear Variable Differential Transformer) włączonym w komputerowy system pomiarowy. Zależność pomiędzy rzeczywistym odkształceniem, strzałką ugięcia f a wymiarami belki określa wzór:

$$\varepsilon = \frac{4h}{L^2} f$$

Dla zadanej w systemie pomiarowym wartości stałej tensometru i otrzymanych wyników pomiaru wyznacza się względną zmianę rezystancji mostka tensometrycznego. Następnie dla wybranych tensometrów wyrysowuje się zależność $\Delta R/R = f(\varepsilon)$ i z wykresu określa się stałą tensometru jako tangens kąta nachylenia prostej aproksymującej otrzymaną charakterystykę.

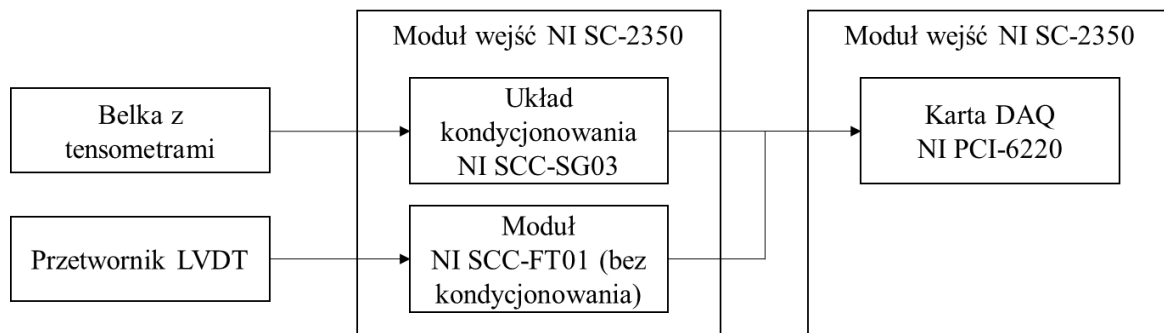


Rys. 2.1. Urządzenie do zadawania odkształcenia belki z tensometrami
Fig. 2.1. A device for setting beam deformation with strain gauges

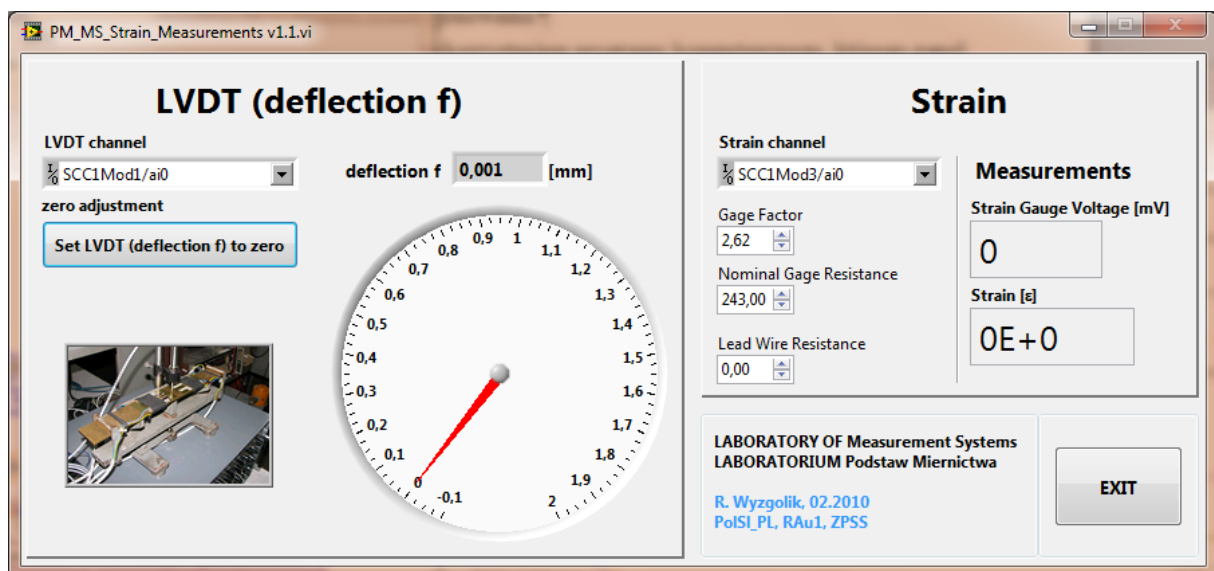
Pomiary są wykonywane z wykorzystaniem komputerowego systemu pomiarowego, którego elementy składowe pokazano na rysunku 2.2. Podstawę systemu stanowi wielofunkcyjna karta DAQ wraz z układem kondycjonowania sygnału z tensometrów. Badane tensometry w układzie półmostka podłączone są do modułu kondycjonowania SCC-SG03 firmy National Instruments. Pozostałe rezystory, dopełniające mostek, znajdują się w module kondycjonowania.

Panel czołowy programu komputerowego, w którym prezentowane są wyniki pomiarów pokazano na rysunku 2.3. W programie rejestruje się strzałkę ugięcia f oraz odkształcenie ε . Wstępnie zadaje się wartość stałej tensometru, np. $K = 2$, i na podstawie

zapisanych wyników pomiaru dla zadanego zakresu odkształceń wyznacza się rzeczywistą stałą tensometru.



Rys. 2.2. Komputerowy system pomiarowy wykorzystywany do pomiarów tensometrycznych
Fig. 2.2. Computer measuring system used for strain gauges



Rys. 2.3. Panel czołowy programu wykorzystywanego w czasie ćwiczenia

Opis istotnych elementów panelu czołowego: deflection – wskazanie strzałki ugięcia, Gage Factor – ustawienie wstępne stałej tensometru, Strain Gauge Voltage – napięcie nierównowagi mostka tensometrycznego, Strain – odkształcenie

Fig. 2.3. Front panel of the program used during the exercise

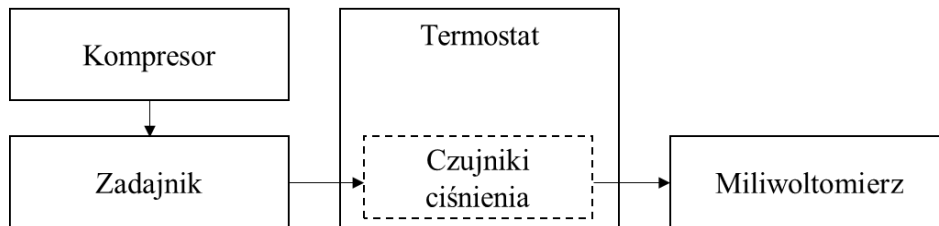
Description of important elements of the front panel: deflection – indication of deflection, Gage Factor – initial setting of the strain gauge constant, Strain Gauge Voltage – strain gauge imbalance voltage, Strain – deformation

Wyznaczanie błędów podstawowych i temperaturowych czujników ciśnienia

W ćwiczeniu bada się krzemowe piezorezystancyjne czujniki ciśnienia umieszczone w termostacie. Schemat blokowy stanowiska pokazano na rysunku 2.4. Sposób wykonania pomiarów jest określony w normach, np. [2]. W czasie trwania ćwiczenia ze względu na ograniczenia czasowe, realizuje się uproszczoną procedurę badań. Pomiar wykonuje się dla temperatury otoczenia (błędy podstawowe nieliniowości, histerezy i niepewtarzalności), przyjmując ją jako temperaturę nominalną oraz dla jednej bądź

dwóch wyższych temperatur (błędy temperaturowe zera i czułości). Pomiary powtarza się trzykrotnie dla rosnących i malejących wartości ciśnienia. Podobnie wykonuje się pomiary dla kolejnych temperatur czujników, tym razem zadając ciśnienie 0% i 100% zakresu pomiarowego danego czujnika.

Błędy oblicza się na podstawie charakterystyki odniesienia wyznaczonej jako prosta łącząca średnią wartość wyników pomiarów dla 0% i 100% zakresu ciśnienia.



Rys. 2.4. Schemat blokowy stanowiska do badań charakterystyk metrologicznych czujników ciśnienia
Fig. 2.4. Block diagram of the laboratory stand for testing metrological characteristics of pressure sensors

2.4. Zagrożenia na stanowisku

Podczas realizacji ćwiczenia obowiązują ogólne przepisy BHP, z którymi należy się zapoznać przed jego realizacją. Szczególnie, zabronione jest uruchamianie stanowiska i zmiana jego nastaw bez zgody prowadzącego. W przypadku belki tensometrycznej nie należy przekraczać wartości strzałki ugięcia $f = 2$ mm, spowoduje to uszkodzenie belki. Podczas realizacji zadań z wykorzystaniem termostatu, jego komora powinna być zamknięta.

2.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczenia

Uwaga. W związku z koniecznością osiągnięcia zadanej temperatury w termostacie zaleca się przeprowadzenie pomiarów w kolejności: zadanie 5, 6, 1, 2, 3, 4, 7, 8. Temperaturę wskazaną w zadaniu 7 nastawić po zakończeniu zadania 6.

1. Sprawdzić, które z tensometrów naklejonych na odkształcaną belkę są podłączone do systemu pomiarowego i przenieść ich dane do protokołów.
2. Uruchomić program komputerowy do pomiaru strzałki ugięcia f i odkształcenia ε belki. W programie wpisać wartość stałej tensometru (Gage Factor) równą 2,1. Pozostałe ustawienia pozostawić bez zmian.

3. Zadać wstępne, niewielkie odkształcenie belki i wyzerować wskazanie strzałki ugięcia, naciskając przycisk Set LVDT (deflection f) to zero. Zanotować w protokole wartość strzałki ugięcia i wskazane odkształcenie początkowe.
4. Przeprowadzić trzy serie pomiarów odkształcenia, zwiększając strzałkę ugięcia do wartości 1 mm co 0,1 mm a następnie zmniejszając strzałkę ugięcia do 0 mm co 0,1 mm. Nie należy korygować ustawienia strzałki ugięcia w przypadku przekroczenia zadanej jej wartości. Wyniki zapisywać w protokole.
5. Przenieść do protokołu dane badanych czujników ciśnienia i temperaturę wewnątrz termostatu (temperatura badanych czujników).
6. W konsultacji z prowadzącym uruchomić kompresor, który wykorzystywany będzie podczas zadawania ciśnienia. Dla każdego z czujników ciśnienia zadać 6 wartości ciśnienia w zakresie pomiarowym (np. 0%, 20%, 40%, 60%, 80% i 100% zakresu) wykorzystując dostępny na stanowisku zadajnik ciśnienia. Pamiętać należy o wyborze odpowiedniego czujnika (P1/P2). Zapisać w protokole wartości zadanych ciśnień oraz odpowiadające im wskazania miliwoltomierza. Pomiary przeprowadzić trzykrotnie kolejno dla rosnących i malejących wartości ciśnienia.
7. Ustalić w termostacie temperaturę 50°C i przeprowadzić pomiary jak w punkcie 6., ale dla 0% i 100% zakresu pomiarowego badanych czujników ciśnienia.
8. Wyznaczyć błędy podstawowe i dodatkowe badanych czujników ciśnienia.

2.6. Zawartość sprawozdania

1. Wyznaczyć rzeczywistą wartość stałej tensometru oraz wykreślić charakterystykę $\Delta R/R = f(\varepsilon)$. Obliczyć i zinterpretować zbiór błędów podstawowych.
2. Wyznaczyć błędy podstawowe i dodatkowe badanych czujników ciśnienia. Zinterpretować wpływ temperatury na wartości błędów.

Roman WYŻGOLIK

3. WZORCOWANIE I SPRAWDZANIE TERMOMETRÓW

3.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie wybranych zagadnień związanych z wzorcowaniem i sprawdzaniem termometrów i układów pomiaru temperatury. Zwraca się uwagę na metody wzorcowania czujników temperatury oraz na wyznaczenie niepewności wzorcowania i pomiaru temperatury.

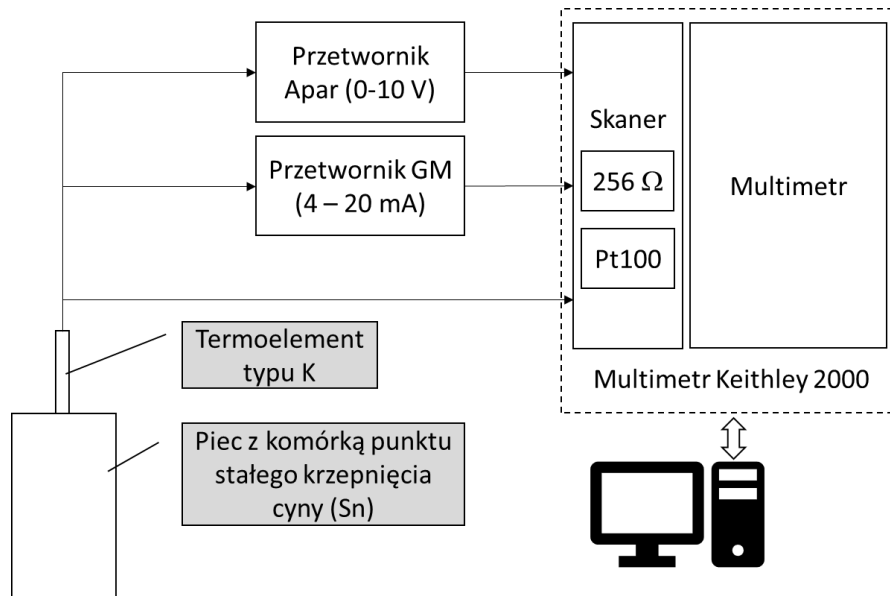
3.2. Pytania kontrolne

1. Co to jest spójność pomiarowa?
2. Omówić układ pomiarowy dla czujnika termoelektrycznego.
3. Omówić układ pomiarowy dla termometru rezystancyjnego.
4. Omówić metody wzorcowania i sprawdzania termometrów.

3.3. Opis stanowiska

W ćwiczeniu sprawdza się charakterystykę termometryczną wybranego termoelementu lub czujnika rezystancyjnego metodą punktów stałych. W zależności czasu trwania ćwiczenia laboratoryjnego stosuje się jeden lub dwa punkty stałe: krzepnięcia cyny ($231,928^{\circ}\text{C}$), krzepnięcia cynku ($419,527^{\circ}\text{C}$). Ze względów czasowych stosuje się bardzo uproszczoną metodę odtwarzania punktów stałych, polegającą na podgrzaniu metalu aż do stopienia a następnie powolnym studzeniu. W chwili rozpoczęcia procesu krzepnięcia rejestruje się stałą temperaturę wzorcowanym termometrem.

Tor pomiarowy zawiera kilka elementów. Podstawowym, poza punktem stałym i sprawdzanym czujnikiem temperatury, jest multimetr Keithley 2000 z wbudowanym skanerem wielokanałowym. W zależności od typu sprawdzanego czujnika temperatury (termoelement lub rezystancyjny) konfiguruje się odpowiednio tor pomiarowy. Domyślnie skonfigurowany jest do sprawdzania termoelementu typu K oraz dwóch torów pomiarowych dla termoelementu z dedykowanymi przetwornikami, jak to pokazano na rysunku 3.1.



Rys. 3.1. Schemat układu pomiarowego do sprawdzania toru pomiarowego dla termoelementu w punkcie stałym

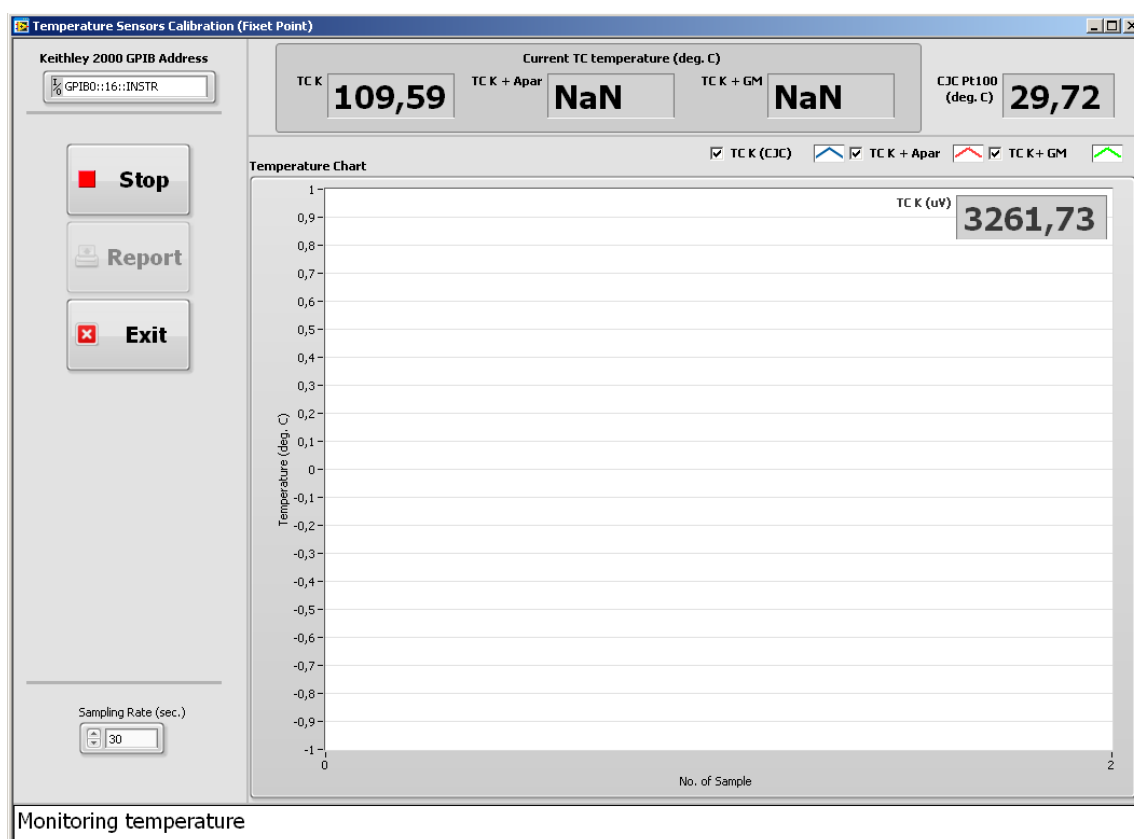
Fig. 3.1. Scheme of the measuring system for thermocouple calibration using fixed point method

Przetworniki Apar oraz GM mają wbudowaną kompensację temperatury spoiny odniesienia termoelementu i odpowiednio dobrany zakres sygnałów wyjściowych do zakresu mierzonej temperatury. Prąd z przetwornika GM zamieniany jest na spadek napięcia na precyzyjnym rezystorze 256Ω o temperaturowym współczynniku rezystancji 10 ppm. Temperatura spoiny pomiarowej termoelementu podłączonego bezpośrednio do skanera wbudowanego w multimetr, mierzona jest czujnikiem Pt100 a kompensacja odbywa się w programie komputerowym.

Parametry techniczne i metrologiczne wszystkich elementów torów pomiarowych dostępne są na stanowisku laboratoryjnym.

Sygnały pochodzące z wszystkich torów pomiarowych rejestruje się z wykorzystaniem dedykowanego programu, stworzonego w środowisku LabVIEW na potrzeby stanowiska laboratoryjnego. Program działa w trybie automatycznym to znaczy, po uruchomieniu sprawdzane jest połączenie z multimetrem Keithley 2000 – komunikacja komputera z multimetrem odbywa się z wykorzystaniem interfejsu GPIB (General Purpose Interface Bus). Jeśli połączenie jest aktywne, rozpoczyna się monitorowanie temperatury w torze pomiarowym termoelementu bezpośrednio podłączonego do multimetru, ale sygnały nie są rejestrowane. Rejestracja sygnałów

z wszystkich torów pomiarowych rozpoczyna się automatycznie po stopieniu cyny i trwa nieprzerwanie aż do całkowitego zakrzepnięcia cyny w komórce punktu stałego. W czasie rejestracji dane pomiarowe zapisywane są na dysku twardym komputera w pliku tekstowym (rozszerzenie pliku .txt). Na wykresie wyraźnie widoczny jest moment krzepnięcia, w postaci quasi stałej temperatury. Po zakończeniu pomiarów należy przyciskiem Report zapisać wykres do pliku (lokalizacja i nazwa taka sama jak pliku z pomiarami; rozszerzenie pliku .png) Z uwagi na konstrukcję pieca i występujące straty ciepła, na stanowisku laboratoryjnym nie uzyskuje się charakterystyki identycznej do stanowiska wyposażonego w profesjonalny piec do odtwarzania punktu stałego cyny. Procedura odtwarzania tego punktu stałego skali temperatur jest dość złożona i czasochłonna, a dokładny jej opis zawarty jest w wytycznych BIPM (Bureau International des Poids et Mesures – Międzynarodowe Biuro Miar i Wag) [10].



Rys. 3.2. Interfejs użytkownika aplikacji do rejestracji temperatury
 Fig. 3.2. User interface of the application for temperature measurements

Interfejs użytkownika aplikacji pokazano na rysunku 3.2. Opis użytkownika aplikacji i procedura uruchamiania stanowiska znajdują się na stanowisku laboratoryjnym.

W przypadku wzorcowania termometrów przez porównanie, wykorzystuje się termostat wodny z czujnikiem wzorcowym a wyniki wzorcowania zapisuje ręcznie do protokołu, którego wzór jest dostępny na stanowisku laboratoryjnym.

3.4. Zagrożenia na stanowisku

Na stanowisku występują zagrożenia związane z elektrycznością i wysoką temperaturą, opisane w rozdziale BHP i wytyczne do sprawozdania. W przypadku niniejszego ćwiczenia, należy dopilnować tego, aby odłączyć od zasilania piec z komórką punktu stałego po roztopieniu cyny (program komputerowy sygnalizuje to sygnałem wizualnym i dźwiękowym).

3.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczenia

1. Rozpocząć uruchomienie stanowiska (procedura dostępna na stanowisku laboratoryjnym).
2. Zapoznać się z materiałami uzupełniającymi do opisu systemu pomiarowego.
3. Dla wybranego czujnika temperatury wykonać wzorcowanie w jednym bądź dwóch punktach stałych (cyny i cynku). W protokole z ćwiczenia laboratoryjnego zapisać dane wszystkich elementów torów pomiarowych. Wyznaczyć błąd wzorcowania, niepewności torów pomiarowych i niepewność wzorcowania.
4. Dla wzorcowanego czujnika wykonać analizę metrologiczną wszystkich torów pomiarowych, na których rejestruje się temperaturę wskazywaną przez czujnik.
5. Dla wybranego termometru wykonać sprawdzenie metodą porównania w zadanym przedziale temperatur, wykorzystując w tym celu termostat wodny. W protokole z ćwiczenia laboratoryjnego zapisać dane wszystkich elementów torów pomiarowych.
6. Przeprowadzić analizę metrologiczną pomiarów, tj. wyznaczyć błędy wzorcowania/sprawdzania, niepewności torów pomiarowych i oszacować niepewność wzorcowania/sprawdzania.

3.6. Zawartość sprawozdania

W sprawozdaniu zamieścić schemat torów pomiarowych dla sprawdzanych czujników temperatury, parametry metrologiczne wszystkich elementów torów pomiarowych (zapisane w protokole z ćwiczenia) oraz opracowane wyniki zrealizowanych zadań.

Roman WYŻGOLIK, Janusz ŻELEZIK

4. POMIAR TEMPERATURY GAZU

4.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z błędami stykowej metody pomiaru temperatury na przykładzie pomiaru temperatury gazu.

4.2. Pytania kontrolne

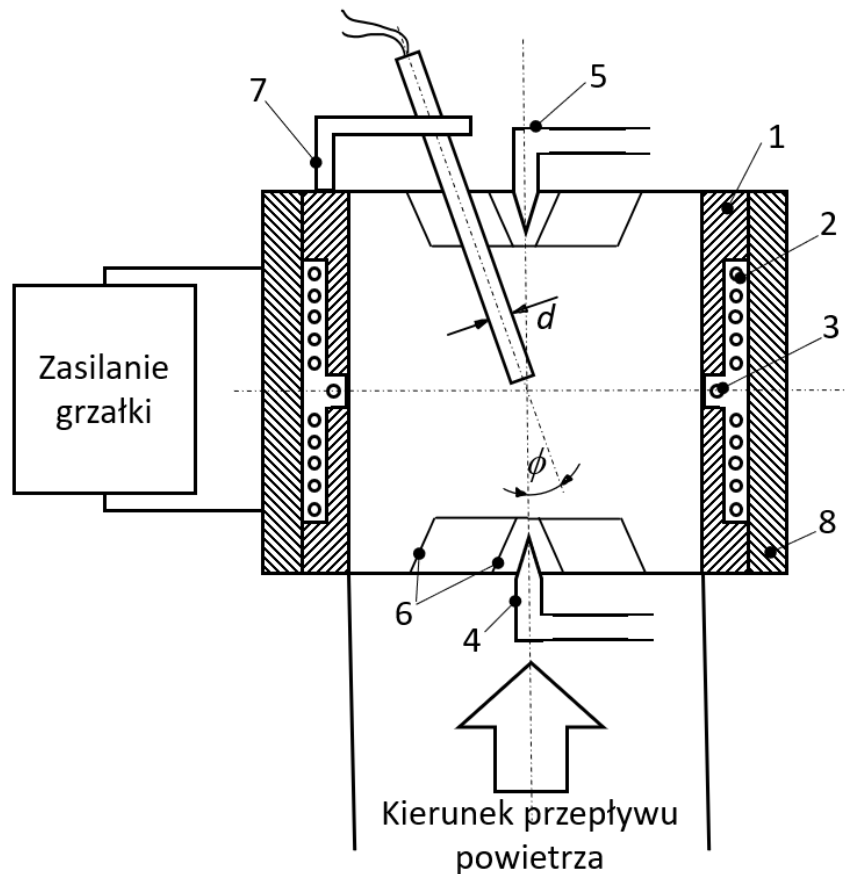
1. Podać schemat układu do pomiaru temperatury za pomocą termoelementu.
2. Podać schemat układu do pomiaru temperatury za pomocą czujnika rezystancyjnego.
3. Podać założenia i scharakteryzować przybliżony model pomiaru temperatury gazu.
4. Jak wpływa, na błąd metody, wielkość współczynnika wnikania ciepła α z otoczenia do czujnika?
5. Omówić sposoby zmniejszania wymiany ciepła między czujnikiem a otoczeniem przez promieniowanie.
6. Jak można ograniczyć błąd metody spowodowany oddawaniem ciepła przez czujnik na drodze przewodzenia?

4.3. Opis stanowiska

W ćwiczeniu wyznacza się błąd metody pomiaru temperatury przepływającego powietrza w rurociągu. Urządzenie modelowe pokazano na rysunku 4.1.

Model rurociągu stanowi tuleja metalowa 1 z izolacją 8, przez którą przepływa powietrze tłoczone z otoczenia wentylatorem 9. Tuleja jest podgrzewana przez grzejnik 2. W rowku dokoła tulei umieszczono termoelement 3 do pomiaru temperatury jej

wewnętrznej powierzchni. Termoelement 3 jest podłączony do regulatora dwupołożeniowego, który steruje załączeniem grzejnika.



Rys. 4.1. Urządzenie modelowe do pomiaru temperatury gazu
Fig. 4.1. The model of the device for gas temperature measurements

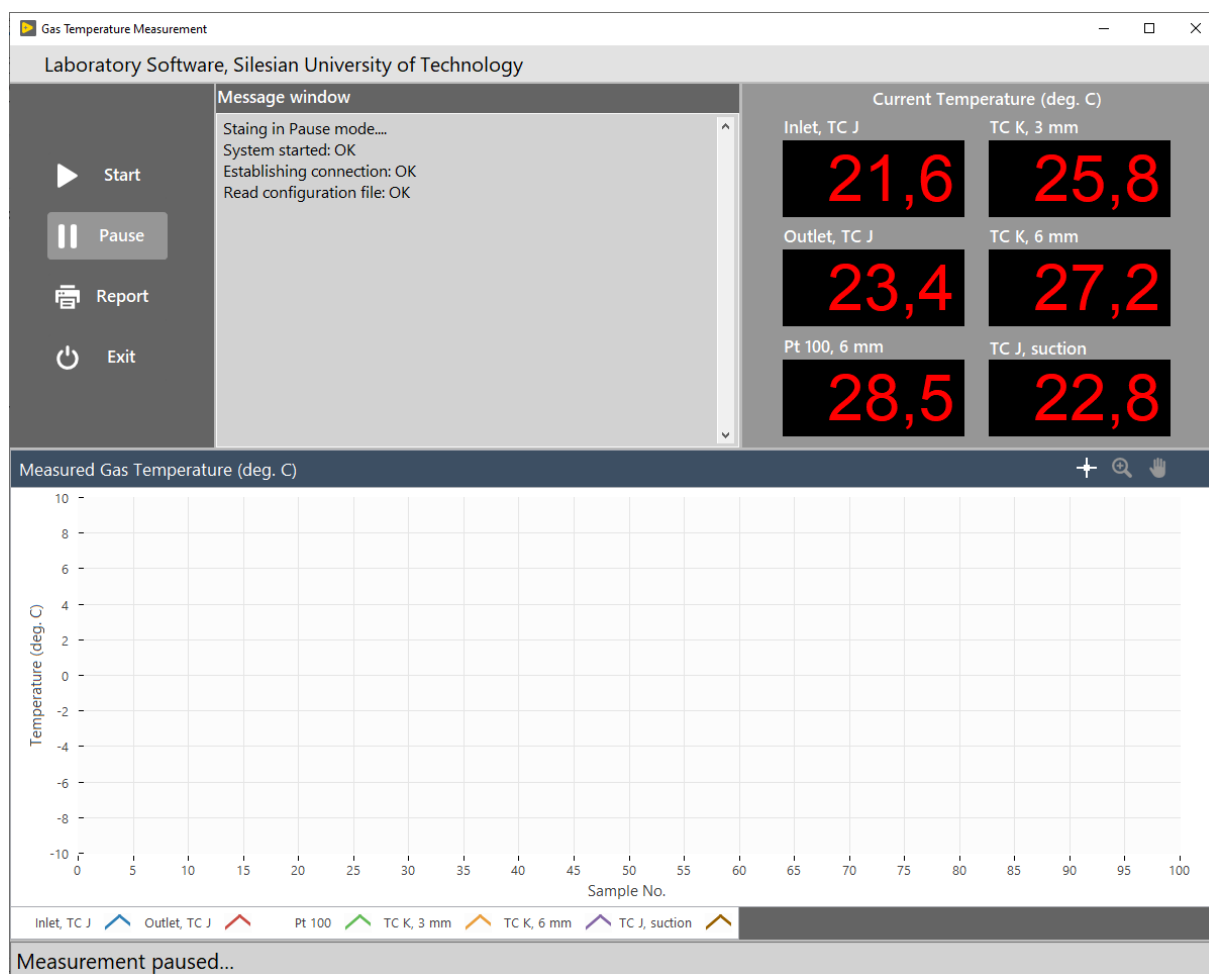
1 – tuleja metalowa, 2 – grzejnik, 3, 4 i 5 – termoelementy, 6 – polerowane ekrany, 7 – uchwyt termometru, 8 – izolacja termiczna

W celu pomiaru rzeczywistej temperatury przepływającego gazu zainstalowano dwa termoelementy 4 i 5 na dolocie i wylocie z rurociągu. Są to termoelementy płaszczowe o bardzo małej średnicy, a ponadto podwójnie ekranowane niklowanymi i polerowanymi ekranami 6. Błąd metody dla tych termoelementów można pominąć.

Termoelementy badane umieszcza się w środku tulei po zamocowaniu w uchwycie 7. Błąd metody określa się jako różnicę między temperaturą mierzoną badanym termometrem a rzeczywistą, której miarą jest średnia temperatura na wlocie i wylocie rurociągu. Badania przeprowadza się dla różnych termometrów – termoelektrycznych i rezystancyjnych [4, 5, 6]. Dzięki zastosowaniu mocowania czujników 7 możliwe jest konfigurowanie zestawu czujników w różnym wykonaniu, tj. bez osłony lub z osłoną metalową bądź ceramiczną. Jednym z termometrów wykorzystywanych przy każdej konfiguracji jest termometr aspiracyjny. Dodatkowym wyposażeniem termometru jest pompa zasysająca powietrze do termometru. Okresy

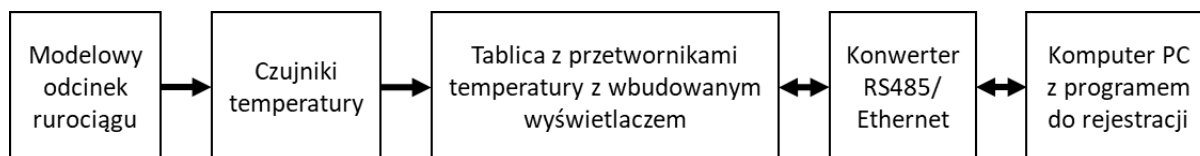
włączenia/wyłączenia pompy podaje prowadzący ćwiczenie. Warunki wymiany ciepła przy pomiarze temperatury gazu termometrami badanymi są zbliżone do modelu opisanego we wstępie do ćwiczenia.

Prowadzący ćwiczenie wyznacza zadania do wykonania oraz podaje, które czujniki temperatury mają być badane. Ćwiczący podłączają czujniki do systemu oraz dokonują odpowiedniej konfiguracji programu komputerowego, wykorzystywanego do rejestracji danych z czujników (patrz rysunek 4.2). Przy opracowywaniu wyników badań należy mieć na uwadze, że zmierzone błędy metody są obarczone dodatkowo błędami instrumentalnymi.



Rys. 4.2. Interfejs użytkownika programu do rejestracji temperatury gazu

Fig. 4.2. User interface of application for gas temperature acquisition



Rys. 4.3. Schemat blokowy toru pomiarowego na stanowisku laboratoryjnym

Fig. 4.3. Block diagram of the measuring chain used on laboratory stand

Schemat blokowy toru pomiarowego zastosowanego na stanowisku laboratoryjnym pokazano na rysunku 4.3. Na stanowisku dostępne są instrukcje do przetworników temperatury, zawierające potrzebne do opracowania sprawozdania parametry metrologiczne.

4.4. Zagrożenia na stanowisku

Na stanowisku występują zagrożenia związane z elektrycznością i wysoką temperaturą, opisane w rozdział BHP i wytyczne do sprawozdania. Nie należy ustawiać na regulatorze sterującym grzaniem ścianek rurociągu temperatury zadanej wyższej niż 200°C.

4.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

1. Zapoznać się z materiałami uzupełniającymi do opisu systemu pomiarowego.
2. Rozpocząć uruchomienie stanowiska (procedura dostępna na stanowisku laboratoryjnym).
3. Zgodnie z wytycznymi prowadzącego ćwiczenie, zarejestrować wskazania z wybranych czujników temperatury dla kilku temperatur ścianek tulei (np. otoczenia, 50, 80 i 110 stopni Celsjusza) i dla uzyskanych wyników wyznaczyć błąd pomiaru temperatury.
4. Obliczyć stosunek błędów pomiaru termometrami o różnych średnicach, przy założeniu identyczności współczynnika emisyjności czujników. Porównać, czy jest to zgodne ze stosowanym modelem pomiaru (4.4 – Część I) i przedyskutować rozbieżności.
5. Przedyskutować rezultaty uzyskane w zadaniu 2) z wnioskami wyprowadzonymi w rozdziale 4 Części I na drodze teoretycznej.
6. Przeprowadzić analizę metrologiczną stosowanego systemu pomiarowego. Zanotować do protokołu, korzystając z dokumentacji dostępnej na stanowisku, potrzebne do realizacji tego zadania niepewności pomiaru wszystkich elementów składowych systemu. Oszacować niepewność wyznaczenia błędów metody w zadaniu 2). Wyciągnąć wnioski.

4.6. Zawartość sprawozdania

W sprawozdaniu należy w sposób usystematyzowany podać wyniki opracowania zadań z rozdziału 4.5. Zarejestrowane wskazania czujników temperatury nanieść na wspólnym wykresie. Wyznaczyć błąd bezwzględny pomiaru, przyjmując za temperaturę odniesienia średnią z wskazań termometrów na wlocie i wylocie odcinka rurociągu. Podać oszacowanie niepewności wyznaczonych błędów. Zamieścić wyniki porównania stosunku błędów pomiaru termometrami o różnych średnicach, tak jak to wskazano w zadaniu 4) w rozdziale 4.5.

Sebastian BUDZAN

5. POMIARY TERMOWIZYJNE

5.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się studentów z budową, zasadą działania, własnościami metrologicznymi kamer termowizyjnych, jak również ich wykorzystaniem w pomiarach i diagnostyce technicznej.

5.2. Pytania kontrolne

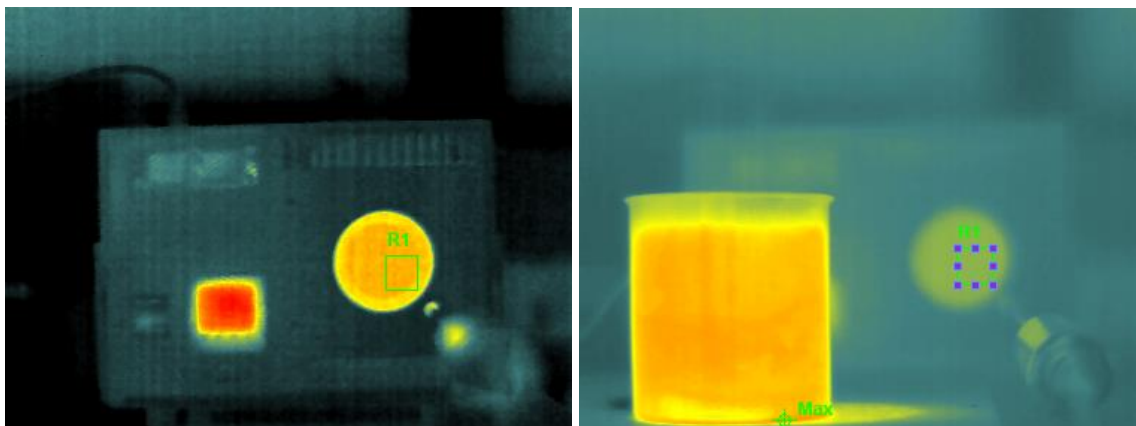
1. Omówić budowę i zasadę działania kamer termowizyjnych.
2. Omówić detektory promieniowania podczerwonego.
3. Wymienić parametry techniczne kamer termowizyjnych.
4. Omówić czynniki wpływające na pomiar.
5. Omówić emisyjność obiektu.
6. Objasnić błędy podczas pomiarów termowizyjnych.
7. Objasnić zagadnienie termowizji aktywnej i biernej.
8. Wymienić rodzaje źródeł sygnałów pobudzających.

5.3. Opis stanowiska

Ocena parametrów metrologicznych kamery termowizyjnej

Ta część ćwiczenia realizowana jest z wykorzystaniem przede wszystkim technicznych ciał czarnych Land P80P oraz Land P550P (rysunek 5.1.) oraz wybranych kamer termowizyjnych (ThermoPro TP8, FLIR i7 oraz inne). Kamera termowizyjna powinna być okresowo badana pod kątem zmian jej parametrów metrologicznych, a w szczególności: stabilności temperaturowej, zakresu temperaturowego,

jednorodności, wpływu obiektów w scenie, rozdzielczości geometrycznej oraz rozdzielczości temperaturowej. Podczas ćwiczenia poruszany jest również problem współczynnika emisyjności i jego prawidłowego ustawienia, co realizowane jest z wykorzystaniem płyty grzejnej oraz płytek wykonanych z różnych metali o zmiennej jakości powierzchni (porowate, gładkie, pokryte fragmentami farbą). Ponieważ prawidłowe ustawienie współczynnika emisyjności wymaga również odpowiedniego ustawienia geometrycznego kamery względem obiektu, bada się wpływ kąta ustawienia kamery względem ciała technicznego na jakość pomiarów.



Rys. 5.1. Termogramy technicznego ciała czarnego bez (po lewej) i z obiektem zakłócającym pomiar termowizyjny

Techniczne ciało czarne o temperaturze pokojowej we wnęce 30°C (po lewej), techniczne ciało czarne z kubkiem wypełnionym wodą o temperaturze 40°C (po prawej). Temperatura średnia w obszarze R1 zwiększyła swoją wartość z 29,8°C do 30,2°C.

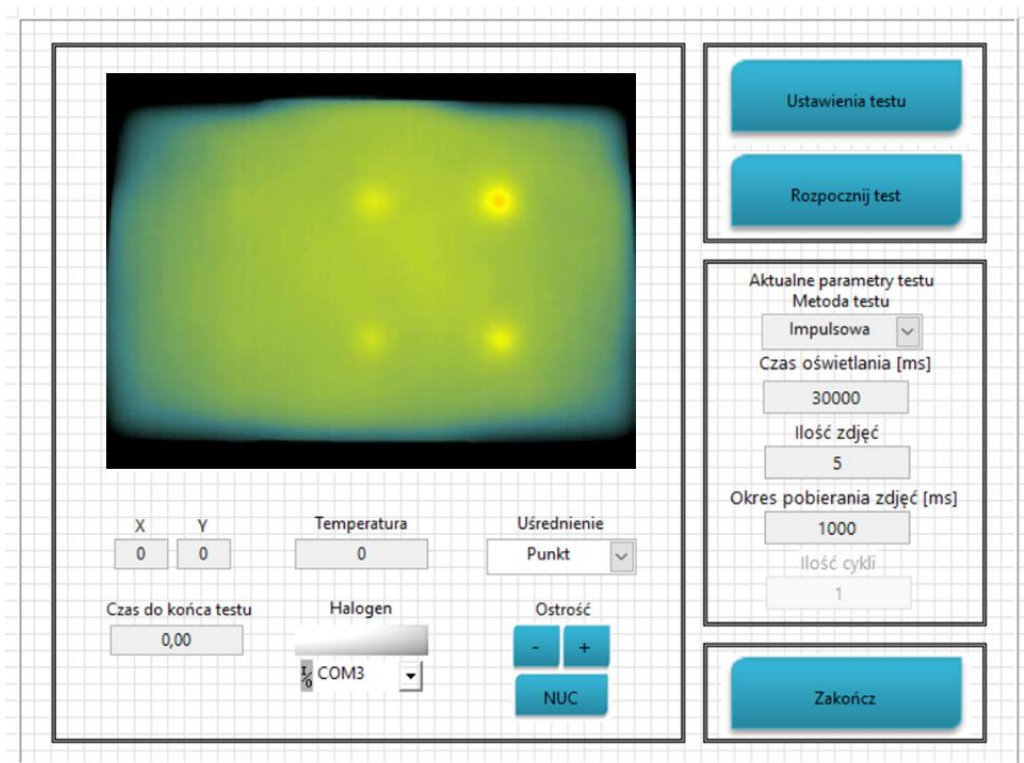
Fig. 5.1. Technical black body thermograms without (on the left) and with an object interfering with thermovision measurement

A technical black body with room temperature in a 30°C cavity (left), a technical black body with a cup filled with water at 40°C (right). Average temperature in the R1 area it increased its value from 29,8°C to 30,2°C.

Badania nieniszczące

W tej części ćwiczenia prowadzi się eksperymenty z wykorzystaniem termowizji aktywnej. Celem badań jest prawidłowa detekcja defektów w obiekcie. Badaniom poddaje się płyty wykonane z pleksiglasu z defektami w postaci niepełnych otworów – trzy o średnicy 10 mm i głębokościach 7,5 mm, 5 mm i 2,5 mm, trzy o średnicy 8 mm i głębokościach 7,5 mm, 5 mm i 2,5 mm. Optyczny impuls cieplny generowany jest przez halogen o mocy 400 W poprzez automatyczne włączenie jego zasilania na określony czas w zależności od wybranej metody generowania sygnału. W ramach badań wykorzystana jest zarówno metoda impulsowa, jak i synchroniczna. Prawidłowe wykonanie pomiaru wymaga w tym wypadku określenia doświadczalnego optymalnej odległości źródła optycznego od badanych płyt, czasu nagrzewania płyt, jak również w przypadku metody impulsowej czasu i częstotliwości akwizycji termogramów.

W przypadku metody synchronicznej określa się częstotliwość sygnału pobudzającego i czas całkowity doświadczenia. Badania przeprowadza się z wykorzystaniem oprogramowania dedykowanego do sterowania kamerą termowizyjną oraz źródłem sygnału optycznego, jak również wykorzystywanym do zapisu termogramów (rysunek 5.2). Zarejestrowane termogramy następnie poddaje się analizie pod kątem cech sugerujących pojawienie się defektów powierzchniowych. Do tego celu wykorzystuje się oprogramowanie analizujące i przetwarzające termogramy, np. aplikację *GuideIR* dostępną na stanowisku laboratoryjnym.



Rys. 5.2. Panel użytkownika w oprogramowaniu *ThermoAcquire*
 Fig. 5.2. User panel in *ThermoAcquire* software

5.4. Zagrożenia na stanowisku

Podczas realizacji ćwiczenia obowiązują ogólne przepisy BHP, z którymi należy się zapoznać przed jego realizacją. Szczególnie, zabronione jest uruchamianie stanowiska i zmiana jego nastaw bez zgody prowadzącego. Ponieważ pomiary termowizyjne realizowane są z wykorzystaniem technicznych ciał czarnych, źródeł optycznych o znacznej mocy bezwzględnie nie należy dotykać ich powierzchni aktywnych (halogenów, wnęk).

5.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczenia

Uwaga. Przed rozpoczęciem jakichkolwiek badań prowadzący ćwiczenie przeprowadzi szkolenie w zakresie uruchamiania dostępnych urządzeń, jak również zagrożeń wynikających z ich użytkowania.

1. Włączyć ciała techniczne. Na P80P nastawić temperaturę zadaną 30°C, na P550P na 100°C. Odczekać minimum 30 minut do rozpoczęcia badań.
2. Włączyć płytę grzejącą i ustawić temperaturę 50°C.
3. Zapoznać się z instrukcją obsługi kamery termowizyjnej TP8/i7, pirometru Fluke 574, oprogramowaniem GuideIR oraz aplikacją ThermoAcquire.
4. Zarejestrować testowe termogramy przy różnych ustawieniach współczynnika emisyjności, wilgotności, temperatury otoczenia i odległości od obiektu.
5. Badanie wpływu obiektów zakłócających pomiar z wykorzystaniem ciał technicznych.
 - a) Ustawić w kamerze współczynnik emisyjności na 0.98.
 - b) Zachować odległość kamera-ciała techniczne ~ 1 m.
 - c) Umieścić pojemnik z wodą o temperaturze otoczenia w polu widzenia kamery, zarejestrować termogram.
 - d) Umieścić pojemnik z wodą o temperaturze ~ 80°C w polu widzenia kamery, zarejestrować termogram.
 - e) Określić wpływ przez ocenę uśrednionej temperatury w obszarze wnęki.
 - f) Wyłączyć ciało techniczne P550P.
6. Badanie wpływu obiektów zakłócających pomiar z wykorzystaniem płyty grzejnej.
 - a) Ustawić w kamerze współczynnik emisyjności na 0.98.
 - b) Zachować odległość kamera-płyta grzejna ~ 1 m.
 - c) Umieścić pojemnik z wodą o temperaturze otoczenia w polu widzenia kamery, zarejestrować termogram.
 - d) Umieścić pojemnik z wodą o temperaturze ~ 80°C w polu widzenia kamery, zarejestrować termogram.
 - e) Określić wpływ poprzez pomiar uśrednionej temperatury w wybranym obszarze płyty grzejnej. Jaki rozmiar obszaru wybrać?
7. Ocena rozdzielczości geometrycznej kamery.
 - a) Ustawić kamerę w osi ciała technicznego P80P. Odległość ~ 30 cm.
 - b) Pomiędzy kamerę a ciało techniczne umieścić płytę z wyciętym klinem (10 x 2 cm), tak aby kamera obserwowała wnękę przez klin.

- c) Zarejestrować termogram.
 - d) Zaznaczyć profile liniowe rozmieszczone równomiernie wzdłuż klinu.
 - e) Wybrać profil dla którego temperatura jest niezmienna, a szerokość podstawy jest najmniejsza. Ocenić rozdzielczość geometryczną.
8. Ocena rozdzielczości temperaturowej.
- a) Ustawić kamerę w osi ciała technicznego P80P. Odległość ~ 1 m.
 - b) Ustawić minimalną ostrość widzenia.
 - c) Zarejestrować serię 10 termogramów.
 - d) Dla zarejestrowanych termogramów wybrać obszary odpowiadające środkowej części wnęki ciała technicznego. Rozmiar obszaru: 4 x 4, 8 x 8, 16 x 16 pikseli.
 - e) Obliczyć odchylenie standardowe oraz niepewność rozszerzoną.
9. Badanie współczynnika emisyjności.
- a) Przytwierdzić do płyty grzejnej wskazane przez prowadzącego płytki.
 - b) Wyznaczyć współczynnik emisyjności płyty grzejnej, dla temperatury płyty 50°C. W tym celu dokonać pomiaru temperatury w wybranym obszarze płyty, korzystając z pirometru Fluke 574. Dobrać nastawę emisyjności tak, aby wskazania pirometru i podłączonego do niego termometru stykowego pokryły się.
 - c) W kamerze TP8 ustawić współczynnik emisyjności dla płyty, na wyznaczony wcześniej. Kamerę ustawić na statywie i zarejestrować termogram z odległości ok. 60 cm (ustawić taką odległość w parametrach obiektu w kamerze) tego samego obszaru co wcześniej pirometrem.
 - d) Wybrać dwa dowolne kąty ustawienia względem płyty grzejnej. Zarejestrować termogramy.
10. Zamocować kamerę termowizyjną na statywie na stanowisku termowizji aktywnej.
- a) Uruchomić oprogramowanie ThermoAcquire.
 - b) Wybrać metodę impulsową.
 - c) Wykonać eksperymenty dla różnych odległości kamera-płyta, tj. 20, 30, 40 cm. Zarejestrować każdorazowo termogramy. Wybrać optymalną odległość sugerując się jakością wykrytego defektu obserwowanego na termogramie.
 - d) Dla optymalnej odległości kamera-płyta przeprowadzić eksperymenty ze zmianą czasu trwania impulsu, tj. 1, 2, 5 min oraz czas rejestracji termogramów, liczony od momentu wyłączenia źródła optycznego, tj. 1, 2, 5 min. Zarejestrować termogramy. Przeanalizować wyniki.
 - e) Wybrać metodę synchroniczną.
 - f) Powtórzyć pomiary c-d. Porównać rezultaty dla metod.

5.6. Zawartość sprawozdania

Sprawozdanie powinno zawierać opis przebiegu ćwiczenia, ze względu na możliwe różne scenariusze jego prowadzenia. Realizowane zadania powinny zostać opatrzone reprezentatywnymi termogramami, wynikami numerycznymi, jeżeli takie są wskazane w opisie ćwiczenia. Sprawozdanie powinno również zawierać opis obserwacji, wniosków i ich odniesienie do podstaw teoretycznych w zakresie pomiarów termowizyjnych.

Tomasz GRYCHOWSKI

6. CZUJNIKI CIŚNIENIA

6.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z problematyką pomiaru, budową i właściwościami czujników ciśnienia oraz praktyczne przebadanie wybranych modeli nowoczesnych czujników ciśnienia.

6.2. Pytania kontrolne

1. Opisać zastosowania czujników ciśnienia.
2. Podać rodzaje czujników ciśnienia.
3. Czym różni się budowa czujników: nadciśnienia, ciśnienia bezwzględnego i różnicy ciśnień.
4. Jakie parametry charakteryzują właściwości metrologiczne czujników ciśnienia.
5. Wymienić jednostki pomiaru ciśnienia używane w miernictwie, jakie są między nimi zależności?

6.3. Opis ćwiczenia

Na stanowisku (tj. w komorze klimatycznej) znajdują się dwa zintegrowane czujniki ciśnienia:

- MPX5010DP firmy NXP,
- 26PCAFA6G firmy Honeywell.

Czujniki te różnią się swoimi parametrami i sposobem ich wykonania. Oprócz nich został opracowany system zasilania elektrycznego i pneumatycznego czujników. Stanowisko laboratoryjne składa się z czterech głównych części:

- komory klimatycznej marki Feutrona,
- zadajnika ciśnienia Druck DPI 510,
- instalacji pneumatycznej,
- płytki z czujnikami i układem zasilania.

Komora klimatyczna Feutrona pozwala na wytworzenie zadanego klimatu, tj. temperatury od -75°C do $+180^{\circ}\text{C}$ oraz wilgoci od 10% do 98%RH. Jeśli umieścimy czujniki w komorze, możemy badać wpływ temperatury na ich działanie. Aby włączyć komorę, należy przekręcić główny włącznik zasilania w pozycję „1”. Następnie nacisnąć przycisk włączenia na głównym panelu sterującym komory.

Urządzenie pozwala na zmianę temperatury na dwa sposoby, albo przez regulację grzania w zakresie 0 – 100%, albo przez zadanie konkretnej temperatury w $^{\circ}\text{C}$ na panelu regulatora temperatury. W celu zadania temperatury należy wcisnąć najbardziej wysunięty w prawo przycisk na regulatorze temperatury, następnie wybrać żadaną temperaturę i zatwierdzić wybór oraz nacisnąć przycisk Esc.

Za zadawane ciśnienie odpowiada w instalacji kalibrator ciśnienia Druck DPI 510. Jego zasilanie pneumatyczne składa się z kilku elementów: cylindra z gazem - azotem, pompy powietrza, reduktora ciśnienia pomiędzy butlą a kalibratorem.

Gaz z butli (azot) przez reduktor jest podawany na kalibrator (SOURCE) a pompa generuje podciśnienie (VENT). Ciśnienie referencyjne kalibratora jest ciśnieniem panującym w sali laboratoryjnej. Aby móc korzystać z urządzenia, należy otworzyć butlę z gazem, następnie włączyć pompę i reduktor ciśnienia przez włączenie bezpiecznika znajdującego się nad pompą. Następnie należy wyzerować ciśnienie w instalacji pneumatycznej dostarczającej ciśnienie do czujników poprzez odkręcenie i późniejsze zakręcenie zaworu odpowietrzającego przy układzie zasilania pneumatycznego czujników. Kolejnym krokiem jest włączenie zasilania kalibratora.

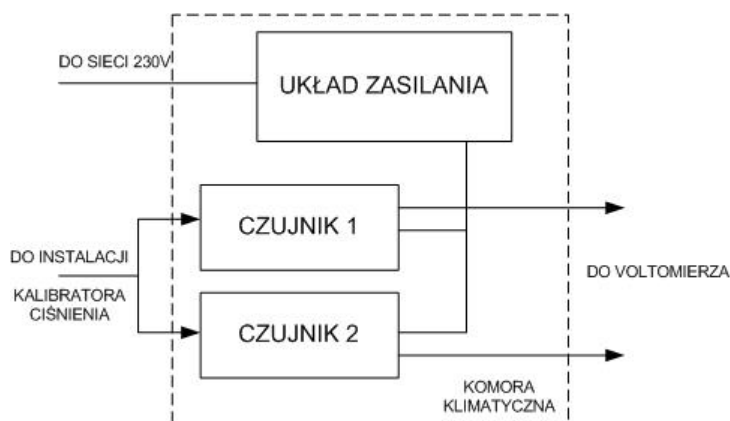
Po wykonaniu tych czynności, można sprawdzić zakres zadawanego ciśnienia na panelu informacyjnym. Jeśli ciśnienie nie jest podawane w wybranym nas zakresie, należy nacisnąć przycisk SCALE i wybrać odpowiednią opcję dzięki przyciskom funkcyjnym F1-F3. Na panelu numerycznym możemy wpisać wartość zadaną ciśnienia, następnie wcisnąć przycisk ENTER i CONTROLLER ON/OFF w celu rozpoczęcia działania.

Badaniu poddawane są dwa czujniki o następujących zakresach mierzonego ciśnienia:

- MPX5010DP produkcji Freescale Semiconductor, (zakres: 0 – 10 kpa, max 40 kpa) [6],

- 26PCAFA6G produkcji Honeywell (zakres: 0 – 1 psi (tj. 7 kpa), max 20 psi (tj. 138 kpa)) [7].

Powyższe czujniki są piezorezystancyjnymi czujnikami ciśnienia różnicowego, różnią się budową oraz parametrami, ale zakres działania czujników jest podobny. Obydwa są zasilane przez ten sam układ. W celu eliminacji tętnień napięcia związanych z działaniem zasilacza do układu zostały dodane stabilizatory. Z płytki uniwersalnej, na której zamontowany jest cały układ wyprowadzone są przewody, dzięki którym możliwe jest badanie zmian napięcia wyjściowego. Schemat blokowy instalacji znajduje się na rysunku 6.1.



Rys. 6.1. Schemat instalacji laboratoryjnej
Fig. 6.1. Diagram of a laboratory installation

Dokumentacja czujników, woltomierza oraz kalibratora są dostępne na stanowisku.

6.4. Zagrożenia na stanowisku

Na stanowisku znajduje się butla z azotem pod ciśnieniem wyposażona w reduktor ciśnieniowy oraz przyrządy zasilane sieciowo (230 V) oraz pneumatycznie.

6.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczenia

Należy przeprowadzić pomiary w temperaturach 60°C, 40°C, 25°C, 10°C, -5°C, -10°C (zadane przez prowadzącego, w ramach możliwości czasowych wykonać badania kilka razy). Dla czujnika **MPX5010DP** oraz **26PCAFA6G** w zakresie: 0-10/max.40 kPa (pomiary przeprowadzić dla rosnących i malejących wartości

ciśnienia) – zadane przez prowadzącego – zobacz dokumentację techniczną). Dla ustalonego ciśnienia (dolna i górna wartość zakresu) należy zmieniać temperaturę i mierzyć zmiany sygnału wyjściowego. Temperaturę trzeba zmieniać w następujący sposób: $T_0 \rightarrow T_{\max} \rightarrow T_0 \rightarrow T_{\min} \rightarrow T_0$. Należy rejestrować napięcie wyjściowe za pomocą woltomierza o znanym błędzie pomiaru na zakresie z największą możliwą rozdzielczością pomiaru.

6.6. Zawartość sprawozdania

Narysować zależność napięcia wyjściowego od zadanego ciśnienia dla czujników (surowe pomiary testowe oraz po korekcie zera). Porównać wyniki badań z danymi zawartymi w kartach katalogowych czujników. Zbadać czy producent zastosował kompensację temperaturową (dokumentacja techniczna, wyniki badań, pomiary).

Dariusz BUCHCZIK

7. POMIARY WILGOTNOŚCI POWIETRZA

7.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie z podstawowymi koncepcjami pomiaru wilgotności powietrza, budową i zasadą działania pojemnościowych czujników wilgotności względnej, konstrukcją i zasadą działania przetworników pojemnościowych z wyjściem częstotliwościowym oraz sposobem kalibracji czujników wilgotności z wykorzystaniem kalibratora wilgotności.

7.2. Pytania kontrolne

1. Wyjaśnić dlaczego w miesiącach zimowych napływ zimnego powietrza z zewnątrz powoduje obniżenie wilgotności względnej wewnątrz ogrzewanych pomieszczeń.
2. Dla zadanej wartości temperatury punktu rosy, np. $T_d=6^\circ\text{C}$ obliczyć wartości wilgotności względnej i bezwzględnej, korzystając ze wzorów (4)-(9). Do obliczenia wartości prężności pary wykorzystać wzór Magnusa lub Sonntaga.
3. Narysować teoretyczny przebieg charakterystyki przetwarzania opisanego przetwornika wilgotności $f_{\text{out}} = f(\varphi)$, przy założeniu charakterystyki czujnika wilgotności HC 1000, $R_A = 5 \text{ k}\Omega$, $R_B = 50 \text{ k}\Omega$.

7.3. Opis ćwiczenia

W trakcie ćwiczenia wyznacza się charakterystykę przetwarzania pojemnościowego przetwornika wilgotności z wyjściem częstotliwościowym oraz zintegrowanego przetwornika wilgotności z wyjściem napięciowym. Badania przeprowadza się

z wykorzystaniem kalibratora wilgotności General Eastern C1. Dodatkowo wykonuje się pomiary wilgotności wewnątrz pomieszczenia z wykorzystaniem badanych przetworników oraz termohigrometru DeltaOhm HD2101.

7.4. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

1. Wyznaczyć charakterystykę przetwarzania pojemnościowego przetwornika wilgotności z wyjściem częstotliwościowym oraz zintegrowanego przetwornika wilgotności z wyjściem napięciowym dla wilgotności: 0%, 20%, 40%, 60%, 80%, 100%, 80%, 60%, 40%, 20%, 0% (przyjąć czas stabilizacji wilgotności kalibratora 5 min).
2. Wyznaczyć odpowiedź skokową badanych przetworników wilgotności oraz termohigrometru HD2101. Skok wymusić przez szybkie wyjęcie przetworników z komory kalibratora i umieszczenie w wilgotności otoczenia. Wartości odpowiedzi mierzyć w odstępach 5 s. Badania przeprowadzić przy możliwie największym skokowym wzroście i spadku wilgotności.
3. Korzystając z termohigrometru HD2101 zmierzyć wartości temperatury, wilgotności względnej i bezwzględnej oraz temperatury punktu rosy wewnątrz pomieszczenia i na zewnątrz budynku.

7.5. Zawartość sprawozdania

1. Narysować charakterystyki badanych przetworników i ich aproksymacje liniowe oraz przebiegi błędów aproksymacji. Wyznaczyć czułość, błąd liniowości i histerezy. Powtórzyć obliczenia i wykresy po usunięciu punktów pomiarowych 0% i 100%. Skomentować wyniki.
2. Narysować odpowiedzi badanych przetworników. Wyznaczyć stałą czasową. Porównać wyniki uzyskane dla skokowego wzrostu i spadku wilgotności.
3. Na podstawie wyników kalibracji przetworników wyznaczyć wartość wilgotności względnej wewnątrz pomieszczenia i kolejno obliczyć wartość wilgotności bezwzględnej oraz temperatury punktu rosy. Uzyskane wyniki porównać ze wskazaniami termohigrometru HD2101. Skomentować wyniki.
4. Porównać wyniki pomiarów za pomocą termohigrometru HD2101 wewnątrz i na zewnątrz budynku. Obliczyć wartość wilgotności względnej po ogrzaniu powietrza znajdującego się na zewnątrz budynku do temperatury panującej wewnątrz budynku.

5. Zaprojektować przetwornik wilgotności z czujnikiem HC 1000 i wyjściem częstotliwościowym. Przyjąć czułość czujnika $-100 \text{ Hz}/\% \text{ RH}$. Narysować schemat i podać wartości elementów.

Karol JABŁOŃSKI

8. POMIARY STRUMIENIA MASY I OBJĘTOŚCI GAZÓW

8.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie zwężkowej metody pomiaru strumienia masy i strumienia objętości gazu oraz jej technicznej realizacji z zastosowaniem kryzy znormalizowanej.

8.2. Pytania kontrolne

1. Przedstawić zasadę działania przepływomierza zwężkowego.
2. Wymienić rodzaje zwężek i ich podstawowe cechy.
3. Podać definicję i wielkości wpływające na współczynnik przepływu.
4. Podać definicję i wielkości wpływające na liczbę ekspansji.
5. Wyjaśnić, dlaczego zwężkę pomiarową powinien poprzedzać i następować po niej prostoliniowy odcinek rurociągu.
6. Przedstawić zasadę obliczania wyników pomiaru strumienia objętości i strumienia masy.
7. W jaki sposób chropowatość rurociągu, nieostrość krawędzi wlotowej kryzy i wilgotność powietrza wpływają na wynik pomiaru?

8.3. Opis stanowiska

Ćwiczenie polega na zbadaniu i porównaniu działania dwóch przepływomierzy gazu: zwężkowego oraz wirowego. Do tego celu wykorzystuje się stanowisko z rurociągiem, którego schemat znajduje się na rysunku 8.1. Parametry zwężki zamontowanej na stanowisku prezentuje tabela 1.

Pomiary odbywają się przy pomocy przepływomierza wirowego ABB Vortex Flowmeter FV4000 oraz różnicowego przetwornika ciśnienia Endress+Hauser Deltabar FMD78.

8.4. Zagrożenia na stanowisku

Dostępne na stanowisku urządzenia zasilane są prądem elektrycznym o napięciu 230 V.

Tabela 1

Parametry zwężki zamontowanej na stanowisku laboratoryjnym

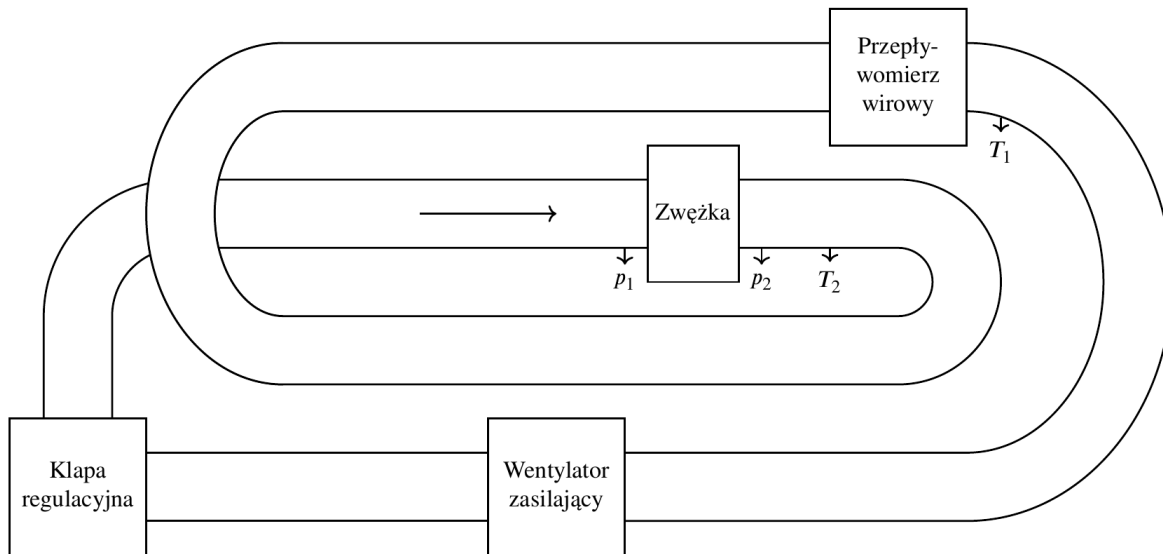
Średnica otworu zwężki	$d = 72 \text{ mm}$
Średnica wewnętrzna przewodu	$D = 100 \text{ mm}$
Całkowita długość kryzy	$E = 5 \text{ mm}$
Długość części cylindrycznej otworu	$e = 2 \text{ mm}$
Kąt nachylenia ścięcia	$\alpha = 38^\circ$
Krawędź wlotowa	ostra

8.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

1. Uruchomić wentylator zasilający instalację.
2. Ustawić klapę regulacyjną w jednej ze skrajnych pozycji.
3. Wykonać pomiar ciśnienia atmosferycznego.
4. Wykonać zestaw pomiarów składający się z: pomiaru ciśnienia różnicowego na zwężce, ciśnienia bezwzględnego w rurociągu, pomiaru wilgotności względnej,

temperatury w rurociągu, przepływu przepływomierzem wirowym. Pomiarzy powtórzyć 10-krotnie.

5. Na klapie regulacyjnej wybrać 3 równo oddalone punkty. W każdym z nich wykonać 3-krotnie pełen zestaw pomiarów.
6. Wykonać 10-krotnie zestaw pomiarów dla drugiego skrajnego położenia klapki.
7. Wrócić do pozycji początkowej klapki i wykonać 3 pomiary.



Rys. 8.1. Stanowisko laboratoryjne
Fig. 8.1. Laboratory station

8.6. Zawartość sprawozdania

1. Porównanie parametrów kryzy i rurociągu z parametrami podanymi w normie.
2. Obliczenia przepływu masowego oraz przepływu objętościowego zmierzone przy pomocy zwężki. Niepewności pomiarów.
3. Porównanie wyników pomiarów dokonanych z użyciem zwężki oraz przepływomierza wirowego.
4. Analiza wpływu temperatury na wyniki pomiarów.
5. Wykonany na papierze milimetrowym rysunek techniczny rzutu oraz przekroju kryzy. Pamiętać o zastosowaniu pisma technicznego oraz niezbędnych oznaczeń rysunku.

Alicja WIORA, Stanisław WALUŚ

9. POMIARY PRZEPIYWU CIECZY W RUROCIĄGACH

9.1. Cel ćwiczienia

Celem ćwiczienia jest poznanie metody wzorcowania przepływomierzy wody różnych typów metodą bezpośrednią (mokrą).

9.2. Pytania kontrolne

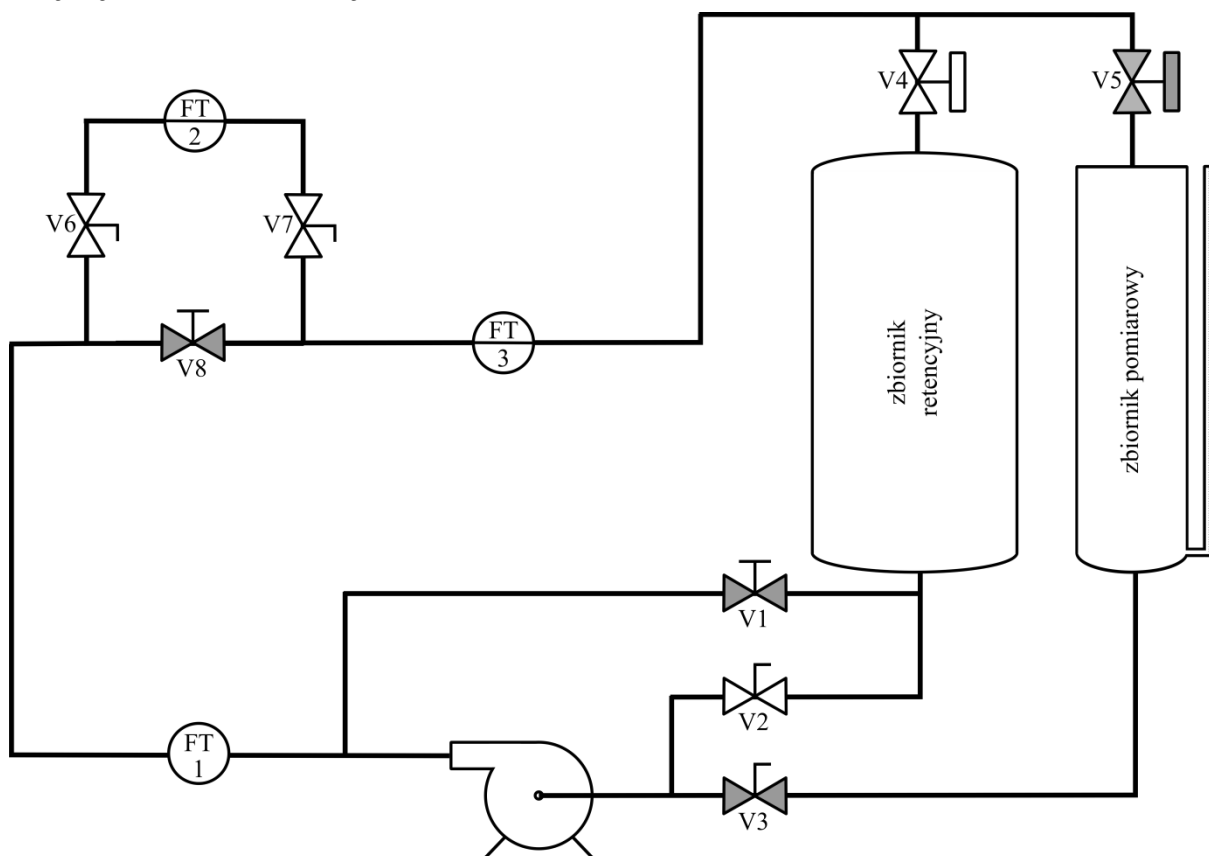
1. Jakie typy przepływomierzy stosuje się do pomiaru przepływu? Na jakich zjawiskach bazują?
2. Jak definiowany jest strumień masy i strumień objętości?
3. Jaka jest zasada działania przepływomierza elektromagnetycznego, turbinowego, ultradźwiękowego i rotametr?
4. Co może wpływać na niewłaściwy pomiar strumienia objętości?
5. Jakie są wymagania i procedury poprawnego wzorcowania przepływomierzy?

9.3. Opis stanowiska

Na rysunku 9.1 przedstawiono schemat instalacji do wzorcowania przepływomierzy metodą bezpośrednią. Na stanowisku pomiarowym znajduje się pompa o wydajności zapewniającej pewien maksymalny przepływ objętościowy w rurociągu. Zawór V1 regulujący przepływ zapewnia ograniczenie przepływu do wartości minimalnych. Instalacja wyposażona jest w dwa zbiorniki: retencyjny, w którym magazynowana jest woda, oraz pomiarowy z rurką wskazującą poziom wody h w zbiorniku. Wzór na objętość wody w zbiorniku V , dm^3 , przedstawia równanie:

$$V = 0,2069 \cdot (h_2 - h_1) \quad (9.1)$$

Strumień objętości jest ilorazem wyznaczonej objętości V i czasu napełniania zbiornika od poziomu h_1 do h_2 . Umieszczone nad zbiornikami elektrozawory V4 i V5 odpowiadają za kierowanie wypływającej wody do zbiornika retencyjnego lub pomiarowego. Sterowanie elektrozaworami oraz pompą znajduje się przy stoliku operatora. Operator zobowiązany jest do zaopatrzenia się w stoper, za pomocą którego będzie mierzony czas nalewania wody do zbiornika pomiarowego. Wzorcowaniu podlegają przepływomierze znajdujące się w instalacji:



Rys. 9.1. Stanowisko do wzorcowania przepływomierzy metodą moką

Fig. 9.1. Stand for calibration of flowmeters using the wet method

Na schemacie zaznaczono najistotniejsze elementy; V1-V8 – zawory, FT1 – przepływomierz Promag 30F, FT2 – przepływomierz Bestobel, FT3 – przepływomierz MPP 02

1. FT1 – Przepływomierz elektromagnetyczny Promag 30F firmy Endress-Hauser: klasa 0,5; zakres $20 \text{ m}^3/\text{h}$,
2. FT2 – Przepływomierz turbinowy firmy Bestobel: klasa 1; zakres sygnału wyjściowego z urządzenia wtórno $0-400 \text{ Hz}$,
3. FT3 – Przepływomierz elektromagnetyczny MPP 02 firmy ENKO, Gliwice: klasa 1; zakres $60 \text{ m}^3/\text{h}$.

9.4. Zagrożenia na stanowisku

Podstawowym zagrożeniem występującym na stanowisku jest prąd zasilający pompę, elektrozawory, przepływomierze oraz sterowniki. Dostępne na stanowisku urządzenia zasilane są prądem elektrycznym o napięciu 230 V.

W trakcie wykonywania pomiarów możliwe jest przelanie wody przez górną krawędź zbiornika pomiarowego. W takim przypadku należy natychmiast wyłączyć pompę, omijać rozlaną wodę i zgłosić awarię prowadzącemu.

Należy zwrócić szczególną uwagę na ustawienie zaworów V1, V2 i V3, gdyż odcięcie pompy w trakcie pracy od zbiornika z wodą może spowodować jej trwałe uszkodzenie.

9.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

1. Poszczególne osoby w sekcji dzielą się funkcjami: sterowanie pompą i elektrozaworami wraz z pomiarem czasu, sterowanie zaworami V1, V2 i V3 wraz z kontrolą poziomu wody w zbiorniku pomiarowym, notowanie wskazań chwilowych przepływów na przepływomierzach, notowanie wartości poziomów początkowego i końcowego w zbiorniku oraz czasu pomiaru.
2. Osoba odpowiedzialna za zawory zapoznaje się z instalacją.
3. Przed pierwszym pomiarem zawór regulujący V1 powinien być zamknięty, zawór doprowadzający wodę ze zbiornika retencyjnego V2 otwarty, zawór ze zbiornika pomiarowego V3 zamknięty. Odczytać poziom początkowy wody w zbiorniku pomiarowym.
4. Uruchomić pompę, poczekać aż przepływ się ustabilizuje, przełączyć elektrozawory jednocześnie uruchamiając stoper. Po 10 sekundach należy rozpocząć notowanie chwilowych wskazań wartości przepływów na przepływomierzach. Pomiary należy wykonać możliwie dużą ilość razy. Po około 1 minucie jednocześnie wyłączyć pompę i zatrzymać stoper.
5. Zanotować czas pomiaru i poziom końcowy wody w zbiorniku pomiarowym.
6. Wypompować wodę zmieniając ustawienia zaworów V2 i V3 oraz uruchamiając pompę. Gdy poziom osiągnie wartość początkową, wyłączyć pompę, zmienić ustawienia zaworów V2 i V3 na początkowe wartości.

7. Przygotować następny pomiar analogicznie do punktu 3. Włączyć pompę, na panelu falownika sterującego pompą, obniżyć prędkość przepływu do wartości zadanej przez prowadzącego.
8. Pomiary należy wykonać analogicznie do punktu 4. Pomiar należy zatrzymać po ok. 2 min. Zanotować wartości poziomu i czasu. Wykonać punkt 6.
9. Na podstawie wartości przepływów z poprzednich punktów oszacować wartości przepływów dla kolejnych trzech punktów pomiarowych tak, by były równomiernie rozłożone pomiędzy skrajnymi punktami pomiarowymi. Przy włączonej pompie ustawić pierwszy z nich regulując przepływ falownikiem i obserwując wskazania na przepływomierzach.
10. Pomiary wykonywać według przedstawionej procedury dla wszystkich trzech punktów pośrednich dobierając odpowiednio czas pomiaru do wartości przepływu.

9.6. Zawartość sprawozdania

W sprawozdaniu należy umieścić na wykresie krzywe kalibracyjne badanych przepływomierzy bazując na rysunku 9.2a – Część I. Na osi OX umieścić wartość przepływu wzorcowego obliczonego na podstawie równań (9.1) – Część I i (9.1) – Część II. Na osi OY należy umieścić średnią ze wskazań chwilowych przepływomierzy. Dla każdego punktu pomiarowego należy obliczyć wartość odchylenia standardowego z serii pomiarowej i umieścić je na wykresie w postaci słupków. Dodatkowo konieczne jest umieszczenie krzywej wzorcowej podanej przez producenta przepływomierza i błąd dopuszczalny obliczony na podstawie danych producenta. Wykresy należy sporządzić niezależnie dla każdego z przepływomierzy.

Bazując na uzyskanych wynikach sporządzić wykres błęd analogicznie do rysunku 9.2b – Część I. dla każdego przepływomierza z osobna. Na wykresach nanieść w postaci słupków wartości odchylenia standardowych dla każdego punktu pomiarowego.

Przeprowadzić dyskusję wyników i sformułować wnioski.

Józef WIORA

10. POZIOMOMIERZE

10.1. Cel ćwiczenia

Celem niniejszego ćwiczenia jest poznanie sposobu konfigurowania inteligentnych przetworników pomiarowych na przykładzie poziomomierzy, jak również poznanie sposobów pomiaru poziomu cieczy.

10.2. Pytania kontrolne

Przed przystąpieniem do wykonywania ćwiczeń Student powinien udzielić prawidłowych odpowiedzi na następujące pytania:

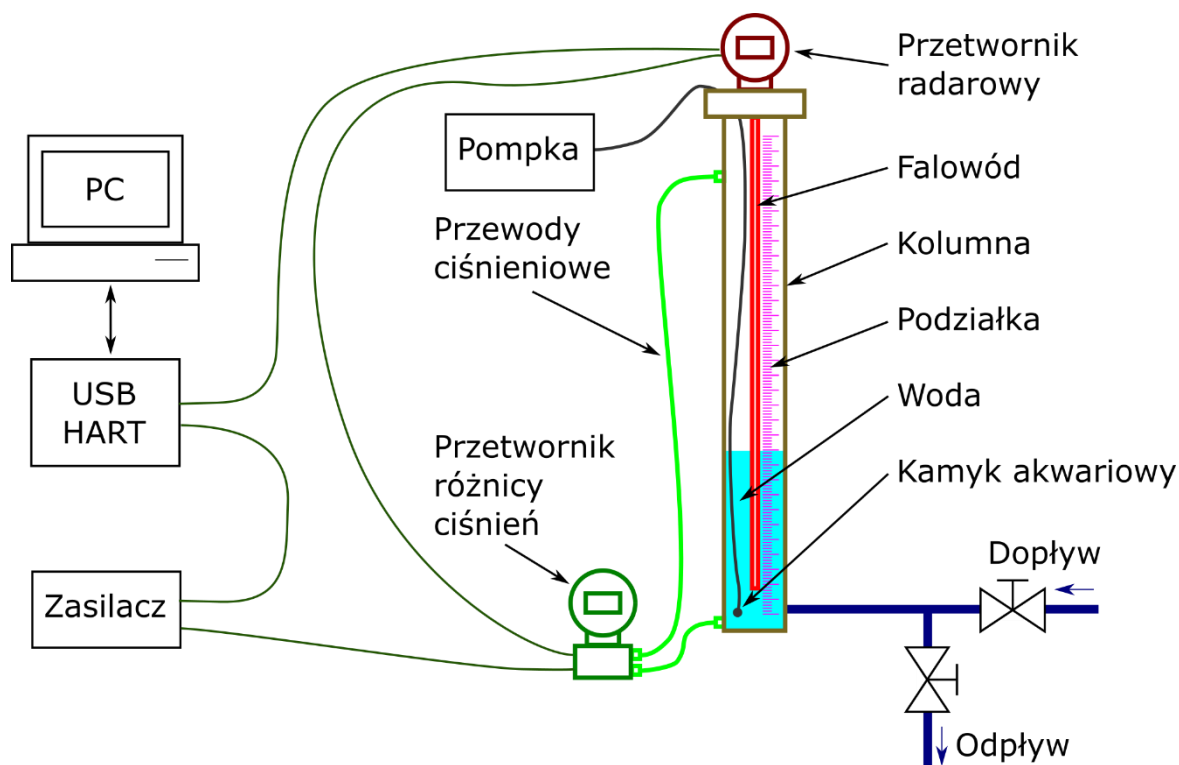
1. W jakim celu dokonuje się pomiaru poziomu w zastosowaniach przemysłowych?
2. Kiedy przetwornik poziomu musi dostarczać informacji o wartości poziomu, a kiedy możliwe jest zastosowanie sygnalizatora?
3. Dlaczego producenci oferują przetworniki pomiaru poziomu wykorzystujące różne techniki pomiarowe?
4. W jaki sposób użytkownik może skonfigurować przetwornik pomiarowy?

10.3. Opis ćwiczenia

Na stanowisku pomiarowym znajdują się zestaw jak na rysunku 10.1, w którego skład wchodzi:

- poziomomierz radarowy Endress+Hauser FMP40-AKK2GRJB21AA;
- poziomomierz różnicy ciśnień Endress+Hauser FMD78-AAA7F11TC1AU;
- modem HART/USB ICPDAS i-7567;
- zasilacz HART;

- komputer PC z oprogramowaniem ToF Tool;
- dedykowana instalacja hydrauliczna;
- pompka akwariowa z wężykiem i kamykiem.



Rys. 10.1. Budowa stanowiska do pomiaru poziomu
Fig. 10.1. Construction of set-up for level measurement

Przed przystąpieniem do ćwiczeń Student powinien znać zasadę działania wymienionych poziomomierzy oraz samodzielnie pobrać ich dokumentację z Internetu.

10.4. Zagrożenia na stanowisku

Możliwość wylania wody – podczas napełniania wodą kolumny może dojść do przelania się wody przez górny otwór i zalania laboratorium, jak również przedostania się wody do urządzeń elektrycznych – należy obserwować poziom wody podczas napełniania.

Możliwość porażenia prądem – urządzenia są zasilane z sieci elektrycznej – należy zwrócić uwagę, czy kable i urządzenia elektryczne nie są uszkodzone. W przypadku zauważonych nieprawidłowości nie należy ich dotykać. Należy również poinformować o tym fakcie prowadzącego zajęcia.

10.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

1. Zapoznać się z dokumentacjami technicznymi przetworników.
2. Określić znaczenie kodów będących typem przetworników pomiarowych dostępnych na stanowisku na podstawie informacji zawartych w dokumentacjach technicznych.
3. Sprawdzić, czy przetworniki są właściwie zasilone i podłączone do komputera poprzez modem HART.
4. O ile zezwoli prowadzący zajęcia zmienić wyświetlane funkcje przetworników za pomocą klawiszy. Porównać z opisem menu dostępnym w dokumentacji. Zastanowić się, co może być powodem wolnego odświeżania wyświetlacza.
5. Uruchomić program ToF-Tool, wybrać rodzaj magistrali: HART, włączyć skanowanie, a po odnalezieniu urządzeń połączyć się z nimi.
6. Przejrzyć dostępne w programie funkcje.
7. Wybrać, który przetwornik będzie badany w pierwszej kolejności.
8. Włączyć (pod nadzorem prowadzącego) ustawienia fabryczne wybranego przetwornika.
9. Skonfigurować przetwornik do pomiaru poziomu cieczy.
10. Skalibrować przetwornik.
11. Wykonać pomiary kontrolne. Porównać wskazania przetwornika z podziałką na kolumnie.
12. Dla ustalonego poziomu wody włączyć napowietrzanie. Zaobserwować, jak zmienia się poziom wskazany przez przetwornik i odczytany z podziałki na kolumnie.
13. Powtórzyć czynności dla drugiego przetwornika.
14. Wypuścić wodę z kolumny, wyłączyć komputer oraz zasilanie przetworników.

10.6. Zawartość sprawozdania

W sprawozdaniu należy zawrzeć opis wszystkich przeprowadzonych czynności. Należy napisać, czy udało się poprawnie wykonać kolejne zadania. W razie niepowodzenia podać powód porażki. Ocena końcowa uwzględniać będzie liczbę wykonanych zadań oraz ich opis w sprawozdaniu.

Alicja WIORA

11. POMIARY POTENCJOMETRYCZNE STĘŻENIA JONÓW

11.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie jednej z elektrochemicznych metod pomiaru stężenia jonów w roztworach wodnych oraz wpływu zakłóceń na wynik pomiaru metodą potencjometryczną.

11.2. Pytania kontrolne

1. Co to jest potencjometria?
2. Jak zbudowany jest układ pomiarowy?
3. Jakimi równaniami można opisać charakterystykę elektrody?
4. Jak definiuje się pH?
5. Jakie parametry elektrody wyznaczone są w procesie kalibracji?
6. Jak i w jaki sposób zakłócenia wpływają na wynik pomiaru stężenia?
7. W jaki sposób można zmniejszać wpływ zakłóceń na pomiar stężenia?

11.3. Opis stanowiska

Na stanowisku znajduje się jonometr np. firmy Orion, do którego podłączona jest zespolona elektroda pH, czujnik temperatury oraz mieszadełko. Dane techniczne jonometru i elektrody znajdują się w pobliżu aparatury. Elektroda, termometr i mieszadło zanurzone są w zlewce z wodą. Dodatkowo na stanowisku znajduje się mieszadło z grzałką, zestaw roztworów buforowych w butelkach, komplet zlewek,

opisane butelki z kwasem i zasadą, papierki lakmusowe oraz zbiornik z wodą destylowaną.

11.4. Zagrożenia na stanowisku

Podczas zajęć studenci pracują w fartuchach ochronnych. Studenci mają kontakt z odczynnikami chemicznymi, dlatego w laboratorium obowiązuje bezwzględny zakaz spożywania i nieostrożnego posługiwania się odczynnikami. Istnieje zagrożenie oparzenia się grzałką mieszadła elektromagnetycznego. Regulamin laboratorium dostępny jest w sali i na stronie internetowej przedmiotu. Karty charakterystyk substancji chemicznych dostępne są na stanowisku.

11.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

1. Do opisanych zlewek przelać zawartość butelek z roztworami buforowymi.
2. Przeprowadzić kalibrację elektrody pH w dwóch roztworach buforowych według instrukcji zawartej w danych na temat jonometru. Zapisać temperaturę i nachylenie charakterystyki.
3. Mieszając próbki przeprowadzić pomiary pH i SEM wszystkich roztworów buforowych, kwasu, zasady i wody kranowej pamiętając o płukaniu zestawu czujników w wodzie destylowanej po każdym pomiarze. Wyniki zanotować w protokole. pH kwasu i zasady zmierzyć papierkiem lakmusowym. Spisać dane z butelek z kwasem i zasadą.
4. Zlewkę z wybranym roztworem buforowym ustawić na płycie mieszadła z grzałką, włożyć do zlewki elektrodę pH oraz czujnik temperatury i mieszając ogrzewać roztwór do temperatury 50°C. Wartość temperatury, pH i SEM należy notować co 1°C. Pomiary należy powtórzyć dla dwóch innych roztworów buforowych.
5. Wyłączyć mieszanie buforów. Umieścić elektrodę w buforze kwaśnym lub zasadowym, po ustaleniu się potencjału spisać jego wartość. Przełożyć elektrodę do bufora o pH = 7 i rozpocząć notowanie wskazań co kilka sekund aż do momentu ustalenia się potencjału. Pomiar wykonać ponownie przekładając z powrotem elektrodę z bufora obojętnego do kwaśnego lub zasadowego. Badanie powtórzyć przy włączonym mieszadle. Badania wykonywać na buforach o temperaturze pokojowej.

6. Po zakończonej pracy należy uporządkować stanowisko. **Roztwory buforowe wlać do odpowiednich butelek, zużyty kwas i zasadę wlać do zbiornika na odpady chemiczne.** Elektrode pozostawić zanurzoną w wodzie.

11.6. Zawartość sprawozdania

1. Na podstawie danych pomiarowych z punktu 2 i 3 narysować charakterystykę elektrody pH: $E = f(\text{pH})$. Porównać ją z charakterystyką narysowaną zgodnie z równaniem Nernsta. Na wykresie umieścić dodatkowo wyniki pomiarów dla kwasu, zasady i wody kranowej.
2. Porównać wyniki pomiaru pH kwasu i zasady z wynikami uzyskanymi papierkami lakmusowymi oraz z wartościami stężeń umieszczonymi na butelkach.
3. Na podstawie danych pomiarowych z punktu 4 narysować trzy charakterystyki elektrody pH: $E = f(T)$. Wybrać trzy lub więcej wartości temperatur i narysować wykresy $E = f(\text{pH})$ dla tych temperatur. Wyznaczyć punkt izopotencjalny.
4. Na podstawie danych z punktu 5 obliczyć t_{90} dla każdego pomiaru i porównać wyniki.
5. Przeprowadzić dyskusję na temat źródeł błędów i ich wpływu na wynik pomiaru.

Józef WIORA

12. KONDUKTOMETRIA I AMPEROMETRIA

12.1. Cel ćwiczenia

Proponowane ćwiczenie laboratoryjne ma na celu zapoznanie Studenta z jednymi z najtańszych pomiarów analitycznych cieczy – pomiarem konduktometrycznym oraz amperometrycznym.

12.2. Pytania kontrolne

Przed przystąpieniem do wykonywania ćwiczeń Student powinien udzielić prawidłowych odpowiedzi na następujące pytania:

1. W jakim celu najczęściej wykonuje się pomiar konduktometryczny?
2. Jaka jest jednostka przewodności elektrycznej właściwej?
3. Jaką przewodność ma woda destylowana, a jaką woda morska?
4. Jaka jest budowa czujnika konduktometrycznego?
5. Jak wygląda obwód elektryczny do badania konduktywności cieczy?
6. Jak temperatura wpływa na przewodność elektryczną cieczy?
7. Jakie cząstki są odpowiedzialne za przewodnictwo elektryczne w metalach, a jakie w cieczach?
8. Proszę przeliczyć 1 mS/cm na S/m.
9. Co to jest elektroda Clarka?
10. Jaka jest budowa elektrody Clarka?
11. Jakie zjawiska zachodzą podczas pomiaru amperometrycznego?
12. Dlaczego w pomiarze z elektrodą Clarka sygnał mierzony jest zależny jedynie od stężenia tlenu w wodzie?

12.3. Opis stanowiska

Na stanowisku pomiarowym może się znaleźć następujące wyposażenie:

- Szkło laboratoryjne klasy B: zlewki, pipety, kolby miarowe firmy Ilmabor TGI lub Simax.
- Waga laboratoryjna Acculab VI-3mg.
- Sole KCl, NaCl cz.d.a. firmy POCH.
- Konduktometr ABB 4620/500.
- Konduktometr Elmetron CC-315.
- Przyrząd wielofunkcyjny Elmetron CX-401 z czujnikiem temperatury.
- Czujniki konduktometryczne Hydrometr CD-2, CD-21, CF-2, CF-201, CF210. Eurosensor EPS-2; Elmetron ECF-1t, EC210; ABB AC211.
- Czujnik tlenowy Elmetron COG-1.
- Roztwór nasycony Na_2SO_3 do badań amperometrycznych.
- Termometr szklany.
- Mieszadło magnetyczne z funkcją grzania MiniMagMix MNG02E firmy OVAN.
- Filtry do oczyszczania wody Fisher Bioblock Scientific ORC, R3 oraz Thermo DI 425.

Przed przystąpieniem do ćwiczeń Student powinien wiedzieć, do czego służą wymienione elementy oraz samodzielnie pobrać ich dokumentację z Internetu.

12.4. Zagrożenia na stanowisku

Możliwość stłuczenia szkła laboratoryjnego i zranienia odłamkami – należy zachować ostrożność podczas posługiwania się szkłem laboratoryjnym.

Możliwość połknięcia soli lub roztworu soli – zabrania się spożywania jakichkolwiek produktów spożywczych w laboratorium oraz dotykania ustami szkła laboratoryjnego lub rąk, które mogą być zbrudzone substancjami chemicznymi.

Możliwość poparzenia – mieszadło laboratoryjne wyposażone jest w grzejnik – nie wolno dotykać powierzchni płyty grzejnika będącego częścią mieszadła, uważać na podgrzaną zlewkę z wodą, która może być gorąca.

Możliwość pochłapania substancjami chemicznymi – zachować ostrożność podczas prac.

12.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

1. Zapoznać się z dokumentacjami przyrządów pomiarowych znajdujących się na stanowisku. Zwrócić uwagę na sposób zmiany trybów pracy, podzakresów, dokładność deklarowaną przez producenta. Zwrócić uwagę na sposób podawania klasy szkła laboratoryjnego.
2. Przygotować roztwór wzorcowy przewodności. Jeśli tak poleci prowadzący to przygotować również roztwór rozcieńczony. Zanotować dane umożliwiające obliczenie błędu granicznego stężenia otrzymanego wzorca.
3. Zbudować stanowisko pomiarowe wyposażone w konduktometr, czujnik konduktometryczny, termometr, roztwór wzorcowy, mieszało z grzejnikiem, zlewkę.
4. Zaproponować sposób badania wpływu temperatury na przewodność.
5. Wykonać serię pomiarową umożliwiającą wyznaczenie współczynnika temperaturowego zmian przewodności elektrycznej. Zwrócić uwagę na wartość stałej naczynka konduktometrycznego wprowadzoną do konduktometru oraz na właściwy dobór zakresu pomiarowego.
6. Porównać wskazania odczytane na różnych zakresach pomiarowych. Gdy jest dostępnych kilka czujników lub kilka konduktometrów, porównać wskazania otrzymane w tym samym roztworze.
7. Gdy prowadzący poleci przygotowanie roztworów rozcieńczonych, wykonać serię pomiarów tym samym przyrządem i tą samą elektrodą w roztworach o różnych stężeniach. Wyznaczyć kształt charakterystyki i porównać z kształtem znanym z literatury.
8. Zmierzyć przewodność wody z kranu. Zwrócić uwagę na jej temperaturę. Porównać otrzymany wynik z charakterystyką przewodności różnych cieczy.
9. Wykonać kalibrację miernika z elektrodą amperometryczną Clarka w powietrzu (100% O₂) oraz roztworze wzorcowym Na₂SO₃ (0% O₂).
10. Wykonać pomiar stężenia tlenu rozpuszczonego w zlewce z wodą kranową.
11. Wyszukać w Internecie producentów konduktometrów, elektrod konduktometrycznych i analizatorów tlenu rozpuszczonego. Zanotować najczęściej występujące parametry tych przyrządów podawane w dokumentacjach.

12.6. Zawartość sprawozdania

Sprawozdanie powinno zawierać opis wszystkich wykonanych zadań, w szczególności: użyte materiały, kolejność wykonywanych czynności, zestawienia zebranych danych pomiarowych. Na podstawie tych danych należy podać wartości wszystkich współczynników, które są możliwe do wyznaczenia, wraz z zależnościami użytymi do obliczeń. Należy się ustosunkować do otrzymanych wartości – czy są zgodne z oczekiwaniem, a jeśli nie, to podać możliwe przyczyny niezgodności.

Witold ILEWICZ

13. CHROMATOGRAF GAZOWY

13.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie zagadnień związanych z chromatografią gazową, w tym budowy i sposobu użytkowania chromatografu gazowego, interpretacji podstawowych elementów sygnału chromatograficznego oraz sposobu przeprowadzania analizy ilościowej i jakościowej badanej mieszaniny.

13.2. Opis ćwiczenia

Ćwiczenie odbywa się na stanowisku chromatografu gazowego z kolumną kapilarną dedykowaną do rozdzielania węglowodorów. Chromatograf połączony jest z komputerem PC z oprogramowaniem wizualizującym i analizującym uzyskane chromatogramy (włącznie z wyznaczaniem parametrów retencyjnych pików). Podczas ćwiczenia sekcja ćwicząca zapoznaje się z aparaturą i sposobem jej obsługi oraz wykonuje szereg analiz chromatograficznych w celu realizacji zdań ćwiczeniowych. Analizowane próbki nastrzykuje się za pomocą strzykawki o objętości 1µl. Wyniki w postaci plików z danymi zarejestrowanych chromatogramów należy skopiować na pamięć przenośną i wykorzystać do wykonania sprawozdania. Badana mieszanina jest skomponowana z alkoholi i zawiera:

1. Metanol
2. Etanol
3. Izopropanol
4. Propanol
5. Butanol
6. Pentanol

Mieszanina jest przygotowywana przez prowadzącego.

13.3. Zagrożenia na stanowisku

Na stanowisku podczas ćwiczenia dostępne są w niewielkich ilościach substancje trujące (metanol) oraz występują butle z gazami palnymi. W związku z tym należy szczególnie przestrzegać przepisów BHP przedstawionych przez prowadzącego ćwiczenie.

13.4. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

1. Zapoznanie się z zestawem chromatografu gazowego na stanowisku oraz przeprowadzenie wstępnej analizy mieszaniny wykonanej przez prowadzącego ćwiczenie.
2. Badanie powtarzalności uzyskiwanych wyników.
Dla warunków pracy chromatografu określonych przez prowadzącego przeprowadzić 5 kolejnych analiz badanej mieszaniny. Dla każdej wyznaczyć podstawowe parametry pików (powierzchnia, % powierzchni całkowitej dla każdego pików, czas retencji, wysokość, szerokość w połowie wysokości) oraz wartości średnie i odchylenia standardowe. Oszacować niepewność typu A otrzymanych wyników.
3. Zbadać wpływ temperatury pracy kolumny chromatograficznej na parametry retencji pików podane przez prowadzącego. Badanie przeprowadzić nastawiając temperatury termostatu kolumny w zakresie od 40°C do 100°C z krokiem 10°C. Wyznaczyć zależności parametrów retencji od temperatury. Zależności zilustrować wykresami.
4. Dokonać pojedynczej analizy mieszaniny alkoholi. Zidentyfikować piki na chromatogramie. Wyznaczyć powierzchnie poszczególnych pików. Na podstawie danych o czułości zastosowanego detektora na składniki mieszaniny skorygować wyznaczone powierzchnie. Dla skorygowanych powierzchni wyznaczyć procentowy skład mieszaniny (masowy lub objętościowy). Na podstawie wyników z zadania 2 oszacować niepewności wyznaczonego składu mieszaniny.

13.5. Zawartość sprawozdania

W sprawozdaniu zamieścić opracowane wyniki zrealizowanych zadań. W razie potrzeby wyniki zilustrować odpowiednimi wykresami. Przedyskutować uzyskane rezultaty.

Witold ILEWICZ

14. PRZETWARZANIE I OPRACOWANIE DANYCH CHROMATOGRAFICZNYCH

14.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z metodami cyfrowego przetwarzania danych chromatograficznych, w tym zastosowania modelowania matematycznego pików do wyznaczania ich parametrów. Ważnym elementem jest zapoznanie się z matematycznymi metodami dokonywania analizy ilościowej w warunkach niecałkowitego rozdzielania składników mieszaniny, co skutkuje występowaniem nierozdzielonych pików na chromatogramie.

14.2. Pytania kontrolne

1. Jak charakteryzuje się zdolność rozdzielczą kolumny chromatograficznej?
2. Jak charakteryzuje się stopień rozdzielania dwóch sąsiednich pików na chromatogramie?
3. Jaki jest wpływ temperatury na rozdział składników analizowanej mieszaniny?
4. Jakie jest znaczenie asymetrii pików chromatograficznych?
5. Wymienić i omówić poszczególne etapy przetwarzania danych chromatograficznych.
6. Omówić podstawowe modele matematyczne pików.
7. W jaki sposób, stosując modelowanie matematyczne, rozdziela się piki odpowiadające składnikom niecałkowicie rozdzielonym w kolumnie chromatograficznej?

14.3. Opis ćwiczenia

Ćwiczenie odbywa się na stanowisku chromatografu gazowego z kolumną kapilarną dedykowaną do rozdzielania węglowodorów. Chromatograf połączony jest z komputerem PC z oprogramowaniem wizualizującym i analizującym uzyskane chromatogramy (włącznie z wyznaczaniem parametrów retencyjnych pików). Podczas ćwiczenia sekcja ćwicząca zapoznaje się z aparaturą i sposobem jej obsługi oraz wykonuje szereg analiz chromatograficznych w celu realizacji zdań ćwiczeniowych. Analizowane próbki nastrzykuje się za pomocą strzykawki o objętości 1µl. Wyniki w postaci plików z danymi zarejestrowanych chromatogramów należy skopiować na pamięć przenośną i wykorzystać do wykonania sprawozdania. Badana mieszanina jest skomponowana z par alkoholi z poniższej listy:

1. Metanol
2. Etanol
3. Izopropanol
4. Propanol
5. Butanol
6. Pentanol

Mieszanina jest przygotowywana przez prowadzącego.

14.4. Zagrożenia na stanowisku

Na stanowisku podczas ćwiczenia dostępne są w niewielkich ilościach substancje trujące (metanol) oraz występują butle z gazami palnymi. W związku z tym należy szczególnie przestrzegać przepisów BHP przedstawionych przez prowadzącego ćwiczenie.

14.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

1. Zapoznanie się z zestawem chromatografu gazowego na stanowisku oraz przeprowadzenie wstępnej analizy mieszaniny wykonanej przez prowadzącego ćwiczenie.

2. Zmieniając temperaturę pracy kolumny chromatograficznej wykonać dla różnych temperatur analizę chromatograficzną mieszaniny dwuskładnikowej. Badanie przeprowadzić nastawiając temperatury termostatu kolumny w zakresie od 40°C z krokiem +20°C. Dla temperatury początkowej na zarejestrowanym chromatogramie piki powinny być rozdzielone. Kolejne analizy, dla zwiększonych temperatur, przeprowadzać aż do uzyskania znacznego nałożenia pików składowych. Wyniki analiz wykonane z zastosowaniem oprogramowania chromatografu oraz zarejestrowane sygnały zapisać na nośniku przenośnym w celu wykonania sprawozdania. Przetwarzania zarejestrowanych danych dokonać w środowisku Matlab lub jego odpowiedniku – środowisku Octave (open source).
3. Dla chromatogramu uzyskanego w najniższej temperaturze wyznaczyć powierzchnie i czasy retencji pików. Powierzchnie poszczególnych pików wyrazić jako ułamek sumy powierzchni wszystkich pików na chromatogramie i dane te traktować jako dane odniesienia. W celu wyznaczenia powierzchni wyznaczyć początki i końce pików chromatograficznych i dokonać całkowania powierzchni dowolną metodą. Wyznaczyć stopień rozdzielenia pików na chromatogramie.
4. Wybrać odpowiedni model matematyczny piku i na jego podstawie sformułować modele matematyczne sygnału chromatograficznego w postaci sumy dwóch pików z linią bazową w postaci wielomianu drugiego stopnia.
5. Sformułowane modele matematyczne wykorzystać do estymacji parametrów pików z zastosowaniem procedury minimalizującej kwadratowy wskaźnik jakości dopasowania modelu do sygnału (np. `nlinfit`). Dopasowanie wykonać na chromatogramach zarejestrowanych w temperaturach wyższych niż 40°C. Na podstawie parametrów modeli odtworzyć piki składowe oraz ich czasy retencji i powierzchnie oraz udział powierzchni poszczególnych pików w całości sygnału pików. Wyznaczyć błędy względne udziału powierzchni poszczególnych pików w sygnale, jako odniesienie przyjmując powierzchnie obliczone chromatogramu wykonanego w temperaturze 40°C. Wyznaczyć stopień rozdzielenia pików na chromatogramach. Wykreślić zależność dokładności wyznaczenia udziału pików w sygnale w funkcji stopnia rozdzielenia. Wyciągnąć wnioski.

14.6. Zawartość sprawozdania

W sprawozdaniu zamieścić opracowane wyniki zrealizowanych zadań. W razie potrzeby wyniki zilustrować odpowiednimi wykresami. Wyniki samodzielnie opracowane porównać z wynikami uzyskanymi za pomocą oprogramowania chromatografu. Przedyskutować uzyskane rezultaty.

Tomasz GRYCHOWSKI

15. CZUJNIKI GAZÓW TOKSYCZNYCH

15.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie budowy i zasad działania nowoczesnych czujników gazów toksycznych i palnych.

15.2. Pytania kontrolne

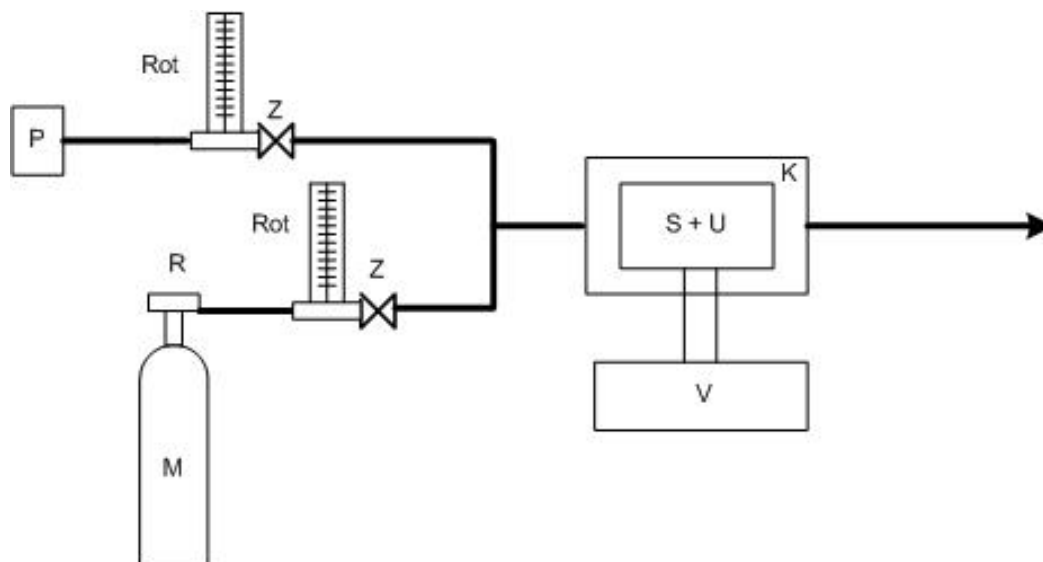
1. Opisać zasadę działania oraz podać wady i zalety wybranego czujnika gazu.
2. Podać granicę stężenia wybranych gazów wybuchowych tworzących mieszaninę wybuchową z powietrzem oraz toksycznych tworzących zagrożenie dla człowieka.
3. W jakich jednostkach wyraża się stężenie gazów?
4. Wymienić parametry charakteryzujące czujniki gazów.

15.3. Opis ćwiczenia

W program ćwiczeń laboratoryjnych wchodzi badanie katalitycznego czujnika gazu (opisane rozdziale 16) oraz badanie czujnika półprzewodnikowego. Na rysunku 15.1 pokazano uproszczony schemat stanowiska badawczego używanego w trakcie ćwiczenia. Na rysunku 15.2 pokazano typowy układ pracy czujnika rezystancyjnego półprzewodnikowego.

15.4. Zagrożenia na stanowisku

Na stanowisku znajdują się cylindry z gazem pod ciśnieniem oraz niebezpieczne substancje. Niedopuszczalne jest uruchamianie stanowiska bez obecności prowadzącego. Przed i po ćwiczeniu sprawdzić reduktory oraz zawory – powinny być w pozycji zamkniętej. Przed włączeniem sprawdzić poprawność podłączenia układu.

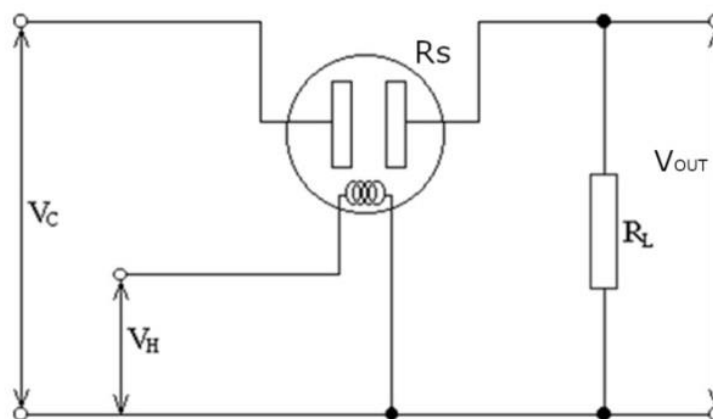


Rys. 15.1. Schemat układu stanowiska laboratoryjnego

Opis oznaczeń: M – mieszanina gazu toksycznego lub palnego z powietrzem, P – pompka elektryczna zasysająca powietrze z otoczenia, R – reduktor butlowy, Z – zawór ręczny w rotametrze, Rot – rotametr, K – komora pomiarowa, S – czujnik w odpowiednim układzie pomiarowym, U – układ zasilający, V – woltomierz (omomierz)

Fig. 15.1. Schematic layout of the laboratory stand

Description of determinations: M – a mixture of toxic or combustible gas with air, P – electric pump sucking in ambient air, R – cylinder regulator, Z – manual valve in the rotameter, Rot – rotameter, K – measuring chamber, S – sensor in the appropriate measuring system, U – power supply system, V – voltmeter (ohmmeter)



Rys. 15.2. Schemat aplikacji czujnika półprzewodnikowego

V_C – napięcie zasilania układu, V_H – napięcia żarzenia (grzałki), R_S – oporność czujnika, $R_S = (V_C / V_{OUT} - 1)R_L$, R_L – rezystancja do pomiaru napięcia wyjściowego z układu

Fig. 15.2. Diagram of semiconductor sensor application

V_C – system supply voltage, V_H – filament voltage (heater), R_S – sensor resistance, $R_S = (V_C / V_{OUT} - 1)R_L$, R_L – resistance for measuring the output voltage from the system

15.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczenia

Uruchomienie czujnika gazu. Po włączeniu zasilania należy odczekać kilka minut (jest to czas nagrzewania czujnika).

1. Dla wybranego badanego gazu o określonej koncentracji wykonać dynamiczne (w czasie) pomiary sygnału wyjściowego zmieniając cyklicznie, przy pomocy zaworu, przepływający przez komorę testową gaz – powietrze/badany gaz. Pomiary wykonać w cyklach kilkuminutowych rejestrując sygnał co 20 sek. (dowolną koncentrację gazu w przepływie można osiągnąć poprzez ustawienie stosunku przepływu gazu oraz powietrza za pomocą rotametrów).
2. Pomiary z punktu 1 powtórzyć dla różnych przepływów gazów przez komorę.
3. Pomiary z punktu 1 powtórzyć dla różnych temperatur grzejnika, zmieniając napięcie zasilające grzejnik czujnika (czujnik półprzewodnikowy).
4. Pomiary z punktu 1 powtórzyć zmieniając napięcie zasilające czujnik (opcjonalne).

Dokumentacje firmowe czujników gazów oraz charakterystyk rotametrów znajdują się na stanowisku.

15.6. Zawartość sprawozdania

Sprawozdanie powinno zawierać wyniki pomiarów oraz ich opracowanie.

1. wyznaczenie niepewności zera i czułości oraz określenie, jakie było stężenie gazu w badanej mieszaninie na podstawie krzywej kalibracyjnej. Otrzymane wyniki porównać z danymi producenta,
2. sprawdzenie czy wartości wyliczone z charakterystyki stężenia gazu pokrywają się ze stężeniami wyznaczonymi na podstawie stosunku przepływów,
3. wykreślenie czasowej zależności sygnału pomiarowego dla badanego gazu – bezwzględnego i względnego (odniesionego do powietrza),
4. przedstawienie na wykresach zależności sygnału pomiarowego dla badanej koncentracji w funkcji przepływu gazu, temperatury grzejnika oraz napięcia zasilania (opcjonalne),
5. wyjaśnienie wpływu tych parametrów na pracę czujnika oraz przeprowadzenie jakościowej analizy dokładności.

Karol JABŁOŃSKI

16. CZUJNIKI GAZÓW PALNYCH

16.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się ze sposobem funkcjonowania czujników gazów palnych, procedurą ich kalibracji oraz wpływem czynników zewnętrznych na ich wskazania.

16.2. Pytania kontrolne

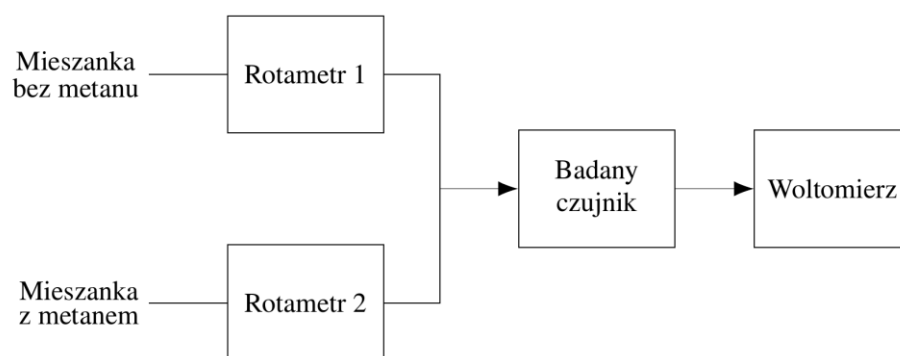
1. Podaj przykłady gazów palnych i miejsca ich występowania w przemyśle.
2. Jakie rodzaje czujników nadają się do wykrywania gazów palnych?
3. W jakich jednostkach można wyrażać stężenie gazów?
4. Omów zasadę działania czujnika katalitycznego.
5. Jak temperatura wpływa na rezystancję metali?
6. Podaj zalety i wady czujnika katalitycznego.
7. Podaj zalety stosowania układu mostkowego w pomiarach.
8. Jakie cechy musi spełniać element referencyjny?

16.3. Opis stanowiska

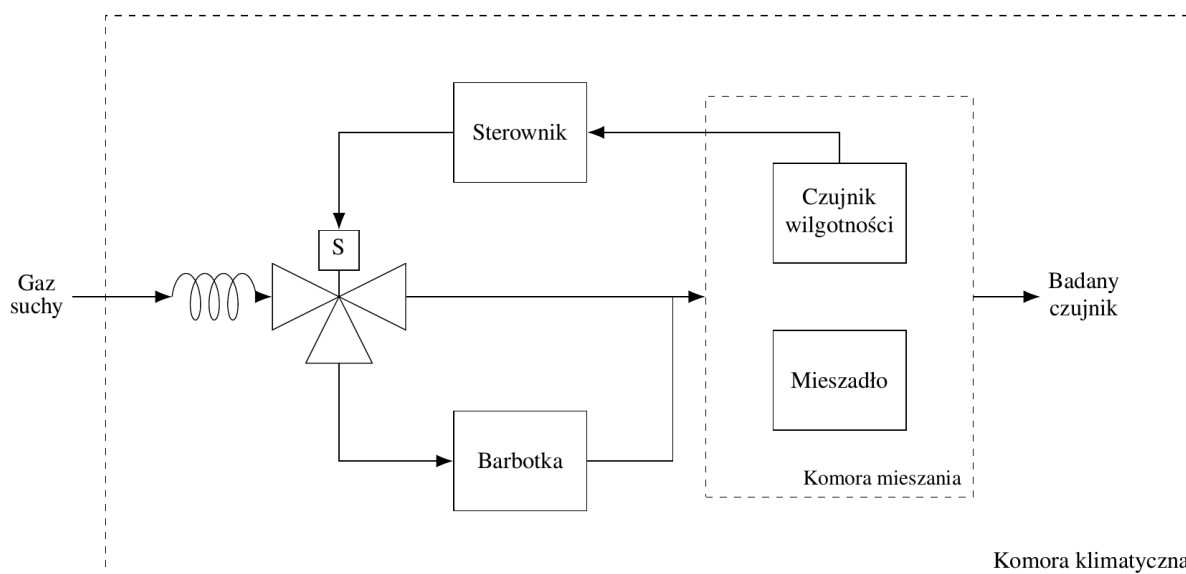
Do kalibracji oraz badania charakterystyki przetwarzania czujnika wykorzystywane jest stanowisko umożliwiające mieszanie gazu testowego z powietrzem w wybranych proporcjach.

Po połączeniu elementów zgodnie z rysunkiem 16.1. regulując przepływy na rotametrach uzyskujemy mieszkankę metanu o żądanym stężeniu, która jest podawana na czujnik, którego napięcie wyjściowe odczytywane jest z użyciem woltomierza.

Drugie stanowisko pozwala na regulację temperatury, w jakiej pracuje czujnik oraz wilgotności doprowadzanego do niego gazu.



Rys. 16.1. Podłączenie układu do badania charakterystyki czujnika
Fig. 16.1. System connection for sensor characteristic testing



Rys. 16.2. Stanowisko do badania wpływu czynników zewnętrznych na czujnik gazu
Fig. 16.2. Station for measuring external influences on gas sensors

Sucha mieszanka gazu trafia na zawór trójdrożny, który w odpowiedniej proporcji kieruje suchy gaz bezpośrednio do komory mieszania lub do płuczki laboratoryjnej, nazywanej także barbotką, gdzie gaz zostaje nawilżony do wysokich wartości wilgotności względnej. Zawór sterowany jest cyfrowym regulatorem ustalającym wilgotność w komorze mieszania, skąd gaz trafia do czujnika. Całość umieszczona jest w komorze klimatycznej, która pozwala regulować temperaturę układu.

16.4. Zagrożenia na stanowisku

Na stanowisku znajduje się butla z mieszaniną 2,5% vol., czyli 40% DGW metanu w powietrzu. W warunkach normalnych może być ona uznana za bezpieczną i niewybuchową, mimo to należy zachować szczególną ostrożność przy obsłudze aparatury, gdyż zmiany temperatury i ciśnienia mogą wpłynąć na wybuchowość mieszanki.

Należy również pamiętać, aby za każdym razem upewnić się, że reduktory nieużywanych w danym momencie butli dostępnych na stanowisku są zakręcone. Z kolei po zakończonym ćwiczeniu sprawdzamy, czy zawory główne wszystkich butli są zakręcone.

Istotne jest, aby wszystkie butle były przymocowane do ściany z użyciem łańcuchów. Przewrócenie się butli może skutkować jej rozszczelnieniem, bądź nawet eksplozją.

16.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

Kalibracja czujnika

Na początku należy wykonać dwupunktową kalibrację dostępnego na stanowisku czujnika. Na czujnik nałożyć przystawkę kalibracyjną, następnie podłączyć do niej wężykiem butlę z gazem obojętnym (powietrze syntetyczne, azot, ewentualnie powietrze atmosferyczne podane z użyciem pompki). Ustabilizować przepływ na poziomie 0,5 l/min, a następnie odczekać około 1 minutę na stabilizację napięcia wyjściowego. Zanotować rezultat.

Do układu podłączyć butlę z mieszaną kalibracyjną powietrza i metanu. Przy tym samym przepływie również odczekać na stabilizację wyjścia mostka, co może zająć do 2 minut. Wynik zanotować.

Na podstawie uzyskanych wartości obliczyć parametry prostej kalibracyjnej czujnika.

Badanie charakterystyki czujnika

W celu zbadania pełnej charakterystyki przetwarzania czujnika należy sprawdzić wartość jego napięcia wyjściowego dla wielu wartości stężenia gazu w jego zakresie

pracy. Ponieważ na stanowisku dostępna jest jedynie mieszanka o stężeniu 40% DGW oraz 0% DGW, inne stężenia uzyskuje się poprzez rozcieńczanie.

W tym celu należy połączyć układ jak na rysunku 16.1. Butlę z mieszanką metanu oraz z gazem obojętnym podłączyć za pośrednictwem rotametrów z zaworami do trójnika, którego wyjście podłącza się do przystawki kalibracyjnej z czujnikiem. W celu uzyskania mieszanki o żądanym stężeniu należy dobrać odpowiedni stosunek przepływów na obu rotametrach. Ponadto w ciągu całego badania należy pamiętać, aby suma przepływów była stała i wynosiła 0,5 l/min. Aby odczytać wartość przepływu z rotometru należy posłużyć się jego charakterystyką zawartą w świadectwie kalibracji dostępnym na stanowisku laboratoryjnym.

Przykład: jeżeli chcemy uzyskać stężenie metanu równe 10% DGW, na wejściu czujnika musimy na rotametrze 1 ustawić 0,375 l/min, a na rotametrze 2 około 0,125 l/min.

W celu zbadania charakterystyki przetwarzania czujnika katalitycznego podajemy na niego mieszankę o stężeniu 0-40% DGW ze skokiem 5% DGW. Po każdej zmianie stężenia należy odczekać na ustabilizowanie się wartości pomiaru. Całą serię powtarzamy dwukrotnie, dla stężeń rosnących i malejących.

Badanie wpływu temperatury i wilgotności

Stanowisko składa się z komory klimatycznej, w której umieszcza się badany czujnik wraz z instalacją do nawilżania gazu. Głównym elementem instalacji nawilżającej jest tzw. barbotka, czyli naczynie laboratoryjne umożliwiające wprowadzenie gazu pod powierzchnię wody, co prowadzi do jego nawilżenia. Gaz może płynąć przez barbotkę lub omijać ją, o czym decyduje ustawienie elektrozaworu. Elektrozawór jest sterowany przez regulator sygnałem PWM na podstawie pomiaru wilgotności w komorze mieszania znajdującej się na końcu układu. Schemat stanowiska przedstawia rysunek 16.2.

Układ z rysunku 16.1 należy podpiąć na wejście układu z rysunku 16.2. Istotne jest, aby odpowiednio długi fragment węża doprowadzającego gaz znalazł się wewnątrz komory, co umożliwi dostosowanie jego temperatury do tej, która panuje w komorze. Barbotkę napełnić wodą do około połowy wysokości. W celu uszczelnienia zwilżyć krawędzie przed zamknięciem.

Trzykrotnie wykonać pomiar referencyjny dla zerowej wilgotności mieszanki, temperatury otoczenia oraz stężeń 0 i 40% DGW. Pomiar powtórzyć dla wilgotności 30% RH oraz 60% RH w temperaturach 0 oraz 50°C.

Zadawanie wilgotności polega na wysłaniu na port szeregowy regulatora dwucyfrowej liczby oznaczającej wymaganą wilgotność w formacie ASCII.

Po zakończonym badaniu wyłączyć wodę z naczynia laboratoryjnego i przepłukać instalację suchym gazem obojętnym.

16.6. Zawartość sprawozdania

1. Równanie przetwarzania badanego czujnika.
2. Prosta uzyskana podczas kalibracji oraz rzeczywista charakterystyka czujnika.
3. Obliczenie i analiza błędów pomiaru. Ocena skuteczności kalibracji dwupunktowej wraz z ewentualną propozycją innej procedury kalibracji.
4. Porównanie charakterystyk czujnika uzyskanych w różnych temperaturach i wilgotnościach.
5. Analiza wpływu temperatury i wilgotności na działanie sensora.

Andrzej KOZYRA

17. PROMIENIOWANIE JONIZUJĄCE

17.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie rodzajów i właściwości promieniowania jonizującego oraz właściwości czujników pozwalających na wykonywanie pomiarów związanych z promieniowaniem jonizującym.

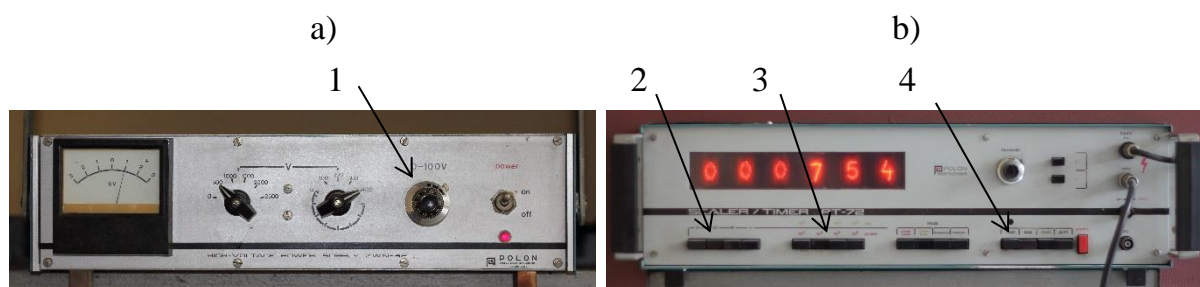
17.2. Pytania kontrolne

1. Wymień najważniejsze rodzaje promieniowania jonizującego.
2. Scharakteryzuj właściwości poszczególnych rodzajów promieniowania.
3. Jakie materiały należy stosować na osłony przed poszczególnymi rodzajami promieniowania?
4. Jakie zjawiska zachodzą w komorze gazowej dla różnych wartości napięcia między elektrodami?
5. Co to jest czas martwy i plateau licznika Geigera-Mullera?

17.3. Opis stanowiska

Stanowisko do badań składa się z zasilacza ZWN-42 o regulowanym napięciu pracy, licznika PT-72 (Rys. 17.1.), sondy G-M oraz domku pomiarowego umożliwiającego wykonywanie eksperymentów z wykorzystaniem źródeł promieniotwórczych za osłoną z pleksi. W czasie ćwiczenia wykorzystywane są zamknięte źródła promieniotwórcze Tl-204. Wszelkie manipulacje ze źródłem promieniowania wykonuje prowadzący ćwiczenie.

Regulując napięciem zasilania sondy można określić napięcie progowe, powyżej którego pojawia się efekt Geigera-Mullera. Możliwe jest określenie nachylenia plateau. Zaleca się, by nie przekraczać wartości napięcia zasilania o 100 V powyżej napięcia progowego. Do pozostałych eksperymentów ustawić napięcie zasilania 40 V powyżej napięcia progowego.



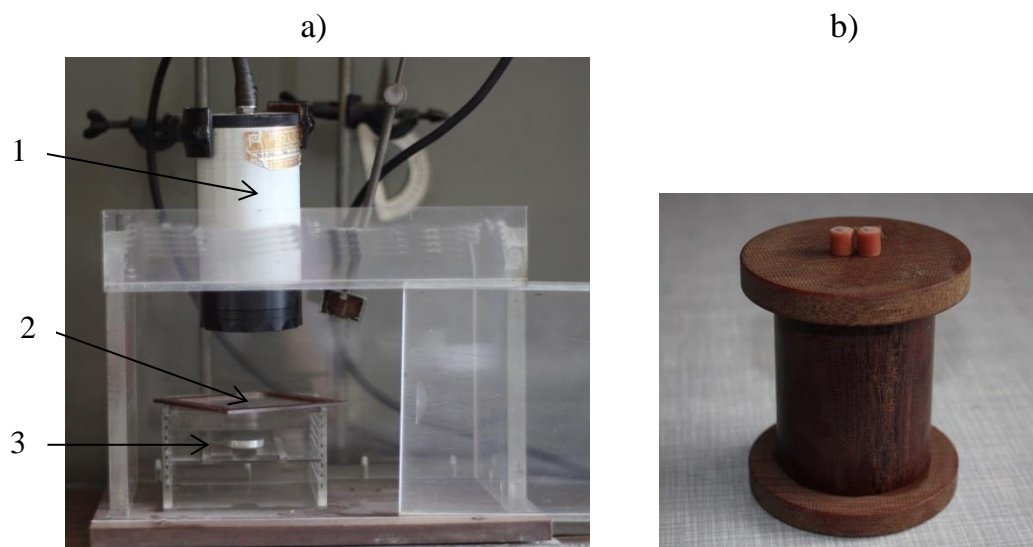
Rys. 17.1. a) Zasilacz ZWN-42, b) licznik PT-72

1 – ustawianie napięcia zasilania, 2 i 3 – ustawianie czasu zliczania, 4 – start pomiarów

Fig. 17.1. a) Power supply ZWN-42, b) counter PT-72

1 – voltage regulation, 2 i 3 – time of measurement setting, 4 – start button

Odpowiednie umieszczenie przez przewodzącego źródła umożliwia wykonywanie pomiarów związanych z absorpcją i rozproszeniem oraz badanie własności sondy licznika G-M (rysunek 17.2a).



Rys. 17.2. a) Domek pomiarowy do pomiarów absorpcji i rozproszenia z sondą G-M b) pojemnik do wyznaczenia wartości czasu martwego 1 – sonda licznika G-M, 2 – badany materiał, 3 – źródło promieniowania

Fig. 17.2. a) Chamber for measuring absorption and dispersion with a G-M probe b) container for dead time determination 1 – G-M counter probe, 2 – sample of material, 3 – source of radiation

Zawsze należy określić wartość szybkości zliczania dla tła promieniowania w danym dniu i od pozostałych wyników odejmować tę wartość. Przy ocenie dokładności należy uwzględniać zakres zmienności promieniowania tła.

W trakcie badania zjawiska absorpcji promieniowania źródło promieniowania znajduje się w dolnym pojemniku, poniżej sondy. Pojemnik zbudowany jest tak, że do sondy dochodzi jedynie promieniowanie poprzez mały otwór. Otwór ten można przesłonić materiałem, dla którego absorbcja jest określana.

Przy badaniu zjawiska rozproszenia promieniowania źródło promieniowania umieszcza się w pojemniku znajdującym się obok i nieco powyżej okienka sondy. W ten sposób do komory licznika dostaje się jedynie promieniowanie odbite od materiału położonego poniżej sondy. Należy tak ustawiać źródło i sondę aby kąt padania promieniowania na materiał był równy kątowi odbicia w kierunku sondy.

Przy pomiarze metodą dwóch źródeł stosowany jest pojemnik na źródło z dwoma otworami, które można przesłaniać (rysunek 17.2b). W ten sposób można zasymulować pomiar dwoma pojedynczymi źródłami z osobna (jeden otwór odsłonięty) i pomiar dwoma źródłami bez zmiany ułożenia geometrycznego źródeł.

17.4. Zagrożenia na stanowisku

Zagrożeniem na stanowisku są to:

1. promieniowanie jonizujące – zagrożenie promieniowaniem jonizującym β , skażeniem izotopem promieniotwórczym Tl-204. Zagadnienie, sposoby ochrony, wykrywanie zostały omówione w ramach ćwiczenia „Pomiary radiometryczne i dozymetryczne”. Ćwiczenie należy wykonywać zgodnie z poleceniami prowadzącego.
2. napięcie elektryczne – sondy liczników G-M są zasilane wysokim napięciem, rzędu 400 V. Są to źródła o dużej rezystancji wewnętrznej, należy zachować szczególną ostrożność przy operowaniu kablami łączącymi zasilacz z sondą G-M.

17.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

Cz.1. Badanie właściwości sondy licznika Geigera-Millera:

1. wyznaczyć charakterystykę napięcie – liczba zliczanych impulsów
2. dobrać napięcia pracy sondy licznika
3. zmierzyć czas martwy metodą dwóch źródeł

Cz.2. Badanie absorpcji promieniowania:

1. wyznaczyć charakterystykę absorpcji w funkcji grubości dla płytek aluminiowych
2. wyznaczyć absorpcję dla płytek z innych materiałów

Cz.3. Badanie zjawiska rozproszenia promieniowania β :

1. wykonać pomiary rozproszenia dla materiałów o znanej liczbie atomowej Z
2. wykonać pomiary rozproszenia dla materiałów wskazanych przez prowadzącego
3. wykonać pomiary dla płytek Al o różnej grubości położonych na płycie Pb

17.6. Zawartość sprawozdania

1. Wykonany wykres zależności liczby impulsów w funkcji napięcia zasilania, określony zakres i nachylenie plateau w %/V.
2. Ocena, jaki wpływ na dokładność pomiarów ma stabilizacja napięcia zasilania np. na poziomie 10%?
3. Obliczony czas martwy sondy licznika metodą dwóch źródeł. Na podstawie odchyłeń standardowych poszczególnych serii oszacowana dokładność pomiaru czasu martwego.
4. Opracowane wyniki badań dla serii pomiarów tła i źródła bez materiału absorbującego promieniowanie – wartości średnie i odchylenia standardowe. We wszystkich analizach odejmować średnią wartość dla tła.
5. Wykonany wykres absorpcji promieniowania w zależności od grubości płytki Al. Absorpcja 0% oznacza, że praktycznie całe promieniowanie z źródła dochodzi do detektora, 100%, że do detektora dociera tylko promieniowanie tła. Skala grubości Al może być logarytmiczna. Na osi rzędnych, oprócz grubości Al umieścić skalę w gęstości powierzchniowej.
6. Oszacowana absorpcja dla płytek z materiałów innych niż Al. Odczytana z wykresu dla Al gęstość powierzchniowa odpowiadająca absorpcji dla ww płytek.
7. Dla płytek, dla których znana jest grubość, określona gęstość materiału. Porównanie otrzymanych wyników z danymi dla tego typu materiałów.
8. Dla płytek, dla których znana jest gęstość, określona grubość płytki.
9. Dla eksperymentu badania rozproszenia promieniowania, wykonany wykres liczby zliczonych impulsów w funkcji \sqrt{Z} .

10. Oszacowany z wykresu Z_z dla badanych materiałów niejednorodnych. Porównanie otrzymanych wyników z zastępczą liczbą atomową pierwiastków wchodzących w skład danego materiału obliczoną z (8).
11. Wykonany wykres zależności liczby impulsów w funkcji grubości płytek Al położonych na płytce Pb (na wykresie umieścić też wynik dla płytki Pb i najgrubszej płytki Al.). Określić, w jakim zakresie możliwe są pomiary grubości warstwy Al na ołowiu.

Andrzej KOZYRA

18. POMIARY RADIOMETRYCZNE I DOZYMETRYCZNE

18.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie zagrożeń związanych z promieniowaniem jonizującym oraz wielkości stosowanych przy ocenie narażenia na promieniowanie jonizujące.

18.2. Pytania kontrolne

1. Wymień najważniejsze rodzaje promieniowania jonizującego.
2. Jak promieniowanie oddziałuje na materię i organizm człowieka?
3. Jakie jednostki stosowane są do oceny narażenia na promieniowanie?
4. Jakie są naturalne źródła promieniowania?
5. Jakie właściwości ma radon?
6. Jakie dawki skuteczne (efektywne) otrzymują osoby w Polsce?
7. Jaką dawkę graniczną można otrzymać pracując w narażeniu na promieniowanie?
8. Jakie są zastosowania promieniowania w przemyśle?

18.3. Opis stanowiska

Na stanowisku przeznaczonym do pomiarów radiometrycznych i dozymetrycznych wykorzystywane są:

1. Radiometr Eko-C (rysunek 18.1b) umożliwiający pomiar promieniowania X i γ o energiach 30 eV do 1,5 MeV, β $E > 100$ keV, α $E > 4$ MeV. Pomiar mocy dawki

w $\mu\text{Sv/h}$ z dokładnością $\pm 15\%$. Przyrząd pozwala na pomiar skażenia powierzchniowego w Bq/cm^2 .

2. Licznik URL-2 (rysunek 18.1a) z sondą Geigera-Mullera SGB-1DW (rysunek 18.1b). Napięcie pracy sondy 390 V. Do sondy dołączone jest źródło kontrolne Co-60 ($T_{1/2}=5,271$ lat). Wg karty badań, w dniu 30.06.1975 r. sonda ta wskazywała dla źródła kontrolnego 3245 imp/min. Podany jest przelicznik na dawkę pochłoniętą $1140 \frac{\text{imp}}{\text{min}} \frac{\text{mR}}{\text{h}}$ ($100 \text{ R} = 1 \text{ Gy}$).

3. Pompa próżniowa z rotametrem – umożliwiała przepompowanie przez filtr określonej objętości powietrza w celu wykrycia izotopów radioaktywnych w powietrzu.

a)



b)



Rys. 18.1. a) Licznik URL-2, b) Liczniki Geigera-Mullera, sonda SGB-1DW z źródłem kontrolnym
Fig. 18.1. a) Counter URL-2, b) Geiger-Muller counters, probe SGB-1DW with control source

18.4. Zagrożenia na stanowisku

Zagrożeniem na stanowisku są:

1. promieniowanie jonizujące – zagrożenie promieniowaniem jonizującym β , skażeniem izotopem promieniotwórczym Tl-204 oraz promieniowaniem γ ze źródła kontrolnego Co-60. Problem zagrożenia, sposoby wykrywania, oceny stopnia zagrożenia i postępowanie jest tematem wykonywanego ćwiczenia.
2. napięcie elektryczne – sondy liczników Geigera-Mullera są zasilane wysokim napięciem, rzędu 400 V, Jest to źródło napięcia o dużej rezystancji wewnętrznej, należy zachować szczególną ostrożność przy operowaniu kablami łączącymi sondę z licznikiem.

18.5. Zadania do wykonania podczas ćwiczeń

Cz.1. Pomiary dla tła i pomiary referencyjne:

1. Za pomocą przyrządu Eko-C wykonać pomiary tła promieniowania w laboratorium (mocy dawki w $\mu\text{Sv/h}$ dla otoczenia oraz czystego filtra w Bq/m^2).
2. Wykonać pomiar tła oraz źródła kontrolnego Co-60 sondą Geigera-Mullera SGB-1DW w imp/s. Na podstawie dokumentacji wykonać obliczenia, ile aktualnie powinna wynosić szybkość zliczania.

Cz.2. Pomiar stężenia promieniotwórczego radonu i produktów rozpadu:

1. Sprawdzić, czy jest założony filtr na wlocie pompy. UWAGA: włączenie pompy bez założonego filtra spowoduje zniszczenie szklanego rotametu.
2. Włączyć rotometr, zanotować czas włączenia, oraz zanotować prędkość przepływu powietrza przez filtr.
3. Po zadanym czasie wyłączyć pompę, wymontować filtr, wykonać pomiar skażenia powierzchniowego filtra za pomocą Eko-C w Bq/cm^2 . Oszacować powierzchnię filtra.

Cz.3. Pomiary radiometryczne:

Dla wybranych przez prowadzącego sytuacji ocenić moc dawki. Przykładowo: określić dawki na ręce i całe ciało osoby wykonującej pomiary absorbcji. W tym celu należy zmierzyć moc dawki na ręce i ciało przy otwartym domku pomiarowym (radiometr ustawić w miejscach, gdzie mogą znajdować się dłonie i ciało w czasie eksperymentów). Następnie dokonać pomiarów przy zamkniętym domku pomiarowym. Ocenić sumaryczny czas, w którym domek pomiarowy jest otwarty. Dla oceny zagrożenia przy zamkniętym domku pomiarowym przyjąć czas trwania całych zajęć (taki sposób szacowania zawyży wyniki, ale jest to dopuszczalne podejście przy ocenie narażenia na promieniowanie).

18.6. Zawartość sprawozdania

1. Opracowane wyniki pomiarów tła (wartości średnie, odchylenia standardowe).
2. Porównanie obliczeń teoretycznych dla źródła kontrolnego dołączonego do sondy i odczytów z licznika. W porównaniu uwzględnić tło i niepewność standardową związaną z odczytami, tłem promieniowania.

3. Oszacowana wartość stężenia promieniotwórczego izotopów w Bq/m³ na podstawie zmierzonych danych dla filtra przed i po pompowaniu oraz objętości przepompowanego powietrza.
4. Oszacowane dawki na ręce i całe ciało dla zadanego przykładu. Porównanie z dawkami granicznymi.
5. Wnioski dotyczące zagrożeń radiologicznych w laboratorium na podstawie przeprowadzonych pomiarów radiometrycznych i dozymetrycznych.

WYDAWNICTWO POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ
ul. Akademicka 5, 44-100 Gliwice
tel. (32) 237-13-81, faks (32) 237-15-02
www.wydawnictwopolitechniki.pl

UIW 48600

Sprzedaż i Marketing
tel. (32) 237-18-48
wydawnictwo_mark@polsl.pl

Sprawy wydawnicze
tel. (32) 237-13-81
wydawnictwo@polsl.pl

Nakł. 300 + 44

Ark. wyd. 17

Ark. druk. 16,125

Papier 80 g

Zam. 119/20



Niniejsza monografia akademicka przeznaczona jest dla studentów szkół wyższych o profilu technicznym. Monografia obejmuje swoim zakresem pomiary wielkości fizycznych i chemicznych w zastosowaniu przemysłowym. Praca została przygotowana przez grupę nauczycieli akademickich, którzy od wielu lat zajmują się pomiarami przemysłowymi oraz metodyka. Doświadczenia zdobyte podczas kształcenia studentów pozwalają na merytoryczną prezentację zagadnień z dziedziny pomiarów oraz praktyki pomiarowej. Ta szeroka wiedza zaowocowała opracowaniem krótkiej monografii obejmującej wybrane zagadnienia spośród wielu stosowanych w przemyśle. Każdy z proponowanych w monografii tematów składa się z dwóch części. W pierwszej zaprezentowano przegląd najpopularniejszych koncepcji stosowanych w przemyśle, skupiając się na różnych typach rozwiązań oraz na źródłach błędów pomiarowych. W części drugiej monografii wskazano sposoby przeprowadzenia badań wybranych czujników i przetworników mających na celu zwrócenie uwagi studentom na ich wybrane aspekty metrologiczne. Spis literatury pozwala na zgłębienie tematu przez osoby zainteresowane danym rodzajem czujników i przetworników pomiarowych.

ISBN 978-83-7880-688-2

Wydawnictwo Politechniki Śląskiej

44-100 Gliwice, ul. Akademicka 5

tel. (32) 237-13-81, faks (32) 237-15-02

www.wydawnictwopolitechniki.pl

Dział Sprzedaży i Reklamy

tel. (32) 237-18-48

e-mail: wydawnictwo_mark@polsl.pl